GU J Sci, Part C, 6(2): 283-293 (2018)



Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi

PART C: TASARIM VE TEKNOLOJÍ



dergipark.gov.tr/http-gujsc-gazi-edu-tr

### Al + % 4,5 Cu Ön Karışımlı Tozların Alaşımlanmasına İsil İşlemlerin Etkisi

### Kübra KÖPRÜLÜ, Nefise MUTLU, Adem KURT, Behçet GÜLENÇ, Yusuf ÖZÇATALBAŞ<sup>\*</sup>

Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, 06500, Beşevler/ANKARA

#### Öz

Makale Bilgisi

Başvuru: 04/10/2017 Düzeltme: 12/01/2018 Kabul: 27/02/2018

#### Anahtar Kelimeler

Al-Cu Toz Metalurjisi Ön Karışımlı Toz Alaşımlama Suni Yaşlandırma

#### Keywords

Al-Cu Powder Metallurgy Pre-mixed Powder Alloying Artificial ageing Bu çalışmada, ağırlıkça % 4,5 Cu ilave edilen Al tozları 45 dakika süreyle karıştırılarak ön karışımlı metal tozları elde edilmiştir. Ön karışımlı tozlar soğuk olarak 20MPa basınçta ön preslendikten sonra 500°C' de 200 MPa basınçta 30 dakika süreyle sıcak preslenmiştir. Sıcak preslenmiş blok numuneler 540°C sıcaklıkta 2, 4, 8, 16, 32 saat süreyle difüzyon tavlamasına tabi tutulmuştur. Toz Metalürjisi yöntemiyle üretilen bu numunelerin metalografik incelemeleri, taramalı elektron mikroskop (SEM/EDS) ve XRD çalışmaları yapılarak Al-Cu difüzyon süreci ve oluşan fazlar araştırılmıştır. Difüzyon tavlaması uygulanan numunelere ardından suni yaşlandırma (T6) ısıl işlemi uygulanmış, metalografik ve mekanik özellikler karakterize edilmiştir. Difüzyon tavlaması süresince, hedeflenen alaşımı oluşturacak oranda bakırın Al matriste difüzyonla çözündüğü belirlenmiştir. Artan difüzyon tavlama süresine rağmen kimyasal kompozisyonda homojenlik sağlanamamakla birlikte, üretilen parçaların ısıl işlem (T<sub>6</sub>) kabiliyetlerinin arttığı görülmüştür. Ayrıca XRD analizlerinde, mikroyapıda  $\alpha$ -Al,  $\theta$  ve  $\eta$  fazlarının oluştuğu belirlenmiştir.

### The Effect of Heat Treatments on Alloying of Pre-mixed Al + 4.5 wt. % Cu Powders

#### Abstract

In this study, 4.5 wt. % Cu powder was added to Al powder and mixed for 45 minutes to produce premixed metal powders. Premixed powders were compacted by cold pressing at 20 MPa. After that these samples were pressed at 500°C under 200 MPa for 30 minutes by hot pressed method. Hot pressed block samples were subjected to diffusion annealing at 540 °C for 2, 4, 8, 16, 32 hours. These samples, produced by powder metallurgy, are used at metallographic and microscopic researches to investigate the diffusion process. During the diffusion annealing, it was determined that significant amount of copper powder particles was dissolved in the Al matrix by diffusion. Diffusion annealing was followed by aging heat treatment, characterized by metallographic and mechanical tests. According to the increasing the annealing time, the homogeneity of the chemical composition is not provided, however the increasing of the heat treatment (T6) capability of the produced parts, and partial porosity which is believed to be due to atomic diffusion, have been observed. Moreover, in the XRD analyses, it was determined that the phases of  $\alpha$ -Al,  $\theta$  and  $\eta$  were formed in the microstructure.

### 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Malzeme üretim yöntemlerindeki gelişmelerle birlikte değişik uygulama alanlarında kullanılmak üzere farklı özelliklerde malzemelerin geliştirilmesi süreci de devam etmektedir. Toz metalurjisi yöntemi de halen gelişme süreci devam eden üretim yöntemlerinden biridir [1-2]. Toz metalurjisi ve parçacıklı malzeme üretim işlemleri, sadece düşük sıcaklıkta ergiyen metallere uygulanan dökümden farklı olarak, hemen hemen her malzemeye uygulanabilir. Toz metalurjisi tekniği ön alaşımlı veya ön karışımlı tozların karıştırılması, preslenmesi ve sinterlenmesi gibi bir dizi prosesi gerektirmektedir [3]. Alüminyum alaşımlarına mikro veya makro boyutta % 20 ye kadar değişen oranlarda Cu, Si, Mg ve Li gibi alaşım elementlerinin ilavesi ile mekanik özellikleri geliştirilebilir [4,5]. Bu konuda üzerinde en çok çalışma

\*İletişim yazarı, e-mail: yusufoz@gazi.edu.tr

yapılan alüminyum alaşımlarından biri de Al-Cu alaşımıdır. Bu alaşımların mekanik özelliklerini geliştirmek için endüstride en yaygın olarak kullanılan ısıl işlem ise yaşlandırma ısıl işlemidir [3]. Toz metalurjisi yöntemiyle parça üretiminde soğuk ya da sıcak presleme teknikleri kullanılabilir. Metal tozlarının sıcak preslenmesiyle (SP) reaktif sinterleme (HPRS), yoğunlaşma ve malzemenin kimyasal reaksiyonun her ikisi de tek adımda gerçekleşir. Soğuk preslenen tozmetal (TM) parçalara göre, nispeten düşük sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süreleri nedeniyle yüksek yoğunluklu parça üretmek için bu teknik ekonomik olabilir [6,7]. Özellikle ön karışımlı tozlar kullanılarak üretilen TM malzemede, toz parçacık boyutları, biçimi, bileşimi ve gözeneklerin morfolojisi gibi özellikler, üretilen TM parçanın mikro yapısını ve dolayısıyla malzemenin performansını etkiler [8-12]. Bu bakımdan, ön karışımlı tozların kullanımında esas problem, mikro segregasyonu minimize edebilecek uygun sıcak presleme ve devamındaki uygun ısıl işlemlerle alaşımlamanın gerçekleştirilmesidir [13-16].

Bu çalışmada ön karışımlı Al-Cu tozlarının sıcak preslenmesiyle, alaşımlı TM malzeme üretilebilirliği, Al-Cu/Cu-Al yayınımı ve T6 ısıl işleminin uygulanabilirliği araştırılmıştır. Ayrıca üretilen tozmetal parçaların fiziksel ve mekanik özelliklerine difüzyon tavlaması işlemlerinin etkileri belirlenmeye çalışılmıştır.

### 2. MALZEME VE DENEYSEL METOD (MATERIAL AND METHOD)

Bu çalışmada gaz atomizasyon yöntemi ile üretilmiş %99,7 saflıkta 160 µm altı Al tozları ile % 99 saflıkta 140 µm altı Cu tozları kullanılmıştır. Al ve ağırlıkça %4,5 Cu karışımı 45 dakika süreyle turbula cihazında karıştırılmıştır. Karışım tozlar 50x30X10 mm<sup>3</sup> lük kalıp boşluğuna alınarak 20 MPa ön basınç uygulanmış ve devamında 500 °C' da 200 MPa basınç altında 30 dk süre ile sıcak preslenmiştir (SP). Bu sayede 10 mm kalınlığında dikdörtgen prizma şeklinde blok numuneler üretilmiştir. Bu numuneler tel erozyon yöntemiyle kesilerek 10 eşit parçaya dilimlenmiş ve 15x10x10 mm<sup>3</sup> kesitli blok numuneler haline getirilmiştir. Bu numunelere Heraus marka kamara tipi fırında, 540 °C sıcaklıkta 2, 4, 8, 16 ve 32 saat süreyle difüzyon tavlaması (DT) uygulanmıştır. Difüzyon tavlamasına tabi tutulan numunelere SFL marka düşey tip tüp fırında, 510 °C sıcaklıkta 40 dakika çözündürme ve devamında su verme işlemi uygulanmıştır. Su verilen numuneler INSTRON marka temper fırınında 160 °C de 12 saat tutularak suni yaşlandırma (T6) işlemi yapılmıştır. Isıl işlem görmüş numuneler mikro yapı incelemesi için Keller's çözeltisinde dağlanarak, LEICA DM 4000M model metal mikroskobu ve Jeol JEM 6060 LV model taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak metalografik muayene ve EDS çalışmaları yapılmıştır. Uygulanan ısıl çevrim Şekil 1' de verilmiştir.



*Şekil 1.* Üretilen TM parçalara uygulanan zaman-sıcaklık çevrimi (Time-temperature cycles applied to produced PM parts).

Üretilen malzemelerin sertlikleri Emco Test Duravision 2000 model sertlik ölçme cihazında, yoğunluk ölçümleri Arşimet prensibine göre yoğunluk kiti kullanılarak 1/10000 gr hassasiyetli Sartorius marka terazide ve faz analizleri ise Bruker D Advanced model XRD cihazında yapılmıştır.

# **3.** DENEYSEL BULGULAR VE DEĞERLENDİRME (EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSION)

#### 3.1. Üretim İşlemlerinin Mikroyapıya Etkisi (Effect of Production Processes on Microstructure)

#### 3.1.1. Sıcak Preslenmiş (SP) Numune Mikroyapısı (Microstructure of Hot Pressed Sample)

Şekil 2'de sıcak presleme ile üretilen TM malzemenin farklı büyütme oranlarında mikroyapısı gösterilmiştir. Mikroyapıda küresele yakın formda ve farklı boyutlarda görülen parçacıklar ön karışımda kullanılan Cu parçacıklarıdır (Cu<sub>p</sub>). Al matris içerisindeki Cu<sub>p</sub>'lerin dağılımında kısmi kümeleşme görülmekle birlikte genel olarak homojen dağılım mevcuttur (Şekil 2a). Ancak sıcak presleme sürecinde Cu<sub>p</sub> 'lerin Al matriste atomik yayınımının tamamen gerçekleşmediği görülmektedir. 500 °C' da 200 MPa basınç altında 30 dk süre ile sıcak preslenme sürecine rağmen özellikle iri Cu parçacıklarındaki atomik yayınım sürecinde oluşan konsantrasyon gradyanlarının farklı renk kontrastlarında olduğu açıkça görülmektedir (Şekil 2b ve 2d de). Bu durum, sıcak presleme sürecinde Al-Cu ve Cu-Al yayınımlarının tamamlanmadığının belirtisi olarak görülebilir [10, 17].



**Şekil 2.** Sıcak preslenmiş ön karışımlı tozun farklı büyütme oranlarındaki mikroyapıları (Microstructures in different magnification ratios of hot pressed premixed powder).

Şekil 2c ve 2d'de matrisi oluşturan Al malzemenin çok değişken farklı tane boyutlarından meydana geldiği görülmektedir. Presleme doğrultusuna dik bakış doğrultusunda belirlenen bu mikroyapıdaki tanelerde presleme ile oluşan deformasyon etkisi görülmemektedir. Bu durum, presleme sürecinde sıcaklığın etkisi ile yeniden kristalleşme ile oluşan tane yapılarını göstermektedir. Tane boyutlarındaki aşırı farklılık ise, başlangıç toz tane boyutlarına, presleme sürecindeki deformasyon oranına veya sıcak işlem parametrelerinin yetersizliğine bağlanabilir.

### **3.1.2.** Difüzyon Tavı Uygulanmış Numunelerin Işık Mikroskobu Mikroyapı Görüntüleri (Optical Microscopy Micrographs of Diffusion Annealed Samples)

Şekil 3'de sıcak presleme sonrası 2, 8, 16 ve 32 saat süre ile 540 °C sıcaklıkta difüzyon tavlaması uygulanmış numunelerin mikroyapıları verilmiştir. Burada, artan difüzyon tav süresi ile birlikte Cu<sub>p</sub> merkezli yayınımı artarken komşu ve yakın parçacıklar arası Al-Cu ve Cu-Al yayınımlarının parçacıklarda birleşme görünümü sergileyen benzer konsantrasyon bölgelerinin oluştuğu söylenebilir (Şekil 3b ve 3c de okla gösterildi).



*Şekil 3.* Difüzyon tavlama süresinin mikroyapıya etkisi (Effect of diffision annealing time on microstructure).

Yine artan difüzyon süresi ile birlikte Al-Cu konsantrasyon farklılığını gösteren yayınım gradyanlarının belirsizleştiği görülmektedir (Şekil 3d). SP işlemi sonrası yayınım konsantrasyon farklılığı difüzyon tavı ile minimize edilmiş ve artan tav süresi ile birlikte Cu merkezli yayınım bölgeleri başlangıçtaki yumrusal

şekilsiz formdan küresel forma dönüşme eğiliminde olduğu Şekil 3d'de görülmektedir. Ayrıca yine SP numunelere göre Al matrisi oluşturan tane boyutları artan difüzyon tavı ile birlikte bölgesel olarak daha iri Al taneleri oluşmuştur. Artan difüzyon ile birlikte, özellikle tane sınırlarında yoğunlaşan koyu renkli ve mikron/mikron altı boyutlardaki fazların artışı dikkat çekmektedir [17]. 16 saatlik DT sonunda daha yoğun görünen bu fazlar (Şekil 3e), 32 saatlik DT sonunda yoğunluğu azalırken tane sınırlarında çubuksu formda ve tane içinde daha küçük boyutlarda mevcuttur (Şekil 3f).

## **3.1.3.** Difüzyon Tavı Uygulanmış Numune Mikroyapılarının SEM Görüntüleri (SEM Micrographs of Diffusion Annealed Samples)

Şekil 4'de farklı sürelerde difüzyon tavı uygulanmış Al-Cu alaşımı malzemelerin mikroyapı SEM resimleri görülmektedir. Şekil 4a' da 2 saatlik difüzyon tavı sonrasında Cu<sub>p</sub> merkezinde bakırca zengin yaklaşık 40 µm çapında bir bölgenin konsantrasyon farklılığı açıkça göstermektedir. Artan diğer DT süreleri için bu etki belirgin değildir. Matrisi yani ana fazı oluşturan  $\alpha$ -Al tane sınırlarında Cu' ca zengin fazı tanımlayan renk tonunda (açık gri) fazların dağılım gösterdiği anlaşılmaktadır [15]. DT süresi arttıkça alfa fazının tane sınırında çökelen bu fazın minimize olduğu veya inceldiği görülebilir (Şekil 4a, 4b ve 4c). Ancak 32 saat DT yapılan malzemede bu çökeltilerin minimize olduğu ve bölgesel bazı yerlerde ise irileştiği görülmektedir (Şekil 4d). Bakırca zengin muhtemel  $\theta$  fazı olarak düşünülen bu faz, bakır parçacık merkezli tanelerin (iri açık gri parçacıkların oluşturduğu yapı) dışında oluşturulan mikroyapının  $\alpha$ + $\theta$  fazından meydana geldiği söylenebilir.



*Şekil 4.* Sıcak preslenmiş ön karışımlı tozun difüzyon tavlamaları sonrası SEM görüntüleri (SEM micrographs of hot pressed premixed powder after diffusion annealing (DA)).

Difüzyon tavlaması süresince Al-Cu ve Cu-Al yayınımını şu şekilde açıklayabiliriz: Difüzyon tavlaması sonrası oluşturulan Al-Cu, Cu-Al yayınımlarını belirleyebilmek için yapılan EDS analiz sonuçları Şekil 5'de verilmiştir. Şekil 5a'da gösterilen 2 saat DT uygulanmış malzemede Cu<sub>p</sub> merkezinde ortalama %52 civarına Cu içeriği belirlenirken, Al matrise yaklaştıkça bu oran % 46'ya düşmektedir. Bu malzemede Cu<sub>p</sub>'deki Al-Cu konsantrasyon farklılığı belirgindir. Matriste ise % Cu oranı 5,5-6 civarındadır. Sekiz saat DT sonrası oluşan bakır parçacık merkezli yayınımda Al-Cu konsantrasyonu sırasıyla ortalama %59 ve %41oranında görünmektedir. Bu nunla birlikte parçacık merkezinde Cu oranı yüksek, çevrede azalma eğiliminde olduğu belirlenmiştir. Bu durum, tavlama süresinden bağımsız olarak ve kısmen oranlardaki

değişkenlikle birlikte farklı difüzyon tavı uygulanmış tüm malzemeler için geçerlidir (Şekil 5b, 5c ve 5d) ve parçacıklardaki ortalama Cu oranı %42 civarındadır. Bu durumda, 32 saate kadar arttırılan difüzyon tavlamasına rağmen Cu<sub>p</sub>'lerin Al matris içinde yayınımı ile homojen bir kimyasal kompozisyon sağlanamamış ve Cu parçacıklarının Al-Cu oranları yaklaşık % 57 Al - % 43 Cu olarak kalmıştır. Neredeyse 2 saat DT sonrası sağlanan bu oran, arttırılan süreye rağmen belirgin bir değişim göstermemiştir. Cu parçacıklarını azalan konsantrasyon farkı parçacık içi yayınım akısını minimize ederken,  $\alpha$ -Al matrisin DT sıcaklığında çözebileceği Cu oranının sınırlı olması (< % 5,3 Cu) arttırılan DT süresine rağmen Cu<sub>p</sub> / Al matris arası yayınımı da minimize etmiştir. Şekil 5c ve 5d'de verilen 16 ve 32 saat DT uygulanmış malzemelerin mikroyapılarında  $\alpha$ -Al fazını temsil eden koyu gri tondaki matris fazında ise ortalama Cu oranı %4 civarındadır. Genellikle alfa alüminyum tane sınırlarında çökeldiği görülen ve açık gri renkle tanımlanan fazın ise, DT süreci sonrasında  $\alpha$ -Al fazının çözebileceği Cu oranı fazlasının tane sınırlarında yoğunlaştığı ve ağırlıkça yaklaşık %7-8 Cu oranına sahip olduğu görülmektedir (Şekil 5d).



*Şekil 5.* DT işlemlerinin Al ve Cu yayınımına etkisi (Effect of DA on diffusion of Al and Cu).

Genel olarak uygulanan sıcak presleme ve yayınım tavlaması sonrası oluşan mikroyapılarda iki temel faz oluşma ihtimali görünmektedir. Bunlardan ilki, gerek presleme ve gerekse difüzyon tav sıcaklıklarına bağlı olarak çözünen %4 civarındaki Cu oranı dikkate alındığında matris fazını oluşturan  $\alpha$ -Al fazıdır. Diğer bir faz ise, ön karışım içinde bulunan Cu parçacıklarında meydana gelen Al-Cu ve Cu-Al yayınımlarının konsantrasyon gradyanının minimize olmasıyla meydana gelen fazdır. Bu faz, ağırlıkça yaklaşık %57 Al ve %43 Cu içermektedir. Başlangıçta %99,7 Cu içeren parçacıklarda oluşan bu konsantrasyon ve katı çözelti oranı mevcut fazların ötektik üstü oranda Cu içeren (> % 33C u) ve ağırlıklı  $\theta$  fazı oluşturma ihtimalini arttırmaktadır. Benzer şekilde matriste  $\alpha$ -Al tane sınırında % 5,3 den fazla Cu içeren katı çözelti oranındaki yapıların ise ötektik altı Cu konsantrasyonuna sahip ve en az oranda  $\theta$  fazı oluşması beklenir [15,17]. Gerek sıcak presleme sürecinde ve gerekse 32 saate kadar 540 °C sıcaklıkta yapılan difüzyon tavlamasına rağmen tüm yapıda % 4,5 Cu oranı sağlanamamıştır. Ağırlıkça %4,5 Cu içeriği ile karıştırılan Al-Cu toz karışımının tüm yapıda sağlanabilmesi için ısıl işlem süresinin çok daha fazla arttırılması gerekmektedir. Zira, Cu parçacıklarının iriliği sebebiyle, parçacık içinde sağlanan konsantrasyon dengesi Al matrise Cu yayınım akısını düşürür. Bu durumda segregasyonu minimize etmek ve homojen mikroyapı dağılımını sağlamak için çok daha fazla süreye ihtiyaç vardır [17,18].

# **3.1.4.** Yaşlandırma Isıl İşlemi Sonrası Işık Mikroskobu Mikroyapı Görüntüleri (Optical Microscopy Micrographs of Aged Samples)

Farklı sürelerde DT uygulandıktan sonra ağırlıkça % 4,5 Cu oranında alaşımlandığı varsayımı ile 510 °C'de yapılan çözündürme ve akabinde 160 °C'de 12 saat suni yaşlandırma işlemi sonrası oluşan mikroyapılar Şekil 6'da verilmiştir.



*Şekil 6.* Farklı sürelerde difüzyon tavlaması uygulanmış numunelerin T6 ısıl işlemi sonrası mikroyapıları (Microstructures of T6 heat treatted samples after different diffusion annealing times).

Şekil 3'de verilen mikroyapılarla kıyaslandığında, Cu parçacıkların morfolojilerinde belirgin bir değişiklik olmadığı görülmektedir (Şekil 6a, 6b, 6c ve 6d). Hatta 2 saat DT uygulanan numunelerde T6 işlemi sonrası Cu konsantrasyon gradyanlarındaki belirginlik devam etmektedir (Şekil 6a). Bununla birlikte  $\alpha$ -Al matriste koyu renkli, özellikle tane sınırlarında yoğunlaşmış olarak gözüken parçacıkların T6 işlemi sonrası minimize olduğu belirlenmiştir (Şekil 6e ve 6f).

# 3.1.5. Yaşlandırma Isıl İşlemi Sonrası SEM Mikroyapı Görüntüleri (SEM Micrographs of Aged Samples)

Şekil 7'de, aynı numunelerin SEM incelemelerinde, DT sonrası Al matris de var olan ve Cu'ca zengin parçacıkların minimize olduğu görülmektedir. Özellikle 16 saatlik DT uygulamasında belirgin olan ve 2 saatlik DT ile morfolojisi irileşen ve seyrekleşen parçacıklar, T6 işlemi sonrası mikroyapıda görülmemektedir (Şekil 7b ve 7c). Bununla birlikte, DT sonrası Cu parçacıklarda genellikle % 43 civarında olan Cu konsantrasyonlarının artarak %52'nin üzerine çıktığı görülmektedir. Al matristeki

ortalama Cu yoğunluğu ise ağırlıkça yaklaşık %5 civarındadır. T6 çözündürme işlemi sırasında Al matriste ve tane sınırlarında bulunan Cu'ca zengin parçacıkların matris içinde çözündüğü ve bu şekilde minimize olduğu söylenebilir (Şekil 7d, 7e, 7f) [11,12].



*Şekil 7.* T6 Isıl işlemi uygulanmış numunelerin SEM görüntüleri ve EDS analizleri (SEM micrographs and EDS results of samples after T6 heat treatment).

**3.2.** Uygulanan İşlemlerin Numunelerdeki Faz Dönüşümüne Etkisi (Effect of Production Process on Phase Transformation in Samples)

Sıcak preslenmiş ve ısıl işlem uygulanmış numunelerde oluşan fazları belirlemek amaçlı yapılan XRD analiz sonuçları Şekil 8'de verilmiştir. Sıcak presleme sürecinde bile, oranları düşük olsa da, bir miktar CuAl<sub>2</sub> intermetalik bileşiklerin oluştuğu XRD sonucundan görülmektedir. Sekiz saatlik DT sonrasında uygulanan T6 işlemi sonrasında ise bu fazın oranının belirgin miktarda arttığı  $\theta$  fazının şiddetinden anlaşılmaktadır. Ancak artan difüzyon tav süresi sonrası (32saat) uygulanan T6 işlemi ile CuAl<sub>2</sub> pik şiddetlerinin kısmen azaldığı belirlenmiştir. Ayrıca yapıda belirlenen bir diğer fazın pikleri ise karasız eta ( $\eta$ ) fazı intermetaliğidir. Difüzyon tav süresinin bir etkisi belirlenmemiştir.



*Şekil 8.* Sıcak preslenmiş ve difüzyon tavı ardından yaşlandırma (T6) ısıl işlemi uygulanmış numunelerin XRD analiz sonuçları (Results of XRD analysis of samples hot pressed, diffusion annealed and than T6 aged).

Şekil 7d, 7e ve 7f de gösterilen T6 işlemi uygulanmış mikroyapıdaki Cu'ca zengin parçacıklarında belirlenen ve ağırlıkça %50 den fazla Cu içeriği olan bölgelerde bu fazın oluşma ihtimali yüksektir. Bu fazın özellikle T6 işlemi sonrası ortaya çıkması, Cu'ca zengin parçacıklarındaki Cu oranın T6 işlemi sonrası artmasına bağlanabilir. Zira, sadece difüzyon tavı uygulanmış numunelerde Cu oranı en fazla % 45 civarındadır (Şekil 5). Bu durumun, difüzyon tavlamasından (540°C) daha düşük sıcaklıkta (510 °C) çözeltiye alma ısıl işlemi uygulanması sırasında  $\alpha$ -Al matriste çözünemeyen Cu'ın tekrar Cu'ca zengin parçacıklara yayınımı ile meydana geldiği söylenebilir.

## **3.3.** Uygulanan İşlemlerin Numune Yoğunluklarına ve Sertliklerine Etkisi (Effect of Production Process on Density and Hardness of Samples)

Farklı proseslerle üretilen malzemelerin yoğunlukları yaklaşık %98,7-%99,9 aralığında değişmektedir. En yüksek yoğunluk sıcak presleme sonrası üretilen malzemede belirlenmiştir. Isıl işlemlerin bu özelliği belirgin olarak değiştirmediği görülmüştür. Ancak mikroyapı incelemelerinde, yoğunluk değişimine sebep olabilecek gözeneklilik durumu belirlenmiştir. Bu gözeneklerin özellikle uzun süreli difüzyon tavı uygulanmış numunelerdeki Cu parçacığı içinde ve/veya konsantrasyon gradyanlarının yüksek olduğu bölgelerde ve Cu/Al arayüzeylerinde olduğu gözlenmiştir [10,14].

Sıcak preslenmiş, devamında farklı sürelerde difüzyon tavı uygulanmış ve T6 ısıl işlemi uygulanmış olan numunelerin sertlik değişimleri Şekil 9'da verilmiştir. Sıcak preslenmiş numunelerin sertliği 48 VSD

civarındadır. 2 saatlik difüzyon tavlaması sonrası sertlik yaklaşık 76 VSD'ne yükselmiş ve 32 saate kadar uygulanan tavlama işleminin sertlik artışına belirgin bir etkisi olmamıştır. Ancak, T6 ısıl işlemi sonrası en yüksek sertlik 32 saat difüzyon tavı uygulanmış numunede elde edilmiştir. Bu malzemenin sertliği 130 VSD'nin üzerindedir. Bu durum, artan tavlama süresiyle Al içinde homojen çözünen Cu oranının artmasına bağlanabilir. Bununla birlikte 4 saat tavlanan numunenin sertliği de 120 VSD üzerindedir. Dolayısıyla uzun süreli difüzyon tav işleminin sertliği önemli oranda arttırdığı söylenemez.



*Şekil 9.* Difüzyon tavlaması ve yaşlandırma işlemlerinin numune sertliğine etkisi (Effect of diffusion annealing and ageing treatments on hardnes of samples)

### 4. SONUÇ

Al + % 4,5 Cu ön karışımlı tozların sıcak preslenmesiyle üretilmiş numunelere aynı sıcaklıkta farklı sürelerde difüzyon tavlaması ve ardından yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmıştır. Elde edilen bulgulara göre; ağırlıkça % 4,5 Cu ihtiva eden ön karışımlı Al tozlarından homojen kimyasal kompozisyonda, alaşım malzeme elde edilememiştir. Alaşımlama için kullanılan Cu tozlarının iriliği (<140µm) Al matriste homojen Cu yayınımına engel olmuştur. Zira, her bir Cu parçacığında Al-Cu konsantrasyonu 32 saatlik difüzyon tavına rağmen yaklaşık % 57 Al - % 43 Cu oranında kalmıştır. Belirli bir difüzyon tavı sonrasında Cu parçacıklarındaki Al-Cu konsantrasyon gradyanının minimize olması ve Al matriste DT sıcaklığında çözünen Cu oranındaki sınırlama, Cu'ın matrise homojen yayınımına engel olmuştur. Genel olarak  $\alpha$ -Al matriste ağırlıkça yaklaşık % 4 Cu oranında çözünmüş bakır içeriği belirlenmiştir. Alfa fazı tane sınırlarında ise kompozisyonu % 5,52 den fazla Cu içeren (yaklaşık %7 Cu) fazlar belirlenmiştir. Bu fazların ötektik öncesi Cu içerikli  $\theta$  fazı olduğu düşünülmüştür.

XRD sonuçları, sıcak presleme süreci sonrasında dahi CuAl<sub>2</sub> fazının oluştuğunu göstermiştir. Difüzyon tavı sonrası T6 ısıl işlemi uygulanan malzemelerde bu faz oranı belirgin miktarda artmıştır. Ancak, artan DT süresi  $\theta$  fazını belirgin oranda arttırmamıştır. Bununla birlikte, T6 ısıl işlemi uygulanan malzemelerde kısmen eta ( $\eta$ ) fazının varlığı belirlenmiştir.

Al - % 4,5 Cu ön karışımlı tozlardan sıcak presleme ile üretilmiş numunenin sertlik sonuçlarına bakıldığında, difüzyon tavlaması ve devamında suni yaşlandırma (T6) ile önemli sertlik artışları gözlenmiştir. Maksimum sertlik 32 saat difüzyon tavlaması uygulanan numunede 130 VSD olarak belirlenmiştir. Sıcak presleme ile üretilen numunelerde %99,9'a ulaşan yoğunluk oranlarına rastlanmıştır. Uygulanan difüzyon tavlama işlemleri ve süresi yoğunlukta belirgin bir değişim meydana getirmemiştir.

#### KAYNAKLAR

[1] Ateş, E. A., "Toz metalurjisi ile üretilen AA 2014- Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> sistemlerine yaşlandırma ısıl işleminin uygulanması ve mikroyapısal özelliklerin araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, G.Ü.F.B.E., Eylül, (2012).

[2] German, R. M., "Toz metalurjisi ve parçacıklı malzeme işlemleri", Süleyman Sarıtaş, Mehmet Türker, Nuri Durlu, Ankara, (2007).

[3] Bedir, F., "Characteristic Properties of Al–Cu–SiC and Al–Cu–B<sub>4</sub>C Composites Produced by Hot Pressing Method Under Nitrogen Atmosphere", Materials and Design, Vol. 28, pp. 1238–1244, (2007).

[4] Hirosawa, S., Sato, T., Kamio, A., Flower, H. M., "Classification of the role of microalloying elements in phase decomposition of Al based alloys", Acta Mater, Vol. 48, pp. 1797–806, (2000).

[5] Bishop, D. P., Cahoon, J. R., Chaturvedi, MC., Kipouros, GJ., Caley, WF., "On enhancing the mechanical properties of aluminium P/M alloys", Mater Sci Eng, A290, pp. 16–24, (2000).

[6] Veljovic, D., Jokic, B., Petrovic, R., Palcevskis, E., Dindune, A., Mihailescu, I. N., Janackovic, D., "Processing of dense nanostructured HAP ceramics by sintering and hot pressing", Ceramics International, Vol. 35, pp. 1407–1413, (2009).

[7] Huang, L. J., Geng, L., Li, A. B., Yang, F. Y., Peng, H. X., "In situ TiBw/Ti–6Al– 4V composites with novel reinforcement architecture fabricated by reaction hot pressing", Scripta Materialia, Vol. 60, pp. 996–999, (2009).

[8] Mondal, A., Upadhyaya, A., "Microwave and Conventional Sintering of Premixed and Prealloyed Tungsten Heavy Alloys", Materials Science and Technology (MS&T), October 5-9, (2008).

[9] Rong, L., Hongqiang, R., Kai, G., Di, T., "Research on Preparation of Zr(OH)JB<sub>4</sub>C Composite Powder by Different Processes", Journal of Rare Earths Vo1. 25, p.340, (2007).

[10] Ekici, E., Gülesin, M., ve Özçatalbaş, Y., "Ön Karıştırılmış ve Sıcak Preslenmiş Al-Cu Alaşımı Toz Metal Parçalarda Kirkendall Etkisi ve Fiziksel Özelliklerinin Araştırılması", 456-460, 6. Uluslar arası Toz Metalurjisi Konferansı ve Sergisi, 05-09 Ekim 2011, ODTÜ, Ankara.

[11] Çelik, M., Türker, M., "Al-Cu esaslı tozlardan toz metalurjisi yöntemi ile malzeme üretimi ve yaşlandırma tavrının incelenmesi", Politeknik Dergisi, 8 (3): 275-279 (2015).

[12] Xue, P., Xiao, B. L., Ma, Z. Y., "Effect of interfacial microstructure evolution on mechanical properties and fracture behavior of friction stir-welded Al-Cu joints", The minerals metals &materials society and ASM international, (2015).

[13] Liu, W., Cui, J. Z., "The kirkendall effect of the Al-Cu couple with an electric field", Journal of materials science letters, 16:930-932, (1997).

[14] Guang, M. L., Yan, L. L., Ting, T. H., Zheng, C., "Phase field crystal study on the grain boundary porosity induced by the Kirkendall effect", Modelling and simulation in materials science and engineering, 24, (2016).

[15] Gökçe, A., Findik, F., Kurt, A. O., "Effects of Sintering Temperature and Time on the Properties of Al-Cu PM Alloy", Pract. Metallogr. 54, 8 (2017).

[16] Gökçe, A., Findik, F., Kurt, A. O., "Sintering and aging behaviours of Al4CuXMg PM alloy", Canadian Metallurgical Quarterly VOL 55 NO 4, (2016).

[17] Mutlu, N., Kurt, A., Özçatalbaş, Y., "Ön Karışımlı Al+%4,5Cu Tozlarının Alaşımlanması ve T6 Isıl İşleminin Uygulanabilirliği", 4th International conference on materials science and nanotechnology for next generation (MSNG2017), June 28-30, 2017, Sarajevo, BOSNIA

[18] Şahin, T., Delibalta, C. G., Özçatalbaş, Y., "Sıcak Presleme ile Üretilen T/M Parçaların Fiziksel Özelliklerine Sıkıştırma Basıncı ve Yağlayıcı Giderme Parametrelerinin Etkisi", 2nd International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia (IMSTEC'17), October 11-13, 2017, Nevsehir, Turkey