

Kontrollü Doğrusal Katılaştırılan Al-Cu Alaşımının Mikroyapısı, Mekanik ve Elektriksel Özelliklerinin Katılaştırma Hızına Bağlı Değişimi

Variations with Growth Rate of the Microstructural, Mechanical and Electrical Properties of Directionally Solidified the Al-Cu Alloy

Sevda ENGİN^{*1,a}, Uğur BÜYÜK^{2,b}

¹Dumlupınar Üniversitesi, Simav Teknoloji Fakültesi, Enerji Sistemleri Mühendisliği, 43500, Simav, Kütahya

²Erciyes Üniversitesi, Eğitim Fakültesi, Matematik ve Fen Bilimleri Eğitimi Bölümü, 38039, Kayseri

• Geliş tarihi / Received: 08.11.2017 • Düzeltilerek geliş tarihi / Received in revised form: 18.01.2018 • Kabul tarihi / Accepted: 25.01.2018

Öz

Al-Cu alaşımı temel alaşımlar içinde tanımlanması nedeniyle endüstride oldukça fazla kullanım alanı bulmasına rağmen elde edilen alaşımın kontrolsüz döküm hali her zaman istenilen özellik ve performansa sahip değildir. İstenilen özellik ve performansta üretim için katılaştırma koşulları değiştirilir ve bu değişime bağlı olarak elde edilen sonuçların değerlendirilmesi yapılır. Katılaştırma koşullarından katılaştırma hızının etkisi ile mikroyapı özelliklerinin değişimi; malzemelerin mekanik, elektriksel ve ısısal özelliklerini de etkilediği bilinmektedir. Bu nedenle mikroyapı değerlendirmesinin en doğru şekilde yapılabileceği ötektik Al-%33ağ. Cu bileşeninin faz diyagramı yardımıyla belirlenmesinden sonra Bridgman tipi fırın vasıtasıyla sabit sıcaklık gradyenti ($G = 8.50$ K/mm) ve beş farklı katılaştırma hızında ($V = 8.25-164.80$ $\mu\text{m/s}$) kontrollü doğrusal katılaştırma deneyleri yapılmıştır. Böylece katılaştırma hızının mikroyapı üzerine etkisi ve mikroyapıdaki değişimin etkisiyle mekanik özelliklerden mikrosertlik, çekme-dayanım ve elektriksel özdirenç değerlerinin değişimi araştırılmıştır. Mikroyapı, katılaştırma hızı, mikrosertlik, çekme-dayanım ve elektriksel özdirenç değerleri arasındaki ilişkileri ortaya koyabilmek için lineer regresyon analizi ve Hall-Petch tipi bağlantılar kullanılmıştır. Ayrıca elde edilen sonuçlar benzer deneysel sonuçlarla kıyaslanmıştır.

Anahtar kelimeler: Alüminyum alaşımları, Çekme-dayanım, Elektriksel özdirenç, Kontrollü doğrusal katılaştırma, Mikrosertlik, Mikroyapı

Abstract

Although it has a lot of usage area in the industry because the Al-Cu alloy is defined among the base alloys, the uncontrolled solidified casting of this alloy does not always have the desired properties and performance. For the production of Al-Cu alloys with superior properties, the solidification parameters known as the solidification rate, temperature gradient and composition ratio are changed and the results of this change are evaluated. It is known that changing the properties of the microstructure by growth rate affects the mechanical, electrical and thermal properties of the materials. For this reason, Al-%33 wt. Cu eutectic composition to carrying out correctly microstructure evaluation was prepared, then controlled solidification experiments were carried out by a Bridgman type furnace at a constant temperature gradient ($G = 8.50$ K/mm) and at five different growth ratios ($V = 8.25-164.80$ $\mu\text{m/s}$). Thus, the effect of the growth rate on the microstructure was investigated and values of microhardness, tensile strength and electrical resistivity were investigated with the effect of change in the microstructure. Both linear regression analysis and Hall-Petch type correlations were used to determine the relationship between microstructure, microhardness, tensile strength and electrical resistivity values. The results obtained in this work were compared with the previous similar experimental results.

Keywords: Aluminum alloys, Tensile-strength, Electrical resistivity, Controlled directionally solidification, Microhardness, Microstructure

*^a Sevda ENGİN; sevda.engin@dpu.edu.tr; Tel: (0274) 513 79 17/1058; orcid.org/0000-0001-8746-8770

^b orcid.org/0000-0002-6830-8349

1. Giriş

Malzemeyi oluşturan alaşım elementleri ve buna bağlı olarak elde edilen mikroyapı, malzeme bilimi ve mühendisliğinin merkezinde yer alıp malzeme işleme ve performansı arasındaki stratejik bağı oluşturmaktadır (Boettinger vd., 2000; Jones, 2005). Bu nedenle malzemelerin işlenmesi sürecinde meydana gelebilecek mikroyapısal hataları en alt seviyelere indirmek ve yüksek performansa sahip malzeme üretimini gerçekleştirebilmek için malzemelerin mikroyapısını kontrol etmek her geçen gün daha da önemli hale gelmektedir. Mikroyapı konusunda elde edilen bilimsel veriler yardımıyla malzemelerin özelliklerini ve performansını tahmin edebileceğimiz, simülasyonlar ve teorik modeller geliştirilmektedir. Ayrıca uygun veri tabanları sayesinde özel uygulamalar için mikroyapı şartlarının ve buna bağlı olarak performansın önceden belirlenmesiyle de endüstride zaman ve maliyet kazanımı sağlanmaktadır. (Hecht vd., 2004).

Malzemelerin mikroyapısını en çok etkileyen hususlar ise malzemelerin üretildiği bileşim (C_o) ve katılaştırma sürecidir (Hecht vd., 2004). Katılaştırma, malzemenin bileşiminin (C_o), sıcaklık gradyentinin (G) ve katılaştırma hızının (V) birbirinden bağımsız olarak kontrol edilebildiği süreçtir. Katılaştırma parametrelerine (C_o , G , V) bağlı olarak, malzemelerin mikroyapı değerleri (ötektik mesafe, lameller arası mesafe veya lamelsel mesafe, dendiritler arası mesafe) ve buna bağlı olarak da malzemelerin mekanik, elektriksel ve ısıl özellikleri değişmektedir (Engin, 2013).

Katılaştırma parametrelerinin malzemenin mikroyapısı üzerindeki etkin sonucunu belirlemek amacıyla birçok araştırmacı tarafından çeşitli deneysel çalışmalar yapılmıştır ve yapılmaya devam etmektedir (Engin, 2013; Min vd., 2015; Miller ve Pollock, 2014; Du vd., 2014; Li vd., 2006; Paliwal ve Jung, 2013; Walker vd., 2007; Kaya vd., 2009; Jones, 2005; Çadırılı vd., 1999; Li vd., 2007). Bu çalışmaların pek çoğunda sıcaklık gradyentinin veya katılaştırma hızının birbirinden bağımsız olarak kontrol edilebilmesi nedeniyle *Bridgman Tipi Katılaştırma Fırını* kullanılmaktadır (Engin 2013, Min vd., 2015; Miller ve Pollock, 2014; Du vd., 2014; Li vd., 2006; Paliwal ve Jung, 2013; Walker vd., 2007; Kaya vd., 2009; Jones 2005; Çadırılı vd., 1999; Li vd., 2007).

Bu yöntem, özellikle otomotiv ve uçak sanayinde kullanılan metalik alaşımlar için, istenilen

bileşimlerde hazırlanan numunelerde değişken sıcaklık gradyentinde ve katılaştırma hızlarında kontrollü katılaştırma yapılarak alaşımların mikroyapısına bağlı olarak mekanik özelliklerindeki değişimi inceleyebileceğimiz güvenilir yöntemlerden biridir.

Alüminyum ve alüminyum alaşımları, özgül ağırlığının düşük olması, elektriği ve ısıyı iyi iletmesi ve kolay biçimlendirilebilirlik gibi özelliklerinden dolayı günümüz endüstrisinde son yıllarda artan kullanım alanına sahip malzemeler konumuna gelmişlerdir. Alüminyum ve alüminyum alaşımları için her geçen gün yeni kullanım alanları açılmakta olup bu kullanım alanları; ev eşyalarından uzay teknolojisine kadar geniş bir alana yayılmıştır. Bununla birlikte saf alüminyum ve alüminyum alaşımlarının düşük mukavemeti ve kararsız mekanik özellikleri gibi problemleri de baş göstermektedir (Rana vd., 2012).

Bu çalışmada, bu tür problemlerin üstesinden gelebilmek için, mekanik, fiziksel ve tribolojik kombinasyonlarından dolayı endüstride temel alaşımlar arasında kabul edilen Al-Cu alaşımı (Jones 2005; Çadırılı vd., 1999; Li vd., 2007; Rana vd., 2012; Das vd., 2008) seçilerek Bridgman tipi fırın vasıtasıyla sabit sıcaklık gradyentinde beş farklı hızda kontrollü doğrusal katılaştırılma deneyleri yapılmıştır. Özellikle Al-Cu alaşımı mukavemetinin iyi olması nedeniyle otomotiv sanayinde gövde elemanı olarak kullanılır ve alüminyum içine katılan bakır elementi alaşımı gevrekleştirmeden dayanımını artırdığı için yine otomotiv sanayinde zora dayanıklı parçaların yapımında tercih edilmektedir. Bu nedenle bu çalışma kapsamında Al-Cu alaşımının mekanik özelliklerinin ve elektriksel özdirenç değerinin katılaştırma koşullarına bağlılığını net bir şekilde belirleyebilmek için ötektik kompozisyon tercih edilmiştir. Çünkü ötektik alaşım, alaşımı oluşturan elementlerin erime noktasından daha düşük erime sıcaklığına sahip olup, bu bileşimde alaşımın akıcılığının çok yüksek olmasının yanı sıra, tek bir sıvı fazdan iki ayrı faz elde edilmesi nedeniyle endüstriyel uygulama alanlarına sahiptir ve mikroyapının en düzenli bulunduğu durumdadır. Yapılan deneyler neticesinde Al-%33ağ. Cu ötektik alaşımının mikroyapı (λ), mikrosertlik (HV), çekme dayanım (σ_{uts}) ve elektriksel özdirenç (ρ) değerlerinin katılaştırma hızına bağlı olarak değişimi bir bütün halinde belirlenmiştir. Ayrıca deneysel veriler arasındaki ilişki hem lineer regresyon analizi kullanılarak hem de Hall-Petch tipi bağıntılarla ortaya çıkarılmış ve benzer deneysel çalışmalarla kıyaslanmıştır.

2. Deneysel Süreç

2.1. Alaşımın Hazırlanması Doğrusal Katılaştırma ve Metalografi

Faz diyagramından elde edilen Al-%33ağ.Cu ötektik bileşimi için stokiyometrik hesaplamalar yapılarak elementlerin miktarları belirlendi. Miktarı belirlenen %99.99 saflıklardaki alüminyum ve bakır elementleri hassas terazi ile tartıldıktan sonra sırayla vakumlu eritme fırını içindeki grafit potaya yerleştirildi. Fırın içinde alüminyum ve bakır elementlerinin vakumlanarak oksitlenmeden eritilmesi sağlandıktan sonra belirli aralıklarla grafit çubuk yardımıyla karıştırılarak alaşımın homojen hale gelmesi sağlandı. Döküm fırını içindeki grafiten yapılmış 200 mm uzunluğunda 4 mm iç çapa ve 6.35 mm dış çapa sahip 10 adet silindir şeklindeki numune kalıpları içine homojen hale getirilen alaşımın dökümü yapıldı. Döküm fırını yardımıyla eriyik haldeki alaşımın özel numune kalıpları içerisine dökümünün yapılması ve alaşımın kalıpların içerisinde alttan üste doğru kontrolsüz katılaştırılarak numune kalıbının içinde hava boşluğu kalmasına izin verilmeden tamamen doldurulması sağlandı. Hazırlanan numune kalıplarının her biri sabit sıcaklık gradyentinde ($G = 8.50 \text{ K/mm}$) beş farklı katılaştırma hızında ($V = 8.25\text{-}164.80 \text{ } \mu\text{m/s}$) tek yönlü kontrollü katılaştırılmak üzere Şekil 1'de şematik gösterimi verilen Bridgman tipi fırın içine yerleştirildi. Bridgman tipi fırın içindeki numune üzerinde sabit sıcaklık gradyentini sağlayabilmek için yeterli süre beklenildikten sonra kontrollü katılaştırmayı gerçekleştirmek üzere sekronize motorlar vasıtasıyla her bir numune ayrı ayrı Şekil 1b'de tanımlanan sıcak bölgeden soğuk bölgeye doğru çekildi.

Her bir numunenin yaklaşık 100-120 mm kontrollü katılaşması sağlandıktan sonra numuneler senkronize motordan bağımsız olarak çok hızlı bir şekilde soğuk bölgeye çekilerek hızlı soğutma (quench) işlemi gerçekleştirildi. Kontrollü katılaştırma deneyleri tamamlanan her bir numunenin 10-12 mm uzunluğunda katı-sıvı arayüzeyine en yakın kısımları kesilerek epoxy-resin ile kalıplandı. Numunelerin mikroskop altında mikroyapılarını tayin edebilmek ve fotoğraflarını alabilmek için sırasıyla *Struers TegraPol-15* cihazından faydalanılarak zımparalama ve parlatma metalografik işlemleri yapıldı. Numuneler üzerindeki mikroyapıları tam olarak ortaya çıkarabilmek için ise 5 ml hidroflorik asit + 95 ml

su ile hazırlanan çözeltiliyle 10-15 saniye kadar dağlandı.

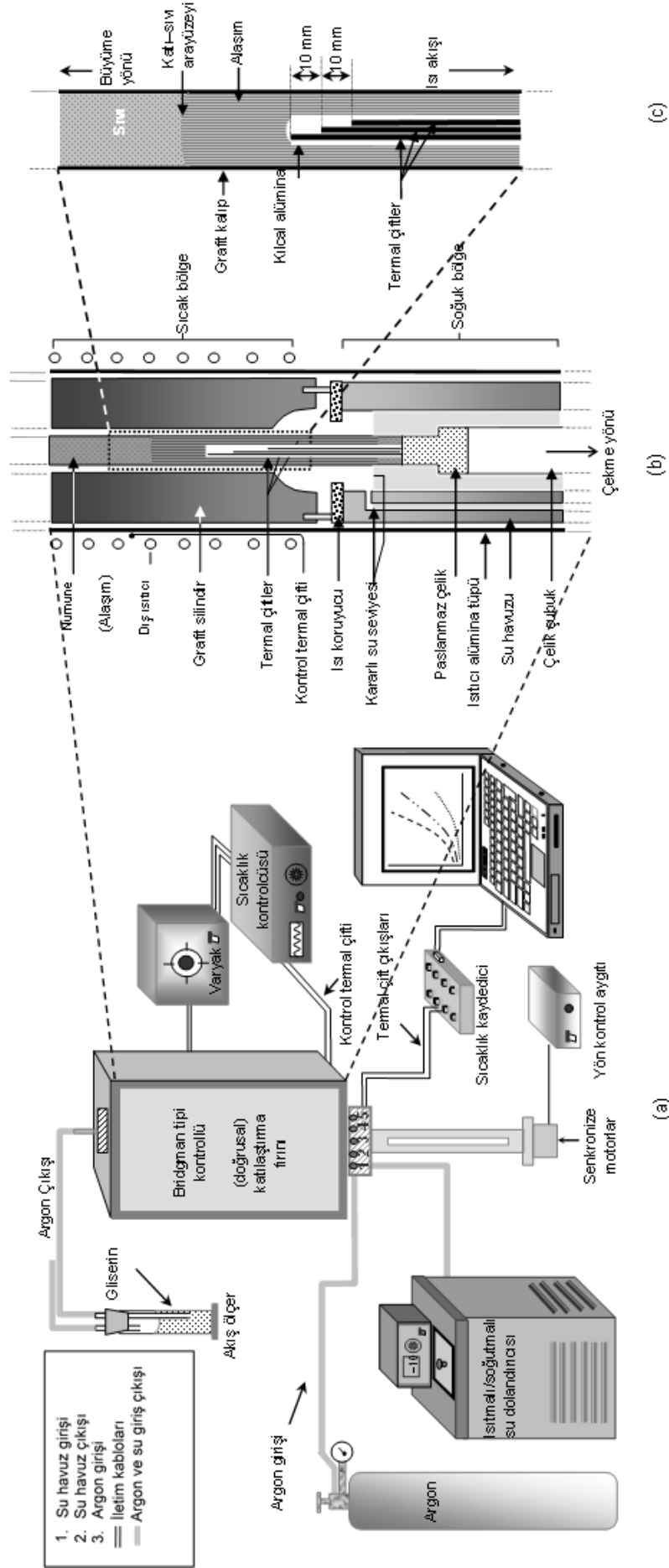
2.2. Katılaştırma Parametrelerinin Ölçümü ve Mikroyapının Gözlenmesi

Numunelerin Bridgman tipi fırınında katılaştırma işlemine geçilmeden önce K-tipi 0.25 mm çapındaki üç termal çift numune içine 10 mm aralıklarla yerleştirilerek deney süresince numune üzerindeki sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızları belirlendi (Şekil 1c). Sıvı fazın sıcaklık gradyenti ($G = \Delta T/\Delta X$) ve katı-sıvı arayüzeyinin katılaştırma hızı ($V = \Delta X/\Delta t$) her bir numune için ΔT , ΔX ve Δt değerlerinin belirlenmesiyle hesaplandı. ΔT , ΔX ve Δt değerleri sırasıyla termalçiftlerin ölçtüğü sıcaklık, termalçiftler arası mesafe ve katı-sıvı arayüzeyinin iki termal çift aralığını tamamlama süresidir. Katılaştırma parametrelerinin ölçümünün ayrıntılı bilgisi Engin (2013) ve Büyük (2009)'de verilmektedir.

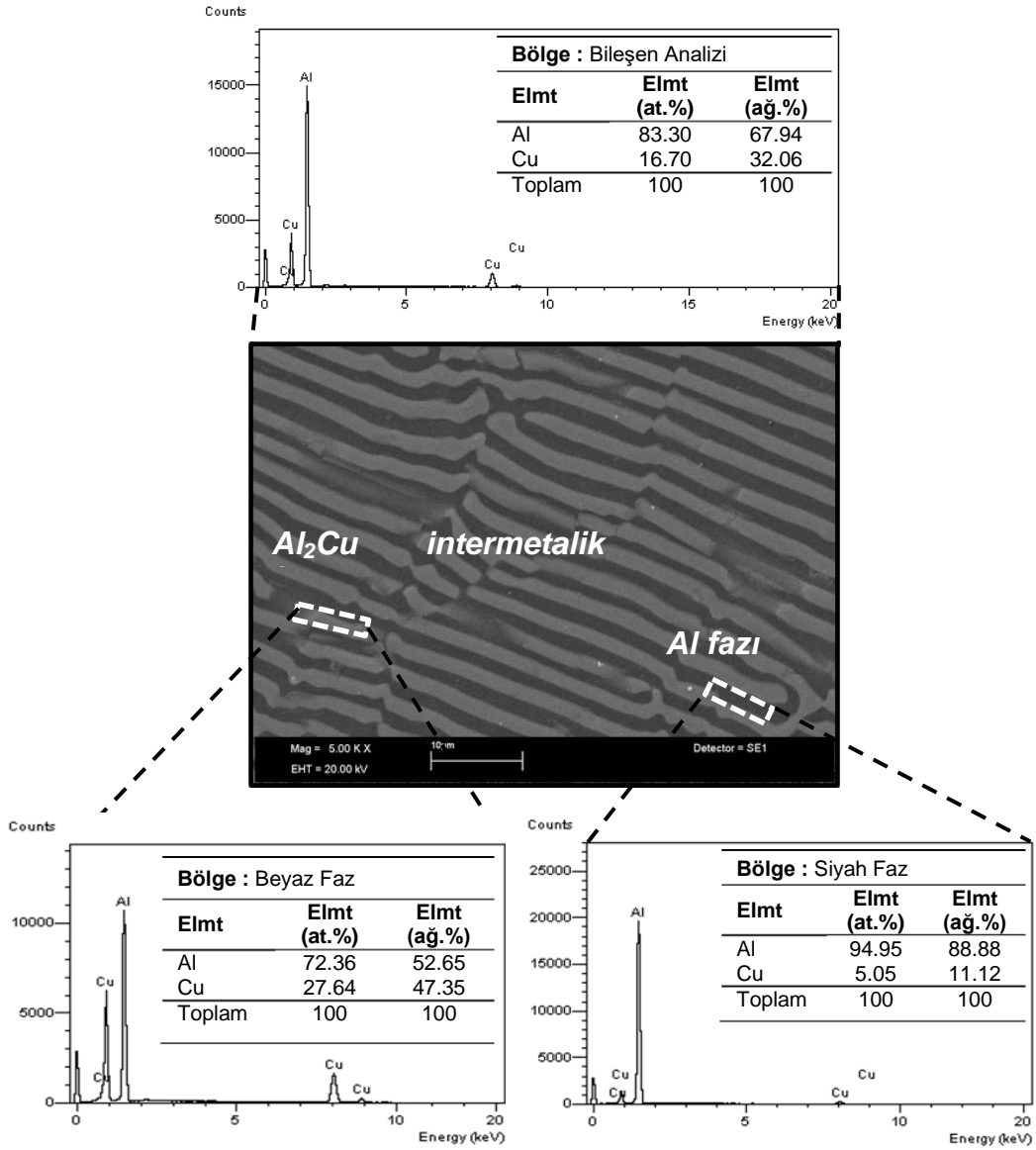
Bridgman fırınında kontrollü doğrusal katılaştırmaları yapılan ve metalografi işlemleri tamamlanan her bir numunenin hem enine hem de boyuna kesitlerinden *LEO* model SEM (Scanning Electron Microscope) cihazıyla fotoğraflanarak mikroyapıları belirlendi. Mikroskop altında ötektik bir mikroyapıya sahip olduğu belirlenen numunelerde gözlemlenen her bir fazı belirlemek için ise EDX (Energy Dispersive X-Ray) analizleri yapıldı (Şekil 2). Her bir numune için farklı büyütme oranlarında çekilen fotoğraflardan Image ProPlus programı yardımıyla yan yana dizilen düzenli yapılardan tekrar eden fazların toplam genişliği olarak tanımlanan ötektik mesafeler (λ) Şekil 3'te gösterildiği gibi ölçüldü. Bu yöntem "*linear intercept*" metodu olarak tanımlanır (Ourdjini vd., 1994) ve ölçme işlemi en az 30 kez tekrarlanıp ortalama değer alınarak ölçümün güvenilirliği sağlandı.

2.3. Mikrosertlik ve Çekme Dayanım Değerinin Ölçülmesi

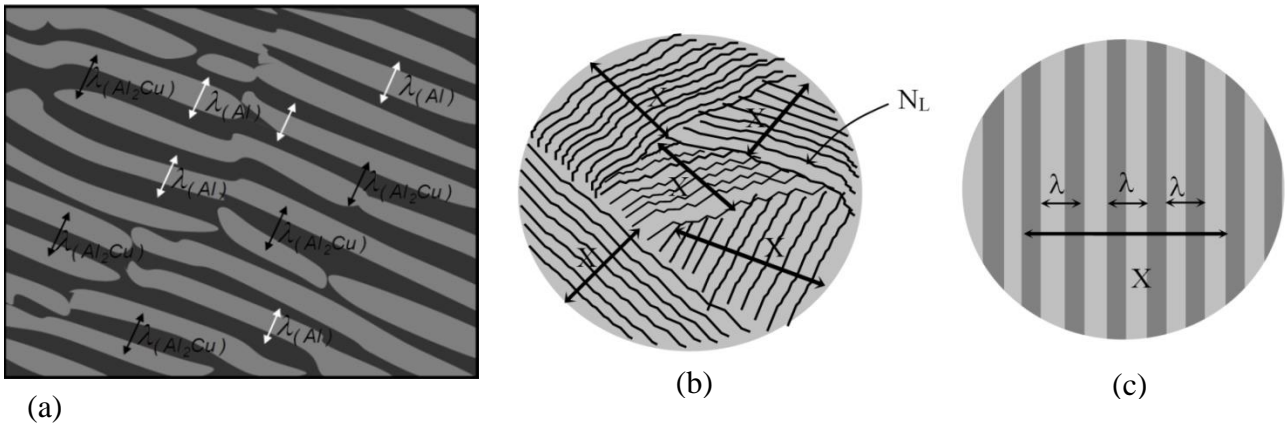
Bu çalışmanın amaçlarından biri de katılaştırma hızına bağlı olarak değişen mikroyapının mekanik özelliklere etkisini ortaya koymaktır. Bu nedenle ötektik bileşimde hazırlanan Al-Cu alaşımının kontrollü katılaştırılması ve metalografi işlemleri yapıldıktan sonra *Future-Tech FM-700* model Vickers sertlik ölçüm cihazı kullanılarak numune üzerine 500 g'lık yükün 10 s uygulanmasıyla meydana gelen 40-60 μm 'lik iz yardımıyla her bir numunenin mikrosertlik değeri belirlendi.



Şekil 1. (a) Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınının şematik gösterimi. (b) fırının iç yapısı, sıcak ve soğuk bölgeleri. (c) numune kalıbı.



Şekil 2. Al-33Cu ötektik alaşımının kimyasal bileşim analizi (EDX), ana faz, beyaz ve siyah lamelsel fazlar.



Şekil 3. (a) Doğrusal katılaştırılmış Al-33Cu ötektik alaşımı için lamelsel mesafelerin ölçümü. (b) şematik geniş bölge görüntüsü. (c) şematik dar bölge görüntüsü (linear intercept metodu: $\lambda = X/(N_L - 1)$). Burada X, lamellerin toplam genişliği, N_L ise toplam lamel sayısıdır.

Bu işlem en az 10 kez tekrarlanıp ortalama değer alınarak ölçümün güvenilirliği sağlandı.

Beş farklı hızda kontrollü doğrusal katılaştırılan ve 4 mm çapında ve 50 mm uzunluğunda hazırlanan numuneler için *Shimatzu Universal Testing Instrument* yardımıyla 10^{-3} s gerilim uygulanarak maksimum çekme–dayanım değerleri belirlendi. Bu işlem en az 3 kez tekrarlanıp ortalama değer alınarak ölçümün güvenilirliği sağlandı.

2.4. Elektriksel Özdirenç Değerinin Ölçülmesi

Kontrollü katılaştırmaları yapılan 4 mm çapında 20 mm uzunluğundaki her bir numunenin *dört nokta uç (four-point)* yöntemi kullanılarak elektriksel özdirenç değerleri ölçüldü. Bu yöntemin kullanımı ve ölçümü ile ilgili ayrıntılı bilgisi Smiths (1958)'de verilmektedir. 0.5 mm çapındaki 4 adet platin tel vasıtasıyla numune üzerine uygulanan akıma karşı voltaj değerinin ölçülerek elektriksel özdirenç değerinin belirlenmesi esasına dayanan bir yöntemdir. Elektriksel özdirenç değerinin belirlenmesi için aynı numune üzerinden 50 ölçüm yapılarak ortalama değer alınıp sonucun güvenilirliği sağlandı.

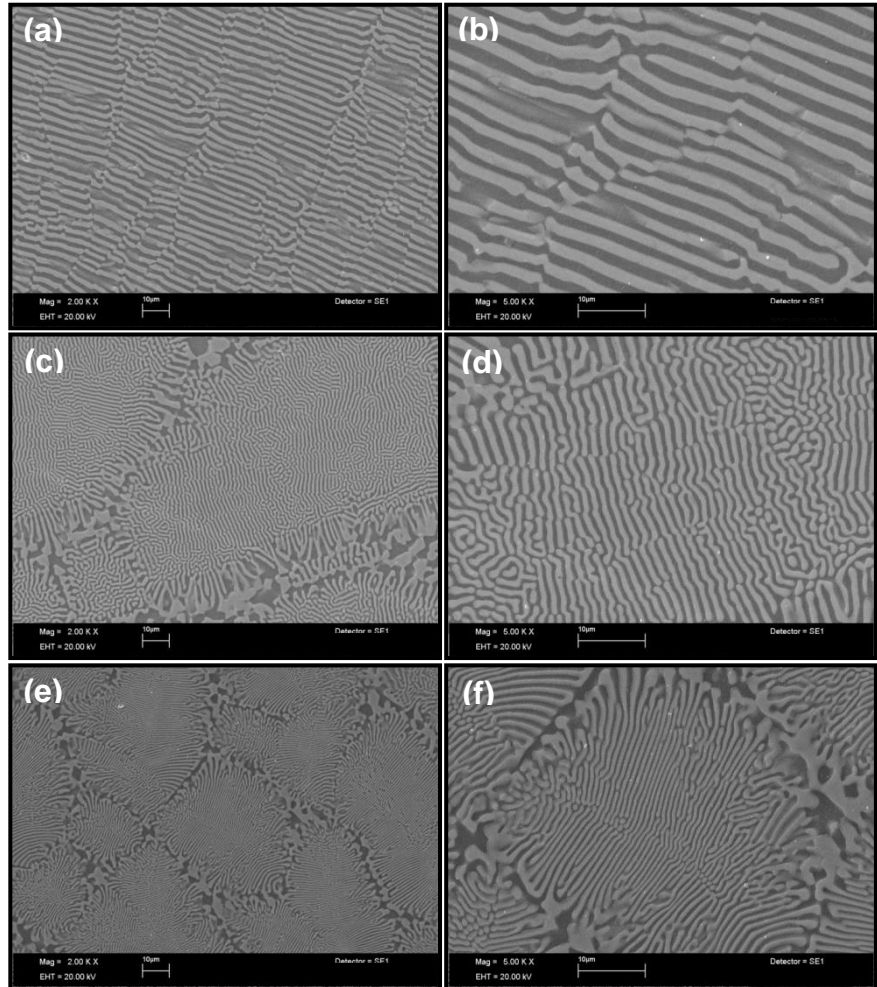
3. Sonuç ve Tartışmalar

3.1. Katılaştırma Hızının Ötektik Mikroyapı (λ) Üzerine Etkisi

Şekil 3-4'te gösterildiği gibi Al-%33ağ. Cu ötektik alaşımı ana (matrix) Al ve beyaz lamelsel Al_2Cu intermetalik fazların düzenli sıralandığı mikroyapıya sahip olduğu gözlemlendi. Bu tür düzenli bir yapı için her iki fazın da katı–sıvı arayüzey yakınlarında düşük entropiye sahip olması ve çekirdeklenme başladıktan sonra çok az bir alt soğuma yardımıyla her iki fazın eş zamanlı büyümesini gerektirir. Katılma süresince katı–sıvı arayüzeyi önündeki sıvı faz içinde oluşan sıcaklık gradyenti ise kristaller boyunca oluşan mikroyapının korunmasını ya da sürekliliğini sağlar (Hecht vd., 2004; Çadırılı vd., 1999).

Yapılan kontrollü katılaştırma deneyleri neticesinde Şekil 4'te de görüldüğü gibi katılaştırma hızı arttıkça lameller arası mesafe λ değerinin azaldığı hatta yüksek hızlarda tane sınırlarının ortaya çıktığı ve bu sınır etrafında lamellerin kalınlaşarak düzensiz hale geldikleri görülmektedir.

Şekil 4. Doğrusal katılaştırılmış Al–33Cu ötektik alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti ($G=8.50$ K/mm) farklı katılaştırma hızlarında ($V=8.25-164.80$ $\mu\text{m/s}$) oluşan mikroyapıların bazı enine kesit SEM fotoğrafları (a) – (b) $V=8.25$ $\mu\text{m/s}$, (c) – (d) $V=41.65$ $\mu\text{m/s}$, (e) – (f) $V=164.80$ $\mu\text{m/s}$.



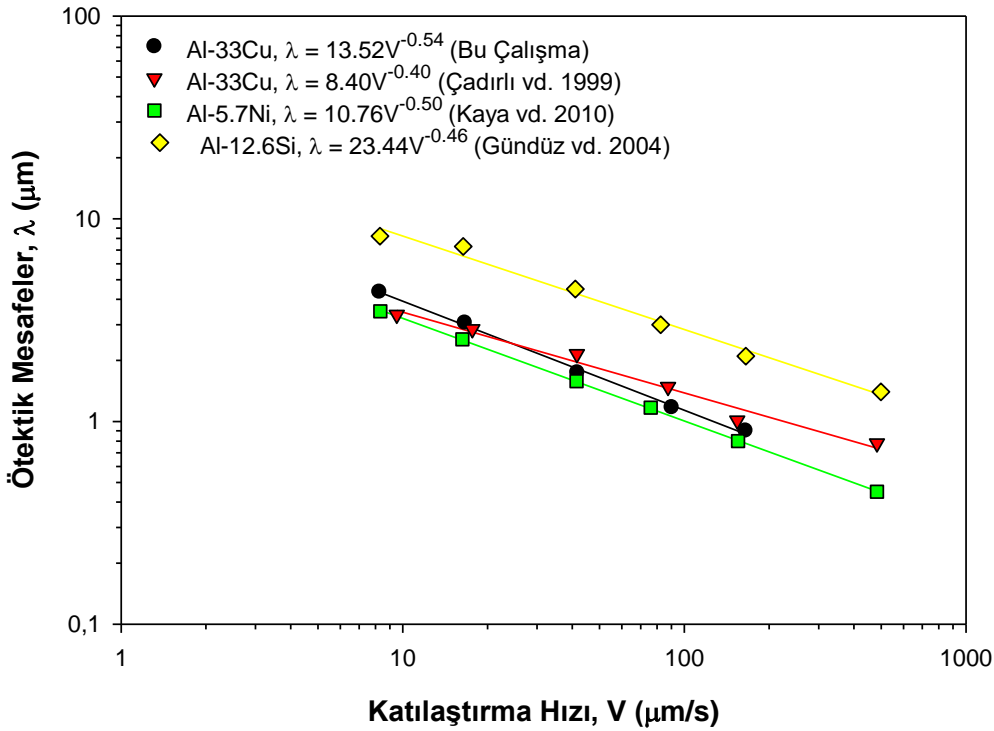
Bu nedenle yüksek hızlarda lameller arası mesafe ölçümleri tanelerin içindeki düzenli bölgelerden yapıldı. En büyük mikroyapı değeri en düşük katılaştırma hızında ($V = 8.25 \mu\text{m/s}$) ve en küçük mikroyapı değeri ise en yüksek katılaştırma hızında ($V = 164.80 \mu\text{m/s}$) elde edildi. Elde edilen sonuçlar neticesinde mikroyapı ve katılaştırma hızı arasındaki ilişkiyi tam olarak ortaya çıkarabilmek için lineer regrasyon analizinden faydalanıldı. Şekil 5'te belirtildiği gibi mikroyapı ve katılaştırma hızını ifade eden lineer regrasyon analizi;

$$\lambda = k_1 V^{-n_1} \quad (1)$$

şeklinde tanımlanır. Burada k_1 denklem sabiti (SigmaPlot 11 programı yardımıyla çizdirilen lineer regrasyon grafiğinin eğimini ifade eder), n_1 ise katılaştırma hızının üstel değeridir. Mikroyapı için elde edilen ölçüm sonuçları Tablo 1'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlarda dikkat edilmesi gereken husus oluşturulan logaritmik grafik vasıtasıyla elde edilen n_1 üstel değeri olup Jacson–Hunt teorik modeline göre düzenli mikroyapı gözlenen alaşımlar için bu değer 0.50 olması gerekmektedir (Jackson ve Hunt, 1966).

Al–Cu ötektik alaşımı için bu değer Jacson–Hunt teorik modeline oldukça yakın değer olan 0.54 olarak hesaplandı. Elde edilen bu değer literatürdeki Al esaslı benzer çalışmalarla kıyaslandığında Kaya vd. (2010) tarafından yapılan Al–Ni ötektik alaşımı için elde edilen değer 0.50 değeri ve Gündüz vd. (2004) tarafından yapılan Al–Si ötektik alaşımı için elde edilen 0.46 değerleriyle de uyum içindedir.

Fakat bu çalışmada elde edilen değer Çadırılı vd. (1999) tarafından yapılan Al–Cu alaşımı, Kaya vd. (2013) tarafından yapılan Al–Ni alaşımı ve Goulart vd. (2006), Peres vd. (2004) tarafından yapılan Al–Si alaşımları için elde edilen sırasıyla 0.40 0.26, (2/3) ve (2/3) değerlerinden oldukça farklıdır. Çünkü elde edilmesi gereken 0.50 değeri düzenli ötektik yapılar için belirlenmiş teorik sonuç olup, dendiritik mikroyapı ve düzensiz ötektik mikroyapılar için geçerli değildir. Özellikle Goulart vd. (2006) tarafından elde edilen değerler için Al–Si alaşımının ötektik bileşende hazırlanmadığı ve bu nedenle mikroyapıların dendiritik elde edilmesi nedeniyle teorik modelden saptığını net bir şekilde söyleyebiliriz.



Şekil 5. Doğrusal katılaştırılmış Al–33Cu ötektik alaşımı için ötektik mesafelerin katılaştırma hızı ile değişimi ve lineer regrasyon bağıntısı ve literatürdeki benzer çalışmalarla kıyaslanması.

Tablo 1. Al-33Cu alaşımı için elde edilen ötektik mesafeler, mikrosertlik, çekme-dayanım ve elektriksel özdirenç değerleri.

Alaşım (% ağı.)	Katılaştırma Parametreleri		Ötektik Mesafeler λ (μm)	Mikrosertlik HV (kg/mm^2)	Maksimum Çekme- Dayanım σ_{uts} (N/mm^2)	Elektriksel Özdirenç $\rho \times 10^{-8}$ (Ωm)
	G (K/mm)	V ($\mu\text{m}/\text{s}$)				
Al-33Cu	8.50	8.25	4.36	143.48	45.62	4.13
		16.60	3.07	155.96	46.05	4.56
		41.65	1.74	162.96	52.63	4.85
		90.05	1.17	175.88	57.42	5.40
		164.80	0.90	185.19	59.16	6.04

3.2. Katılaştırma Hızının Mikrosertlik ve Çekme-Dayanım Üzerine Etkisi

Şekil 6 ve Şekil 7’de katılaştırma hızı arttıkça mikrosertlik ve çekme-dayanım değerlerinin de arttığı görülmektedir. Mikrosertlik değerinin, mikroyapı ve katılaştırma hızı ile aralarındaki ilişkiyi ortaya çıkarmak için kullanılan lineer regrasyon analizleri;

$$HV = k_2 V^{-n_2} \quad (2)$$

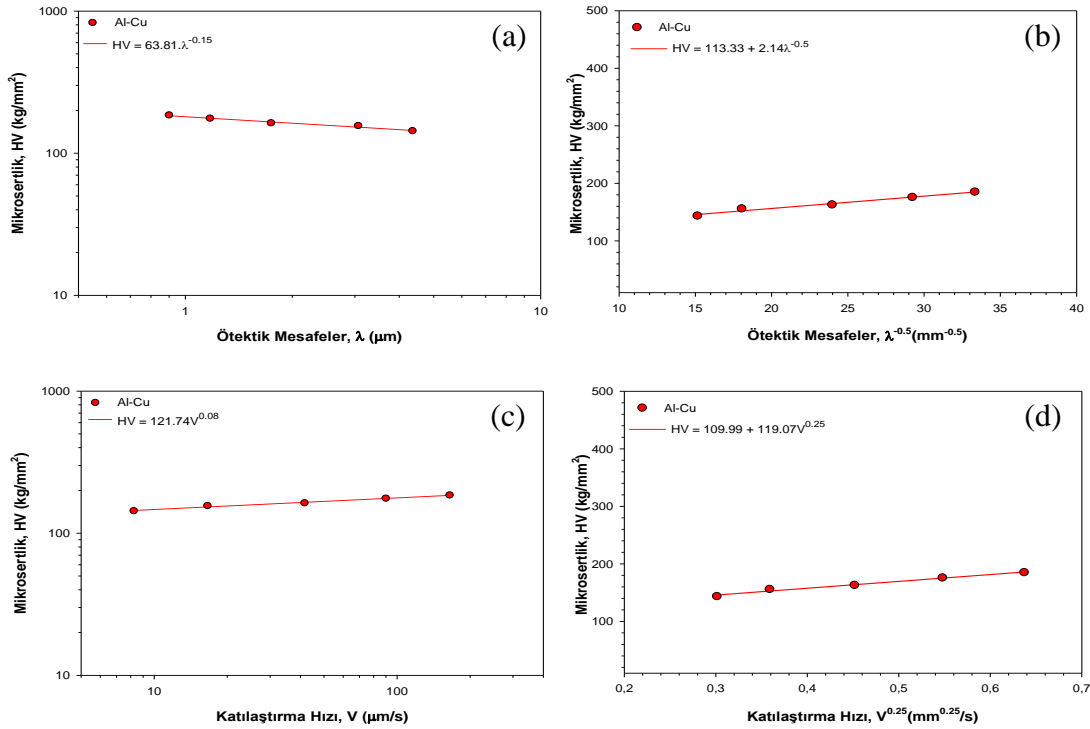
$$HV = k_3 \lambda^{n_3} \quad (3)$$

ve çekme-dayanım değerinin, mikroyapı ve katılaştırma hızı ile aralarındaki ilişkiyi ortaya çıkarmak için kullanılan lineer regrasyon analizleri;

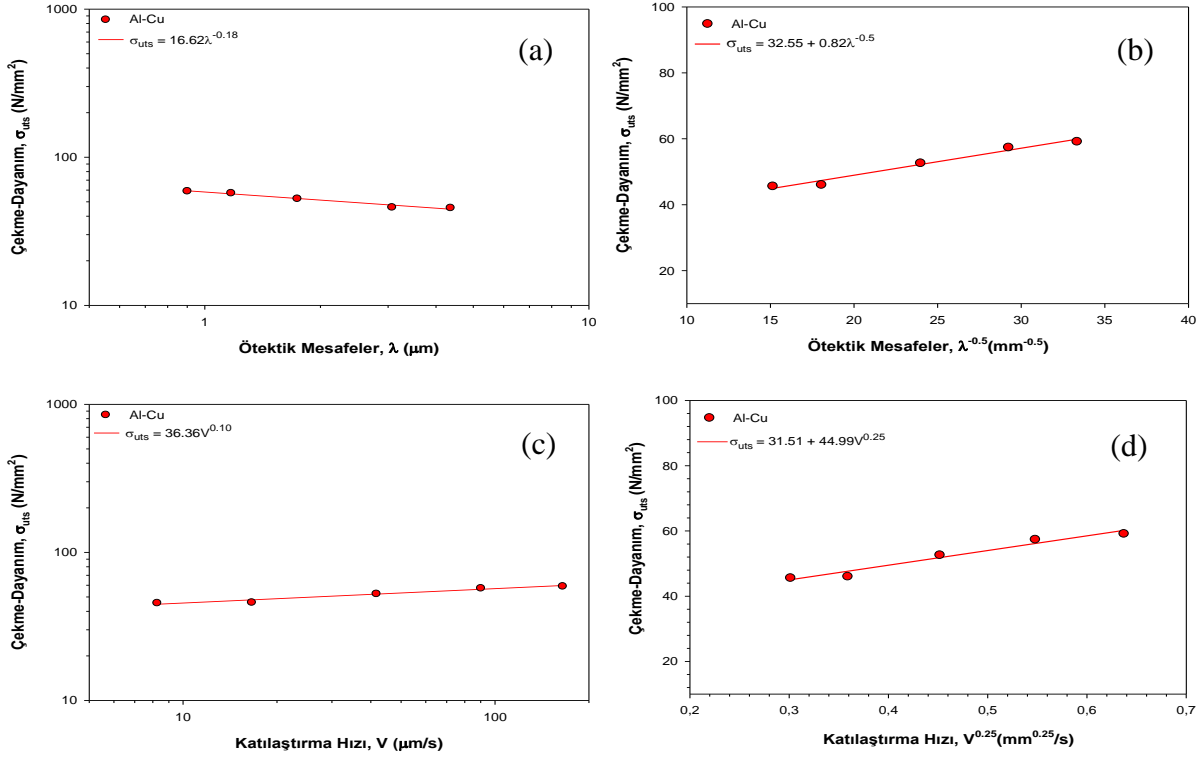
$$\sigma_{\text{uts}} = k_4 V^{-n_4} \quad (4)$$

$$\sigma_{\text{uts}} = k_5 \lambda^{n_5} \quad (5)$$

şeklinde tanımlanmaktadır. Burada k_2 , k_3 , k_4 ve k_5 denklem sabitleri, n_2 , n_3 , n_4 ve n_5 ise mikroyapı ve katılaştırma hızının üstel değerleridir.



Şekil 6. Doğrusal katılaştırılmış Al-33Cu ötektik alaşımı için; (a) mikrosertlik değerlerinin mikroyapı ile değişimi ve lineer regrasyon bağıntısı. (b) mikrosertlik değerlerinin mikroyapı ile değişimi ve Hall-Petch tipi bağıntısı. (c) mikrosertlik değerlerinin katılaştırma hızı ile değişimi ve lineer regrasyon bağıntısı. (d) mikrosertlik değerlerinin katılaştırma hızı ile değişimi ve Hall-Petch tipi bağıntısı.



Şekil 7. Doğrusal katılaştırılmış Al-33Cu ötektik alaşımı için; **(a)** çekme–dayanım değerlerinin mikroyapı ile değişimi ve lineer regrasyon bağıntısı. **(b)** çekme–dayanım değerlerinin mikroyapı ile değişimi ve Hall–Petch tipi bağıntısı. **(c)** çekme–dayanım değerlerinin katılaştırma hızı ile değişimi ve lineer regrasyon bağıntısı. **(d)** çekme–dayanım değerlerinin katılaştırma hızı ile değişimi ve Hall–Petch tipi bağıntısı.

Tablo 2’de verilen değerlerden de anlaşıldığı üzere katılaştırma hızı ile mikrosertlik değeri arasındaki ilişkiyi veren lineer regrasyon analizi ile elde edilen üstel değerler 0.05 ve 0.11 aralığındadır (Kaya vd., 2013; Kaya vd., 2012; Kaya vd., 2003; Kaya vd., 2009). Bu çalışmada katılaştırma hızı için elde edilen üstel değer Şekil 5’te verildiği gibi 0.08 olup yapılan benzer çalışmalarla uyum içerisindedir. Benzer şekilde mikroyapı ile mikrosertlik değeri arasındaki ilişkiyi veren lineer regrasyon analizi ile elde edilen üstel değerler 0.23 ve 0.30 aralığındadır (Kaya vd., 2012; Kaya vd., 2003; Kaya vd., 2009). Bu sonuçlardan da görüldüğü üzere yapılan çalışmalarda yaklaşık aynı katılaştırma hızları kullanılsa da elde edilen mikroyapı alaşımın bileşimine göre (ötektik ötektik altı ve ötektik üstü gibi) ve ortaya çıkan mikroyapı özelliğine göre (lamelsel, çubuksal, hücrel, flake gibi) değiştiği için elde edilen değerler birbirlerinden oldukça farklı olmuştur.

Mikrosertlik sonuçlarına benzer sonuçlar çekme–dayanım değeri için de görülmektedir. Son yıllarda mekanik özelliklerin incelemesi başlığı altında mikrosertliğin yanı sıra çekme–dayanım

özelliklerine de yer verilmektedir. Çekme–dayanım değerinin de katılma hızı arttıkça arttığı Şekil 6’da net bir şekilde görülmektedir. Çekme–dayanım ve katılaştırma hızı arasındaki ilişkiyi belirlemek için kullanılan lineer regrasyon analizine göre üstel değer 0.10 ve çekme–dayanım ve mikroyapı arasındaki ilişkiyi belirlemek için kullanılan lineer regrasyon analizine göre üstel değer ifadesi 0.18 olarak elde edilmiştir. Fakat bu konuda yapılan çalışmalarda daha çok Hall–Petch tipi bağıntı tercih edilmesi nedeniyle sonuçlar lineer regrasyon analiziyle yapılanlarla kıyaslanamamıştır.

Mikroyapı ve katılaştırma hızı ile mikrosertlik değerleri arasındaki ilişkiyi tanımlayan bir başka analiz ise Hall–Petch tipi bağıntılardır. Mikrosertlik değerinin mikroyapı ve katılaştırma hızı ile aralarındaki ilişkiyi ortaya koyan Hall–Petch tipi bağıntılar;

$$HV = HV_0 + k_6 V^{0.25} \quad (6)$$

$$HV = HV_0 + k_7 \lambda^{-0.50} \quad (7)$$

ve çekme-dayanım değerinin mikroyapı ve katılaştırma hızı ile aralarındaki ilişkiyi ortaya koyan Hall–Petch tipi bağıntılar;

$$\sigma_{uts} = \sigma_{uts_0} + k_8 V^{0.25} \quad (8)$$

$$\sigma_{uts} = \sigma_{uts_0} + k_9 V^{-0.50} \quad (9)$$

şeklinde tanımlanır. Burada HV_0 erime sıcaklığındaki sıvı faz ile dengede bulunan katı fazın başlangıç mikrosertlik değeri, benzer şekilde σ_{uts_0} erime sıcaklığındaki sıvı faz ile dengede bulunan katı fazın başlangıç çekme-dayanım değeri ve k_6, k_7, k_8 ve k_9 denklem sabitleridir.

Mikroyapı, katılaştırma hızı, mikrosertlik ve çekme-dayanım değerleri aralarındaki ilişkiyi Hall–Petch tipi bağıntılar da net bir şekilde ortaya koymaktadır. Tablo 2’de verilen bu çalışmada elde edilen mikroyapı ve katılaştırma hızı ile mikrosertlik arasındaki ilişkiyi tanımlamamıza yarayan sırasıyla 113.33 ve 109.99 değerleri Kaya vd. (2012) tarafından Al–Ni ötektik alaşımı için elde edilen 31.58 ve 29.39 ve Kaya vd. (2003) tarafından Al–Si ötektik alaşımı için elde edilen 47.16 değerlerinden oldukça büyüktür. Benzer şekilde Silva vd. (2011) tarafından Al–Ni ve Al–Fe (Silva vd., 2012) alaşımları için elde edilen sırasıyla 27, 44.8 ve 31 değerleri de bu çalışmada elde edilen 113.33 ve 109.99 değerlerinden küçüktür. Bu çalışmadaki Cu elementinin alaşımın bileşimindeki oranının Al–Ni, Al–Si ve Al–Fe

için yapılan çalışmalardaki bileşimlerindeki Ni, Si ve Fe elementlerine göre daha fazla orana sahip olmasının da etkisiyle alüminyum esaslı alaşımların mikrosertliğini Cu elementinin Ni, Si ve Fe elementlerine göre çok daha fazla etkilediği görülmektedir.

Tablo 2’de verilen katılaştırma hızı ve çekme-dayanım değerleri aralarındaki ilişkiyi tanımlamamıza yarayan 31.51 ve 32.55 değerleri Cante vd. (2010) tarafından Al–Ni alaşımı için elde edilen 71.3, 73.2, 74.1 değerlerinden, Goulart vd. (2010) tarafından Al–Fe alaşımı için elde edilen 62.8, 60.2, 57.6 değerlerinden ve Goulart vd. (2006) tarafından Al–Si alaşımı için elde edilen 93, 111 değerlerinden oldukça küçüktür. Bu çalışmadaki Cu elementinin Ni, Si ve Fe elementlerine göre alaşımdaki ağırlıkça oranı daha fazla olmasına rağmen çekme-dayanım değerlerini Ni, Si ve Fe elementlerine göre çok etkilemediği görülmektedir.

3.3. Katılaştırma Hızının Elektriksel Özdirenç Üzerine Etkisi

Mikroyapı, katılaştırma hızı ve elektriksel özdirenç arasındaki ilişkiyi tanımlayan literatürde çok fazla çalışma yoktur. Genellikle elektriksel özdirenç değerinin sıcaklıkla ilişkisi araştırılmıştır. Mikroyapı, katılaştırma hızı ve elektriksel özdirenç arasındaki ilişkiyi tanımlamak için kullanılan lineer regresyon analizi;

Tablo 2. Al-% 33 ağırlıkta Cu ötektik bileşimi için elde edilen sonuçlar ve literatürdeki benzer çalışmaların sonuçları.

Alaşım (%ağırlık)	Mikroyapı	Mikrosertlik	Maksimum Çekme-Dayanım	Elektriksel Özdirenç	Referans
Al-33Cu	$\lambda = 13.52V^{-0.54}$	$HV = 63.81\lambda^{-0.15}$ $HV = 113.33 + 2.14\lambda^{-0.5}$ $HV = 121.74V^{0.08}$ $HV = 109.99 + 119.07V^{0.25}$	$\sigma_{uts} = 16.62\lambda^{-0.18}$ $\sigma_{uts} = 32.55 + 0.82\lambda^{-0.5}$ $\sigma_{uts} = 36.36V^{0.10}$ $\sigma_{uts} = 31.51 + 44.99V^{0.25}$	$\rho = 0.72 \times 10^{-8}\lambda^{-0.22}$ $\rho = 3.19 \times 10^{-8}V^{0.12}$	(Bu çalışma)
Al-33Cu	$\lambda = 8.40V^{-0.40}$				(Çadırılı 1999)
Al-5.7Ni	$\lambda_T = 10.76V^{-0.50}$ $\lambda_L = 11.61V^{-0.51}$				(Kaya 2010)
Al-5.7Ni		$HV = 66.13V^{0.10}$ $HV = 52.95(\lambda_T)^{-0.23}$ $HV = 48.08(\lambda_L)^{-0.20}$ $HV = 29.39 + 41.83V^{0.25}$ $HV = 31.58 + 0.654(\lambda)^{-0.5}$ $HV = 31.25 + 37.36V^{0.25}$		$\rho = 1.36 \times 10^{-5}V^{0.07}$ $\rho = 4.77 \times 10^{-6}(\lambda_T)^{-0.13}$	(Kaya 2012)
Al-7Ni	$\lambda_1 = 851.1V^{-0.26}$ $\lambda_2 = 124.2V^{-0.48}$	$HV = 66.1V^{0.11}$ $HV = 309.0(\lambda_1)^{-0.35}$ $HV = 114.8(\lambda_2)^{-0.24}$		$\rho = 1.4 \times 10^{-5}V^{0.07}$ $\rho = 6.9 \times 10^{-6}(\lambda_1)^{-0.22}$ $\rho = 6.2 \times 10^{-6}(\lambda_2)^{-0.14}$	(Kaya 2013)
Al-1Ni Al-3Ni Al-5Ni			$\sigma_{uts} = 71.3 + 200.2(\lambda_1)^{-0.5}$ $\sigma_{uts} = 52.3 + 188.3(\lambda_2)^{-0.5}$ $\sigma_{uts} = 73.2 + 325.6(\lambda_1)^{-0.5}$ $\sigma_{uts} = 57.5 + 221.7(\lambda_2)^{-0.5}$ $\sigma_{uts} = 74.1 + 468.5(\lambda_1)^{-0.5}$ $\sigma_{uts} = 58.3 + 228.6(\lambda_2)^{-0.5}$		(Cante 2010)

Tablo 2'nin devamı

Alaşım (%ağ.)	Mikroyapı	Mikrosertlik	Maksimum Çekme–Dayanım	Elektriksel Özdirenç	Referans
Al-3Ni Al-5Ni		$HV = 27 + 104.1(\lambda)^{-0.5}$ $HV = 44.8 + 52.3(\lambda)^{-0.5}$			(Silva 2011)
Al-1Fe Al-1.5Fe		$HV = 31 + 13.1(\lambda)^{-0.5}$ $HV = 31 + 33.1(\lambda)^{-0.5}$			(Silva 2011)
Al-1.5Fe Al-1.0Fe Al-0.5Fe			$\sigma_{uts} = 62.8 + 98.3(\lambda_c)^{-0.5}$ $\sigma_{uts} = 60.2 + 90.5(\lambda_c)^{-0.5}$ $\sigma_{uts} = 57.6 + 65.4(\lambda_c)^{-0.5}$		(Goulart 2010)
Al-12.6Si	$\lambda = 23.44V^{-0.46}$				(Gündüz 2004)
Al-12Si		$HV = 82.79V^{0.11}$ $HV = 47.16 + 41.37V^{0.25}$			(Kaya 2012)
Al-5Si Al-9Si	$\lambda_2 = 45V_L^{-2/3}$		$\sigma_{uts} = 93 + 45(\lambda_2)^{-0.5}$ $\sigma_{uts} = 111 + 146(\lambda_2)^{-0.5}$		(Goulart 2006)
Al-3Si Al-5Si Al-7Si Al-9Si	$\lambda_2 = 32V_L^{-2/3}$ $\lambda_2 = 32V_L^{-2/3}$ $\lambda_2 = 26V_L^{-2/3}$ $\lambda_2 = 22V_L^{-2/3}$				(Peres 2004)
Al-0.TSi Al-0.5Ti Al-2Li		$HV = 46.45V^{0.06}$ $HV = 18.28\lambda^{-0.25}$ $HV = 54.95V^{0.07}$ $HV = 18.03\lambda^{-0.30}$ $HV = 37.49V^{0.05}$ $HV = 16.37\lambda^{-0.24}$			(Kaya 2009)

$$\rho = k_{10}V^{-n_{10}} \quad (10)$$

$$\rho = k_{11}\lambda^{n_{11}} \quad (11)$$

şeklinde tanımlanmaktadır. Burada k_{10} ve k_{11} denklem sabitleri, n_{10} ve n_{11} ise mikroyapı ve katılaştırma hızının üstel değerleridir. Şekil 7'de görüldüğü gibi katılaştırma hızı arttıkça elektriksel özdirenç değeri de artmıştır. Bu çalışmada elde edilen katılaştırma hızına ve mikroyapıya ait 0.12 ve 0.22 üstel değerleri Tablo 2'de verilen benzer çalışmalarla uyum içerisinde (Kaya vd., 2013; Kaya vd., 2012).

4. Sonuçlar

Bu çalışmada, Al-%33ağ. Cu ötektik alaşımı, Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını yardımıyla, sabit sıcaklık gradyenti (G), farklı katılaştırma hızlarında (V), doğrusal olarak katılaştırılmış, katılaştırma parametresi (V)'ne bağlı olarak mikroyapı parametresi (λ), mikrosertlik (HV), çekme–dayanım (σ_{uts}), elektriksel özdirenç (ρ) değerlerinin nasıl değiştiği incelenmiştir. Yapılan araştırmalardan aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

Sonuç olarak yapılan bu çalışmada Al-%33ağ. Cu ötektik alaşımının kontrollü katılaştırma deneyleri neticesinde lamelsel mikroyapı özellikleri göstermiştir. Analizler sonucunda ise katılaştırma hızının yaklaşık 20 kat artmasıyla mikroyapı değerlerinin yaklaşık 5 kat azaldığı belirlenmiştir. Ayrıca katılaştırma hızındaki 20 kat artış ve buna bağlı olarak mikroyapıdaki 5 kat azalış alaşımın mikrosertlik ve çekme–dayanım değerini yaklaşık 1.3 kat artırırken, elektriksel özdirenç değerini ise yaklaşık 1.5 kat artırmıştır.

Teşekkür

Bu çalışma TÜBİTAK tarafından 112T588 kodu ile desteklenmiştir. Desteklerinden dolayı TÜBİTAK'a teşekkür ederiz.

Kaynaklar

Boettinger, W.J., Coriell, S.R., Greer, A.L., Karma, A., Kurz, W., Rappaz, M. ve Trivedi, R., 2000. Solidification Microstructures: Recent Developments. Future Directions. Acta Mater, 48, 43–70.

Böyük, U., 2009. Üçlü Metalik Alaşımların Kontrollü Doğrusal Katılaştırılması ve

- Mikrosertliğinin İncelenmesi. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Katıhal Fiziği Kayseri.
- Çadırlı, E., Ülgen, A. ve Gündüz, M., 1999. Directional Solidification of the Aluminium-Copper Eutectic Alloy. *Materials Transactions JIM*, 40(9), 989–996.
- Cante, M.V., Spinelli, J.E., Cheung, N., ve Garcia, A., 2010. The Correlation Between Dendritic Microstructure and Mechanical Properties of Directionally Solidified Hypoeutectic Al-Ni Alloys. *Met Mater-Int*, 16, 39.
- Das, S., Mondal, D.P., Sawla, S. ve Ramkrishnan, N., 2008. Synergic effect of reinforcement and heat treatment on the two body abrasive wear of an Al-Si alloy under varying loads and abrasive sizes. *Wear*, 264, 47–59.
- Du, D.F., Hou, L., Gagnoud, A., Ren, Z.M., Fautrelle, Y., Cao, G.H. ve Li, X., 2014. Effect of an axial high magnetic field on Sn dendrite morphology of Pb-Sn alloys during directional solidification. *Journal of Alloys and Compounds*, 588, 190–198.
- Engin, S., 2013. Kontrollü Katılaştırılan Çok Bileşenli Ötektik Alaşımların, Mekanik ve Elektriksel Özelliklerinin Katılaştırma Parametrelerine Bağlılığının İncelenmesi. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Katıhal Fiziği, Kayseri.
- Goulart, P.R., Spinelli, J.E., Cheung, N. ve Garcia, A., 2010. The effects of cell spacing and distribution of intermetallic fibers on the mechanical properties of hypoeutectic Al-Fe alloys. *Mater Chem Phys*, 119, 272.
- Goulart, P.R., Spinelli, J.E., Os'orio, W.R. ve Garcia, A. 2006. Mechanical properties as a function of microstructure and solidification thermal variables of Al-Si castings. *Materials Science and Engineering A*, 421, 245–253.
- Gündüz, M., Kaya, H., Çadırlı, E. ve Özmen, A., 2004. Interflake spacings and undercoolings in Al-Si irregular eutectic alloy. *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties. Microstructure and Processing*, 369, 215–229.
- Hecht, U., Granasy, L., Pusztai, T., Böttger, B., Apel, M., Witusiewicz, V., Ratke, L., De Wilde, J., Froyen, L., Camel, D., Drevet, B., Faivre, G., Fries, S.G., Legendre, B. ve Rex, S., 2004. Multiphase solidification in multicomponent alloys. *Materials Science and Engineering, R* 46, 1–49.
- Jackson, K.A. ve Hunt, J.D., 1966. Lamellar and Rod Eutectic Growth, *Trans. Metall. Soc. A.I.M.E.*, 236, 1129.
- Jones, H. 2005. Some effects of solidification kinetics on microstructure formation in aluminium-base alloys. *Materials Science and Engineering A*, 413–414,165–173.
- Kaya, H., Büyük, U., Çadırlı, E. ve Maraşlı, N. 2013. Influence of growth rate on microstructure, microhardness, and electrical resistivity of directionally solidified Al-7 wt% Ni hypo-eutectic alloy. *Met Mater-Int*, 19(1), 39.
- Kaya, H., Büyük, U., Çadırlı, E. ve Maraşlı, N., 2010. Unidirectional solidification of aluminium-nickel eutectic alloy. *Kovove Mater*, 48(5), 291.
- Kaya, H., Büyük, U., Çadırlı, E. ve Maraşlı, N., 2012. Measurements of the microhardness, electrical and thermal properties of the Al-Ni eutectic alloy. *Mater Design*, 34, 707.
- Kaya, H., Cadirli, E., Gündüz, M. ve Ülgen, A. 2003. Effect of the temperature gradient, growth rate, and the interflake spacing on the microhardness in the directionally solidified Al-Si eutectic alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 12(5), 544–551.
- Kaya, H., Gündüz, M., Çadırlı, E. ve Maraşlı, N., 2009. Dependency of microindentation hardness on solidification processing parameters and cellular spacing in the directionally solidified Al based alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 478, 281–286.
- Li, X., Fautrelle, Y. ve Ren, Z., 2007. Influence of thermoelectric effects on the solid-liquid interface shape and cellular morphology in the mushy zone during the directional solidification of Al-Cu alloys under a magnetic field. *Acta Materialia*, 55, 3803–3813.

- Li, X., Ren, Z. ve Fautrelle, Y., 2006. Effect of a high axial magnetic field on the microstructure in a directionally solidified Al–Al₂Cu eutectic alloy. *Acta Materialia*, 54, 5349–5360.
- Miller, J.D. ve Pollock, T.M., 2014. Stability of dendrite growth during directional solidification in the presence of a non-axial thermal field. *Acta Materialia*, 78, 23–36.
- Min, Q.U., Lin, L.I.U., Yan, C.U.I. ve Feng-bin, L.I.U., 2015. Interfacial morphology evolution in directionally solidified Al–1.5 % Cu alloy, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 25, 405–411.
- Ourdjini, A., Liu, J. ve Elliott, R., 1994. Eutectic Spacing Selection in Al-Cu System. *Mater Sci Tech-Lond*, 10, 312.
- Paliwal, M. ve Jung, I., 2013. The evolution of the growth morphology in Mg–Al alloys depending on the cooling rate during solidification. *Acta Materialia*, 61, 4848–4860.
- Peres M.D., Siqueira C.A. ve Garcia A., 2004. Macrostructural and microstructural development in Al–Si alloys directionally solidified under unsteady-state conditions. *Journal of Alloys and Compounds*, 38, 168–181.
- Rana R.S., Purohit R. ve Das S., 2012. Reviews on the Influences of Alloying Elements on the Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloys and Aluminum Alloy Composites. *International Journal of Scientific and Research Publications*, 2, 1–7.
- Silva B.L., Araujo I., Silva W.S., Goulart P.R., Garcia A. ve Spinelli J.E., 2011. Correlation between dendrite arm spacing and microhardness during unsteady-state directional solidification of Al-Ni alloys. *Phil Mag Lett* 91, 337.
- Silva B.L., Garcia A. ve Spinelli J.E., 2012. The effects of microstructure and intermetallic phases of directionally solidified Al-Fe alloys on microhardness. *Mater Lett*, 89, 291.
- Smiths F.M., 1958. Measurement of Sheet Resistivities with the Four-Point Probe. *The Bell Sys. Tech. J*, 37, 711.
- Walker H., Shan Liu, Lee J.H. ve Trivedi R., 2007. Eutectic Growth in Three Dimensions. *Metallurgical And Materials Transactions A*, 38A, 1417–1425.