



Investigation of microstructures and mechanical properties of Sc doped Al-5Cu alloys

Cengiz Temiz^{1*}, Fikret Yılmaz², Uğur Kölemen²

¹Department of Electronics and Automation, Alaplı Vocational School, Zonguldak Bulent Ecevit University, Zonguldak, 67850, Turkey

²Department of Physics, University of Tokat Gaziosmanpaşa, Tokat, 60250, Turkey

Highlights:

- Sc was added to Al-5Cu alloy by induction melting method.
- Microstructure and mechanical analysis (SEM, XRD and Nano Indentation) of Sc doped alloys have been done.
- It has been observed that 0.5 and 1.0% Sc additive improves mechanical strength.

Keywords:

- Al-5Cu Alloy
- Induction Melting
- Nano Indentation
- Mechanical Properties
- Microstructure

Article Info:

Research Article
Received: 08.01.2021
Accepted: 09.05.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.855196

Acknowledgement:

This study was supported by Tokat Gaziosmanpaşa University Scientific Research Projects Commission (Project No: 2014/31). The authors thank the TOGU-BAP unit

Correspondence:

Author: Dr. Cengiz Temiz
e-mail:
cengiztemiz60@gmail.com
phone: +90 505 492 9097

Graphical/Tabular Abstract

Al-5Cu belongs to the group of 2xxx series Al-based alloys and has a wide range of uses in the automotive and aerospace industries due to its light weight. The most prominent properties of Al-5Cu alloys are low density, high melting temperature, good thermal conductivity, high strength and toughness. We aimed to improve the mechanical properties of the Al-5Cu alloy. For this reason, the wt. 0.5 and 1.0% ratio Scandium (Sc) doped Al-5Cu alloy was produced by induction melting method. From the X-ray diffraction (XRD) analysis, while Al and Al₂Cu phases were observed in Al-5Cu alloy, Cu₂Sc phase was determined in addition to these phases in Sc doped alloys. Scanning electron microscopy (SEM) analysis showed that Sc doping greatly thinned the microstructure of ingot alloys, and also semi-stable acicular θ'-Al₂Cu phases were found in Sc doped alloys. In addition, the improvement in mechanical properties observed in alloys was explained by the grain size hardening and precipitation hardening mechanisms. From the nanoindentation test results, it was understood that Sc element greatly improved the Al-5Cu alloy in terms of its mechanical properties.

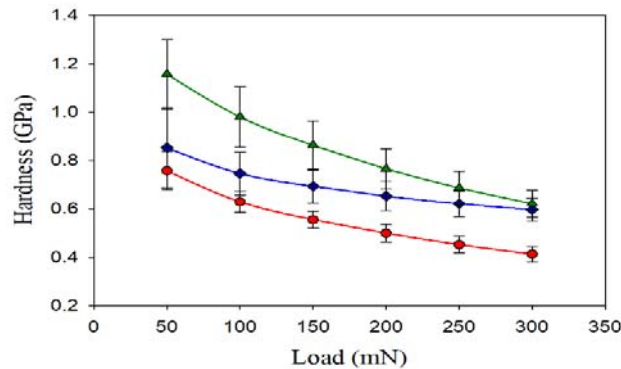


Figure A. Hardness values of ingot alloys

Purpose: The aim of this study is to improve the mechanical properties of 2xxx series Al-5Cu alloy. For this purpose, the alloys were produced through the traditional casting method with the addition of different amount of scandium to refine the grain size of the base alloy.

Theory and Methods:

Al-5wt.%Cu-Xwt.%Sc (X = 0, 0.5 and 1.0) were produced as ingots with the induction casting method. Mechanical properties, microstructure and crystal structure were examined by using nanoindentation, SEM and XRD apparatus.

Results:

In XRD and SEM analysis, Cu₂Sc phase was found as well as α-Al and θ-Al₂Cu in Sc added alloys. In addition, it is seen that the metastable θ' phases are homogeneously distributed in the Al matrix in Sc added alloys. The findings obtained from the nanoindentation analysis showed that Sc significantly improved the mechanical properties of the Al-5Cu alloy.

Conclusion:

It was observed that the Sc addition significantly refined the microstructure of the Al-5Cu alloy. In the Sc doped alloys, needle-like metastable θ' and Cu₂Sc phases were observed. Due to these factors, it was determined that the mechanical properties of Sc doped alloys were quite good compared to the main alloy.



Sc katkılı Al-5Cu alaşımlarının mikro yapılarının ve mekanik özelliklerinin incelenmesi

Cengiz Temiz^{1*}, Fikret Yılmaz², Uğur Kölemen²

¹Zonguldak Bülent Ecevit Üniversitesi, Alaplı Meslek Yüksek Okulu, Elektronik ve Otomasyon Bölümü, 67850, Zonguldak, Türkiye

²Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü, 60250, Tokat, Türkiye

Ö N E Ç İ K A N L A R

- Al-5Cu alaşımına indüksiyon ergitme yöntemi ile Sc eklenmiştir.
- Sc katkılı alaşımların mikroyapı ve mekanik analizleri (SEM, XRD ve Nano Indentation) yapılmıştır.
- %0,5 ve %1,0 Sc katkısının mekanik mukavemeti iyileştirdiği gözlemlenmiştir

Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi

Geliş: 08.01.2021

Kabul: 09.05.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.855196

Anahtar Kelimeler:

Al-5Cu alaşımı,
indüksiyonla ergitme,
nano çentme,
mekanik özellikler,
mikro yapı

ÖZ

Al-5Cu, 2xxx serisi Al-esaslı alaşım grubundan olup hafif ağırlığın gerektirdiği otomotiv ve havacılık endüstrisinde geniş bir kullanım alanına sahiptir. Al-5Cu alaşımlarının en belirgin özellikleri, düşük yoğunluk, yüksek erime sıcaklığı, iyi termal iletkenlik, yüksek dayanım ve tokluktur. Bu çalışmada, Al-5Cu alaşımının mekanik özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu sebeple, ağırlık %0,5 ve 1,0 oranında Skandiyum (Sc) katkılı Al-5Cu alaşımı indüksiyonla ergitme yöntemi ile üretilmiştir. X-ışınımı kırınımı (XRD) analizlerinden, Al-5Cu alaşımında Al ve Al₂Cu fazları gözlenirken, Sc katkılı alaşımlarda bu fazların yanında Cu₂Sc fazı tespit edilmiştir. Taramalı elektron mikroskopu (SEM) analizlerinden, Sc katkısının, külçe alaşımların mikro yapısını büyük oranda incelttiği görülmüş ve ayrıca, Sc katkılı alaşımlarda yarı-kararlı iğnemi θ'-Al₂Cu fazlarına rastlanılmıştır. Ayrıca alaşımlarda gözlenen mekanik özelliklerindeki iyileşme, tane boyutu sertleşmesi ve çökelti sertleşmesi mekanizmaları ile açıklanmıştır. Nano çentme testi sonuçlarından, Sc elementinin Al-5Cu alaşımını mekanik özellikleri bakımından büyük oranda geliştirdiği anlaşılmıştır.

Investigation of microstructures and mechanical properties of Sc doped Al-5Cu alloys

H I G H L I G H T S

- Sc was added to Al-5Cu alloy by induction melting method
- Microstructure and mechanical analysis (SEM, XRD and Nano Indentation) of Sc doped alloys have been done
- It has been observed that 0.5 and 1.0% Sc additive improves mechanical strength

Article Info

Research Article

Received: 08.01.2021

Accepted: 09.05.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.855196

Keywords:

Al-5Cu alloy,
induction melting,
nano indentation,
mechanical properties,
microstructure

ABSTRACT

Al-5Cu belongs to the group of 2xxx series Al-based alloys and has a wide range of uses in the automotive and aerospace industries due to its light weight. The most prominent properties of Al-5Cu alloys are low density, high melting temperature, good thermal conductivity, high strength and toughness. We aimed to improve the mechanical properties of the Al-5Cu alloy. For this reason, the wt. 0.5 and 1.0% ratio Scandium (Sc) doped Al-5Cu alloy was produced by induction melting method. From the X-ray diffraction (XRD) analysis, while Al and Al₂Cu phases were observed in Al-5Cu alloy, Cu₂Sc phase was determined in addition to these phases in Sc doped alloys. Scanning electron microscopy (SEM) analysis showed that Sc doping greatly thinned the microstructure of ingot alloys, and also semi-stable acicular θ'-Al₂Cu phases were found in Sc doped alloys. In addition, the improvement in mechanical properties observed in alloys was explained by the grain size hardening and precipitation hardening mechanisms. From the nanoindentation test results, it was understood that Sc element greatly improved the Al-5Cu alloy in terms of its mechanical properties.

*Sorumlu Yazar/Yazarlar / Corresponding Author/Authors : *cengiztemiz60@gmail.com, fikreyilmaz79@gmail.com, ugurkolemen@hotmail.com / Tel: +90 505 492 9097

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Al-esaslı alaşımlar, yüksek erime sıcaklığı, iyi termal iletkenlik, yüksek dayanım ve tokluk gibi özellikleri dolayısıyla çeşitli mühendislik uygulamalarında yoğun olarak kullanılmakta ve özellikle düşük yoğunluğu ($2,7 \text{ g/cm}^3$) nedeniyle, taşıt ve uçak sektöründe tercih edilmektedir [1-3]. Ayrıca düşük yoğunluklu alaşımların kullanımı yakıt tasarrufu ve daha az karbon salınımı gibi avantajlar sağlaması açısından da oldukça önem arz etmektedir [4]. Literatürde Al-Cu ikili alaşımlarda Cu oranı, genellikle ağı. %4-5 oranında değişmektedir. Sc katkılı alüminyum alaşımları ise, çoğu yüksek dayanımlı Al alaşımlarına göre üstün mekanik özellikler sergilemektedir [5, 6]. Sovyet Rusya, askeri amaçlar doğrultusunda, Al-Sc alaşımları üzerine yapılan çalışmaları yoğun olarak sürdürmektedir [7]. Ayrıca, Al-Sc alaşımları spor, taşıma ve uzay endüstrisinde de tercih edilmektedir [8, 9]. Çoğunlukla saf alüminyumda tane inceltici olarak kullanılan Sc, son zamanlarda Al-Cu alaşımlarında da kullanılmaya başlanmıştır [10]. Al-2,5ağı.%Cu-0,3ağı.%Sc alaşımında, çözündürme işleminin, alaşımın çökeltme davranışı ve yaşlandırma sertleşmesi üzerine etkilerini incelemişlerdir [10]. Sc ilavesinin, Al_2Cu plakalarının düzenli dağılmasını engelleyerek, Al-Cu alaşımında önemli oranda dayanım artışına sebep olduğunu göstermişlerdir.

2. GEREÇ VE YÖNTEM (MATERIALS AND METHOD)

Al-ağı.%5Cu-ağı.%xSc ($x= 0, 0,5, \text{ ve } 1,0$) alaşımları, indüksiyon yöntemi ile külçe formunda üretilmiştir. İndüksiyon yöntemi basitçe, sarılı iletken bir bobinden alternatif akım geçirilip, kontrollü bir manyetik akı oluşturularak, istenilen metalik alaşımı eritme tekniğidir. Homojenizasyon için alaşımlar T_6 ısıl işlemi ile 600°C 'de 3 saat bekletilerek tavllanmış ve 24°C 'de suya atılarak hızlı soğutma yapılmıştır. Çökeltme ısıl işlemi olarak bilinen T_6 temperlemesi (malzeme 160°C 'ye ısıtılır ve bu sıcaklıkta 18 saat bekletilir) yapılmıştır. Mikro yapı ve mekanik analizler için alaşımların parlatma işleminde sırasıyla 1000, 1200, 2400 ve 4000 mesh'lik zımparalar ile 3 ve $1 \mu\text{m}$ 'lik elmas süspansiyon kullanılmış ve numune yüzeyi mikro yapı incelemeleri için 3,5 ml NH_3 , 1,5 ml HCl, 1 ml HF karışımı %96 su ile tamamlanarak oluşturulan çözelti ile dağlanmıştır. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) analizlerinde mikro yapının daha iyi görüntülenebilmesi adını numune yüzeyi altın ile kaplanmıştır. Alaşımların XRD analizleri Panalytical marka Empyrean modeli ile alınmıştır. Analiz değerleri, 45 kV - 45 mA gücünde Reflection -

Transmission Spinner Stage ile $10 - 90$ derece ve 0,0013 tarama hızında yapılmıştır. Alaşımların Rietveld analizleri PANalytical\X'Pert HighScore Plus programı ile yapılmıştır. Üst üste binen verilerin etkin bir biçimde ayrımını yaparak, kristal yapının kusursuz bir biçimde belirlenmesini sağlayan Rietveld Yöntemi, 1964 ve 1966 yılları arasında Dr. Rietveld tarafından geliştirilmiştir [11]. Rietveld programında R_{exp} , R_{wp} ve R_p değerlerinin 10'dan küçük olması kabul edilir sonuçları ifade etmektedir.

Bu çalışmada, üç farklı bileşime sahip olarak üretilen alaşımların mekanik karakterizasyonu NH-2 Nanoindenter (BRUKER) cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerde Berkoviç uç kullanılmıştır. 1-50 mN arasında 10 mN'luk artışlarla değişen yükler için step-load unload (SLU) eğrileri elde edilmiş ve elde edilen bu eğriler [12], metoduyla analiz edilerek numunelere ait sertlik ve elastik modülü değerleri hesaplanmıştır.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR (RESULT AND DISCUSSIONS)

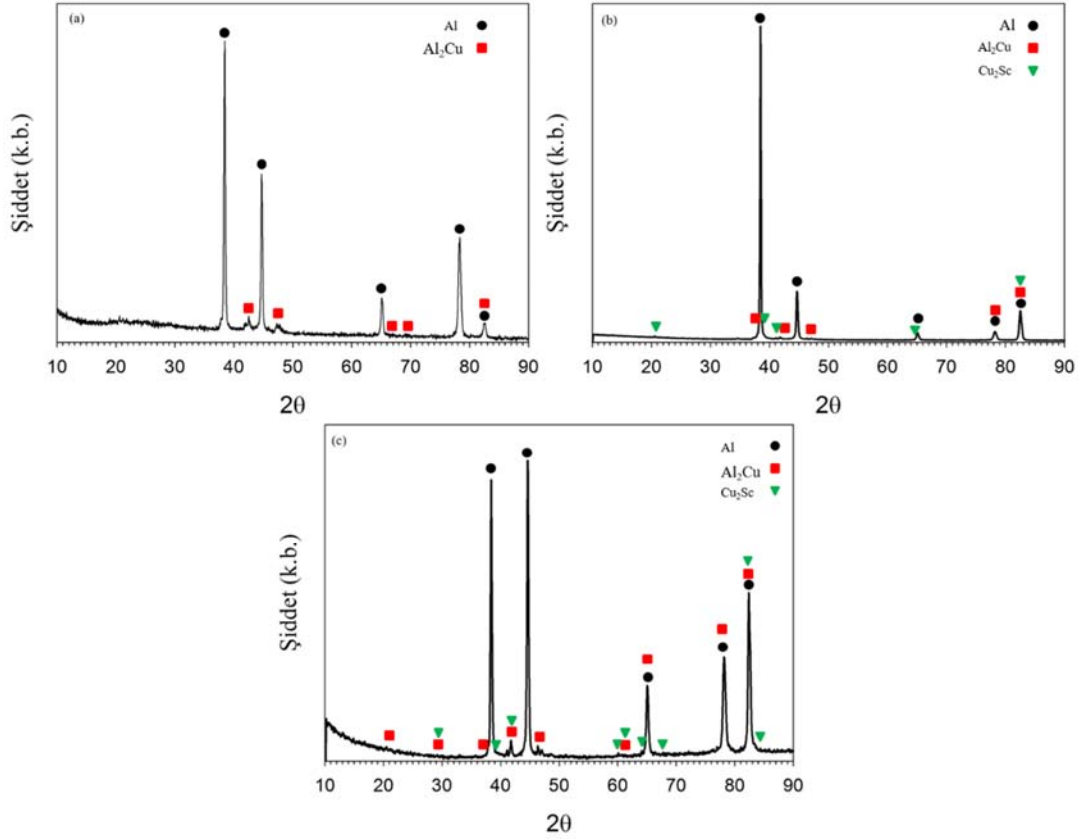
Bu çalışmada indüksiyon eritme yöntemi ile üretilen Al-5Cu-XSc (ağı.% $x = 0, 0,5 \text{ ve } 1,0$) bileşimine sahip alaşımların XRF ile miktar analizleri, XRD tekniği ile Rietveld metodu kullanılarak kristal yapı tayini, SEM-EDX ile mikro yapı analizleri ve Nano Çentme cihazı ile de mekanik analizleri yapılmıştır. Al-5Cu külçe alaşımlarda Sc ilavesinin mikroyapı, kristal yapı ve mekanik özellikler üzerine etkisi incelenmiştir. Al-5Cu-XSc (ağı.% $x= 0, 0,5 \text{ ve } 1,0$) alaşımlarına ait XRF sonuçları Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1'den, yapılan katkı oranları ile alaşımdan elde edilen oranların uyumlu olduğu görülmektedir. Bununla birlikte alaşımın yapısında eser miktarda Fe ve vb. gibi elementler de tespit edilmiş olup, bu durumun alaşımlamada kullanılan Al, Cu ve Sc elementlerinin safsızlık oranlarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Şekil 1'de alaşımlara ait X-ışını kırınım desenleri verilmektedir. Sc katkısız Al-5Cu alaşımında iki faz tespit edilmiştir (Şekil 1a). Bu fazlar, ana faz olan α -Al fazı ve ötektik θ - Al_2Cu fazlarıdır. Sc katkılı alaşımlarda ise, α -Al ve θ - Al_2Cu fazlarının yanı sıra Cu_2Sc fazı saptanmıştır (Şekil 1b ve c). Öte yandan, Al-5Cu-1Sc alaşımına ait XRD incelendiğinde (Şekil 1c), en şiddetli pikin $2\theta=45,2^\circ$ olduğu görülmektedir. Hâlbuki, alüminyumun en şiddetli pikinin $2\theta=39^\circ$ 'de gözlenmesi gerekmektedir. Pik şiddetlerinden gözlenen bu türlü davranış literatürde texture etkisi olarak

Tablo 1. Al-5Cu-xSc (ağı.% $x= 0, 0,5 \text{ ve } 1,0$) alaşımlarına ait XRF analiz sonuçları (XRF analysis results of Al-5Cu-xSc (wt% $x= 0, 0,5 \text{ and } 1,0$) alloys)

Al-5Cu		Al-5Cu-0,5Sc		Al-5Cu-1,0Sc		Miktar
Element	Oran	Element	Oran	Element	Oran	%
Al	96,018	Al	94,950	Al	94,442	ağı.
Cu	3,821	Cu	4,204	Cu	4,494	ağı.
Sc	-	Sc	0,455	Sc	1,012	ağı.
Diğer	0,16	Diğer	0,036	Diğer	0,052	ağı.



Şekil 1. Külçe alaşımlara ait Normalize XRD desenleri, (a) Al-5Cu, (b) Al-5Cu-0,5Sc, (c) Al-5Cu-1Sc
(Normalized XRD patterns of ingot alloys)

bilinmektedir. Bu etki malzemelerin üretimi veya şekil verilmesi esnasında maruz kaldıkları mekanik zorlardan kaynaklanabilmektedir [13, 14]. Al-5Cu-1Sc gözlenen bu etkinin, alaşımın kesimi esnasında kesim diski tarafından uygulanan mekanik zordan kaynaklandığı düşünülmektedir. Söz konusu fazlar, Highscore-plus yazılımı ile tespit edilmiş olup ICSD (inorganic crystal structure database) referans kodları α -Al için 606006, Al_2Cu için 151384 ve Cu_2Sc için 629012 olarak literatürde mevcuttur.

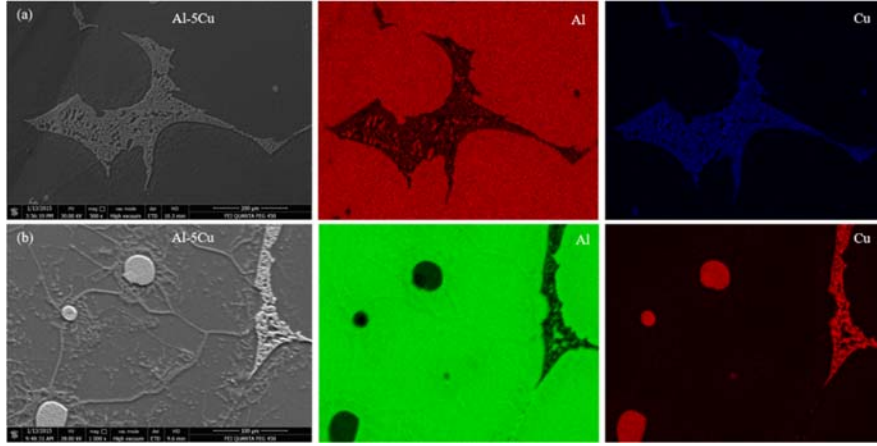
Bu çalışmada, literatürdeki pek çok çalışmanın aksine Al_3Sc fazı X-ray kırınımı yöntemiyle tespit edilememiştir. Bu durumun sebebi, muhtemel Al_3Sc fazının X-ray kırınımı yöntemiyle tespit edilemeyecek miktarda olması veya farklı bir faza dönüşmüş olması gösterilebilir. Çalışmamızda, Sc katkılı alaşımlarda gözlenen Cu_2Sc fazının oluşması Al_3Sc fazının oluşmamasını desteklemektedir.

Şekil 2'de Al-5Cu külçe alaşımına ait SEM-EDX renkli haritalama görüntüleri verilmektedir. Mikro yapının büyük bir kısmını oluşturan faz α -Al fazıdır. Bunun dışında bakırca zengin ve iki farklı morfolojiye sahip fazlar tespit edilmiştir. Bunlar, tane sınırlarına yerleşen ve kavşak bölgesinde yoğunlaşan ağ şekilli faz (Şekil 2a) ile α -Al fazı içerisinde oluşmuş küresel fazlardır (Şekil 2b). Haritalama görüntülerinden anlaşıldığı üzere her iki faz da hem Cu hem

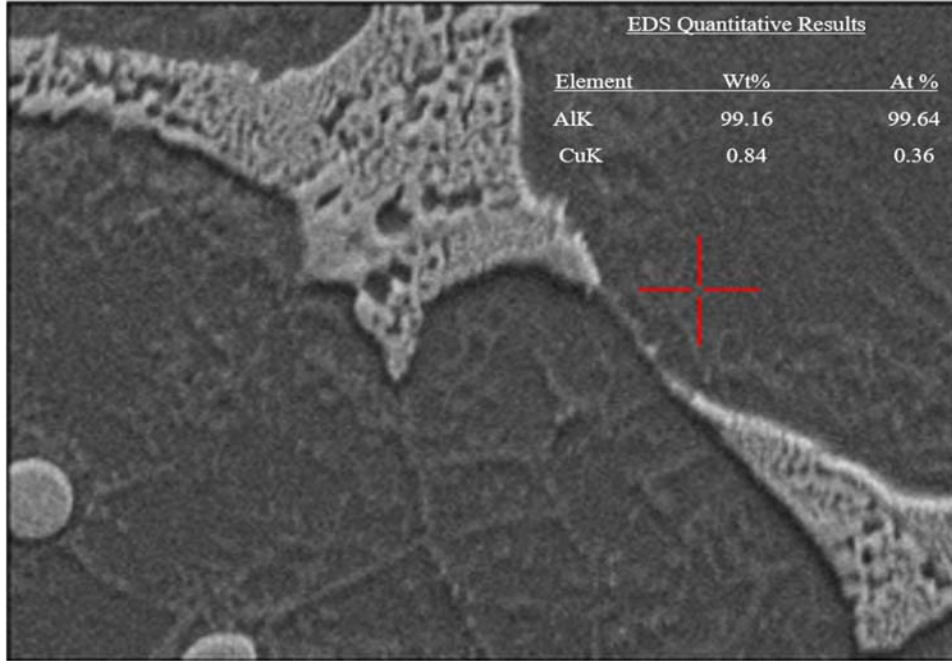
de Al elementi içermektedir. Bu bakımdan her iki fazın, XRD analizlerinde de tespit edildiği üzere Al_2Cu fazına ait olduğu anlaşılmaktadır.

Şekil 3'te külçe Al-5Cu alaşımında, Al-matrisi içinden alınan nokta analizi görüntüsü ve kütlece element miktarları verilmektedir. Sonuçlardan görüldüğü üzere, matrisin büyük kısmını Al elementi oluşturmaktadır (ağ.%99,16). Matris içerisinde ağ. %0,84 oranında Cu elementi tespit edilmiştir. Yavaş soğuma hızlarında, Cu'nun Al içindeki çözünürlüğü yaklaşık ağ. %0,1 oranındadır. Yapmış olduğumuz çalışmada bu oran yaklaşık 8 kat artmıştır. Bunun sebebi, T6 ısıtma işlemiyle 600 °C'den oda sıcaklığına yapılan hızlı soğutma esnasında, Cu'nun Al içerisindeki çözünme sınırının artmasıyla açıklanabilir.

Şekil 4'te Al-5Cu külçe alaşımının farklı büyütme elde edilen SEM görüntüleri verilmektedir. Şekil 4a'da mikro yapının genel bir görüntüsü verilmektedir. Mikro yapının, α -Al ve ağ-şekilli ötektik θ - Al_2Cu fazı ile α -Al içerisinde yerleşmiş küresel θ - Al_2Cu fazlarından oluştuğu görülmektedir. Özellikle tane sınırlarının kavşak noktalarındaki θ fazlarının kabalaşma eğiliminde olduğu görülmektedir. Bu bölgeler heterojen çekirdeklenme için uygun bölgelerdir. Ağ-şekilli (network) yapının bazı bölgelerde süreksiz hale geldiği görülmektedir. Bu durum,



Şekil 2. Külçe Al-5Cu alaşımasının farklı bölgelerinden alınan EDX-haritalama görüntüleri (EDX-mapping images from different parts of the ingot Al-5Cu alloy)



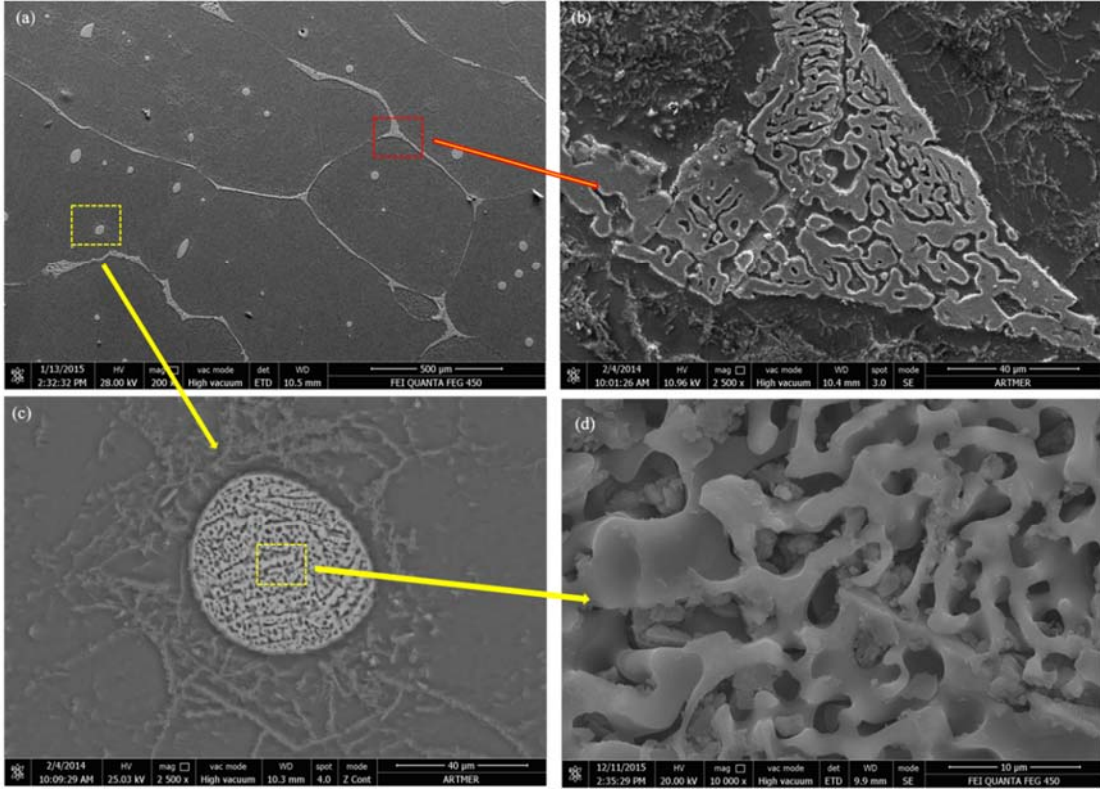
Şekil 3. Külçe Al-5Cu alaşımasının Al-matrisi içinden alınan nokta EDX analizi (1000x) (Spot EDX analysis from Al-matrix of ingot Al-5Cu alloy)

soğuma hızı ve Cu miktarıyla ilişkilendirilebilir. Şekil 4b ve d'de θ fazlarının 2500X büyütmede alınan SEM görüntüleri verilmektedir. Her iki yapının da, tabakalı (lamelli) olduğu söylenebilir. Bir başka ifadeyle, deformasyon ve katılma yönüne bağlı olarak θ -Al₂Cu fazı farklı şekilde görünebilir. Örneğin, θ -Al₂Cu fazının lamelli yapısı, külçe alaşımasının dikine kesitinden daha belirgin olarak gözlenir. Sunulan çalışmada, lamelli yapının belirgin olarak gözlenememesinin sebebi, SEM görüntülerinin dikine kesit yerine enine kesitten alınmış olması olabilir.

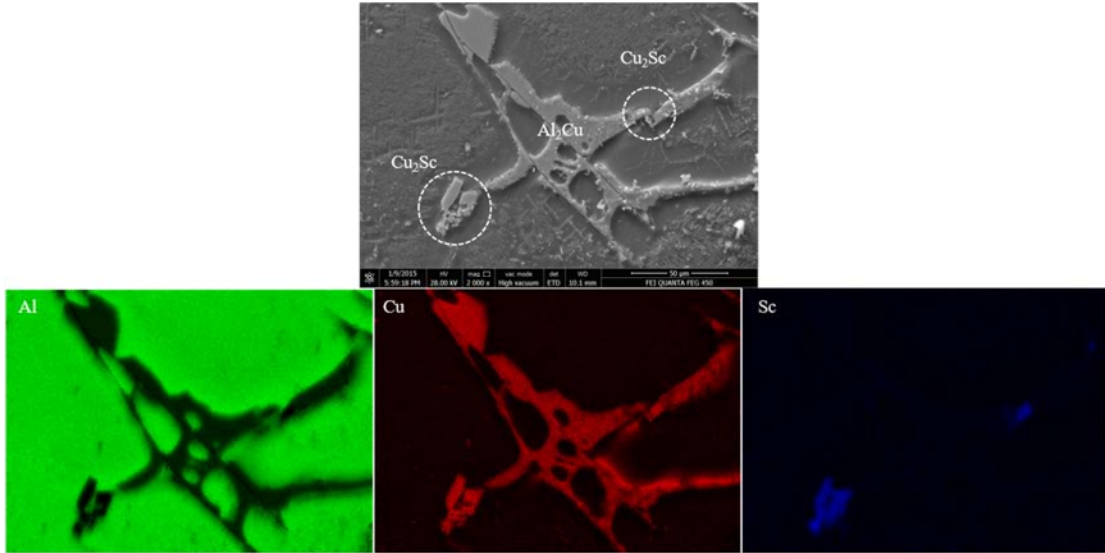
Şekil 5'de Al-5Cu-0,5Sc alaışımında farklı fazlardan alınan SEM-EDX renkli haritalama görüntüleri verilmektedir. Şekil 5'de tane sınırlarının kesiştiği kavşak bölgesinde, hem θ -Al₂Cu fazının hem de Cu₂Sc fazının birlikte olduğu görülmektedir. Her iki fazda blok şeklinde olup, θ -Al₂Cu

fazının Cu₂Sc fazına kıyasla tane boyutunun daha büyük olduğu görülmektedir. Şekil 6'da bir başka kavşak bölgesinin görüntüsü verilmektedir. Benzer olarak, her iki fazda birlikte bulunmaktadır ve θ -Al₂Cu fazının daha kaba bir morfolojiye sahip olduğu görülüyor.

Şekil 7'de kavşak bölgesi ve matris içerisinde kristallen bir cep-şekilli yapı görülmektedir. Bu görüntüde, kavşak bölgesinin tamamen θ -Al₂Cu fazından oluştuğu, cep-şekilli yapı da ise benzer olarak her iki fazın birlikte oluştuğu açıkça görülmektedir. Ayrıca, Şekil 7'de Al-matrisi içinde iğnemi yapılar görülmektedir. Bu yapılar, yarı-kararlı θ' -Al₂Cu çökelti fazı olup GP kuşağı (Guinier-Preston zone) olarak adlandırılır. θ' fazı hızlı soğutulan Al-Cu alaşımlarının yapay yaşlandırılması esnasında, Al-matrisi içinde bulunan Cu atomlarının kristallenmesiyle oluşmaktadır. Matris uyumlu



Şekil 4. Külçe Al-5Cu alaşımına ait SEM görüntüleri, (a) Genel görünüm (500x), (b) Tane sınırının büyütülmüş görüntüsü (2500x), (c) Küresel Al₂Cu fazının genel görüntüsü (2500x) ve büyütülmüş görüntüsü (10000x) (SEM images of the ingot Al-5Cu alloy)

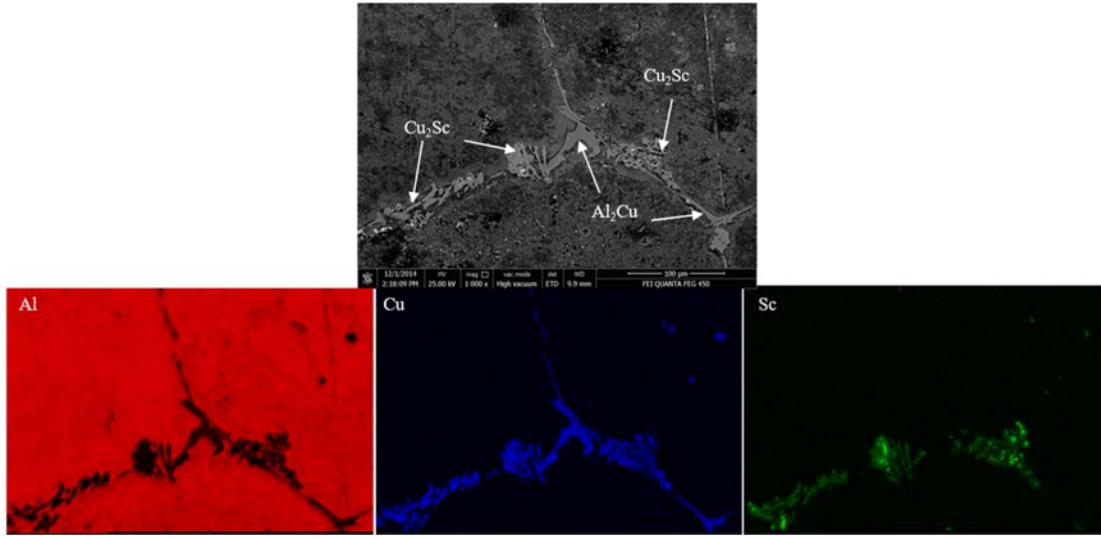


Şekil 5. Külçe Al-5Cu-0,5Sc alaşımında tane sınırlarının birleştiği kavşak bölgesinden alınan EDX-haritalama görüntüsü (2000x) (EDX-mapping image of the ingot Al-5Cu-0.5Sc alloy from the junction of the grain boundaries (2000x))

bir yapıya sahiptir ve malzeme içerisinde dislokasyon hareketlerini engelleyici bir rolü vardır. Bu bakımdan malzemenin sertliğini artırıcı rol oynar.

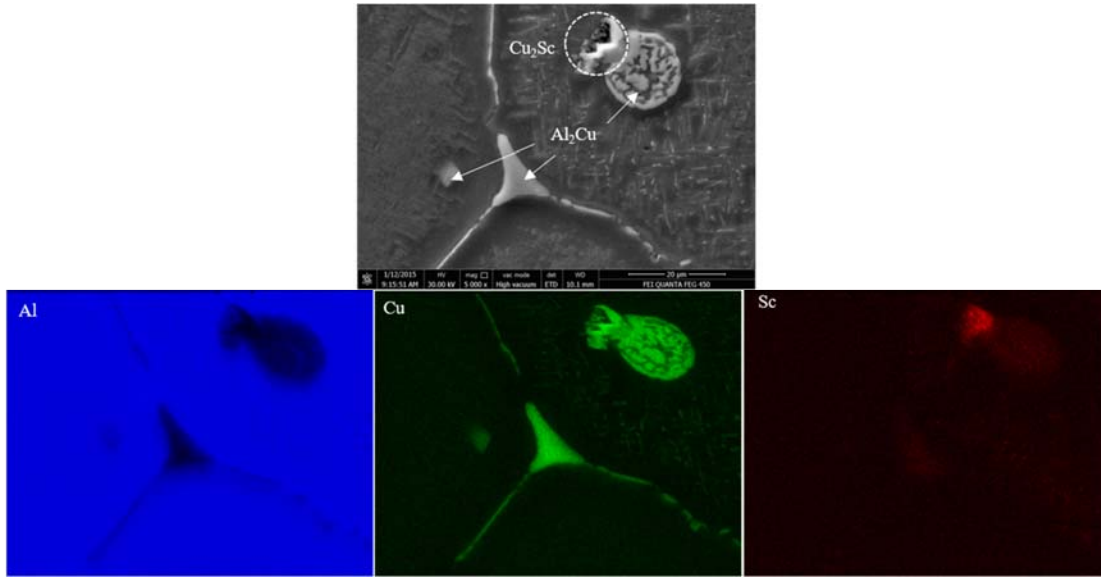
Şekil 8'de Al-5Cu-0,5Sc külçe alaşımının farklı büyütmelerde alınan SEM görüntüleri verilmektedir. Şekil 8a'da mikro yapının genel görüntüsü incelendiğinde yapının,

Sc' siz alaşıma göre farklılaştığı görülmektedir. Tane sınırlarına yerleşen θ -Al₂Cu fazı kısmen yok olmuştur. Kavşak bölgelerinde oluşan yapılar incelendiğinde, Al-5Cu alaşıma benzer olarak, bazı bölgelerde θ -Al₂Cu fazı tespit edilmekle beraber (Şekil 8d), çoğu kavşak bölgesinde, Cu₂Sc fazı da oluşmuştur (Şekil 8b). Cu₂Sc fazının olduğu kavşak bölgelerinde, yapının daha ince olduğu görülmektedir.



Şekil 6. Külçe Al-5Cu-0,5Sc alaşımında tane sınırlarının birleştiği kavşak bölgesi ve tane sınırlarından alınan EDX-haritalama görüntüsü (1000x)

(EDX-mapping image taken from grain boundaries and junction area where grain boundaries meet in ingot Al-5Cu-0.5Sc alloy)



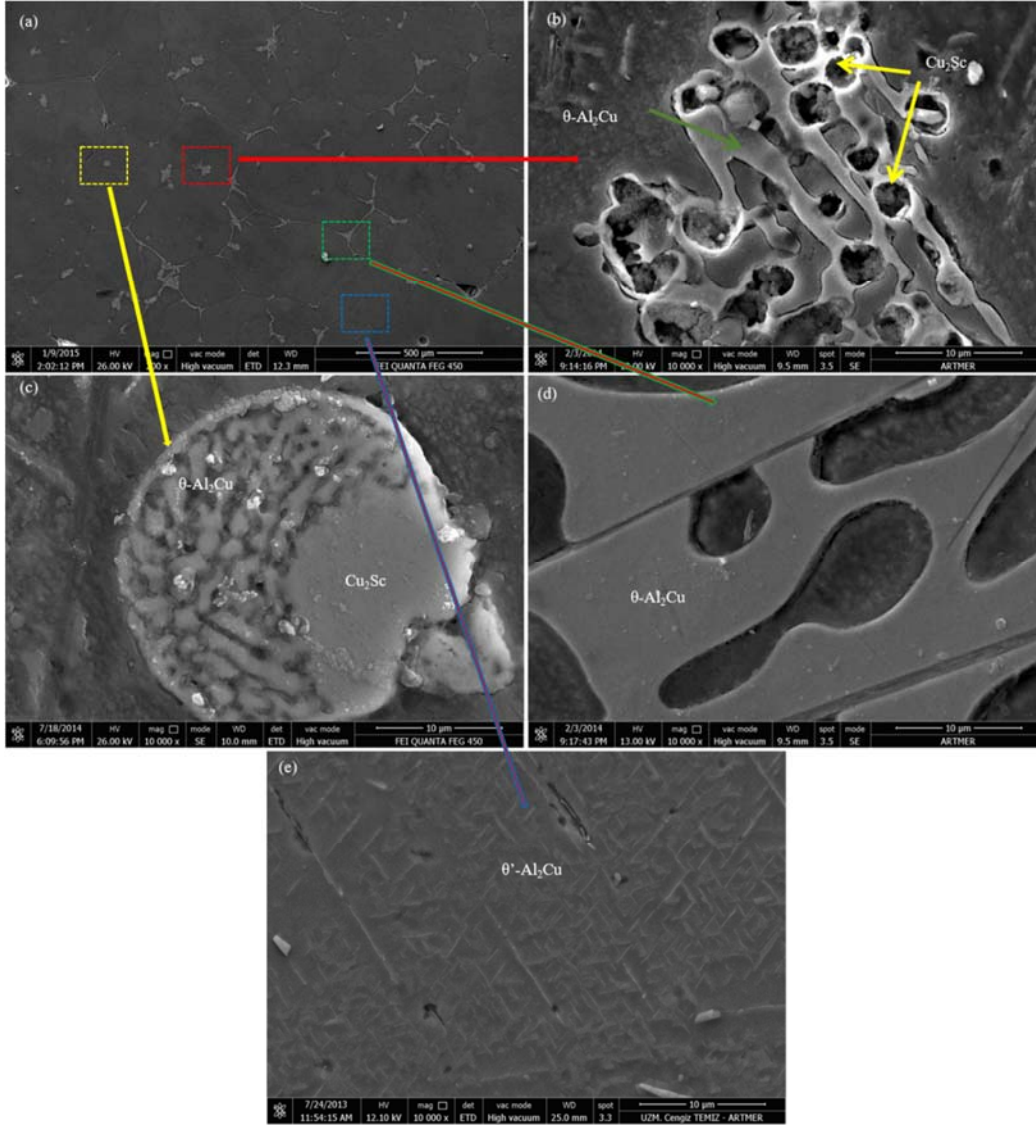
Şekil 7. Külçe Al-5Cu-0,5Sc alaşımında tane sınırlarının birleştiği kavşak bölgesi ve küresel adacıktan alınan EDX-haritalama görüntüsü (5000x)

(EDX-mapping image taken from the spherical islet and the junction of the grain boundaries in the ingot Al-5Cu-0.5Sc alloy)

Bunun dışında, cep-şekilli küresel fazların frekansının azaldığı açıkça görülmektedir. Bu yapılarda da yine θ -Al₂Cu ve Cu₂Sc fazı birlikte çekirdeklenmiştir. Şekil 8d, α -Al bölgesini göstermektedir. Alaşımında tüm α -Al bölgelerinde iğnemsiz θ' -Al₂Cu fazları tespit edilmiştir. Al-5Cu-0,5Sc alaşımında θ' fazının ortaya çıkması, Sc ilavesiyle açıklanmaktadır.

Şekil 9'da külçe Al-5Cu-1,0Sc alaşımında gözlenen farklı fazlardan alınan SEM-EDX renkli haritalama görüntüleri verilmektedir. Şekil 9'da görüldüğü üzere, CuSc₂ fazının yanı sıra belli bölgelerde Al₃Sc fazları tespit edilmiştir. Al₃Sc fazlarının boyutlarının 5-20 μ m arasında değiştiği ve faset şekillere (kare, yıldız, üçgen) sahip olduğu

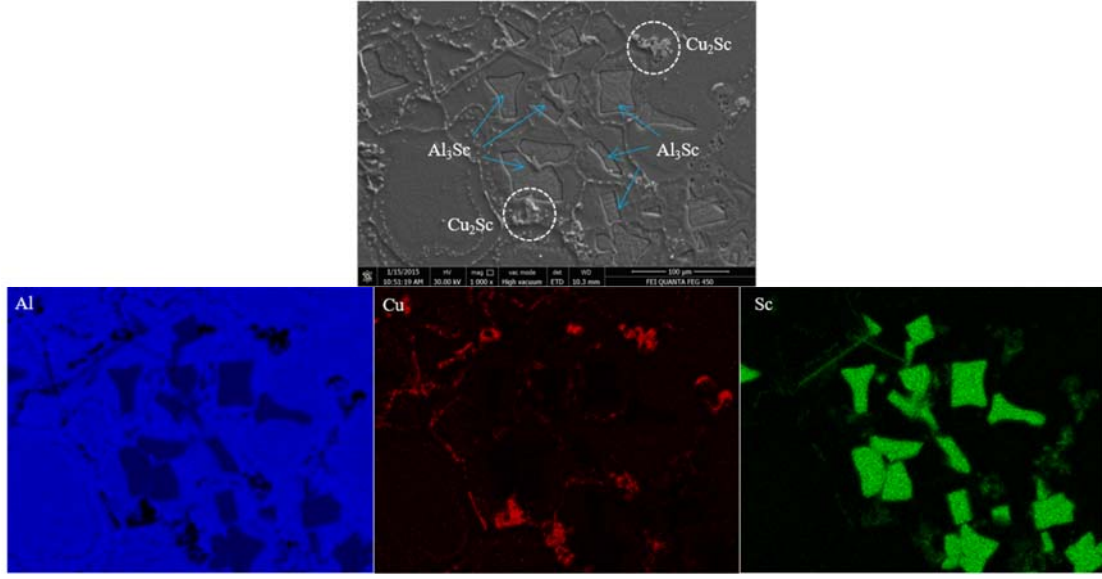
görülmektedir [15] benzer yapıları Al-1Sc ve Al-2Sc alaşımalarında gözlemlemişlerdir. Bu çalışmada, Al₃Sc fazlarının mikro yapı içerisinde homojen dağılmadığı tespit edildi. Şekil 10 ve 11'de tane sınırlarında sadece Cu₂Sc fazı tespit edildi. Öte yandan, Al-5Cu-0,5Sc alaşımında gözlenen θ fazına rastlanmadı. Bu durum, Sc miktarının artmasıyla birlikte açıklanmaktadır. Yarı kararlı θ' fazlarının ise Al matrisi homojen olarak dağıldığı görülmektedir. Şekil 12'de mikro yapının genel görüntüsü verilmektedir. Tane sınırlarının CuSc₂ fazlarından, Al matrisinin ise θ' fazlarından oluştuğu açıkça görülmektedir. Ayrıca, mikro yapının tamamı eş eksenli tanelerden oluşmaktadır. Bu durum, Sc ilavesinin modifiye edici etkisiyle açıklanmaktadır [16].



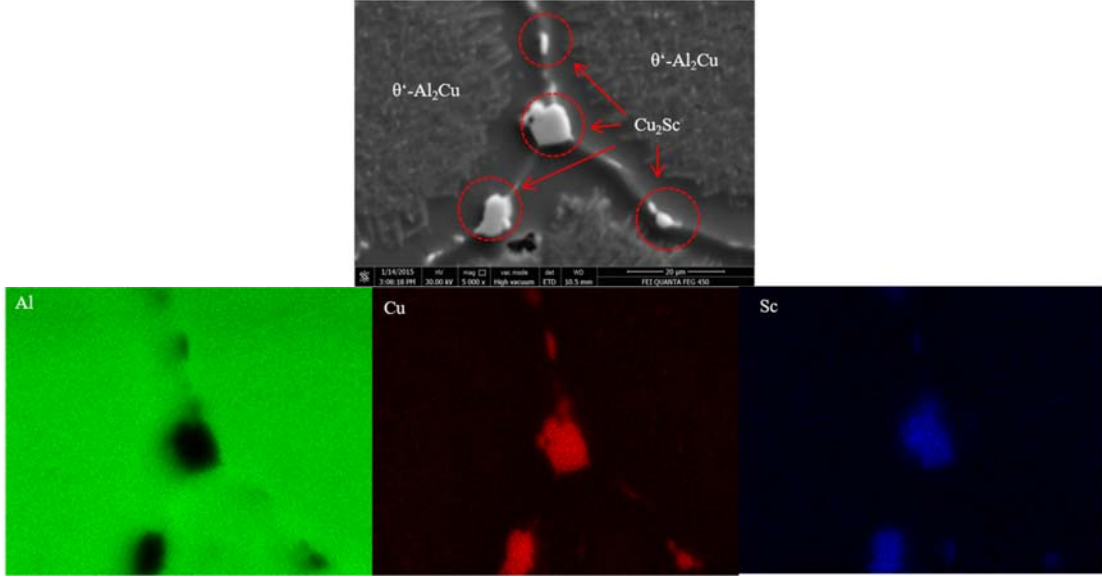
Şekil 8. Külçe Al-5Cu-0,5Sc alaşımına ait SEM görüntüleri, (a) Genel görünüm (500x), (b) Tane sınırında oluşan θ -Al₂Cu ve Cu₂Sc fazlarının büyütülmüş görüntüsü (10000x), (c) Küresel θ -Al₂Cu ve Cu₂Sc fazının genel görüntüsü (10000x) ve (d) Kavşak bölgesinde oluşan Al₂Cu büyütülmüş görüntüsü (10000x), (e) Al matrisi içerisinde dağılmış θ' -Al₂Cu çökeltileri (10000x) (SEM images of the ingot Al-5Cu-0.5Sc alloy)

Şekil 13'de Al-5Cu-1,0Sc külçe alaşımının farklı büyütme oranlarında elde edilen SEM görüntüleri verilmektedir. Şekil 13a ve b'de, kavşak bölgelerinin ve tane sınırlarının tamamen Cu₂Sc fazına rastlanırken Al-5Cu-0,5Sc alaşımında, söz konusu bölgelerde, Al₂Cu ve Cu₂Sc fazları birlikte görülmektedir. Buradan, Sc elementinin, Cu ile bileşik oluşturma eğiliminin Al'ye kıyasla daha fazla olduğu söylenebilir. Bu durum, Cu-Sc arasındaki elektronegatiflik farkının Cu-Al'ye kıyasla daha fazla olmasıyla açıklanabilir. Şekil 13c ve d'de sırasıyla θ' -Al₂Cu fazlarının genel görüntüsü ve büyütülmüş görüntüsü verilmektedir. Bu fazların, 0,5Sc katkılı alaşımdakilere kıyasla daha belirgin olduğu görülmektedir. Bu fazların, aşırı doymuş Cu elementinin yaşlandırma esnasında çökmesiyle oluştuğu düşünülmektedir. Şekil 14'de külçe alaşımlarının mikro yapılarının genel görüntüsü verilmektedir. Öncelikle, Sc

katkılı alaşımların tane boyutlarının belirgin biçimde azaldığı söylenebilir. Bu durum, Şekil 14'de aynı büyütme oranlarında alınmış SEM fotoğraflarından açık bir şekilde görülmektedir. Sc'nin Al alaşımlarında tane inceltici özelliği iyi bilinmektedir [17]. Bu bileşik, α -Al'nin heterojen çekirdeklenmesi için çekirdek görevi görerek, tanelerin ciddi oranda incelmeye sebep olmuştur. Diğer pek çok çalışmada, Al ve Al-Cu alaşımlarında gözlenen tane incelmeye Al₃Sc bileşiğiyle açıklanmıştır. Bu çalışmada, Al₃Sc bileşiği sadece Al-5Cu-1,0Sc alaşımında ve belli bölgelerde tespit edilmiştir. Al-5Cu-0,5Sc alaşımında ise tespit edilememiştir. Öte yandan, Sc ilaveli her iki alaşım grubunda, Cu₂Sc fazı özellikle tane sınırlarından ve kavşak bölgelerinde oluştuğu gözlenmiştir. Literatürde benzer alaşımlarda söz konusu faz, en iyi bilgilerimize göre, henüz rapor edilmemiştir. Bu çalışmada, tane boyutunda gözlenen



Şekil 9. Külçe Al-5Cu-1,0Sc alaşımda görülen Al_3Sc çökelti fazları ve tane sınırlarına yerleşen Cu_2Sc fazları Al_3Sc precipitate phases seen in ingot Al-5Cu-1,0Sc alloy and Cu_2Sc phases located at grain boundaries
(Al_3Sc precipitate phases seen in ingot Al-5Cu-1.0Sc alloy and Cu_2Sc phases located at grain boundaries)

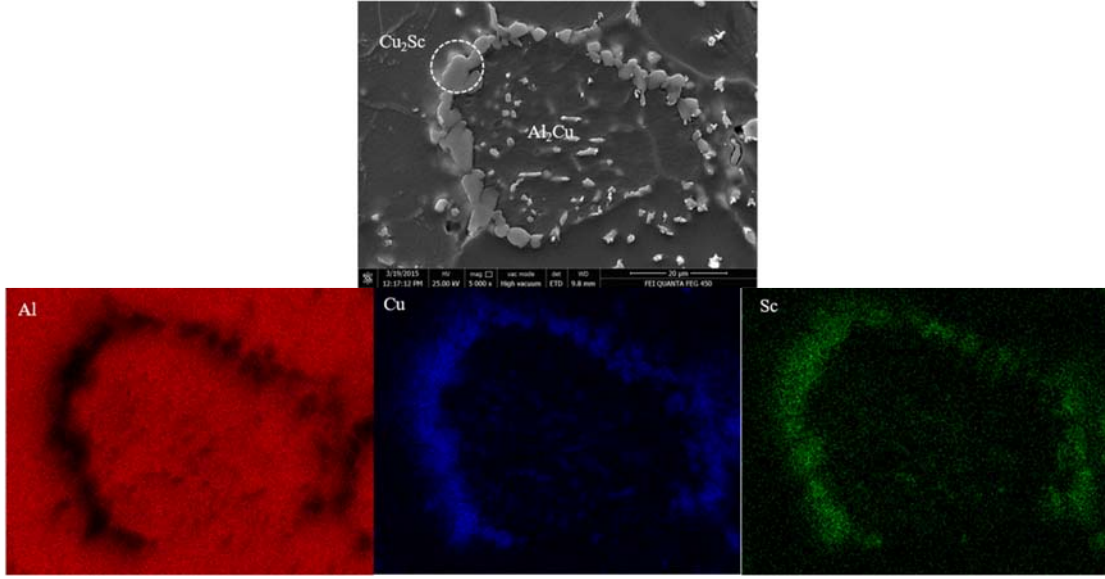


Şekil 10. Külçe Al-5Cu-1,0Sc alaşımda tane sınırlarına yerleşen Cu_2Sc fazları ve Al matrisi içerisinde dağılmış θ' - Al_2Cu çökelti fazları (Cu_2Sc phases located at grain boundaries in ingot Al-5Cu-1.0Sc alloy and θ' - Al_2Cu precipitate phases dispersed in Al matrix)

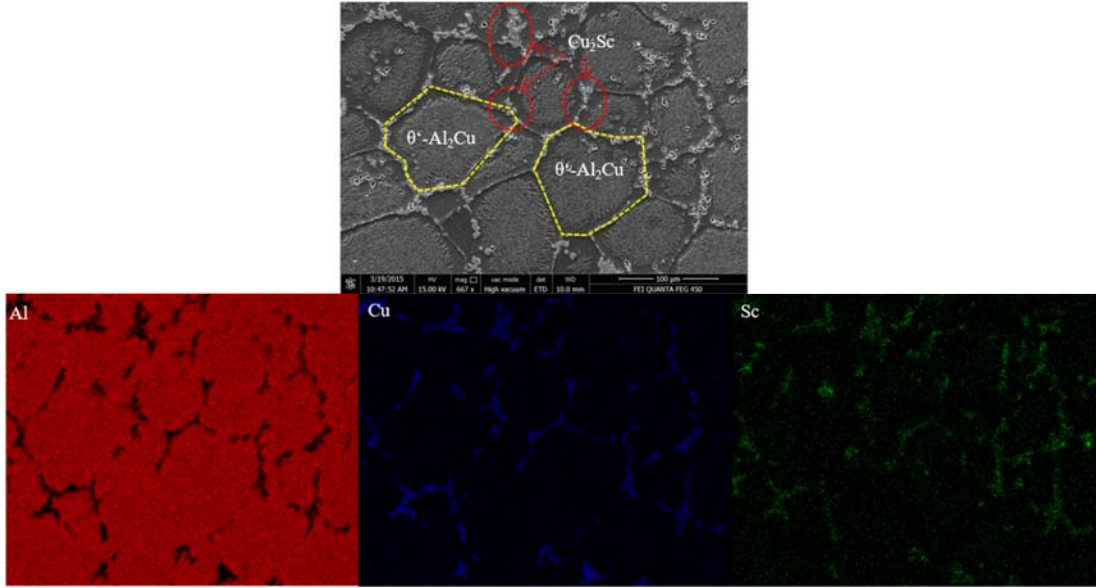
incelmenin, Cu_2Sc bileşiğinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Söz konusu bileşik, katılaşıma esnasında ilk olarak oluşarak, heterojen çekirdeklenme merkezleri oluşturmuş ve böylece eş eksenli α -Al tanelerinin incelmeye sebep olmuştur. ağı.%1 Sc ilaveli alaşımda (Şekil 14c), tane boyutunun daha incelendiği görülmektedir. Ancak bu alaşımda, tane sınırları arasındaki süreksizliğin daha da arttığı görülmektedir. Literatürden bilindiği üzere, tane inceltici elementlerin miktarı belli bir kritik değerden sonra alaşımların mikro yapısını olumsuz yönde etkilemektedir [18]. Külçe alaşımların sertlik (H) ve indirgenmiş elastik modülü (E_r) tayinleri nano çentik yöntemiyle gerçekleştirilmiştir. Şekil 15' de, külçe alaşımlardan elde

edilen P-h eğrileri ve çentik bölgesinin optik resimleri verilmektedir. Nano çentik analizleri aşamalı olarak 50-300 mN yükler altında elde edilmiştir. Her bir alaşım için 9 ölçüm alınmıştır. Elde edilen eğrilerin birbirine yakın sonuçlar sergilemesi, üretilen alaşımların homojen bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Eğrilerin tamamı elastik ve plastik deformasyonu birlikte içeren elasto-plastik bir davranış sergilemektedir.

Şekil 16 ve Şekil 17'de sırasıyla külçe alaşımların sertlik (H) ve indirgenmiş elastik modülü (E_r) değerleri birlikte verilmektedir. Bu değerler, Oliver-Pharr metodu kullanılarak P-h eğrilerinden hesaplandı. H ve E_r



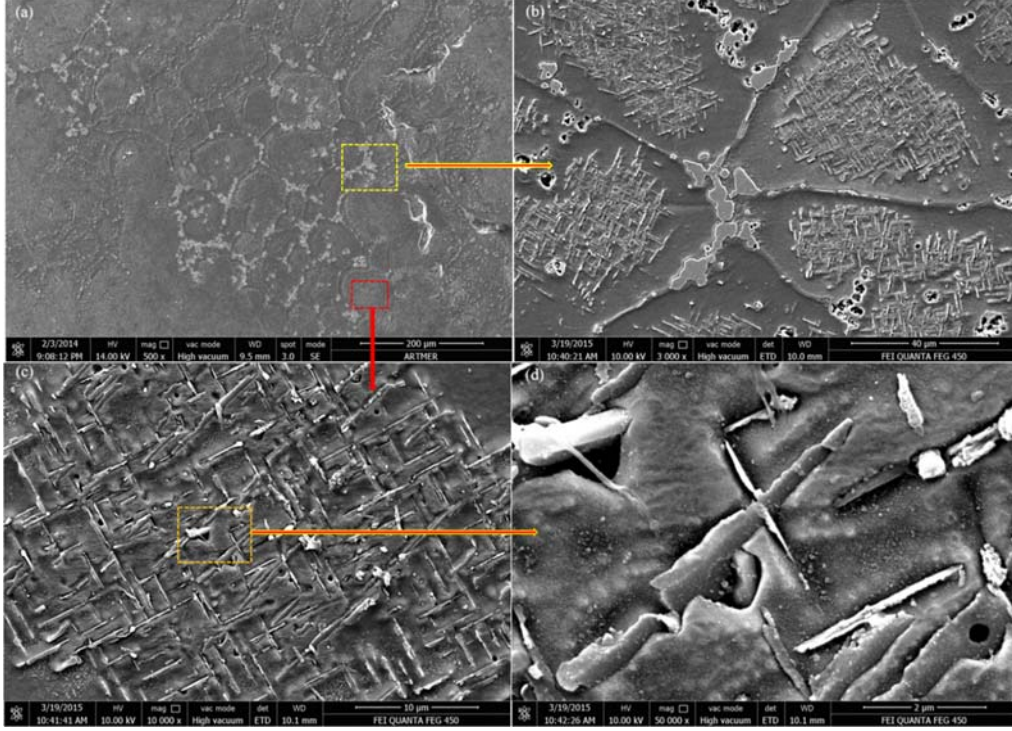
Şekil 11. Külçe Al-5Cu-1,0Sc alaşımında tane sınırlarına yerleşen Cu_2Sc ve $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ fazları
(Cu_2Sc and $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ phases located at grain boundaries in ingot Al-5Cu-1.0Sc alloy)



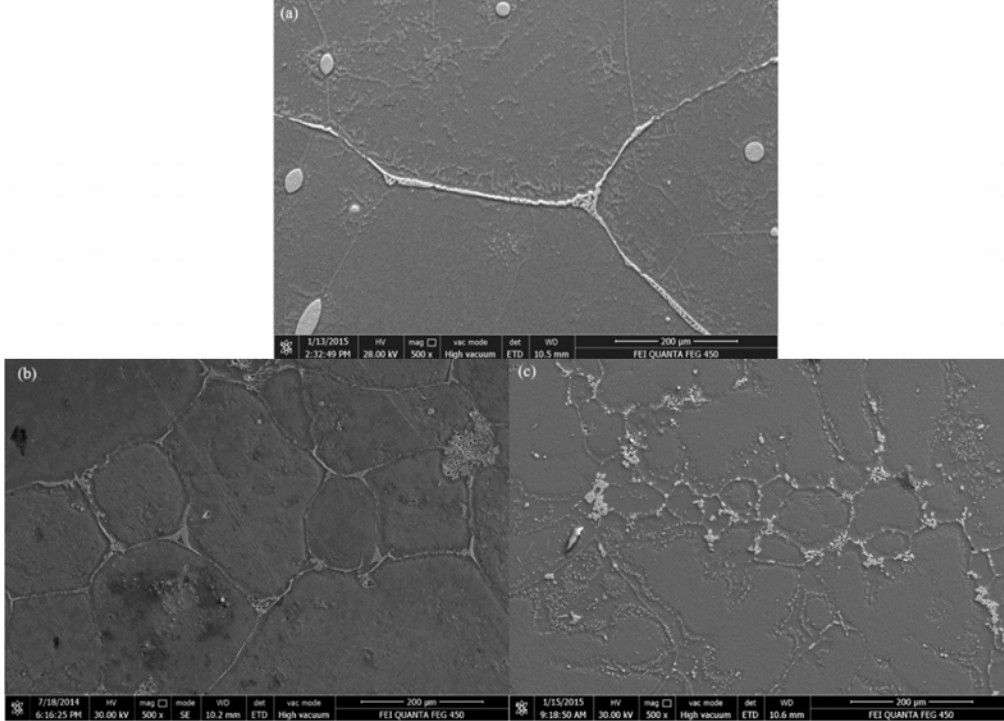
Şekil 12. Külçe Al-5Cu-1,0Sc alaşımında mikro yapı içerisine homojen olarak dağılılan Cu_2Sc fazları
(Cu_2Sc phases homogeneously dispersed in the microstructure in ingot Al-5Cu-1.0Sc alloy)

değerlerinin artan yükte birlikte azalma eğilimi gösterdiği görülmektedir. Bu davranış çentik boyutu etkisi olarak adlandırılmaktadır ve literatürde bu konuda pek çok çalışma yapılmıştır. Çentik boyutu etkisinin sebepleri arasında, yüzey tabakasının parlatma işlemi esnasında sertleşmesi, sert oksit yüzeyler, kontaminasyonlar, uç körlüğü veya yanlış uç kalibrasyonu sayılabilir [19]. Hesaplanan H ve Er değerleri birlikte değerlendirildiğinde, Sc katkılı alaşımların daha yüksek değerlere sahip olduğu görüldü. Bu artışın en önemli Sc katkılı alaşımların tane boyutunda gözlenen ciddi orandaki azalmadır (bkz. Şekil 14). Bu olay literatürde, tane boyutu etkisi veya tane sınırı sertleşmesi olarak adlandırılmaktadır [20]. Sc katkılı alaşımların H ve Er değerlerinde gözlenen artışın bir diğer sebebi, $\alpha\text{-Al}$

içerisinde homojen olarak dağılılan iğnemsiz θ' fazlarıdır. Bu fazlar, yapay yaşlandırma esnasında oluşan çökelti fazlarıdır ve alaşımlarda çökelti sertleşmesine sebep olmaktadır. Yapılan çalışmalar θ' fazlarının, Al-5Cu alaşımlarının mekanik özelliklerini ciddi oranda artırdığını göstermiştir [21]. θ' fazının, çapı ve boyutu malzemenin mekanik özelliklerinin kontrolünde önemli rol oynamaktadır. Sc miktarının artması, alaşımların H ve Er değerlerinde de bir artışa sebep olmuştur. Sc katkılı alaşımların, SEM görüntüleri incelendiğinde, alaşımların mikro yapılarının birbirine oldukça benzer olduğu görülmektedir (Şekil 14). Ancak, ağırlık %1 Sc katkılı alaşımda, tane sınırlarının büyük oranda, Al_2Cu yerine Cu_2Sc fazından oluştuğu tespit edilmiştir. Bu nedenle, Al-5Cu-1Sc alaşımlarının, Al-5Cu-



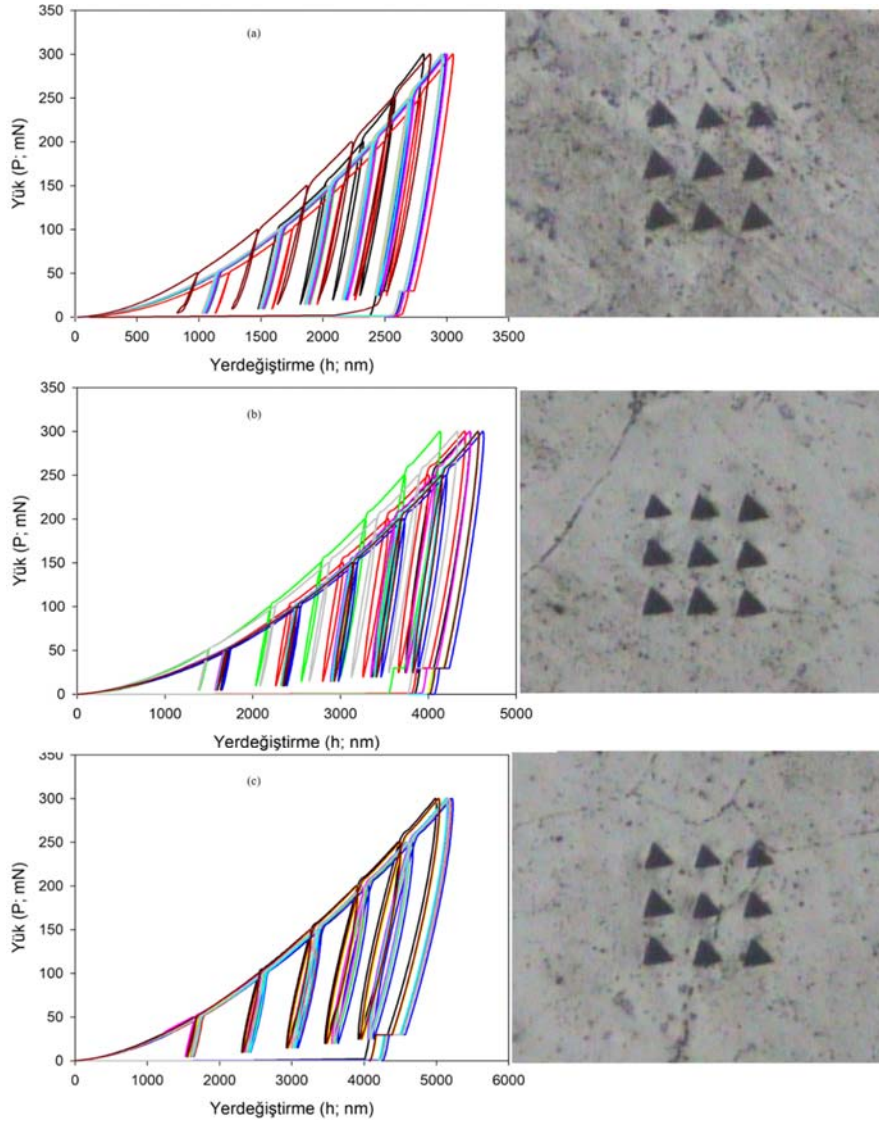
Şekil 13. Külçe Al-5Cu-1,0Sc alaşımına ait SEM görüntüleri, (a) Genel görünüm (500x), (b) Tane sınırında oluşan Cu_2Sc fazlarının büyütülmüş görüntüsü (3000x), (c) Al matrisi içerisinde dağılmış θ' - Al_2Cu çökeltileri (10000x), (d) θ' - Al_2Cu fazlarının yüksek büyütmedeki görüntüsü (50000x) (SEM images of the ingot Al-5Cu-1.0Sc alloy)



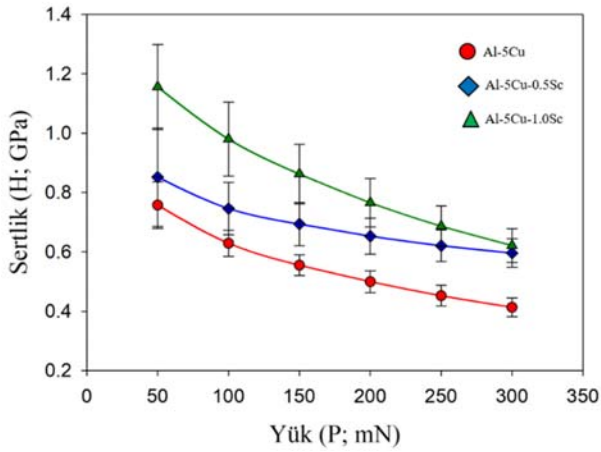
Şekil 14. Külçe alaşımların mikro yapılarının genel görünüşleri, (a) Al-5Cu, (b) Al-5Cu-0,5Sc, (c) Al 5Cu-1,0Sc (General views of the microstructures of ingot alloys)

0,5Sc alaşımına kıyasla daha yüksek mekanik özellik göstermesi Cu_2Sc fazıyla açıklanabilir. Nano çentik analizlerinden elde edilen bulgular, Sc'nin, Al-5Cu

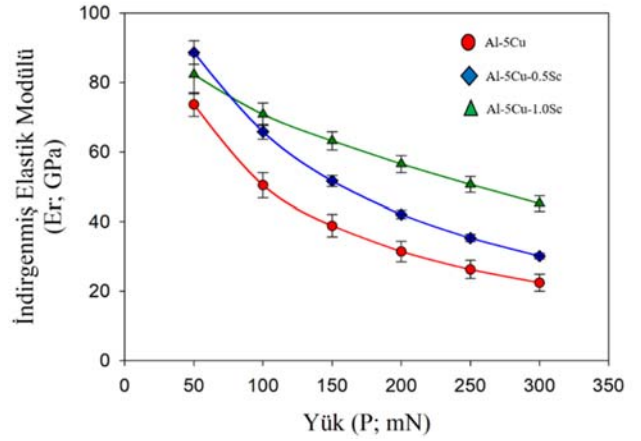
alaşımının mekanik özelliklerini iyileştirdiğini gösterdi. Sc katkılı külçe alaşımlarda, Cu_2Sc fazının Al_2Cu fazına göre daha baskın olduğu görüldü.



Şekil 15. Külçe alaşımlar için nano çentik deneylerinden elde edilen P-h eğrileri ve çentik fotoğrafları (a) Al-5Cu, (b) Al-5Cu-0,5Sc, (c) Al-5Cu-1,0Sc (P-h curves and notch photographs obtained from nanoindentation experiments for ingot alloys)



Şekil 16. Külçe alaşımların sertlik değerleri (Hardness values of ingot alloys)



Şekil 17. Külçe alaşımların indirgenmiş elastik modülü değerleri (Reduced elastic modulus values of ingot alloys)

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışmada, 2xxx serisi Al-5Cu alaşımının mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, Al-5Cu alaşımına, ağı.%0,5 ve 1,0 oranında Sc elementi ilave edilmiştir. Yapılan bu katkılama neticesinde; XRD analizlerinden, külçe Al-5Cu alaşımında, α -Al ve θ -Al₂Cu olmak üzere iki faz tespit edildi. Sc katkılı alaşımlarda ise, bu fazlara ek olarak Cu₂Sc alaşımı tespit edilmiştir.

Yapılan SEM analizlerinde, külçe Al-5Cu alaşımında, α -Al fazının dışında iki farklı morfolojiye sahip θ -Al₂Cu fazı tespit edildi. Bu fazlar, α -Al içerisinde düzensiz olarak dağılan küresel ada ve ağ şekilli θ fazlarıdır. Sc katkılı külçe alaşımlarda ise yukarıda bahsedilen fazların dışında Cu₂Sc ve yarı kararlı θ' -Al₂Cu fazları tespit edildi. Cu₂Sc fazı daha çok tane sınırlarında oluştuğunu ve Sc miktarı arttığında ise tane sınırlarındaki Cu₂Sc fazının θ -Al₂Cu fazının yerini aldığı görüldü. θ' -Al₂Cu fazı ise iğnemi yapıda olup α -Al içerisinde oluşmuştur. Sc katkısının ağı.%1,0 olduğu alaşımda ise θ fazı büyük oranda yok olmuştur. Bu durum, Cu'nun Sc ile bileşik yapma eğiliminin Al'den fazla olmasıyla açıklanmıştır. Külçe alaşımlar, bir bütün olarak karşılaştırıldığında Sc katkısının tane yapısını büyük oranda incelttiği ve Sc miktarı arttıkça hem tanelerin daha da incelmesi ve eş-eksenli morfolojiye evrildiği tespit edilmiştir.

Ayrıca, nano çentme analizlerinde, külçe alaşımların H ve Er değerlerinin artan yüklerle birlikte azaldığı görülmüştür. H ve Er değerleri birlikte değerlendirildiği, Sc katkılı alaşımların daha yüksek mekanik özellikler sergilediği tespit edilmiştir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Bu çalışma Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu (Proje No: 2014/31) tarafından desteklenmiştir. Yazarlar TOGÜ-BAP birimine teşekkür ederler.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Bakavos D., Prangnell P.B., Bes B., Eber F., The effect of silver on microstructural evolution in two 2xxx series Al-alloys with a high Cu: Mg ratio during ageing to a T8 temper, *Materials Science and Engineering: A*, 491 (1-2), 214-23, 2008.
2. Uno H.B. Sofyan H. Candiasa I.M., Pengembangan instrumen untuk penelitian, Jakarta: Delima Press, Indonesia, 2001.
3. Davis J.R., Aluminum and aluminum alloys, ASM international, A.B.D., 1993.
4. Hekimoğlu A.P., Hacısmanoğlu M., Baki M., Effect of zinc contents on the structural, mechanical and tribological properties of EN AC-48100 (Al-17Si-4Cu-Mg) alloy, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 35, (4), 1799-1814, 2020.
5. Alemdağ Y., Karabıyık S., Pürçek G., Effect of multi-directional hot forging on mechanical and tribological properties of Al-7Si-4Zn-3Cu alloy, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 36, (1), 255-265, 2021.
6. Hekimoğlu A.P., Çalış M., Effect of grain refinement with titanium on the microstructure, mechanical and corrosion properties of Al-25Zn alloy, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 35, (1), 311-322, 2020.
7. Murty B., Kori S., Chakraborty M., Grain refinement of aluminium and its alloys by heterogeneous nucleation and alloying, *International Materials Reviews*, 47, (1), 3-29, 2002.
8. Drits M., Budberg P., Burkhanov G., Drits A. Panovko V., *Properties of Elements: Handbook*, Metallurgiya, Moscow, Rusya, 1985.
9. Torma T., Kovács-Csetényi E., Turmezey T., Ungár T., Kovács I., Hardening mechanisms in Al-Sc alloys, *Journal of materials science*, 24, (11), 3924-7, 1989.
10. Chen B., Pan L., Wang R., Liu G., Cheng P., Xiao L., Sun J., Effect of solution treatment on precipitation behaviors and age hardening response of Al-Cu alloys with Sc addition, *Materials Science and Engineering: A*, 530, 607-17, 2011.
11. Rietveld H., HM Rietveld, *Acta Crystallogr.* 22, 151, 1967.
12. Pharr G., Oliver W., Brotzen F., On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation, *Journal of materials research*, 7 (3), 613-7, 1992.
13. Sanyal S., Kanodia S., Saha R., Bandyopadhyay T.K., Mandal S., Influence of hard plate hot forging temperature on the microstructure, texture and mechanical properties in a lean Mg-Zn-Al alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 800, 343-354, 2019.
14. Binesh B., Aghaie-Khafri M., Microstructure and texture characterization of 7075 Al alloy during the SIMA process, *Materials Characterization*, 106, 390-403, 2015.
15. Venkateswarlu K., Pathak L., Ray A.K., Das G., Verma P., Kumar M., Ghosh R., Microstructure, tensile strength and wear behaviour of Al-Sc alloy, *Materials Science and Engineering: A*, 383 (2), 374-80, 2004.
16. Costa S., Puga H., Barbosa J., Pinto A., The effect of Sc additions on the microstructure and age hardening behaviour of as cast Al-Sc alloys, *Materials & Design*, 42, 347-52, 2012.
17. Li Y., Liu Z., Xia Q., Liu Y., Grain refinement of the Al-Cu-Mg-Ag alloy with Er and Sc additions, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 38 (11), 2853-8, 2007.
18. Timelli G., Camicia G., Ferraro S., Effect of grain refinement and cooling rate on the microstructure and mechanical properties of secondary Al-Si-Cu alloys, *Journal of materials engineering and performance*, 23 (2), 611-21, 2014.

19. Fischer-Cripps A., Bell T., Riester L., Analysis of depth-sensing indentation tests with a Knoop indenter, *Journal of Materials Research*, 16 (6), 1660-7, 2001.
20. Mahmudi R., Yield point phenomenon in ultrafine-grained aluminium sheets, *Materials Letters*, 19 (5-6), 243-6, 1994.
21. Dorin T., Ramajayam M., Lamb J., Langan T., Effect of Sc and Zr additions on the microstructure/strength of Al-Cu binary alloys, *Materials Science and Engineering: A*, 707, 58-64, 2017.