

AA 2014 Alaşımında Presleme ve Sinterlemenin Gözenek Morfolojisi ve Mikroyapısal Özelliklere Etkileri

Hakan GÖKMEŞE^{1,*}, Bülent BOSTAN²

¹*Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Beşevler-Ankara*

²*Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Beşevler-Ankara*

Başvuru:19/02/2013 Düzeltme:21/03/2013 Kabul: 21/03/2013

ÖZET

Bu çalışmada, AA 2014 alaşımına ait tozlar toz metalurjisi gaz atomizasyon yöntemiyle üretilmiştir. Ortalama toz boyutu 90,66 µm olan tozlar, tek yönlü preste 250-875MPa presleme basınç aralığında yapılan deneyler sonucunda, bulunan optimum presleme basıncı olan 650MPa’ da preslenerek, deney numuneleri üretilmiştir. Aynı optimizasyon, sinterleme sıcaklıkları için 550-620°C aralığında denenmiş ve uygulama süreleri olarak 1,2,4 saat seçilmiştir. Tüm yapılan optimizasyon çalışmalarının, gözenek-yapı etkileşiminin tespitine yönelik Optik Mikroskop, SEM ve EDS incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Artan sinterleme sıcaklıklarında gözenekliliğin artış gösterdiği, gözenek şekli açısından düzensiz şekilli olduğu tespit edilmiştir. AA 2014 alüminyum alaşımı için en yüksek sertlik değeri ise 560 °C’ deki 4 saat sinterleme süresi ile 56,84 HV olarak ölçülmüştür.

Anahtar kelimeler: Toz metalurjisi, AA 2014 alaşımı, Karakterizasyon

ABSTRACT

In this study AA 2014 alloy powder was produced powder metallurgy gas atomization method. Experiment samples were produced by being pressed the powders which average sizes were 90,66 µm under 650MPa having optimum pressing pressure in the conclusion of experiments done in 250-875MPa pressing pressure range in one-way press. It was experimented at 550-620°C range for the same optimization sintering temperatures and application time was chosen as 1,2,4 hours. The examinations of Optical microscope, SEM and EDS were achieved in order to identify pore-structure interaction of these optimization experiments. Porosity at the increasing sintering temperatures was increased and was found that its shape is irregular. The highest hardness value was measured as 56,84 HV at 560 °C for 4 hours sintering process for AA 2014 aluminium alloy.

Keywords: Powder metallurgy, AA 2014 alloy, Characterization

1. GİRİŞ

Toz metalurjisi, metal tozlarının üretimi ve bu tozların mekanik ve ısıl etkilerle birleştirilmesi işlemidir. Günümüzde toz metalurjisi yöntemiyle parça üretimi çok yaygın kullanılmakta ve giderek bilinen üretim yöntemlerine alternatif olmaktadır [1].

Aluminyum alaşımları, düşük yoğunluğu, yüksek dayanımı, kolay işlenebilirliği, yüksek ısı ve elektrik iletkenliğinden gibi mükemmel özelliklerinden dolayı geniş bir uygulama alanı bulmaktadır [2]. Bu alaşımlar özellikle otomotiv ve havacılık endüstrisinde kullanılmaktadır [3]. Otomotiv endüstrisinde kullanılan ve toz metalurjisi ile üretilen parçalar dişliler, çarklar ve bağlantı millerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Daha önce üretilen bazı parçalar, geleneksel olarak demir tozlarından üretilirken, son zamanlarda aluminyum alaşımlarının kullanımı giderek yaygınlaşmaktadır. Bu parçaların üretiminde özellikle AA 2014 aluminyum alaşımı tercih edilmektedir. Bu alaşımda alaşım elementleri olarak bakır, magnezyum, manganez, silisyum ve diğer elementler kullanılmaktadır [4–8]. Örneğin 1998’ de yaklaşık olarak 1200 ton aluminyum toz metalurjisi karışımı (harmanı) üretilmiştir ve bu üretimin on yıl içinde yıllık üretimin 25000 tona kadar artması beklenmektedir. AA 2014 yüksek aşınma direnci, yüksek sıcaklıklardaki

mukavemeti gibi özelliklerinden dolayı, üretimde yaygın olarak kullanılan bir aluminyum alaşımıdır [3].

Genel olarak, aluminyum toz ürünlerin sinterlenmesinin zorluğundan ve özelliklerinin de zayıflığından söz edilir. Ancak bazı elementlerin ilave edilmesi ile aluminyum tozlarının preslenmesi ve sinterlenmesi kolaylaşmaktadır. Bu nedenle Al alaşımlarının, preslenmesi ve sinterlenmesine bağlı olarak elde edilen mukavemet ve yoğunlukları geliştirilebilmektedir [9, 10].

Bu amaçla düşey gaz atomizasyon yöntemi kullanılarak, AA 2014 toz metal alaşımı üretimi gerçekleştirilmiştir. Tozların tek yönlü basınç altında soğuk preslenmesi ile deney numuneleri üretilmiştir. Preslenen numunelerin, yüksek saflıktaki argon gazı altında sinterleme sonrası, mikro yapısal karakterizasyonu ve sertlik değeri üzerine olan etkileri araştırılmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Kullanılan Malzemenin Özellikleri

Bu çalışmada otomotiv ve uçak endüstrisinde yaygın olarak kullanım alanı bulan, çubuk şeklinde temin edilen AA 2014 alaşımı kullanılmıştır. AA 2014 alaşımının kimyasal bileşimi Tablo 1’de verilmiştir.

Tablo1. AA 2014 alaşımının kimyasal bileşimi

Al	Cu	Si	Mn	Mg	Fe	Zn	Cr	Ti
93,5	4,06	0,6	0,57	0,56	0,47	0,106	0,03	0,01

Çubuk halindeki temin edilen AA 2014 alaşımı küçük parçalar halinde kesilerek, Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümünde bulunan Dikey Gaz Atomizasyon Ünitesinde toz haline getirilmiştir. Toz boyutu ölçümlerinde Malvern Mastersizer cihazı kullanılmıştır.

2.2. Tozların Preslenmesi ve Yoğunluk Ölçümleri

Presleme işleminde 10 mm çapındaki tek yönlü pres kullanılmıştır. Tozların soğuk preslenmesinde kullanılan kalıp ve zımbası sertleştirilmiş çelikten yapılmıştır. Presleme öncesinde 1g toz numuneler hassas terazide tartılarak, preslemeye hazır hale getirilmiştir. En düşük 250MPa ve en yüksek 875MPa presleme basınçları test edilmek suretiyle, belirlenen uygun presleme basıncı olarak 650 MPa kullanılmıştır. Preslenen numunelerin sinterleme öncesi ve sonrasındaki yoğunluk ölçümleri, hassasiyeti 0,1 mg olan dijital terazi ile, kütle tespiti ve hacim hesabı üzerinden yapılmıştır.

2.3. Numunelerin Sinterlemesi

Deney numunelerin sinterlenmesi işleminde, SFL (sc 1206 model) marka yatay fırın kullanılmıştır. Atmosfer

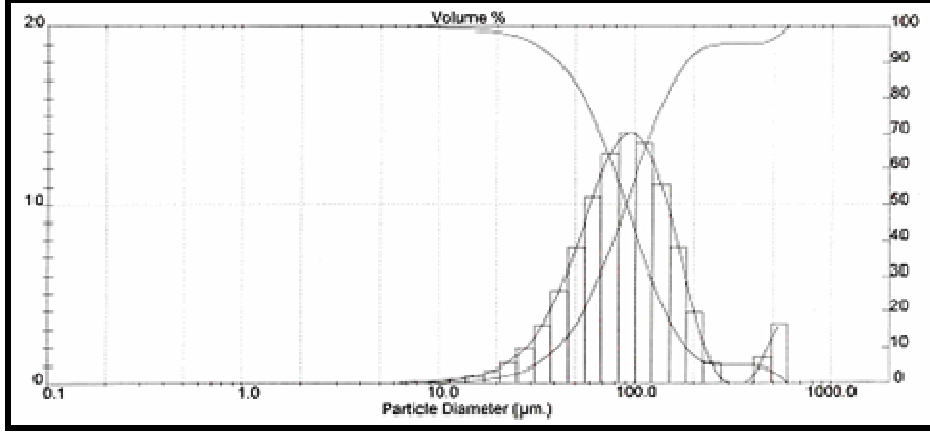
kontrollü fırın içerisinde koruyucu gaz ile yapılan çalışmalarda yüksek saflıktaki argon gazı kullanılmıştır. Argon gazının saflığını artırmak ve içerisindeki nem ve oksijeni gidermek için, sisteme içerisinde bakır talaşı bulunan 450 °C’ ye ayarlı ikinci bir sızdırmaz tüp bağlantısı yapılmıştır. Preslenen toz numuneleri 550, 560, 570, 580, 590, 600, 610 ve 620°C’ de sinterlenmiştir. Her bir sıcaklıkta 1, 2 ve 4 saat olarak farklı sinterleme süreleri kullanılmıştır.

2.4. Numunelerin Mikro Yapı İncelemeleri ve Sertlik Ölçümleri

Sinterleme işleminden sonra mikro yapı incelemeleri için, standart metalografik işlemler uygulanmıştır. Hazırlanan numuneler Keller çözeltisi ile (1 ml HF, 1,5 ml HCl, 2,5ml HNO₃, 95 ml H₂O) dağlanmıştır. Mikro yapı incelemelerinde Leica marka optik ve Joel JSM - 6060 LV marka Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. SEM ve Enerji Saçılımlı X-Işınlı Spektrometresi (EDS) yardımıyla, tane ve tane sınırlarında analizler yapılarak, oksit oluşumu ve yapısal farklılıkları belirlenmiştir. Sertlik ölçümleri INSTRON WOLPERT DIATESTOR 7551 Model cihazda 0,500g yük kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Toz metalurjisi gaz atomizasyon yöntemi kullanılarak üretilen AA 2014 alaşımının toz boyut ölçümleri sonucunda ortalama toz boyutu 90,66 µm olarak ölçülmüştür (Şekil 1).



Şekil 1. AA 2014 gaz atomize tozunun, toz tane boyut dağılımı

250–875 MPa aralığındaki presleme basınçları test edilmiş ve elde edilen sonuçlar doğrultusunda 625 MPa presleme basıncından sonra tozların yoğunluğunda önemli bir değişim meydana gelmediği görülmüştür (Tablo 2). Bu nedenle presleme basıncı 650 MPa olarak

seçilmiştir. Dolayısıyla elde edilen yoğunluk değerleri incelendiğinde, yoğunluk başlangıçta artarken, gözenekler kapandıkça yoğunlaşmaya karşı direncin arttığı gözlenmiştir [11].

Tablo 2. Numunelerin farklı presleme basınçlarındaki yoğunluk değişimi

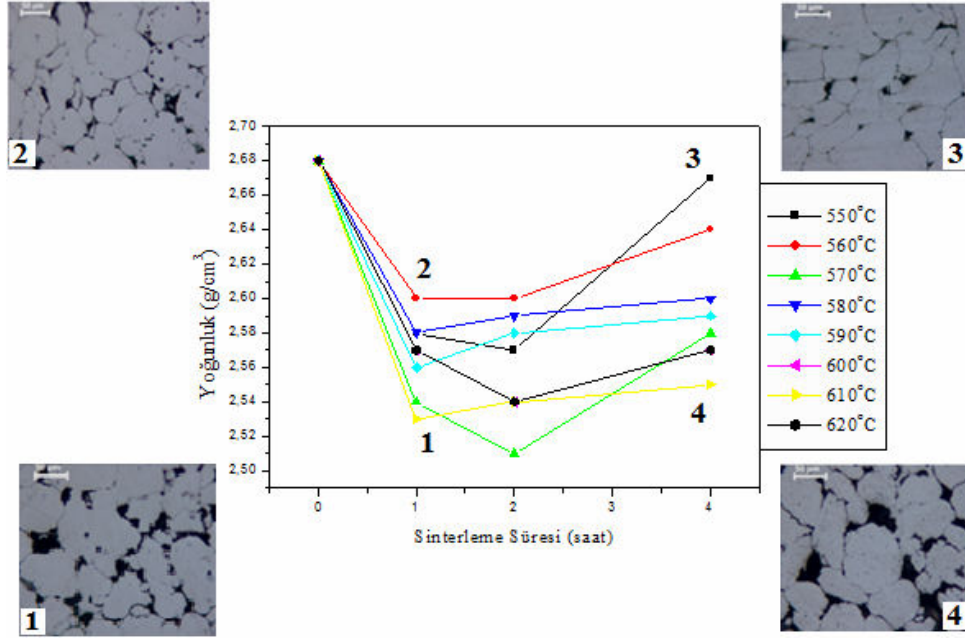
Numune Kodu	Presleme Basıncı (MPa)	Yoğunluk (g/cm ³)
Numune 1	250	2,44
Numune 2	312,5	2,52
Numune 3	375	2,56
Numune 4	437,5	2,61
Numune 5	500	2,65
Numune 6	625	2,68
Numune 7	687,5	2,68
Numune 8	750	2,71
Numune 9	812,5	2,69
Numune 10	875	2,67

Toz metalurjisi ile üretilen parçaların mekanik özellikleri gözenek oranı ile ilişkilidir. Gözenek gerilimin yoğunlaştığı merkezler olarak davranırken, çatlak ilerlemesine de katkı sağlamaktadır [12]. Farklı sıcaklık ve sürelerdeki yapılan sinterleme işlemi öncesi

ve sonrasındaki yoğunluk sonuçları incelendiğinde yoğunluk değerlerinde bir azalma meydana geldiği görülmektedir. Bunun nedeni ise, AA 2014 alaşımının içeriğinde bulunan alaşım elementlerinin etkisidir. Eğer iki bileşenin yayılım katsayıları çok farklı ise,

bileşenlerin eşit olmayan yayılma güçlerinden dolayı gözenek oluşmaktadır. Sonuç olarak, özellikle ergime noktalarının çok farklı olmaları durumunda, parçalarda şişme (fıçılama) meydana gelir [11].

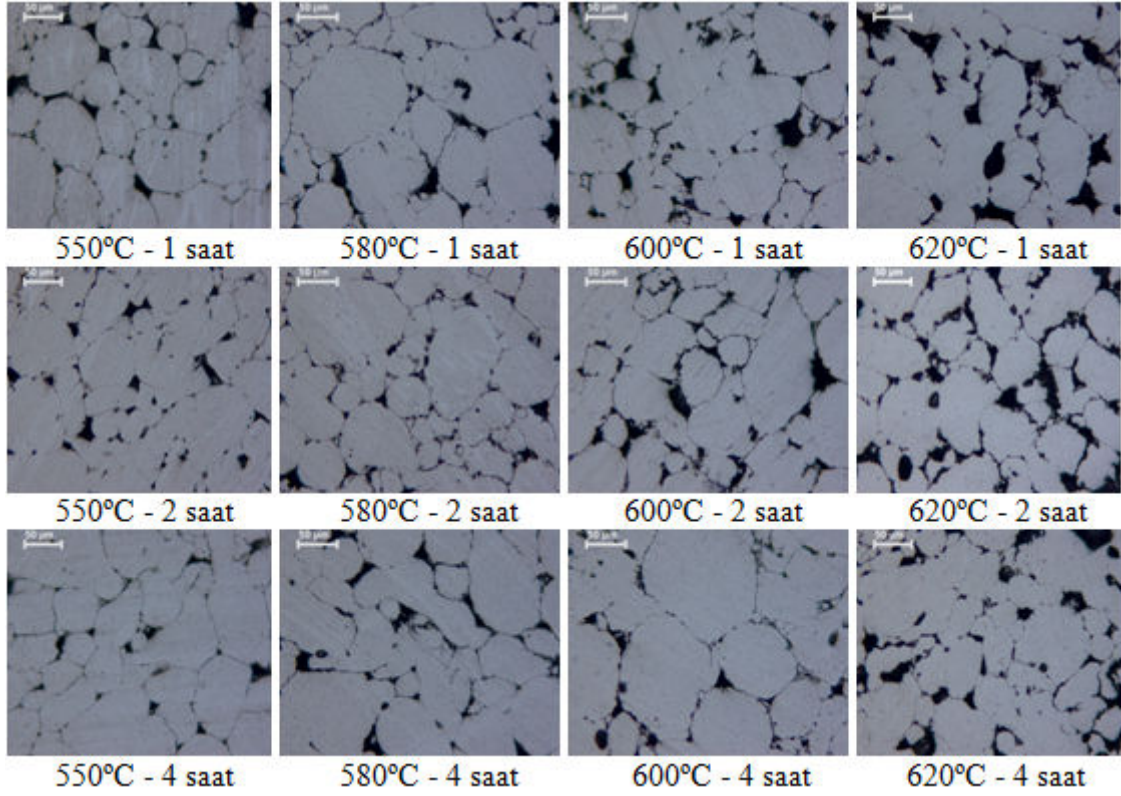
Sinterleme sonrasındaki en yüksek yoğunluk değeri, 550°C sinterleme sıcaklığındaki, 4 saatlik sinterleme süresi ile elde edilmiştir. 1 ve 2 saat sinterleme süresi sonrasındaki en yüksek yoğunluk değeri ise 560 °C sinterleme sıcaklığında sağlanmıştır (Şekil 2).



Şekil 2. Sinterleme sıcaklık ve sürelerinebağlı olarak yoğunluk değişimi

Sinterleme sonrasında numunelerin boyutlarında gözle görülür derecede bir artış meydana gelmiştir. Daha uzun süredeki sinterleme sürelerinde gözeneklilik giderek azalmıştır. Sinterleme süresi arttıkça küçük boyuttaki gözenekler, tane birleşmesi mekanizması ile azalmıştır. Sinterleme süresinin artışıyla birlikte bütün sıcaklıklarda gözenek miktarı azalmaktadır. Ancak yüksek sinterleme sıcaklığında kısa süreli sinterleme yerine daha düşük sıcaklıklarda uzun süreli sinterlemenin, gözeneklerin giderilmesinde daha etkin olduğu söylenebilir. 550–580°C sinterleme sıcaklıklarında 1 saatlik sinterleme süresi sonunda

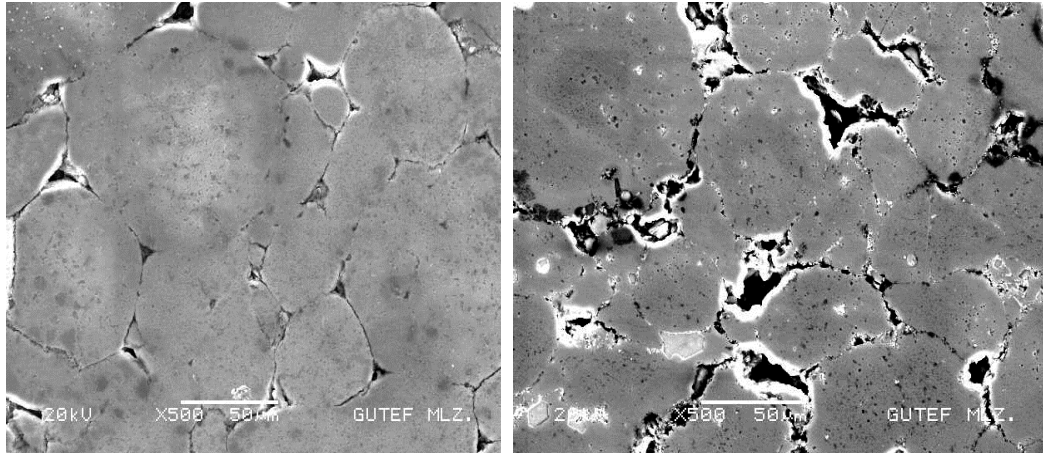
gözeneklerin düzensiz şekilli ve çok sayıda olduğu görülmüştür. 2 saatlik sinterleme süresinde gözenek sayısındaki azalma ve gözeneklerin küreselleşme eğilimi ile birlikte tane sınırlarının belirginleşmeye başladığı görülmektedir. 4 saatlik sinterleme süresi sonunda ise, gözeneklerde azalma olduğu ve bu gözeneklerin kapalı ve küresel şekilli olduğu gözlenmiştir. Sinterleme sıcaklığının 590°C üzerinde olması durumunda ise gözenek-yapı etkileşimi açısından düzensiz bir yapı meydana geldiği anlaşılmaktadır (Şekil 3).



Şekil 3. 550°C,580°C,600°C,620°C sıcaklıklarda 1–2–4 saat sinterlenmiş numunelerin optik mikroskop görüntüleri

Kullanılan tüm sinterleme sıcaklıklarında 4 saatlik sinterleme süresi sonrasında gözeneklerin tane

sınırlarında, kapalı ve küresel şekle yakın olarak oluştuğu belirlenmiştir (Şekil 4).



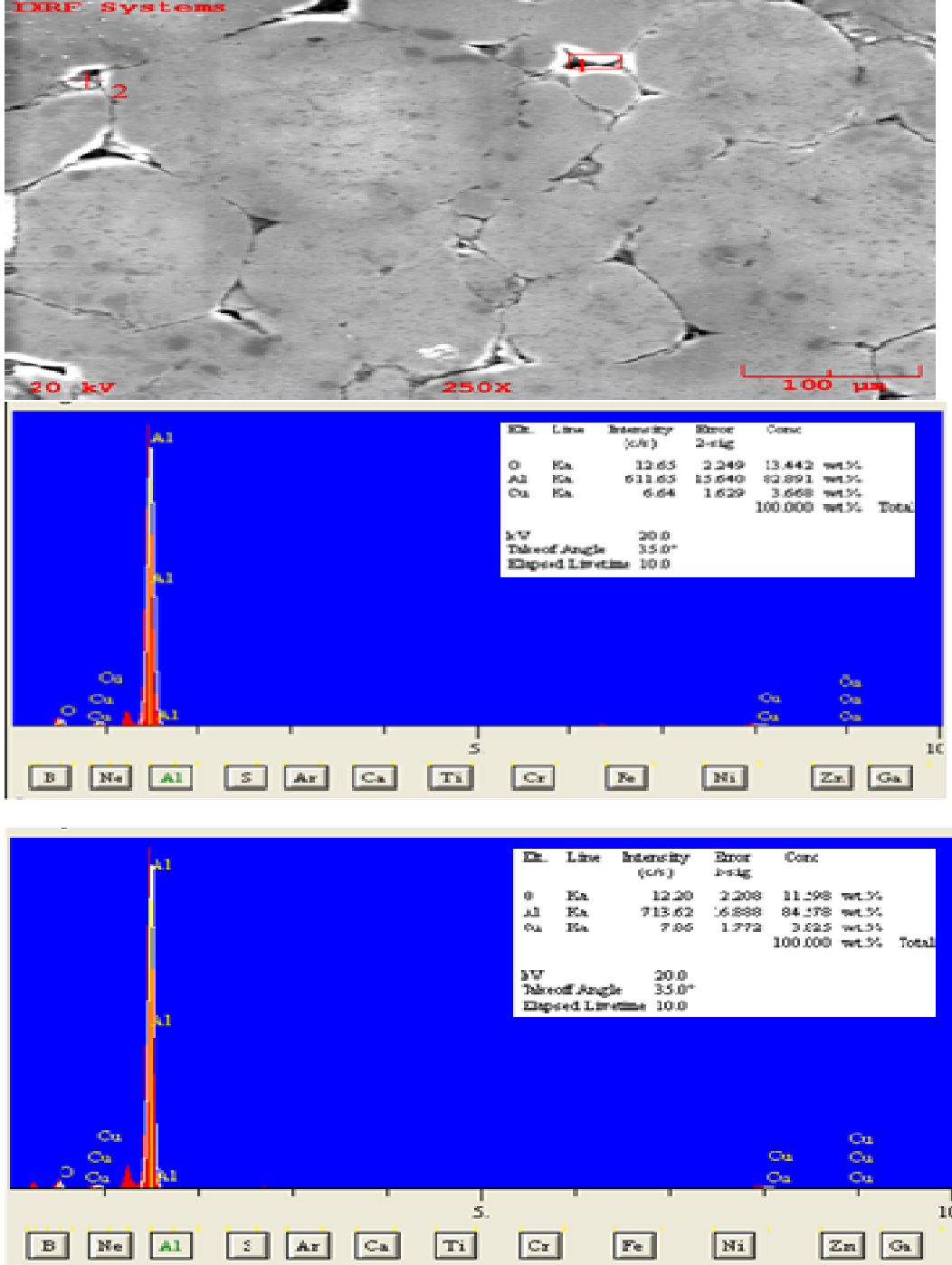
550 °C - 4saat

620 °C - 4saat

Şekil 4. 550°C ve 620°C sıcaklıklarda 4 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri

Sinterleme sıcaklıkları ve sürelerine bağlı olarak oluşan fazların dağılımı ve oranlarının belirlenebilmesi için SEM ve EDS analizleri alınmıştır (Şekil 5). Yapılan analizlerde Al, Cu ve O gibi belirli elementlerin oranlarının üzerinde yoğunlaşmıştır. EDS analizinde tane sınırı ve tane sınırlarına yakın bölgelerde O'in varlığı tespit edilmiştir.

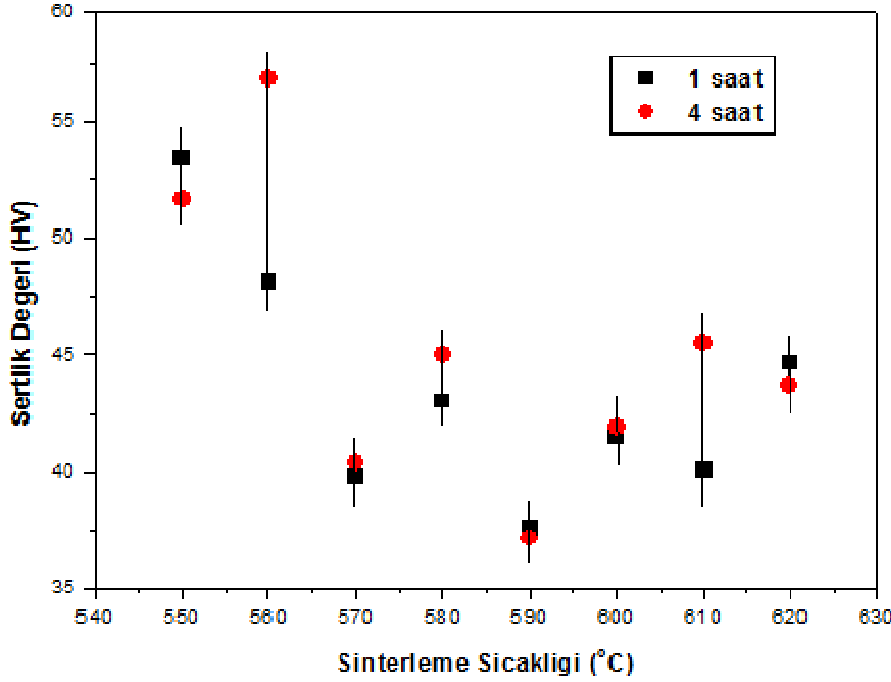
Bu durumun gaz atomize tozların yüzeylerindeki oksit tabakasının, sinterleme sonrasında tane sınırlarında da oluştuğu gözlemlenmiştir. Ayrıca tane sınırındaki oksit varlığı da anlaşılmaktadır



Şekil 5. 550 °C de 4 saat sinterlenmiş numunenin SEM görüntüsü ve EDS analizi; (a) 1 nolu bölgeye ait EDS analizi, (b) 2 nolu bölgeye ait EDS analizi

Sinterlenmiş numunelerin sertlik değerleri incelendiğinde, sinterleme sıcaklık ve süresine bağlı olarak ortaya çıkan en yüksek sertlik değeri 560°C’ deki 4 saat sinterleme süresi ile 56,84 HV olarak tespit edilmiştir (Şekil 6). Artan sinterleme sıcaklıklarında sertlik değerinde bir azalma olduğu gözlemlenmiştir. Sertlikteki bu değişim için etkili olan parametrelerin, başlangıçta presleme etkisi ve meydana gelen

deformasyon etkisine bağlanabilirken, ilerleyen süre ve artan sıcaklıklarla birlikte bu etkilerin yitirilmesi ve toz numunelerin ingot yapısına benzer bir tavır sergiledikleri söylenebilir. Bunun yanı sıra artan oksit ve bakır segregasyonunun da sertlikte etkili olduğu söylenebilir.



Şekil 6. Sinterlenmiş numunelerin sertlikleri

4. SONUÇLAR

Toz metalurjisi gaz atomizasyon yöntemiyle üretilmiş AA 2014 alaşımında, sinterleme sıcaklığının ve süresinin gözenek morfolojisi ve mikro yapı üzerine etkileri incelenmiş ve sonuçlar aşağıda özetlenmiştir;

- AA 2014 Alüminyum alaşımına ait gaz atomize tozlarının, presleme basıncının, sinterleme öncesi ve sonrasındaki yoğunlukları açısından etkili olduğu belirlenmiştir.
- Sinterleme işlemine bağlı olarak numunelerin yoğunluk değerlerinde bir artış olması beklenirken, azaldığı tespit edilmiştir. Bu durum gözeneklerin küçülmesini durduran bir etki yapan, AA 2014 alüminyum alaşımının içerisindeki diğer alaşım elementlerinden kaynaklanmaktadır.
- Sinterlemenin 550–560 °C sıcaklık değerlerinde 4 saat gibi bir sinterleme süresiyle yeterli olabileceği ancak bu sıcaklığın artışına bağlı olarak gözenek-yapı etkileşimi dolayısıyla yoğunluk açısından etkili olmadığı belirlenmiştir.

- AA 2014 alüminyum alaşımı için en yüksek sertlik değeri ise 560 °C’ deki 4 saat sinterleme süresi ile 56,84 HV olarak ölçülmüştür. Bu sıcaklığın üzerindeki sinterleme sıcaklıklarında sertlik değerinin azaldığı görülmüştür.

TEŞEKKÜR

Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi, 41/2012 – 10 nolu proje kapsamında yapılan çalışmalara desteklerinden dolayı, Gazi Üniversitesine teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] Ünlü, B.S., Kurgan, N., Yılmaz, S.S., “ Toz Metal Çeliklerin Mikro Yapı ve Mekanik Özellikleri ”, *Mühendis ve Makine*, 50, 588: 11-19, (2009).
- [2]-Totik, Y., Sadeler., R., Kaymaz., I., Gavgali,M., “ The effect of homogenisation treatment on cold deformations of AA 2014 and AA 6063 alloys ”, *Journal of Materials Processing Technology*, 147: 60–64, (2004).
- [3] Singh, S., Goel, D.B., “ Influence of thermomechanical aging on fatigue behaviour of

- 2014 Al-alloy ”, *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 28, No. 2, 91–96, (2005).
- [4] Bishop, D.P. , Cahoon, J.R., Chaturvedi, M.C., Kipouros, G.J., Caley, W.F., “ On enhancing the mechanical properties of aluminum P:M alloys ”, *Materials Science and Engineering*, A290: 16–24, (2000).
- [5] Gavgali, M., Aksaka, B., “ Effects of various homogenisation treatments on the hot workability of ingot aluminium alloy AA2014 ”, *Materials Science and Engineering*, A254: 189–199, (1998).
- [6] Sonoda, T., Watazu, A., Zhu, J., Shi, W., Kamiya, A., Kato, A., Asahina, T., “Deposition Of Titanium Onto Aluminum Powder Inits Self-Convective Motion By Dc Sputtering”, *3rd International Powder Metallurgy Conference*, September 4-8, Turkish Powder Metallurgy Association Gazi University, Ankara, TURKEY, pp.756-759, 2002.
- [7] Ekşi A., K., ,Bircan D., A., Sonsino, C., M., “Alumix 431 Tozunun (Al7xxx) Soğuk ve Ilık Preslenmesi Üzerine Bir Çalışma”, *Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der.*, Cilt: 22, No: 2, 337-345, Ankara, 2007.
- [8] Aksöz S., Özdemir A.T., Bostan B., “AA2014 Alüminyum Alaşım Tozlarının Karbon İle Sentezlenmesi Ve Özellikleri'nin Belirlenmesi”, *J. Fac. Eng. Arch. Gazi Univ.*, Vol 27, No 1, 109-115, 2012.
- [9] Kent, D., Schaffer, G.B., Drennan, J., “ Age hardening of a sintered Al–Cu–Mg–Si–(Sn) alloy ”, *Materials Science and Engineering*, A 405: 65–73, (2005).
- [10] Bostan, B., “Gaz Atomizasyon Yöntemi İle AA 2014 Alaşım Tozlarının Üretilmesi ve Karakterizasyonu”, *5. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı*, TOBB, Ankara, 1-8, 2008.
- [11] German, Randall M., “Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri”, 05, Prof.Dr. Süleyman SARITAŞ, Prof.Dr. Mehmet TÜRKER, Doç.Dr. Nuri DURLU, *Türk Toz Metalurjisi Derneği Yayınları*, Ankara, (2007).
- [12] Ekşi A., Kurt A.O., “Bilgisayar kontrollü tek eksenli kalıpta preslenen bakır ve bronz tozlarının mekanik özelliklerinin incelenmesi”, *Bilim Günleri 5-6-7 Mayıs Makine Mühendisleri Odası Bildiriler Kitabı*, Denizli, 221 : 544-552, (1999).