YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

AA6063 ALÜMİNYUM ALAŞIMINDA AlFeSi FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN SELEKTİF ÇÖZÜNDÜRME YÖNTEMİYLE ANALİZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisi Recep CANİAZ

FBE Metalurji ve Malzeme Anabilim Dalı Malzeme Programında Hazırlanan

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Ergün KELEŞOĞLU

İSTANBUL, 2010

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

AA6063 ALÜMİNYUM ALAŞIMINDA AlFeSi FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN SELEKTİF ÇÖZÜNDÜRME YÖNTEMİYLE ANALİZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisi Recep CANİAZ

FBE Metalurji ve Malzeme Anabilim Dalı Malzeme Programında Hazırlanan

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Ergün KELEŞOĞLU
Jüri Üyeleri: Prof. Dr. Mustafa ÇİĞDEM (Yıldız Teknik Üniv.)
Prof. Dr. Ayşegül AKDOĞAN EKER (Yıldız Teknik Üniv.)

İSTANBUL, 2010

İÇİNDEKİLER

Sayfa

SİMGE LİSTESİ……iv

KISALTMA LİSTESİ v

ŞEKİL LİSTESİ vi

ÇİZELGE LİSTESİ……viii

ÖNSÖZ ix

ÖZET x

ABSTRACT xi

1 GİRİŞ 1

2 MEVCUT DURUMUN TANIMI 3

3 ÜÇLÜ AlFeSi FAZLARI 4

3.1 AlFeSi Faz Diyagramı ve α, β Çökeltilerinin Kristal Yapıları 4
3.2 AA6xxx Serilerinde Sıklıkla Gözlemlenen AlFeSi İntermetalikleri 7
3.2.1 Monoklinik β Fazı 7
3.2.2 Kübik α_c Fazı 8
3.2.3 Hekzagonal α' Fazı 9

4 KATILAŞMA SIRASINDA AlFeSi İNTERMETALİKLERİNİN OLUŞUMU 11

4.1 AA6xxx Al Alaşımı Dökümlerinde α ve β AlFeSi Fazlarına Yönelik Araştırmalar 11
4.1.1 Bileşimin Etkisi 11
4.1.2 Katılaşma Hızının Etkisi 14
4.2 Dökümde Katılaşma Esnasında α ve β Partiküllerinin Oluşma Mekanizması Modelleri 17

5 HOMOJENİZASYONDA β-AlFeSi FAZININ α- AlFeSi FAZINA DÖNÜŞÜMÜ 20

5.1 Giriş 20
5.2 Katı Halde β-AlFeSi → α AlFeSi Faz Dönüşümünü Deneysel İnceleyen Çalışmalar 22
5.3 Katı Halde AlFeSi İntermetaliklerinde β→ α Dönüşümün Mekanizması ve Kinetiği 25
5.4 Matrisin Tane Boyutunun İntermetalik Dönüşümüne Etkisi 28

6 SELEKTİF ÇÖZÜNDÜRME YÖNTEMLERİ ile AlFeSi İNTERMETALİKLERİNİN AYRILMASI 30

6.1 Fenol Tekniği 30
6.2 Butanol Tekniği 31

7 DENEYSEL ÇALIŞMA 32

7.1 Numune Dökümü 35
7.2 Homojenizasyon İşlemi 35
7.3 Numune Hazırlama 37
7.4 Numunelerin Seçici (Selektif) Çözündürülmesi 39
7.5 Ağırlık Testi 42
7.6 Sertlik Testi 43
7.7 Mikrosertlik Testi 45

8 BULGULAR VE İRDELEME 46

8.1 Çözündürme Deneyi Sonuçları 46
8.2 Ağırlık Deneyi Sonuçları 55
8.3 Sertlik Testi 58
8.4 Mikro Sertlik 59

9 SONUÇ 61

KAYNAKLAR 62

ÖZGEÇMİŞ 64

SİMGE LİSTESİ

α	Alpha
β	Beta
d_{max}	Partikülün maksimum çapı
A	Partikülün yüzey alanı
θ	Theta
R	Soğutma hızı
°C	Sıcaklık

KISALTMA LİSTESİ

AA	Aluminum Association, Alüminyum Cemiyeti
DC	Direct Chile, Sürekli Döküm
XRD	X-ray Differaction, X-Işını Difraksiyonu
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy, Enerji Saçılımlı Spektroskopisi
EDX	Elektron Saçılımlı X ışınları analizi
BAPK	Bilimsel Araştırma Proje Koordinatörlüğü
EDAX	Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy, Enerji Saçılımlı X Işınları Spektroskopisi
TEM	Transmission Electron Microscopy, Geçirimli Elektron Mikroskobu
HRTEM	High-Resolution Transmission Electron Microscopy, Yüksek Çözünürlüklü Geçirimli Elektron Mikroskobu

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 3.1 Al-Fe-Si faz diyagramının Al köşesi 4
Şekil 3.2a β partikülünün TEM görüntüsü 7
Şekil 3.2b β partikülünün elektron difraksiyon paterni 7
Şekil 3.3a α-AlFeSi ve alüminyum matris arasındaki ara yüzün HRTEM görüntüsü 8
Şekil 3.3b α-AlFeSi elektron difraksiyon paterni 9
Şekil 3.4a Yöndeşiyle birlikte $\alpha^{/}$ nın bir TEM resmi 10
Şekil 3.4b Seçilmiş alanın difraksiyon paterni 10
Şekil 4.1 Soğuma hızı ve Fe içeriğine göre ingot içerisindeki AlFeSi İntermetaliklerinin türleri 13
Şekil 4.2a Fe/Si oranın α-AlFeSi oluşumuna etkisi 13
Şekil 4.2b Sabit Fe/Si oranı için Fe+Si toplam miktarının α-AlFeSi oluşumuna etkisi 14
Şekil 4.3 Soğutma hızı etkisi Fe/Si=1 15
Şekil 4.4a %99,95 saf %0,5 Fe ve %0,2 Si (2 K/s ve 11 K/s arasında soğutma oranı) olan α_c partikülünün derin dağlanması 16
Şekil 4.4b Çin yazısını gösteren TEM resmi 16
Şekil 4.5 %0,1 Si ve %0,5 Fe içeren Al alaşımlarındaki β partikülünün derin dağlama sonrası görüntüsü 16
Şekil 4.6 α_c-AlFeSi' yi çin yazısı şeklinde ve β-AlFeSi' yi tabaka benzeri şekilde gösteren bir SEM görüntüsü. Alaşımlarda hem α hem de β fazları ayrıca Si fazları da mevcuttur. Bu alaşımın konsantrasyonu %0,707 Fe%0,770 Si, %0,038 Cu, %0,006 Mn' ye eşittir 17
Şekil 4.7 %0,7 Fe' de AlFeSi diyagramının bir bölümü 18
Şekil 5.1a 6063 serisi alüminyumlarda β-AlFeSi'den α-AlFeSi'ye transformasyon. Tane boyutu (~156 μm a) ham döküm 21
Şekil 5.1b 6 saat boyunca 565 °C'de homojenize adilmiş hali (optik %0,5 HF' de dağlanmış) 21
Şekil 5.2a Homojenizasyon esnasında ingotlardaki AlFeSi intermetalik bileşikleri. Resimdeki α kübik α_c olarak tanımlanmıştır. Ham döküm 24
Şekil 5.2b 5 saat boyunca 858 K' de homojenize edilmiş 24
Şekil 5.2c 667 saat boyunca homojenize edilmiş 24
Şekil 5.3 2 saat boyunca 565 C^0 de homojenizasyondan sonra β-AlFeSi partiküllerinin(siyah) α-AlFeSi partiküllerine (açık gri) kısmi dönüşümü. Yeni α-AlFeSi partikülleri β-AlFeSi partikülleri üzerinde çekirdeklenmiş ve büyümüştür 25
Şekil 5.4 Değişik 6005 Al alaşımlarını homojenizasyon sürelerine göre intermetalik fazdaki Fe/Si oranın değişimi. Bu bileşim %0,2 Fe – %0,8 Si – %0,5 Mg dir ve Mn konsantrasyonu < 0,010, 0,041 ve 0,082 dir ve şekilde sırasıyla 4,5 Mn ve 6 Mn olarak etiketlenmişlerdir 27
Şekil 5.5 Homojenizasyon sıcaklığına bağlı olaraktan α-AlFeSi partiküllerinin oranı 29
Şekil 6.1 Döküm yapıdan çıkartılmış imtermetalik partiküller 30
Şekil 7.1a Alüminyum çözündürülmesi için kullanılan cam deney düzeneği 34
Şekil 7.1b BAPK desteğiyle yaptırılan alüminyum çözündürme deney düzeneği 34
Şekil 7.2 Döküm işlemi sonrası numune yapısı 36
Şekil 7.3 Homojenizasyon işleminden sonra numunenin yapısı 37
Şekil 7.4 Parlatma işleminde kullanılan parlatma diskleri 38
Şekil 7.5 Parlatma işleminde kullanılan 1μm ve 0,25μm'lik elmas pastalar 38
Şekil 7.6 Cam beher içerisine yerleştirilen 0,45μm lik teflon filtre ve

alüminyum numune 40
Şekil 7.7 Çözündürülmüş alüminyum numuneyi süzme işleminde kullanılan 0,45μm' lik teflon filtreler 40
Şekil 7.8 Cam beherin deney düzeneğine yerleştirilmiş hali 41
Şekil 7.9 Deneyde kullanılan döküm ve homojenize işlemi görmüş numuneler 43
Şekil 7.10 Numunelerin yaşlandırılmasında kullanılan etüv 43
Şekil 7.11 Sertlik ölçme cihazı 44
Şekil 8.1 Döküm numudeki intermetaliklerin elektron mikroskobu görüntüsü 46
Şekil 8.2 Homojenize numundeki intermetaliklerin elektron mikroskobu görüntüsü 47
Şekil 8.3 Döküm numunenin EDS analiz sonuçları 48
Şekil 8.4 Homojenize numunenin EDS analiz sonuçları 48
Şekil 8.5 Döküm numunede bulunan intermetaliklerin genel XRD analizi 50
Şekil 8.6 Döküm numunedeki β-AlFeSi intermetaliklerinin XRD analizi 50
Şekil 8.7 Döküm numunede bulunan Mg_2Si intermetaliklerinin XRD analizi 51
Şekil 8.8 Homojenize numune bulunan intermetaliklerin genel XRD analizi 52
Şekil 8.9 Homojenize numunede bulunan α-AlFeSi intermetaliklerinin XRD analizi 53
Şekil 8.10 Homojenize numunede bulunan $AlFe_3$ intermetaliklerinin XRD analizi 53
Şekil 8.11 Homojenize numunede bulunan Mg_2Si intermetaliklerinin XRD analizi 54
Şekil 8.12 Döküm ve homojenize numunede teorik ve deneysel olarak bulunan intermetalik miktarları 57
Şekil 8.13 Döküm ve homojenize numunenin yaşlandırma süresine bağlı olarak sertlik değişimleri 58
Şekil 8.14 Döküm numuneden alınan sertlik izleri 60

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 AA 6063 alaşımının içeriği 3
Çizelge 3.1 α ve β AlFeSi fazlarının yapısal değişiklikleri: En çok rastlanan 6xxx serisi fazları 5
Çizelge 3.2 α-AlFeSi ve β-AlFeSi fazlarının yapısal değişiklikleri: 6xxx serilerinde çok az rastlanan fazlar; 6xxx Al alaşımlarının döküm esnasında ortaya çıkan ara fazlar; 6xxx Al alaşımları haricindeki diğer alaşımlarda gözlenen fazlar 6
Çizelge 5.1 Değişik homojenizasyon koşullarında bulunan intermetalikler 22
Çizelge 5.2 Homojenize edilmiş 6063 alaşımlarındaki intermetalikler 23
Çizelge 7.1 Döküm numunenin kimyasal bileşimi 35
Çizelge 8.1 Döküm numune analiz sonuçları 49
Çizelge 8.2 Homojenize numune analiz sonuçları 49
Çizelge 8.3 Teorik olarak %0,3 Fe içeren bir AA6063 numunede olması gereken intermetalik miktarı 55
Çizelge 8.4 Döküm numuneden alınan sertlik değerleri 59
Çizelge 8.5 Homojenize numuneden alınan sertlik değerleri 59

ÖNSÖZ

Tez çalışmam boyunca, bilgi ve tecrübeleri ile desteğini hiçbir zaman esirgemeden katkıda bulunan danışman hocam Sn. Yrd.Dç.Dr. Ergün KELEŞOĞLU'na en derin saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma YTÜ Bilimsel Araştırma Proje Koordinatörlüğü (BAPK) tarafından 2010-07-02-YL01 proje nolu yüksek lisans tez projesi olarak desteklenmiştir. Tezdeki deneysel çalışmaların gerçekleştirilmesi için gerekli maddi desteği sağlayan BAPK ve çalışanlarına teşekkür ederim.

Ayrıca araştırmaların yapılmasında çok farklı cihaz ve donanımlarla çalışmalar yapılması gerektiğinden her çalışmada ilgili kişilerden yardım alınmıştır. Bu bağlamda Elektron mikroskobu incelemeleri ve EDS analizleri için İkitelli KOSGEB malzeme laboratuarı sorumlusu Sn. Met.Malz.Müh. Harika EKŞİOĞLU'na, X ışınları analizleri için Gebze Yüksek İleri Teknoloji Üniversitesinde görevli Sn. Ar.Gör. Salim Levent AKTUĞ'a teşekkür ederim.

Numunelerin metalografik hazırlamasında, kimyasal analizinde ve elektron mikroskobu incelemelerinde yardımları dokunan YTÜ Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü Teknisyenlerinden Sn. Şevki ŞAHİN ve Sn. Mehmet ÇALIŞKAN'a teşekkür ederim.

Yabancı dildeki kaynakların Türkçeye çevrilmesinde bana destek olan arkadaşlarım Sn. Yeşim KAYA, Sn. Emrah EDİS ve Sn. Yusuf KOÇ' a en içten duygularımla teşekkür ederim, onların bu karşılık beklemeksizin yardımları sayesinde kapsamlı bir literatür taraması ortaya çıkmıştır.

Bugünlere gelmemde, benden maddi ve manevi her türlü desteği hiçbir zaman esirgemeden her zaman yanımda olan çok kıymetli AİLEME en derin duygularımla teşekkür ederim.

Ağustos 2010 Recep CANİAZ

ÖZET

Alüminyumunun mekanik özellikleri bazı uygulamalarda tek başına yeterli olmadığı için uygun elementlerle alaşımlandırılmaktadır. Bu alaşımlardan bir tanesi de 6xxx serisi silisyum ve magnezyum alaşımıdır. Bu grup içerisindeki en önemli alaşımlardan biri ise 6063 alüminyum alaşımıdır. AA6063 alaşımı, ekstrüzyonla şekillendirmeye uygunluğu mükemmel olarak nitelendirilen, ısıl işlem ile sertleşebilen alüminyum alaşımları grubundandır ve mekanik özellikleri ısıl işlemle önemli ölçüde iyileştirilebilir. Bu alaşım grubunun içerisinde alaşım elementlerine ilaveten yaklaşık %0,3 oranında demir bulunmaktadır. Demir katı alüminyum içerisinde son derece sınırlı çözünürlüğe sahiptir. Demir elementinin varlığı özellikle hurdadan yapılan üretimde kaçınılmazdır ve daha düşük oranlara indirilmesi ekonomik değildir.

AA6063 alaşımlarının endüstriyel uygulamalarda en yaygın üretim şekli DC sürekli döküm yöntemidir. Bu yöntemdeki katılaşma hızları ve alaşımın kimyası nedeniyle katılaşmış yapıda demir, yapraksı formdaki β-AlFeSi intermetaliği şeklinde bulunur. İntermetalik fazın bu şekildeki morfolojisi özellikle daha sonraki şekillendirme işlemlerinde olumsuz bir etki olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu nedenle döküm işleminin ardından homojenizasyon ısıl işlemi kullanılarak döküm yapıda yoğun olarak bulunan ve mekanik özellikleri (ekstrude edilebilirlik) olumsuz etkileyen iğne formundaki β-AlFeSi intermetalik fazı, daha yuvarlak ve küçük, zincir şeklinde olan α-AlFeSi intermetalik fazına dönüştürülerek alaşımın mekanik özelliklerinin iyileştirilebilmesi sağlanır.

Bu çalışmada selektif çözündürme metodu kullanılarak döküm numunedeki ve 560 °C de 16 saat süreyle homojenizasyon işlemi uygulanarak tam homojenize yapılmış AA6063 numunelerin yapısında bulunan intermetalik fazların X-ışınları difraksiyon paterni (XRD) ile incelemesi yapılmıştır. Numuneler butanol tekniği kullanılarak, butanol çözeltisi içerisinde argon atmosferi altında çözündürülmüş ve daha sonra 0,45µm lik teflon filtreden vakum yardımıyla süzülmüştür. Süzme işleminin ardından filtre üzerinde kalan intermetalik fazlara XRD incelemesi yapılarak her iki yapıda bulunan intermetalik fazlar tespit edilmiştir. Ayrıca numunelere EDS analizi yapılarak döküm numunedeki ve homojenizasyon işlemi sonrası tam homojenize yapı içerisinde bulunan elementlerin nasıl değiştiği incelenmiştir.

Döküm ve tam homojenize yapılmış numuneye ağırlık testi yapılarak numune içerisindeki intermetalik fazların miktarı tespit edilmeye çalışılmıştır. Son olarak ise döküm numune ve 560 °C da 16 saat süreyle homojenize yapılmış AA6063 numunelere sertlik testi yapılarak her iki numunedeki sertlik ölçülmüştür.

Sonuç olarak normalde alüminyum matris içerisinde çok az miktarda bulunan ve XRD yöntemiyle varlıkları belirlenemeyen intermetalik fazın matristen ayrılarak XRD işlemiyle karakterize edilebileceği gösterilmiştir. Selektif çözündürme tekniği sayesinde intermetalik fazlarla ilgili bilgiler rahatlıkla değerlendirilebilmektedir. Bu yöntemle yapılacak ölçümler sonucu homojenizasyon sırasındaki faz dönüşümlerinin detaylı bir şekilde değerlendirilmesi mümkün olabilecektir. Ayrıca XRD ölçümleri kıyaslanarak ısıl işlem veriminin nümerik olarak değerlendirilmesinin mümkün olabileceği gösterilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Homojenizasyon, selektif çözündürme metodu, butanol tekniği, intermetalik faz

ABSTRACT

Mechanical properties of aluminum are not satisfactory for some applications, so it is alloyed with suitable elements. One of the alloys is AA6xxx silicon and magnesium alloy. 6063 aluminum alloy is a major alloy in 6xxx aluminum alloy series. AA6063 alloy is fairly suitable for extrusion, can be tempered by heat treatment and mechanical properties of alloy can be improved by heat treatment. This alloy group includes 0,3 % iron with some other alloys. Iron has limited solubility in solid aluminum. This alloys include iron especially production from scrap. Also reducing iron ratio to lower values in alloys is not economical.

Common production method of AA6063 alloys is DC continuous casting in industrial applications. Solid form iron is in plate like β-AlFeSi intermetallics form due to solidification velocity of this method and alloy chemistry. This morphology of intermetallic phase has negative effect for following forming processes. Therefore after casting process, homogenization heat treatment should be applied. This heat treatment changes β-AlFeSi intermetallic phase to α-AlFeSi intermetallic phase. Thus, mechanical properties of the alloy can be improved.

In this study, XRD investigation of intermetallic phases in casting sample and AA6063 samples which were homogenized at 560 °C for 16 hours was done by using selective dissolution method. Samples were solved in butanol solution under argon atmosphere by using butanol technique. Then solution was filtered using a Teflon filter with a pore size of 0,45μm by vacuum. After filtering process, intermetallic phases on filter were XRD analyzed and both intermetallic phases were determined. Transformation of elements in casting sample and homogenized structure was investigated by EDS analysis.

Amount of the intermetallic phases in the cast and the homogenized samples were determined by weight test. Additionally hardness test was performed on the cast sample and the sample which is homogenized at 560 °C for 16 hours.

This study shows that iron rich intermetallic phases in aluminum alloys are too low in quantity for detection by XRD method. Therefore, intermetallic phases in the structure have to be enriched prior to XRD analysis. Informations about intermetallic phases can be evaluated easily by selective dissolution technique. Detailed evaluations of phase transformations during homogenization will be possible by using this method. Numerical evaluation of heat treatment efficiency by comparing XRD measurements was shown.

Key Words: Homogenization, selective dissolution method, butanol technique, intermetallic phase.

1. GİRİŞ

Alüminyum, kendine has özellikleri ve hafifliği nedeni ile oldukça geniş bir kullanım alanına sahiptir. Bunların başında inşaat, otomobil, ambalaj, uzay, uçak, ev aletleri ve elektronik sanayi gibi birçok uygulama alanları gelmektedir. Alüminyum yüzeyinde oluşan oksit tabakası sayesinde çok iyi korozyon özelliğine sahip olmasının yanında kolay bir şekilde dövülebilir, makinede işlenebilir ve dökülebilir olması alüminyumun önemi daha da artırmaktadır.

Alüminyumun mekanik özelliklerinin yetersiz olduğu durumlarda çeşitli alaşım elementleri katılarak mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi sağlanmıştır. Bu alaşımlardan bir tanesi silisyum ve magnezyum alaşımı katılarak oluşturulan 6XXX serisi alüminyum alaşımlarıdır. Bu seri içerisinde dikkati çeken en önemli alaşım grubu ise 6063 serisi alüminyum alaşımlarıdır. AA6063 alaşımı, ısıl işlem ile sertleştirilebilen alüminyum alaşımları grubundadır ve ısıl işlem ile mekanik özellikleri önemli ölçüde iyileştirilebilmektedir. Yüzey kalitelerinin son derece yüksek, korozyona dayanıklı ve iyi mekanik özelliklere sahip olması nedeni ile mimari uygulamalarda geniş kullanım alanlarına sahiptirler (Zaman, 2008).

6xxx serisi alüminyum ekstrüzyon biyetlerinin döküm yapısı başlıca alüminyum dendritleri ve bunların arasında katılaşan AlFeSi esaslı çözünmeyen intermetaliklerden oluşmaktadır. Bu intermetalikler alaşımın soğuma hızı ve bileşimdeki Fe/Si oranına göre değişik türlerde olabilmektedir. AA6063 alaşımından (Direct chile) DC sürekli döküm yöntemiyle üretilen ekstrüzyon biyetlerinde alüminyum tanelerinin arasının hemen hemen tamamen iğne fomundaki β-AlFeSi fazı ile çevrelendiği görülmektedir. Bu faz iğne formunda olup daha sonraki ekstrüzyon işlemini ve ürün özelliklerini olumsuz etkilemektedir. Döküm yapısındaki iğnesel β-AlFeSi fazının miktarı tüm çözünmeyen fazlar içinde %75 in üzerindedir (Keleşoğlu 2009).

Homojenleştirme ısıl işleminde β-AlFeSi türü intermetalikler parçalanarak daha yuvarlak formdaki kararlı α-AlFeSi fazına dönüşmektedir. İyi homojenize edilmiş numude β-AlFeSi oranı %25 altına düşmekte, yuvarlak formlu α-AlFeSi fazı oranı artmaktadır. Homojenizasyon sonrası biyet yapıdaki α-AlFeSi ve β-AlFeSi miktarı işlemin sıcaklık ve süresiyle yakından bağlantılıdır. Bu α-AlFeSi fazı sünekliliğinin iyi olması sebebiyle ekstrüzyon için uygun bir fazdır. Bu süneklik özelliğinin nedeni ise β-AlFeSi fazına göre daha az miktarda mikro çatlak oluşturmasıdır. Homojenleştirme işlemi ile magmezyum ve silisyumun dendrit kolları arasında eş dağılımı sağlanmaktadır (Keleşoğlu 2009).

Yapı içerisinde bulunan α ve β tipi AlFeSi intermetaliklerini ayırt edebilmek için literatürde değişik bakış açıları bulunmaktadır. Daha önce yapılan araştırmalarda, optik mikroskop, elektron saçılımlı X ışınları analizi (elektron dispersive X-ray analysis) (EDX), X ışını difraksiyonu (XRD) gibi teknikler AA 6xxx alaşımlarında bulunan intermetaliklerin oranlarını belirlemede kullanılmıştır. AlFeSi intermetaliklerinin Al matris içerisindeki miktarları çok az olduğundan numunelerin doğrudan XRD analizlerinin yapılması halinde bu fazları algılamak teknik olarak imkansızdır. Bu fazların XRD analizleri için öncelikle alaşımın bir çözelti içerisinde matrisinin çözündürülmesi ardından çözeltinin süzülerek askıdaki intermetaliklerin ayrılarak XRD analizlerinin yapılması bu zorluğun aşılması için sıkça kullanılan bir yöntemdir (Kuijpers vd., 2003).

Literatürde Al matris içerisinde bulunan intermetalikleri ayırt edebilmek için seçici (selektif) çözündürme tekniği olarak adlandırılan yöntemlerin kullanıldığı görülmektedir. Bunların bir tanesi Sato ve Izumi tarafından bulunan fenolik çözündürme tekniğidir. Bu teknikte alüminyum parça kaynayan fenol içerisine konularak çözünme sağlanır. Çözünme işlemi gerçekleştirildikten sonra karışıma belirli oranlarda benzil alkol ve toulene eklenerek iyice karıştırılır ve bu işlem birkaç kez tekrarlanılarak ardından süzme işlemine geçilir (Kang vd., 2006).

Diğer bir çözündürme tekniği ise bu çalışmada da kullanılan Simenser ve arkadaşları tarafından önerilen butanol tekniğidir. Bu teknikte argon atmosferi altında damıtılan 1-butanol içerisinde alüminyum numunenin çözündürülmesi ve ardından süzme işlemi ile içerisindeki intermetaliklerin ayrılması sağlanır (Goulart vd., 2009; Kuijpers vd., 2003).

Bu çalışmada AA6063 alaşımlarının yapı içerisinde bulunan AlFeSi intermetaliklerinin butanol tekniği kullanılarak çözündürülmesi ve bu intermetalik fazların türlerinin XRD gibi kesin bir yolla tespit edilmesi, homojenleştirme işleminin etkinliğinin bu yolla ölçülmesi, değerlendirilmesi ve intermetalik fazların yaşadığı dönüşüm miktarının sayısal olarak ölçülmesi, ifade edilmesi amaçlanmıştır.

2. MEVCUT DURUMUN TANIMI

6xxx serisi içerisinde ekstrüzyon amacıyla en yaygın kullanılan AA6063 alaşımının standart bileşimi Çizelge 2.1'de verilmektedir. Çizelgede alaşım içerisindeki demir içeriğinin fazla olması dikkat çeken bir unsurdur (% 0,35). Bu derecedeki yüksek Fe içeriği 6xxx alüminyum serilerini oluşturan alaşımların ortak özelliğidir ve her geçen gün ikincil metalurjik alüminyum miktarının artmasının bir sonucudur. Demirin katı alüminyum içerisindeki çözünürlüğü yok denecek kadar azdır; bu nedenle katılaşma esnasında demir atomları ilk katı içerisinden sürekli katılaşma cephesine atılarak sıvıda kalır. Katılaşma ilerledikçe sıvı içerisindeki demir konsantrasyonu artar ve en son katılaşan bölgelerde tane sınırlarında Fe bakımından zengin intermetalikler oluşur. 4.cü bölümde bunun mekanizması ayrıntılı bir şekilde anlatılacaktır (Kuijpers, 2000).

Çizelge 2.1 AA6063 alaşımının içeriği (Kuijpers, 2000)

Mg	Fe	Si	Cr, Zn, Ti	Mn
0,45-0.9 %	0,35 %	0,20-0,6 %	0,10 %	0,10 %

Endüstriyel kullanımda şekillendirmeye yatkın alaşımların elde edilebilmesi amacıyla katılaşmada oluşan demir içeren bu intermetalik fazları çözmek ve biyet içerisinde daha ince taneli intermetalik yapısı oluşturmak için yaklaşık olarak 585 °C de birkaç saat boyunca homojenizasyon ısıl işlemi uygulanır. Sonuç olarak daha yüksek süneklik ve ekstrüzyon özellikleri olan bir biyet elde edilir. Tez çalışmasının homojenizasyon işlemi esnasında β-AlFeSi'den α-AlFeSi'ye olan intermetalik dönüşümleri üzerinde yoğunlaşması nedeniyle bu ilk bölümde literatürdeki bu konuyla ilgili araştırmalara göz atılacaktır.

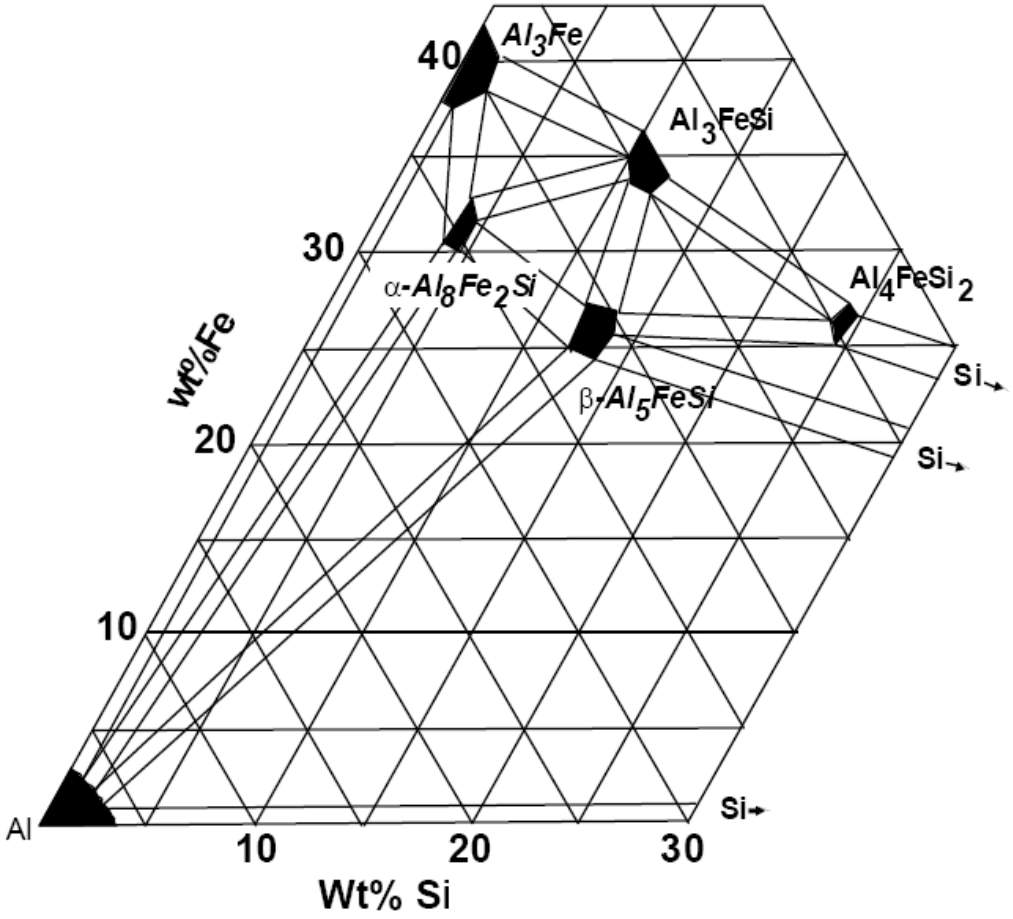
β-AlFeSi → α-AlFeSi dönüşümü sırasında AlFeSi fazları şekil, bileşim, kristal yapısı, büyüklük ve dağılım bakımından değişikliğe uğramaktadır ve söz konusu değişiklikler malzemenin şekillendirilme özelliği bakımından olumlu sonuçlara sahiptir (Kuijpers, 2000).

Konu ile ilgili mevcut literatür bilgilerinin verileceği tezin ilk bölümü; AlFeSi fazlarının tanıtılmasıyla başlayıp, sırasıyla bu fazların birbirine dönüşümü üzerine yapılan deneysel çalışmalar, faz dönüşümlerinin kinetikleri, β-AlFeSi → α-AlFeSi dönüşümlerini tanımlamak amacıyla geliştirilen fiziksel modellerin tanıtılmasını kapsamaktadır.

3. ÜÇLÜ AlFeSi FAZLARI

3.1 AlFeSi Faz Diyagramı ve α, β Çökeltilerinin Kristal Yapıları

Şekil 3.1'de Al-Fe-Si üçlü denge diyagramının Al köşesi gösterilmektedir. Bu diyagramdan AA 6xxx serisi alaşımlarda oluşma ihtimali bulunan Fe içeren kararlı intermetalik fazların yerleri görülmektedir (Mond, 1976). Ayrıca bu fazlar Fe ve Si'un bileşen olarak mevcut bulunduğu diğer Al alaşım sistemlerinde de oluşabilir.



Şekil 3.1 Al-Fe-Si faz diyagramının Al köşesi (Mon, 1976)

Katılaşma sırasında alüminyum içerisindeki demir ve silisyum çözünürlükleri sıcaklıkla değiştiğinden soğuma hızına bağlı olarak farklı intermetalik fazlar oluşabilmektedir. Yeterli miktarda Fe ve Si barındıran 6xxx alaşımlarının Fe ve Si içeren intermetaliklerinin denge yapıları Şekil 3.1'de gösterildiği gibi hekzagonal $\alpha^{/}$-Al_8FeSi fazıdır (Tani, 1999; Dons, 1984). Kimi araştırmalarda V, Cr, Mn, Cu, Mo ve W gibi elementlerin çok küçük miktarda eklenmesinin $\alpha^{/}$-Al_8FeSi fazı yerine kubik bir α_c-$Al_{12}Fe_3Si$ fazını sabitlediği görülmüştür. Bazı literatürlerde $\alpha^{/}$ ve α_c fazları yerine fazın yapısı verilmeden sadece α faz ifadesi de

kullanılmaktadır. Bu araştırmada da hemen hemen aynı stokiyometriye sahip olan α_c ve $\alpha^{/}$ fazları zaman zaman α fazı olarak nitelendirilecektir (Kuijpers, 2000).

6xxx alaşımlarının dökümü sırasında öncelikle yarı kararlı kubik α_c ve/veya monoklinik β-Al_5FeSi fazları oluştuğu bilinmektedir. Şekil 3.1 deki faz diyagramında β-Al_5FeSi fazı görülmektedir. Ancak bu fazın yeri bahsedilen alaşımlardaki Fe ve Si oranlarına göre çok daha yüksek oranlardadır. Dolayısıyla dengeli bir katılaşmada AA6063 alaşımında bu fazın oluşması beklenmez ancak gerçek uygulamalarda bu fazın görülmesi dengesiz katılaşma nedeniyle dendrit kolları arasında Si zenginleşmesi olduğuna işaret etmektedir (Kuijpers, 2000).

Yaklaşık olarak %40 demir içeren Al-Fe alaşımlarında karşılaşılan denge halindeki intermetalik faz monoklinik kristal yapısındaki Al_3Fe fazı olarak kabul edilir. Al_3Fe fazı prizmalar veya iğne şeklinde kristalleşir. Al_3Fe kristalleri {100} grubuna ait yüzeylerin hakim olduğu palaka benzeri morfolojiye sahip bıçaklar oluşturur (Stephen, 1994).

Çizelge 3.1'de AA 6xxx serisi alaşımlarda en çok gözlenen demir içeren intermetalik fazların kafes tipleri ve kafes parametreleri özetlenmiştir. Çizelge 3.2'de ise aynı alaşımlarda daha nadiren karşılaşılan AlFeSi intermetaliklerine veya diğer alaşım kompozisyonlarındaki AlFeSi intermetaliklerine ait bilgiler verilmiştir (Kuijpers, 2000).

Çizelge 3.1 α ve β AlFeSi fazlarının yapısal değişiklikleri: En çok rastlanan 6xxx serisi fazları (Kuijpers, 2000).

Faz	Bravais Kafesleri	Kafes Parametreleri
β	Monoklinik	a=6,12 Å
		b= 6,12 Å
		c= 41,5 Å
		β= 91 derece
α_c, (α_1)	Kübik; BCC veya basit kübik	a=12,56 Å(Im3)
		a=12,52 Å(Pm3)
$\alpha^{'}$ (α_2)	Hekzagonal	a=b=12,3 Å
		c=26,2 Å

Çizelge 3.2 α-AlFeSi ve β-AlFeSi fazlarının yapısal değişiklikleri: 6xxx serilerinde çok az rastlanan fazlar; 6xxx Al alaşımlarının döküm esnasında ortaya çıkan ara fazlar; 6xxx Al alaşımları haricindeki diğer alaşımlarda gözlenen fazlar (Kuijpers, 2000).

Kafes	Bravais Kafesi	Kafes Parametreleri
$\beta^{'}$, β^{*}	Monoklinik	a=8,9 Å
		b=4,9 Å
		c=41,6 Å
		β= 92 derece
α_R	Rhombohedral süper kafes	a_{SUP}=3,076
		c_{SUP}=3,623
$\alpha^{''}(q_1)$	c merkez orthorombik	a=12,7 Å
		b=26,2 Å
		c=12,7 Å
α_T	c merkez monoklinik	a=27,95 Å
		b=30,62 Å
		c=20,73 Å
		β=97,74 derece
q_2	monoklinik	a=12,50 Å
		b=12,30 Å
		c=19,70 Å
		β=111 derece
α_V	monoklinik	a=8,90 Å
		b=6,35 Å
		c=6,32 Å

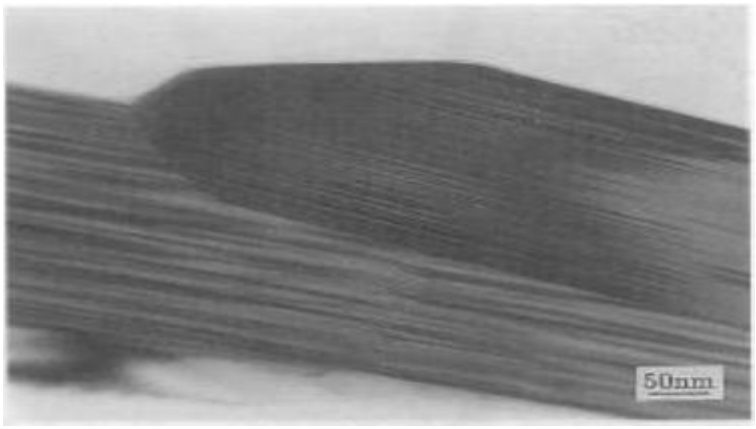
Bundan sonraki bölümde AA6063 alaşımında sıkça karşılaşılan intermetalik fazlara ait bilgiler verilmesi amaçlanmıştır. Nadiren görülen fazlara değinilmeyecektir.

3.2. AA6xxx Serilerinde Sıklıkla Gözlemlenen AlFeSi İntermetalikleri

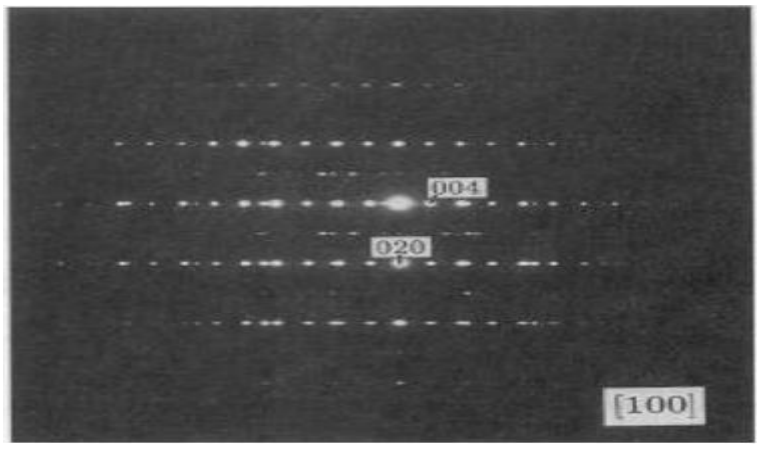
3.2.1 Monoklinik β Fazı

β-AlFeSi fazı Al_5FeSi'ye yakın bir kimyasal kompozisyona, monoklinik bir kristal yapısına ve tabaka yapılı bir morfolojiye sahiptir (Alle, 1998). β-AlFeSi kristalleri baskın yüzeylerin {001} grubuna ait olduğu plaka benzeri morfolojiye sahip lameller şekilde oluşur. Çok ince yapraklar gibi kristalleşmiş bu β-AlFeSi fazı, düz parlatılmış metalografik yüzeylerde iğneler şeklinde görünür (Stephen, 1994).

Şekil 3.2 β-AlFeSi'nin difraksiyon paternini ve TEM görüntüsünü göstermektedir. Mulazimoglu (1996), β-AlFeSi intermetalik fazının oldukça fasetli olduğunu ve büyüme yönüne paralel çoklu (001) büyüme ikizleri içerdiğini gözlemlemiştir.



(a)



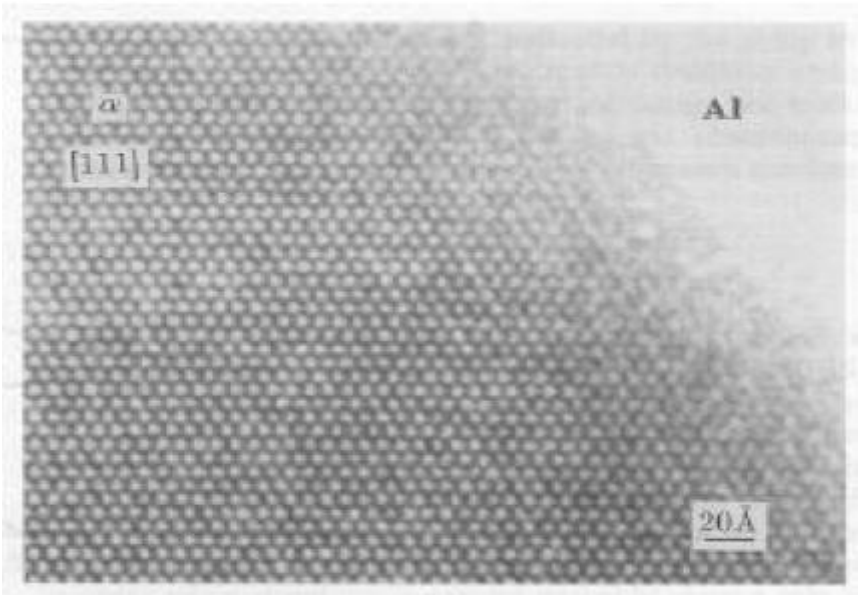
(b)

Şekil 3.2 (a) β partikülünün TEM görüntüsü (b) Elektron difraksiyon paterni (Mula, 1996)

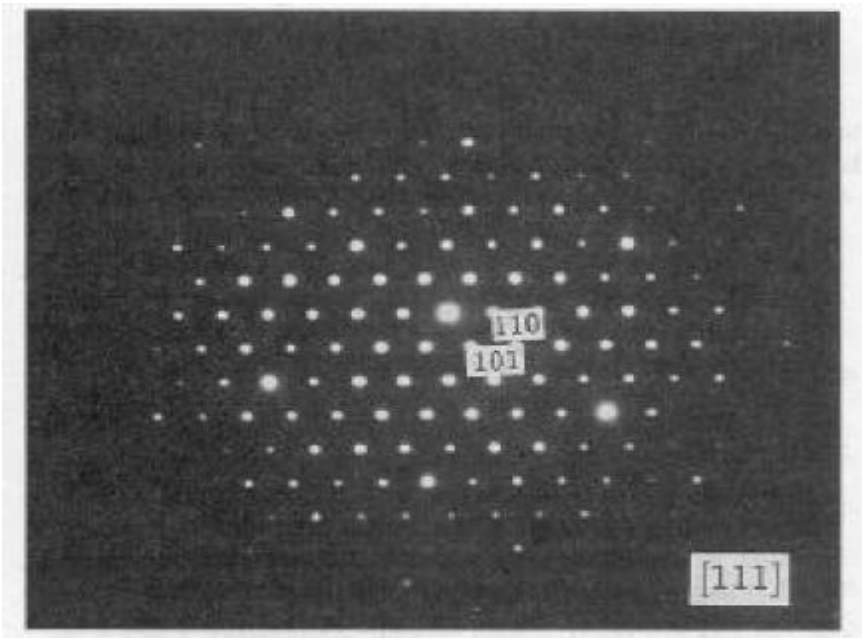
3.2.2 Kübik α_c Fazı

Üçlü α-AlFeSi denge fazı olan bu faz geniş bir oluşma stokiometrisine ve kübik bir kafes yapısına sahiptir. En sık bildirilen kimyasal formülü Al_8Fe_2Si bileşimine karşılık gelmektedir. α-AlFeSi fazı $Al_{12}Fe_3Si$ olarak da bildirilmektedir. Alüminyum ile α-AlFeSi fazının oluşturduğu bir ötektikte, α-AlFeSi kristalleri iki faz arasındaki büyüme kinetiği farkından dolayı alüminyumun dendrit kolları arasında büyümek zorunda kalmaktadır (Stephen, 1994).

%0,5 gibi yüksek oranda demir içeren veya çok yüksek soğutma hızlarında (50 K/s) soğutulan 6xxx serisi alaşımlarda döküm yapısının katılaşması sırasında küresel morfolojiye sahip kubik α fazın (α_c) oluşması, tabakalı β fazlarının oluşmasına göre daha önceliklidir. AlFeSi alaşımlarına V, Cr, Mn, Cu, Mo, ve W elementlerinin küçük miktarda eklenmesi bile α_c' yi kararlı duruma getirdiği de bilinmektedir. Bu faz çok uzun homojenizasyon sürelerinden sonra bile varlığını koruduğu için termodinamik olarak kararlı bir faz olduğu kabul edilmektedir (Alle, 1998). Şekil 3.3'te görüldüğü gibi monoklinik β-AlFeSi fazının aksine α_c fazı fasetalı veya ikizli bir yapı göstermez ve matris ile uyumsuz, eğrisel bir ara yüzey oluşturur (Mula, 1996). Donnadieu (1994), α_c nin $Al_{12}Fe_3Si$ stokiyometrisinde olduğunu bunun ise $Al_{12}Mn_3Si$ fazıyla eş yapıda olduğunu bulmuştur.



(a)

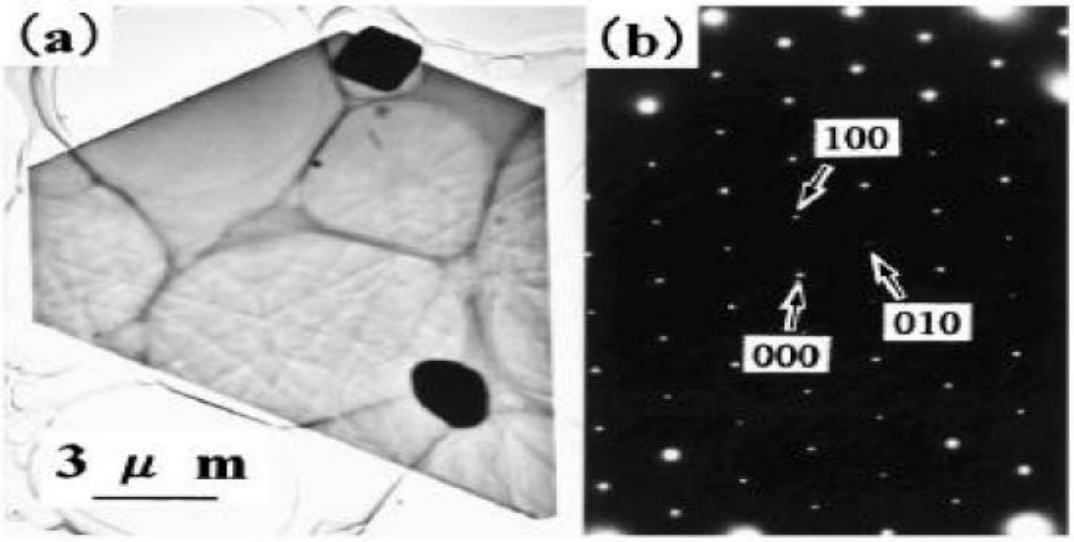


(b)

Şekil 3.3 (a) α-AlFeSi ve alüminyum matris arasındaki ara yüzün HRTEM görüntüsü (b) α-AlFeSi elektron difraksiyon paterni (Mula, 1996)

3.2.3 Hekzagonal α′ Fazı

Hekzagonal α′ fazı (α_2'de denir) yüksek sıcaklıktaki AlFeSi alaşımlarındaki Fe, Si içeren intemetaliklerin denge halidir (Dons, 1984). Ti, Ni, Zn ve Mg'un eklenmesi bu hekzagonal yapılı intermetaliklerin oluşumunu sağlar ve sonuç olarak α′ denge hali olarak belirtilir. AA6063 alaşımı için muhtemelen α′ denge halidir (Tani, 1999; Dons, 1984). Bu sonuca 6xxx alaşımlarının homojenizasyonu esnasında β-AlFeSi partiküllerinden α′ fazının oluşmasının gözlemlenmesi neticesinde varılmıştır (Tani 1999; Zaja 1994). Şekil 3.4'te bir α′ partikülü ve bu partikülün difraksiyon paterni gösterilmiştir.



Şekil 3.4 (a) Yöndeşiyle birlikte α' nın bir TEM resmi (b) Seçilmiş alanın difraksiyon paterni (Tani, 1999)

4. KATILAŞMA SIRASINDA AlFeSi İNTERMETALİKLERİNİN OLUŞUMU

AA6xxx serisi alüminyum ekstrüzyon biyetlerinin döküm yapısı başlıca alüminyum dendritleri ve bunların arasında katılaşan AlFeSi esaslı çözünmeyen intermetaliklerden oluştuğuna daha evvel değinilmişti. Döküm esnasında, Al-Fe, Al-Fe-Si ve Al-Fe-Mn-Si fazları gibi Fe içeren intermetalikler alüminyum dendritler arasında oluşur. Bu intermetalikler alaşımın soğuma hızı ve bileşimdeki Fe/Si oranına göre yukarıda bahsedilen değişik türlerde olabilmektedir. Normal DC döküm ekstrüzyon alaşımlarında genelde yaklaşık Al_5FeSi stokiyometrisine sahip olan kararsız monoklinik β-AlFeSi fazı mevcuttur ve bu fazın yapısı tabakalı şeklindedir (Kuijpers vd., 2003). Bu tabaka benzeri morfoloji nedeniyle β-AlFeSi intermetalik fazı dendritik alüminyumun yüzeyini sarar. Keleşoğlu ve arkadaşları bu intermetaliğin Al dendritlerinin birbirine dokunmasını azaltığını ve bunun sonucunda alaşımın şekillenme kabiliyetini olumsuz olarak etkilediğini öne sürmüştür (Keleşoğlu 2010).

AA6063 alaşımından DC yöntemiyle üretilen ekstrüzyon biyetlerinde alüminyum tanelerinin arasının hemen hemen tamamen iğne fomundaki β-AlFeSi fazı ile çevrelendiği görülmektedir (Kuijpers, 2000).

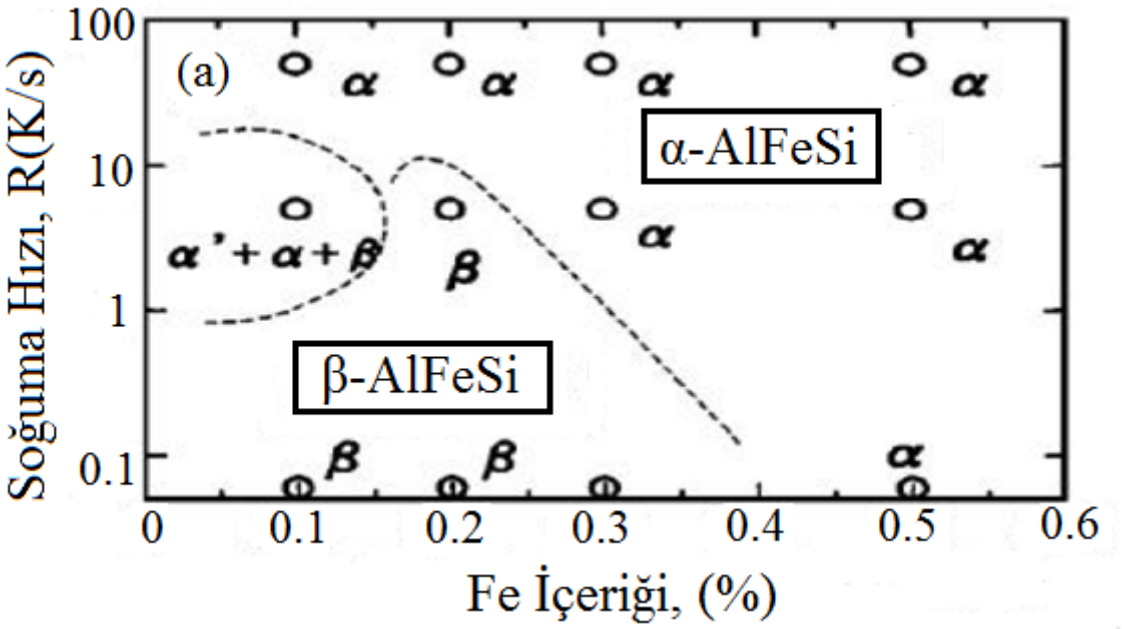
Fe katı alüminyumda çok düşük çözünürlüğe sahiptir (%0,05 denge halinde) ve bu nedenle katılaşmanın son anlarına kadar Fe sıvı alüminyum içinde kalır ve ikinci faz intermetalik şeklinde katılaşır. Sonuç olarak alaşımdaki tüm yarı kararlı ikinci faz intermetalikleri alüminyum taneleri arasında oluşur (Skjer, 1987).

4.1 AA6xxx Al Alaşımı Dökümlerinde α ve β AlFeSi Fazlarına Yönelik Araştırmalar

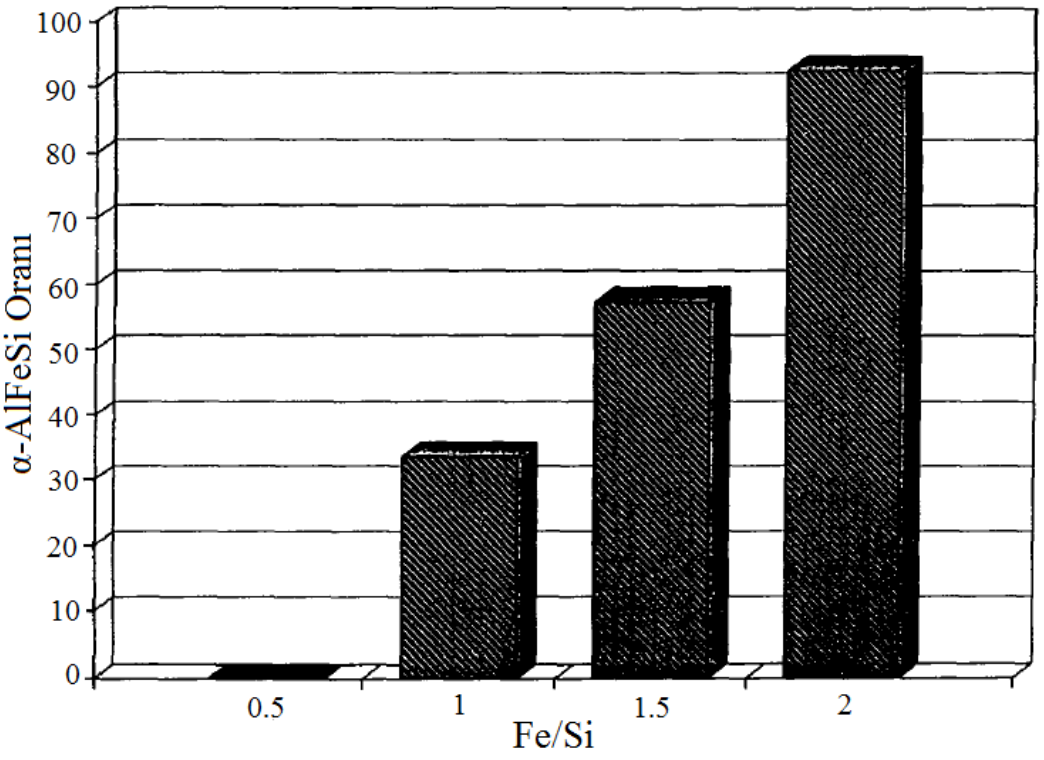
4.1.1 Bileşimin Etkisi

Artan Fe/Si oranı ile α-AlFeSi fazı oluşumu ve çin yazısı morfolojisi oluşumu güçlü bir eğilim göstermektedir. Fe/Si oranı azalmasıyla, silisyumca daha zengin faz olan β-AlFeSi fazı oluşumu teşvik edilmektedir (Stephen, 1994). Örneğin Langsrud (1990), bir dökümde demirce zengin intermeteliklerin kübik α_c veya monoklinik β-AlFeSi türlerinden hangisini oluşturacağını belirleyen en önemli etmenin alaşımın başlangıçtaki Fe/Si oranı olduğunu iddia etmiştir. Bu iddiaya göre katılaşma esnasında Fe/Si oranı yaklaşık 1'den fazla ise sıvı faz alanı α-AlFeSi faz alanına dokunur ve α-AlFeSi partikülleri oluşur. Fe/Si oranı yaklaşık 1'den az ise katılaşma esnasında sıvı faz alanı β-AlFeSi fazı alanına dokunur ve β-AlFeSi partikülleri oluşur. Turmezey'de bir çalışmasında yüksek silisyum içeriği (Fe/Si<1) ile alaşımlarda soğuma hızından bağımsız olarak sadece β-AlFeSi fazının bir ötektik parça gibi oluştuğunu söylemiştir (Stephen, 1994).

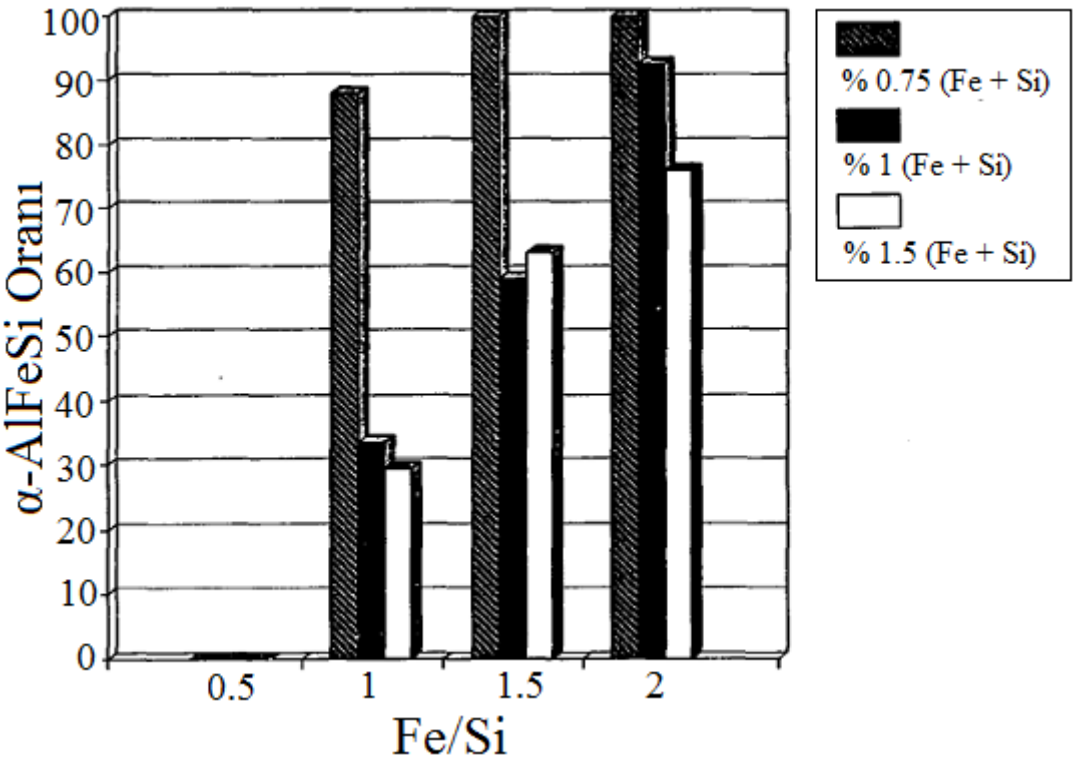
Şekil 4.1'de Langsrud (1990), tarafından ortaya atılan soğutma hızı ve alaşımın demir içeriğine göre oluşacak intermetaliklerin hangi türde olacağını gösteren diyagram verilmiştir. Şekil 4.2a'da Fe ve Si toplam oranına göre (Fe+Si=%1) ve 1 °C/s soğutma hızı için intermetalik fazda α-AlFeSi miktarındaki artışı gösterilmiştir. Şekil 4.2b'de ise Fe/Si oranları sabit kalmakla birlikte toplam miktarlara bağlı olarak α-AlFeSi fazının miktarının değişimi gösterilmiştir. Demirden daha yüksek miktarlarda silisyum içeren alaşımlarda (Fe/Si=0,5), katışkı düzeyi ve soğutma hızına bakılmaksızın, mikroyapılar tamamen tabaka benzeri β-AlFeSi den oluşmuştur. Bazı durumlarda, Fe/Si oranının 0,5 den 1'e değiştirilmesiyle, mikroyapıdaki intermetalik fazlar %100 β-AlFeSi den %100 α-AlFeSi fazına dönüşür (Stephen, 1994). Örneğin Tanihata (1999), AlFeSi intermetaliklerinin oluşumuyla ilgili deneysel araştırmalarını AA6063 numuneleri üzerinde yapmıştır. Çalışmasında alaşım içindeki Fe oranını %0,1- %0,5 arasında değiştirmiş diğer alaşım elementlerini ise sabit tutmuştur, (%0,4 Si, %0,5 Mg, %0,001 Mn). Endüstriyel koşullardaki AA6063 biyetlerin soğuma hızları 5 K/s civarındadır ve endüstriyel AA6063 alaşımlarında Fe oranı %0,3 kadardır. Bu değer yaklaşık Fe/Si=0,43 değerine tekabül etmektedir. Bu orandaki demir ile yapılan deneylerde Tanihata katılaşma yapısında sadece monoklinik β-AlFeSi intermetalikleri oluştuğunu gözlemlemiştir. Bu sonuçlarla endüstriyel uygulamalarda döküm AA6063 yapısında ana intermetalik fazın β-AlFeSi olacağı doğrulanmaktadır. Buna karşın Fe oranı %0,5 değerine çıkartıldığında (Fe/Si=1,2'ye karşılık gelmektedir) 0.01 K/s'den 50 K/s'ye kadar olan çok geniş bir soğutma hızı aralığında yapıda β-AlFeSi fazı yerine α_c fazı oluşmaktadır (Kuijpers, 2000).



Şekil 4.1 Soğuma hızı ve Fe içeriğine göre ingot içerisindeki AlFeSi intermetaliklerinin türleri (Tani, 1999)



(a)

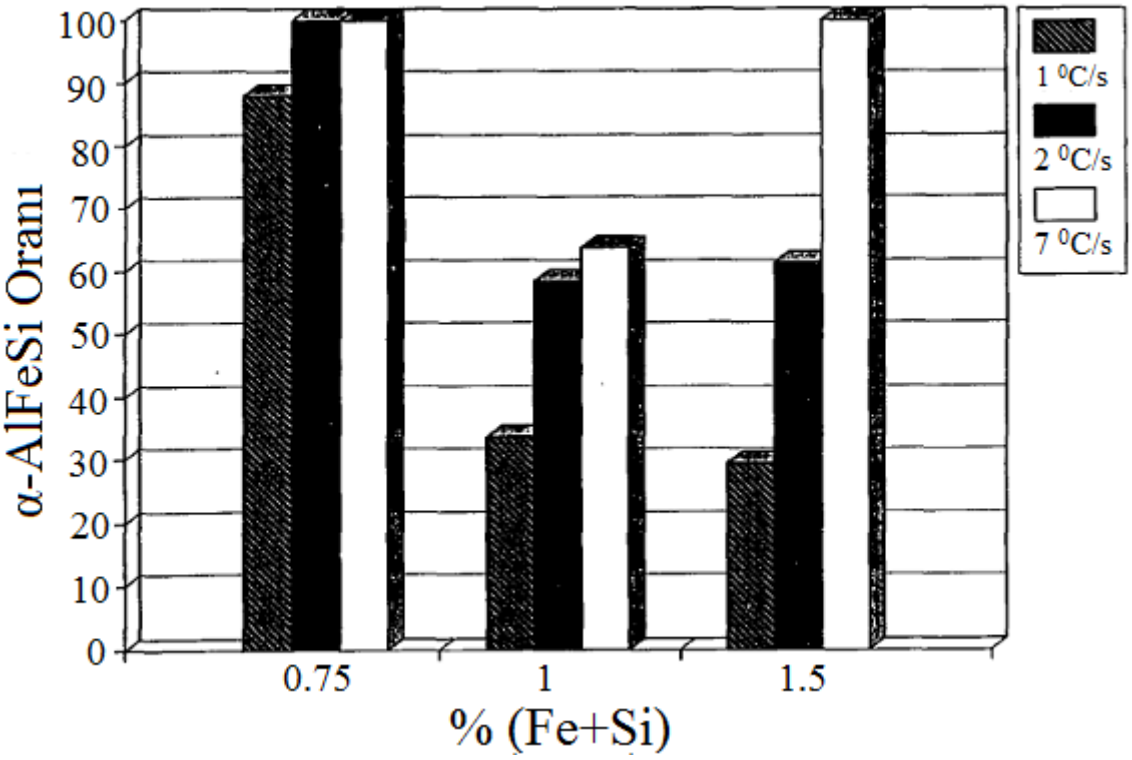


(b)

Şekil 4.2 (a) Fe/Si oranın α-AlFeSi oluşumuna etkisi (b) Sabit Fe/Si oranı için Fe+Si toplam miktarının α-AlFeSi oluşumuna etkisi (Stephen, 1994)

4.1.2 Katılaşma Hızının Etkisi

Belirli bir Fe/Si oranı için soğutma hızı arttıkça α- AlFeSi faz oluşumu için güçlü bir eğilim vardır. Şekil 4.3'de sabit %1 Fe/Si oranı ve farklı Fe ve Si miktarlarında üç soğutma hızı için sonuçları göstermektedir. Artan soğutma hızı ile daha fazla α-çin yazısı (chinese script) şekli oluşma eğiliminin %0,75 (Fe+Si) içeren alaşımlar için daha az etkili olduğu ve %1 ve 1,5 (Fe+Si) içeren alaşımlarda ise daha belirgin olduğu görülmektedir (Stephen, 1994).

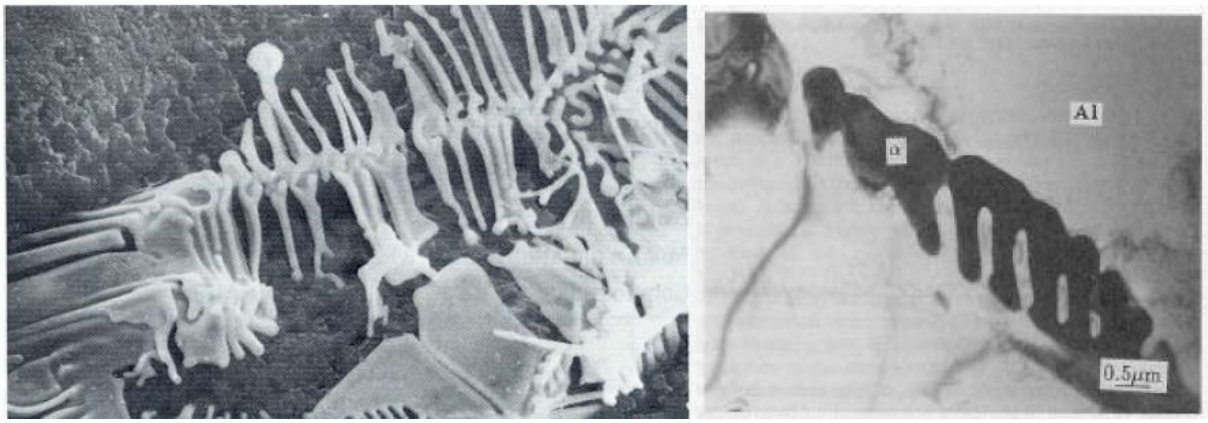


Şekil 4.3 Soğutma hızı etkisi Fe/Si=1 (Stephen, 1994)

Katılaşma hızının etkisi konusunda örneğin Langsrud, yarı kararlı faz olan α-AlFeSi ve β-AlFeSi intermetaliklerinden hangisinin oluşacağını katılaşma hızının belirlediğini ileri sürmüştür. Buna göre soğutma hızı yüksek olunca β-AlFeSi gibi silisyumca zengin fazların oluşması gerekir. Bu bulgu Şekil 4.1' de gösterilen Tanihata'nın (1999) bulgularıyla çatışır niteliktedir çünkü Tanihata'nın bulgularına göre yüksek soğutma hızlarında β-AlFeSi partiküllerine göre daha az Si içeren α-AlFeSi partikülleri oluşmuştur.

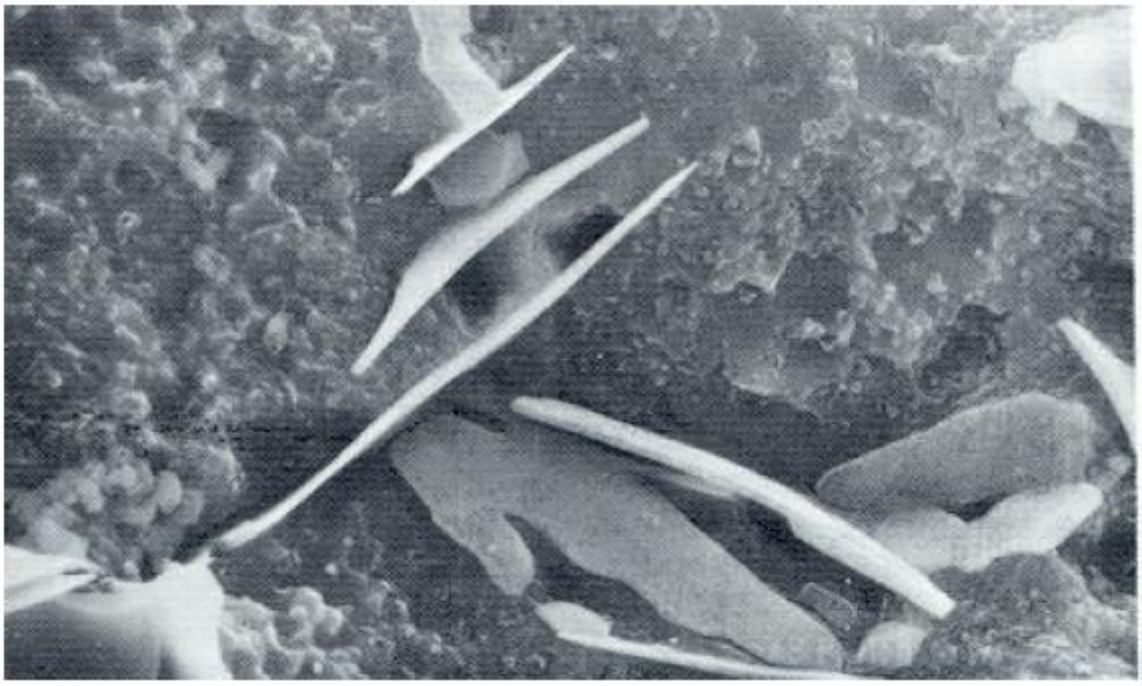
Demirden daha yüksek miktarda silisyum içeren alaşımlar (yani Fe/Si=0,5) soğutma hızına bakılmaksızın tamamen β-AlFeSi parçacıklarından oluşur. Bu nedenle, sadece silisyumdan daha yüksek miktarda demir içeren (Fe/Si≥1) alaşımlarda görülen α-chinese script oluşumu için eğilim artan soğutma hızı ile artar (Stephen, 1994).

α-AlFeSi ve β-AlFeSi partiküllerinin morfolojileri (aynı boyutlarda) birbiriyle kıyaslandığında çok büyük farklılıklar göstermektedir (Grig, 1989). TEM ve SEM gözlemlerine göre (%0,5 Fe gibi yüksek oranda Fe içeren ve 5 K/s gibi endüstriyel soğutma hızı ile katılaştırılmış AA6063'de) α-AlFeSi fazı, bazı yerlerde birlikte büyüyerek eğrisel tabakalar şeklini alan oldukça yuvarlak kristallerdir. Bu eğri tabakaları daha yüksek katılaşma hızlarında dendrit sınırlarını takip eder. Parlatılmış bir yüzeyde bu uzamsal fazlı morfoloji çin yazısı şeklinde görünür (Grig, 1989; Turm, 1987)(Şekil 4.4).



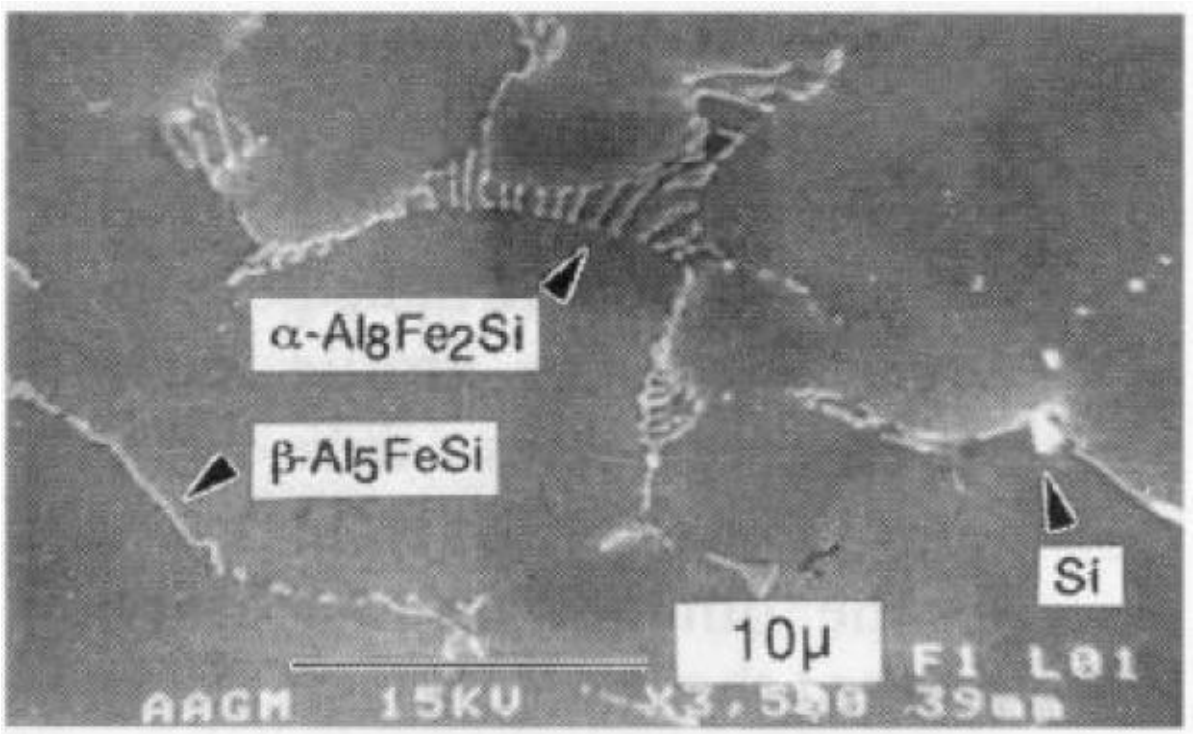
Şekil 4.4 (a) %99,95 saf %0,5 Fe ve %0,2 Si (2 K/s ve 11 K/s arasında soğutma oranı) olan α_c partikülünün derin dağlanması (Grig,1989) (b) Çin yazısını gösteren TEM resmi (Mula, 1996)

β-AlFeSi bir mikrograftaki iğneler şeklinde gözlenen hafifçe eğilmiş yüzeyler şeklinde kristalleşir (Grig, 1989)(Şekil 4.5).



Şekil 4.5 %0,1 Si ve %0,5 Fe içeren Al alaşımlarındaki β partikülünün derin dağlama sonrası görüntüsü (Grig, 1996)

Pek çok araştırmacı döküm yapısında hem α-AlFeSi hem de β-AlFeSi intermetalik fazlarına rastladıklarını ifade etmişlerdir (Birol, 1998). Bu yapılarda β-AlFeSi fazı dendritlerin sınırlarında görülürken, α-AlFeSi fazı çin yazısı morfolojisinde üçlü tane sınırlarında ortaya çıkar (Şekil 4.6). Üçlü tane sınırlarında Fe içeriğinin aşırı yükselmesi nedeniyle buralarda α-AlFeSi fazının oluştuğu sonucuna ulaşılabilir (Kuijpers, 2000).

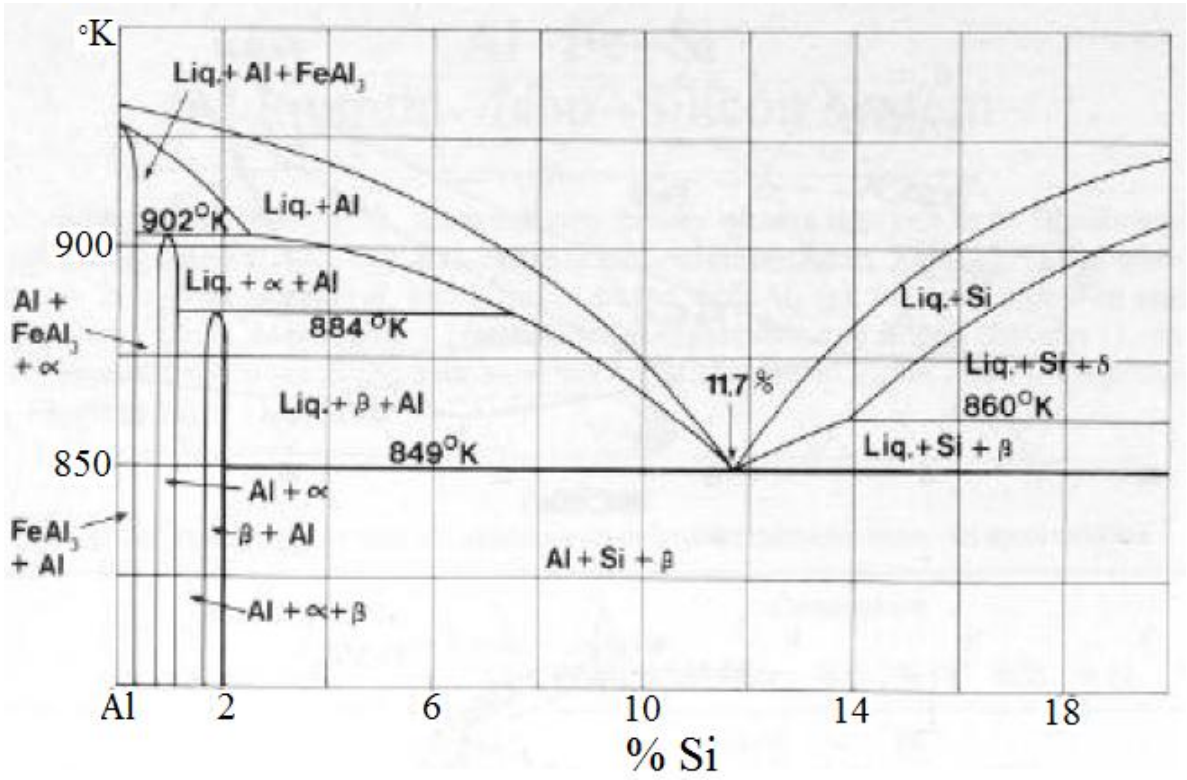


Şekil 4.6 α_c-AlFeSi' yi çin yazısı şeklinde ve β-AlFeSi' yi tabaka benzeri şekilde gösteren bir SEM görüntüsü (Birol, 1998). Alaşımlarda hem α-AlFeSi hem de β-AlFesi fazları ayrıca Si fazları da mevcuttur. Bu alaşımın konsantrasyonu %0,707 Fe, %0,770 Si, %0,038 Cu, %0,006 Mn' ye eşittir (Kuijpers, 2000).

4.2 Dökümde Katılaşma Esnasında α ve β Partiküllerinin Oluşma Mekanizması Modelleri

Langsrud (1990), α-AlFeSi ve β-AlFeSi fazlarının doğrudan sıvıdan katılaştığını ve soğutma hızı değiştikçe α-AlFeSi ve β-AlFeSi fazlarına karşılık gelen yarı kararlı faz alanlarının değiştiğini öne sürmüştür.

α-AlFeSi fazının oluşması için literatürde bahsedilen bir başka mekanizma ise β-AlFeSi partiküllerinden peritektik reaksiyonların sonucu olarak α-AlFeSi partiküllerinin oluşmasıdır. Langsrud ise yayınlarında katı reaksiyonlarla karşılaştırıldığında katılaşmanın çok daha hızlı olması ve ortaya çıkan mikro yapının peritektik halkalar gibi peritektik reaksiyonların hiçbir karakteristiğini yansıtmaması nedeniyle bu mekanizmanın olasılık dışı olduğunu yazmıştır. Peritektik halkalar Mulazimoğlu (1996), tarafından da gözlemlenememiştir. Fakat Mulazimoğlu β-AlFeSi fazına yapışık olarak dönüşümünü tamamlayamamış α-AlFeSi fazları gözlemlemiştir ki bu da peritektik reaksiyonların oluşumunu (kesin olarak olmasa bile) destekler niteliktedir (Mula, 1996).



Şekil 4.7 %0,7 Fe'de AlFeSi diyagramının bir bölümü (Mond, 1976)

Katılaşma esnasında oluşabilecek faz dönüşümlerini anlayabilmek için katı halde difüzyonunun olmadığını ve tek reaksiyonun sıvı ve büyüyen katı arasında olduğu kabulü yapılabilir. Şekil 4.7'de %0,7 Fe'de Al-Fe-Si üçlü faz diyagramından bir kesit verilmektedir. Dengede olmayan katılaşma koşulları altında sıvı, Si ve Fe bakımından zenginleşir ve bu nedenle dengesizlik halinin rotasını bulmak zorlaşır. Fakat şekilden döküm esnasında aşağıdaki reaksiyonların olduğu çıkartılabilir (Kuijpers, 2000).

$T \approx 933$ K sıvı → Al dendrit (4.1)

$T \approx 928$ K Al-sıvı + Al-dendrit → Al + Al_3Fe (4.2)

$T \approx 903$ K sıvı + Al_3Fe → Al + α (4.3)

$T \approx 885$ K sıvı + α → Al + β (4.4)

$T \approx 869$ K sıvı → Al + Si + β (4.5)

Verilen reaksiyon sıcaklıkları alüminyum matrisin lokal konsantrasyonuna bağlıdır ve farklı alaşım elementleri içeren başka alaşımlarda burada verilenden farklı olabilir. Bu nedenle burada verilen sıcaklıklar sadece semboliktir (Mond, 1976).

Eşitlik 4.1'deki reaksiyon sıvıdan primer alüminyum dendritlerinin katılaşmasıdır. Al dendritleri katılaştıkça geri kalan sıvı Fe ve Si bakımından zenginleşir ve belirli bir sıcaklıkta (4.2) reaksiyonu başlar. Sıvının daha fazla soğutulmasıyla Al_3Fe, katı alüminyum ile reaksiyona girerek α-AlFeSi fazını oluşturur (4.3). Daha düşük sıcaklıklarda α-AlFeSi fazı alüminyumla reaksiyona girer ve katılaşmış alüminyum ve β-AlFeSi intermetaliklerini oluşturururur (4.4). Geride kalan sıvı ise (4.5) reaksiyonuyla üçlü ötektik oluşturur (Kuijpers, 2000).

Mulazimoğlu (1996), %0,6 Mg - %0,6 Si - %0,3 Fe - %0,003 Mn bileşimindeki 6201 Al alaşımını incelemiştir. Bu alaşım 0,5 gibi düşük bir Fe/Si oranına sahiptir ve 10 K/s endüstriyel soğutma koşullarında katılaştırılmıştır. Bu nedenle Langsrud'un tahminlerine uygun olarak döküm esnasında β-AlFeSi fazı oluşmaktadır. Mulazimoğlu bu oluşumu dendritler arasında neredeyse sadece β-AlFeSi partiküllerinin oluştuğunu ve bunun bir süper aşırı soğutma sonucu olduğu fikrini ileri sürmüştür. Mulazimoğlu öngördüğü aşırı soğuma sıcaklıklarında Al_3Fe gibi bir denge fazının çekirdeklenmesinin zor olduğunu bu nedenle Eşitlik 4.2 ve Eşitlik 4.3 adımlarının neredeyse hiç olmadığını ve bütün α-AlFeSi fazlarının sıvıdan direkt olarak aşağıdaki eşitlik uyarınca oluştuğunu savunmuştur.

$$\text{Sıvı} \rightarrow \text{Al-dendrit} + \alpha \qquad (4.6)$$

Fakat, bu iddiaya göre α-AlFeSi partiküllerinin çok küçük olması gerekmektedir. Mulazimoğlu peritektik sıcaklığa ulaşılmadan önce α-AlFeSi fazını çok kısa bir sıcaklık aralığında (618 - 615 °C) çok kısa bir zaman içinde büyüyebileceğini bildirmiştir. Küçük α-AlFeSi tabakalarının β-AlFeSi fazına parçalanmasından sonra β-AlFeSi fazlarının eşzamanlı çekirdeklenmesi başlar. Tanihata (1999), dökümde katı hal reaksiyonlarının da dikkate alınması gerektiğine değinmiştir. Yaptığı çalışmalarda 50 K/s gibi çok yüksek soğutma hızlarında sadece kubik α-AlFeSi intermetaliklerinin bulunduğunu yayınlamıştır. Yüksek soğutma hızı olan 50 K/s, yüksek sıcaklıklardaki katı hal denge durumudur. Daha düşük soğutma hızlarında ise yarı kararlı β-AlFeSi fazı bulunmuştur. Bu da daha düşük sıcaklıklardaki denge fazıdır. Bu olay Mulazimoğlu'nun teorisi tarafından tahmin edilmemiştir. Mulazimoğlu'nun teorisine göre β-AlFeSi intermetalikleri daha yüksek soğuma hızlarında oluşur. Bu nedenle Tanihata daha düşük soğutma hızlarında peritektoit yani (katı-katı) reaksiyonla α-AlFeSi intermetaliklerinin β-AlFeSi partiküllerine dönüştüğünü ileri sürmüştür (Kuijpers, 2000).

$$\text{Al} + \alpha \rightarrow \beta \qquad (4.7)$$

Fakat, belli bir soğutma hızı aşıldığında α-AlFeSi fazı β-AlFeSi fazına dönüşemez ve α-AlFeSi fazı öylece kalır (Kuijpers, 2000).

5. HOMOJENİZASYONDA β-AlFeSi FAZININ α- AlFeSi FAZINA DÖNÜŞÜMÜ

5.1 Giriş

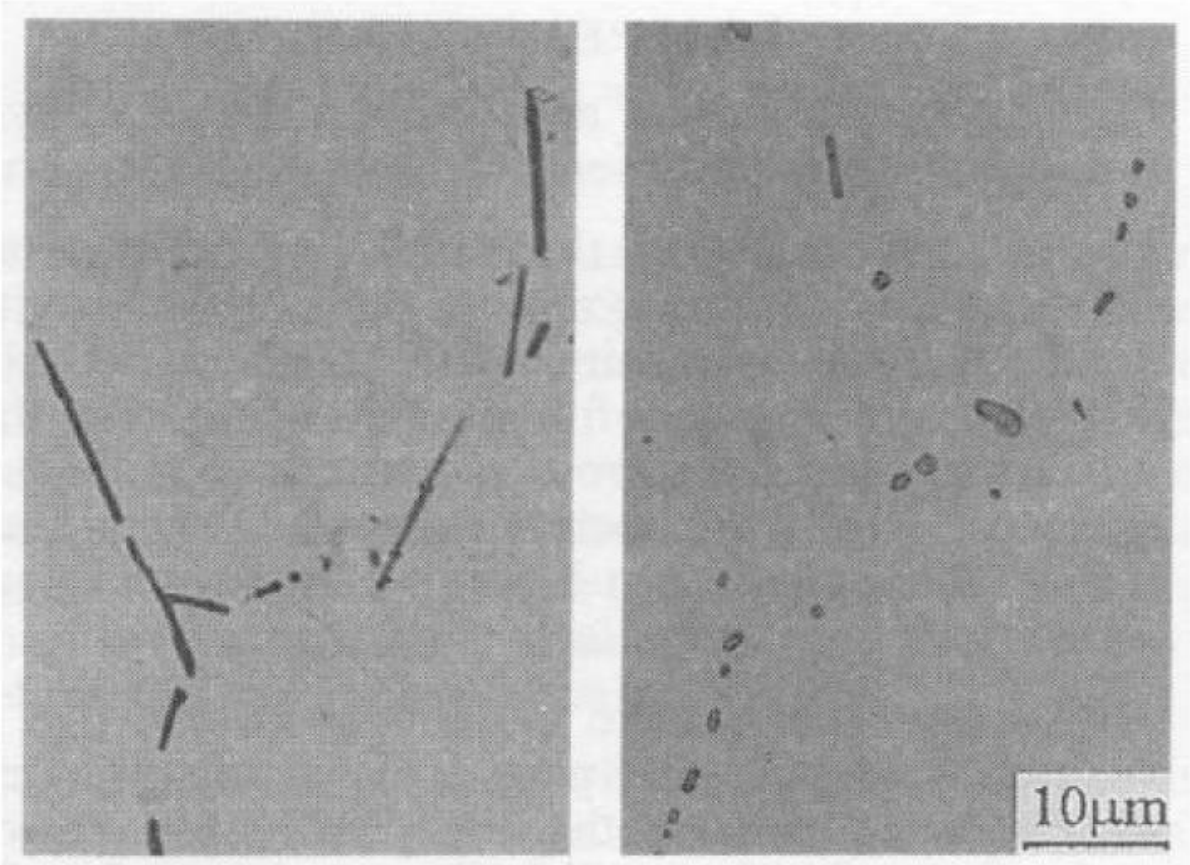
AlFeSi intermetaliklerinin türü 6xxx serisi Al alaşımlarının mekanik özelliklerini önemli bir şekilde etkiler. Normal döküm yapılarında yukarıda da bahsedildiği gibi çoğunlukla monoklinik kafes yapısındaki β-AlFeSi intermetalikleriyle karşılaşılmaktadır. Bu nedenle alaşıma daha iyi deformasyon ve ekstrüzyon özellikleri kazandırmak için, tabakalı β-AlFeSi türü intermetaliklerin daha yuvarlak şekilli α-AlFeSi intermetaliklerine dönüştüğü sıcaklıklarda alaşım homojenize edilir. Homojenizasyon işleminin sıcaklığı ve süresi bu dönüşümü etkileyen iki önemli parametredir. Homojenizasyon esnasında β-AlFeSi fazı silisyumca daha fakir ve daha yuvarlak α-AlFeSi fazına dönüşür. Homojenize edilen numunede, kırılmış intermetalikler α-AlFeSi fazından oluşur. Süreksiz formundan ve daha küçük boyutundan dolayı α-AlFeSi fazı alaşımın plastik deformasyonu için daha uygundur. α-AlFeSi fazı sünekliği artırır çünkü yapısı düzlemsel β-AlFeSi fazından daha az mikro çatlağa neden olur (Lang, 1986; Clod, 1986). Dahası, α-AlFeSi fazı ekstrüzyon yüzeyinde ‘ pickup’ hatalarında bir azalmaya sebep olur (Kuijpers vd., 2003).

α-AlFeSi fazı 613 ve 580 °C aralığında katılaşırken β-AlFeSi’ nin katılaşması yaklaşık olarak 565 ve 580 °C arasında daha düşük sıcaklıklarda olur. Sonuç olarak homojenize edilmiş biletin kullanılması durumunda ekstrüzyon işlemi esnasındaki lokal ergime riski azalır (Keleşoğlu, 2010).

Keleşoğlu ve arkadaşları yaptıkları çalışmada ham döküm numunelerin çok daha düşük çekme dayanımı ve daha da önemlisi çok düşük kopma uzaması gösterdiğini belirtmişlerdir. Düşük kopma uzaması alaşım için düşük ekstrude edilebilirlik anlamına gelir. Diğer taraftan çekme kuvveti ve uzama homojenizasyon zamanı ve sıcaklığıyla artar. β-AlFeSi→α-AlFeSi dönüşümü homojenizasyon işlemiyle birlikte arttığından alaşımın deformasyon yeteneği de artar. Homejenizayon sıcaklığı ve zamanıyla çekme dayancının artmasının nedeni biraz da dendritlerdeki mikrosegregasyonun azalmasındandır. Fakat asıl sebep çentik hassaslığındaki azalış ve tokluktaki iyileşmedir. Daha küçük ve daha küresel α-AlFeSi intermetalikleri tane sınırlarının bağ kuvvetini artırır. Bu nedenle numunenin deformasyon davranışında tane sınırları yerine Al dendritlerin çekme dayancı baskın hale gelir (Keleşoğlu, 2010).

Saf Al-Fe-Si sistemleri için en son dönüşüm ürününün hexogonal α' fazı olduğu bilinmektedir, fakat daha evvel belirtildiği gibi Mn gibi diğer elementlerin küçük miktarda eklenmesi bile kübik α_c fazını kararlı hale dönüştürebilmektedir. Hacim yüzdesi daha yüksek α-AlFeSi partiküllerine sahip alüminyumun sadece β-AlFeSi fazlarına sahip alüminyuma göre daha iyi sıcak işlenebilirliği ve ekstrüzyon esnasında daha az yüzey kusurlarına sahip olduğu tespit edilmiştir (Kuijpers, 2000).

AA6063 serisi alaşımlarda AlFeSi intermetaliklerinin β-AlFeSi'den α-AlFeSi'ye dönüşümü esnasında faz morfolojisinde oluşan değişme Şekil 5.1'deki iki mikroyapı resminde açıkça görülmektedir: Bu resimde tabaka benzeri β-AlFeSi partikülü 565 °C de 6 saat boyunca devam eden bir homojenizasyon sonrası yuvarlak ve daha küçük α-AlFeSi partikülü zincirine dönüşmektedir (Kuijpers, 2000).



a b

Şekil 5.1 (a) 6063 serisi alüminyumlarda β-AlFeS'den α-AlFeSi'ye transformasyon. Tane boyutu (~156 μm a) ham döküm (b) 6 saat boyunca 565 °C de homojenize adilmiş hali (optik %0,5 HF de dağlanmış) (Zajac, 1996).

5.2 Katı Halde β-AlFeSi → α AlFeSi Faz Dönüşümünü Deneysel İnceleyen Çalışmalar

Katı haldeki yapıda AlFeSi intermetaliklerinin β-AlFesi fazından α-AlFeSi fazına dönüşümünün mekanizması ve kinetiği hakkında çok az bilgi vardır. Araştırmacılar tarafından gerçekleştirilen çalışmalar şu şekildedir;

Birol (1998), Al-%0,8 Fe-%0,6 Si-%0,009 Mn alaşımında 8 saatlik ortalama homojenizasyon süresinde α_c ve α' fazlarının oluştugunu, 72 saat gibi daha uzun bir homojenizasyon sonrasında ise yapıda sadece kararlı α' bulunduğunu gözlemlemiştir. Hesaplamalar toz halindeki fazlardan alınan difraksiyon paternleri ile kıyaslanarak yapılmıştır. Sonuçlar Çizelge 5.1 de gösterilmektedir. Az bulunan fazlar parantez içine alınmıştır.

Çizelge 5.1 Değişik homojenizasyon koşullarında bulunan intermetalikler (Birol, 1998)

Isıl İşlem	Gözlenen Partiküller
540 - 8 saat	β, α_c (α')
560 - 8 saat	α_c, β, α'
580 - 8 saat	α_c, β, α'
600 - 8 saat	α_c, α'
600 - 72 saat	α'

Birol (1998), ısıl işlemden önce soğuk haddeleme işlemine tabi tutulan parçalarda dönüşüm oranının belli bir miktar arttığını da gözlemlemiştir. Deforme olmuş mikroyapıda hataların çoğalması, malzemenin enerjisinin artması ve bunun sonucunda difüzyon hızının artırması ile denge halinin daha kısa sürede sağlanması tahmin edilebilecek bir sonuçtur. Ayrıca soğuk deforme edilen mikroyapıda intermetaliklerin deformasyonla kırılmış olması ve daha geniş yüzey alanı nedeniyle dönüşüm hızının artması beklenmelidir.

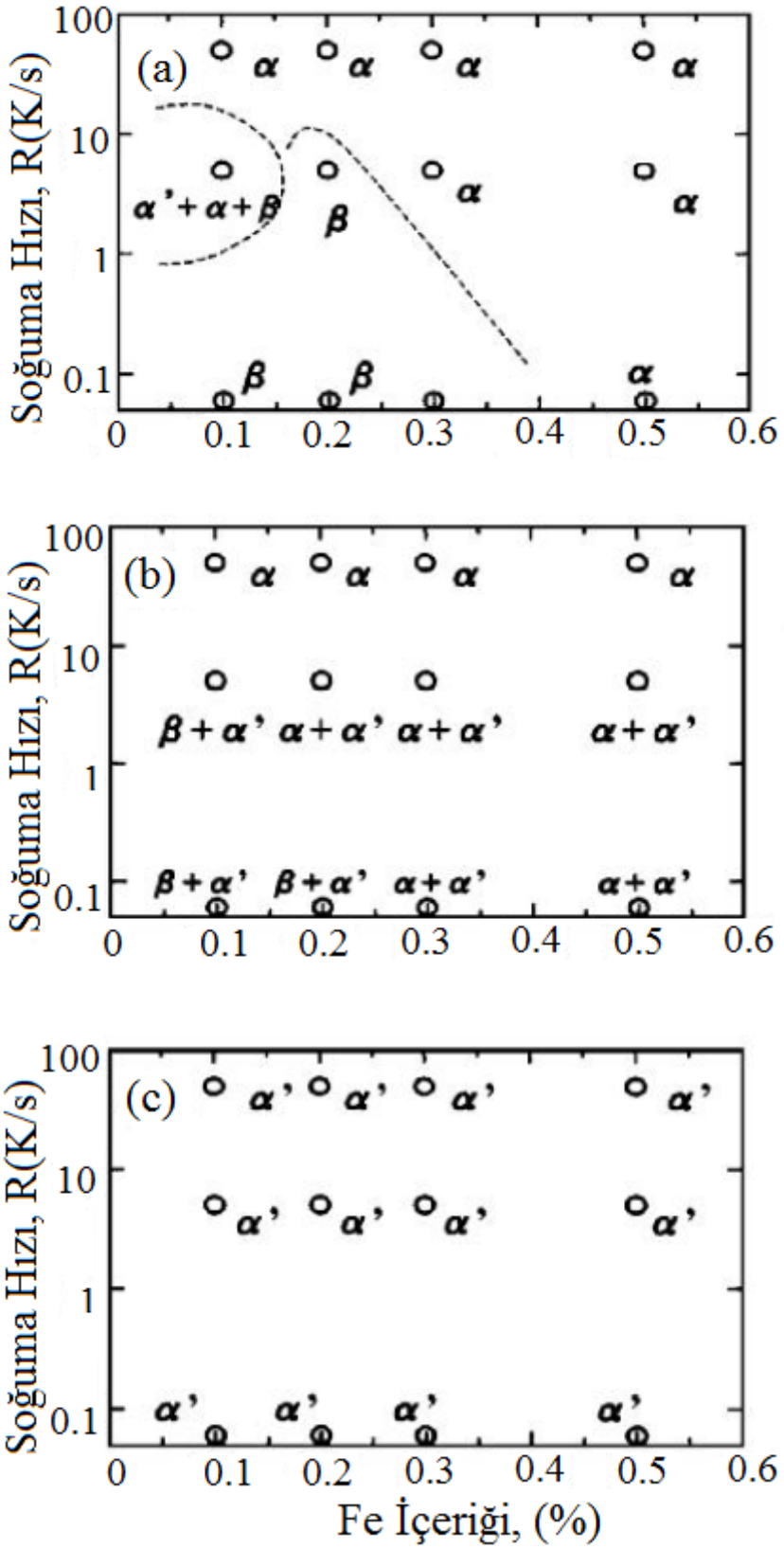
Onurlu (1994), AA6063 alaşımlarda (%0,24 Fe - %0,28 Si - %0,014 Mn - %0,54 Mg) β-AlFeSi'den α-AlFeSi'ye dönüşümü zaman ve sıcaklık bakımından ölçmüştür. Çizelge 5.2'de sonuçlar gösterilmektedir. Fazlar XRD yardımıyla ölçülmüştür ve ilgili TEM hesaplamaları ve elektron difraksiyon çalışmaları her bir parçadan 20 partikül üzerinde denenmiştir. Gözlenebilen tek α partikülü, muhtemelen α_c fazının mangan tarafından stabilizasyonu nedeniyle oluşan kübik hacim merkezli α_c dir. Ham döküm yapısında Mg_2Si çökeltilerine rastlanamamış ancak çok az sayıda Si çökeltisi bulunmuştur (Onur, 1994).

Onurlu, ham döküm yapısında SEM ve enerji dağılımlı X ışını (EDAX) analizleri ile yapıda az da olsa AlFeSiMg intermetaliklerine rastlamıştır. Fakat 1 saatlik bir homojenizasyondan

sonra intermetaliklerdeki Mg'un çözündüğünü gözlemlemiştir. XRD ile yaptığı ölçümlerde ise ham döküm yapısında AlFeSiMg fazlarına rastlanmadığı için Onurlu bu fazların sadece çok küçük miktarlarda bulunduğuna kanaat getirmiştir (Kuijpers, 2000).

Çizelge 5.2 Homojenize edilmiş 6063 alaşımlarındaki intermetalikler (Onur, 1994)

Homojenizasyon zamanı (saat)	Sıcaklık, (^{0}C)				
	550	560	570	580	590
1	$\beta + \alpha_c$	$\beta + \alpha_c$	$\beta + \alpha_c$	α_c	α_c
2	$\beta + \alpha_c$	$\beta + \alpha_c$	$\beta + \alpha_c$	α_c	α_c
4	$\beta + \alpha_c$	$\beta + \alpha_c$	α_c	α_c	α_c
8	$\beta + \alpha_c$	$\beta + \alpha_c$	α_c	α_c	α_c

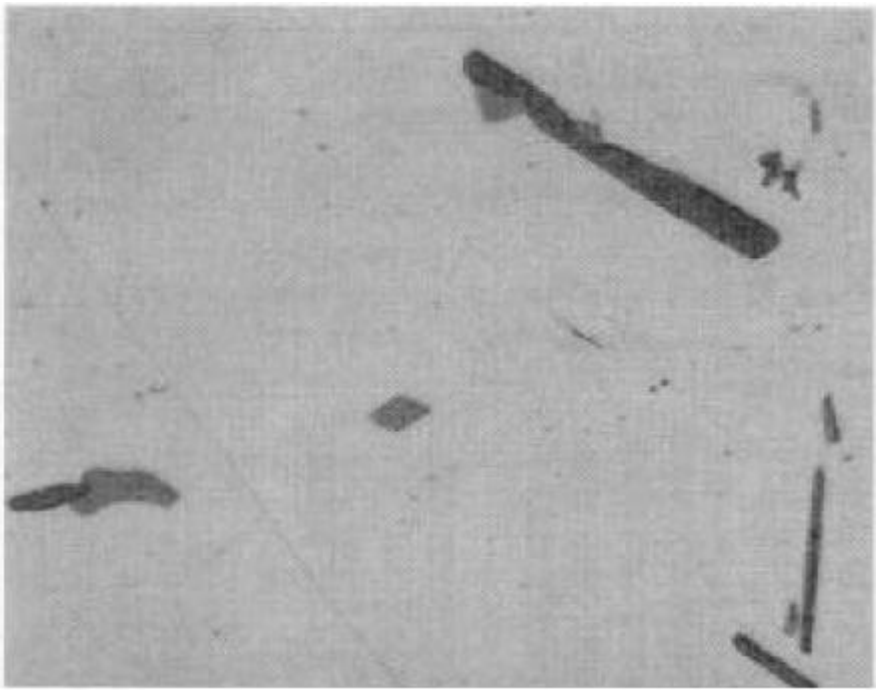


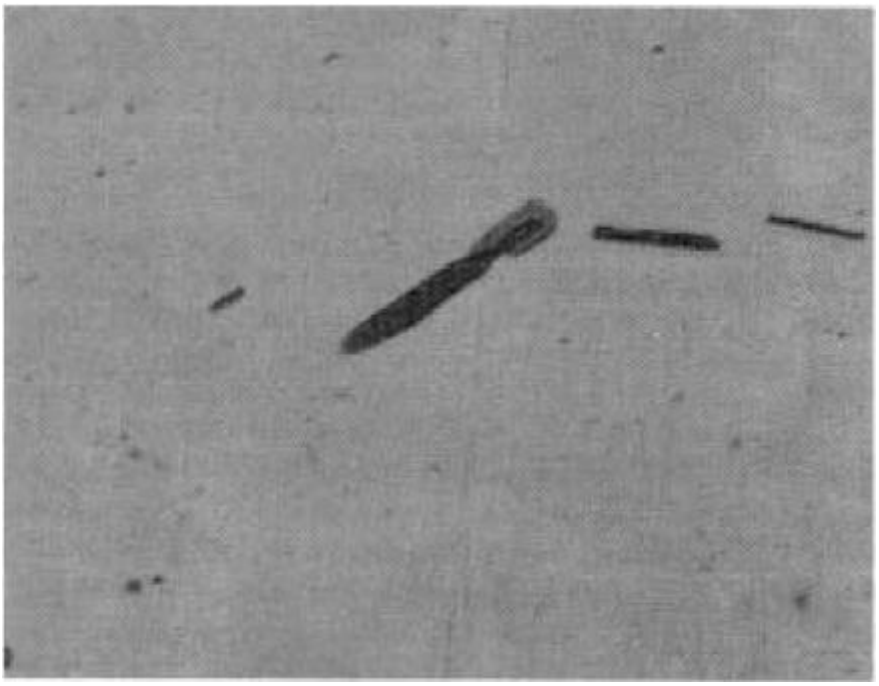
Şekil 5.2 Homojenizasyon esnasında ingotlardaki AlFeSi intermetalik bileşikleri. Resimdeki α kübik α_c olarak tanımlanmıştır. (a) Ham döküm, bu grafik Şekil 3.1'de gösterilmişti (b) 15 saat boyunca 858 K' de homojenize edilmiş (c) 667 saat boyunca homojenize edilmiş (Tani, 1999)

Tanihata (1999), demir oranı %0,1 den 0,5 arasında değişen ve %0,4 Si - %0,5 Mg - %0,001 Mn bileşimindeki AA6063 alaşımlarındaki demirce zengin fazların katı hal dönüşümlerini soğutma hızı açısından değerlendirmiştir. 667 saat gibi uzun bir homojenizasyon süresinin ardından Şekil 5.2c'de görülebileceği gibi $\alpha^{/}$ nın bütün örnekler için ana faz olduğunu bulmuştur. Birol gibi Tanihatada 15 saat gibi orta süreli homojenizasyon zamanlarında 5 K/s soğutma hızı ve %0,2 Fe ile β-AlFeSi fazlarının hem α_c hem de $\alpha^{/}$ haline dönüştüğünü bulmuştur (Şekil 5.2a ve 5.2b). Şekilden ayrıca ham döküm yapılarındaki α_c intermetaliklerinin (örneğin %0,5 gibi yüksek bir Fe oranında) uzun homojenizasyon zamanlarından sonra daha kararlı hekzagonal $\alpha^{/}$ partiküllerine dönüştüğü görülebilir (Kuijpers, 2000).

5.3 Katı Halde AlFeSi İntermetaliklerinde β→ α Dönüşümün Mekanizması ve Kinetiği

Şekil 5.3'te %0,77 Si - %0,19 Fe - %0,53 Mg - %0,041 Mn bileşimindeki AA6005 alaşımında Zajec tarafından gözlemlenen β-AlFeSi tabakasında büyüyen yeni α-AlFeSi partikülleri gösterilmektedir. Muhtemelen α-AlFeSi partikülleri β-AlFeSi fazlarının uçlarında çekirdeklenmektedir. Zajec, kübik ve/veya hekzagonal α-AlFeSi partiküllerinin uniform dağılımının kademeli olarak β-AlFeSi dizilerinin yerine geçtiğini öne sürmüştür. Buna göre α-AlFeSi grupları zamanla kalınlaşarak kalan β-AlFeSi fazlarının yerine geçmektedir (Kuijpers, 2000).





Şekil 5.3 2 saat boyunca 565 °C de homojenizasyondan sonra β-AlFeSi partiküllerinin (siyah) α-AlFeSi partiküllerine (açık gri) kısmi dönüşümü. Yeni α-AlFeSi partikülleri β-AlFeSi partikülleri üzerinde çekirdeklenmiş ve büyümüştür (Kuijpers, 2000).

Hem Zajec hem Birol (1998), 10 saatten fazla süren homojenizasyon işlemlerinde yapıda dağılmış α-AlFeSi partiküllerinin daha kaba olduğunu bulmuşlardır. α-AlFeSi partiküllerinin kalınlığı süneklik üzerinde olumsuz etkisi olabilen kabalaşma mekanizması sebebiyle artar. Dislokasyonların sadece belli bir ölçüden daha küçük boyutlardaki partiküller etrafında dönmesi nedeniyle bu mekanizma süneklik üzerinde olumsuz bir etkiye sahiptir (Kuijpers, 2000).

Zajec, 6 saat, 10 saat ve 20 saat homojenize edilen (%0,082 Mn içeren) AA6063 alaşımlarında mm^2 başına sırasıyla 2600, 1900 ve 1500 α-AlFeSi partikülü bulunduğunu tespit etmiştir. Partiküllerin sayısında bu azalma tane kabalaşması nedeniyle oluşmaktadır. Daha az ve daha büyük partiküller oluşmuştur (Kuijpers, 2000).

Zajec ayrıca partiküllerin şekil faktörlerine de bakmıştır. Ortalama şekil faktörünün zamana göre değiştiğini bulmuştur bu da tabaka biçimli fazlardan daha yuvarlak α-AlFeSi partiküllerine olan morfoloji değişiminin bir sonucudur. Zajec, şekil faktörünü şöyle tanımlamıştır (Kuijpers, 2000):

$$\pi d^2_{max} / 4A \qquad (5.1)$$

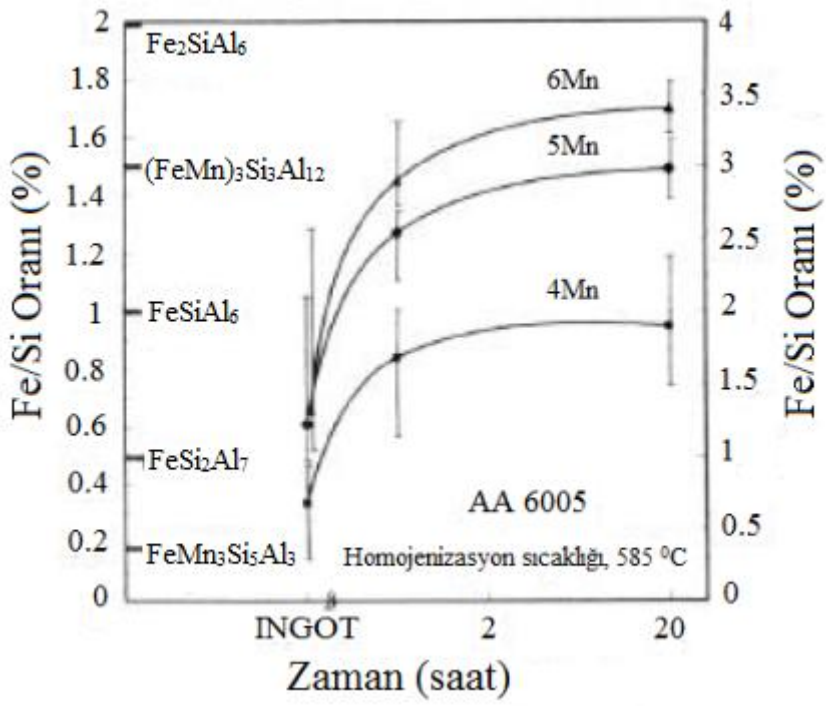
Formülde d_{max} partikülün maksimum çapıdır ve A partikülün yüzey alanıdır. Küresel bir partikül 1 şekil faktörüne sahipken tabaka biçimli partikül daha yüksek bir şekil faktörüne

sahiptir. Tabaka biçimli partiküllerden, yuvarlak partiküllere bir morfoloji değişimi olduğu için Zajec ortalama şekil faktörünün homojenizasyon zamanı arttıkça azaldığını bulmuştur. Örneğin, AA6063 alaşımları için şekil faktörünün bir saatte 4,2'den iki saatte 3,5'e düştüğünü belirlemiştir (Kuijpers, 2000).

Muhtemelen β-AlFeSi'den α-AlFeSi'ye dönüşüm esnasında silisyum Al-matris içinde çözünür ve istenilen α-AlFeSi partikülünü oluşturur (Birol, 1998).

$$2\beta\text{-}Al_5FeSi \rightarrow \alpha\text{-}Al_8Fe_2Si + [Si]_{Al} + 2Al \qquad (5.2)$$

Bu denkleme göre $[Si]_{Al}$ Al matris içinde çözünen Si konsantrasyonunu belirtmektedir. Birol (1998), homojenizasyondan sonra matrisi analiz etmiş ve matrisin gerçekten ham döküm haline oranla çok daha yüksek miktarda Si içerdiğini tespit etmiş ve bu durumun Si veya Mg_2Si çökeltilerinin çözünmesiyle açıklanamayacağını bunun demirce zengin fazlardan geldiğini ileri sürmüştür (Reaksiyon 5.2).



Şekil 5.4 Değişik 6005 Al alaşımlarını homojenizasyon sürelerine göre intermetalik fazdaki Fe/Si oranın değişimi. Bu bileşim %0,2 Fe – %0,8 Si – %0,5 Mg dir ve Mn konsantrasyonu < 0,010, 0,041 ve 0,082 dir ve şekilde sırasıyla 4, 5 Mn ve 6 Mn olarak etiketlenmişlerdir (Donn, 1994).

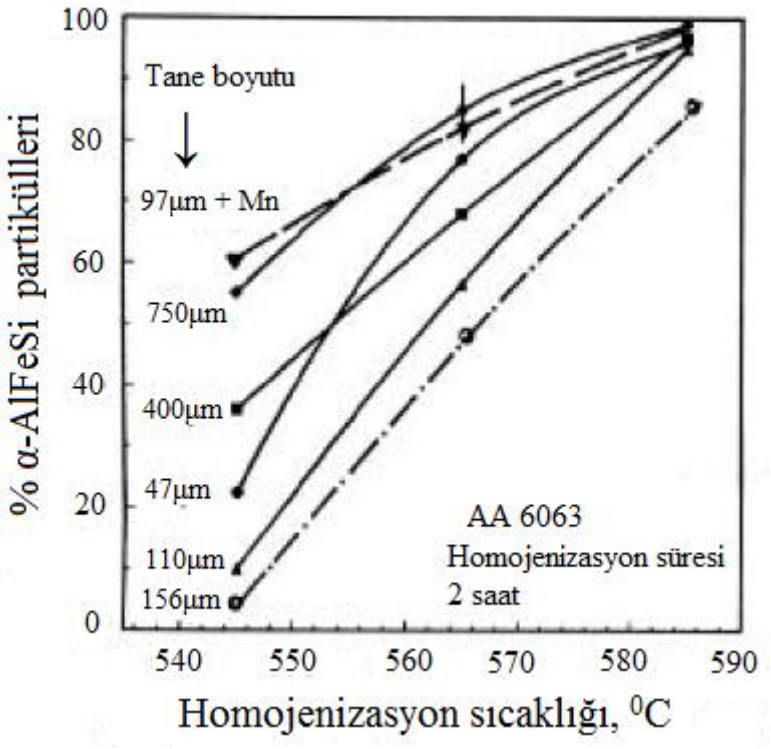
Silisyum intermetaliğin dışında çözündüğü için, intermetaliklerdeki Fe/Si oranı zamana göre değişir. Zajec'de bu sonuca ulaşmıştır. Şekil 5.4 değişik AA6005 alaşımları için Fe/Si oranı değişimini göstermektedir. Fe/Si oranının homojenizasyon zamanıyla arttığı görülebilir ayrıca yüksek Mn alaşım konsantrasyonunun oluşan fazın tipini etkilediği dikkat çekmektedir.

Birol, EDS yardımıyla AA6063 alaşımlarının yapısındaki intermetlik fazların Fe/Si oranını ölçmüştür ve β-AlFeSi fazının yaklaşık 1 Fe/Si oranına sahip olduğu sonucuna varmıştır. α-AlFeSi fazı içinde ise bu oranın 1,42 den 1,92 ye kadar değiştiğinin belirlemiştir. 600 °C'de 72 saat gibi uzun bir homojenizasyon sürecinden sonra α-AlFeSi partiküllerinin Fe/Si oranı 1.92 den bile daha yüksektir.

5.4 Matrisin Tane Boyutunun İntermetalik Dönüşümüne Etkisi

Zajac, tane inceltici TiB_2 ekleyerek alaşımlardaki alüminyum matrisin tane boyutunu değiştirmiş ve bunun homojenizasyonda intermetalik fazların dönüşümüne etkisini araştırmıştır. Bu çalışmada döküm yapısında kaba taneli mikroyapılarda tane sınırlarına ilaveten tane içlerinde de küçük ve daha yuvarlak α-AlFeSi fazlarının varlıklarına rastlanmıştır. Kaba taneli yapılarda oluşan dendritler büyük β-AlFeSi partiküllerinin çökelme eğilimini azaltıcı yönde etki yapmaktadır. Bu nedenle döküm yapısında taneler kabalaştıkça yapı içerisindeki α-AlFeSi ortanı artmıştır (Kuijpers, 2000).

Şekil 5.5'te 2 saatlik homojenzasyon sonrası homojenizasyon sıcaklığına bağlı olarak α-AlFeSi fazının sayısı gösterilmektedir. Daha büyük taneli yapının daha fazla sayıda α-AlFeSi intermetaliği içerdiği görülmekteyse de bu ham döküm yapıda zaten daha fazla sayıda α-AlFeSi intermetaliği olmasından kaynaklanmaktadır. Eğer matrisin tane boyutu yeterince küçükse (örneğin 47 μm) dönüşüm hızının küçük tanelerle bağlantılı olarak daha yüksek olması nedeniyle α-AlFeSi patiküllerinin sayısı büyük tane boyutlu (110 μm ve 156 μm) alaşımlara kıyasla daha yüksek olacaktır. Muhtemelen tane boyutu yeterince küçük olduğunda Si küçük β-AlFeSi partiküllerinin dışına daha hızlı yayılır ve böylece α-AlFeSi'ye daha hızlı dönüşür. Zajec'ın bu değerlendirmeleri tane küçültücünün (TiB_2) difüzyon ve dönüşüm kinetikleri üzerine etkisini ihmal etmiştir ve tane küçültücülerin sadece döküm yapısının tane boyutunu etkilediğini varsaymıştır (Kuijpers, 2000).



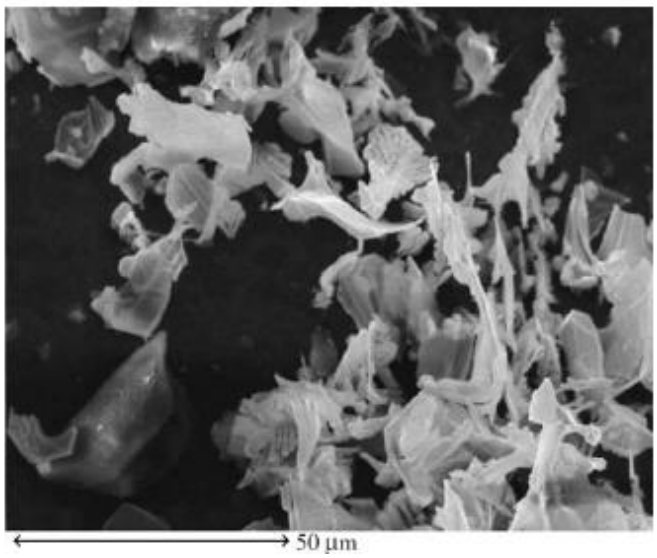
Şekil 5.5 Homojenizasyon sıcaklığına bağlı olaraktan α-AlFeSi partiküllerinin oranı (Kuijpers, 2000).

6. SELEKTİF ÇÖZÜNDÜRME YÖNTEMLERİ ile AlFeSi İNTERMETALİKLERİNİN AYRILMASI

Çalışmanın bu bölümünde alüminyum alaşımlarında ortaya çıkan intermetalik fazların incelenebilmesi için matristen ayrılması yönünde kullanılan tekniklerden bazıları tanıtılacaktır.

6.1 Fenol Tekniği

Fenolik çözünme metodu Sata ve Izumi tarafından bulunmuş, Gupta ve arkadaşları tarafında düzenlenmiştir (Kang vb., 2006). İntermetalik fazlar alaşımdan kaynayan fenol tekniği kullanılarak çıkartılabilir. Fenol alüminyumu $3C_6H_5OH + 2Al \rightarrow 2Al(C_6H_5O)_3 + 3H_2$ reaksiyonuna bağlı olarak matriste bulunan diğer fazlara zarar vermeden çözmektedir. Çözünüm tamamlandıktan sonra reaksiyon olan yerdeki şişeye benzil alkol ve toluene karışımı eklenir ve bunun içeriği çok iyi bir şekilde karıştırılır ve süzülür. Bu karıştırma, temizleme döngüleri birkaç kez tekrar edilir ve en sonunda bu partiküller susuz etanol ile temizlenir, çalkalanır ve 120 °C kurutulur (Khatwa, Malakhov, 2005). Bu işlemlerin en son bölümü ise grimsi küçük partiküllerden oluşan bir tozdur (Şekil 6.1).



Şekil 6.1 Döküm yapıdan çıkartılmış imtermetalik partiküller (Khatwa, Malakhov, 2005).

6.2 Butanol Tekniği

Butanol yöntemi bizimde çalışmamızda kullanmış olduğunuz Sintef tarafından geliştirilen Simenser ve arkadaşları tarafından önerilen diğer bir çözündürme yöntemidir. Bu teknikte argon atmosferi altında damıtılan 1-butanol içerisinde alüminyum numunenin çözündürülmesi ve ardından süzülme işlemi ile içerisindeki intermetaliklerin ayrılması sağlanır. Çalışmanın deneysel kısmında bu yöntem daha ayrıntılı bir şekilde ele alınmıştır (Goulart vd., 2009; Kuijpers vd., 2003).

7. DENEYSEL ÇALIŞMA

Bu projedeki çalışmalar Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğünün (BAPK) yüksek lisans tezlerinin gerçekleştirilmesi için vermiş olduğu ekonomik destekle gerçekleştirilmiştir. Deney sırasında ihtiyaç duyulan bütün ekipmanlar BAPK tarafından karşılanmıştır.

Alüminyum ve alaşımları döküm yoluyla üretilmekte ve daha sonra şekillendirme işlemlerine geçilmektedir. Bu çalışma ekstrüzyon sanayinde en çok kullanılan alüminyum, magnezyum ve silisyum alaşımı olan AA6063 alaşımlarının yapısında bulunan ve çözünmeyen intermetalik fazların butanol tekniği kullanılarak çözündürülmesi ve bu intermetalik fazların türlerinin XRD gibi kesin bir yolla tespit edilmesi, homojenleştirme işleminin etkinliğinin bu yolla ölçülmesi, değerlendirilmesi ve intermetalik fazların yaşadığı dönüşüm miktarının sayısal olarak ölçülmesinin, ifade edilmesi amaçlanmıştır.

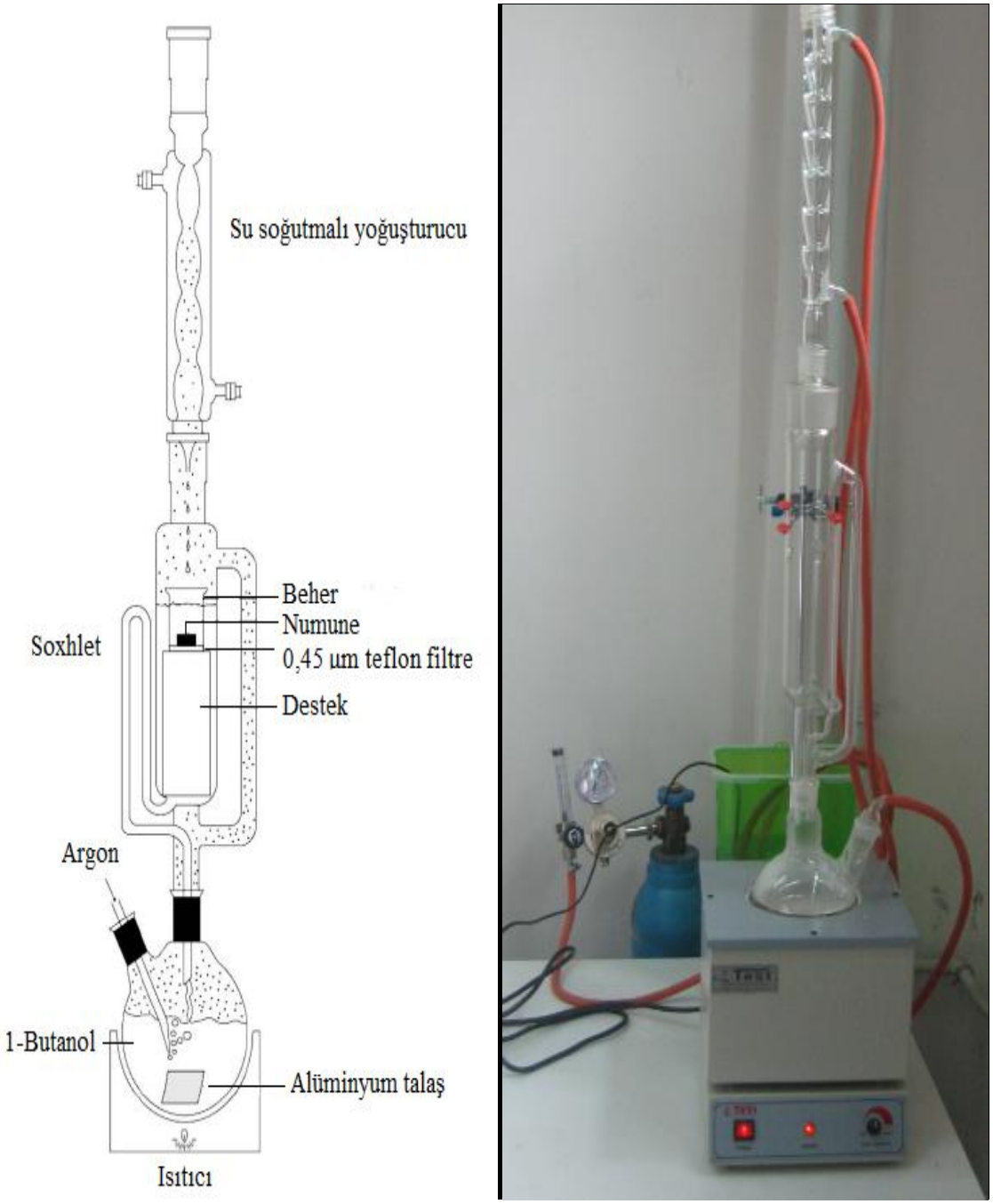
AA6063 döküm yapısı, β-AlFeSi alüminyum fazının yanında Mg_2Si ve arıtılamayan elementlerden demirin oluşturmuş olduğu muhtelif AlFeSi fazlarından oluşmaktadır. Özellikle β-AlFeSi fazı katılaşmanın son olarak gerçekleştiği dendirit kolları arasında iğnesel ve yapraksı bir formda katılaşmasını tamamlamaktadır (Keleşoğlu, 2009).

Literatürde yapı içerisinde bulunan intermetaliklerin ayırt edilebilmesi için değişik çalışmalar bulunmaktadır. Daha önce yapılan araştırmalarda, optik mikroskop, elektron saçılımlı x ışınları analizi (elektron dispersive X-ray analysis,EDX), X ışını difraksiyonu (XRD) gibi teknikler AA 6xxx alaşımlarında bulunan intermetaliklerin türlerinin tespitinde kullanılmıştır (Kuijpers vd., 2003).

Ancak alüminyum matris içerisindeki intermetalik faz miktarının az olması nedeniyle normal yollarla bu fazların varlıklarını tespit etmek imkansızdır. Bu nedenle öncelikle alüminyum matris sıvı bir çözeltide çözülür ve çözeltide askıda kalan intermetalikler süzülerek miktar olarak arttırılır ve elde edilen filtre üstü intermetaliklerin ölçümü yapılarak fazlar ortaya çıkartılır. Alüminyum matris içerisinde bulunan intermetalikleri ayırt edebilmek için selektif çözünme tekniği adı verilen yöntemler kullanılmaktadır. Bu yöntemlerden bir tanesi Sato ve Izumi tarafından bulunan fenolik çözündürme tekniğidir (Kang vd., 2006). Diğer bir çözündürme tekniği ise Sintef tarafından geliştirilen ve sibut tekniği adı verilen ayrıca Simenser ve arkadaşları tarafından da önerilen butanol çözündürme tekniğidir (Kuijpers vd., 2003).

Bu çalışma çerçevesinde yapılan kapsamlı literatür taraması sonucu birçok araştırmacının alüminyum matrisi çözündürmek için butanol tekniğini kullanmış olması ve istedikleri sonuçları almış olmaları bizim de bu teknik üzerinde yoğunlaşmamıza neden olmuştur. Bu teknite susuz 1-butanol önce destile edilmekte ve destilasyon sonunca yoğuşan butanol numunenin içinde bulunduğu kaba aktarılmaktadır. Dolayısıyla selektif çözündürme işlemi için prensipte bir destilasyon ünitesine ihtiyaç duyulmaktadır. Literatüredeki düzeneklerin incelenmesi ve bu çalışmanın kendine özgü koşullarının değerlendirilmesi sonucunda yukarıda anlatılan işlevi yerine gertirecek bir çözündürme sistemi tasarlanmıştır. Tasarlanan bu ünite YTÜ BAPK'nın vermiş olduğu maddi destek doğrultusunda yaptırılmış ve deneylerde başarıyla kullanılmıştır.

Şekil 7.1 a ve b de alüminyum numuneleri çözündürmek için kullanılan deney düzeneğinin şematik resmi ve çalışma kapsamında kurulan düzeneğin fotoğrafı gösterilmektedir.



(a) (b)

Şekil 7.1 (a) Alüminyum çözündürülmesi için kullanılan cam deney düzeneği (Goulart vd., 2009), şekil (b) BAPK desteğiyle yaptırılan alüminyum çözündürme deney düzeneği

Şekil 7.1 (a) ve (b)'de görüldüğü gibi çözündürme düzeneği, ısıtıcı ve 1lt lik balon, argon tüpü, soxhlet aparatı, su soğutmalı yoğuşturucu gibi parçalardan meydana gelmektedir. Daha sonraki bölümlerde çözündürme düzeneğinin çalışması hakkında daha detaylı bilgi verilecektir.

7.1 Numune Dökümü

Deneysel çalışmaya ilk olarak AA6063'ün dökümüyle başlanmıştır. Döküm işleminde sıvı metalin döküm sıcaklığı 690 °C olup, döküm hızı 90 mm/dak' dır. Çalışmamızda kullandığımız numuneler 30 mm çapında 30 cm boyunca dökülmüştür. Döküm sonrası numunelerden alınan örneklerin kimyasal analizleri optik emisyon spektrometresi ile belirlenmiştir. Çizelge 7.1'de hazırlanan numunelerin ortalama döküm analizleri verilmektedir.

Çizelge 7.1 Döküm numunenin kimyasal bileşimi

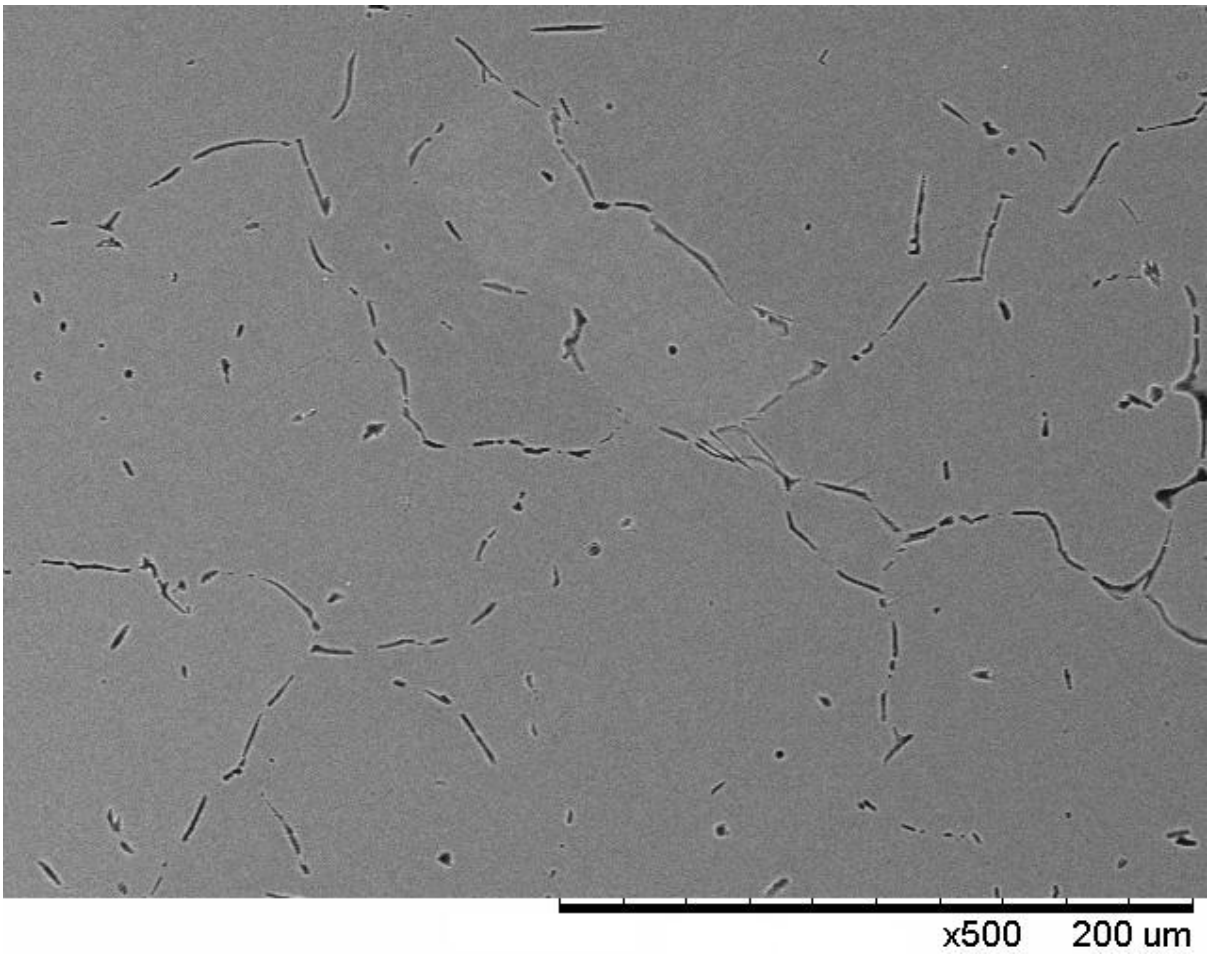
Al	Mg	Si	Fe	Mn	Cr	Ti
98,53	0,566	0,423	0,304	0,012	0,004	0,014

7.2 Homojenizasyon İşlemi

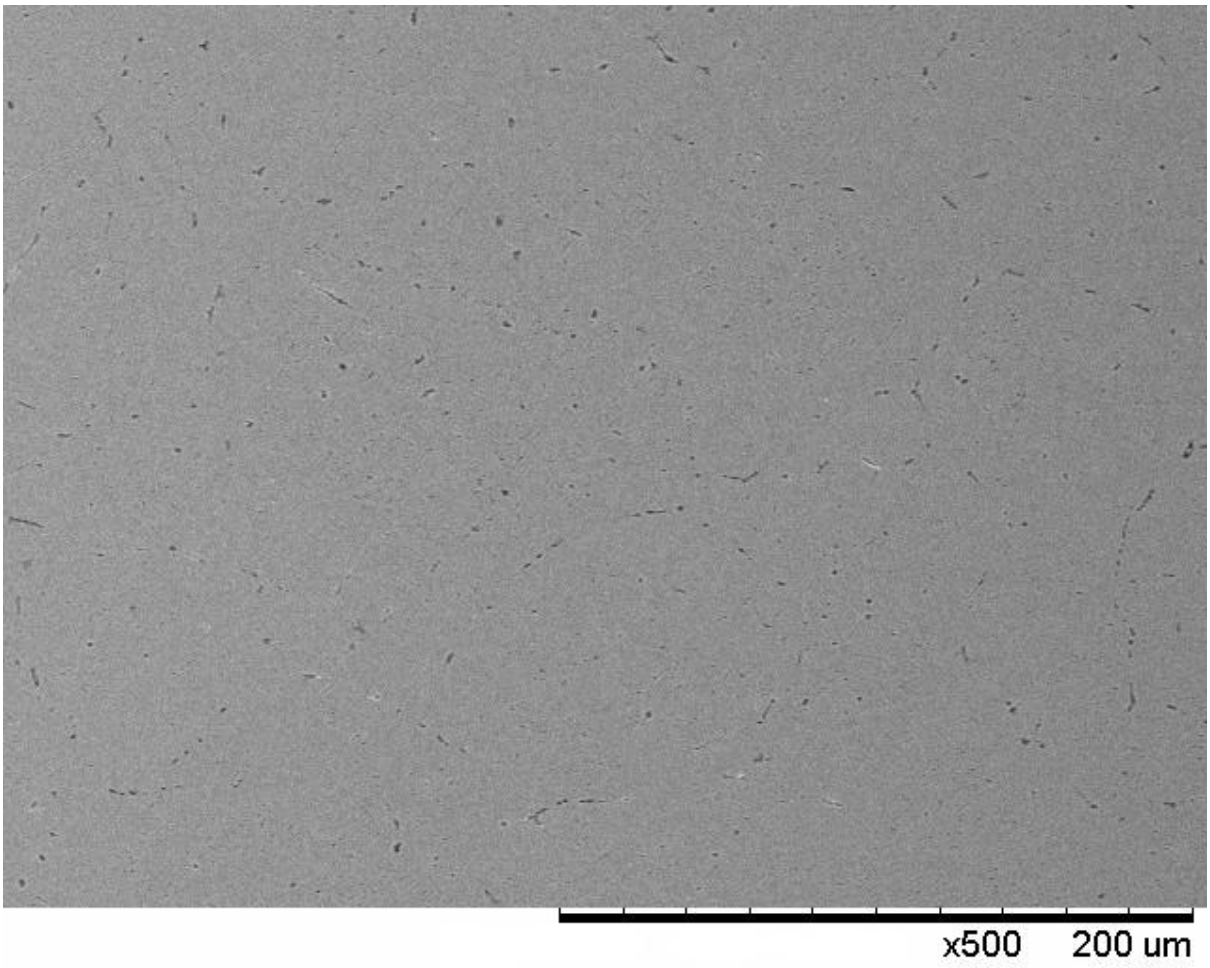
Döküm işlemi yapıldıktan sonra dökülen numuneler testereyle kesilerek dilimler şeklinde parçalara ayrılmıştır.

Numunelerin bir kısmı döküm yapısını incelemek amacıyla metalografik hazırlık işlemlerine tabi tutulurken bir kısmı da homojenizasyon işlemine tabi tutulmuştur. Homojenizasyon işlemi 560 °C de 16 saat olarak yapılmıştır. Homojenizasyon işleminden sonra homojenizasyon işlemi görmüş numuneler de metalografik hazırlıklardan geçirilerek her iki grup numune de Leika model ışık metal mikroskobunda incelenmiş ve mikroyapı fotoğrafları çekilmiştir. Bu işlemle döküm mikroyapısı ve homojenizasyon işleminin mikroyapıda nasıl bir değişime yol açtığı belirlenmiştir. Homojenizasyon işlemindeki amaç; dökümden sonra üretilen numunelere daha iyi ekstrüzyon kabiliyeti, daha iyi yüzey kalitesi ve daha yüksek çekme özellikleri kazındırmaktır.

Şekil 7.2 ve Şekil 7.3 sırasıyla döküm işlemi ve homojenizasyon işlemi sonrasında ışık metal mikroskobunda görüntüleri çekilen numuneleri göstermektedir. Görüntülerden de anlaşılacağı gibi döküm işlemi sonrası numunede bulunan partiküller sürekli ve tabaka benzeri formdadır. Homojenizasyon işlemi sonrası numunenin görüntüsü incelendiğinde partiküllerin sürekli ve tabaka benzeri formdan süreksiz, yuvarlak ve daha küçük zincir şeklinde bir hale dönüştüğü görülmektedir.



Şekil 7.2 Döküm işlemi sonrası numune yapısı



Şekil 7.3 Homojenizasyon işleminden sonra numunenin yapısı

7.3 Numune Hazırlama

Numuneler, numune hazırlama işleminde sırasıyla zımparalama, parlatma ve dağlama işlemine tabi tutulmuştur.

Numuneler sırasıyla 60, 120, 240, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200 mesh lik silisyum karbür zımpara kâğıtlarını kullanarak dönen disk üzerinde sulu ortamda zımparalama işlemine tabi tutulmuştur. Zımparala işleminin sulu ortamda yapılmasındaki amaç; numune yüzeyinden aşınıp kopan parçaların ortamdan uzaklaştırılmasını sağlamaktır. Bu kopan parçalar ortamdan uzaklaştırılmazsa numunenin yüzeyinde gömülüp kalabilir ve inceleme sırasında yanlış yorumlara sebebiyet verebilirler. Zımparalamanın her aşamasında, bir önceki aşamada oluşan çiziklerin giderilip giderilmediği denetlenmiş ve genel kural olarak her zımpara geçişinde numuneler bir önceki zımparalamaya göre 90° döndürülmüştür.

Her zımparala işleminden sonra numune bol suyla yıkanmış ve alkolle temizlenmiştir. Alkolle temizlemedeki amaç kurumayı hızlandırmaktır. Zımparalama işleminin ardından parlatma işlemine geçilmiş ve zımparalama işleminden kalan çizikler gidermiştir. Parlatma işlemi 2

aşamada yapıldı, ilk olarak 3µm'lik elmas pasta kullanıldı son aşamada ise 0,25µm'lik elmas pasta kullanılarak parlatma işlemi gerçekleştirildi.

Şekil 7.4 ve Şekil 7.5 parlatma işleminde kullanılan parlatma disklerini ve elmas pastaları göstermektedir.



Şekil 7.4 Parlatma işleminde kullanılan parlatma diskleri



Şekil 7.5 Parlatma işleminde kullanılan 3µm ve 0,25µm'lik elmas pastalar

Parlatma işleminin ardından dağlama işlemine geçildi. Dağlama işlemi % 0,5HF (hidrofolik asit) kullanılarak yapıldı. Hidrofolik asit kullanılmasındaki amaç; yapı içerisinde bulunan intermetalik fazların kontrastını yükseltmektir. Dağlama işleminin ardından numune bol suyla ve alkolle yıkanmış ve kurutulmuştur.

7.4 Numunelerin Seçici (Selektif) Çözündürülmesi

Demirce zengin intermetalik fazların tüm numune içerisindeki miktarının nispeten az olduğu ve bu nedenle numunelerden doğrudan yapılacak XRD analizlerinde bu fazların varlıklarının tespitinin imkansız olduğu daha evvelki bölümlerde bahsedilmişti. Bu durumu aşmak için genel olarak selektif çözündürme yöntemiyle Al matrisin sistemden uzaklaştırılması ve intermetaliklerin zenginleştirilmesi yöntemi kullanılmaktadır. Bu amaçla bu çalışmada da butanolle çözündürme tekniği kullanılmıştır. Alüminyum matristen intermetalik fazı ayırmak için BAPK'nın vermiş olduğu ekonomik destekle yaptırdığımız Şekil 7.1(b)'de gösterilen çözündürme düzeneği kullanılmıştır. Yaklaşık 3-5 gr lık numuneler argon atmosferi altında saf 1-butanol çözeltisi kullanılarak çözündürülmüştür. Bu işlemin detayları aşağıdaki gibi gerçekleştirilmiştir (Goulart vd., 2009).

1-butanol de alüminyum matrisin çözündürülmesinde izlenen işlem sırası;

1. Çözündürme işlemine başlamadan önce deney düzeneğine beher, numune ve teflon filtre yerleştirilmeden argon atmosferi altında saf 1-butanol' un sistemde iki defa damıtılması sağlandı. Bu işlemin yapılmasında ki amaç butanol' un safsızlığını artırmaktır (Goulart vd., 2009).

2. Bu işlem gerçekleştirildikten sonra argon akışı, yoğuşturucu ve ısıtıcı kapatıldı.

3. Daha sonra cam beherin içine 0,45μm lik teflon filtre yerleştirildi ve içine numune koyuldu. Şekil 7.6'da cam beherin içerisine yerleştirilmiş teflon filtre ve alüminyum numune gösterilmektedir (Goulart vd., 2009).



Şekil 7.6 Cam beher içerisine yerleştirilen 0,45µm lik teflon filtre ve alüminyum numune



Şekil 7.7 Çözündürülmüş alüminyum numuneyi süzme işleminde kullanılan 0,45µm' lik teflon filtreler

4. Teflon filtre ve numune cam beherin içine koyulduktan sonra Şekil 7.8'te olduğu gibi cam beher deney düzeneğindeki yerine yerleştirildi.



Şekil 7.8 Cam beherin deney düzeneğine yerleştirilmiş hali

5. Argon akışı, yoğuşturucu ve ısıtma sistemi açıldı.

6. Cam balonun içinde bulunan 1-butanol yaklaşık 10-15 dk sonra kaynamaya başladı. 1-butanol' un kaynamasıyla yukarıya doğru hareket eden 1-butanol buharı deney düzeneğinde soğutmalı yoğuşturucuya geldiğinde soğuk ortamla karşılaşarak yoğuşturuldu ve yoğuşan 1-butanol damlaları numunenin de içinde bulunduğu behere damla damla akmaya başladı.

Sistem bu şekilde çalışmaya devam ederken aradan geçen 3-5 dk sonra numune çözünmeye başladı. Numunenin çözündüğü numunenin üzerinden çıkan küçük küçük gaz kabarcıklarından ve beherin içindeki 1-butanolun renginin değişmesinden gözlemlenebilmektedir. İlk başta berrak olan 1-butanol numunenin çözünmeye başlamasının ardından zamanla alüminyumun rengine (gri) dönüşmeye başlar. Numune bir taraftan çözündürülürken eş zamanlı olarak çözelti 0,45μm' lik teflon filtre ile süzülmüş ve böylelikle sürekli bir damıtık butanol beslemesi sağlanmıştır. Numune küçüldükçe üzerinden çıkan kabarcıkların sayısı ve hızı azalmış ve beher içindeki butanolün rengi yavaş yavaş berraklaşmıştır. Yaklaşık 50-55 dk sonra reaksiyon tamamen bitmiş ve numune tamamen çözünmüştür (Goulart vd., 2009).

7. Çözündürme işlemi bittikten sonra deney düzeneğindeki argon akışı, yoğuşturucu ve ısıtıcı kapatıldı.

8. Cam beher, numune ve teflon filtre ile beraber deney düzeneğinden alındı. Beherde kalan son butanolün Teflon filtreden süzülmesi vakum ile gerçekleştirildi. Yaklaşık 5-8 dk süren süzme işleminin ardından teflon fitre cam beherden çıkartıldı ve kuruması için 80 °C sıcaklıktaki etüve koyuldu. 80 °C lik etüvde kuruması için 5-6 saat kadar tutuldu (Goulart vd., 2009).

9. Teflon filtre üzerindeki intermetalik partiküllerin kurutma işlemi tamamlandıktan sonra teflon filtre ve intermetalikler birlikte tartıldı. Daha sonra intermetalik partiküller çok dikkatli ve hassa bir şekilde yavaşça filtre üzerinde kazıma aparatı kullanılarak kazındı ve test tüplerine koyuldu (Goulart vd., 2009).

7.5 Ağırlık Testi

Alüminyum 6063 alaşımı içerisinde bulunan intermetaliklerin yapı içerisindeki dağılımını nicel olarak bulmak için numunelere ağırlık testi uygulandı.

İlk olarak numune ve teflon filtre hassas terazi kullanılarak ayrı ayrı tartıldı ve ağırlıkları tespit edildi. Daha sonra numune ve teflon filtre birlikte tartılarak çıkan sonuç kaydedildi. Bu işlemlerin ardından çözündürme düzeneği kullanılarak numune çözündürme işlemine tabi tutuldu. Çözündürülen numunenin çok iyi süzülebilmesi için vakum ortamında süzme işlemi gerçekleştirildi. Süzme işlemi bittikten sonra teflon filtre cam beherden çıkartılarak etüve yerleştirildi ve kuruması için 80 °C etüvde yaklaşık 5-6 saat bekletildi. Teflon filtre kurutulduktan sonra üzerindeki intermetalik partiküllerle beraber hassas terazide tekrar tartıldı.

Bu elde edilen değerlerin ardından intermetaliklerin yapı içerisinde nicel olarak tespiti sağlandı.

7.6 Sertlik Testi

Şekil 7.9'da gösterilen döküm ve homojenizasyon ısıl işlemi görmüş numuneler yüzey hazırlama işlemine tabi tutulduktan sonra numuneler 580 °C de 1 saat süreyle çözeltiye alındı ve ardından su verme işlemi uygulandı. Su verme işleminin ardından parçalar şekil 7.10'da gösterilen etüvde 180 ^{0}C de yaşlanma işlemine tutuldular.



Şekil 7.9 Deneyde kullanılan döküm ve homojenize işlemi görmüş numuneler



Şekil 7.10 Numunelerin yaşlandırılmasında kullanılan etüv

Numunelere su verme işlemi uygulandıktan sonra Şekil 7.11'de gösterilen sertlik ölçme cihazında numuneler üzerinden farklı üç noktadan Vickers sertlik değerleri alınarak yaşlanma işlemi öncesi döküm ve homojenize numunenin ortalama sertlik değerleri bulundu. Daha

sonra etüv 180 °C'ye ayarlandı ve etüvün bu sıcaklığa ulaşması için yaklaşık 35-40 dk beklenildi. Etüvün 180 °C sıcaklığa ulaştığına emin olunduktan sonra numunelerin her ikisi de yaşlandırma işlemi için etüve koyuldu. Numuneler etüve koyulduktan 15 dk sonra etüvden çıkartıldı ve yine her numune üzerinde farklı üç noktadan sertlik değeri alınarak ortalama sertlik değerleri saptandı. Bu işleminin ardından parçalar tekrar 180 °C sıcaklıkta bulunan etüve koyuldu ve aradan 15 dk geçtikten sonra parçalar etüvden alındı ve her parçanın sertlik değeri tekrar ölçülerek yaşlandırma işlemi ile sertlik değerleri arasındaki ilişki tespit edilmeye çalışıldı. Yaşlandırma işlemi ile sertlik arasındaki ilişkiyi doğru saptaya bilmek için bu işlemler çok sayıda tekrarlanarak en doğru sonuca ulaşılmaya çalışıldı. Şekil 7.11'de sertlik ve mikro sertlik ölçümünde kullanılan Bulut makina BHS1000 model Vickers sertlik cihazı görülmektedir.



Şekil 7.11 Sertlik ölçme cihazı

7.7 Mikrosertlik Testi

Numunelerin genel olarak sertliklerinin ölçülmesinin yanında numune içerisinde matriste ve intermetaliklerde sertliklerin nasıl değiştiğinin ortaya koymak amacıyla lokal olarak mikrosertlik ölçümleri de gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla döküm numune ve 16 saat süreyle 560 °C de homojenize edilmiş AA6063 numuneler, metalografik hazırlama işlemine tabi tutulduktan sonra en son parlatma işlemi yapılarak %0,5HF ile dağlandı ve sertliklerinin ölçülebilmesi için hazır hale getirildi.

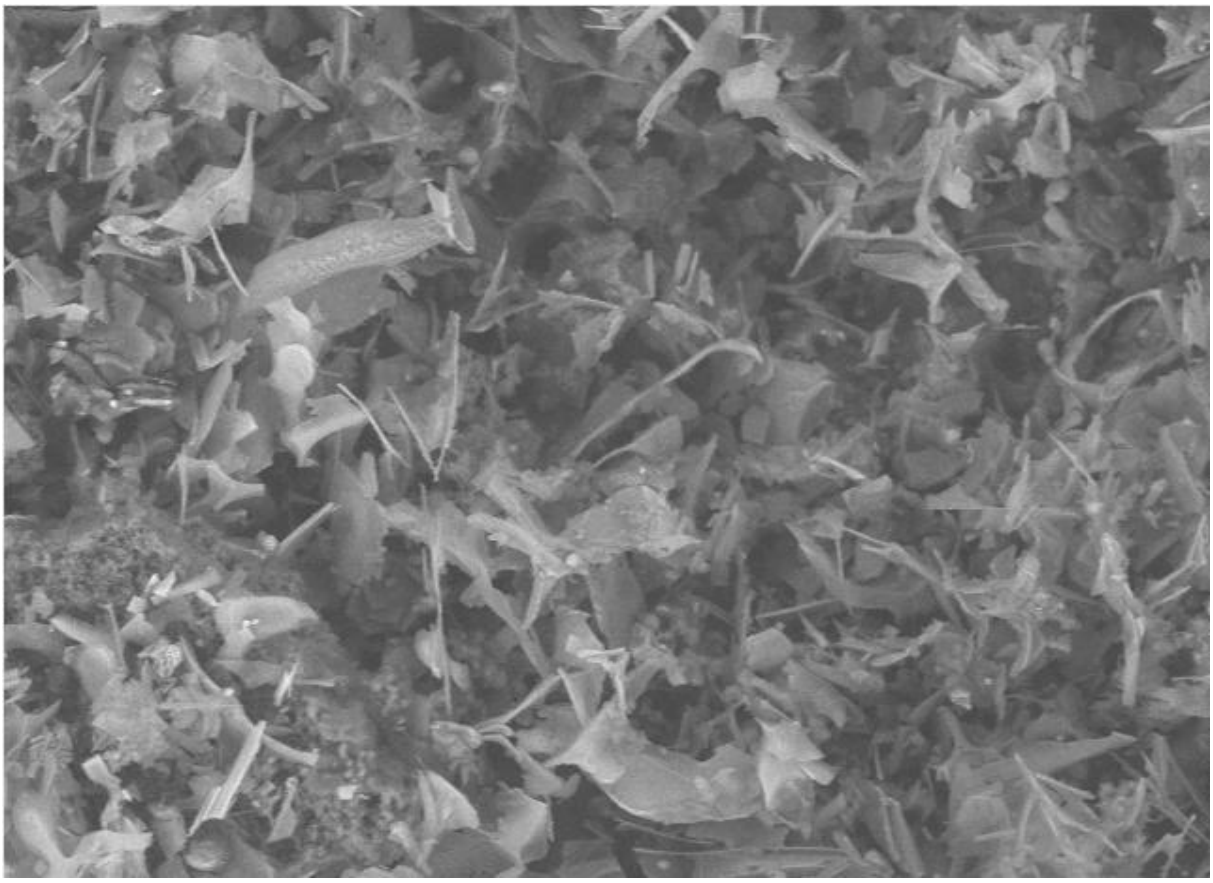
Şekil 7.11 deki sertlik ölçme cihazında 10gr yük ile sertlikler ölçülmüştür. 40x büyütmede iz, intermetalikler dışında matris α-Al tanelerinin içine denk getirilerek her iki numunedeki sertlikler ölçülmüştür.

8. BULGULAR VE İRDELEME

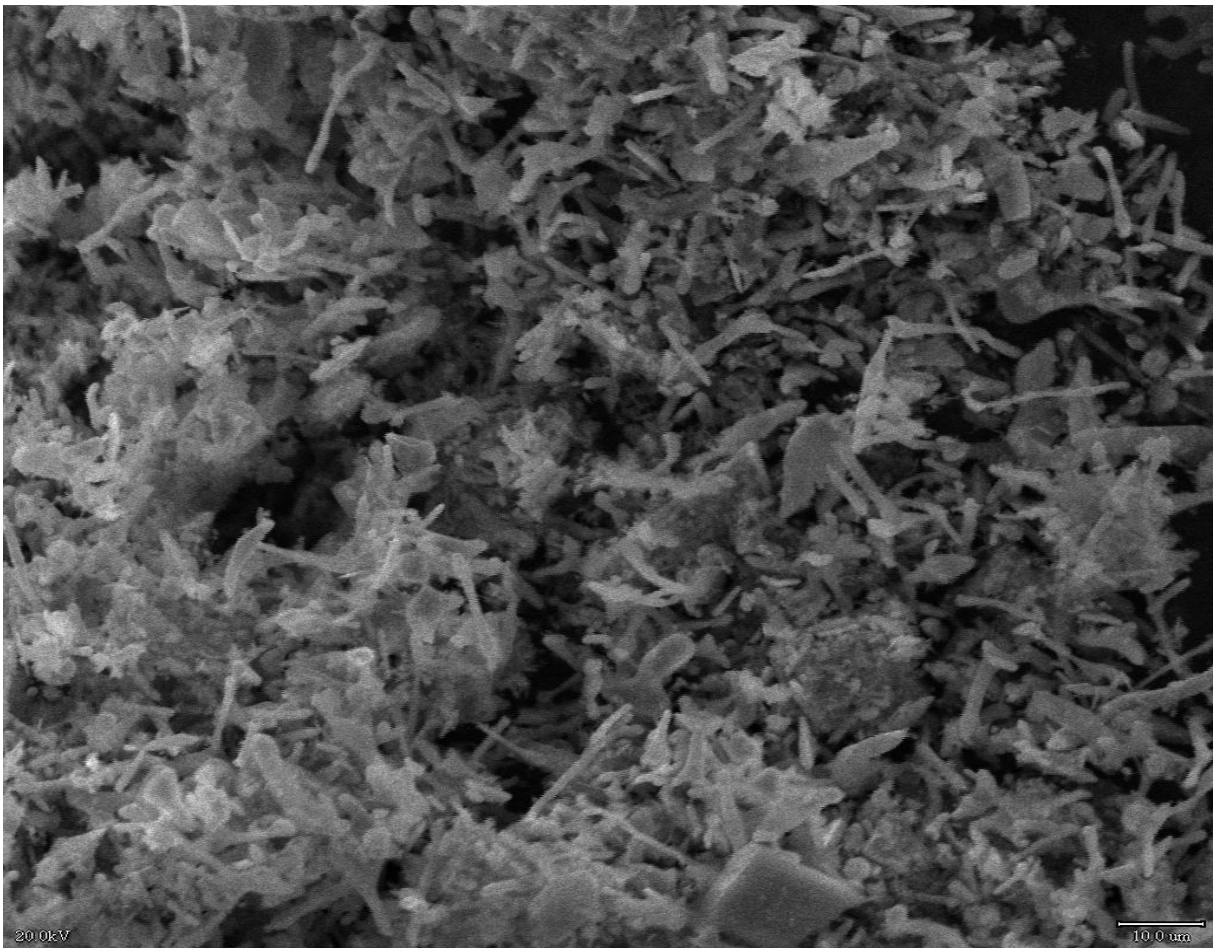
8.1 Çözündürme Deneyi Sonuçları

Bu deneyde AA6063 döküm yapısındaki ve tam homojenize yapılmış numunedeki intermetaliklerin morfolojileri tespit edilmiştir.

Deneysel çalışmalara daha önce tarafımızca dökülmüş olan AA6063 döküm parçasından 30 mm çapında ve 2 cm boyundaki disk şeklindeki 2 tane numune kesilerek başlandı. Numunelerden bir tanesine 16 saat süreyle 560 °C de homojenizasyon ısıl işlemi uygulanmıştır. Daha sonra döküm numunesi ve homojenize işlemi gören AA6063 numuneler bir önceki bölümde ayrıntılı bir şekilde anlatılan butanol tekniği kullanılarak 1-butanol çözeltisinde tamamen çözündürülerek 0,45µm teflon filtreden vakum yardımıyla süzülmüştür. Süzme işlemi bittikten sonra teflon filtre üzerinde kalan intermetalik partiküller kazıma aparatı yardımıyla hassas bir şekilde kazınarak saat camının üzerinde koyuldu ve 80 °C sıcaklıktaki etüve yerleştirilerek yaklaşık 5-6 saat kurutma işlemine tabi tutuldu. Kurutulan partiküller en son olarak elektron mikroskobunda ve Bruker Advance D8 marka XRD cihazı kullanılarak incelenmiştir.



Şekil 8.1 Döküm numudeki intermetaliklerin elektron mikroskobu görüntüsü



Şekil 8.2 Homojenize numundeki intermetaliklerin elektron mikroskobu görüntüsü

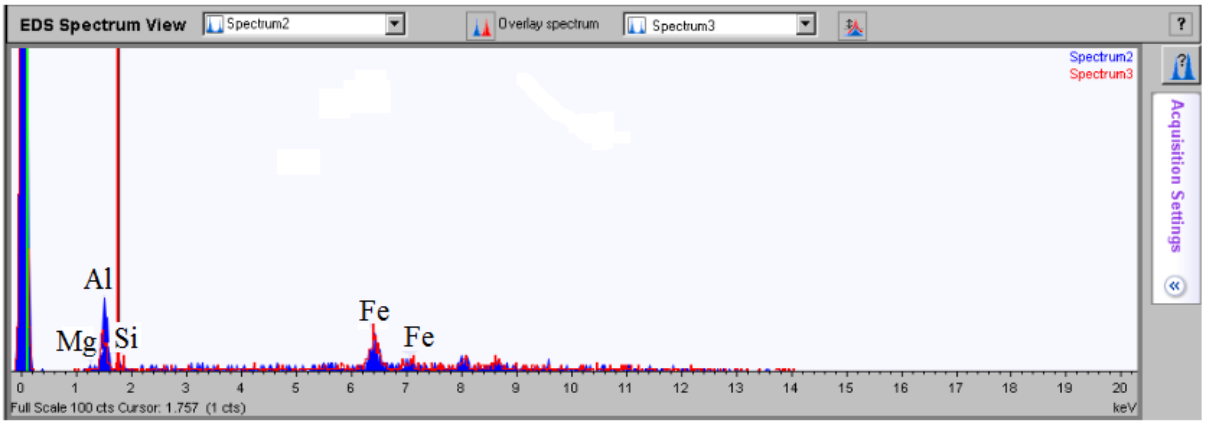
Şekil 8.1'de gösterilen döküm numuneden elektron mikroskobu yardımıyla alınan görüntüler incelendiğinde intermetalik fazların yapraksı formda olduğu gözlemlenmiştir. Şekil 8.2'de ise homojenize numunedeki intermetalik fazların ise çubuk formunda daha kısa boylu oldukları görülmüştür. Her iki görüntü kıyaslamasında homojenizasyon işlemi sonrası intermetalik fazların boyutlarının önemli oranda küçüldüğü görülmektedir. Normal metalografik incelemelerde dendritler arasında iğnesel olarak görünen β-AlFeSi intermetaliklerinin üç boyutlu görüntülerinin yapraksı formda olduğu bu incelemeyle kendini göstermiştir.

Homojenizasyon işlemi sırasında intermetaliklerde meydana gelen değişim sadece şekil ve boyut değişimi olmayıp aynı zamanda kristal yapısında değişimler meydana geldiği literatür incelemesinden bilinmektedir.

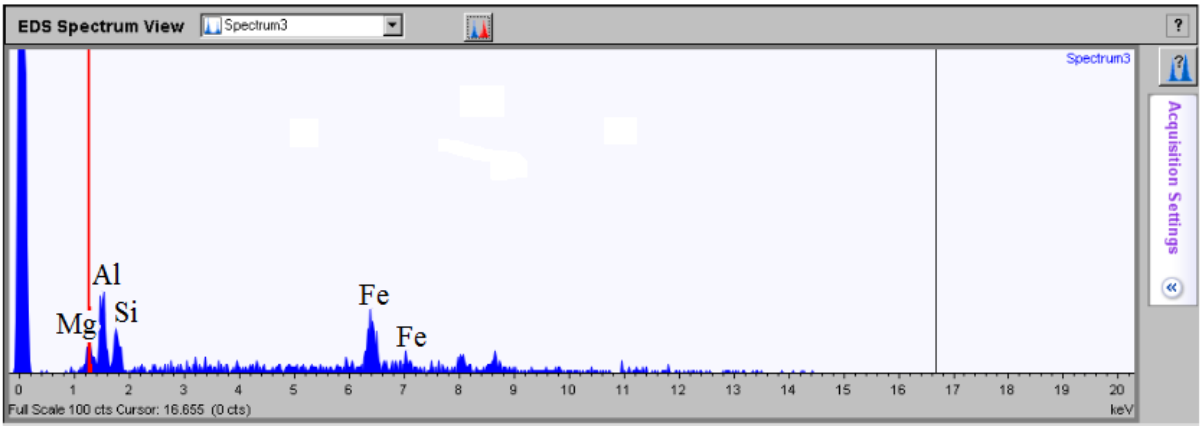
Serbest enerjileri dikkate alındığında yaprak formundaki intermetaliklerin daha da büyüyerek yüzey enerjilerini azaltması beklenirken ufalmaları ve parçalanmaları yüzey enerjilerinin artması anlamına gelir. Ancak olayın kendiliğinden Şekil 8.1'den Şekil 8.2'ye yürümesi yüzey enerjisi artsa da ikinci durumdaki serbest enerjinin daha düşük olduğu sonucunu işaret

eder. O halde ikinci haldeki hacim enerjisi (kristal yapısının değişmesiyle) o kadar azalmıştır ki yüzey büyümesine rağmen yine de ikinci durumun serbest enerjisi daha düşük çıkmıştır. Aksi takdirde bu kadar ince bir yapının ilk yapıya termodinamik olarak tercihli olması mümkün olamazdı.

Döküm numunesinin ve tam homojenize olmuş AA6063 numunelerinin EDS görüntüleri Şekil 8.3 ve Şekil 8.4'de gösterilmektedir. Her iki numuneden üç farklı bölgeden alınan analiz sonuçları Çizelge 8.1 ve Çizelge 8.2'de verilmektedir. Analiz sonuçlarından yola çıkılarak yapılacak yorumda homojenizasyon işlemi sonrasında numunede alüminyum ve demir miktarında azalma olduğu buna karşılık magnezyum ve silisyum miktarında ise önemli ölçüde artış olduğu gözlemlenmiştir. Bu sonuç homojenizasyon sonrası β-AlFeSi fazından matrise geçen silisyum miktarının artmasına işaret etmektedir.



Şekil 8.3 Döküm numunenin EDS analiz sonuçları



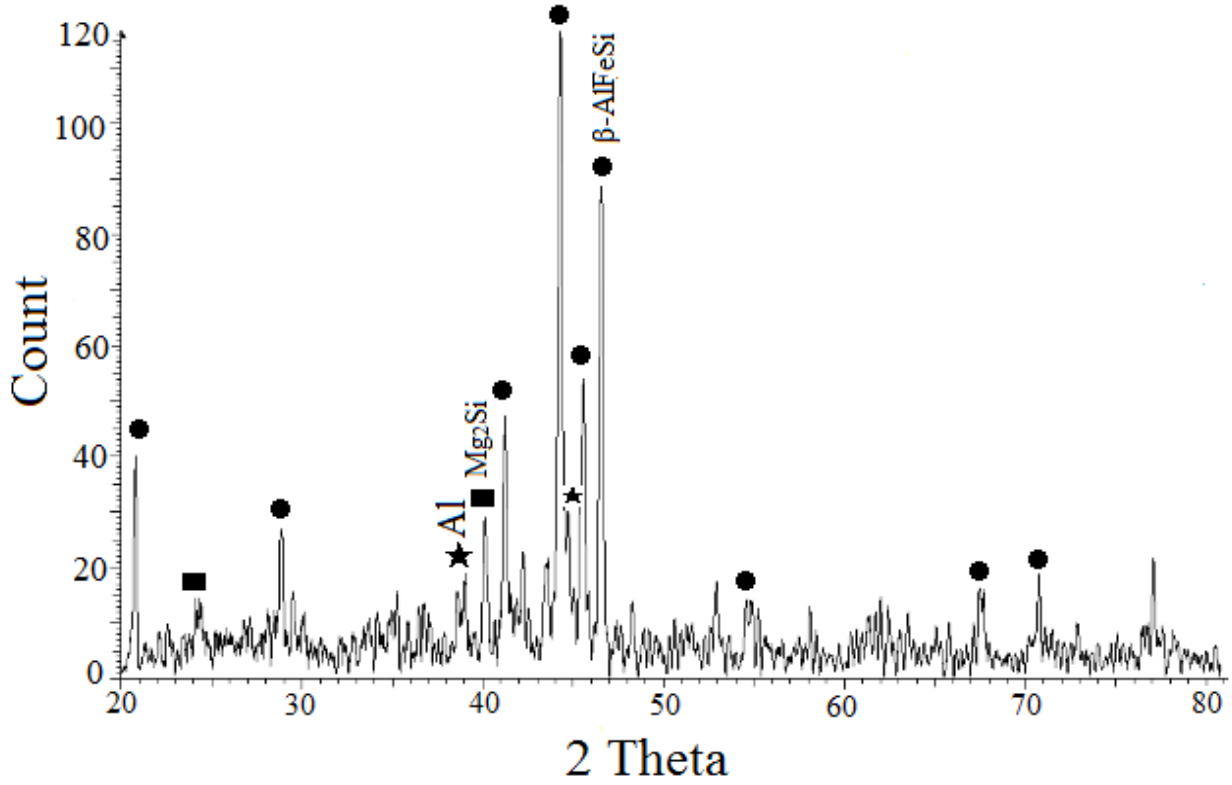
Şekil 8.4 Homojenize numunenin EDS analiz sonuçları

Çizelge 8.1 Döküm numune analiz sonuçları

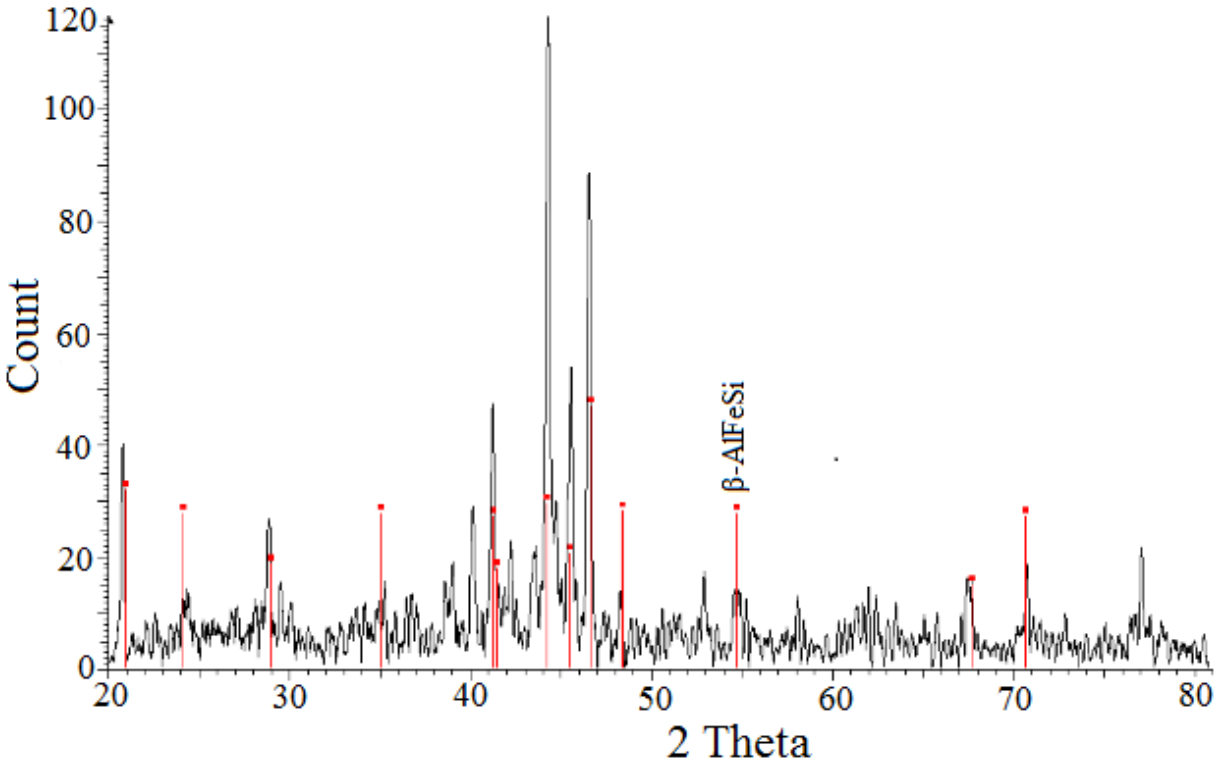
	Al	Mg	Si	Fe
	37,7	0,4	5,5	56,4
	23,2	1,1	4	71,7
	30,5	2,3	5,9	61,4
Ortalama	30,4	1,26	5,1	63,1

Çizelge 8.2 Homojenize numune analiz sonuçları

	Al	Mg	Si	Fe
	22,8	9,4	7,9	59,9
	11,4	9,3	9,5	69,9
	22,6	9,4	12,3	55,8
Ortalama	18,9	9,3	9,9	61,8



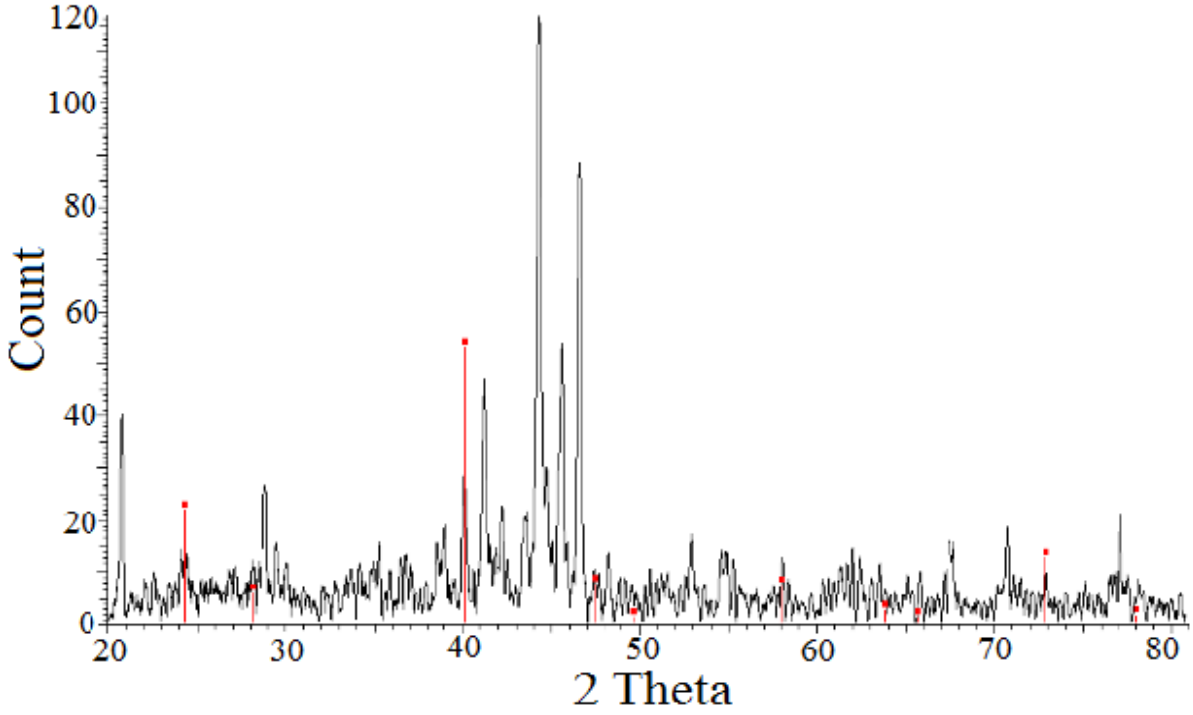
Şekil 8.5 Döküm numunede bulunan intermetaliklerin genel XRD analizi



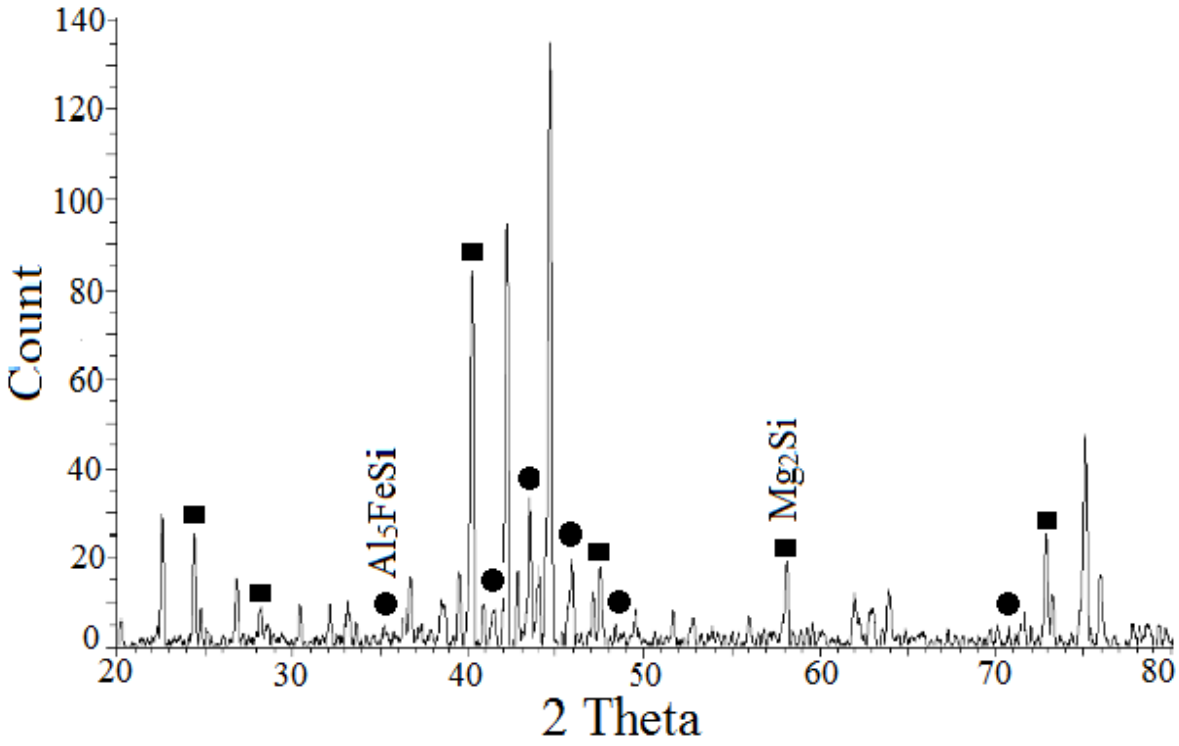
Şekil 8.6 Döküm numunedeki β-AlFeSi intermetaliklerinin XRD analizi

Şekil 8.5'de döküm numuneden ayrıştırılan intermetalik tozların XRD paterni görülmektedir. Görüntü incelendiğinde teorik kısımda da söylemiş olduğumuz gibi döküm yapısının β-AlFeSi intermetaliklerinden oluştuğu XRD analizleri sonucunda doğrulanmıştır. Bunun yanında yapıda Mg_2Si intermetaliklerinin bulunduğunu ve çözünme işleminde numunenin tam olarak %100 çözünmeyip bir miktar alüminyumun kaldığını analiz sonucunda Al piklerinin gelmesinden anlıyoruz.

Şekil 8.6 ise döküm yapının intermetaliklerinin XRD paterni üzerinde β-AlFeSi intermetaliklerinin yerleri gösterilmiştir.

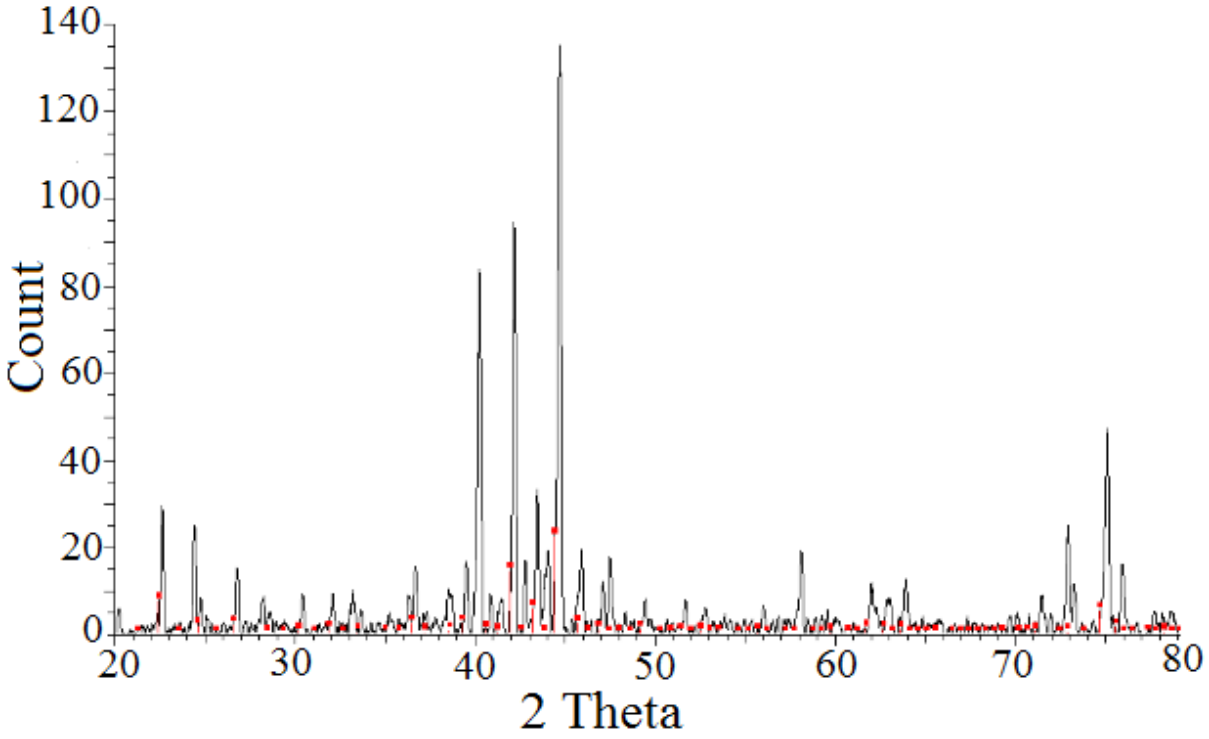


Şekil 8.7 Döküm numunede bulunan Mg_2Si intermetaliklerinin XRD analizi

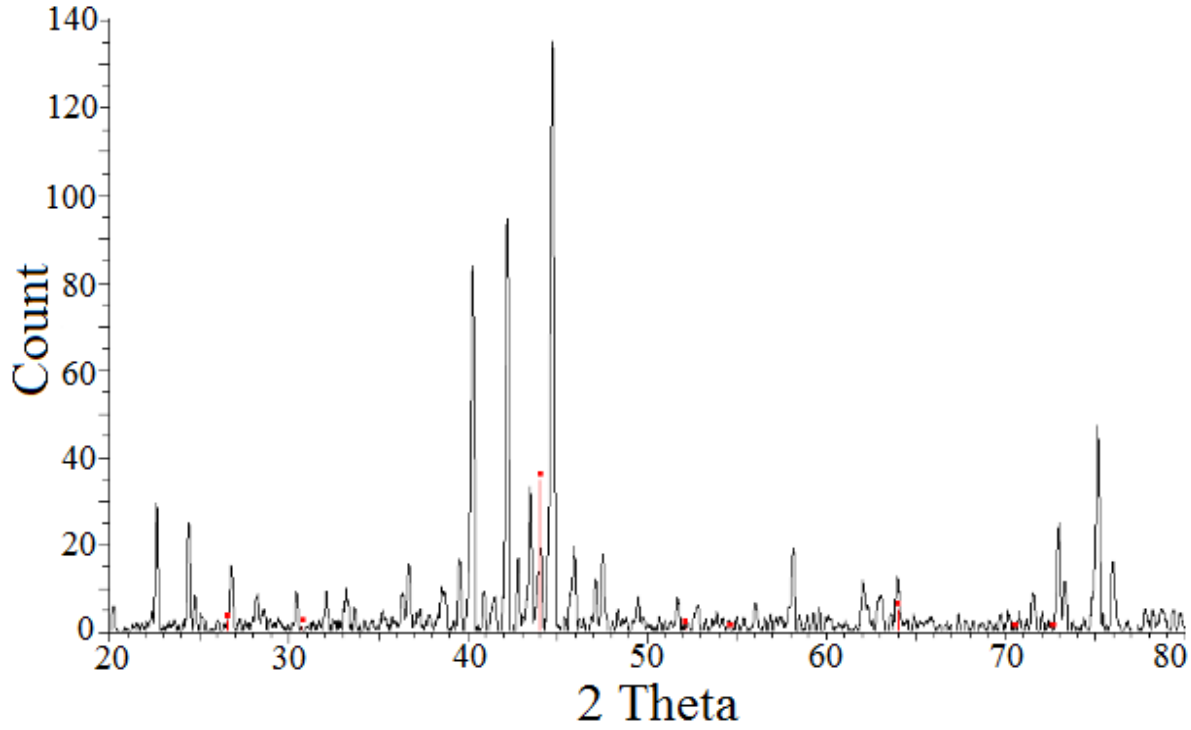


Şekil 8.8 Homojenize numune bulunan intermetaliklerin genel XRD analizi

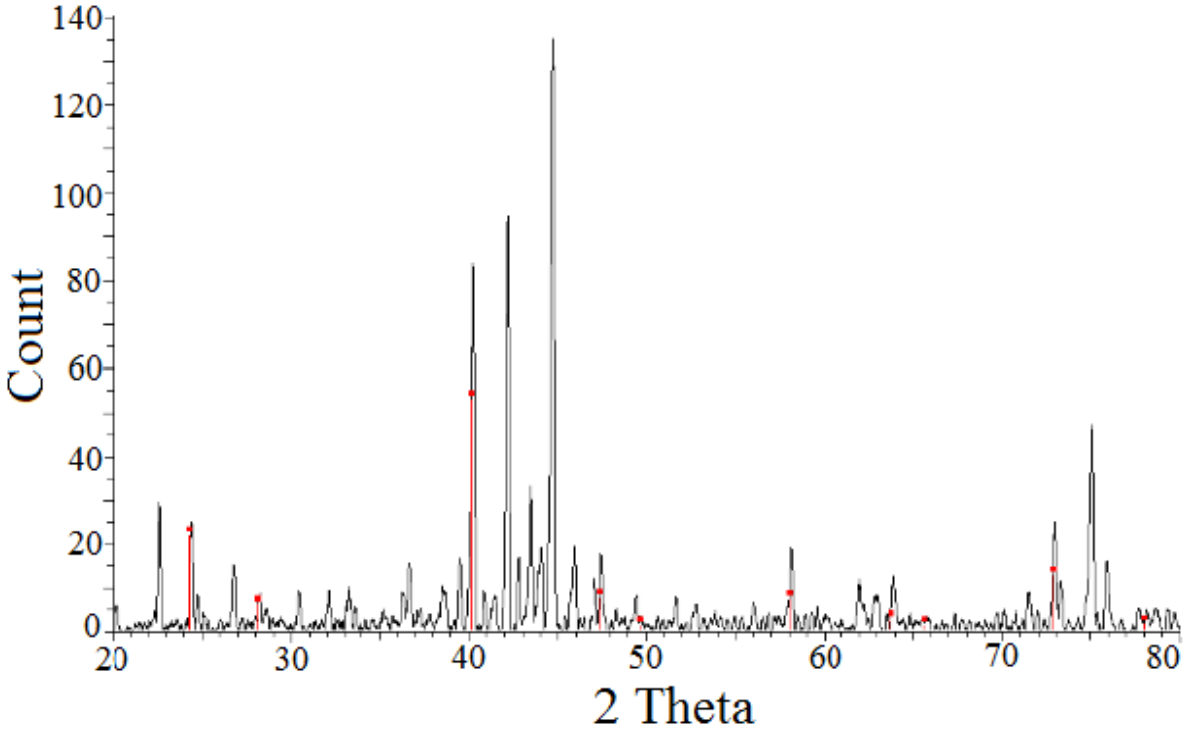
560 °C de 16 saat süreyle homojenize edilen AA6063 numunede bulunan intermetaliklerin genel XRD analizi Şekil 8.8'de gösterilmektedir. Analiz sonuçlarından döküm numunede bulunan sürekli ve tabaka formunda bulunan β-AlFeSi intermetaliklerin tamamen kaybolduğu buna karşın α-AlFeSi intermetaliğine dönüştüğü anlaşılmaktadır. Homojenize işlemi görmüş numunede α-AlFeSi intermetaliğinin yanında Mg_2Si intermetaliklerininde bulunduğu Şekil 8.8'de görülmektedir.



Şekil 8.9 Homojenize numunede bulunan α-AlFeSi intermetaliklerinin XRD analizi



Şekil 8.10 Homojenize numunede bulunan $AlFe_3$ intermetaliklerinin XRD analizi



Şekil 8.11 Homojenize numunede bulunan Mg_2Si intermetaliklerinin XRD analizi

8.2 Ağırlık Deneyi Sonuçları

Teflon filtrenin deney öncesi ve sonrası tartımları alınarak numune içerisindeki intermetalik miktarı tespit edilmeye çalışılmıştır.

Döküm numune ve 16 saat süreyle 560 °C'de homojenize işlemi görmüş tam homojenize yapıdaki AA6063 numune içerisinde bulunan intermetalik fazların ağırlık miktarlarını tespit etmek amacıyla, numuneler çözündürme düzeneği yardımıyla 1-butanol çözeltisinde tamamen çözündürülerek vakum yardımıyla 0,45um teflon fitreden süzülmüştür.

Çözündürme işlemi öncesi hassas terazi yardımıyla döküm numune, tam homojenize yapıdaki AA6063 numune ve teflon filtre ayrı ayrı tartılarak aşağıdaki değerler bulunmuştur.

Tam homojenize numunenin ağırlığı: 3,5302 gr

Döküm numunenin ağırlığı: 3,4574 gr

Teflon filtrenin deney öncesi ağırlığı: 0,0879 gr

Çözündürme işlemi sonrası teflon filtre ve üzerindeki intermetaliklerin ağırlıkları:

Tam homojenize yapıdaki numunede: 0,1292 gr

Döküm numunede: 0,1391 gr olarak bulunmuştur.

Tam homojenize yapıdaki numuneden elde edilen intermetalik miktarı: 0,1292-0,0879 = 0,0413 gr olarak bulunmuştur. Numune çok iyi homojenize edildiğinden ve XRD sonuçlarından yola çıkarak bu intermetaliklerin tamamının α-AlFeSi olduğu bilinmektedir.

Döküm numunesinde elde edilen intermetalik miktarı ise: 0,1391-0,0879 = 0,0512 gr olarak bulunmuştur.

Teorik olarak %0,3 Fe içeren bir AA6063 numunede olması gereken intermetalik miktarı Çizelge 8.3'de hesaplandığı gibidir. Buradaki hesaplamalar demirin tamamının intermetalik faz yaptığı düşünülerek hesaplanmıştır.

Çizelge 8.3 Teorik olarak %0,3 Fe içeren bir AA6063 numunede olması gereken intermetalik miktarı

Numune ağırlığı	Fe yüzdesi	β AlFeSi miktarı	α AlFeSi miktarı
1 gr	0,003	0,011732 gr	0,009535 gr

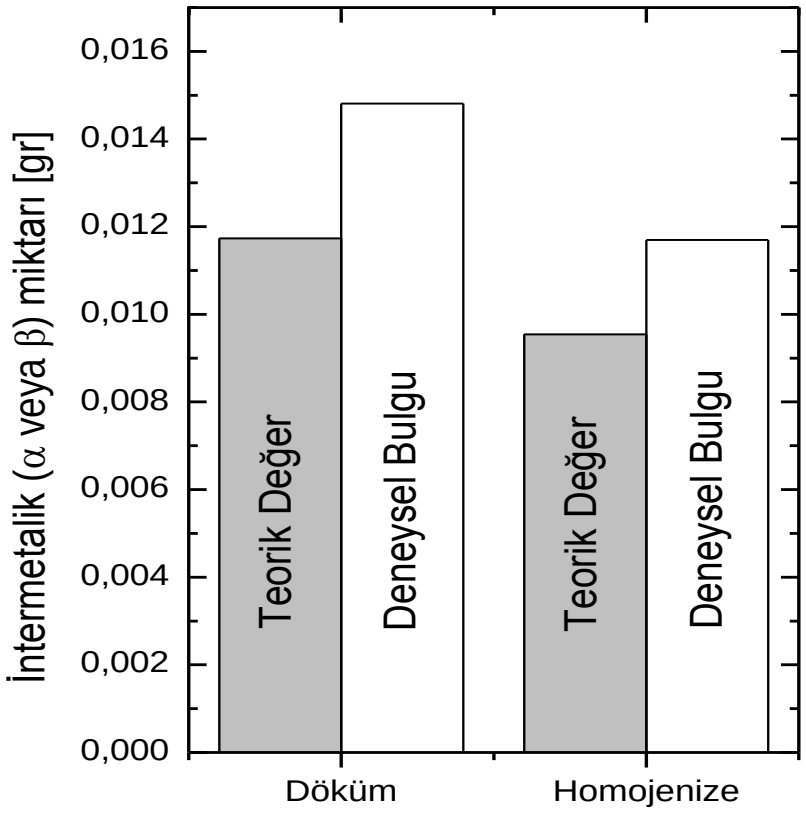
1 gr lık tam homojenize yapıdaki numunede deneysel olarak bulunan intermetalik miktarı: 0,011699 gr olarak bulunmuştur. Numune içerisindeki tüm intermetalikler α-AlFeSi olduğu kabulüyle (tam homojenize) teorik intermetalik miktarı olması gerekenden biraz daha yüksek çıkmıştır.

Bu farkın sebebi aşağıdakiler olabilir.

- Tüm intermetalikler α-AlFeSi değildir bir miktar β-AlFeSi da bulunmaktadır.
- Filtrenin üzerinde ve aralarında alüminyum bütoksit kalmıştır ve ağırlığı arttırmıştır.
- Filtrenin üzerindeki intermetalikler arasında Mg_2Si intermetalikleri de kalmıştır ve tartı değerini arttırmıştır.

1 gr lık döküm numunede deneysel olarak bulunan intermetalik miktarı: 0,014808 gr olarak bulunmuştur. Numune içerisindeki tüm intermetaliklerin β-AlFeSi olduğu kabulüyle teorik intermetalik miktarı olması gerekenden bir miktar yüksek çıkmıştır. Bu farkın sebebleri filtre üzerinde alüminyum bütoksit ve/veya Mg_2Si gibi intermetaliklerin kalmış olmasından olabilir.

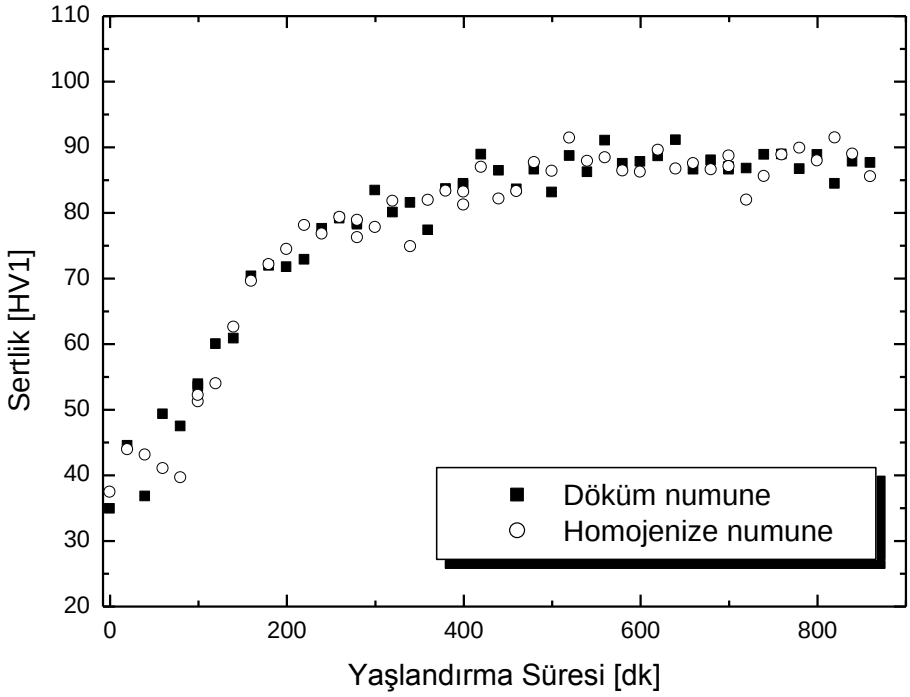
Şekil 8.12'de döküm ve homojenize numunede hem teorik hemde deneysel olarak bulunan intermetalik miktarlarının grafik hali gösterilmiştir. Deney sonucu bulunan intermetalik miktarının, teorik olarak olması gereken intermetalik miktarına yakın çıkmış olması, çözündürme ve süzme işlemenin ne kadar hassas bir şekilde yapıldığını göstermektedir.



Şekil 8.12 Döküm ve homojenize numunede teorik ve deneysel olarak bulunan intermetalik miktarları

8.3 Sertlik Testi

Döküm ve homojenize numunelerin yaşlandırma sırasındaki sertlik değişimleri Şekil 8.13'de verilmektedir. Her iki numune için yaklaşık 400-600 dk aralığında maksimum sertlik değerine ulaşılmaktadır. Her iki numunede yaklaşık 90HV sertlik değeri elde edilmiş olup homojenizasyon işleminin sertlikte belirgin bir etkisi görülmemiştir. Bu durum homojenizasyon işleminin etkisinin sertlik ölçümü yoluyla belirlenemeyeceği sonucunu ortaya koymaktadır. Oysa daha evvel verilen mikro yapılarda oldukça önemli değişiklikler olduğu bilinmektedir. Mikrosertlikte matris sertliğinin silisyum miktarına bağlı olarak değişmesine rağmen makro sertlikte önemli bir değişimin ortaya çıkmaması makro sertlik yönteminin kendi doğasından kaynaklanmakta olduğu düşünülmektedir.



Şekil 8.13 Döküm ve homojenize numunenin yaşlandırma süresine bağlı olarak sertlik değişimleri

8.4 Mikro Sertlik

Döküm numunesi ve 16 saat süreyle 560 °C de homojenize edilmiş AA6063 numuneler, metalografik hazırlama işleminden sonra en son parlatma yapılarak %0,5HF ile dağlanarak sertlik ölçmeye hazırlanmıştır.

Sertlik cihazında 10gr yük ile sertlikler ölçülmüştür. 40x büyütmede iz intermetalikler dışında matris α-Al tanelerinin içine denk getirilerek her iki numunedeki sertlikler ölçülmüştür.

Döküm numunede matris alüminyum taneciklerinden alınan üç sertlik değeri Çizelge 8.4'de verilmiştir.

Çizelge 8.4 Döküm numuneden alınan sertlik değerleri

Sertlik 1	18,47 HV
Sertlik 2	17,96 HV
Sertlik 3	19,97 HV
Ortalama	18,80 HV

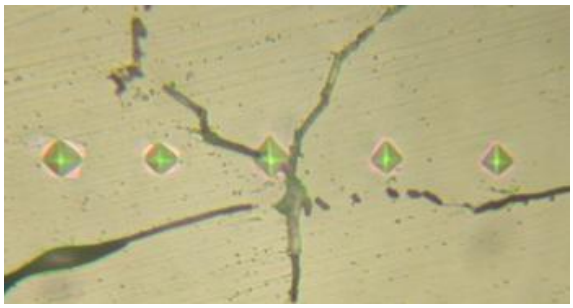
.

Homojenize numunede matris alüminyum taneciklerinden alınan üç sertlik değeri Çizelge 8.5'de verilmiştir.

Çizelge 8.5 Homojenize numuneden alınan sertlik değerleri

Sertlik 1	21,40 HV
Sertlik 2	21,76 HV
Sertlik 3	21,72 HV
Ortalama	21,62 HV

Döküm numunede tane sınırlarına yani intermetaliklere yakın olarak oluşturulan sertlik izlerinde ise tane içlerindeki izlere kıyasla 38,88 HV ve 24,81 HV gibi yüksek sertlikler çıkmıştır. Şekil 8.14 döküm numuneden alınan sertlik izlerini göstermektedir.



Şekil 8.14 Döküm numuneden alınan sertlik izleri

Döküm numunede β-AlFeSi intermetalikleri yoğundur. Bu faz Al_5FeSi stokiometrisinde olup α-AlFeSi (Al_8Fe_2Si) intermetaliğine kıyasla daha çok silisyum içermektedir. Malzeme içerisindeki silisyumun önemli bir bölümü bu β-AlFeSi intermetalik fazında bulunmakta matris silisyumca fakir kalmaktadır.

Homojenizasyon sırasında β-AlFeSi fazı α-AlFeSi intermetaliğine dönüşürken silisyum kaybetmekte, bu silisyum matris tarafından çözülmektedir (Daha doğru bir ifadeyle matrisin silisyumu çözme eğilimi nedeniyle β-AlFeSi intermetaliği α-AlFeSi intermetaliğine dönüşmeye zorlanmaktadır). Bu nedenle homojenize numunenin matrisi silisyumca daha zengindir. Bu çözünme nedeniyle matris tanelerinin sertliği daha yüksek çıkmıştır. Muhtemelen yapılacak bir nokta analizinde bu numunenin matrisindeki silisyum yüzdesi daha yüksek çıkacaktır.

9. SONUÇ

Mimari uygulamalarda en yaygın kullanılan orta sert AA6063 alüminyum alaşımlarında yapı içerisinde üretimden gelen demirin bulunma şekli ve homojenizasyon işlemiyle bu fazın ne şekilde etkilendiği ortaya konmuştur. Normalde yapı içerisinde algılanamayan AlFeSi fazları selektif çözündürme ile zenginleştirilerek XRD ile varlıkları yakalanabilir ve incelenebilir hale getirilmiştir. Çalışmada kullanılan butanol içerisindeki selektif çözündürme sonucu matrisin hemen hemen tamamen intermetaliklerden ayrılabileceği gösterilmiştir. Çalışma kapsamında kurulan düzenek ileride söz konusu intermetalikler üzerinde inceleme yapılması planlanan tüm çalışmalarda kullanılabilecek bir altyapı düzeneği işlevi görecektir.

Selektif çözündürme sonrası söz konusu intermetaliklerin gerçek morfolojileri net bir şekilde ortaya konabilmiştir. Döküm yapısındaki intermetalikler hemen hemen tamamen β-AlFeSi fazı olup üç boyutlu olarak yapraksı bir forma sahiptir. Buna karşın homojenize olmuş yapıda aynı intermetalikler α-AlFeSi fazına dönüşmekte ve şekil olarak parçalanıp küçülmekte yuvarlağa yakın çubuk formunu almaktadır.

İntermetaliklerin tartımları ile homojenize olmuş yapıda döküm yapısına göre daha az intermetalik olduğu da ölçülerek ortaya konmuştur. Bu durum döküm yapısındaki intermetaliklerdeki silisyumun homojenizasyon sonrası matristeki alüminyuma geçtiğinin bir göstergesidir. Aynı bulgu yapı içerisinde Al taneleri üzerinde yapılan lokal mikrosertlik değerleriyle de teyid edilmiştir. Homojenize numunelerde Al matrisin sertliği içerisinde çözünen Si oranı arttığından döküm numunelere kıyasla daha yüksek çıkmıştır.

β-AlFeSi formundaki yapraksı intermetaliklerin homojenizasyon sürecinde ufalarak daha çok sayıda küçük α-AlFeSi intermetaliklerine parçalanması bu ikinci fazın daha çok yüzey oluşturmasına rağmen β-AlFeSi intermetaliğine göre daha düşük bir serbest enerjiye sahip olması anlamına gelmektedir.

Günümüzde gelinen nokta itibari ile homojenizasyonda β-AlFeSi'den α-AlFeSi'ye faz dönüşümünün mekanizması hala net olarak bilinememektedir. Ancak bu çalışmada kullanılan selektif çözündürme tekniği iki fazın birbirine dönüşümünü aydınlatmaya yönelik verilerin elde edilmesine imkân verebilecek bir tekniktir. Bu yönde elde edilecek yeni bulgularla homojenizasyon işleminin daha iyi değerlendirilmesi ve hatta tamamen bertaraf edilerek istenilen homojenize yapının daha döküm aşamasında elde edilebilmesinin mümkün olabileceği umulmaktadır.

KAYNAKLAR

Griger A., Stefániay V., (1996), "Equilibrium and non-equilibrium intermetallic phases in Al-Fe and Al-Fe-Si Alloys", Journal of materials science, 31: 6645-6652.

Griger A., Stefániay V., Lendvai A., ve Turmezey T., (1989), "Possible Modification of Cast Structure by Continuous Casting Technology in AlFeSi Alloys Part III: Intermetallic Phases", Aluminium 65, 10: 1049-1056.

Dons A.L., (1984), " AlFeSi-Particles in Commercial Pure Aluminium", Z. Metallkde, 75: 170-174.

Allen C.M., O'Reilly K.A.Q., Cantor B., ve Evans P.V., (1998) "Intermetallic Phase Selection in 1xxx Al Alloys", Progress in Materials Science, 43: 89-170.

Tanihata H., Sugawara T., Matsuda K., ve Ikeno S., (1999), "Effect of casting and homogenizing treatment conditions on the formation of Al-Fe-Si intermetallic compounds in 6063 Al-Mg-Si alloys", Journal of Materials Sciences, 34: 1205- 1210.

Langerweger J., (1986), "Influence of Heat Treatment Practice on Extrudability and Properties of AlMgSi Alloy Selections", Proc. of Conf. Aluminium Techn, pp: 216-222.

Jidong Kang, David S. Wilkinson, Dmitri V. Malakhov, Herdawandi Halim, Mukesh Jain, J. David Embury ve Raja K. Mishra (2006), "Effect of Processing Route on The Spatial Distributions of Constituent Particlesand Their Role in The Fracture Process in AA5754 Alloy Sheet Materials", Materials Science and Engineering, 456: 85–92.

Keleşoğlu, E., (2009), "Al-Mg-Si Alasımlarında Homojenđzasyon Derecesi Endeksi Olusturulmasına Yönelik Bir Model", 4. Alüminyum Sempozyumu 15-16 Ekim 2009, İstanbul (Tr) p299-304.

Keleşoğlu, E., (2010), "A Study on Quantification of Homogenizing Treatment for Al-Mg-Si Alloy AA 6063", Materials Testing, 52.

Mondolfor L.F., (1976), "Aluminium Alloys: Structure and Properties", Published by ButterWorths & Co Ltd, London-Boston.

Mulazimoglu M.H., Zaluska A., Gruzleski J.E., ve Paray F., (1996), "Electron Microscope Study of Al-Fe-Si Intermetallics in 6201 Aluminum Alloy, Metallurgical and Materials Transactions", 27: 929-936.

Mohamed K. Abou Khatwa, Dmitri V. Malakhov, (2005), "On the thermodynamic stability of intermetallic phases in the AA6111 aluminum alloy", Science Direct, 30: 159–170.

Clode M. P., Sheppard T., (1986), "Surface Generation and Origin of Defects During Extrusion of Al Alloys", Proc. of Conf. Al. Techn. Londen, pp: 230-239.

Kuijpers N.C.W., Kool W.H., Koenis P.T.G., Nilsen K.E., Todd I., ve van der Zwaag S., (2003), "Assessment of Different Techniques for Quantification of α-Al(FeMn)Si and β-AlFeSi Intermetallics in AA 6xxxAalloys", Materials Characterization, 49: 409-420.

Kuijpers N.C.W., (2000), "Intermetallic Phase Transformations During Homogenisation of 6xxx Al Alloys", Delft University of Technology, Netherlands.

Pedro R. Goulart, Valentim B. Lazarine, Claudenete V. Leal, Jose´ E. Spinelli, Noe´ Cheung ve Amauri Garcia, (2009), "Investigation of Intermetallics in Hypoeutectic Al–Fe Alloys by Dissolution of the Al Matrix", Intermetallics 17: 753–761.

Donnadieu P., Lapasset G., Thanaboonsombut B., ve Sanders T.H., Jr, (1994), α-phase Particles in 6xxx Aluminium Alloys, The 4th International Conference held in Atlanta, Georgia, USA 11-16 September, pp: 668-675.

Skjerpe P., (1987), "Intermetallic Phases Formed During DC-Casting of an Al-0.25, Fe-0.13, Si Alloy", Metallurgical Transactions, 18A: 189-200.

Onurlu S., Tekin A., (1994), "Effect of Heat Treatment on the Insoluble Intermetallic Phases Present in an AA6063 Alloy", Journal of Materials Science, 29: 1652-1655.

Stephen, G., (1994), AI-Fe-Si Intermetallıcs in 1000 Series Aluminium Alloys, McGill University, Canada.

Zajac S., Hutchinson B., Johansson A., ve Gullman L.-O., (1994), "Microstructure Control and Extrudability of Al-Mg-Si Alloys Microalloyed with Manganese", Materials Science andTechnology, 10**:** 323.

Zajac S., Gullman L., Johansson A., ve Bengtsson B., (1996), "Hot Ductility of Some Al-Mg-Si Alloys", Materials Science Forum, 217-222: 1193-1198.

Zajac S., Hutchinson B., Johansson A., ve Gullman L.-O., (1994), "Microstructure Control and Extrudability of Al-Mg-Si Alloys Microalloyed with Manganese", Materials Science andTechnology, 10: 323.

Turmezey T., (1987), "AlFe and AlFeSi Intermetallic Phases in Aluminium Alloys", Materials Science Formum, 13/14: 121-132.

Birol Y., (1998), "Formation and Transformation of Intermetallic Particles in Strip-cast Al 0.8Fe-0.6Si Alloy", Z. Metallkd., 89: 7.

Langsrud Y., (1990), "Silicon in Commercial Aluminium Alloys What Becomes of it During DC Casting?", Key Engineering Materials, 44,45: 95-116.

Zaman, E., (2008), Alüminyum Alaşımlarında Homojenizasyon İşlmeminin Yapıya Etkileri ve İntermetalik Fazların Sibut Yöntemiyle Tespiti, Lisans Tezi, YTÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, İstanbul.

ÖZGEÇMİŞ

Doğum tarihi	08.04.1985	
Doğum yeri	Zonguldak/Ereğli	
Lise	1999-2002	Zonguldak Ereğli Lisesi
Lisans	2002-2008	Yıldız Teknik Üniversitesi Kimya-Metalürji Fakültesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü
Yüksek Lisans	2008-2010	Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalürji ve Malzeme Müh. Anabilim Dalı, Malzeme Programı