ÖN ALAŞIM + ÖN KARIŞIMLI ALUMIX 123 TOZUN SİNTERLEME VE ALAŞIMLAMA DAVRANIŞININ İNCELENMESİ

ILGIN AYAZGÜN

Gazi University, Faculty of Technology, Department of Metallurgical and Materials Engineering, 06560, Yenimahalle, Ankara.

Email: ilginayazgunn@gmail.com;

ORCID: 0009-0005-2495-1139.

YUSUF ÖZÇATALBAŞ

Gazi University, Faculty of Technology, Department of Metallurgical and Materials Engineering, 06560, Yenimahalle, Ankara.

Email: ozcatalbas@gazi.edu.tr

ORCID: 0000-0002-4256-8492

ÖZET

Ticari Alumix 123 tozu, kimyasal içerik bakımından dövme Al2014'e benzeyen alüminyum alaşımı metal tozudur. Bu toz, havacılık ve otomotiv endüstrisi başta olmak üzere imalat sektöründe kullanılan başlıca alaşımlardan biridir. Ancak üretim ve piyasaya arz sürecinde AlSiMg ön alaşımlı metal tozları ile birlikte, Al+4,5Cu içeriği ile ön karışımlı toz olarak hazırlanır. Bu durum ise gerek sinterleme veya gerekse sıcak presleme sürecinde Al-%4,5Cu alaşımının sağlanmasında bazı problemler oluşturabilmektedir. Bu çalışmada, Alumix 123 tozunun farklı sıkıştırma basınçlarında soğuk preslenmesi sonrası üç farklı sıcaklıklarda bir saat süre ile sinterlenmesi ile oluşan mikroyapılar ve alaşımlanabilme özelliği karakterize edilmiştir. Optik ve taramalı elektron mikroskop (SEM) çalışmaları ile üretilen toz metal (TM) parçaların mikroyapıları ve sinterlenebilirliği incelenmiştir. Özellikle ön karışımlı tozun oluşturduğu Al-Cu alaşımlama durumu ve oluşan fazlar, SEM-EDS analizleri ile incelenmiştir. Deney sonuçları göstermiştir ki, en yüksek sıkıştırma basıncında (500MPa) ve 570 °C sinterleme sıcaklığında en yüksek yoğunluk sağlanmıştır. Minimum sıkıştırma basıncı olan 300 MPa'da ve 500 °C sinter sıcaklığında ise minimum ham ve sinterleme sonrası yoğunluk sağlanmıştır. Sinterleşme problemi ile oluşan gözeneklilik ve düşük sinterleme sıcaklığı Al4,5Cu alaşımlanma durumunu olumsuz etkilemiştir. En yüksek sıcaklık olan 640 °C'deki sinterleme işleminde ise yer yer bu Al-Cu konsantrsayon farklılıkları nedeniyle oluşan ötektik oran sebebiyle TM malzeme içinde kısmi sıvı fazların oluştuğu görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Toz Metalurjisi, Alumix 123, Sinterlenebilirlik, Alaşımlama, Mikroyapı

INVESTIGATION OF SINTERING AND ALLOYING BEHAVIOR OF PREALLOY + PREMIXED ALUMIX 123 POWDER

ABSTRACT

Commercial Alumix 123 powder is an aluminum alloy metal powder similar in chemical composition to wrought Al2014. This powder is one of the primary alloys used in manufacturing, particularly in the aerospace and automotive industries. However, during the production and marketing processes, it is prepared as a premixed powder with an Al+4.5%Cu content, along with AlSiMg prealloyed metal powders. This can create some problems in obtaining the Al-4.5%Cu alloy during both the sintering and hot pressing processes. In this study, the microstructure and alloying properties of Alumix 123 powder were characterized by cold pressing under different compression pressures and sintering at three different temperatures for one hour. The microstructure and sinterability of the produced powder metal (PM) parts were investigated using optical and scanning electron microscope (SEM) studies. In particular, the Al-Cu alloying state of the premixed powder and the resulting phases were investigated by SEM-EDS analyses. Experimental results showed that the highest density was achieved at the highest compression pressure (500 MPa) and sintering temperature of 570 °C. The minimum density, both as-cast and after sintering, was achieved at the minimum compression pressure of 300 MPa and sintering temperature of 500 °C. The porosity resulting from the sintering problem and the low sintering temperature negatively affected the Al4.5Cu alloying process. However, during the sintering process at the highest temperature of 640 °C, partial liquid phases were observed to form within the PM material due to the eutectic ratio resulting from these Al-Cu concentration differences.

Keywords: Powder Metallurgy, Alumix 123, Sinterability, Alloying, Microstructure

1.GİRİŞ

Alüminyum alaşımları günümüzde çelikten sonra en çok kullanılan metalik mühendislik malzemeleridir (Altenpohl, D.G., 1980). Yüksek dayanım ve hafiflik özellikleri sayesinde çoğunlukla havacılık ve otomotiv gibi endüstrilerde kullanılmaktadır (Rudinsky et al., 2016), (C. Padmavathi, A. Upadhyaya, D. Agrawal, 2011). Günümüz teknolojisine bağlı olarak gelişen malzeme bilimi, endüstrideki gelişmelere paralel olarak önemli bir yer tutmaktadır. İmalatçılar, daha hafif ve daha mukavemetli yapılar elde etmek için maliyeti yüksek araştırmalar yapmaktadırlar. Alüminyum alaşımlarının çeşitli sinterleme teknikleriyle toz parçacıklarının konsolidasyonu yoluyla bu tür endüstriler için küçük parçalar üretmede etkili olduğu kanıtlanmıştır. Toz metalurjisi yöntemleri günden güne gelişmekte olan yöntemlerden biridir.

Alümix123 tozunun ana matrisi olan Al, ağırlıkça yaklaşık %94 oranında bulunur. Karışım elementi olan Cu %4,5 oranında bulunabilir. Diğer alaşım elementlerinden Si %0,8, Mg %0,5 oranındadır (Judge et al., 2017). Ön alaşımlı tozlar mikroyapı ve kimyasal özellikler bakımından birbiri ile aynıdır, alaşım tamamen homojendir. Alümix123 tozu, alaşımlandırılmış toz partiküllerine ağırlıkça %4,5 oranında saf bakır elementi eklenerek oluşturulan heterojen bir karışımdır (Özçatalbaş et al., 2018; Judge et al., 2017).

Toz metalurjisi üretim yönteminin amacı, metal tozlarını ergitmeden basınç ve sıcaklık yardımıyla dayanıklı cisimler haline sokmaktır. Toz metal partiküllerin üretimi, karakterizasyonu, sıkıştırılması ve sinterlenmesi aşamalarını kapsar. Deneyde kullandığımız Alümix123 toz malzeme, en yaygın toz üretim metodu olan atomizasyon ile üretilmiştir. Alüminyum esaslı toz metalurjisi uygulamalarında, özellikle Alumix 123 gibi ön karışımlı tozların sinterleme öncesi özelliklerini iyileştirmek ve oksit tabakasını kırmak amacıyla Mekanik Alaşımlama (MA) yöntemi kullanılabilmektedir (Delibalta, C. G., & Özçatalbaş, Y., 2018, ISLAC). Üretilmiş tozlar belirlenen basınçta sıkıştırılarak ham mukavemet kazandırılır. Sıkıştırma aşamasında parçacıklar arası bağ oluşmaz ve mekanik bir işlemdir, yaygın olarak oda sıcaklığında yapılır. Sinterleme ise bu üretim yönteminin en kritik noktasıdır. Bu işlemde malzeme ergime sıcaklığının altında, belirlenen sıcaklıkta ve sürede ısıtılarak atomlar arası bağlar oluşturulur. Böylece malzeme sertlik ve mukavemet kazanır. Sinterleme anında bir atom saniyede 10^14 kez titreşir. Katı hal ve sıvı hal sinterlemesi olmak üzere iki türü vardır. Eğer kullanılan toz bir karışım veya alaşım şeklinde ise tüm malzemelerin ergime sıcaklığının altında sinterleme yapıldığında buna katı hal sinterlemesi denir. En az bir alaşım elementinin ergime noktasının üzerinde sinterleme yapıldığında sıvı faz görmek mümkündür ve buna sıvı hal sinterlemesi denir (Özçatalbaş et al., 2018). Alümix123 tozu kimyasal kompozisyon bakımından dövme AAl2014 alaşımına benzer.

Alüminyum alaşımların toz metalurjisi ile üretiminde genellikle elementel tozlar, önalaşımlı tozlar veya ön karışımlı tozlar kullanılır. Difüzyonla birleştirilmiş alüminyum tozlarına literatürde rastlanılmamakla birlikte, alüminyum tozlarının oksitlenmesinin engellenmesi için polimer esaslı kaplamalarla kaplandığı bazı çalışmalar mevcuttur (Gökçe vd., 2017).

Bu çalışmada, Alumix 123 tozunun farklı basınçlarda soğuk preslenmesi ve sonrası üç farklı sıcaklıklarda bir saat sinterlenmesi ile oluşan mikroyapılar ve alaşımlanabilme özelliği karakterize edilmiştir.

2.MALZEME VE METOD

2.1 Malzeme

Bu çalışmada kullanılan toz malzeme atomizasyon yöntemiyle üretilmiştir. Kimyasal kompozisyon bakımından AA2014 malzemeye eşdeğerdir (Al, Cu, Si, Mg). AlSiMg ön alaşımlı alüminyum tozu içerisine, ağırlıkça %4,5 oranında Cu tozu karıştırılarak ön karışımlı toz elde

edilmiştir. Kimyasal bileşimi Çizelge 1'de verilen, Eckart Granulers tarafından üretilen Ecka Alumix123 olarak bilinen ön-karışımlı alüminyum esaslı tozdur ve yağlayıcı içermemektedir.

Çizelge.1: Deneyde kullanılan malzemenin kimyasal bileşimi (% ağırlık)

Alaşım	Al	Cu	Si	Mg
AlCuSiMg	94,3	4,5	0,7	0,5

2.2 Sıkıştırma

Sıkıştırma işlemi sinterleme öncesi toz parçacıkların mekanik olarak birleşmesiyle ham mukavemet ve ham yoğunluk sağlanarak şekillendirmek için yapılır. Sıkıştırma işlemi, tek yönlü zımba ile 31mm uzunluğunda ve 13 mm genişliğindeki bir kalıp boşluğunda gerçekleştirilmiştir. Sıkıştırma işlemi Instron marka, tek eksenli hidrolik pres makinesi vasıtasıyla 300, 400, 500 MPa olmak üzere üç farklı basınçta yapılmıştır. Presleme işlemi oda sıcaklığında gerçekleşmiştir.

Sıkıştırma işlemi sonrası numunelerin ham yoğunlukları, boyutları ölçülerek hesaplanan hacimlerine hassas terazide ölçülen ağırlıklarının bölünmesi ile hesaplanmıştır. Sinter sonrası yoğunluk ölçümleri Archimed prensibine göre yapılmıştır.

Sıkıştırma işleminde kullanılan kalıbı yağlamak için çinko stearat ve alkol karışımı kullanılmıştır. Bu yağlayıcının kullanım amacı; presleme sırasında toz parçacıkları ve kalıp arasındaki sürtünmeyi azaltmak, numunenin kalıptan çıkarılmasını kolaylaştırmak ve kalıp ömrünü uzatmaktır.

2.3 Sinterleme

Toz parçacıkların katı halde difüzyonu ile TM malzemeye sertlik ve mukavemet kazandırmak için sinterleme yapıldı. Bunun için 'Protherm Furnaces' marka tüp sinter fırını kullanıldı. Bu işlem, numunelerin oksidasyona uğramaması için kontrollü atmosfer ortamında gerçekleştirilmiştir. Sinterleme süresince fırına devamlı olarak argon gazı gönderilmiş ve ortamda olabilecek oksijeni bağlamak için de numunelerin üst yüzeyleri titanyum granürlerle kapatılmıştır.

Sinterleme işleminin mikroyapıya ve gözenekliliğe etkilerinin araştırılması için üç farklı sıcaklık seçilmiştir. 500, 570 ve 640°C'lerde; tüm numuneler için sinterleme süresi 60 dakika olarak belirlenmiştir. Isıtma hızı 10°C /dk olarak ayarlanmış, numuneler istenilen sıcaklıkta bir saat tutulduktan sonra fırın ortamında yavaş soğumaya bırakılmıştır.

2.4 Optik ve Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) Analizi

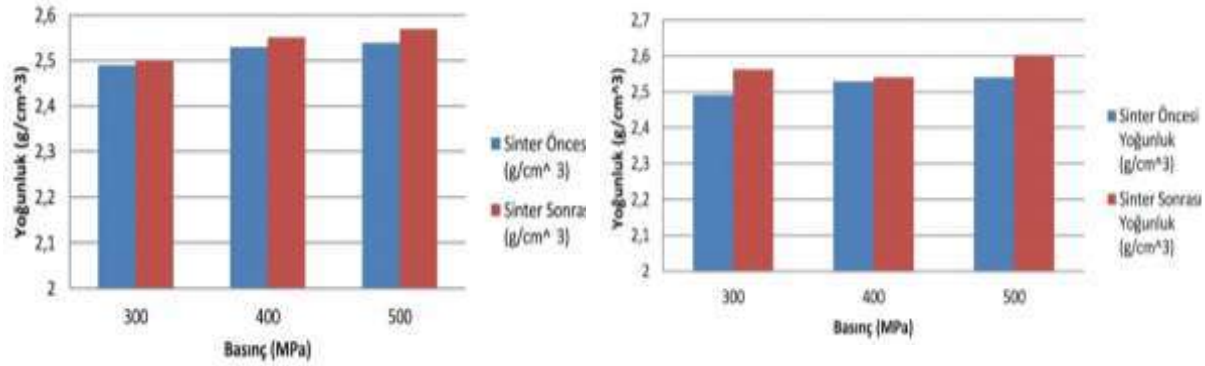
SEM analizinde kullanılacak olan 500 MPa'da preslenen ancak üç farklı sıcaklıkta sinterlenen TM numunelerin yüzeyleri uygun metalografik işlemlerden geçerek hazırlanmıştır. Sırasıyla 400, 800, 1200 gritlik zımparalarda zımparalanmış ve elmas çözelti ile parlatma işlemi yapılmıştır. Mikroyapıyı belirlemek için Kellers çözeltisi hazırlanarak yüzey dağlama işlemi gerçekleşmiştir.

Mikroyapı analizleri taramalı elektron mikroskobunda (SEM) yapılmıştır. SEM analizi esnasında malzeme EDS (Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi) analizine tabii tutulmuştur. Böylece yüzeydeki kimyasal kompozisyonlar incelenmiş, Al-Cu konsantrasyon analizleri yapılmıştır.

3. DENEYSEL BULGULAR

3.1 TM Numunelerin Ham ve Sinter Yoğunlukları

Yapılan yoğunluk ölçümlerinde genel olarak sıkıştırma basıncının artmasıyla, yoğunluğun arttığı söylenebilir. Ancak, 400 MPa dan sonra artan sıkıştırma basıncının ham yoğunluğa etkisinin olmadığı görülmektedir. Alumix 123 malzemenin sinterlenme davranışında sıcaklığın artmasıyla yoğunluğun da arttığı gözlenmiştir. 570 °C'de malzemenin sinter sonrası yoğunluğunun en yüksek ve dolayısıyla gözeneklilik oranının düşük olduğu görülmektedir.

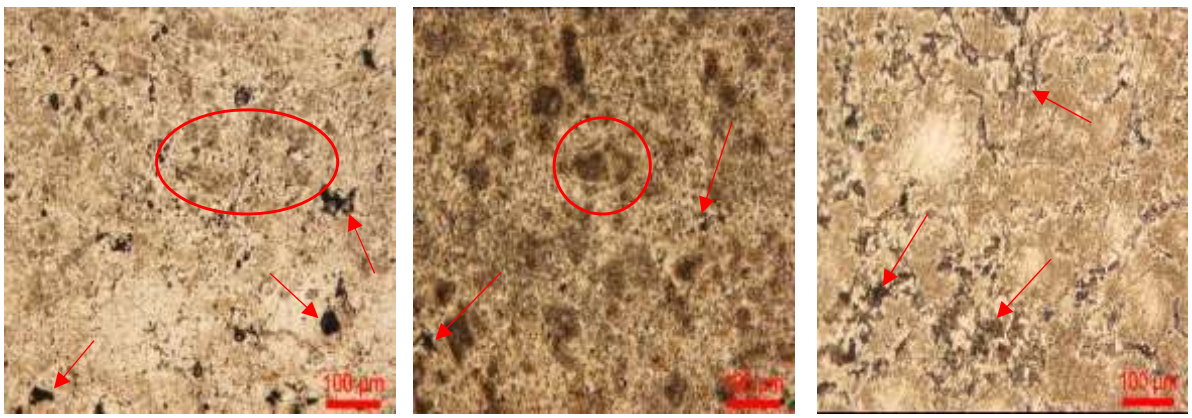


a) 500 °C'de sinterlenmiş b)570 °C'de sinterlenmiş

Şekil 1. TM numunelerin sıkıştırma basıncı ve sinter sıcaklığına bağlı değişen ham ve sinter yoğunlukları a) 500 °C'de b) 570 °C'de sinterlenmiş

3.2 Mikroyapı ve SEM Analizleri

TM numunelerin sinterleme sonrası mikroyapısal değişimleri ile ilgili optik mikroskop görüntüleri Şekil 2'de verilmiştir. Burada özellikle düşük sıcaklıkta sinterleme ile oluşan sinter sonrası gözenekler açıkça görülmektedir (Şekil 2a'da oklarla gösterildi). Bununla birlikte yer yer daha koyu renk tonunda bakırca zengin fazlar da çember içinde gösterilmiştir. Sinter sıcaklığı 570°C olan numunede ise Cu'ca zengin fazlar görülmekle birlikte (Dağlama bu numunede fazla olmuştur) çok daha küçük ve az sayıda gözenek oranı görülmektedir. 640 °C'de sinterlenmiş TM malzemesinde ise çok yoğun olarak muhtemel sıvı faz olumundan kaynaklı mikro boşluklar mevcuttur.

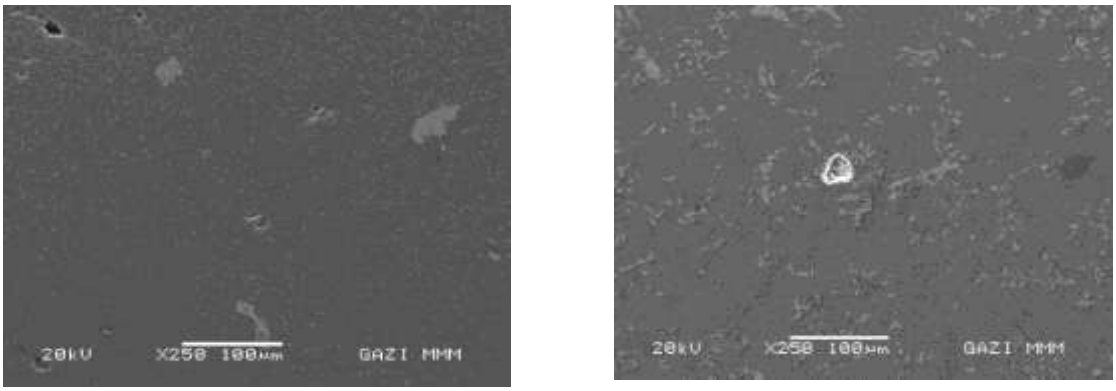


a) 500 °C'de sinterlenmiş b) 570 °C'de sinterlenmiş c) 640 °C'de sinterlenmiş

Şekil 2. 500 MPa basınçta sıkıştırılmış ve farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş TM numunelerin mikroyapıları

Şekil 3'de 500°C ve 640°C sıcaklıklarda sinterlenmiş TM numunelerin SEM görüntüleri verilmiştir. Düşük sıcaklıkta sinterlenmiş numunede sinter yetersizliği nedeniyle oluşmuş

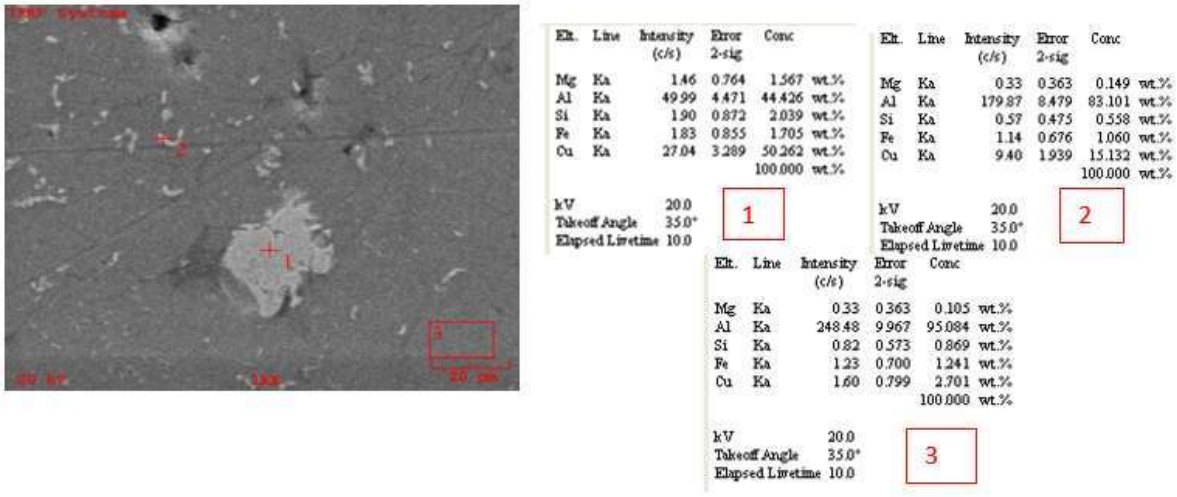
gözenekler açıkça görülmektedir. Ayrıca karışım olarak bulunan Cu parçacıkları da neredeyse orijinal başlangıç formlarını korumakta ve Al matris içinde yeterince çözünmedikleri anlaşılmaktadır. Bununla birlikte özellikle üst kısımlarda az oranda da olsa Cu'ca zengin çökelti fazları dikkat çekmektedir. Bu bakımdan bu sıcaklıkta Al-Cu alaşımla oranının düşük olması muhtemeldir. Ancak Şekil 3b'de durum farklıdır ve Al matris de neredeyse homojen yayınmış denebilecek oranda Cu'ca zengin çökelti fazların oluştuğu görülmektedir. Ayrıca bu fazların yoğun olduğu bölgede sıvı faz kaynaklı gözenek oluşumu da dikkat çekicidir.



a) 500°C'de sinterlenmiş b) 640°C'de sinterlenmiş

Şekil 3. 500°C ve 640°C sıcaklıklarda sinterlenmiş TM numunelerin SEM görüntüleri

Şekil 4'de ise 500°C'de sinterlenmiş TM numunenin SEM görüntüsü ve EDS analiz sonuçları verilmiştir. Şekil 4a'daki SEM fotoğrafında yaklaşık 20 -25 µm boyutlarında Cu'ca zengin fazın yanında yer yer çevresinde çok daha küçük çökelti fazları görülmektedir. İri parçacık EDS analizinde %50 civarında Cu ve %44 civarında ise Al içerdiği görülmektedir (Şekil 4b). Diğer küçük boyutlu çöketi fazların ise %15 civarında Cu içerdiği görülmektedir. Diğer taraftan Al matrisin Cu içeriğinin %2,7 oranında olduğu 3 numaralı EDS analizinden anlaşılmaktadır. Bu sonuçlar değerlendirildiğinde, %4,5 Cu içeren Al alaşımının bu sıcaklıkta sağlanamadığı söylenebilir. Gerek sinterleme süresi ve gerekse sıcaklığı bakımından yeterli olmadığı görülmektedir.



a) 500°C'de sinterlenmiş b) EDS analiz sonuçları

Şekil 4. 500°C'de sinterlenmiş TM numunenin SEM görüntüsü ve EDS analiz sonuçları

Şekil 3b'de verilen 640 °C sıcaklıklarda sinterlenmiş TM malzeme SEM görüntüsünde ise iri Cu'ca zengin parçacıklar bulunmasa dahi çok daha küçük boyutlardaki çökelti fazların varlığı gösterilmiştir. Ancak bu sıcaklıkta oluşan aşırı sıvı faz, makro boyuta dahi TM malzemenin biçimini bozduğu için bu karışım için uygun sinter sıcaklığı olmadığını göstermektedir.

4. SONUÇ

Bu deneysel çalışma bulgularına göre aşağıdaki sonuçlar özetlenebilir;

- Yapılan yoğunluk ölçümlerinde sıkıştırma basıncının artmasıyla, yoğunluğun arttığı ve gözenekliliğin azaldığı, ancak 400 MPa'dan sonra artan sıkıştırma basıncının ham yoğunluğa etkisinin olmadığı belirlenmiştir.

- En düşük sinterleme sıcaklığı olan 500°C'de katı hal sinterlenmesi gerçekleşmiş ancak, bakır parçacıkları neredeyse başlangıçtaki yapısını korumuştur. Bununla birlikte kısmi olarak Cu'ca zengin çökeltilerde meydana gelmiştir. Fakat al matriste Cu segregasyonu çok yoğundur ve bakırın alüminyuma difüzyonu yetersiz kalmıştır.

- 570°C sinterleme işlemi ile mikroyapıda daha küçük çökeltiler şeklinde bakırca zengin fazlar görülmekle gözenek yoğunluğunda azalma belirlenmiştir. Bu sıcaklıkta sinterlenen numunelerde belirgin bir sıvı faz oluşumuna rastlanmamış ve TM numuneler fiziksel bütünlüğünü korumuştur.

- En yüksek sıcaklık olan 640°C'deki sinterleme işleminde ise yer yer Al-Cu konsantrasyon farklılıkları nedeniyle oluşan ötektik oran sebebiyle TM malzeme içinde sıvı fazların oluştuğu görülmüştür. Mikroyapıda yaygın olarak küçük boyutlardaki çökelti fazların varlığı belirlenmiştir. Ancak bu sıcaklıkta oluşan aşırı sıvı faz, makro boyuta dahi TM malzemenin fiziksel bütünlüğünü bozmuştur.

KAYNAKÇA

[1] Altenpohl, D. G. 1980. Present Structure and Future Trends in Key Materials Industries. Materials in World Perspective: Assessment of Resources, Technologies and Trends for Key Materials Industries, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, Heidelberg p. 21–126.

[2] Rudinsky, S., Hendrickx, P., Bishop, D. P., & Brochu, M. (2016). *Spark plasma sintering and age hardening of an Al–Zn–Mg alloy powder blend. Materials Science and Engineering:* A, 650, 129–138.

[3] Padmavathi C., A. Upadhyaya, D. Agrawal,Effect of microwave and conventional heating on sintering behavior and properties of Al–Mg–Si–Cu alloy,Materials Chemistry and Physics,Volume 130, Issues 1–2,2011,Pages 449-457,ISSN 0254-0584,https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2011.07.008.

[4] Judge, W. D., Bishop, D. P., & Kipouros, G. J. (2017). Industrial sintering response and microstructural characterization of aluminum powder metallurgy alloy Alumix 123. *Metallography, Microstructure, and Analysis*, *6*(5), 375–382.

[5] Delibalta, C. G., & Özçatalbaş, Y. (2018). "Alumix 123 Ön Karışımlı Tozların Mekanik Alaşımlanma Sürecine Yağlayıcıların Etkisi". *1st International Symposium on Light Alloys and Composite Materials (ISLAC'18)*.

[6] Özçatalbaş, Y., Köprülü, K., Mutlu, N., Kurt, A., & Gülenç, B. (2018). Al+%4,5 Cu ön karışımlı tozların alaşımlanmasına ısıl işlemlerin etkisi. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Bölüm C: Tasarım ve Teknoloji,* 6(2), 33-43.

[7] Sahin T., And Özçatalbaş Y. , "Effect of Zinc Stearate and Pre-Compaction Pressure on Sintering of Alumix123 Powder," *Journal of Polytechnic*, vol.24, no.2, pp.703-710, 2021.

[8] Gökçe, A., Fındık, F., & Kurt, A. O. (2017). Alüminyum ve alaşımlarının toz metalurjisi işlemleri. *Mühendis ve Makina*, 58(686), 21-47.

[9] Randall M. German, Sinterleme Teorisi ve Uygulaması, s. 568. ISBN 0-471-05786-X. Wiley-VCH , Ocak 1996.