

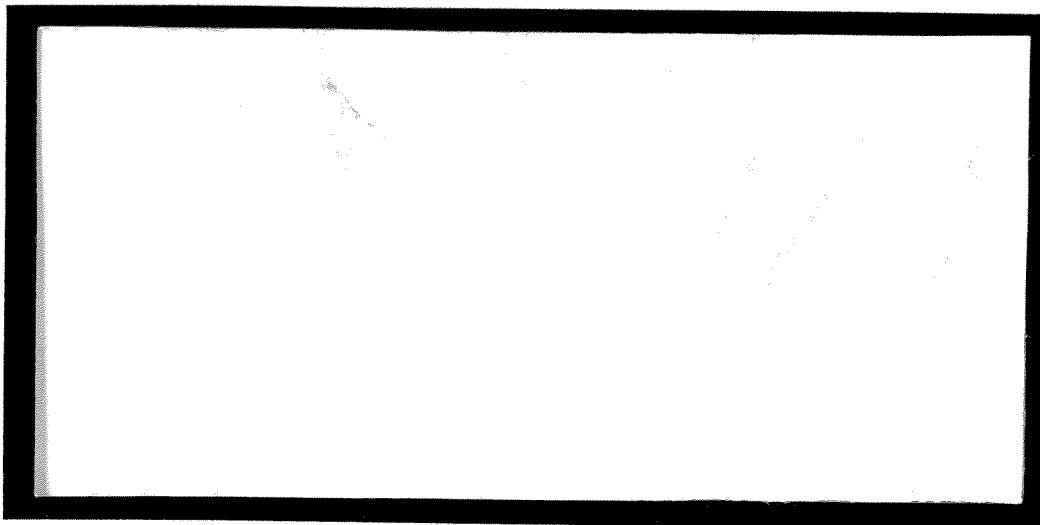
DUP

2002-121



TÜRKİYE BİLİMSEL VE  
TEKNİK ARAŞTIRMA KURUMU

THE SCIENTIFIC AND TECHNICAL  
RESEARCH COUNCIL OF TURKEY



**Makina, Kimyasal Teknolojiler, Malzeme ve İmalat Sistemleri  
Araştırma Grubu**

**Mechanical Engineering, Chemical Technologies, Material  
Sciences and Manufacturing Systems Research Grant  
Committee**

**BAKIR ESASLI ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARIN  
TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ  
VE KARAKTERİZASYONU**

**PROJE NO: MİSAG-121**

PROF. DR. BİLGEHAN ÖGEL  
PROF. DR. ŞAKİR BOR  
ARCAN DERİCİOĞLU  
CANSU GÜRHAN

EYLÜL 2001  
ANKARA

## ÖNSÖZ

Şekil bellekli alaşımalar (ŞBA) ise çok farklı deformasyon özellikleri ile klasik alaşımlardan ayrırlırlar. Bir şekil bellekli alaşım deforme olduktan sonra, bir dış etki ile (örneğin sıcaklık artışı) tekrar eski şecline dönebilme özelliğine sahiptir. Bu nedenle ŞBA'lar teknolojik açıdan önem kazanmışlardır ve bu konuda yoğun araştırmalar sürdürülmektedir. Şekil bellekli alaşımalar Ti-Ni, Au-Cd veya Cu-Zn-Al esaslı olabilir. Ancak, gerek üretim kolaylıklarları, gerekse düşük üretim maliyetleri dolayısı ile Cu-Zn-Al alaşımaları, üzerinde en çok araştırma yapılan alaşım sistemidir.

Cu esaslı ŞBA'lar, konvensiyonel döküm ve haddeleme yöntemi ile üretilmektedir. Ancak, klasik döküm ve haddeleme yönteminde tane büyümesi ve çinko kaybı bir problem olarak karşımıza çıkmaktadır. Toz metalurjisi yöntemi şekil bellekli alaşımarda belirgin avantajlar sağlayabilir. Bu avantajlar: kimyasal bileşimin hassas olarak ayarlanabilmesi, çinko kaybının önlenmesi ve tane boyutunun islahi olarak sıralanabilir. Bu avantajlar gözönüne alınmış ve bu projede, Cu-19,5Zn-7Al bileşimine sahip şekil bellekli alaşımın toz metalurji yöntemi ile üretilmesi amaçlanmıştır.

Bu proje MİSAG-121 Kodu altında TÜBİTAK Makina, Kimyasal Teknolojiler, Malzeme ve İmalat Sistemleri Araştırma Grubu tarafından desteklenmiştir.

## İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ .....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
ŞEKİL LİSTESİ.....	iv
ÇİZELGE LİSTESİ.....	v
ÖZET.....	vi
ABSTRACT.....	vii
1. GİRİŞ	
1.1. Konunun Güncel Durumu.....	1
1.2. Projenin amacı ve Kapsamı.....	2
2. GELİŞME	
2.1. Literatür Özeti.....	4
2.2. Deneysel Yöntem.....	6
2.2.1. Malzeme.....	6
2.2.2. Alaşım Üretimi.....	6
2.2. Deneysel Bulgular.....	9
2.2.1. Toz Sinterleme Çalışmaları.....	9
2.2.2. Al Tozunun Cu Tozu İçindeki Davranışı.....	12
2.2.3. Sıcak Presleme ve Homojenizasyon Çalışmaları....	17
2.2.4. Haddeleme Çalışmaları.....	22
2.2.5. Tane Boyu İslah Çalışmaları.....	26
2.2.6. Cu-19,5Zn-7Al Numunelerde Şekil Bellek Özelliği...	27
3. SONUÇLAR.....	28
4. REFERANSLAR.....	30
5. EK-I.....	31

## ŞEKİL LİSTESİ

Şekil.1.	Metal tozlarının şekil bellekli alaşım üretiminde işlem basamakları.....	7
Şekil.2.	Tane boyutu islahi amacı ile şekil bellekli alaşım üretim şeması.....	8
Şekil.3.	Cu ve Cu-Al toz karışımının sinterleme sonrası ulaştığı yoğunluklar.....	10
Şekil.4.	Katı çinko'nun buhar basıncının sıcaklıkla değişimi.....	11
Şekil.5.	Cu-Al denge çizelgesi.....	13
Şekil.6.	Cu-Al合金ının 650°C'daki difüzyonunun şematik kompozisyon değişimi.....	14
Şekil.7.	Cu-Al合金ının 650°C'daki difüzyonu sonrası şematik kompozisyon değişimi..	15
Şekil.8.	Cu-Al sisteminde gözenek oluşum mekanizmasının şematik gösterimi.....	16
Şekil.9.	500°C sıcaklıkta homojenizasyon yapılmış Cu-%5Al alaşımı.....	17
Şekil.10.	Cu-%5Al toz karışımının sıcak preslendikten sonra iç yapısı.....	18
Şekil.11	750°C'da homojenize edilmiş Cu-%5Al toz karışımının iç yapısı.....	19
Şekil.12	900°C'da homojenize edilmiş Cu-%5Al toz karışımının iç yapısı.....	20
Şekil.13.	650°C'da homojenize edilmiş Cu-%5Al numunesinde Al tozunun neden olduğu gözenek.....	20
Şekil.14.	Cu-Zn-Al toz karışımının 650°C'de sıcak preslenme sonrası iç yapısı....	21
Şekil.15.	Cu anayapı içinde Al tozunun homojenizasyon işlemi (900°C) sonrası gözenek oluşturulması.....	22
Şekil.16.	Sıcak preslenip sıcak haddelenen CuZnAl alaşımı.....	24
Şekil.17.	Homojenize edilmiş ve haddelenmiş numunede, tane içinde martensit ve tane sınırlarında Widmanstatten $\alpha$ fazı oluşumu.....	24
Şekil.18.	Haddeleme sonrası numunelerde oluşan çatlaklar.....	25
Şekil.19.	$\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> tozu katılarak tane inceltme işlemi uygulamış numune.....	26

## **ÇİZELGE LİSTESİ**

<b>Çizelge.1.</b> Preslenmiş Cu-19,5Zn-7Al toz karışımının ağırlık değişimi.....	11
<b>Çizelge.2.</b> Preslenmiş Cu-Al tozlarının homojenizasyon sıcaklıkları.....	18
<b>Çizelge.3.</b> Homojenizasyon sıcaklığına bağlı olarak numunelerde görülen çinko kaybindan kaynaklanan ağırlık kaybı.....	22

## ÖZET

MİSAG-121 No'lu projede, Cu-19,5Zn-7Al şekil bellekli合金的混合物的toz metalurji yöntemi ile üretilmesi planlanmıştır. Alaşım tozu, uygun oranlarda saf Cu, Zn ve Al metal tozlarının karıştırılması ile hazırlanmıştır. Tozların soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi çinko kaybını engellememiştir. Ayrıca, aluminyum tozu iç yapışa gözeneklere neden olmaktadır. Al tozu sinterlemenin erken safhalarında erimekte ve katılma sonrası gözenek bırakmaktadır. İnce Al ( $25\mu\text{m}$ ) tozu kullanılarak  $650^\circ\text{C}$ 'da sıcak preslenen numunelerde gözenekler ve çinko kaybı en aza indirgenebilmiştir. Sıcak presleme işlemi sonrası  $900^\circ\text{C}$ 'da homojenize edilen numunelerin iç yapısı martensit fazından oluşmaktadır. Sıcak haddelenerek şerit haline getirilen numuneler şekil bellek özelliği göstermektedir. Bu numunelerin dönüşüm sıcaklığının  $100^\circ\text{C}$ 'ın altında olduğu tespit edilmiştir. Ancak, bu yöntem ile elde edilen numuneler gevrektdir. Tane ıslahı amacı ile合金的混合物的alaşım tozuna katılan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  tozu ( $0.05\mu\text{m}$ ) başarılı olmuştur. Taneler ortalama  $25\mu\text{m}$  boyutlarında olup, klasik yöntemler ile üretilen合金的混合物的alaşımlardakine göre en az dört kat daha ufaktır.

## **ABSTRACT**

In MİSAG-121 Project, the Cu-19,5Zn-7Al shape memory alloy was produced using powder metallurgy methods. Alloy powder was prepared by mixing elemental Cu, Zn and Al metal powders. Zinc loss due to evaporation could not be avoided by conventional compacting and sintering. Also, Al powder particles cause pores in the microstructure during sintering. The mechanism of pore formation was found to be due to premature liquid formation at the original sites of Al powder, which leave residual pores upon solidification. The pores and zinc loss are found to be minimized, when a finer Al powder ( $25\mu\text{m}$ ) was used and the compact was hot pressed at  $650^\circ\text{C}$ . A homogenization heat treatment at  $900^\circ\text{C}$  yields a single phase martensitic structure. Specimens can be hot rolled in the form of strips. The final product shows shape memory effect. The transformation temperature was found to be lower than  $100^\circ\text{C}$ . However, the ductility of the specimens are low at room temperature. The grain refinement was achieved, after an addition of  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  powder ( $0.05\mu\text{m}$ ). The size of the grains are at least four times smaller than conventional alloys.

## I. GİRİŞ

### 1.1. KONUNUN GÜNCEL DURUMU

Metaller plastik deformasyon özelliğine sahip malzemelerdir. Belirli bir yük altında istenilen şeklin verilebilmesi, metal ve alaşımının mühendislik uygulamalarında çok yaygın olarak kullanılmasına neden olmuştur. Ancak, klasik alaşımlar plastik deformasyon sonrası kalıcı şekil değişimi gösterirler. Eski biçimlerine dönmemeleri, ancak ikinci bir plastik deformasyon ile mümkün olur.

Şekil bellekli alaşımlar (ŞBA) ise çok farklı deformasyon özellikleri ile klasik alaşımlardan ayrırlar. Bir **şekil bellekli alaşım**变形 olduktan sonra, bir dış etki ile (örneğin sıcaklık artışı) tekrar **eski şekle dönebilme** özelliğine sahiptir. Bu nedenle ŞBA'lar teknolojik açıdan önem kazanmışlardır ve bu konuda yoğun araştırmalar sürdürülmektedir. Ticari uygulamalardan bazı örnekler vermek mümkündür. En yaygın kullanım iki borunun birleştirilmesinde kullanılan ŞBA fitting'lerdir. İki boru uçları degecek biçimde birleştirilir. ŞBA bilezik ekleme bölgesine üstten geçirilir. Bilezik ısıtıldığında eski biçimini hatırlayarak büzülür ve iki boru ağzını sıkarak birleşmeyi sağlar. Herhangi bir dış açma vb. ek işleme gerek olmadan, sadece ısıtularak boru birleşimi birkaç saniyede sağlanmıştır. Bir diğer uygulama örneği ise tıp alanından verilebilir. Kalp cerrahisinde damardan sokulan bir kablonun uç kısmında duran ŞBA tel, dışarıdaki uçlardan akım verilerek ısıtılır. Isınınca eski şeklini alarak genişleyen parça, damarın temizlenmesini, genişletilmesini vb. sağlar. Akım kesildiğinde ŞBA parça soğuyarak eski şekline döner ve giriş yolu izlenerek damardan çıkarılabilir.

Şekil bellekli alaşımlar Ti-Ni, Au-Cd veya Cu-Zn-Al esaslı olabilir. Ancak, gerek üretim kolaylıklarları, gerekse düşük üretim maliyetleri dolayısı ile **Cu-Zn-Al** alaşımları, üzerinde en çok araştırma yapılan alaşım sistemidir. Cu esaslı ŞBA'lar, konvensiyonel döküm ve haddeleme yöntemi ile üretilmektedir. Bir SBA'nın en önemli fiziksel özelliği, dönüşüm sıcaklığının üretim sırasında çok hassas olarak ayarlanabilmesi, endüstriyel uygulama açısından büyük önem taşır. Ancak, klasik döküm ve haddeleme yönteminde tane büyümesi ve çinko kaybı bir problem olarak karşımıza çıkmaktadır. Örneğin, çinko miktarındaki %1'lik bir değişim, Ms sıcaklığında  $\pm 60^{\circ}\text{C}$ 'lik bir değişime neden olmaktadır ve endüstriyel uygulama alanını kısıtlamaktadır.

Cu-Zn-Al ŞBA'ların bir diğer zayıf yönü ise düşük mekanik özellikleridir. Klasik yöntemler ile üretilen Cu esaslı alaşımarda tane boyutu iridir. Bu ise kullanım sırasında çabuk yaşlanma, düşük yorulma dayancı gibi sorunlara yol açar.

Cu esaslı şekil bellekli alaşımlar konusunda yapılan araştırmaların bir özeti Bölüm 2.1'de verilmiştir.

## 1.2. PROJENİN AMACI VE KAPSAMI

MİSAG-121 No'lu projede, **Cu-19,5Zn-7Al** şekil bellekli alaşımın **toz metalurji** yöntemi ile üretilmesi planlanmıştır. Toz metalurji yöntemi şekil bellekli alaşımlarda belirgin avantajlar sağlayabilir:

- 1) Cu-Zn-Al alaşımı, saf metal tozlarının hassas olarak tartılması ve karıştırılması ile hazırlanacaktır. Dolayısı ile alaşımın **kimyasal bileşimi** çok hassas olarak ayarlanabilecektir. Bu ise kimyasal bileşimdeki dalgalanmayı en aza indirgeyeceğinden, **As ve Af** sıcaklıklarındaki değişim de önlenebilecektir.
- 2) Sinterleme sıcaklıkları, klasik üretim yöntemlerinde ulaşılan sıcaklıklara göre çok düşük kalmaktadır. Dolayısı ile **çinko kaybının** önlenmesi veya en aza indirgenmesi mümkün olacaktır.
- 3) Toz metalurjisi yöntemlerinde, bazı katkı maddelerinin (seramik tozları) yardımı ile ürünün **tane boyutunu** islah etmek mümkün olabilmektedir. Tane islahı Cu-Zn-Al alaşımında başarılııldığı takdirde, bu alaşımların yorulma dayancı ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi mümkün olabilecektir.
- 4) Toz metalurji ürünleri, presleme ve sinterleme ile üretilirler. Ürün, metal tozlarından preslenirken aldığı biçimde sinterleme sonrası muhafaza eder. Bu ise **talaşlı imalat** basamağının iptaline, dolayısı ile bazı karmaşık parçaların üretim maliyetinin düşmesine neden olabilir.

Yukarıda dört madde olarak sıralanan toz metalurji yönteminin avantajları, MİSAG-121 proje önerisinde yer almıştır. Bu noktalar aynı zamanda projenin kapsamını ve araştırılması planlanan konuları içermektedir. Bu projede, diğer ŞBA'lar ile karşılaşıldığında, maliyeti oldukça düşük olan Cu-19,5Zn-7Al alaşımı seçilmiştir. Proje önerisinde belirtildiği gibi alaşımın bileşimi saf Cu, Zn ve Al metal tozları karıştırılarak ayarlanmıştır. Konsolidasyon işlemi sinterleme ve sıcak presleme yöntemlerini içermiştir.

MİSAG-121 projesinde sürdürülen deney yöntemleri ve alaşım türü, **proje önerisine paralel olarak yürütülmüş ve sonuçlandırılmıştır**. Üretilen malzemeler şekil bellek özelliği göstermektedirler. Bazı numunelere katılan alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) yardımı ile tane boyutunun inceltilmesi mümkün olmuştur. Proje önerisinde belirtilmesine karşın, numunelerin mekanik deneyleri gerçekleştirilememiştir. Bunun nedeni, üretilen alaşımın oldukça gevrek olmasıdır. Buna karşın, Cu-Zn-Al ve Cu-Ni-Al şekil bellekli alaşımlarının üretiminde yardımcı olabilecek diffüzyon deneyleri gerçekleştirilmiştir. Bu bilgilerin ışığında daha az gözenek içeren ŞBA numunelerinin üretimi mümkün olmuştur.

Şekil bellekli alaşımalar üzerinde yapılan diğer çalışmalar ile karşılaştırıldığında, MİSAG-121 No'lu projenin uluslararası düzeyde bilgi birikimine katkıda bulunduğu ve belirli noktalarda başarılı olduğu söylenebilir. Proje çerçevesinde olumlu bulunan sonuçlar:

- Üretilen numuneler "şekil bellek" özelliği göstermektedir. As ve Af sıcaklıklarını  $100^{\circ}\text{C}$ 'ın altındadır.
- Tozdan mamul numune "sıcak haddelenenerek" şerit biçimine getirilebilmektedir.
- Metal tozlarına katılan "Aluminyum oksit" tozu sayesinde tane boyutları islah edilebilmektedir. Elde edilen tane boyu, klasik döküm yöntemleri ile üretilen Cu-Zn-Al alaşımaları ile karşılaştırıldığında en az dört kat daha ufaktır.

Buna karşılık, yoğun araştırmalar sonrası elde edilen olumsuz bulgular:

- Toz Metalurji yöntemi ile çinko kaybı engellenmemiştir.
- Şekil bellek dönüşümünün gerçekleştiği As ve Af sıcaklıklarının kontrolünde zorluklar yaşanmıştır.

Proje çerçevesinde yürütülen çalışmalarдан iki adet yurtçi ve bir adet yurtdışı kongre bildirisi sunulmuştur. Bu bildiriler EK-1'de yer almaktadır. Bir adet yurtdışı bildirisi ise PM2TECH-2001 (New Orleans (USA)) kongresinde sunulmak üzere yollandı, ancak Türkiye'de yaşanan son kriz nedeni ile katılım gerçekleşmemiştir.

MİSAG-121 Projesi çerçevesinde yapılan yayınlar:

- 1) OGEL, B., DERİCİOĞLU, A., BOR, S., A microstructural study of liquid phase formation in Al-Cu powder mixtures, in: R. M. German, G. L. Messing and R.G. Cornwall (Eds.), *Sintering Science and Technology* (Proceedings of Sintering'99) State College, PA, November 1-3, (1999) s.289-294
- 2) DERİCİOĞLU A., ÖGEL B. ve BOR Ş., Cu-Zn-Al esaslı şekil bellekli alaşımaların toz metalurji yöntemi ile üretimi. "Uluslararası katılımlı, 2.Uluslararası Toz Metalurji Konferansı" 15-17 eylül (1999) Ankara, s.483-488.
- 3) GÜRHAN C., ÖGEL B. ve BOR Ş., Bakır esaslı şekil bellekli alaşımaların saf tozlardan sıcak preslenerek üretilmesi, "10.Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi", 24-28 Mayıs (2000), İstanbul, s.1721-29.

## **II. GELİŞME**

### **2.1. LİTERATÜR ÖZETİ**

Son yıllarda, şekil bellekli alaşımın teknoloji dünyasındaki popülerliği gittikçe artmaktadır. Şekil bellek özelliği gösteren çok çeşitli alaşım vardır. Bunlar; Ti-Ni, Au-Cd, In-Tl ve Cu esası sistemlerdir. Fakat bunlardan sadece Ti-Ni ve Cu esası alaşım sistemleri çeşitli endüstriyel projelerde başarıyla uygulanabilmektedir. Ti-Ni alaşımı, çok üstün şekil bellek özelliği, ve yüksek sümeklik ve yorulma dayancı nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır. Fakat, yapılan son uygulamalarda Cu esası şekil bellekli alaşım, düşük maliyetleri ve daha kolay üretim yöntemleri ile daha popüler olmaya başlamıştır [1-2].

Bakır esası şekil bellek alaşımı bilinen döküm yöntemleriyle ya da toz metalurji teknikleriyle üretilebilir. Fakat, döküm yöntemleriyle üretilen alaşımında, çinko kaybı ve hızlı tane büyümeli görülmüş, ve bu etkenler dönüşüm sıcaklıklarında büyük değişikliklere ve alaşım özelliklerinin tahmininin güçleşmesine neden olmuştur [2]. Mekanik özelliklerin kötüleşmesine neden olan tane büyümeli problemi, tane küçültücü elementler olan Zr, Ti, B, V, Ce eklenmesiyle ve bunların alaşımında çözünemeyen parçacıklar oluşturarak tane çekirdeklenmesine yardımcı olması ve/veya tane büyümeli durdurması ile çözülebilir. Ayrıca çinko kaybını engellemek için de, sıvı durumda alaşımın yüzeyi özel bir curuf malzemesi ile kaplanır. Bu yöntemlerle ilgili ayrıntılı bir çalışma Karabay [3] tarafından yapılmıştır. Ancak, döküm sırasında oluşan çinko kaybı martensit başlama ve martensit bitiş sıcaklıklarını çok fazla etkilediği için hala çok ciddi bir problem olarak ele alınmaktadır.

Bakır esası şekil bellek alaşım üç ana gruba ayrılır. Bunlar : CuZn, CuAl ve CuSn sistemleridir [4]. Fakat bunların içinde CuSn sistemi kullanımı çok yaygın değildir. Bunun bir nedeni, bu alaşımındaki martensit dönüşümü ideal bir termoelastik dönüşüm olmamasıdır [5]. Bir başka neden ise, Stice ve Wayman'ın [6] yaptıkları çalışmalarında CuSn alaşımının, yaşlandırma işlemi sırasında, düşük sıcaklıklarda bile şekil bellek özelliğinde hızlı bir gerileme göstermesi olarak belirlenmiştir.

Toz metalurji yöntemleriyle üretilen bir alaşımın kimyasal bileşimini çok hassas biçimde ayarlamak mümkündür. Fakat bilinen toz metalurji yöntemleriyle homojen bir malzeme elde etmek çok güçtür. Çünkü, çok düşük olan Al tozu miktarı çok uzun difüzyon zamanları ve yüksek enerjili dejirmen ile üretim yöntemleri gerektirir [7]. Bu nedenle son yıllarda bakır esası şekil bellekli alaşımın üretilmesini amaçlayan çalışmaların tümü, alaşım kompozisyonunu kontrol edebilmek için önceden alaşımlanmış Cu-Zn, Cu-Al, Cu-Zn-Al ya da Cu-Al-Ni tozları; homojen yapılar elde edebilmek için ise yüksek enerjili dejirmen üretim yöntemleri kullanılmışlardır [8-12], . Örnek olarak, L. Lu [7] CuZnAl şekil bellekli alaşımının toz metalurji yöntemleriyle üretimi üzerine çalışmıştır. Bu amaçla, önceden alaşımlanmış Cu-30Zn ve Cu-14Zn tozları kullanılmış ve saf Al tozu da bunlara eklenerek istenen kompozisyon olan Cu-21.1Zn-11.2Al elde edilmiştir. Bu çalışmanın sonunda, mekanik alaşımlanmış CuZn ve Al tozları üretimden sonra şekil bellek özelliğini göstermişler.

Ancak, saf tozlarla yapılan üretimin sonunda iki saatlik bir sinterleme sonunda bile, homojen bir malzeme elde etmek için daha uzun difüzyon zamanlarına gerek olduğu için, martensitik dönüşüm gözlenmemiştir.

Sonuç olarak, toz metalurji yöntemlerinin şekil bellekli alaşımlığa uygulanması literatürde yeterince yer almamaktadır. Bu konuda yapılan araştırmaların sonuçları ise olumsuzdur. MİSAG-121 No'lu projenin amacı, Cu-Zn-Al şekil bellekli alaşımlarını, yeni bir yaklaşım olan toz metalurji teknikleriyle saf metal tozlarından başlayarak üretmek ve toz metalurji tekniklerinin avantajlarını şekil bellekli alaşımının özellikleyle birleştirmektir. Ayrıca, kullanılması düşünülen sıcak presleme yönteminin bu tür alaşımalar üzerindeki etkisini incelemek de yerinde olacaktır.

## 2.2. DENEYSEL YÖNTEM

### 2.2.1. MALZEME

Deneyler saf metal tozları ile gerçekleştirilmiştir. Kullanılan tozlar:

- 1) Bakır (Cu) Tozu: 60 $\mu\text{m}$  (Merck)
- 2) Çinko (Zn) Tozu: 60 $\mu\text{m}$  (Merck)
- 3) Aluminyum (Al) Tozu: 25 $\mu\text{m}$ , 60 $\mu\text{m}$ , 100 $\mu\text{m}$  ve 180 $\mu\text{m}$ 'luk ticari saflikta tozlar

Bu projede seçilen ŞBA合金ası **Cu-19,5Zn-7Al** dir. Tozlar 0,01gm hassasiyetli bir terazide tırtılmuş ve bir havan içinde izopropil alkol yardımı ile karıştırılmıştır. Bu yöntemin yeterli toz dağılımını sağladığı görülmüştür.

### 2.2.2. ALAŞIM ÜRETİMİ

Tüm çalışmalarda takip edilen deney yöntemleri Şekil.1 ve Şekil.2'de şematik olarak özetlenmiştir.

Presleme ve Sinterleme: Toz karışımlarının basılması ve sinterlenmesi için değişik yöntemler uygulanmıştır. Çinkonun ağırlık kaybını ve aluminyum'un bakır içindeki davranışını incelemeye yönelik numuneler, 15mm çapında silindirik bir kalıpta basılmıştır (300MPa). Bu numuneler daha sonra yatay bir fırın içinde hidrojen atmosferi altında belirli sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Homojenizasyon ve haddeleme çalışmaları için 40x30x5mm boyutlarında numuneler kullanılmıştır. Dikdörtgen kesitli kalıpta numuneler 300MPa basınç altında preslendikten sonra aynı yatay fırında sinterlenmişlerdir.

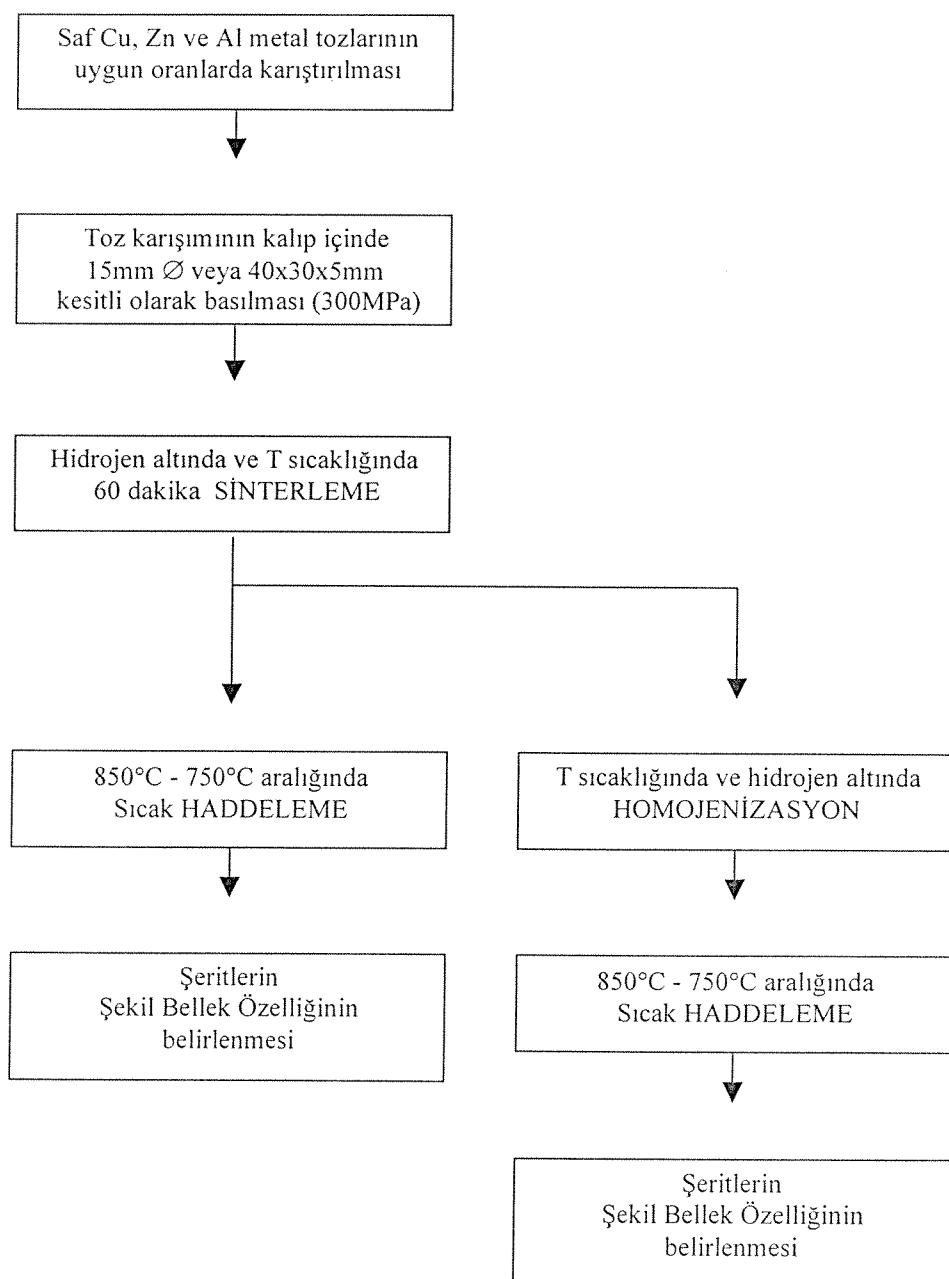
Sıcak Presleme: Sıcak presleme işleminin kullanıldığı çalışmalar için bir sıcak pres ünitesi Bölüm olanakları ile imal edilmiştir. Sıcak presleme için yine 40x30mm kesitli bir kalıp kullanılmıştır. Ancak, presleme azot ( $N_2$ ) atmosferi altında, elektrik rezistansı ile ısıtılan kapalı bir kutu içinde gerçekleştirilmiştir. 50MPa basınç altında 650°C sıcaklığa ısıtılan numuneler, oda sıcaklığına kadar basınç altında soğutulmuşlardır. Sıcak preslenen numuneler homojenizasyon ve haddeleme işlemleri için 40x10x5 boyutlarında üçe bölünmüştür.

Homojenizasyon: Homojenizasyon işlemleri, yatay fırın içinde hidrojen atmosferi altında ve 500°C-900°C aralığında gerçekleştirilmiştir. Belirli bir sıcaklıkta, belirli bir süre tutulan numuneler oda sıcaklığına fırın içinde soğutulmuşlardır. Sıcaklıklar ile ilgili detaylar "Deney Bulguları" bölümünde anlatılacaktır.

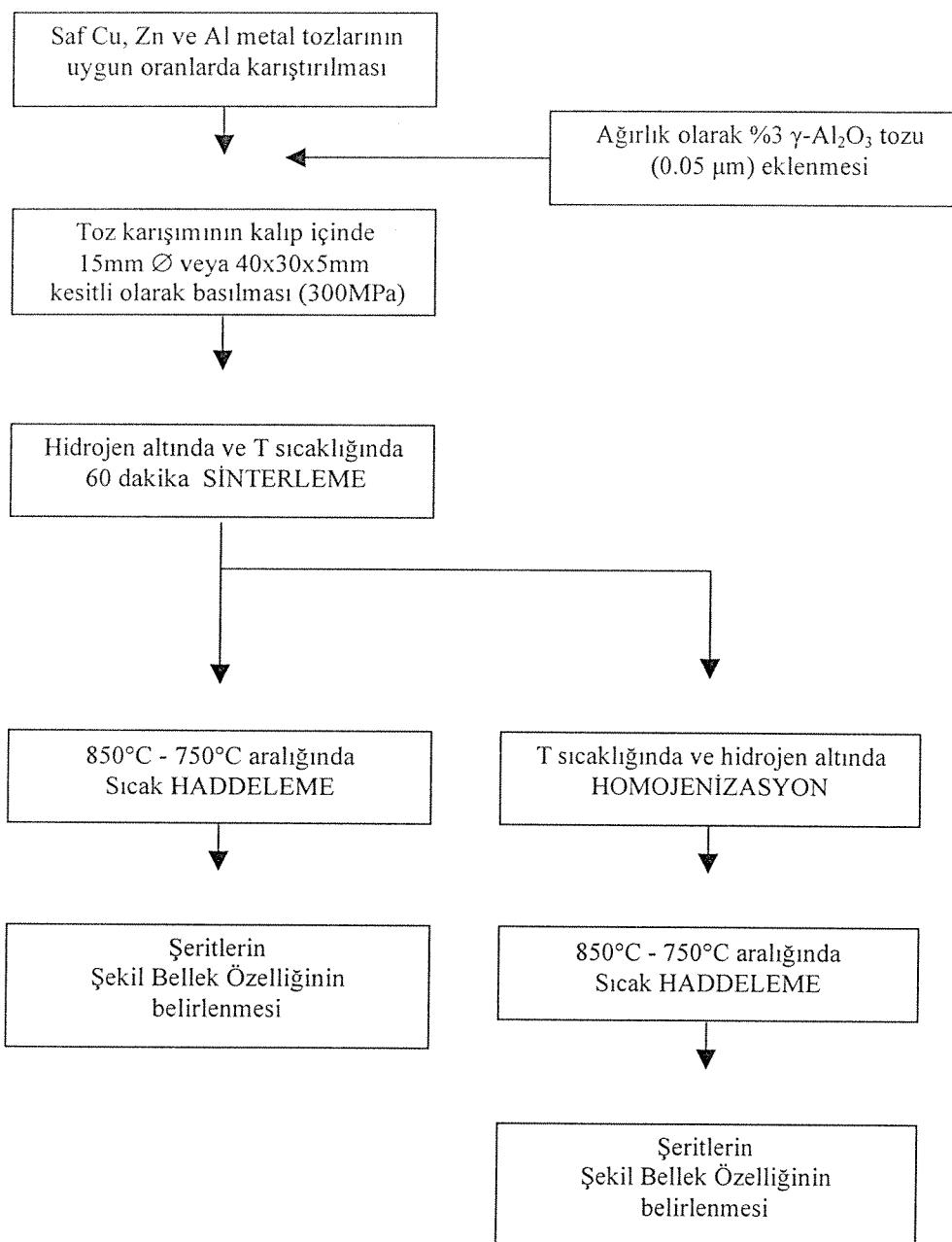
Haddeleme ve Şerit Üretimi: Haddeleme işlemleri, daha önce bir MİSAG projesi ile alınan kuyumcu tipi bir ufak bir haddede gerçekleştirilmiştir. Sıcak preslenmiş veya sinterlenmiş 30x40x5mm boyutlu numuneler üçe bölündükten sonra her biri sıcak haddelenmiştir. Sıcak haddeleme için özel bir set-up tasarlanmıştır. Atmosfere açık yatay bir tüp fırın imal edilmiş ve fırın tüpünün ağzı merdanelere yakın bir şekilde monte edilmiştir. Haddeleme sıcaklığına (750°C - 850°C) ısıtılan fırının içine numune, bir çubuk yardım ile

itilerek yerleştirilmiş ve ısinması için 10 dakika beklenmiştir. Daha sonra tekrar aynı çubuk yardımı ile numuneler hadde merdanelerine itilmiş ve haddeleme gerçekleştirılmıştır. Hadde limitleri nedeni ile her pasoda en fazla %10'luk bir inceltme gerçekleştirilebilmiştir.

Tane İslahı: Tane İslahı amacı ile ŞBA metal tozu karışımına %3 civarında 0.05 µm tane büyüklüğündeki  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozu eklenmiş ve karıştırılmıştır. Daha sonra gerek sinterleme gerekse sıcak presleme işlemleri yukarıda belirtilen yöntemler ile gerçekleştirılmıştır.



**Şekil.1.** Metal tozlarının şekil bellekli alaşım üretimiinde işlem basamakları.



**Şekil.2.** Tane boyutu islahı amacıyla şekil bellekli alaşım üretim şeması

## **2.2. DENEYSEL BULGULAR**

MİSAG-121 projesinde araştırmalar çok yönlü olarak ilerledi. Proje çerçevesinde yürütülen deneyleri altı başlık altında toplamak mümkündür:

- 1) Cu-Zn-Al toz karışımlarının sinterleme çalışmaları
- 2) Aluminyum tozunun Cu anayapı içinde çözünme kinetğini inceleyen çalışmaları
- 3) Cu-19,5Zn-7Al toz karışımının sıcak preslenerek üretilmesi
- 4) Numunelerin haddelenerek şerit levha biçiminde şekillendirilmesi
- 5) Numunelerin Şekil Bellek özelliklerinin belirlenmesi
- 6) Tane boyutu islah çalışmaları.

Deney sonuçları, yukarıda belirtilen sıra içinde verilecektir. Sonuçların yorumlanması ve başarı kriterleri “SONUÇLAR” başlığı altında verilecektir.

### **2.2.1. TOZ SİTERLEME ÇALIŞMALARI**

Toz metalurji yöntemlerinin başlangıç malzemesi mutlaka metal tozlarıdır. Metal tozları uygun yöntemler ile karıştırıldıktan sonra 1) Sinterleme, 2) Sıcak Presleme veya 3) Sıcak İzostatik Presleme yöntemlerinden birisi ile birleştirilerek metalik bir parça haline getirilir. **Sinterleme** işlemi, endüstriyel uygulamalara çok yatkın olduğundan en çok kullanılan toz metalurji yöntemidir. Bu yöntemde, metal tozları soğuk preslenir. Elde edilen tabletler yüksek sıcaklıklarda ve oksit indirgeyici gaz ortamında sinterlenir. Amaç, gözeneklerden arınmış üstün özelliklere sahip ürün elde etmektir.

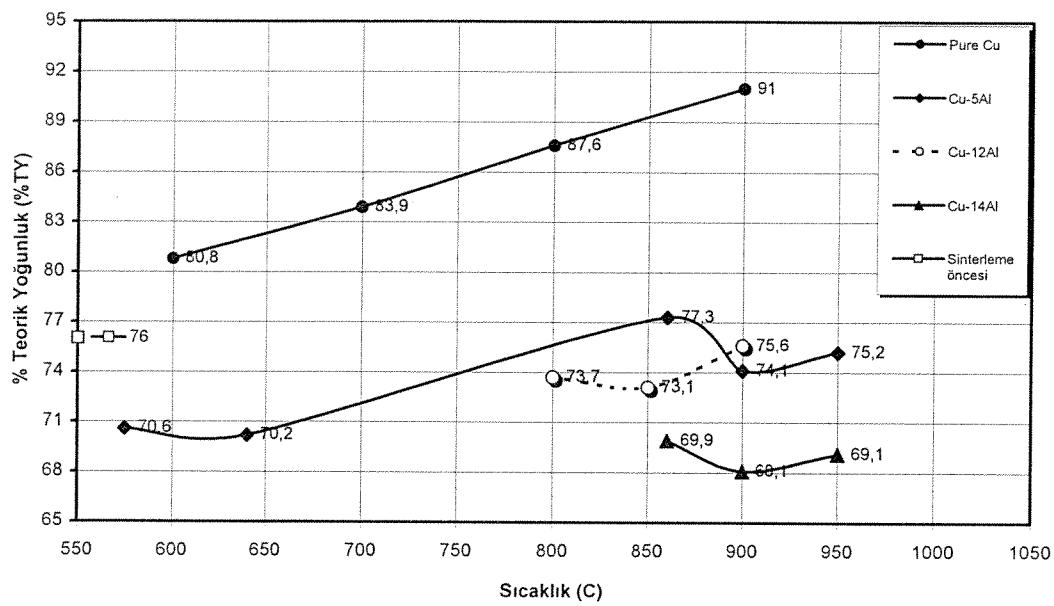
Bu proje çerçevesinde, Cu-19,5Zn-7Al合金 tozunun sinterlenme karakteristğini incelemek amacı ile değişik metal tozu karışımı hazırlanmış ve belirli sıcaklıklarda sinterlenmişlerdir. İncelenen karışımlar Cu tozu; Cu-Al toz karışımı; ve Cu-Zn-Al toz karışımıdır.

#### **Cu tozunun sinterleme çalışmaları:**

Referans noktası oluşturmaması amacıyla ilk sinterleme çalışmaları saf Cu tozundan basılan numunelerde gerçekleştirılmıştır. Bu amaç ile tabletler değişik sıcaklıklarda sinterlenmişlerdir. Sinterleme sonuçları Şekil.3'de görülebilir. Cu tozundan mamul parçalar katı hal sinterlemesinin tüm karakteristiklerini göstermektedir. Diğer bir deyişle, artan sıcaklık ile birlikte yoğunluk da artmaktadır. 900°C sıcaklıkta sinterlenen Cu tablet %91 Teorik Yoğunluğa (%TY) kadar ulaşabilmektedir.

#### **Cu-Al toz karışımının sinterleme çalışmaları:**

Bu aşamada, Cu-Al toz karışımının sinterlenme karakteristiği incelenmiştir. Bu amaç ile karıştırılan ve kalıp içinde basılan numuneler değişik sıcaklıklarda, H<sub>2</sub> atmosferi altında sinterlenmiştir. Cu-Al toz karışımı, klasik sinterlenme özelliği göstermemektedir. Klasik sıvı faz veya katı faz sinterlemesinde numunelerin yoğunluğu artar. Diğer bir deyişle, numune içindeki gözenekler azalır. Ancak, Cu-Al toz karışımında yoğunluk düşmektedir. Bu ise numune içinde gözeneklerin arttığını bir göstergesidir.



**Şekil.3.** Cu ve Cu-Al toz karışımlarının sinterleme sonrası ulaştığı yoğunluklar.

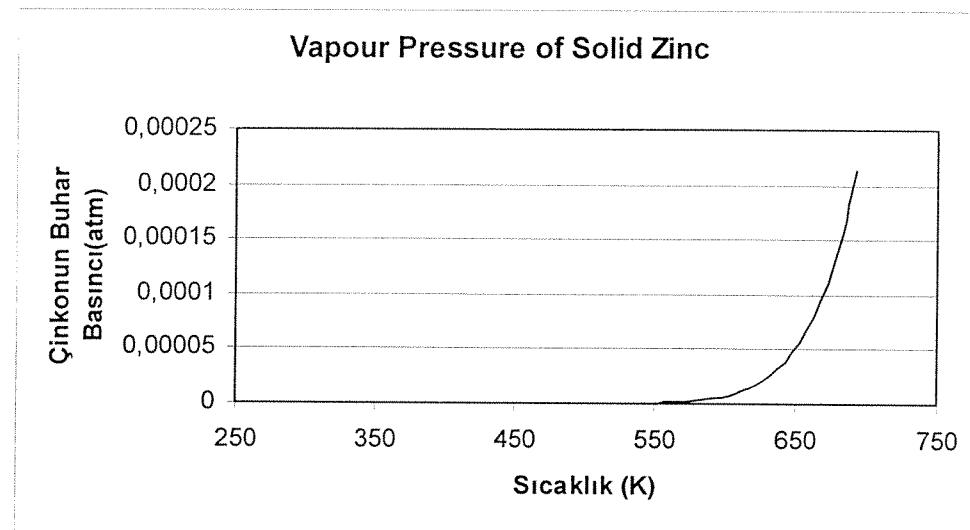
Cu-Al sisteminde, sinterleme sonrası elde edilen yoğunluklar, aluminyum yüzdesi ve sıcaklığa bağlı olarak Şekil.3'de verilmiştir. Görüldüğü gibi, sinterlenmiş numunelerin teorik yoğunlukları %70TY ile %69TY arasında değişmektedir. Cu-Al karışımının sinterlemesinde yoğunluk artışı gözlenmemektedir. Üstelik Cu içindeki Al oranı arttıkça yoğunluk düşüşü daha da belirginleşmektedir. Bunun nedeni Al tozunun, sinterlemenin erken safhalarında sıviya dönüşmesi ve Cu içine difüzyon ile yayılmasıdır. Aluminyum tozunun bakır anayapı içinde dağılımı sonrası geride oluşan gözenekler ve bunun mekanizmaları bir sonraki Bölüm 2.2.2'de tartışılacaktır.

#### Cu-Al-Zn toz karışımının sinterleme çalışmaları:

Bu çalışmada, saf tozlardan karıştırılarak elde edilen Cu-19,5Zn-7Al bileşimi soğuk preslenmiş ve iki farklı sinterleme işlemeye tabi tutulmuştur. Sinterleme işlemi hidrojen atmosferi altında yapılmıştır. İlk grup, sadece 900 °C'de sinterlenmiş ve sinterlemeden sonra ağırlık kaybı olduğu gözlenmiştir ve bu ağırlık kaybının yaklaşık olarak toplam çinko miktarı olduğu saptanmıştır. Sonuçlar Çizelge 1 de görülebilir. Döküm yöntemlerinde görülen çinko buharlaşması ve kimyasal bileşimin bozulması, sinterleme sonrası da görülmektedir. Sinterleme sıcaklıkları, döküm sıcaklarından düşük olmasına karşın, çinkonun kaçışı engellenmemiştir. Bunun nedeni, toz numunelerin gözenek içermesi, bu gözeneklerin de birbiri ile bağlantılı olmasıdır. Böylece, toz numunenin kenar bölgelerinde olan çinko elementinin yanısıra orta bölgelerinde olanlar da dışarı çıkabilemektedir. Metalografik incelemeler numunelerde gözenek yüzdesinin %10'un üzerinde olduğunu, dolayısı ile birbirleri ile bağlantılı olabileceğini göstermiştir. Çinkonun kaynama noktasına çok yakın 900 °C'de buhar basıncının yaklaşık olarak 1 atm. olduğu görülmekte ve bu da varılan sonucu desteklemektedir.

**Çizelge.1.** Preslenmiş Cu-19,5Zn-7Al toz karışımının ağırlık değişimi

Sinterleme Sıcaklığı	Belirtilen Sıcaklıklardaki Sinterleme Süreleri			Numunelerin Ağırlık Kaybı		
	350°C	500°C	900°C	Sinterlenmemiş Ağırlık (gm)	Sinterlenmiş Ağırlık (gm)	% Kayıp
1.Numune	-	-	60 dak.	4.59	3.82	16.5%
2.Numune	90 dak.	45 dak.	60 dak.	5.94	4.96	16.4%



**Şekil.4.** Katı çinko'nun buhar basıncının sıcaklıkla değişimi

Bu sorunu ortadan kaldırmak için sinterleme işlemi 3 basamakta gerçekleştirilmiştir. Bunun nedeni de çinkoya katı hal difüzyonu için zaman vermektir. Şekil 4.2. den görüleceği gibi 650 °C'de katı çinkonun buhar basıncı ani olarak yükselir. Bu yüzden numune ilk olarak, 350 °C'de 90 dakika, 500 °C'de 45 dakika ve son olarak 900 °C'de 60 dakika sinterlenmiştir. Bu sinterleme işleminden sonra ağırlık kaybının daha az olduğu gözlemlenmiştir.

Bu sonuçlara dayanarak, bakır ağırlıklı çinko içeren preslenmiş numuler için bu sıcaklıkların çok yüksek olduğu söyleyenbilir. Çinko, sinterleme işlemi başında gözenekler kapanmadan malzemeden kaçmaktadır. Bu yüzden çinkoyu tutabilmek için katı hal difüzyonuna zaman tanımmalıdır. Buna ek olarak normal sinterleme sürelerinin katı hal difüzyonu için yeterli olmadığı ve daha uzun olması gerektiği gözlenmiştir. Bu veriler ışığında sıcak presleme işleminin Cu-Zn-Al toz karışımlarının sinterlenmesinde kullanılması gerektiği ortaya çıkmaktadır. Sıcak presleme işleminde, dışarıdan uygulanan bir basınç olduğundan, gözeneklerin erken safhalarда kaybolması, dolayısı ile çinkonun kaçmaya fırsat bulamaması mümkün görülmektedir.

## 2.2.2. AL TOZUNUN CU TOZU İÇİNDEKİ DAVRANIŞI

Sinterleme sırasında, bir veya daha fazla sıvı fazın olduğu sistemlerde gözenek oluşumu gözlenir ve sıkıştırılmış numunelerin sinterlenebilirliği etkilenir. Geçici sıvı faz üzerinde yapılan çalışmalar sinterlemenin başlangıcında oluşan sıvı fazın faz diyagramına bağlı olarak yok edilemeyeceğini göstermiştir. Cu-Al sistemi geçici sıvı faz oluşumuna bir örnektir. Cu ve Al elementlerinin ergime sıcaklıklarındaki farklar, ve sistemin Al tarafına yakın bölgede bir ötektik nokta içermesi ( $550^{\circ}\text{C}$ ), bu tür bir sisteme ve geçici sıvı faz oluşumuna bir örnektir (Şekil.5).

Gözenek oluşumu bakırca zengin Cu-Al alaşımlarında sıkça karşılaşılan bir problemdir. Yapılan çalışmalarda bunun nedenleri olarak ileri sürülen varsayımlar: Oluşan sıvı fazın ıslanabilirliği, mevcut *capillary* kuvvetleri, yüzey enerjilerinin farklılığı ve özellikle de bileşimdeki metallerin difüzyon hızlarının farklılığıdır. Fakat bu çalışmada daha değişik bir mekanizmanın varlığını şüphelenilmiştir. Gözenek oluşumu aluminyumca zengin sıvinin katılışma sırasında bakırca zengişleşmesinden dolayı büzülmesiyle oluşmasına inanılmaktadır. Bu çalışmada bakır ve aluminyum atomlarının difüzyon hızları eşit olduğu ve kinetik nedenlerden dolayı  $\alpha$ ,  $\beta$  ve  $\gamma$  fazlarının haricinde faz oluşmadığı varsayılmıştır. Buna ek olarak difüzyon hızları, sıvı difüzyonunun katıdan hızlı olduğu göz önünde bulundurularak aşağıdaki gibi sıralanmıştır;

$$D_L >>> D_{\text{Al}} >> D_{\beta} > D_{\alpha} > D_{\gamma}$$

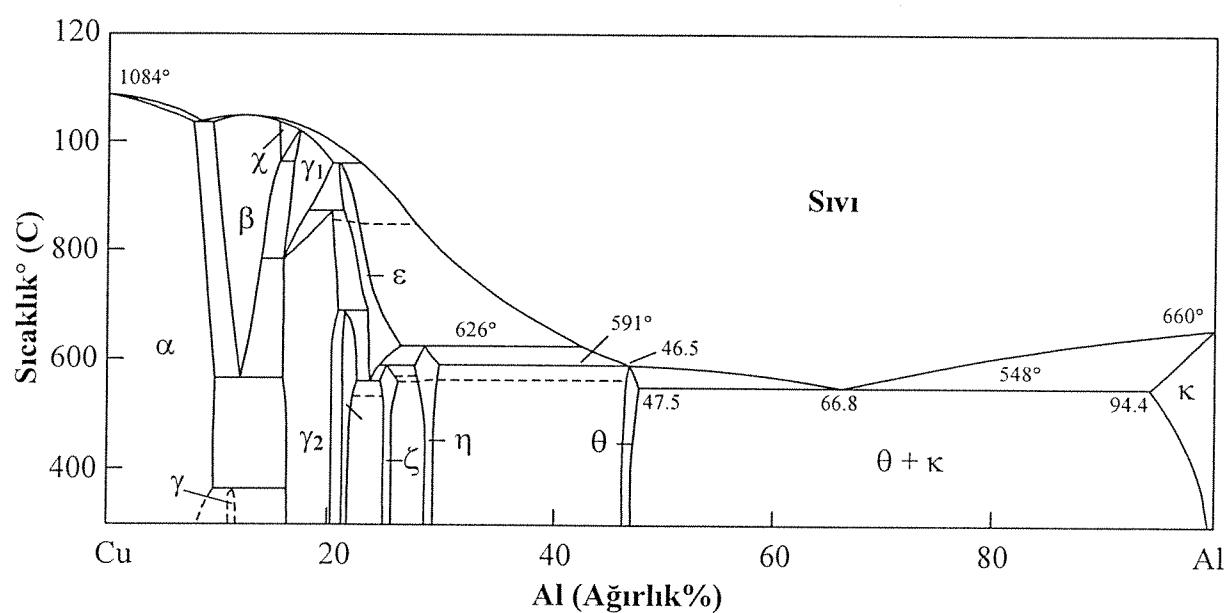
Şekil 6 da görüldüğü gibi Cu-Al sınırında oluşan sıvı, aluminyum ve  $\gamma$  fazına doğru büyür. Fakat kritik çözünebilirlik ve kütle dengesinden dolayı aluminyuma doğru daha hızlı gerçekleşmelidir ve böylece aluminyumun sıviyla tüketimi daha hızlı olur.  $\alpha$ ,  $\beta$  ve  $\gamma$  fazları arasında oluşan yüzeyler ise bakır tarafına doğru ilerler. Şekil 7 de görüldüğü gibi belli bir zaman sonra aluminyum tamamen sıvi olur ve daha sonra  $\gamma$  ve sıvı arasındaki yüzey sıviya doğru sıvinin  $\gamma$ 'ya dönüşmesiyle ilerler.  $\alpha$ - $\beta$  ve  $\beta$ - $\gamma$  arasındaki yüzeylerin de aynı yönde ilerlediği sanılmaktadır. Fakat  $\gamma$ -sıvı arasındaki yüzey çok hızlı ilerlediğinden bunun çok önemi yoktur.

Gerçekte Cu-Al alaşımlarındaki gözenek oluşumu sıvinin çok hızlı şekilde katılışmasından meydana gelmektedir. Oluşan difüzyona bağlı değişimler yoğunluk farkından ve Kirkendall etkisinden kaynaklanması muhtemeldir. Aluminyum ile yapılan dökümler katılışmada genelde %6-7 oranında daralma gösterirler. Bu da, sıvı halde % 6-7 oranında genleşme olduğunun göstergesidir. Preslenmiş Cu-Al alaşımlarında bu genleşme bakırda kalıcı bir deformasyona neden olur ve sıvı bölge katılışından sonra yapıda kalır.

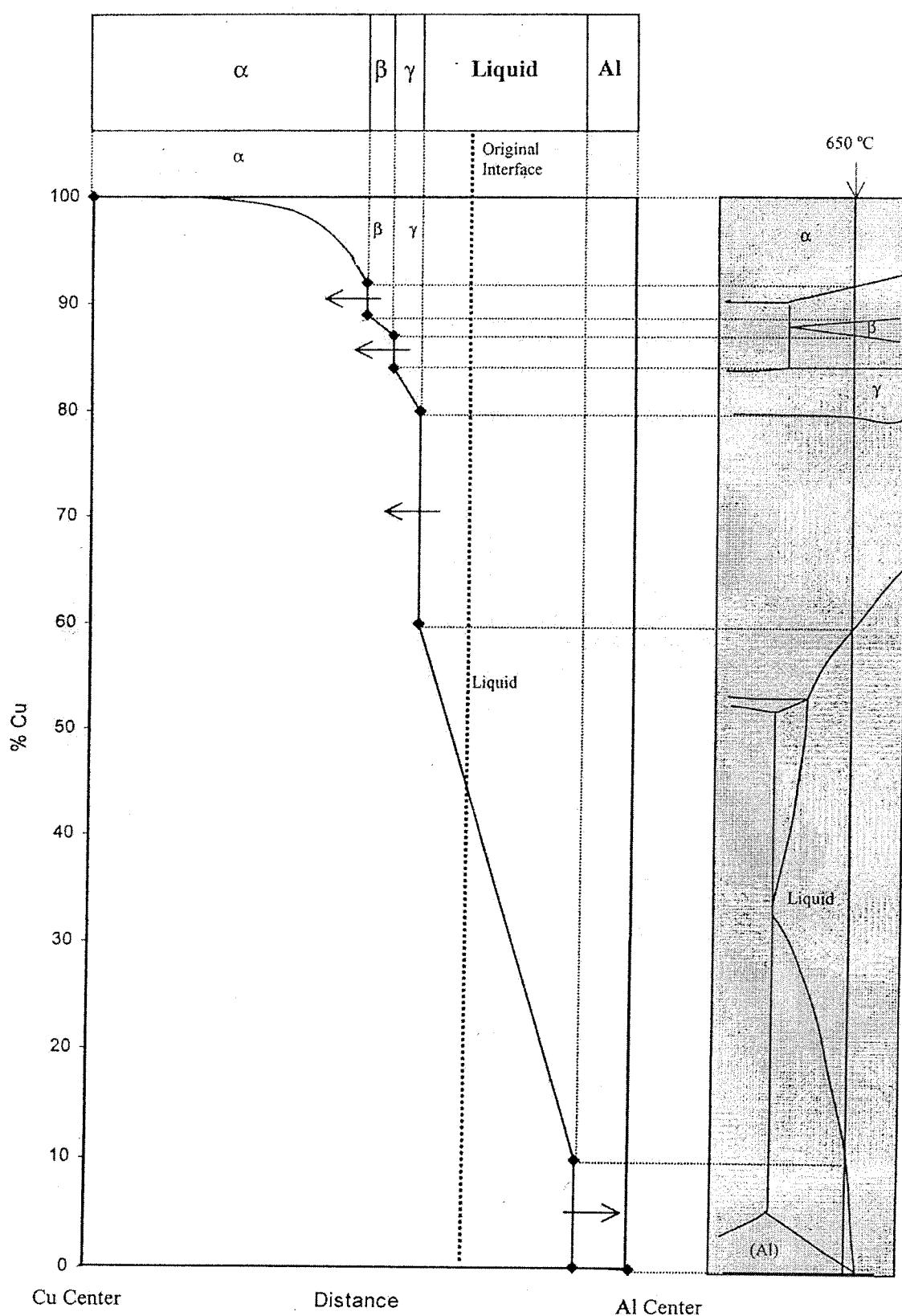
Gözenek oluşumunun ana nedeni katı ve sıvı faz arasında yoğunluk farkındandır. Cu-Al alaşımında görüldüğü gibi, saf aluminyum bölgeleri sinterlemenin başlangıcında sıviya dönüşür ve sıvı, bakır atomlarının içinde çözünmesiyle daha sonra katıya dönüşür. Birkaç istisna dışında, katıların sıvılardan daha yoğun olduğu bilinir ve katılışmış bölgeler daha az yer kaplarlar. Sonuç olarak geride gözenek bırakırlar. Gözenek oluşumunun şematik gösterimi Şekil 8'de verilmiştir.

Diğer yandan Kirkendall etkisi farklı erime noktaları ve karşılıklı çözünürlükleri olan alaşımında katı hal difüzyonunda gözenek oluşumuyla gözlenebilir. Fakat Cu-Al'da olduğu

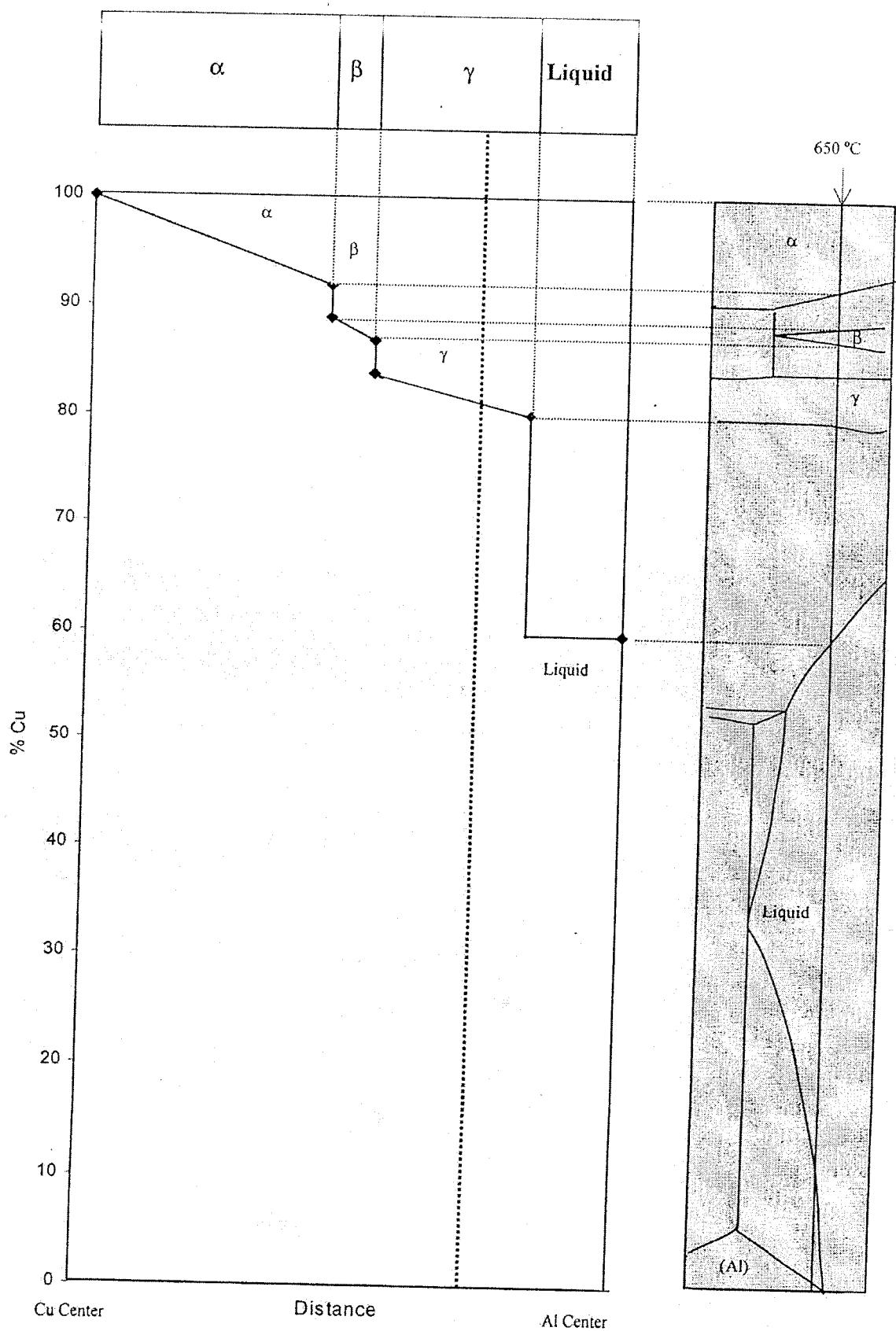
gibi geçici sıvı faz sinterlemesinde bunun olduğunu kanıtlamak için yeterli veri yoktur. Eğer gözenekler Kirkendall etkisinden dolayı oluyorsa gözenekler katı hal difüzyonunda da gözükmelidir. Bu yüzden Cu-%5Al合金 sıvı fazın hiç oluşmadığı 500 °C'de 22 saat tutulmuş ve alınan iç yapı fotoğrafında Şekil 9 da görüldüğü gibi gözenek oluşumu aluminyumun olduğu yerlerde dahi görülmemiştir. Bu yüzden 500 °C'de oluşan gözenekler sıvı fazın varlığından olduğunu göstermemiştir. Bu problemin daha küçük tane boyutu olan aluminyum kullanılarak çözüleceğine karar verilmiştir. Çünkü oluşan sıvı daha az yer kaplayacak ve daha küçük gözenekler oluşturarak yoğunluğu artıracaktır.



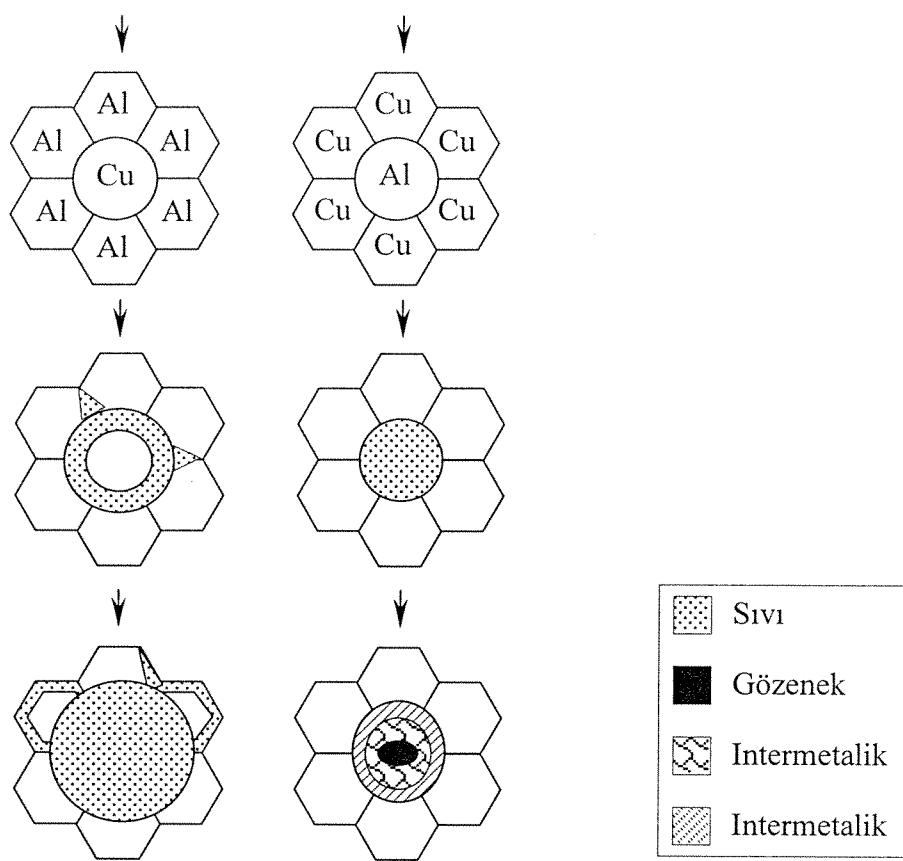
Şekil.5. Cu-Al denge çizelgesi



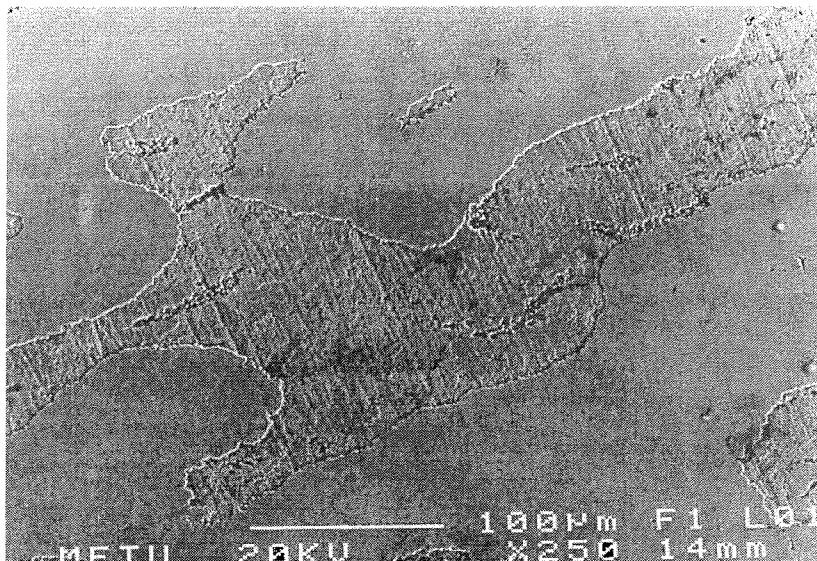
**Şekil.6.** Cu-Al alaşımının 650°C'daki difüzyonunun şematik kompozisyon değişimi



Şekil.7. Cu-Al alaşımının 650°C'daki difüzyonu sonrası şematik kompozisyon değişimi



**Şekil.8.** Cu-Al sisteminde gözenek oluşum mekanizmasının şematik gösterimi



**Şekil.9.** 500°C sıcaklıkta homojenizasyon yapılmış Cu-%5Al alaşımı. Al tozlarının bulunduğu bölgeler gözenek içermemektedir.

### 2.2.3. SICAK PRESLEME VE HOMOJENİZASYON ÇALIŞMALARI

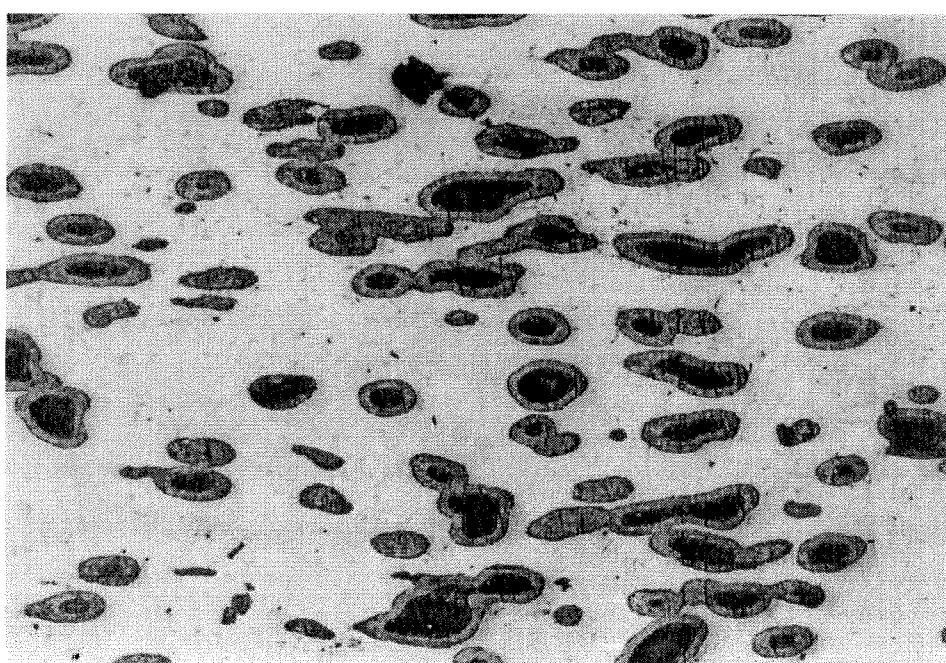
Çinkonun soğuk presleme ve sinterleme sonrası buharlaşarak numunelerden kaçtığı daha önceki Bölüm'lerde belirtilmiştir. Bu ise, kimyasal bileşimdeki Çinko miktarını %19,5'un altına düşürmekte ve As ve Af sıcaklıklarını olumsuz etkilemektedir. Bunun engellenmesi için sinterlemenin sıcak presleme işlemi ile yapılmasına karar verilmiştir. Düşük sıcaklıklarda yapılacak bir sıcak presleme işleminin gözenekleri kapatacağı, dolayısı ile çinko buharlaşmasının önüne geçilebileceği düşünülmüştür. Daha önce sıcak presleme işlemi Cu-Zn-Al alaşımı üzerinde denenmediğinden, öncelikle Cu-Al ve Cu-Zn alaşımları işlem parametrelerini belirlemek için kullanılmıştır.

İlk olarak Cu-Al sistemi üzerinde çalışılmıştır. Bu alaşında iki değişik kompozisyon ve iki değişik Al tozu kullanılmıştır (Çizelge 1). Bu alaşımlar sıcak preslenmiş ve 3 değişik sıcaklıkta homojenleştirilmiştir. Daha sonra numuneler optik ve taramalı elektron mikroskopunda incelenmiş ve numunelerin sıkıştırılmasını etkileyen homojenleştirme parametreleri tespit edilmiştir.

60  $\mu\text{m}$  tane büyülüğu olan aluminyumla yapılan numunedeki homojenleştirmenin başlangıcı Şekil 10 'da görüldüğü gibi Al parçacıkların anayıpı içinde homojen bir şekilde dağılmış ve çok düşük miktarda gözenek olduğu görülmüştür. Ayrıca, 580 °C'de sıcak presleme tam olarak homojenleşme için yetersiz olduğundan Al parçacıkların etrafında difüzyon tabakaları oluşmuş ve değişik fazlar gözlenmiştir.

**Çizelge.2.** Preslenmiş Cu-Al tozlarının homojenizasyon sıcaklıkları

Al Tane Büyüklüğü	100 $\mu\text{m}$		60 $\mu\text{m}$	
	Cu-%5Al	Cu-%10Al	Cu-%5Al	Cu-%10Al
900°C	✓	✓	✓	✓
750°C	✓	✓	✓	✓
650°C	✓	✓	✓	✓



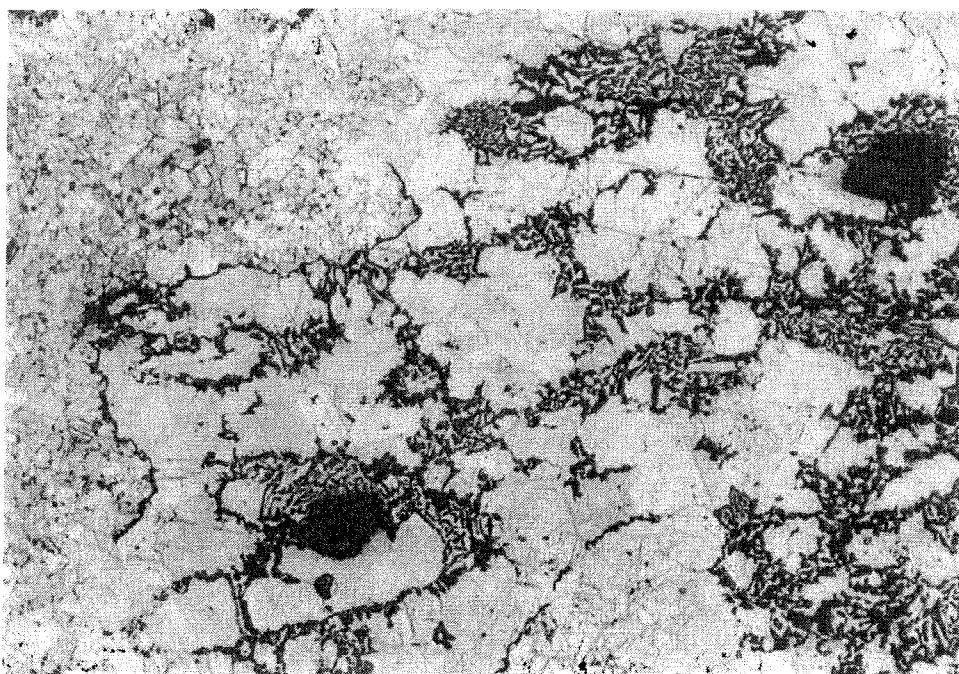
**Şekil.10.** Cu-%5Al toz karışımının sıcak preslendikten sonra iç yapısı

Cu-%5Al alaşımında difüzyonu gözlemlerek için yapılan homojenleştirmelerde gözenekli bir yapı saptanmıştır. Bu gözeneklerin de önceden Al parçacıkların durduğu yerlerde olduğu gözlenmiştir. Benzer gözenekler 650, 750 ve 900 °C'de homojenleştirilen numunelerde de görülmektedir. 750°C'da homojenleştirilmiş bir numunenin yapısı Şekil.11'de verilmiştir. Homojenizasyon sıcaklığı arttıkça Al tozunun daha çabuk yayıldığı ve homojenizasyon işleminin tamamlandığı görülmektedir (Şekil.12)

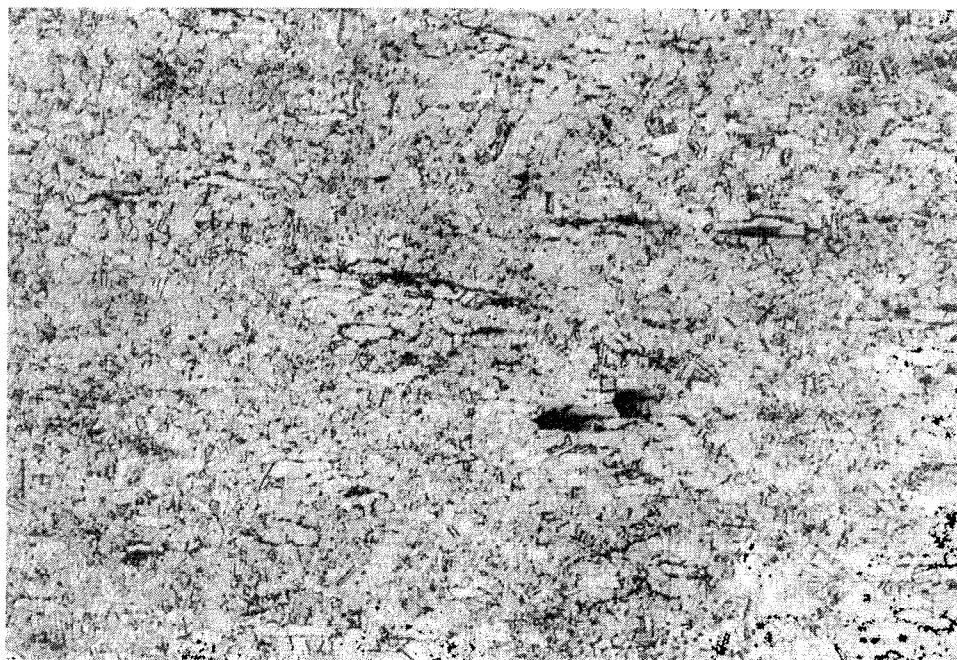
Fırında soğumuş numunelerde yavaş soğumadan dolayı faz dönüşümü olduğundan bu tabakalar gözlenemez. Bu yüzden yüksek sıcaklıklardaki iç yapıları gözlemlerek için numuneler tekrar homojenleştirme sıcaklıklarına ısıtılmış ve daha sonra numulerdeki difüzyon tabakaları taramalı elektron mikroskopu ve EDS nokta analizi ile incelenmiştir. Şekil.13'de görüleceği gibi 650 °C'den su verilen numunede bu tabakalar daha belirgindir. Gözenek çevresinde toplam 4 tabaka gözlenmiştir. A bölgesi daha önce alüminyumun

bulunduğu gözenektir, B tabakası 79.5% Cu, 20.5% Al kompozisyonuna sahip olan  $\gamma_2$  fazıdır. 85% Cu ve 15% Al kompozisyonuna, iğnemsi yapıya sahip olan C tabakası 650 °C'deki  $\beta$  fazıdır. Bu faz su verildiğinde martensite dönüşmüştür. Gözenek etrafındaki 91%Cu-9%Al kompozisyonuna sahip olan D bölgesi aluminyumun bakır içinde çözünmesiyle oluşan  $\alpha$  katı faz çözeltisidir. Buradaki ilginç nokta E bölgesidir. Bu bölgedeki koyu kısımlara bakıldığında bunların aluminyum parçacık sınırını temsil eden işaretler olduğu görülür. Bu bölgelerden alınan EDS nokta analizi bunların aluminyum ve oksijen; yani aluminyum oksit olduğunu göstermiştir. Bunların da tozun yüzeyindeki oksit tabakasından kaynaklandığı görülmüştür.

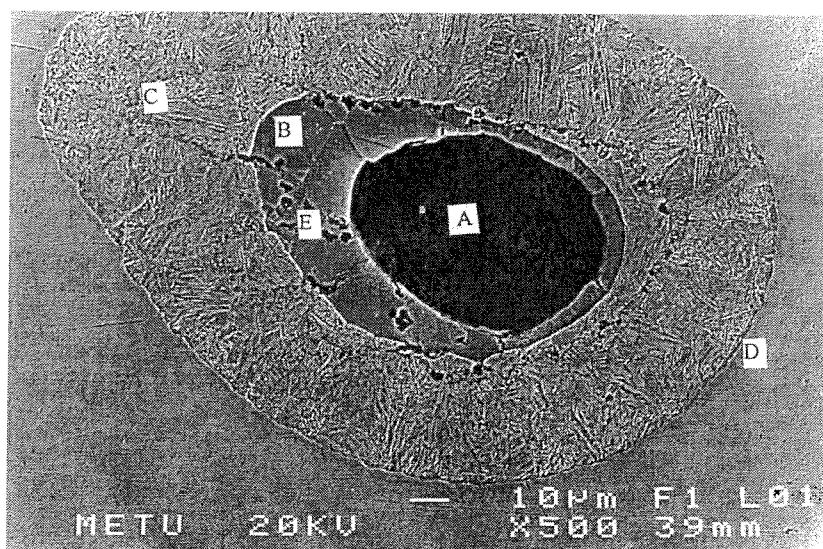
Bu aşamada, gözeneklerin Al tozundan kaynaklandığı gözönünde bulundurulduğunda, **ince aluminyum** tozunun kullanılmasının gözenekleri azaltabileceği düşünülmüştür. Bu nedenle, benzer deneyler **25 $\mu$ m** tane büyülüğüne sahip aluminyum tozları ile tekrarlanmıştır. 650°C'de sıcak presleme sonrası saf Al, Cu ve Zn tozları birbirinden ayırt edilememektedir (Şekil.14). Toz parçacıklarının karşılıklı difüzyonu sonrası, homojen bir yapı elde edilmiştir. Şekil 1'deki iç yapı incelendiğinde iri, birincil  $\alpha$  fazı (A) ve bu fazın aralarındaki ötektonik  $\alpha$  +  $\gamma$  faz karışımı seçilebilmektedir. Bu tür bir iç yapı, oda sıcaklığında Cu-esaslı SBA'ların beklenen yapısıdır.



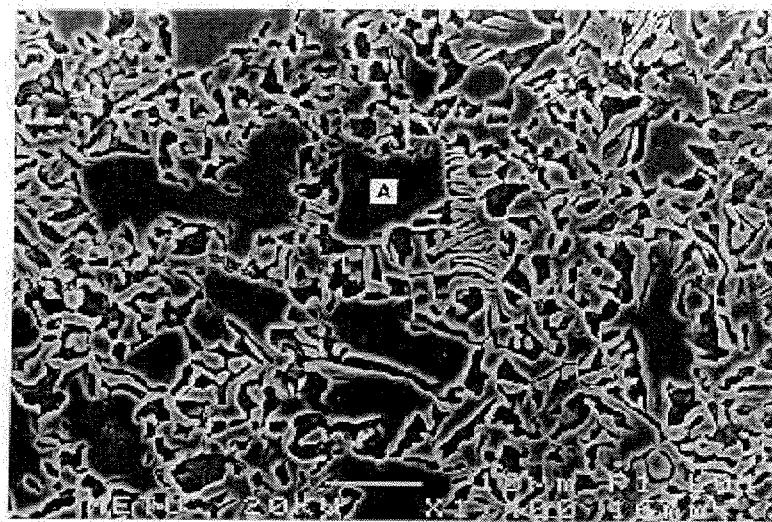
**Şekil.11** 750°C'da homojenize edilmiş Cu-%5Al toz karışımının iç yapısı



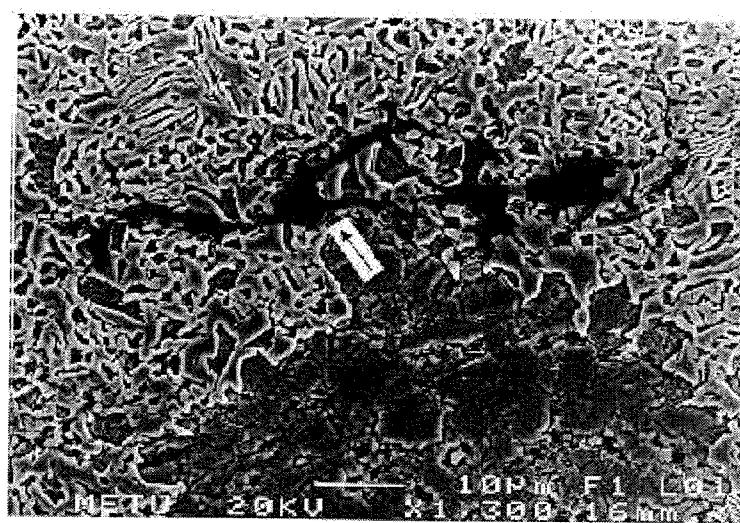
**Şekil.12** 900°C'da homojenize edilmiş Cu-%5Al toz karışımının iç yapısı



**Şekil.13.** 650°C'da homojenize edilmiş Cu-%5Al numunesinde  
Al tozunun neden olduğu gözenek



**Şekil.14.** Cu-Zn-Al toz karışımının 650°C'de sıcak preslenme sonrası iç yapısı. x1100



**Şekil.15.** Cu anayapı içinde Al tozunun homojenizasyon işlemi (900°C) sonrası gözenek oluşturmaması. x1300

**Çizelge 3.** Homojenizasyon sıcaklığına bağlı olarak numunelerde görülen, çinko kaybından kaynaklanan ağırlık kaybı

	Homojenizasyon Sıcaklığı (°C)	İlk Ağırlık (gr)	Son Ağırlık (gr)	Ağırlık değişimi
<b>1. Numune</b>	900°C	3.24	3.19	1.5%
<b>2. Numune</b>	750°C	8.05	7.99	0.7%

Sıcak presleme sonrası numunelerin bir miktar gözenek içeriği görülmüştür. Şekil.15'de ok ile gösterilen, Al tozunun neden olduğu gözeneğin ince, uzun bir morfolojide olması sıcak presleme işleminden kaynaklanmaktadır. Görüldüğü gibi ufak boyutlu Al tozunun ( $25\mu\text{m}$ ) kullanılması da gözenek oluşumunu engelleyememektedir. Ancak, gözeneklerin boyut ve dağılımında çok olumlu yönde gelişme olmuştur.

Ince Al tozundan sıcak preslenmiş numuneler daha sonra 900°C ve 750°C sıcaklıklarda 30 dakika süreyle homojenizasyon işlemeye tabii tutulmuşlardır ( $\text{H}_2$  atmosferi). Bu aşamada amaç, saf tozlardan oluşan karışımın homojen bir katı çözelti haline dönüşmesidir. Homojenizasyon işlemi aynı zamanda sinterleme işlemi yerine de geçtiğinden, gözeneklerin kapanmasını da sağlamak mümkün olmuştur. Ancak burada belirtilmesi gereken önemli nokta, numunelerdeki ağırlık kaybıdır. 900°C sıcaklıkta homojenizasyon işlemi uygulanmış numunelerde az da olsa ağırlık kaybı görülmüştür (Çizelge 3). 900°C sıcaklıkta homojenize edilmiş numunenin iç yapısı incelendiğinde, birincil  $\alpha$  fazı ile  $\alpha + \gamma$  karışımından oluşan ötekoitler görülmüştür.

Çinko kaybını azaltmanın bir diğer yöntemi daha düşük sıcaklıklarda homojenizasyon yapılması olabilir. Düşük sıcaklıklarda, çinkonun buhar basıncı düşeceğinden, kayıp en aza indirgenebilecektir. Bu nedenle çinkonun buhar basıncının daha düşük olduğu bir sıcaklık olan 750°C seçilmiştir. Bu sıcaklıkta 30 dakika süreyle homojenize edilen numunenin iç yapısı incelendiğinde ise 900°C sıcaklıkta homojenize edilmiş numune ile benzer bir iç yapıya sahip olduğu gözlemlenmiştir. Alüminyumdan kaynaklanan gözenekler homojenizasyon sonrasında engellenmemiştir, ancak ince Al tozu kullanıldığı için miktar olarak azaltılmıştır. Ancak genel olarak iç yapı incelendiğinde bu sıcaklıkta gerçekleştirilen **homojenizasyon işleminin başarılı olduğu söylenebilir**. Çizelge 3'e bakıldığından numunedeki ağırlık kaybının ihmal edilebilir düzeyde olduğu görülmektedir.

#### 2.2.4. HADDELEME ÇALIŞMALARI

Toz metalurji yöntemi ile üretilen parçaların homojenizasyon işleminden geçtikten sonra uygun bir yapıya sahip olduğu ve tüm合金 elementlerinin homojen yayıldığı belirtilmiştir. Çinko kaybının, özellikle sıcak presleme sonrası en aza indirgendiği, ancak tamamen önlenemediği vurgulanmıştır. İkinci aşama olarak numunelerin şerit levha biçiminde haddelenmesi çalışılmıştır. Toz metalurji yöntemi ile üretilen parçaların gözenek içermesi ve gevrek bir yapıya sahip olması haddeleme işlemini kaçınılmaz yapmaktadır. Üstelik, şerit veya tel biçimine getirilmiş parçaların endüstriyel uygulama alanı da daha yaygın olacaktır.

Bu nedenle, numunelere sıcak haddeleme işlemi uygulanmıştır. Bu işlem atmosfere açık bir kuyumcu haddesinde gerçekleştirilmiştir.

Sıcak preslenecek toz karışımı, dikdörtgen kesitli bir kalıp içine konmuş ve 40x30x5 mm boyutlarına sahip olacak şekilde 650°C'da sıcak preslenmiştir. Bu numulerde basınç 50 MPa'da sabit tutulmuş ve 10 dakika süre ile uygulanmıştır. Haddeleme işlemi homojenize edilmiş ve edilmemiş numuneler üzerinde ayrı ayrı denenmiştir.

Sıcak presleme işleminden geçmiş numuneler, 900°C'da homojenize edildikten sonra oda sıcaklığına soğutulmuşlardır. Daha sonra tekrar 850°C'a ıstılmışlar ve haddelenerek inceltimleriştir. Haddelenmiş bir numunenin iç yapısının genel görünümü Şekil 16'da verilmiştir. Tanelerin içerisinde martensit bulunduğu, tane sınırlarında ise birincil  $\alpha$  fazının Widmanstatten yapıda çökeldiği görülmüştür. Tane ortalarında bulunan martensit fazı  $\beta$  fazının dönüşümü sonucu oluşmuştur. Tane sınırlarında oluşan Widmanstatten  $\alpha$  fazı Şekil 17'de daha detaylı olarak görülebilir. Haddeleme sonrası numunede oluşan çatlaklar Şekil 18'de yatay, siyah çizgiler olarak görülmektedir.

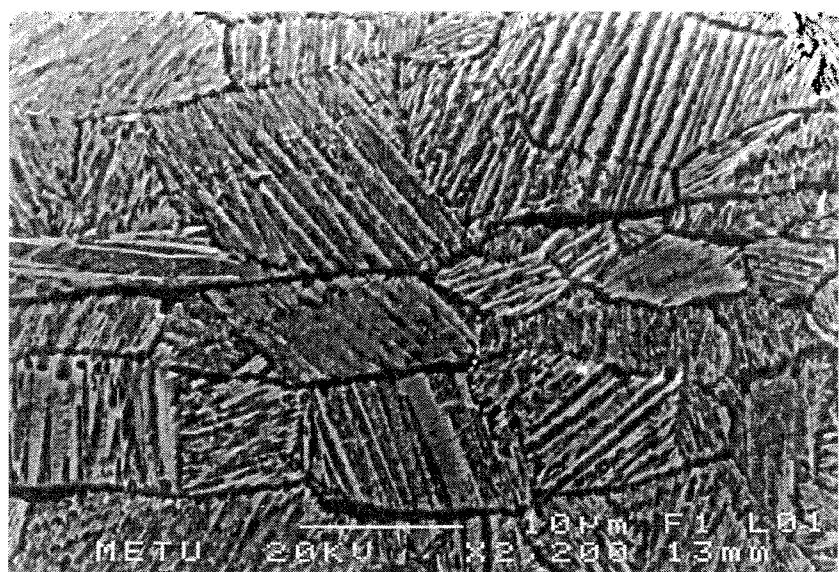
Çatlakların yanısıra, numune yüzeylerine yakın bölgede çinko kaybının bir göstergesi olarak fazla miktarda  $\alpha$  fazına rastlanmaktadır. Açıklamak gerekirse; Cu-19.5Zn-7Al alaşımı tek fazlı  $\beta$  bölgesine düşmektedir. Ancak çinko kaybı gerçekleştiğinde denge diyagramında  $\alpha+\beta$  bölgesine doğru bir kayma olur. Böylece, istenmediği halde yapıda birincil  $\alpha$  fazı belirir. Birincil  $\alpha$  fazının miktarının yüzeye yaklaştıkça arttığı gözlemlenmektedir. Bu yüzeye yakın bölgelerde daha çok Zn kaybı olduğunu gösterir.

Cu-Zn-Al toz karışımından hazırlanan numunelerin bazıları presleme sonrasında homojenizasyon işlemine tabii tutulmamış, doğrudan haddelenmiştir. Numune 850°C sıcaklığı ıstılmış fırında 10 dakika kadar duruktan sonra haddelenmiş ve inceltimmiştir. Numunenin iç yapısı incelendiğinde, homojenize edilen ve haddelenen numuneyle benzer yapılar gösterdiği saptanmıştır. Yüzeye yakın bölgelerde birincil  $\alpha$  fazı miktarı, çinko kaybına bağlı olarak artmıştır. Ancak, yüzey çatlaklarının, homojenize edilip haddelenmiş numuneye oranla daha az olduğu gözlemlenmiştir.

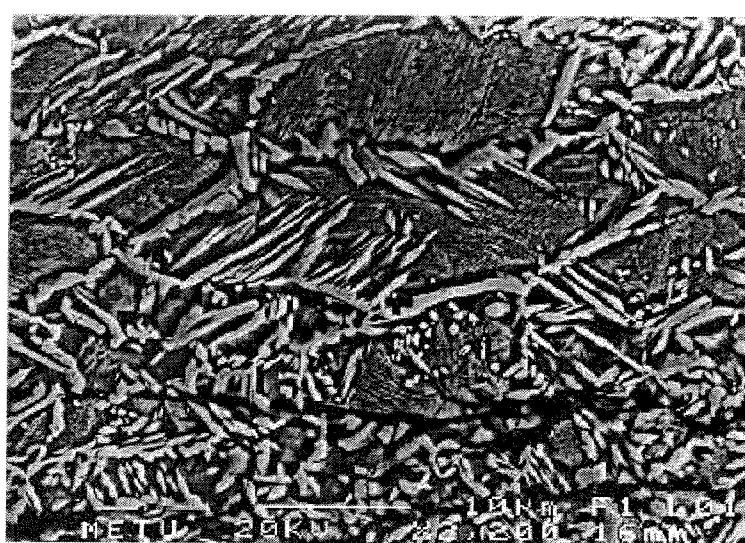
#### **Cu-Zn ve Cu-Al numunelerinin haddelenmesi:**

Cu-Zn-Al üçlü sistemine ait numunelerde haddeleme sonrası bazı çatlaklara rastlanıldığı belirtilmiştir. Haddeleme işlemi sırasında karşılaşılan çatlak probleminin sebenin araştırılması amacıyla üçlü sistem yerine Cu-Zn ve Cu-Al ikili sistemleri ayrı ayrı haddeleme deneylerinin yapılmasına karar verilmiştir.

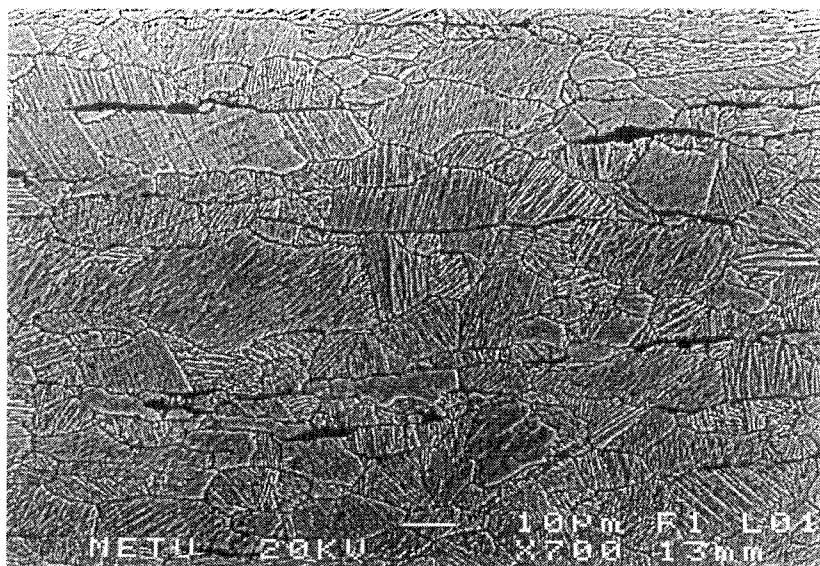
Cu tozuna %19,5 Zn tozu eklenerek karıştırıldı ve bu karışım 650°C'de, 50 MPa basınç altında sıcak presleme işlemine tabii tutuldu. Elde edile numune 850°C sıcaklıkta haddelendi. Fakat haddelemenin henüz 3. aşamasında yırtılma çatlaklarının oluşumu engellenemedi. Bunun üzerine sıcaklık 700°C sıcaklığı düşürülerek haddeleme işlemi tekrarlandı. Bu haddeleme başarıyla sonuçlanarak numune kalınlığı 5 mm'den 1.0 mm' ye düşürüldü. Numunenin makro incelemesi sonucunda malzemede çatlaklara rastlanmadı. Bu sonuç, Al tozundan kaynaklanan gözeneklerin haddeleme sırasında **çatlamaya** neden olduğunu göstermektedir.



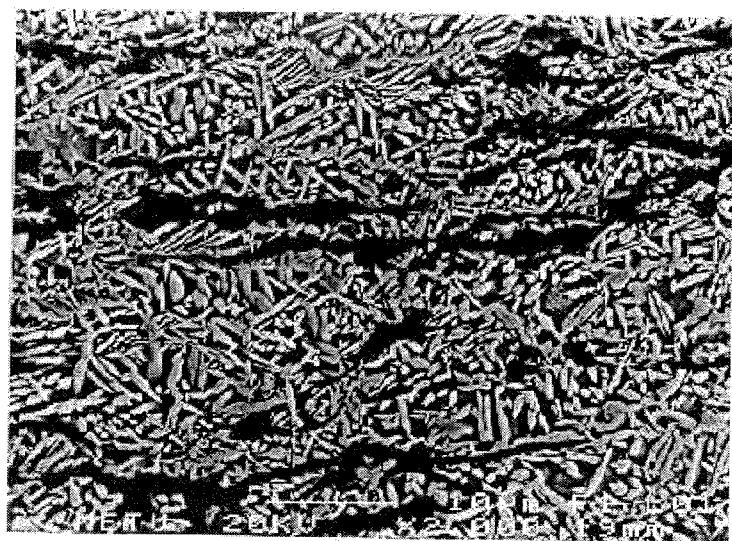
**Şekil.16.** Sıcak preslenip sıcak haddelenen CuZnAl合金 ( $\times 2200$ )



**Şekil.17.** Homojenize edilmiş ve haddelenmiş numunede, tane içinde martensit ve tane sınırlarında Widmanstatten  $\alpha$  fazı oluşumu.  $\times 2200$



(a)



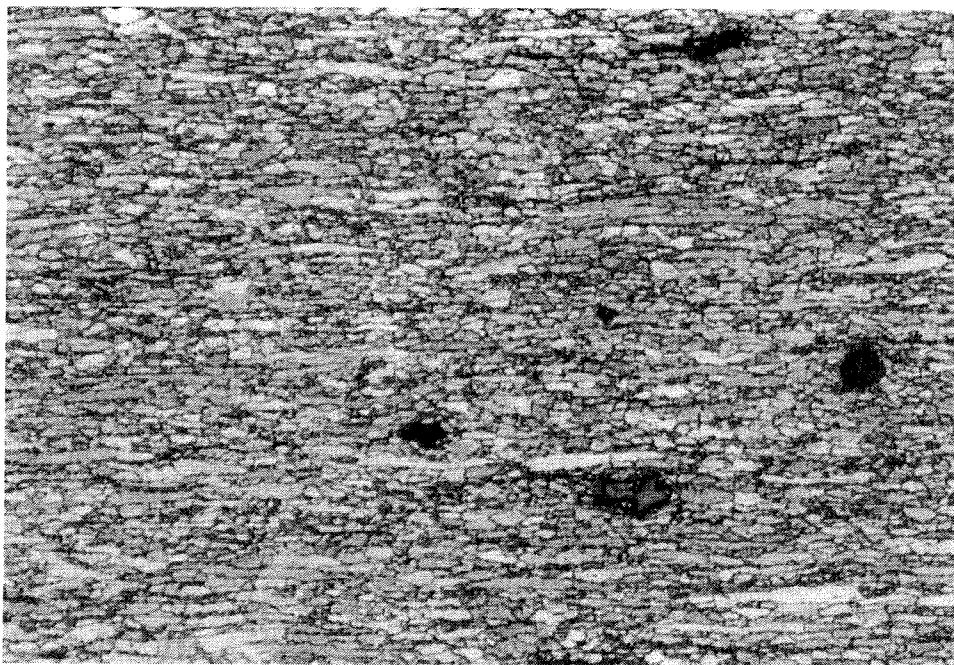
(b)

**Şekil.18.** Haddeleme sonrası numunelerde oluşan çatlaklar. x2000

## 2.2.5. TANE BOYUTU İSLAH ÇALIŞMALARI

Klasik yöntemler ile üretilen Cu-Zn-Al alaşımlarının yaşadığı problemlerin başında tane boyutlarının büyük olması gelmektedir. Tanelerin özellikle haddeleme sırasında, yeniden kristalleşme ile aşırı büyümeye deformasyon işlemlerini zorlaştırmakta ve çatlamalara neden olmaktadır. Çatlama görülmeyen parçalar ise kullanım sırasında zorluk çıkarmaktadır. İri tanelerden kaynaklanan gevreklik, düşük yorulma dayancı, Cu-Zn-Al alaşımının ticari uygulamalarını kısıtlayan önemli bir faktördür.

Aynı problem, toz metalurjisi ile üretilen alaşımada da yaşanmıştır. Sadece sıcak preslenmiş ve haddelenmiş numunenin tane boyutu 100  $\mu\text{m}$ , buna ek olarak homojenleştirilen numunenin tane boyutunun ise 700  $\mu\text{m}$  olduğu görülmüştür. 100  $\mu\text{m}$ 'luk CuZnAl alaşımının tane boyutu endüstriyel olarak tane islahi yapılarak dökülen alaşımlara çok yakındır. Toz metalurji yöntemlerinin en büyük avantajlarından biri de, eklenen yabancı parçacıkların yardımı ile tanelerin islah edilmesidir. Bu projede tane islahi için de bazı çalışmalar yapılmıştır. Bu amaç ile Cu-Zn-Al toz alaşımına ağırlık olarak %3 civarında 0.05  $\mu\text{m}$  tane büyülüğine sahip olan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  tozu eklenmiş ve karışım sıcak preslenip ardından sıcak olarak haddelenmiştir. Şekil 19'da da görüleceği gibi, bu yöntem ile ortalama tane büyülüğü 20  $\mu\text{m}$ 'den az olan taneler elde edilmiştir. Klasik alaşımardaki tane boyutunun 100  $\mu\text{m}$  üzerinde olduğu düşünüldüğünde, tane islah çalışmalarının tane boyutunu en az dört kat ufalttığı, dolayısı ile bu proje çerçevesinde başarılı olduğu söylenebilir.



Şekil.19.  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  tozu katılarak tane inceltme işlemi uygulanmış numune

## 2.2.6. Cu-19,5Zn-7Al NUMUNELERDE ŞEKİL BELLEK ÖZELLİĞİ

Projenin bu aşamasında, haddeleme sonrası elde edilen şeritlerin şekil bellek özelliğini incelemek amacıyla deneyler gerçekleştirildi. Şekil bellek etkisi termoelastik martensit dönüşümüyle olduğu için numunelerde geri dönüşüm olmayan olması gereklidir. Bu yüzden numunelere  $\beta$  faz bölgesinden direkt olarak su verilmiştir ve şekil bellek davranışını kontrol etmek için numuneler su verildikten sonra deform edilmiş ve hemen ardından yüksek sıcaklıklara ısitılmıştır.

Sıcak preslenip sıcak haddeleme numunede şekil bellek etkisi **kaynar su** içinde test edilmiştir. Bu yöntem basit, ancak bir alaşımın şekil bellek özelliği olup olmadığını gösteren etkili bir yöntemdir. Bu amaç ile numune oda sıcaklığında deform edilir. Daha sonra kaynamakta olan saf suya batırılarak geriye dönüşüm olup olmadığı incelenir. Numune eski şekline dönerse, alaşımın şekil bellek özelliği gösterdiği ve As ve Af sıcaklıklarının  $100^{\circ}\text{C}$ 'ın altında olduğu anlaşılır.

Saf metal tozları kullanılarak üretilen numuneler kaynar suda eski şekline dönmektedir. Bu da numunenin dönüşüm sıcaklıklarının (As ve Af)  $100^{\circ}\text{C}$ 'den düşük olduğunu göstermiştir. Bu numunenin martensit yapısı daha önceki Bölüm'de Şekil.16'da verilmiştir. Alaşımın iç yapısında martensit yapı rahatlıkla seçilebilmektedir. Bu da; bakır, çinko ve alüminyum tozlarından istenilen kompozisyonun elde edilebildiğini göstermektedir. Diğer yandan bu iç yapıtlarda tane sınırlarında görülen koyu bölgelerde varolan oksit tabakaları şekil bellek davranışını etkilememekte fakat numunelerin köşelerinde sıcak haddeleme sırasında çatlak oluşumuna neden olmaktadır.

Sıcak presleme ve haddelemeye ek olarak homojenleştirilen numunede ise şekil bellek etkisi görülmemiştir. İç yapı incelemesi sonucunda çinko kaybından dolayı kompozisyonun iki faz bölgebine doğru kaydığını anlaşılmıştır. Dolayısı ile bu numunenin iç bölgesinde tümüyle martensit, fakat yüzey bölgesinde martensit ve  $\alpha$  fazının olduğu gözlenmiştir. Numunedeki homojen olmayan kompozisyonun şekil bellek davranışına etkisi iki şekilde olabilir:

1) Dönüşüm sıcaklıkları kompozisyonla bağlı olduğundan numunenin bir miktar çinko kaybı martensit dönüşüm sıcaklığını artırmış olabilir.

2) Yüzeye yakın bölgelerde martensit fazının yanısıra  $\alpha$  fazına da rastlanmıştır. Bu tür bir yapı çinko sadece yüzeye yakın bölgelerden buharlaşırsa oluşur. Bu durumda, martensit fazının uygun dönüşüm sıcaklığı olsa bile yüksek miktardaki  $\alpha$  fazı martensit hareketini engeller.

En son olarak  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  tane **refinement** eklenerek yapılan numuneler kaynayan suya atıldığından şekil bellek etkisi göstermiştir. Şekil 4.42'den görüleceği gibi  $20\ \mu\text{m}$ 'ye sahip olan tanelerin hepsinde martensit fazı gözlenmektedir. Buna ek olarak, tanelerin etrafında ince bir film tabakası şeklinde görülen ikinci bir faz olduğu görülmüştür. Fakat, bu fazın yapısı ve oluşumu tam olarak belirlenmemiştir. Bu konuda ek çalışmalar gerekmektedir.

### **3. SONUÇLAR**

MİSAG-121 çerçevesinde, Cu-19,5Zn-7Al şekil bellekli alaşımların toz metalurji yöntemi ile üretimi çabalarından aşağıdaki sonuçlar çıkarılabilir:

1) Cu-Zn-Al toz karışımlarının klasik toz basma ve sinterleme işlemlerinde aşırı çinko kaybı mevcuttur. Uygulanan değişik sinterleme basamakları ve/veya işlem sıcaklıklarını çinko kaybını engelleyememektedir. Bu ise As ve Af sıcaklık kontrolünü zorlaştırmaktadır. Aynı problemler klasik ergitme ve dökme yöntemi ile üretilen Cu-Zn-Al alaşımlarında da sorun yaratmaktadır.

2) Karışına katılan Al tozu, çok düşük sıcaklıklarda ( $550^{\circ}\text{C}$ ) sıvı faz oluşturmaktır, bu ise iç yapışa kalıcı gözeneklere neden olmaktadır. Sinterlemenin ileri aşamalarında bu gözenekler yok edilememektedir. Gözenekleri engellemek için katı bölgede 22 saat vb. difüzyona dayalı ısıl işlemler gerekmektedir. Ancak, bu işlem çinko kaybını artırdığından, bu alaşım için söz konusu olamamaktadır.

3) Sıcak presleme ( $650^{\circ}\text{C}$ ) + homojenleştirme ( $900^{\circ}\text{C}$ ) işlem basamaklarının çinko kaybını en aza indirdiği söylenebilir. Ancak, bu işlem Al tozundan kaynaklanan gözenekleri engellememektedir.

4) Sıcak presleme + homojenleştirme işlemi sonrası elde edilen tabletler sıcak haddelenemektedir. Sıcak haddeleme sonrası bazı numuneler kılcal çatlaklar içermektedir. Bu çatlakların kullanım sırasında düşük yorulma dayancına neden olacaktır. Klasik ergitme ve dökme yöntemleri ile üretilen Cu-Zn-Al alaşımının da aynı problemleri içerdığı düşünüldüğünde, toz metalurji yöntemi bir avantaj sağlamamaktadır.

5) Sıcak presleme + homojenleştirme işlemi sonrası sıcak haddelenen şeritler şekil bellek özelliği göstermektedir. Bu numunelerin dönüşüm sıcaklığının  $100^{\circ}\text{C}$ 'ın altında olduğu tespit edilmiştir.

6) Tane ıslahı amacı ile alaşım tozuna katılan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  tozu ( $0.05\mu\text{m}$ ) başarılı olmuştur. Taneler ortalama  $25\mu\text{m}$  boyutlarında olup, klasik yöntemler ile üretilen alaşımardakine göre en az dört kat daha ufaktır.

Şekil bellekli alaşım üzerinde yapılan diğer çalışmalar ile karşılaştırıldığında, bu projenin uluslararası düzeyde bilgi birikimine katkıda bulunduğu ve belirli noktalarda başarılı olduğu söylenebilir. Proje yürütüticisi tarafından olumlu görülen sonuçlar:

- Üretilen numunelerin “şekil bellek” özelliği göstermesi,
- Sıcak haddelenebilmesi
- Tane boyutlarının ıslah edilebilmesidir.

Buna karşılık, yoğun araştırmalar sonrası:

- **Toz Metalurji yöntemi ile çinko kaybının engellenememesi**
- **Şekil bellek dönüşümünün gerçekleştiği As ve Af sıcaklıklarının kontrolündeki zorluklar**

projenin ulaştığı olumsuz bilgilerdir.

İleride yapılacak çalışmalarında alaşımın bileşimlerinin biraz daha değiştirilerek sürdürülmesi, bu konuda bir gelişme sağlayacaktır. Örneğin, çinko (Zn) elementinin nikel (Ni) ile değiştirilmesi tüm olumsuzlukları engelleyebilecektir. Cu-Zn-Al gibi Cu-Al-Ni alaşımları da şekil bellek özelliği göstermektedir. Üstelik Ni elementinin buharlaşma sonrası kaybı sözkonusu değildir. Bu ise düşük sıcaklıklarda uzun süreli yapılacak difüzyon işlemlerini ve gözeneklerin engellenmesini mümkün kılmaktadır. Dolayısı ile element kaybının olmaması ve gözenek içermemesi, Cu-Al-Ni alaşımları ile olası görülmektedir. Cu-Al-Ni alaşımlarının haddeleme zorlukları düşünüldüğünde, MİSAG-121 No'lu projede elde edilen bilgilerin bu alaşımı uygulanabileceğini göstermektedir.

#### 4. REFERANSLAR

- [1] L. Delaey, Van Humbeck, N. Mwamba, The Cu-Zn-Al Shape Memory Alloys, *Metals Forum*, 4, 164-70, (1981)
- [2] T.W. Duerig, J. Albrecht ve G. H. Gessinger, A Shape-Memory Alloy for High-Temperature Applications, *J. of Metals*, , 34, 14-21, (1982)
- [3] Y.Z. Karabay, Yüksek Lisans Tezi, Met&Malz. Müh., ODTÜ, (1998), s.43
- [4] T.W. Duerig, K.N. Melton, D. Stöckel ve C.M. Wayman , *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, Butterworth-Heinemann Ltd., Great Britain, (1990), s. 69
- [5] J. Perkins, ( Editör ), *Shape memory effects in alloys*, Plenum Press, New York, (1975), s. 389
- [6] J. D. Stice ve C.M. Wayman, Observations of Aging Effects in a Cu-Sn Shape Memory Alloy, *Met. Trans. A*, 13A, 1687-95, (1982)
- [7] L.Lu, M.O. Lai ve S.Zhang, Preparation of Copper-Based Shape-Memory Alloy via Mechanical Alloying Technique, *Mat. Sci. and Tech.*, 10, 319-22, (1994)
- [8] R.D. Jean, T.Y. Wu, S.S.Leu, The Effect of Powder-Metallurgy on Cu-Al-Ni Shape Memory Alloys, *Scripta Metall.et Mat.*, 25,s. 883-88, (1991)
- [9] S.S.Leu Y.C. Chen, R.D. Jean, Effect of Rapid Solidification on Mechanical-Properties of Cu-Al-Ni Shape Memory Alloys, *J. of Mater. Sci.*, 27, 2792-98 (1992)
- [10] KisooShin,C.R. Wong ve S.H. Whang, Fabrication and Damping Capacity of Cu-Zn-Al Matrix Composites Processed by Powder-Metallurgy Route, *Materials Sci. and Eng. A*, 65, 35-43, (1993)
- [11] Y.D. Kim, C.M. Wayman, Shape Memory Effect in Powder-Metallurgy NiAl Alloys, *Scripta Metall.*, 24, 245-50, (1990)
- [12] P. S. Gilman ve G.H. Gessinger, A Method for the Experimental-Determination of the Effective Stress in Hot-Pressing, *Powder Met. Int.*, 12, 38-40, (1980)

## **EK-I**

# A MICROSTRUCTURAL STUDY OF LIQUID PHASE FORMATION IN AL-CU POWDER MIXTURES

B. Ogel\*, A. Dericioglu\*, S. Bor\*

(\* ) Metall. and Materials Eng. Dept., Middle East Technical University, Ankara, Turkey

## ABSTRACT

In this study, the liquid formation sites and the diffusion paths in water quenched Al-5%Cu and Cu-5%Al compacts are investigated. It has been found that, in Al-5%Cu compacts, the liquid phase forms at the Al matrix and flow to the capillaries between the solid matrix. On the other hand, in Cu-5%Al specimens, the first liquid forms within the Al powder, but solidifies again at the very early stages of heating. As far as the sinterability of Al-Cu powder mixtures are concerned, it is found that the location of the eutectic point is more important than the relative diffusivities of the constituents.

## 1. INTRODUCTION

Many PM alloys are produced from mixtures of elemental powders, due to their better compactibility with respect to pre-alloyed powders. In compacts prepared from elemental powders, a transient liquid phase sintering may sometimes take place, depending on the phase diagram. Pore formation and compact swelling, however, is often a problem in such systems, e.g. Fe-Al, Cu-Sn and Cu-Al (Berry 1972, Savitskii and Burtsev 1979, Lee and German 1985). Various mechanisms are suggested for pore formation in Cu-Al system. Among these, the higher solubility of Al in Cu (Savitskii and Martsunova 1980, Savitskii and Emelyanova 1982), or formation of an intermetallic phase in front of the liquid and blocking the liquid flow (Lee and Yoon 1988) can be mentioned. In previous studies concerning the swelling mechanisms in Cu-Al, however, the heating or cooling rates of the compacts were low. This possibly renders difficult to detect the evidences of liquid.

In this study, the Al-5%Cu and Cu-5%Al compacts are quenched from various temperatures, in order to freeze the microstructure. The liquid formation sites and the diffusion path of the additives are determined from the quenched microstructures. This study is a part of a project on production of Cu-Zn-Al shape memory alloys by PM methods.

## 2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

The Al-5wt%Cu and Cu-5wt%Al compacts are prepared from elemental Al (average size ~100 $\mu$ m) and Cu (average size ~40 $\mu$ m) powders. Powders are hand mixed in a mortar with the addition of a few isopropyl alcohol. Green specimens are compacted in a uniaxial cylindrical die (15mm diameter) under 200MPa pressure. In order to see the effect of initial density on behaviour of the liquid phase, a series of specimens are also prepared by hot pressing. Hot pressing is carried out in an electrically heated die at 50MPa and under nitrogen atmosphere. During hot pressing, temperatures are kept low to minimize the mutual diffusion of the powder constituents. Quenching experiments are done in a vertical tube furnace under argon

atmosphere. For this purpose, the cold and hot pressed specimens are placed into a pre-heated furnace and kept there for either 5 mins. or 30 mins and then directly water quenched.

### 3. RESULTS AND DISCUSSION

Initially, the Al rich side of the Al-Cu phase diagram is studied (Figure.1). When specimens, in the form of green compacts, are heated to a temperature below eutectic, i.e. 548°C, and quenched in water, the Cu powder particles are seen to remain unchanged in the microstructure without considerable interaction with the Al powder matrix. In these specimens, there was a moderate solid state reaction between the Cu powder and Al, which resulted in formation of a thin intermetallic layer around Cu powder. Increasing the temperature above eutectic, caused formation of a liquid phase as expected. Figure.2 illustrates the microstructure of the specimen quenched from 550°C. As can be seen, a fine eutectic phase mixture (lighter contrasted lamellar structure) is formed from the liquid within the Al powder upon quenching. Behind the eutectic phase, a Cu particle, which initiated the liquid phase, can also be seen. A further increase in temperature to 600°C has revealed that a liquid phase, once formed, has a tendency to penetrate through the Al powder boundaries. In Figure.3, the liquid phase is seen as a continuous network along the Al powder surfaces, which most probably transformed to CuAl<sub>2</sub> during cooling. The similar experiments carried out on hot pressed specimens revealed identical results, with the exception that the residual pores apparent in sintered and quenched samples are not seen in hot pressed samples.

Similar quenching experiments are also applied to the Cu rich side of the Al-Cu phase diagram. In order to eliminate some of the intermetallics at the interface, the quenching temperature is selected as 650°C. After holding for 30 mins at 650°C and quenching, numerous pores are found to exist in the microstructure of the Cu-5%Al compacts. As shown in Figure.4, these pores are associated with the prior Al powder sites. At this magnification, it is seen that the mutual diffusion of Al and Cu resulted in formation of several diffusion layers around the pore. These layers are marked as A and B in Figure.4. In SEM, the EDS spot analysis is taken from these layers for identification purposes and tabulated in Table.1. As can be seen, all the layers are Cu rich. Even the layer next to the pore (layer A), which was originally pure Al, now yields a composition of 80%Cu-20%Al. Considering the spot analysis results, layer A is identified as  $\gamma_2$ , whereas layer B as  $\beta$  (transformed to martensite upon quenching). Matrix (marked as C in Figure.4) surrounding  $\beta$  layer is a solid solution of Al in Cu (i.e.,  $\alpha$ ), Cu content of which decreases gradually with distance from the  $\beta$  interface. It is seen that all the phases present around prior Al particle are in solid state at 650°C. Taking into account that 30 minutes is too long at this temperature to preserve a liquid phase, a second specimen is quenched from 650°C, after holding for only 5 minutes. However, no evidence of a liquid phase could be found in this specimen as well. The EDS analysis of the layers gave identical Al-Cu ratios, in comparison to that of specimen hold for 30 minutes (Table.1). As can be seen in Figure.5, the pores are already formed within this short period of time. These findings indicate that the diffusion of Cu into the Al particles is very fast and takes place at the very early stages of heating, so shifting the composition of Al particle to liquid phase region. On the other hand, it seems that the concurrent diffusion of Al in reverse direction (into the Cu matrix) takes place in solid state. Verification for this can be the composition of the concentric diffusion layers around the Al particle, which belong to the phases that are solid at 650°C.

Holding the Cu-5%Al compacts at 500°C for more than 20 hours has not caused any pore formation. This solid state diffusion experiment indicates that pore formation in Cu-Al system is due to local liquid formation in Al particles when eutectic temperature is exceeded.

**Table 1.** The EDS analysis of the diffusion layers in Cu-5%Al compacts.

Quench Temp.(°C)	Time (mins.)	Layer	%Cu	%Al
650	30	A	80	20
650	30	B	85	15
650	5	A	75	25
650	5	B	87	13
500	1320	A	82	18

Figure 6 shows that the original Al particle has interacted with Cu matrix and transformed into  $\beta$  phase after 22 hours at 500°C (Table 1). However, no pores are present in the microstructure.

It is believed that these results can be interpreted in reference to the Al-Cu phase diagram. In the diagram, the eutectic point is located at 66.8%Al-33.2%Cu, and closer to the Al rich side. Considering the Cu-5%Al compacts first (where Al is minor additive): At the initial stages of heating, mutual diffusion of Cu and Al will take place. If the temperature is above eutectic, pure Al particle in the Cu matrix can transform to a liquid phase, starting from the Cu-Al interface and growing inwards. This is due to that Cu diffuses into Al and pulls its composition to the liquid region. The Cu enriched Al particle being now liquid, will have much higher diffusion rates compared to that in solid Cu matrix. This liquid, which formed in place of Al particle and extended slightly beyond the original Cu-Al interface, will rapidly reach to saturation at the very early stages of heating. Then, with further Cu diffusion, composition of the outer layers of the liquid, will shift into the solid phase region (i.e. Cu rich side in phase diagram), resulting in the advance of the liquid-solid interface inwards until all the liquid is solidified. The formation of a pore at the centre of Al is not definitely known at the moment and needs further study. However, preliminary experiments show that it is due to composition dependent solidification of Al particle as mentioned above.

On the other hand, for Al-5%Cu compacts (where Cu is minor additive): The first liquid will again appear at the Al-Cu interface. As diffusion of Cu continues into the liquid, liquid-solid interface will move both inwards and outwards until Cu rich solid phases all transform into liquid. A tie-line drawn at 650°C indicates that the liquid composition will eventually reach to 95%Al-5%Cu. In other words, a simple mass balance shows that a Cu particle can pump liquid into the system as much as 20 times of its total volume, and the liquid will practically (since solubility of Cu in Al is only about 0.5% at 650°C) have no tendency for solidification. This is dictated by the phase diagram, since the eutectic point is closer to Al-rich side. As a result, the presence of the liquid in the compact will be guaranteed for a much longer period of time. The formation of a liquid phase in Al-Cu system is shown schematically in Figure 7, where Al or Cu is a minor additive.

The presence of a liquid phase in sintering is known to enhance densification. In view of the above argument it can be pointed out that in Cu-5%Al compacts, the liquid appeared will soon transform to solid again leaving residual pores behind and consequently no densification will take place. On the other hand, the liquid in Al-5%Cu compacts will persist and hence, will aid densification. In a recent study on sintering of Al-5%Cu powder compacts, the start of densification is found to correspond 600°C and over (Sahinoglu 1997). This is in agreement with the present study, since the capillary action of the liquid phase between the Al powders should aid densification. Therefore, it can be concluded that the location of the eutectic point with respect to the additive is more important than the diffusivities of the constituents.

#### 4. CONCLUSIONS

- 1) In Al-5%Cu compacts, the liquid phase persists throughout the sintering stages and flow from the original site to the capillaries between the solid matrix.
- 2) In Cu-5%Al specimens, at first a liquid forms in place of the additive Al powder. However, the powder solidifies again at the very early stages of heating, due to diffusion of Cu, so sintering does not take place.
- 3) As far as the sinterability of Al-Cu powder mixtures are concerned, it is found that the location of the eutectic point within the phase diagram is more important than the relative diffusivities of the constituents.

#### Acknowledgements

This work is a part of the project MISAG-121 and supported by TUBITAK.

#### REFERENCES

- D. F. Berry, "Factors Affecting the Growth of 90/10 Copper/tin Mixes Based on Atomized Powders", *Powder Met.*, 15, 247-266, (1972).
- A.P.Savitskii and N.N. Burtsev, "Compact Growth in liquid Phase Sintering", *Soviet Powder Met. Metal Ceram.*, 18, 96-102, (1979).
- D. J. Lee and R. M. German, "Sintering Behaviour of Iron-Aluminum Powder Mixtures", *Int. J. Powder Met. Powder Tec.*, 21, 9-21, (1985).
- A.P. Savitskii, L.S. Martsunova"Compact Shrinkage During Liquid Phase Sintering", *Soviet Powder Met. Metal Ceram.*, 19, 593-596. (1980).
- A. P. Savitskii, M. A. Emelyanova, "Volume Changes Exhibited by Cu-Al Compacts During Liquid Phase Sintering", *Soviet Powder Met. Metal Ceram.*, 21, 373-378, (1982).
- D. J. Lee and D. K. Yoon, "Transient Liquid Phase Sintering of Cu-Al Alloy", *Powder Met. Int.*, 20, 15-17, (1988).
- C. E. Sahinoglu, "A Metallographic Examination of Liquid Phase Sintering of Aluminum-Copper and Aluminum-Zinc Systems", *M. Sc. Thesis*, Metall. and Mat. Eng. Dept., Middle East Technical University, (1997).

#### FIGURES

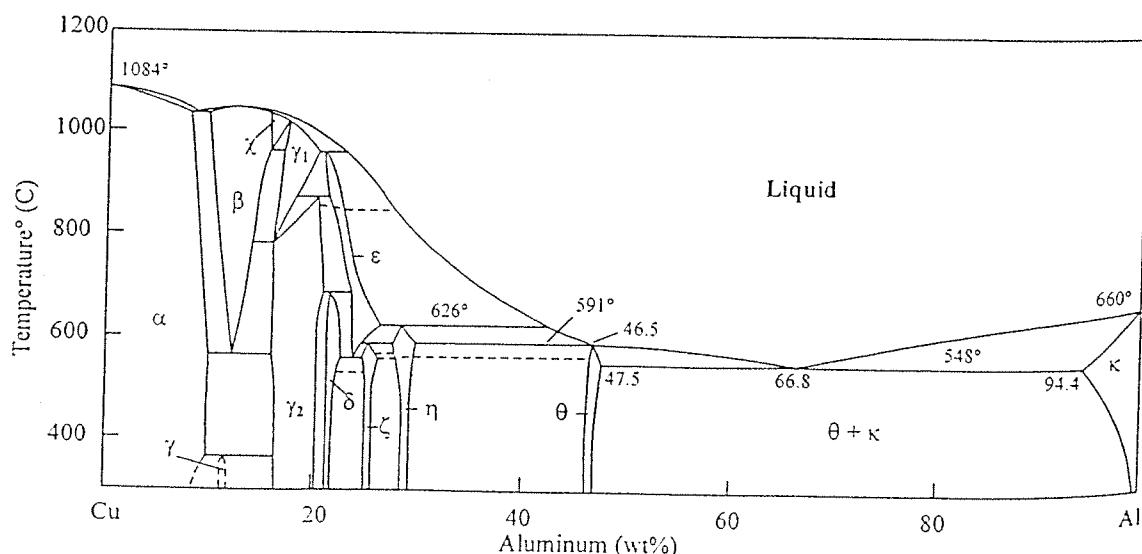


Fig.1, Copper – Aluminum phase diagram

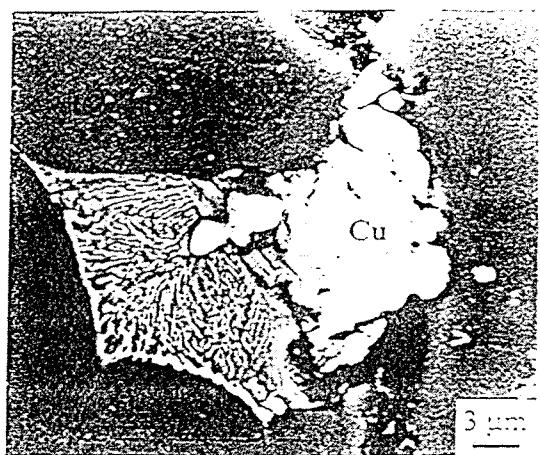


Fig.2. The eutectic phase at the Al-Cu interface in Al-5%Cu specimen, after quenching from 550°C

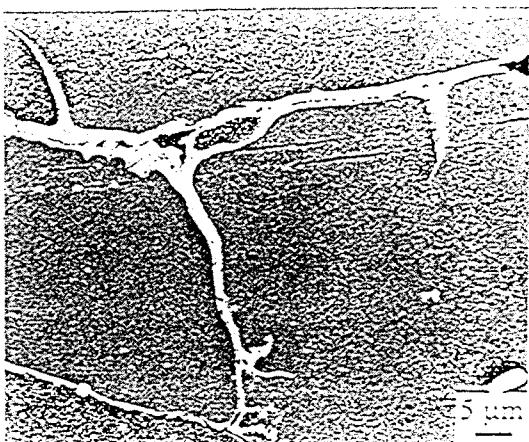


Fig.3. The liquid phase at the Al powder boundaries in Al-5%Cu specimen, after quenching from 600°C.

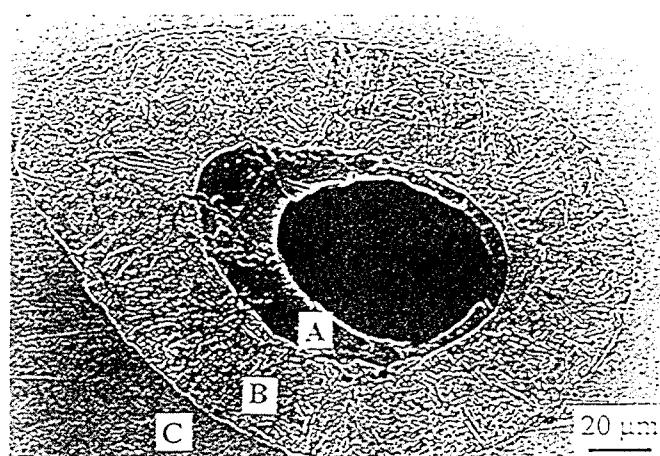


Fig.4. A pore in Cu-5%Al powder mixture, after quenching from 650°C (30 mins).

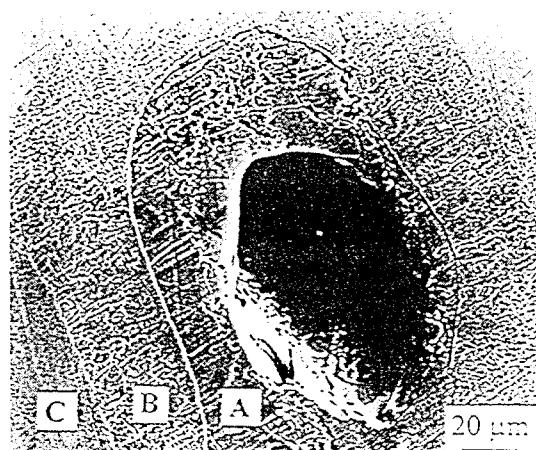


Fig.5. A pore in Cu-5%Al powder mixture after quenching from 650°C (5 mins.)

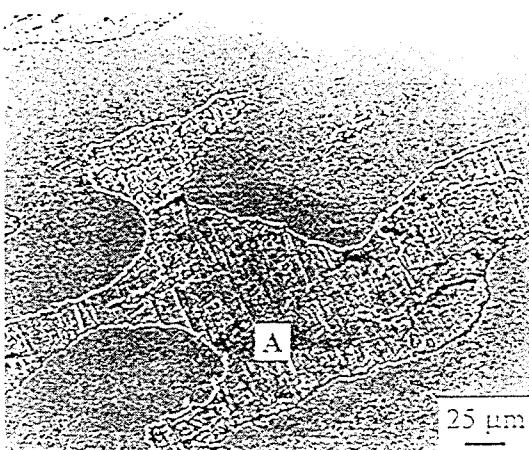
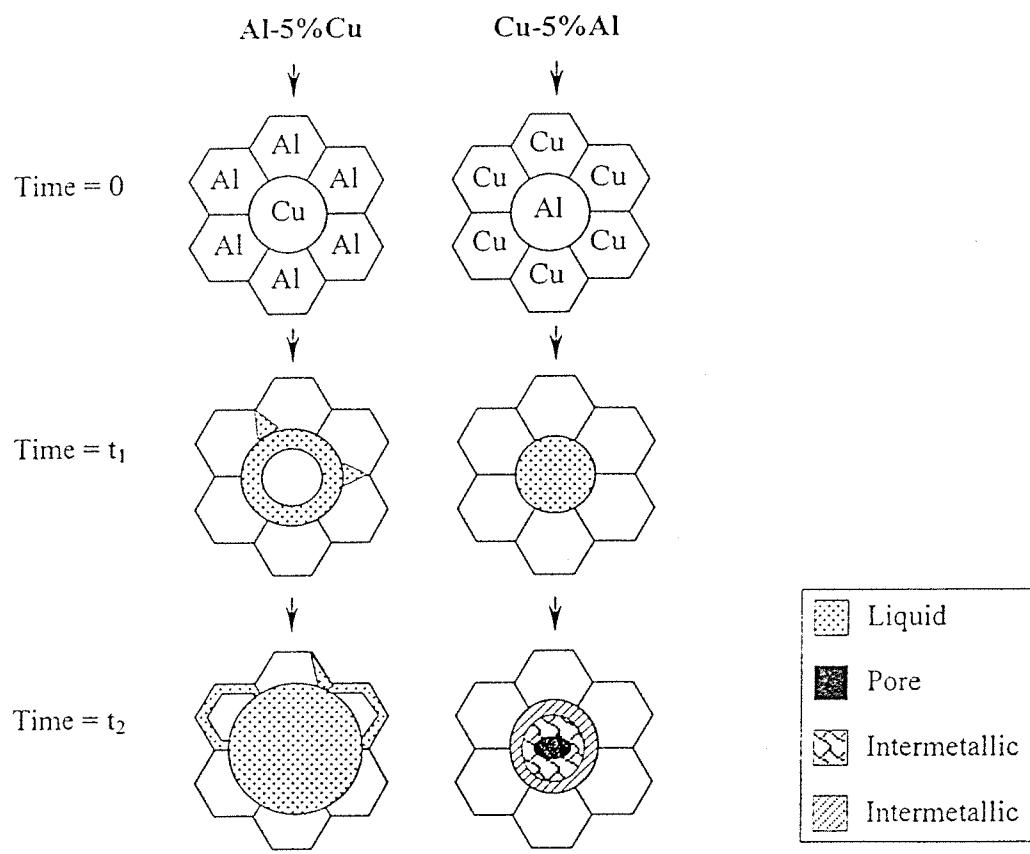


Fig.6. In Cu-5%Al specimen, the transformation of an Al powder particle to  $\beta$  phase after 22 hrs. at 500°C.



**Fig.7.** The schematic illustration of liquid phase formation in Al-Cu system, where Al or Cu is a minor additive.

## TiC VE SiC KATKILI ALUMINYUM KOMPOZİTLERİ AZOT ATMOSFERİ ALTINDA SICAK PRESSLENMESİ

Fevzi BEDİR\*, Bilgehan ÖĞEL\*\*

\*Süleyman Demirel Üniv., Makina Mühendisliği Bölümü, İsparta  
\*\*Orta Doğu Teknik Üniv., Metalurji ve Malz. Müh. Böl., Ankara

### ÖZET

Bu çalışmada sert parçacık katkılı aluminyum kompozitlerin daha basit bir toz röntgen yöntemi ile üretilmekte olan bir araştırma yapılmıştır. Saf Al ve Cu tozlarında hazırlanan Al-%5Cu anayapı合金, TiC (5  $\mu\text{m}$ ) veya SiC (10  $\mu\text{m}$ ) tozları ile güçlendirilmiştir. Toz karışımı daha sonra azot atmosferi altında tek yönden sma bir kalpta sıkı preslenmiştir. Üretilen kompozitlerin gözle okşanmadığı  $\alpha$  kattan fazının homojen dağılığı görülmüştür. TiC içeren numunele  $\alpha$  SiC içerenlerde duralma iyi sonuçlar vermiştir. Geliştirilen yöntem ile kaka fazının hacimsel oranı %40 bulabilmektedir.

Anahtar kelimeler: Sıkak presslenme, Al-SiC<sub>p</sub> ve Al-TiC<sub>p</sub> kompozitler

### ABSTRACT

This study describes a relatively simple method in production of aluminum matrix composites. The composites are prepared by mixing elemental Al and Cu (5% by weight) powders to either TiC (5  $\mu\text{m}$ ) or SiC (10  $\mu\text{m}$ ) reinforcing phase. The powders are hot pressed in a single-end die and under nitrogen atmosphere. The composites are nearly pore free with a homogeneous distribution of the reinforcement phase. The composites reinforced with TiC could be hot pressed more easily than that of SiC ones. The method described here is seen to be capable to produce composite with reinforcement content as high as 40%.

Keywords: Hot pressing, Al-SiC<sub>p</sub> and Al-TiC<sub>p</sub> composites

### 1. GİRİŞ

Son yıllarda, aluminyum anayapılı kompozitler üzerinde yoğun aralarda çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalarla amaç, hafif olan buna karşın üstün özellikler sahip yapılar elde etmekdir. Aluminyum içine katılaştırılmış  $\alpha$ -Al ve  $\beta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gibi

serinlik rüzgarının undakilerdeki sisin kontrol nedeni ile ilgili çekmektedir [7,8]. Ancak toz metalurjisi için temel karmaşaktır ve vakumlu alanda gaz giderme, tüp içine izole etme, ilip kenevi gibi maliyeti artırıcı işleneler içeren. Bu nedenle, aluminyumun anyapılı kompozitlerin endüstriyel yaygın olarak kullanılmasını engellemektedir [4].

bu çatışmada ert paryete katkılı, alüminyumun kompozitlerin daha basit bir toz metalleriyle  
yöntemi ile üretilmeye ilişkin bir araştırma yapılmıştır. Yeni yöntem, hem sıvı hem de  
kata yönteminin avanzajlı yanlarını kullanmayı amaçlamaktadır. Sıcak presleme işlemini tek  
yönden basitleştirir, bir kalıpta, azot atmosferi altında gerçekleştirilmektedir. Presleme  
süreciğinin katı+sıvı bölgesinde seçimlesinin nedenleri ise; 1) Sıvı fazın, gözeneklerin  
kapamasına izin vermemesi, sağlamanak 2) Sıvı miktarını en az seviyede tutarak  
paryete içe etmesini sınırlamak ve bükümü engellemektedir.

2. BENEYSE, YONTEM

Streçen kontağı zadeye ait olduğu  $\text{Al}_{20}\text{Cr}_{10}$  atasımdır. Saç A (25 $\mu\text{m}$ ) ve saf Cu (50 $\mu\text{m}$ ) tozları karıştırarak elde edilen anayapı, SiC (10 $\mu\text{m}$ ) ve TiC (5 $\mu\text{m}$ ) tozları eklererek güçlendirilmiştir. Katkı tozlarının deney numuneleri içindeki hacimsel yüzdeleri %20, %30 ve % 40 olarak seçilmiştir. Toz karışımından, tek yönden basımlı dikdörtgen bir kalıpta, Sınam 30mmx40mm boyutlarında steak olarak preslenmiştir. Steak preslenme işlemi 575°C'da ve 150MPa basınç kullanılarak yapılmıştır. Koruyucu atmosfer olarak azot gazı kullanılmıştır. İveyip inceletmeleri, metalografik olarak hazırlananın nümunelerde, çökük ve tarzına elektron mikroskopu kullanılarak gerçekleştirilmişdir.

B. BULGULU VE İAKİSMÄ

sonuçunda  $\alpha$  deniz miedisi içereninde, öteki çözümin  $548^{\circ}\text{C}$ da ve alüminiyumca tepkinin bölgeleri yer aldığı görüldür (Şekil 1). Bu durumda, katılan Cu tozunun Al ile  $548^{\circ}\text{C}$ deki gözenekli bir şekilde kaybolmakta ve gözenekten arınlık oluşturması beklenir [9]. DeneySEL PRESTENLENMEK İÇİN,  $548^{\circ}\text{C}$ deki gözeneklerin bu davranışının nedenini incelemektedir. Hacim olarak %20 SiC içeren numunenin iğapısı Şekil 2'de verilmiştir. Görüldüğü gibi, anyapı genel olarak gözenekten arınlık olup, SiC parçacıkları anyapı ile çevretilidir. Şekil 3 ise %40 TiC takviyeli numunenin iğapısını farklı bütünlük erde göstermektedir. TiC parçacıklar, SiCe oranla daha kürseldir. Ayrıca, %40 gibi çok yüksek hacim oranına karşın, TiC parçacıkların araslarındaki boşluklar tamamen Al-Cu alısını tarafından doldurulmuştur. SiC parçacıkların içine yerleştirilen TiC katkılı kompozitlerin, SiC içerenlere göre daha kolay üretiltiği görülmüştür. SiC katkılı katı pozitiflerin sıcak prestenmesi sırasında, kalıp dışına belirgin bir miktar sıvı faz çıkışları vardır. Ayrıca, yapılan detaylı incelemelerde %40SiC içeren numunenin

İnşaatçılar, bu nedenle karbonititlerin olmasına karşı, seramik parçacıkların anayapı içinde homojen olarak dağılıkları gözlemiştir. Katı fazı dağılımı, yüksek kontrast nedeni ile mikroskopik bir daha rahat seyrelbilinmektedir. Şekil 4a, Al- $\%20$ SiC, Şekil 4b ise

## Şube 1: Kompüterli İşem parametreleri ve Brinell sertlik değerleri

Bileşim	Sertlik (Hv)
Al-%20SiC	86
Al-%30SiC	111
Al-%40SiC	140
Al-%20TiC	91
Al-%30TiC	123
Al-%40TiC	178

örnge deincelemiyti. Seramik toz boyutu ile Al toz boyutu arasındaki fark azlığı daha homojen olmaktadır. Bu nedenle, kompozitler iç piyasadan edilebilen en ince Al tozu (25 $\mu$ ) ile üretilmişlerdir. Aksi takdirde, seramik toz sınırlarında birikme eğilimi göstermektedir.

Çizeğe 1'de verilmiştir. Sertlik değerlerinin hacim oranına bağlı olarak de-  
şekil 5'de çizilmiştir. Beklendiği gibi, sertlik SiC ve TiC miktarı ile doğru e-  
olatırak artmaktadır. Aynı hacim oranlarında ise, TiC katkılı numuneler değerlerin  
diuma daha yüksek sertlik değerleri vermektektir. Bunun nedeni kompozitlerin iç  
ülük gözenekler olabilir. Yukarıda belirtildiği gibi, %40SiC içeren numuneler  
iyi apışında bir miktar gözenek kalınlaşdır. Geliştiirilen yeni yöntemin, A  
kompozitlerin üretimine daha yatkın olmasına nedeni bu aşamada anlaşılamaz.  
Ancak, sıvı köşeli SiC parçacıkları ile karşılaştırıldığında, TiC parçacıklar  
küreseldir. Dolayısı ile presleme sırasında seramik parçacıkların hareketi ve yerl-  
daha kolay olacağından yoğunluk artabibecektir. Bir diğer neden de istatma  
otabilir. Sıvı aluminyum-bakır合金ının TiC'ü istatma açısından litera-  
rastamamamıştır. Ancak, deneyler sırasında Al-SiC numunelerden bir miktar  
kayıbının olduğu bir gerectür. Bu nedenle, TiC ve SiC'ün sıvı aluminyumu is-  
açısının eklişi gözardı edilememelidir.

4. SONUC

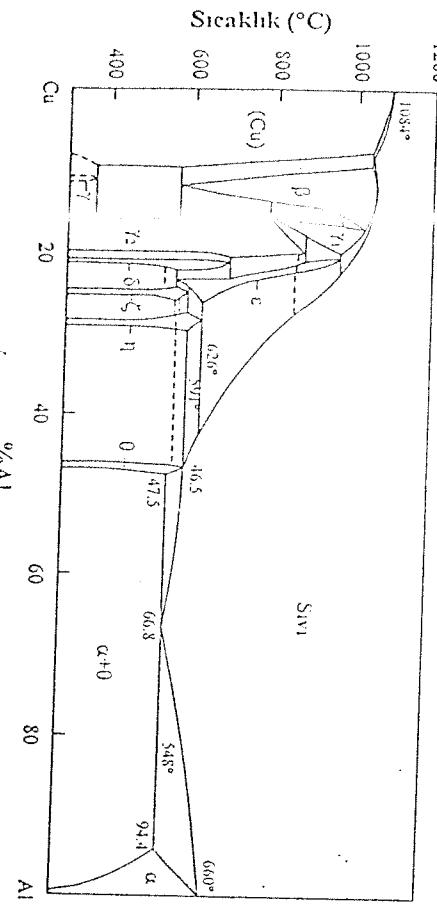
1. Al-Cu-SiC ve Al-Cu-TiC kompozitler, saf Al atmosferi altında, gözneç içermeycek şekilde steak preslenebilmiştir.
  2. Geliştirilen yeni yöntem ile, aluminyum kompozitler basitleştirilebilmiştir.

3. Al-Cu-TiC kompozitlerde ılaçtan en yüksek sertlik ISO11B, Al-Cu-SiC kompozitlerde ise 140HB dir.

## KAYNAKÇA

1. S.V.Kamus, J.P.Hirth, R.Mehrabian, Acta Metall., 37, 2395, 1989
2. A.J.Geige, J.A.Walker, J.of Met. 43, 8, 1991
3. W.C.Jr.Ha Sung, Mater.Sci.and Eng., A224, 75, 1998
4. M.V.Kevorkyan, The American Ceramic Soc. Bull., 77, 53, 1998.
5. N.Wang, Z.R.Wang, G.C.Wetherly, Metall. Trans., A23, 1423, 1992
6. M.D.Kulkarni, P.S.Robi, R.C.Prasad, P.Ramakrishnan, Scripta Metall. Mater., 31, 237, 1994
7. L.Liu, M.O.Jai, S.Zhang, Key Eng Mater., 111, 104, 1995
8. P.L.Lui, Z.J.Wang, W.L.Wang, Mater.Sci.Technol., 13, 667, 1997
9. A.Dericoglu, B.Ogul, S.Bor, 2nd International Conf on the Science, Technology and Applications of Sintering, State College, Pennsylvania, USA, November 999.

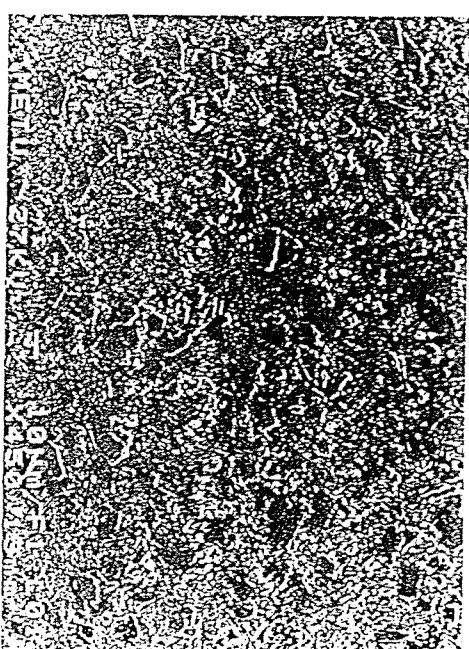
## SEKİLLER



(b) x1300

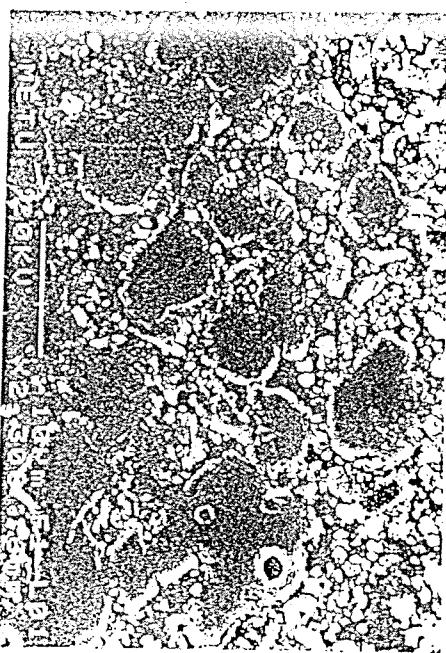


(a) x150



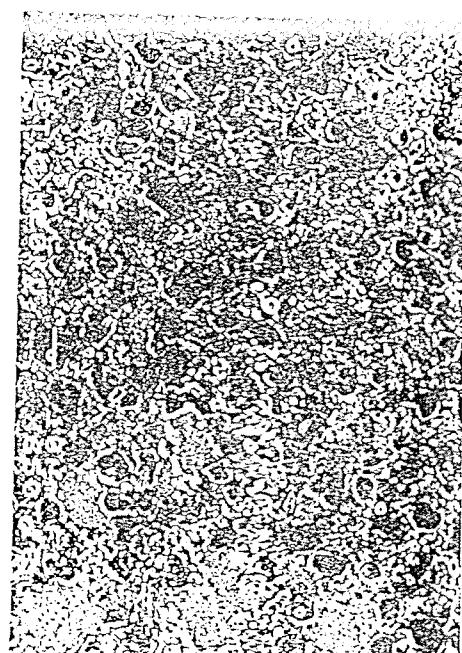
Sekil 1. Al-Cu dengé çizelgesi

Sekil 2. Al-%5Cu-%20SiC içeren kompozitin içiyapısı



(b) x2700

Şekil 3. Al-%5Cu-%40TiC içeren kompozitin iç yapısı

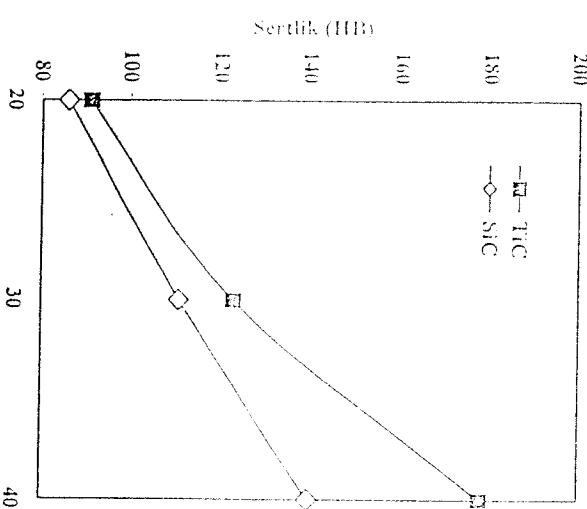
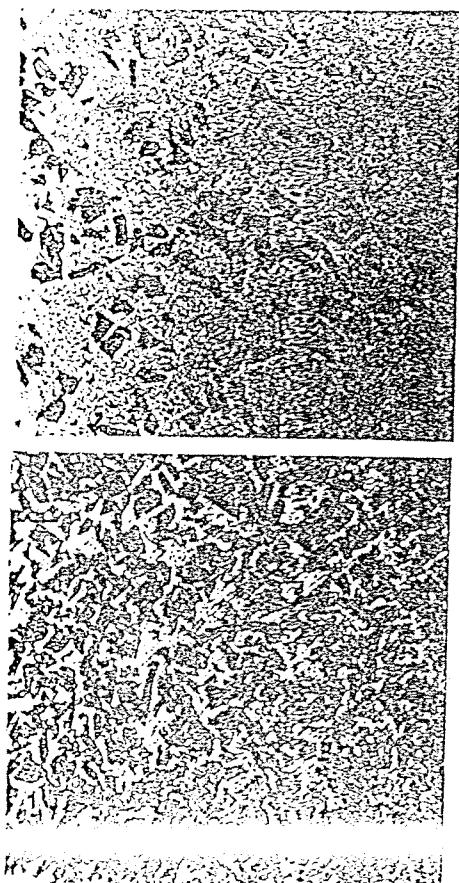


(a) x650

(a)

(b)

Şekil 4. (a) %20SiC, (b) %40 SiC içeren kompozitte katkı fazının dağılımı



## BAKIR ESASLI ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARIN TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ

Bilgehan ÖĞEL

Arcan DERİCİOĞLU

Orta Doğu Teknik Üniversitesi  
Metalurji ve Malzeme Müh. Böl. Ankara

### ÖZET

Bu çalışmada, Cu esaslı şekil bellekli alaşımların toz metalurjisi üretililebilirliği araştırılmıştır. Cu-16.5Zn-6.5Al alaşımı saf tozlar kullanılarak üretilmiştir. Üretim aşaması, sinterleme, sıcak presleme ve haddelenenin değişik kombinasyonları içermektedir. Konvensiyonel sinterleme yönteminde, buharlaşan zinc bağlı çinko kaybı engellenmemiştir. Sıcak presleme ve arkasından homojenizasyon işlemi uygulanan numuncelerde gözenek problemi vardır. Sıcak presleme sonrası doğrudan haddelenen numunceler de gözenek içermesine karşın, şekil bellek özelliği göstermektedir.

### ABSTRACT

A Cu-based shape memory alloy is produced using PM methods. The Cu-16.5Zn-6.5Al alloy is prepared from elemental powders. The production route includes the various combination of sintering, hot pressing and hot rolling. Zinc loss due to evaporation could not be avoided in conventional compaction and sintering route. On the other hand, a homogenization treatment after hot pressing leads to formation of pores in its microstructure. Directly hot rolled specimens after a hot pressing operation show shape memory effect, which is most probably due to that zinc loss is minimized.

**Keywords:** Powder metallurgy, Cu based shape memory alloys, Hot pressing

alaşım sistemidir [2-5]. Cü esaslı SB $\lambda$ 'lar, konvensiyonel dokum ve haddeleme yöntemini ile üretilmektedir. Bir SB $\lambda$ 'nın en önemli fiziksel özelliği, dönüşüm sıcaklığıdır (Ms). Dönüşüm sıcaklığının üretim sırasında çok hassas olarak ayarlanabilmesi, endüstriyel uygulama açısından büyük önem taşır. Ancak, klasik döküm ve haddeleme yönteminden tane büyimesi ve çinko kaybı bir problem olarak karşımıza çıkmaktadır [6]. Örneğin, çinko miktarındaki %1 lik bir değişim, Ms sıcaklığında  $\pm 60^{\circ}\text{C}$ lik bir değişimine neden olmaktadır ve endüstriyel uygulama alanını kısıtlamaktadır.

Z. WILDEZENIE VON LIM

Bu çalışmadada anıg, Cu esansı SDA tamlı toz metotuyla Jönköping Üniv. ile ortaklaşa araştırılmıştır. Saf Cu, Zn ve Al tozlarının karışımı ile hazırlanan bir合金ının kimyasal bileşimini, dolayısı ile Ms sıcaklığını çok hassas olarak ayırmak mümkün olabilecektir. Aynı şekilde toz metallüjî yönteminin tane büyümelerini bir ölçüde engellemesi beklenebilir.

### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Sıcakプレス成形は、オムニクルムノウムのボリュームを保持するため、通常は200 MPaの圧力下で行われます。この過程では、熱処理が行われてから、最初にアゾトガスを充填してから、最終的に水素ガスを充填する工程があります。この複数段階の圧力変化により、材料の構造が適切に形成されることが確認されています。

*Yazılıcı, sümükent stoklarının bağlı olarak tek ve tek adetli isıtma s. nr. 1 numunelerde görülen çinko kaybı.*

	300°C	500°C	900°C	Zn Kayb
1.Numune	-	-	60 dak.	%16.5
2.Numune	90 dak.	45 dak.	60 dak.	%16.4

Soğuk presleme işlemindeki başarısızlık üzerine, toz karışımının sıcak presleme karar verilmiştir. Sicak presleme işleminde, tozların plastik deformasyon ve yüksek olacağundan, dana yüksek yoğunluklara ulaşmak ve çinko kaybına neden olan tıkanık mümkün değildir. Sicak presleme sonrası numunelerin teorik yoğunluğu eriştiği ve gözenek içermediği görüldü. Şekil 1'de, sıcak preslenmiş durumda; alaçılık yapıapısı görülmektedir. Katalan Zn ve Al tozları, düşük presleme sıcaklıklarında tam olarak katı çözeltiye alınamamış, yapıda Zn ve Al açısından zengin, bölgeler oluşturmuşlardır. İkinci aşama olarak, numunelere değişik sıcaklıklarda homojenizasyon işlemi uygulanmıştır. Bu aşamada amaç, saf tozlardan oluşan karışımın homojen bir katı çözelti haline dönüşmesidir. Cu-16.5Zn-6.5Al içeren bir alaçılık diyagramunda tek fazlı  $\beta$  bölgesine düşmektedir.  $650^{\circ}\text{C}$ ,  $750^{\circ}\text{C}$  ve  $900^{\circ}\text{C}$  sıcaklıklarda 30 dakika bekletilen numunelerde Al tozu sorun yaratmıştır. Al tozunun, Cu-Al yay ile, yapıda gözenekler oluşmuştur. Bu tür bir gözenek, Şekil 2'de görülebilir. Yaklaşık 900°C sıcaklıkta yapılan 30 dakikalık bir ılımlı işlemin tel faz kau çözelti ( $\beta$  fazı) oluşturmaktan yeterli olduğu görülmüştür.

### 3.1. Soğuk Preslenmiş ve Sinterlenmiş Numuneler

Soğuk presleme sonrası  $900^{\circ}\text{C}$  sıcaklıkta 1 saat sinterlenen numunelerde çinko kaybı engellenmemiştir (Çizelge 1). Bunun üzerine numuneler, sinterleme sıcaklığının kademeLİ olarak ısıtlılmıştır. Bu deneydeki amaç, çinkonun yüksek sıcaklıklardan buharlaşmadan önce anayapı içinde kattırıltı oluşturmasıdır. Ancak, kademeLİ ısıtma işlemi de çinko kaybını engellememiştir (Çizelge 1). Soğuk preslenmiş numuneleri

özelliğindedir. Homojenize edilmeden haddelenen numunelerin şekil bellek özelliği gösterdiği gözlemlenmiştir.

#### 4. SONUÇLAR

- 1) Cu-Zn-Al esaslı şekil bellekli alaşımın konvensiyonel soğuk presleme ve sinterleme yöntemi ile üretiminde çinko kaybı engellenmemektedir.
- 2) Sicak presleme + homojenizasyon işleminin, bu tür alaşımın üretiminde daha uygun bir yöntem olduğu görülmektedir.
- 3) 900°C sicaklıkta 30 dakikalık bir ısıtma, homojen bir katı çözelti elde etmek için yeterlidir. Alüminyum, yüzeyden bir miktar çinko kaybı olmaktadır.
- 4) Sicak presleme sonrası doğrudan haddelenen numuneler şekil bellek özelliği göstermektedir.

**Teschkür:** Bu çalışmayı MISAG-121 Projeci olarak destekleyen TUBİTAK'a ve şekil bellekli alaşım türleri konusunda her türlü bilgiyi sağlayan ve tartışmaları yönlendiren Prof.Dr. Şakir Bor'a çok teşekkür ederiz.

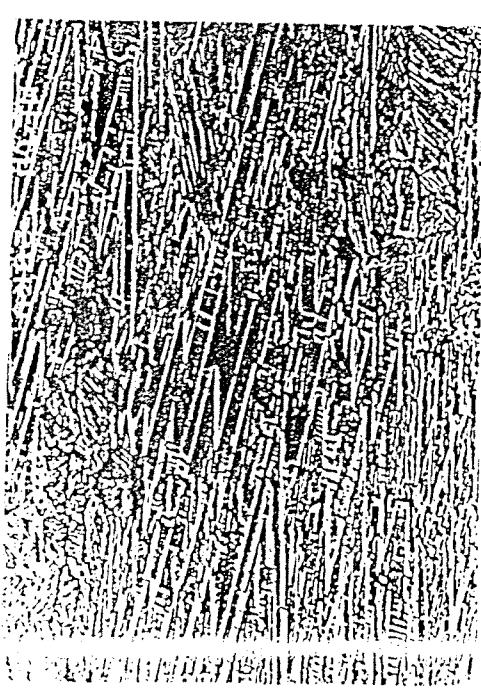
#### 5. KAYNAKÇA

1. Lu, L., Lai, M.O. ve Zhang, S., Materials Sci. and Tech., 10, pp 319, 1994
2. Delaey, L., Humberger, V., ve Mwamba, N., Metals Forum, 4, pp 164, 1981
3. Mwamba, N., ve Delaey, L., Proc. Int. Conf on Martensitic Transformations, C4, pp 639, (1982)
4. Dean, R.D., Wu, T.Y., ve Leu, S.S., Scripta Metall. et Mat., 25, pp 883, 1991
5. Wu, M.H., Semiatin, S.L., ve Scheil, J.M., Materials Char., 32, pp 195, 1994
6. Morawiec, H., Bojarski, Z., Leblatko, J., ve Joszt, K., Z. Metallkd., 81, pp 419, 1990

#### SEKİLLER



Şekil.2. Cu anayapı içinde Al tozunun homojenizasyon işlemi (650 °C);  
gözenek oluşturması. x700



## ALÜMINANIN DÜŞÜK SICAKLIK SİNTERLEMESİ

Süleyman TEKELİ  
Gazi Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi  
Malzeme A.B.D., Beşevler/Ankara

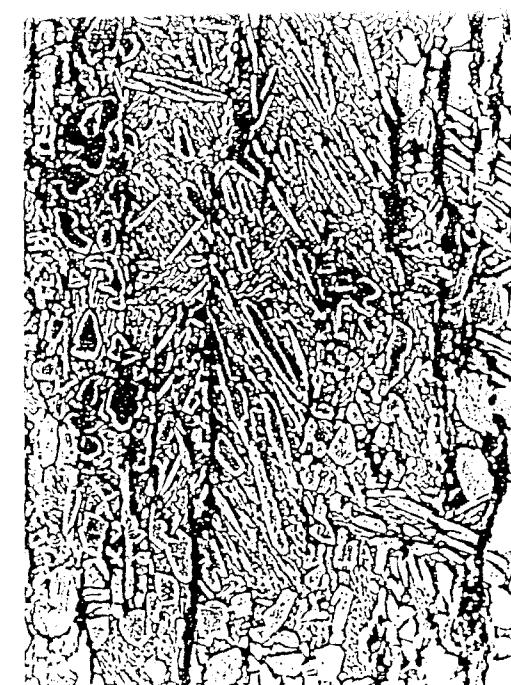
### ÖZET

Seramiklerde sintezenie kinetikini artırmak veya sintezenie stealkğını aşmak genel olarak iki yaklaşım vardır. Birincisi, çok ince tozlar kullanmak veya içi içerisindeki aglomerasyonu elime etmektedir. Aglomerasyonlar, sinteze acı matriks içinde kendisini çevreleyen tozlardan farklı şekilde sintelendiği için ve büyük boşukların oluşmasına sebep olur ve bunlarda parçanın tari sinterlenmesini engeller. İkinci yaklaşım ise sintezenie katkı maddeleri kul anı kalkı maddeleri, katı çözelti içerisinde tane sınırlarında oluşturduğundan sıvı ile sintezenie kinetikini artırır.

Bu çalışmada, yukarıdaki iki yaklaşımın beraberce uygulanması, katkı ve alüminaya inen incelenmiş ve  $\% > 99$  yoğunluğu elde etmek için sintezenie sıcaklık gibi düşük bir sıcaklığa düşürülmüştür.

## LOW TEMPERATURE SINTERING OF ALUMINA

### ABSTRACT



Şekil.5. Yüzeyden çinko kaybuna bağlı olarak, haddeleme sonrası yüzeye yakın  
ölçümlerde beliren  $\alpha$  fazı. x700

There are two general approaches to enhancing sintering kinetics or low sintering temperature for ceramics. The first is to improve powder process, e.g. to use fine starting powder and to eliminate agglomerates in green preforms. They often shrink away from the surrounding powder matrix during sintering causing and big pores. These defects results in the parts not to be sintered properly. The approach is to use sintering aids and additives. Additives forms liquid phase solution at the grain boundaries enhancing diffusion and sintering kinetics.

In this study, both application of the above two approaches has been investigated undoped and doped alumina and resulted in a sintered density of  $> 99\%$  at a tem-

BİBLİYOGRAFİK BİLGİ FORMU	
1- Proje No: MISAG - 121	2- Rapor Tarihi: 27.09.2001
3- Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri: 21.09.1998 / 21.07.2001	
4- Projenin Adı: BAKIR ESASLI ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARIN TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ	
5- Proje Yürütücü ve Yardımcı Araştırmalar: PROF. DR. BİLGEHAN ÖĞEL PROF. DR. ŞAKİR DOR	
6- Projenin Yürüttüğü Kuruluş ve Adresi: ODTÜ METALURJİ VE MALZEME MÜH. İŞÖL 06531 ANKARA	
7- Destekleyen Kuruluş(ların) Adı ve Adresi:	
8- Öz (Abstract):  MİSAG-121 No'lu projede, Cu-19,5Zn-7Al şekil bellekli alaşımın toz metalurji yöntemi ile üretilmesi planlanmıştır. Alaşımı tozu, uygun oranlarda saf Cu, Zn ve Al metal tozlarının karıştırılması ile hazırlanmıştır. Tozların soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi çinko kaybını engellememiştir. Ayrıca, aluminyum tozu iç yapışa gözeneklere neden olmaktadır. Al tozu sinterlemenin erken safhalarında erimekte ve katılaşma sonrası gözenek bırakmaktadır. İnce Al (25 $\mu$ m) tozu kullanılarak 650°C'da sıcak preslenen numunelerde gözenekler ve çinko kaybı en azı indirgenebilmiştir. Sıcak presleme işlemi sonrası 900°C'da homojenize edilen numunelerin iç yapısı martensit fazından oluşmaktadır. Sıcak haddelenerek şerit haline getirilen numuneler şekil bellek özelliği göstermektedir. Bu numunelerin dönüşüm sıcaklığının 100°C'in altında olduğu tespit edilmiştir. Ancak, bu yöntem ile elde edilen numuneler gevrektdir. Tane ıslahı amacı ile alaşım tozuna katılan $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> tozu (0.05 $\mu$ m) başarılı olmuştur. Taneler ortalama 25 $\mu$ m boyutlarında olup, klasik yöntemler ile üretilen alaşımlardakine göre en az dört kat daha ufaktır.	
Anahtar Kelimeler: Şekil Bellekli Alaşım, Toz metalurji, gözenek	
9- Proje ile ilgili Yayın/Tebliğlerle ilgili Bilgiler	
10- Bilim Dalı: Doçentlik B. Dalı Kodu: ISIC Kodu: Uzmanlık Alanı Kodu:	
11- Dağıtım (*): <input type="checkbox"/> Sınırlı <input checked="" type="checkbox"/> Sınırsız	
12- Raporun Giyimi: <input checked="" type="checkbox"/> Giyil <input type="checkbox"/> Giymeyecek	

) Projenizin Sonuç Raporunun ulaşırılmasını istediğiniz kurum ve kuruluşları ayrıca belirtiniz