

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

79223

ALÜMİNYUM-SİLİSYUM ALAŞIMLARININ ISIL ANALİZİ

Met.Müh.Özkan ŞEN

F.B.E.Metalurji Mühendisliği Anabilim Dalı
Malzeme Programında Hazırlanan

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tez Danışmanı: Prof.Dr.Nihat G. KINIKOĞLU

Prof. Dr. Nihat G. Kınıkoğlu

Doç. Dr. Nişan Sönmez

Doç. Dr. Hüseyin Sönmez

İSTANBUL, 1998

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ŞEKİL LİSTESİ.....	i
ÖNSÖZ	iv
ÖZET	v
ABSTRACT	vi
1.GİRİŞ.....	1
2.KURAMSAL İNCELEME.....	3
2.1 Isıl Analiz.....	3
2.2 Nicel Isıl Analiz.....	6
2.3 Isıl Analiz Teknikleri.....	7
2.3.1 Soğuma Eğrileri.....	7
2.3.1.1 Türetilmiş Soğuma Eğrileri.....	9
2.3.1.1.1 Türevin Kullanılması.....	9
2.3.1.1.2 İki Isıl Çift Kullanılması.....	10
2.3.1.2 Ters Oran Eğrisi	12
2.3.2 Diferansiyel Tarama Kalorimetresi.....	13
2.3.3 Diferansiyel Isıl Analiz.....	15
2.3.4 Newtonian Isıl Analizi.....	18
2.3.5 Fourier Isıl Analizi	21
2.3.6 Tercih Edilen Isıl Analiz Yöntemi.....	23
2.4 Al-Si Alaşımları.....	24
2.4.1 Al-Si Alaşımlarının Modifikasyonu.....	26
2.4.2 Al-Si Alaşımlarında Tane İnceltme.....	28
3.DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	32
3.1 Kullanılan Techizatlar.....	32
3.2 Kullanılan Malzemeler.....	32
3.3 Deneyler.....	33
3.3.1 Soğuma Eğrilerinin Elde Edilmesi.....	33
3.3.2 Soğuma Eğrilerinden Faz Dönüşümlerinin Belirlenmesi.....	42
3.3.3 Numunelerin Metalografik İncelemesi.....	43
4.SONUÇLAR.....	51
KAYNAKLAR.....	52
ÖZGEÇMİŞ.....	55

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2.1	A-B alaşımı için soğuma eğrileri ve faz diyagramı arasındaki ilişki.....4
Şekil 2.2	Ergimiş metal işleminin kontrol yöntemleri ve istekleri.....4
Şekil 2.3	Soğuma eğrilerinin analizinden bilgisayar vasıtasıyla elde edilebilir tipik bilgiler..... 8
Şekil 2.4	%6.7 Si, %0.44 Fe, %0.30Mg ve%0.01Ti içeren bir 356 alaşımının soğuma eğrisi..... 8
Şekil 2.5	Şekil 2.4'teki soğuma eğrisinin birinci türevi..... 9
Şekil 2.6	Potanın cidarından ve merkezinden 356 alaşımı için elde edilmiş soğuma eğrileri.....11
Şekil 2.7	Numunenin cidarı ve merkezi arasındaki, ölçülmüş sıcaklık farkları, T_w-T_c11
Şekil 2.8	Bir soğuma eğrisi ve onun ters oran eğrisi ile ilişkisi.....13
Şekil 2.9	550-660 °C sıcaklık alanında ısınma ve soğuma çevrimlerini gösteren, bir deneysel 319 alaşımının(% 0,5 Fe, % 0,003 Mg içeren, DAS ~22µm) toz halindeki numunesinin DSC çizimi.....14
Şekil 2.10	Diferansiyel ısı analiz cihazının temel yapı şeması. T_n standart sıcaklığı, T_s numune sıcaklığı ve T_f ocak sıcaklığı.....15
Şekil 2.11	Isınma ve soğuma çevrimleri esnasında tipik DTA çizimi.....17
Şekil 2.12	Kritik sıcaklık noktalarını gösteren , uygun faz diyagramına eklenmiş tipik DTA çizimi.....18
Şekil 2.13	Newtonian sıfır eğrileri: (a) A ve B değerleri için (sırasıyla -2,253°C/s, -0,003°C/s) $dT/dt = A.e^{(Bt)}$ den tahmin edilmiş; (b) Backerud ve Krol,(1990) tarafından tahmin edilmiş Newtonian sıfır eğrisi..... 20
Şekil 2.14	$\nabla^2 T$ 'nin belirlenmesi için kullanılan sıcaklık alanının şematik gösterimi.....22
Şekil 2.15	Çeşitli alaşım tiplerinin bileşim alanlarını gösteren Al-Si faz diyagramı parçası.....25
Şekil 2.16	Bir dökümde kalıp duvarının yanındaki ergiyikten elde edilmiş soğuma eğrisinin birinci kısmı ve onun türevi.....29
Şekil 2.17	TiB parçacıkları ilave edilmiş bir numuneden soğuma eğrisi ve onun türevi. Çekirdeklenme sıcaklığı T_N , burada ergiyeğin gerçek sıcaklığının üzerindedir. Parlama fonksiyonu, tane inceltilmiş numuneyi gösteren, $(dT/dt)_{Max}$ 'ın çok düşük değerini gösterir.....30

Şekil 3.1	Deneylerde kullanılan ortasında ısı çift olan pota.....	34
Şekil 3.2	Isıl analiz için kullanılan sistemin şeması.....	34
Şekil 3.3	Deney sisteminin fotoğrafı.....	35
Şekil 3.4	1.Alaşım(C355.2) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi.....	36
Şekil 3.5	1.Alaşım(C355.2) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi	36
Şekil 3.6	2.Alaşım(B380.1) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi.....	37
Şekil 3.7	2.Alaşım(B380.1) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi	37
Şekil 3.8	3.Alaşım(A413.1) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi.....	38
Şekil 3.9	3.Alaşım(A413.1) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi	38
Şekil 3.10	1.Alaşım(C355.2) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi.....	39
Şekil 3.11	1.Alaşım(C355.2) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi.....	39
Şekil 3.12	2.Alaşım(B380.1) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi.....	40
Şekil 3.13	2.Alaşım(B380.1) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi.....	40
Şekil 3.14	3.Alaşım(A413.1) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi.....	41
Şekil 3.15	3.Alaşım(A413.1) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi.....	41
Şekil 3.16	1.Alaşım(C355.2), 1.kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı(x220)..	45
Şekil 3.17	1.Alaşım(C355.2), 2.kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı(x220)..	45
Şekil 3.18	2.Alaşım(B380.1), 1.kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı(x220)...	46
Şekil 3.19	2.Alaşım(B380.1), 2.kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı(x220)...	46
Şekil 3.20	3.Alaşım(A413.1), 1.kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı(x220)..	47
Şekil 3.21	3.Alaşım(A413.1), 2.kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı(x220)..	47

Şekil 3.22	1.Alaşımından(C355.2), 1.kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı(x220).....	48
Şekil 3.23	1.Alaşımından(C355.2), 2.kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı(x220).....	48
Şekil 3.24	2.Alaşımından(B380.1), 1.kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı(x220).....	49
Şekil 3.25	2.Alaşımından(B380.1), 2.kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı(x220).....	49
Şekil 3.26	3.Alaşımından(A413.1), 1.kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı(x220).....	50
Şekil 3.27	3.Alaşımından(A413.1), 2.kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı(x220).....	50



ÖNSÖZ

Isıl analiz, ergimiş metal işleminin kontrolünde kullanılan yöntemlerden bir tanesidir. Bu yöntem, son zamanlarda mikroişlemcilerdeki gelişmelere paralel olarak gelişme göstermiştir. Ancak bu gelişmelere rağmen, ülkemizde bununla ilgili çalışmalar pek fazla yapılmamıştır. Bu nedenle, bu çalışmada ısı analiz yönteminin, çok yaygın olarak kullanılan Al-Si alaşımlarında yeni bir yaklaşımla incelenmesi yapılmıştır.

Bu tez çalışmasının hazırlanmasında, değerli bilgileriyle tezime yön veren ve katkılarını esirgemeyerek yardımcı olan kıymetli hocam Sayın Prof.Dr. Nihat KINIKOĞLU'na, ısı analizde kullandığım Labtech yazılım programının kullanılmasındaki yardımlarından dolayı, Yrd.Doç.Dr. Tuncay Uzun'a ve Prof.Dr. Abdüssamet Marşoğlu'na, deneylerin yapılmasındaki yardımlarından dolayı, Prof.Dr. Müzeyyen Marşoğlu'na ve Doç.Dr. Mustafa Çiğdem'e, numunelerin mikroyapı görüntülerinin görüntü işlemci ile elde edilmesindeki yardımlarından dolayı, Uzman Aygül Kılıç'a, numunelerin hazırlanmasındaki yardımlarından dolayı Teknisyen Ahmet Erbaş'a ve tezimin hazırlanmasındaki desteklerinden dolayı araştırma görevlisi arkadaşlarıma ve manevi desteklerinden dolayı aileme teşekkürlerimi sunarım.

Özkan ŞEN

Ocak, 1998

İSTANBUL

ÖZET

Bu çalışmanın birinci konusu, çift potalı ısı analiz olarak isimlendirdiğimiz, yeni bir yöntemin(bu yöntemde iki potadan elde edilen soğuma eğrilerinin farkları zamana karşı çizdirilir), Al-Si alaşımlarının katılaşması sırasında meydana gelen fazların daha hassas elde edilmesi ve hatta diğer yöntemlerde tespit edilememiş fazların bulunması için kullanılabilirliğini araştırmaktır.

İkinci konusu , aynı yöntem ile Al-Si alaşımlarında tane inceltmenin etkilerinin daha iyi tespit edilip edilmeyeceğini araştırmaktır. Bu amaçla üç farklı bileşime sahip Al-Si alaşımlarına %1Ti ilavesi Al-5Ti-1B master alaşımı ilavesiyle yapılmıştır.

Son olarakta hem tane inceltilmemiş hem de tane inceltilmiş numunelerin metalografik incelemesi yapılmış ve bu numunelerden elde edilen soğuma eğrilerinin türevleri ve farkları arasındaki ilişkiler incelenmiştir.

Bu çalışmalar sonucunda elde edilen sonuçlara bakıldığında, kullanılan yeni yöntemin, türevin kullanılmasıyla elde edilen sonuçlarla uyduğu ve oluşan fazların tesbiti için kullanılabileceği anlaşılmıştır. Ancak, umulduğu gibi diğer yöntemlerden farklı olarak yeni bir faz tespit edilememiştir. Yöntem, tane inceltmede türev yöntemiyle uyumuştur. Tane inceltmenin soğuma eğrilerindeki etkileri literatürde belirtildiği gibi gözlemlenilmiştir. Yani birincil katılaşma bölgesindeki alt soğuma miktarları azalarak, katılaşma başlangıç sıcaklığını biraz üst sıcaklıklara çekmiştir. Ötektik bölgedeki altsoğumada azalmış ve ötektik katılaşma başlangıç sıcaklığı artmıştır. Elde edilen metalografik yapılar ile soğuma eğrilerinin türevlerinde ve kullanılan yeni yöntemde tespit edilen fazlar ilişkilendirilmiştir ve fazlarla yapıların birebir uyduğu görülmüştür. Tane inceltmenin etkisinde metalografik yapılarda açıkça görülmüştür.

Sonuçta, kullandığımız yöntem yeni bir yaklaşımı yansıttığından önemlidir. Elde edilen sonuçlarda bunu göstermektedir. Ancak bu yöntemin daha geliştirilmesi gerektiği sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Isıl Analiz, Çift Pota Yöntemi, Al-Si Alaşımları, Tane İnceltme

ABSTRACT

One primary objective of this study is to specify a new method called dual cups-thermal analysis in which differences of cooling curves are plotted versus time. Also, to investigate the phases which occur during the solidification of Al-Si alloys and to find usage of other phases which are not possible to be determined through other methods.

In addition, the effects of grain refinement of Al-Si alloys were examined. By this way, addition of 1%Ti to Al-Si alloys, which have different compositions, was made by means of the addition of Al-5Ti-1B master alloy.

Finally, the investigation of metallographic structure, both not grain refined and grain refined samples were fulfilled and the relationship between the derivative and the differences of cooling curves from these samples were investigated.

At the end of those researchs, it was recognized that the results of the new method comply with those of the derivative and it can be applied for the determination of new phases. However, another new phase was not found unexpectedly. Moreover, the new method satisfies the derivative usage in grain refinement. And, the outcomes the grain refinement on the cooling curves were observed as specified in the literature. The quantities of undercooling in the primary solidification region decreased and that's why caused solidification starting temperature to rise a further one. Moreover, the undercooling in eutectic region decreased and starting solidification temperature in it increased. A comprise was written between the obtained metallographic structures and the phases formed at cooling curve derivatives and the new method. It was observed that the phases displayed a one to match with structures. The effects of grain refinement at the metallographic structures was obviously shown.

The importance of used method at the end is coming from its new approach. Also obtained data shows that results. However, for the future research, the method should be developed.

Key Words: Thermal Analysis, Dual-Cups Method, Al-Si Alloys, Grain Refinement

1.GİRİŞ

Isıl analizin kullanımı, ısı çiftin laboratuvarında kullanımı yaygın olduğu bu yüzyılın ilk dönemlerinden günümüze gelir. Bu yeni takım, ilk zamanlar önemli faz değişimlerinin (örneğin ergime noktası) meydana geleceği sıcaklığı tespit etmek suretiyle, bir numunenin ısınması ve soğuması esnasında zamana karşı sıcaklığı gözlemek için kullanılmıştır. Daha sonra bu yeni laboratuvar takımı denge diyagramlarının oluşturulmasında uzun süre kullanılmıştır.(Backerud vd., 1990)

Alaşımın katılaşma sırasındaki soğuma eğrileri numuneden çıkan ısı ile numuneden uzağa taşınan ısıya denge durumunu tanımlamaktadır. Dolayısıyla eğrilerdeki eğim değişimleri alaşımların katılaşması sırasında oluşan fazların özelliklerinin karakteristik bir göstergesi olmaktadır.

Alüminyum döküm alaşımlarında yapının gelişimini çalışmak için ısı analizin sonraki kullanımı Cibula ve Crossley ve Mondolfo'nun yayınlarından günümüze gelir. Bu çalışmalar bir soğuma eğrisinin alaşımların tane incelmesinin olup olmadığını ve Al-Si alaşımlarında silisyum ötektikliğinin değiştirilip değiştirilmediğini belirlemek için kullanılmasıyla yapılmıştır. Tane incelmesi alüminyum birincil tanelerinin çekirdeklenmesi için gerekli altsoğumanın ölçülmesiyle belirlenir ve modifikasyon ötektik büyüme sıcaklığının ölçülmesiyle belirlenir. Ötektik büyüme sıcaklığı tamamen modifiye edilmiş bir numunede 6-10°C düşürülür.

1970'in sonlarında küçük mikro işlemcilerin çıkması ve A/D(analog/digital) dönüştürücülerin gelişimiyle soğuma eğrilerinin kaydedilebilmesi ve yorumlanabilmesi mümkün olmuştur. Böylece yöntem soğuma eğrilerinden ve türevlerinden yararlanılarak mikroyapı belirleme için yaygın kullanılmaya başlanmıştır. Türevin kullanılması 1970'lerde Backerud tarafından ilk kez gerçekleştirilmiş ve alaşımların katılaşmasındaki oluşan fazlar ile iyi ilişkilendirilmiştir. (Backerud ve Sigwort, 1989)

Isıl analiz amacıyla kullanılan mikroişlemci cihazlar genellikle tek noktadan alınan soğuma değerlerini yorumlamada kullanılmıştır(Charbonier, 1984). Tek noktadan alınan değerler bilhassa soğuma hızının mikroyapı üzerinde çok etkili olduğu dökme demir gibi alaşımlarda istenilen hassasiyette ve kapsamda bilgi vermemektedir. Bu nedenle soğuma hızları farklı iki ayrı noktadan alınan değerlerle eğrilerin yorumunu yapan ve yorumda iki ayrı noktadan alınan değerler arasındaki farkı kullanan yöntemler geliştirilmiştir.

Döküm içinde hareket eden katılaşma cephelerinin gelişimini incelemek için bir ısı çiftten daha çok kullanılmasını Backerud ve Chalmers öne sürmüş ve bunu alüminyum alaşımlarına uygulamıştır. Uygulamayı bir potanın ortasına ve kenarına yerleştirilen ısı çiftleriyle yapmıştır. Bu yeni teknikte türev eğrilerinde elde edilemeyen fazlar dahi tespit edilmiştir. (Backerud vd.,1990)

Bu çalışmada ısı analizdeki bu gelişmeleri dikkate alarak, ısı analizde yeni bir yaklaşımla, çift potalı ısı analiz yöntemi, Al-Si alaşımlarında yeni fazları ve özellikleri araştırmak amacıyla uygulanmıştır. Bu uygulamayla yeni bir buluş gerçekleştirilmeye çalışılmıştır.



2.KURAMSAL İNCELEME

2.1 Isıl Analiz

Isıl analiz, verilen bir malzeme soğutulduğu (yada ısıtıldığı) zaman yer alan ısı olaylarının araştırılmasında çok faydalı bir takımdır. Sıvı-katı dönüşümlerinde, bütün katılaşma işlemi soğuma eğrilerinde kaydedilebilir ve analiz edilebilir. Böyle üretilmiş bilgi katılaşma olayını anlamak için nicel yada nitel anlamda kullanılabilir (Fras vd., 1993).

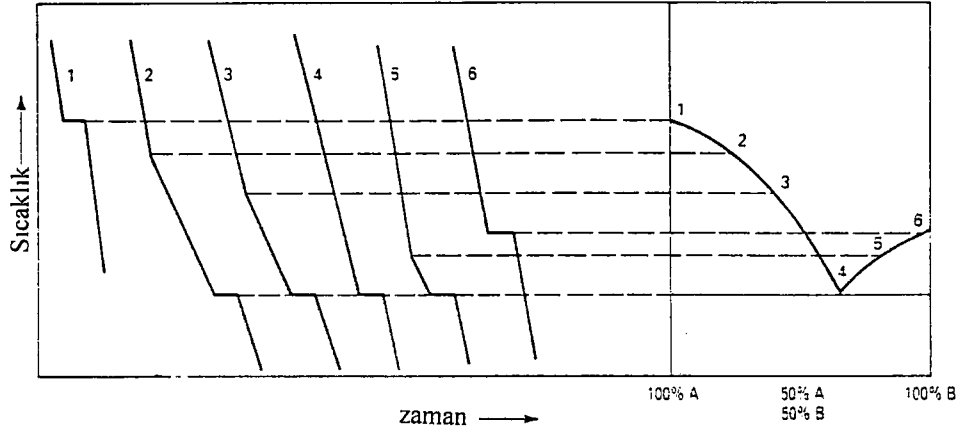
Isıl analiz, bir metal yada diğer malzemelerde olabilecek yapısal değişimleri bulmak ve çalışmak için ısıl etkileri kullanır. Bu gibi değişimler katı durumda katılaşma, ergitme yada faz değişimleridir. Metalin kütlesinin soğumada ısı kaybetme yada ısı kazanma oranı, metal ile çevresi arasındaki sıcaklık farkına bağlıdır. Soğuma yada ısınmada düzenlenmiş sıcaklık çevresinde (bir fırın içinde gibi) oran sabit sıcaklık farkı ile kontrol edilebilir. Bir faz değişimi meydana geldiği zaman, ilave ısı numune tarafından absorblanır yada geliştirilir. Bu belirlenen ısıl denge diyagramlarında yada diğer metalurjik araştırmalar için ısınma ve soğuma eğrilerinin kullanımının esasıdır. Bu gibi soğuma eğri deneylerinden verilen en az bilgi geçişin sıcaklık alanı yada kritik sıcaklığıdır. O, bununla birlikte enazından çoğu durumlarda yarı-nicel bir tam kaydetme sağlaması mümkündür. Örneğin, özgül ısı eğrileriyle direkt ilgilendirilen önemli bir fiziksel özelliktir.

Durum değişimleri yada diğer geçişler iki esas tipte oluşur:

1. Gizli kalmış ısıdan oluşan değişimler.
 - a-) Sabit sıcaklıkta- saf element, bileşik, ötektik vb. için
 - b-) Katı çözünürlüklü bir alaşımın katılaşmasındaki gibi sıcaklığın bir alanı üzerindedir. Bu şart bazen ötektik yada peritektikten dolayı sabit sıcaklık gelişimiyle takip edilecek yada tamamlanacaktır.
2. Kritik nokta için sıcaklık yükselme alanı üzerinde ilave bir özgül ısıdan oluşan değişimler (Andrews, 1973).

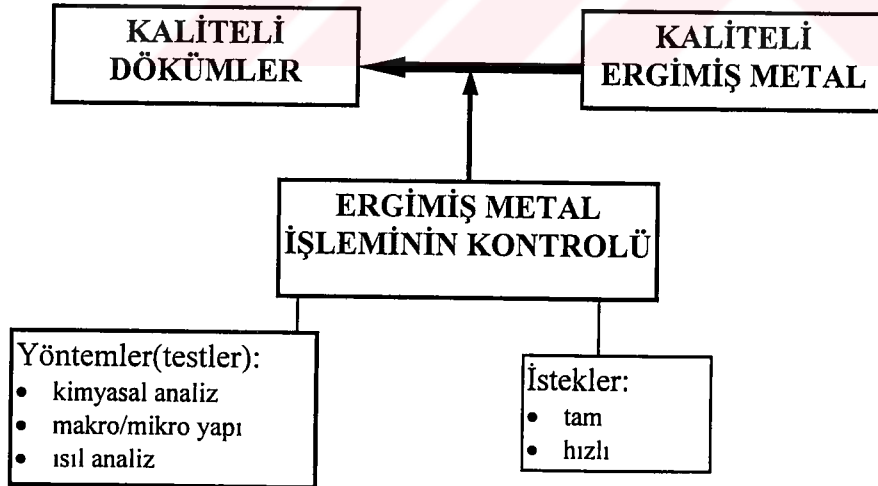
İşte bu özelliklerden hareketle başlangıçta ısıl analiz faz diyagramlarının belirlenmesi için kullanılan klasik bir yöntem olmuştur. Belirli bileşimdeki alaşımı ertir ve soğuturken elde edilen zaman-sıcaklık eğrisinden sıvılaşma sıcaklığı kolayca tesbit edilebilir. Şekil 2.1 bir A-B alaşımının faz diyagramı ile soğuma eğrileri arasındaki bağıntıyı vermektedir. Katılaşmanın

başlangıç noktası katılaşma ısısının açığa çıkması sonucu soğuma eğrisi eğiminde görülen değişiklikten anlaşılır. Şekil 2.1 'deki ideal durum deneysel sıcaklık-zaman eğrilerinde görülmektedir. Bunun sebebi, kristallerin sıvıda çekirdeklenmeleri ve büyümeleridir (ASM Handbook, 1988).



Şekil 2.1 A-B alaşımı için soğuma eğrileri ve faz diyagramı arasındaki ilişki(ASM Handbook, 1988)

Daha sonraki yıllarda ısı analiz, ergimiş metalin kalite kontrolü için endüstriyel uygulamada kullanılan ana yöntemlerden bir tanesi olmuştur (Şekil 2.2). Dökümhanelerde ısı analiz, soğuma eğrisi analizi vasıtasıyla uygulanmaktadır (Frost vd., 1992).



Şekil 2.2 Ergimiş metal işleminin kontrol yöntemleri ve istekleri.(Frost vd,1992)

Çok yıllar için akademik topluluklar, ergimiş metal ürün kalitesini kontrol etmek ve önemli fiziksel ve kimyasal reaksiyonları çalışmak için bir takım gibi ısı analizini kullanmıştır. Özellikle elektronik sanayiinde ve bilgisayar teknolojisindeki gelişmelerle ısı analiz takımı kullanımı kolaylaşmış ve gelişmiştir.

Yöntem başlangıçta sadece metalin kimyasal analizi ve tane yapısını test etme yönünde geliştirilirken bugün metalin katılaşma esnasında oluşan tüm faz değişimlerini simule ederek önemli sonuçlar verecek aşamaya ulaşmıştır.

Yöntemin dökme demirde kullanımıyla, metalin kimyasal analizi (%C, %Si, CE=karbon eşdeğeri, Sc=karbon doymuşluğu), çekirdek seviyesi, grafitleşme eğilimi, küresellik, küre sayısı, aşılama önerileri, Mg-işlem önerileri, çekinti sakatına eğilim, gaz ve cüruf sakatına eğilim konularında bilgi sağlanmaktadır(Günay ve Demir, 1997)

Aluminyumda kullanımıyla tane inceltme, silisyum modifikasyonu , bakır ve magnezyum silisidin(Mg_2Si) tane sınırlarında çökmesi ve diğer fazların belirlenmesi sağlanmaktadır.

Bu bilgileri sağlamak için, sıvı metal standart boyuttaki (sabit modül) test kabına dökülür ve zamana bağlı olarak sıcaklık değişimleri bilgisayar ve uygun donanım ile kaydedilir. Kaydedilen veriler ile metalin kendine has soğuma eğrisi, bu eğrinin birinci ve ikinci türevleri çizdirilir. Bu eğriler değerlendirilerek yukarıdaki bilgiler elde edilmektedir.

Isıl analizin etkin kullanımı ile metalurjik kaynaklı sakatı düşürmek, işlenebilmeyi iyileştirmek, döküm verimini artırmak, aşılama ve katkı maddelerinden tasarruf yapmak ve optimize etmek, faz değişimlerinin niteliği hakkında bilgi edinmek ve bunun yol açacağı sonuçları önceden görmek mümkündür.

Isıl analiz yöntemi, sağladığı bu bilgiler ve avantajlarla, daha yüksek kalitede üretim yapılmasını sağlamış ve dökümhanelerde kalite kontrol işlemini kolaylaştırmıştır.

2.2.Nicel Isıl Analiz

Soğuma eğrileri örnekte açığa çıkan ısı ve örnekten uzağa taşınan ısı arasındaki dengeyi belirtirler. Genellikle bunu matematiksel olarak ifade etmek kolaydır. Fakat, sıvıdan uzağa ısının taşınması çoğunlukla çok karmaşıktır ve deneysel koşullara bağlı olarak bir çok şekilde tanımlanabilir. Aşağıdaki açıklamada, deneysel düzenden uzağa ısı taşınımını anlatmak için sadece dQ/dt kullanılacaktır. Taşınan ısı örnekte açığa çıkan ısı ile eşit olmalıdır. Katılaşma sürecinden önce ve sonra bu ısı, ısı kapasitesindeki kayıpla dengelenir. Katılaşma sürecinin başlamasından önce analitik olarak şöyle yazılır.

$$\frac{dQ}{dt} = V \cdot \rho \cdot C_p \frac{dT}{dt} \quad (2.1)$$

Burada V örneğin hacmi, ρ sıvının yoğunluğu, C_p ısı kapasitesi ve dT/dt sıvının soğuma hızıdır. Soğuma eğrilerinde dT/dt , eğrinin katılaşma başlamadan önceki eğimidir. Eğimi zamanın bir fonksiyonu olarak değerlendirerek, şayet ρ ve C_p biliniyorsa dQ/dt 'yi deneysel olarak bulabilir ve bunu da sonradan sıcaklık-zaman eğrisinin analizi için kullanabiliriz.

Sıvı, sıvılaşma sıcaklığına soğuduğunda kristaller çekirdeklenerek büyümeye başlar. Eş.2.1'deki ısı dengesi

$$\frac{dQ}{dt} = \left(V \cdot \rho \cdot C_p + \rho \cdot \Delta H \cdot \frac{df}{dT} \right) \frac{dT}{dt} \quad (2.2)$$

halini alır. Burada ΔH katılaşma ısı ve df/dT değişen bir sıcaklıkta oluşan katının hacim oranıdır. Bu durumda sıcaklık-zaman eğrisinin şekli meydana gelen katının hacim oranına bağlıdır. Katının hacim oranındaki artış hızı arttıkça sıcaklık-zaman eğrisinde dT/dt 'nin eğimi azalacaktır. Katının hacim oranı kristallerin sayısı ve büyüme hızlarına bağlıdır.

Kristaller, normal olarak sıvının sıcaklığı sıvılaşma sıcaklığına veya ötektik sıcaklığa düşünce çekirdeklenirler. Buna rağmen sıvının sıcaklığı düşmeye devam eder. Belirli bir zaman sonra, eğrinin eğimi önce yavaşça sonra daha hızlı azalmaya başlar. Kristal oluşumunun ilk safhalarında büyüyen kristaller (ve ısı açığa çıkışı) küçüktür ve dolayısıyla bütün sıvının sıcaklığı üzerinde büyük etkileri görülmez. Sıvılaşma sıcaklığına yakın düşük altsoğuma sebebiyle büyüme hızı da düşüktür. Sıcaklık düştükçe altsoğuma artar dolayısıyla büyüme hızı ve kristal alanı artar. Sonuçta daha fazla ısı açığa çıkacak ve sıcaklık-zaman eğrisinin eğimi

azalmaya başlayacaktır. Eğitimdeki değişiklik daha erken başlarsa hızla ilerleyecektir. Sıcaklık artığında serbest kristallerin büyüme hızları tekrar düşecektir. Fakat, bu safhada büyümüş olduklarından birim zamanda hacimsel büyümeleri de büyük olacaktır. Sonuçta, sıcaklık, kristallerin büyüme hızı ve alanı ısı çıkışını karşılayana kadar artmaya devam edecektir. Büyüyen kristallerin alanı artıkça büyüme hızı düşecek ve sıvının sıcaklığı sıvılaşma veya ötektik sıcaklığa yakın olacaktır(ASM Handbook, 1988).

2.3 Isıl Analiz Teknikleri

Isıl analiz, isimsel olarak, enerji değişimleri, ölçü değişimleri ve ağırlık değişimleri ölçülmüş parametrelerine dayandırılan üç ana grupta sınıflandırılabilir. Bu sınıflandırma arasında, enerji değişimlerine dayandırılan çok yaygın kullanılmaktadır. Bunun sebebi bu teknikten daha fazla bilgi edinilmesidir. Enerji değişimlerine dayandırılan ısı analiz beş farklı tekniğe bölünür(Fras vd.,1993). Bunlar;

1-Soğuma yada Isınma Eğrisi (Sıcaklık-Zaman çizimi)

a-) Türetilmiş Soğuma (Isınma) Eğrisi

b-) Ters Oran Eğrisi

2-Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC)

3-Diferansiyel Isıl Analiz (DTA)

4-Newtonian Isıl Analizi

5-Fourier Isıl Analizi

2.3.1 Soğuma Eğrileri

Sadece soğuma eğrilerinin kullanıldığı ısı analizde geleneksel ısı analizde denilmektedir. Geleneksel ısı analizde, bir alaşım gerekli sıcaklığa ısıtılır ve sabit oranda soğumasına izin verilir. Sıcaklık zamanın bir fonksiyonu gibi kaydedilir. Soğuma eğrilerinde sadece faz dönüşümüyle birleştirilmiş dönüşümün önemli gizli ısı varsa eğer bir faz dönüşümü gösterir. Bu teknik ile faz dönüşümünün başlangıç ve son noktalarını belirlemek güçtür(Tuttle, 1985).

Katılaşma bilgisi soğuma eğrisinde içerilmesine rağmen, çok sık ölçülmüş değişimler sadece alaşım bileşimi ve faz değişim sıcaklıkları ile ilişkilendirilir.

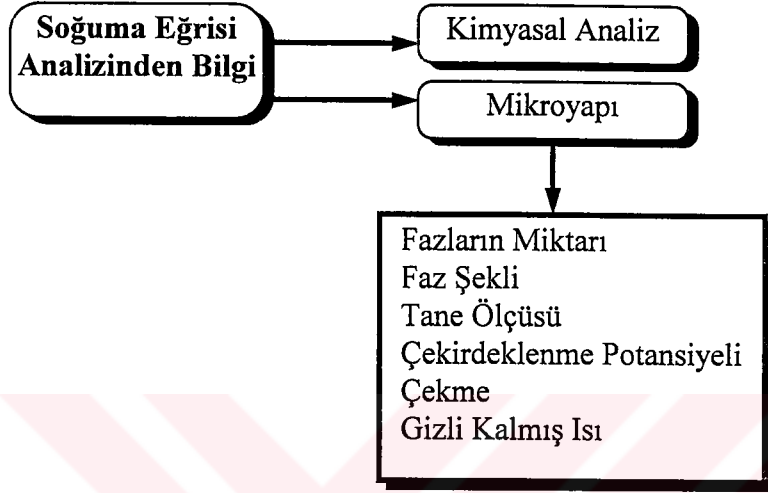
Soğuma eğrilerinin son şeklini etkileyen iki ana faktör vardır:

- Kalıptan çevresine ısı transferi

- Numune dökümünde meydana gelen faz dönüşümleri

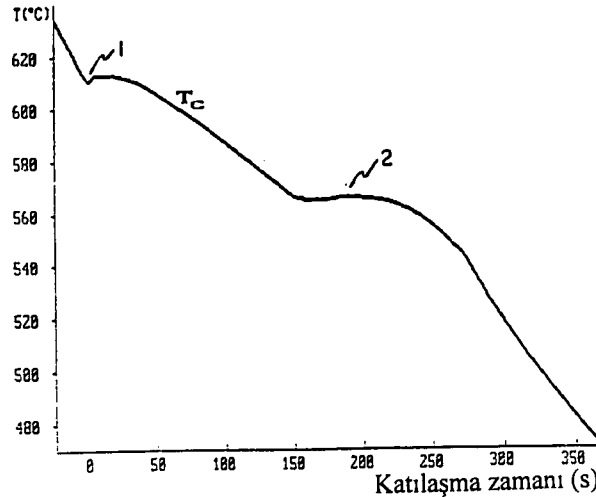
Soğuma eğrisi analizinden elde edilmiş bilgi sadece ergimiş metal işleminin kontrolü için değil hem de katılaşma olayını nicel olarak anlamak içinde kullanılabilmektedir.

Soğuma eğrilerinden elde edilmiş bilgilerin çeşitleri Şekil 2.3 'te özetlenir (Frost ve Stefanescu, 1992).



Şekil 2.3 Soğuma eğrilerinin analizinden bilgisayar vasıtasıyla elde edilebilir tipik bilgiler(Frost vd.,1992)

Soğuma eğrilerinin bu özelliklerinden hareketle, dökümlerde yapının gelişimini incelemek mümkündür. Özellikle alüminyum alaşımlarında bu yaygındır. Bu konudaki çalışmalar bir soğuma eğrisinin (şekil 2.4), alaşımın tane inceltmesinin olup olmadığını ve Al-Si alaşımlarında silisyum ötektığının değiştirilip değiştirilmediğini belirlemek için kullanılmasıyla yapılmıştır. Soğuma eğrisindeki 1 ve 2 bölgeleri faz oluşum bölgeleridir.



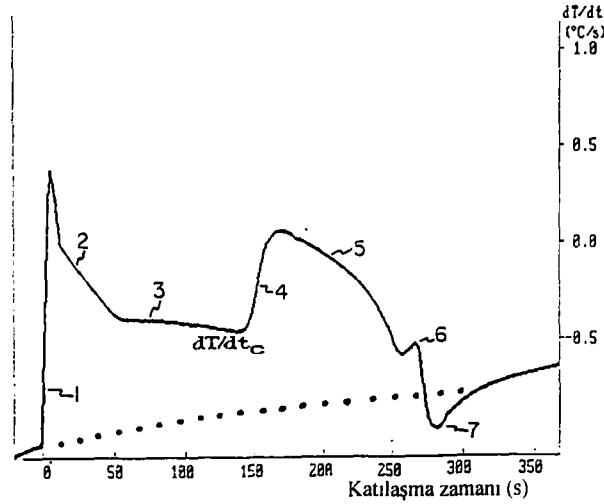
Şekil 2.4 %6.7 Si, %0.44 Fe, %0.30Mg ve%0.01Ti içeren bir 356 alaşımının soğuma eğrisi(ısıt çift 35mm çapındaki silindirik dökümün merkezine yerleştirilmiştir.)(Backerud ve Sigworth, 1989)

2.3.1.1 Türetilmiş Soğuma Eğrileri

2.3.1.1.1 Türevin Kullanılması

Isıl analizde türevin birinci kullanımı yazarların birisi tarafından erken deneylerden gündeme getirilir ve bir patent 1970’de bu gelişmede doldurulur. Çok yakın zamanda diğer araştırmacılar soğuma eğrisini dijital olarak yapmıştır ve sonra bir bilgisayarda sonucun türevini almıştır. Yen, Evans, Nowicki ve Cole(1985), alüminyum fazının çekirdeklenmesiyle bağlantılı olan türevin piklerini entegre etti ve erken bulgular entegre edilmiş piklerin dökümde gözlenilen tane ölçüsü ile ilgili olduğunu doğruladı. Sakwa, çözeltide Mg ve Cu’nun çeşitli miktarını içeren Al -%7 Si alaşımında birinci türevin kullanımını çalışmıştır. Birinci türev esas soğuma eğrisinden, çok çok açık Mg_2Si ve Al_2Cu ’nun çökmesini gösterir; piklerin ölçüsü niteliksel olarak varolan elementin miktarı ile ilişkilidir; fakat ilişki numunenin bileşiminin tam belirlenmesi için uygun görülmez.

Şekil 2.4’teki eğrinin birinci türevi şekil 2.5’te gösterilir. Türev, eğrinin herbir noktasında sayısal olarak soğuma eğrisinin eğimine eşittir ve bu yüzden katılaşma numunesinde metalin soğuma oranını temsil eder. Türev arttığı zaman bu bir şeyin soğuma oranında düşüşe neden olduğu anlamındadır. Örneğin, yeni bir fazın görünüşü, ki o gizli kalmış ısıyı serbest bırakır.



Şekil 2.5 Şekil 2.4’teki soğuma eğrisinin birinci türevi

Eğrinin başlangıcında numune tamamen sıvıdır ve soğuma oranı yaklaşık $0,9^{\circ}C/s$ dir. Kristallenme meydana gelmeseydi eğer, soğuma oranı şekilde nokta çizgi ile gösterildiği gibi

derece derece azalacaktı. Noktalı çizgi numunenin soğuma oranında esas alınan çizgiyi temsil eder. Bu esas alınan çizgide soğuma oranı numune ve onun çevresi arasındaki sıcaklık farkının bir fonksiyonudur. Bu yüzden soğuma oranı (ve türev) zaman ilerledikçe mutlak değer içinde daha az olur.

Eğrinin 1 noktasında esas alınan çizgi değerinden keskin bir sapma vardır ve türev yaklaşık $+0,4^{\circ}\text{C/s}$ 'lik bir maksimuma kadar hızlıca yükselir ve sonra aşağı geri döner. Diğer ifadeyle, türevin maksimumunda, numune gerçekten $0,4^{\circ}\text{C/s}$ 'lik bir oranda ısıyor. Bu hızlı ısı vermeye, numunede alüminyum tanelerinin ani çekirdeklenmesi neden olur. Zamanla, alt bölgelerin çekirdeklenmesinin oranı ve alüminyum dendritlerinin ön(cephe) büyümesi, hafifçe soğutucu cidarlardan numune merkezine doğru meydana gelir (eğrinin 2.bölgesi). Biraz zaman sonra dendritler dökümü doldurur ve dendritlerin daha fazla büyümesi sadece yana doğru meydana gelebilir.(Dendritlerin bu kalınlaşması 3.bölgede meydana gelir). Gerçekte, eğrinin hala esas alınan çizgi soğuma oranının üzerinde olması, gizli kalmış ısının alüminyum kristallerinin devam eden büyümesi ile salındığının bir kanıtıdır.

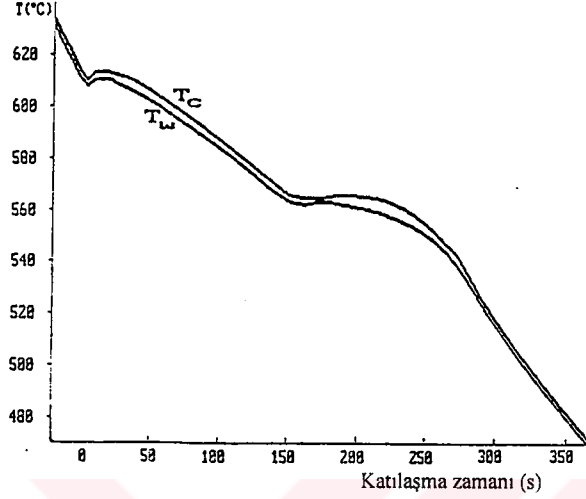
4 noktasında türevde bir başka hızlı artış vardır. Bu silisyum kristallerinin ani görünüşüyle(çekirdeklenmesiyle) ilişkilidir. Silisyumun (ve ötektikte içerilen katı alüminyumun dahi) büyümesi 5.bölgesinde devam eder. 4 ve 5 bölgeleri, alüminyum tanelerinin oluşmasına benzer olarak, silisyum başlangıcında hızlı olduğunu, katılaşma ilerledikçe aşağıya yavaşladığını gösterir ve sonunda 6 noktasında Mg_2Si fazı görünür. Bu fazın görünüşü esas eğride zor farkedilir,fakat o, soğuma eğrisinin türevinin, değeri açıkça göstermesinden dolayı burada kolayca işaretlenir.

Katılaşma tamamlandığı zaman (7.bölge) soğuma eğrisi esas alınan çizgi değerine geri düşer. Bununla birlikte noktalı çizginin altına bir küçük iniş vardır. Bu iniş, henüz tam olarak açıklanmamıştır. Isıl çift, bir silindirik kalıbın merkezinde içerilir. Katılaşmanın sonunda, ısı kristallenmenin aniden sona ermesiyle üretilir ve merkezden cidara numunede sıcaklık gradyentinin bir hız normallenmesini takip eder. Bu geçici sıcaklık dengelenmesi eğride gözlenen inişi üretir(Backerud ve Sigworth, 1989).

2.3.1.1.2 İki Isıl Çift Kullanılması

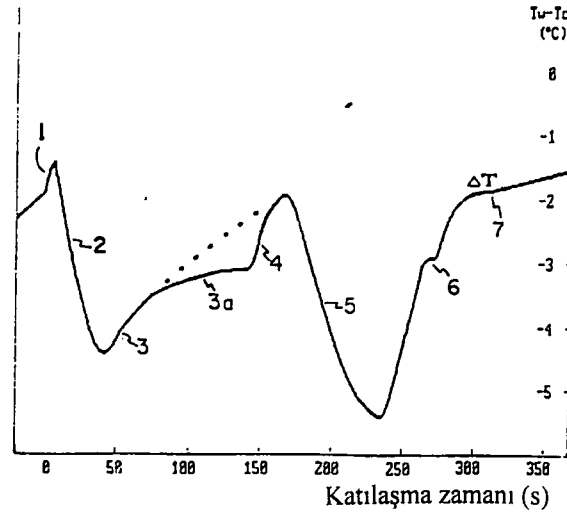
Isıl analizdeki önemli gelişmelerden bir tanesinde, numune kalıbında iki ısı çift kullanılmasıdır. Isıl çiftlerden bir tanesi cidarda, bir tanesi merkezdedir. Böyle kullanılacak

pota, yüzeyde soğuk bölgeler üretilmemesi için doldurulmadan önce ısıtılır. Böylece soğuk bölgeler oluşmaz, ama bunun yerine, potanın bütün içerikleri kristallenme yüzeyde başlayana kadar soğur. Bu yolla yeni fazlar şeklinde üretilmiş ısı dalgalarını görmek mümkündür. Diğer bir ifadeyle yeni bir faz birinci yüzeyde çekirdeklenir ve sonra büyüme(ve üretilmiş ısı) numunenin merkezine doğru hareket eder.



Şekil 2.6 Potanın cidarından ve merkezinden 356 alaşımı için elde edilmiş soğuma eğrileri

Potanın cidarında ve merkezindeki üretilmiş soğuma eğrileri şekil 2.6'da 356 alaşımı için gösterilir. Beklenildiği gibi, potanın cidarında metal merkezdekenden daha soğuktur. Bu farkın büyüklüğü, $T_w - T_c$, şekil 2.7'de çizilir. Katı ve sıvı alüminyumun ısı iletkenliği benzerdir. Bu yüzden katılaşmadan önce ve sonra küçük bir dökümde ısıl gradyent yaklaşık aynıdır: Yaklaşık 2°C sıcaklık farkı üretir.



Şekil 2.7 Numunenin cidarı ve merkezi arasındaki, ölçülmüş sıcaklık farkları, $T_w - T_c$.

Katı alüminyumun çekirdeklenmesi (1.bölge) başladığı zaman, yüzey ısınır ve sıcaklık fark eğrisi yükselir. Döküm içinde bu çekirdeklenme ve büyüme ilerlediği zaman, merkezde yüzeyden daha çok ısı üretilir.Bu yüzden fark eğrisi düşer. Sonra, alüminyum dendritler dökümü doldurduğu anda(eğrinin 2 ve 3 bölgeleri arasında) eğri yaklaşık 2°C'lik onun orijinal değerine geri dönmeye başlar. Diğer bir ifadeyle, numune alüminyum taneleri ile doldurulur ve dendritlerin kalınlaşması (ya da yanal büyümesi) eğrinin 3.bölgesinde dökümde baştanbaşa az ya da çok meydana gelir.

Eğri onun esas kararlı durum değerine geri dönemez. Dönseydi eğer, kesikli çizgiyi takip edecekti. Bunun yerine bir başka reaksiyon başlar(bölge.3a). Bu reaksiyon dendritler arası sıvıda(ön ötektikte) demir destekli fazların çökmesidir. Bu reaksiyon ne orijinal soğuma eğrisinde ne de onun türevinde gözlenilmiştir. Bu yüzden numune dökümüne yerleştirilen ikinci ısı çiftinin değeri anlaşılır. Reaksiyonun takip eden sırası (4-7 bölgeleri), şekil 2.5'te tanımlandığı gibi aynıdır.

Şekil 2.7 dikkate alındığında iki nokta not etmeye değerdir. İlk olarak cidar ve merkez arasında sıcaklık farkının büyüklüğü, katılaşma esnasında meydana gelen reaksiyonların ayrılabilmesi için yeterince küçük olmalıdır. Aksi takdirde bu analiz imkansız olmaktadır. İkinci olarak uyarlılık(coherency) noktası (2 ve 3 bölgeleri arasındadır) iki ısı çifti analizi ile açıkça kurulur. Böylece dökümün alüminyum dendritleri ile ne zaman doldurulduğu tespit edilmiş olmaktadır. Bu özellik dökümün nasıl beslenmesi gerektiği üzerinde bir etkiye sahiptir. Bu noktadan mikroyapı tane ölçüsü belirlenebilir(Backerud ve Sigwort.,1989)

2.3.1.2 Ters Oran Eğrisi

Türetilmiş soğuma eğrisi tekniğinin bir eksikliği, sıcaklık bilgisinin, bu eğrinin çizildiği yoldan dolayı (Soğuma oranı zamana karşı çizilir) direkt belli olmamasıdır. Bu türetilmiş eğri ile orijinal soğuma eğrisinin birlikte çizilmesiyle giderilebilmektedir. Bununla birlikte, ters oran eğrisi olarak isimlendirilen, sıcaklık bilgisini kaybetmeksizin elde edilmesini sağlayan benzer bir analiz yolu vardır.

Ters oran eğrisi gibi bilinen teknik şekil 2.8'de gösterilir. Burada, soğuma oranının tersi zaman yerine sıcaklığa karşı çizilir. Isıl analizin bu çeşidi orijinal soğuma eğrisinin durma sıcaklıklarını uygun şekilde tanımlamak için kullanılabilir sivri piklerle nitelendirilebilir.

Böylece kritik sıcaklıklar türetilmiş eğri ya da soğuma eğrisinden daha çok doğru olarak ters oran eğrisinden okunabilir. Aslında bu teknik faz diyagramlarının çalışılmasında uzun zaman için metalurjistler tarafından kullanılmıştır. Özellikle Fe-C-Si sistemi için uygulanmıştır. Bununla birlikte soğuma eğrisi ve türetilmiş soğuma eğrisi tekniklerinin sınırlamaları ters oran tekniği için uygulanır (Ekpoom vd., 1981).

Bu teknik sadece malzemenin az miktarları dönüşümde içerildiği zaman ya da sadece dönüşümün küçük bir gizli ısıya reaksiyona eşlik ettiği zaman meydana gelen faz dönüşümlerini gösterecektir (Tuttle, 1985).



Şekil 2.8 Bir soğuma eğrisi ve onun ters oran eğrisi ile ilişkisi(Ekpoom vd.,1981)

2.3.2 Diferansiyel Tarama Kalorimetresi

Diferansiyel tarama kalorimetresi, bir test numunesi ve bir referans malzemeyi aynı sıcaklıklarda tutmak için gerekli elektrik gücündeki farkı kaydeder. Güç farkı, numunede fiziksel ve kimyasal geçişler esnasında yükselme gösterir ve geçiş esnasında absorblanan ya da serbest bırakılan ısıya eşittir.

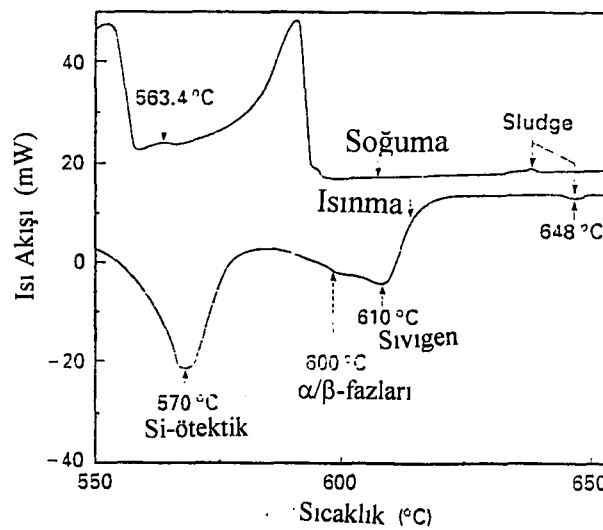
İki numune kabı (test ve referans malzemeleri için) ayrı ısıtma halkalarında kalıplanır. Bir direnç termometresi her bir kaba tutturulur. Bir kontrol ünitesi her bir halka için sağlanmış gücü düzenler. O, numune ve referans sıcaklıklarının eşitliğini korur ve o, başlangıçta düzgün oranda bu sıcaklıkları yükseltir ya da alçaltır. Numuneler kullanılmadan önce metal folye paketlerine koyulur. Çoğu kez boş bir folye numune tutucusu referans gibi kullanılabilir.

Güç değişimleri doğru bir çizgi üstünde aşırı gösterilmiş pikler gibi grafik kaydedicilerle kaydedilir. Pikin alanı absorblanan ya da yayılan enerjinin miktarına uyar. Onun grafikteki pozisyonu geçiş sıcaklığını gösterir.

Fiziksel geçişler ve numune bozulmasını ayırt etmek için, analiz bir inert gaz atmosferinde uygulanabilir. Isıl iletkenlik hücresiyle numunelendirilmişse eğer, bozulmanın ürünleri, diferansiyel tarama kalorimetre grafiğinde ısı değişimlerinden dolayı pik ile uygun bir yardımcı kaydedicide gösterilir (Willard vd., 1965).

Katılaşma ve katı durum faz değişimlerinin nicel ısı analizi çoğu metalurjik sistemlerde diferansiyel tarama kalorimetresi ya da DTA ile yapılmıştır. Bunların vasıtasıyla üretilmiş ısıların büyüklükleri ve sonuç olarak katılaşmış fazların hacim kesirleri kurulabilmektedir.

DSC tekniği faydalı bilgiler sağlamasına rağmen , o numune ve laboratuvar teçhizatlandırılmasındaki sınırlamalardan dolayı dökümhanelerde sınırlı kullanılır (Fras vd.,1993). DSC uygulamasına örnek şekil 2.9'da gösterilmektedir.



Şekil 2.9 550-660 °C sıcaklık alanında ısınma ve soğuma çevrimlerini gösteren, bir deneysel 319 alaşımının(% 0,5 Fe, % 0,003 Mg içeren, DAS ~22µm) toz halindeki numunesinin DSC çizimi(Samuel vd.,1996).

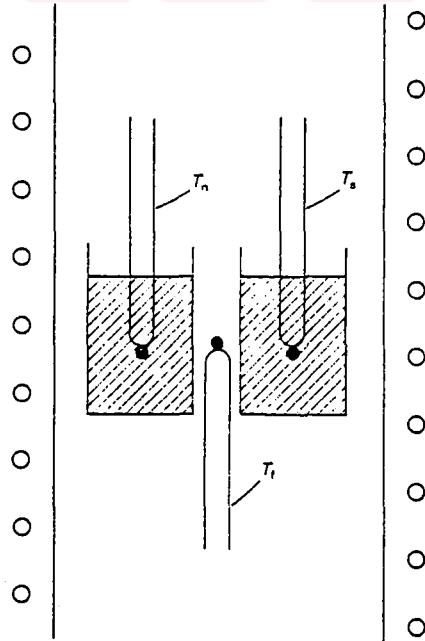
2.3.3 Diferansiyel Isıl Analiz

Bu teknik, bir faz dönüşümü olan bir alaşım ve bir kontrol ya da bir standart numune arasındaki sıcaklık farkını, numunelerin her ikisinde soğutulurken çizer. Platin, nikel ve Al_2O_3 kontrol gibi kullanılabilir. Çünkü onlar tipik çalışılan sıcaklık alanlarında bir faz dönüşümüne uğramaz.

İki ısı çifti kullanılır: bir tanesi numune ve kontrol arasında sıcaklık farkını ölçmek için; ve diğeri kontrolün sıcaklığını ölçmek için. Numunenin dönüşüme başladığı noktada, sıcaklıkta düzenli düşüş geçici olarak durur. Fakat kontrolün sıcaklığında düşüş düzenli olarak devam eder.

Fark sıcaklığına karşı soğuma sıcaklığının çizimi kontrol ve numune arasında soğuma özelliklerinde farklılıklar gösterir ve numunede bir faz dönüşümünü yansıtır. Bu teknik sadece dönüşümün küçük bir gizli ısıya sahip olan faz dönüşümlerini ortaya çıkarabilir. (Tuttle, 1985)

Şekil 2.10'da bir diferansiyel ısı analiz düzeneği gösterilir. Analiz edilecek örnek ve standart örnek, herbirinde birer ısı çifti ile, aynı ocağa yerleştirilir. Ocağın sıcaklığı ve soğuma hızı da aynı bir ısı çifti ile ölçülür ve kontrol edilir. Standart örnek ve analiz örneği deneyin başlangıcında aynı sıcaklıklara sahip olmalıdır. Soğuma sırasında örnek ısı veren faz değişimlerine uğrayacaktır. Açığa çıkan ısı sebebiyle tepkime sırasında örneğin sıcaklığı standart örneğin sıcaklığından farklı olacaktır. Ocak sıcaklığı, örnek ve standart örnek sıcaklıkları aynı zamanda kaydedilmektedir.



Şekil 2.10 Diferansiyel ısı analiz cihazının temel yapı şeması. T_n standart sıcaklığı, T_s numune sıcaklığı ve T_f ocak sıcaklığı (ASM Handbook, 1988)

Şekil 2.10'daki deneysel düzenek kullanılarak normal olarak standart örnekle örnek arasındaki sıcaklık farkı belirlenir, ocağın sıcaklığı ölçülmez. Dolayısıyla sadece $(T_s - T_n)$ ve T_s bilinmektedir. Burada T_n standart örneğin sıcaklığıdır.

Katılma hızı normal olarak basit bir matematiksel analizle bulunur. Bu analiz:

$$\left(\frac{dT_s}{dt}\right) \rho \cdot C_p^s \cdot V_s + \Delta H \cdot \rho \cdot V_s \cdot \frac{df}{dt} = \eta (T_s - T_f) \quad (2.3)$$

eşitliği ile tanımlanır. Burada dT_s/dt örneğin soğuma hızı, C_p^s örneğin özgül ısısı, V_s örneğin hacmi, ΔH katılma ısısı, df/dt birim zamanda oluşan katının oranı, T_s ve T_f sırasıyla örnek ve ocak sıcaklığı ve η ısı transferi katsayısıdır.

Eşitlik 2.3'ün sağ tarafındaki ikinci terim katılma başlamadan önce 0'dır. Isı transferi katsayısı η bu safha için dT_s/dt , T_s ve T_f ölçülerek bulunur. Tepkime hızı, df/dt ise bu değer kullanılarak ve katılma sırasında sıcaklık ve birinci zaman türevi yeniden ölçülerek bulunur. Tepkime hızını hesaplayabilmek için, eşitlik 2.3'teki $(T_s - T_f)$ terimi $(T_s - T_n) + (T_n - T_f)$ ile değiştirilir. Standart örnek için,

$$\eta (T_n - T_f) = \rho \cdot C_p^n \cdot V_n \cdot \frac{dT_n}{dt} \text{ 'dir.} \quad (2.4)$$

Burada dT_n/dt standart örneğin soğuma hızıdır. Bunu eşitlik 2.3'te yerine koyarak:

$$\rho \cdot C_p^s \cdot V_s \frac{dT_s}{dt} + (\Delta H) \cdot \rho \cdot V_s \frac{df}{dt} = \eta (T_s - T_n) + \rho \cdot C_p^n \cdot V_n \cdot \frac{dT_n}{dt} \quad (2.5)$$

Şayet katılma ısısı ΔH biliniyorsa, tepkime hızları, sıcaklıklar ve soğuma hızları ölçülerek hesaplanabilir. Şayet ısı transfer katsayısı biliniyorsa, katılma ısısı eşitlik 2.5'in bütün katılma aralığında ($f = 0$ dan $f = 1$ 'e) integrali alınarak bulunabilir.

Yayınlarda, tepkime hızının ve katılma ısısının bilindiği durumlarda eşitlik 2.5'in basitleştirilmiş şeklinin sık sık kullanıldığına raslanılmaktadır. Sol taraftaki birinci terim sağ taraftaki sonuncu terime eşit kabul edilerek aşağıdaki bağıntı bulunur:

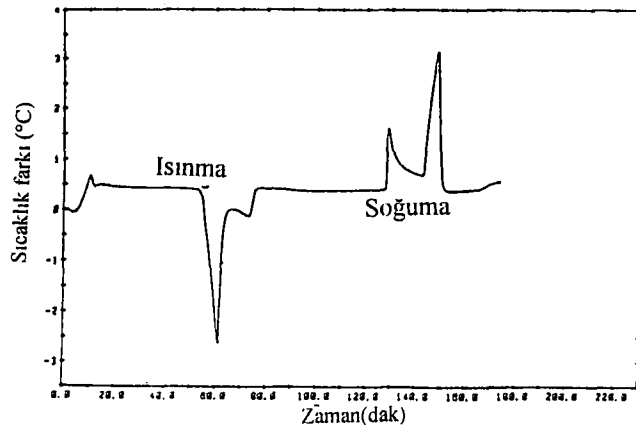
$$\frac{df}{dt} = \frac{\eta}{(\Delta H) \cdot V} (T_s - T_n) \quad (2.6)$$

Eşitlik 2.6 ölçülen sıcaklık farkı ile tepkime hızı arasında doğru bir orantı olduğunu göstermektedir.

Eşitlik 2.6'da $\eta/\Delta H V_s$ terimi sabit olarak kabul edilebilir. Örnek ile normal arasındaki sıcaklık farkı $(T_s - T_n)$ ölçülerek, bu farkın sıcaklığın bir fonksiyonu olarak değişimi belirlenir. Sabit ise eşitlik 2.5 $f = 0$ dan $f = 1$ 'e kadar entegre edilerek bulunur. Bu entegrasyon genellikle grafik olarak yapılır.

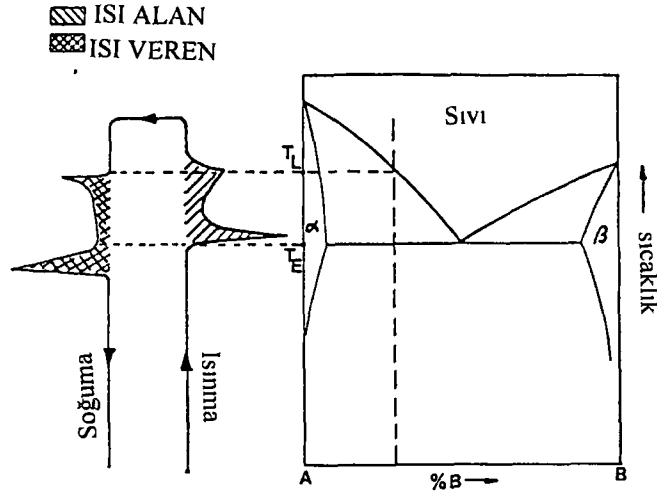
Eşitlik 2.6'dan diferansiyel ısı analiz verilerini yorumlamak için sık sık yararlanılır. Fakat bu yorumun bir çok hatayı içereceği unutulmamalıdır. 2.5 ve 2.6 nolu eşitlikler mukayese edildiğinde bu hataların olabileceği anlaşılabacaktır. Mesela, C_p^s , V_s , V_n ve C_p^n eşit kabul edilmiştir. Bu genellikle böyle değildir. Bu problemin üstesinden gelmek için örneğin kendisi hayali standart örnek olarak kabul edilir. O zaman sıcaklık farkı basit bir bilgisayar analizi ile belirlenir. Katılma ısısını bulabilmek için ısı taşınım katsayısı η , eşitlik 2.5'tekine benzer basit bir seri deneylerle belirlenmelidir (ASM Handbook, 1988).

DTA ile çok sayıda çalışma yapılmıştır. Örnek olarak, bir Al - %7 Si numunesi için hem ısınma hem de soğuma çevrimlerini gösteren tipik bir DTA çizimi şekil 2.11'de gösterilir. Isınma çevrimi esnasında, birinci dönüşümün başlangıcındaki sıcaklık ötektik sıcaklık gibi alınır, ve dönüşümün sonunda pik sıcaklığı sıvılaşma sıcaklığıdır. Aksine, soğuma esnasında başlayan başlangıç sıcaklığı sıvılaşma sıcaklığıdır, ve ikinci pikten önce başlangıç sıcaklığı ötektik sıcaklığıdır.



Şekil 2.11 Isınma ve soğuma çevrimleri esnasında tipik DTA çizimi (Apelian ve Cheng., 1986)

Şekil 2.12 faz diyagramının aynı ekseninde çizilerek elde edilmiş DTA çizimini gösterir. Isınma ve soğuma çevrimleri esnasında meydana gelen faz dönüşümleri görülebilmektedir. Aşağıdaki bilgi DTA'dan elde edilir: $\Delta T_L = (T_L)_{ısınma} - (T_L)_{soğuma}$ ve $\Delta T_E = (T_E)_{teorik} - (T_E)_{soğuma}$.



Şekil 2.12 Kritik sıcaklık noktalarını gösteren , uygun faz diyagramına eklenmiş tipik DTA çizimi

Isınma çevrimi esnasında , T_L ve T_E , ısınma oranı arttığında artar; soğuma esnasında iken, T_L ve T_E soğuma oranı arttığında azalır. Sapmaları ve hatalı sonuçları minimuma indirmek için , sabit oranda ısıtma ve soğutma yapılır(Apelian ve Cheng ,1986).

DTA tekniği faydalı bilgiler sağlamasına rağmen , onun numunelerde ve laboratuvar aletlemesindeki sınırlamalardan dolayı dökümhanelerde sınırlı kullanılır.(Fras vd.,1993)

2.3.4 Newtonian Isıl Analizi

Katılaşma esnasında ısı akışı (q_s), bir döküm-kalıp sistemi için ısı denge eşitliğinden belirlenebilir.

$$q_s = q_{ac} - q_{tr} = C_v T - q_{su}/M \quad (2.7)$$

ve

$$T = dT/dt \quad (2.8)$$

Burada;

q_{ac} : Metalde toplanmış ısının oranı

q_{tr} : Kalıba transfer edilmiş ısı

C_v : Hacimsel özgül ısı (J/cm^3K)

T : Metal soğuma oranı (K/s)

M : Döküm modülü (cm)

q_{su} : Döküm yüzeyinden etrafına ısı akışı (W/cm)

Eşitlik 2.7 aşağıdaki gibi tekrar yazılabilir.

$$q_s = C_v (T - Z_N) \quad (2.9)$$

Burada Z_N Newtonian sıfır eğrisi yada baz alınan çizgi gibi dikkate alınabilir ve o aşağıdaki gibi verilir:

$$Z_N = q_{su} / C_v M \quad (2.10)$$

Z_N 'i bulmak için çevreye bırakılmış ısı belirlenmiş olmak zorundadır. Bu dökümün şekline bağlı olarak çeşitli yollarda başarılabılır. Nispeten kalın tabaka şekillerinde ve kum kalıplarda q_{su} aşağıdaki eşitlikten tahmin edilebilmektedir.

$$q_{su} = \frac{(T_s - T_m) \sqrt{C_m \lambda_m \gamma_m}}{\sqrt{\pi t}} \quad (2.11)$$

Burada altındis m kalıbı temsil eder.

T_s : İç kalıp yüzeyinin sıcaklığı

T_m : Başlangıç sıcaklığı

C_m : Özgül ısı

λ_m : Isıl iletkenlik

γ_m : Kalıp yoğunluğu

Newtonian sıfır eğrisi eşitlik 2.10 ve 2.11'in birleştirilmesiyle belirlenebilir ve böylece katılaşma işleminin kinetiği aşağıdaki eşitlikten kurulabilmektedir.

$$f_s(t) = \frac{1}{L} \int_{t_b}^t q_s(t) dt \quad (2.12)$$

Burada ;

f_s : Katı fazın kesri

L: Hacimsel gizli kalmış ısı (J/cm^3)

t_b : Katılaşma başlangıcında zaman

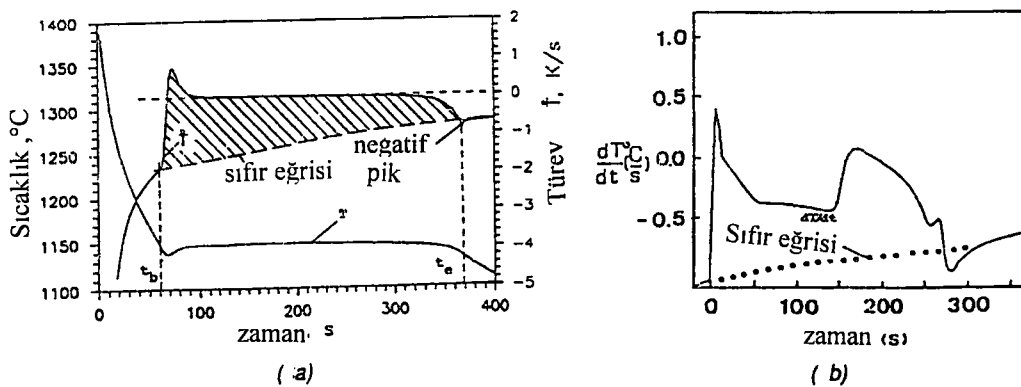
Deneysel verinin ekstrapolasyon yöntemleri

Bu deneysel yöntem aşağıdakilere dayandırılır:

- Bir soğuma eğrisine ilaveten onun birinci ve ikinci zaman türevlerini elde etmek.
- İkinci türevden katılaşmanın başlangıcını ve sonunu tesbit etmek. Zaman, t_b , bu türevin işaretinin değiştiği bükülme noktasıyla verilir. Katılaşmanın sonunda, soğuma oranı eğrisinde keskin bir minimum ile tanımlanır(Şekil 2.13a).
- Soğuma oranı eğrisinin (Şekil 2.13a) başlangıcı ve sonu arasında $T = -A \exp(-Bt)$ tipli bir eğriye ekstrapolasyon ile uydurmak. Bu Newtonian sıfır eğrisini tanımlar ve o katılaşma etkileri hariç tutulduktan sonra soğuma eğrisini temsil eder. A ve B sabitleri katılaşmanın başlangıcında ve sonunda soğuma oranı eğrisindeki veriden belirlenir.
- t_b-t_e zaman aralığı için soğuma oranı eğrisi ve sıfır eğrisi arasında alanları hesaplamak. Bu alanın özgül ısı ile çarpımı katılaşmanın gizli kalmış ısısını üretir ve katılaştırılmış fazların hacim kesrinin belirlenmesi için kullanılabilmektedir.

Newtonian yönteminin ana eksiklikleri:

- O dökümde doğan sıcaklık gradyentlerini hesaba katmaz. Genelde, bu gradyent, döküm içinde farklı bölgelerde katılaşmış fazların homojen olmayan hacim kesirleri için yükselme verir.
- Deneysel olarak ,o, sıfır eğrisinin ,soğuma oranı eğrisinin ekstrapolasyonu ile belirlenebilen bir üstel eşitliğe uyduğu keyfi olarak varsayılır. Yine de, bu tahmin katılaşma kinetiğini kaydetmede hatanın büyük kaynağı için yükselme verebilir(Fras vd.,1993)



Şekil 2.13 Newtonian sıfır eğrileri: (a) A ve B değerleri için (sırasıyla $-2,253^{\circ}\text{C/s}$, $-0,003^{\circ}\text{C/s}$) $dT/dt = A \cdot e^{(Bt)}$ den tahmin edilmiş; (b) Backerud ve Krol,(1990) tarafından tahmin edilmiş Newtonian sıfır eğrisi.

2.3.5 Fourier Isıl Analizi

Fourier analizi katılaşma esnasında sıvı metalin sıcaklık alanlarının ölçümüne dayandırılır. Bu yöntemde, esas alınan çizginin nispi şeklinde keyfi tahminlerin girişinden kaçınılır.

Isı iletimiyle ısı transferinin metal-kalıp sistemlerinde baskın olduğunu varsayarak, kalıba döktükten sonra metalin sıcaklığı bir ısı kaynağı içeren Fourier eşitliğinden belirlenebilmektedir. Bu eşitlik aşağıdaki gibi yazılabilmektedir.

$$\left(\partial^2 T / \partial x^2 \right) = \alpha \nabla^2 T + (q_s / C_v) \quad (2.13)$$

Bu eşitlik katılaşma esnasında üretilmiş ısı (q_s) ile tanımlanabilir.

$$q_s = C_v T - \alpha C_v \nabla^2 T \quad (2.14)$$

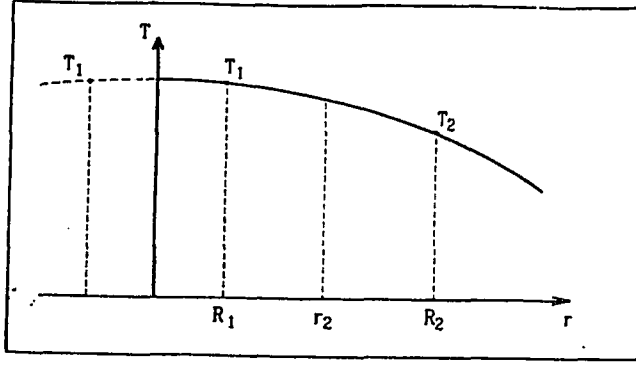
Burada α ısı yayınlırlıktır(cm^2/s). Eşitlik 2.14 aşağıdaki gibi tekrar yazılabilir.

$$q_s = C_v (T - Z_F) \quad (2.15)$$

Burada Z_F Fourier sıfır eğrisi yada baz alınan çizgidir ve o aşağıdaki gibi verilir:

$$Z_F = \alpha \nabla^2 T \quad (2.16)$$

Yukarıdaki eşitliklere göre, ısı yayınlırlık ve sıcaklık alanı $T(x,t)$, metal içinde bilindiği zaman, değişik ısı oran katılımlarının büyüklükleri kurulabilir. Deneysel olarak, üç sıcaklık noktasının en az bir verisi laplacian $\nabla^2 T$ 'nin belirlenmesi için gereklidir. Yinede, simetrik sıcaklık alanlarında (sistemin dikey eksenine göre) bu veri noktalar (Şekil.2.14'e bak) sadece ikiye azaltılır. Böylece iki ısı çift kullanılarak, $\nabla^2 T$ 'yi bulmak mümkündür.



Şekil 2.14 $\nabla^2 T$ 'nin belirlenmesi için kullanılan sıcaklık alanının şematik gösterimi (Fras vd., 1993)

Bir silindirik dökümde laplacianın hesabı silindirik koordinatlarda aşağıdaki gibi yazılabilmektedir.

$$\nabla^2 T = (\partial^2 T / \partial r^2) + (1/r) (\partial T / \partial r) \quad (2.17)$$

Eşitlik 2.17'nin bileşenleri aşağıdakiler vasıtasıyla tanımlanabilir:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} = \frac{\frac{T_2 - T_1}{R_2 - R_1} - 0}{R_1 + \frac{R_2 - R_1}{2}} = \frac{2(T_2 - T_1)}{R_2^2 - R_1^2} \quad (2.18)$$

ve

$$\frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} \Big|_{r=R_2} = \frac{1}{R_1 + \frac{R_2 - R_1}{2}} \left(\frac{T_2 - T_1}{R_2 - R_1} \right) = \frac{2(T_2 - T_1)}{R_2^2 - R_1^2} \quad (2.19)$$

Böylece eşitlik 2.17'de, eşitlik 2.18 ve 2.19 yerine koyularak, eşitlik 2.20 üretilir:

$$\nabla^2 T = \frac{4(T_2 - T_1)}{R_2^2 - R_1^2} \quad (2.20)$$

Üretilmiş ısı oranının belirlenmesi α ve C_v tarafından dahi etkilenir.

Fourier yöntemi birincil fazların, örneğin dendritler (bunlar diğer yöntemlerle belirlenemez, özellikle gri dökme demir ve Al-Si alaşımlarında, birincil östenit ya da α -fazı ötektik bileşenlerden açıkça ayırt edilemez), hacim kesirlerinin nispeten hızlı belirlenmesi için uygulanabilir (Fras vd., 1993)

2.3.6 Tercih Edilen Isıl Analiz Yöntemi

Bu çalışmada kullandığımız ısı analiz yöntemine çift potalı ısı analiz ismini verdik. Bu yöntem ısı analizde yeni bir yaklaşımı içermektedir. Farklı hacimde veya aynı hacimde olup birbirlerinden farklı hızda soğutulan iki veya daha fazla potadan alınan zaman-sıcaklık değişimi verileri ile mikroişlemci tarafından çizilen soğuma eğrilerinin veya soğuma eğrilerinin sıcaklık farklarının ve bunların türevler eğrilerinin ve/veya eğrilerin belirli bölümlerinin altında kalan alanların mukayesesi ile alaşımın oluşan mikroyapısı hakkında bilgi vermektedir.

Bu yöntemde bileşimleri ve yüzeyleri aynı iki veya daha fazla pota kullanılmaktadır. Potaların her birinin ortasında dökülen alaşımın cinsine göre bileşimi farklı olan bir ısı çift bulunmaktadır. Isıl çiftler yardımıyla saniyede birkaç defadan saniyede yüzlerce defaya ulaşan sıklıkta okunan sıcaklıklar bir mikroişlemcinin yardımı ile kaydedilmekte eğriler halinde bir monitörden izlenebilmektedir. Potalar arasındaki soğuma farklılıkları,(a)potaların hacimleri birbirinden farklı tutularak,(b) pota tabanına soğuma hızını farklılaştırmak için farklı boyutlarda, sıvı metalle aynı bileşimdeki alaşımdan katı parça yerleştirilerek,(c) Potaları soğuk gaz üfleme gibi diğer bir yöntemle farklı hızda soğutarak sağlanmaktadır. Mikroişlemci potalardan alınan eğrilerin ilk sapma noktaları birbiri üstüne çakıştıracak şekilde eğrileri üst üste getirmektedir.

Bu yöntemin diğerlerinden enbüyük farkı soğuma eğrilerinin farkının en az iki potadan alınmasıdır. Bu yeni yaklaşımla, diğer yöntemlerde elde edilememiş özelliklerin (örneğin yeni bir fazın tanımlanması) elde edilebileceği sanılmaktadır. Bu nedenle ,bu yöntemi yaygın olarak kullanılan Al-Si alaşımlarında yapmak, başlangıç için iyi bir seçimdir. Çünkü, ısı analiz çalışmaları alüminyum alaşımlarında tane inceltme ve modifikasyonun tesbiti için yaygın bir biçimde yapılmaktadır. Bunlar bize, uygulanacak yöntemin başarısını kontrol açısından iyi veri oluşturur.

2.4 Al-Si Alaşımları

Dökümhaneler tarafından kullanılan yaklaşık 238 alüminyum alaşımının %46'sı , şekilli parçaların %90'nın üretiminde kullanılan alüminyum - silisyum alaşımlarıdır. Bu tür 3xx.x alaşımlarının bu derece geniş uygulama alanı bulmasının nedeni üstün fiziksel özelliklerin çok iyi dökülebilirlikle bir arada bulunmasıdır. Mekanik özellikler, korozyon direnci, işlenebilirlik, sıcak yırtılma direnci, akışkanlık ve kaynaklanabilirlik önemli özellikleridir.

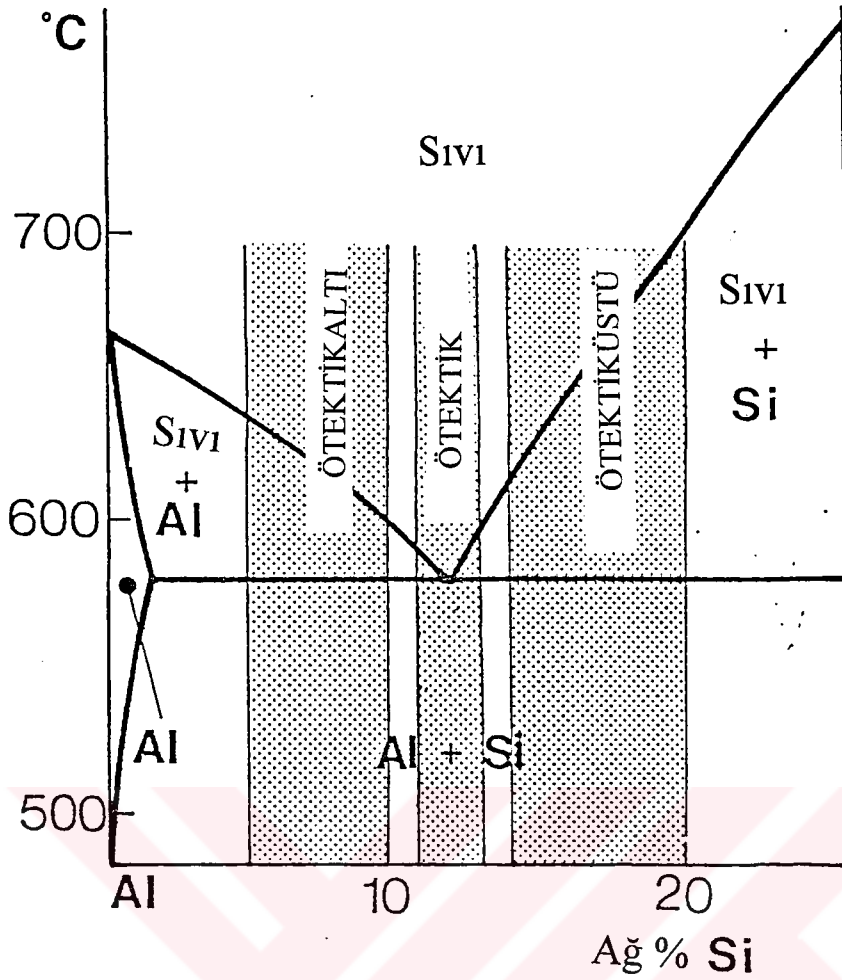
Uygulama bakımından bu alaşımlar iki kısma ayrılırlar: ısıtılma işlem görmeyen ikili alaşımlar ve ısıtılma işlem gören ,Mg, Cu, Ni veya bunları beraberce içeren yaşlandırma sertleşmeli alaşımlar. En yaygın olarak kullanılan alüminyum - silisyum alaşımlarının bileşimleri Tablo 1'de verilir. Alüminyum - silisyum alaşımlarının özellikleri büyük çapta ötektik, birincil silisyum ve tane yapısını değiştirmek için kullanılan kimyasal ilavelere, hidrojeni azaltmak ve kalıntıları uzaklaştırmak için kullanılan ergimiş metal işlemlerine bağlıdır.(ASM Handbook, 1988)

Tablo2. 1 Yaygın kullanılan alüminyum - silisyum alaşımlarının bileşimleri(ASM Handbook,1988)

Alaşım	Ürün(a)	Ortalama Bileşimler(b)				
		Cu	Mg	Mn	Si	Diğerler
355,0	S,P	1,2	0,50	0,50 max	5,0	0,15Ti
A356,0	S,P	-	0,35	0,35 max	7,0	-
A357,0	S,P	-	0,60	0,03 max	7,0	0,15Ti,0,04 Be
360,0	D	-	0,50	0,35 max	9,5	-
380,0	D	3,5	-	0,50 max	8,5	-
390,0	D	4,5	0,60	0,10 max	17,0	-
413,0	D	-	-	0,35 max	12,0	-
B443,0	S,P	-	-	0,50 max	5,2	-

(a) S, kum kalıba döküm, P, metal kalıba döküm, D, basınçlı döküm (b)Bileşimlerin kalanı alüminyumdur.

Alüminyum-silisyum alaşımlarının ana özelliği bir ötektiğin %11,5-12'lik bir silisyum içeriğinde, Al ve Si arasında oluşturulmasıdır. Şekil 2.15'te Al-Si faz diyagramı gösterilir. Si'nin miktarına bağlı olarak alaşımlar üç gruba ayrılır: %5-10 arasındaki Si içerikli olanlar alaşımlar ötektikaltı alaşımlar, %11-13 Si'liler ötektik alaşımlar ve genellikle %14-20 arasında Si içerikliler ötektiküstü alaşımlardır(Backerud vd.,1990)



Şekil 2.15 Çeşitli alaşım tiplerinin bileşim alanlarını gösteren Al-Si faz diyagramı parçası(Backerud vd.,1990)

Al-Si alaşımlarında silisyumun etkisi büyüktür. Silisyum, yüksek sıcaklarda aşınma direnci, düşük özgül ağırlık, yüksek ısıl iletkenlik, düşük ısıl genleşme katsayısı ve fiziksel ve mekanik özellikleri iyi korumaya yardım eder. Silisyumun çözünürlüğü azalan sıcaklık ile alüminyumda azalır ve döküm mikroyapısı, alüminyum-silisyum matriksinde alüminyumca zengin dentritlerden oluşur.

Bu Al-Si alaşımları için, Fe, Mn, Cu, Zn, Mg, Ni, Cr, Co ve Ti gibi alaşım elementleri kesin arzu edilir mekanik özellikleri geliştirmek ve bazı arzu edilmeyen kalıntı elementlerin etkisini önlemek için ilave edilir. Katışkılar ve alaşım elementleri kısmen matriks içinde katı çözeltiye girer ve kısmen katılaşma işlemi esnasında intermetalik parçacıklar oluşturur. Demir, döküm alüminyum alaşımlarında çok zararlı kalıntı elementidir. Çünkü o, β fazı olarak bilinen kırılgan bir intermetalik fazın büyük tabakalarını oluşturur. β fazı tabakalarının hacimce yüzdesi ve ölçüsü, demir içeriği, katılaşma oranı ve ergiyik üst sıcaklığı tarafından güçlü olarak etkilenir.

Mn, Cr, Ni ve Co gibi alařım elementlerinin ilavesi, zararlı levhaya benzer morfolojiden daha az zararlı α fazı olarak isimlendirilen Çin yazısı morfolojisine , demir intermetaliklerinin morfolojisini deęiřtirebilir(Lakshmanan vd.,1995).

Al-Si alařımlarının katılařmasında; ötektikaltı alařımlarda ilk önce α -alüminyumun dendritik aęının oluřumu, ardından Al-Si ötektik reaksiyonu ve son olarakta Mg_2Si ve Al_2Cu 'ya benzer ikincil ötektik fazların çökmesi meydana gelirken, ötektiküstü alařımlarda ilk önce birincil Si parçacıklarının çökmesi, ardından Al-Si ötektik reaksiyonu ve son olarakta Mg_2Si ve Al_2Cu 'ya benzer ikincil ötektik fazların çökmesi meydana gelir. Bu ana reaksiyonlara ilaveten, Fe ve Mn içeren fazların çökmesi yeralır. Dökümhane alařımlarında bu gibi fazların çok yaygın Al_5FeSi (β) ve $Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$ (α) dir.(Backerud vd.,1990)

Al-Si alařımlarında, özellikler matriksteki ötektik silisyum parçacıklarının řekli ve daęılımından, demir intermetaliklerinden ve ikincil fazlardan etkilenir. Bu nedenle, bunlar kontrol edilmek zorundadır.Al-Si alařımlarında ötektik yapının kontrolu Sr, Na ve Sb gibi elementlerin ilavesi ile saęlanır. Bu alařımlarda tane yapısının kontrolüde mekanik özellikler aęısından önemlidir.İnce taneli yapılar elde etmek için, Ti ve B gibi elementler ve bunların alařımları kullanılır.

Alüminyum-silisyum alařımları çoęu uygulamalarda ekonomiktir. Onlar, en çok otomotiv endüstrisinde, makina konstrüksiyonlarında, uçak endüstrisinde , elektronik cihazlarının örtülerinde ve daha deęiřik uygulamaya alanlarında yaygın olarak kullanılmaktadır.(ASM Handbook,1988)

2.4.1 Al-Si Alařımlarının Modifikasyonu

Al-Si alařımları yukarıda belirtildięi gibi, ötektik altı, ötektik ve ötektik üstü olmak üzere üçe ayrılır. Ötektik altı alařımlar birincil α -alüminyum matriks ve silisyum ötektięine dayanan ikinci fazdan oluřur. Ötektik üstü alařımlarda, Si birincil fazdır. Her iki durumdada, modifikasyonun uygulanması için yükselme veren silisyum fazının morfolojisidir. Ötektik altı alařımlarda Si fazı bir, ięnesel ya da levhaya benzer yapı gibi katılařır. Ötektik üstü alařımlarda, Si fazı çok tıknaz olur. Bu morfolojiler, çoęu alüminyum mekanik özelliklerine zararlıdır. Çünkü kırılmaya ve zayıf iřlenmeye sebep olurlar. Buna ilaveten deęiřtirilmemiř Si yapılar ham dökümde artırılmıř gözenek ile birleřtirilir.

Bundan dolayı, modifiye ediciler, matriks ile çok uyumlu, çok iyi yuvarlatılmış şekle, Si fazını değiştirmek için ergimiş metale kesinlikle ilave edilir. Bu değişim katılaşma esnasında çekmeyi dağıtır ve büyük ölçüde mekanik özellikler ve işlenebilirlik gelişir. Na, Sr, Ca ve Sb gibi element ilaveleri ötektik altı alaşımlarında silisyum fazını değiştirmek için genellikle kullanılır ve P, ötektik üstü alaşımlarda Si fazını inceltmek için kullanılır.

Modifikasyonu anlamak için teorisinin bilinmesi gereklidir. Na, var olduğu zaman, ötektik silisyum çekirdeklenmesi yaklaşık 3-12°C'lik altsoğumada yer alır. Bütün modifikasyonu gösteren aşırı soğumanın özel derecesi, her bir alaşım için farklıdır. 356 alaşımı için tipik bir modifiye edilmiş ötektik sıcaklığı yaklaşık 568°C dir. Ötektik altı alaşımlarda, bir AlSiNa çökeltisi, Si ötektik fazı için çekirdeklenme altlığı gibi hizmet eder görünür. Bir AlP çökeltisi ötektik altı alaşımlarında (artık P'dan dolayı) var olmuş görünür. Na, silisyumun kolay çekirdeklenmesini engellediği için AlP'yi nötrleştirir.

Ötektik alaşımlarda, başka destekleme mekanizması, alüminyum ve silisyumun her ikisinin lamelli yapısından oluşan ötektik fazı içinde azalan sıvı yüzey gerilmesinden çekirdeğin büyümesinin sınırlanmasında modifiye edici elementin etkisi olduğu düşünülür. Yüzey gerilmesinde azalma, Si fazının çok kolayca ıslanması için alüminyuma izin vererek, Al ve Si arasında temas açısını artırır ve bundan dolayı bir özel eksen boyunca tercihli büyümeyi sınırlar. Na, görünüşe göre sıvıdaki silisyumun yayılım oranını azaltır. Böylece çekirdeklenme ve tane büyümesi sınırlanır.

Ötektik üstü alaşımlarda, inceltici gibi temsil edilen P vasıtasıyla Si fazının modifikasyonu teorik olarak sadece birincil silisyumun ölçüsünü ve şeklini etkileyen çekirdeklenme olayıdır.

P, belirtildiği gibi kristalografik özellikleri silisyuma benzeyen atomik mikroskopik AlP çökeltisi oluşturmak için alüminyumla birleşir ve katılaşma esnasında çok kolay çekirdeklenmesi ve büyümesi için birincil Si kristaline izin verir. Metal döküm sıcaklığı, kalıp sıcaklığı, metal bileşimi ve akan metalin gürültüsünün hepsi modifikasyonun derecesinin belirlenmesinde bir rol oynadığı görülür(ASM Handbook, 1988).

2.4.2 Al-Si Alaşımlarında Tane İnceltme

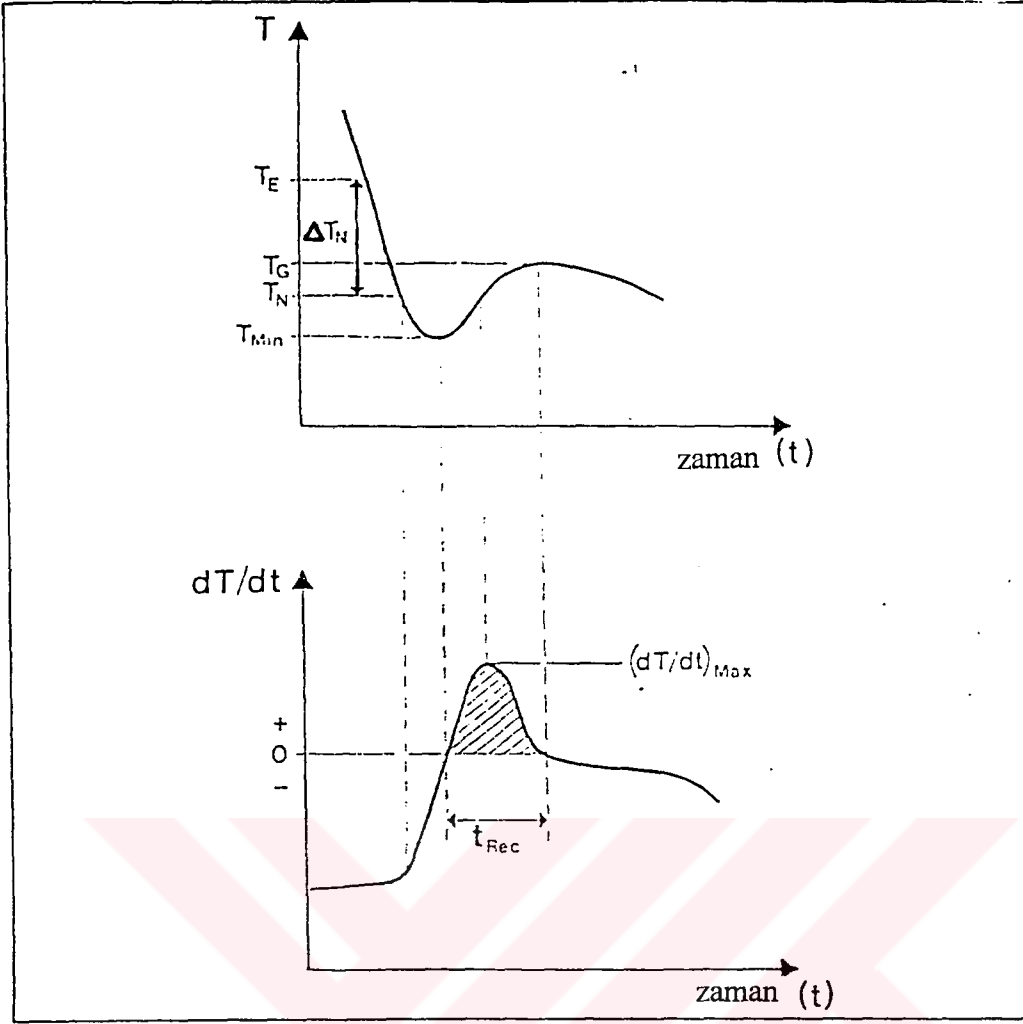
Bir ince tane ölçüsü, dökümün mekanik özelliklerini geliştirdiği ve aynı zamanda dökülebilirlikte (örnek; besleme özellikleri ve sıcak yırtılma direnci) olumlu etkiye sahip olduğundan arzu edilir. İnce tanelerin oluşumunu teşvik etmek için çok genel yol, yeni alüminyum kristallerinin çekirdeklenmesini kolaylaştıran belirli kimyasal vasıtalar (Ti ve B gibi) ilave etmektir. Bu , çok uygun olarak özel hazırlanmış temel alaşımların ilavesi ile yapılır.

Bununla birlikte, tane inceltme iki ayrı işlemin sonucudur: Ergiyikten yeni kristallerin çekirdeklenmesi ve sınırlı bir ölçü içinde yeni kristallerin sonraki büyümesi. Bu işlemlerin her ikisinde gerçek sistemin denge şartlarına göre altsoğuma (ΔT) ve/ya da aşırı doy(ur)ma (ΔC) yoluyla sistem için sağlanmış olması gerektiğinden bir itici güce ihtiyaç vardır.

İlavelerden Önce Parçacıklarda Çekirdeklenme:

Ticari saf alüminyum, herbir birim hacminde çekirdeklenme parçacıklarını belirli sayıda içerir. Fakat bu parçacıklar zayıf çekirdeklenme potansiyeline sahiptir. Onlar, aktif olmadan önce, altsoğumanın(3 - 4 °C) yüksek derecesine ihtiyaç duyar.

Bir numuneyi temsil eden soğuma eğrisinin birinci kısmı, ergiyikten çok etkili soğuk bölgelerin oluştuğu kalıp duvarı yakınında ölçülür ve Şekil 2.16'da gösterilen esas görünüşe sahip olabilir. İlginç noktalar ve eğrinin fonksiyonları şekil başlığı içinde belirtilir. Gerçek bir dökümde, katılaşma işleminin birinci periyodu esnasında, sadece kalıp duvarları ile temas içindeki sıvı metalin bu kısımlarının, yeni alüminyum tanelerinin çekirdeklenmesinin meydana gelebildiği bir dereceye kadar altsoğumaya maruz kaldığı anlamındadır.



Şekil 2.16 Bir dökümde kalıp duvarının yanındaki ergiyikten elde edilmiş soğuma eğrisinin birinci kısmı ve onun türevi(Backerud vd.,1990)

T_E = Denge sıvılaştırma sıcaklığı.

T_G = Geçerli soğuma şartları altındaki ergiğin kararlı durum büyüme sıcaklığı.

T_N = Çekirdeklenmenin başlangıcı. T_N , ergiyikte var olan çekirdeklenme potansiyeli olarak isimlendirilir. Bu nokta, şekil 2.16'da gösterildiği gibi türevde ani değişmeden çok kolayca tanınır.

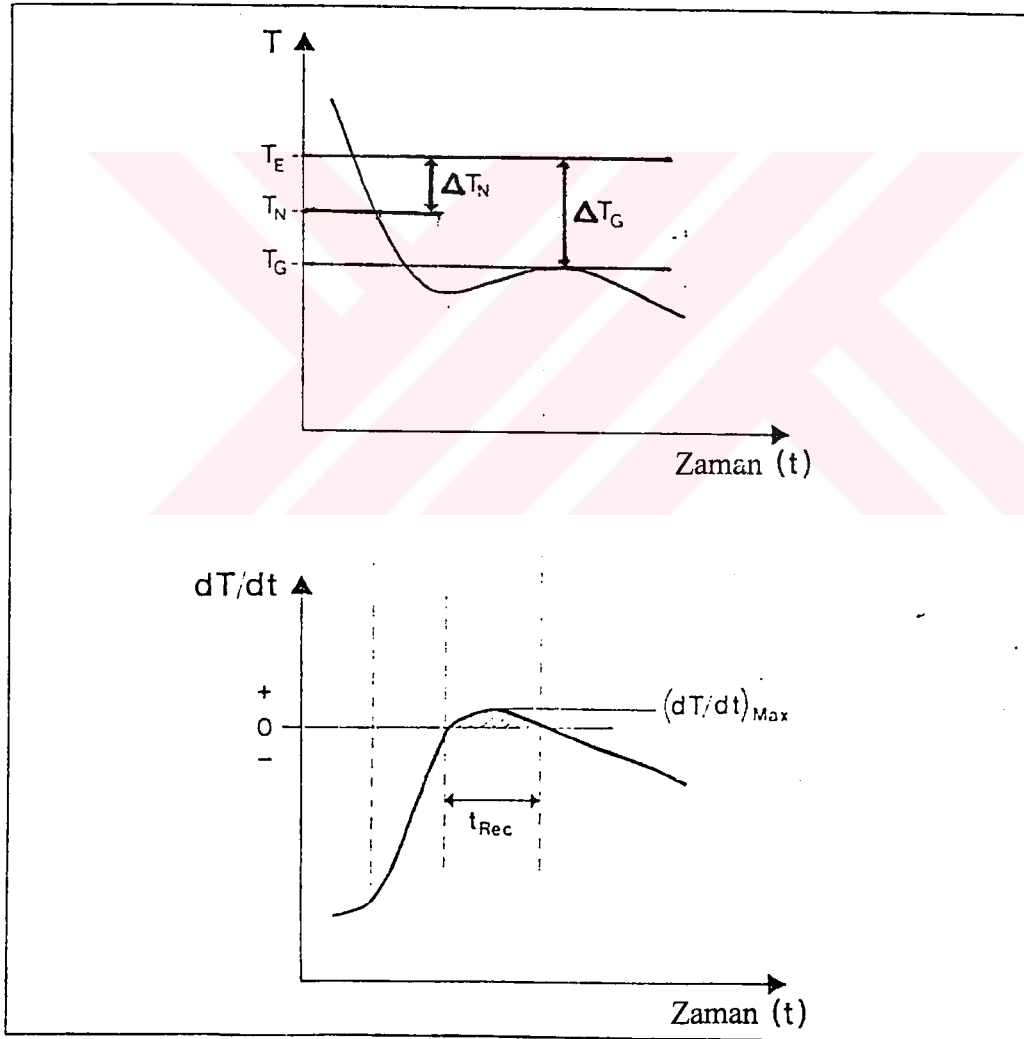
T_{Min} = Bu noktada yeni çekirdeklenmiş kristaller, gizli kalmış ısının serbest bırakılması ile, numuneden çıkarılan ısıyı dengeler bir ölçüye kadar büyümüştür. Bu andan sonra ergiyik, devamlı kararlı durum sıcaklığına yükselir. Bu sıcaklık artması için gerekli zaman periyodu, parlama(recalescence) periyodu t_{Rec} olarak isimlendirilir.

Bu birinci kristaller uygun ölçüye ulaştığı zaman, parlama, gerçek büyüme sıcaklığına kadar bütün iç sıvının sıcaklığını getirir ve çok yeni alüminyum kristalleri oluşmaz. Katılaşma, bundan dolayı kaba taneli bir tavırla bir sütun içinde esasen çekirdeklenmiş kristallerin büyümesiyle ilerler.

Özellikle türevin maksimum yüksekliği ve parlama periyodunun süresi çekirdeklenmiş tanelerin sayısı ile ilişkilendirilebilir. T_{Min} 'un ölçümü ve/ya da parlama fonksiyonu, ısı analiz metotlarıyla tane inceltmeyi değerlendirmek için kullanılır.

Bir ergiyikte ilavelerle çekirdeklenme:

Dökümhane alaşımlarının Al-Cu ve Al-Si tiplerinde altsoğuma büyümesi ΔT_G , kum dökümlerinde geçerli olan düşük soğuma oranlarında bile $1-2^\circ\text{C}$ 'ye varır. Yukarıda belirtildiği gibi, parçacıklar üstünde çekirdeklenme alüminyum alaşımlarında doğal olarak varolur. Parçacıklar aktif olmak için $3-4^\circ\text{C}$ altsoğumaya ihtiyaç duyar ve bu alaşımlarda dahi bir kaba taneli yapıda sonuçlanır. Bununla birlikte, yüksek çekirdeklenme potansiyelli parçacıklar, (sadece $0,1-0,2^\circ\text{C}$ 'lik bir alt soğumada aktif olan titanyum-bor ya da karbür gibi) ilave edilirse eğer, şekil 2.17'de gösterilen soğuma eğrisinin çeşidi elde edilmiş olur.



Şekil 2.17 TiB parçacıkları ilave edilmiş bir numuneden soğuma eğrisi ve onun türevi. Çekirdeklenme sıcaklığı T_N , burada ergiyiğin gerçek sıcaklığının üzerindedir. Parlama fonksiyonu, tane inceltilmiş numuneyi gösteren, $(dT/dt)_{Max}$ 'ın çok düşük değerini gösterir (Backerud vd., 1990).

Eğriden görüldüğü gibi, çekirdeklenme kararlı durum büyüme sıcaklığı üzerinde başlar. Bu, sadece kalıbın soğuk duvarları ile ergiyiğin birinci temasında değil, hem de duvardan dökümün merkezine kadar bütün yollar önünde büyüyen kristalin ilerisindeki sıvıdanda yeni kristaller oluşabildiği anlamındadır. Tane inceltme, ancak sıvı, sıvıda oluşturulmuş yeni eşeksenli kristallerin, birbirine çarptığı ve sürekli dentritik bir ağ oluşturduğu bir orana kadar büyüebilmesi için sabit olarak altsoğutmaya maruz bırakılırsa mümkündür(Backerud vd.,1990).



3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneyisel çalışmalara başlamadan önce deneyde kullanılacak techizatlar ve donanımlar sağlanmış ve ısı analiz yapacak sistem kurulmuştur. Daha sonra üç farklı bileşime sahip Al-Si alaşımları satın alınmış ve bunların oluşturulan sistemde ısı analizleri yapılmıştır. Isı analizinde her bir alaşımın soğuma eğrileri, türev eğrileri ve fark eğrileri tane inceltilmemiş ve tane inceltilmiş durumlar için ayrı ayrı elde edilmiştir. Daha sonra ısı analizi gerçekleştirilen numunelerin metalografik incelemesi yapılmış ve oluşan yapılar ve ısı analiz eğrileri arasındaki ilişkiler araştırılmıştır. Bu deneylerden elde edilen sonuçlar, daha önce yapılan çalışmalarda alınan sonuçlarla ve teorik bilgiyle karşılaştırılmıştır.

3.1 Kullanılan Techizatlar

Deney düzeneğinin oluşturulmasında kullanılan techizatlar şunlardı: Veri elde etme yazılımı(Labtech notebook, 9 disketlik paket program), Pentium 133 bilgisayar, A/D dönüştürücü(bilgisayar kartı, Omega Dastc Board) , K tipi (kromel-alumel) ısı çift ve bağlantı kabloları, iki adet kalıp tutacak düzeneği, Elektro-Nite firmasının üretmiş olduğu Quick-Cup test kapları(bu kaplar QC-4010 telleryumsuz standart kum kaplardır) ve malzemelerin ergitildiği grafit pota ve ergitmeyi sağlayan maksimum sıcaklığı 1000°C olabilen küçük laboratuvar ölçekli direnç ısıtıcılı elektrik fırını. Bunlar numunelerin ısı analiz eğrilerinin elde edilmesinde kullanılanlardır. Bir de metalografik çalışmalar için kullanılanlar vardır. Bunlar zımparalama ve parlatma diskleri , mikro yapıların incelenmesi ve fotoğraflarının çekilmesi için görüntü işlemcidir.

3.2 Kullanılan Malzemeler

Üç çeşit Al-Si alaşımı kullanılmıştır.Kullanılan Al-Si alaşımlarının bileşimleri tablo 3.1’de verilmektedir. Ayrıca tane inceltme için çubuk şeklindeki Al-5Ti-1B master alaşımı kullanılmıştır. Kullanılan Al-Si alaşımları külçe halinde ALMET isimli fabrikadan sağlanmıştır. Al-Si alaşımlarının kimyasal bileşimleri, fabrikanın satışta verdiği değerlerdir.

Tablo 3.1 Deneylerde kullanılan Al-Si alaşımlarının kimyasal bileşimleri

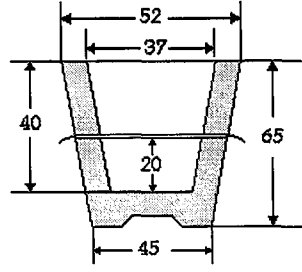
Alaşım Bileşimi		Elementler(%)								
		Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Cr	Ti	Zn	Pb
C355.2 1.	AA-Standart	4,5-5,5	1,0-1,5	0,5-0,6	0,13	0,05	0	0,2	0,05	0
	Numune	5,223	1,96	0,108	0,563	0,125	0,004	0,0135	0,139	0,0148
B380.1 2.	AA-Standart	7,5-9,5	3,0-4,0	0,1	1	0,5	0	0,35	0,9	0
	Numune	8,645	3,879	0,328	0,967	0,355	0,014	0,0373	0,847	0,193
A413.1 3.	AA-Standart	11,0-13,0	1	0,1	1	0,35	0	0	0,5	0
	Numune	11,11	0,021	0,043	0,737	0,0499	0,003	0,0091	0,057	0,0004

3.3 Deneyler

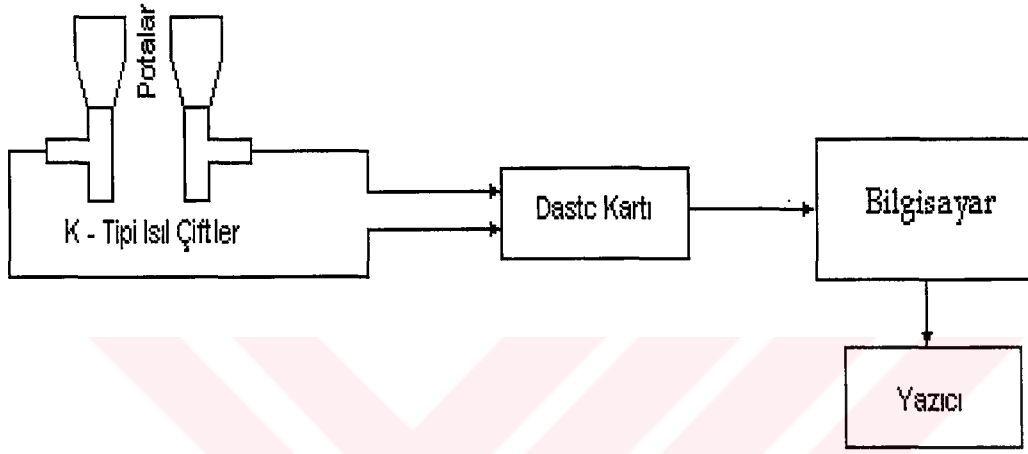
3.3.1 Soğuma Eğrilerinin Elde Edilmesi

Tablo 3.1’de kimyasal bileşimleri verilen Al-Si alaşımları külçe halinde sağlandıktan sonra küçük parçalar şeklinde kesildiler. Alaşımların kesilmiş parçalarından yaklaşık 400gr grafit potaya dolduruldu. Bu grafit pota küçük ölçekli direnç ısıtıcılı elektrik fırınına yerleştirilerek 725°C’de ergitme gerçekleştirildi. Ergitme süresi ortalama olarak bir saat sürdü. Ergimiş konumda yaklaşık 10 dakika bekletildi. Daha sonra yüzeyden oksit tabakası alındı ve ergimiş metal standart kum kalıplara döküldü. Döküm işlemi iki kalıba aynı anda yapıldı. Bu kalıplardan bir tanesinin içine, döküm yapılmadan önce dökümü yapılacak numuneyle aynı bileşime sahip 3gr’lık katı parça yerleştirildi. Her seferde konulan katı parçalarının şekli aynı tutuldu. Böyle bir işlem yapılmasındaki amaç, iki kalıp arasında çok az soğuma hızı farklılığı meydana getirerek soğuma eğrilerini, soğuma eğrilerinin türevlerini ve esasen soğuma eğrilerinin farklarını elde etmektir. Yukarıda belirtilen işlemler tane inceltmede de hemen hemen aynı şekilde gerçekleştirildi. Tek fark, alaşımlara %1 Ti içeriğini sağlayacak Al-5Ti-1B tane inceltici master alaşımının potada ergiyik haldeki alaşımlara daldırarak ilave edilmesidir. Deneyde kullanılan kum kalıplar Elektro-Nite firması tarafından üretilmiş olan Quick-Cup test kaplarıdır. Bu kaplar QC-4010 telleryumsuz standart kaplardır. Test kabı tutucusu iki test kabı için planlanmıştır. Kapların merkezinden geçen ısı çift ve bağlantı kabloları K tipindedir(Kromel-Alumel). Şekil 3.1’de deneylerde kullanılan potayı ve boyutlarını gösterir.

Isıl çiftler tarafından elde edilen analog işaret, bir A/D dönüştürücüsü olan Omega Dastc board vasıtasıyla dijital şekle dönüştürülerek bilgisayara veri olarak kaydedilmiştir. Sistem endüstriyel PC pentium 133 işlemciden oluşmaktadır. İşletim sistemi olarak Windows 3.11 ve Windows 95 kullanılmıştır. Kullanılan sistemin şematik gösterimi şekil 3.2’de verilmiştir.



Şekil 3.1 Deneylerde kullanılan ortasında ısı çift olan pota



Şekil 3.2 Isıl analiz için kullanılan sistemin şeması

Soğuma eğrileri, bir veri elde etme sistemi içinden sıcaklık değişimlerinin elde edilmesiyle kaydedildi. Kullanılan veri elde etme yazılım sistemi (Labtech/Notebook) 900 okuma/s lik bir oranda veri elde etme kabiliyetine sahiptir. Bununla birlikte kum kalıplarda soğuma hızının düşük olmasından dolayı 8 okuma/s lik bir oranda gerçekleşti. Kullanılan yazılım, iki potadan okunan sıcaklıkları, bunların birinci ve ikinci türevlerini ve iki pota arasındaki sıcaklık farklarını aynı anda veri olarak kaydeder. Aynı zamanda sabit gözlemler için bilgisayar monitöründe soğuma eğrilerini gösterir. Yazılım, görüntülenen soğuma eğrilerini tekrar tekrar incelemek için çizdirebilir. Yani görüntü bir kerelik değildir.

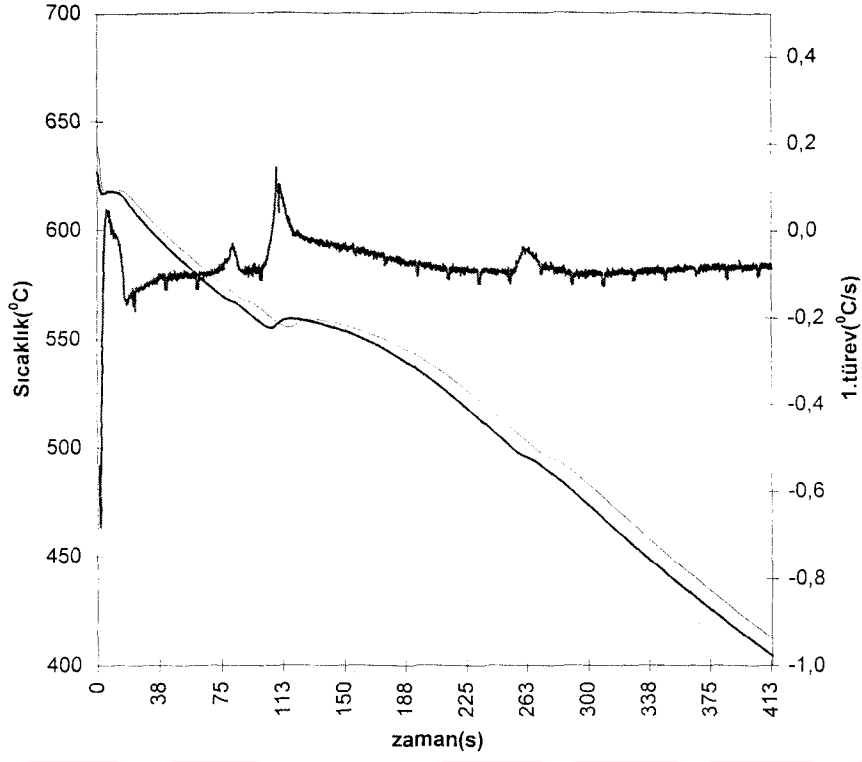
Yazılım vasıtasıyla toplanan veriler daha sonra Excel 7,0 programına aktarılır . Bu program vasıtasıyla soğuma eğrileri , bunların türevleri ve soğuma eğrilerinin fark eğrileri çizdirilir. Eğriler çizdirilmeden önce, eğrilerdeki ilk sapma noktaları birbiri üstüne çakıştırılacak şekilde üst üste getirilir. Bunun yapılmasının nedeni, fark eğrilerinin çizdirilmesinde oluşabilecek hataları önlemektir.

Deneylerde kullandığımız sistemin daha iyi anlaşılabilmesi için fotoğrafı çektirilmiştir. Bu şekil 3.3'te gösterilmiştir.

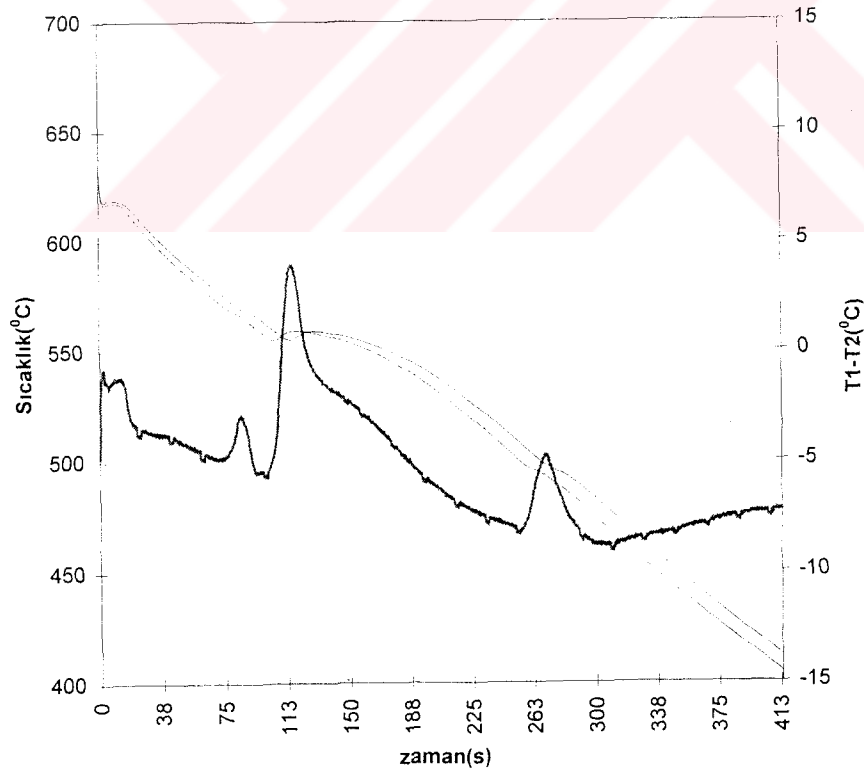


Şekil 3.3 Deney sisteminin fotoğrafı

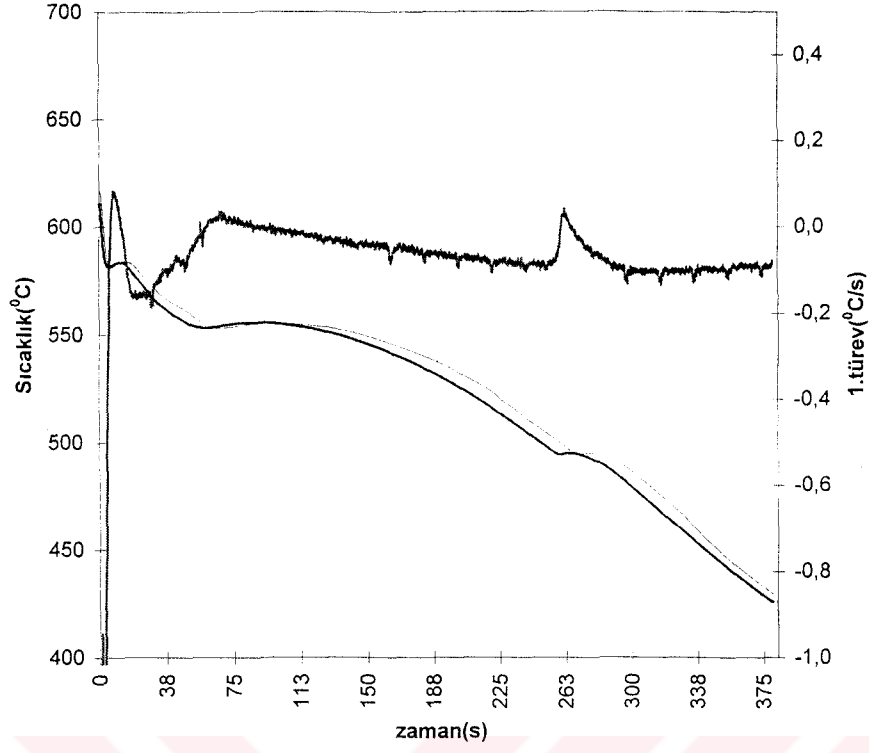
İşte bu şekildeki bir sistem ile üç farklı Al-Si alaşımının normal dökümdeki ve tane inceltici ilave edilmiş dökümdeki soğuma eğrileri , bunların türevleri ve fark eğrileri çizdirilmiştir. Bu eğriler şekil 3.4'ten şekil 3.15'e kadar gösterilmiştir.



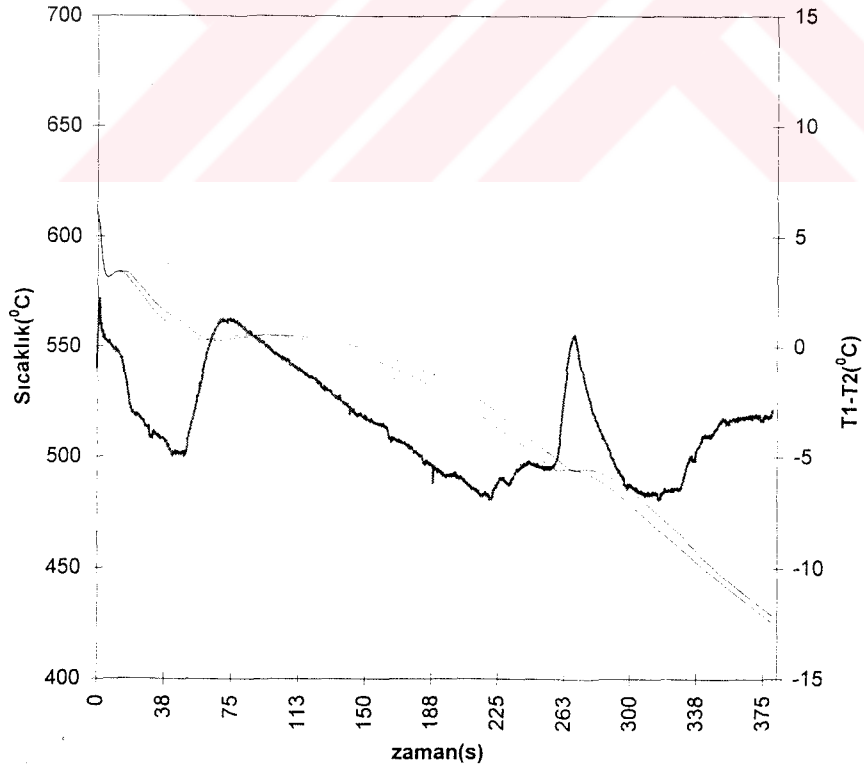
Şekil 3.4 1. Alışım (C355.2) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi



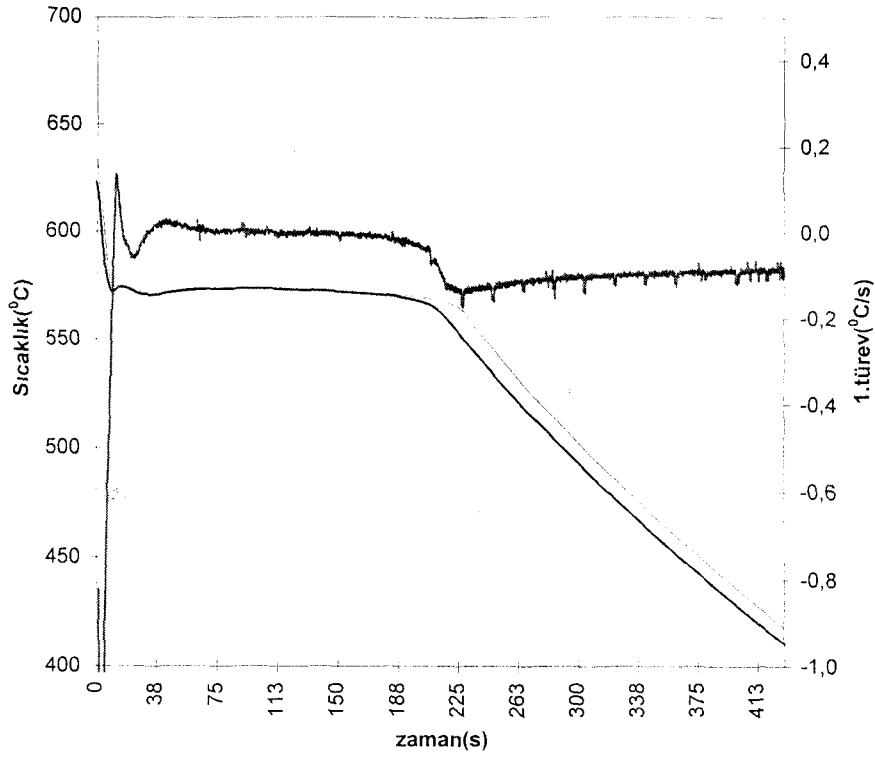
Şekil 3.5 1. Alışım (C355.2) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi



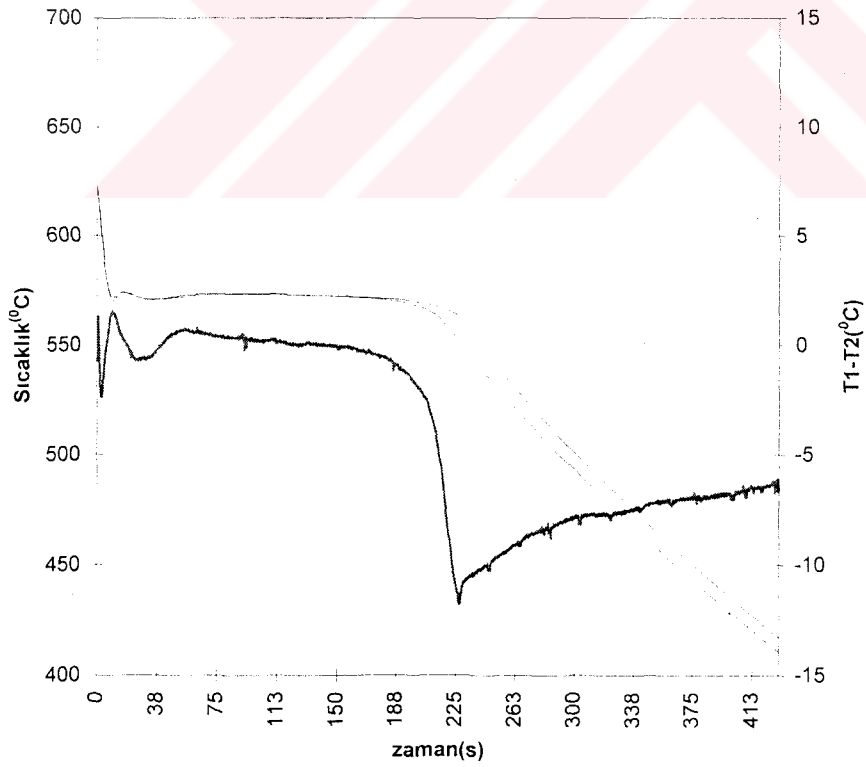
Şekil 3.6 2.Alaşım(B380.1) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi



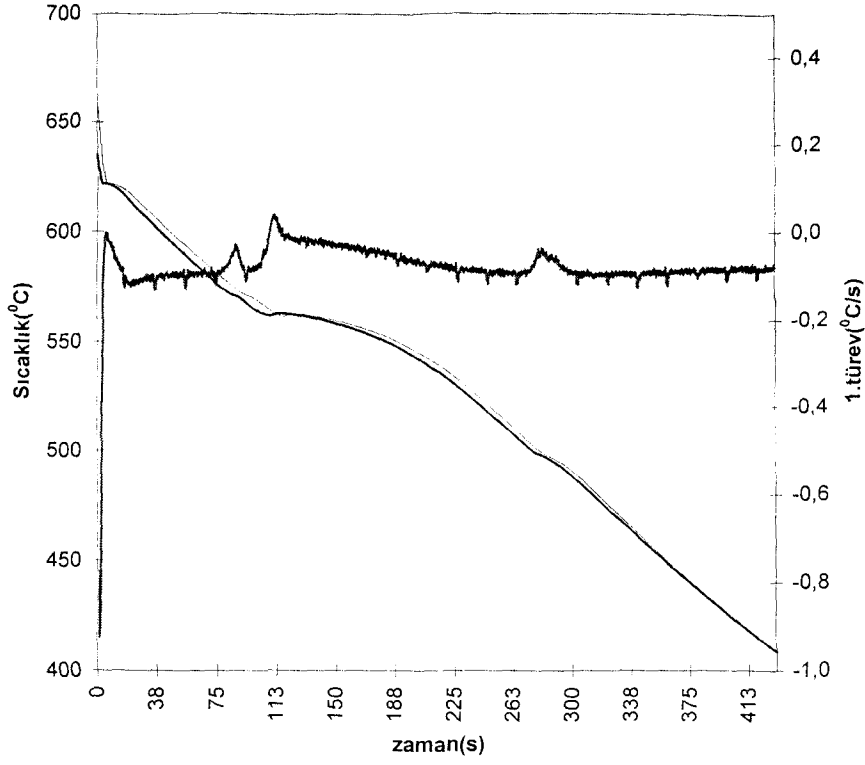
Şekil 3.7 2.Alaşım(B380.1) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi



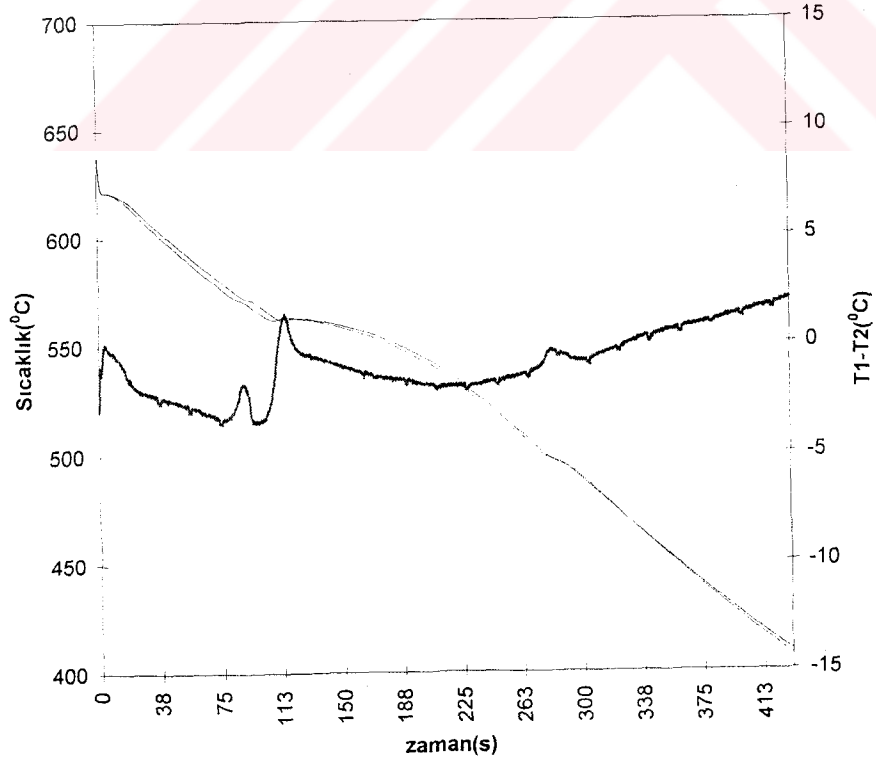
Şekil 3.8 3.Alaşımından(A413.1) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi



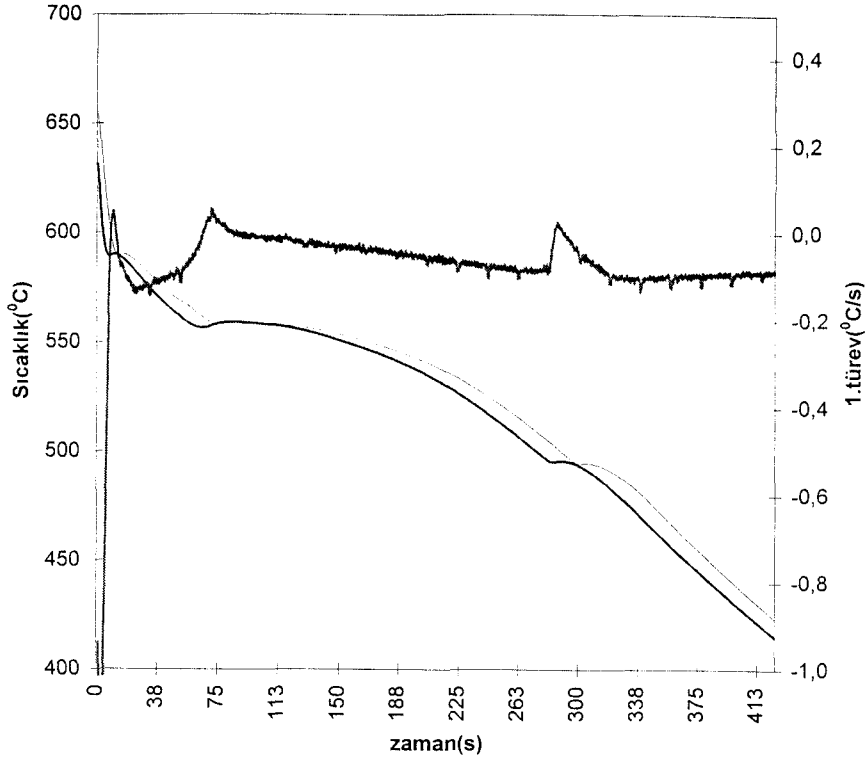
Şekil 3.9 3.Alaşımından(A413.1) normal dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi



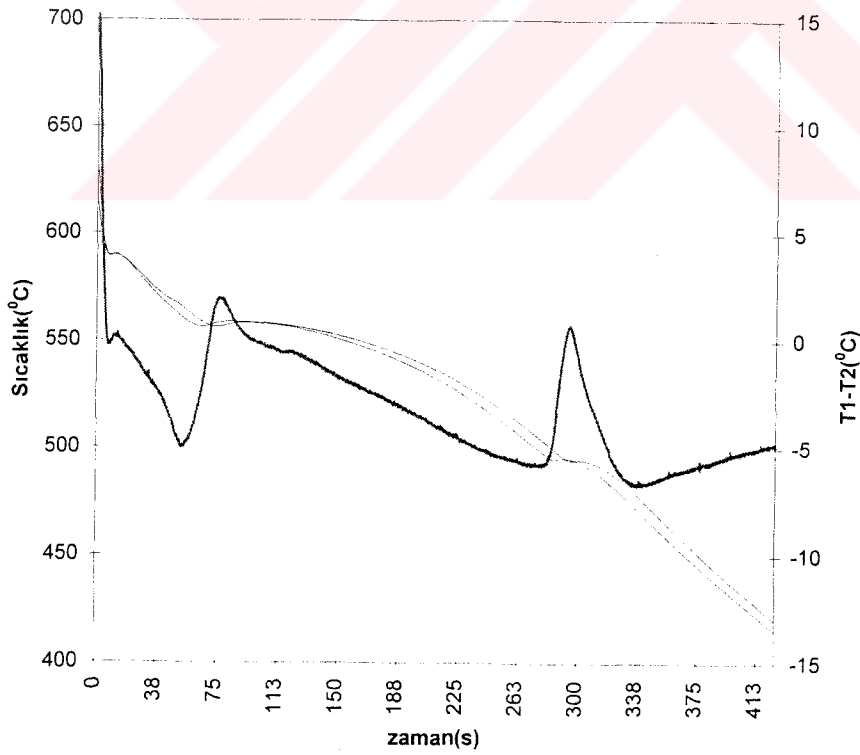
Şekil 3.10 1.Alaşımından(C355.2) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi



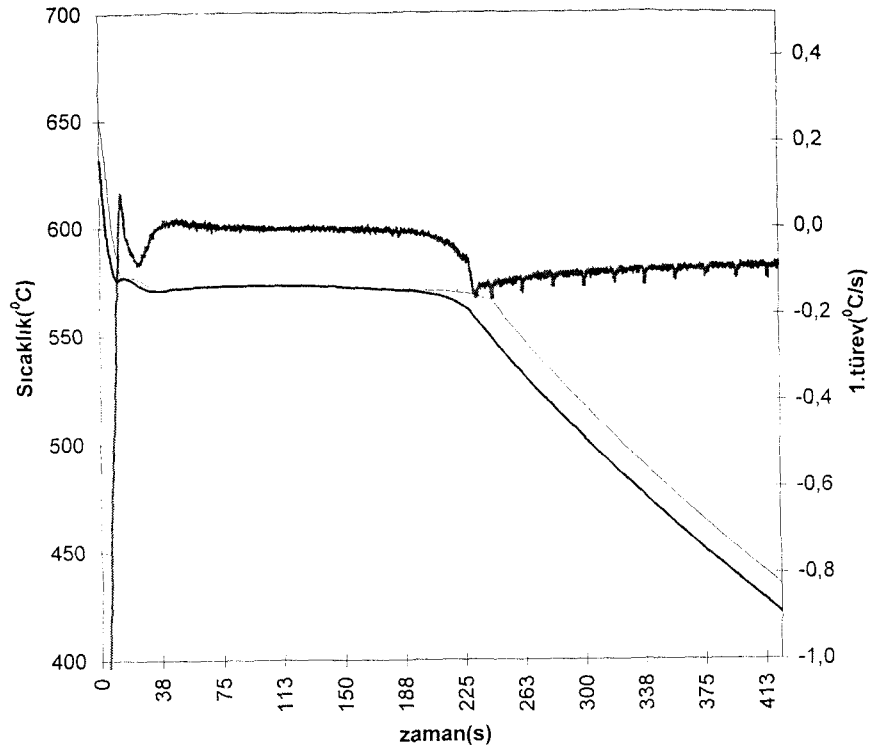
Şekil 3.11 1.Alaşımından(C355.2) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi



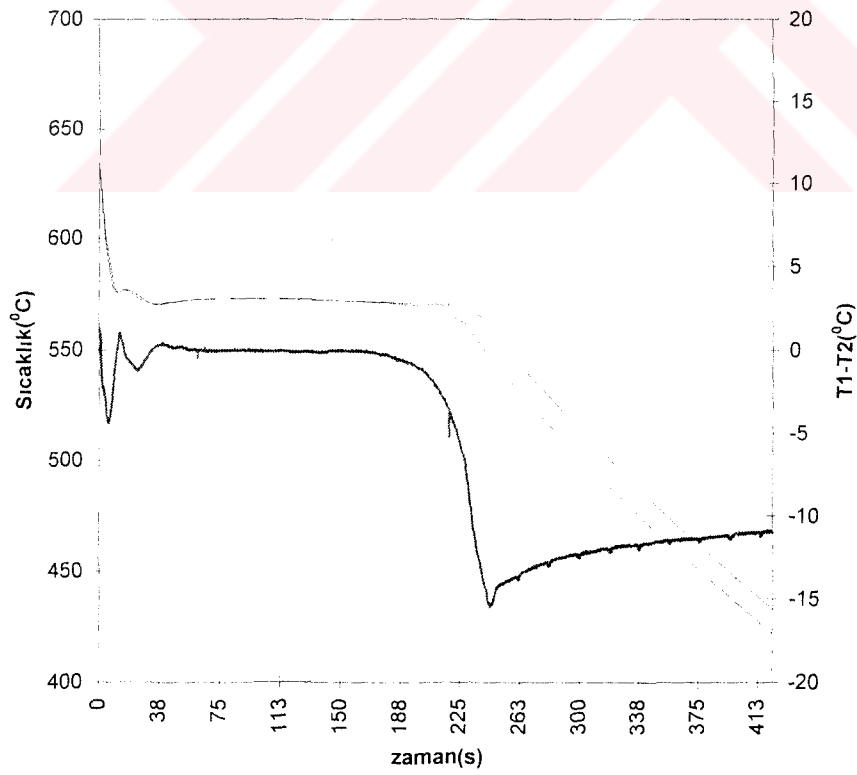
Şekil 3.12 2.Alaşımdan(B380.1) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi



Şekil 3.13 2.Alaşımdan(B380.1) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi.



Şekil 3.14 3.Alaşım(A413.1) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve birinci soğuma eğrisinin türevi



Şekil 3.15 3.Alaşım(A413.1) tane inceltici ilavesi yapılmış numune dökümde elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrisi.

3.3.2 Soğuma Eğrilerinden Faz Dönüşümlerinin Belirlenmesi

Çift potalı ısı analiz yöntemiyle elde ettiğimiz soğuma eğrileri, fark eğrileri ve birinci türev eğrileri şekil 3.4'ten şekil 3.15'e kadar gösterilmiştir. Elde ettiğimiz bu eğrilerden faz dönüşümleri tespit edilebilmektedir. Çünkü bu eğriler faz dönüşüm bölgelerinde pikler oluşturmaktadırlar. Bu pikleri inceleyerek fazların dönüşüm bölgeleri ve çeşitleri belirlenebilir. Şimdi sırasıyla elde ettiğimiz eğrileri inceleyelim. 1.alaşım(C355.2) normal dökümde elde edilen eğrilere bakıldığında 4 adet pikin varlığı hem türev hem de fark eğrilerinde görülür. Bu pik bölgeleri fazların oluştuğu bölgelerdir. Bilgisayarda toplanan veriler incelenerek fazların meydana geldiği sıcaklıklar tespit edilir. 1.alaşımında elde edilen faz dönüşüm sıcaklıkları şunlardır: Birinci pikin olduğu bölge, dendritik ağın geliştiği bölgedir. Burada ki sıcaklık 616°C'dir. İkinci pik bölgesinde sıcaklık 567°C'dir. Bu sıcaklıkta intermetalik faz oluşur. Bu alaşım için bu Al_5FeSi fazıdır. Üçüncü pik bölgesinde sıcaklık 554°C'dir. Bu Al-Si ötektiğinin oluştuğunu gösterir. Dördüncü pik bölgesinde sıcaklık 495 °C'dir. Bu ikincil fazın oluştuğunu gösterir. Burada oluşan ikincil faz, Al_2Cu 'dur. Bu alaşım için katılaşma başlangıcında ölçülen altsoğuma $\Delta T=0,94^\circ C$ ve ötektik başlangıcındaki $\Delta T=4.35^\circ C$ 'dir. 2.alaşım(B380.1) elde edilen faz dönüşüm sıcaklıkları şunlardır: Birinci pikin olduğu bölge, dendritik ağın geliştiği bölgedir. Burada ki sıcaklık 581°C'dir. İkinci pik bölgesinde sıcaklık 557°C'dir. Bu sıcaklıkta intermetalik faz oluşur. Bu alaşım için bu $Al_{15}Mn_3Si_2$ fazıdır. Üçüncü pik bölgesinde sıcaklık 552°C'dir. Bu Al-Si ötektiğinin oluştuğunu gösterir. Dördüncü pik bölgesinde sıcaklık 494 °C'dir. Bu ikincil fazın oluştuğunu gösterir. Burada oluşan ikincil faz, Al_2Cu 'dur. Bu alaşım için katılaşma başlangıcında ölçülen altsoğuma $\Delta T=2,16^\circ C$ ve ötektik başlangıcındaki $\Delta T=2.51^\circ C$ 'dir. 3.alaşım(A413.1) elde edilen faz dönüşüm sıcaklıkları şunlardır: Birinci pikin olduğu bölge, dendritik ağın geliştiği bölgedir. Burada ki sıcaklık 571°C'dir. İkinci pik bölgesinde sıcaklık 570°C'dir. Bu Al-Si ötektiğinin oluştuğunu gösterir. Bu alaşımında ikincil fazlar gözlenilmemiştir. Ara fazlarda tam belirgin değildir. Katılaşma sonu 558°C'dir. Bu alaşım için bunu eğrilerden belirlemek kolaydır. Bu alaşım için katılaşma başlangıcında ölçülen altsoğuma $\Delta T=2,56^\circ C$ ve ötektik başlangıcındaki $\Delta T=3.12^\circ C$ 'dir.

Tane inceltme işlemi uygulanmış numunelerden elde edilen faz dönüşüm sıcaklıklarında şu şekilde elde edilmiştir. Bu numunelerde oluşan fazlar yukarıdakilerle aynıdır. Fakat bu fazların oluşum sıcaklıkları ve altsoğuma miktarları tane incelticiden dolayı değişmiştir. Tane

inceltirilmiş 1.alaşımında elde edilen dönüşüm sıcaklıkları şunlardır: Birinci pikin olduğu bölge , dendritik ağın geliştiği bölgedir. Burada ki sıcaklık 621°Cdir. İkinci pik bölgesinde sıcaklık 571°Cdir. Bu sıcaklıkta intermetalik faz oluşur. Bu alaşım için bu Al_5FeSi fazıdır. Üçüncü pik bölgesinde sıcaklık 561°Cdir. Bu Al-Si ötektiğinin oluştuğunu gösterir. Dördüncü pik bölgesinde sıcaklık 498 °Cdir. Bu ikincil fazın oluştuğunu gösterir. Burada oluşan ikincil faz, Al_2Cu 'dur. Bu alaşım için katılaşma başlangıcında ölçülen altsoğuma $\Delta T=0,05^\circ C$ ve ötektik başlangıcındaki $\Delta T=1.17^\circ C$ dir. Tane inceltirilmiş 2.alaşımında elde edilen faz dönüşüm sıcaklıkları şunlardır: Birinci pikin olduğu bölge , dendritik ağın geliştiği bölgedir. Burada ki sıcaklık 589°Cdir. İkinci pik bölgesinde sıcaklık 562°Cdir. Bu sıcaklıkta intermetalik faz oluşur. Bu alaşım için bu $Al_{15}Mn_3Si_2$ fazıdır. Üçüncü pik bölgesinde sıcaklık 556°Cdir. Bu Al-Si ötektiğinin oluştuğunu gösterir. Dördüncü pik bölgesinde sıcaklık 495 °Cdir. Bu ikincil fazın oluştuğunu gösterir. Burada oluşan ikincil faz, Al_2Cu 'dur. Bu alaşım için katılaşma başlangıcında ölçülen altsoğuma $\Delta T=0,73^\circ C$ ve ötektik başlangıcındaki $\Delta T=2.51^\circ C$ dir. Tane inceltirilmiş 3.alaşımında elde edilen faz dönüşüm sıcaklıkları şunlardır: Birinci pikin olduğu bölge , dendritik ağın geliştiği bölgedir. Burada ki sıcaklık 575°Cdir. İkinci pik bölgesinde sıcaklık 570°Cdir. Bu Al-Si ötektiğinin oluştuğunu gösterir. Bu alaşımında ikincil fazlar gözlenilmemiştir. Ara fazlarda tam belirgin değildir. Katılaşma sonu 557°Cdir. Bu alaşım için bunu eğrilerden belirlemek kolaydır. Bu alaşım için katılaşma başlangıcında ölçülen altsoğuma $\Delta T=1,27^\circ C$ ve ötektik başlangıcındaki $\Delta T=2,3^\circ C$ dir.

Bu sonuçlardan da görüldüğü gibi elde edilen soğuma eğrileri ve fark eğrileri vasıtasıyla faz dönüşüm bölgeleri tesbit edilmiştir. Bu uygulamalarda tane inceltmenin soğuma eğrilerine ve fark eğrilerine etkisi de tespit edilmiştir. Tane inceltme ile altsoğuma miktarları azalmış ve faz dönüşüm sıcaklıkları ise artmıştır. Tane inceltme eğrilerdeki piklerin boylarındaki kısalmadan anlaşılmaktadır. Fazların tanımlanmasında literatürden (Backerud vd., 1990) faydalanılmıştır.

3.3.3 Numunelerin Metalografik İncelemesi

Numunelerin metalografik incelenmesi, numunelerin her biri için ısı çift bölgesinden boyuna kesilen numuneler üzerinde gerçekleştirildi. Kesilen numuneler sırasıyla 220, 320, 400, 600 ve 800 mesh'lik zımparalardan geçirildi. Daha sonra bütün numuneler önce Cr_2O_3 parlatıcı ile ve ardından 6 ve $1\mu m$ 'lik elmas pasta parlatıcıları ile parlatma disklerinde parlatma işlemi

yapıldı. Bundan sonra bütün numuneler %2'lik HF dağlayıcı ile dağlandı. Dağlamadan sonra mikro yapılar görüntü işlemcide incelendi ve numunelerin ısıtılma bölgesinden mikro yapı fotoğrafları x220 büyütmede elde edildi. Elde edilen fotoğraflar her alaşım için aynı anda iki kalıba dökülen iki numunenin, normal döküm yapılarını ve tane inceltme uygulanmış yapılarını göstermektedir. Elde edilen mikroyapı fotoğrafları şekil 3.16'dan, şekil 3.27.'e kadar gösterilmektedir.

Bu fotoğraflardaki fazları şekline göre veya rengine göre ayırmak mümkündür. Fazların özellikleri literatürde açıkça belirtilmektedir. Mikroskobide gözlenen fazlar ve özellikleri şunlardır:

Kullanılan Al-Si alaşımları ötektikaltı alaşımlar olduğundan bütün yapılarda α -alüminyum bulunmaktadır. α -alüminyumun karakteristik özelliği şeklinin dentritik olmasıdır. Bu özelliğiyle kolayca ayırt edilebilir. İkinci olarak bütün yapılarda Si bulunmaktadır. Si gri rengiyle diğer fazlardan ayrılır. Eğer yapıda birincil Si varsa, bunlar daha büyük gri parçalar şeklinde görülür. Bu fazlara ilaveten çok değişik bileşimlere sahip intermetalik fazlar oluşabilir. Bunların özellikleri: Al_5FeSi , iğnesel bir özelliğe sahiptir. $Al_8Mg_3FeSi_6$, kahve rengi Çin yazısı şeklindedir. $Al_5-Mg_8Cu_2Si_6$, pembe kahverengi parçacıklardır. $Al_{15}Mn_3Si_2$, kahverengi elyazısı şeklindedir. $Al_{15}(MnFe_3)Si_2$ de kahverengi elyazısı şeklindedir. Bütün bu fazlara ilaveten ikincil fazlarda (Al_2Cu ve Mg_2Si) mikroyapılarda bulunabilmektedir. Al_2Cu 'nun özelliği pembe parçacıklar şeklinde olmasıdır. Mg_2Si 'in özelliği ise siyah parçacıklar şeklinde olmasıdır. Bu özellikler kullanılarak mikro yapıdaki fazları ayırt etmek mümkün olabilmektedir.

Mikro yapı fotoğraflarından tane incetmesinde etkileri açıkça anlaşılır. Tane inceltmiş numunelerde hücreler daha küçük ve silisyumlarda biraz incedir.



Şekil 3.16 1.Alaşımdan(C355.2), 1.kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı(x220)



Şekil 3.17 1.Alaşımdan(C355.2), 2.kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı(x220)



Şekil 3.18 2. Alaşımdan(B380.1), 1. kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı(x220)



Şekil 3.19 2. Alaşımdan(B380.1), 2. kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı(x220)



Şekil 3.20 3.Alaşım (A413.1), 1.kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı (x220)



Şekil 3.21 3.Alaşım (A413.1), 2.kalıba normal dökümde elde edilen mikroyapı (x220)



Şekil 3.22 1. Alışım (C355.2), 1. kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı (x220)



Şekil 3.23 1. Alışım (C355.2), 2. kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı (x220)



Şekil 3.24 2.Alaşım(B380.1), 1.kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı(x220)



Şekil 3.25 2.Alaşım(B380.1), 2.kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı(x220)



Şekil 3.26 3. Alaşım (A413.1), 1. kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı (x220)



Şekil 3.27 3. Alaşım (A413.1), 2. kalıba ,tane inceltici ilave edilmiş dökümde elde edilen mikroyapı (x220)

4. SONUÇLAR

- 1) Kullanılan çift potalı ısı analiz yöntemiyle elde edilen, soğuma eğrileri fark eğrilerinden Al-Si alaşımlarının katılaşmasındaki fazlar tespit edilebilmektedir.
 - 2) Bu yeni yöntemle tespit edilen fazlar, türev eğrilerinin kullanılmasıyla elde edilen fazlarla uyushmaktadır.
 - 3) Al-Si alaşımlarına uygulanan tane inceltmenin etkisi soğuma eğrileri, türev eğrileri ve fark eğrilerinde açıkça görülmüştür. Bunlardada iki yöntem uyushmuştur.
 - 4) Tane inceltmeyle, kullanılan Al-Si alaşımlarının , katılaşma başlangıç sıcaklıklarının arttığı ve altsoğuma miktarlarının azaldığı , aynı şekilde ötektik başlangıç sıcaklığında arttığı ve bu bölgedeki altsoğumaların azaldığı ve diğer fazların oluşum sıcaklığının arttığı tespit edilmiştir.
 - 5) Bu güne kadar yapılan çalışmalar soğuma ve fark eğrilerinin yorumu şeklinde olmuştur. Asıl yapılmak istenen çalışma fark eğrilerinin türevlerinin analizi ile mikroyapıyı belirlemektir. Fark eğrilerinin türevlerinin elde edilmesinde mevcut program yetersiz kaldığından yeni bir programla türev eğrileri ve türev alanları saptanacaktır. Alüminyum alaşımları üzerinde yapılan bu çalışmada dökme demir için geliştirilmiş olan potalardan yararlanılmıştır. Bu potadaki kromel-alumel ısı çifti ile cam tüp arasındaki boşluk alüminyum alaşımlarının ergime sıcaklığı değişiminin hassas olarak belirlenmesini bir dereceye kadar engellemektedir. Bu sistemin asıl kullanılacağı yer olan dökme demirde bu boşluk bir sorun yaratmamaktadır.
- Projenin bir sonraki aşamasında aynı düzenek küresel grafitli dökme demirlerde mikroyapı belirlemek için kullanılacaktır. Projenin son aşamasında özellikle bu amaç için yazılmış bir program bu amaç için tasarlanmış kart kullanılarak bir cihaz tasarımı yapılacaktır.

KAYNAKLAR

ASM Handbook , Casting , (1988) Vol:15 , 159-168, 182-185, 481-486.

Ananthanarayanan, L., Samuel, F.H. ve Gruzleski, J.E., (1992), "Thermal Analysis Studies on the Effect of Cooling Rate on the Microstructure of 319 Alüminyum Alloy", AFS Transactions, Vol:100, 383-391.

Andrews, K.W., (1973), Physical Metallurgy, Techniques and Applications, 41-45

Apelian, D., Sigworth, G.K. ve Whaler, K.R., (1984) , "Assessment of Grain Refinement and Modification of Al-Si Foundry Alloys by Thermal Analysis", AFS Transactions, Vol:92, 297-307.

Apelian, D. ve Cheng, J.J.A., (1986), "Al-Si Processing Variables:Effect on Grain Refinement and Eutectic Modification", AFS Transactions, Vol:94, 797-808.

Argyropoulos, S., Closset,B. ,Gruzleski, J.E. ve Oger,H., (1983), "The Quantitative Control of Modification in Al-Si Foundry Alloys Using a Thermal Analysis Technique" AFS Transactions, Vol:91, 351-358.

Backerud,S.L. ve Sigworth,G.K., (1989), "Recent Developments in Thermal Analysis of Aluminum Casting Alloy", AFS Transactions, Vol:97 , 459-464.

Backerud,S.L., Chai,G. ve Tamminen,J., (1990), "Solidification Characteristics of Alüminyum Alloys,Vol.2 Foundry Alloys", AFS/Skan Aluminum, 3-227.

Charbonier, J., (1984), "Microprocessor Asisted Thermal Analysis Testing of Aluminum Alloy Structures", AFS Transactions, Vol:92 , 907-922.

Closset,B., Pirie,K. ve Gruzleski, J.E., (1984), "Comparison of Thermal Analysis and Electrical Resistivity in Microstructure Evaluation of Al-Si Foundry Alloys", AFS Transactions, Vol:92 , 123-133.

Ekpoom, U. ve Heine, R.W., (1981), "Thermal Analysis by Differential Heat Analysis (DHA) of Cast Iron", AFS Transactions, Vol:89, 27-38.

Fras, E., Kapturkiewicz, W., Burbielko, A. ve Lopez, H.F., (1993), "A New Concept in Thermal Analysis of Castings", AFS Transactions, Vol:101, 505-511.

Frost, J.M. ve Stefanescu, D.M., (1992), "Melt Quality Assesment of SG Iron Throug Computer-Aided Cooling Curve Analysis", AFS Transactions, Vol:100, 189-191.

Gowri, S., (1994), "Comparison of Thermal Analysis Parameters of 356 and 359 Alloys", AFS Transactions, Vol:102, 503-508.

Günay, Y. ve Demir, C., (1997), "Küresel Grafitli Dökme Demirde Thermal Analiz Uygulamaları", Proceedings of the 9.th International Metallurgy And Materials Congress" Bildiriler Kitabı, Vol:II, 1505-1511.

Kanetkar, C.S. and Stefanescu, D.M., (1988), "Macro-Micro Modeling of Solidification of Hypoeutectic and Eutectic Al-Si Alloys", AFS Transactions, Vol:96, 591-598.

Lakshmanan, A.N., Shabestari, S.G. ve Gruzleski, J.E., (1995), "Microstructure Control of Iron Intermetallics in Al-Si Casting Alloys", Z.Metallkunde, 457-464.

Samuel, A.M., Samuel, F.H. ve Doty, H.W., (1996), "Observations on the Formation of β -Al₅FeSi Phase in 319 type Al-Si Alloys", Journal of Material Science, 5529-5539.

Sigworth, G.K. ve Guzowski, M.M., (1985), "Grain Refining of Hypoeutectic Al-Si Alloys", AFS Transactions, Vol:93, 907-912.

Sparkman, D. ve Kearney, A., (1994), "Breaktrough in Aluminum Alloy Thermal Analysis Technology for Process Control", AFS Transactions, Vol:102, 455-460.

Tuttle, B.L., (1985), "Definations in Thermal Analysis", Modern Casting, 39-41.

Upadhaya, K.G., Stefanescu, D.M., Liev, K. ve Yeager, P., (1989), "Computer- Aided Cooling Curve Analysis: Principles and Applications in Metal Casting", AFS Transactions, Vol:97, 61-66.

Willard, H.H., Meritt, L.L. ve Dean, J.A.,(1965),Instrumental Methods of Analysis, 4th Edition,460-465.

Yen, C.M., Evans, W.J., Nowicki, R.M. ve Cole, G.S., (1985), "Measuring the Quality of Aluminum Casting Alloys With Microprocessor-Aided Thermal Analysis", AFS Transactions, Vol:93, 199-204.



ÖZGEÇMİŞ

Doğum tarihi 22.02.1974

Doğum yeri Babaeski

Lise 1987-1990 Babaeski Lisesi

Lisans 1990-1994 Yıldız Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fak.
Metalurji Mühendisliği Bölümü

Yüksek Lisans 1994-1998 Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji Müh. Anabilim Dalı, Malzeme Programı

Çalıştığı Kurum

1995-Devam ediyor Y.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Araştırma Görevlisi