

SOĞUK HADDELENMİŞ AA3105 VE AA5005 LEVHALARIN DSC ANALİZİ İLE YENİDEN KRİSTALLENME KİNETİĞİ

RECRYSTALLIZATION KINETICS OF COLD ROLLED AA3105 AND AA5005 SHEETS BY DSC ANALYSIS

Atae RAOUGUI 

Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya, Türkiye

Ion GRECU 

Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya, Türkiye

Volkan Murat YILMAZ 

Bartın Üniversitesi, Merkezi Araştırma Laboratuvarı, Bartın, Türkiye

Prof. Dr. Kenan YILDIZ 

Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya, Türkiye

Geliş Tarihi / Received: 11.06.2021
Kabul Tarihi / Accepted: 22.09.2021

Araştırma Makalesi/Research Article
DOI: 10.38065/euroasiaorg.621

ÖZET

Bu çalışmada, Akyazı-Sakarya’da bulunan ASAŞ Alüminyumdan temin edilen soğuk haddelenmiş AA3105 ve AA5005 alüminyum alaşım levhalarının izotermal olmayan yeniden kristallenme kinetiği diferansiyel tarama kalorimetrisi (DSC) kullanılarak incelenmiştir. İzotermal olmayan kinetik, modelsiz metotlar olarak bilinen Kissinger, Boswell, Ozawa ve Starink yöntemleriyle yapılmıştır. Farklı ısıtma hızlarındaki DSC grafiklerindeki yeniden kristallenme sıcaklıkları tespit edilmiş ve aktivasyon enerjileri $Y - 1/T$ diyagramlarındaki eğimlerden hesaplanmıştır. Burada Y , Kissinger için $\ln(\beta/T^2)$, Boswell için $\ln(\beta/T)$, Ozawa için $\ln(\beta)$ ve Starink için $\ln(\beta/T^{1.92})$ ‘dir. Sonuçlar dört izotermal olmayan kinetik modele göre yeniden kristallenme aktivasyon enerjilerinin soğuk haddelenmiş AA5005 levhası için 194 – 206 kJ/mol aralığında ve soğuk haddelenmiş AA3105 levhası için 235 – 247 kJ/mol aralığında olduğunu göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: AA3105 ve AA5005 Alüminyum alaşımları, Yeniden kristallenme, İzotermal olmayan kinetik

ABSTRACT

In this study, the non-isothermal recrystallization kinetics of cold rolled AA3105 and AA5005 aluminum alloy sheets obtained from ASAŞ Aluminum located in Akyazı-Sakarya was studied by using differential scanning calorimetry (DSC). The non – isothermal kinetics was performed by using Kissinger, Boswell, Ozawa and Starink methods known as model – free methods. The recrystallization temperatures on DSC graphics at different heating rates (β) were deduced and the activation energies were calculated from the slopes from $Y - 1/T$ diagrams. Y is $\ln(\beta/T^2)$ for Kissinger, $\ln(\beta/T)$ for Boswell, $\ln(\beta)$ for Ozawa and $\ln(\beta/T^{1.92})$ for Starink. The results showed that the activation energies of recrystallization are in the range of 194 – 206 kJ/mol for cold rolled AA5005 sheet and in the range of 235 – 257 kJ/mol for cold rolled AA3105 sheet, according to four non-isothermal kinetics model.

Keywords: AA3105 and AA5005 Aluminium alloys, Recrystallization, Non-isothermal kinetics

1. GİRİŞ

Plastik şekil verme işlemleri, katı halde bulunan metal ve alaşımlarına uygulanan bir deformasyon işlemidir. Genel olarak bunlar dövme, haddeleme, ekstrüzyon, derin çekme gibi yöntemlerdir.

Haddeleme işlemi de plastik şekil verme yöntemlerinden olup işlem sıcaklığına bağlı olarak sıcak veya soğuk haddeleme işlemi olarak uygulanabilir. Haddeleme işleminde, parçaların kırılmadan veya yırtılmadan uygulanabilecek deformasyon sınırı vardır. Bu amaçla yeniden kristallenme işlemi parçalara uygulanarak sonraki aşamalarda haddeleme uygulanabilecek duruma getirilirler (Doğan, 2006; Kavaklıoğlu, 2013; Bhaduri 2018).

Deformasyon işlemi soğuk işlem olarak uygulandığında, malzemedeki dislokasyon yoğunluğu artar ve bunun sonucunda mukavemet artışı olur, iç gerilimler artar ve dislokasyon işlemi zorlaşır. Dislokasyon etrafındaki gerilme alanı çeşitli kusurlarla etkileşime girdiğinden düzlemde kayma belirli bir süre sonra durmaktadır. Soğuk işlem sonrası dengeli yapı toparlanma, yeniden kristallenme ve tane büyümesi kademeleri ile sağlanmaktadır (Smallman ve Bishop, 1999; Baykal, 1999; Doğan 2006; Humphreys ve ark., 2017; Alaneme ve Okotete, 2018).

Magnezyum, 5XXX serisi alüminyum alaşımlarında temel alaşımlama elementidir. Yüksek mukavemet değerlerinde, işlenerek sertleştirilebilen, iyi kaynak özellikleri ve deniz atmosferlerinde korozyona karşı iyi bir dirence sahip alaşımdır. Tekne gövdelerinde, iskelelerde denize maruz kalan diğer ürünlerde kullanılırlar (Davis, 2001). 3XXX serisi alüminyum alaşımlarında ise temel alaşım elementi mangandır. Korozyon direnci ve şekil verilebilirliği çok yüksek, mukavemeti orta derecede, kaynaklanabilirliği kolaydır. Bu alaşımlarda enerji santralleri ve araçlarda levha ve boru şeklinde ısı eşanjörü olarak kullanılmaktadır (Eşit, 2006; Ataşen, 2015).

Bu çalışmada, soğuk haddelenmiş AA5005 ve AA3015 alüminyum alaşımı levhalarında yeniden kristallenme kinetiği diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) kullanılarak izotermal olmayan yöntemle incelenmiştir.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

AA3105 ve AA5005 alüminyum alaşım levhaları, Akyazı - Sakarya'da bulunan ASAŞ Alüminyum firmasından temin edilmiştir. Bu çalışmada kinetik analiz için kullanılan AA3105 levhanın haddeleme öncesi kalınlığı 3 mm, kademeli soğuk haddeleme sonrası 0,56 mm kalınlığa ($\epsilon_T = 1,678$) getirilmiştir. AA5005 levhasının başlangıç kalınlığı 4,16 mm olup kademeli soğuk haddeleme sonrası 1,97 mm kalınlığa ($\epsilon_T = 0,747$) getirilmiştir.

Termal analiz yöntemleri yeniden kristallenme, çökelme, homojenizasyon ve faz dönüşümü gibi katı halde gerçekleşen reaksiyonların incelenmesinde kullanılmaktadır. Bu amaçla soğuk haddelenmiş AA5005 ve AA3105 alüminyum alaşımı levhalarda yeniden kristalleşme kinetiği, izotermal olmayan yöntemle incelenmiştir. Bu amaçla AA3105 levhasından alınan numune 5 – 7,5 – 10 °C/dak ısıtma hızlarında ve AA5005 levhasından alınan numune 15 – 20 – 25 °C/dak ısıtma hızlarında DSC analizleri yapılmıştır. Farklı alüminyum alaşımı için farklı ısıtma hızlarının seçiminin nedeni, çok küçük ekzotermik pik veren yeniden kristallenme olayının her ısıtma net bir şekilde tespit edilememesidir. Numunelerin termal analizleri, TA Instruments SDTQ 600 cihazıyla, hava atmosferi koşulları altında alınmıştır.

Farklı ısıtma hızlarında alınan DSC grafiklerindeki yeniden kristallenme pik sıcaklıkları kullanılarak ve Çizelge 1'de verilen Kissenger, Boswell, Ozawa ve Starink modelleri izotermal olmayan kinetik incelemeler için kullanılmıştır (Kissenger, 1957; Boswell, 1980; Ozawa, 1992; Starink, 2004).

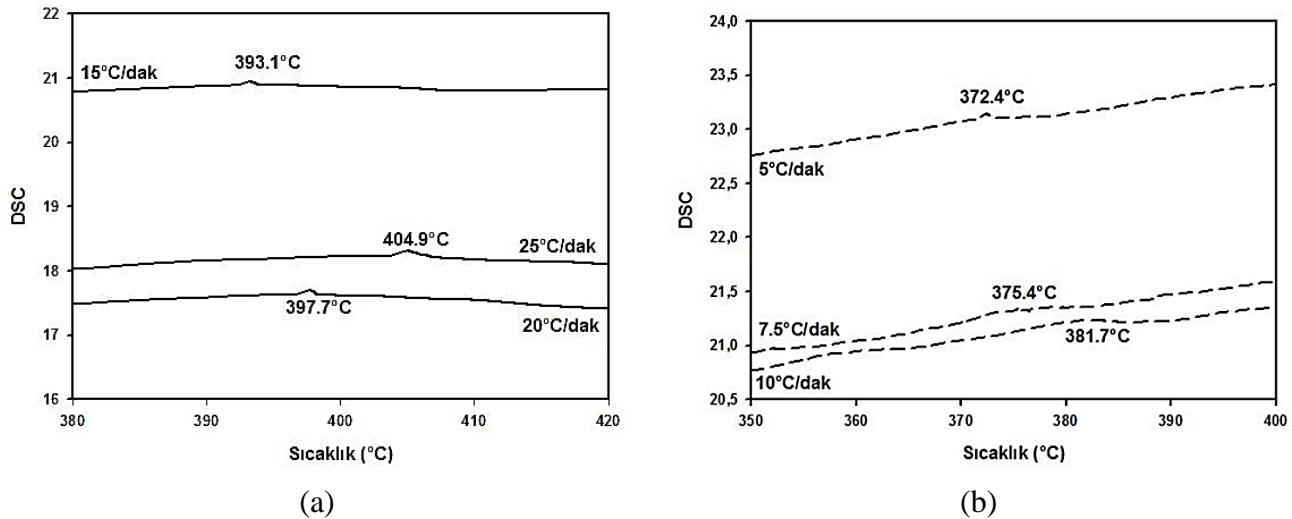
Çizelge 1. Kinetik model ve denklemleri

Kinetik Model	Kinetik Denklemler
Kissenger	$\ln\left(\frac{\beta}{T_p^2}\right) = k_1 - \frac{E_a}{RT_p}$
Boswell	$\ln\left(\frac{\beta}{T_p}\right) = k_2 - \frac{E_a}{RT_p}$
Ozawa	$\ln(\beta) = k_3 - 1,051 \cdot \frac{E_a}{RT_p}$
Starink	$\ln\left(\frac{\beta}{T_p^{1,92}}\right) = -k_4 - 1,0008 \cdot \frac{E_a}{RT_p}$

Bu denklemlerde; T_p pik sıcaklığı (K), β ısıtma hızı (K/dak), E_a aktivasyon enerjisi (kJ/mol), R gaz sabiti (8,314 jul/mol.K), ve k_1, k_2, k_3, k_4 sabitlerdir.

3. DENEYSEL BULGULAR

AA3105 ve AA5005 alüminyum alaşım levhalarının farklı ısıtma hızlarında alınan DSC analizleri Şekil 1(a ve b)'de verilmiştir. Çok küçük ekzotermik pikler olarak tespit edilen yeniden kristallenme sıcaklıkları AA5005 için 15 – 20 – 25 °C ısıtma hızlarında sırasıyla 393,1°C, 397,7°C ve 404,9°C olarak, AA3105 için de 5 – 7,5 – 10 °C/dak ısıtma hızlarında sırasıyla 372,4°C, 375,4°C ve 381,7°C olarak tespit edilmiştir.

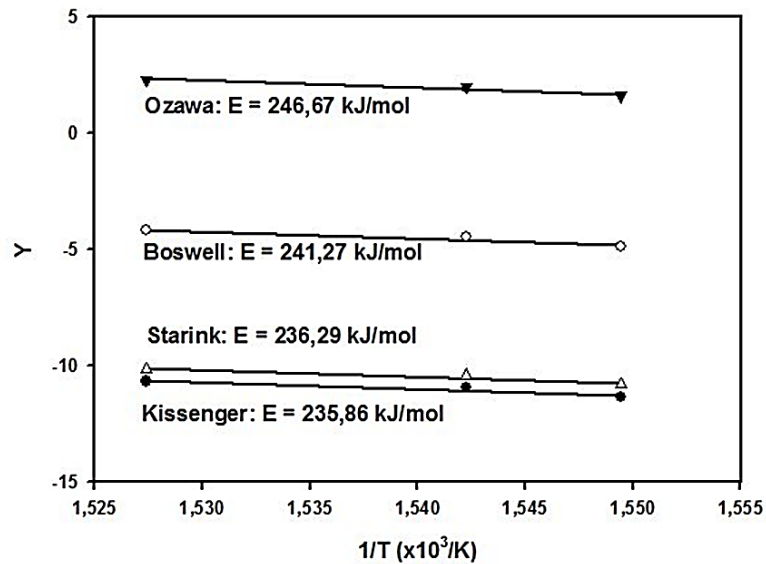
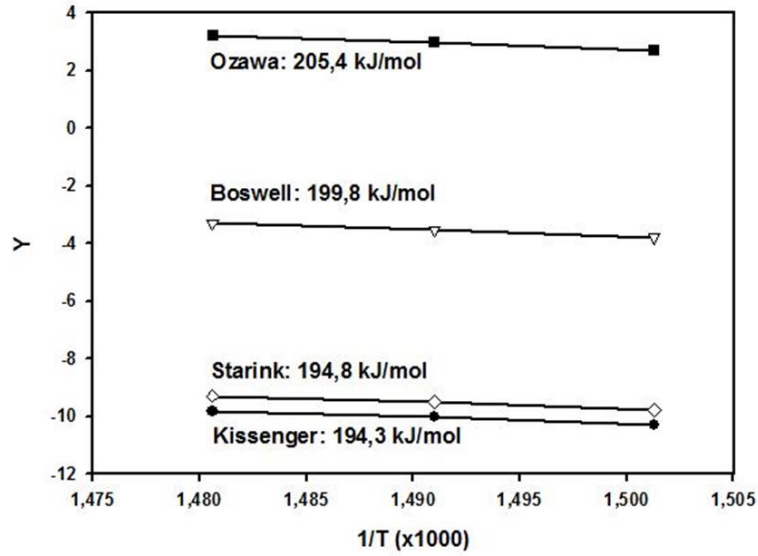


Şekil 1. Soğuk haddelenmiş (a) AA5005 ve (b) AA3105 alüminyum alaşımının DSC analizi

Pik sıcaklıklarına bağlı olarak dört farklı kinetik modele ait veriler Çizelge 2'de gösterilmiştir. Çizelge 2'deki veriler kullanılarak kinetik analiz yapmak için Şekil 3(a ve b)'de her iki alaşım için $Y - 1/T$ grafikleri verilmiştir. Bu grafiklerin eğimi ($-E/R$) değerine sahiptir ve buradan aktivasyon enerjisi hesaplanabilir.

Çizelge 2. AA5005 ve AA3105 levhası için kinetik veriler

Alaşım	B (°C/dak)	T (K)	1/T (x10 ³)	Kissenger	Boswell	Ozawa	Starink
				ln (β/T ²)	ln (β/T)	ln (β)	ln (β/T ^{1.92})
AA5005	15	666,1	1,5013	-10,2948	-3,7934	2,7081	-9,7747
	20	670,7	1,4910	-10,0209	-3,5126	2,9957	-9,5002
	25	677,9	1,4751	-9,8191	-3,3001	3,2189	-9,2976
AA3105	5	645,4	1,5494	-11,3303	-4,8604	1,6094	-10,8127
	7,5	648,4	1,5423	-10,9341	-4,4596	2,0149	-10,4162
	10	654,7	1,5274	-10,6658	-4,1816	2,3026	-10,1470



Şekil 3. (a) AA5005 ve (b) AA3105 alaşımları için Y – 1000/T grafikleri (Y = Kissenger için ln(β/T²); Boswell için ln(β/T); Ozawa için ln(β); Starink için ln(β/T^{1.92}))

Çizelge 3. AA5005 ve AA3105 levhaları için farklı modellere göre yeniden kristallenme aktivasyon enerji değerleri

Alaşım	Aktivasyon Enerjisi (kJ/mol)			
	Kissenger	Boswell	Ozawa	Starink
AA5005	194,3	199,8	205,4	194,8
AA3105	235,86	241,27	246,67	236,29

Çizelge 3’de verilen sonuçlara göre, %74,7 ($\epsilon = 0.747$) soğuk deforme olmuş AA5005 levhasında yeniden kristallenme aktivasyon enerjisinin Kissenger modeline göre 194,3 kJ/mol, Boswell modeline göre 199,8 kJ/mol, Ozawa modeline göre 205,4 kJ/mol ve Starink modeline göre 194,8 kJ/mol olarak tespit edilmiştir. Elde edilen bu değerlere göre AA5005 alüminyum alaşımı levhası için yeniden kristallenme aktivasyon enerjisinin 194 - 206 kJ/mol aralığında olduğu söylenebilir. Toplamda %167,8 ($\epsilon_T = 1,678$) soğuk deforme edilmiş AA3105 levhasında ise yeniden kristallenme aktivasyon enerjisinin Kissenger modeline göre 235,86 kJ/mol, Boswell modeline göre 241,27 kJ/mol, Ozawa modeline göre 246,67 kJ/mol ve Starink modeline göre 236,29 kJ/mol olarak bulunmuştur. Bu değerler göz önüne alındığında AA3105 alüminyum alaşımı için yeniden kristallenme aktivasyon enerjisinin 235 – 247 kJ/mol aralığında olduğu ifade edilebilir.

Alüminyum alaşımlarının yeniden kristallenme davranışının incelendiği birçok araştırma bulunmaktadır. Bu çalışmalar genelde haddelenme sonrası tekstür incelemesi üzerine ve çözünen atomların etkisi üzerinedir. Bir çalışmada %0.05 Si ilave edilmiş alüminyumda yeniden kristallenme aktivasyon enerjisinin 125 – 154 kJ/mol olduğu belirtilmiştir. Bir başka çalışmada alüminyum alaşımlarına %0.001 Fe ve %0.001 Mg ilaveleri olduğunda DSC ile yapılan kinetik analizde yeniden kristallenme aktivasyon enerjisinin 189 - 195 kJ/mol aralığında olduğu rapor edilmiştir. Diğer bir çalışmada da soğuk haddelenmiş AA5182 alüminyum alaşımında da yeniden kristallenme aktivasyon enerjisinin 255 – 388 kJ/mol aralığında olduğu belirtilmiştir. Genel olarak çalışmalarda alüminyum alaşımlarında bulunan alaşımlama elementlerinin yeniden kristallenme davranışını etkilediği ortaya konulmuştur (Liu ve ark., 2003; Zhou ve ark., 2003; Wada ve ark., 2016; Yashin ve ark., 2019).

4. SONUÇ

%74,7 deformasyon oranında soğuk haddelenmiş AA5005 alüminyum alaşım sacının diferansiyel tarama kalorimetrisi (DSC) ile yapılan yeniden kristallenme izotermal olmayan kinetik incelemesinde aktivasyon enerjisinin 194 – 206 kJ/mol aralığında, %167,8 soğuk deforme edilmiş AA3105 alüminyum alaşım levhası için de bu değerlerin 235 – 247 kJ/mol aralığında olduğu tespit edilmiştir.

KAYNAKÇA

Alaneme ve Okotete, (2018). Recrystallization mechanisms and microstructure development in emerging metallic materials: A review. Journal of Science Advanced Materials and Devices, 4(1), 19–33.

Ataşen, U. (2015). Soğuk haddelenmiş 3003, 3105, 3005 alüminyum alaşımlarında alaşım elementi olarak magnezyumun etkisi. Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi

Baykal, H. (1999). Alüminyum alaşımlarının soğuk haddelenmesinde yük hesabı metodlarının karşılaştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi

- Boswell, P.G. (1980). On the calculation of activation energies using a modified Kissenger method. *Journal of Thermal Analysis*. 18(2), 353-358.
- Bhaduri, A. (2018). *Mechanical Properties and Working of Metals and Alloys*. Springer Series in Materials Science, 413-719.
- Davis, JR., (2001). *Aluminium and aluminium alloys*, ASM International, p.351-416.
- Doğan, E. (2006). 1050 ve 8007 alüminyum alaşımlarının deformasyon ve yeniden kristalleşme davranışı. Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi
- Eşit, F. (2006). Soğuk ve sıcak haddelenmiş alüminyum 6016 alaşımlarının kaynak davranışları ve kalıntı gerilme analizi. Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi
- Humphreys, J., Rohrer, GS., Rollett, A. (2017). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier
- Kavaklıoğlu, Z.B. (2013). Alüminyum alaşımlarında yeniden kristalleşme. 6.Aluminium Symposium, İstanbul.
- Kissenger, H.E. (1957). Reaction kinetics in differential thermal analysis, *Analytical Chemistry*, 29(11), 1702-1706.
- Liu, WC., Zhai, T., Man, CS., Morris, JG. (2003). Quantification of recrystallization texture evolution in cold rolled AA 5182 aluminum alloy. *Scripta Materialia*, 49:539-545
- Ozawa, T. (1992). Estimation of activation energy by isoconversion methods, *Thermochimica Acta*. 203, 159-165.
- Smallman R.E., Bishop, R. J. (1999). *Modern physical metallurgy and materials engineering*. Elsevier.
- Starink, M. (2004). Analysis of aluminium based alloys by calorimetry: quantitative analysis of reactions and reaction kinetics, *International Materials Reviews*. 49(3-4), 191-226.
- Wada, K., Takeshima, K., Uesugi, T., Takigawa, Y., Higashi, K. (2016). Effects of solute Fe, Zn and Mg on recrystallization in aluminum, *Materials Transactions*, 57(3):329-334
- Yashin, V., Aryshenskii, E., Hirsch, J., Konovalov, S., Latushkin, I. (2019). Study of recrystallization kinetics in AA5182 aluminium alloy after deformation of the as-cast structure. *Materials Research Express*, 6(6):066552.
- Zhou, F., Liao, XZ., Zhu, YT., Dallek, S., Lavernia, EJ. (2003). Microstructural evolution during recovery and recrystallization of a nanocrystalline Al-Mg alloy prepared by cryogenic ball milling. *Acta Materialia*, 51:2777-2791.