

E1 Al-Mg-Sb Ötektik Alaşımının Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri Üzerine Isıl İşlemin Etkisi

The Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of E1 Al-Mg-Sb Eutectic Alloy

Fatma Meydaneri Tezel^{1*}  & Hüseyin Meydaneri² 

¹Prof. Dr., Karabük Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Karabük, Türkiye

²Okul Müdürü, Mevlüt Hiçyılmaz Özel Eğitim Uygulama Merkezi 1. Kademe Okulu, Kırıkkale, Türkiye

* Corresponding author: fatmameydaneri@karabuk.edu.tr

Geliş Tarihi / Received: 14.02.2023
Kabul Tarihi / Accepted: 24.03.2023

Araştırma Makalesi/Research Article
DOI: 10.5281/zenodo.7771586

ÖZET

Bu çalışmada, (Sb - %9,3 ağırlık Mg + %0,5 ağırlık Al) bileşimli üçlü ötektik Al-Mg-Sb alaşımı indüksiyon ocak sistemi ile, önceden 500 °C' ye ısıtılan kokil kalıba döküm yöntemiyle üretilmiştir. Alaşımın homojen ergimesi için döküm sıcaklığı 750 °C olarak seçilmiştir. Döküm sonrasında numunelerin bir kısmına 350 °C' de 2 saat tavlama yapılmış ve fırın içerisinde soğumaya bırakılmıştır. Isıl işlemler ve ısıl işlemlenmiş numunelerin metalografik işlemlerinin ardından XRD ile yapısal parametreleri, FESEM ile yüzey morfolojileri, EDX haritalama ve grafik ile bileşim analizleri elde edilmiştir. Oda sıcaklığında uygulanan basma testleri ve Vickers mikrosertlikleri ile mekanik özellikleri elde edilmiştir. Bu sonuçlara göre, Al-Mg-Sb üçlü ötektik alaşımın yapısı Sb-rhombo, AlSb ve α -Mg₃Sb₂ katı fazlarından oluşmaktadır. Sb-rhombo katı fazı ısıl işlemin etkisi ile tane sınırında yer alan void denilen küçük boşlukları kapatacak şekilde difüze olmuş ve etkili bir şekilde mukavemet artışına sebep olmuştur. Bunun yanı sıra, AlSb ve α -Mg₃Sb₂ fazlarının yapı içerisinde daha belirgin hale gelmesi, kırık yüzeylerin analizi, basma testi ve mikrosertlik değerlerinin sonuçları da bunu doğrulamaktadır.

Anahtar Kelimeler: Al-Mg-Sb, Ötektik Alaşım, Isıl İşlem, Mekanik Özellikler, Mikroyapı

ABSTRACT

In this study, the ternary eutectic Al-Mg-Sb alloy (Sb -9.3% wt. Mg +0.5% wt. Al) with composition is produced using induction furnace system, by casting method into kokil mold which is pre-heated to 500 °C. The casting temperature was set as 750 °C for homogeneous melting of the alloy. After casting, some of the samples were annealed at 350 °C for 2 hours and chilled off to cool in the furnace. After metallographic processing of heat treated and un-heat-treated samples, their structural parameters were obtained by XRD, surface morphologies by FESEM, composition analysis by EDX mapping and graphic. Sample's mechanical properties were obtained by compression tests applied at room temperature and Vickers microhardness tests. According to these results, the structure of the Al-Mg-Sb ternary eutectic alloy forms of solid phases Sb-rhombo, AlSb and α -Mg₃Sb₂. Sb-rhombo solid phase diffused to penetrate the small voids located at the grain boundary with the effect of heat treatment, and effectively caused an increase in strength. In addition, the fact that the AlSb and α -Mg₃Sb₂ phases have become more prominent in the structure, the analysis of broken surfaces, compression testing and the results of microhardness values also confirm this.

Keywords: Al-Mg-Sb, Eutectic Alloy, Heat Treatment, Mechanical Properties, Microstructure

1. GİRİŞ

Magnezyum, bilinen tüm mühendislik malzemelerinin en hafifidir ve alüminyumdan daha iyi süneklik, daha iyi gürültü ve titreşim sönümlenme özelliklerine ve mükemmel dökülebilirliğe sahiptir. Magnezyumun alüminyum, manganez, nadir topraklar vb. ile alaşımlanması, mukavemet / ağırlık oranını artırarak onları ağırlık azaltmanın önemli olduğu uygulamalar ve malzemeler için önemli kılar. Bu özellikleri nedeniyle, otomobil imalat şirketleri, magnezyum ve alaşımları üzerine araştırma ve geliştirmeden en iyi şekilde yararlanarak, daha hafif, daha çevre dostu, daha güvenli ve daha ucuz otomobiller üretmek için magnezyum ve alaşımları hedeflerine ulaşma için alternatif sağlamaktadır.

Malzemelerin ve yapıların özgül mukavemeti ve özgül sertliği ağırlık tasarrufu sağlayan bileşenlerin tasarımı için önemlidir. Ağırlık tasarrufu, enerji tüketimi ve güç sınırlamalarının büyük bir endişe kaynağı olduğu otomotiv gövdeleri, bileşenleri ve diğer ürünler için özellikle önemlidir. Mg, Al ve Fe' nin özgül sertliği arasında çok az fark vardır, ancak magnezyum alaşımlarının özgül mukavemeti Al ve Fe' den önemli ölçüde daha yüksektir, ancak diğer yandan magnezyum alaşımları sınırlamalarından da muzdariptir (Tkachenko vd., 2006). Bununla birlikte, 393 K' i aşan sıcaklıklarda düşük sürünme direncinden muzdariptir, bu nedenle otomobil motorlarındaki bileşenlerin çoğu için uygun değildir (Bettles vd, 1996). Otomotiv veya havacılık uygulamalarında kullanılan bileşenler için en önemli unsur, sürünme türüne bağlı olarak yüksek sıcaklıkta sürünmedir. Spesifik magnezyum ve alaşımları için, tane sınırı kaymasının sürünme gerilmesine büyük katkı sağladığı bulunmuştur (Emley, 1966; Raynor, 1959; Robers, 1960). Magnezyum, baskın kayma sisteminin olduğu düşük sıcaklıklarda sürünüyor gibi görünse de, taneler içinde bazal ve yüksek sıcaklıkta difüzyon bağımlı mekanizmalar baskın hale gelir (Baril vd., 2003). Mg-Al bazlı alaşımlar, magnezyum bazlı alaşımlar arasında önemli bir gruptur. Bu alaşımların mukavemeti, magnezyum matrisinde katı bir Al çözeltilisi oluşturularak iyileştirilir. Mg-Sb gibi alaşımlar, havacılık ve otomotiv endüstrisi gibi farklı uygulamalar için yaygın olarak kullanılmaktadır (Keyvani, 2010; Mordike, 2001). Mg₃Sb₂ ilk olarak Bredt ve Kendall tarafından potansiyel bir termoelektrik malzeme olarak kabul edilmiştir (Bredt and Kendall, 1966). Mg-Sb alaşımları, benzer yapısal özelliklere rağmen, Pb-Te alaşımlarına kıyasla daha küçük kütle yoğunluğuna ve daha düşük buhar basıncına sahiptir (Zytveld and Van Verbrugge, 1993; Martinez-Ripoll vd., 1974; Bhardwaj vd., 2013). Guangyin ve arkadaşlarının çalışmaları (Guangyin vd., 2000) Sb ilavesinin, hem matris hem de tane sınırlarını etkili bir şekilde güçlendiren bazı çubuk şeklindeki Mg₃Sb₂ çökeltilerinin oluşumuna neden olduğunu belirtmiştir. Dolayısıyla bu çökeltiler termal olarak kararlıdır. Bu nedenle, Mg-Al-Sb sistemini incelemek, bu sistemdeki sürünmeye dayanıklı magnezyum alaşımlarının anlaşılması ve geliştirilmesi için önemlidir.

Mg-Al-Sb sistemindeki ikili alaşımlar Mg-Al, Al-Sb ve Mg-Sb' dir. Al-Sb sistemi, iki ötektik nokta ve bir ötektik nokta içeren basit bir faz diyagramı sergiler ve ara bileşiği AlSb' dir. Mg-Sb sistemindeki farklı fazlar ise sıvı (L), Mg-hcp, Sb-rombohedral ve ara bileşik Mg₃Sb₂' dir. Ara bileşiğin iki kristal modifikasyonu vardır. Düşük sıcaklık modifikasyonu, α -Mg₃Sb₂ stokiyometrik bileşiği ve yüksek sıcaklık modifikasyonu β -Mg₃Sb₂, Mg açısından zengin tarafa doğru dar bir bileşim aralığına sahip stokiyometrik olmayan bir bileşiktir. Bu durumda stokiyometriden sapmayı yapan kusur türleri hakkında kanıt bulunmamaktadır. İki ötektik noktası vardır, bunlardan biri Mg' ce zengin tarafta oluşan Mg-hcp+ α -Mg₃Sb₂ katılarından, diğeri ise Sb' ce zengin tarafta Sb-rhombo+ α -Mg₃Sb₂ katılarından oluşmaktadır. Mg-Al sistemi, Mg-hcp ve Al-fcc olmak üzere iki terminal katı çözeltiye sahiptir. Bu sistemde ayrıca 4 adet değişmez reaksiyon vardır ve 4' ü de ötektik noktadır. Guertler ve Bergman (1. Guertler and Bergmann, 1933) ve Loofs-Rassow (Loofs-Rassow vd., 1931) Al-Sb-Mg sisteminde mikroskobik ve termal incelemeler yapmıştır. Guerler ve Bergman (2. Guertler and Bergmann, 1933) yarı ikili Al-Mg₃Sb₂ üzerinde termal analiz yapmışlardır. Mg-Al-Sb sistemi için, ne üçlü bileşik ne de literatürde termodinamik veriler rapor edilmiştir. Altın ve arkadaşları (Altın vd., 2015) ise 5Mg+2Al+6Sb başlangıç bileşeni ile arc melting yöntemini kullanarak 1,382 Mg₃Sb₂ + 1,54AlSb + 1,696Sb fazlarından oluşan yapının mikroyapısal ve mekanik özelliklerini araştırmışlardır. Balakumar ve Medraj (Balakumar ve Medraj, 2005) ise Al-Mg-Sb alaşımı için Redlich-Kister polynomial model ile tanımladıkları üçlü



(a) (b) (c) (d) (e)

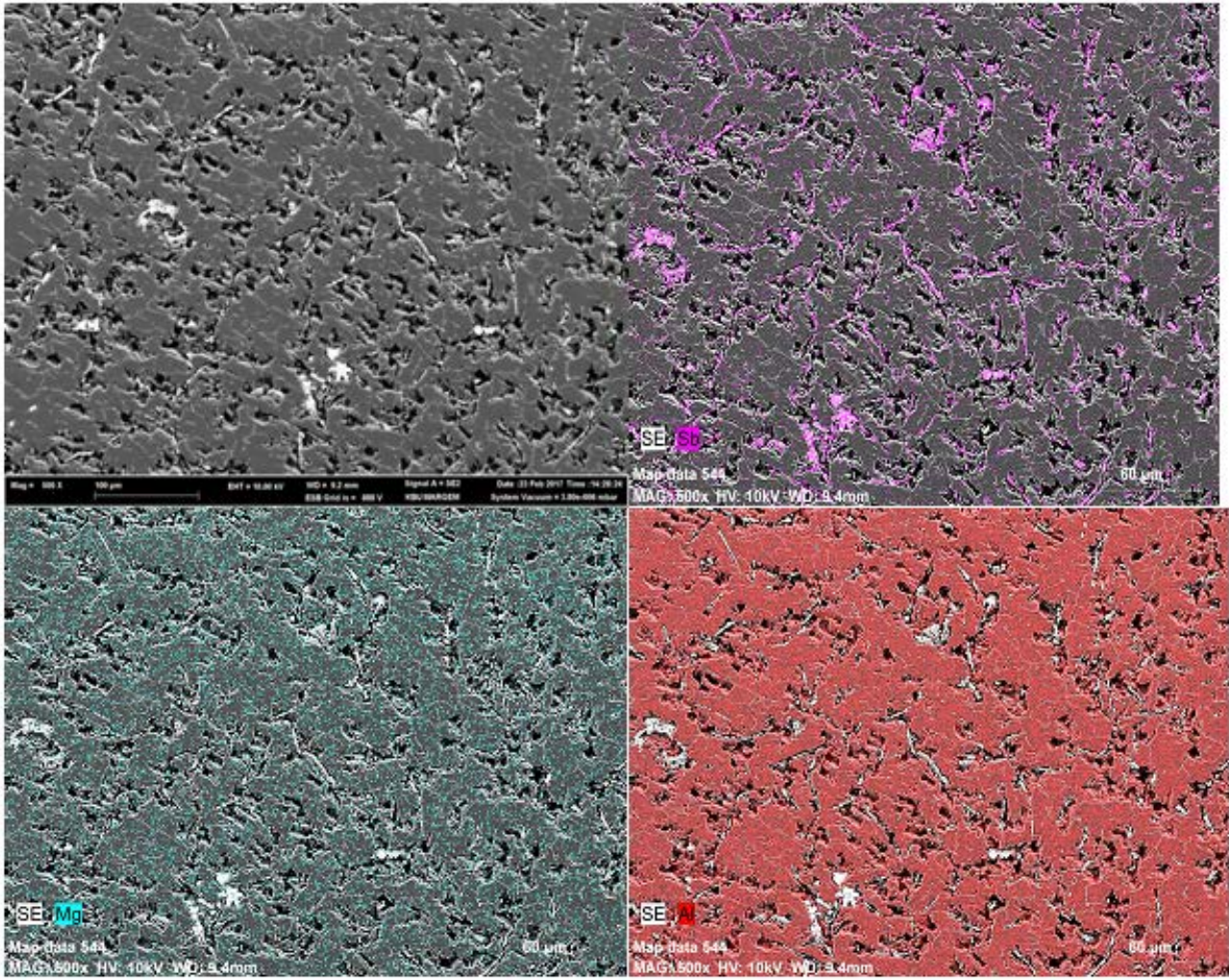
Şekil 2. Isıl işlem ve metalografik aşamalar: a) Kesme, b) Isıl işlem, c) Bakalite alma, d) Zımpara ve parlatma, e) Parlatma süspansiyonları

Ardından numunelerin karakterizasyonuna başlanmıştır. Mikroyapı görüntüleri FESEM (Carl Zeiss Ultra Plus Gemini FESEM /KBU-MARGEM) ile, bileşim analizleri ise haritalama (mapping) ve grafik cinsinden elde edilmiştir. Yapısal özellikler ise XRD (Rigaku Ultima IV model) kırınım desenlerinin analizi ile elde edilmiştir. Numunelerin sertlik ölçümü Vickers sertlik ölçüm cihazı (Qness Q10 A+ model) ile elde edilerek, oda sıcaklığında basma testi (TS 206 standardına göre, Zwick/Roell Z600 Universal model cihaz ile) uygulanmıştır. Basma testi sonucunda elde edilen ısıl işlemlili ve ısıl işlemsiz numunelere ait kırık yüzeylerin FESEM görüntüleri incelenerek ısıl işlemin etkisi detaylı bir şekilde ortaya konulmuştur.

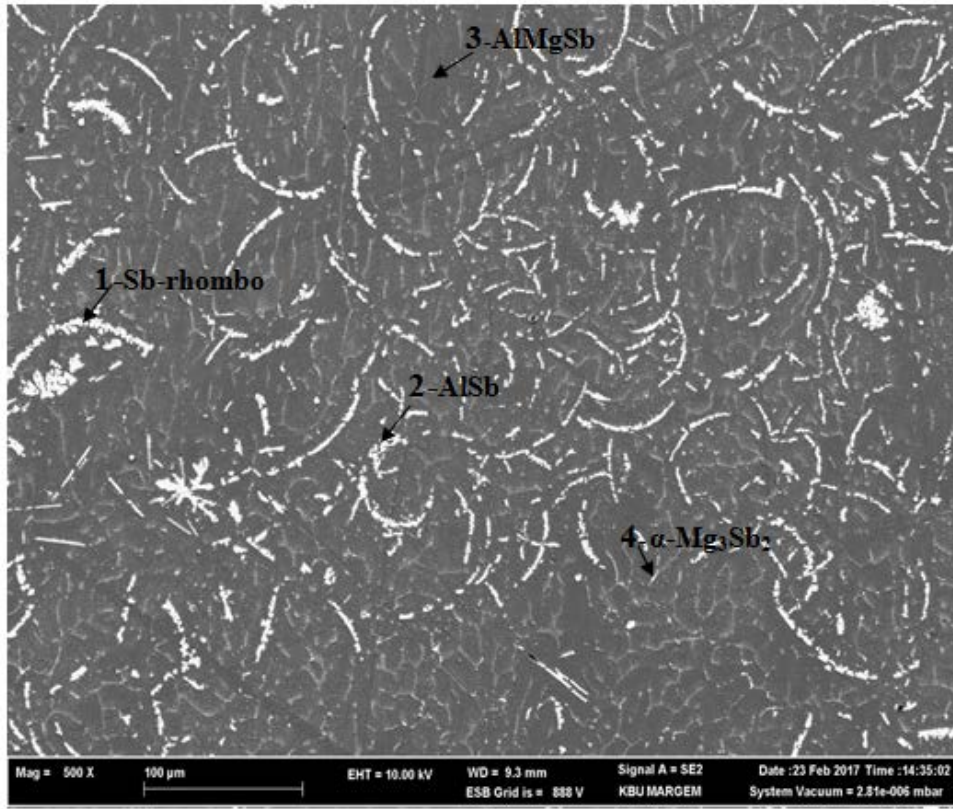
3. BULGU ve TARTIŞMALAR

3.1. Yüzey Morfolojisi, Bileşim Analizi ve Yapısal Özellikler

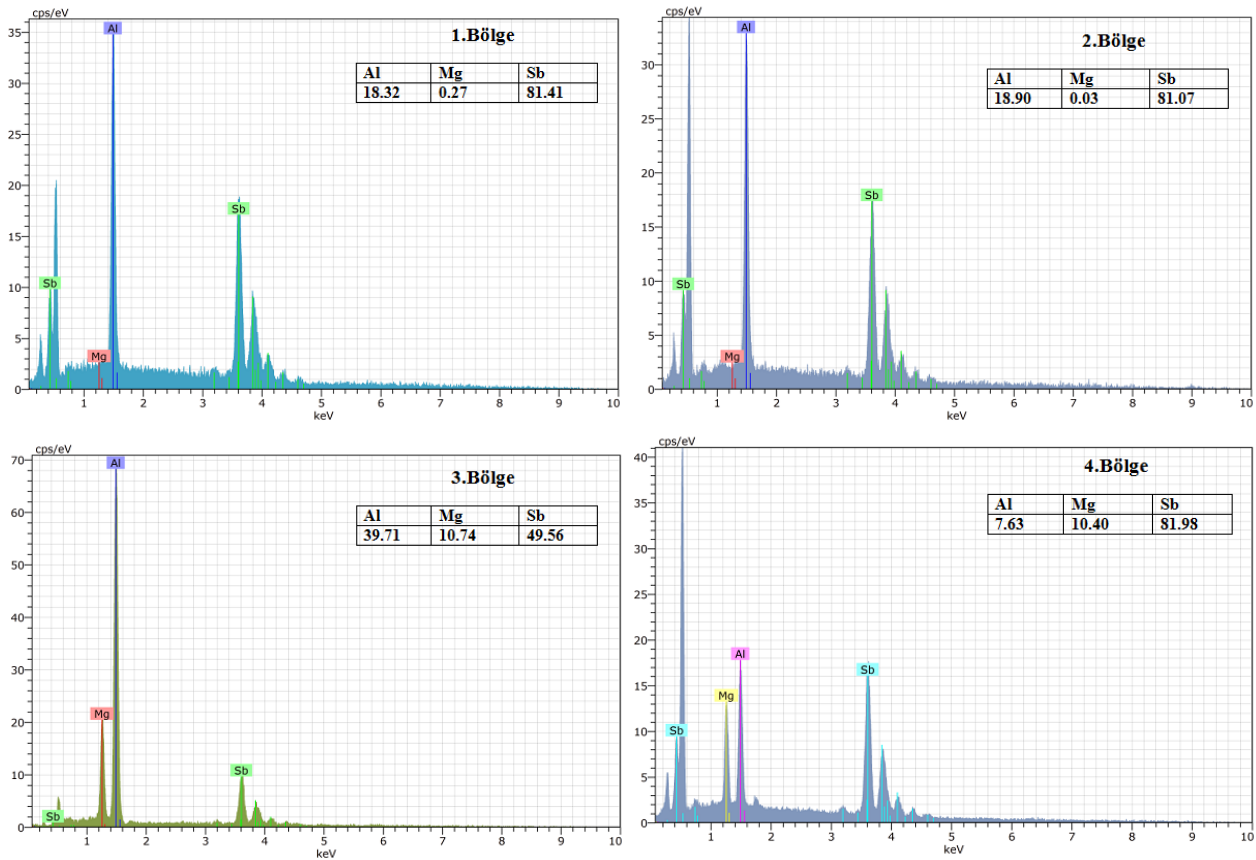
Ötektik Al-Mg-Sb (%90,2 ağırlık. Sb-%9,3 ağırlık. Mg+%0,5 ağırlık. Al) alaşımı için ısıl işlemsiz numuneye ait FESEM görüntüsü ve bileşim analizi Şekil 3’de, ısıl işlemlili numuneye ait FESEM görüntüsü ve bileşim haritalaması ise Şekil 4’de verilmiştir. Isıl işlemsiz numunenin FESEM görüntüleri ve EDX haritalaması incelendiğinde beyaz renkli fazın Sb-rhombo fazı, çevresini saran çok açık gri renkte voidlerin içerisine yerleşen faz ise AlSb fazıdır. Sb-rhombo fazı sadece tane sınırlarında değil, matriks fazın içerisine de dağılmıştır. Koyu gri matriks faz Al-Mg-Sb’dir. Siyah boşlukların içerisine doğru ise α -Mg₃Sb₂ fazı oluşmuştur. Isıl işlem sonrasında, numunedeki void denilen küçük çukurlar Sb-rhombo fazının tane sınırlarına difüze olması ile kapanmış ve beyaz renkte yarım çember yayı gibi şekillenmiştir. Bu beyaz fazın olduğu bölgede hem α -Mg₃Sb₂ fazı hem de AlSb fazının baskın olduğu EDX analizlerinden ve XRD kırınım desenlerinden açık bir şekilde görülmektedir. Isıl işlemlili ve ısıl işlemsiz numunelere ait XRD kırınım desenleri Şekil 5’de verilmiştir. XRD kırınım piklerine ait kristal yapı parametreleri ise Tablo 1’de verilmiştir. Buna göre ısıl işlem sonucunda AlSb fazının şiddetinde çok fazla bir artış gözlenmemiştir, bunun nedeni ise Sb’ nin içerisinde Al’ nin ortak çözünürlüğünün olduğuna dair hiçbir kanıt yoktur (Balakumar ve Medraj, 2005). Ancak ısıl işlem sonunda, yüksek enerji bölgesi olarak tanımlanan tane sınırındaki Sb-rhombo’ nun difüzyonu sonucunda hem siyah küçük boşluklar kapanmıştır hem de α -Mg₃Sb₂ fazının gelişmesine neden olmuştur.



Şekil 3. Isıl işlemsiz Al-Mg-Sb ötektik alaşıma ait FESEM görüntüsü ve elementel bileşimlerin haritalaması.

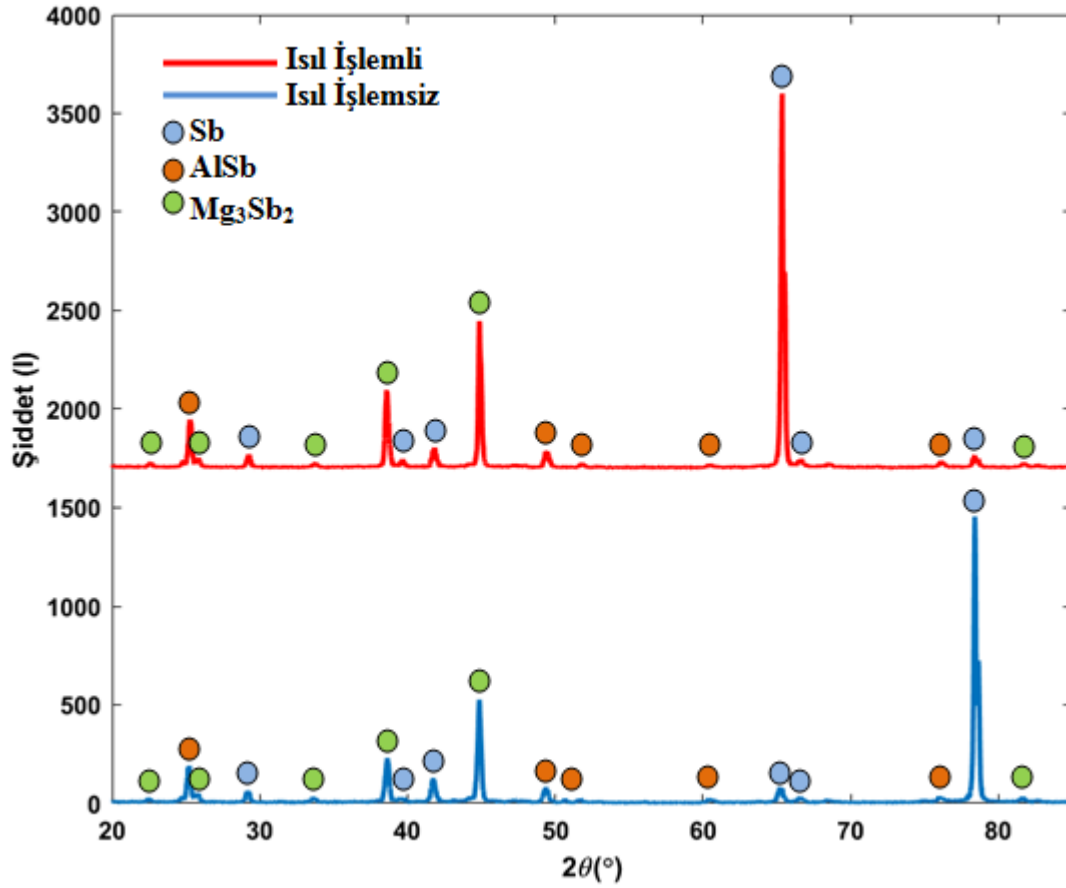


(a)



(b)

Şekil 4. Isıl işlemlili Al-Mg-Sb ötektik alaşıma ait a) FESEM görüntüsü ve b) Bölgesel EDX bileşim analizleri.



Şekil 5. Isıl işlemlili ve ısıl işlemsiz Al-Mg-Sb ötektik alaşımlarına ait XRD kırınım desenleri.

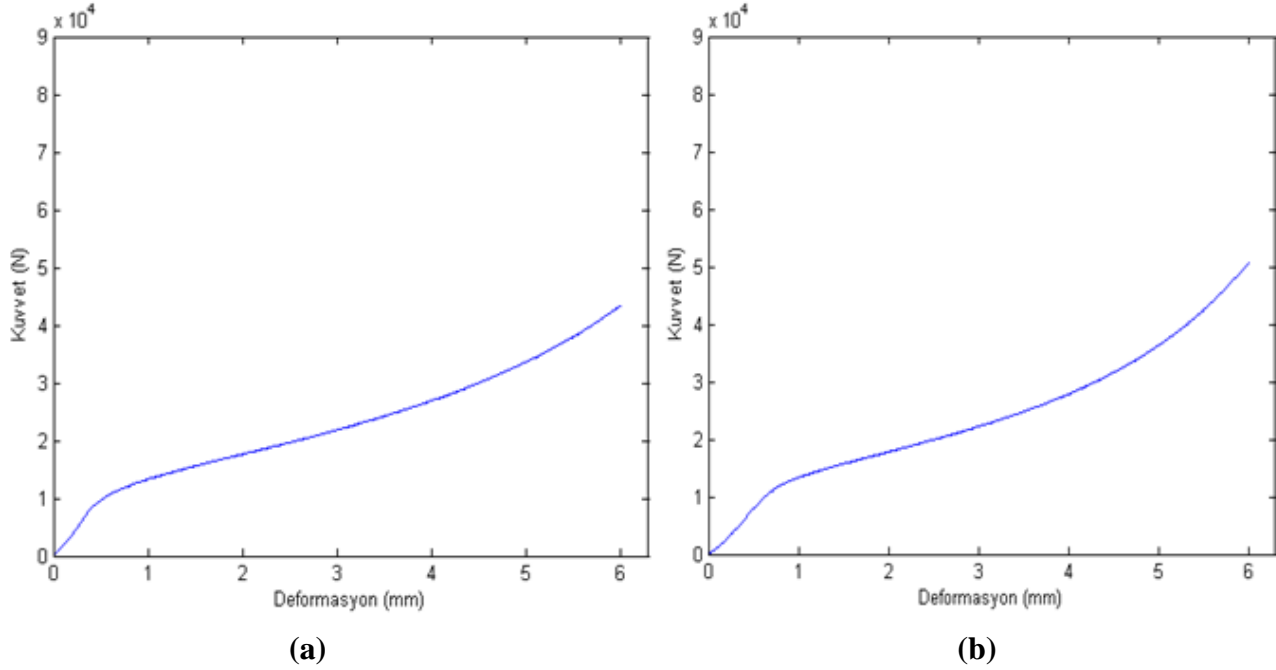
Tablo 1. Al-Mg-Sb ötektik alaşımını oluşturan fazlara ait kristal yapı parametreleri.

| Kristal Yapılar | Kırınım açısı 2θ (°) | Miller İndisleri (h k l) | Düzlemler arası Mesafe, d (Å) |
|---|-----------------------------|--------------------------|-------------------------------|
| Sb-rhombo (PDF Card No: 00-005- 0587) | 29,36 | (0 1 2) | 3,040 |
| | 40,80 | (1 0 4) | 2,210 |
| | 42,61 | (1 1 0) | 2,120 |
| | 66,76 | (1 1 6) | 1,400 |
| | 68,09 | (1 2 2) | 1,376 |
| | 79,60 | (1 2 5) | 1,203 |
| AlSb (PDF Card No.: 01- 073-2247) | 25,16 | (1 1 1) | 3,537 |
| | 49,29 | (3 1 1) | 1,847 |
| | 51,64 | (2 2 2) | 1,768 |
| | 60,39 | (4 0 0) | 1,531 |
| | 76,05 | (4 2 2) | 1,250 |
| Mg ₃ Sb ₂ (PDF Card No.: 01-071- 0404) | 22,46 | (1 0 0) | 3,956 |
| | 25,65 | (0 0 1) | 3,470 |
| | 33,56 | (0 1 2) | 2,668 |
| | 39,42 | (1 1 0) | 2,284 |
| | 47,02 | (1 1 2) | 1,931 |
| | 82,59 | (0 2 5) | 1,167 |

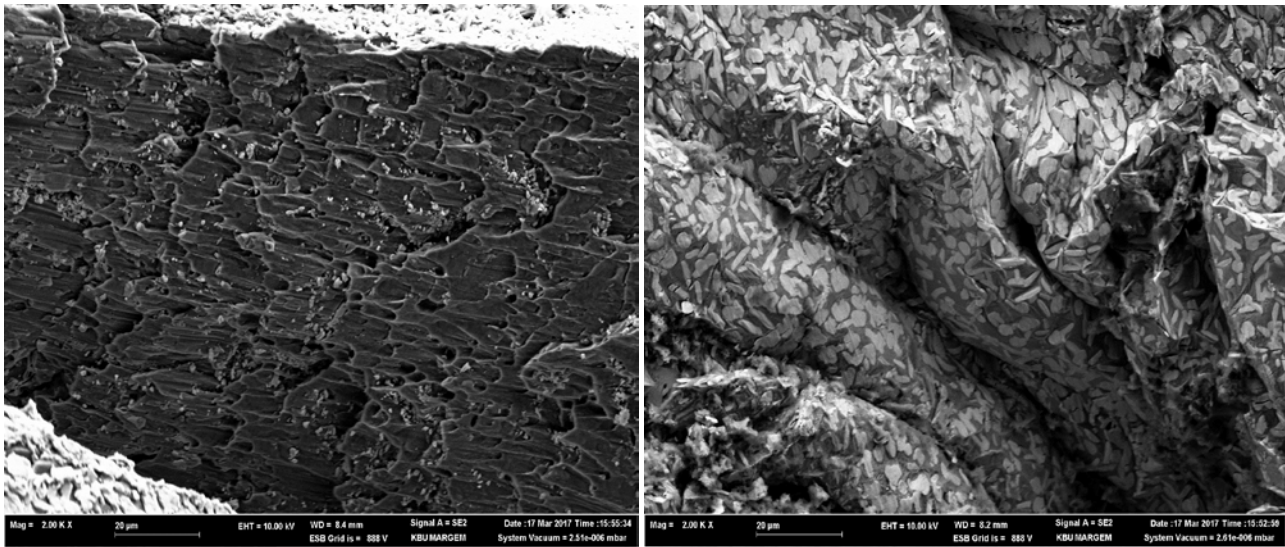
3.2. E1 Al-Mg-Sb Ötektik Alaşıma ait Mekanik Özellikler

Isıl işlemlili ve ısıl işlemsiz Al-Mg-Sb ötektik alaşımlarına ait ayrı ayrı 5 farklı noktadan 15 saniye süreyle 0,5 kilogram yük uygulanarak $H_{V0,5}$ ortalama Vickers mikrosertlik değeri belirlenmiştir. Buna göre ısıl işlemlili ve ısıl işlemsiz Al-Mg-Sb ötektik alaşımlarına ait Vickers mikrosertlik değeri sırası ile 40,5 $H_{V0,5}$ ve 77,5 $H_{V0,5}$ olarak bulunmuştur.

Isıl işlemlili ve ısıl işlemsiz Al-Mg-Sb ötektik alaşımlarına ait basma testi grafiği Şekil 6' da, kırık yüzeylerin FESEM görüntüleri ise Şekil 7' de verilmiştir. Buna göre, ısıl işlemlili ve ısıl işlemsiz Al-Mg-Sb ötektik alaşımlarına ait maksimum basma mukavemeti değeri sırası ile 406 MPa ve 481 MPa, tokluk değeri ise sırası ile 135 J ve 141 J olarak elde edilmiştir.



Şekil 6. a) Isıl işlemsiz, b) Isıl işlemlili Al-Mg-Sb ötektik alaşımlarına ait basma testi grafikleri.



Şekil 7. a) Isıl işlemsiz, b) Isıl işlemlili Al-Mg-Sb ötektik alaşımlarına ait kırık yüzey FESEM görüntüleri.

Al-Mg-Sb ötektik alaşımına ait hem Vickers mikrosertlik değerleri hem de basma testi sonuçları birlikte değerlendirildiğinde, ısıl işlem sonucunda yapıdaki tane sınırlarının ara bileşik AlSb ve intermetalik bileşik Mg_3Sb_2 ile güçlendiği için mukavemet ve sertlikte artış görülmektedir. Kırık yüzeyler analiz edildiğinde ise, ısıl işlemsiz numune için basma grafiğinden de görüleceği büyük miktarda plastik deformasyon oluşarak sünek bir kopma veya kırılma olduğu görülmektedir. Bunun sonucunda kırık yüzeyde mat, kaba ve pürüzlü, girintili çıkıntılı bir yüzey olduğu görülmektedir. Isıl işlemlili numunede ise, kıvrımlı Hinge bölgelerinin oluşmasından dolayı fleksürel kayma gerçekleşerek parlak bir kırılma yüzeyi görülmektedir. Literatürde E1 Al-Mg-Sb ötektik alaşımı ile aynı bileşimde mekanik özellikler araştırılmadığı için bu çalışmada elde edilen mevcut değerler mukayese edilememiştir.

4. SONUÇ ve ÖNERİLER

Sonuç olarak, E1 Al-Mg-Sb sıvı ötektik alaşımının kokil kalıba dökümü ve katılaşması sonucunda üçlü faz diyagramına uygun olarak AlSb, Mg_3Sb_2 ve Sb olmak üzere üç fazı içeren bir mikroyapıya sahip alaşım elde edilmiştir. Uygulanan ısıl işlem sonucunda tane sınırındaki küçük boşluklar difüze atomların penetrasyonu ile doldurulmuştur. Ancak incelenen XRD sonuçlarına göre ara metal AlSb' den ziyade Mg_3Sb_2 intermetalik fazının mevcudiyeti daha baskın olup, hem mukavemet hem de sertlik artışını sağlamıştır. Bu durum malzemenin sünek yapısını biraz daha gevrekletirmiştir ki, kırık yüzeylerin görüntüsü de bunu kanıtlamaktadır.

KAYNAKLAR

- Altın, E., Öz, E., Erdem, M., Demirel, S., Aydoğdu, Y., Altın, S. (2015). Thermoelectric and mechanical properties of Mg–Al–Sb alloys, *J Mater Sci: Mater Electron*, 26, 1023–1032.
- Balakumar, T., & Medraj, M. (2005). Thermodynamic modeling of the Mg–Al–Sb system. *Calphad*, 29(1), 24-36.
- Baril, E., Labelle, P., & Pekgülyüz, M. (2003). Elevated temperature Mg–Al–Sr: creep resistance, mechanical properties, and microstructure. *Jom*, 55, 34-39.
- Bettles, C. J., Humble, P., & Nie, J. F. (1996). The effect of trace additions on the ageing behavior of AZ91E, *Proceedings of the 3rd International Magnesium Conference*, pp. 403–417.
- Bhardwaj, A., Rajput, A., Shukla, A. K., Pulikkotil, J. J., Srivastava, A. K., Dhar, A., Gupta, G., Auluck, S., Misra, D.K. & Budhani, R. C. (2013). Mg_3Sb_2 -based Zintl compound: a non-toxic, inexpensive and abundant thermoelectric material for power generation. *RSC advances*, 3(22), 8504-8516.
- Emley EF (1966). *Principles of Magnesium Technology*. Pergamon Press, Oxford, p.879.
- Guangyin, Y., Yangshan, S., & Wenjiang, D. (2000). Effects of Sb addition on the microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy. *Scripta Materialia*, 43(11), 1009-1013.
- Guertler, W. and Bergmann, A. (1933). Ternary System: Aluminum-Antimony-Magnesium, *Z. Metallk.* 25, pp. 81–84.
- Guertler, W. and Bergmann, A. (1933). Ternary System: Aluminum-Antimony-Magnesium, *Z. Metallk.* 25, pp. 111-116.
- J.H. Bredt, L.F. Kendall, in *IEEE/AIAA Thermoelectric Specialists Conference*, Washington, 17–19 May 1966

- Keyvani, M., Mahmudi, R., & Nayyeri, G. (2010). Effect of Bi, Sb, and Ca additions on the hot hardness and microstructure of cast Mg–5Sn alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 527(29-30), 7714-7718.
- Loofs-Rassow, E., Hauszeitschrift, V. A. W., & Erftwerk, A. G. (1931). Microscopic and Thermal Investigation of Al–Sb–Mg Alloys. *Hauszeitschr. VAW Erftwerk AG Aluminium*, 3, 20-32.
- Martinez-Ripoll, M., Haase, A., & Brauer, G. (1974). The crystal structure of α -Mg₃Sb₂. *Acta Crystallographica Section B: Structural Crystallography and Crystal Chemistry*, 30(8), 2006-2009.
- Mordike, B. L. (2001). Development of highly creep resistant magnesium alloys. *Journal of Materials Processing Technology*, 117(3), 391-394.
- Raynor, G. V. (1959). *The Physical Metallurgy of Magnesium and Its Alloys*. Pergamon Press, p. 386.
- Roberts, C. S. (1960). *Magnesium and its Alloys*. John Wiley and Sons Inc., Wiley, New York, p. 101.
- Tkachenko VG, Maksimchuk IN, Volosevich PY, Lashuk NK, Malka AN, Friezel VV (2006), Creep resistance and long-term strength of structural magnesium alloys, *High Temp Mater Proc* 25(1–2) 97–107.
- Verbrugge, D. M., & Van Zytveld, J. B. (1993). Electronic properties of liquid MgSb. *Journal of non-crystalline solids*, 156, 736-739.