T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

İKİZ MERDANELİ DÖKÜM YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN 1050A ALÜMİNYUM ALAŞIMLARINDA KİMYASAL TANE İNCELTİLMESİ

Mustafa TOKYÜREK

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Programı

Danışman

Prof. Dr. Kerem Altuğ GÜLER

Şubat, 2025

T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

İKİZ MERDANELİ DÖKÜM YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN 1050A ALÜMİNYUM ALAŞIMLARINDA KİMYASAL TANE İNCELTİLMESİ

Mustafa Tokyürek tarafından hazırlanan tez çalışması 07.02.2025 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Anabilim Dalı, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Kerem Altuğ GÜLER
Yıldız Teknik Üniversitesi
Danışman

Jüri Üyeleri

Prof. Dr. Kerem Altuğ GÜLER, Danışman

Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Dr. Öğr. Üyesi Serhat ACAR, Üye

Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Doç. Dr. Gökhan ÖZER, Üye

Fatih Sultan Mehmet Vakıf Üniversitesi _____

Danışmanın Prof. Dr. Kerem Altuğ GÜLER sorumluluğunda tarafımca hazırlanan " İkiz merdaneli döküm yöntemiyle üretilen 1050A alüminyum alaşımlarında kimyasal tane inceltilmesi" başlıklı çalışmamda veri toplama ve veri kullanımında gerekli yasal izinleri aldığımı, diğer kaynaklardan aldığım bilgileri ana metin ve referanslarda eksiksiz gösterdiğimi, araştırma verilerine ve sonuçlarına ilişkin çarpıtma ve/veya sahtecilik yapmadığımı, çalışmam süresince bilimsel araştırma ve etik ilkelerine uygun davrandığımı beyan ederim. Beyanımın aksinin ispatı halinde her türlü yasal sonucu kabul ederim.

Mustafa Tokyürek

İmza

TEŞEKKÜR

Bu çalışmaları hayata geçirirken; tüm imkân ve olanakları sağlayan ASAŞ Alüminyum'a şükranlarımı sunarım. Çalışmalarım boyunca bilgi birikimi ile rehberlik eden sayın hocam Prof. Dr. Kerem Altuğ Güler'e teşekkür ederim. Çalışmalarımızı gerçekleştirmek için kendi laboratuvar ve ekipmanlarını kullanımımıza açan sayın hocam Prof. Dr. Can Kurnaz'a ayrıca minnettarım. Sürecin en başından en sonuna kadar desteklerini her zaman hissettiğim değerli Ar-Ge yöneticimiz Onur Birbaşar'a ayrıca teşekkür ederim. Laboratuvardaki analiz çalışmalarında destek veren Samet Sevinç ve Ahmet Bicat'a, tüm yüksek lisans süresi boyunca beni destekleyen yöneticim Eren Toraman ve müdürüm Pınar Işık Poşluk'a teşekkürlerimi sunarım. Bu süreçte varlıklarından güç aldığım ailem ve arkadaşlarıma sonsuz teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

SİMGE LİSTESİ vi
KISALTMA LİSTESİ vii
ŞEKİL LİSTESİ viii
TABLO LİSTESİ xii
ÖZET xiii
ABSTRACT xv
1. GİRİŞ 1
1.1 Literatür Özeti 1
1.2 Tezin Amacı 6
1.3 Hipotez 6
2. ALÜMİNYUM 7
2.1 Alüminyum Keşfi ve Tarihsel Gelişimi 7
2.2 Alüminyum Alaşımlarının Özellikleri ve Kullanım Alanları 9
2.3 Alüminyum ve Alaşımları 11
2.3.1 Saf Alüminyum 11
2.3.2 Alüminyuma Eklenen Alaşım Elementleri 11
2.3.3 Alüminyum Alaşımları 11
3. İKİZ MERDANELİ SÜREKLİ DÖKÜM YÖNTEMİ 14
3.1 İkiz Merdaneli Döküm Yöntemiyle Üretilen 1xx serisi Alüminyum Alaşımları .. 16
4. ALÜMİNYUM ALAŞIMLARINDA TANE İNCELTME 17
4.1 Çekirdeklenme 18
4.2 Büyüme 19
4.3 Kimyasal Tane İnceltme 20
4.4 Alüminyum Alaşımlarında Kullanılan Tane İnceltici Master Alaşımlar 21
4.4.1 Al-Ti-B Master Alaşımları 21
4.4.2 Al-Ti-C Master Alaşımları 22
4.5 Tane İnceltme Mekanizmaları 23
4.5.1 Karbür / Borür Teorisi 24
4.5.2 Peritektik Reaksiyona Dayalı Faz Diyagramları Teorileri 24
4.5.3 Peritektik Hulk Teorisi 25

4.5.4 Hiper Çekirdeklenme Teorisi 25
4.5.5 Çift Çekirdeklenme Teorisi 26
4.5.6 Çözünen Teorisi 27
4.6 Katılaşma ve Yapısal Aşırı Soğuma 28
4.6.1 Yapısal Aşırı Soğuma 33
4.6.2 Döküm ve Malzeme Değişkenlerinin Dökümlerin Nihai Tane Yapılarına Etkileri 35
4.7 TP-1 Testi 37
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR 38
5.1 Malzeme ve Teçhizat 38
5.2 Deneysel Tasarım 40
5.3 Ergitme İşlemi 40
5.4 TP-1 Testi ve Numune Alma 42
5.5 Numune Hazırlama 42
5.6 Endüstriyel Üretim Hattındaki Deneyler 45
6. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR 46
6.1 Master alaşımların Mikro yapı İncelemeleri ve SEM/EDS Analizleri 46
6.2 Kimyasal Analiz İncelemeleri 53
6.3 TP-1 Numunelerinin Makro ve Mikro Yapı Analizleri 55
6.4 Tane Boyutu Analizleri 66
6.5 Endüstriyel Deneme Üretimi Sonuçları 71
7. SONUÇ 75
KAYNAKÇA **78**
TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR **81**

SİMGE LİSTESİ

Al	Alüminyum
Al_2O_3	Alüminyum oksit
Cu	Bakır
B	Bor
C°	Celcius
C	Karbon
Rc	Kritik yarıçap
Cr	Krom
L	Long
Mg	Magnezyum
Mn	Mangan
µm	Mikrometre
MS/m	Milisimens/metre
Mo	Molibden
Ni	Nikel
Nb	Niyobyum
KBF_4	Potasyum Florobroit
K_2TiF_2	Potasyum Florotitanat
Si	Silisyum
Ta	Tantal
Ti	Titanyum
T	Transverse
V	Vanadyum
%	Yüzde
Zr	Zirkonyum

KISALTMA LİSTESİ

A8	% 99.8 Al
CFF	Ceramik Foam Filter (Seramik Köpük Filtre)
CS	Constitutional supercooling (Yapısal alt soğuma)
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
GRF	Büyüme kısıtlama faktörü
IACS	International Annelaed Copper Standart
PDBF	Deep Bad Filter (Derin Yatak Filtresi)
SEM	Scanning Electron Microscope (Taramalı elektron mikroskobu)
YMK	Yüzey Merkezli Kübik

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1 Alüminyumun sektör bazlı yüzde kullanım miktarı. 10

Şekil 2.2 Çökelme sertleşmesi gösteren ve göstermeyen dövme alaşım serileri...12

Şekil 2.3 Çökelme sertleşmesi gösteren ve göstermeyen döküm alaşımları ve serileri.....12

Şekil 2.4 Alüminyum alaşımlarının işlem irosesleri.....13

Şekil 3.1 İkiz merdaneli döküm yönteminde sıvı metalin merdanelerin arasına beslenme anının şematik gösterimi. 15

Şekil 3.2 İkiz merdaneli döküm üretimin hattının şematik gösterimi.....16

Şekil 4.1 (a) heterojen çekirdeklenme, γlp, γsp ve γls sıvı/partikül, katı/partikül ve sıvı/katı arayüz enerjileridir. θ temas açısıdır, (b) homojen çekirdeklenme. 18

Şekil 4.2 Çözünen ve çekirdeklenme Teorileri.....23

Şekil 4.3 Peritektik hulk Teorisi modeli; a) TiAl3'ün kısmi çözünmesi ve B'un difüzyonu, b) TiB2 oluşumu, c)TiB2'nin Al3Ti ürinde koruyucu tabakal oluşturması, d)Al ve Ti'nin koruyucu tabaka boyunca eş zamanlu büyümesi, e) Çekirdek ve α-Al'ün büyümesi. 25

Şekil 4.4 Hiperçekirdeklenme modeli a)yoğun Ti miktarı, b)TiB2 – Sıvı metal ara yüzeyine ayrışan Ti, c) TiB2 üzerinde TiAl3 tabakasının oluşumu, d) Peritektik reaksiyon ile α-Al'ün çekirdeklenmesi.....26

Şekil 4.5 Farklı teoriler ile Al'un çekirdeklenmesi.....27

Şekil 4.6 a) Faz diyagramının k0<1 olduğu bölüm. B) Faz diyagramının k0>1olduğu bölüm. 29

Şekil 4.7 a) Pozitif sıcaklık gradyanı gösteren bitişik sıvı-katı ara yüzeyinin şeması. Katının yüksek ısıl iletkenliğinden dolayı Gs Gl'den daha diktir. B) Karasız çıktının bölgesel uç sıcaklığı, metalin ergime sıcaklığından yüksek olduğu için oluştuktan sonra hemen erir.....29

Şekil 4.8 a) Sıvıda negatif katıda pozitif sıcaklık gradyanı görülen ara yüzey bölgesi. b) bölgesel uç sıcaklığının ergime sıcaklığının altında olduğu durumda çıkıntının kararlı hale gelerek büyümesinin sıralı şematik gösterilişi.....30

Şekil 4. 9 Farklı büyüme olaylarının ortaya çıktığı bölgeleri gösteren saf metaller için tipik bir soğuma eğrisi.....31

Şekil 4. 10 C0 kompozisyonlu alaşımda k0<1 olduğu durumda ilk kompozisyon değişimlerini gösteren faz diyagramı parçası.....31

Şekil 4.11 Kararlı hal katılaşmasında çözünenin yeniden dağılımının difüzyonla gerçekleştirilmesi durumunda ara yüzey önündeki çözünen profilinin mesafeyle değişimi. (k0<1) 32

Şekil 4.12 Sıvıdaki çözünenin yeniden dağılımının sadece difüzyonla olması halinde konsantrasyon-mesafe profilleri (a) k0<1 b) k0>1. 32

Şekil 4.13 İki farklı sıcaklık gradyanı için yapısal aşırı soğumanın durumu. 34

Şekil 4.14 Yapısal aşırı soğumanın varlığında ara yüzey önündeki alt soğumanın büyüklüğü. 34

Şekil 4.15 Yapısal aşırı soğuma derecesinin ara yüzeye olan etkisi.....36

Şekil 4.16 TP-1 Testine ait şematik gösterim.....37

Şekil 5.1 Deney tasarımı kapsamında; 5 farklı master alaşımın ilave miktarı ve bekleme süresine ait şematik gösterim. 40

Şekil 5.2 Laboratuvar ölçekli direnç tipi ergitme fırını. 41

Şekil 5.3 Fırça ile bor nitrür uygulaması ve iç yüzeyi bor nitrür kaplı pota. 41

Şekil 5.4 TP-1 a) teknik resim, b) donanım.....42

Şekil 5.5 TP-1 a)kepçe teknik resim, b) kepçe görsel, c) numune 42

Şekil 5.6 TP-1 numunesi a)inceleme yüzeyi teknik resim b)kesilen numuneler...43

Şekil 5.7 Makro dağlama öncesi ve dağlama sonrası numune görüntüleri. 43

Şekil 5.8 a)Zımparalanmış yüzey b)parlatılmış ve dağlanmış yüzey c)polarize mikro yapı(10x) d) parlatma/dağlama cihazı 44

Şekil 6.1 AlTiB 5/1 master alaşımına ait mikro yapı a) parlatılmış 20x b) SEM 100x c) SEM 1000x d) SEM 3000x.....46

Şekil 6.2 AlTiB 5/1 master alaşımının farklı noktalarından alınan EDS analizleri (3000x). 48

Şekil 6.3 AlTiB 5/0,2 master alaşımına ait mikro yapı a) parlatılmış 20x b) SEM 100x c) SEM 1000x d) SEM 3000x.....49

Şekil 6.4 AlTiB 3/1 master alaşımına ait mikro yapı a) parlatılmış 20x b) SEM 100x c) SEM 1000x d) SEM 3000x.....50

Şekil 6.5 AlTiC 5/0,2 master alaşımına ait mikro yapı a) parlatılmış 20x b) SEM 100x c) SEM 1000x d) SEM 3000x.....51

Şekil 6.6 AlTiC 5/0,2 master alaşımının farklı noktalarından alınan EDS analizleri(3000x). 51

Şekil 6.7 AlTiC 3/0,15 master alaşımına ait mikro yapı a) parlatılmış 20x b) SEM 100x c) SEM 1000x d) SEM 3000x.....52

Şekil 6.8 Master alaşım ilave edilmeden ve ilave edilerek elde edilen TP-1 numunelerinin örnek makro görüntüleri. 55

Şekil 6.9 AlTiB 5/1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin makro tane dağlama sonrası görüntüleri. 56

Şekil 6.10 AlTiB 5/0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin makro tane dağlama sonrası görüntüleri. 57

Şekil 6.11 AlTiB 3/1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin makro tane dağlama sonrası görüntüleri. 58

Şekil 6.12 AlTiC 5/0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin makro tane dağlama sonrası görüntüleri. 59

Şekil 6.13 AlTiC 3/0,15 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin makro tane dağlama sonrası görüntüleri. 60

Şekil 6.14 Master alaşım ilave edilmeden elde edilen TP-1 numunesine ait polarize mikro yapı görüntüsü(5x). 60

Şekil 6.15 AlTiB 5/1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin polarize mikro yapı görüntüleri. (10x) 61

Şekil 6.16 AlTiB 5/0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin polarize mikro yapı görüntüleri.(10x) 62

Şekil 6.17 AlTiB 3/1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin polarize mikro yapı görüntüleri. (10x) 63

Şekil 6.18 AlTiC 5/0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin polarize mikro yapı görüntüleri. (10x) 64

Şekil 6.19 AlTiC 3/0,15 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin polarize mikro yapı görüntüleri. (10x) 65

Şekil 6.20 AlTiB 5 / 1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin ortalama tane boyutları. 66

Şekil 6.21 AlTiB 5 / 0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin ortalama tane boyutları. 67

Şekil 6.22 AlTiB 3 / 1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin ortalama tane boyutları. 67

Şekil 6.23 AlTiC 5 / 0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin ortalama tane boyutları. 69

Şekil 6.24 AlTiC 3 / 0,15 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin ortalama tane boyutları. 69

Şekil 6.25 Mikro yapılar için döküm yönüne göre hazırlanan numune yönlerinin gösterimi. 72

Şekil 6.26 Farklı ilave miktarlarında ve farklı master alaşım kullanılarak dökülen 1050 alaşım ruloların polarize mikro yapıları. (10x büyütme – T yönü) 73

Şekil 6.27 Farklı ilave miktarlarında ve farklı master alaşım kullanılarak dökülen 1050 alaşım ruloların polarize mikro yapıları. (10x büyütme – L yönü) 74

TABLO LİSTESİ

Tablo 2. 1 Alüminyum özellikleri. 9

Tablo 3. 1 İkiz merdaneli döküm yöntemine uygun bazı alaşımlar. 16

Tablo 4.1 Alüminyumda çekirdeklenmeyi sağlayan bazı bileşiklere ait bilgililer. 20

Tablo 4.2 Bazı elementlerin büyüme kısıtlama faktörleri. 28

Tablo 5.1 Deneysel süreçte kullanılan malzeme ve teçhizat. 38

Tablo 5.2 1080A (A8 Külçe) kimyasal kompozisyon. 39

Tablo 5.3 Master alaşımlara ait kimyasal kompozisyon 39

Tablo 5.4 Novalis marka ikiz merdaneli döküm makinası teknik bilgiler. 45

Tablo 5.5 Endüstriyel üretim hattında üretilen deneme bobinlerinin detayları. 45

Tablo 5.6 1050 Alaşıma ait standart kimyasal bileşim değerleri 45

Tablo 6.1 AlTiB 5/1 master alaşımının farklı noktalarından alınan EDS analiz sonuçları. 48

Tablo 6.2 AlTiC 5/0,2 master alaşımının farklı noktalarından alınan EDS analiz sonuçları. 52

Tablo 6.3 Farklı oranlarda AlTiB 5/1 master alaşımı kullanılarak elde edilen TP-1 numunelerin kimyasal analiz değerleri. 53

Tablo 6.4 Farklı oranlarda AlTiB 5/0,2 master alaşımı kullanılarak elde edilen TP-1 numunelerin kimyasal analiz değerleri. 54

Tablo 6.5 Farklı oranlarda AlTiB 3/1 master alaşımı kullanılarak elde edilen TP-1 numunelerin kimyasal analiz değerleri. 54

Tablo 6.6 oranlarda AlTiC 5/0,2 master alaşımı kullanılarak elde edilen TP-1 numunelerin kimyasal analiz değerleri. 54

Tablo 6.7 Farklı oranlarda AlTiC 3/0,15 master alaşımı kullanılarak elde edilen TP-1 numunelerin kimyasal analiz değerleri. 55

Tablo 6.8 Farklı ilave miktarlarında AlTiB 5/0,2 master alaşım kullanılarak üretilen 1050A alaşım ruloya ait kimyasal analiz değerleri. 71

Tablo 6. 9 Farklı ilave miktarlarında AlTiB 5/1 master alaşım kullanılarak üretilen 1050A alaşım ruloya ait kimyasal analiz değerleri. 71

Tablo 6.10 Endüstriyel olarak üretilen ruloların ortalama tane boyut ölçüm sonuçları. 74

ÖZET

İkiz Merdaneli Döküm Yöntemiyle Üretilen 1050 Alüminyum Alaşımında Kimyasal Tane İnceltilmesi

Mustafa TOKYÜREK

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Programı

Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Kerem Altuğ GÜLER

İkiz merdaneli döküm yöntemi ile üretilen 1050 alaşım yassı alüminyum ürünleri farklı sektörlerde yoğun kullanım alanı bulunmaktadır. Tüm metalik malzemelerde olduğu gibi alüminyum alaşımlarında da nihai ürün özellikleri döküm yapısı ile doğrudan ilişkilidir. Homojen ve eş eksenli bir döküm yapısı mekanik özellikleri iyileştirirken döküm sonrası uygulanacak termomekanik proseslerin etkinliği ve kararlılığı açısından da son derece önemlidir. Döküm prosesinde mikro yapı bileşenlerinin ve tane yapısının homojen / eş eksenli elde edilebilmesi, alaşım özelikleri yanında birçok parametreye bağlıdır. En etkin parametrelerden biri kimyasal tane inceltmedir. Tane inceltme mekanizmasında sıvı metale ilave edilen master alaşımlar ile heterojen çekirdeklenme rolüyle tane oluşumu gerçekleşmektedir. Kimyasal tane inceltme işleminde kullanılacak tane inceltici master alaşım ve miktarı, üretilecek malzemenin alaşımına ve üretim yöntemindeki katılaşma koşullarına bağlı olarak değişmektedir. AlTiB ve AlTiC temelli master alaşımlar Al alaşımlarında tane inceltici master alaşım olarak tercih edilmektedir. Bu master alaşımların tane inceltme etkinliğini ölçmek amacıyla TP-1 testi uygulanmaktadır. TP-1 testi tane boyutunu etkileyecek soğuma hızı faktörünü ortadan kaldırarak standart ölçülerdeki numuneler ile tane inceltici master

alaşımların etkinliğini belirlemeyi sağlayan test yöntemidir. Bu çalışmada ikiz merdaneli döküm yöntemindeki en uygun tane inceltici master alaşım ve miktarını belirlenmesi hedeflenmiştir. Bu sebeple 5 farklı master alaşım (AlTiB 5/1 – AlTiB 5/0,2 – AlTiB 3/1 – AlTiC 5/0,2 – AlTiC 3/0,15) farklı ilave miktarı (%0,2-0,3-0,4) ve bekleme sürelerinde (2-5-10 dakika) TP-1 testinden alınan numuneler üzerinden ortalama tane boyutu analiz edilmiştir. TP-1 testleri sonucunda herhangi bir master alaşım ilave edilmeden elde edilen numunelerdeki tane boyutu ortalama 2 mm ölçülürken, master alaşım ilavesi ile en düşük ortalama tane boyutu; tüm bekleme sürelerinde %0,4 AlTiB 5/1 master alaşım ilavesiyle 81-89 µm arasında ölçülmüştür. Böylece en etkin tane inceltici master alaşım AlTiB 5/1 olarak belirlenmiştir. En etkin tane inceltici master alaşımı mevcutta kullanılan AlTiB 5/0,2 ile mukayese etmek amacıyla %0,2 ve %0,4 ilave miktarıyla aynı proses parametreleri ile ikiz merdaneli döküm yöntemiyle rulo üretimi gerçekleştirilmiştir. Belirlenen parametreler ile üretilen rulolardan; döküme paralel ve dik olmak üzere mikro yapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Bu incelemeler sonucunda; AlTiB 5/1 kullanılarak elde edilen ruloların her iki ilave miktarında da (%0,2 - %0,4) uygun bir tane yapısı sergilerken, %0,2 AlTiB 5 / 0,2 kullanılarak üretilen rulonun merkezlerinde bölgesel kaba tanelerin olduğu, uygun olmayan bir yapı sergilediği görülmüştür. İkiz merdaneli döküm yöntemiyle üretilen rulolardan yapılan ortalama tane boyutu analizinde en ince taneler; levhanın kenarında 9,7 µm, merkezinde ise 40µm ortalama tane boyutu %0,4 ilave miktarıyla AlTiB 5/1 master alaşımı kullanımında elde edilmiştir. Bu da laboratuvar ortamındaki deneysel çalışmalar ile elde edilen sonuçları doğrulamıştır.

Anahtar Kelimeler: Kimyasal tane inceltme, İkiz merdaneli döküm yöntemi, AlTiB – AlTiC, TP-1 Test, 1050 Alüminyum Alaşımı

ABSTRACT

Chemical Grain Refinement in 1050 Aluminum Alloy Produced by Twin Roll Casting Method

Mustafa Tokyürek

Department Of Metallurgical and Material Engineering

Master of Science Thesis

Supervisor: Kerem Altuğ GÜLER

The 1050 Alloy flat aluminum products produced by twin roll casting method are used intensively in different sectors. As in metallic materials, the final product properties in aluminum alloys are directly related to the casting structure. While a homogeneous and equiaxial casting structure improves the mechanical properties, it is also extremely important in terms of the effectiveness and stability of the thermomechanical processes to be applied after casting. In the casting process, the ability to obtain homogeneous / equiaxial microstructure components and grain structure depends on many parameters besides alloy properties. One of the most effective parameters is chemical grain refinement. In the grain refinement mechanism, grain formation occurs with the heterogeneous nucleation role of the master alloys added to the liquid metal. The grain refiner master alloy and its amount to be used in the chemical grain refinement process vary depending on the alloy of the material to be produced and the solidification conditions in the production method. AlTiB and AlTiC based master alloys are preferred as grain refiner master alloys in Al alloys. TP-1 test is applied to measure the grain refinement effectiveness of these master alloys. TP-1 test is a test method that eliminates the cooling rate factor that will affect the grain size and determines the effectiveness of grain refining master alloys with standard size samples. In this

study, it is aimed to determine the most suitable grain refining master alloy and amount in the twin roll casting method. For this reason, 5 different master alloys (AlTiB 5/ 1 – AlTiB 5/0,2 – AlTiB 3/1 – AlTiC 5/0,2 – AlTiC 3/0,15) were analyzed for average grain size on samples taken from TP-1 test with different addition amounts (%0,2-0,3-0,4) and waiting times (2-5-10 minutes). As a result of TP-1 tests, the average grain size in the samples obtained without adding any master alloy was measured as 2 mm, while the lowest average grain size with the master alloy addition was measured between 81-89 μm with the addition of 0.4% AlTiB 5/1 master alloy at all waiting times. Thus, the most effective grain refining master alloy was determined as AlTiB 5/1. In order to compare the most effective grain refiner master alloy with AlTiB 5/0,2, which is currently used, coils were carried out with the twin roll casting method with the same process parameters with %0,2 and %0,4 addition amounts. Microstructure examinations were carried out on the rolls produced with the determined parameters, parallel and perpendicular to the casting. As a result of these examinations; It was observed that the coils obtained using AlTiB 5/1 exhibited a suitable grain structure in both addition amounts (%0,2 - %0,4), while the rolls produced using %0,2 AlTiB 5/0,2 exhibited an unsuitable structure with regional coarse grains in their centers. In the average grain size analysis made from the sheet produced by the twin roll casting method, the finest grains were obtained by using AlTiB 5/1 master alloy with an average grain size of 9.7 microns at the edge of the sheet and 40 microns at the center with an addition amount of 0.4%.This confirmed the results obtained with the experimental studies.

Key words: Chemical grain refinement, twinn roll casting method, AlTiB – AlTiC, TP-1 Test, 1050 aluminum alloy

1
GİRİŞ

1.1 Literatür Özeti

Alüminyum; yer kabuğunda bol bulunması, artan teknoloji ile üretim maliyetlerinin düşürülmesi, termal iletkenliğinin yüksek olması, hafifliği, çeşitli işlemlerle mekanik özelliklerinin iyileştirilebilmesi, korozyon direncinin yüksek olması gibi özellikleri nedeniyle farklı sektörlerde yoğun olarak kullanım alanı bulmaktadır. Alüminyum nihai özelliklerini etkileyecek uygulamalardaki gelişmeler; gelişen teknoloji nedeniyle malzeme özelliklerindeki beklentinin artmasıyla doğru orantılı olarak artmaktadır. Döküm yapısı alaşımın nihai özelliklerini belirleyen en büyük özelliklerden bir tanesidir. Bu sebeple döküm yapısını kontrol etmek kritik öneme sahiptir. Al alaşımlarının döküm süreçlerinde homojen ve ince taneli mikro yapı elde etmek amacıyla birçok uygulamada sıvı metale TiB ve TiC esaslı tane inceltici master alaşımlar eklenmektedir. Bu master alaşımlar çekirdekleyici ajan rolü üstlenerek sıvı metal içinde birçok noktadan heterojen çekirdeklenme ile ince tanelerin oluşumunu sağlamaktadır. Tane inceltici master alaşımların tane inceltme performanslarını analiz etmek amacıyla TP-1 testi kullanılmaktadır. Bu test ile aynı koşullarda katılaşan ticari saflıktaki Al alaşımın üzerinden analizler yapılarak master alaşımların performansları değerlendirilmektedir. Gerçekleştirilen TP-1 testine ait tüm detaylar bölüm 4.6'da verilmiştir.

Z. Fan ve arkadaşları yaptıkları çalışmalarda [1] tane inceltme mekanizmalarını açıklayabilmek için bir dizi deneysel çalışmalar gerçekleştirmişlerdir. İlk olarak; laboratuvar şartlarında serbest Ti olmadan %0,2 oranında AlTiB 5/1 master alaşım eklenmesi durumuna eş değer sayıda sentetik TiB_2 sağlamak için stokiyometrik Al_8TiB_2 kullanarak TP-1 testi gerçekleştirmişlerdir. Elde ettiği TP-1 numunesinin yapısında, tane inceltici eklenmemiş TP-1 numunesine göre daha ince kolonsal taneler olmasına rağmen tamamen kolonsal bir tane yapısı sergilediğini raporlamışlardır. Yaptıkları bu testi takiben; %0,2 stokiyometrik Al-2.2Ti-1B tane incelticinin eklenmesiyle kimyasal

reaksiyon sonucunda oluşan TiB_2 içeren fakat fazla Ti içermeyen, aynı zamanda Al-8TiB_2 tane incelticisinin ve Al-10Ti alaşımının eklenmesiyle TP-1 numuneleri elde etmişlerdir. Böylece %0,2 ticari AlTiB 5/1tane incelticisine eşdeğer TiB_2 parçacık sayısı yoğunluğu ve serbest Ti sağlamışlardır. Elde ettiği bu TP-1 numunelerinin yapısında da aynı şekilde tane inceltici eklenmemiş TP-1 numunesine göre daha ince kolonsal taneler olmasına rağmen tamamen kolonsal bir tane yapısı sergilediğini raporlamışlardır. Bu sonuçlarla birlikte TiB_2 parçacıklarının, serbest Ti'un eş zamanlı eklenmesiyle bile a-Al'u çekirdeklemek için etkili olmadığını öne sürmüşlerdir [1].

Z. Fan ve arkadaşları bu tespitler sonrası denemelere devam etmişlerdir. Tane inceltici ekleme sırasında TiB_2 parçacıkları üzerinde iki boyutlu Al_3Ti oluşumunu kontrol etmek için; Al–8TiB_2 tane inceltici ve Al–10Ti master alaşımı, 720 °C'de %99,7 saflıktaki alüminyuma aynı anda eklenerek 10^{13} m^{-3} TiB_2 sayı yoğunluğu ve 56 ppm fazla Ti elde etmişlerdir. Bu miktar, %0,2 ticari Al–5Ti–1B tane incelticinin eklenmesiyle elde edilenler ile eşdeğer sayıdadır. Elde ettiği TP-1 numunesi serbest Ti içermeyen TP-1 numunesine benzer şekilde tamamen kolonsal bir tane yapısına sahip olduğunu belirlemişlerdir. Bu deneme sırasındaki 20 dakika boyunca 720 °C 'de tutma sırasında TiB_2 parçacıkları üzerinde iki boyutlu Al_3Ti'nin oluşmadığını, bunun muhtemel sebebinin de eriyikteki düşük Ti konsantrasyonundan ve/veya TiB_2 parçacıkları ile çözünen Ti atomlarının arasındaki kısa etkileşim süresinden kaynaklandığını ileri sürmüşlerdir. Daha yüksek Ti konsantrasyonunda TiB_2 parçacıkları üzerindeki iki boyutlu Al_3Ti oluşumunun kontrol etmek amacıyla; farklı sürelerdeki yoğun eriyik kesme süreleriyle TiB_2 ve Al-10Ti kullanarak 850 °C'de özel bir tane inceltici hazırlamışlardır. Yoğun karıştırma işlemi Al/TiB_2 ara yüzünde çözünen Ti 'un adsorpsiyonunu hızlandırmak için uygulanmıştır. Elde edilen tane inceltici, %0,2 ticari Al–5Ti–1B tane incelticisine eşdeğer bir ekleme seviyesindedir. 2 dakikalık sıvı metali karıştırma ile elde edilerek tane inceltici kullanılan TP-1 numunesinde tamamen kolonsal bir tane yapısı sergilerken, 10 dakikalık kesme ile elde edilerek tane inceltici kullanılan TP-1 numunesi ince ve neredeyse eş eksenli bir tane yapısı gösterdiğini vesıvı metal karıştırmanın Al–Ti sıvısında daha yüksek Ti konsantrasyonunda iki boyutlu Al_3Ti oluşumunu hızlandırdığını raporlamışlardır. Bu nedenle, TiB_2 parçacıkları üzerindeki iki boyutlu Al_3Ti yalnızca tane inceltici üretim işlemi sırasında oluşabilir [1].

Z. Fan ve arkadaşları yaptıkları deneysel çalışmaların sonucunda [1]; etkili tane inceltme etme işlemi yalnızca güçlü çekirdekleyici parçacıklar değil, aynı zamanda yeterli çözünen

elementler de gerektiğini belirtmişlerdir. Güçlü çekirdekleyici parçacıklar bol miktarda heterojen çekirdeklenme sağlarken, çözünen elementler çekirdeklenmiş kristallere büyüme kısıtlaması ve katılaşma cephesinde yapısal alt soğuma sağlayarak daha fazla parçacığın çekirdeklenmesine ve sonunda kolonsaldan eş eksenliye geçişe izin vereceğini bildirmişlerdir. Sadece güçlü parçacıklarla ve yeterli çözünen elementler olmadan katılaşma, ince kolonsal aralıklı tam kolonsal bir tane yapısı ile oluşurken; yüksek konsantrasyonda çözünen maddeyle ancak yeterli güçlü çekirdekleyici parçacıklar olmadan katılaşma, kaba eş eksenli bir tane yapısıyla sonuçlanacağını bildirmişlerdir. Belirli katı parçacıklar ve alaşım bileşimine sahip bir çekirdekleyici sistemin gücü, çekirdekleyici substrat ile çekirdeklenmiş katı arasındaki kafes uyumsuzluğu ile ölçülebileceğini aktararak TiB_2 ve α-Al arasındaki hesaplanan kafes uyumsuzluğu 660 °C'de % -4,22'dir. Sıvı Al/TiB_2 ara yüzünde iki boyutlu Al_3Ti oluşumuyla, iki boyutlu Al_3Ti'nin mükemmel (1 1 2) bir düzlemi olduğu varsayılarak, kafes uyumsuzluğunun %0,09'a düşürüldüğünü bildrimişlerdir. Bu durumun da TiB_2 yüzeyine adsorbe edilen iki boyutlu Al_3Ti'nin TiB_2 parçacıklarının çekirdeklenme gücünü önemli ölçüde değiştirebileceğini belirtmişlerdir [1].

Fei ve arkadaşları [2] ticari saf alüminyum alaşımına Al-3B ekleyerek farklı oranlarda bor (%0, %0,005, %0,01, %0,02, %0,03, %0,05, %0,1) içeriğine sahip alaşım elde etmişlerdir. Elde ettikleri bu alaşımlara 730 °C'de %0,2 AlTiB 5/1 master alaşım ilave ederek 10 dakika bekledikten sonra Sketch of Reynolds standart kalıbını kullanarak katılaştırmış ve numuneler üzerinden incelemeler gerçekleştirimlerdir. B içeriğinin %0,03'ten az durumlarda, B içeriğinin artmasıyla birlikte eş eksenli tanelerin alan oranı azalırken, bunun aksine, B içeriği %0,03'ü aştığında, Al−5Ti−1B'nin tane inceltme etkisi, B içeriğinin daha da artmasıyla kademeli olarak iyileştiğini gözlemlemişlerdir. Bor içeriği %0,03'ten düşük olduğunda tane inceltme üzerindeki zararlı etkinin başlıca nedenini, TiB_2 parçacıkları üzerindeki B ve Al_3Ti ara tabakası arasındaki reaksiyon nedeniyle TiB_2 parçacıklarının çekirdeklenme yeteneğinin bozulması ve B tarafından çözünen Ti'nin tüketilmesi nedeniyle büyüme kısıtlama etkisinin zayıflaması olarak açıklamışlardır. Bor içeriği %0,03'ten yüksek olduğunda Al−5Ti−1B'nin tane inceltme performansının iyileşmesini ise, esas olarak çekirdekleyici ajan olarak hareket eden AlB_2 veya ara faz $(Al,Ti)B_2$'nin oluşumu ile açıklamışlardır.[2].

Y.Birol [3] AlTiC 3/0,15 ve AlTiB 5/0,2 master alaşımlarının ikiz merdaneli sürekli döküm yöntemi ile üretilen AA8111 folyo alaşımı üzerindeki performansını

karşılaştırmıştır. Yaptığı deneysel çalışmalarda her iki master alaşımı miktarını, nihai Al alaşımının içinde %0,008, %0,012 ve %0,015 Ti olacak şekilde ayarlayarak hem Alcoa Cold Finger testi yapmış hem de endüstriyel üretim hattında rulo üretimi gerçekleştirmiştir. Dökme rulo üzerinden aldığı numunelerdeki sonuçlara göre; AlTiC 3/0,15 alaşımının, AlTiB 5/0,2 alaşımı için yeterli olan ilave miktarının iki katı ilave miktarında bile yeterli tane inceltmeyi sağlamadığını belirlemiştir. AlTiC 3/0,15'in bu ilave miktarlarından ikiz merdaneli döküm yönteminde AlTiB 5/0,2 kadar iyi performans sergilemediğini bildirmiştir. Alcao Cold Finger testinde ise bu bulgunun tam tersine %0,015 Ti ekleme seviyesinde AlTiC 3/0,15 ile ince tamamen eş eksenli tane yapısı elde etmiştir. Bu bulgularla aynı master alaşım ve ilave miktarlarında test ve endüstriyel üretim sonuçlarının çeliştiğini vurgulamıştır. ACF(Alcoa Cold Finger) testinin ikiz merdaneli döküm yönteminde karşılaşılan katılaşma koşullarını karşılamadığını belirtmiştir [3].

Iztok Naglıc ve arkadaşları yaptığı çalışmalarda [4] ; AlTiC 3/0,15 ve AlTiB 5/1 master alaşımlarını farklı miktarlarda (%Ti: 0,10 – 0,23) 705 °C'de Al-Fe alaşımına ilave etmiş, ilaveden 2 dakika sonra soğuma hızı ~15 °C/s olan bir bakır kalıba döküm gerçekleştirerek tane boyutu ölçümlerini yapmışlardır. En ince ortalama tane boyutunu %0,3 AlTiB 5/1 ilavesiyle %0,23 Ti konsantrasyona sahip dökümden 94 µm olarak analiz etmişlerdir. Tüm ilave miktarlarında AlTiB 5/1'in Al-Fe alaşımlarında daha etkin bir tane inceltici olduğunu belirlemişlerdir. % 0,3 AlTiC 3/0,15 master alaşım ilave miktarında %0,16 Ti konsantrasyonu elde etmiş ve ortalama tane boyutunu 140 µm olarak analiz etmişlerdir [4].

Xuexia Xu ve arkadaşları [5] 1070 Al alaşımının farklı AlTiB master alaşımları eklemiş ve bunun elektrik iletkenliğine etkisini araştırmışlardır. Yaptıkları ilk deneysel çalışmalarda; Al-3B ile tane inceltilen numunelerin tanelerinin (1200 µm), Al-10Ti ile tane inceltilen numunelerden çok daha kaba (667µm) olduğunu belirlemişlerdir. AlTiB 5/1 master alaşımı ile elde edilen numunelerin ise en ince(286 µm) olması nedeniyle en etkin tane inceltici olduğunu bulmuşlardır. Yaptıkları diğer bir analizde; 1070 alaşımın elektriksel iletkenliğini yaklaşık olarak %61,51 IACS olduğunu, %0,2 Al-3B master alaşım ilavesinden sonra bu değerin yaklaşık olarak %61,54'e yükseldiğini bulmuşlardır. B elementinin alüminyumun elektriksel iletkenliğini iyileştirdiğini raporlamışlardır. Bu mekanizma; borun, alaşımın elektrik iletkenliğini olumsuz etkileyen Ti ve V gibi geçiş metalleri ile reaksiyona girerek borürler oluşturması olarak açıklanmaktadır. Al-3B'un

aksine %0,2 Al-10Ti eklenmesi durumunda; elektriksel iletkenlik, hem tane inceltmeden kaynaklanan tane sınırlarının artması hem de yüksek Ti içeriğinden kaynaklı olarak yaklaşık %60,49IACS'e düştüğünü belirtmiştir. %0,2 AlTiB 5/ 1 master alaşım ilavesinde ise elektriksel iletkenliğin Al10-Ti'ye göre bir miktar daha fazla olarak %60,52 ölçülmüştür [5].

LI Jian-guo ve arkadaşları [6] farklı bileşimdeki (AlTiC 3/0,15, AlTiC 5/0,2, AlTiC 5.5/0,25, AlTiC 6.5/0,5) AlTiC master alaşımları üretmişler, ürettikleri master alaşımları AlTiB 5/1 ile karşılaştırmak için %99,8 saflıktaki alüminyum alaşımına %0,2 ilave miktarında ekleyerek sonuçları incelemişlerdir. En ince taneleri AlTiB 5/1 master alaşımı kullandığı numunelerde elde ettiklerini ve tanelerin inceliği açısından AlTiB 5/1'i AlTiC 6.5/0,5 master alaşımının takip ettiğini raporlamışlardır. AlTiC bazlı master alaşımlarda AlTiB 5/1'e yakın tane inceltme pratiği elde edebilmek için Ti oranın 6'dan fazla olması gerektiğini bildirmişlerdir [6].

Li-li ZHANG ve arkadaşları [7], Al-3.6-Ti1.2B (TiB_2 ve Ti sağlamak için)'i sabit, Al3-Ti(Yalnızca Ti)'i ise değişen miktarlarda 710 °C'deki %99,7 saflıktaki alüminyuma eklemiş ve soğuma hızı 50 K/sn olan bir kalıpta katılaştırmışlardır. Yaptıkları ilk deneyde yalnızca %0,4 oranında Al-3.6Ti-1.2B'u ekleyerek ilave sonrası 15, 30, 60 ve 90. dakikalarda numune almışlardır. Yapılan ölçümlerde bu numunelerin tane boyutlarını sırasıyla 114,7, 117,8, 127,4, 131,2 µm olarak ölçmüşlerdir. Tane boyutundaki artışın, artan bekleme süresiyle sıvı metaldeki TiB_2 parçacık sayısının azalması ile ilişkilendirmiş, bu azalmayı da TiB_2 parçacıklarının kabalaşma ve topaklanmasına bağlamışlardır. Yaptıkları diğer deneysel çalışmada ise; %0,4 oranında Al-3.6Ti-1.2B master alaşım ilave miktarını sabit tutarak %0,11-0,33-0,43-0,54 oranlarında Al-3Ti eklemiş ve tüm ilave miktarı sonrası 15. dakikalarda numuneler alarak ortalama tane boyutu analizlerini gerçekleştirmişlerdir. Tane boyutu ölçüm sonuçlarını sırasıyla; 114,7, 107,8, 91,3, 90,5, 88,4 µm olarak ölçmüşlerdir. Artan Al_3Ti ilave miktarı ile tane boyutunun azalmasını ise; artan çözünen Ti miktarının büyüme kısıtlama faktörü arttırması ile TiB_2 parçalarının çözünme/büyüme davranışını engellemesi olduğunu bildirmişlerdir [7].

Pengting Li ve arkadaşları [8] yaptıkları denemelerde iki farklı tane inceltici master alaşımın etkinliğini karşılaştırmışlardır. İlk olarak laboratuvar ortamında ürettikleri Al-3Ti-1B-0,2C ve Al-5TiB-1 master alaşımları %0,2 ilave miktarında 720 °C'deki A356 alaşımın içine ekleyerek numune almışlardır. Al-5TiB-1 master alaşım kullanılan

numunelerdeki ortalama tane boyutu 350 µm civarlarında ölçülürken, Al-3Ti-1B-0,2C master alaşımı kullanılan numunelerin ortalama tane boyutu 180 µm olarak ölçülmüştür. Buradaki iyileşmeyi; Al-3Ti-1B-0,2C master alaşımın Al5-Ti-1B alaşıma göre içeriğinde daha az serbest Ti olmasına yormuşlardır. Ti_5Si_2 fazının Al matrisine göre Al_3Ti ile daha iyi kristalografik eşleşmeye sahip olduğunu belirterek heterojen çekirdeklenmeyi bozmasıyla açıklamıştır. İlave olarak; klasik çekirdeklenme teorisine göre morfoloji ve yüzey pürüzlülüğünün de tanelerin çekirdeklenme verimliliğine olan etkisine değinmişlerdir. Master alaşıma C eklenmesiyle birlikte, TiB_2 parçacıkları Al-Ti-B master alaşımdaki pürüzsüz altıgen plaka yerine hiyerarşik basamaklı bir yapıya dönüşür. Basamakların görünümü atomik adsorpsiyon ve biriktirme lehinedir ve heterojen çekirdeklenme süreci sırasında parçacık yüzeyinde çekirdeklerin oluşumunu kolaylaştırır. Böylece ana alaşımdaki parçacıkların çekirdeklenme verimliliğini iyileştireceğini bildirmişlerdir [8].

1.2 Tezin Amacı

Bu tezin amacı; ikiz merdaneli döküm yöntemiyle üretilen 1050 alüminyum alaşımları için en etkin tane inceltici master alaşımı ve uygun ilave miktarını belirlemektir. Tane incelticilerin etkinliğini belirlemek amacıyla TP-1 testi kullanılarak aynı katılaşma koşullarında farklı tane inceltici master alaşımlarının, farklı miktarlarda ilavesinin ortalama tane boyutları üzerinden kıyaslamaların yapılması hedeflenmiştir.

1.3 Hipotez

AlTiC ve AlTiB bazlı tane inceltici master alaşımlar endüstriyel uygulamalarda yoğun olarak kullanılmaktadır. Kullanılacak master alaşımların tipi ve ilave miktarı üretilecek Al alaşımlarının kimyasal bilenişimi, döküm yöntemi ve döküm sonrası uygulanacak işlemlere göre göre değişkenlik gösterebilmektedir. Belirli alaşım ve üretim yöntemi özelinde yapılan deneysel çalışmalar ile en etkin tane inceltici ve uygun ilave miktarı belirlenebilir.

2
ALÜMİNYUM

2.1 Alüminyum Keşfi ve Tarihsel Gelişimi

Alüminyum yer kürede en fazla bulunan 3 elementten biri olmasına rağmen, saf halde bulunmaması nedeniyle keşfedilmesi 19. Yüzyılı bulmuştur [9].

İngiliz elektrokimyacı Sir Humphrey Davy, alüminyumun varlığını 1808'de ortaya koymuştur. Danimarkalı bilim adamı Oersted ise ilk metali 1825 'te ürtetmiştir. 1845'te Alman bilim adamı Wöhler alüminyumun özgül ağırlığını belirlemiş, ayrıca şekillendirilmesinin kolay olduğunu keşfetmiştir. Yapılan deneyler, Henri Saint-Cair Deville'in 1855'teki Paris sergisinde metalden yapılmış katı bir çubuk sergilemesini sağlamıştır. Napolyon III bu malzemeyi askeri amaçlar için kullanmak üzere maliyetleri düşürmesi amacıyla Deville'e ciddi destek sağlamıştır. Deville ise alüminyumu kg başına 37 dolar maliyetle üretebilmiştir. Fakat o döneme göre metali ticari olarak piyasa sürmek hala çok maliyetli olmuştur. Amerikalı bir kimyager Hamilton Y. Castner ile yapılan çalışmalar neticesinde fiyatı kg başına maliyeti 18 dolara düşürülmüştür. Fakat hala genel kullanım için çok pahalılığını sürdürmüştür [10].

İki genç bilim adamı – Fransa'dan Paul Louis Toussaint Héroult ve Amerika Birleşik Devletleri'nden Charles Martin Hall diğerinin faaliyetlerinden habersiz olarak çalışmalarını devam ettirmiştir. Bu iki bilim insanından önceki bilim insanları, metali üretmek için tamamen kimyasal bir süreçle ilgileniyorlardı. Héroult ve Hall ekonomik üretimin ancak elektrolitik bir yöntemle mümkün olacağını düşünüyorlardı. Elektriği iletecek ve içinde alüminyum oksit (Al_2O_3) olarak bilinen alüminanın çözüneceği bir madde bulunursa, çözeltiden geçen bir elektrik akımının alüminyumu metal olarak biriktirebileceği fikrine sahiptiler. Alüminyumu çözecek bazı çözeltiler vardır, ancak bunlar sulu çözeltilerdir. Alüminayı çözecek sulu olmayan bir çözelti için uzun ve yoğun bir arayış izlemiştir. Hem Hall hem de Héroult, erimiş kriyolitin cevap olduğunu keşfettiler. Kriyolit, doğal halinde yalnızca Grönland'da bulunan beyaz, yarı saydam, sodyum alüminyum florür malzeme bileşenidir. Günümüzde alüminyum üretiminde

kullanılan kriyolitin çoğu sentetik olarak üretilir. Erimiş kriyoliti tutan elektrolitik hücre, bir elektrot görevi gören karbonla kaplı bir tanktır. Banyonun tepesinden yerleştirilen büyük karbon blokları anot veya diğer elektrot görevi görür ve bu iki elektrot seti arasında çözelti boyunca yoğun bir elektrik akımı geçirilir. Bu akım alüminayı, alüminyum ve oksijene ayırır. Erimiş metalik alüminyum hücrenin dibinde toplanır ve yeterli metal biriktikçe her birkaç günde bir boşaltılır. Oksijen anotlardaki karbonla birleşir ve karbondioksit gazı olarak dışarı atılır. Bu, alüminadan metal alüminyum üretmenin endüstriyel olarak uygulanan ilk yöntemi olmuştur ve bugün hala kullanılan yöntemdir. Bu sürecin keşfinin hemen ardından alüminyumun fiyatı kg başına 18 dolardan 4.5 dolara düşmüştür. Bu da bugün satış fiyatını kg başına 2 doların altına düşüren aşağı yönlü gidişatın ilk adımıdır. İlk alüminyum üretim şirketleri elektrolitik sürecin keşfedilmesinden 2 yıl sonar 1888'de Fransa, ABD ve İsviçre'de kurulmuştur [10].

Alümina, boksit cevherinden tamamen ayrı bir ilk aşama işleminde üretilir. Bu kimyasal işlem, ezilmiş boksitin kostik soda çözeltisine eklenmesiyle başlar ve bu çözelti alüminyum oksidi çözerek sodyum alüminat sıvıyı oluşturur. Filtrelemeden sonra, safsızlıklar "kırmızı çamur" olarak geride bırakılır ve sıvı, artık alüminyum hidroksit formunda olan çözeltiden alüminyum içeriğini çökeltmek için işlenir. Bu malzeme daha sonra sıvıdan ayrılır ve 1000 °C'de fırınlarda kalsine edilerek alüminaya dönüştürülür. 2 kilogram alümina üretmek için yaklaşık 4 kilogram boksit gerekir. Alüminyum üretim süreci Héroult-Hall prosesinin keşfinden bu yana çok az değişmiş olsa da verimlilik ve çevresel yönler yıllar içinde iyileşmiştir. Günümüzün modern tesislerinde 1 kilogram metal üretmek için 12 ila 14 kilovatsaat elektrik ve 2 kilogram alümina gerekir [10].

2.2 Alüminyum Alaşımlarının Özellikleri ve Kullanım Alanları

Alüminyum (Al), kimyasal element, periyodik tablonun 13. Grubunun hafif, gümüş beyazı bir metalidir. Alüminyum, Dünya kabuğunda en bol bulunan metalik element ve en yaygın kullanılan demir dışı metaldir. Kimyasal aktivitesi nedeniyle alüminyum doğada asla metalik formda bulunmaz, ancak bileşikleri hemen hemen tüm kayalarda, bitki örtüsünde ve hayvanlarda az veya çok miktarda bulunur. Alüminyum, Dünya kabuğunun dış 16 km'sinde yoğunlaşmıştır ve bunun ağırlıkça yaklaşık %8'ini oluşturmaktadır [11].

Sünek ve oldukça dövülebilir alüminyum, tel veya ince folyo haline getirilebilir. Metal, demir veya bakırın yalnızca üçte biri kadar yoğunluğa sahiptir. Kimyasal olarak aktif olmasına rağmen alüminyum, yine de oldukça korozyona dayanıklıdır çünkü atmosfer ortamında yüzeyinde sert, dayanıklı bir oksit filmi oluşur [11].

Alüminyum, ısı ve elektriğin mükemmel bir iletkenidir. Isıl iletkenliği bakırın yaklaşık yarısıdır; elektrik iletkenliği ise yaklaşık üçte ikisidir. Yüzey merkezli kübik yapıda kristalleşir. Tüm doğal alüminyum, kararlı izotop alüminyum-27'dir [11].

Alüminyum, emisyon spektroskopisi yoluyla milyonda bir parça kadar düşük konsantrasyonlarda tespit edilebilir. [11]

Alüminyum temel özelliklerine ait bilgiler **Tablo 2.1**'de verilmiştir.

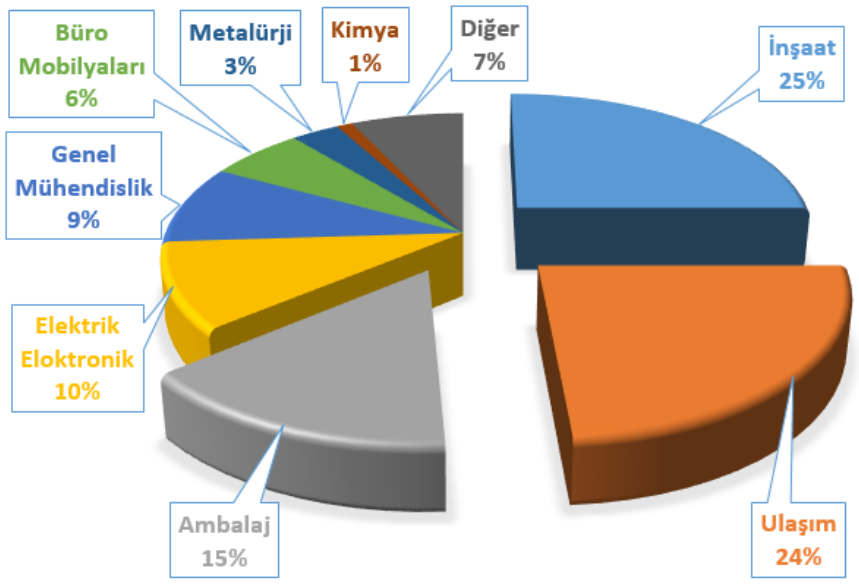
Tablo 2. 1 Alüminyum özellikleri.

Sembol	Al
Atom Numarası	13
Atom Ağırlığı	26,98
Kristal Yapı	YMK
Elektron Dizilimi	[Ne] $3s^2$ $3p^1$
Yoğunluğu	2,7 g/cm^3
Termal İletkenlik	237 W/mK
Elektrik İletkenlik	65 IACS
Ergime Noktası	660 °C
Kaynama Noktası	2.470 °C
Değerlik	3

Alüminyum ve alaşımları, sahip oldukları kimyasal ve fiziksel özellikleri nedeniyle teknoloji cihazları, yapı elemanları, havacılık ve evsel malzemeler gibi birçok alanda kullanım alanı bulmuştur. Yüksek korozyon direnci, ucuz olması, hafif olması, kaynakların bol olması, yüksek oranlarda geri dönüştürülebilmesi, uygun ısıl işlemler ile yüksek mukavemetler elde edilmesi gibi nedenlerden kaynaklı sanayi uygulamalarında yüksek talep görmektedir [12].

- Düşük yoğunluğundan dolayı ulaşım araçlarında (otomobiller, uçaklar, kamyonlar, vagonlar, deniz araçları, bisikletler, uzay araçları vb.),
- Emici olmaması ve parçalanmaya karşı dayanıklı olduğu için ambalaj malzemesi (kutular, folyolar, çerçeveler vb.) olarak,
- Hafiflik, korozyon direnci veya mühendislik özellikleri önemli olduğunda bina ve inşaat alanında (pencereler, kapılar, dış cephe kaplaması, inşaat teli, mantolama, çatı kaplama vb.),
- İletken olması, yeterli mukavemete ve düşük yoğunluğa sahip olması nedeniyle elektrikle ilgili alanlarda (iletken alaşımları, motorlar ve jeneratörler, transformatörler, kapasitörler vb.),
- Yemek pişirme gereçlerinden mobilyalara kadar çeşitli ev eşyalarında kullanılmaktadır [12].

Alüminyum 'un sektör bazlı yüzde kullanım alanına ait bilgiler **Şekil 2.1'de** verilmiştir.



Şekil 2. 1 Alüminyumun sektör bazlı yüzde kullanım miktarı [12].

2.3 Alüminyum ve Alaşımları

2.3.1 Saf Alüminyum

Alüminyum, yarı mamul ürünler için birincil üretim aşamasında; saf, farklı şekil ve formlarda üretilir. Bu saflıklar; ticari saflık (%99,5-99,8 Al) ve yüksek saflık (%99,98) olmak üzere iki farklı tiptedir [13].

Saf alüminyum nispeten yumuşak ve düşük mekanik özelliklere sahip olsa da atmosferdeki korozyon direnci, şekillendirilebilirliği iyidir; termal ve elektrik iletkenlikleri çok yüksektir. Yapısal amaçlar için kullanılmasa da elektrik, kimyasal, gıda ambalajı, petrokimya gibi sektörlerde kullanım alanı bulmaktadır [13].

Mekanik özellikleri ısıl işlemle arttırılmaz bu nedenle saf alüminyum ısıl işlem uygulanamayan alaşımlar grubunda yer almaktadır [13].

2.3.2 Alüminyuma Eklenen Alaşım Elementleri

Alüminyumun dayanımını arttırmak için eklenen başlıca elementler şunlardır;

- Magnezyum (Mg)
- Bakır (Cu)
- Mangan (Mn)
- Çinko (Zn)
- Silisyum (Si)

İzlenebilirlik, tane inceltme gibi etkiler veya özellikler elde etme amacıyla Demir (Fe), Bor (B), Krom (Cr), Titanyum (Ti), Lityum (Li), Zirkonyum (Zr), Stronsiyum (Sr), Sodyum (Na) gibi elementler eklenir [13].

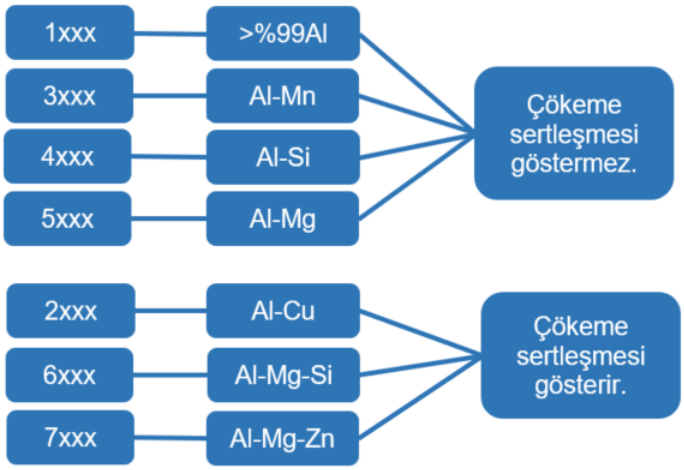
2.3.3 Alüminyum Alaşımları

Alüminyum alaşımları dövme ya da döküm alaşımları olarak 2 gruba ayrılmaktadır. Bu gruplar da ayrı ayrı olarak ısıl işlem uygulanamayan ve ısıl işlem uygulanabilen olarak 2 kategoriye ayrılır.

2.3.3.1 Dövme Alaşımları

Dövme alaşımları, haddeleme, dövme ve ekstrüzyon gibi sıcak ve soğuk şekillendirme işlemleriyle üretim için özel olarak tasarlanmıştır. Magnezyum ve mangan, çökelme sertleşmesi göstermeyen dövme alaşımlar için temel alaşım elementleridir. Magnezyum, ağırlıkça %5'e kadar eklenen çok etkili bir katı çözelti güçlendirme elementidir.

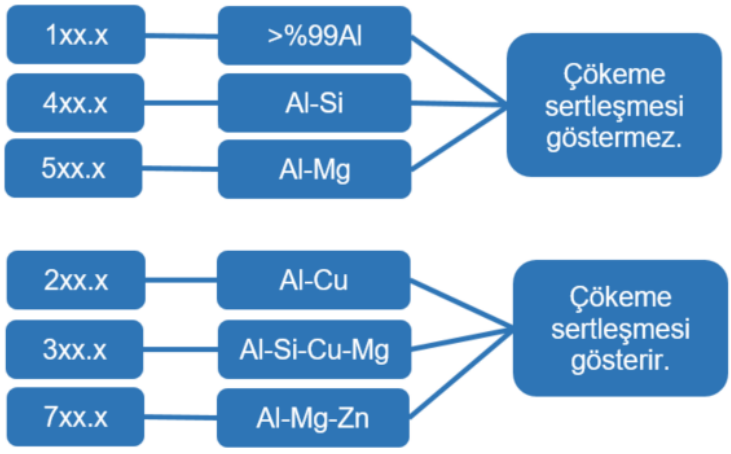
2xxx, 6xxx, 7xxx dövme alaşım serilerine çökelme sertleşmesi gösterirken; 1xxx, 3xxx, 4xxx, 5xxx dövme alaşım serilerine çökelme sertleşmesi göstermemektedir [13]. Dövme alaşım serilerine ait detay bilgiler **Şekil 2.2'de** verilmiştir.



Şekil 2. 2 Çökelme sertleşmesi gösteren ve göstermeyen dövme alaşım serileri.

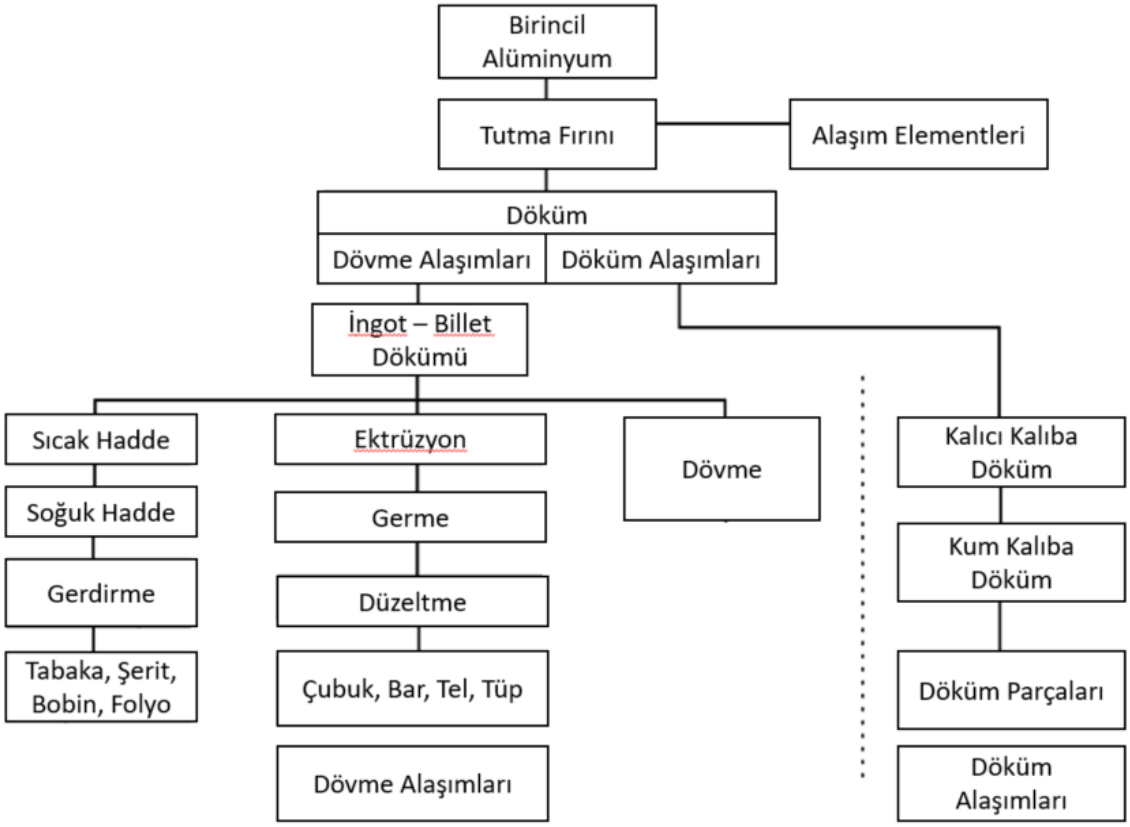
2.3.3.2 Döküm Alaşımları

Döküm alaşımları yalnızca döküm parçaların imalatında kullanılır ve bu işlem için elverişli özelliklere sahiptir. Sıvı halde yüksek akışkanlık ve katılaşma sırasında sıcak çatlamaya karşı iyi direnç gösterirler. Dökülebilirlik, silisyum (%7 ila %13 Si) ilavesiyle iyileştirilir. Silisyum içeriğinin %25'e kadar artırılması, termal genleşmeyi demir ve çelik seviyelerine kadar düşürür. 2xxx, 3xxx, 7xxx döküm serileri çökelme sertleşmesi gösterirken; 1xxx, 4xxx, 5xxx döküm serileri çökelme sertleşmesi göstermez [13]. Döküm alaşım serilerine ait detaylar bilgiler **Şekil 2.3'te** verilmiştir



Şekil 2.3 Çökelme sertleşmesi gösteren ve göstermeyen döküm alaşım serileri.

Alüminyum alaşımları nihai kulanımındaki durumuna gelmesi için döküm hadde, dövme, ektrüzyon gibi işlemlerden geçmektedir. Bu işlemlere ait bilgiler **Şekil 2.4'te** verilmiştir.



Şekil 2. 4 Alüminyum alaşımlarının işlem prosesleri [13].

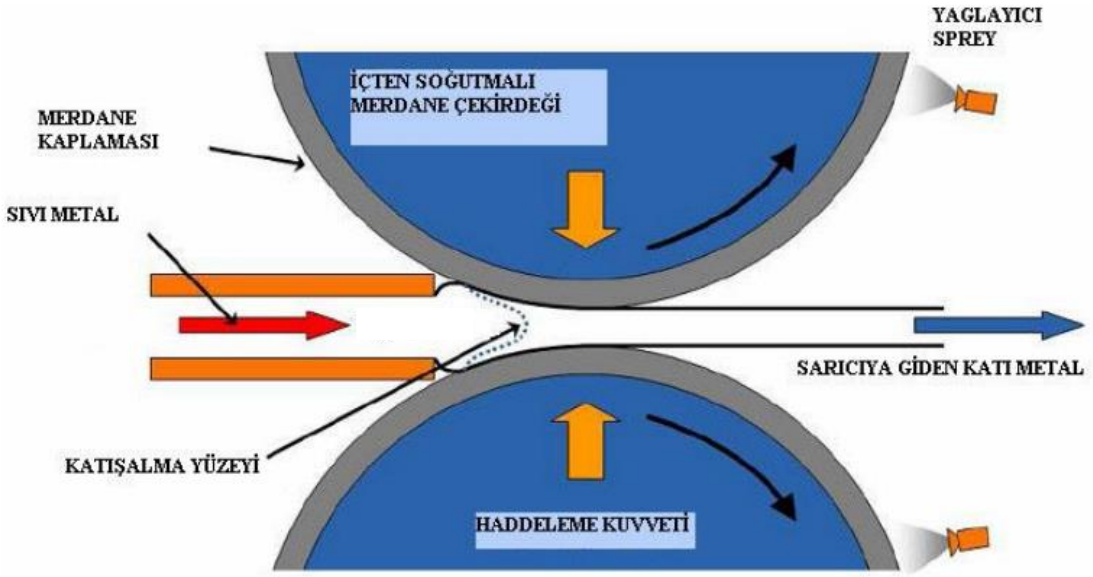
3
İKİZ MERDANELİ SÜREKLİ DÖKÜM YÖNTEMİ

Merdane ile döküm, sıvı metalden levha döküm yöntemleri olan Hazelett ve ingot döküm yöntemleri prensiplerine dayanan bir döküm teknolojisidir. İlk ticari uygulaması yaklaşık 1956 yılında Hunter Mühendislik tarafından geliştirilen bu teknoloji 19. yüzyılda icat edilmiştir [14].

Levha ve rulo üretiminde çeşitli adımların tasarruf edilmesi, konvansiyonel teknolojilere kıyasla sürekli döküm teknolojilerinin en büyük avantajıdır. İkiz merdaneli sürekli döküm yöntemi ergimiş metali merdaneler vasıtasıyla katılaştırarak doğrudan soğuk haddeleme işlemine hazır hale getirmektedir. Bu yöntem alüminyum endüstrisinde kullanılan yassı haddelenmiş ürünlerin elde edilmesindeki kabiliyetleri attırmak amacıyla geliştirilmiştir. Sürekli döküm yöntemi ile nihai ürünlere yakın şekiller elde edilmesi nedeniyle daha az deformasyon ve mekanik işlemelere ihtiyaç duymaktadır. Bu sebeple sürekli döküm yöntemine alternatif süreçlere göre daha az enerji ve maliyet avantajı sağlamaktadır [15].

Alüminyumun sürekli dökümü ikiz merdaneli döküm yöntemiyle yaygın bir şekilde gerçekleştirilmektedir. İkiz merdaneli döküm yönteminde her ne kadar düşük verimlilik ve katılaşma aralıkları kaynaklı sınırlı alaşım kapasitesi gibi dezavantajları olsa da; sıcak hadde prosesine gerek olmayışı ve iyi yüzey kalitesi gibi avantajları nedeniyle yoğun olarak tercih edilmektedir [16].

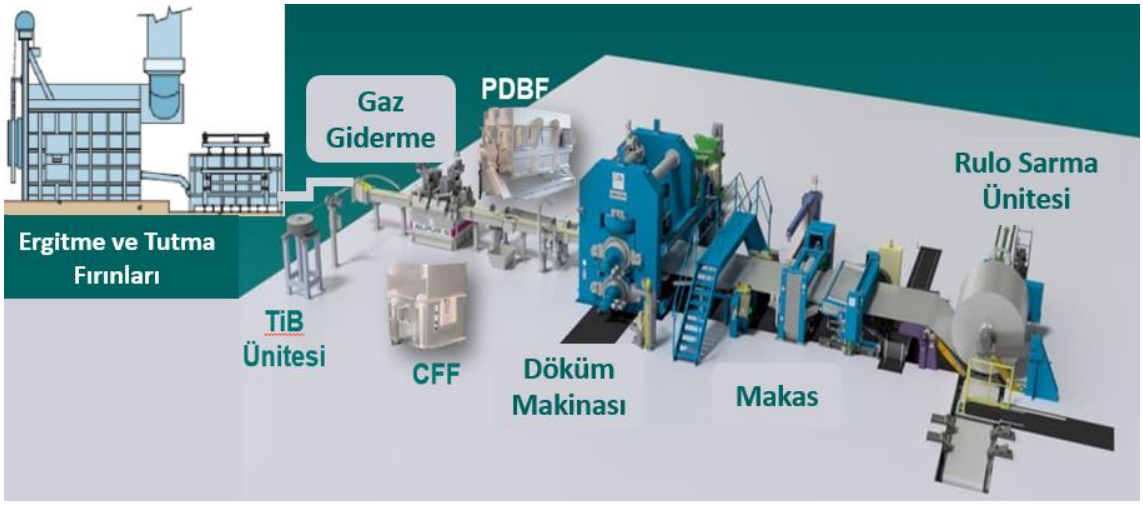
İkiz merdaneli döküm, sıvı metalin birbirine zıt yönde dönen ve içlerindeki su kanalları vasıtasıyla soğutulan iki merdanenin arasına seramik ağız(tip) ile beslenmesi sonucunda metalin levha şeklinde katılaştırıldığı bir yöntemdir. Şekil 3.1'de tam katılaşma anının şematik gösterimi verilmiştir. Bu döküm yönteminde katılaşma ve deformasyon eş zamanlı gerçekleşmektedir. Bu işlem sırasında merdane ile metalin yapışmasını engellemek amacıyla yağlayıcı olarak karbon bazlı solüsyon olan grafit kullanılmaktadır. Levha merdaneler arasından geçtikten sonra yaklaşık olarak 250-350 °C civarlarında olduğu bilinmektedir. Bu ürün fiziksel özellikler açısından sıcak hadde ürününün yaklaşık olarak %10-15 oranında deformasyona uğramış haliyle yakın özelliklerdedir.



Şekil 3. 1 İkiz merdaneli döküm yönteminde sıvı metalin merdanelerin arasına beslenme anının şematik gösterimi [17].

İkiz merdaneli döküm yönteminde süreç alüminyum külçelerin fırına beslenmesi ile başlar, elde edilmesi hedeflenen alaşıma göre ergitme fırınına belirlenen miktarlarda alaşım tabletleri eklenir ve içeride tüm metal ergitilene kadar beklenir. Metal sıvı forma geçtikten sonra içindeki cürufu uzaklaştırmak için flaks adı verilen malzeme kullanılır. Flaks eklendikten sonra sıvı metal yüzeyine çıkan cüruf alma ekipmanı ile fırın içinden çekilir. Alınan numunelere yapılan analizler ile kimyasal bileşim kontrol edilir ve metal tutma fırınına aktarılır. Sıvı metali aktarma için refrakter yolluklar kullanılır. Tutma fırınından sonraki ilk durak gaz giderme ünitesidir. Gaz giderme işlemi sıvı metalin içine argon ve azot soy gazları üflenerek metal içindeki hidrojen uzaklaştırılır. Gaz giderme işlemi öncesi tane inceltici ünitesiyle sıvı metalin için silindirik çubuk formundaki tane inceltici master alaşımlar eklenir. Bu işlem homojen ve eş eksenli bir döküm tane yapısı elde edilmesi amacıyla yaygın olarak uygulanmaktadır. Son olarak metal ve metal olmayan inklüzyonlar filtre ile rafine edilir. Bu işlemlerden geçen sıvı metal yolluklar ile tandişe gelir ve seramik ağız(tip) ile merdanelerin arasına beslenir. Merdanelerin arasında çıkan metal artık katı formdadır ve çıkan levha bobin sarma ünitesi ile rulo şeklinde sarılarak döküm işlemi tamamlanır.

İkiz merdaneli sürekli levha döküm hattı; ergitme ve tutma fırınları, TiB ünitesi, gaz giderme ünitesi, filtre (Seramik Köpük Filtre / CFF, Derin Yatak Filtre / PDBF), Döküm makinası, makas ve rulo sarma ünitesinden oluşmaktadır**. Şekil 3.2'de** ikiz merdaneli sürekli levha döküm hattına ait şematik gösterim verilmiştir.



Şekil 3. 2 İkiz merdaneli döküm üretimin hattının şematik gösterimi.

İkiz merdaneli döküm yönteminde çok hızlı bir katılaşma söz konusudur. Bu sebeple katılaşma aralığı düşük olan alaşımlar ikiz merdaneli sürekli döküm yöntemiyle dökülebilir. Bu durum bu yöntem ile dökülebilecek alaşımları sınırlandırmaktadır. İkiz merdaneli döküm yöntemi ile dökülebilecek alaşımlara **Tablo 3.1'de** verilmiştir [18].

Tablo 3. 1 İkiz merdaneli döküm yöntemine uygun bazı alaşımlar [18].

1xxx	1050	1060	1100	1145	1183	1190
	1193	1199	1200	1230	1235	135
3xxx	3003	3004	3005	3006	3105	
5xxx	5005	5010	5034	5050	5052	5056
	5033	5065	5086	5154	5182	5252
	5254	5356	5456	5457	5652	5657
6xxx	6063					
7xxx	7072					
8xxx	8006	8011	8021	8202	8079	8026

3.1 İkiz Merdaneli Döküm Yöntemiyle Üretilen 1xx serisi Alüminyum Alaşımları

İkiz merdaneli döküm yöntemiyle üretilen 1xxx serisi alüminyum alaşımları çeşitli mekanik işlemlerden sonra nihai olarak rulo, tabaka levha ve şerit formlarında elde edilebilmektedir. Otomotiv sektöründe ısı kalkanı ve oto plakası, enerji sektöründe transformatör, beyaz eşya sektöründe filtre, yapı inşaat sektöründe kapı, köşe profili, cami kubbe kaplaması ve izolasyon olarak yoğun kullanım alanı bulmaktadır.

4
ALÜMİNYUM ALAŞIMLARINDA TANE İNCELTME

Alüminyum alaşımları için tane inceltme yaygın bir uygulamadır. Kaba taneli bir yapının mekanik özelliklere olumsuz yönde etki etmesiyle birlikte bazı görsel problemeler de sebebiyet vermektedir. Geçmiş dönemlerden beri tane inceltme alaşımların mekanik özelliklerini iyileştirmek için endüstride yoğun ilgi görmüştür [19]. Mekanik özelliklerdeki iyileşme; ikincil fazların homojen dağılımı, homojen ve küçük gözeneklilik oluşumu, artan besleme özellikleri, yüzey kusurlarında azalma gibi nedenlerden ötürü gelmektedir. Bu özelliklerdeki iyileşmeye ilave olarak; tane boyutundaki incelmenin akma dayanımının artışı üzerinde olum yönde büyük bir etkisi vardır. Hall Petch denklemi ile bu iyileşme net bir şekilde açıklanmaktadır [20][21].

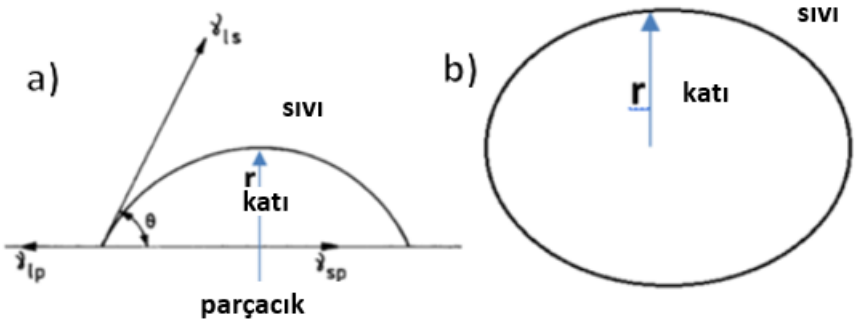
$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \tag{4.1}$$

Tane inceltici master alaşım ilavesi ile tane inceltme konusunda her ne kadar kapsamlı çalışmalar yapılıyor olsa da tam bir anlayış için hala eksik noktalar bulunmaktadır. Tane inceltici master alaşım ilavesi ile tane inceltme endüstriyel bir uygulama haline gelmiş olup, süreci araştırmak için çok sayıda hem teorik hem deneysel çalışmalar yapılmıştır. Bu bölümde dövme alaşımlarında tane inceltme işlemi için kapsamlı incelemeler sunulacak, kavramlar ele alınarak literatürdeki bulgulara değinilecektir [20].

Sıvı metalin katılaşırken taneler çekirdeklenme ve büyüme olaylarına gerçekleşmektedir [21]. Tane inceltme işlemlerinin detaylarına geçmeden önce çekirdeklenme ve büyümeyi iyi anlamak gerekmektedir. Bu sebeple incelemeler çekirdeklenme ve büyüme olayları ile başlayacaktır.

4.1 Çekirdeklenme

Metallerdeki taneler, 'çekirdeklenme' ile oluşmaya başlar. Metalin sıvıdan katıya dönüşümünde ilk aşama çekirdeklenmedir [20]. Sıvı fazdan katı faza dönüşüm süreci; sıvı faz soğuması, alt soğuma ve çekirdek oluşumu, katı faz büyümesi, katı fazın soğuması olmak üzere temel adımdan oluşmaktadır [22]. Heterojen çekirdeklenme ve homojen çekirdeklenme olmak üzere iki çekirdeklenme türü vardır. Çekirdek, kritik yarıçapa (r_c) ulaşmış ilk oluşumdur. Kritik yarıçapa ulaşmak için enerji bariyerinin aşılması gerekmektedir. Çekirdek oluşumu için sıcaklık kritik öneme sahiptir. Bu sebeple alt soğuma çekirdeklenme için itici güç sağlamaktadır [20]. Alt soğuma sıvı metalin teorik olarak ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklığa katılaşmadan soğuması olayıdır [22]. Homojen çekirdeklenme katılaşmanın bir paritkül üzerinden başlamadığı, sıvının tüm bölgelerinden eş zamanlı katılaşmanın gerçekleştiği durumdur [23]. Heterojen çekirdeklenme için sıvı metal içinde bazı safsızlıklar olması gerekir ve çekirdeklenme bu safsızlıklar üzerinden başar. Heterojen çekirdeklenme, enerjik olarak daha elverişli olduğu ve yabancı parçacıklar üzerinde çekirdeklenme aktivasyonu için daha az alt soğuma derecesi gerektiği için de tercih edilen mekanizmadır [20].



Şekil 4. 1 (a) heterojen çekirdeklenme (b) homojen çekirdeklenme. [13]

Şekil 4.1'de homojen ve heterojen çekirdeklenmedeki fark gösterilmektedir. Homojen çekirdeklenmede çok yüksek alt soğuma gerektiği için çoğu mühendislik uygulamalarında mümkün değildir [21]. Çekirdeğin bir kısmı, çekirdeklendiği parçacık yüzeyi tarafından barındırılır ve çekirdeklenme bariyerlerinde farklılıklar üretir [20].

Embriyonun kararlı hale gelmesi için erişmesi gereken kritik serbest enerji bariyerine çekirdeklenme bariyeri denir. Eşitlik 4.2'de homojen çekirdeklenme için serbest enerji bariyeri verilmiştir.

$$\Delta G^{*}homojen = \frac{16\pi_{sL}^{3}}{3\Delta G_{v}^{2}} \quad (4.2)[13]$$

Eşitlik 4.2'deki γsl: katı/sıvı ara yüzünün yüzey enerjisidir. ΔGv katılaşma için alt soğuma derecesinin, katılaşma entalpisinin bir fonksiyonudur. Eşitlik 4.3'te heterojen çekirdeklenme için sertbest bariyer eşitliği ile ilgili formül verilmiştir.

$$\Delta G^{*}heterojen = \frac{16\pi y_{sL}^{3}}{3\Delta G_{v}^{2}} f(\theta) \quad (4.3)[13]$$

Buradaki f(θ) 0 ile 1 arasında değer alan temas açısının fonksiyonudur. Temas açısı 0<θ<180 derecedir. Bu sebeple homojen çekirdeklenme için gereken kritik serbest enerji bariyeri, heterojen çekirdeklenme için gerekenden büyüktür. Daha güçlü heterojen ajanlar, daha düşük çekirdeklenme bariyeri ile sonuçlanan daha düşük temas açısına (θ) sahip olanlardır [20].

4.2 Büyüme

Büyüme çekirdeklenme olayından sonra gerçekleşen süreçtir. Bu adım, çekirdeklenmiş bölgenin makro boyuta büyümesinden oluşur. Sıvıdan katı faza dönüşüm, ısı salınımıyla gerçekleşen ekzotermik bir işlemdir. Saf metal için, kolonsal taneler kalıp duvarından başlayarak ısı akışına paralel olmayan yönde büyür. Bu taneler esasen düzlemsel morfolojiye sahiptir. Ancak, safsızlıkların veya alaşım elementlerinin varlığında, kolonsal tanelerin bölgesi dendritik morfolojiye sahip olsa da döküm malzemelerin merkezlerinde eş eksenli kristaller içeren bölge vardır.

Katılaşma sırasında parçacık büyümesinin, itici gücü ısı akışı tarafından alt soğuma ile yönetilir.Alaşım sistemlerinde, toplam alt soğuma çözünen difüzyonundan kaynaklanan yapısal alt soğuma tarafından domine edilir. Taneler büyüdükçe, çözünenler katı/sıvı arayüzünde reddedilir ve ayrılmış çözünenler nedeniyle ara yüzün önünde alaşım elementlerinde açısından daha yüksek konsantrasyona sahip bir tabaka oluşturur. Bu tabaka, alaşım yapısı ve erime sıcaklığı açısından sıvının geri kalanından farklıdır ve bu da yapısal alt soğuma olarak bilinen yerel bir alt soğumaya neden olur. Bir alaşım sistemindeki büyümenin itici gücü yapısal alt soğumadır. Bu nedenle, büyüme hızı alaşım bileşimine bağlıdır [20].

4.3 Kimyasal Tane İnceltme

Döküm sırasında oluşan tane boyutu ve dağılımı malzemelerin tüm özelliklerini etkileyen önemli bir döküm karakteristiğidir. Tane boyutu ve dağılımlarının kontrolü çoğunlukla çekirdekleyiciler ile sağlanır. Al için en uygun çekirdekleyiciler TiB_2, AlB_2, TiC'dur. Alaşım elementleri arasında katı parçacıkların büyümesini en fazla etkileyen elementi Ti'dir. Bu sebeple Ti içeren master alaşımlar yoğun olarak tercih edilmektedir [33]. Çekirdekleme potansiyeli temas açısına bağlı olduğu bilinmektedir. Kimyasal özelliklerin aynı olması durumunda kafes parametreleri önem kazanır [32].

Kafes uyumsuzluğu (δ) aşağıdaki eşitlikteki gibi tanımlanır.

$$\delta = \Delta a/a \qquad (4.4)[32]$$

Eşitlik 4.4'teki a kristalin kafes parametresidir. Kafes parametreleri arasındaki fark ise Δa.'dır. Al için bazı çekirdekleyiciler ait bilgiler **Tablo 4.1'de** verilmiştir.[32]

Tablo 4. 1 Alüminyumda çekirdeklenmeyi sağlayan bazı bileşiklere ait bilgililer.[32]

Bileşik	Kristal yapı	Yakın düzlemler için Kafes uyumsuzluğu	Çekirdekleme etkisi
VC	Kübik	0·04	Güçlü
TiC	Kübik	0·060	Güçlü
TiB_2	Hexagonel	0·048	Güçlü
AlB_2	Hexagonel	0.038	Güçlü
ZrC	Kübik	0·145	Güçlü
NbC	Kübik	0·086	Güçlü
W_2C	Hexagonel	0·035	Güçlü
Cr_3C2	Karmaşık	-	Zayıf ya da hiç
Mn_3C	Karmaşık	-	Zayıf ya da hiç
Fe_3C	Karmaşık	-	Zayıf ya da hiç

Kimyasal tane inceltme katılaşma hızının yüksek olduğu döküm yöntemlerinde tercih edilen uygulamadır. Alüminyum alaşımlarında genel olarak belirli konsantrasyonlardaki Ti ve B ya da her ikisini içeren master alaşımlar tercih edilmektedir. Alüminyum alaşımlarında tane inceltici olarak titanyumun kullanılması ile ilgili her ne kadar yoğun araştırmalar yapılmış olsa da Titanyum ve Borun eş zamanlı kullanılması ile ilgili anlaşmazlıklar ve belirsizlik devam etmektedir.

Alüminyum sektöründen kullanılan master alaşımlardaki $TiAl_3$ fazlarının sayısı ne kadar çok ve boyutları ne kadar az ise tane inceltme performansı o kadar yüksek olduğu bilinmektedir. Al-Ti-B master alaşımlarının sektörde yoğun olarak tercih edilmesinin sebebi; sadece titanyum kullanımında bekleme süresi uzadıkça tane inceltme performansının kaybolduğu deneyimlere dayanmaktadır. $TiAl_3$ bileşiğinin artan bekleme süresiyle tane inceltme performansının azalması bu partiküllerin çözünmesi nedeniyle olduğu gözlemlenmiştir [24].

Alüminyum alaşımlarında tane inceltme işlemini bileşimin yanında kesit kalınlığı ve döküm yöntemi de etkilemektedir. Buradaki kritik etken katılaşma hızıdır. Kalın kesitlerin farklı bölgelerinde katılaşma hızları farklıdır ve katılaşmayı istenilen şekilde gerçekleştirmek zordur. Al sürekli levha dökümünde kesit ince olmasına rağmen katılaşma hızı çok yüksektir. Bu sebeple tane inceltme işlemi ayrı öneme sahiptir [24].

4.4 Alüminyum Alaşımlarında Kullanılan Tane İnceltici Master Alaşımlar

4.4.1 Al-Ti-B Master Alaşımları

Dövme alüminyum alaşımları için endüstride en yaygın olarak kullanılan master alaşımlar Al-Ti-B master alaşımlarıdır ve çubuk, külçe formunda ticari olarak ulaşılabilirlerdir. Bu master alaşımlar Al_3Ti ve TiB_2 intermetalik parçacıkları olan α-alüminyum matrisinden oluşmaktadır. Genel olarak bu alaşımlar sıvı metal ile eklendiğinde; α-alüminyum ve Al_3Ti sıvı metal içinde çözündüğü**,** TiB_2 'nin ise heterojen çekirdekleyici ajan olarak hareket etmek üzere çözünmediği düşünülmektedir. Ticari olarak farklı Ti/B oranı içeren Al-Ti-B 5/1, Al-Ti-B 3/1, Al-Ti-B 5/0,2 gibi master alaşımlar vardır. TiB_2 oluşumu için gereken Ti/B oranı 2,22 olduğu bildirilmiştir. Bu orandan daha fazla Ti, Al_3Ti oluşumuna karışır. Ti/B oranı 2,22'den küçük olan master alaşımlarında $A_{l3}Ti$ parçaları görülmez, sadece TiB_2 parçaları görülür [20].

Cr, Zr ve Vanadyum elementlerinin AlTiB master alaşımın inceltme etkinliği azalttığı bilinmektedir. Buna literatürde zehirleme etkisi olarak tanımlanmaktadır. AlTiB master alaşımlarının bir diğer dezavantajı solmadır. Bu durum tane incelticilerin sıvı metale eklendikten sonra katılaşmaya kadar olan süreyle ilgilidir. Eğer bu süre uzunken elde edilen tane yapısı, kısayken elde edilen tane yapısından daha kaba ise bu olay solma olarak adlandırılır.[20] Al-Ti-B'deki solma problemi temas süresinin uzun olduğu durumlarda TiB2 partiküllerinin aglomere olması ve çökmesi sebebiyle oluşur. Yapılan çalışmalar TiB2 parçacıklarının uzun temas süresinde yapışma eğiliminde olduğunu

ortaya koymuştur. Bu, dökümün dibine çöken TiB_2 tabakasının oluşumuyla sonuçlanır. İlave olarak, TiB_2 parçacıkları Al eriyiğinden daha yoğundur ve bunun dökümün alt kısmındaki çökelme davranışını arttırdığı bilinmektedir. Karıştırma bu problemi kısmen sınırlandırabilecek bir çözüm olarak tanımlanmıştır [25]. İlginç bir şekilde, büyük TiB parçacıklarının yalnızca Al eriyiğine ilave edildikten sonraki kalma süresi sırasında değil, aynı zamanda bazı alaşımın kendisinin oluşum süreci sırasında da oluştuğu bulundu. TiB_2 parçacıklarının topaklaşmasının ana nedeni, parçacıkların üretiminde kullanılan tuzdur [20].

Al-Ti-B master alaşımını üretmenin birçok yolu vardır, ancak endüstrilerde en yaygın kullanılan yöntem alüminyumla halojenür tuzları kullanan yöntemdir. Endüstriyel olarak, erimiş alüminyuma inorganik tuzlar potasyum floroborit ve potasyum florotitanat (KBF_4 ve K_2TiF_6) eklemekten oluşur. Sonuç olarak, Al bu tuzları indirgeyerek Al-Ti-B ana alaşımını ve bir $KF-AlF_3$ flaksını oluşturur [25, 26]. Titanyum ve Boru element formunda eklemek yerine bu tür bir yolun kullanılmasının hem teknik hem de ekonomik avantajlar sağladığı bildirilmiştir [25]. Eriyik temizliği ve alaşım bileşiminin kontrolü genellikle bu tür endüstriyel rota kullanılarak elde edilir [26]. Ancak, bu tür üretim işlemlerinden kaynaklanan bazı dezavantajlar vardır, burada ana sorunun TiB_2 parçacıklarının aglomerasyon eğilimi olduğu bildirilmiştir. Bu tür bir aglomerasyon, Al'in KBF_4 ile reaksiyonu sonucunda oluşan $KF-AlF_3$ flaksını master alaşım içinde kalması sonucunda meydana gelebilir [20]. Deneysel olarak, TiB_2 parçacıklarının potasyum kriyolit flaksı tarafından ıslatılmasının aglomerasyona katkı sağladığı bulunmuştur [26].

TiB_2 aglomerasyonlarına neden olan diğer faktörler arasında oksit filmlerine tutunma, Al_3Ti tabakası tarafından yüzeye yapışma ve filtrelerde büyümedir. Sanayi uygulamalarında filtreleme sistemlerinin bu tür topaklanmaların olması durumunda etkin çalışmadığı raporlanmıştır. Topaklanmaların olduğu alanların yüzey beklentisi kritik olan problemlere sebebiyet verdiği bilinmektedir [27].

4.4.2 Al-Ti-C Master Alaşımları

Al-Ti-C tane incelticileri üretme süreci bor içermeyen bir tane inceltici geliştirmek amacıyla başlamıştır. Al-Ti-C master alaşımlarına ihtiyaç Al-Ti-B alaşımlarındaki aglomerasyonun önüne geçmek amacıyla doğmuştur. AlTiC 5/0,2, AlTiC 3/0,5 gibi farklı Ti/C oranlarında master alaşımlar günümüzde kullanılmaktadır.

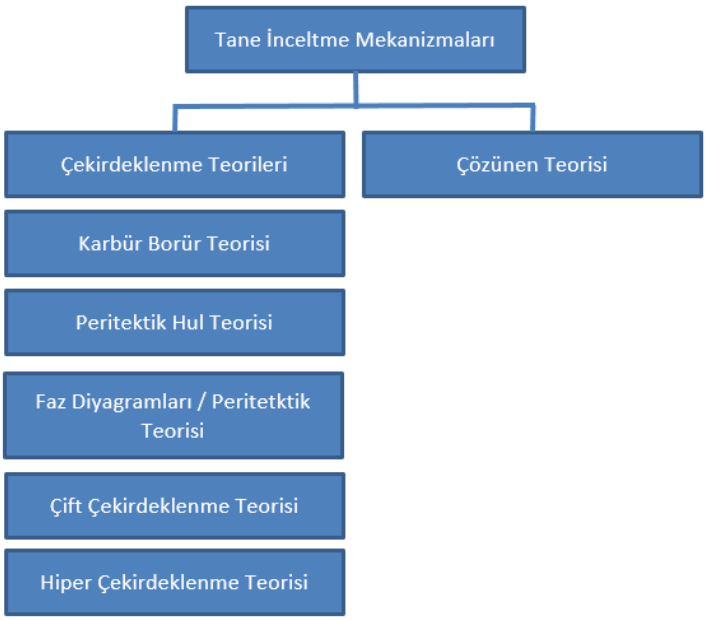
AL-Ti-C master alaşımlarının mikroyapısı alüminyum matrisi ve alüminyum matrisinde dağılmış TiC ve Al_3Ti parçacıklarını içermektedir [25]. AlTiB ile karşılaştırıldığında tuzların olmaması nedeniyle daha az aglomerasyon eğilimi ve filtrasyonlarda daha az tıkanıklık eğilimi olduğu gösterilmiştir [27].

Al-Ti-B yerine Al-Ti-C kullanılması bazı bulgularda daha düzgün mikro yapı ve daha düzgün ötektik reaksiyon göstermiştir; bu da homojenizasyon sürelerini azaltırken geliştirilmiş düzgün özellikler sunmaktadır. Bildirilen bir diğer avantaj ise Al-Ti-C ana alaşımının yüksek mukavemetli alaşımlarda Zr ve Cr'nin zehirleyici etkisine karşı daha yüksek bir dirence sahip olmasıdır [20]. Al-Ti-C tane incelticilerin kritik uygulamalar için Al-Ti-B ana alaşımlarına alternatif olarak kullanıldığı bildirilmektedir.

Al-Ti-C ana alaşımlarının tane boyutu küçültme açısından geleneksel Al-5Ti-1B ana alaşımı kadar etkili olduğu bildirilmiştir [28].

4.5 Tane İnceltme Mekanizmaları

Literatürde tane inceltme mekanizmaları ile ilgili her ne kadar çok çalışma olsa bu teorilerin hiçbiri tane inceltme deneylerinde elde edilen bulguların hepsini açıklayamamıştır. Mark Easton ve David Stjhon bu mekanizmaları çekirdeklenme ve çözünen teorileri olmak üzere **Şekil 4.2'de** gösterildiği şekilde iki gruba ayırmıştır [20][28].



Şekil 4. 2 Çözünen ve çekirdeklenme Teorileri

4.5.1 Karbür / Borür Teorisi

Bu teoriyi en başta Cibula tarafından önermiştir. Karbür/borür teorisi göre heterojen çekirdeklenmeyi TiB_2/TiC parçacıklar sağlar. Bunu ispat edebilmek amacıyla Reif ve Banerji Al-Ti-C master alaşımını üretti ve başarılı bir tane inceltici olarak değerlendirilmiştir. AlTiC üreticileri katılaşmış tanelerin merkezlerinde karbon ve titanyumun bulunduğu göstermişler ve bu gösterim de Cibula'nın TiC'un tane incetlmedeki gücü hakkındaki görüşlerini desteklemiştir [20][29].

Cibula, Jones ve Pearson'un, TiB_2 parçacıklarının Al içinde çekirdekleyici olarak hareket ettiğine dair görüşleri yapılan radyografi deneyleri ile doğrulanmıştır [20][29].

Maxwell ve arkadaşları TiB_2 ve TiC parçacıklarının alüminyumu çekirdekleyebilmesi için bir miktar alt soğuma gerekmesine rağmen Al_3Ti parçacıklarının alüminyumu çekirdekleyebilmesi için alt soğuma gerekmediğini dolayısıyla Al_3Ti'nın TiB_2 ve TiC'a göre daha iyi bir çekirdekleyici olduğunu ileri sürmüştür [20][29].

Arnberg ve arkadaşları Al_3Ti'un TiB_2/TiC/AlB_2 ile karşılaştırıldığında Al ile iyi bir eşleşmeye sahip olmasını ve fazla sayıda düzlem sunduğunu kanıt göstererek daha iyi bir çekirdekleyici olduğunu ileri sürmüştür. Yapılan deneysel çalışmalardaki sonuçlar Al_3Ti parçacıkların varlığında borürlerin tane sınırlarına itildiğini ve katılaşmış Al tanelerinin merkezlerinde Al_3Ti bulunulduğunu göstermiştir [20][29].

4.5.2 Peritektik Reaksiyona Dayalı Faz Diyagramları Teorileri

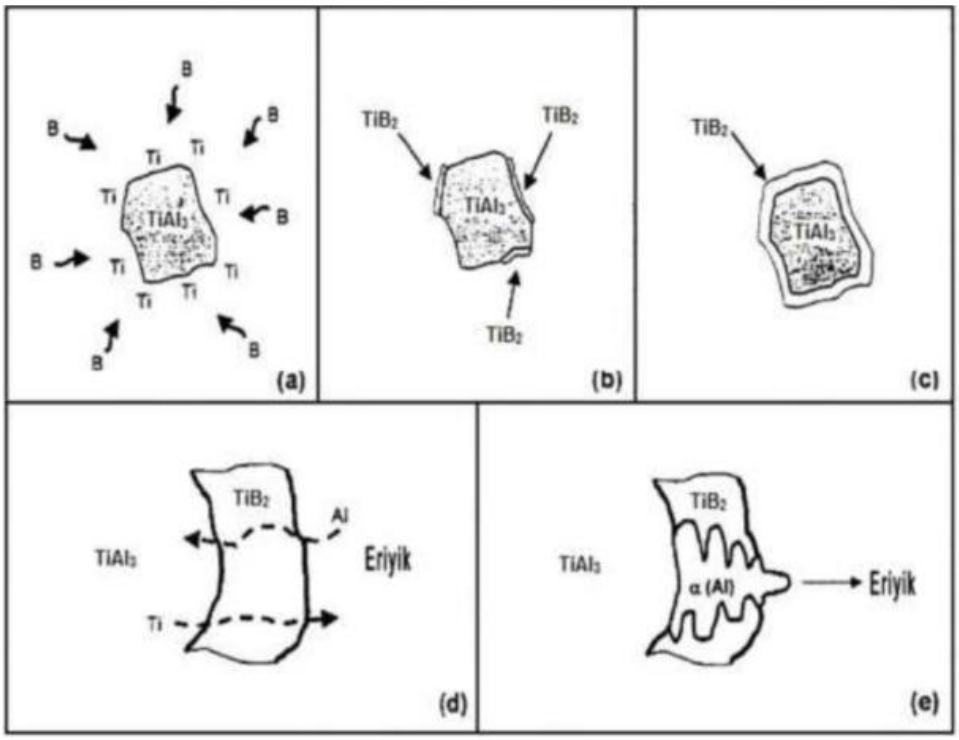
Yapılan birçok çalışma Al_3Ti parçacıklarının alüminyumu çekirdeklemede daha iyi olduğu sonucuna varmıştır. Al_3Ti'nın mevcudiyetinde alüminyumun çekirdeklenmesi meydana gelir. Alüminyumun çekirdeklenmesi için Al_3Ti parçacıklarının eriyikte kararlı olması gerekir. Çekirdeklenme Al_3Ti parçacıkları üzerinden peritektik reaksiyon ile gerçekleştiği bilinmektedir. Fakat Al_3Ti parçacıkları eriyikle temas ettiğinde çözünme sorunları vuku bulmaktadır. Al-Ti faz diyagramları incelendiğinde peritektik reaksiyon gerçekleşmesi minimum % 0,15 Ti konsantrasyonda olması gerekmektedir. Fakat sektördeki Al-Ti-B master alaşımlarındaki Ti miktarı genel olarak bu değerin altındadır [29].

Alternatif çalışmalar $TiAl_3$'ün çözünmeden önce düşük miktarlarda bile Al çekirdekleyeceğini öne sürmüştür. Çalışmaya göre döküm öncesi master alaşımların sıvı metal içerisindeki bekleme süresinin artması çözünmeyi arttıracağı sebebiyle tanelerin daha kaba olacağını bildirmiştir. $TiAl_3$'nin alüminyum içinde ne kadar sürede

çözüneceğine dair pek çok çalışma yapılmıştır. Guzowski ve arkadaşları çözünme süresini 700 °C'de 30 dakika olarak analiz etmişken, Jones ve Pearson çözünme süresini 30 saniye olarak analiz etmiştir [20].

4.5.3 Peritektik Hulk Teorisi

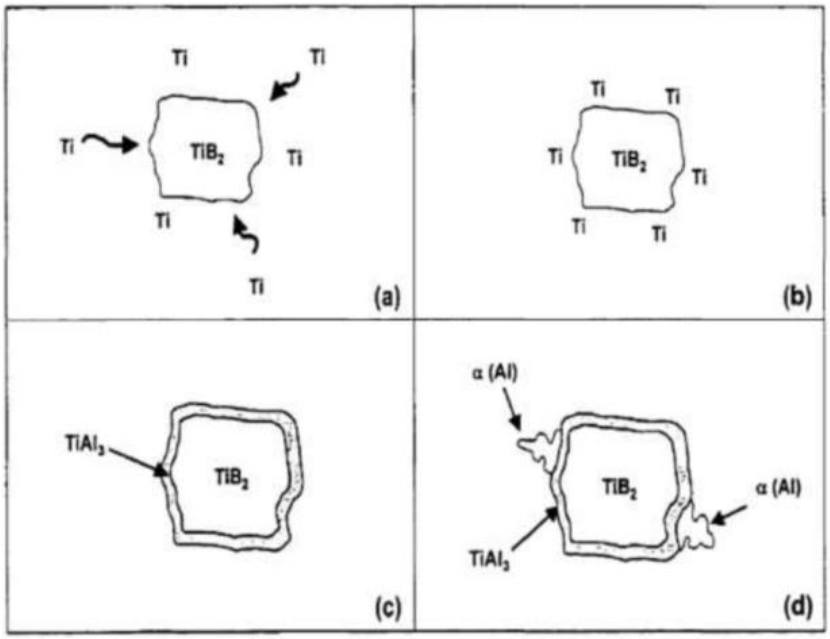
Bu teori Dong ve Backerud adlı araştırmacılar tarafından öner sürülmüş ve diğerleri tarafında da bu teoriyi desteklenmiştir. Peritektik Hulk teorisi $TiAl_3$ bileşiğinin TiB_2 bileşiğinden daha iyi bir çekirdekleyici olduğunu savunarak, TiB_2'lerin $TiAl_3$'lerin çözünmesini yavaşlattığını açıklamıştır. **Şekil 4.12'de** Peritektik hulk teorisi şematik olarak gösterilmiştir [23].



Şekil 4. 3 Peritektik hulk teorisi şematik gösterimi; a) $TiAl_3$'ün çözünmesi ve Bor' atomlarının yayınımı, b) Yüzeydeki TiB_2 bileşikleri, c)TiB_2'nin Al_3Ti'çevreleyen tabaka oluşturması, d)Al ve Ti'nin aynı anda büyümesi, e) α-Al ve çekirdeğin oluşumu [23].

4.5.4 Hiper Çekirdeklenme Teorisi

Bu teori Jones tarafından ileri sürülmüştür[20]. Teoriye göre çözünmüş titanyum, eriyikten TiB_2 - sıvı ara yüzeyine yerleşir, ince bir $TiAl_3$ tabakası oluşturur ve soğuma sonrası çekirdeklenme buradan gerçekleşir. Bu mekanizmaya göre sönüm TiB_2 partiküllerinin aglomere olması ve yoğunluğu nedeniyle çökelmesi nedeniyle gerçekleşmektedir. Her ne kadar sönüm ile ilgili deneysel kanıtlar olsa dahi termodinamik olarak kanıtlanamamıştır [30].

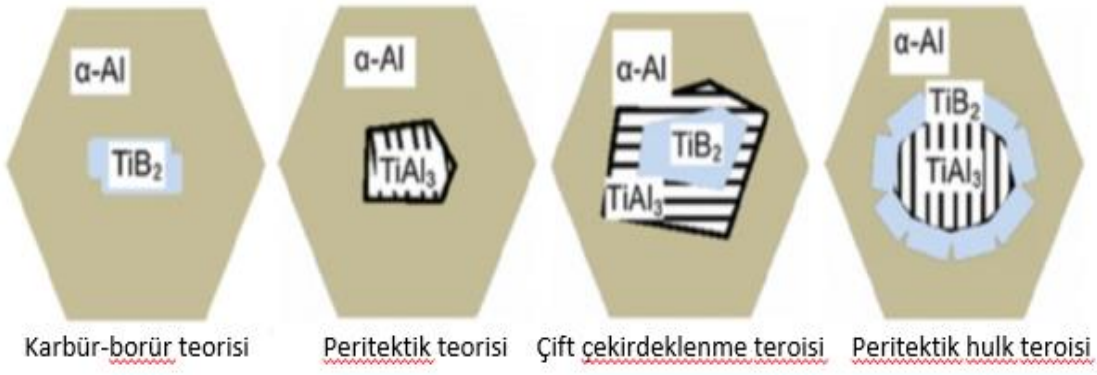


Şekil 4. 4 Hiperçekirdeklenme teorisi şematik gösterim a) Aşırı Ti, b) TiB_2 ile sıvı ara yüzeyindeki Ti, c) TiB_2 bileşiğinin çevresindeki $TiAl_3$ tabakası, d) α-Al'ün çekirdeklenmesi [30].

4.5.5 Çift Çekirdeklenme Teorisi

Bu teoriye göre çekirdeklenme TiB_2 partiküllerini saran Al_3Ti üzerinden gerçekleşmektedir. Mohanty ve arkadaşları yaptıkları denemelerde sıvı metale Ti eklememiş ve TiB_2 varlığında herhangi bir çekirdeklenme, incelenme olmadığı tespit edilmiştir. Yine bu çalışmalarda TiB_2'nin tane sınırlarında olduğu belirlenmiş, bu da Ti olmadan TiB_2'nin zayıf bir çekirdekleyici olduğu doğrulanmıştır. Sıvı metale Ti eklenmesi ile TiB_2 partiküllerinin tane merkezlerinde bulunduğu önemli bir inceltme verimliliği ile sonuçlanması da bu bulguyu destelemektedir. Yapılan deneysel çalışmalarda, ötektik üstü bileşimde; alüminyum taneleri ile TiB_2 arasında Al_3Ti olduğunu göstermiştir. Bu mekanizmanın simülasyonu, Schumacher ve Greer tarafından metalik cam kullanılarak deneylerle gerçekleştirilmiş ve burada alüminyum açısından zengin bir metalik cama (Al85Ni5Y8Co2) Al-Ti-B ana alaşımı eklenmiştir. Sonuçlar, Al_3Ti tabakasıyla çevrili borür parçacıklarını göstermiş ve bu tabakanın da alüminyum ile çevrili olduğu belirtilmiştir [20].

Genel olarak yapılan deneysel çalışmaların hepsi tek bir mekanizma tarafından desteklenememektedir. Şekil 4.5'de çekirdeklenme mekanizmalarına ait özet bilgililer görsel olarak verilmiştir.



Şekil 4. 5 Farklı teoriler ile Al'un çekirdeklenmesi[20]

4.5.6 Çözünen Teorisi

Bu teoride Johnson ve arkadaşları tane inceltme sürecini hem çözünen maddelerin hem de çekirdekleyicilerin etkilediğini öne sürerek açıklamayı hedeflemiştir. Saf alüminyumda en etkin tane inceltici parçaların olması halinde bile çözünen madde olmaması nedeniyle tane inceltmenin başarılı olmamasının beklendiği bildirilmiş. Bu düşüncede ince taneli yapıyı elde etmek için yeterli miktarda çözünen maddenin olması gerektiğini kanıtlanmıştır.[20]

Çözünen maddelerin tane boyutu üzerindeki rolünü anlamak için dikkate alınması gereken iki temel kavram vardır. Birincisi, büyüme kısıtlama etkisi; ikincisi ise yapısal aşırı soğumadır.

4.5.6.1 Büyüme Kısıtlama Faktörü

Çözünen madde paradigmasına göre, çözünen elementlerin tane büyümesini kısıtlayabildiğine inanılmaktadır. Katılaşma sırasında, çözünen maddeler (büyüyen tane/eriyik) ara yüzünde ayrışarak tanelerin daha fazla büyümesini kısıtlar. Ayrışan elementlerin katı/sıvı ara yüzünün büyümesi üzerindeki etkisini analiz etmek için büyüme kısıtlama faktörü önerilmiştir. Pearson ve Keans tarafından gerçekleştirilen deneysel sonuçlar, bu büyüme kısıtlama faktörünün artırılmasıyla alüminyum tane boyutunun önemli ölçüde düştüğünü doğrulamıştır. En yüksek büyüme kısıtlama faktörüne sahip olan elementin Ti olması, tane inceltici olarak yoğun tercih edilmesini açıklamaktadır. Bazı elementlere ait büyüme kısıtlama faktörleri **Tablo 4.2'de** verilmiştir. [20]

Tablo 4. 2 Bazı elementlerin büyüme kısıtlama faktörleri [21].

Element	ki	mi	Max. konsantrasyon	m(k-1)
Ti	7,8	33,3	0,15	~220
Ta	2,5	70	0,1	105
V	4	10	~0,1	30
Hf	2,4	8	~0,5	12,2
Mo	2,5	5	~0,1	7,5
Zr	2,5	4,5	0,11	6,8
Nb	1,5	13,3	~0,15	6,6
Si	0,11	-6,6	~12,6	5,9
Cr	2	3,5	~0,4	3,5
Ni	0,007	-3,3	~6	3,3
Mg	0,51	-6,2	~3,4	3
Fe	0,02	-3	~1,8	2,9
Cu	0,17	-3,4	33,2	2,8
Mn	0,94	-1,6	1,9	0,1

4.6 Katılaşma ve Yapısal Aşırı Soğuma

Çekirdekleyici ajanlarda çekirdeklenmeyi başlatmak için belirli bir miktar alt soğuma olması gerektiği kabul edilir. Bu noktada çözünen maddelerin bu alt soğumayı sağladığı bulunmuştur. Bu alt soğuma Ivantsov tarafından; katılaşma cephesine komşu eriyik tabakası tarafından gerçekleşen difüzyonel süreç nedeniyle difüzyonel alt soğuma olarak adlandırılmıştır [20]. Çekirdeklenme olayının gerçekleşmesi için belirli bir miktar yapısal aşırı soğuma oluşması gerekir. Katılaşmanın başlangıcında, çekirdeklenme için itici gücün kalıp duvarlarına yakın termal alt soğutma olduğuna inanılmaktadır [20].

Konuyu daha detaylı anlamak amacıyla öncelikle terimleri tanımlamak gerekir. Bu bölümde ilk saf ve alaşımlarım katılaşma süreçlerine değinilecek ardından yapısal aşırı soğuma konusu detaylandırılacaktır [32][34][35].

Büyüme hızı (R); katılaşmada esnasındaki büyüme hızını ifade eder.

Sıcaklık gradyanı (G): Sıvı metal ile ara yüzey arasındaki sıcaklık değişimidir.

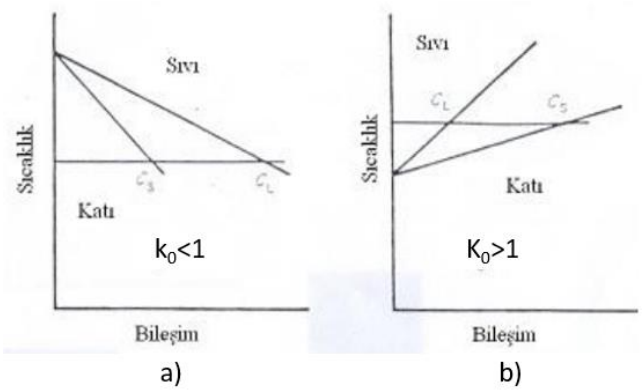
Difüzyon katsayısı(D) : Yayınım katsayısıdır.

Liküdüs eğrisinin eğimi(m): $k_0<1$ için negatif olarak ifade edilir.

Denge dağılım katsayısı (k_0): Alaşımların (tek fazlı) katılaşmasında, T sıcaklığında katılaşmakta olan sıvının bileşimi CL, oluşan katının bileşimi da CS ise;

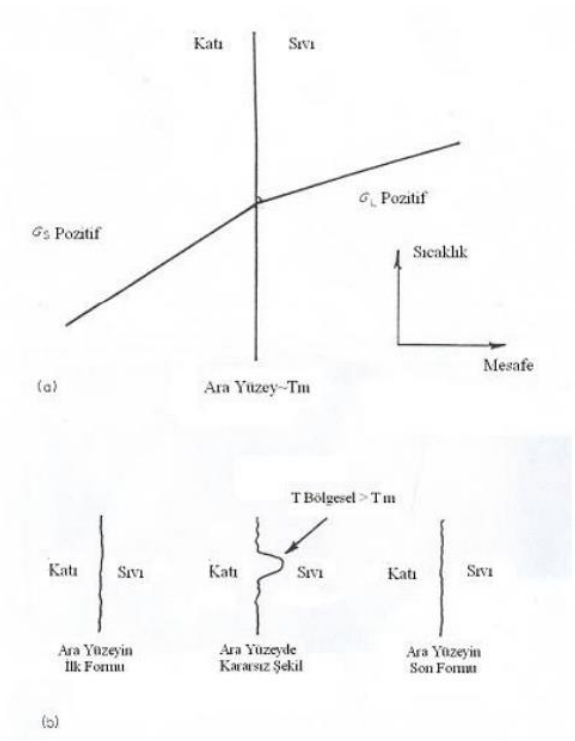
$$k_0 = \frac{Cs}{Cl} \qquad (4.5)[32][35]$$

Şekil 4.6 Farklı eğrilere ait ikili faz diyagramının saf metal köşesini göstermektedir. Artan çözünen ile birlikte liküdüs sıcaklığı artıyorsa $k_0>1$ ve aksi durumda $k_0<1$'dir [32][34][35].



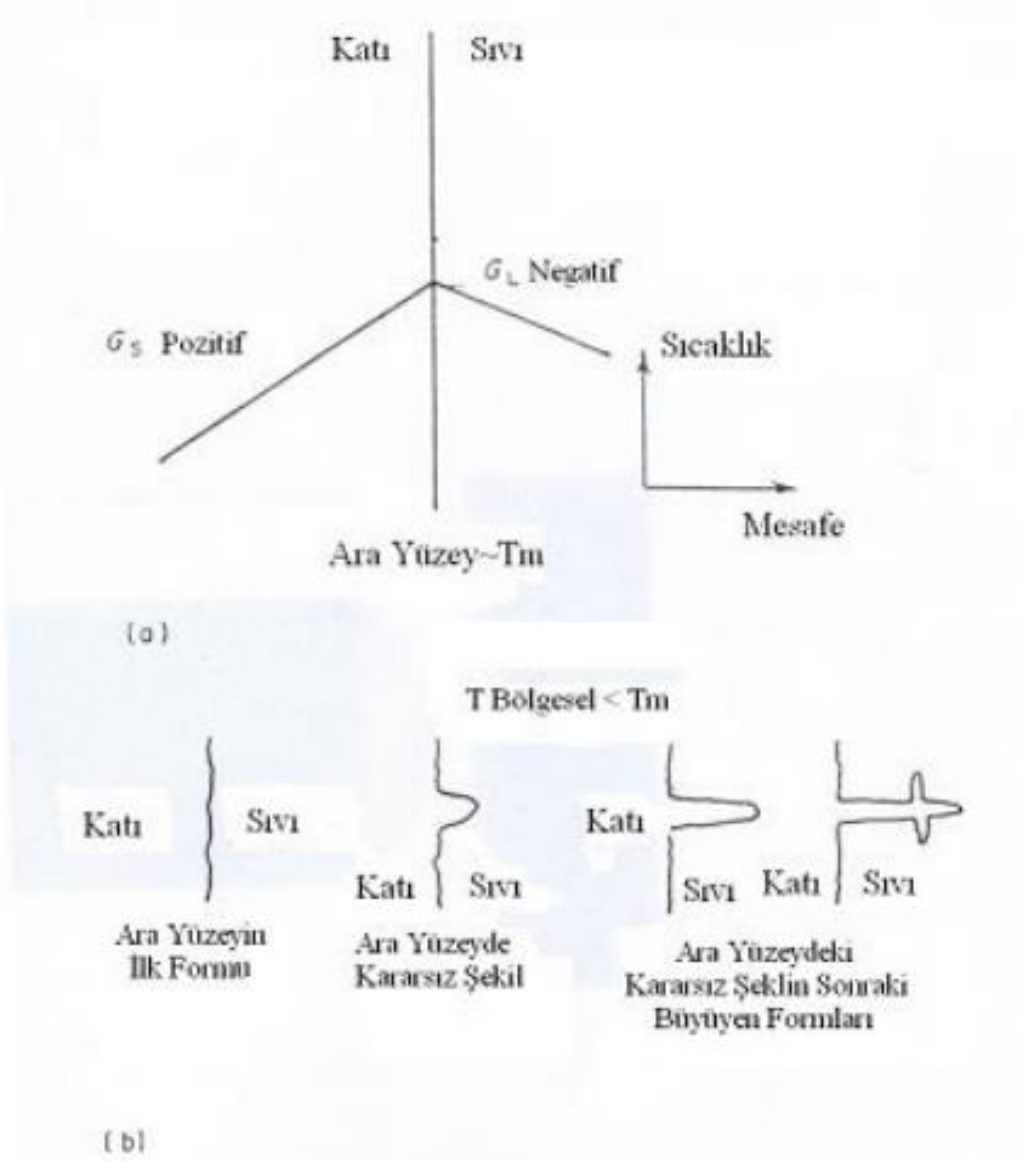
Şekil 4. 6 Faz diyagramı a) $k_0<1$ b) $k_0>$. [32][35]

Sıcaklık gradyanının pozitif olduğu bölgede, ara yüzeyden katıya doğru ısı akışıyla saf metalin büyümesi kontrol edilir. Metal ve metal dışı malzemelerde ara yüzeyin ilerlemesi kararlı olmalıdır. Kararsızlığın olması durumunda sıcaklığın daha fazla olduğu bölgeye doğru ilerler ve dengeyi korumak amacıyla hızlıca ergir. Belirtilen olaylara ait şematik gösterim **Şekil 4.7'de** gösterilmiştir.



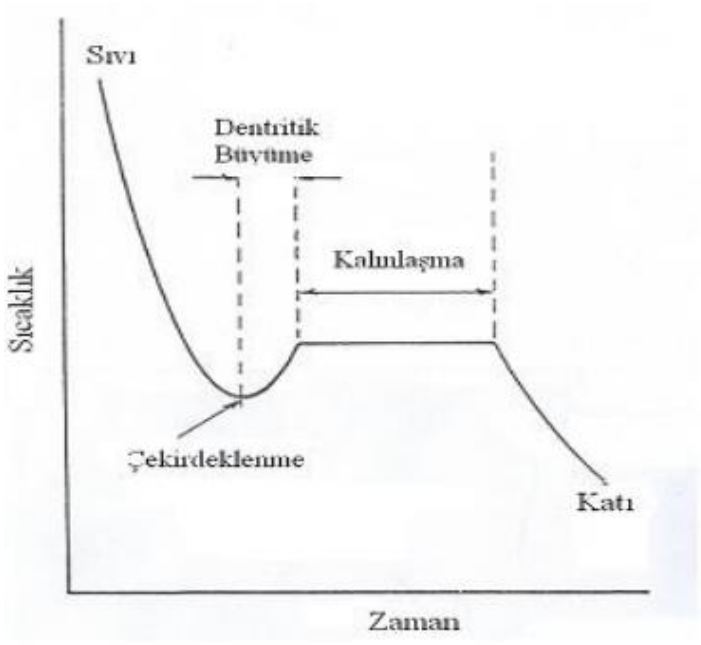
Şekil 4. 7 a) Ara yüzey şeması(pozitif sıcaklık gradyanı). b) Kararsız çıktı ve bu çıktının sıcaklığının yüksek olması nedeniyle yeniden ergimesi [32][35].

Serbest enerji gradyanı tersine döndüğünde karasızlık yaratır ve bu durum, büyümekte olan yüzeyin kırılmasına neden olur. Bu kırılma süreci **şekil 4.8'**de gösterildiği gibi büyümeye devam etmesini sağlar. Böylece, yüzey dentritik olarak büyür [34][35].



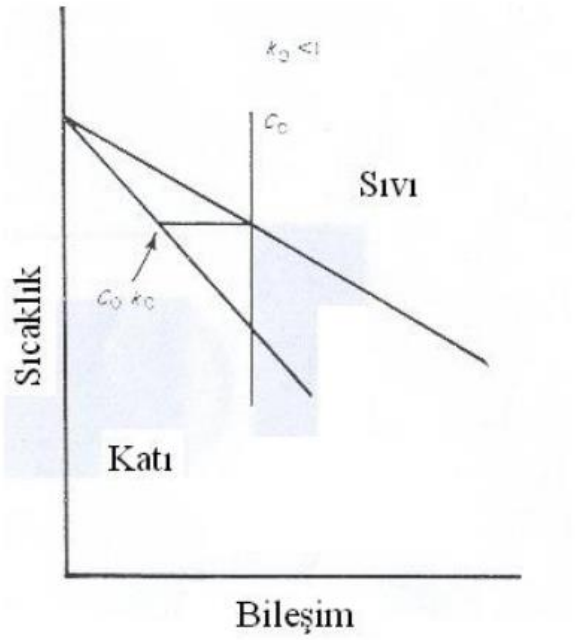
Şekil 4. 8 a) Pozitif negatif sıcaklık gradyanları. b) uç sıcaklığının ergime sıcaklığının altında olduğu durumda çıktı kararlı hale gelir ve büyür [32][35].

Uygulamada bu durumlar yalnızca saf malzemelerde ilk çekirdeklenmeden aşaması ve dendrit kollarının kalınlaşmaya başladığı döneme kadar olan süreçte görülür. Bu nedenle, tipik bir soğuma eğrisi, **Şekil 4.9**'daki gibi olabilir [35].

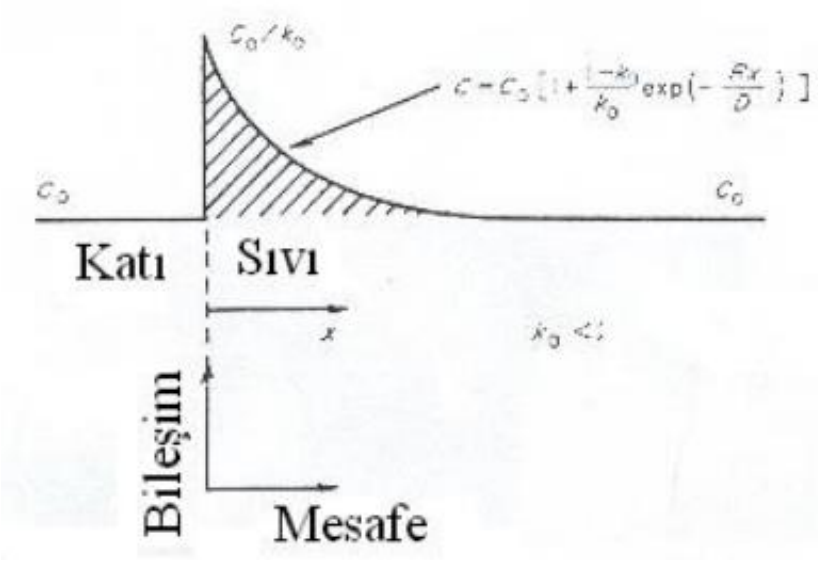


Şekil 4. 9 Önceki bölümde belirtilen büyüme olaylarına sebebiyet veren saf metallere ait soğuma eğrileri [32][35].

Saf olmayan metallerde katılaşma, çözünenin yeniden dağılımı nedeniyle daha karmaşıktır. İlk katılaşan katının kompozisyonu K_0C_0 ile ifade edildiği Şekil 4.10'da görülmektedir. Difüzyon ve tam karışım durumlarında iki farklı dağılım şekli vardır [32][34][35].

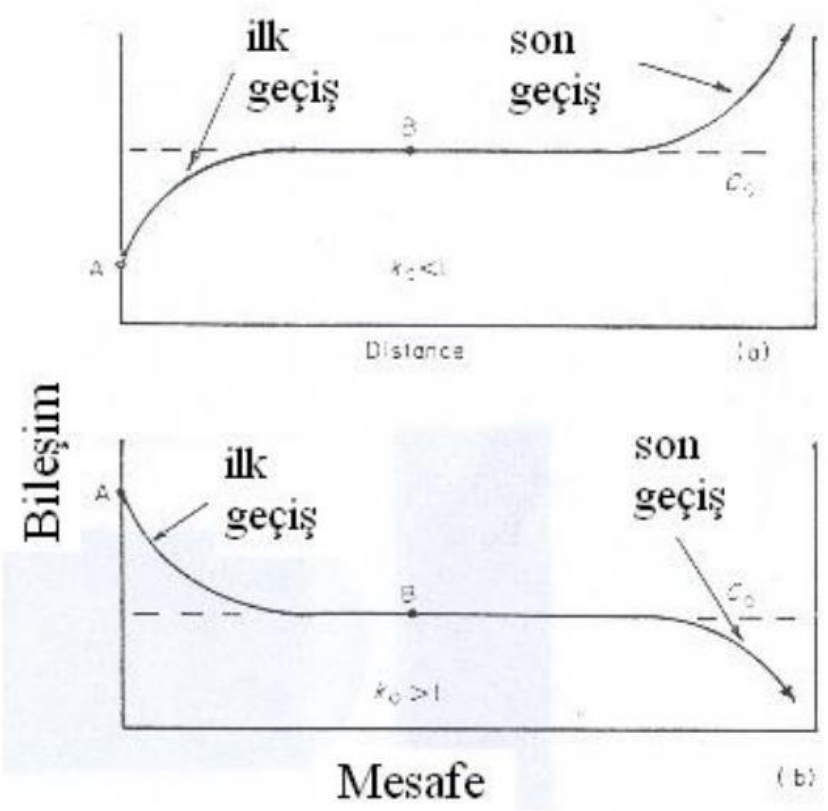


Şekil 4. 10 İlk kompozisyon değişimlerini gösteren faz diyagramın bölümü(C_0 kompozisyonlu ve alaşımda $k_0<1$ olduğu durum) [32][35].



Şekil 4. 11 Çözünenin difüzyonla yeniden dağılımı durumunda mesafeyle değişimi (Kararlı hal katılaşması durumu ve k0<1) [32][35].

Şekil 4.11'de ara yüzey önündeki çözünen profilinin mesafeyle değişimi verilmiştir [32][34][35].



Şekil 4. 12 Çözünenin yeniden dağılımının yalnızca difüzyonla olması durumudaki konsantrasyon-mesafe eğrileri [32][35].

Bir sıvının çubuk şeklindeki kalıba döküldüğünde, katılaşma bir taraftan başlayarak diğer tarafa doğru ilerler. Bu süreçte, **Şekil 4. 12'de** gösterilen ilk ve son geçiş noktaları ortaya çıkar. Farklı noktalarında oluşan katının kompozisyonları C_0k_0 ve C_0 olarak tanımlanır [35].

4.6.1 Yapısal Aşırı Soğuma

T_l (Likündüs sıcaklığı) aşağıdaki şekilde hesaplanabilir.

$$T_L = \mathrm{Tm} - mC \quad (4.6)\ [35]$$

Bu eşitlikte Tm saf metalin ergime sıcaklığını C ise sıvının kompozisyonunu ifade etmektedir. İlk kompozisyonu Co alaşımın ara yüzeyin ergime sıcaklığı T_i eşitlik 4.7 ile bulunabilir.

$$T_i = \mathrm{Tm} - \frac{mC_0}{k_0} \quad (4.7)\ [35]$$

Denge likündüs sıcaklığı ise eşitlik 4.8'ile hesaplanabilir.

$$T_L = \mathrm{Tm} - mC_0\left[1 + \frac{1-k_0}{k_0} exp\left(-\frac{R_x}{D}\right)\right] \quad (4.8)\ [35]$$

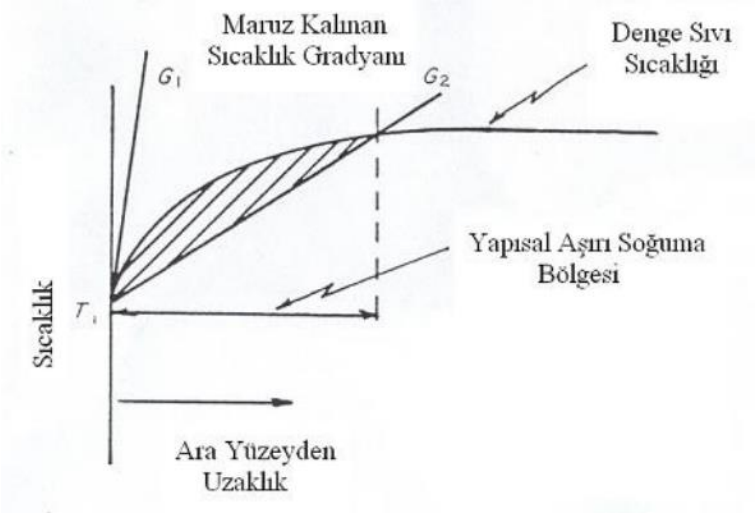
4.6'daki eşitlik kullanılarak bu eşitlik yeniden yazılabilir.

$$T_L = \mathrm{Ti} + \frac{mC_0(1-k_0)}{k_0}\left[1 - exp\left(-\frac{R_x}{D}\right)\right] \quad (4.9)\ [35]$$

Aşağıdaki eşitlikten sıvıdaki sıcaklık bulunabilir.

$$T = T_i + G_x \quad (4.10)\ [35]$$

Burada, ara yüzeyin önündeki sıcaklık gradyanı söz konusudur. Bu sıvının sıcaklığı likündüs sıcaklığının atına düşerek yapısal aşırı soğuma durumunu meydana getirir. Bu durum yapısal aşırı soğuma olarak adlandırılır. **Şekil 4.13'te** bu durum açıkça gösterilmektedir.



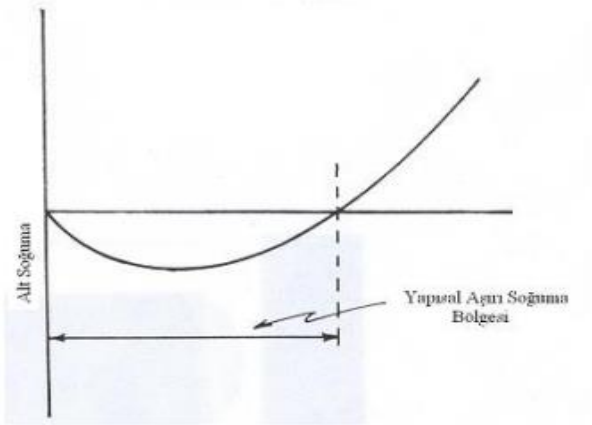
Şekil 4. 13 Farklı sıcaklıklar için yapısal aşırı soğuma [32][35].

Ara yüzeydeki zenginleşme, bu aşamada TL'yi düşürerek katılaşma sürecini geciktirir. Ancak mesafenin artmasıyla birlikte kompozisyon C0'a yakınsar ve TL yükselir. Bu durumda ısıl koşullar, katılaşma için daha elverişli hale gelir. Bununla birlikte, üzerinde durulması gereken önemli bir nokta: zenginleşmenin ötektik noktanın sağ tarafına geçmesi durumunda TL'nin formu değişir ve diyagramın sağ tarafındaki fazın çökelmesi söz konusu olabilir [35].

Eşitlik 4.11'deki durum sağlanırsa yapısal aşırı soğuma oluşmaz [35].

$$G > \left(\frac{dT_L}{dx}\right)_{x=0} \qquad (4.11)\ [35]$$

Şekil 4.14'de yapısal aşırı soğumanın varken ara yüzey önündeki alt soğuma büyüklüğü grafik ile gösterilmiştir.



Şekil 4. 14 Yapısal aşırı soğumanın varlığında ara yüzey önündeki alt soğumanın büyüklüğü [32][35].

$$\frac{G}{R} > \frac{mC_0(1-k_0)}{D\ k_0} \qquad (4.12)\ [35]$$

Eşitlik 4.12'nin sağ tarafında malzeme ve sistem parametreleri, sol tarafında ise proses parametreleri vardır [35].

Yapısal aşırı soğumanın etkinliği aşağıdaki faktörlerle artar:

- Yüksek büyüme hızı
- Dik likidüs sıcaklığı
- Düşük sıvı sıcaklık gradyanı
- Sıvıda düşük difüzyon katsayısı
- $_{K0}$'ın çok küçük olması
- Yüksek alaşım oranı

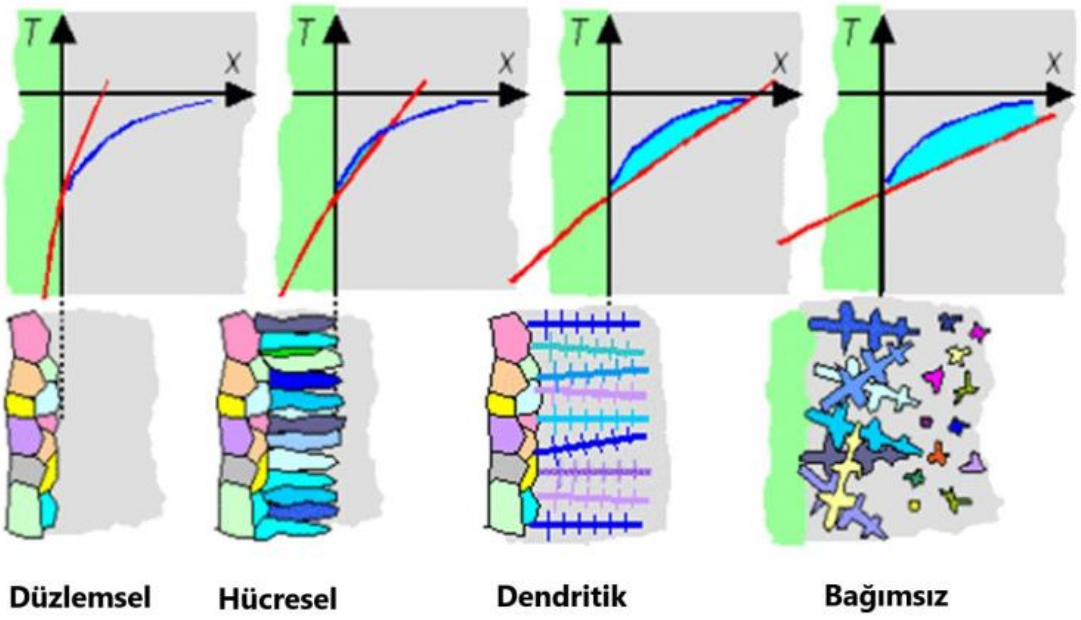
4.6.2 Döküm ve Malzeme Değişkenlerinin Dökümlerin Nihai Tane Yapılarına Etkileri

Alaşım elementi oranındaki artış, büyüme hızının artışı, sıcaklık gradyanı ve difüzyon katsayısının azalması düzelmesel yapıyı bozar ve ilk olarak hücresel ve ardından dentrk bir yapıya dönüşür. Böylece kolonsal yapıdan eş eksenli tapıya dönüşerek tane boyutlaru küçülmektedir. Arzı edilen yapıyı elde etmek için malzemeye ve prosese ait değişkenler kontrol edilmesi gerekmektedir.

Proses ve malzeme değişkenleri ile tane boyutu ve şekli arasındaki etkileşim aşağıda verilmiştir [35].

$\frac{G}{R} > \frac{mC_0(1-k_0)}{D\ k_0}$ İse iri ve kolonsal taneler oluşur [35].

$\frac{G}{R} < \frac{mC_0(1-k_0)}{D\ k_0}$ İse ince ve eş eksenli taneler oluşur [35].

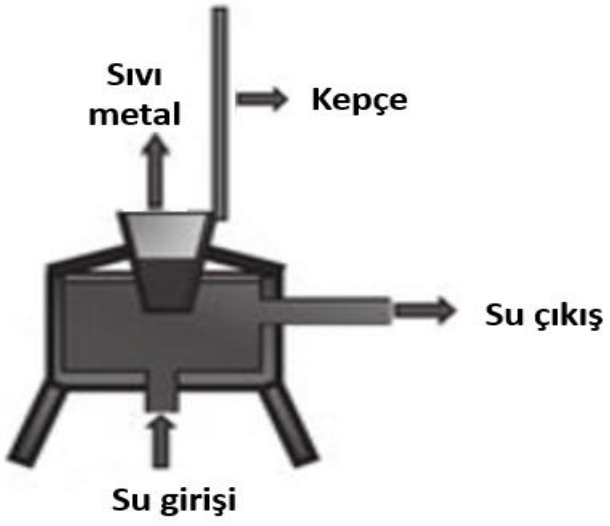


Şekil 4. 14 Yapısal aşırı soğuma derecesinin ara yüzeye olan etkisi [32].

Şekil 4.14'te görüldüğü üzere yapısal soğumanın çekirdek oluşumu üzerine etkisi, aşırı soğuma derecesine göre farklı şekillerde olmaktadır.

4.7 TP-1 Testi

Tane incelticilerin tane inceltme etkinliği değerlendirmek için bazı test yöntemleri geliştirilmiştir. Bu testlerin içinde yaygın olarak tercih edilen Alcan (TP-1) testidir. Bu test yüksek soğuma hızına sahip döküm yöntemlerini simüle etmek için kullanılmaktadır. Dolayısıyla bu testte soğuma hızı çok yüksektir. TP-1 testinde 10kg %99,7 saflıktaki Al 718 ± 5 ° C'ye ısıtılarak fırında içindeki potada ergitilir. Metal sıvı forma geldikten sonra belirlenen miktarlarda tane inceltici master alaşım ilavesi yapılır. Master alaşımlar sıvı metale ilave edildikten 2, 5 ve 10 dakika sonra standartta ölçüleri belirtilmiş ve 318 °C'ye ön ısıtılmış kepçe ile numuneneler alınır. Her numune alımı öncesi sıvı metal 15 saniye boyunca karıştırılır. Alınan numuneler sabit su akışı olan soğutma tankında kepçe içinde katılaştırılır. Elde edilen numuneler tabandan 38 mm mesafede enine kesilerek makro ve mikro ölçekte tane boyutu analizi yapılır. TP-1 test donanımlarına ait şematik gösterim **şekil 4.7'de** verilmiştir.



Şekil 4. 15 TP-1 Testine ait şematik gösterim [31]

5
DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada öncelikle belirlenen 5 farklı master alaşımın laboratuvar koşullarında gerçekleştirilen TP-1 testi ile tane inceltme performansları analiz edilmiştir. TP-1 testleri gerçekleştirilirken ticari saflıktaki Al (%99,8 – 1080) alaşımı kullanılmıştır. Bunun sebebi Al içindeki diğer alaşım elementlerinin çekirdeklenmeye katkı sağlamasını engelleyerek doğrudan tane incelticilerin performansını analiz etmektir. TP-1 testi ile performansı en iyi belirlenen master alaşım ve miktarı ile endüstriyel üretim hattında ikiz merdaneli döküm yöntemiyle 1050 alaşım rulo üretimi gerçekleştirilmiştir.

5.1 Malzeme ve Teçhizat

Deneysel süreçlerde kullanılan tüm malzeme ve teçhizatlar ait liste **Tablo 5.1** 'de verilmiştir.

Tablo 5. 1 Deneysel süreçte kullanılan malzeme ve teçhizat.

Malzeme / Teçhizat
A8 Al Külçe (1080A)
Tane İnceltici AlTiC (3/1, 5/0,2)
Tane İnceltici AlTiB (3/1, 5/0,2, 5/1)
Laboratuvar Ölçekli Ergitme Fırını (Naberthem)
TP1 Test Düzeneği
SiC ve Grafit Döküm Potası
Optik Mikroskop (ZEISS)
Elektrolitik Dağlama ve Parlatma Cihazı (Struers)
Taramalı Elektron Mikroskobu (ZEISS)
Optik emisyon spektrometresi (Thermo ARL 4460)
Zımparalama Cihazı
Bor Nitrür (Boronit)

Deneysel çalışmalarda kullanılan 1080A(A8) Alüminyum külçelere ait kimyasal kompozisyon değerleri **Tablo 5.2**'deki gibidir.

Tablo 5. 2 1080A (A8 Külçe) kimyasal kompozisyon.

Kimyasal Bileşim (%Ağ.)								
Alaşım	***Si***	***Fe***	***Mg***	***Mn***	***Zn***	***Ti***	***B***	***Al***
1080A	0,066	0,075	0,0006	0,0013	0,0024	0,005	0,006	99,81

Deneysel çalışmalarda kullanılan AlTiC ve AlTiB bazlı master alaşımlara ait kimyasal kompozisyon değerleri **Tablo 5.3**'deki gibidir.

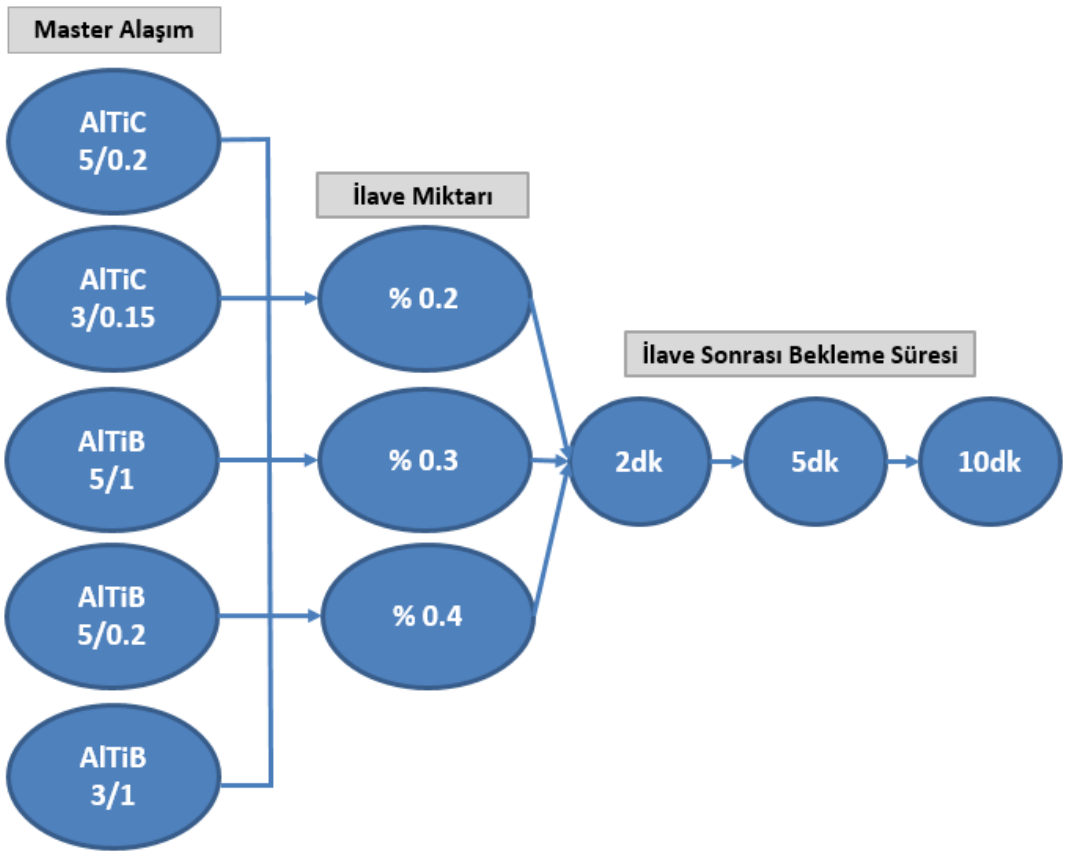
Tablo 5. 3 Master alaşımlara ait kimyasal kompozisyon.

Kimyasal Bileşim (%Ağ.)							
Master alaşım	***Ti***	***C***	***B***	***Si***	***Fe***	***V***	***Al***
AlTiC 3/0,15	3,12	0,138	-	0,088	0,16	0,02	Kalan
AlTiC 5/0,2	5,08	0,206	-	0,088	0,16	0,02	Kalan
AlTiB 5/0,2	4,9	-	0,21	0,065	0,07	0,01	Kalan
AlTiB 5/1	5,14	ç-	1,02	0,089	0,10	0,012	Kalan
AlTiB 3/1	3,14	-	0,95	0,06	0,09	0,01	Kalan

5.2 Deneysel Tasarım

Bu çalışmada toplam 15 döküm gerçekleştirilmiştir. Bu dökümlerden alınan numunelerle toplam 45 adet farklı değişkenin etkisi incelenmiştir. Bu değişkenler; 5 farklı master alaşım, bu alaşımların farklı ilave miktarları(%0,2-%0,3-%0,4) ve ilave sonrası(2dk, 5dk, 10dk) bekleme süresini içermektedir.

Deney tasarımına ait şematik gösterim Şekil 5.1'de belirtilmiştir.



Şekil 5. 1 Deney tasarımı kapsamında; 5 farklı master alaşımın ilave miktarı ve bekleme süresine ait şematik gösterim.

Şekil 5.1'de de şematik olarak gösterildiği üzere; 15 döküm yapılmış, bu dökümlerden toplam 60 adet numune alınmış ve 45 farklı değişkene ait sonuçlar elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlar bir sonraki bölümde detaylı bir şekilde değerlendirilmiştir.

5.3 Ergitme İşlemi

Döküm işlemleri; Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği döküm laboratuvarında; laboratuvar ölçekli Naberthem markalı elektrik dirençli ergitme fırını ile gerçekleştirilmiştir. Her döküm için 10kg'lık sıvı metal hazırlanmıştır.

Ergitme fırını 725 °C'e ayarlanmıştır, sıcaklık 725 °C'e ulaştığında; külçeler SiC / Grafit pota ile fırının içine yerleştirilmiştir. Potaların iç yüzeyi herhangi bir kontaminasyonu ve döküm sonrası pota içinde kalan metalin katılaşması ardından pota duvarlarına yapışmasını engellemek için bor nitrür / boronit kaplanmıştır.

Dökümde kullanılan Naberthem marka direnç tipi fırın **Şekil 5.2**'de gösterilmiştir.



Şekil 5. 2 Laboratuvar ölçekli direnç tipi ergitme fırını.

Bor nitrür potanın iç yüzeyine fırça ile uygulanmıştır. Uygulama sonrası pota ısıtılarak kaplama kurutulmuştur. Uygulama esnasında ve sonrasında alınan görseller **Şekil 5.3**'te gösterilmiştir.



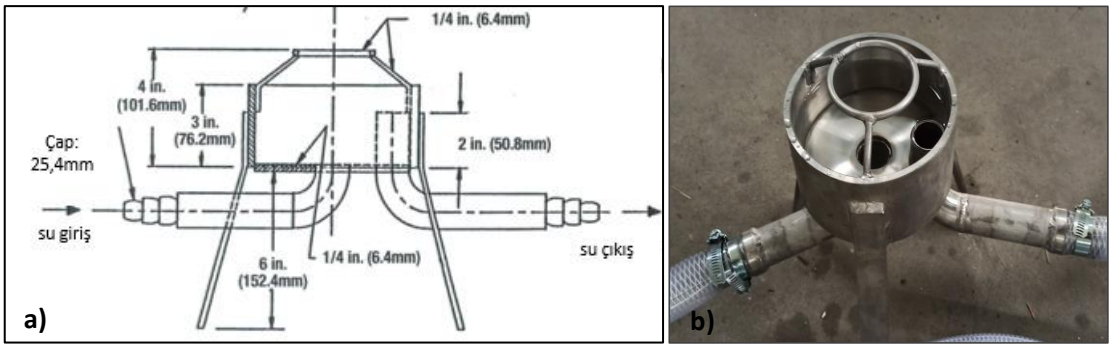
Şekil 5. 3 Fırça ile bor nitrür uygulaması ve iç yüzeyi bor nitrür kaplı pota.

5.4 TP-1 Testi ve Numune Alma

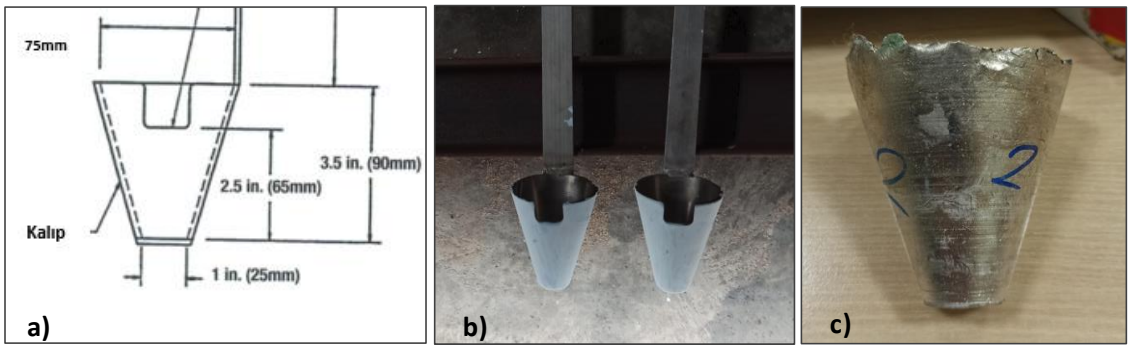
Metal eriyip hazır hale geldikten sonra TP-1 test ekipmanının giriş ucuna sistem suyu bağlanmış ve ekipmanın içine su akışı sağlanmıştır.

Akış sabit hale geldikten sonra daha önceden kontaminasyonu engellemek için dış yüzeyi bor nitrür kaplanmış kepçe ile sıvı metal içinden numune alınmış ve soğutma tankında katılaştırılmıştır. Hazırlanan 20, 30 ve 40 gram çubuk formdaki master alaşımlar sıvı metale ilave edilmiş ve her ilave sonrası 2, 5, 10, dakikalarda kepçe yardımıyla numuneler alınarak soğutma tankında 3 dakika soğutularak katılaştırılmıştır.

TP-1 ekipmanına ait teknik resim ve görsel **Şekil 5.4**'te; numuneye, numune almak için kullanılan kepçeye ait görsel ve kepçe teknik resim **Şekil 5.5**'te gösterilmiştir.



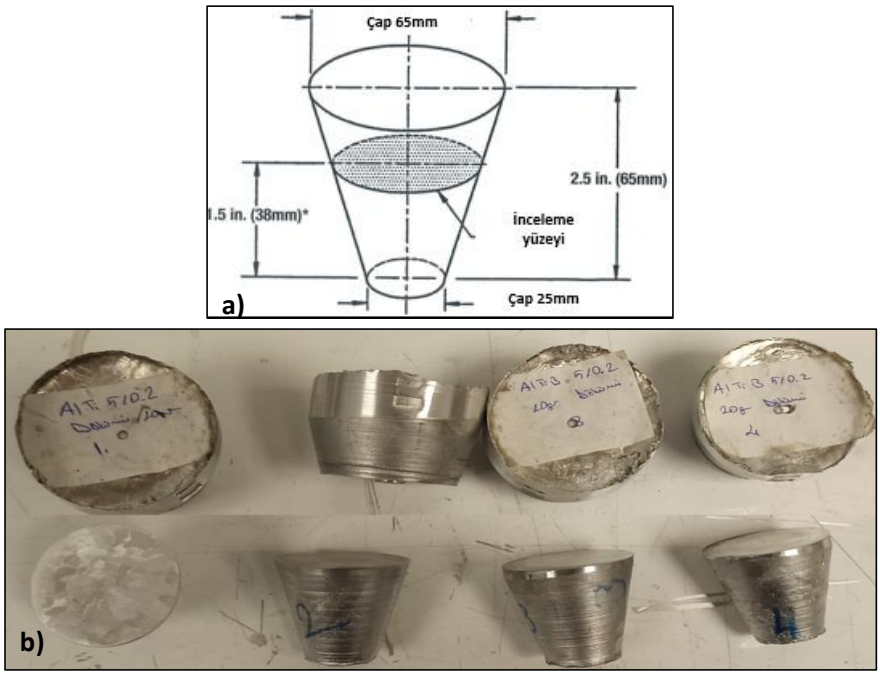
Şekil 5. 4 TP-1 a) teknik resim, b) donanım



Şekil 5. 5 TP-1 a)kepçe teknik resim, b) kepçe görsel, c) numune

5.5 Numune Hazırlama

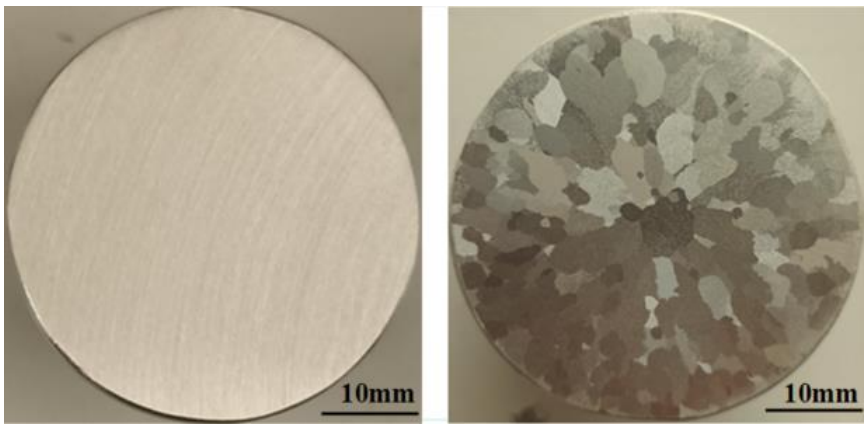
TP-1 testinden alınan numuneler; incelemeler yapabilmek için standartta belirtildiği gibi 38mm'den kesilmiştir. (**Şekil 5.6**) Kesme işlemi sonrası yüzey tane boyutu analizi için makro ve mikro ölçekte hazırlanmıştır. Malzemelerin tane boyutu ile ilgili; makro numuneler üzerinde görsel yorumlar yapılırken mikro olarak hazırlanan numuneler üzerinden ise tane boyutu ölçümleri yapılmıştır.



Şekil 5. 6 TP-1 numunesi a)inceleme yüzeyi teknik resim b)kesilen numuneler

Şekil 5.6 'da TP-1 test standardında belirtilen inceleme yüzeyinin gösterildiği teknik resim ve numunelerin belirtilen ölülerde kesildikten sonraki görüntüleri verilmiştir.

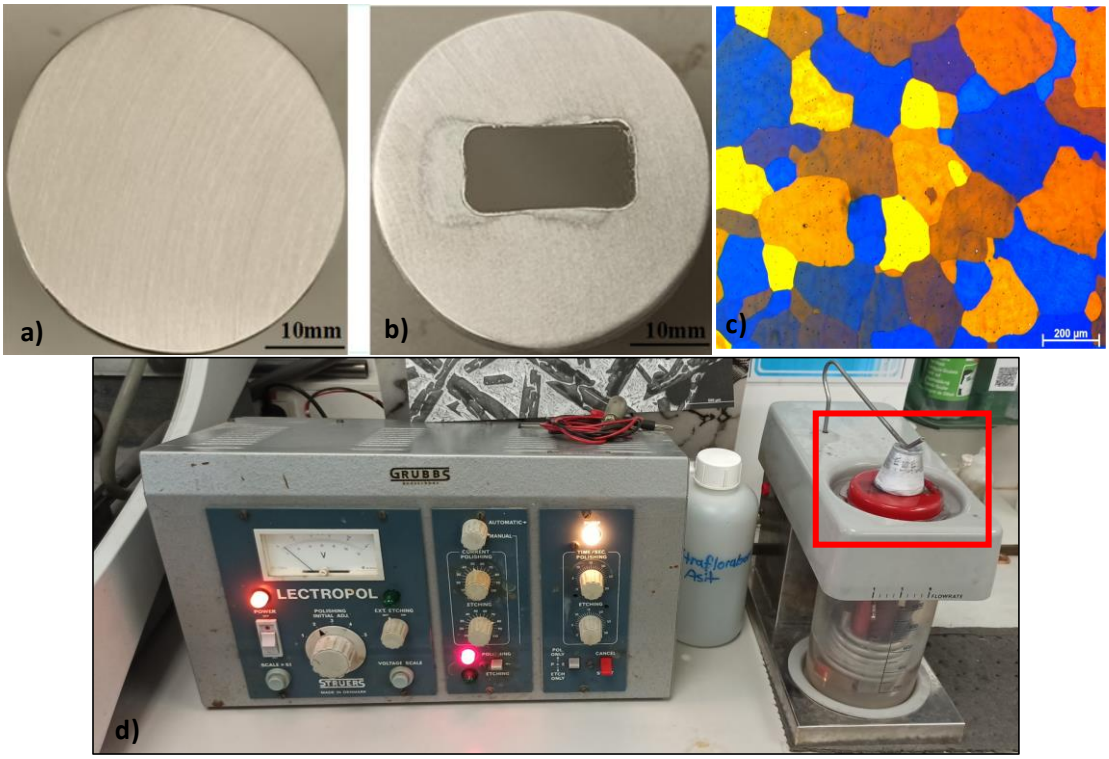
Makro incelemeleri için numuneler sırasıyla 180, 600 ve 2500 grit zımpara ile zımparalanmıştır. Makro dağlama öncesi numuneler 5 saniye %50 NaOH içine daldırılarak inceleme yüzeyi temizlenmiştir. Ardından numuneler hazırlanan makro dağlama çözeltisi içinde yaklaşık olarak 120-150 saniye bekletilmiştir. Bir sonraki bölümde dağlama sonrası makro görüntüler detaylı bir şekilde incelenecektir. **Şekil 5.7'de** dağlama öncesi ve sonrası makro yapıların görüldüğü numunelerin görselleri verilmiştir.



Şekil 5. 7 Makro dağlama öncesi ve dağlama sonrası numune görüntüleri.

Makro dağlama ayıracı olarak 600 ml HNO_3, 20 ml HCL, 10 ml HF ve 350 ml saf sudan oluşan çözelti kullanılmıştır.

Mikro yapı ve tane boyutu analizi için numunelerin inceleme yüzeyleri sırasıyla 600,1200 ve 2500 grit zımpara ile zımparalanmış, elektrolitik parlatma cihazı ile parlatılmıştır. Son olarak polarize görüntü elde etmek amacıyla elektrolitik dağlama yöntemi ile yüzey dağlanmıştır. **Şekil 5.8** 'da elektrolitik parlatma ve dağlama cihazına, parlatılmış yüzeye ve mikroskopta polarize çekilmiş mikro yapıya ait görseller verilmiştir.



Şekil 5. 8 a)Zımparalanmış yüzey b)parlatılmış ve dağlanmış yüzey c)polarize mikro yapı(10x) d) parlatma/dağlama cihazı.

Mikro dağlama ayıracı olarak; 14ml %54 tetrafloroborik asit dietil kompleks, 700ml saf sudan oluşan solüsyon kullanılmıştır.

5.6 Endüstriyel Üretim Hattındaki Deneyler

Laboratuvar ölçeğinde yapılan çalışmaların sonucunda elde edilen en iyi tane inceltici master alaşım ve belirlenen ilave miktarı ile İkiz Merdaneli Sürekli Döküm yöntemi ile endüstriyel üretim hattında rulo üretimi yapılmıştır. Bu uygulama ASAŞ ALÜMİNYUM SAN. TİC. A.Ş. Döküm İşletmesinde gerçekleştirilmiştir. Uygulamanın yapıldığı üretim hattına ait bilgiler aşağıda **Tablo 5.4'te** verilmiştir.

Tablo 5. 4 Novalis marka ikiz merdaneli döküm makinası teknik bilgiler.

Döküm Tipi	İkiz Merdaneli Döküm Makinası
Döküm Genişliği	850- 1800 mm
Döküm Kalınlığı	3-8 mm
Maksimum Rulo Çapı	2200 mm
Maksimum Rulo Ağırlığı	17 Ton

2 farklı tane inceltici master alaşım (AlTiB 5/0,2 ve AlTiB 5/1) ve 2 farklı ilave miktarı (%0,2 ve %0,4 Ağ.) ile 4 adet 1050 alaşım bobin dökülmüştür. Bobinlere ait detay bilgiler **Tablo 5.5'te** verilmiştir. 1050A alaşıma ait standart bileşim değerleri **Tablo 5.6'da** verilmiştir. Dökülen bobinlerden alınan levha numunelerinin kimyasal analizleri gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda levha kesit mikro yapıları standart metalografik tekniklerle hazırlanarak ışık mikroskobu altında dağlanmış konumda tane yapısı incelenerek mukayese yapılmıştır. İlgili bobinler nihai kullanım alanlarına seri üretim koşullarında proses edilerek müşterilere gönderilmiştir.

Tablo 5. 5 Endüstriyel üretim hattında üretilen deneme bobinlerinin detayları.

Alaşım	**Kalınlık**	**Genişlik**	**Kullanılan Master Alaşım**	**İlave Miktarı**
1050A	5mm	1320mm	AlTiB 5/1	% 0,2 Ağ.
1050A	5mm	1320mm	AlTiB 5/1	% 0,4 Ağ.
1050A	5mm	1320mm	AlTiB 5/0,2	% 0,2 Ağ.
1050A	5mm	1320mm	AlTiB 5/0,2	% 0,4 Ağ.

Tablo 5. 6 1050 Alaşıma ait standart kimyasal bileşim değerleri.

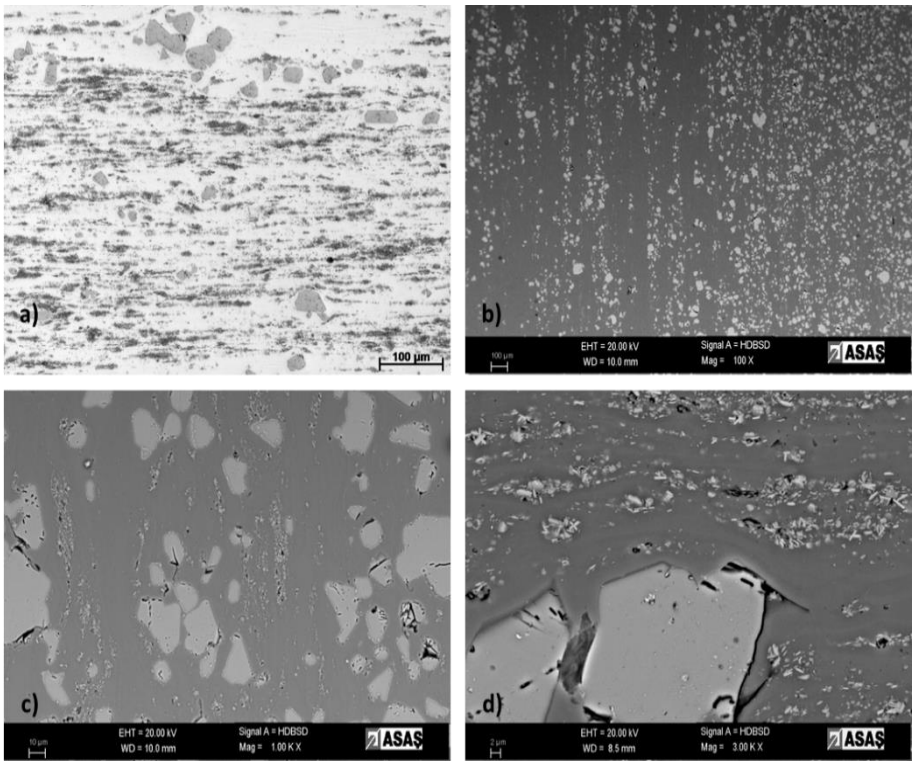
Kimyasal Bileşim (%Ağ.)							
Alaşım	***Si***	***Fe***	***Mn***	***Mg***	***Ti***	***Cu***	***Al***
1050A	0,25	0,4	0,05	0,05	0,05	0,05	99,5

6
DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR

Bu bölümde master alaşımların karakterizasyonuna ait sonuçlar ve belirlenen parametrelerle kullanılan master alaşımlardan elde edilen numunelerin analizlerine ait sonuçlar irdelenmiştir.

6.1 Master alaşımların Mikro yapı İncelemeleri ve SEM/EDS Analizleri

Bu bölümünde tane inceltme amacıyla kullanılan master alaşımlarının içyapısını ve yapıdaki TiB_2, $TiAl_3$, TiC bileşenlerin dağılımını görmek için SEM ve optik mikroskop ile metalografik inceleme gerçekleştirilmiştir. Mikro yapıda gözlemlenen bu bileşenlerin elementel ağırlıkça yüzde miktarlarını analiz etmek için EDS analizleri gerçekleştirilmiştir.

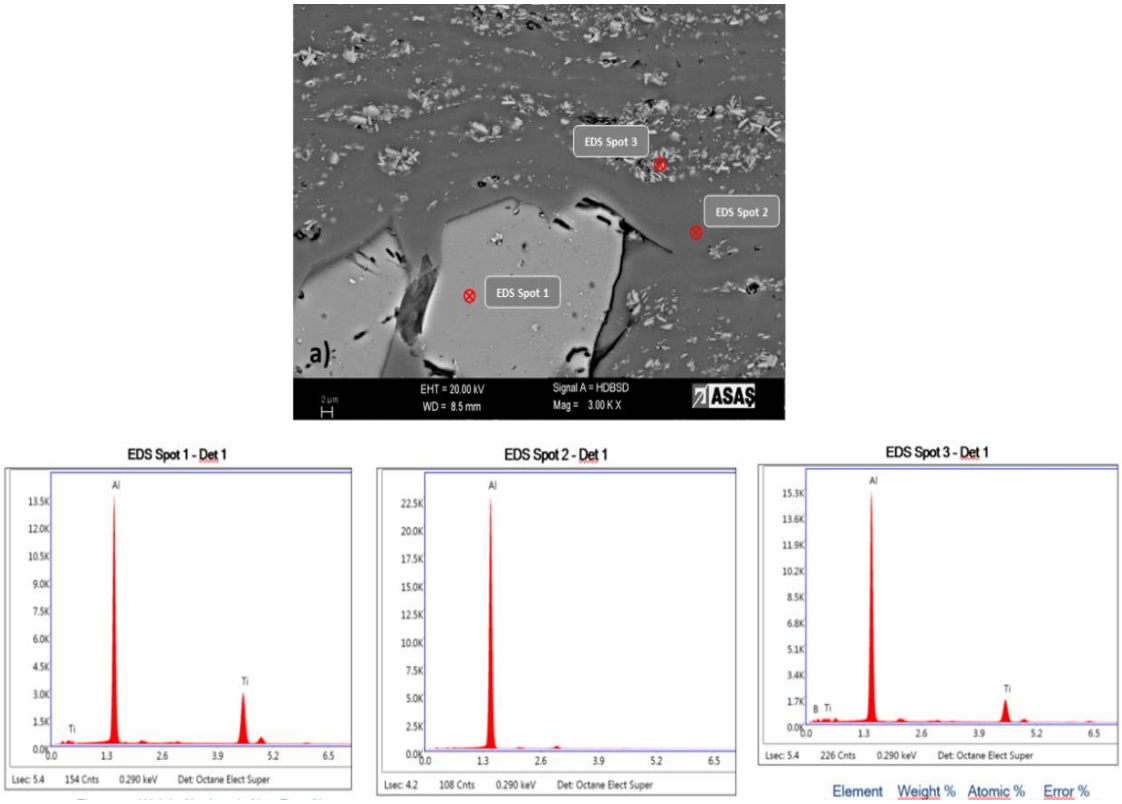


Şekil 6. 1 AlTiB 5/1 master alaşımına ait mikro yapı a) parlatılmış 20x b) SEM 100x c) SEM 1000x d) SEM 3000x

Şekil 6.1'de AlTiB 5/1 master alaşımına ait parlatılmış konum ışık mikroskobu mikro yapı görüntüsü (**Şekil 6.1 a**) ve farklı büyütmelerde SEM mikro yapı görüntüleri verilmiştir (**Şekil 6.1 b, c, d**).

Işık mikroskobu görüntüsünden genel olarak $TiAl_3$ ve TiB_2 partiküllerinin homojen bir dağılım sergilediği görülmekle birlikte, AlTiB 5/1 tane inceltici yapısının yaklaşık 30-60 µm boyutlarında $TiAl_3$ ve 1-3 µm boyutlarında TiB_2 partiküllerinden oluştuğu anlaşılmaktadır. İkiz merdane döküm yönteminde kullanılan tane inceltici malzemelerinin mikro yapısındaki bileşenlerin sahip olması gereken kabul kriterleri içerisinde olduğu anlaşılmaktadır. Kabul kriteri TiB_2 partikülleri için 1-3µm iken, Al_3Ti için ise 30-60 µmdir. Mikro yapı bileşenlerine ait daha yüksek büyütmelerde elde edilen SEM görüntülerinde de olağan dışı boyut ve özelliklerde partiküller ve inklüzyonlar gözlemlenmemiştir.

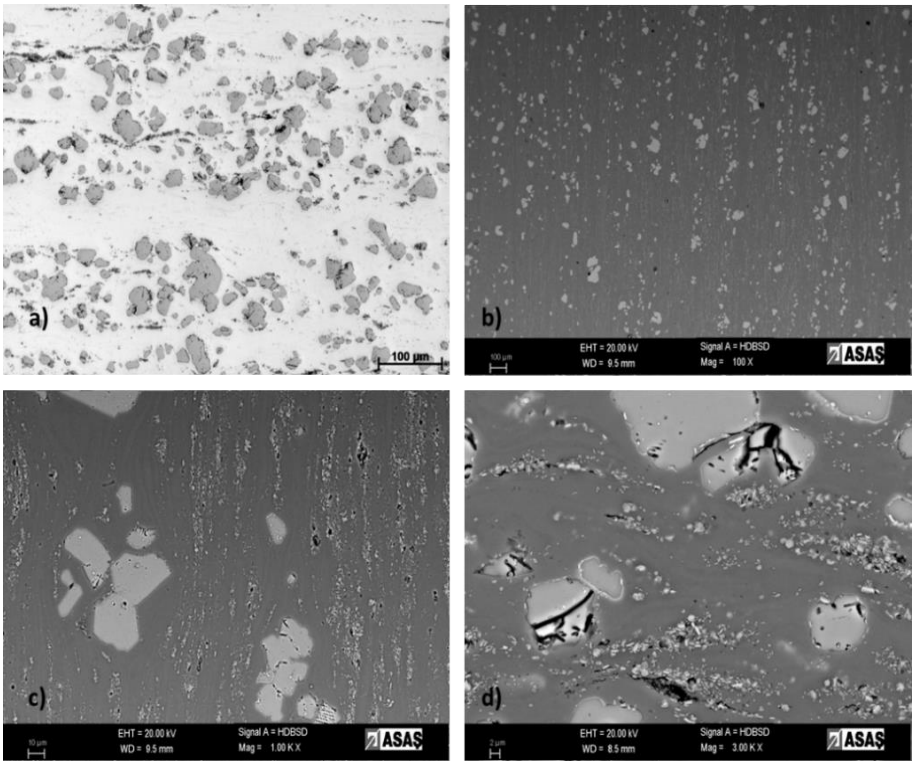
Şekil 6.2'de ise AlTiB 5/1 master alaşımının farklı noktalarından alınan EDS analiz sonuçları yer almaktadır. SEM görüntüsünde yer alan gri kontrastlı büyük partikülden (**spot 1**) alınan EDS analizi sonucu bu partiküllerin $TiAl_3$ stokiyometresinde olduğunu göstermektedir. Yapıda görülen 1-3µm boyutlarındaki gri kontrastlı partiküllerin ise (**Spot 3**) Ti, B elementlerini içerdiği belirlenmiştir. **Spot 2**'deki bölgeden alınan analiz sonucu ise koyu gri renkli bölgenin alüminyum matris olduğunu göstermektedir. EDS sonucunda belirtilen noktalardaki elementlerin miktarı **tablo 6.1'de** verilmiştir.



Şekil 6. 2 AlTiB 5/1 master alaşımının farklı noktalarından alınan EDS analizleri (3000x).

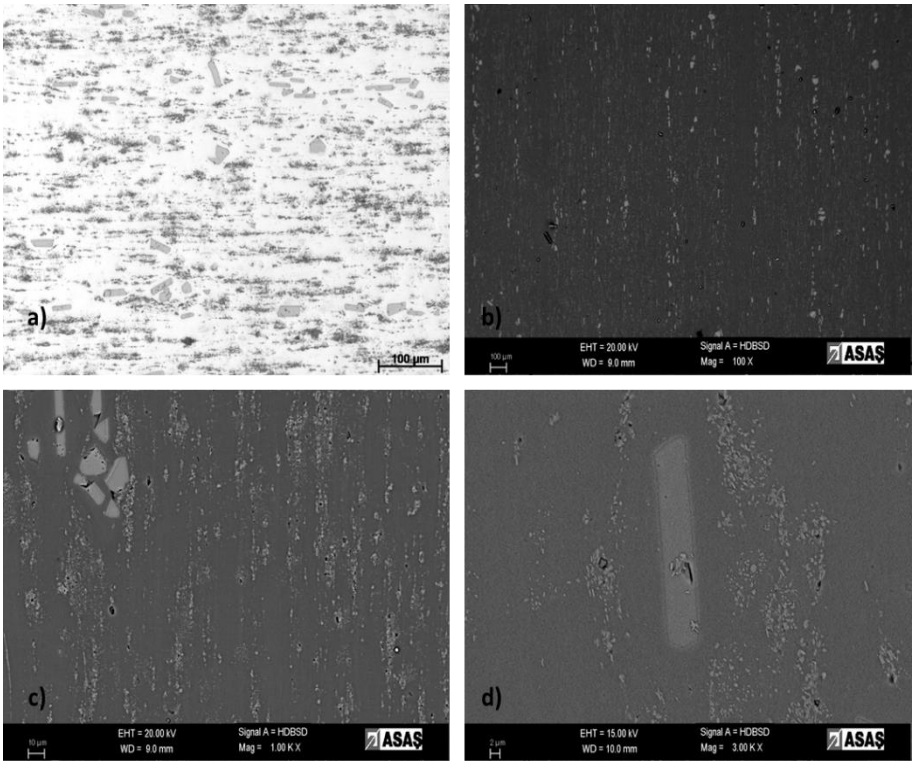
Tablo 6. 1 AlTiB 5/1 master alaşımının farklı noktalarından alınan EDS analiz sonuçları.

Nokta	Element	Ağırlık %	Atomik %	Hata %
Nokta 1	Al	62,57	74,79	3,9
	Ti	37,43	25,21	2,13
Nokta 2	Al	100	100	1,12
Nokta 3	Al	45,02	29,27	2,49
	Ti	14,71	5,39	2,18
	B	40,28	65,35	13,6



Şekil 6. 3 AlTiB 5/0,2 master alaşımına ait mikro yapı a) parlatılmış 20x b) SEM 100x c) SEM 1000x d) SEM 3000x

Şekil 6.3'te AlTiB 5/0,2 master alaşımına ait parlatılmış konum ışık mikroskobu mikro yapı görüntüsü (**Şekil 6.3a**) ve farklı büyütmelerde SEM mikro yapı görüntüleri verilmiştir (**Şekil 6.3 b, c, d**). Işık mikroskobu görüntüsünden genel olarak $TiAl_3$ ve TiB_2 partiküllerinin homojen bir dağılım sergilediği aglomerasyon benzeri olağan dışı büyük boyutlu problem görülmemiştir. Bileşenlerin boyutlarının AlTiB 5/1 tane inceltici ile benzerlik gösterdiği belirlenmiştir. Bor konsantrasyonundaki farklılıktan dolayı TiB_2 partiküllerinin miktarının AlTiB 5/1'e kıyasla daha az olduğu görülmektedir. Bu özelliklerinden dolayı özellikle ince folyo üretiminde AlTiB 5/0,2 tercih edilen master alaşımdır.

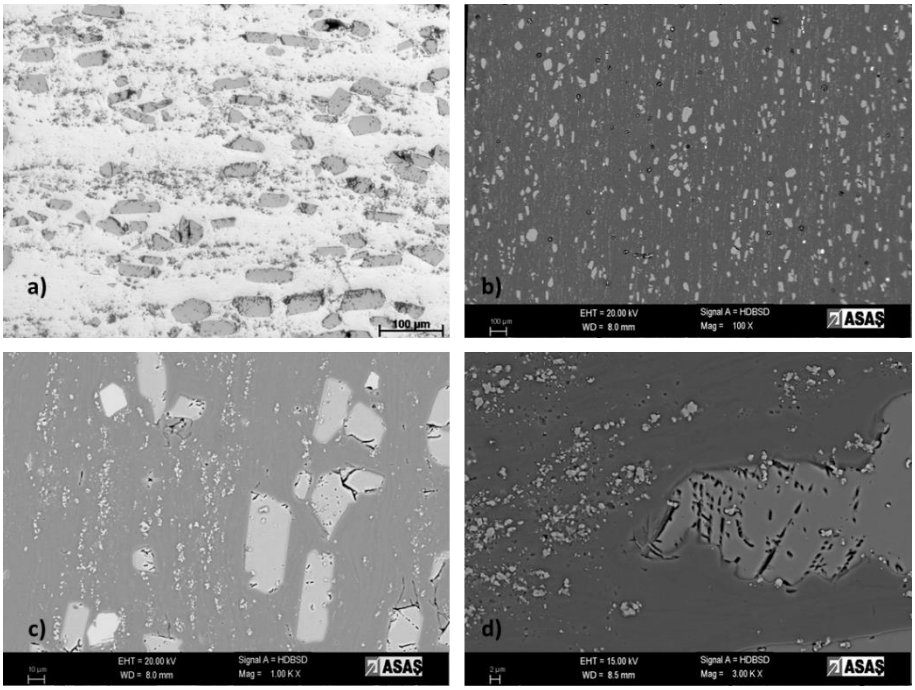


Şekil 6. 4 AlTiB 3/1 master alaşımına ait mikro yapı a) parlatılmış 20x b) SEM 100x c) SEM 1000x d) SEM 3000x

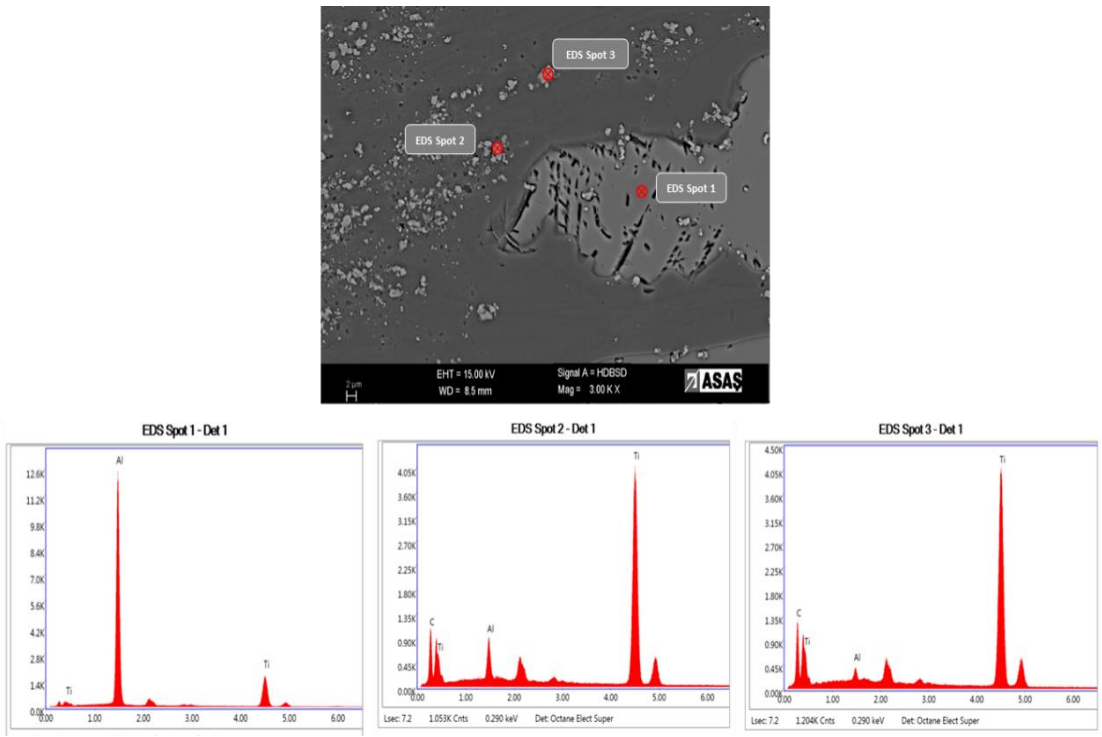
AlTiB 3/1 master alaşımına ait parlatılmış konum ışık mikroskobu mikro yapı görüntüsü ve farklı büyütmelerde SEM mikro yapı görüntüleri **Şekil 6.4**'te verilmiştir. Ti ve B oranları doğrultusunda mikro yapıdaki $TiAl_3$ ve TiB_2 partiküllerinin AlTiB 5/1 ve AlTiB 5/0,2 master alaşımlardan farklılaştığı görülmektedir.

Şekil 6.5'te ise AlTiC 5/0,2 master alaşımına ait parlatılmış konum ışık mikroskobu mikro yapı görüntüsü (**Şekil 6.5 a**) ve farklı büyütmelerde SEM mikro yapı görüntüleri verilmiştir (**Şekil 6.5 b, c, d**). Işık mikroskobu görüntüsünden genel olarak $TiAl_3$ ve TiC partiküllerinin homojen bir dağılım sergilediği görülmekle birlikte, AlTiC 5/0,2 tane inceltici yapısının yaklaşık 30-60 µm boyutlarında $TiAl_3$ ve 1-3 µm boyutlarında TiC partiküllerinden oluştuğu anlaşılmaktadır.

Şekil 6.6'da ise AlTiC 5/0,2 master alaşımının farklı noktalarından alınan EDS analiz sonuçları yer almaktadır. SEM görüntüsünde yer alan gri kontrastlı büyük partikülden alınan EDS analizi sonucu bu partiküllerin $TiAl_3$ stokiyometresinde olduğunu göstermektedir. Yapıda görülen 1-3µm boyutlarındaki gri kontrastlı partiküllerin ise (**Spot 2,3**) Ti, C elementlerini içerdiği belirlenmiştir. EDS analizi sonucunda belirtilen noktalardaki elementlerin miktarı **Tablo 6.2 'de** verilmiştir.



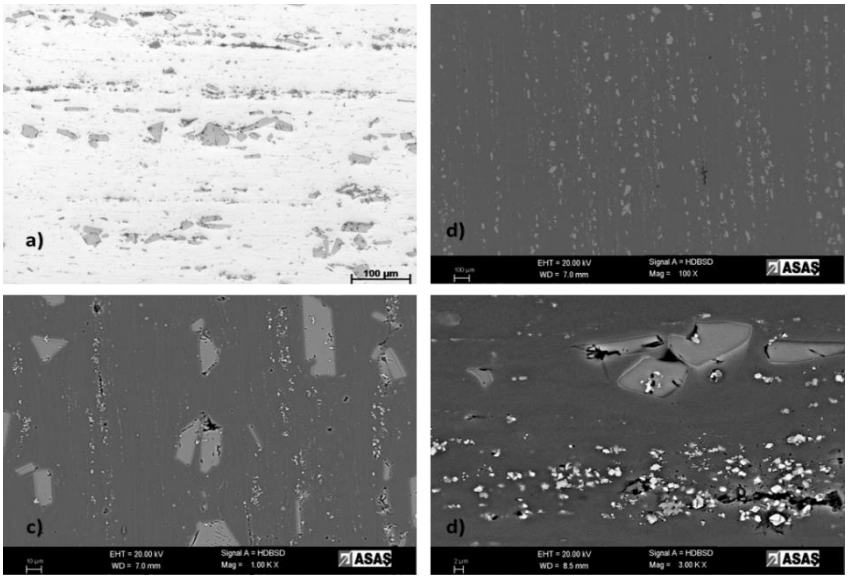
Şekil 6. 5 AlTiC 5/0,2 master alaşımına ait mikro yapı a) parlatılmış 20x b) SEM 100x c) SEM 1000x d) SEM 3000x



Şekil 6. 6 AlTiC 5/0,2 master alaşımının farklı noktalarından alınan EDS analizleri(3000x).

Tablo 6. 2 AlTiC 5/0,2 master alaşımının farklı noktalarından alınan EDS analiz sonuçları.

Nokta	Element	Ağırlık %	Atomik %	Hata %
Nokta 1	Al	62,43	76,28	3,3
	Ti	35,57	23,72	2,77
Nokta 2	Al	4,86	5,81	6,27
	Ti	80,25	54,13	2,16
	C	14,89	40,06	8,54
Nokta 3	Al	1,85	2,18	7,90
	Ti	81,83	54,47	2,18
	C	16,33	43,36	7,94



Şekil 6. 7 AlTiC 3/0,15 master alaşımına ait mikro yapı a) parlatılmış 20x b) SEM 100x c) SEM 1000x d) SEM 3000x

Şekil 6.7'de AlTiC 3/0,15 master alaşımına ait parlatılmış konum ışık mikroskobu mikro yapı görüntüsü (**Şekil 6.7 a**) ve farklı büyütmelerde SEM mikro yapı görüntüleri verilmiştir (**Şekil 6.7 b, c, d**). Işık mikroskobu görüntüsünden genel olarak $TiAl_3$ ve TiC partiküllerinin nispeten heterojen bir dağılım sergilediği ve mikro yapı bileşenlerinin diğer master alaşımlardakine göre daha az sayıda olduğu gözlemlenmiştir. İlave olarak görüntülerden yapıda bölgesel olarak bantlaşma olduğu anlaşılmaktadır. Bu bantlaşmanın master alaşım üretim prosesleri kaynaklı ortaya çıktığı ve master alaşımın tane inceltme etkinliğine olumsuz yönde etki edebilecek bir faktör olduğu bilinmektedir.

6.2 Kimyasal Analiz İncelemeleri

Bu bölümde tez çalışmasının deneysel tasarım bölümünde detayları verilen, laboratuvar şartlarında elde edilen TP-1 numunelerinin kimyasal analiz değerleri irdelenecektir.

Deneysel çalışmalarda farklı master alaşım bileşimlerinde ve farklı miktarlarda gerçekleştirilen TP-1 döküm numunelerinin analiz sonuçları **Tablo 6.3-7'de** verilmektedir. Genel olarak master alaşım ilavesiz numunelerdeki Ti ve B elementlerinin konsatrasyonlarının artan ilave miktarına bağlı olarak yükseldiği belirlenmiştir. **Tablo 6.3'te** master alaşım ilavesiz numunedeki Ti ve B element konsantrasyonları sırasıyla 0,005, 0,001 iken, %0,2 master alaşım ilavesiyle birlikte bu elementlerin konsantrasyonlarının sırasıyla 0,016 ve 0,0024'e yükseldiği görülmektedir. Bu artış master alaşımlardaki Ti ve B element yüzde oranına bağlı olarak doğru orantılı yükselmektedir.

Tablo 6. 3 Farklı oranlarda AlTiB 5/1 master alaşımı kullanılarak elde edilen TP-1 numunelerin kimyasal analiz değerleri.

	Kimyasal Bileşim (%Ağ.)						
İlave Miktarı	***Si***	***Fe***	***Mn***	***Mg***	***Ti***	***B***	***Al***
0 - İlavesiz	0,068	0,074	0,0013	0,0005	0,0050	<0,0009	99,8
%0,2	0,0722	0,0798	0,0013	0,0004	0,0160	0,0024	99,797
%0,3	0,0691	0,0798	0,0013	0,0003	0,0231	0,0032	99,792
%0,4	0,0681	0,0748	0,0013	0,0003	0,0266	0,0040	99,794

Tablo 6.3 ve 6.4'te yer alan B element konsantrasyonları %0,2 master alaşım ilave miktarlarında karşılaştırıldığında; B katkısının fazla olmasından dolayı AlTiB 5/1'de 0,0024 olarak gerçekleşirken, AlTiB 5/0,2. 0,0013 olarak gerçekleştiği görülmüştür. Benzer şekilde %0,3 ve 0,4 ilave miktarlarında da B element konsantrasyonları AlTiB 5/1'de yüksek gerçekleşmiştir.

Tablo 6. 4 Farklı oranlarda AlTiB 5/0,2 master alaşımı kullanılarak elde edilen TP-1 numunelerin kimyasal analiz değerleri.

Kimyasal Bileşim (%Ağ.)							
İlave Miktarı	***Si***	***Fe***	***Mn***	***Mg***	***Ti***	***B***	***Al***
0 - İlavesiz	0,064	0,0585	0,0013	0,0005	0,0025	<0,009	>99,8
%0,2	0,0671	0,0608	0,0013	0,0005	0,0131	0,0013	99,824
%0,3	0,0620	0,0634	0,0013	0,0005	0,0199	0,0015	99,819
%0,4	0,0624	0,0591	0,0013	0,0006	0,0237	0,0018	99,817

Tablo 6. 5 Farklı oranlarda AlTiB 3/1 master alaşımı kullanılarak elde edilen TP-1 numunelerin kimyasal analiz değerleri.

Kimyasal Bileşim (%Ağ.)							
İlave Miktarı	***Si***	***Fe***	***Mn***	***Mg***	***Ti***	***B***	***Al***
0 - İlavesiz	0,068	0,076	0,0014	0,0005	0,0050	<0,0010	>99,8
%0,2	0,0688	0,0894	0,0014	0,0009	0,0091	0,0027	99,792
%0,3	0,0672	0,0732	0,0013	0,0004	0,0155	0,0032	99,809
%0,4	0,0678	0,0765	0,0013	0,0004	0,0188	0,0041	99,8

Tablo 6.3 ve **6.5'te** yer alan Ti element konsatrasyonları %0,2 master alaşım ilave miktarlarında karşılaştırıldığında; Ti katkısının fazla olmasından dolayı AlTiB 5/1'de 0,016 olarak gerçekleşirken, AlTiB 3/1'de 0,0091 olarak gerçekleştiği görülmüştür. Benzer şekilde %0,3 ve 0,4 ilave miktarlarında da Ti konsantrasyonları AlTiB 5/1'de yüksek gerçekleşmiştir. **Tablo 6.6** ve **6.7'de** AlTiC 5/0,2 ve AlTiC 3/0,15 master alaşımlarının ilavesiz ve farklı ilavelerdeki numunelerden elde edilen alaşım sonuçları verilmiştir. Ti oranının ve ilave miktarlarındaki artışa paralel olarak numunelerdeki Ti element konsantrasyonundaki artış görülmektedir. Ancak spektrometrede karbon elementi belirlenemediğinden tabloda C konsantrasyonu yer almamaktadır.

Tablo 6. 6 oranlarda AlTiC 5/0,2 master alaşımı kullanılarak elde edilen TP-1 numunelerin kimyasal analiz değerleri.

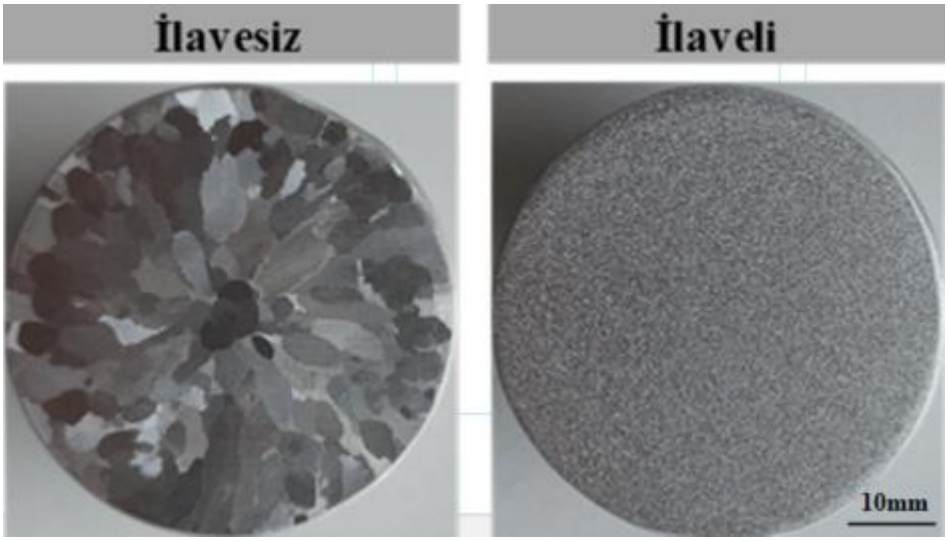
Kimyasal Bileşim (%Ağ.)							
İlave Miktarı	***Si***	***Fe***	***Mn***	***Mg***	***Ti***	***B***	***Al***
İlavesiz	0,065	0,065	0,0013	0,0006	0,0025/0,0050	<0,0010	>99,8
%0,2	0,0732	0,0694	0,0013	0,0006	0,0123	0,0007	99,82
%0,3	0,068	0,0729	0,0014	0,0007	0,0192	0,0009	99,809
%0,4	0,069	0,0701	0,0013	0,0006	0,0248	0,001	99,807

Tablo 6. 7 Farklı oranlarda AlTiC 3/0,15 master alaşımı kullanılarak elde edilen TP-1 numunelerin kimyasal analiz değerleri.

	Kimyasal Bileşim (%Ağ.)						
İlave Miktarı	***Si***	***Fe***	***Mn***	***Mg***	***Ti***	***B***	***Al***
İlavesiz	0,068	0,075	0,0013	0,0006	0,0025/0,0050	<0,0010	>99,8
%0,2	0,0648	0,0747	0,0014	0,0007	0,00780	0,0009	99,816
%0,3	0,0684	0,0769	0,0013	0,0003	0,0145	0,0004	99,807
%0,4	0,0694	0,078	0,0013	0,0004	0,0176	0,0006	99,802

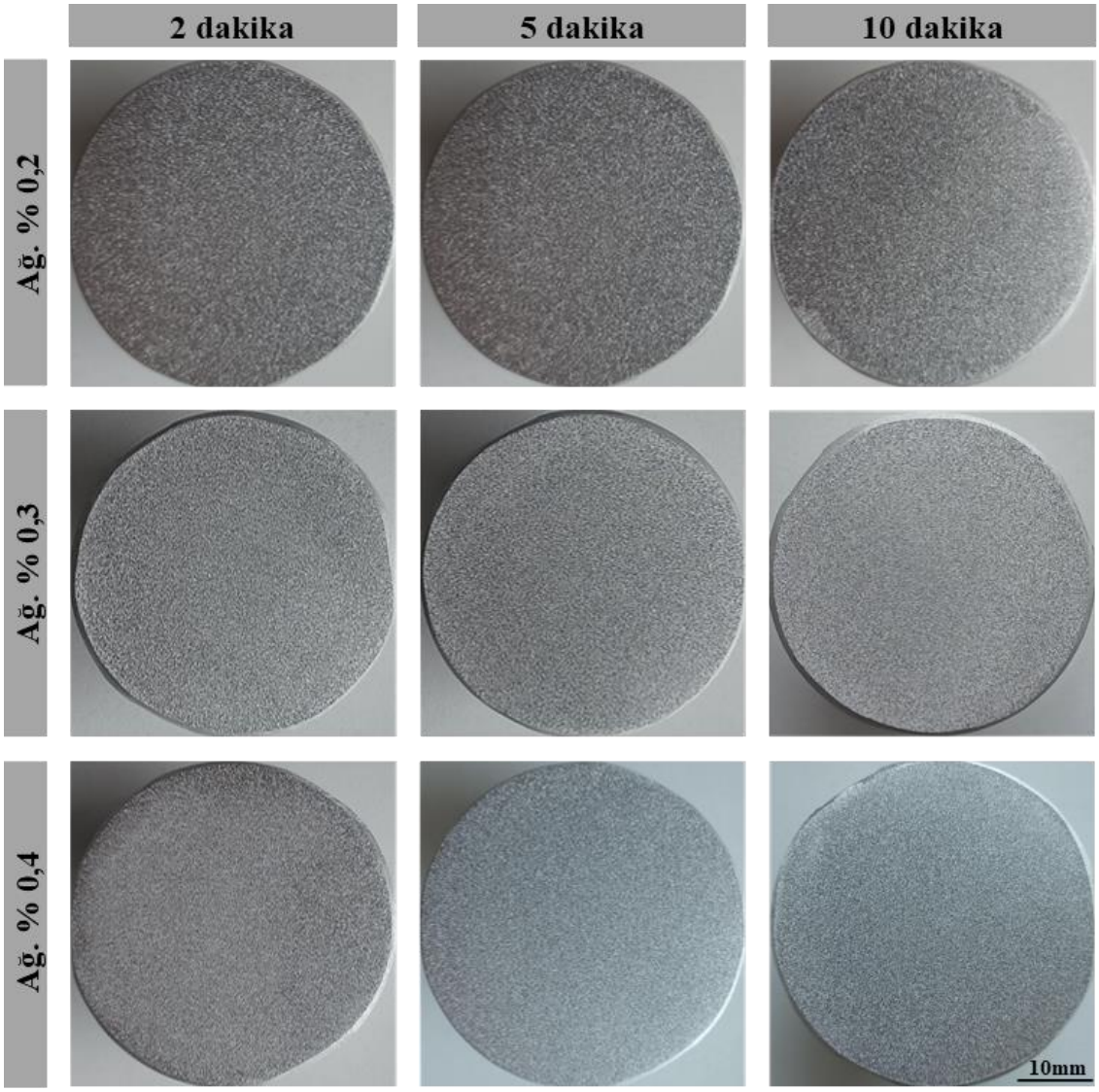
6.3 TP-1 Numunelerinin Makro ve Mikro Yapı Analizleri

Tez çalışmasının bu bölümünde deneysel tasarım bölümünde detayları verilen, laboratuvar şartlarında elde edilen TP-1 numunelerinin makro tane yapıları incelenerek farklı master alaşımlarının farklı oranlarda ilave koşullarında elde edilen sonuçları değerlendirilmiştir.



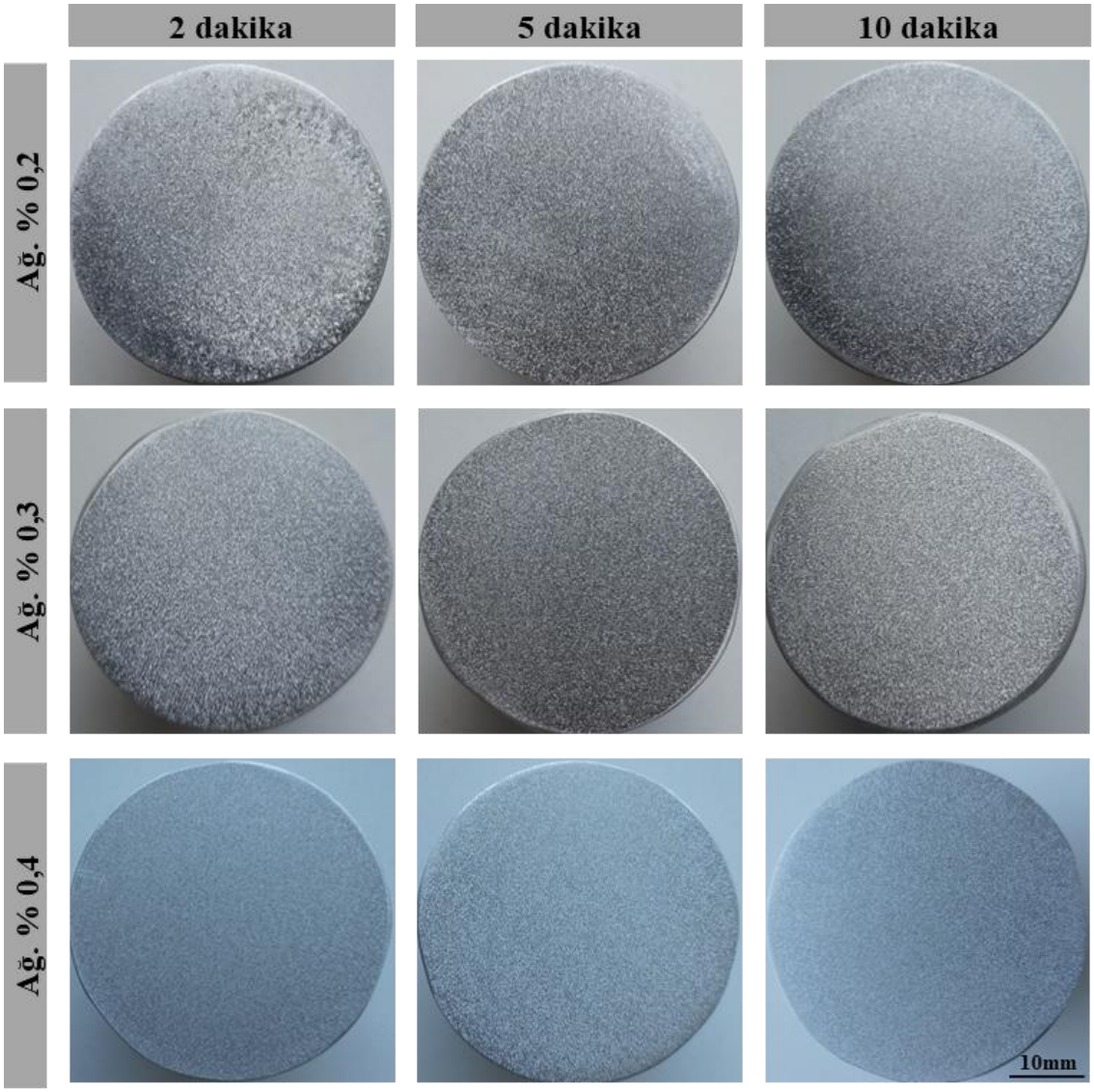
Şekil 6. 8 Master alaşım ilave edilmeden ve ilave edilerek elde edilen TP-1 numunelerinin örnek makro görüntüleri.

Şekil 6.8'de sıvı metale herhangi bir tane inceltici master alaşım ilave edilmediği durumdaki TP-1 testinden elde edilen numunenin makro tane dağlama görüntüsü ile master alaşım ilavesi yapılmış konumdaki tane yapısı görüntüsü makro olarak verilmiştir. Alüminyuma herhangi bir master alaşım ilave edilmediği konumda tane büyümesi sonucu kaba taneli bir yapının oluştuğu görülmektedir. Master alaşım ilavesiyle küçük, çok sayıda ve eş eksenli tane yapısının elde edildiği görülmektir. Bu durum master alaşım kullanımının katılaşma ve tane oluşumu açısından kritik bir rol oynadığını göstermektedir.



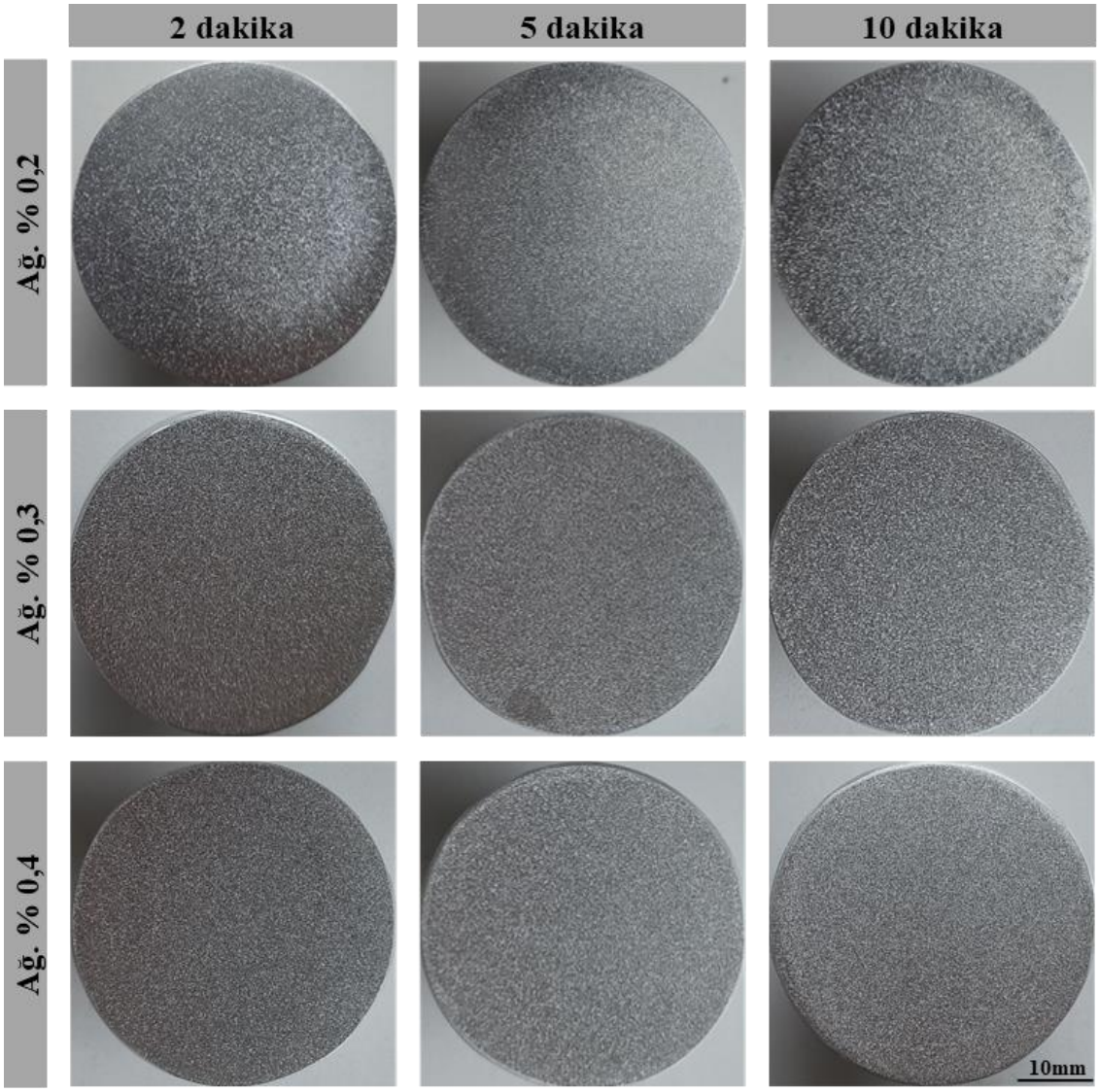
Şekil 6. 9 AlTiB 5/1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin makro tane dağlama sonrası görüntüleri.

Şekil 6.9'da AlTiB 5/1 master alaşımına ait makro tane dağlama sonrası görüntüler incelendiğinde tüm ilave miktar ve bekleme sürelerindeki numunelerde tanelerin inceldiği görülmektedir. Artan master alaşım ilave miktarına bağlı olarak tane yapısının inceldiği makro görüntülerden anlaşılırken, bekleme süresine bağlı olarak tane yapısında meydana gelen değişimler makro görüntülerden anlaşılamamaktadır. Mikro yapı ve tane boyutu incelemeleri sonrası bekleme süresinin tane yapısına etkisi bir sonraki bölümde irdelenecektir.



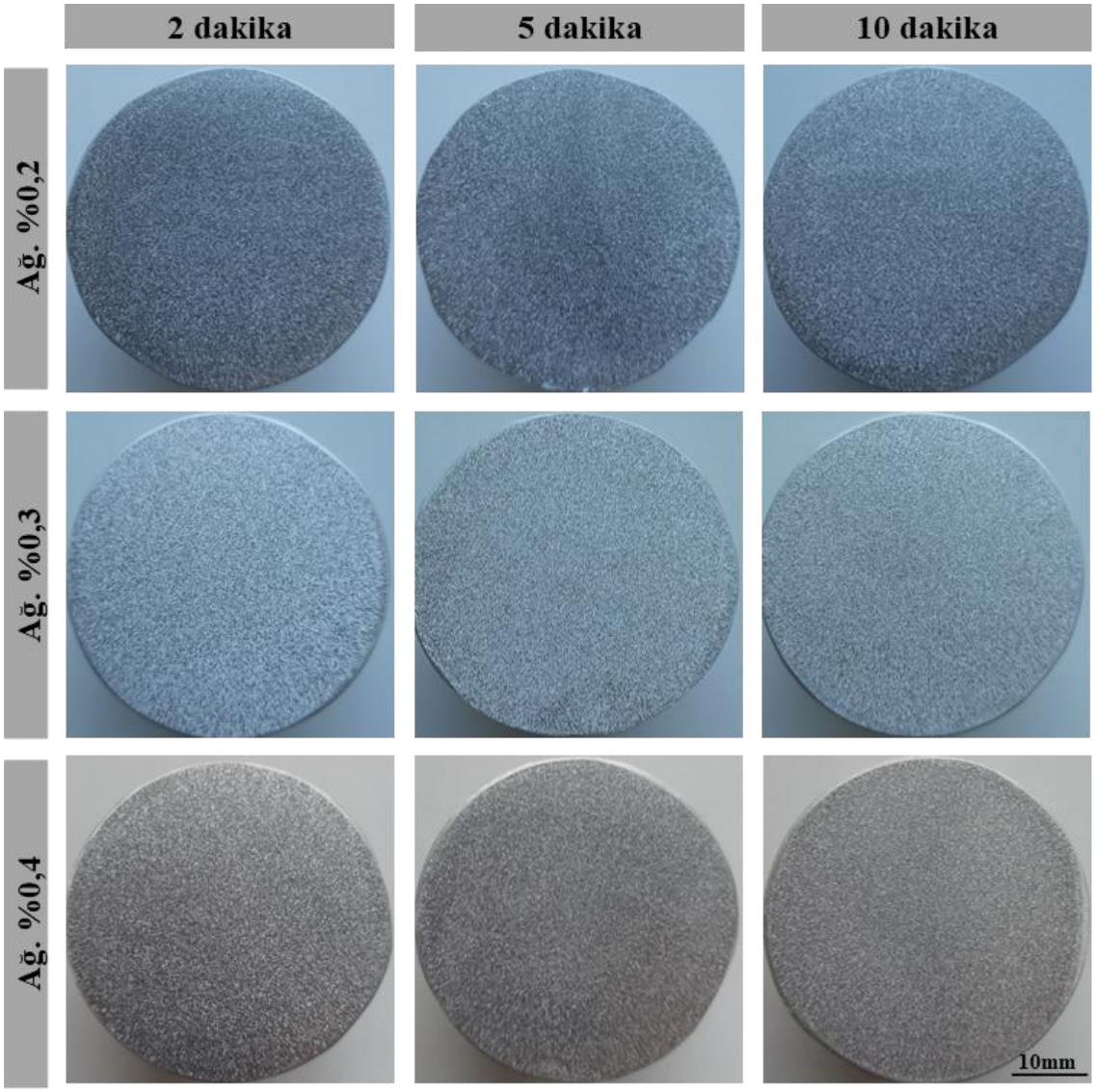
Şekil 6. 10 AlTiB 5/0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin makro tane dağlama sonrası görüntüleri.

%0,2 ve %0,3 ilave miktarlarında AlTiB 5/0,2'nin (**Sekil 6.10**) AlTiB 5/1'den (**Şekil 6.9**) daha kaba, 0,4 ilave miktarlarında ise bezer tane yapısı sergilediği görülmektedir.



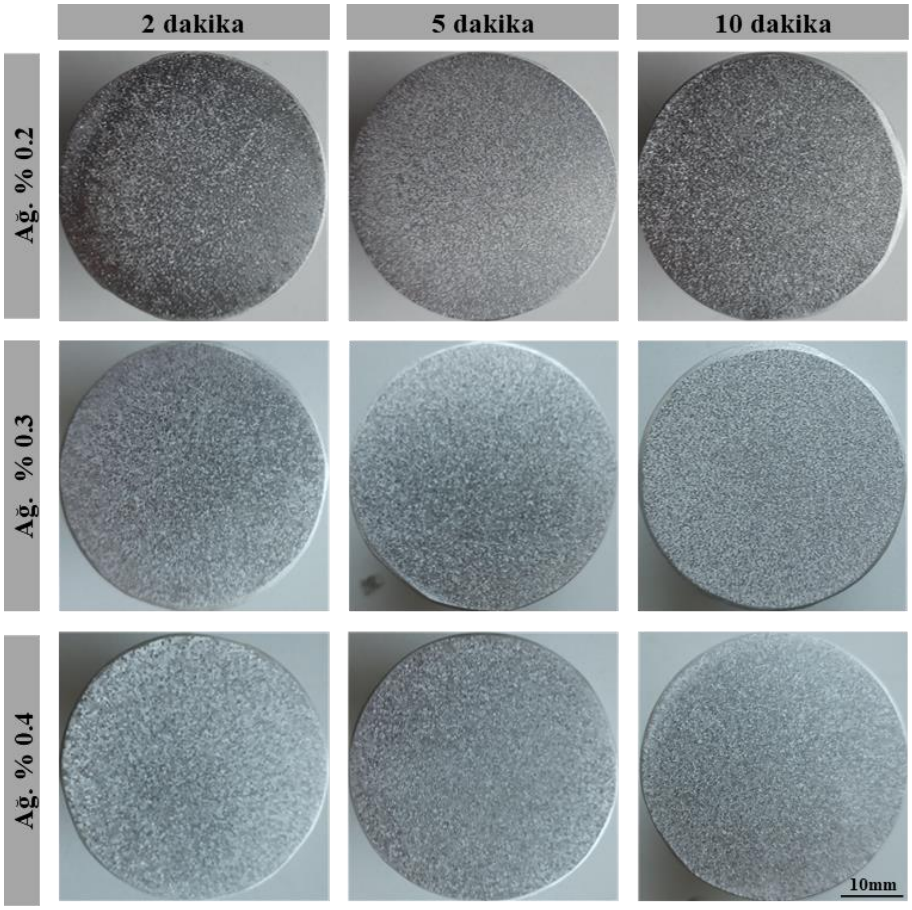
Şekil 6. 11 AlTiB 3/1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin makro tane dağlama sonrası görüntüleri.

AlTiB 3/1 (**Sekil 6.11**) master alaşımı kullanılarak elde edilen tane yapılarının AlTiB 5/0,2 (**Sekil 6.10**) ve AlTiB 5/1(**Şekil 6.9**) kullanılarak elde edilen tane yapılarından nispeten daha kaba olduğu ancak %0,4 ilave miktarlarında ise benzer tane yapısının oluştuğu görülmektir.



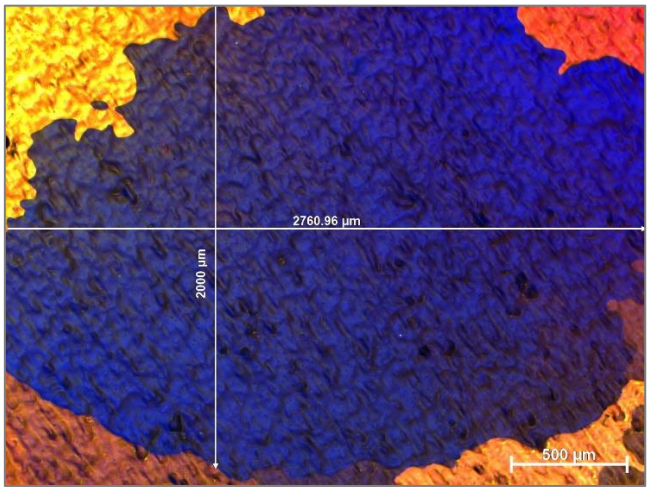
Şekil 6. 12 AlTiC 5/0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin makro tane dağlama sonrası görüntüleri.

AlTiC 5/0,2 (**Şekil 6.12)** master alaşımı kullanılarak elde edilen numunelerdeki tanelerin AlTiC 3/0,15'ten (**Şekil 6.13**) farklı olarak TiB esaslı master alaşım kullanılan numunelerdeki tanelere benzer boyutta oluştuğu görülmektedir.



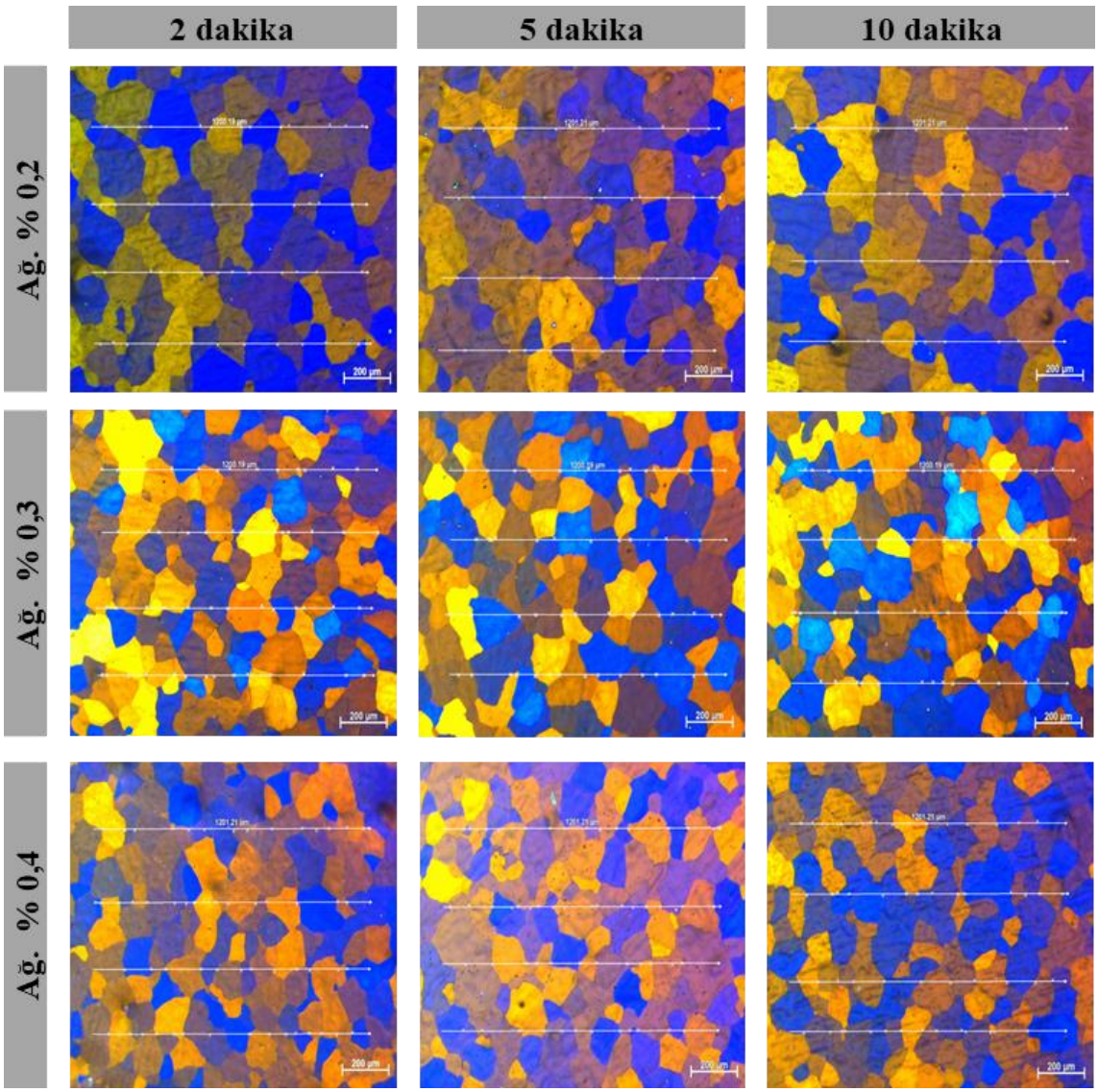
Şekil 6. 13 AlTiC 3/0,15 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin makro tane dağlama sonrası görüntüleri.

Şekil 13'te AlTiC 3/0,15 master alaşımı kullanılarak elde edilen numunelerdeki tanelerin diğer tüm master alaşım kullanılarak elde edilen numunelerdeki tanelerden daha kaba tane olduğu net bir şekilde anlaşılmaktadır.



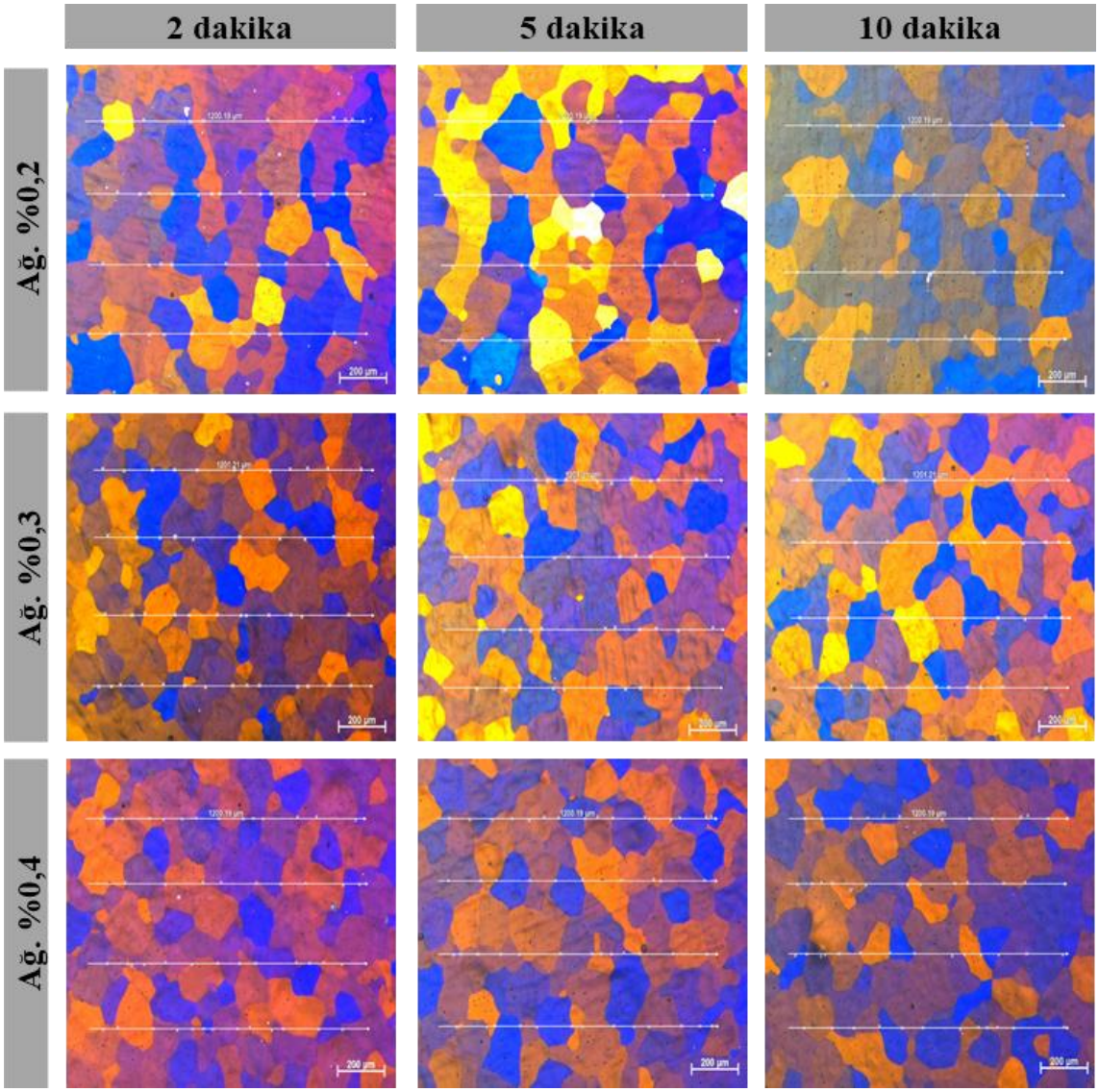
Şekil 6. 14 Master alaşım ilave edilmeden elde edilen TP-1 numunesine ait polarize mikro yapı görüntüsü(5x).

Şekil 6.14'te master alaşım ilave edilmeden elde edilen TP1 numunesine ait polarize mikro yapı görüntüsü verilmiştir. Tanelerin enine ve boyuna uzunlukluları TP-1 testindeki gereklilik olan 1mm'den daha büyük olma durumunu karşıladığı görülmektedir.



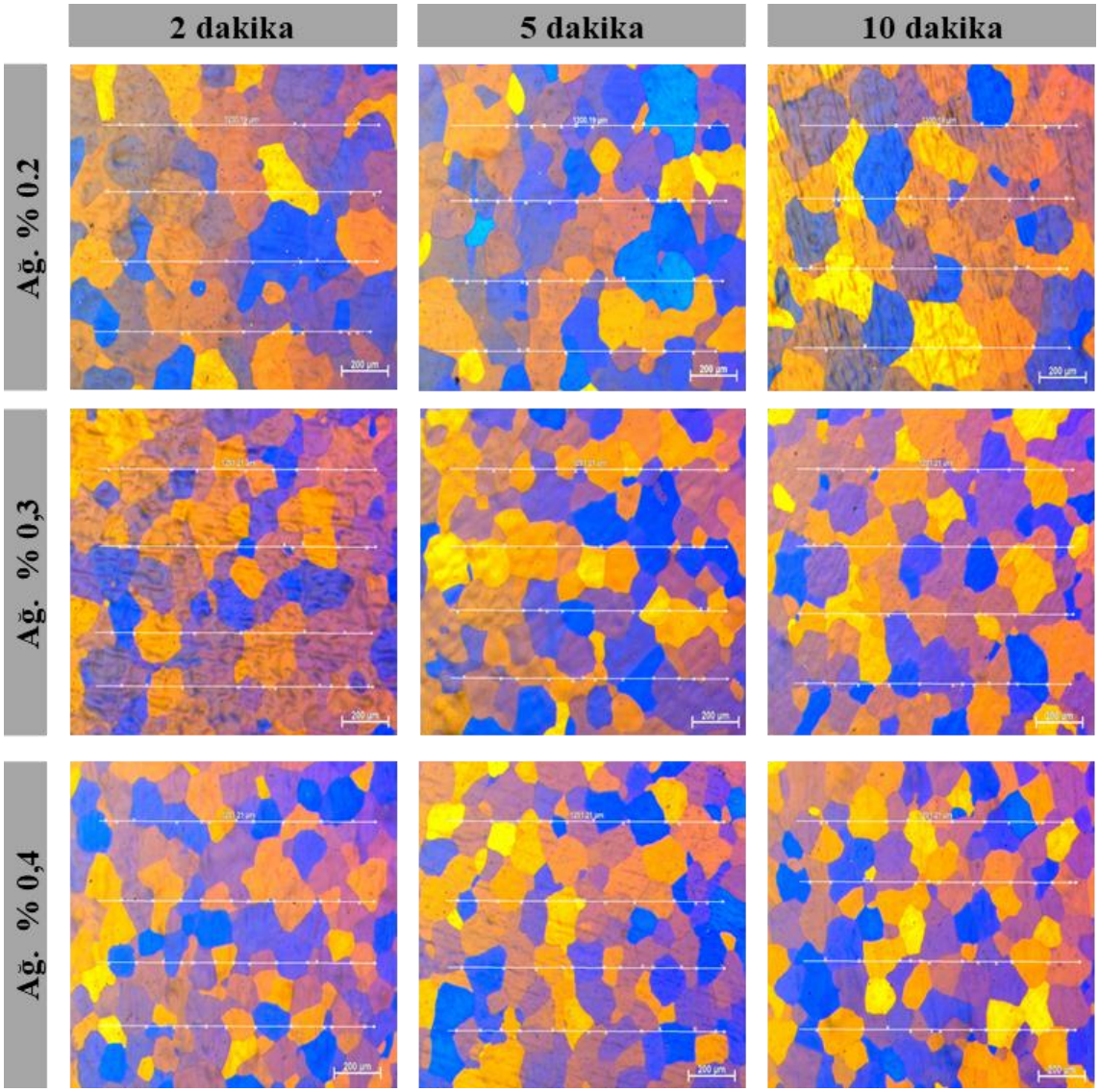
Şekil 6. 15 AlTiB 5/1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin polarize mikro yapı görüntüleri. (10x)

Şekil 6.15'te AlTiB 5/1 master alaşımına ait dağlanmış numunelerin polarize kontrast tane yapısı görüntüleri farklı ilave miktar ve bekleme sürelerine göre verilmiştir. Artan master alaşım miktarına bağlı olarak tane yapısının daha da inceldiği mikro yapı görüntülerinden anlaşılırken, bekleme süresine bağlı olarak tane yapısında meydana gelen değişimler net olarak ayırt edilememektedir. Bekleme süresine bağlı olarak tane yapısındaki farklılıklar ortalama tane boyutu ölçüm sonuçları sonrasında irdelenecektir.



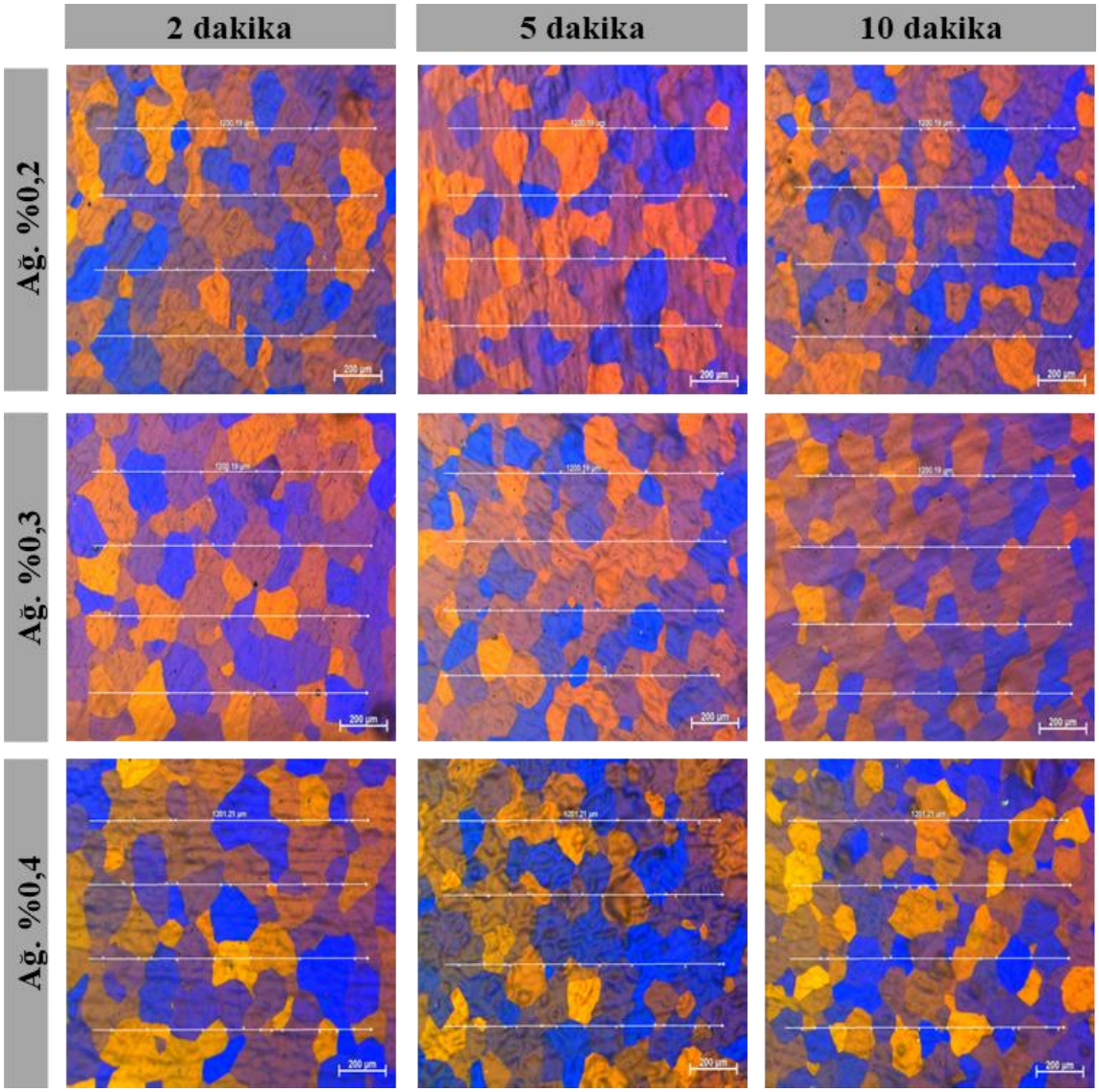
Şekil 6. 16 AlTiB 5/0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin polarize mikro yapı görüntüleri.(10x)

Şekil 6.16'da AlTiB 5/0,2 master alaşımına ait dağlanmış numunelerin polarize kontrast tane yapısı görüntüleri farklı ilave miktar ve bekleme sürelerine göre verilmiştir. Artan master alaşım miktarına bağlı olarak tane yapısının daha da inceldiği mikro yapı görüntülerinden anlaşılmaktadır. AlTiB 5/1 master alaşım kullanılan tane yapılarıyla mukayese edildiğinde AlTiB 5/0,2 kullanımında her koşulda tane yapısının daha da kaba oluşum sergilediği görülmektedir.



Şekil 6. 17 AlTiB 3/1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin polarize mikro yapı görüntüleri. (10x)

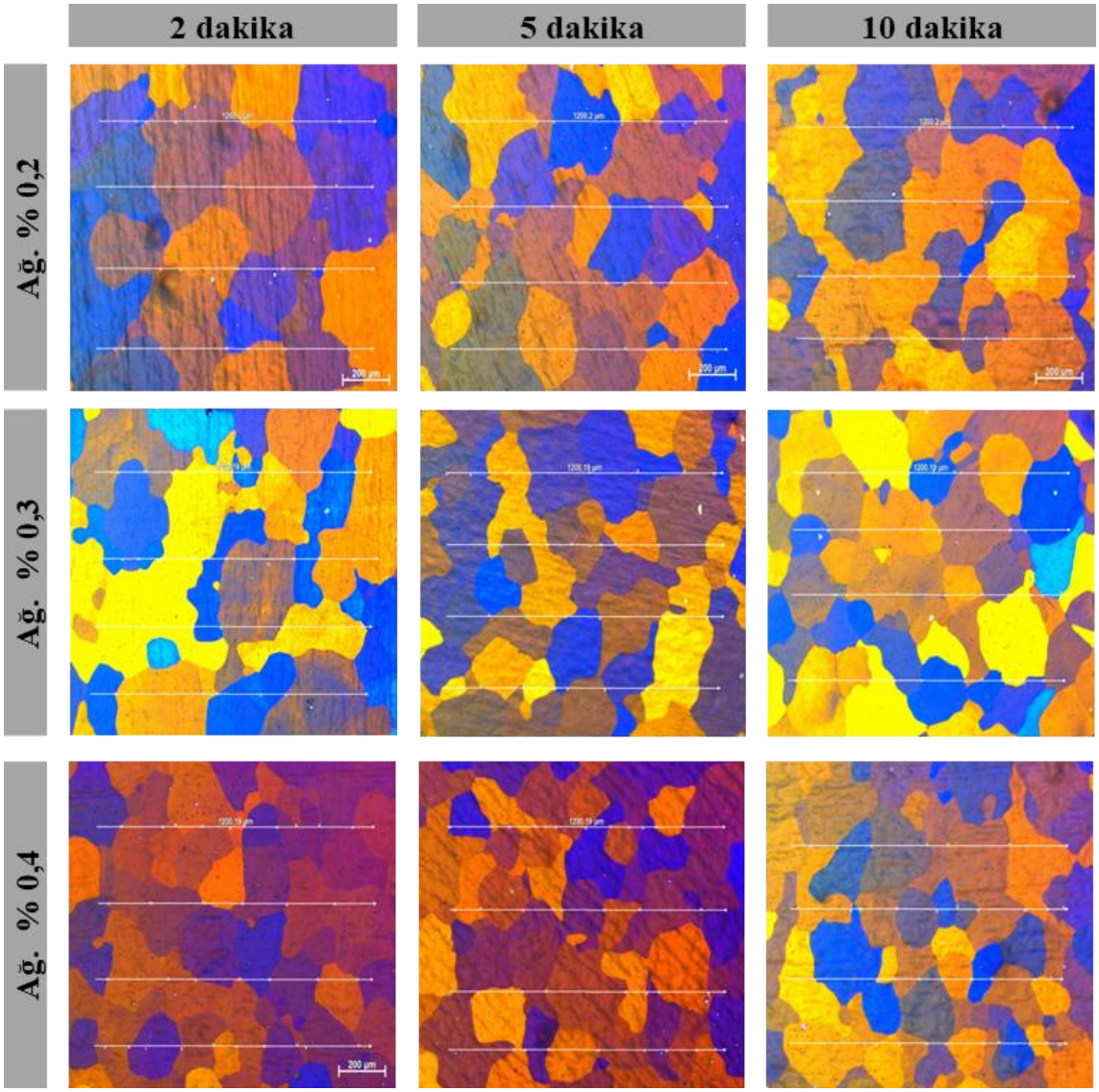
Şekil 6.17'de AlTiB 3/1 master alaşımına ait dağlanmış numunelerin polarize kontrast tane yapısı görüntüleri farklı ilave miktar ve bekleme sürelerine göre verilmiştir. Artan master alaşım miktarına bağlı olarak tane yapısının daha da inceldiği mikro yapı görüntülerinden anlaşılmaktadır. AlTiB 3/1 diğer TiB esaslı master alaşımlar ile karşılaştırıldığında; %0,2 ve %0,3 ilave miktarlarında AlTiB 5/0,2 ve AlTiB 5/1'den nispeten daha kaba bir tane yapısı sergilerken, %0,4 ilave miktarında benzer tane yapısı sergilediği anlaşılmaktadır.



Şekil 6. 18 AlTiC 5/0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin polarize mikro yapı görüntüleri. (10x)

Şekil 6.18'de AlTiC 5/0,2 master alaşımına ait dağlanmış numunelerin polarize kontrast tane yapısı görüntüleri farklı ilave miktar ve bekleme sürelerine göre verilmiştir. Artan master alaşım miktarına bağlı olarak tane yapısındaki farklılık net olarak anlaşılamaz iken, bekleme süresindeki artışla beraber tane yapısının inceldiği anlaşılmaktadır.

%0,2 ilave miktarı ve 10 dakika bekleme sürelerindeki diğer TiB esaslı master alaşımlara kıyasla tane yapısının daha ince oluşum sergilediği ancak TiB esaslılardaki gibi artan ilave miktarına göre tane yapısının incelmediği anlaşılmaktadır.

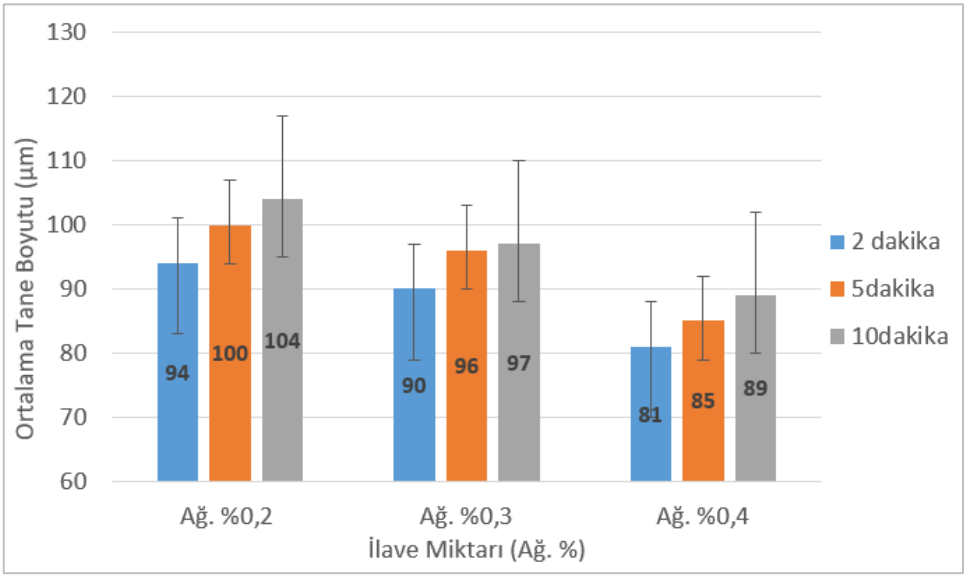


Şekil 6. 19 AlTiC 3/0,15 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin polarize mikro yapı görüntüleri. (10x)

Şekil 6.19'da AlTiC 3/0,15 master alaşımına ait dağlanmış numunelerin polarize kontrast tane yapısı görüntüleri farklı ilave miktar ve bekleme sürelerine göre verilmiştir. Artan master alaşım miktarına bağlı olarak tane yapısının inceldiği ancak bekleme süresine bağlı olarak tane yapısının net bir şekilde değişikliği anlaşılamamaktadır. Bunun yanında çalışmada kullanılan diğer 4 master alaşımdan daha kaba bir tane yapısı sergilediği net olarak anlaşılmaktadır.

6.4 Tane Boyutu Analizleri

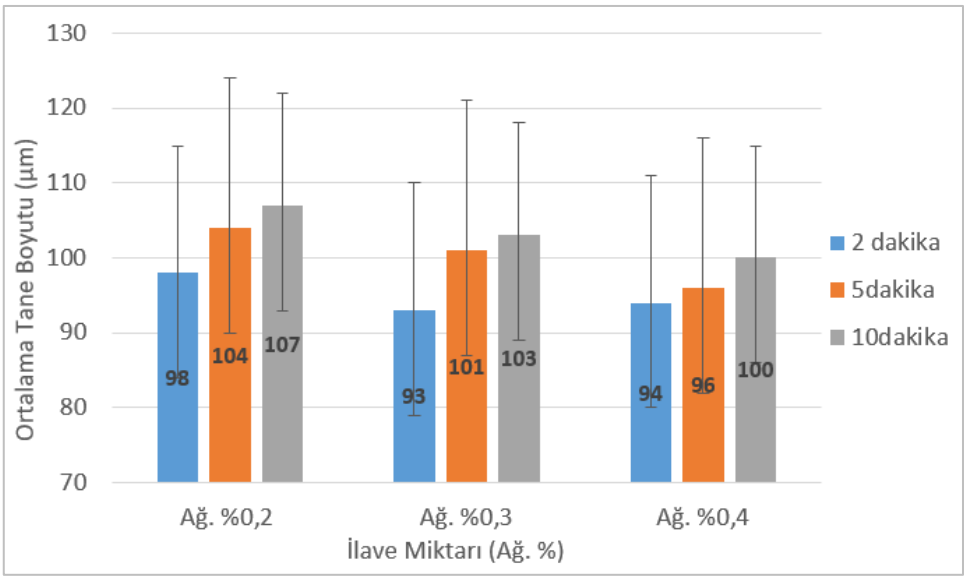
Polarize çekilen görüntüler üzerinden lineer instercept metodu ile malzemelerin ortalama tane boyutları belirlenmiştir. İlavesiz numunelerde tanelerin çok büyük olması nedeniyle 5x büyütmede tane boyutu incelemeleri yapılmıştır. Numuneye ait polarize mikro yapı görüntüsü **Şekil 6.14'te** verilmiştir. **Şekil 6.14** incelendiğinde ilavesiz numunelerdeki tanelerin boyutları 2mm ve daha büyük olduğu görülmektedir.



Şekil 6. 20 AlTiB 5 / 1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin ortalama tane boyutları.

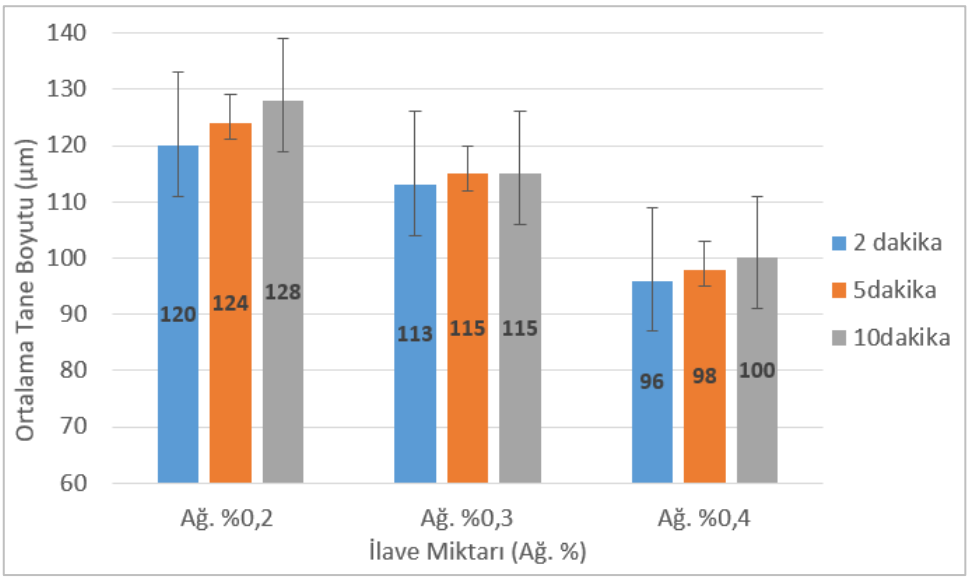
Şekil 6.20-24'deki grafiklerde deneysel çalışmalar kapsamında kullanılan master alaşımlarının farklı ilave ve farklı bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinden hesaplanan ortalama tane boyutları verilmiştir.

Şekil 6.20'de artan AlTiB 5/1 master alaşım ilave miktarına bağlı olarak ortalama tane boyutu 94-104 µm'lerden 81-89 µm'lere kadar düştüğü görülmektedir. Tüm ilave miktarlarında bekleme süresi uzadıkça ortalama tane boyutunun arttığı / tanelerin kabalaştığı anlaşılmaktadır. En ince taneler % 0,4 ilave miktarı ve 2 dakikalık bekleme süresinde 81 µm olarak analiz edilirken, en kaba taneler ise %0,2 ilave miktarı ve 10 dakikalık bekleme süresinde 104 µm olarak analiz edilmiştir.



Şekil 6. 21 AlTiB 5 / 0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin ortalama tane boyutları.

Şekil 6.21'de artan AlTiB 5/0,2 master alaşım ilave miktarına bağlı olarak ortalama tane boyutu 98-107 µm'lerden 94-100 µm'lere kadar düştüğü görülmektedir. Tüm ilave miktarlarında bekleme süresi uzadıkça ortalama tane boyutunun arttığı / tanelerin kabalaştığı anlaşılmaktadır. En ince taneler % 0,4 ilave miktarı ve 2 dakikalık bekleme süresinde 94 µm olarak analiz edilirken, en kaba taneler ise %0,2 ilave miktarı ve 10 dakikalık bekleme süresinde 107 µm olarak analiz edilmiştir.

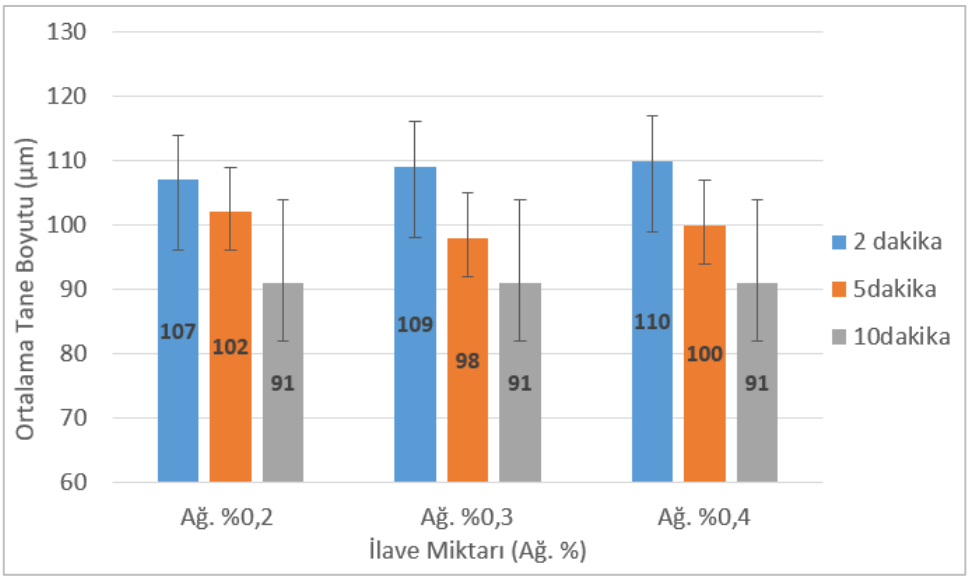


Şekil 6. 22 AlTiB 3 / 1 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin ortalama tane boyutları.

Şekil 6.22'de artan AlTiB 3 / 1master alaşım ilave miktarına bağlı olarak ortalama tane boyutu 120-128 μm'lerden 96-100 μm'lere kadar düştüğü görülmektedir. Tüm ilave miktarlarında genel olarak bekleme süresi uzadıkça ortalama tane boyutunun arttığı / tanelerin kabalaştığı anlaşılmaktadır. En ince taneler % 0,4 ilave miktarı ve 2 dakikalık bekleme süresinde 96 μm olarak analiz edilirken, en kaba taneler ise %0,2 ilave miktarı ve 10 dakikalık bekleme süresinde 128 μm olarak analiz edilmiştir.

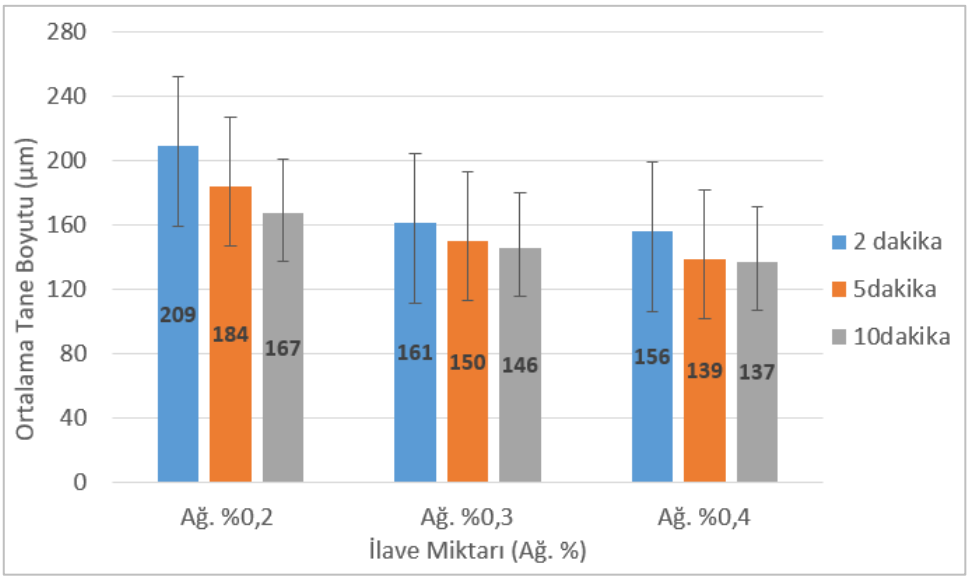
Farklı konsantrasyonlardaki TiB esaslı master alaşımların değişen ilave miktarı ve bekleme süresinin tane boyutlarına etkisini değerlendirecek olursak;

- Kullanılan 3 master alaşımda da (AlTiB 5 / 1, AlTiB 5 / 0,2, AlTiB 3 / 1) artan ilave miktarı ile birlikte ortalama tane boyutlarının azaldığı, yani tanelerin inceldiği tespit edilmiştir. Her üç master alaşımın ilave miktarının artması ile beraber sıvı metal içindeki heterojen çekirdeklenmeyi sağlayacak fazların (TiB_2 – Al_3Ti) artması daha ince tanelerin elde edilmesini sağlamıştır [1][2].
- Sıvı metale master alaşım ekledikten sonra numune almadan önceki artan bekleme süresiyle birlikte ortalama tane boyutlarının arttığı, yani tanelerin kabalaştığı belirlenmiştir. Bekleme süresinin artması ile tanelerin kabalaşması TiB_2 partiküllerinin yoğunluğu nedeniyle çökelme ve aglomerasyon eğilimi kaynaklı oluşan, literatürde de solma olarak adlandırılan, durum ile açıklanabilir [7][20][25][30].
- Genel olarak ince taneler AlTiB 5/1 master alaşım kullanılarak elde edilirken en kaba taneler AlTiB 3/1 kullanılarak elde edilmiştir. Tane küçültme kabiliyetinin sırasıyla AlTiB 5/1 > AlTiB 5/0,2 > AlTiB 3/1 olduğu tespit edilmiştir. Bu durum farklı konsantrasyonlara sahip master alaşımların, farklı miktarlarda çekirdeklenmeyi sağlayacak fazları içerdiğini göstermektedir. Bu sonuçlar ile her iki fazların da uygun miktarda/sayıda olması tane inceltme etkinliğini doğrudan etkilediği yorumu yapılabilir. Master alaşımdaki 2.2 Ti:B oranından fazla Ti, Al_3Ti oluşumunu sağladığı bilinmektedir [1]. Bu bilgiden yola çıkarak TiB oranı en fazla olan, yani sayı açısından en fazla Al_3Ti içeren master alaşım AlTiB 5/0,2'dir. Eğer çekirdeklenme mekanizması peritektik ve peritektik hulk teorisindeki gibi Al_3Ti fazları üzerinden gerçekleşiyor olsaydı, AlTiB 5/0,2 kullanımında daha ince tane oluşum beklenirdi. Bu bulgular; karbür/borür, çift çekirdeklenme, hiperçekirdeklenme ve çözünen teorileri ile daha çok uyuşmaktadır [2][20][23][29][30].



Şekil 6. 23 AlTiC 5 / 0,2 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin ortalama tane boyutları.

Şekil 6.23'de artan AlTiC 5/0,2 master alaşım ilave miktarının ortalama tane boyutunu değiştirmediği tespit edilmiştir. Tüm ilave miktarlarında bekleme süresi uzadıkça ortalama tane boyutunun azaldığı görülmektedir. En ince tane boyutu 91 µm olarak tüm ilave miktarlarındaki 10 dakikalık bekleme süresinde elde edilmiştir.



Şekil 6. 24 AlTiC 3 / 0,15 master alaşımı kullanılarak farklı ilave miktarı ve bekleme sürelerinde elde edilen TP-1 numunelerinin ortalama tane boyutları.

Şekil 6.24'de artan AlTiC 3 / 0,15 master alaşım ilave miktarının ortalama tane boyutunu 209-167 µm'lerden 156-137 µm'lere düştüğü görülmektedir. Tüm ilave miktarlarında genel olarak bekleme süresi uzadıkça ortalama tane boyutunun azaldığı anlaşılmaktadır.

En ince taneler % 0,4 ilave miktarı ve 10 dakikalık bekleme süresinde 137 µm olarak analiz edilirken, en kaba taneler ise %0,2 ilave miktarı ve 2 dakikalık bekleme süresinde 209 µm olarak analiz edilmiştir.

Farklı konsantrasyonlardaki TiC esaslı master alaşımların değişen ilave miktarı ve bekleme süresinin tane boyutlarına etkisi değerlendirilecek olursa;

- Her iki TiC esaslı master alaşımın kullanımında artan bekleme süresiyle birlikte taneler daha da inceldiği tespit edilmiştir. Bu durum literatürde belirtildiği gibi TiB_2 partiküllerinin topaklanmasının aksine artan bekleme süresiyle beraber master alaşımdaki TiC bileşenlerinin çözünüp daha fazla çekirdeklenme yöresi oluşturması ile açıklanabilir [27].
- AlTiC 5 / 0,2 kullanılan numunelerde artan ilave miktarının ortalama tane boyuna etkisi yokken, AlTiC 3 / 0,15 kullanılan numunelerde artan ilave miktarı ortalama tane boyutunu daha da azalttığı tespit edilmiştir. AlTiC 3/0,15 master alaşımın ilave miktarının artması ile beraber sıvı metal içindeki heterojen çekirdeklenmeyi sağlayacak fazların artması nedeniyle daha ince tanelerin elde edilmesini sağladığı düşünülmektedir. AlTiC 5/0,2'de ilave miktarının artması ile tane boyutunda değişiklik olmaması %0,2 ilave miktarı yapıdaki heterojen çekirdeklenmeyi sağlayacak maksimum partikül sayısına ulaşıldığı düşünülmektedir.
- AlTiC 5 / 0,2'nin AlTiC 3 / 0,15'den çok daha etkin bir tane inceltme performansı olduğu tespit edilmiştir. Master alaşım bileşiminde Ti ve C miktarının fazla olması sonucunda daha uygun sayıda TiC ve $TiAl_3$ bileşenlerinin oluşumu ile daha fazla çekirdeklenme yöresi sağlanması ile açıklanabilir.
- AlTiC ve AlTiB bazlı master alaşımlar karşılaştırıldığında; AlTiC 5/0,2'ın; AlTiB 5/1 ve AlTiB 5/0,2 master alaşım alaşımı kullanılarak elde edilen ortalama tane boyutuna yakın bir tane boyutu elde edilirken, AlTiB 3/1 ve AlTiC 3/0,15'den daha ince tane yapısı elde edildiği tespit edilmiştir. Ti, C ve B konsantrasyonları aynı olan; AlTiB 5/0,2 ve AlTiC 5/0,2 karşılaştırıldığında; kısa bekleme sürelerinde AlTiB 5/0,2 daha iyi tane inceltme performansına sahipken, uzun bekleme sürelerinde AlTiC 5/0,2 daha iyi bir tane inceltme performansı sergilemektedir. Ti konsantrasyonları aynı olan AlTiB 3/1 ile AlTiC 3/0,15 karşılaştırıldığında; ise AlTiB 3/1 kullanılan numunelerdeki tanelerin çok daha ince olduğu görülmektedir.

6.5 Endüstriyel Deneme Üretimi Sonuçları

Laboratuvar ölçeğinde yapılan çalışmaların sonucunda elde edilen en iyi tane inceltici master alaşım ve belirlenen ilave miktarı ile İkiz Merdaneli Sürekli Döküm yöntemi ile endüstriyel üretim hattında rulo üretimi yapılmıştır. Bu üretim ASAŞ ALÜMİNYUM SAN. TİC. A.Ş. Döküm İşletmesinde gerçekleştirilmiştir. ASAŞ'taki mevcut döküm uygulamalarında AlTiB 5/0.2 master alaşımı kullanılmaktadır. Laboratuvar ölçekli yapılan çalışmalarda AlTiB 5/1'in en iyi tane inceltme performansı olduğu belirlenmesi nedeniyle AlTiB 5/1 master alaşım üzerinden endüstriyel denemelerin gerçekleştirilmesi ve mevcutta kullanılan AlTiB 5/0,2 ile mukayese edilmesi kararlaştırılmıştır. 2 farklı tane inceltici master alaşım (AlTiB 5/0,2 ve AlTiB 5/1) ve 2 farklı ilave miktarı (%0,2 ve %0,4) ile 4 adet 5mm kalınlığında ve 1320mm genişliğinde 1050A alaşım rulo ikiz merdaneli döküm yöntemiyle üretilmiştir. Tan inceltici master alaşımlar sıvı metale eklendikten sonra katılaşana kadar geçen süre yaklaşık olarak 8 dakikadır. İki farklı ilave miktarı belirlenmesindeki amaç master alaşım kullanım sarfiyatını optimize etmektir. Ağırlıkça %0,2 AlTiB 5/1 master alaşımı kullanılması durumunda, ağırlıkça %0,4 AlTiB 5/0,2 master alaşımı kullanılması durumuyla yakın ortalama tane boyutu elde edildiği önceki bölümde analiz edilmiştir. Bu sebeple 2 farklı ilave miktarı belirlenmiştir. Dökülen bobinlerden alınan levha numunelerinin kimyasal analizleri gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda levha kesit mikro yapıları standart metalografik tekniklerle hazırlanarak ışık mikroskobu altında dağlanmış konumda tane yapısı incelenmiştir.

Tablo 6. 8 Farklı ilave miktarlarında AlTiB 5/0,2 master alaşım kullanılarak üretilen 1050A alaşım ruloya ait kimyasal analiz değerleri.

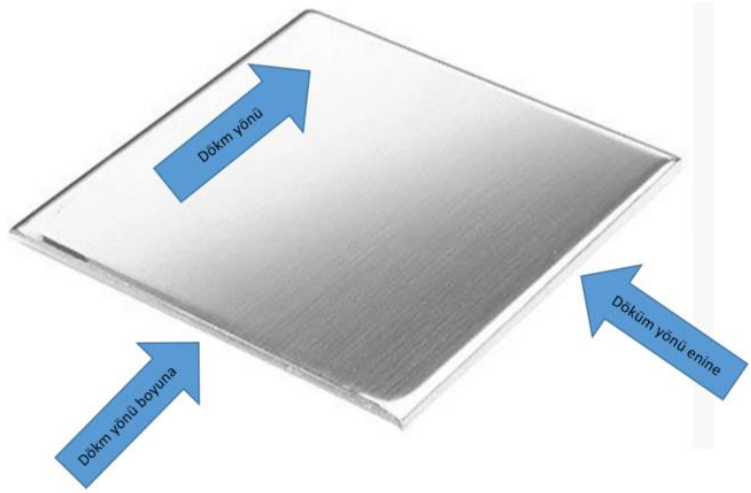
	Kimyasal Bileşim (%Ağ.)						
İlave Miktarı	***Si***	***Fe***	***Mn***	***Mg***	***Ti***	***B***	***Al***
%0,2	0,18	0,22	0,005	0,0002	0,0148	0,0003	99,54
%0,4	0,20	0,21	0,004	0,0002	0,0254	0,0005	99,55

Tablo 6. 9 Farklı ilave miktarlarında AlTiB 5/1 master alaşım kullanılarak üretilen 1050A alaşım ruloya ait kimyasal analiz değerleri.

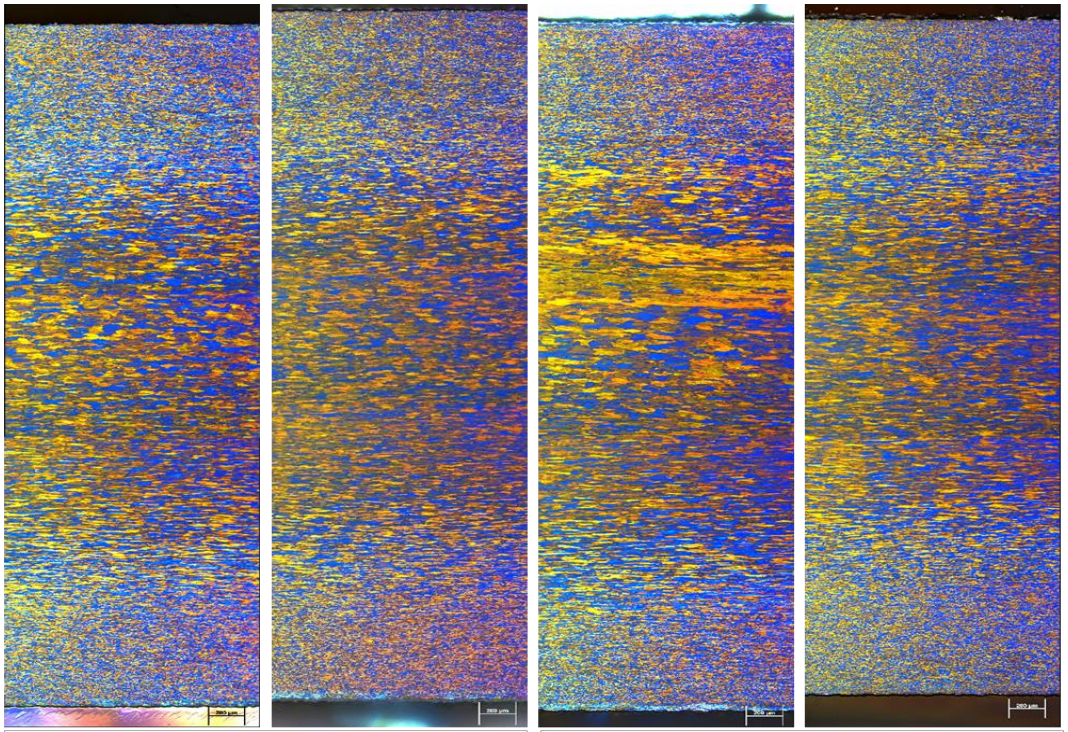
	Kimyasal Bileşim (%Ağ.)						
İlave Miktarı	***Si***	***Fe***	***Mn***	***Mg***	***Ti***	***B***	***Al***
%0,2	0,18	0,23	0,004	0,0001	0,0140	0,0010	99,54
%0,4	0,17	0,21	0,004	0,0001	0,0256	0,0016	99,55

Endüstriyel üretim hattında ikiz merdaneli döküm yöntemi ile üretimi gerçekleştirilen rulolara ait kimyasal analizler **Tablo 6.8-9**'de verilmiştir. Artan tane inceltici master alaşım ilave miktarıyla birlikte rulolardaki Ti ve B elementlerinin konsantrasyonlarının arttığı belirlenmiştir. Her iki master alaşım kullanımında da, master alaşımlardaki Ti konsantrasyonlarının aynı olması nedeniyle; %0,2 ilave miktarında rulolardaki Ti konsantrasyonu %0,014-0,015 aralığında gerçekleşirken, %0,4 ilave miktarında yaklaşık %0,025 olarak gerçekleşmiştir. Fakat kullanılan iki master alaşımın B konsantrasyonlarının farklı olması nedeniyle aynı ilave miktarlarında rulolardaki B konsantrasyonlarının farklı olduğu görülmektedir.

Mikro yapı incelemeleri döküm veya hadde yönüne paralel veya dik şekilde gerçekleştirilmiştir. Döküm yönüne paralel yönde incelemeleri için enine, döküm yönüne dik incelemeler için ise boyuna tabirleri kullanılır. Mikro yapı incelemeleri için kullanılan yönlerin gösterimi **Şekil 6.24'teki** gibidir.



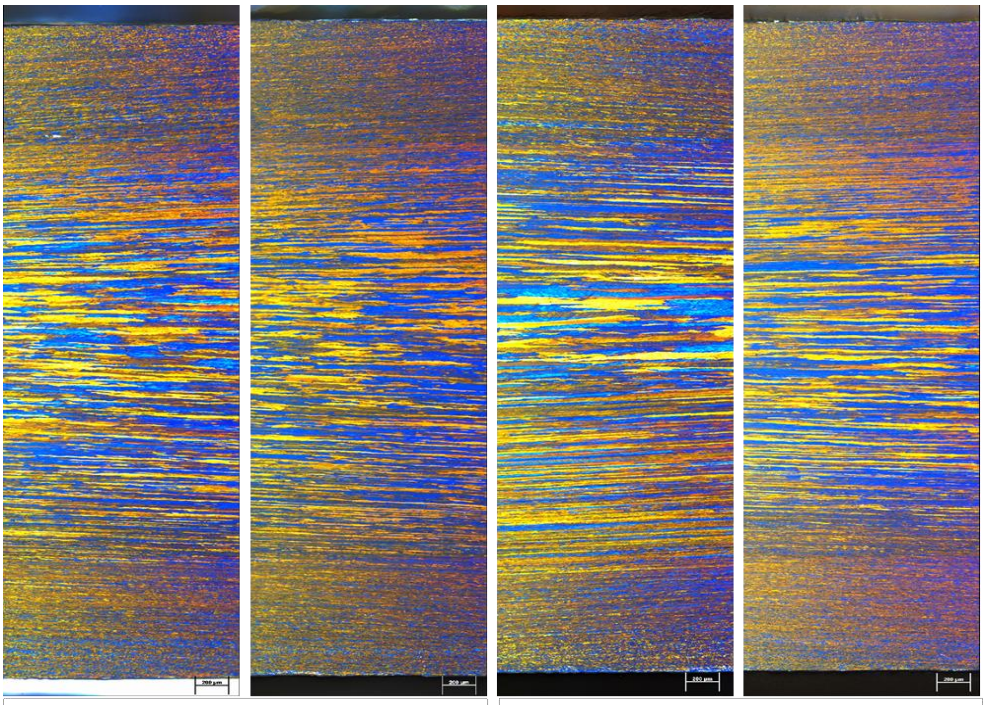
Şekil 6. 25 Mikro yapılar için döküm yönüne göre hazırlanan numune yönlerinin gösterimi.



Şekil 6. 26 Farklı ilave miktarlarında ve farklı master alaşım kullanılarak dökülen 1050 alaşım ruloların polarize mikro yapıları. (10x büyütme- enine)

Şekil 6.26'te farklı ilave miktarı ve farklı master alaşım kullanımı sonucunda elde edilen döküm levhanın kesit mikro yapı görüntüleri verilmiştir. Görüntüler parlatılmış ve sonrasında elektrolitik olarak dağlanmış konumda polarize ışık mikroskobu görüntüleridir. Mikro yapı tipik ikiz merdane dökümle hızlı katılaşma sonucu yüzeylerde küçük merkeze doğru nispeten daha kaba bir tane yapısı sergilemektedir. İlave miktarlarından bağımsız olarak **Şekil 6.25** a-b ve c-d mikro yapıları karşılaştırıldığında; AlTiB 5/1 master alaşım kullanımı ile merkez ve kenarlarda oluşan tane yapısının AlTiB 5/0,2 kullanıldığı durumda elde edilen mikro yapılardan daha ince olduğu görülmektedir. İlave olarak, %0,4 ilave miktarında her iki master alaşım kullanıldığında uygun bir tane yapısı elde edilmiştir. % 0,2 master alaşım ilavesinde AlTiB 5/1'de uygun bir tane tane yapısı elde edilirken, AlTiB 5/0,2 kullanımında merkezde kabalaşan tanelerin oluştuğu görülmektedir. Ayrıca mikro yapılar üzerinde ortalama tane boyutu ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Ortalama tane boyutu ölçümleri kenarlarda çok ince taneler olması nedeniyle 20x büyütmede, merkezde daha kaba taneler olması nedeniyle 10x büyütmede yapılmıştır. AlTiB 5/1 master alaşımın; % 0,2 ilave miktarında kenarlarda 11,3 µm ortalama tane boyutu elde edilirken, merkez bölgesinde 46 µm ortalama tane boyutu elde

edilmiştir. AlTiB 5/1 master alaşımın; % 0,4 ilave miktarında kenarlarda 9,7µm ortalama tane boyutu elde edilirken, merkez bölgesinde 40 µm ortalama tane boyutu elde edilmiştir. AlTiB 5/0,2 master alaşımın; %0,2 ilave miktarında kenarlarda 14 µm ortalama tane boyutu elde edilirken, merkezlerden tanelerde kabalaşma olması ve taneler tam olarak oluşmaması nedeniyle ölçüm yapılmamıştır. AlTiB 5/0,2 master alaşımın; 0,4 ilave miktarında kenarlarda 12 µm ortalama tane boyutu elde edilirken, merkezde 52 µm ortalama tane boyutu elde edilmiştir. Ölçüm sonuçları **Tablo 6.10'da** verilmiştir. Mikro yapılardaki bu bulgular deneysel çalışmalarından elde edilen sonuçlar ile de paralellik göstermektedir. AlTiB 5/1'in daha etkin bir tane inceltici master alaşım olduğunu ortaya koymaktadır. **Şekil 6.27'de** ise döküm yönüne boyuna kesitten alınan tane yapısı görüntüleri de benzer şekilde oluşum sergilemektedir.



Şekil 6. 27 Farklı ilave miktarlarında ve farklı master alaşım kullanılarak dökülen 1050 alaşım ruloların polarize mikro yapıları. (10x büyütme –boyuna)

Tablo 6. 10 Endüstriyel olarak üretilen ruloların ortalama tane boyut ölçüm sonuçları.

Master Alaşım	*İlave Miktarı (%Ağ)*	*Ortalama Tane Boyutu (µm)*	
		Kenar	*Merkez*
AlTiB 5/1	0,2	11,3	46
AlTiB 5/0,2	0,2	14	-
AlTiB 5/1	0,4	9,7	40
AlTiB 5/0,2	0,4	12	52

7
SONUÇ

Bu çalışmada öncelikle laboratuvar koşullarında TiC ve TiB bazlı master alaşımlarının TP-1 testi ile değişen ilave miktarı ve bekleme sürelerinde tane inceltme etkinliği tayin edilmiştir. Tane inceltme performansı açısından en iyi tane inceltici olarak belirlenen AlTiB 5/1 master alaşımın mevcut üretimlerde kullanılan AlTiB 5/0,2 master alaşımı ile mukayese etmek amacıyla belirlenen miktarlarda sıvı metale eklenerek endüstriyel üretim hattında rulo üretimi gerçekleştirilmiştir. Yapılan laboratuvar koşullarındaki ve endüstriyel üretim denemelerinde aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- En ince taneler 81µm ortalama tane boyutu ile %0,4 ilave miktarı ve 2 dakikalık bekleme süresinde AlTiB 5/1 master alaşım kullanılarak elde edilmiştir. En kaba taneler ise 209µm ortalama tane boyutu ile %0,2 ilave miktarı ve 2 dakikalık bekleme süresinde AlTiC 3/0,15 master alaşım kullanılarak elde edilmiştir.
- Endüstriyel üretim hattında yapılan deneme sonuçları incelendiğinde; en ince taneler kenarda 9,7 µm, merkezlerde ise 40µm ortalama tane boyutu ile AlTiB 5/1'in %0,4 ilave miktarında elde edilmiştir. En kaba taneler ise AlTiB 5/0,2 master alaşımın %0,2 ilave miktarında elde edilmiştir. AlTiB 5/0,2 master alaşımın %0,2 ilave miktarında kenardaki ortalama tane boyutu 14 µm iken merkezdeki aşırı kabalaşmış uygun olmayan tanelerin olması nedeniyle tane boyutu ölçümleri gerçekleştirilmemiştir.
- AlTiB Bazlı master alaşımların tane inceltme etkinliği değerlendirildiğinde; sırasıyla AlTiB 5/1 > AlTiB 5/0,2 > AlTiB 3/1 olduğu tespit edilmiştir. Bu durum farklı konsantrasyonlara sahip master alaşımların, farklı miktarlarda çekirdeklenmeyi sağlayacak fazları içerdiğini göstermektedir. Bu sonuçlar ile her iki fazlarında uygun miktarda/sayıda olması tane inceltme etkinliğini doğrudan etkilediği yorumu yapılabilir. Bu bulgular; karbür/borür, çift çekirdeklenme, hiperçekirdeklenme ve çözünen teorileri ile daha uyuşmaktadır [2][20][23][29][30].

- AlTiC 5/0,2 master alaşımı hariç kullanılan tüm master alaşımların ilave miktarlarındaki artış ile birlikte tane boyutlarının azaldığı yani tanelerin inceldiği tespit edilmiştir. Bu durum, artan master alaşım ilavesiyle birlikte, çekirdeklenmeyi sağlayacak fazların sayısının artması sonucunda daha ince tanelerin elde edilmesi ile açıklanabilir. AlTiC 5/0,2'de ilave miktarının artması ile tane boyutunda değişiklik olmaması %0,2 ilave miktarında yapıdaki heterojen çekirdeklenmeyi sağlayacak maksimum partikül sayısına ulaşıldığı düşünülmektedir. Bu durumu kanıtlamak amacıyla %0,2'den daha düşük ilave miktarlarında TP-1 testi yapılarak sonuçlar analiz edilebilir.
- AlTiB bazlı master alaşımlar kullanılarak elde edilen veriler incelendiğinde; artan bekleme süresiyle birlikte ortalama tane boyutunun da arttığı görülmektedir. Bu durum; literatürde olduğu gibi sönüm/solma olarak adlandırılan TiB_2 partiküllerinin yoğunluğu nedeniyle çökme eğiliminde ve aglomerasyonu sonucunda çekirdekleme yörelerinin azalmasıyla açıklanabilir.
- AlTiC bazlı master alaşımların keşfi; AlTiB bazlı master alaşımlardaki zehirlenme ve sönüm etkilerinin ortadan kaldırmak amacıyla başlatılan çalışmalardan doğduğu bilinmektedir [7][20][28]. AlTiC bazlı master alaşımlar kullanılarak elde edilen veriler incelendiğinde; artan bekleme süresi ile tane boyutlarında artma / kabalaşma olmadığı görülmektedir Bu durum AlTiC bazlı master alaşımlarda sönüm olayının yaşanmadığını doğrulamaktadır.
- Numunelerin kimyasal analiz sonuçları değerlendirildiğinde; numunelerdeki Ti ve B'un konsantrasyonları artan ilave miktarı ve master alaşım bileşimindeki artan konsantrasyon miktarı ile arttığı görülmektedir.
- Yapılan çalışmalar neticesinde sonuçlara istinaden; endüstriyel ölçekteki üretim hatlarında master alaşım ekleme noktası katılaşma bölgesinden uzaksa (master alaşımın sıvı metal içinde katılaşmadan önceki bekleme süresi yaklaşık olarak 10 dakika civarındaysa), AlTiC 5/0,2 tercih edilebilir. Eğer bu süre 2 dakika civarlarındaysa AlTiB 5/1 master alaşımı tercih edilebilir.
- AlTiC 5/0,2 master alaşımı kullanılması durumunda; ilave miktarının %0,2'yi geçmemesi önerilir. Çünkü bu miktardan daha fazla ilave miktarı taneleri daha fazla inceltmemektedir. İlave miktarındaki kırılım noktasının belirlenebilmesi için %0,2'den daha düşük ilave miktarlarında deneysel çalışmalar yapılabilir.
- AlTiC 5/0,2 master alaşımının AlTiB5/1, AlTiB 5/0,2 ve AlTiB 3/1 master alaşımlarına yakın tane inceltme etkinliği olduğu belirlenmiştir.

- Laboratuvar çalışmalar sonucunda belirlenen parametrelerle endüstriyel ölçekte ikiz merdaneli döküm yöntemi ile üretimi yapılan rulolara ait sonuçlar incelendiğinde; her iki AlTiB 5/1 ve AlTiB 5/0,2 master alaşımın %0,4 ilave miktarında uygun sonuçlar elde edilmiştir. Fakat %0,2 ilave miktarındaki AlTiB 5/1 master alaşımı kullanıldığında uygun ince tane yapısı oluşurken, AlTiB 5/0,2 master alaşımı kullanıldığında uygun olmayan merkeze yakın kaba tanelerin oluştuğu tespit edilmiştir. Bu durum ikiz merdaneli döküm yöntemi ile üretilen 1050A alaşımlarında AlTiB 5/1 master alaşımın daha etkin bir tane inceltici olduğunu ortaya koymuştur.
- Çalışmada kullanılan master alaşımların birim fiyatları ile ilgili mukayese yapıldığında sırasıyla; ALTiC 5/0,2 (5,18 Euro/kg) > AlTiC 3/0,15 (4,63 Euro/kg) > AlTiB 5/0,2 (4,27 Euro/kg), AlTiB 5/1 (4,1 Euro/kg), AlTiB 3/1(4,05 Euro/kg). Fiyat açısından en ucuz master alaşım AlTiB 3/1'dir. Fiyat performans açısından değerlendirecek olursak AlTiB 5/1, AlTiB 3/1'den 0,5 Euro/kg daha pahalı olmasına karşılık tüm ilave miktarlarında daha iyi tane inceltme performansı sergilemektedir.

KAYNAKÇA

[1] Fan, Z. 2021. Grain refining mechanism in the Al/Al–Ti–B system. Acta Materialia Volume 84, 1 February 2015, 292-304.

[2] XIAO, F. 2021 Effect of trace boron on grain refinement of commercially pure aluminum by Al−5Ti−1B. Trans. Nonferrous Met. Soc. China.

[3] Birol Y. 2006. The performance of Al–Ti–C grain refiners in twin-roll casting of aluminium foilstock. Journal of Alloys and Compounds(2007)

[4] Naglıc, I. 2008 The influence of TiB2 particles on the effectiveness of Al–3Ti–0,15C grain refiner. Materilaks Characterization 59(2008) 1458 – 1465.

[5] Xu, X. 2019 The grain refinement of 1070 alloy by different Al-Ti-B mater alloys and its influence on the electrical conductivity. Results in Physics 14 (2019) 102.

[6] Jian-gou, L. 2006 Performance comparison of AlTiC and AlTiB master alloys in grain refinement of commercial and high purity aluminium. Trans. Nonferrous Met. SOC. China 16(2006) 242-253

[7] Zhang, L. 2019. Kinetic behaviour of TiB_2 particles in Al melt and their effect on grain refinement of aluminium alloys Trans. Nonferrous Met. Soc. China 30(2020) 2035−204

[8] Li, P. 2012 Grain refinement of A356 alloy by Al–Ti–B–C master alloy and its effect on mechanical properties. Materials and Design 47 (2023) 522-528

[9] Davis, J. R. (1993). Aluminum and aluminum alloys. ASM international.351-416

[10] TALAT Lecture 1501 Aluminium: Physical Properties, Characteristics and Alloys.

[11] Alumınium, Britannica, “https://www.britannica.com/science/aluminum" [Erişim:15 Kasım 2024]

[12] Alüminyum, Evrim ağacı, “https://evrimagaci.org/aluminyum-9892”, [Erişim:16 Kasım 2024]

[13] TALAT Lecture 2202 Structural Aluminium Materials

[14] Güler, M. 2019-İkiz Merdane Sürekli Döküm Yöntemi İle Üretilen 3005 Alüminyum Alaşımının Şekillendirilebilirlik Kabiliyetinin Optimize Edilmesi. İstanbul Teknik Üniversitesi – Fen Bilimleri Enstitüsü-2019

[15] Cengiz, N.M. 2018-İkiz Merdane Yöntemi İle 1xxx ve 3xxx Serisi alüminyum Levha Üretimindeki Proses Parametrelerinin Özellikler Üzerindeki Etkisi. Kütahya Dumlupınar Üniversitesi –Fen Bilimleri Enstitüsü -8

[16] Doğan, Ç. 2018. 3xx Serisi Alüminyum Alaşımlarında Magnezyum ve Alternatif Proseslerin Etkisinin İncelenmesi. İstanbul Teknik Üniversitesi – Fen Bilimleri Enstitüsü-19

[17] Kayapa, S. 2015. Sürekli Döküm Tekniği İle Üretilmiş Levhalarda Dökme Rulo Kalınlığının Mikroyapı ve Mekanik Özelliklere Etkisi. İstanbul Teknik Üniversitesi – Fen Bilimleri Enstitüsü-21

[18] Özçetin, Y. 2021. 3005 Alüminyum Levhaların Derin Çekilme Kabiliyetinin Araştırılması. Yıldız Teknik Üniversitesi – Fen Bilimleri Enstitüsü. 22-23

[19] R.-G. Guan and D. Tie, "A review on grain refinement of aluminum alloys: progresses, challenges and prospects," Acta Metallurgica Sinica (English Letters), vol. 30, no. 5, pp. 409-432, 2017

[20] Hajji, C. 2023. Effect of grain refiners on the graing refining performance in aluminium wrought AA611 alloys.

[21] Aldoğan, E.B. Grain refinement of Al-Si-Mg Cast Alloys with Niobium-Boron Addition. Orta Doğu Teknik Üniversitesi – Metalurji ve Malzeme Mühendisliği.16

[22] Harday, H. 2012. Alüminyum Alaşımlarının Dökümünde Kullanılan Tane Küçültücüler. Yıldız Teknik Üniversitesi – Fen Bilimleri Enstitüsü .20,

[23] Çetintürk, S. 2021. A206.0 Alüminyum Bakır Alaşımlarının Farklı Aşılayıcılar ile Tane Boyutunun İnceltilmesi ve T6 Isıl İşlemi Uygulayarak Mekanik Özelliklerin Geliştirilmesi. Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü.

[24] Yapıcı, C. 2012. AlTi5B1 Master Alaşımının Alüminyum Basınçlı Döküm Yönteminde Tane İnceltici Olarak Kullanımının İncelenmesi. Yıldız Teknik Üniversitesi – Fen Bilimleri Enstitüsü. 18.

[25] I. A. Mwamba, "Characterisation of Al-Ti-B Grain Refiners Prepared by Aluminothermic Reduction of TiO2 and B2O3," School of Process and Materials Engineering - Faculty of Engineering and the Built Environment, Witwatersrand,Johannesbourg,South Africa, 2005.

[26] M. Lee and P. Grieveson. 2003. "Production of Al–Ti–B grain refining master alloys," Department of Materials, Imperial College, London SW7 2BP, UK.

[27] A. Detomi, A. Messias, S. Majer and P. Cooper, 2021.The impact of TiCAl and TiBAl grain refiners on cast house processing. Companhia Industrial Fluminense - London & Scandinavian Metallurgical Co Limited. TMS 2021.

[28] G. V. Kumar, B. Murty and M. Chakraborty, 2005. "Development of Al–Ti–C grain refiners and study of their grain refining efficiency on Al and Al–7Si alloy. Indian Institute of Technology, Kharagpur 721 302, India.

[29] Murty, B. S., Kori, S. A., Chakraborty, M., 2002, Grain Refinement of Aluminium and its Alloys by Heteregeneous Nucleation and Alloying, International Materials.

[30] Haydar, H. 2012. Alüminyum Alaşımlarının Dökümünde Kullanılan Tane Küçültücüler. Yıldız Teknik Üniversitesi – Fen Bilimleri Enstitüsü. 27.

[31] Standart Test Procedure For Aluminum Alloy Grain Refiners 2012.

[32] Katılaşma süreçleri ders notu. Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Yüksek Lisans Programı, Katılaşma Süreçleri Dersi, Prof. Dr. Kerem Altuğ Güler.

[33] Tülüce, F. ve Birol, Y. 2017. B, Sr ve Ti İlavelerinin AlSi10Mg0.3 Döküm Alaşımında Tane İnceltme Ve Modifikasyon Üzerine Etkilerinin İncelenmesi ve Optimum İlave Miktarının Belirlenmesi. TÜDOKSAD Akademi 9. Döküm Kongresi.

[34] Fiziksel metalürji ders notları. Bartın Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği lisans programı.

[35] Katılaşma süreçleri ders notu. Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Yüksek Lisans Programı, Katılaşma Süreçleri Dersi, Prof. Dr. Mustafa Çiğdem.

TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR

Konferans Bildirileri

[1] Tokyürek, M., Güler, K.A., Kurnaz S.C., Sevinç S. (2024) "Chemical Grain Refinement of 1xxx Series Al Alloys", 22. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi (IMMC 2024), 19-21 Eylül, İstanbul.