

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ « FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**EŞ KANALLI AÇISAL PRES YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN Zr ve Sc İLE
MODİFİYE EDİLMİŞ AA 6082 ALÜMİNYUM ALAŞIMININ
KARAKTERİZASYONU**

**DOKTORA TEZİ
Emrah Fahri ÖZDOĞRU**

Ana Bilim Dalı: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Program: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

ARALIK 2009

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ « FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**EŞ KANALLI AÇISAL PRES YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN Zr ve Sc İLE
MODİFİYE EDİLMİŞ AA 6082 ALÜMİNYUM ALAŞIMININ
KARAKTERİZASYONU**

**DOKTORA TEZİ
Emrah Fahri ÖZDOĞRU
(506022064)**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 15 Haziran 2009
Tezin Savunulduğu Tarih: 15 Aralık 2009**

**Tez Danışmanı: Prof. Dr. E. Sabri KAYALI (İTÜ)
Jüri Üyeleri: Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU (İTÜ)
Prof. Dr. Lütfü ÖVEÇOĞLU (İTÜ)
Prof. Dr. A. Nihat GÜLLÜOĞLU (MARMARA Ü.)
Prof. Dr. Sakin ZEYTİN (SAÜ)**

ARALIK 2009

ÖNSÖZ

Çalışması yapılan ‘Eş Kanallı Açısız Pres’ yönteminin deneysel çalışmalarının bir bölümü TÜBİTAK-BİLİM İNSANI DESTEKLEME DAİRE BAŞKANLIĞI’nın Yurt Dışı Araştırma Burs Programı ile University of ANCONA-Makine Mühendisliği bölümünde gerçekleştirilmiştir.

Çalışmalarım sırasında bilimsel yorumlarını ve rehberliğini esirgemeyen tüm üniversite eğitimim boyunca desteğini aldığım danışman hocam sayın Prof.Dr. E.Sabri KAYALI’ya teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Deneysel çalışmalarını gerçekleştirdiğim University of Ancona-Makine mühendisliği fakültesi-metalurji bölümü başkanı sayın Prof.Dr. Enrico EVANGELISTA’ya göstermiş olduğu bilimsel yardımları ve danışmanlığı için teşekkür etmek istiyorum. Ayrıca aynı bölümün çalışanlarından, Prof.Dr. Stefano SPIGARELLI, Assoc.Prof.Dr. Marcello CABIBBO, Makine Mühendisi Dr. Carlo PATERNOSTER, Dr. Alberto FABRIZZI, Dr. Raimondo CHECCINI ve Dr. Muhammed EL-MEHTEDİ’ye, laboratuvar teknisyenlerinden Sn. Daniele CICCARELLI’ye bana göstermiş oldukları tüm yardımlar için teşekkürlerimi sunmak istiyorum.

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümü araştırma görevlilerinden sevgili meslekdaşım Dr. Özgür ÇELİK’e yardımlarından ötürü ayrıca teşekkür etmek istiyorum.

Tüm eğitim hayatım boyunca bana verdiği desteklerinden dolayı sevgili aileme tüm sevgimi ve şükranlarımı sunmayı bir borç bilirim.

Son olarak doktora eğitimime devam etmemi sağlayan ve bununla birlikte tanıştığımız günden beri sıkıntılara ve sevinçlerime ortak olup benden daha fazla yorulan ve her zaman bana verdiği destek ve gösterdiği çözüm yollarından dolayı, canım eşim ve yol arkadaşım Seval’e teşekkürlerimi, şükranlarımı ve sevgilerimi sunmak istiyorum.

HAZİRAN, 2009

Emrah Fahri ÖZDOĞRU

Yüksek Metalurji Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	v
KISALTMALAR.....	vii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	ix
ŞEKİL LİSTESİ.....	xi
SEMBOL LİSTESİ.....	xvii
ÖZET.....	xix
SUMMARY.....	xxiii
1. GİRİŞ.....	1
2. AŞIRI PLASTİK DEFORMASYON VE ÇOK İNCE TANELİ MALZEME ÜRETİMİ.....	5
3. ÇOK İNCE TANELİ MALZEME ÜRETİM YÖNTEMLERİ.....	9
3.1 Yüksek Basıncıta Burma	10
3.2 Tekrarlı Kıvrırma ve Düzeltme.....	11
3.3 Katlı Haddelme ile Birleştirme.....	12
3.4 Sürekli Kayma Deformasyon.....	13
4. EŞ KANALLI AÇISAL PRES (EKAP) YÖNTEMİ.....	14
4.1 EKAP İşleminin Prensipleri.....	15
4.2 EKAP İşleminde Deformasyon.....	18
4.3 EKAP Yönteminde Malzemenin Özelliklerini Etkileyen Parametreler.....	25
4.3.1 Kalıp tasarımına bağlı parametreler.....	25
4.3.1.1 Kalıp iç açısı.....	25
4.3.1.2 Kalıp dış eğrilik açısı.....	26
4.3.2 Prosese bağlı parametreler.....	27
4.3.2.1 Paso sayısı.....	27
4.3.2.2 EKAP proses rotası.....	28
4.3.2.3 Pres hızı.....	28
4.3.2.4 Pres sıcaklığı.....	28
4.3.2.5 EKAP süresince dahili ısınma.....	29
4.3.2.6 Malzeme özelliklerinin prosese etkisi.....	30
4.4 EKAP İle Üretilen Malzemelerin Fiziksel ve Mekanik Özellikleri.....	31
4.4.1 Düşük sıcaklık özellikleri.....	31
4.4.1.1 Mukavemet ve süneklilik.....	31
4.4.1.2 Yorulma dayanımı.....	33
4.4.2 Yüksek sıcaklık özellikleri.....	34
5. ALÜMİNYUM ALAŞIMLARI.....	35
5.1 Giriş.....	35
5.2 Zr ve Sc İlavesi.....	38
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	40
6.1 Kullanılan Malzeme.....	41

6.2 Deney Koşulları.....	41
6.3 Karakterizasyon Testleri.....	44
7. DENEY SONUÇLARI.....	46
7.1 EKAP Öncesi Mikroyapı Özellikleri.....	46
7.2 EKAP 1. ve 4. Paso Sonrası Mikroyapı Özellikleri.....	53
7.3 EKAP Sonrası Yaşlandırma İşlemleri.....	67
7.3.1 EKAP 1. paso sonrası yaşlandırma ısı işlemleri.....	68
7.3.2 EKAP 4. paso sonrası yaşlandırma ısı işlemleri.....	94
8. YAŞLANMA ISIL İŞLEMLER ÇÖKELTİ KİNETİĞİ.....	116
9. SONUÇLAR	119
KAYNAKLAR.....	122
ÖZGEÇMİŞ.....	129

KISALTMALAR

APD	: Aşırı Plastik Deformasyon
SPD	: Severe Plastic Deformation
EKAP	: Eş Kanallı Açısal Pres
ECAP	: Equal Channel Angular Press
DSC	: Differential Scanning Calorimetry
XRD	: X ışınları difraksiyonu
YBB	: Yüksek Basıncıta Burma

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 5.1 : Alüminyum döküm ve işlem alaşımlarının sınıflandırılması.....	36
Çizelge 5.2 : İşlem alüminyum alaşımları için ısıtıl işlem ve soğuk işlem kodları.....	37
Çizelge 6.1 : İncelenen AA 6082 alüminyum alaşımlarının kimyasal kompozisyonu (%ağırlık).....	41
Çizelge 6.2 : Yaşlandırma ısıtıl işleminde kullanılan sıcaklık ve süreler.....	44
Çizelge 7.1 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. ve 4. Paso sonrası (111) ve (220) düzlemlerine ait pik verileri.....	63
Çizelge 7.2 : EKAP 1. Paso sonrası yaşlandırma ısıtıl işlemi sertlik ölçüm sonuçları.....	116
Çizelge 7.3 : EKAP 4. Paso sonrası yaşlandırma ısıtıl işlemi sertlik ölçüm sonuçları.....	116
Çizelge 8.1 : Yaşlandırma ısıtıl işlemlerinde EKAP 1. Paso sonrası sıcaklığa bağılı olarak maksimum sertlik seviyesine ulaşma süreleri (dk).....	117
Çizelge 8.2 : Yaşlandırma ısıtıl işlemlerinde EKAP 4. Paso sonrası sıcaklığa bağılı olarak maksimum sertlik seviyesine ulaşma süreleri (dk).....	117
Çizelge 8.3 : EKAP 1. ve 4. paso sonrası aktivasyon enerjileri ve AA 6XXX grubu alüminyum alaşımlarında çökeltme aktivasyon enerjileri.....	119
Çizelge 8.4 : Literatür çökelti fazları aktivasyon enerjileri.....	120

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : EKAP işleminde tane sınırlarında dilsokasyon gelişimi a)tane sınırı duvarının kalınlaşması, b)toparlanma sonucu tane sınırının kalınlığında azalma, c)yeni tane oluşumu.....	7
Şekil 2.2 : Çok ince taneli yapının oluşum evreleri, a)Başlangıç: Eş kanallı tane yapısı, b)deformasyonla birlikte band yapısının oluşumu ve hücre yapısının deformasyon yönünde uzaması, c)band yapısının içerisinde büyük açılı tane oluşumu,d) band yapısı ve düzensiz oluşan büyük açılı tane yapısı.....	8
Şekil 3.1 : Yüksek basınçta burma prosesinin şematik görüntüsü, b)deformasyon eşitliği.....	10
Şekil 3.2 : Tekrarlı kıvrırma ve düzeltme.....	11
Şekil 3.3 : a)Katlı haddeleme ile birleştirme prosesinin genel görüntüsü, b)işlem sonunda ulaşılan deformasyon miktarı.....	12
Şekil 3.4 : Sürekli Kayma Deformasyon.....	13
Şekil 4.1 : a)Eş kanallı açılal pres yöntemi, b)İki kanal arasında oluşan kayma kuvvetleri.....	17
Şekil 4.2 : Farklı köşe eğrilik açısına sahip EKAP kalıpları; a) $\psi=0$, b) $\psi= \pi-\Phi$, c) ψ , $\psi=0$ ve $\psi=180-\Phi$	20
Şekil 4.3 : Kalıp iç açısının numune üzerinde oluşturduğu deformasyon miktarının değişimi.....	22
Şekil 4.4 : EKAP işlemlerinde kullanılan 4 temel pres yönü.....	23
Şekil 4.5 : Numune üzerinde X, Y ve Z düzlemlerinde oluşan kayma düzlemleri....	24
Şekil 4.6 : Farklı EKAP rotası ve paso sayısına bağlı olarak malzemenin X, Y ve Z düzlemlerinde meydana gelen distorsiyon.....	25
Şekil 4.7 : a)90° b)157,5° kalıp iç açısına sahip malzemenin mikro yapısı ve seçilmiş alan difraksiyon patern görüntüsü.....	27
Şekil 4.8 : a) Saf alüminyumda ve b)Al-3Mg alaşımında EKAP işleminde oluşan dahili ısınma eğrileri.....	31
Şekil 4.9 : Akma mukavemeti ve sünekliğin kıyaslanması.....	33
Şekil 4.10 : Farklı işlemlerden geçen saf bakırın mühendislik gerilme ve deformasyon eğrileri.....	34
Şekil 5.1 : Alüminyumda Anti-yeniden kristalleşme elementlerinin yeniden kristalleşme sıcaklığına etkileri.....	40
Şekil 6.1 : ECAP testlerinin gerçekleştirildiği pres ekipmanı.....	42
Şekil 6.2 : Testlerde kullanılan EKAP kalıbı.....	43
Şekil 6.3 : EKAP kalıbına ait teknik resim detayları.....	44
Şekil 7.1 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP öncesinde mikro yapıları; a-b)AA 6082 alaşımı, c-d) AA 6082-Zr-Sc alaşımı.....	48
Şekil 7.2 : AA 6082 alaşımının TEM mikroyapı resimleri ve EDS analizleri; a) AA 6082 alaşımının genel görüntüsü, b) α_c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si	

çökeltilerine ait EDS analizi, c) Mn esaslı dispersoidler, d) AlMn dispersoidlerine ait EDS analizi.....	49
Şekil 7.3 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının TEM mikroyapı resimleri ve EDS analizleri AA a) AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının genel görüntüsü ve AlScSi iğnesel partikülü, b) AlScSi partikülüne ait EDS analizi, c) Al ₃ Sc dispersoidi, d) Al ₃ Sc partikülüne ait EDS analizi.....	50
Şekil 7.4 : AA 6082 alaşımlarının EKAP öncesi çözeltiye alma ısıtma işlemi sonrası X-ışınları difraksiyon diyagramı; □:α-Al, ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, Δ:Al ₆ Mn	51
Şekil 7.5 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP öncesi çözeltiye alma ısıtma işlemi sonrası X-ışınları diyagramı; □:α-Al, ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si.....	52
Şekil 7.6 : a) Literatürde verilen AA 6082 alaşımlarına ait DSC eğrisi, b) AA 6082 ve c) AA 6082-Zr-Sc alaşımlarına ait diferansiyel taramalı kalorimetre-DSC eğrileri.....	53
Şekil 7.7 : AA 6082 alaşımlarının EKAP prosesinde 1-4 paso sonrası mikroyapısı.....	55
Şekil 7.8 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP prosesinde 1-4 paso sonrası mikroyapısı.....	56
Şekil 7.9 : AA6082 alaşımlarının EKAP 1. Paso sonrası TEM mikroyapı fotoğrafları.	58
Şekil 7.10 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. Paso sonrası TEM mikroyapı fotoğrafları.....	59
Şekil 7.11 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. ve 4. paso sonrası XRD grafiği; □:α-Al, ○:α _c (Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, Δ:Al ₆ Mn, ●:Si.....	61
Şekil 7.12 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. ve 4. paso sonrası XRD grafiği; □:α-Al, ○:α _c (Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, ◇:Al ₃ (Zr,Sc), ●:Si.....	61
Şekil 7.13 : AA 6082 alaşımlarının EKAP prosesinde 1. ve 4. paso sonrasında α-Al (111) pikindeki değişim.....	64
Şekil 7.14 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP prosesinde 1. ve 4. paso sonrasında α-Al (111) pikindeki değişim.....	64
Şekil 7.15 : EKAP paso sayısına bağlı olarak malzemenin sertliğinin değişim.....	65
Şekil 7.16 : AA 6082 alaşımlarında EKAP 1. ve 4. paso sonrası DSC eğrileri.....	67
Şekil 7.17 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarında EKAP 1. ve 4. paso sonrası DSC eğrileri...	67
Şekil 7.18 : EKAP 1. paso sonrası ve EKAP işlemi görmemiş AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 100°C'de yaşlanma ısıtma işlemi sonrası sertliğinin yaşlanma süresine bağlı olarak değişimi.....	70
Şekil 7.19 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 100°C–1 saatlik yaşlandırma ısıtma işlemi sonrası TEM mikro yapısı.....	71
Şekil 7.20 : AA 6082 1. paso ve 1.paso sonrası yaşlandırma ısıtma işleminde oluşan X ışınları grafiği;○: α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, Δ:Mg ₂ Si, ●:Si, ■:Al ₆ Mn, ▲:K _β	72
Şekil 7.21 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 100°C–1 saat sonundaki mikro yapısı (a-c) ve c'deki küresel partikülün EDS analizi..	73
Şekil 7.22 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 100°C–1 saatlik yaşlandırma ısıtma işlemi X-ışınları eğrisi. ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, Δ:Mg ₂ Si, ●:Si, ◇:Al ₃ (Zr,Sc), ■:Al ₆ Mn, ▲:K _β	74
Şekil 7.23 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP öncesi ve EKAP 1.paso sonrası 130°C de yaşlanma ısıtma işlemi süresine bağlı olarak sertliğinin değişimi.....	75
Şekil 7.24 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 130°C–1 saat sonundaki mikro yapısı (a-d) ve çökeltilere ait EDS analizleri (e-f).....	76

Şekil 7.25 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem sonunda XRD eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, Δ:Mg ₂ Si, ●:Si, ■:Al ₆ Mn, ▲:K _β	77
Şekil 7.26 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonrası mikro yapısı.....	78
Şekil 7.27 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem X-ışını eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg ₂ Si, ◇:Al ₃ (Zr,Sc), ■:Al ₆ Mn, ▲:K _β	79
Şekil 7.28 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP öncesi ve sonrası, 180°C’de yaşlanma ısı işleminde yaşlanma süresine bağlı olarak sertliğin değişimi.....	80
Şekil 7.29 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 180°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonrası mikro yapısı.....	81
Şekil 7.30 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 180°C–1 saate yapılan X-ışınları eğrisi. ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg ₂ Si, ■:Al ₆ Mn, ▲:K _β	82
Şekil 7.31 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. Paso sonrası 180°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonrası mikro yapısı (a-c) ve dairesel çökeltilerden yapılan EDS analizi.....	83
Şekil 7.32 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 180°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem XRD eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg ₂ Si, ◇:Al ₃ (Zr,Sc), ■:Al ₆ Mn, ▲:K _β	84
Şekil 7.33 : EKAP 1. paso sonrası 200°C’de yaşlanma ısı işlemine tabi tutulmuş AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının sertliğinin yaşlanma süresine bağlı olarak değişimi.....	85
Şekil 7.34 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonrası mikro yapısı.....	85
Şekil 7.35 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 200°C–1 saate yapılan yaşlandırma ısı işlemi sonunda XRD eğrisi. ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg ₂ Si, ■:Al ₆ Mn, ▲:K _β	87
Şekil 7.36 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem mikro yapısı.....	87
Şekil 7.37 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem XRD eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, ◇:Al ₃ (Zr,Sc), ■:Al ₆ Mn.....	88
Şekil 7.38 : EKAP 1. paso sonrası 300°C’de yaşlanma ısı işlemine tabi tutulmuş AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının sertliğinin yaşlanma süresine bağlı olarak değişimi.....	89
Şekil 7.39 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 300°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem mikro yapısı.....	90
Şekil 7.40 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 300°C–1 saate yapılan XRD eğrisi. ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg ₂ Si, ■:Al ₆ Mn, ▲:K _β ...91	91
Şekil 7.41 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 300°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem mikro yapısı.....	92
Şekil 7.42 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 300°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem XRD eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, Δ:Mg ₂ Si, ●:Si, ◇:Al ₃ (Zr,Sc), ■:Al ₆ Mn.....	93
Şekil 7.43 : EKAP 4. paso sonrası 100°C’de yaşlanma ısı işlemine tabi tutulmuş AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının sertliğinin yaşlanma süresine bağlı olarak değişimi.....	94

Şekil 7.44 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 100°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem mikro yapısı.....	95
Şekil 7.45 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 100°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem XRD eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, ■:Al ₆ Mn.....	96
Şekil 7.46 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 100°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem mikro yapısı.....	97
Şekil 7.47 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 100°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem XRD eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, ◇:Al ₃ (Zr,Sc), ■:Al ₆ Mn.....	98
Şekil 7.48 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 130°C’de yapılan yaşlandırma ısı işlemi ile sertliğinin zamana bağlı olarak değişimi.....	99
Şekil 7.49 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem mikro yapısı.....	100
Şekil 7.50 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem XRD eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, ■:Al ₆ Mn.....	101
Şekil 7.51 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem mikro yapısı.....	101
Şekil 7.52 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem X-ışını eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, ■:Al ₆ Mn.....	102
Şekil 7.53 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 180°C yaşlandırma ısı işlemi sonrasında sertliğinin yaşlandırma süresine bağlı olarak değişimi.....	103
Şekil 7.54 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 180°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi mikroyapısı.....	104
Şekil 7.55 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 180°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem X-ışını eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg ₂ Si, ■:Al ₆ Mn.....	105
Şekil 7.56 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 180°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonundaki mikroyapısı.....	106
Şekil 7.57 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 180°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem X-ışını eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg ₂ Si, ■:Al ₆ Mn, ◇:Al ₃ (Zr,Sc).....	107
Şekil 7.58 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 200°C yaşlandırma ısı işlemi sonunda sertliğin yaşlandırma süresine bağlı olarak değişimi.....	107
Şekil 7.59 : AA 6082 alaşımlarının 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonrası mikroyapısı.....	108
Şekil 7.60 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 100°C ila 200°C arasındaki farklı sıcaklıklarda 1 saat yaşlanma ısı işlemi XRD eğrileri; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg ₂ Si, ■:Al ₆ Mn.....	109
Şekil 7.61 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonrası mikroyapısı.....	110
Şekil 7.62 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem XRD eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg ₂ Si, ■:Al ₆ Mn, ◇:Al ₃ (Zr,Sc).....	110
Şekil 7.63 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 300°C’de yapılan yaşlandırma ısı işlemi ile sertliğinin zamana bağlı olarak değişimi.....	111
Şekil 7.64 : AA 6082 alaşımlarını 300°C–1 saat yaşlanma ısı işlemi sonrası mikroyapısı.....	112

Şekil 7.65 : AA 6082 alaşımının EKAP 4. paso sonrası 300°C–1 saat yaşlandırma ısıtıl işlem XRD; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg ₂ Si, ■:Al ₆ Mn....	113
Şekil 7.66 : AA 6082-Zr-Sc alaşımının 300°C–1 saat yaşlandırma ısıtıl işlemi sonundaki TEM mikro yapısı.....	114
Şekil 7.67 : AA 6082-Zr-Sc alaşımının EKAP 4. paso sonrası 300°C–1 saat yaşlandırma ısıtıl işlem XRD eğrisi; ○:α _c -Al ₁₂ (Fe,Mn) ₃ Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg ₂ Si, ■:Al ₆ Mn, ◇:Al ₃ (Zr,Sc).....	115
Şekil 8.1 : ln(1/t)-1/T eğrisi, a) 1. paso, b) 4.paso	119

SEMBOL LİSTESİ

σ	: Gerilme
γ	: Burma açısı
Φ	: Eş Kanallı açısal ekstrüzyon kalıp iç açısı
Ψ	: Eş Kanallı açısal ekstrüzyon kalıp dış köşe açısı
β''	: (Mg_5Si_6) fazı
β'	: ($\text{Mg}_{1.7}\text{Si}$) fazı
β	: Mg_2Si fazı
GP	: Guinier-Preston zonu

EŞ KANALLI AÇISAL PRES YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN Zr VE Sc İLE MODİFİYE EDİLMİŞ AA 6082 ALÜMİNYUM ALAŞIMININ KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Günümüz dünyasındaki global yarış, malzeme mühendisliği alanında da yeni teknolojileri ve üretim yöntemlerini beraberinde getirmektedir. Son yıllarda nano teknoloji alanındaki gelişmelere paralel olarak ortaya çıkan nano yapıli malzemeler üzerine yoğun çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalarda, birçok üstün özelliđi yapısında toplayan nanoyapılı malzemelerin üretilmesi için yeni yöntemler geliştirilmektedir. Bu kapsamda geliştirilen yöntemlerden bir tanesi aşırı plastik deformasyon tekniğidir. Aşırı plastik deformasyon-APD (Severe Plastic Deformation-SPD) çok ince taneli malzeme üretmek için kullanılan ümit verici bir teknik olarak görölmektedir. Bu teknik, çok ince taneli malzeme üretiminde en çok kullanılan yöntem olup son yıllarda hızlı bir şekilde gelişmiş ve laboratuvar ölçeğinden ticari uygulamalara doğru ilerlemiştir. APD'yi oluşturmak için kullanılan birçok teknik olmasına rağmen aralarında en popüler olanı Eş Kanallı Açısai Ekstrüzyon/Pres-EKAE/P (Equal Channel Angular Extrusion/Pres) yöntemidir. EKAP, içerisinde L şeklinde bir kanal bulunan kalıptan metalik malzemenin itici bir kol vasıtasıyla geçirilmesidir. Bu sayede aşırı plastik deformasyon tekrarlı bir şekilde uygulanabilmekte ve mikron altı tane yapısı oluşturabilmektedir. Bunun sonucunda da mekanik özelliklerde iyileştirmeler sağlanabilmektedir. Bu yöntem, haddeleme, ekstrüzyon gibi geleneksel deformasyon tekniklerinden farklıdır. Çünkü bu yöntem malzemenin boyutlarında herhangi bir şekil değişikliğine neden olmadan yüksek oranlarda plastik deformasyon uygulanmasına izin verir. EKAP gibi aşırı plastik deformasyon yöntemleriyle elde edilen çok ince taneli malzemeler, yüksek mukavemet, yüksek kırılma tokluğu ve düşük sıcaklıkta süper plastiklik gibi özelliklere sahip olurlar.

Alüminyum alaşımları APD uygulamalarında en çok kullanılan alaşımlardan birisidir. Son 10 yılda yapılmış aşırı plastik deformasyon araştırmalarına bakıldığında Al alaşımlarının aşırı plastik deformasyon uygulamalarının %70'lik bir payına sahip olduđu görölmektedir. Al alaşımlarında en çok incelenen gruplar ise 6XXX ve 7XXX gibi ısıi işlem ile sertleştirilebilen ve 5XXX grubu gibi ısıi işlemle sertleştirilemeyen alaşımlardır. 6XXX ve 7XXX grubu alaşımların üzerinde yoğunlaşmanın en önemli nedenlerinden biri, EKAP sonrası yapılacak yaşlandırma ısıi işlemleri ile mekanik özelliklerinin en üst seviyelere taşınabilmesidir. Ancak yüksek deformasyon sonrasında yapı, deformasyon enerjisinden dolayı kararsız hale geçmektedir ve özellikle aşırı plastik deformasyonlarından sonra yapılacak yaşlandırma ya da yüksek sıcaklıkta şekillendirme (süperplastisite) gibi işlemlerde çok hızlı bir şekilde yeniden kristalleşmeye uğrayarak ince taneli özelliğini yitirmektedir. Bu sebepten dolayı özellikle alüminyum alaşımlarında yeniden kristalleşmeyi önlemek ve yüksek sıcaklıklarda yapılacak proses şartlarından etkilenmemesini sağlamak amacıyla Zr ve Sc gibi alaşım ilaveleri yapılması gerekmektedir. Bu alaşım elementlerinin ilavesiyle oluşan kararlı dispersoidler

özellikle yüksek sıcaklıklarda tane ve/veya alttane sınırlarına çökelp tane sınırlarının hareketlerini engelleyerek malzemenin kararlılığını sağlarlar.

6XXX grubu alüminyum alaşımları uygulama alanları ve çökeltme sertleşmesi ile mukavemetlerinde sağlanacak yüksek artışlar nedeniyle geçtiğimiz yıllar içerisindeki araştırmalarda yoğun bir şekilde kullanılmıştır. Bu grup içerisinde bulunan AlMgSi1Mn-6082 alüminyum alaşımı, en yüksek mekanik özelliklere sahip alaşım olup, genel yapısal uygulamalarda ve otomobil endüstrisinde en çok kullanılan alaşımlardan birisidir. Ancak gelişen teknolojiler daha yüksek mekanik özelliklere sahip malzeme ihtiyacını da beraberinde getirmektedir.

Bu çalışmanın amacı, otomotiv ve genel mühendislik dallarında kullanılmak üzere geleneksel AA 6082 (T6 kondüsyonuna sahip) alaşımına alternatif olabilecek çok ince taneli AA6082 alüminyum malzemeler üretmektir. Bu amaç için ilk olarak ticari kompozisyona sahip AA 6082 alaşımı kullanılarak EKAP prosesi ile üretim yapılmıştır. Toplam 4 paso olarak gerçekleştirilen proseste 1. ve 4. pasolar ayrı ayrı incelenerek deformasyon gelişimi gözlemlenmiştir. Ayrıca 1. ve 4. paso sonrasında alaşıma farklı sıcaklık ve sürelerde yaşlandırma ısıt işlemleri yapılarak malzemedeki sertlik değişimi gözlemlenmiştir. Elde edilen sonuçlar AA 6082 alaşımının T6 kondüsyonu ile kıyaslanmıştır.

Çalışmanın ikinci bölümünde Zr-Sc ile modifiye edilmiş AA 6082-Zr-Sc alaşımı, 1. bölümde izlenen yola paralel olarak, 1. ve 4. paso sonrasında aynı sıcaklık ve sürelerde yaşlandırma ısıt işlemi yapılmıştır. Bu ısıt işlemler ile yapıya ilave edilen Zr ve Sc elementlerinin yaşlanma işlemine ve sertliğe etkileri gözlemlenmiştir.

Her iki alaşımında 4. paso sonrasında ulaştıkları sertlik seviyesi aynı değerdedir. AA 6082 alaşımı 128HV sertliğe ulaşırken, AA 6082-Zr-Sc 132 HV sertliğe ulaşmıştır. EKAP işlemi görmemiş AA 6082-T6 alaşımıyla kıyaslandığında sertliklerin %30 daha yüksek olduğu görülmüştür.

EKAP 1. ve 4. paso sonrasında yapılan Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) çalışmasına göre, aşırı plastik deformasyon nedeniyle çökelti oluşum hızının arttığı ve yapıya ana mukavemeti sağlayan β'' fazının oluşumunun 25°C daha düşük sıcaklıklara doğru kaydığı belirlenmiştir.

AA 6082 alaşımında 1. pasodan sonra görülen yeniden kristalleşme piki AA 6082-Zr-Sc alaşımında görülmemiştir. AA 6082 alaşımının 4. pasodan sonra yapılan DSC çalışmalarında β'' pikinin oluşum sıcaklığında bir değişiklik olmamıştır. Yeniden kristalleşme pikinin şiddeti azalmıştır. EKAP paso sayısı arttıkça AA 6082-Zr-Sc alaşımının DSC eğrisinde ise pik şiddetleri oldukça düşük seviyeye gelmiştir. Yeniden kristalleşme piki, β'' pikiyle çakışarak geniş spektrumlu yeni bir pik oluşturmuştur.

EKAP ile alaşımlara uygulanan deformasyon neticesinde, kristal kafesinde meydana gelen distorsiyon nedeniyle XRD grafiğinde pik şiddetleri azalmış, ayrıca pikler genişlemiştir.

X-ışınları piklerinden hesaplanan kristal boyutunun (alt tane boyutu-band genişliği) TEM ile ölçülen değerlere yakın olduğu görülmüştür. AA 6082 malzeme için band genişliği 1. pasodan sonra 90 nm iken 4. paso sonrasında 85 nm olarak hesaplanmıştır. AA 6082-Zr-Sc alaşımı ise 1. paso için ölçülen band genişliği 95 nm iken 4. paso sonrası 80 nm olarak ölçülmüştür.

EKAP 1. paso yaşlandırma sonuçlarına göre AA 6082 alaşımının sertliği tüm sıcaklık ve yaşlanma sürelerinde azalırken, AA 6082-Zr-Sc alaşımında sertlik 100, 130, 180°C ve 200°C ısıt işlemlerinde artan yaşlanma süresiyle birlikte artmıştır. AA 6082-Zr-Sc alaşımında 1. Paso sonrası en yüksek sertlik değerine (131 HV) 100°C–24 saat yaşlandırma ısıt işlemi sonunda ulaşılmıştır.

EKAP 4. paso yaşlandırma sonuçlarına göre 100°C–6 saat yaşlanma ısıt işlemi sonunda AA 6082 alaşımının sertliği 138 HV ile en yüksek seviyeye ulaşmıştır. Bu değer aynı alaşımın T6 ısıt işlemiyle ulaşılan sertlik değerinden %35 daha fazladır. Aynı koşullarda AA 6082-Zr-Sc alaşımının sertliği ise 140 HV değerine ulaşmıştır. Bu sertlik değeri, yapılan tüm yaşlandırma işlemleri sonucunda ulaşılan en yüksek değerdir.

EKAP sonrası yapılan yaşlandırma ısıt işlemlerinden elde edilen sertlik değerleri kullanılarak yapılan aktivasyon enerjisi hesaplarında bulunan sonuçlar sertlik artışına neden olan fazın β'' (Mg_5Si_6) çökelti fazına ait olduğunu göstermiştir.

Bu tezde yapılan çalışmalar en yüksek sertliğe ulaşabilmenin en etkin yolunun, EKAP öncesi çözeltiye alma ısıt işlemi ve EKAP sonrası yaşlandırma ısıt işlemi kombinasyonu ile olduğunu göstermiştir.

CHARACTERIZATION OF ULTRAFINE GRAINED AA 6082 ALUMINUM ALLOYS MODIFIED WITH Zr AND Sc and PROCESSED BY EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING

SUMMARY

Today's global competitions bring together new technologies and production methods in materials engineering. In the recent years, in parallel to development of nano technologies, intensive studies are made on nano structured materials and their production methods. In these studies, new production methods are developed for producing nanomaterials, which exhibits numerous superior properties. One of these new production methods is severe plastic deformation. Severe plastic deformation (SPD) has emerged as a promising method to produce ultrafine-grained materials with attractive properties and today the SPD techniques are rapidly developing and are moving from lab-scale research into commercial production. Eventhough many techniques are being developed as SPD, Equal Channel Angular Pres (ECAP) is most often used technique among SPD procedures. ECAP has a die with having a "L" shaped channel inside and the material is pressed through this channel by using any puncher. Equal Channel Angular Extrusion/Pres (ECAE/P) is an effective method of enhancing the strength of metallic alloys through (sub) grain refinement to the submicrometer level by introducing intensive plastic deformation into materials through repetitive pressing. This procedure differs from conventional metal working processes, such as rolling and extrusion. Because it has the potential for introducing and exceptionally high plastic strain without any concomitants changes in the cross-sectional dimension of the samples. Ultrafined grained materials produced by using the SPD techniques such as ECAP generally offer high strength and reasonably good fracture toughness and often superplastic properties at moderate temperatures and at high strain rates.

Aluminum alloys is one of the most used in the severe plastic deformation applications. According to the severe plastic deformation studied during last ten years, It was seen that the aluminum alloys cover %70 of all ECAP applications. 6XXX, 7XXX (heat-treatable aluminum alloys) and 5XXX (non-heat treatable aluminum alloys) are the most investigated aluminum alloys. The one of the important reasons for studying with the 6XXX and 7XXX aluminum alloys is to be enhanced the mechanical properties by means of post ECAP studies such as aging process made performed after the ECAP process. However, the highly deformed structures is non stable due to the high deformation energy occurred in the ECAP process, then the deformed structures recrystallize and loses its grain properties, If making any heat treatments and/or forming process in the high temperatures after the ECAP. Due to this reason, the element modification such as Zr and Sc is required to prevent the recrystallization and simplify the forming process at elevated temperatures. By using of these elements, the highly stable dispersoids are precipitated grain and/or grain boundary and they provide the materials stabilizations by means of impeding the grain growth at elevated temperatures.

In the past several decades, the aluminum alloys of 6xxx group have been studied extensively because of their technological importance and their exceptional increase in strength obtained by precipitation hardening. AlMgSi1Mn-6082 is one of the most used alloys that are widely used for medium strength structural and automotive industry applications. However, developing technologies need new materials that have high mechanical properties.

The aim of this study is to produce ultrafine-grained AA 6082 aluminum alloys that will be an alternative for the purpose of general application and automotive industry. In this study, due to its wide range of application, AA 6082 used and ECAP was chosen as severe plastic deformation technique. Four repetitive pressing conducted on each sample. The first and the last stage of the process were investigated separately. In addition to the ECAP, the samples taken from the first and last stage were employed to the aging heat treatment and the hardness results were compared with the non-pressed AA 6082 materials with T6 condition.

In the second stage of the studies, AA 6082 aluminum alloys modified with Zr and Sc was investigated in the same way mentioned like above. The measured properties after this process were compared with the commercially produced AA 6082. Furthermore, the effect of Zr and Sc additions was investigated.

The AA 6082 and AA 6082-Zr-Sc alloys exhibited the same hardness level (128 HV and 132 HV, respectively) after 4 ECAP presses. Comparing to the AA 6082-T6 aluminum alloy, the hardness of both alloys were 30% higher than the non-pressed AA 6082-T6 aluminum alloys.

According to the differential scanning calorimetry (DSC) carried out after 1st and 4th ECAP press samples, DSC scan results showed that the deformation induced during ECAP accelerated the precipitation reactions and the peak belonging to the main strengthening phase called β'' (Mg_5Si_6) were shifted to the 25°C lower temperatures.

The recrystallization peak determined in the AA 6082 aluminum alloy after 1st pass wasn't seen in the AA 6082-Zr-Sc alloy. The precipitation temperature of β'' didn't change in the AA 6082 aluminum alloy after 4th pass. The intensity of DSC peaks for AA 6082-Zr-Sc alloy decreased with increasing ECAP passes. The recrystallization peaks overlapped with the β'' peaks and formed a new broad spectrum peaks.

After the high deformation ratio, the distortion was taken place in the crystal lattice and the peaks intensity decreased and broadened in the XRD spectrums of the studied alloys.

The microstructural parameters, which are sub-grain size and bandwidth, calculated from the X-ray peaks were close to the values determined by the TEM picture measurements. The measured bandwidth of AA 6082 alloys was 90 nm after 1st pass while the bandwidth of 4th pass was 85 nm. For the AA 6082-Zr-Sc aluminum alloys, the bandwidth of 1st pass was 95 nm while the bandwidth of 4th pass was 80 nm.

According to the ECAP 1st pass aging studies, the hardness of the AA 6082 aluminum alloys decreased all aging temperatures and times, while the hardness of the AA 6082-Zr-Sc aluminum alloys increased with increasing aging time in 100°C, 130°C, 180°C and 200°C aging temperatures. The maximum hardness (131 HV) was obtained at 100°C-24h post ECAP aging treatments for AA 6082-Zr-Sc aluminum alloy after ECAP 1st pass.

The maximum hardness (138 HV) reached at 100°C–6h aging treatment for AA 6082 aluminum alloys after the ECAP 4th pass. This hardness is 35% higher than the AA 6082-T6 condition alloy. In the same aging condition, the hardness for AA 6082-Zr-Sc aluminum alloys reached to the 140 HV. This hardness is the highest value for all post ECAP aging studies.

By using of the hardness results taken from the aging treatment; the activation energy calculated and the result showed that the phase which caused the hardness increase was $\beta''(\text{Mg}_5\text{Si}_6)$.

The ECAP studies in this thesis showed us that the most effective way to get highest hardness was pre-ECAP solid solution treatment combined with post-ECAP low temperature aging process.

1. GİRİŞ

Metalurjik anlamda kullanılan malzemeler genellikle çok sayıda küçük kristallerin bir araya gelmesinden oluşmaktadır. Bu durumda her bir kristale özel olarak tane adı verilmektedir. Her bir tane değerine göre farklı yönelmeye sahiptir. Tane boyutu malzemenin fiziksel, kimyasal ve elektronik özellikleri gibi birçok özelliğini etkileyen parametrelerden bir tanesi ve belki de en önemlisidir. Tane boyutunun malzemenin çeşitli özelliklerine etkilerini inceleyen birçok araştırma yapılmaktadır. Araştırmacılar bu kapsamda çok kristalli malzemelerin tane boyutlarını 3'e ayırmışlardır. 1000nm(1µm)'den büyük taneli ya da diğer bir deyişle kaba taneli yapı, 1000nm-300nm arasına çok ince taneli yapı, 100nm den küçük taneli ise nano tane yapısı [1].

Mikron altında tane boyutuna sahip malzemelerin üretilmesi ve buna bağlı olarak çok ince tane yapısı son yıllarda malzeme biliminde geniş araştırmaların yapıldığı konulardan biri olmuştur [2]. Çok ince taneli malzeme üretimi konusuna artan ilginin nedenini iki şekilde açıklayabiliriz. İlki oda sıcaklığında tane boyutu ve mukavemet arasındaki ilişkidir. Kristal yapıli malzemelerin fiziksel ve mekanik özelliklerini tanımlarken farklı parametreler kullanılmaktadır [3]. Çok kristalli malzemede akmanın meydana gelebilmesi için plastik şekil değişimi bir taneden diğer taneye ilerlemelidir. Yani, kayma bandının sonunda oluşan gerilme yoğunlaşması, ikinci tanede akmayı başlatacak seviyede olmalıdır. Kayma bandı modeline göre, çok kristalli malzemelerde akma mukavemeti (σ_a) ile tane boyutu (d) arasında kantitatif bir bağıntı bulunmaktadır [4].

$$s_a = s_o + k_y d^{-1/2} \quad (1.1)$$

Bu bağıntıda σ_o iç gerilmeyi, k_y tane sınırlarının akma mukavemetini arttırma etkinliğini belirleyen sabit olarak tanımlanır. Hall-Petch bağıntısı olarak bilinen bu bağıntıya göre çok kristalli malzemenin mekanik özellikleri tane boyutunun küçültülmesi ile arttırılabilir.

Çok ince taneli malzeme üretiminin ikinci nedeni ise yüksek sıcaklıkta tane boyutunu kontrol altında tutmak isteğidir. $T_m < 0.5$ sıcaklıklarında yapılan işlemlerde tane boyutu 0.01-10 μ m aralığında kontrol edilebilirse difüzyon kontrollü tane sınırlarının kayması mekanizması baskın hale gelecek ve malzeme süper plastik özelliği kazanacaktır. Endüstriyel uygulamalarda şekillendirme yüksek sıcaklıklarda yapılmaktadır. Şekillendirme işlemlerinde deformasyon hızı ve proses sıcaklığı işletmenin verimliliği açısından çok önemlidir. Levha şekillendirme prosesleri buna iyi bir örnektir. Buna göre çok ince taneli malzemeler daha düşük sıcaklıklarında yüksek deformasyon hızlarında süperplastik özelliğe sahiptir [5]. Süperplastik özelliğe sahip malzemeler, daha düşük sıcaklıklarda hızlı şekillendirme yeteneğine sahiptir.

Daha öncede belirtildiği üzere çok ince taneli malzemeyi ortalama tane boyutu 1 μ m den küçük olan çok kristalli malzeme olarak tanımlayabiliriz [6]. Ekstrüzyon, haddeleme ya da dövme gibi geleneksel termomekanik yöntemlerle çok ince taneli malzeme üretimi mümkün değildir. Bu yöntemler sonucunda ulaşılabilecek tane büyüklüğü uygulanan deformasyon, süneklilik ve malzemenin kesit alanındaki değişiklikler nedeniyle sınırlı seviyede kalmaktadır. Çok ince taneli yapıya ulaşmak için geleneksel yöntemlerin dışında yeni proseslerin geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Aşırı plastik deformasyon bu noktada ortaya çıkarılan bir yöntem olmuştur. 1980’li yıllarda Rus bilim adamları tarafından geliştirilen aşırı plastik deformasyon teknikleri sayesinde mikron altında malzeme üretimi sağlanmıştır. Bu yöntemler arasında en yaygın olanı, Prof.V.M.Segal’in geliştirdiği Eş Kanallı Açısız Pres(EKAP) yöntemidir. Bu yöntemde içerisinde “L” formunda bir kanal bulunduran kapalı bir kalıp kullanılmıştır. Metalik parça bu kalıp içerisinde bir pres kuvveti yardımıyla geçirilir. “L” formundaki kanalın köşe bölümünden geçişi esnasında malzemeye yüksek kayma kuvvetleri etki eder. Birbirini takip eden geçişler ile bu deformasyon miktarları artırılır. Bu sayede malzeme üzerinde yüksek deformasyonlar oluşturulmakta ve mevcut kaba tane yapısı kırılarak çok ince taneli malzeme üretimi gerçekleştirilmektedir. Bu yöntemi geleneksel termomekanik işlemlerden ayıran en önemli özellik, proses sonunda malzemenin kesit ölçülerinde bir değişiklik olmamasıdır. Bu sayede kütleli formda malzeme üretimi yapmak mümkündür [7]. Bu bilgilerin ışığı altında aşırı plastik deformasyon yöntemini şu şekilde tanımlayabiliriz. Aşırı plastik deformasyon, malzeme boyutlarında herhangi

bir deęişiklik yaratmadan yüksek oranda deformasyonun uygulanmasıdır. Günümüzde EKAP dışında farklı aşırı plastik deformasyon teknikleri geliştirilmiştir. Yüksek basınçlı burma, çok yönlü dövme, burmalı ekstrüzyon, tekrarlı açma ve kıvrırma bu tekniklerinden bazılarıdır. Ancak EKAP aşağıda sıralanan üstünlükleri dolayısıyla yaygın bir kullanıma sahiptir.

1. Büyük boyutlu parçalar üretilebilir.
2. Oldukça basit bir prosestir. Bu sayede farklı kristal yapıdaki malzemelere (metal ve alaşımlarına) ve kompozit malzemelere kolayca uygulanabilir.
3. Üretim sonrası yapıda yüksek oranda homojenlik sağlanabilir.
4. Geliştirilmesi en kolay aşırı plastik deformasyon tekniklerinden birisidir.
5. Kurulum maliyeti diğer yöntemlere göre nispeten daha düşüktür. [1-5]

Alüminyum alaşımları endüstrinin birçok sahasında farklı uygulamalar için kullanılan ve geniş aralıklarda fiziksel ve mekanik özelliklere sahip bir malzeme grubudur. Isıl işlem ve soğuk işlem ile mekanik özellikleri geliştirmek mümkündür. Isıl işlem ile sertleştirilen alaşımlara en iyi örneklerden birisi AlMgSi (6XXX) alaşım grubudur. Bu alaşım grubu içerisinde en yüksek mekanik özelliklere sahip alaşım ise AA 6082 alaşımıdır. Ekstrüzyon endüstrisinde özellikle otomotiv sektörüne yönelik ürünlerde kullanılan bir alaşım olup mekanik özelliklerini geliştirme çalışmaları halen devam etmektedir. Bundan dolayı 6XXX alaşım grubu içerisinde en popüler AA 6082 alaşımı gösterilebilir.

Alüminyum esaslı alaşımlarının 10 μ 'dan küçük tane boyutlarına geleneksel termomekanik işlemlerle ulaşılması mümkün değildir. Bu zorluk alüminyum alaşımlarının doğasından meydana gelmektedir. Alüminyum alaşımlarının yüksek istif hatası enerjisi deformasyon sonrası oluşan dislokasyonların kolayca toparlanmalarını sağlayacak itici gücü oluşturmaktadır. Deformasyon enerjisinin büyük bir kısmı toparlanmaya harcanır ve kalan deformasyon enerjisi ise yeniden kristalleşme için yetersiz kalmaktadır. Bu tane inceltme teorisi ile çelişen bir durumdur. Yeniden kristalleşme boyunca küçük tanelerin oluşumu yüksek deformasyon enerjisi ile gerçekleşir. Bu sebepten dolayı geleneksel yöntemlerle çok ince taneli malzeme üretimi alüminyum alaşımları için mümkün değildir. Ancak çalışmalar eş kanallı açısıl pres yönteminin kullanması ile 1 mikrondan daha küçük taneye sahip malzeme (Alüminyum alaşımı) üretiminin mümkün olabileceğini göstermiştir [8].

Alüminyum teknolojisinde yapılan alařım geliştirme alıřmaları son yıllarda farklı boyutlar kazanmıřtır. Özellikle bu kapsamda Sc ve Zr ieren alüminyum alařımları yoğun ilgi görmeye bařlamıřtır. Alüminyum alařımlarının mikroyapıları ve buna baėlı olarak mekanik ve fiziksel özellikleri küçük miktarlardaki Zr ve Sc ilavelerinden kuvvetli bir řekilde etkilenmektedir [9].

Zr ve Sc anti-yeniden kristalleřtirici element olarak bilinmektedir. Alüminyum ile oluřturdukları Al_3Sc ve Al_3Zr dispersoidleri yüksek sıcaklıkta kararlı ve matris faz ile uyumlu ökeltilerdir [10-17]. Termomekanik iřlemler sırasında tane ve alttane sınırlarına ökelerek yüksek sıcaklıklarda tane sınırlarının hareketlerini engelleyerek mikroyapının kararlılıėını saėlarlar.

Bu alıřmanın amacı ticari uygulamalarda kullanılan AA 6082 alařımının mekanik özelliklerini ařırı plastik deformasyon tekniėi kullanılarak geliştirilmesidir. Bu ama kapsamında iki farklı AA 6082 alařımı kullanılmıřtır. İlki ticari kompozisyona sahip AA 6082 alařımıdır. İkinci alařım ise mevcut ticari alařıma Zr-Sc ilave edilerek oluřturulmuřtur. Bu iki alařım EKAP prosesinde toplam 4 defa preslenmiř ve 1. ve 4. pres sonundaki mikro yapı deėiřimleri gözlemlenmiřtir. İkinci olarak AA 6082 alařımının yařlandırma ısı iřlemleri ile mekanik özelliklerinin geliştirilmesinden yola ıkarak 1. ve 4. paso sonrasında farklı sıcaklık ve sürelerde yařlandırma ısı iřlemleri uygulanarak alařımların mekanik özelliklerindeki deėiřimler incelenmiřtir.

2. AŞIRI PLASTİK DEFORMASYON VE ÇOK İNCE TANELİ MALZEME ÜRETİMİ

Yapısal uygulamalarda kullanılacak malzemelerin özelliklerini geliştirmek kimyasal bileşimi ya da metalurjik yapıyı değiştirmekle mümkün olabilir. Metalurjik yapıda en çok göze çarpan özelliklerden biri ise malzemenin tane boyutudur. Tane boyutunun çok kristalli malzemelerin iletkenlik, termal genleşme, sertlik ve mukavemet gibi fiziksel ve mekanik özelliklerinin tayininde etkin bir rolü vardır.

Son yıllarda, malzeme biliminde nano tane boyut ve buna bağlı olarak gelişen çok ince taneli malzeme kavramları günümüz popüler konularından birisi olmuştur. Genel anlamda çok ince taneli malzeme, tane boyutu 1 mikron ya da 1 mikrondan küçük boyutlara sahip malzemeler için kullanılan bir tanımdır [2]. Çok ince taneli malzemelerin sentezinde aşağıdan-yukarıya(bottom-up) ve yukarıdan-aşağıya(top-down) olarak adlandırılan iki temel yaklaşım kullanılmaktadır. Aşağıdan yukarıya yöntemlerinde yaklaşım atomik boyuttan makro boyuta doğru gitmektedir. Elektron biriktirme, gaz yoğunlaştırma ve öğütme aşağıdan yukarıya yaklaşımına örnek olarak verilebilir. Bu yöntemlerde çok ince taneli malzeme üretimi atomsal boyutta başlar ve prosesin sonucunda kütsel ve çok ince ve/veya nano taneli malzeme üretimi gerçekleşmiş olur. Bu yöntemler için gerekli yatırım maliyeti oldukça yüksektir. Ayrıca üretilen malzemenin boyutsal kısıtlamaları olduğundan endüstriyel uygulamaları zordur [3, 6].

Yukarıdan aşağıya tekniğinin temelinde ise kütsel halde kaba taneli malzemeye uygulanan işlemler sonucunda tane yapısı değiştirilerek çok ince taneli malzeme üretiminin gerçekleştirilmesi yatmaktadır. Bu yaklaşımda en çok kullanılan yöntemler, aşırı plastik deformasyon veya şok yüklemedir. Diğer yöntemden farklı olarak malzeme boyutunda bir sınırlama yoktur ve çok yüksek saflıkta malzeme üretimi gerçekleştirilmesi mümkündür.

Çok kristalli malzeme ve alaşımlara uygulanacak deformasyonun malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerine etkisi bilinen bir konudur. Haddeleme, tel çekme, ekstrüzyon ve dövme gibi proseslerde amaç kaba tane yapısını kırarak tane yapısını

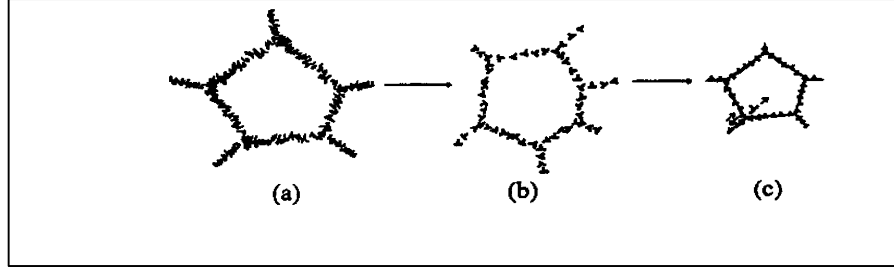
mümkün olduğu kadar inceltmektir. Ancak, bu prosesler sonunda beklenildiği gibi akma ve çekme mukavemeti yükselirken malzemenin sünekliği azalmaktadır. Süneklikteki azalma birçok uygulama için arzu edilmeyen ve malzeme kullanımını sınırlayan bir durumdur [18]. Ayrıca tane boyutu azaldıkça malzemede hakim olan deformasyon mekanizması da değişmektedir. Kaba taneli yapıda deformasyon tane içerisinde ve dislokasyon-dislokasyon etkileşimi ile meydana gelmektedir. Kaba taneli yapılarda tane içerisinde yüksek oranda dislokasyon(dislokasyon ormanı) bulunmaktadır. Eğer bu malzemeye bir gerilme uygulanırsa ve bu gerilme kritik kayma gerilmesinden daha yüksek bir değerde ise dislokasyonlar hareket etmeye başlarlar. Ancak bir süre sonra bu hareketleri yine kendileri tarafından engellenmektedir (deformasyon sertleşmesi). Dislokasyonun daha fazla ilerleyebilmesi için daha yüksek bir gerilmeye ihtiyaç duyulmaktadır.

Çok küçük tanelerde ise deformasyon tane içerisinde meydana gelmektedir. Genel olarak dislokasyon yoğunluğu 10^{10} - $10^{14}/m^2$ olarak değişmektedir. 100nm tane boyutuna sahip bir malzemede birim alan başına düşen dislokasyon sayısı yaklaşık 1 adettir. Bu yüzden çok ince taneli malzemelerde dislokasyon-dislokasyon etkileşiminden bahsetmek mümkün değildir. Bunun yerine tane sınırları dislokasyon hareketlerini engelleyen temel unsur olmaktadır [19].

Çok ince taneli malzeme üretimi için birçok teknik geliştirilmesine rağmen, en büyük ilgiyi kütleli(bulk) deformasyon prosesleri görmüştür. Aşırı plastik deformasyon olarak bilinen bu proseslerde kaba taneli yapıyı ince taneli bir yapıya dönüştürmek için, yüksek yoğunlukta dislokasyon oluşturacak deformasyonu malzemeye uygulamak gerekmektedir [20].

Aşırı plastik deformasyon ile çok ince taneli malzeme üretimi için farklı teoriler üretilmiş olmasına rağmen genel olarak aşırı tane inceltmenin teorisini şu şekilde açıklayabiliriz.

Aşırı plastik deformasyon uygulanan malzemede deformasyonun ilk safhasında yapıda yüksek oranda dislokasyon oluşturulur. Bu dislokasyonlar tane yapısının içerisinde küçük açılı oryantasyona sahip hücreler oluştururlar. Bu aşamada hücre sınırları oldukça kalındır (Şekil 2.1.a) [21].

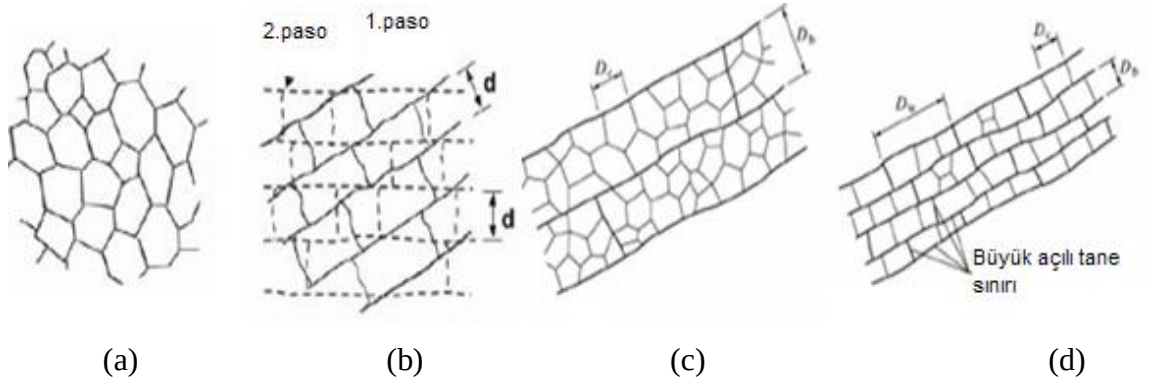


Şekil 2.1 : EKAP işleminde tane sınırlarında dislokasyon gelişimi. a) tane sınırı duvarının kalınlaşması, b)toparlanma sonucu tane sınırının kalınlığında azalma, c) yeni tane oluşumu [22].

Hücreler küçük enerjili tane sınırlarına sahiptirler ve birbirleriyle küçük açılı tane sınırlarıyla ayrılırlar. Deformasyon ilerledikçe hücre sınırlarındaki dislokasyon yoğunluğu artar ve bu dislokasyonlar hücre sınırlarında enerjilerini düşürebilmek amacıyla tekrar düzene girerler. Toparlanma olarak bilinen bu olayın sonucunda hücre sınırlarının kalınlıkları azalmaya başlar ve komşu hücreler arası açılal değer yükselmeye başlar. (Şekil 2.1.b.). Deformasyonun bu şekilde ilerlemesi neticesinde büyük açılı tane sınırlarıyla birbirinden ayrılmış çok ince taneli bir yapıya ulaşılır. (Şekil 2.1.c.) [22].

Deformasyon yapısı incelendiğinde tanelerin banda benzer bir formda ve deformasyon yönüne belli bir açıyla uzadıkları görülmüştür. Uzayan bantlar incelendiğinde birbiriyle küçük açılı tane sınırı ile ayrılan alt tane ve hücrelerden oluştukları belirlenmiştir [23].

Aşırı plastik deformasyon tekniklerinde malzemeye deformasyon farklı rotalarda uygulanmaktadır. Özellikle EKAP işlemlerinde her bir paso sonrasında deformasyon yönü değiştirilerek aynı zamanda uzamış tanelerin kırılması da sağlanmaktadır. Bu yöntem yukarıda açıklanan ince taneli malzeme oluşum mekanizmasına da katkı sağlayan bir yöntemdir. Şekil 2.2’de deformasyon sonrası oluşan bandlaşmış yapının nasıl kırıldığı gösterilmiştir [24].



Şekil 2.2 : Çok ince taneli yapının oluşum evreleri; a) Başlangıç: Eş kanallı tane yapısı, b) Deformasyonla birlikte band yapısının oluşumu ve hücre yapısının deformasyon yönünde uzaması, c) Band yapısının içerisinde büyük açılı tane oluşumu, d) Band yapısı ve düzensiz oluşan büyük açılı tane yapısı [25, 26].

3. ÇOK İNCE TANELİ MALZEME ÜRETİM YÖNTEMLERİ

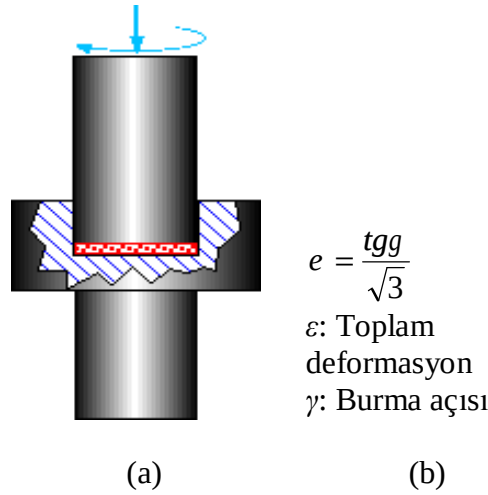
Çok ince taneli malzeme üretiminde daha öncede belirtildiği gibi malzemeden ya da takımda oluşacak hasarlar nedeniyle geleneksel yöntemlerle uygulanan deformasyon miktarları sınırlı seviyede kalmaktadır. Haddeleme ya da tel çekme gibi yöntemlerde yüksek deformasyon değerlerine ulaşılmakla birlikte malzeme ilk şeklini kaybetmesinden ötürü ilk kütleli şekillerinde çok ince taneli malzeme üretimi mümkün olmamaktadır.

Bu bilgiler ışığında çok ince taneli malzeme üretiminde kullanılacak yöntemler için şu ortak özellikleri söylemek yanlış olmayacaktır; a) yüksek deformasyon üretebilme, b) malzemenin ilk kütleli formunu bozmadan üretim gerçekleştirme ve bu yöntemlerle üretilecek malzemelerde ise; a) yüksek fraksiyonda yüksek açılı tane sınırına sahip olmalı, b) elde edilen tane yapısı homojen olmalı, c) nihai malzemede çatlak ve iç kusurlar oluşmamalı gibi özellikleri sağlaması istenmektedir. Bu kapsamda bir çok yöntem geliştirilmekle birlikte en çok karşılaşılan aşırı plastik deformasyon teknikleri, eş kanallı açısallı ekstrüzyon/pres-EEAE/EKAP(Equal Channel Angular Extrusion-Pressing), yüksek basınçta burma(High Pressure Torsion), tekrarlı kıvrırma ve düzeltme (Repetitive Corrugation and Straightening), katlı haddeleme ile birleştirme(Accumulative Roll Bonding), Sürekli kayma deformasyonu (Conshearing Process), sürekli sınırlandırılmış kayma (Continuous Confined Strip Shearing) [Url-1].

Bu yöntemler arasında en çok kullanılanı eş kanallı açısallı ekstrüzyondur. 4. bölümde eş kanallı açısallı ekstrüzyon konusuna ayrıntılı olarak değinileceğinden bu bölümde EKAP dışındaki yöntemlerden bahsedilecektir.

3.1 Yüksek Basınçta Burma

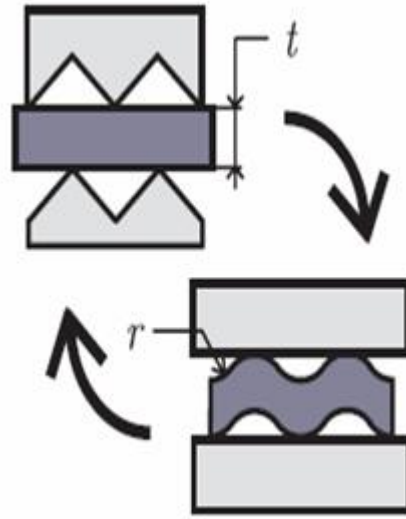
Aşırı plastik deformasyon tekniklerinden biri olan yüksek basınçta burma yönteminde kullanılacak numuneler ya da malzemeler disk şeklinde olmalıdırlar. Malzeme yüksek basınçta burma (YBB) cihazında biri sabit diğeri dönen iki çenenin arasına konulmaktadır. Yöntemde iki çene arasındaki malzemeye yüksek oranlarda basınç uygulanırken aynı anda yüksek hızlarda döndürme işlemi de yapılmaktadır. Yöntemin avantajı deformasyonun, uygulanan basıncın ve deformasyon hızının birbirinden bağımsız olarak kontrol edilebilmesidir. Bu sayede parametre değişiminin malzeme üzerinde yarattığı etkiler kolaylıkla izlenebilmektedir. Ancak bu yöntemde kullanılacak malzeme boyutları oldukça küçük seviyede olmalıdır (10-20mm arasında çap, 0.2-0.5mm kalınlık). Boyut sınırlamasının oluşturduğu dezavantaj yöntemin ticari uygulamalara geçişini sınırlamıştır. Ayrıca çekme yada basma gibi mekanik özelliklerin testi için numune boyutları uygun değildir. YBB yönteminin diğeri bir dezavantajı ise deformasyonun malzeme üzerinde homojen olarak dağıtılamamasıdır. Tipik bir yüksek basınç burma cihazının resmi Şekil 3.1’de görülmektedir. Bu yöntemde malzemede oluşacak deformasyonun hesaplanmasında kullanılan matematiksel eşitlik de aynı resim üzerinde verilmiştir [28-30].



Şekil 3.1 : a)Yüksek basınçta burma prosesinin şematik görüntüsü, b)deformasyon eşitliği [18].

3.2 Tekrarlı Kıvrırma ve Düzeltme

Bu yöntemde malzeme özel olarak tasarlanmış dişliye benzer merdanelerin arasından geçirilirken kıvrırma(bükme) ve düzeltme işlemlerine tabi tutulur. Bu yöntemde gerekli deformasyon kalibreli özel merdaneler ile malzemeye uygulanır. Bu yöntemin en önemli avantajı mevcut hadde merdanelerini kullanarak kolay bir şekilde sistemi kurabilmektir. Birincil sınırlaması ise malzemenin boyunca kaçınılmaz olan homojensizliğidir. Ancak belli bir paso sayısından sonra bu homojensizlik önemsiz hale gelmektedir. Şekil3.2’de tekrarlı kıvrırma ve düzeltme prosesine ait resim ve elde edilen deformasyonun bağıntısı verilmiştir.



$$e = n \frac{4}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{r+t}{r+0.5t} \right)$$

Burada;

n: Çevrim sayısı

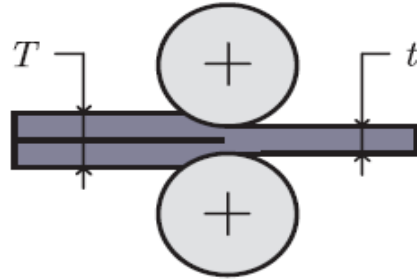
t: malzeme kalınlığı

r: malzemenin eğrilik
yarıçapı

Şekil 3.2 : Tekrarlı kıvrırma ve düzeltme [29-30].

3.3 Katlı Haddeleme ile Birleştirme

Bir önceki teknikte olduğu gibi mevcut hadde sistemine kolayca uygulanabilmesidir. Bu yöntemde ilk olarak haddelenecek malzeme kesilir ve parçalar birbiri üzerine istif edilir ve bu şekilde haddelenir. Haddeleme ile malzeme kesilmeden önceki kalınlığına inceltir. Bundan dolayı ulaşılabilecek deformasyon miktarı sınırsız olarak tanımlanabilir. Kütlesel bir malzeme elde etmek için haddelemenin yanı sıra aynı zamanda birleştirme işlemi de aynı anda gerçekleştirilir. Bundan dolayı katlı haddeleme ile birleştirme sadece bir deformasyon yöntemi değil aynı zamanda bir birleştirme yöntemi olarak da tanımlanmaktadır. İyi bir yapışma yada birleşme elde etmek için malzeme yüzeyi bazı işlemlerden geçirilmelidir. Yüksek sıcaklıklarda yapılan işlemlerde yeniden kristalleşme meydana geleceğinden işlemler daha düşük sıcaklıklarda uygulanmaktadır. İşlem sonunda malzeme kesiti boyunca homojen olmayan bir deformasyon oluşur. Bundan dolayı malzeme kesiti boyunca tane yapısı homojen değildir. Yüzeye yakın yerlerde yüksek kayma deformasyonları oluşurken merkeze doğru deformasyon değeri düşmektedir. Diğer aşırı plastik deformasyon tekniklerinde olduğu gibi bu teknikte de büyük açılı ve küçük açılı tane sınırları oluşmaktadır. Yüzeye yakın yerlerde yüksek deformasyondan ötürü büyük açılı tane sınırlarının oranı daha yüksektir (Şekil 3) [31].



(a)

$$e = n \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{T}{t} \right)$$

Burada;

n: çevrim sayısı

T: giren levhanın toplan kalınlığı:

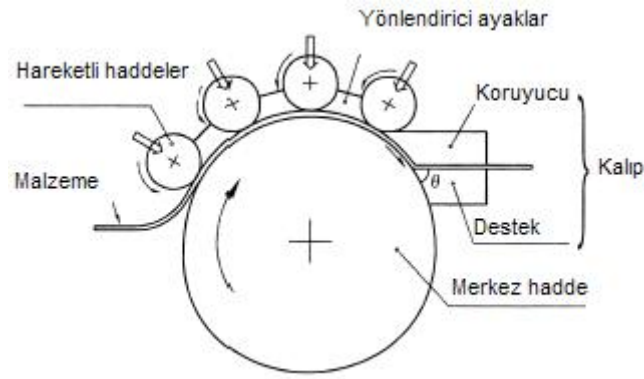
t: çıkan levhanın kalınlığı

(b)

Şekil 3.3 : a) Katlı haddeleme ile birleştirme prosesinin genel görüntüsü, b)işlem sonunda ulaşılabilecek deformasyon miktarı [18, 31].

3.4 Sürekli Kayma Deformasyon

Eş ekseni açısal ekstrüzyon yönteminin metal ve metal alaşımları üzerinde yüksek oranda deformasyon oluşturarak ince taneli malzeme üretiminde kullanılan bir teknik olduğu daha önceden belirtilmişti. Ancak EKAP yöntemi süreklilik arz etmeyen bir yöntem olup levha yada tel gibi uzun mamullerde uygulanması mümkün olmayan bir yöntemdir. Bu nedenle EKAP, HPT gibi yöntemler süreksiz proses olarak adlandırılırlar. Daha uzun ürünlerin mekanik özelliklerini geliştirmek amacıyla sürekli kayma deformasyon yöntemi geliştirilmiştir. Şekil 3.4.



Şekil 3.4 : Sürekli kayma deformasyon yöntemi [32, 33].

Şekil 3.4’de görüldüğü gibi yöntemde ana bir merdane(besleyici) ve bunun etrafında küçük merdaneler(yönlendirici) yer almaktadır. Hadde sisteminin çıkışı geleneksel bir EKAP kalıbını andırmaktadır. Besleyici yardımıyla sisteme alınan uzun ürün kılavuz merdanelerin yardımıyla çıkıştaki kalıbın içerisine doğru itilir. Gerekli deformasyon sistem çıkışındaki kalıp yardımıyla oluşturulur [32, 33].

4. EŞ KANALLI AÇISAL PRES (EKAP) YÖNTEMİ

3. bölümde bahsedilen aşırı plastik deformasyon tekniklerine göre EKAP yöntemi bir çok açıdan üstünlük gösteren bir prosestir. Birinci nedeni nispeten daha büyük boyuttaki malzemelere uygulanabilmesi dolayısıyla yapısal uygulamasının daha yaygın olmasıdır. İkinci olarak EKAP yöntemi diğer yöntemlere göre çok daha basit bir prosestir. Bundan dolayı bir çok metal ve alaşıma kolayca uygulamak mümkündür. Üçüncüsü, malzemeye yeteri kadar yüksek deformasyon kolayca uygulanabilir ve çok daha yüksek homojenlik sağlanabilir. Dördüncü olarak kalıp teknolojisine bağlı olarak ticari uygulamalar için doğrudan üretim yapılabilir. Belirtilen bu özelliklerden ötürü EKAP yöntemi son on yılda birçok deneysel çalışma için zemin oluşturmuştur.

Eş kanallı açisal ekstrüzyon olarak da bilinen bu yöntem Rus bilim adamı V.Segal tarafından 80'li yıllarda geliştirilmiştir. Yöntemin temel amacı malzeme üzerinde yüksek deformasyonlar oluşturarak metal şekillendirme tekniklerini geliştirmektir. Bu amaçlarına ulaşmış olmalarına rağmen, ilk çalışmaları sınırlı seviyede kalmıştır. Ancak ilerleyen yıllarda bu durum değişmiştir [34, 35].

Daha öncede belirtildiği üzere, metalik malzemelerin mekanik özellikleri Hall-Petch bağıntısında belirtildiği üzere tane boyutlarında meydana gelecek küçülme ile arttırılabilir. Ancak özellikle alüminyum alaşımlarında olduğu gibi yüksek istif hatasına sahip malzemelerde tane boyutunu 10 mikrondan daha aşağıya düşürebilmek mümkün değildir. Bunun nedeni, yüksek istif enerjisine sahip malzemelerde dislokasyonların kolayca toparlanma özelliklerine sahip olmaları nedeni ile deformasyon sonrasında yapıda çok az bir enerji kalmasıdır. Bu durum çok ince taneli malzeme üretimi teorisiyle çelişmektedir [36].

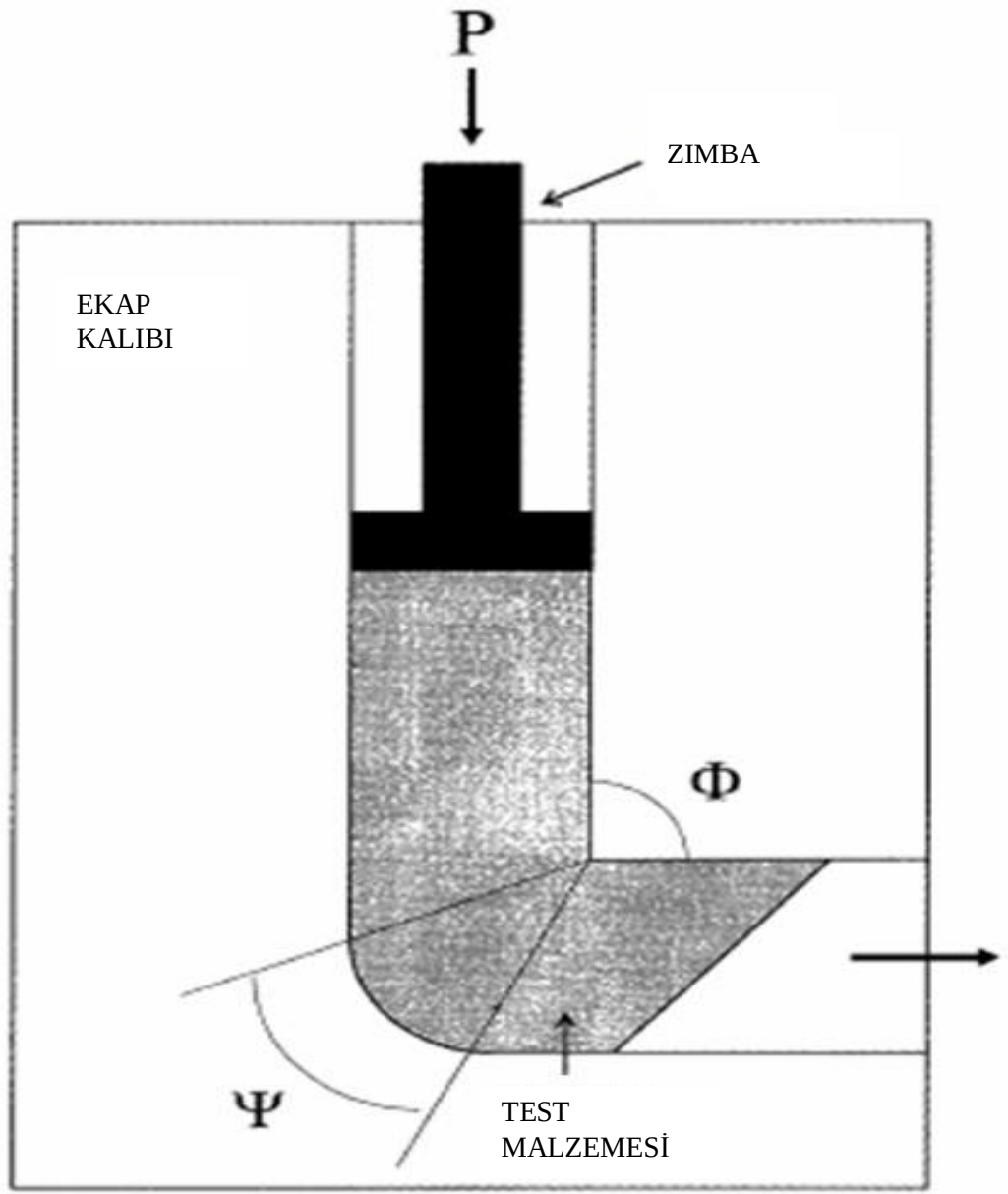
Günümüzde çok ince taneli malzeme üretimi için geliştirilen bir çok yöntem olmasına rağmen, basit ve bir çok malzemeye uygulanabilirliği ve ticari uygulamaya açıklığı nedeniyle yöntemlerin arasında en çok göze çarpan EKAP olmuştur [2, 26].

AA 1050 alüminyum alaşımı üzerine yapılan araştırmalar sonucunda EKAP yöntemi ile üretilmiş malzeme için şu genellemeler yapılmıştır; [37,38]

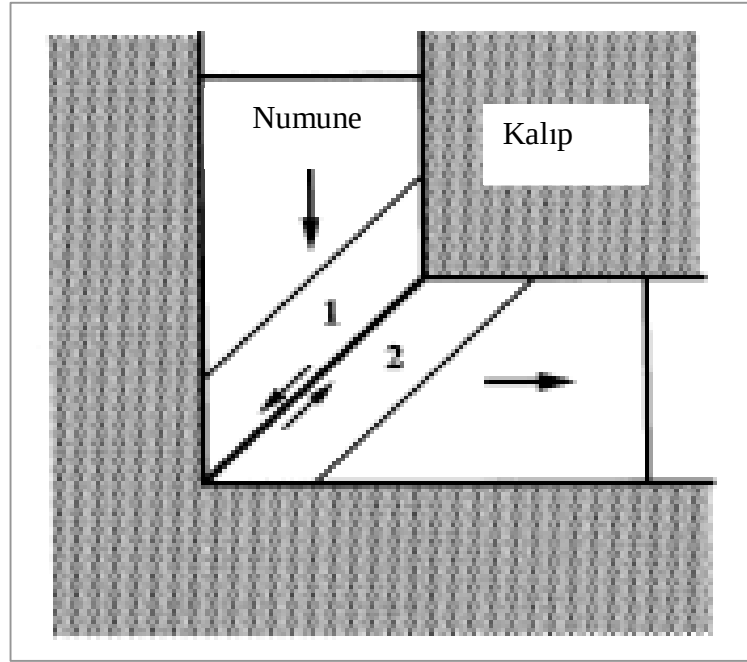
- a) Aşırı plastik deformasyon sonrası tane ve alt tane yapısında dislokasyon bulunmamaktadır.
- b) Yapının %65'den daha fazlası yüksek açılı tane sınırına sahip tanelerden oluşmaktadır. Geleneksel haddeleme işleminde ise tane içerilerinde yüksek yoğunlukta dislokasyon yapısı ve küçük açı ile birbirlerinden ayrılmış hücre yapısı bulunmaktadır [37-39].

4.1 EKAP İşleminin Prensipleri

EKAP, basit bir kayma deformasyonunun oluşturulduğu bir metal akış prosesidir. Temel bir EKAP kalıp ve işlem prosesi Şekil 4.1-a'da gösterilmektedir. Kalıp içerisinde L şeklinde bir kanal bulunmaktadır. Yatay ve dikey kanal arasında, iç açı (Φ) ve kanal dış açısı (Ψ) olarak belirtilen iki açı mevcuttur. İşlem görece malzeme (kare ya da dairesel kesitli olabilir) dikey kanala yerleştirilir ve bir itici vasıtasıyla bu iki kanaldan geçirilir. Bu geçiş esnasında, iki kanalın kesişim noktasında malzeme üzerine kayma kuvvetleri etki eder. (Şekil 4.1-b). Kesişim bölgesindeki yüksek deformasyona rağmen, malzeme kesit ölçülerinde herhangi bir değişiklik olmadan kalıbı terk eder. Kesit ölçülerinde herhangi bir değişiklik olmaması aşırı plastik deformasyon tekniklerinin oluşturduğu en önemli sonuçlardan birisidir ve geleneksel malzeme şekillendirme tekniklerinden ayıran en önemli farktır [40-42].



Şekil 4.1 : a) Eş kanallı açısız pres yöntemi [40, 41].



Şekil 4.1 (devam) : b.) İki kanal arasında oluşan kayma kuvvetleri [42].

EKAP işleminde numune boyutlarında bir değişiklik olmaması geleneksel deformasyon yöntemlerinden EKAP'yi ayıran en önemli özelliktir. Boyutlar değişmediğinden malzeme teoride sonsuz çevrimde kalıptan geçirilebilir ve bu sayede çok yüksek oranda bir deformasyon değerine ulaşılabilir. Kalıptan her bir geçişte farklı kayma düzlemleri harekete geçebilir.

Kalıp üzerindeki açılarının yanı sıra, kanal ölçüleri de önem taşımaktadır. Teorik olarak her iki kanalda aynı ölçülerde tanımlanmasına rağmen, genelde giriş kanalı malzemenin kalıba tekrar girişini kolaylaştırmak için çoğu zaman çıkış kanalına göre daha büyük yapılmaktadır. Bununla birlikte kanallar arasında izin verilen fark %5'den büyük olmamalıdır, aksi takdirde malzeme kalıptan geçişi esnasında bükülebilir.

Genel olarak kullanılan iki tip EKAP kalıbı bulunmaktadır: a) parçalı kalıp, b) kapalı kalıp. Parçalı kalıpta kanallar çelik blok üzerinde işlenerek yapılır ve sonra her iki parça civatalarla birbirlerine bağlanır. Kapalı kalıp ise tek bir çelik bloğun işlenmesiyle gerçekleştirilir. Parçalı kalıpta farklı kanal seçenekleri yapmak mümkündür. Parçalı kalıbın dezavantajı malzemenin kalıptan geçişi esnasında iki kalıbın birleştiği yüzeyden dışarıya doğru akmasıdır. Bu durumda numune yüzeyinde kulaklar oluşmaktadır. Müteakip pasolara geçmeden önce numune yüzeyinin temizlenmesi ve parlatılması gerekmektedir. Kapalı kalıp bu sorunu ortadan

kaldırmıştır. Ancak bu tip kalıpların üretimi kolay olmadığı gibi, özellikle kanal çeşitliliği yapmak mümkün değildir.

EKAP işleminde deformasyon esnasında yüksek oranda sürtünme meydana gelmektedir. Proses esnasında oluşacak sürtünme etkisini azaltmak amacıyla yağlayıcılar kullanılmaktadır. En sık rastlanan yağlayıcı MoS₂'dir. Sürtünmeyi azaltmak amacıyla hareketli kalıp gibi yeni tekniklerde geliştirilmiştir.

4.2 EKAP İşleminde Deformasyon

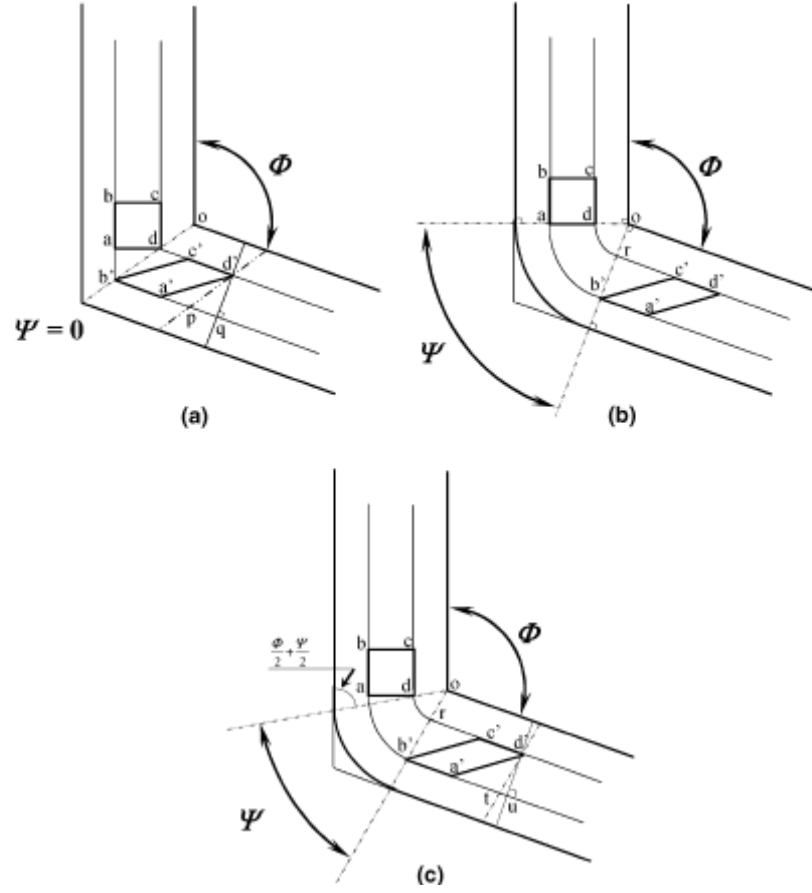
Malzeme üzerinde oluşacak deformasyon miktarı bazı matematiksel yaklaşımlarla hesaplanabilmektedir. Bu hesaplar yapılırken sürtünme ihmal edilir. Proses esnasında numune içerisinde oluşturulan deformasyon miktarı kalıp geometrisi ve paso sayısına bağlı olarak değişmektedir [43].

Pres işleminde oluşan deformasyon değerini hesaplamak için Şekil 4.2'de gösterilen kalıp içerisinde yer alan (abcd) birim karesinden faydalanılır. Şekil 4.2 a ve b'de limit koşullar, c'de ise ortalama durum gösterilmiştir. Hesaplamalar yapılırken sürtünme ihmal edilmiştir [43].

Şekil 4.2-a'da abcd ile verilen birim kare deformasyon sonrasında a'b'c'd' olarak değişir. Verilen bu kalıp konfigürasyonunda kayma deformasyonu (γ)= $2\text{adcot}(\Phi/2)$ olarak hesaplanır. Sonuç olarak $\psi=0$ durumunda meydana gelen deformasyon;

$$\gamma = 2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} \right) \quad (4.1)$$

olarak kabul edilir.



Şekil 4.2 : Farklı köşe eğrilik açısına sahip EKAP kalıpları; a) $\psi=0$, b) $\psi= 180-\Phi$, c) ψ , $\psi=0$ ve $\psi=180-\Phi$ arasında yer alır [43].

$\psi=180-\Phi$ durumunda ise $(\gamma)=rc'/rb'$ ye eşittir. $rb'=da=(oa-od)$ ve $ab'=dc'=oa\psi=(rc' + ad\psi)$ olduğundan $rc'=(oa-od) \psi$ şeklinde bulunur. Sonuç olarak $\psi= 180-\Phi$ durumunda meydana gelen deformasyon;

$\gamma=\psi$ olarak hesaplanır.

Ψ 'nin ortalama şartlarını gösteren durumda deformasyon kısaca $\gamma=a'u/d'u$, orantısından hesaplanır. Bu bağıntıya yapılacak yaklaşımlardan elde edilen kayma deformasyonu ise;

$$\gamma = 2\cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \quad (4.2)$$

şeklinde hesaplanır.

Eş değer deformasyonu bulabilmek için şu bağıntıyı kullanmak gerekmektedir;

$$\varepsilon_{eq} = \left[\frac{2 [\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2 + \varepsilon_z^2 + \frac{\gamma_{xy}^2 + \gamma_{yz}^2 + \gamma_{zx}^2}{2}]}{3} \right]^{1/2} \quad (4.3)$$

Yukarıda verilen bağıntı 1 paso sonrasında elde edilen deformasyon değeridir. N paso sonrasında ulaşılabilecek deformasyon için Eşitlik (4.4)'te verilen bağıntı kullanılır.

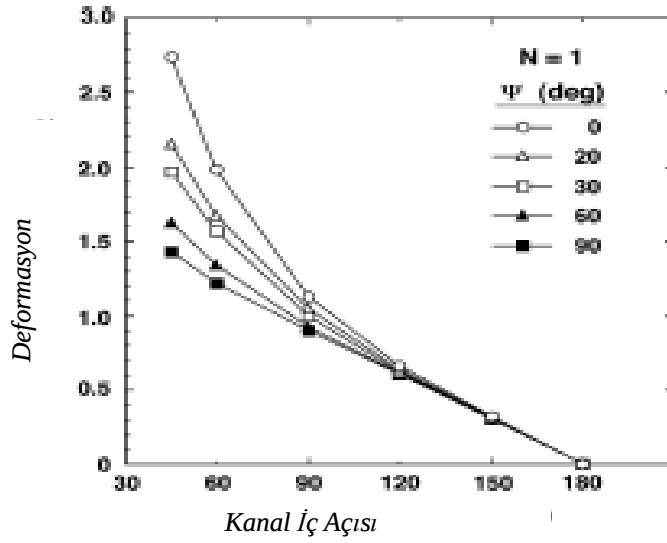
$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\varphi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \csc \left(\frac{\varphi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (4.4)$$

Burada N: paso sayısını, ε : malzemenin N paso sonrası oluşan toplam birim şekil değiştirme miktarını, Φ : iki kanal arasındaki açığı ve Ψ : iki kanal arasındaki dış köşe eğrilik açısını göstermektedir [44].

Eşitlik (4.4) EKAP prosesinde en yaygın olarak kullanılan formüldür. Ancak teoride ölçülen deformasyon değeri matematiksel bağıntı ile hesaplanan değerden biraz farklıdır. Bunun nedeni sürtünme ve malzemenin plastisite etkisidir. Pratikte numune iki kanal arasındaki kesişim bölgesinden rijit bir madde olarak geçmez. Bunun yerine tam kesişim noktasında bir plastik akış gösterir. Shan ve arkadaşları saf alüminyum malzemenin EKAP kalıbı içerisindeki deformasyon davranışını numune üzerinde motifler çizerek incelemişlerdir [45]. Araştırmalar sonucunda numunenin büyük bir bölümünde motif morfolojisi değişmeden kalmıştır. Bunun anlamı numune rijit bir madde olarak deforme olmuştur. Motifte distorsiyon sadece iki kanalın kesişim noktasında kalıba temas eden bölgede meydana gelmiştir. Daha ayrıntılı yapılan çalışmalarda iki kanalın kesişim noktasında bir deformasyon bölgesinin var olduğunu ortaya çıkarmıştır. Deneysel çalışmalar bu deformasyon bölgesinin numune tarafından doldurulmasının zor olduğunu göstermiştir. Bundan dolayı numune deformasyon esnasında ölü bölgeden geçerken kısmen distorsiyona uğramaktadır.

Konuyla ilgili yapılan sonu elemanlar yöntemi (FEM) çalışmaları da farklı kalıp tasarımları ve farklı grid şablonları denenmesine rağmen ölü bölgenin var olduğunu ve numunede kısmen de olsa bir distorsiyonun meydana geldiğini göstererek deneysel çalışmalarda ortaya çıkan sonuçları bir kez daha kanıtlamışlardır [45].

Eşitlik (4.4)'den görüleceği üzere numune üzerindeki deformasyon miktarında kalıp tasarımının önemi çok büyüktür. Kanal iç açısının deformasyon üzerindeki etkisi dış açığa göre daha fazladır. Sekil 4.3.'de görüldüğü gibi, özellikle 90° ve büyük iç açılarda dış açının etkisi önemsiz seviyelerdedir. EKAP kalıpları pres işleminin daha kolay yapılabilmesi için iç açısı 90° olarak tasarlanmaktadır. Bundan dolayı dış açının etkisi ortadan kalkmaktadır. Çok düşük iç açığa sahip kalıplar kullanılması durumunda tek bir pasoda dahi çok yüksek deformasyonlar elde edilebilir. Ancak açının miktarının düşmesi durumunda malzemenin pres edilebilmesi güçleşmektedir [46].



Şekil 4.3 : Kalıp iç açısının numune üzerinde oluşturduğu deformasyon miktarının değişimi [46].

Numune üzerinde oluşacak toplam deformasyon ψ ve Φ değerlerine bağlıdır. Örnek olarak $\Phi=90$ ve $\psi=0$ olarak alındığında numune üzerinde oluşan deformasyon değeri yaklaşık 1'dir. 4 defa kalıptan geçirilmesi durumunda ise 4'e kadar yükselir. Bununla birlikte daha önce belirtildiği üzere tekrarlı EKAP işlemlerinde numunenin döndürülmesi ile farklı kayma düzlemleri etkin olmaktadır. Numunenin EKAP pasoları arasındaki rotasyonu, farklı mikroyapının oluşmasına neden olmaktadır.

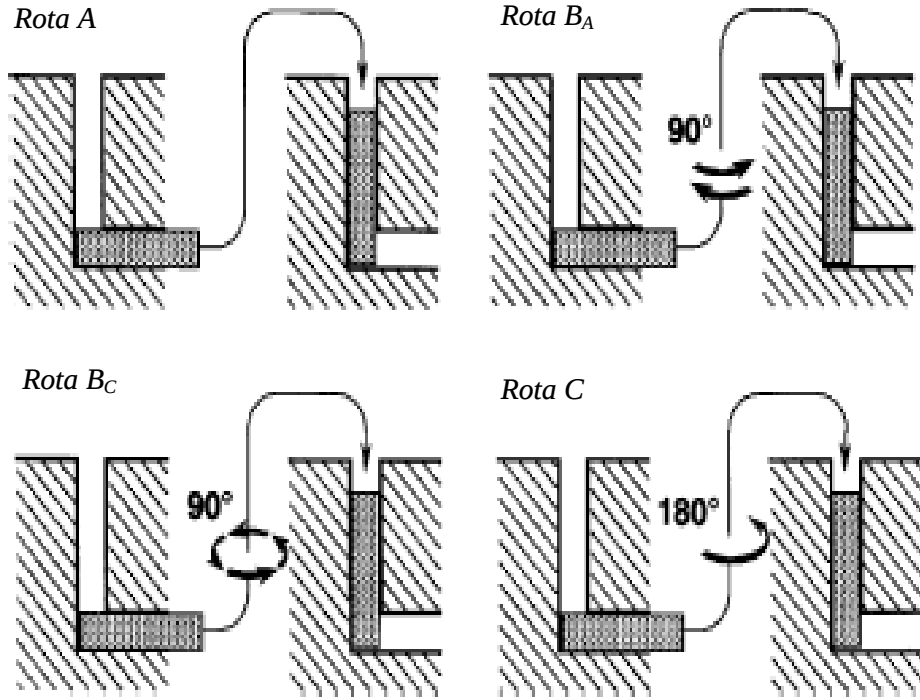
EKAP işlemlerinde pres rotaları kavramı ilk olarak Prof. Segal [44] tarafından ortaya atılmış ve Oh-Ishi [47] tarafından sistematik hale getirilmiştir. EKAP işlemlerinde kullanılan 4 temel pres yönü vardır. (Şekil 4.4.).

Rota A: Numune birbirini takip eden pres işlemlerinde herhangi bir yöne çevrilmez

Rota B_A: Numune her bir preste farklı yönlerde değişen 90° lik açılarla çevrilerek preslenir.

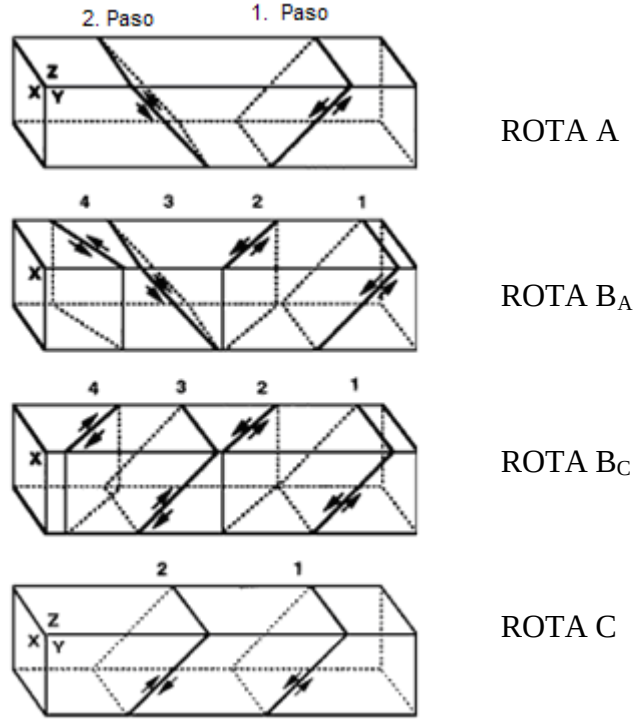
Rota B_C: Numune birbirini takip eden pres işlemlerinde saat yönünde ve saat yönünün aksi yönünde 90° lik açılarla çevrilerek preslenir.

Rota C: Numune birbirini takip eden pres işlemlerinde saat yönünde 180° çevrilerek preslenir.



Şekil 4.4 : EKAP işlemlerinde kullanılan 4 temel pres yönü [41].

EKAP proses rotalarına bağlı olarak etkin olan kayma düzlemleri Şekil 4.5.'de gösterilmiştir. Şekil 4.5'de X, Y ve Z olarak gösterilen bölgeler numunede deformasyonun etkilediği yüzeyleri temsil etmektedir.



Şekil 4.5 : Numune üzerinde X, Y ve Z düzlemlerinde oluşan kayma düzlemleri [3].

Rota C’de kayma aynı düzlemde devam eder. Ancak kayma yönü her bir pasoda değişmektedir. Bundan dolayı rota C en yüksek deformasyonun olduğu rota olarak adlandırılır. Ayrıca rota B_C’de en yüksek deformasyonun meydana geldiği diğer rotadır. Çünkü ilk pasoda oluşan kayma 3. pasoda oluşan kayma ile yok edilir. Bu iki rotanın tersine Rota A ve B_A’da deformasyon yüksek değildir. Rota A’da 90° açıda kesişen iki ayrı kayma düzlemi var iken, Rota C’de ise 120°’de kesişen 4 farklı kayma düzlemi bulunmaktadır. Bu kayma düzlemlerinin şekilsel anlatımı Şekil 4.6’da verilmiştir. Şekil 4.6.’da numunedeki kübik elemente etki eden deformasyonlar ve meydana gelen distorsiyon gösterilmiştir.

Rota	Düzlem	Paso Sayısı									
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	
A	X										
	Y										
	Z										
BA	X										
	Y										
	Z										
BC	X										
	Y										
	Z										
C	X										
	Y										
	Z										

Şekil 4.6 : Farklı EKAP rotası ve paso sayısına bağlı olarak malzemenin X, Y ve Z düzlemlerinde meydana gelen distorsiyon [41].

Şekil 4.6’da açık olarak görüldüğü gibi rota C’de kübik element her 2 pasodan sonra, rota B_C ise 4 pasodan sonra tekrar ilk halini alırken, rota A ve B_A da bu durum mümkün olmamaktadır. Ayrıca yüksek oranda distorsiyon meydana gelmektedir. Ayrıca rota A ve C de numunedeki Z düzleminde herhangi bir deformasyon meydana gelmemektedir.

EKAP işleminde malzemenin mikro yapısını ve nihai özelliklerini etkileyecek bir çok faktör vardır. Bu faktörleri 2 gruba ayırabiliriz. İlk gruptaki faktörler kalıp tasarımıyla ilgili olan parametrelerdir. İkinci gruptaki faktörler ise pres rotası (A, B_A, B_C yada C), toplam paso sayısı, pres hızı ve sıcaklığı gibi proses parametreleridir [41].

4.3 EKAP Yönteminde Malzemenin Özelliklerini Etkileyen Parametreler

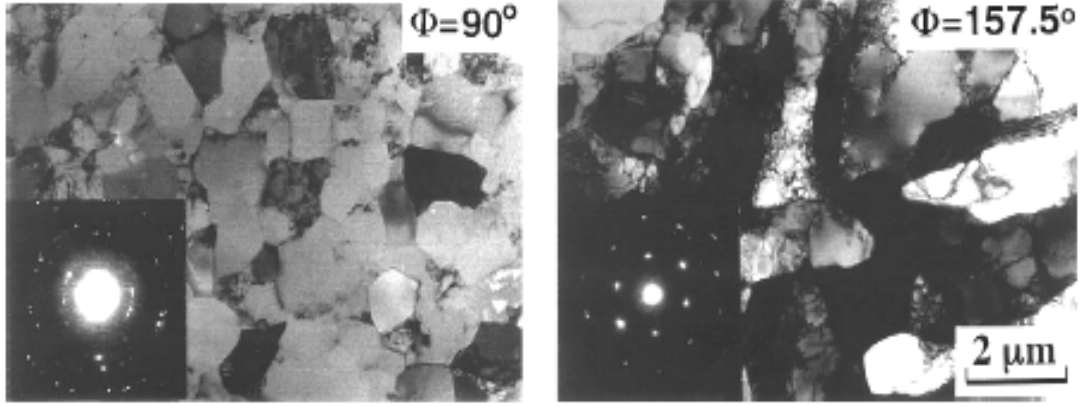
Temelinde basit bir metal akış prosesi olarak tanımlanan EKAP'ta malzemenin özelliklerini etkileyecek parametreler bulunmaktadır. Bu parametreleri, EKAP kalıp tasarımı ve proses faktörleri olmak üzere iki gruba ayırmak mümkündür.

4.3.1 Kalıp tasarımına bağlı parametreler

EKAP proseslerinde malzeme üzerinde oluşacak deformasyonun miktarı öncelikle kalıp tasarımına bağlı bulunmaktadır. Kalıp tasarımına bağlı olarak her bir pasoda oluşan deformasyon, malzemenin kayma düzlemlerini ve tekstür yapısını etkilemektedir.

4.3.1.1 Kalıp iç açısı (Φ)

Malzemenin EKAP kalıbı geçişi esnasında oluşacak deformasyon öncelikli olarak kalıp iç açısına bağlıdır [46]. Bundan dolayı kalıp iç açısı (Φ), en önemli kalıp parametrelerinden birisidir. Eşitlik 2'den hatırlanacağı üzere kalıp iç açısının malzeme üzerinde oluşacak deformasyonun miktarında önemli bir rolü bulunmaktadır. Şekil 4.3'den bilindiği gibi kalıp iç açısı azaldıkça deformasyon miktarı artmaktadır. Bununla birlikte özellikle 90-120° arasında yapılan işlemlerde deformasyon miktarı çok az etkilenmektedir. Nakashima ve arkadaşlarının 90°-157,5° arası iç açılıya sahip kalıplarda yaptıkları çalışmalarda, kalıp açısının büyümesiyle oluşan mikroyapının daha az homojen olduğu ve küçük açılı tane sınırlarının daha yüksek oranda oldukları görülmüştür (Şekil 4.7) [48]. Bunun nedeni EKAP sisteminde her bir pasoda malzemeye etki eden deformasyon miktarıdır. Açının yükselmesi ile her bir pasoda malzemenin maruz kaldığı deformasyon miktarı düşmektedir. Φ açısının artmasıyla, malzeme üzerinde aynı deformasyon değerine ulaşmak için daha fazla sayıda kalıptan geçirmek gerekmektedir.



(a)

(b)

Şekil 4.7 : a)90°, b)157,5° kalıp iç açısına sahip malzemenin mikro yapısı ve seçilmiş alan difraksiyon patern görüntüsü [23, 48].

Tek bir çevrimde en yüksek deformasyon değerine $\Phi=90^\circ$ 'lik kalıpta ulaşıldığından bir çok araştırmada bu tip kalıplar kullanılmıştır.

Eşitlik 5'ten anlaşılacağı üzere, daha düşük kalıp iç açısına (Φ) sahip kalıplarda daha yüksek deformasyon değerine ulaşılmasına rağmen, pratikte bu tip bir kalıpta EKAP işleminin yapılması pres şartları açısından kolay olmayan bir işlem olacağından tercih edilmemektedir.

EKAP prosesinde homojenlik çok ince tane yapısından sonra önem taşıyan bir konudur. Furukawa ve arkadaşları [49], $\Phi=120^\circ$ 'lik kalıp ile homojenite üzerine bir araştırma yapmışlar ve sonuçlarını $\Phi=90^\circ$ ile kıyaslamışlardır. Sonuçlara göre açının değişmesi ile malzemede kayma deformasyon karakteristiği değişmiştir. Ancak homojenite açısından önemli bir değişiklik olmamıştır.

4.3.1.2 Kalıp dış eğrilik açısı (Ψ)

Kalıp dış eğrilik açısı, ' Ψ ' eş kanallı açısız ekstrüzyon kalıbında iki kanalın kesiştiği yerdeki dış eğrilik açısını göstermektedir. Φ ile kıyaslandığında ve Şekil 4.3'den de anlaşılacağı üzere dış eğrilik açısının malzeme üzerinde oluşacak deformasyona etkisi çok küçük miktarlardadır [50]. Ancak sonu elemanlar yöntemi (FEM) incelemelerinden Ψ 'in malzeme üzerindeki deformasyon dağılımını etkilediği anlaşılmıştır [51]. Bunun nedeni olarak Ψ değerinin kalıp içerisindeki deformasyon bölgesini etkilemesi gösterilmektedir. Açı sıfıra yaklaştıkça malzemenin kalıbın köşesini doldurma oranı azalmaktadır. Bu sonuç özellikle malzemenin EKAP sonrası mikroyapı homojenliğini etkilemektedir. Araştırmalar kalıp tasarımında kullanılacak optimum kalıp açıları olarak $\Phi:90$ ve $\Psi:20$ değerlerini bulmuştur [52, 53].

4.3.2 Prosese bağı parametreler

4.3.2.1 Paso sayısı

EKAP yönteminin bir avantajı da tekrarlı bir şekilde numuneyi kalıptan geçirmektir. Bu sayede yüksek deformasyon değerlerine ulaşılmaktadır. Paso sayısının malzeme üzerinde yaratacağı deformasyon miktarı Eşitlik 2’de de açık bir şekilde görülmektedir. Bundan dolayı paso sayısı EKAP yöntemi ile üretilcek malzemelerin özelliklerini etkileyecek diğer önemli bir faktördür [54].

Daha önce bahsedildiği gibi, EAEP yöntemi ile üretilcek malzemelerde tane boyutu diğer tüm özelliklerin arasında en önemli parametredir. Ancak toplam deformasyon miktarı-toplam paso sayısındaki benzer ilişkiyi tane boyutu-toplam paso sayısı arasında kurmak mümkün değildir. Genellikle EKAP prosesinde ilk pasodan sonra tane boyutu çok ciddi bir şekilde aniden düşmektedir. Ancak ilerleyen pasolarda tane boyutu hemen hemen sabit kalmaktadır ya da çok az bir şekilde değişmektedir. Bu değişim sertlik-tane boyutu eğrilerinden de açık bir şekilde görülmektedir [44, 55].

Paso sayısı aynı zamanda malzemenin homojenliğini etkilemektedir. İlk paso sonrasında yapıda genelde uzamış taneler oluşmaktadır. Artan pasoyla birlikte uzamış taneler yerini eş kanallı tanelere bırakmaktadır.

Artan paso sayısının ilk paso sonrasında tane boyutu üzerinde önemsiz bir etkisi olmasına rağmen, malzeme özelliklerinin artan paso sayısı ile birlikte değiştiği görülmüştür. Komura ve arkadaşları paso sayısına bağlı olarak Al-3Mg-0.2Sc alaşımında yaptığı çalışmalarda artan paso sayısına bağlı olarak malzemenin kopma uzamasının arttığını tespit etmişlerdir [56].

Genellikle EKAP işlemlerinde kayma mekanizması ve bunun oluşturacağı deformasyonu toplam paso sayısı ve EKAP rotasını beraber düşünerek incelemek gerekir. Daha homojen bir yapıya belirli paso sayısında ve EKAP rotasında ulaşmak mümkündür.

4.3.2.2 EKAP proses rotası

Daha önce belirtildiği üzere, proses rotası kayma deformasyon yapısını ve buna bağlı olarak da mikroyapıyı etkilemektedir. Ferrase ve arkadaşları A, B_A ve C rotalarının mikroyapıdaki etkinliğini bakır ve alüminyum alaşımlarında incelemişlerdir. Buna göre rota C ile yapılan çalışmalarda daha homojen ve eşkanallı bir tane yapısına ulaştıklarını görmüşlerdir [57].

Daha sonra Iwahashi ve arkadaşları B_C rotasında mikroyapısal değişimlerin daha hızlı olduğunu görmüşlerdir. Aynı paso sayısını kullanarak yapılan çalışmada, B_A rotasında bazı alttanelerin mikro yapıda değişmeden kaldığını, bunun yanı sıra aynı malzemede B_C rotasındaki incelemede ise nihai yapıda sadece eşkanallı çok ince tanelerin varlığını görmüşlerdir. Araştırmalar B_C rotasının malzemenin homojenliği ve tane boyutu açısından en etkili rota olduğunu gösterirken, B_A rotasının ise en az etkili olduğunu ortaya çıkarmıştır [58, 59].

4.3.2.3 Pres hızı

EKAP prosesleri genellikle 1-20mm/sn hızların uygulandığı hidrolik preslerde gerçekleşir. Bununla birlikte uygun kalıp tasarımlarıyla mekanik test cihazlarının da kullanılacağı sistemler geliştirilmiştir. Bu sayede daha geniş hız aralıklarında çalışmak mümkün olmuştur. EKAP prosesinde pres hızının etkileri ilk olarak Langdon ve arkadaşları tarafından Al-%1Mg alaşımında araştırılmıştır. Bu araştırma sonucuna göre pres hızının malzeme tane yapısında herhangi bir etkisi olmadığı tespit edilmiştir [40].

4.3.2.4 Pres sıcaklığı

Yüksek sıcaklıkta yapılan deformasyon işlemlerinde malzemenin tane boyutu işlem sıcaklığından çok fazla etkilenmektedir. Bilindiği üzere yüksek sıcaklık işlemlerinde toparlanma ve yeniden kristallenme hızı artmakta ve sonuç olarak tane büyümesi meydana gelmektedir. EKAP işlemlerinde pres sıcaklığını araştırmak için yapılan çalışmalarda iki önemli sonuç ortaya çıkmıştır. Birincisi, sıcaklığın artmasıyla denge halindeki tane boyutu yükselmiştir. İkincisi ise, tane içerisinde dislokasyonların sönmelenmesine neden olan yüksek toparlanma nedeniyle küçük açılı tane

sınırlarında artış meydana gelmiştir. Ayrıca yüksek sıcaklıkta yapılan pres işlemleri daha kolay gerçekleşmektedir [3, 38].

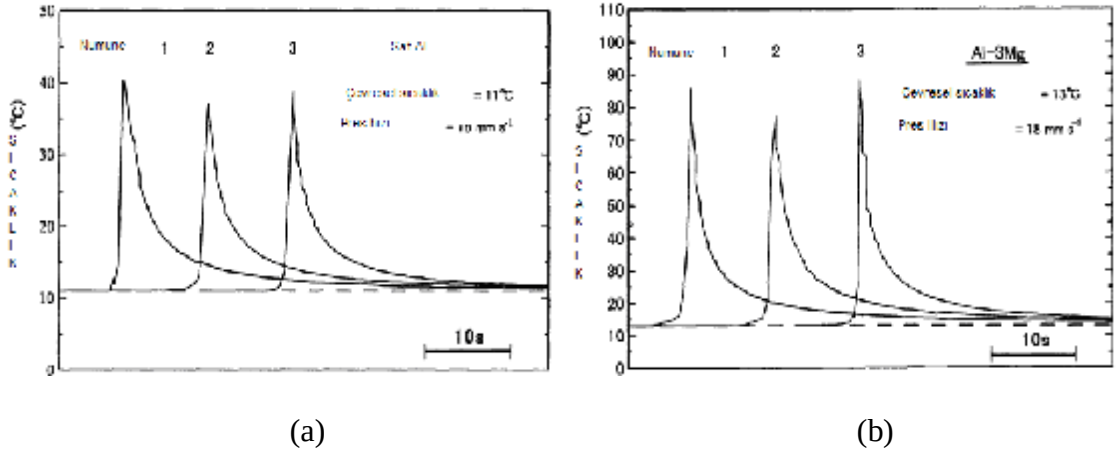
4.3.2.5 EKAP süresince dahili ısınma

EKAP işlemlerinde tane boyutunu etkileyen faktörlerden birisi, deformasyonun ve yeniden kristallenmenin meydana geldiği numunenin sıcaklığıdır. Temel olarak numune sıcaklığı numune ön ısıtma işlemleri ile kontrol edilmektedir. Ancak gerçek numune sıcaklığı pres esnasında malzemede deformasyondan dolayı meydana gelen ısı oluşumundan dolayı ön ısıtma sıcaklığından daha yüksek seviyelerdedir. Bundan dolayı deformasyon anında gerçek sıcaklığı tespit etmek oldukça önemlidir. EKAP işlemlerinde meydana gelecek sıcaklık artışı deformasyon hızına ve numunenin malzemesine bağlıdır.

Genel olarak EKAP işlemlerinde ısı oluşumuna neden olan 3 farklı kaynak bulunmaktadır.

1. Plastik deformasyondan kaynaklanan ısı
2. Adiabatic baskıdan dolayı oluşan ısı
3. Numune ve kalıp arasındaki sürtünmeden kaynaklanan ısı. [60]

Numune üzerinde meydana gelen ısı artışının tespiti için iki farklı malzemede araştırma yapılmıştır. Saf alüminyum ve Al-%3Mg alaşımı üzerinde 18mm/sn deformasyon hızında yapılan incelemede malzemenin mekanik özelliklerine göre sıcaklık artışının değişimi farklı olmaktadır. Daha yüksek mekanik özelliklere sahip malzemede ısı artışı daha fazladır. Ancak oluşan ısı aynı seviyede kalmaktadır. İki kanalın kesiştiği yerden geçişinde en yüksek seviyeye çıkan ısı birkaç saniye içerisinde malzemeye bağlı olarak 10-20°C arasında düşmektedir (Şekil 4.8).



Şekil 4.8 : a) Saf alüminyumda ve b) Al-3Mg alaşımında EKAP işleminde oluşan dahili ısınma eğrileri.

4.3.2.6 Malzeme özelliklerinin prosese etkisi

Malzeme özelliklerinin EKAP prosesine etkileri iki ayrı çerçevede incelenebilir. EKAP kayma düzlemlerinde oluşan deformasyon ile kendini göstermektedir. Bundan dolayı kayma düzlemleri ve istif hatası gibi deformasyon parametreleri EKAP prosesini etkilemektedir.

EKAP araştırmaları incelendiğinde, malzemelerin hepsinin başarılı olmadığı görülmüştür. Alüminyum alaşımları oda sıcaklıklarında EKAP işlemine uygun olmasına rağmen, Magnezyum alaşımlarının oda sıcaklıklarında EKAP prosesi güçtür ve bundan dolayı bu alaşımlar oda sıcaklığı yerine yüksek sıcaklıklarda pres edilmektedir. Bunun nedeni kayma düzlemlerinin oda sıcaklığında yetersizliğidir. Yüksek sıcaklıklarda kaymayı kolaylaştıracak düzlem sayısı artmaktadır. EKAP prosesinde deformasyonu etkileyecek diğer bir özellik istif hatası enerjisidir. Düşük istif hatası enerjisi ve düşük toparlanma hızı EKAP işleminde daha ince taneli yapıya ulaşmak için bir malzemede olması istenen özelliklerdir. Ancak düşük istif hatası enerjisine sahip malzemelerde mikro yapının gelişimi yavaş olmaktadır.

Deformasyon sertleşmesi üssü ve deformasyon hızı duyarlılığı EKAP prosesinde tane yapısını etkileyen diğer parametrelerdir. Farklı deformasyon sertleşmesi üssü ve deformasyon hızı duyarlılığına sahip malzemelerde yapılan sonu elemanlar yöntemi (FEM) analizleri daha düşük sertleşme üssüne ve deformasyon hızı duyarlılığına sahip malzemelerde homojen olmayan yapının oluşma eğiliminde olduğunu göstermiştir [3].

4.4 EKAP ile Üretilen Malzemelerin Fiziksel ve Mekanik Özellikleri

Aşırı plastik deformasyon tekniği ile üretilen çok ince taneli yapıya sahip malzemeler, kaba taneli durumdan daha yüksek mukavemete sahiptir. Ayrıca ince tane yapısı malzemenin süperplastik özelliklerini de geliştirmektedir. Bu özellikler gelecekte tasarlanacak daha yüksek mukavemetli, yüksek aşınma dayanımlı ve yüksek yorulma direncine sahip malzemelerin geliştirilmesinde temel taşlar olacaktır. Bundan dolayı aşırı plastik deformasyon ve çok ince tane yapısı araştırmacılar arasında yoğun ilgi görmektedir. Aşırı plastik deformasyon sonrasındaki mikro yapıyı iki farklı sıcaklık koşullarında incelemek gerekmektedir.

4.4.1 Düşük sıcaklık özellikleri

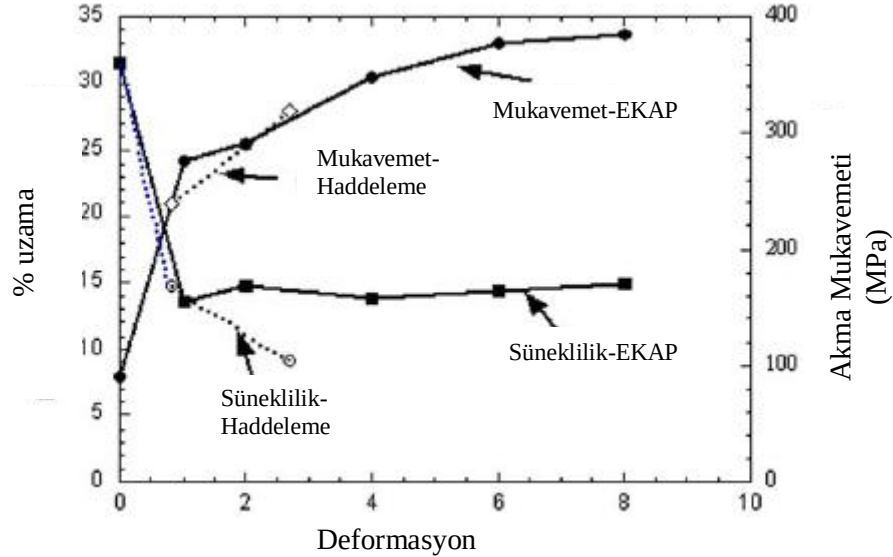
4.4.1.1 Mukavemet ve süneklilik

Geçtiğimiz yıllarda yapılan araştırmalar, tane boyutunun çok ince seviyelere düşmesinin malzemenin sertliğinde çok yüksek artışlar sağladığını göstermiştir. Ancak çok ince tane boyutuna sahip malzemeler çok düşük süneklilik özellikleri gösterirler. Geleneksel metal işleme yöntemlerinde de benzer ilişkileri görmemiz mümkündür. Haddeleme, ekstrüzyon ve tel çekme gibi proseslerde de deformasyonun artması ile malzemenin sünekliliği düşmektedir. Mukavemet ve süneklilik bir malzemenin temel mekanik özellikleridir. Ancak ne yazık ki bu iki özellik ters yönlerde hareket etme eğilimindedirler. Bundan dolayı malzemeler ya yüksek mukavemetli ya da yüksek sünekliliğe sahip olmaktadır. Her iki özelliğinde bir arada bulunduğu durum çok nadirdir.

Kristal yapılu malzemelerin plastik deformasyonunda en önemli mekanizma kaymadır. Bu olay dislokasyonların bazı kristal düzlemleri üzerinde, belirli kristal doğrultularında hareketleri sonucu atom düzlemlerinin birbiri üzerinde kayması şeklinde meydana gelir. Plastik deformasyon ve dislokasyon hareketleri birbirine çok sıkı bağlıdır. Yani kalıcı deformasyon ile dislokasyon hareketi arasında bir ilişki mevcuttur. Ancak çok ince taneli malzemelerde plastik deformasyon, yukarıda açıklaması verilen dislokasyon oluşumu ve hareketleri ile olmamaktadır. Aşırı plastik deformasyon ile üretilen malzemeler çok yüksek mukavemetlere sahip iken süneklilik değerleri beklenildiği gibi düşük seviyelerde kalır. Ancak süneklilikteki bu düşüş geleneksel yöntemlerle üretilen malzemenin sünekliliğinden daha azdır. Şekil 4.9. da haddeleme ve aşırı plastik deformasyon tekniği ile üretilen AA 3004

alüminyum alaşımının, deformasyona bağlı olarak mukavemetinde ve sünekliliğinde meydana gelen değişim gösterilmektedir. Her iki yöntemle de üretilen malzemede akma mukavemeti deformasyonla doğru orantılı olarak yükselmektedir. Ancak haddeleme ile üretilen malzemede prosesin durdurulup malzemenin ısıtılıp işleme tabi tutulması gerekirken aşırı plastik deformasyon yönteminde böyle bir sınırlama yoktur.

Her iki proses ile üretilen malzemenin süneklilik davranışları ise birbirinden tamamen farklıdır. EKAP ile üretilen malzemede ilk pasodan sonra süneklilik ani olarak düşmüştür. Ancak devam eden deformasyon ile süneklilik düşüşü durmuş ve artan deformasyonlarda süneklilik tekrar yükselmeye başlamıştır. Haddeleme yönteminde ise süneklilik beklenildiği şekilde devamlı olarak düşme eğilimindedir [61-63].

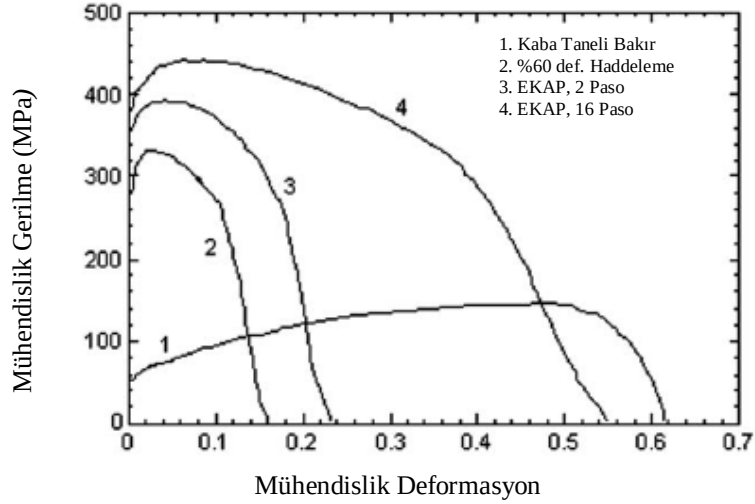


Şekil 4.9 : Akma mukavemeti ve sünekliliğin kıyaslanması [63].

Malzemelerin mukavemet ve süneklilik özellikleri ile ilgili yapılan araştırmalarda [63], yüksek mukavemet ile birlikte yüksek uzamaya da sahip malzemeler üretilmiştir. İlk çalışmalar yüksek saflıktaki bakır(%99.996) ile yapılmıştır.[63] Bakır, oda sıcaklığında eş kanallı açısız presten, Bc rotasında 16 kez geçirilmiştir. Sonuçları kıyaslamak amacıyla aynı malzeme % 60 oranında deformasyon uygulanarak haddelenmiştir. Sonuçlar Şekil 4.10'da gösterilmiştir.

Başlangıç tane boyutu 30µm olan bakıra yapılan çekme testinde, beklenen düşük akma mukavemeti ve yüksek uzama değerleri alınmıştır. Aynı malzemeye yapılan haddeleme işleminin sonucunda da beklenildiği gibi akma mukavemeti yüksek

değerlere çıkarken % uzama değeri oldukça düşmüştür. EKAP 2. paso işleminden sonrada haddeleme sonrasında görülen sonuçlara yakın değerler bulunmuştur. Akma mukavemeti ve % uzama değerleri nispeten daha yüksektir. Ancak EKAP 16 paso işlemi görmüş malzemede (Şekilde 4.10'da 4 ile gösterilen eğri) akma mukavemetinde artış sınırlı oranda kalırken, % uzamada çok yüksek bir artış meydana gelmiştir [64].



Şekil 4.10 : Farklı işlemlerden geçen saf bakırın mühendislik gerilme ve deformasyon eğrileri [64].

EKAP paso sayısının arttırılmasıyla beklenmedik ama çok önemli sonuçlar alınmıştır. Elde edilen bu sonuçlar malzeme tasarımında yeni ufuklar açacaktır.

4.4.1.2 Yorulma dayanımı

Birçok makine parçası ve yapı elemanları kullanılma esnasında tekrarlanan gerilmeler ve titreşimler altında çalışmaktadır. Tekrarlanan gerilmeler altında çalışan metalik parçalarda gerilmeler parçanın statik dayanımından küçük olmalarına rağmen belirli bir çevrim sayısı sonunda yüzeyde bir çatlama ve bunu takip eden kopma olayına neden olurlar. Bu olay yorulma olarak isimlendirilir. Toplam yorulma ömrü çatlak oluşumu ve çatlak ilerlemesi ile ölçülür. Yüksek mukavemet çatlak oluşumunu yavaşlatırken süneklik çatlak ilerlemesini yavaşlatır. Bundan dolayı aşırı plastik deformasyon malzemeleri yüksek yorulma ömürlerine sahiptirler. Ayrıca tane boyutu azaldıkça yorulma dayanımı artmaktadır. Bu etkinin, tane sınırlarının çatlak ilerlemesini engelleyici rol oynamalarından kaynaklandığı düşünülmektedir [6, 65].

4.4.2 Yüksek sıcaklık özellikleri

Aşırı plastik deformasyon tekniği ile üretilen malzemeler, dislokasyon ve denge dışı tane sınırı gibi yüksek yoğunlukta kristal hatası içerirler. Bundan dolayı yüksek sıcaklıkta kararlı değildirler. Yüksek enerjilerinden dolayı çok ince taneler ve tane sınırları yeniden kristalleşme ve/veya tane büyümesine uğrarlar. Bunu engellemek için yüksek sıcaklıkta kararlı çöktiller oluşturmak gereklidir. Bu çöktiller, tane sınırlarının ve dislokasyonların hareketlerini kısıtlayarak yeniden kristalleşmeyi ve tane büyümesini durdururlar. $Al_3(Zr,Sc)$ bu çöktillere örnek olarak gösterilebilir.

Çok ince taneli malzemelerin en çok göze çarpan özelliklerinden biri süperplastisite özelliğidir. Süperplastisite bir malzemenin yük altında boyun verme göstermeden çok yüksek uzamalar göstermesidir. Bir malzemenin süperplastik özellik göstermesi için oldukça ince bir tane yapısına sahip olması ($<10\mu m$) ve yüksek sıcaklıklarda tane büyümesini yavaşlatacak ikincil faz çöktilleri içermesi gerekmektedir. Süperplastisite de kayma deformasyonu tane sınırlarının kayması ile gerçekleşir. Bundan dolayı tane sınırları yüksek açılı tane sınırı olmalıdır. Bu noktada çok ince taneli malzemeler süperplastikliğin gerektirdiği tüm özellikleri karşılamaktadır [12, 66, 67].

5. ALÜMİNYUM ALAŞIMLARI

5.1 Giriş

Alüminyum kendine has özellikleri ile çok eski çağlardan beri bilinen bir metal olup, ağaç, bakır, demir ve çelik gibi birçok malzemeden daha büyük önem kazanmış bulunmaktadır. 19. yüzyılın ikinci yarısından beri endüstriyel çapta üretilen çok genç bir metal olmasına rağmen, bugün bakır ve alaşımları, kurşun, kalay, çinko gibi tüm demir dışı metallerin toplam kullanımından daha çok miktarda kullanılmaktadır.

Alüminyum alaşımlarını döküm ve işlem alaşımları olmak üzere iki ana gruba ayırmak mümkündür. Çizelge 5.1. Bu iki grup da kendi arasında içerdiği elementlere göre ayrıca sınıflandırılırlar. Bakır, Magnezyum, Manganez, Demir, Çinko, Silisyum temel alaşım elementleridir. Ayrıca mikro yapıyı iyileştirmek amacıyla titanyum, bor, zirkonyum ve skandiyum ilaveleri de yapılmaktadır.

Çizelge 5.1: Alüminyum döküm ve işlem alaşımlarının sınıflandırılması [68].

Döküm alaşımları	İşlem alaşımları
1XX.X: Alaşımsız alüminyum	1XXX: Alaşımsız alüminyum
2XX.X: Bakır'lı alüminyum alaşımı	2XXX: Bakır'lı alüminyum alaşımı
3XX.X: Silisyum bakır ve/veya Manganezyum alüminyum alaşımı	3XXX: Manganez'li alüminyum alaşımı
4XX.X: Silisyum'lu alüminyum alaşımı	4XXX: Silisyum'lu alüminyum alaşımı
5XX.X: Magnezyum'lu alüminyum alaşımı	5XXX: Magnezyum'lu alüminyum alaşımı
6XX.X: Kullanılmamaktadır.	6XXX: Silisyum-Magnezyum'lu alüminyum alaşımı
7XX.X: Çinko'lu alüminyum alaşımı	7XXX: Çinko'lu alüminyum alaşımı
8XX.X: Kalay'lı alüminyum alaşımı	8XXX: Demir ve Silisyum'lu alüminyum alaşımı
9XX.X: Diğer elementler.	9XXX: Yeni bulunan alaşımlar, Lityum'lu alaşımlar

Alařım sistemleri grecekleri ısıt ıřlemlere duyarlı olabilirler. Bu ısıt ıřlemler; zeltiye alma, ani soęutma, yařlandırma ıřlemleridir. izelge 5.1.'de belirtilen dkm ve ıřlem alařımlarının bazıları ısıt ıřleme uygundur ve bu ısıt ıřlem neticesinde yapılarında deęiřiklik meydana gelebilmektedir. Isıt ıřlem uygulanabilen alařımlar kontroll ısıtma ve soęutma ıřlemleri ile mukavemetleri arttırılabilir. Bu alařımlar 2XXX, 6XXX ve 7XXX grubu alminyum alařımlarıdır.

Isıt ıřlem uygulanamayan alařımların soęuk ıřlem ile mukavemetleri arttırılabilir. 1XXX, 3XXX, 4XXX ve 5XXX grubu alařımlar bu gruba girmektedirler. Her iki grup iin yapılacak ıřlemler belli bir kod sistemiyle tarif edilmiřtir. izelge 5.2.

izelge 5.2: ıřlem alminyum alařımları iin ısıt ıřlem ve soęuk ıřlem kodları [68].

Isıt ıřlem Uygulanabilen Al Alařımları	Isıt ıřlem Uygulanamayan Al Alařımları
T1: Sıcak ıřlemden sonra soęutulur ve doęal yařlanma ile kararlı duruma getirilir.	F : Fabrikasyondan sonraki hali.
T2: Sıcak ıřlemden sonra soęutulur, soęuk ıřlemden geirilir ve doęal yařlanma ile kararlı duruma getirilir.	0: Tavlı, yeniden kristalleřmiř yapı.
T3: Solsyona alma ısıt ıřlemi uygulanır, soęuk ıřlemden geirilir, ve doęal yařlanma ile kararlı duruma getirilir.	H: Soęuk ıřlem grmř.
T4: Solsyona alma ısıt ıřleminden geirilir, doęal yařlanma ile kararlı duruma getirilir.	H1 : Plastik řekillendirme sınırları iinde sadece řekil verilmiřtir.
T5: Sıcak ıřlemden sonra soęutulur ve yapay yařlanma ile sertleřtirilir.	H2: Plastik řekillendirmeden sonra kısmi tav halini ifade eder.
T6: Solsyona alma ısıt ıřleminden geirilir ve yapay yařlanma ile sertleřtirilir.	H3: Plastik řekillendirme ve bilahare stabilizasyon hali.
T7: Solsyona alma ısıt ıřleminden geirilir ve yapay ařır yařlanma yapılır.	W : Solsyona alma ısıt ıřleminden sonraki kalıcı olmayan yapıyı ifade eder.
T8: Solsyona alma ısıt ıřleminden geirilir, soęuk ıřlemden geirilir, ve yapay yařlanma yapılır.	
T9: Solsyona alma ısıt ıřleminden geirilir, yapay yařlanma yapılır ve soęuk ıřlemden geirilir.	
T10: Sıcak ıřlemden soęutulur, soęuk ıřlemden geirilir ve yapay olarak yařlandırılır.	

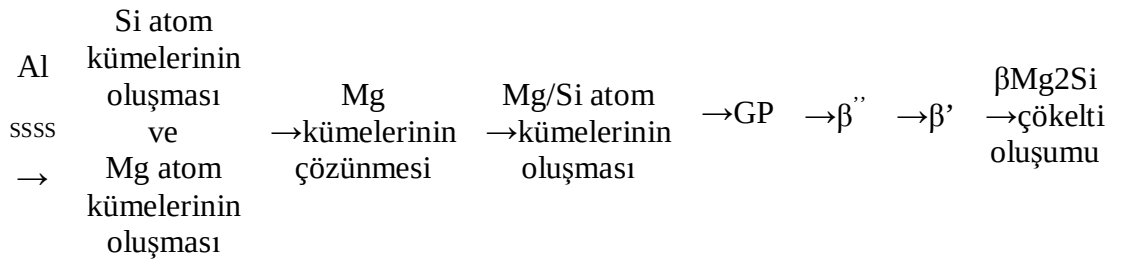
AlMgSi (6XXX) alüminyum alaşımları, genel yapısal uygulamalarda ve otomobil endüstrisinde en çok kullanılan alaşımlardan birisidir. Bu grupta yer alan alüminyum alaşımları uygulama alanları ve çökelme sertleşmesi ile mukavemetlerinde sağlanacak yüksek artışlar nedeniyle geçtiğimiz yıllar içerisindeki araştırmalarda yoğun bir şekilde kullanılmıştır.

6XXX grubu alaşımların yaşlanma davranışları çok hassas olup ısıtılma sıcaklığı ve sürelerinden kolayca etkilenebilirler. Yapısal uygulamalarda en çok tercih edilen 6XXX grubu alaşımı AA 6082 Alüminyum alaşımıdır.

6XXX grubu alaşımlarında ana alaşım elementleri Mg ve Si'dir. Bu alaşım elementleri α -Al matris fazında çözünürler ve ilerleyen safhalarda ise intermetalik çökelti olarak çökeltirler. Fe tüm ticari alaşımlarda emprüte elementi olarak yapıda bulunmaktadır. Fe döküm esnasında Al-Fe, Al-Fe-Si ve Al-Fe-Si-Mn şeklinde alüminyum dendritleri arasında çökeltirler. Bu fazların oluşumu döküm sonrasındaki soğuma hızına ve Fe/Si oranına bağlıdır.

6082 alaşımı yaşlanma davranışını etkilediğinden bünyesinde aşırı silisyum bulundurmaktadır, ayrıca tane boyutunu kontrol etmek amacıyla da manganez ilavesi yapılmaktadır [69].

Döküm sonrasında yapının homojenliğini sağlamak için çözeltiye alma ısıtılma işlemi yapılmaktadır. Bu işlem esnasında alaşımda birçok dönüşüm meydana gelmektedir. İğnesel β -Al₅FeSi çökeltisi küresel α -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si fazına dönüşmekte ve β -Mg₂Si fazı ana matriste çözünmektedir. α -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si fazı malzemenin sünekliliğini arttırdığı için bu dönüşüm çok önemlidir. Aynı zamanda β -Mg₂Si çökeltisi yapıya mukavemet sağlayan ana faz olması açısından önem taşımaktadır. AA 6082 alaşımında oluşan genel çökelti oluşum sırası aşağıdaki şekilde yazılabilir; [70, 71, 72]



SSSS: Aşırı doymuş katı çözelti

Literatürde GP zonuna GP1, β'' fazına da GP2 denmektedir. Araştırmalar mukavemet artışında en etkili fazın β'' olduğunu göstermiştir. β'' fazı alüminyum

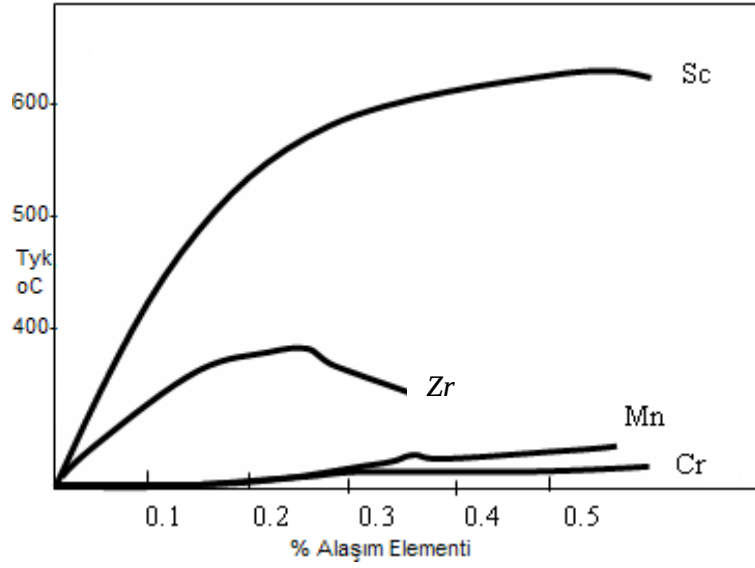
matriks ile tamamen uyumlu bir fazdır. Kristal kafes parametreleri α -Al'a oldukça yakındır ve T6 ısıt işlemlerinde sertliği sağlayan ana çökelti fazıdır. Oda sıcaklığında bekleme süresi çökelti oluşumunu ve malzemenin sertlik davranışını etkilemektedir. Yaşlandırma ısıt işlemleriyle oluşturulan (Mg_xSi_y) ve çözeltiye alma ısıt işleminde oluşan α_c - $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$ çökeltileri oda sıcaklığında etkilidirler. Sıcaklığın yükselmesiyle çökelti kabalaşmaya ya da başka çökeltilere dönüşmeye başlarlar. Bu nedenle yapının yüksek sıcaklıklarda mukavemetini koruyacak yeni çökelti fazlarına ihtiyaç vardır. Bunun için yeni alaşımlar elementleri ilaveleri yapılmaktadır [69, 73 - 75].

5.2 Zr ve Sc İlavesi

Alüminyum alaşımlarının mikroyapıları ve buna bağlı olarak fiziksel ve mekanik özellikleri çok düşük seviyelerde yapılacak element ilavelerinden ciddi bir şekilde etkilenmektedir. 6XXX grubu alüminyum alaşımlarında özellikle proses esnasında yeniden kristalleşmeyi yavaşlatmak veya tamamen durdurmak amacıyla bazı element ilaveleri yapılmaktadır. Bu elementleri; Mn, Cr, Zr ve Sc olarak sıralayabiliriz [9]. Şeki 5.1.'den görüleceği üzere Sc ilavesi yeniden kristalleşme sıcaklığını en çok arttıran alaşım ilavesidir. Sadece sıcak işlemlerde değil ,aynı zamanda soğuk işlem proseslerinde de yeniden kristalleşme hızını düşürmektedir. Diğer anti-yeniden kristalleşme elementleriyle kıyaslandığında en etkili alaşım ilavesidir. [15]

Çok ince ve kararlı tane boyutuna sahip malzeme ihtiyacı, iki fazlı alaşım ya da tane sınırlarının hareketini ve buna bağlı olarak tane büyümesini engelleyen çökelti partikülleri içeren malzemenin üretimi ile karşılanabilir. Sc-Zr içeren dispersoidlerin kendilerine ait spesifik özellikleri sayesinde küçük ve büyük açılı tane sınırlarının hareketlerini engelleyebilmektedirler.

Alüminyumun Sc ve Zr ile oluşturduğu $Al_3Sc(Zr)$ dispersoidleri, oda sıcaklığında alüminyum alaşımlarının mukavemetlerinde önemli etkileri bulunmaktadır. Alüminyum matris ile uyumlu olan nano boyuttaki bu dispersoidler tane içinde ve tane sınırında hareketli dislokasyonların hareketlerini engelleyerek ince taneli yapının kararlılığını sağlamış olurlar. $Al_3Sc(Zr)$ çökeltileri yüksek sıcaklık işlemlerinde dahi oldukça kararlı bir yapıdadır.



řekil 5.1 : Alüminyumda anti-yeniden kristalleřme elementlerinin yeniden kristalleřme sıcaklıđına etkileri.

Bundan dolayı Scandium içeren alüminyum alařımları yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılabilir. Sc ve Zr'un beraber kullanıldıđı durumlarda daha etkili bir tane inceltme vazifesi görürler. Zr ilavesi ile yapıdaki Al_3Sc çökeltilerinin bir kısmı $Al_3Sc(Zr)$ olarak çökelmeye başlarlar [17].

Eđer malzeme yüksek sıcaklık şartlarında da ince taneli yapısını muhafaza edebilirse, yüksek şekillendirme ve süperplastik özelliklerini de kazanmış olur. Ancak aşırı plastik deformasyon ile üretilen malzemeler kararsız halleriyle yüksek sıcaklıklarda yapılarını koruyamazlar. Çok ince taneli yapı yüksek sıcaklıklara maruz kaldıđında ani olarak yeniden kristalleřme ya da tane büyümesi meydana gelir. Yapının yüksek sıcaklıklarda kararlı kalabilmesi için tane sınırlarının hareketlerini kontrol edecek ikincil faz çökeltileri gerekmektedir. Bu nedenle yapıya Zr ve Sc ilaveleri yapılmaktadır. Zr ve Sc, alüminyum içerisinde kararlı ve matriks ile uyumlu $Al_3(Zr,Sc)$ formunda kompleks çok ince çökeltiler oluřtururlar. Bu çok ince çökeltiler, küçük ve yüksek açılı tane sınırlarının hareketlerini yavařlatarak tane büyümesini engellerler. Sc ve Zr ile alařımlandırılmış alüminyum oda sıcaklıđında yüksek mukavemet özelliklerine sahiptir. $Al_3(Zr,Sc)$ çökeltileri yüksek sıcaklıklarda özelliklerini koruyarak malzemenin ince taneli yapıda kalmasını sađlarlar.

6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

6.1 Kullanılan Malzeme

Tez çalışmasında nominal bileşimi Çizelge 6.1’de verilen, 9.9 mm çapında ve 80 mm uzunluğunda 2 farklı AA 6082 Alüminyum alaşımı kullanılmıştır.

Çizelge 6.1: İncelenen AA 6082 alüminyum alaşımlarının kimyasal kompozisyonu (%ağırlık).

Element Alaşımlar	Si	Mg	Fe	Mn	Sc	Zr	Al
AA 6082	0.98	0.69	0.21	0.55	-	-	Kalan
AA 6082 + Zr + Sc	0.95	0.60	0.20	0.50	0.2	0.2	Kalan

6.2 Deney Koşulları

Oda sıcaklığında EKAP işlemini daha düşük yüklerde gerçekleştirmek amacıyla deneylerde kullanılan her iki alaşım EKAP öncesi 550°C-8 saat çözeltiye alma ısıtma işlemine tabi tutulmuştur.

EKAP işlemi 10 tonluk bir pres yardımıyla gerçekleştirilmiştir. (Şekil 6.1). EKAP işlemi için iç açısı 90°, dış eğrilik açısı 20° olan kapalı bir kalıp kullanılmıştır. Kullanılan kalıp SK3 takım çeliğidir. Kullanılan kalıba ait teknik ölçüler Şekil.6.2-6.3’de verilmiştir. İtici olarak kullanılan çelik çubuk 10,5mm çapında, 100mm uzunluğunda X40CrMo16 1 malzemedendir. İtici çubuğun pres anındaki hızı 7-10mm/sn olarak seçilmiştir ve ayrıca numunelerin kalıptan geçişleri esnasında sürtünmeyi azaltmak için MoS₂ yağlayıcı kullanılmıştır.

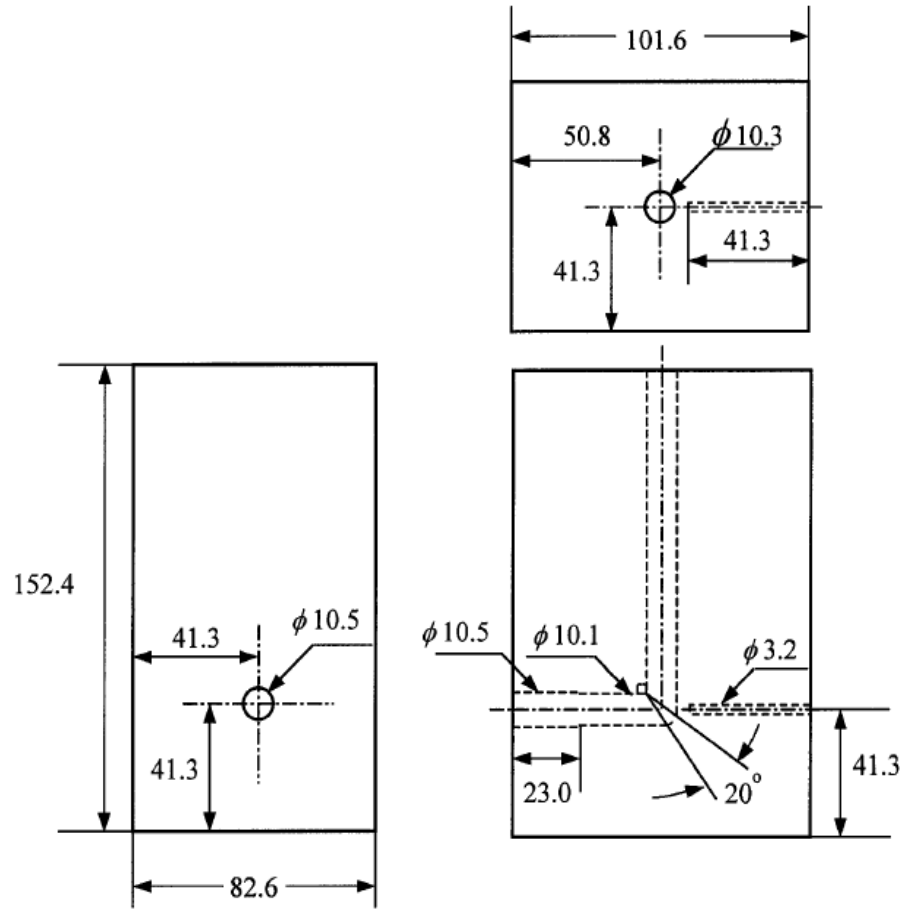
Bu tasarıma sahip kalıp her bir pasoda malzemede yaklaşık $\epsilon=1$ deformasyon oluşturmaktadır. EKAP işleminde B_C (Her paso sonrasında numunenin 90° çevrilmesi) rotası ve toplam 4 paso uygulanmıştır. 4 paso sonrasında elde edilen yaklaşık deformasyon miktarı ~4’tür.



Şekil 6.1 : EKAP testlerinin gerçekleştirildiği pres.



Şekil 6.2 : Testlerde kullanılan EKAP kalıbı.



Şekil 6.3 : EKAP kalıbına ait teknik resim detayları.

EKAP 1. ve 4. paso sonrasındaki numuneler, farklı sıcaklık ve sürelerde muffle tipi ısıtma fırınında yaşlandırma ısıtma işlemine tabi tutulmuşlardır. Ayrıca sonuçların etkinliğini kıyaslamak amacıyla EKAP işlemine tabi olmamış AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarına da aynı sıcaklık ve sürelerde yaşlandırma ısıtma işlemleri uygulanmış ve sonuçlar EKAP işlemi görmüş malzemelerle aynı ısıtma işlem

uygulanmış koşullarda kıyaslanmıştır. Yaşlandırma sıcaklık ve süreleri Çizelge 6.2’de verilmiştir.

Çizelge 6.2 : Yaşlandırma ısııl işleminde kullanılan sıcaklık ve süreler.

Süre (saat) \ Sıcaklık(°C)	100	130	180	200	300
1	*	*	*	*	*
2	*	*			
6	*	*	*	*	
12	*				
24	*				

6.3 Karakterizasyon Testleri

EKAP işlemine tabi olmuş numunelere sertlik, optik mikroskop, X-ışınları, DSC ve TEM incelemeleri yapılmıştır.

Numunelerin sertlikleri elmas piramit uç kullanan REMET marka sertlik cihazında 100gram yük altında Vickers sertlik değeri (HV_{100}) cinsinden belirlenmiştir. Sertlik ölçümleri yüzeyleri parlatılmış numunelerde en az 10 ölçüm alınarak yapılmıştır.

X-ışınları analizinde Siemens D 5000 marka X-ışınları cihazı, x-ışını kaynağı olarak bakır anot kullanılmıştır. Analizler $2\Theta:20-100^\circ$ arasında, 0.02 derece aralıkla ve her derecede 1 saniye bekleyerek yapılmıştır. EKAP işlemi sonrası kristal boyutunu hesaplayabilmek amacıyla X-ışınları ile elde edilen pikler TOPAS programı yardımıyla rafine edilmiştir. Hesaplamaları yapmak için ilk olarak X-ışınları pikleri Pseudo-Voight fonksiyonu kullanılarak rafine edilmiştir, sonra Scherrer-Wilson eşitliği ile tane boyutu ve mikro deformasyonlar hesaplanmıştır.

EKAP sonrası deformasyonun çökelti oluşumlarındaki etkilerini belirlemek için DSC testi yapılmıştır. Termal analizler için Setaram Labsys DSC cihazı kullanılmıştır. Deneyler $25^\circ\text{C}-500^\circ\text{C}$ sıcaklıkları arasında dakikada 10°C ısıtma hızıyla yapılırken ortam gazı olarak Argon kullanılmıştır.

Optik mikroskobunda yapılan mikroyapı incelemeleri için pres yönünde alınan numuneler kullanılmıştır. Standart metalografik yöntemler kullanılarak hazırlanan numunelerin tane boyutu incelemeleri için elektrolitik dağlama yapılmıştır. Dağlama

%5 HBF_4 + %95 H_2O çözeltisi ile 15V'da 30sn'de yapılmıştır. Daha sonra numuneler Zeiss marka optik mikroskobunda incelenmiştir.

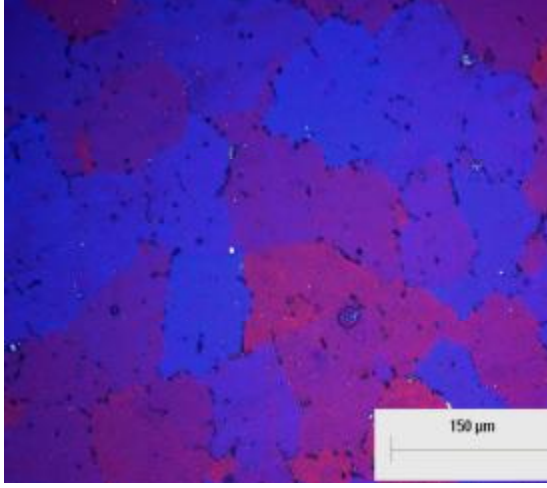
Mikro yapı incelemeleri için TEM çalışması yapılmıştır. Ekstrüzyon yönüne paralel olarak çıkartılan numunelerden elmas disk yardımıyla 200-250 mikron kalınlığında dilimler çıkartılmıştır. Sonra bu dilimlerin kalınlıkları mekanik zımparalama ile 100 mikrona kadar indirilmiş ve nihai olarak elmas pasta ile yüzeyleri parlatılmıştır. TEM için numune hazırlamada Struers Twin Jet parlatma ünitesi kullanılmıştır. %30 Nitrik asit-%70 Metanol çözeltisi parlatma çözeltisi olarak kullanılmıştır. 12-15DC volt ve -30°C çözelti sıcaklığı çalışma parametreleri olarak seçilmiştir. TEM incelemeleri için 200kV hızlandırma voltajına sahip PhilipsTM CM200 geçirim elektron mikroskobu kullanılmıştır.

7. DENEY SONUÇLARI

7.1 EKAP Öncesi Mikroyapı Özellikleri

AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP öncesinde yapılan çözeltiye alma ısıtıl işlemi sonrasında elde edilen mikroyapıları Şekil 7.1.'de gösterilmiştir. Beklenildiği gibi çözeltiye alma ısıtıl işlemi sonucunda eş eksenli taneler elde edilmiştir. Isıl işlem sonrası tane boyutları AA 6082 alaşımının 100 µm iken, AA 6082-Zr-Sc alaşımının 80 µm civarındadır. Tane sınırlarında oluşan küresel çökeltiler α_c -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si çökeltileridir. Zr ve Sc ilave edilen alaşımın tane boyutu beklenildiği gibi daha düşüktür. Bunun nedeni döküm esnasında Zr ve Sc'un çekirdekleyici etkisi göstermesidir. Döküm esnasında oluşan Al₃(Zr,Sc) çökeltilerinden dolayı tane boyutu Zr ve Sc içermeyen AA 6082 alaşımından daha düşüktür. Tane boyutlarındaki bu farklılık EKAP öncesindeki sertliklerine de yansımıştır. AA 6082 alaşımının setliği 62 HV iken AA 6082-Zr-Sc alaşımının setliği 72 HV olarak ölçülmüştür.

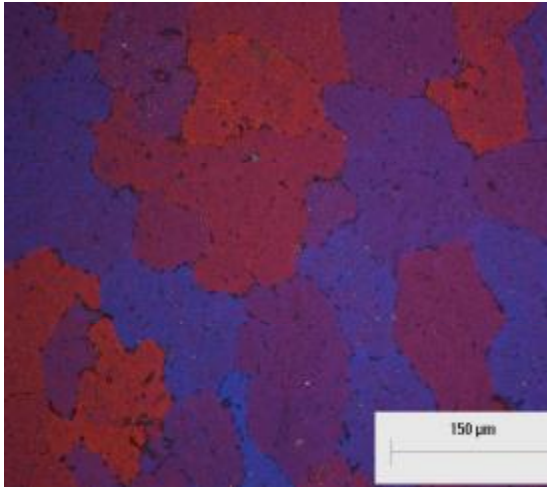
AA 6XXX alaşım grubunda doğal yaşlanma hızı en yüksek alaşım AA 6082 alaşımıdır. Bundan dolayı çözeltiye alma ısıtıl işleminden hemen sonra alaşımın doğal yaşlanma süreci başlamaktadır. Doğal yaşlanma esnasında Mg₂Si fazı hızlı bir şekilde çökelmeye başlamaktadır. Özellikle Mn ilavesi bu süreci hızlandırmaktadır. Daha önceden belirtildiği üzere β -(Mg₂Si)'in erken çökmesi, alaşıma mukavemeti sağlayan β'' -(Mg₅Si₆) fazının miktarını etkilemektedir [69].



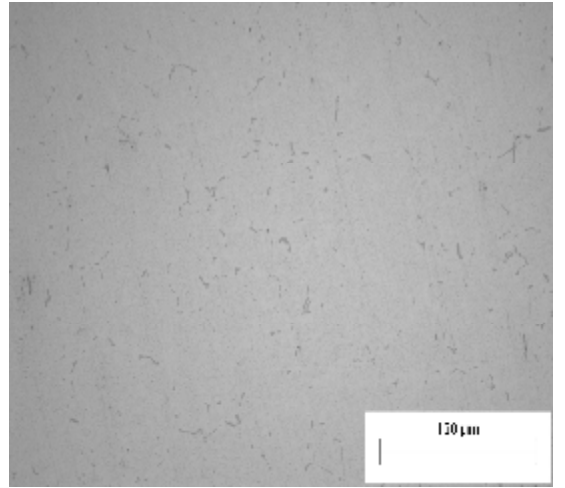
(a)



(b)



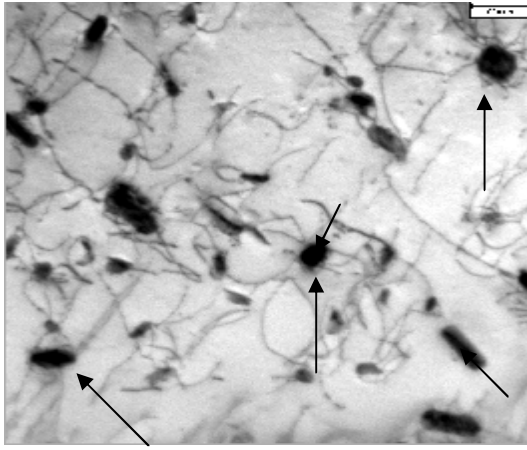
(c)



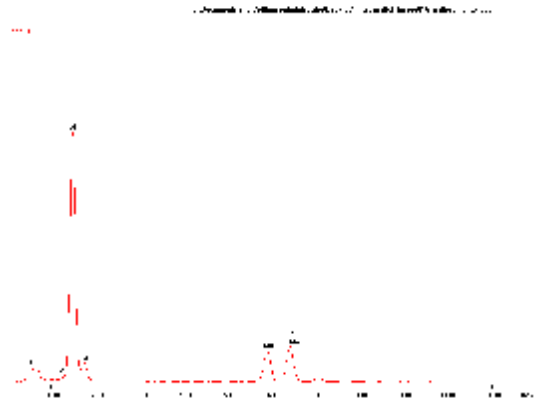
(d)

Şekil 7.1 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP öncesinde mikro yapıları; a-b) AA 6082 alaşımı, c-d) AA 6082-Zr-Sc alaşımı.

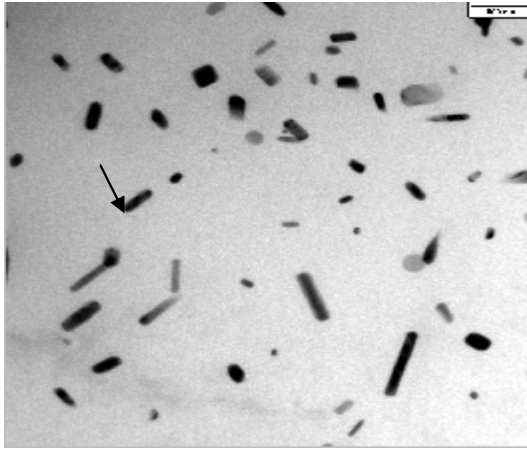
Şekil 7.2.'de AA 6082 alaşımının ve Şekil 7.3.'de AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP öncesindeki mikroyapılarına ait TEM resimleri görülmektedir. Çözeltiye alma ısı işlemi β -AlFeSi fazı küresel α_c -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si fazına dönüşmektedir [69]. Bu çökelti üzerinden yapılan EDS analiz sonuçları Şekil 7.2b'de verilmiştir. Ayrıca yapıda çubuk formunda oluşan Al₆Mn çökelti de görülmektedir. Bu çökelti çözeltiye alma ısı işleminden sonra yapılan su verme esnasında çekirdeklenirler ve alaşıma bağlı olarak Al₆Mn yada Al₆(Mn,Cr) şeklinde çökeltirler [76]. Şekil 7.2c'de çubuk formundaki partiküllerden yapılan analizlerde Mn esaslı dispersoid oldukları belirlenmiştir. Mikroyapıda görülen küresel şekilde ve açık gri olarak görülen partiküller ise silisyumdur.



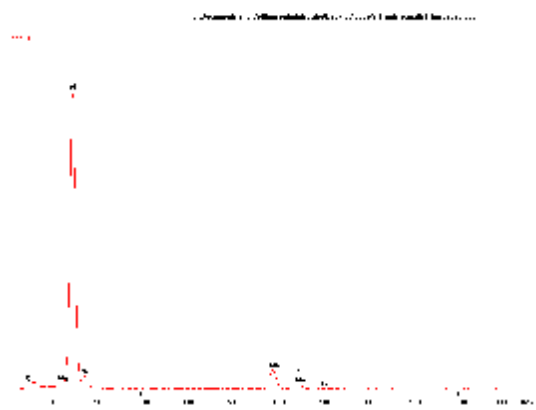
(a) X5000



(b)

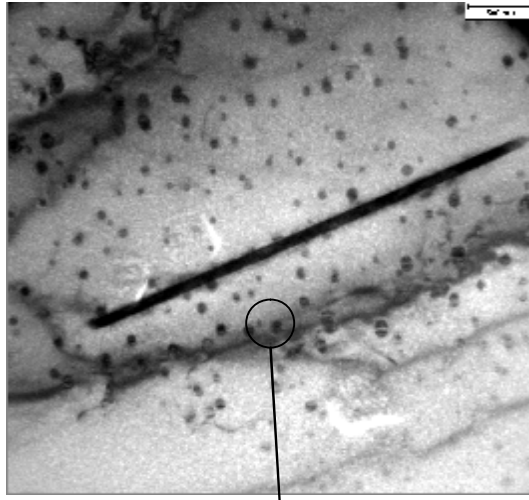


(c) X3800

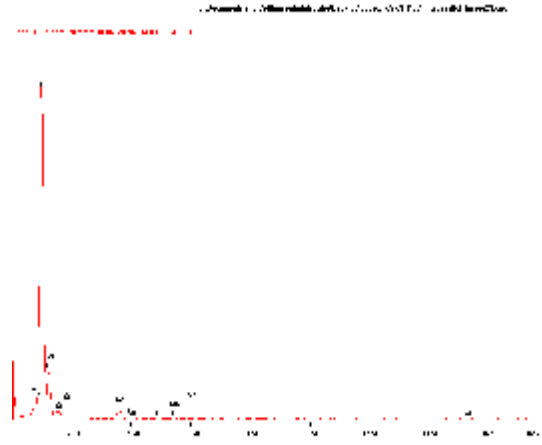


(d)

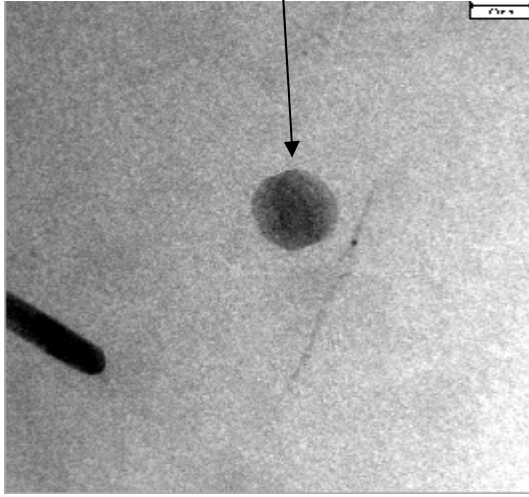
Şekil 7.2 : AA 6082 alaşıımının TEM mikroyapı resimleri ve EDS analizleri; a) AA 6082 alaşıımının genel görüntüsü, b) $\alpha_c\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}$ çökeltilerine ait EDS analizi, c) Mn esashı dispersoidler, d) AlMn dispersoidlerine ait EDS analizi.



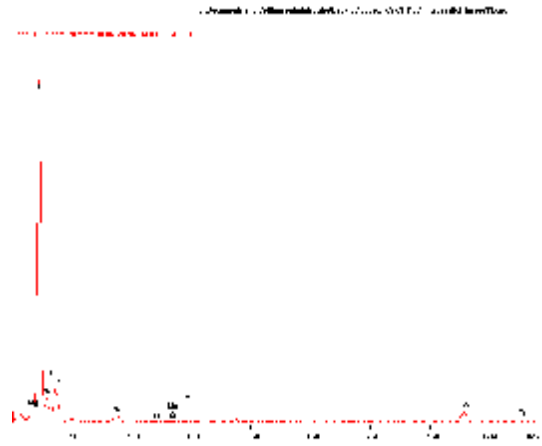
(a) X6600



(b)



(c) X50000



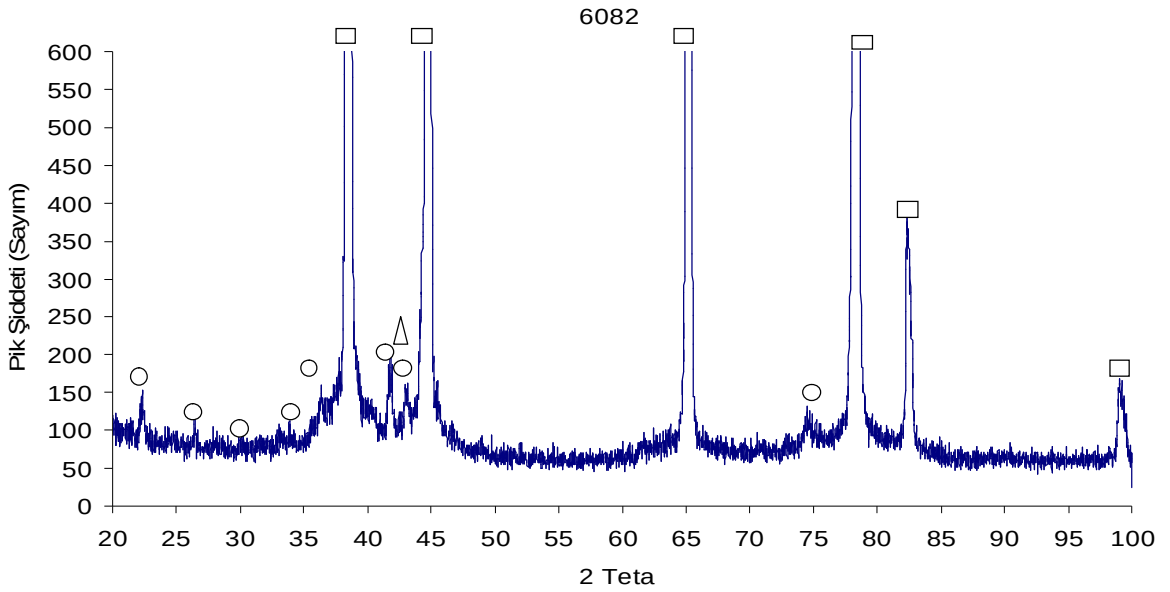
(d)

Şekil 7.3 : AA 6082-Zr-Sc alaşımasının TEM mikroyapı resimleri ve EDS analizleri
a)AA 6082-Zr-Sc alaşımasının genel görüntüsü ve AlScSi iğnesel partikülü, b)AlScSi partikülüne ait EDS analizi, c)Al₃Sc dispersoidi, d) Al₃(Zr,Sc) partikülüne ait EDS analizi.

AA 6082-Zr-Sc alaşımına çözeltiye alma sonrasında mikroyapısına bakıldığında öncelikli olarak göze çarpan, nano boyutta yapıda çökelen Al₃(Zr,Sc) çökeltisidir. Kahve çekirdeği şeklinde çökelen bu partiküller döküm esnasında oluşurlar (Şekil 7.3.c). Döküm sonrasında boyutları yaklaşık 10-20nm arasında değişmektedir. Oluşan Al₃(Zr,Sc) dispersoidine ait EDS analizi Şekil 7.3d'de verilmiştir. Alaşım içerisinde silisyum bulunması durumunda Sc ile yapıda bulunması arzu edilmeyen AlScSi çökeltisi oluşabilmektedir. Şekil 7.3a'da iğnesel AlScSi çökeltisi ve bu çökeltiye ait EDS analizi Şekil 7.3.b'de görülmektedir. Bu çökelti oluşması

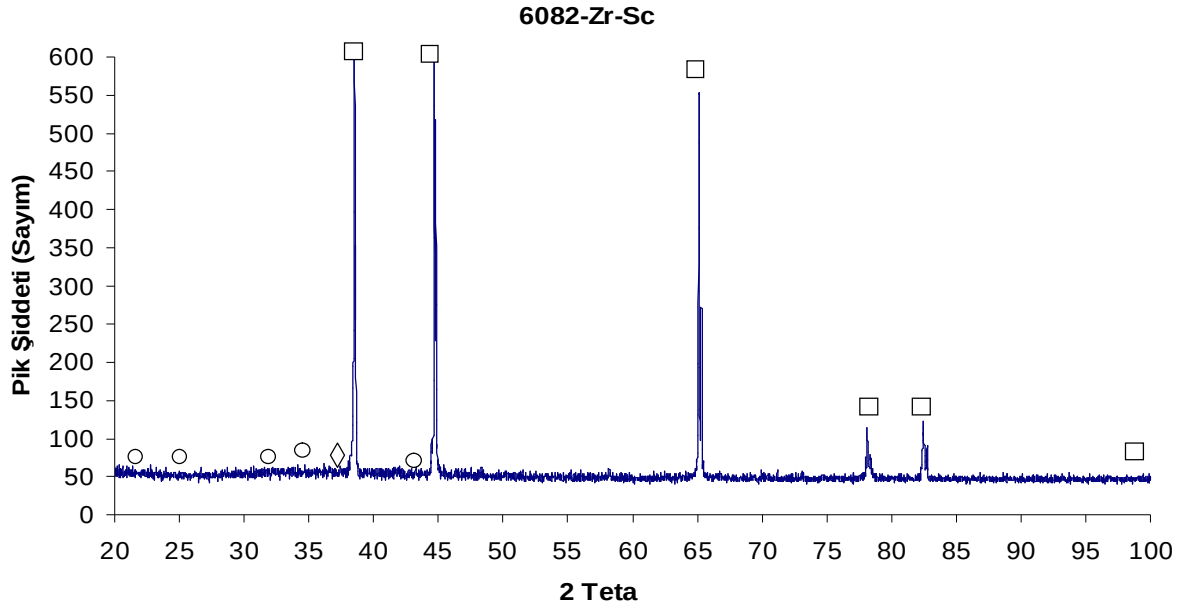
durumunda yapıdaki silisyum ve skandiyum istenmeyen bir şekilde harcanmış olmaktadır.

X-ışınları difraksiyonu (XRD) ile mikroyapıda bulunan fazlar belirlenerek EKAP öncesi çökelti durumu incelenmiştir, Şekil 7.4.'de her iki alaşımanın çözeltiye alma ısıl işleminden sonra faz dağılımını gösteren XRD sonuçları verilmiştir. XRD diyagramı incelendiğinde AA 6082 alaşımında mevcut fazların α -Al, α_c (Al₁₂(Fe,Mn)₃Si) ve Al₆Mn olduğu belirlenmiştir. Mikroyapı sonuçlarına paralel bir şekilde çözeltiye alma ısıl işleminden sonra dominant çökelti fazı α_c -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si'dir. Ayrıca çözeltiye alınmış mikroyapıda Al₆Mn çökeltilerine de rastlanmaktadır. Şekil 7.5.de ise AA 6082-Zr-Sc alaşımının XRD sonuçları verilmiştir. AA 6082-Zr-Sc alaşımında α_c -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si çökeltisine ait pik şiddeti daha düşüktür. Bunun nedeninin Zr ve Sc elementlerinin özellikle Si ve Al ile yaptığı ikili ve/veya üçlü metal bileşiklerinden kaynaklandığı söylenebilir. Bu bileşiklerin oluşumu nedeniyle α_c fazının miktarı düşerek X-ışınlarında oluşturduğu pik şiddeti zayıflamıştır. Şekil 7.5'de α_c çökeltisine ait piklerin yerlerini belirtmek amacıyla pik sembolü ayrıca şekil üzerinde gösterilmiştir.



(a)

Şekil 7.4 : AA 6082 alaşımının EKAP öncesi çözeltiye alma ısıl işlemi sonrası X-ışınları difraksiyon diyagramı; □: α -Al, ○: α_c (Al₁₂(Fe,Mn)₃Si), Δ: Al₆Mn.



(b)

Şekil 7.5 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP öncesi çözeltiye alma ısıtma işlemi sonrası X-ışınları difraksiyon grafiği; □:α-Al, ○:α_c(Al₁₂(Fe,Mn)₃Si).

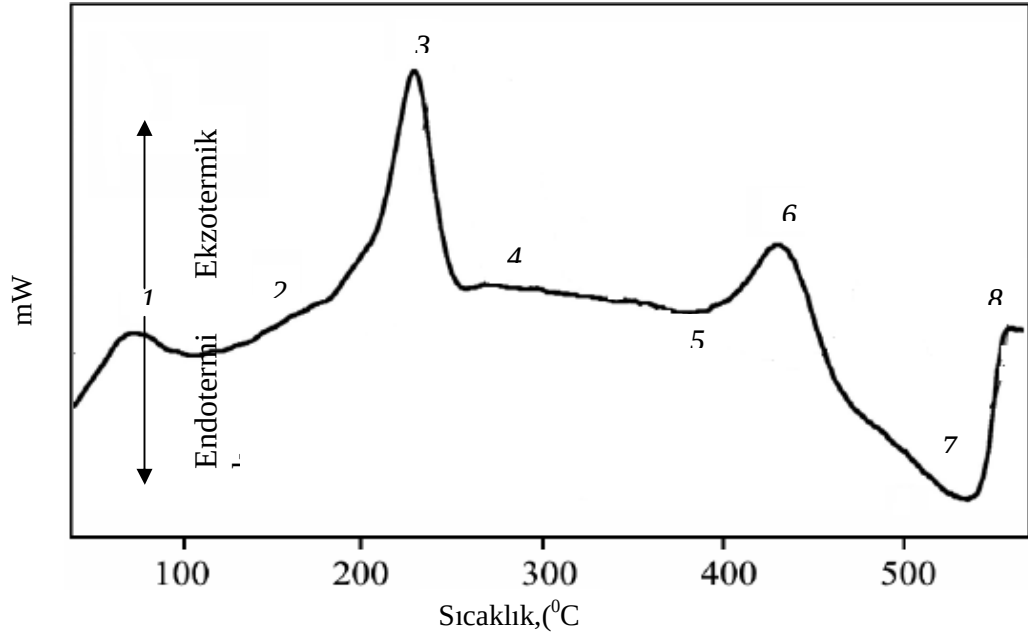
Yaşlanabilir alüminyum alaşımlarında alaşımların fiziksel ve mekanik özelliklerini termomekanik işlemler neticesinde oluşacak çökeltilerin morfolojisi ve miktarı tayin etmektedir. Bundan dolayı istenen optimum özelliklere ulaşabilmek için çökelti oluşum ve gelişim sırasını iyi anlamak gerekmektedir.

Yaşlanabilir alüminyum alaşımlarında yaşlanma prosesinin ilk aşaması çözeltiye alma ve su verme işlemidir. Su verme işleminde alaşım çok yüksek hızlarda oda sıcaklığına soğutulur. Alaşım yüksek sıcaklıklarda hızlı bir şekilde soğutulduğunda, alaşımı oluşturan atomların tekrar denge haline gelmeleri için yeterli süre kalmamaktadır. Bundan dolayı kristal yapıda boşluklar oluşmaktadır. Oluşan bu boşlukların alaşımların yaşlanma kinetiğinde önemli rolü vardır. Su verme işlemi sonrası kristal yapıda oluşan boşluklar çökelti oluşumu için uygun pozisyonlardır [71].

Bu bilgiler ışığında her iki alaşıma da su verme işlemi sonrasında Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (Differential Scanning Calorimetry-DSC) çalışması yapılarak çökelti oluşum kinetiği incelenmiştir. Şekil 7.6’de literatürde bahsedilen ve deneysel çalışmalarda kullanılan alaşımlara ait diferansiyel taramalı kalorimetre-DSC eğrileri görülmektedir.

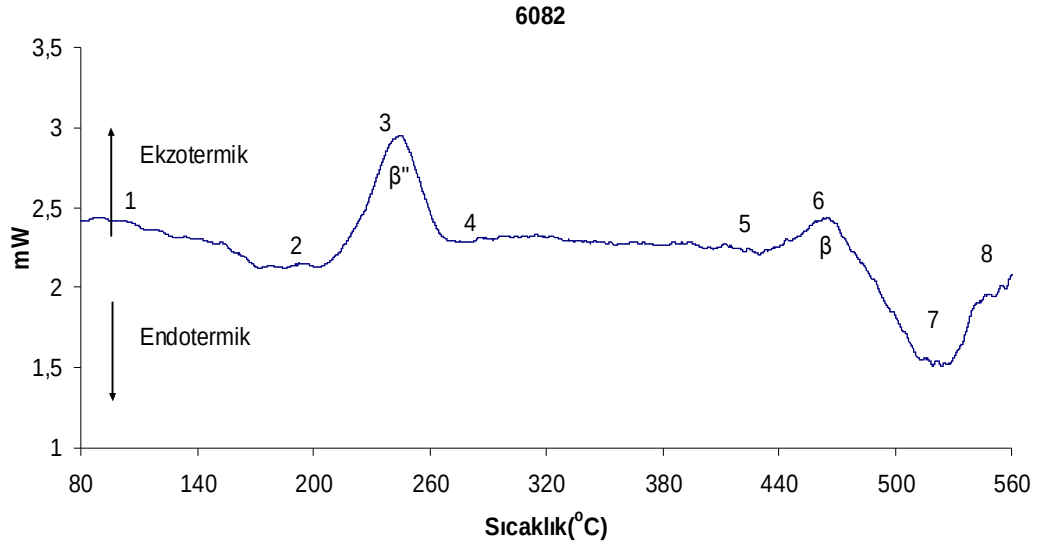
DSC incelemesi sonucunda her iki alaşımda da 8 entalpik dönüşüm tespit edilmiştir. İlk göze çarpan pik ekzotermik bir reaksiyon olup 100°C 'nin altında oluşmaktadır ve DSC eğrilerinde 1. bölge olarak belirtilmiştir. Bu pikin nedeni olarak su verme işleminden sonra oluşan boşluklara Silisyum atomlarının çökmesi gösterilebilir [77]. Oluşan silisyum atom kümelerine magnezyum yayılabilmekte ve bu durumda Si/Mg ortak atom kümeleri oluşabilmektedir.

Sıcaklığın yükselmesiyle birlikte oldukça zayıf ve geniş spektrumlu bir pik $150-200^{\circ}\text{C}$ arasındaki oluşmaktadır. Eğride 2 olarak gösterilen bu pik GP-1'e aittir. Atom kümeleri ve GP-1 200°C 'in hemen üstünde çözünürler (Pik3). 200°C 'nin hemen üstünde $\beta''(\text{Mg}_5\text{Si}_6)$ fazı oluşmaya başlar ve hemen sonra $\beta'(\text{Mg}_{1.7}\text{Si})$ (4.pik) fazına dönüşür. β' fazı eğride geniş bir bölgeye yayılmıştır. Eğride 6.pik olarak gösterilen endotermik reaksiyon β fazının çökmesine aittir. DSC eğrisindeki 7 nolu pik β fazının çözünmesine aittir. Her iki alaşımın DSC eğrilerinde elde edilen sonuçlar, literatürde AlMgSi alaşımları için verilen çökelti oluşum sırasıyla tam bir uyum içerisinde [77].

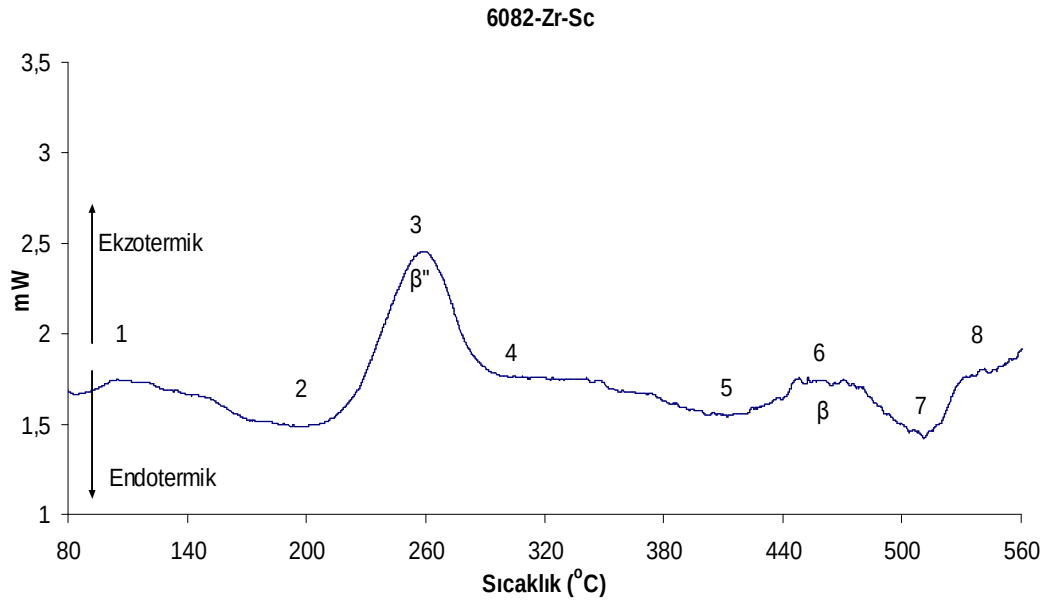


(a)

Şekil 7.6 : a) Literatürde verilen AA 6082 alaşımına ait DSC eğrisi, b) AA 6082 ve c) AA 6082-Zr-Sc alaşımlarına ait diferansiyel taramalı kalorimetre-DSC analizi.



(b)

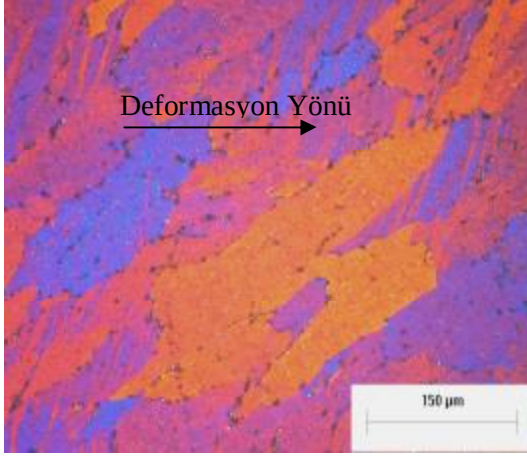


(c)

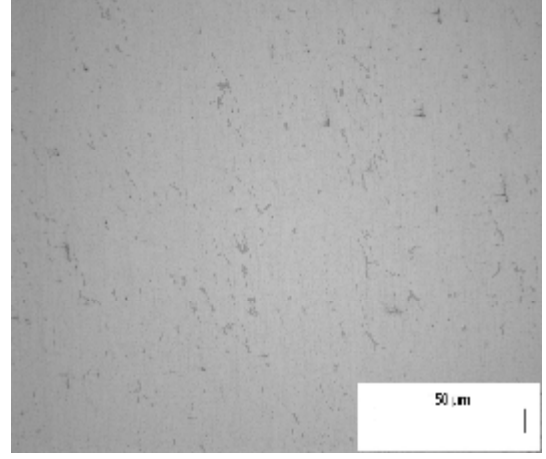
Şekil 7.6 (devam): a) Literatürde verilen AA 6082 alaşıma ait DSC eğrisi, b) AA 6082 ve c) AA 6082-Zr-Sc alaşımlarına ait diferansiyel taramalı kalorimetre-DSC eğrileri.

7.2 EKAP 1. ve 4. Paso Sonrası Mikroyapı Özellikleri

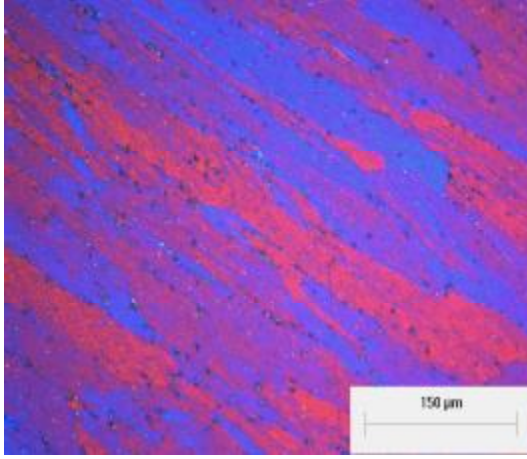
AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP sonrası 1.2.3. ve 4. paso sonrasındaki mikroyapıları sırasıyla Şekil 7.7 ve Şekil 7.8’de verilmiştir.



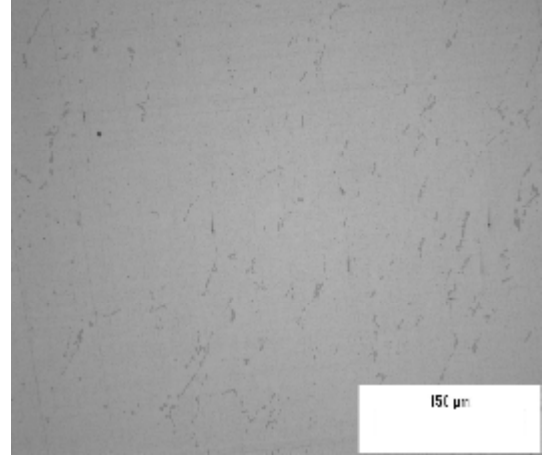
(a) AA 6082 1.paso



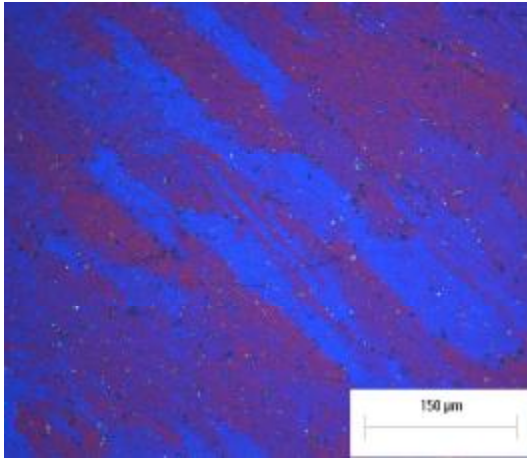
(b)



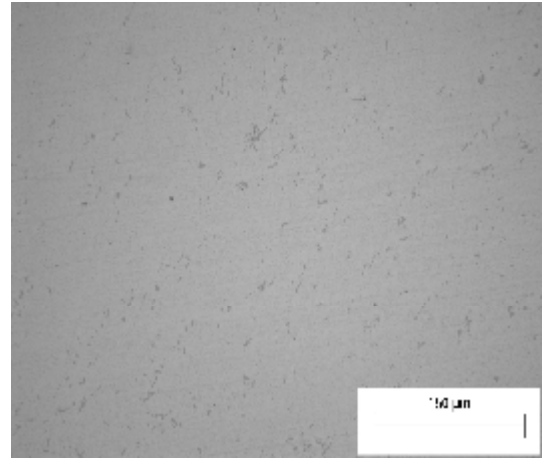
(c) AA 6082 2.paso



(d)

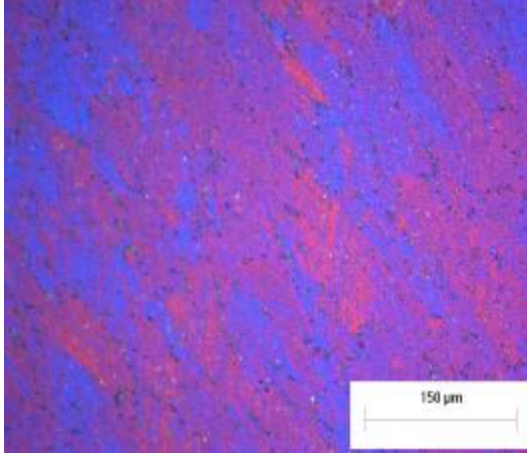


(e) AA 6082 3.paso

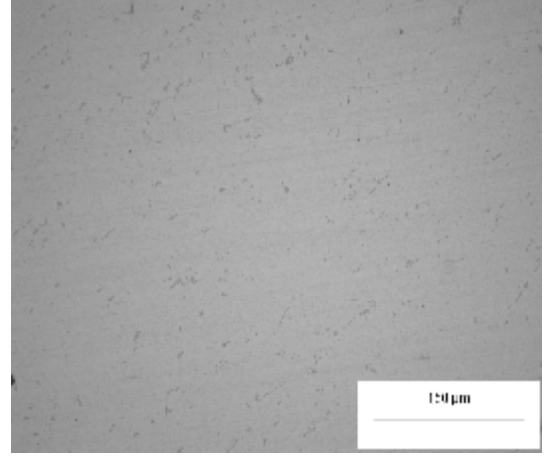


(f)

Şekil 7.7 : AA 6082 alaşımlarının EKAP prosesinde 1-4 paso sonrası mikroyapısı.

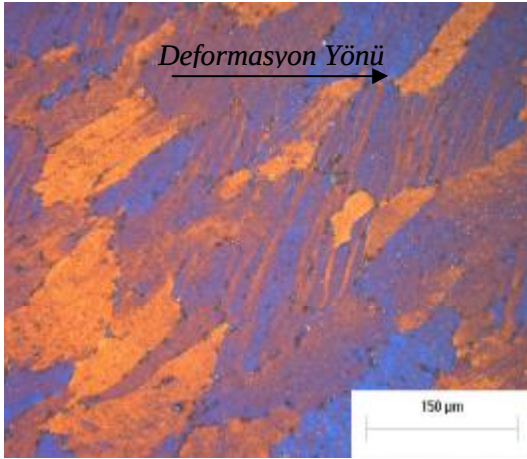


(g) AA 6082 4. paso

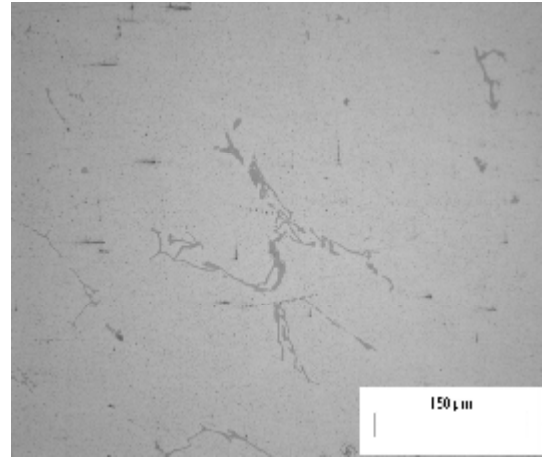


(h)

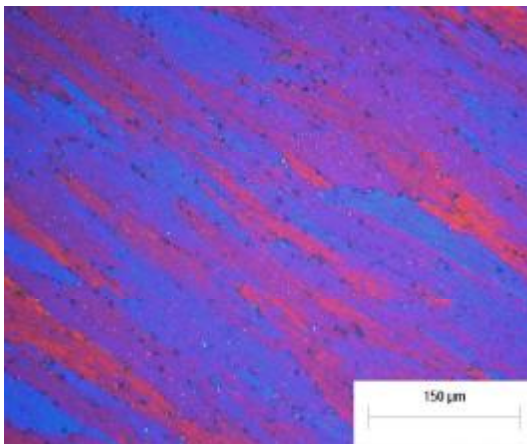
Şekil 7.7 (devam): AA 6082 alaşımlarının EKAP prosesinde 1-4 paso sonrası mikroyapısı.



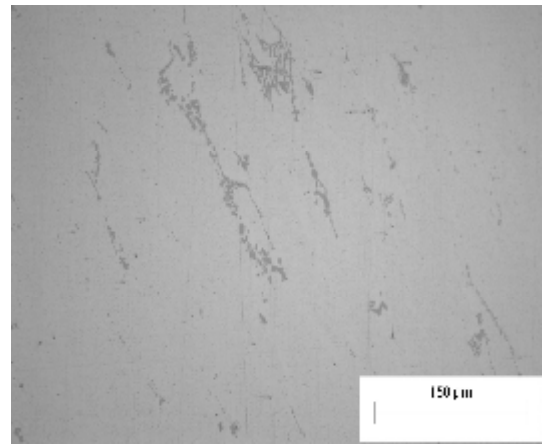
(a) AA 6082-Zr-Sc 1. paso



(b)

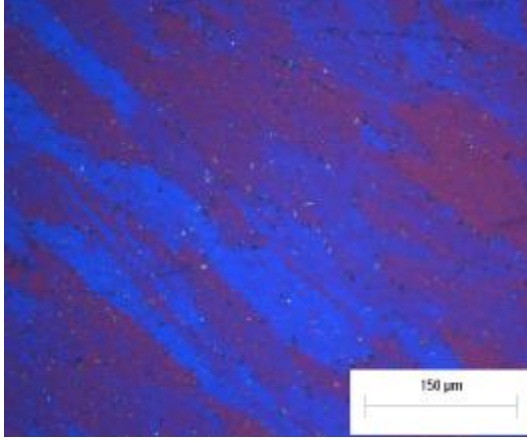


(c) AA 6082-Zr-Sc 2.paso

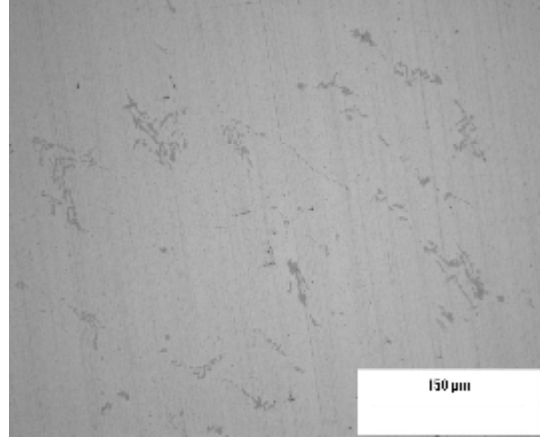


(d)

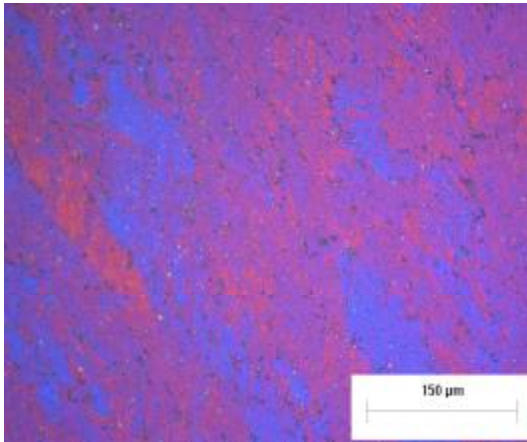
Şekil 7.8: AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP prosesinde 1-4 paso sonrası mikroyapısı.



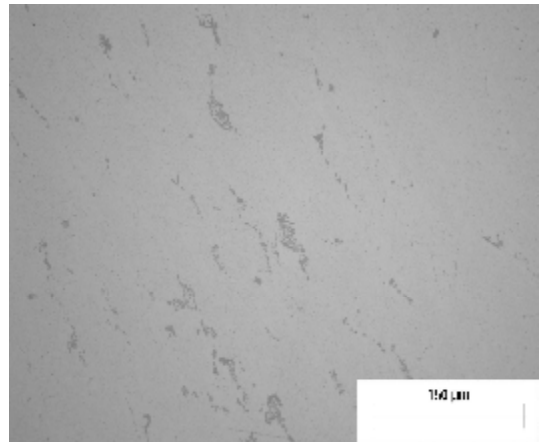
(e) AA 6082-Zr-Sc 3.paso



(f)



(g) AA 6082-Zr-Sc 4. paso

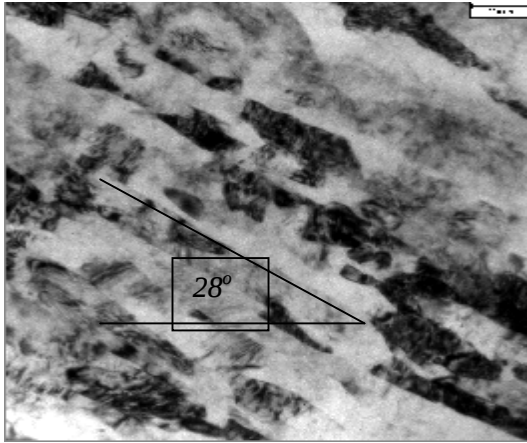


(h)

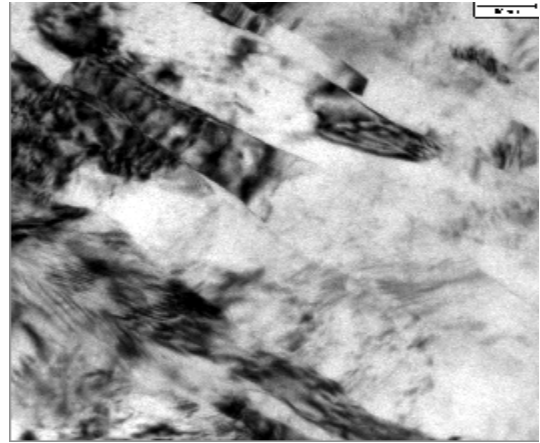
Şekil 7.8 (devam): AA 6082-Zr-Sc alaşımasının EKAP prosesinde 1-4 paso sonrası mikroyapısı.

Şekil 7.7a ve Şekil 7.8a'da her iki alaşımanın 1. paso sonrası tane yapısı görülmektedir. Taneler bandlaşmış bir yapıda olup deformasyon yönüyle belli bir açıda (27°) uzamışlardır [78]. Ancak artan paso sayısı sonucunda tane sınırları belirsiz hale geldiğinden metalografik inceleme yetersiz kalmaktadır. Tane yapısına benzer olarak çökeltiler de uygulanan deformasyon yönünde yönlenmişlerdir. Deformasyonun etkisi ile çökelti boyutları düşmekte ve morfolojileri değişmektedir. Daha küresel hale gelen çökeltilerin yoğunluğu paso sayısının artması ile azalmaktadır. Şekil 7.9'da AA 6082 alaşımasının, Şekil 7.10'da ise AA 6082-Zr-Sc alaşımasının TEM ile incelenen mikroyapısı verilmiştir. AA 6082 alaşımasının 1. paso sonrasında taneler deformasyon yönüne belli bir açı ile uzayarak birbirine paralel bandımsı bir yapı oluşturmuşlardır. Yüksek yoğunluktaki dislokasyon yapısı uzamış bant yapısı içerisinde oluşmuştur. 1. paso sonunda bant genişliği yaklaşık 100-

150nm, bant uzunlukları ise 1-3 μm arasında değişmektedir (Şekil 7.9a-b). Paso sayısı arttıkça bant uzunlukları kısalırken bant genişliklerinde bir değişiklik olmamıştır. 4. paso sonunda bant yapının içerisinde dislokasyon içermeyen eş eksene yakın sayılabilecek tane oluşumları görülmüştür (Şekil 7.10c-d). AA 6082-Zr-Sc alaşımında da benzer değişimler göze çarpmaktadır. Bant genişlikleri yaklaşık 150nm olarak ölçülmüştür. Bant uzunlukları Zr ve Sc içermeyen AA 6082 ile aynı seviyededir. Bu alaşımda tespit edilen diğer bir önemli nokta $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Sc})$ çökeltileridir. Şekil 7.10c ve d'de EKAP deformasyonu ile oluşan alt tane sınırlarına çökelmiş $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Sc})$ dispersoidi görülmektedir. Alüminyum matris ile yüksek uyumluluk gösteren bu çökelti EKAP işleminde alttane sınırlarına ya da oluşan yeni dislokasyonlara çökerek dinamik toparlanmayı engellerler. Çok ince taneli yapı oluşumu için yapıdaki dislokasyon yoğunluğu mümkün olduğunca yüksek olmalıdır. Bu yüzden EKAP işleminde dislokasyonların toparlanmasını engellemek gerekmektedir. Çözünen atomların dislokasyon hareketlerini engelleyebildikleri gibi bu tip nano boyuttaki dispersoidlerde dinamik toparlanmayı yavaşlatan diğer bir unsurdur. Şekil 7.10.d'de görüldüğü üzere dislokasyonlar belli bir düzene girmişlerdir. Ancak dinamik toparlanmanın etkisi tane sınırlarına çökelen dispersoid tarafından engellenmiştir.

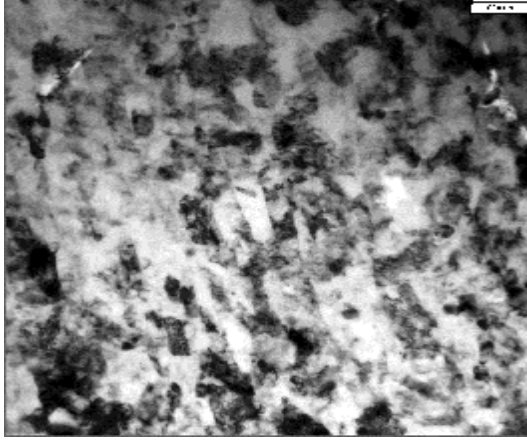


(a) AA 6082-N1 X15.000

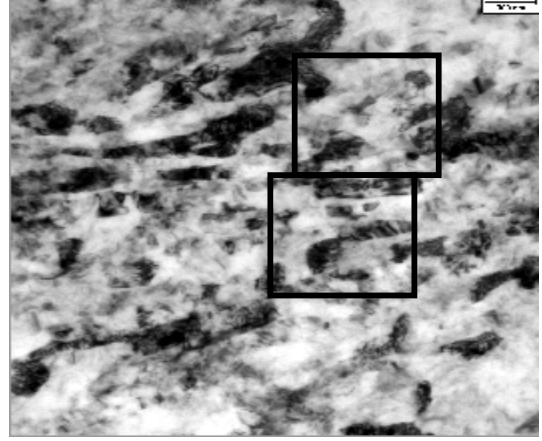


(b) 6082-N1 X50.000

Şekil 7.9 : AA 6082 alaşımının EKAP 1. Paso sonrası TEM mikroyapı fotoğrafları.

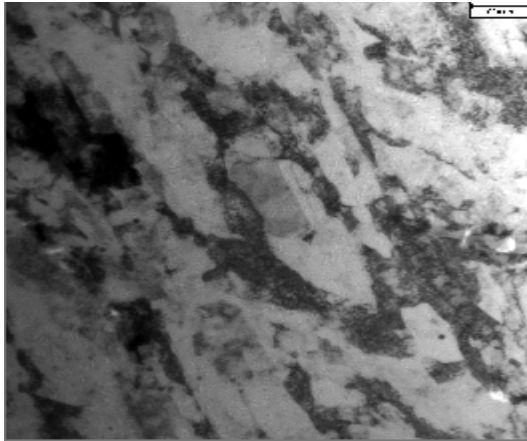


(c) AA 6082-N4 X5.000

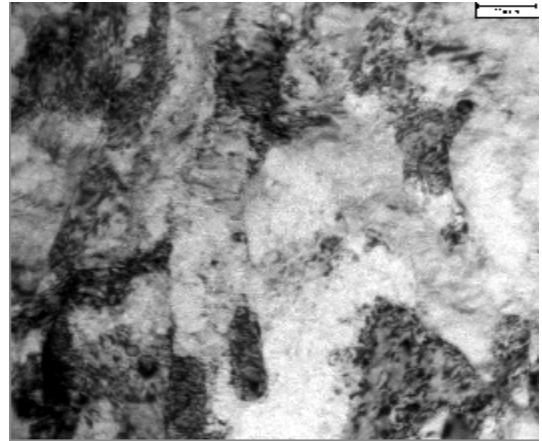


(d) AA 6082-N4 X11.500

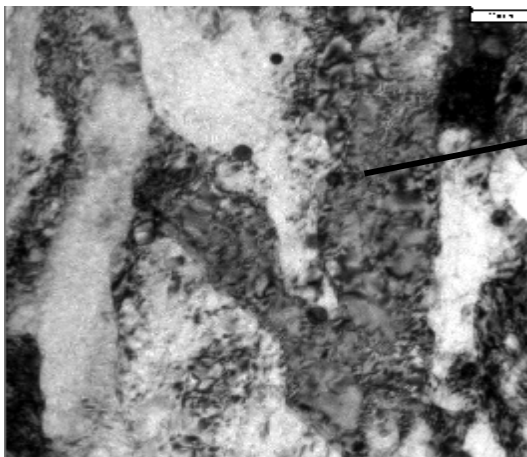
Şekil 7.9 (devam): AA 6082 alaşıımının EKAP 1. Paso sonrası TEM mikroyapı fotoğrafları.



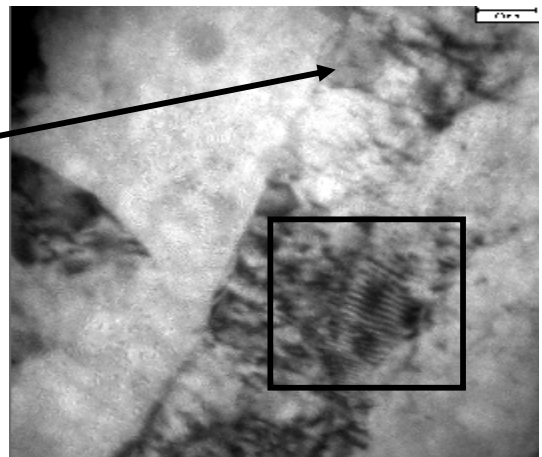
(a) AA 6082-Zr-Sc-N1 X5.000



(b) AA 6082-Zr-Sc-N1 X15.000

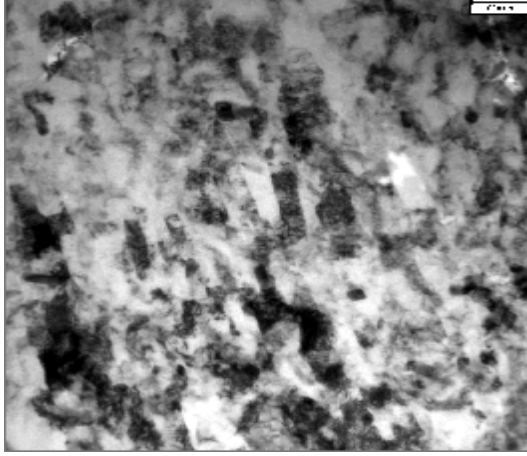


(c) AA 6082-Zr-Sc-N1 $Al_3(Zr-Sc)$ X15.000

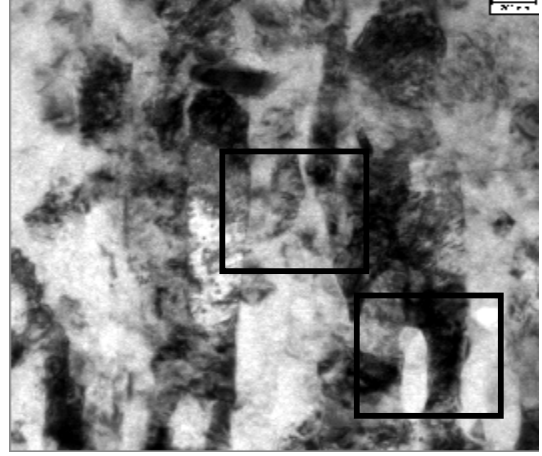


(d) AA 6082-Zr-Sc-N1 $Al_3(Zr-Sc)$ X50.000

Şekil 7.10 : AA 6082-Zr-Sc alaşıımının EKAP 1. Paso sonrası TEM mikroyapı fotoğrafları.



(e) AA 6082-Zr-Sc-N4 X5.000

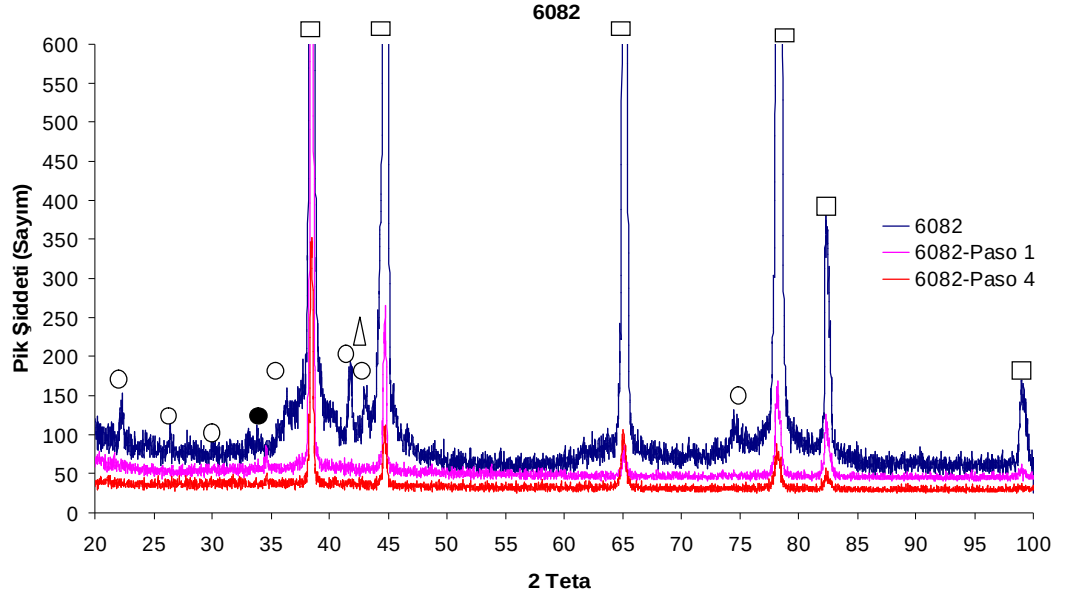


(f) AA 6082-Zr-Sc-N4 X15.000

Şekil 7.10 (devam): AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. Paso sonrası TEM mikroyapı fotoğrafları.

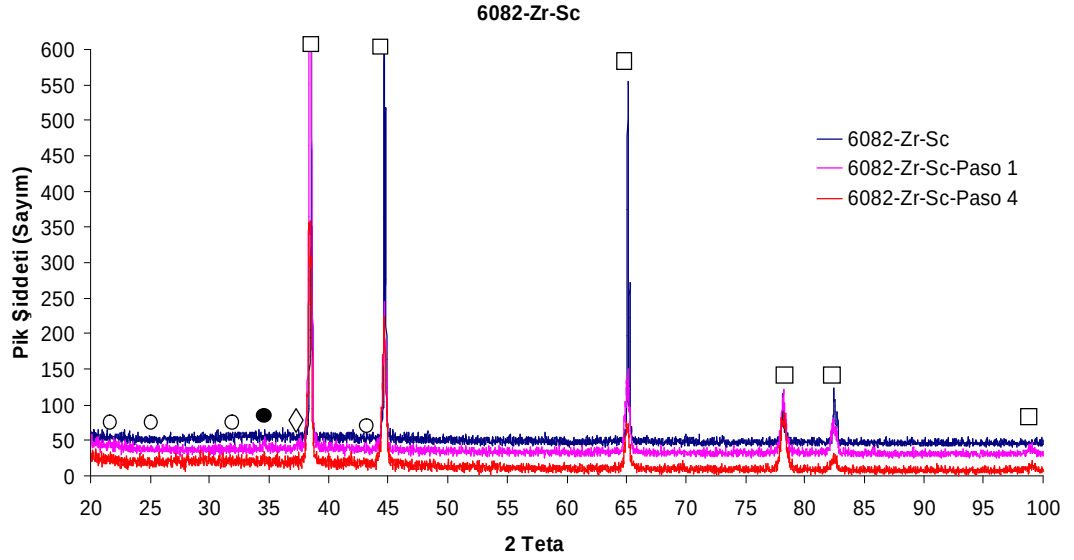
XRD spektrumu aşırı plastik deformasyonun etkilerini görebileceğimiz diğer bir yöntemdir. Şekil 7.11.'de AA 6082 alaşımlarının ve Şekil 7.12'de AA 6082_-Zr-Sc alaşımlarının 1. ve 4. paso sonrasındaki XRD sonuçları karşılaştırılabilir şekilde verilmiştir. EKAP öncesinde AA 6082 alaşımında baskın çökelti $\alpha_c\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}$ fazı olarak belirtilmişti. 1. paso sonrasında $\alpha_c\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}$ fazına ait pikler oldukça zayıflamış, 4. paso sonrasında ise tamamen kaybolmuştur. Bunun nedeni deformasyon sonucu çökeltilerin kırılarak boyutlarının azalması ve tekrar alüminyum katı eriyiğinde çözünmesi olabilir.

AA 6082-Zr-Sc alaşımı için de benzer XRD sonuçları alınmıştır (Şekil 7.12). Paso sayısı arttıkça çökeltilere ait pik şiddetlerinde zayıflamalar görülmüştür. Bu alaşımda ayrıca 1. pasodan sonra $\text{Al}_3(\text{Zr,Sc})$ çökeltisine ait pik oluşumu başlamıştır. Solüsyona alma ısı işleminden sonra TEM incelemelerinde görülen bu çökelti, X-ışınlarında tespit edilememiştir.



(a)

Şekil 7.11 : AA 6082 alaşımasının EKAP 1. ve 4. paso sonrası XRD grafiği; □:α-Al, ○:α_c-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, Δ:Al₆Mn, ●:Si.



(b)

Şekil 7.12 : AA 6082-Zr-Sc alaşımasının EKAP 1. ve 4. paso sonrası XRD grafiği; □:α-Al, ○:α_c-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, ◇:Al₃(Zr,Sc), ●:Si.

Aşırı plastik deformasyon sonucunda yapıdaki tane/alt taneler yüksek oranda distorsiyona maruz kalırlar ve bunun neticesinde yapıda bir çok hata(tane sınırları) oluşmaktadır. Bu hataların temel nedeni yeni oluşan dislokasyonlardır. Distorsiyon sonucunda kristal kafes boyutu büyür ve atomlar bulunması gereken konumlarından

giderek uzaklaşırlar. Tane sınırlarında bulunan atomların denge hallerine gelebilmek için yapacakları hareketler (statik ve dinamik atom hareketleri) X-ışınlarında pik şiddetlerinde düşüş ve Yarı Yükseklikteki Tam Genişlik’de (Full Width at Half Maximum-FWHM) genişleme (pik genişlemesi) olarak gözlemlenmektedir. Bundan dolayı aşırı plastik deformasyona uğramış bir malzemenin XRD sonuçları ile kaba taneli bir malzemenin XRD sonuçları arasında farklılıklar ortaya çıkmaktadır (Şekil 7.13 ve 7.14).

Bu farklılıklar; pik şiddetlerindeki değişim, FWHM(Full Width Half Maximum) da meydana gelen genişleme, tekstür yapısındaki değişim olarak söylenebilir. Pik yapısındaki bu değişimler, X-ışınları yönteminin kullanılmasıyla malzemelerin bazı fiziksel özellikleri hakkında bize bilgi vermektedir. Literatürde bu hesaplamaları yapabilmek için bazı yaklaşımlar geliştirilmiş ve formülize edilmiştir [79]. Ancak formülleri kullanmadan önce X-ışınları piklerinin bazı filtreleme işlemlerinden geçirilmesi gerekmektedir. Hesaplamaları yapmak için ilk olarak X-ışınları pikleri Pseudo-Voight fonksiyonu kullanılarak rafine edilmiştir, sonra Scherrer-Wilson eşitliği ile tane boyutu ve mikro deformasyonlar hesaplanmıştır. Şekil 7.13 ve Şekil 7.14’den (111) ve (222) piklerinde 1. ve 4. paso sonrasında oluşan değerler pik filtreleme işleminden geçirilmiştir. Pik filtreleme sonrası elde edilen veriler Çizelge 7.1.’de gösterilmiştir.

$$\beta_p \cos \theta = \langle \varepsilon^2_{hkl} \rangle^{1/2} 2 \sin \theta + \frac{\lambda}{D_{hkl}} \quad \text{Scherrer-Wilson Eşitliği} \quad (7.1)$$

β_p = Radyan cinsinden FWHM ,

$\langle \varepsilon^2_{hkl} \rangle$ =mikro deformasyon

θ = İncelenen düzlemin Brag açısı

λ = X-ışınları kaynak anodun dalga boyu

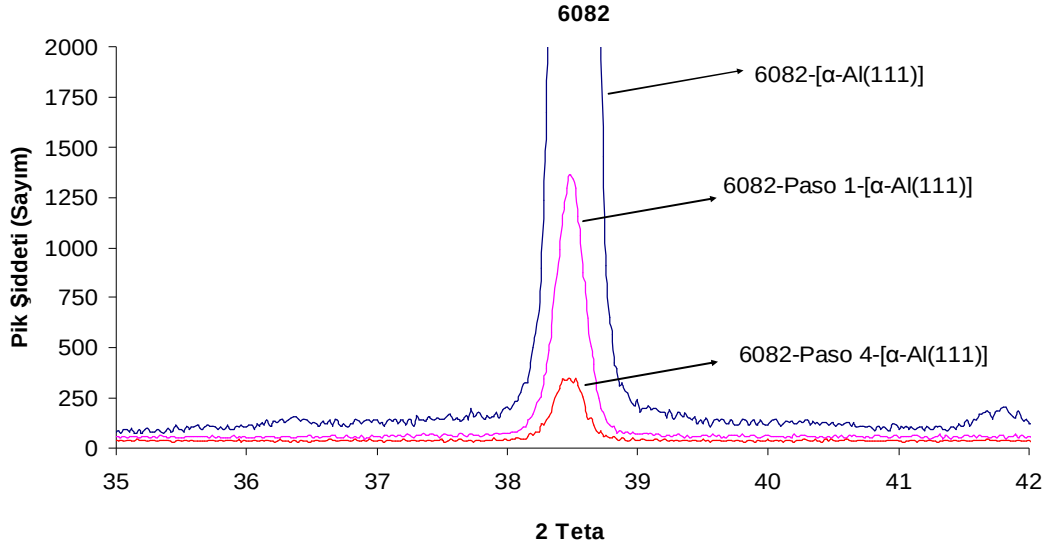
D= Kristal Tane boyutu

Çizelge 7.1: AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. ve 4. Paso sonrası (111) ve (220) düzlemlerine ait pik verileri.

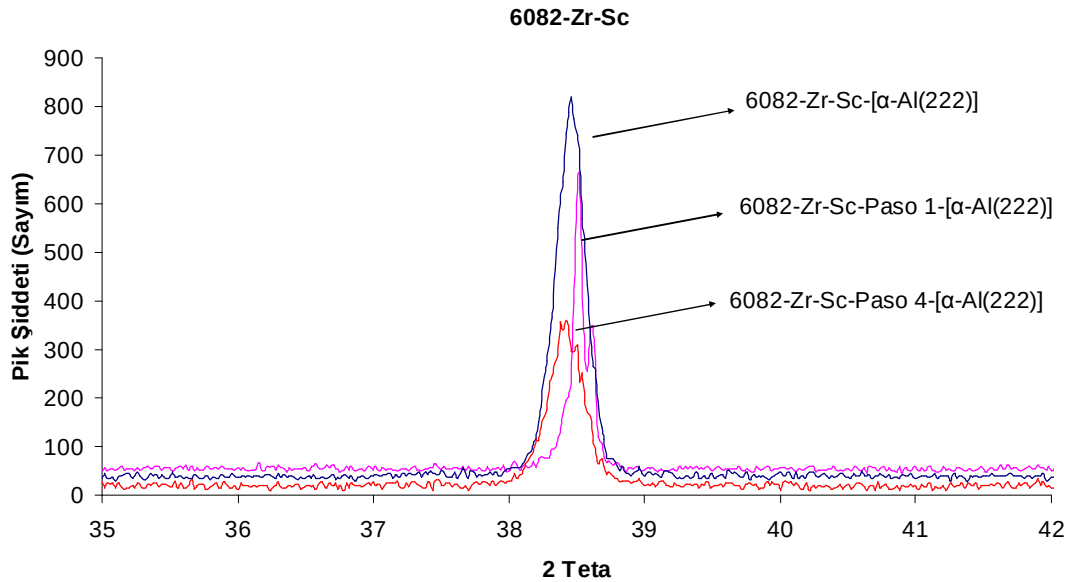
Alaşım	Aşama	Pik	Pik Şiddeti	FWHM, β		Pik	Kalıntı	Alt
				Derece	Radyan	Açısı	Deformasyon	tane
						θ	%	boyutu (nm)
AA 6082	EKAP 1. Paso	111	1300	0,257	0,00449	19,26	0,38	90
	EKAP 1. Paso	222	80	0,386	0,00675	41,25		
	EKAP 4. Paso	111	650	0,282	0,00492	19,25	0,35	85
	EKAP 4. Paso	222	70	0,410	0,00715	41,24		
AA 6082-Zr-Sc	EKAP 1. Paso	111	800	0,243	0,00425	19,26	0,36	95
	EKAP 1. Paso	222	60	0,483	0,00844	41,24		
	EKAP 4. Paso	111	360	0,282	0,00492	19,25	0,31	80
	EKAP 4. Paso	222	20	0,510	0,00890	41,24		

Çizelge 7.1’deki verilere göre AA 6082 alaşımında yapılan hesaplamalarda kalıntı deformasyon EKAP 1. paso için % 0.38, EKAP 4.paso için % 0.35 ve tane boyutu ise EKAP 1. paso için yaklaşık 90 nm, EKAP 4. paso için 85 nm bulunmuştur. AA 6082-Zr-Sc alaşımında ise kalıntı gerilme EKAP 1. paso sonrası için %0,36, EKAP 4. paso için %0,31 olarak ölçülmüştür. AA 6082-Zr-Sc alaşımında hesaplanan alt tane boyu EKAP 1. paso sonrasında 95nm, EKAP 4. paso için 80nm’dir. TEM resimlerinden hesaplanan deformasyona uğramış bandımsı yapıların genişlikleri ile X-ışınlarından ölçülen değerler birbirine oldukça yakındır. X-ışınları sonuçlarından tespit edilen bu değerlerin bir anlamı vardır. X-ışınları ile yapılan analizler daha zayıf bir şekilde distorsiyona uğramış tane içerisindeki kristal ya da alt tanelerin boyutlarının ölçümünde anlamlı sonuçlar verir. Buna örnek olarak alt tane dediğimiz

yapılar söylenebilir. TEM analizlerinde ise, kuvvetli bir şekilde distorsiyona uğrayan ve tane olarak adlandırılan fiziksel özellikler ölçülmektedir. Bu bilgiler ışığında değerlendirme yapıldığında, yukarıda bulunan sonuçların aşırı plastik deformasyon sonucu yapıda oluşan alt tane yapısına ait olduğu düşünülmektedir.



Şekil 7.13 : AA 6082 alaşımasının EKAP prosesinde 1. ve 4. paso sonrasında α -Al (111) pikiindeki değişim.

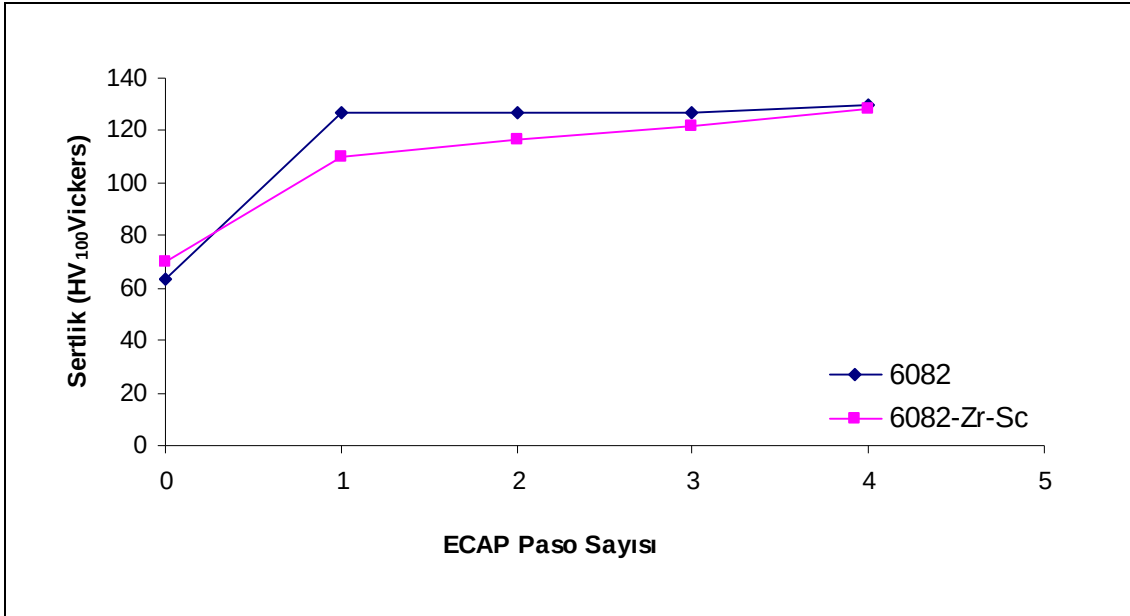


Şekil 7.14 : AA 6082-Zr-Sc alaşımasının EKAP prosesinde 1. ve 4. paso sonrasında α -Al (111) pikiindeki değişim.

EKAP'de paso sayısına bağlı olarak her iki alaşımdaki sertlik değişimi Şekil 7.15'de gösterilmiştir. Her iki alaşımda da ilk pasodan sonra sertlik hızlı bir şekilde yükselmiştir. AA 6082 alaşımında sertlik ilk pasodan sonra yaklaşık % 95 oranında

artarken, AA 6082-Zr-Sc alařımında ki artış %60 olmuřtur. Bunun nedeni homojenleřtirme sonrası yapının deformasyona uygun olması ve çözeltiye alma ısıl iřlemi gören malzemelerde dislokasyon oluřum hızının yüksek olmasıdır. Bu yüzden sertlik ilk pasoda hızlı bir řekilde artar.

EKAP 4. paso sonrası sertlikteki toplam artış AA 6082 alařımında %110, AA 6082-Zr-Sc alařımında %90 olarak tespit edilmiřtir. İlk pasodan sonra AA 6082 alařımında artış devam etse bile deformasyonun çok fazla etkisi olmamıřtır. AA 6082-Zr-Sc alařımında ise artan EKAP paso sayısı ile sertlik artışı daha belirgin olmuřtur. Ancak 4. paso sonunda alařımların ulařtıkları sertlik değeri aynı seviyededir. Ulařılan sertlik değeri (~130 HV) alařımların T6 yařlandırma ile ulařacakları sertlik değeri(105-110 HV) çok daha yüksektir.



řekil 7.15 : EKAP paso sayısına baėlı olarak malzemelerin sertliėinin deėiřimi.

Ařırı plastik deformasyonun çökelti oluřumuna etkisini incelemek amacıyla tekrar DSC analizi yapılmıřtır. AlMgSi alařımlarında çökelti oluřumu daha önce belirtildiėi üzere, düşük sıcaklıkta Mg ve Si atom kümeleřmeleri, GP zonunun oluřması, β'' , β' ve kararlı Mg_2Si fazının çökmesi řeklinde gerçekteřmektedir. Deformasyon çökelti oluřumunu ve geliřimini etkileyen parametrelerden biridir. AA 6082 alařımının çözeltiye alma ısıl iřlemi görmüř durumundaki DSC eėrisi ile birlikte 1. ve 4. paso sonrasındaki DSC eėrileri řekil 7.16.'da gösterilmiřtir. DSC eėrisinde farklı sıcaklıklarda ekzotermik ve endotermik reaksiyonlar tespit edilmiřtir. 100°C'nin altındaki sıcaklıklarda Mg ve Si atomları çözeltiye alma ısıl iřleminden sonra yapıda

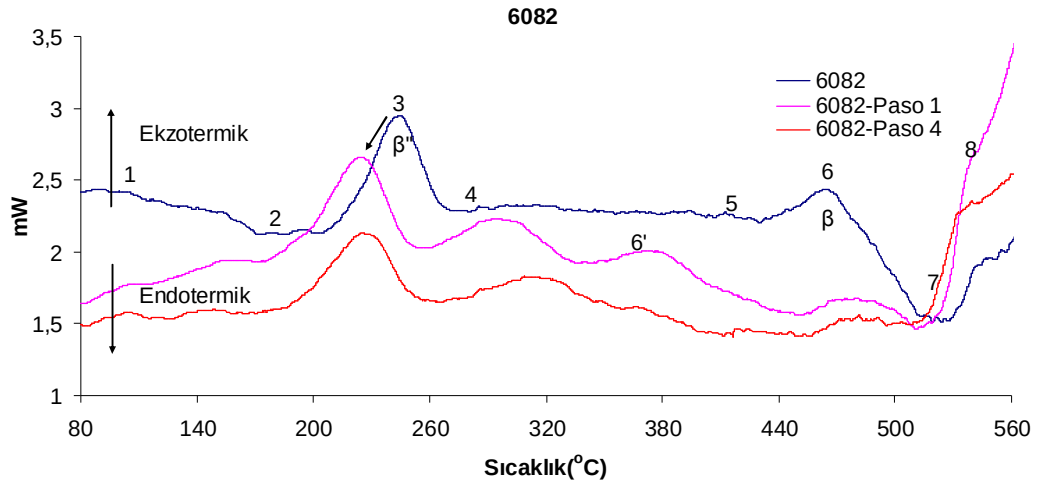
oluşan boşluklara difüzyonu ile Si/Mg atom kümelerini oluşturmaktadırlar. Atom kümelerinin oluşması ekzotermik bir reaksiyondur (DSC eğrisinde 1 nolu pik).

Sıcaklığın yükselmesi ile Mg ve Si atomları GP zonlarını oluşturmaya başlarlar. GP zonlarının oluşması ve çözünmesi daha geniş bir sıcaklık aralığında meydana gelmektedir. Atom kümeleşmeleri ve GP zon oluşumları ekzotermik reaksiyonlardır. GP zonları yaklaşık 200°C’de endotermik bir reaksiyonla çözünürler ve bundan sonra oluşacak uyumlu β'' fazı için çekirdekleyici görevi görürler. β'' (Mg₅Si₆) fazı AlMgSi alaşımlarında yapıya sertliği kazandıran ana fazdır. β'' fazının oluşması 200°C’de başlar ve 275°C’de çözünürler. Ana matris ile uyumlu olan β'' fazı iğnesel ve 200-1000Å uzunluğunda ve yaklaşık 60Å çapındaki boyutlarda çökeler. β'' fazından sonra yarı uyumlu β' fazı çökeler. β' yaklaşık 315°C’de oluşur. Genelde aşırı yaşlanmaya uğrayan malzemelerde görülen bir çökeltidir. β'' fazı ile kıyaslandıklarında β' fazının sertliğe bir katkısı yoktur. Çubuk formunda çökelerler. Son oluşan çökelti fazı ana matris ile uyumsuz Mg₂Si fazı (β)’dır [71].

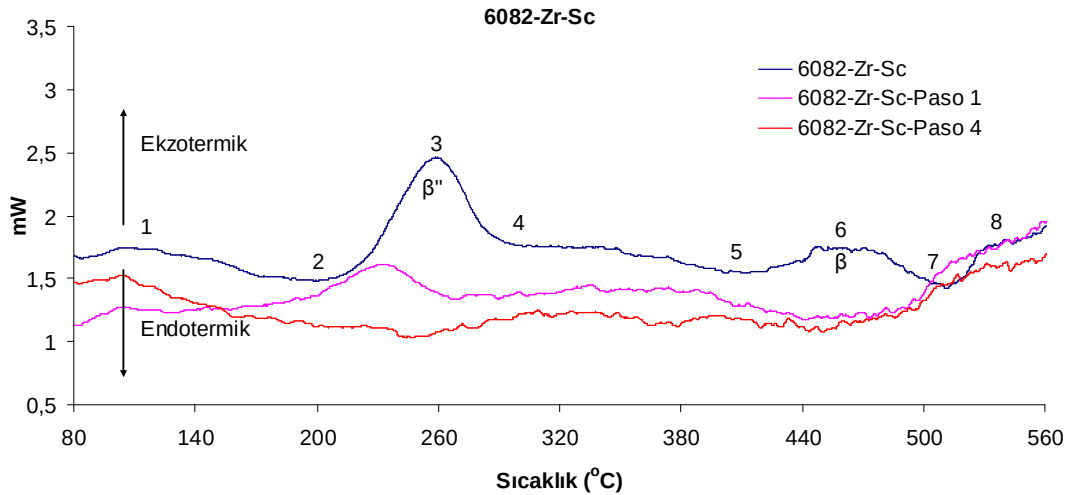
EKAP işlemi görmüş malzemenin pik şiddetlerinde ve pik pozisyonlarında farklılıklar oluşmaktadır. EKAP ile yapıda oluşturulan dislokasyonlar tırmanma mekanizması ile solüsyona alma ve su verme işlemiyle oluşan boşlukları yok etmeye başlarlar. Bu yüzden yapının boşluk konsantrasyonu düşer. Mg ve Si atomlarının oluşturacağı kümeler için çekirdek vazifesi görececek boşlukların konsantrasyonu düştüğünden DSC eğrisinde bu reaksiyona ait pikte azalma görülür [71] (Şekil 7.16. 1. paso eğrisi). Uygun boşluklara difüzyon olamayan Mg ve Si atomları katı çözelti içerisinde kalırlar. Katı çözelti Mg ve Si’ca zenginleşmiştir. Bundan dolayı GP zonu oluşmaya daha düşük sıcaklıklarda başlar. GP zonunun erken oluşması β'' fazını da etkiler. Deformasyon nedeniyle β'' oluşumu daha düşük sıcaklıklara doğru kayar. Şekil 7.16.’da görüldüğü gibi çökelti 180°C’de başlayıp 250°C’de sona ermiştir. Başlangıç durumuyla kıyaslandığında reaksiyonlar yaklaşık 25°C daha düşük sıcaklıklarda meydana gelmiştir. Sonuç olarak deformasyon çökelti oluşumunu hızlandırmıştır ve daha düşük sıcaklıklara doğru kaydırmıştır. Çözeltiye alma ısı işleminden sonra zayıf ve geniş bir alana yayılmış 2 ve 6 nolu piklerin, 1. pasodan sonra şiddeti artmıştır. β'' fazından sonra oluşan bu çökelti β' fazıdır (DSC eğrisinde 6 olarak gösterilen pik). β' fazı ve uyumsuz Mg₂Si(β) arasında yer alan 6 no’lu pik ise yeniden kristalleşmeye ait pik olarak tanımlanabilir. Eğride son görülen ekzotermik pik (7 nolu pik) Mg₂Si(β)’e aittir. Paso sayısı arttıkça bu pik şiddetinde de azalmalar meydana gelmiştir.

AA 6082-Zr-Sc alařımında diğerk alařıma benzer řekilde EKAP prosesinde uygulanan deformasyonun etkisi ile DSC eđrisinde 1 ve 2 olarak gsterilen piklerin řiddetleri dšmšřřř (řekil 7.17). GP cözřnme sıcaklıđı 200°C'nin altına gerilemiřtir. β'' -(Mg₅Si₆) fazı da beklenildiđi gibi dšřřk sıcaklıklara dođru kaymıřtır.

Her iki alařımın DSC sonuřlarında gze řarpan en önemli nokta AA 6082 alařımının DSC eđrilerinde 6' olarak tespit edilen yeniden kristalleřmeye ait ekzotermik pikin AA 6082-Zr-Sc alařımında ortaya cıkımmasıdır.



řekil 7.16 : AA 6082 alařımında EKAP 1. ve 4. paso sonrası DSC eđrileri



řekil 7.17 : AA 6082-Zr-Sc alařımında EKAP 1. ve 4. paso sonrası DSC eđrileri.

Bu durum, AA 6082-Zr-Sc alařımında oluřan ve TEM calıřmalarında tespit edilen Al₃(Zr,Sc) dispersoidin dislokasyonların hareketlerini engelleyerek yeniden

kristalleşmeyi engellemesi ile açıklanabilir. Bir sonraki bölümde EKAP sonrası yapılan yaşlandırma ısı işlemlerinde bu dispersoidin etkileri daha açık bir şekilde incelenmiştir.

7.3 EKAP Sonrası Yaşlandırma İşlemleri

Bilindiği üzere 6XXX grubu alaşımlar ısı işlem ile sertleştirilen alaşımlardır. Farklı ısı işlem pratikleri ile geniş bir aralıkta mukavemet değerlerine ulaşabilmektedir. Deformasyon alaşımın yaşlanma davranışını etkileyen parametrelerden birisidir.

Yaşlandırma işlemleri öncesinde yapılacak deformasyon çökeltme kinetiğini hızlandırmaktadır. Deformasyon ile artan dislokasyon yoğunluğu çökelti oluşumunu arttırmaktadır.

Son yıllarda EKAP öncesi ve sonrası yapılan ısı işlemlerin çökelti oluşumundaki etkileri üzerine araştırmalar yapılmaktadır [80-83]. Ferrase ve arkadaşları EKAP öncesi yapılan tepe yaşlanma(peak-aged) ve aşırı yaşlanma(over-aged) ısı işlemlerinin EKAP sonrası etkilerini incelemiştir [80]. Tepe yaşlanma(peak-aged) işlemi görmüş malzemedeki mukavemet artışının daha yüksek olduğunu göstermişlerdir. Bunun nedeni olarak tepe yaşlanma(peak-aged) ile oluşan çok ince çökeltilerin dislokasyon hareketleri üzerinde daha etkili olduğunu belirtmişlerdir. [80].

W.J. Kim ve arkadaşları EKAP öncesi ve sonrası yaptıkları ısı işlemler ile çökelti oluşum reaksiyonlarını incelemişler ve EKAP öncesi solüsyona alma ve EKAP sonrası yapılan yaşlandırma işlemi ile en yüksek mukavemet seviyesine ulaşıldığını belirlemişlerdir [81-83].

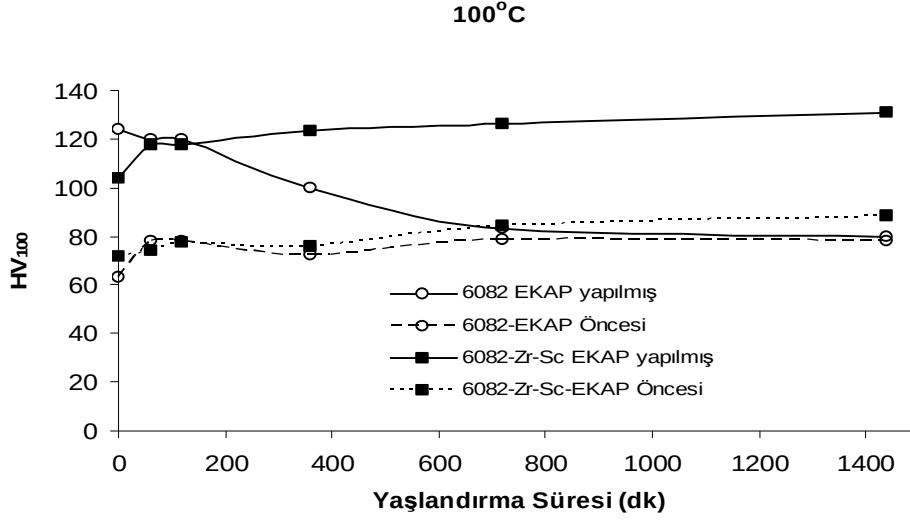
Bu kapsamda EKAP 1. ve 4. paso sonrasında ulaşılan deformasyonun malzemeye etkilerini incelemek için Tablo 6.2’de gösterilen sıcaklık ve sürelerde yaşlandırma ısı işlemi yapılmıştır.

7.3.1 EKAP 1. paso sonrası yaşlandırma ısıt işlemleri

AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. Paso sonrasında ve aynı alaşımların deforme edilmemiş hallerine 100°C’de yapılan yaşlandırma ısıt işlemi sonucu yaşlanma süresine bağlı olarak ulaşılan sertlik değerleri Şekil 7.18’de gösterilmiştir.

EKAP işleminden sonra AA 6082 alaşımının sertliği önce bir miktar azaldıktan sonra artan yaşlanma süresiyle düşüş hızlanmıştır. Bu durum, kısa süreli yaşlandırma işlemlerinde toparlanma/yeniden kristalleşme hızı ile çökelme hızının aynı olmasından dolayı sertlikte bir değişiklik olmaması ve artan yaşlanma sürelerinde ise toparlanma/yeniden kristalleşme hızı daha baskın olmasından dolayı sertlikte düşüşün hızlanması ile açıklanabilir. 1 saat sonunda 120 HV sertlikte olan AA 6082 alaşımı 24 saatlik ısıt işlem neticesinde 79 HV sertliğine düşmüştür.

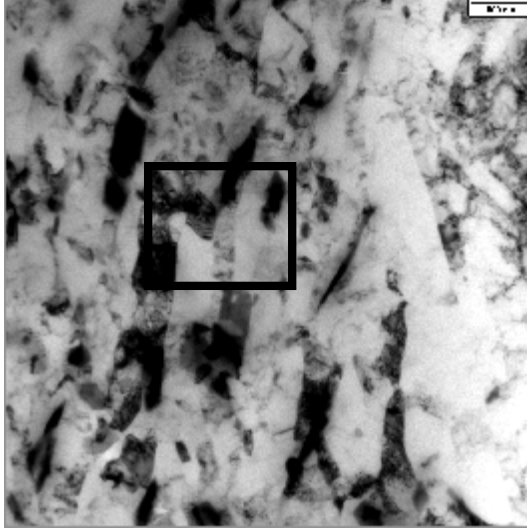
EKAP yapılmış AA 6082-Zr-Sc alaşımının sertliği ise EKAP yapılmış AA 6082 alaşımının tersine önce bir miktar artmış ve yaşlanma süresinin artmasıyla az da olsa sürekli bir artış göstermiştir. 1 saat sonunda alaşımın sertliği 117 HV’dir. Yaşlanma öncesi 100HV olan sertlik değeri 24 saat sonunda 131 HV’ye yükselmiştir. AA 6082-Zr-Sc alaşımında kısa sürelerde bile çökelti oluşumundan kaynaklanan bir sertlik artışı meydana gelmiştir. Bu artış, toparlanma/yeniden kristalleşmenin olmamasından ve buna bağlı olarak çökelti oluşumu için uygun pozisyonların halen yapıda bulunmasından kaynaklanmaktadır. Artan süreyle birlikte sertliğin artması çökelti oluşumunun artması ile açıklanabilir.



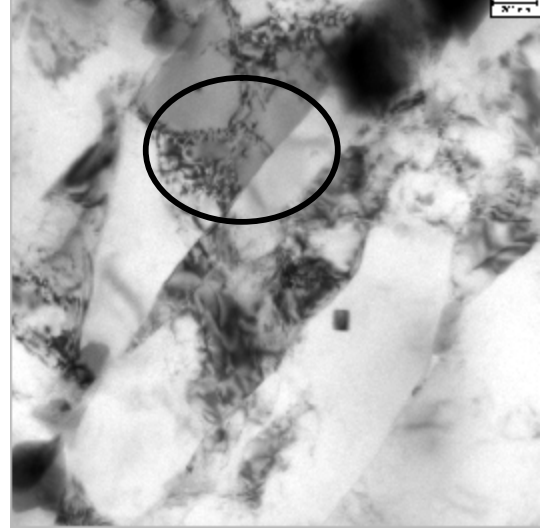
Şekil 7.18 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP öncesi ve EKAP 1. paso sonrası 100°C’de yaşlanma ısı işlemi sonrası sertliğinin yaşlanma süresine bağlı olarak değişimi.

Deforme edilmemiş AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımının sertlik davranışları ise beklenildiği gibi artan yaşlandırma süresi ile artmaktadır. Deforme edilmemiş numunelerdeki sertlik mekanizmasını çözeltiye alma ısı işleminden sonra yapılan su verme işlemi (T6 ısı işlemi) ile oluşan boşluklara Mg ve Si atomlarının çökmesi ile açıklayabiliriz. Kısa sürelerde her iki alaşımın sertliği 80HV seviyesindedir. 24 saat sonunda AA 6082-Zr-Sc ve AA 6082 alaşımlarının sertliği 80 HV mertebesinde.

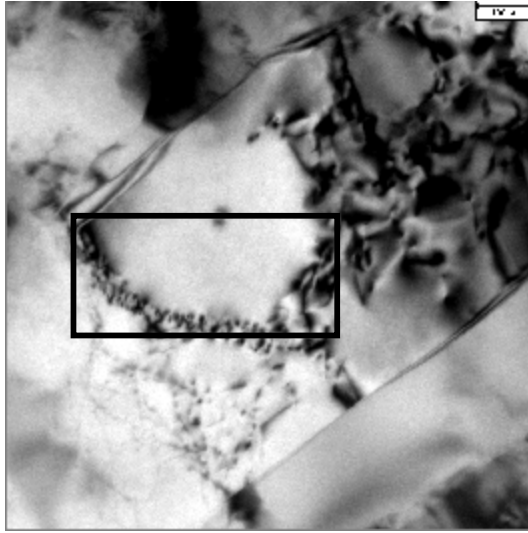
AA 6082 alaşımının EKAP 1. paso sonrasında 100°C–1 saatte yapılan yaşlandırma ısı işlemi sonrası TEM de çekilmiş yapısı Şekil 7.19’da verilmiştir. 100°C–1 saatlik ısı işlemi sonunda yapıda halen uzamış taneler bulunmaktadır. (Şekil 7.19a). Ancak aynı mikroyapı içerisinde toparlanmanın başladığı dislokasyon yapısından görülmektedir. (Şekil 7.19b ve c). Uzamış tanelerin içerisinde tane sınırına dik bir şekilde oluşmuş ve büyümüş yeni alt taneler görülmektedir. Yeniden kristalleşmiş tanelerin yanı sıra mikroyapı içerisinde kaba partiküllerin çökeldiği de görülmüştür. EDS analizlerinden bu çökeltilerin $\beta(Mg_2Si)$ fazı olduğu anlaşılmıştır. Özellikle aşırı yaşlanmış 6XXX alüminyum alaşımlarında çökelen bu kaba partiküller yapının sertliğini düşürmektedir. Bundan dolayı uzun süreli yapılan yaşlanma ısı işlemlerinde sertlik düşmektedir.



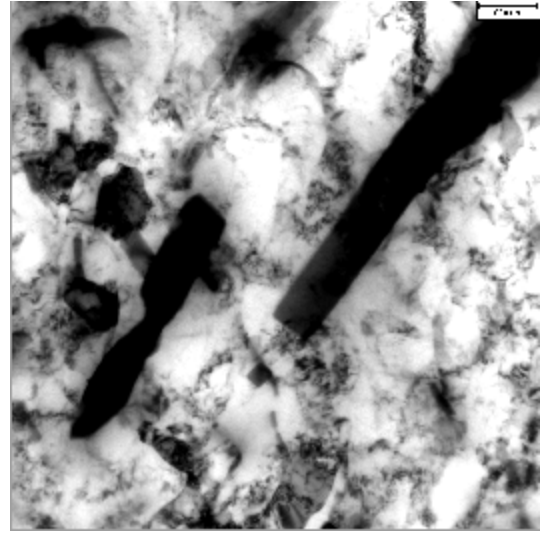
(a) X3.800



(b) X11.500



(c) X27.500

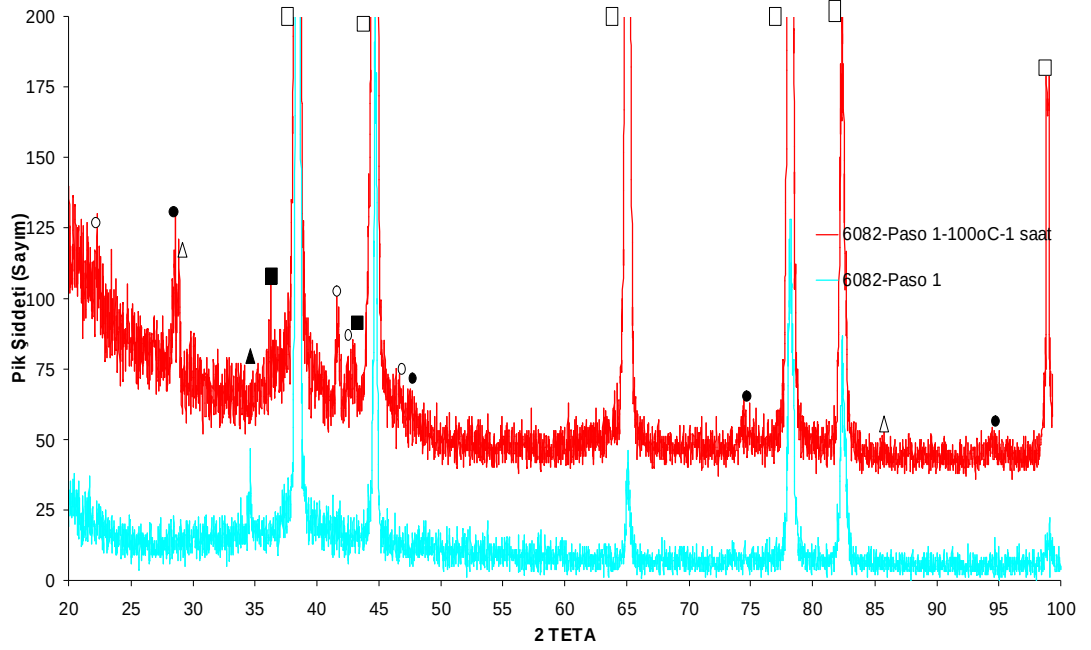


(d) X5.000

Şekil 7.19 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 100°C–1 saatlik yaşlandırma ısı işlemi sonrası TEM mikro yapısı.

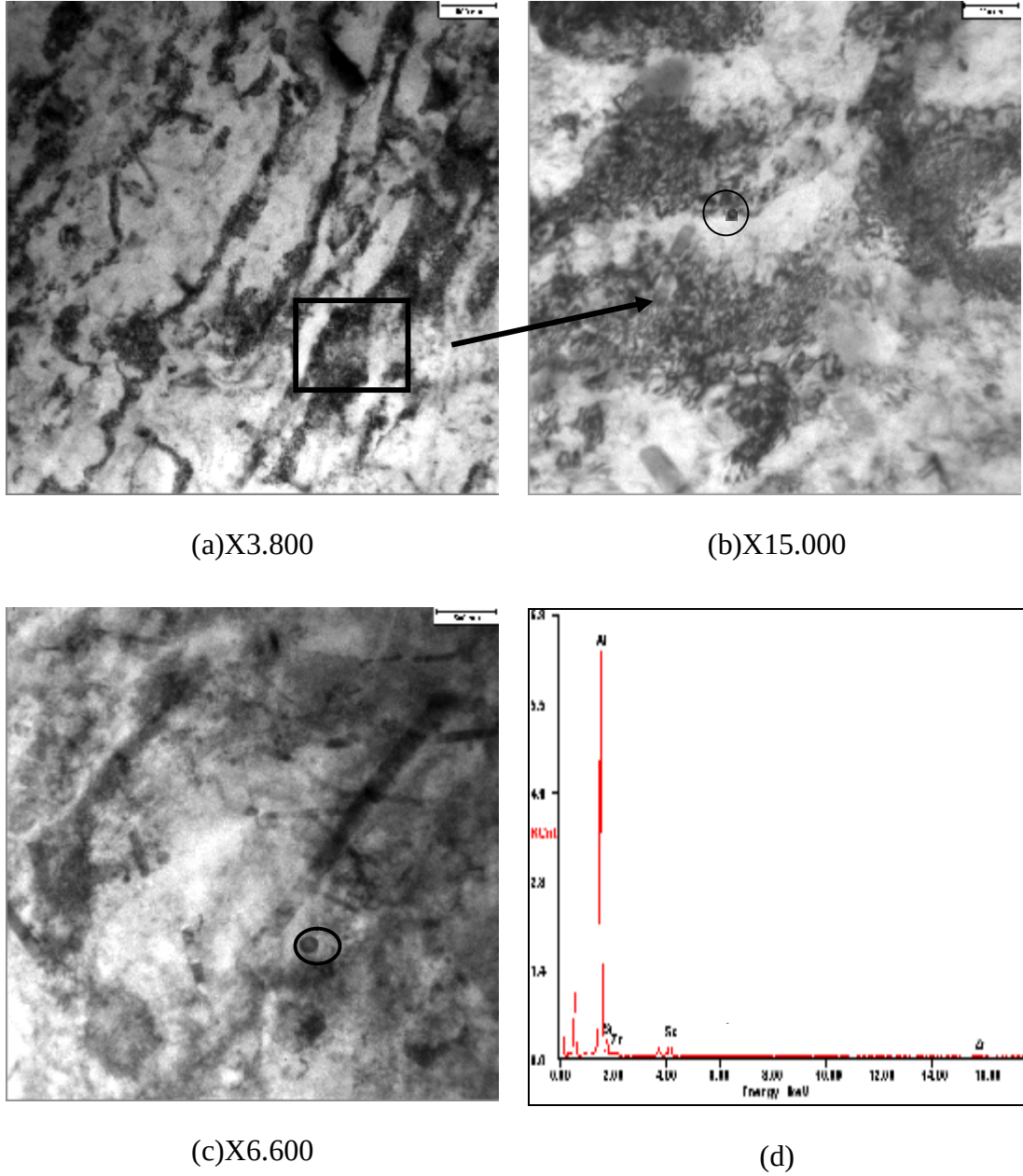
Sonuç olarak 100°C'de yapılan yaşlanma ısı işleminde kısa sürelerde başlayan yeniden kristalleşme sertliği düşürmeye başlamış, artan süreyle birlikte çökelen kaba β (Mg₂Si) partikülleri sertlik düşüşünü hızlandırmıştır. Mikroyapısı incelenen AA 6082 alaşımın faz dağılımını gösteren XRD eğrisi Şekil 7.20'de verilmiştir. Yaşlandırma ısı işlemi öncesi ve sonrası XRD eğrileri kıyaslandığında, ilk dikkati çeken nokta pik şiddetlerinde ısı işlemle artış olduğudur. Yüksek latis distorsiyonu ile düşen XRD pik şiddeti, yaşlandırma ısı işlemi ile tekrar artmaya başlamıştır. Deformasyon sırasında yapıda bulunan birçok partikül deformasyonun etkisiyle kırılarak tekrar çözeltiye geçmektedir. Ancak düşük sıcaklıkta yapılan ısı işlemde,

yapıda hemen çökelti oluşumu başlamıştır. 100°C-1 saat yaşlandırma ısıl işlemi görmüş malzemede oluşan birincil çökelti $\alpha_c(\text{Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si})$ 'dir. Ayrıca yapıda düşük şiddetlerde oluşan $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ ve Al_6Mn fazına ait piklerde görülmüştür (Şekil 7.20).



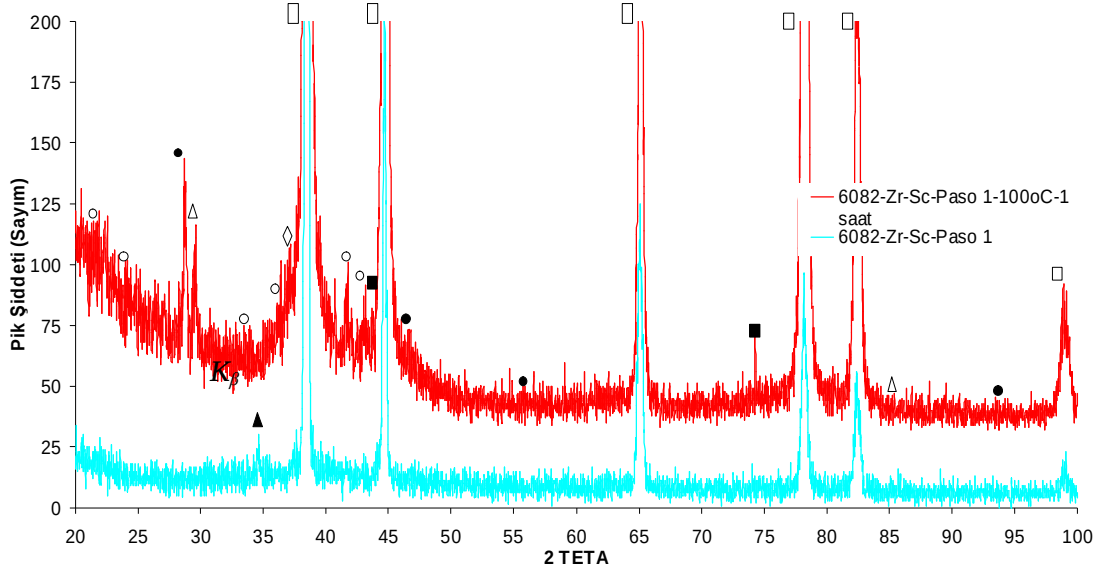
Şekil 7.20 : AA 6082 alaşıımının 1. paso ve 1.paso sonrası yaşlandırma ısıl işleminde oluşan X ışınları grafiği; ○: $\alpha_c\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}$, □: $\alpha\text{-Al}$, Δ: Mg_2Si , ●: Si , ■: Al_6Mn , ▲: K_β .

AA 6082-Zr-Sc alaşıımının EKAP 1. paso sonrasında 100°C–1 saatte yapılan yaşlandırma ısıl işlem yapısı Şekil 7.21’de verilmiştir. Alaşıımın TEM incelemelerinde EKAP sonrasındaki bandımsı tane yapısının değişmediği görülmüştür (Şekil 7.21a). Ayrıca bandımsı yapıda yüksek yoğunlukta dislokasyonlar görülmektedir (Şekil 7.21b). Tane sınırlarında ise çökelmiş küresel partiküller tespit edilmiştir (Şekil 7.21c). Bu partiküller üzerinden yapılan EDS analizinden Zr ve Sc içeren bir çökelti olduğu belirlenmiştir (Şekil 7.21d). Yaklaşık 20nm boyutunda olan bu dispersoidlerin EDS analizi ile belirlenen kimyasal bileşiminden $\text{Al}_3(\text{Zr,Sc})$ esaslı dispersoid olduğu kanaatine varılmıştır.



Şekil 7.21: AA 6082-Zr-Sc alaşımasının EKAP 1. paso sonrası 100°C–1 saat sonundaki mikro yapısı.(a-c) ve c’deki küresel partikülün EDS analizi (d).

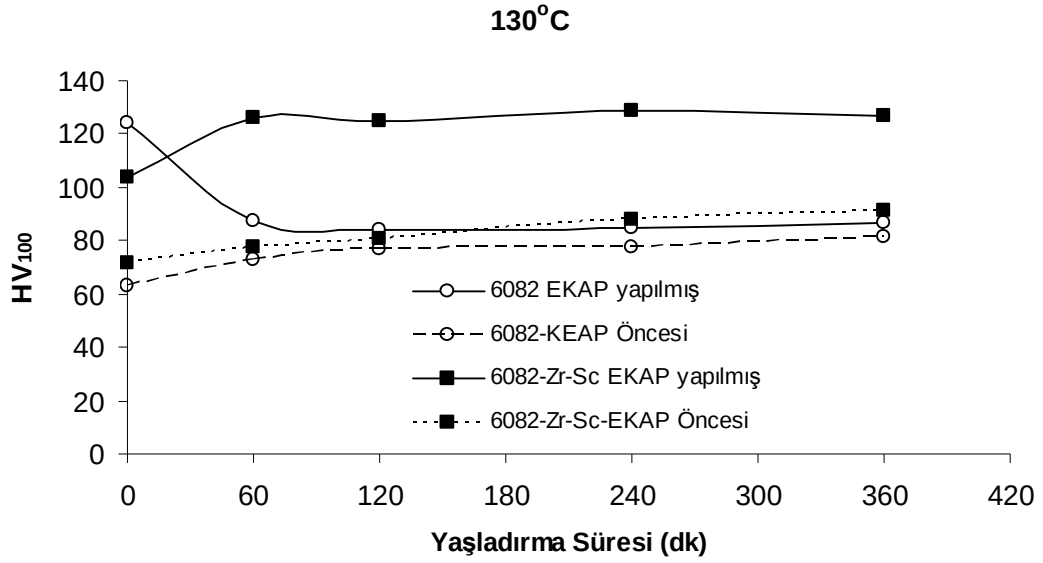
AA 6082-Zr-Sc alaşımasının 100°C–1 saat sonunda yapılan XRD analizi sonuçları Şekil 7.22’de verilmiştir. Zr ve Sc içermeyen alaşıma benzer şekilde 100°C–1 saatlik yaşlandırma ısı işlemi sonucunda pik şiddetleri artmıştır. Şekil 7.22’de görüldüğü gibi yaşlanma ısı işleminden sonra çökelti oluşumu hızlanmıştır. Yapıdaki ana çökelti fazları α_c -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si ve silisyum çökeltisidir. Bu durum silisyumun çökeltme hızının daha yüksek olması ve yapıda hızlı bir şekilde çökmesi ile açıklanabilir.



Şekil 7.22 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 100°C–1 saatlik yaşlandırma ısıl işlemi X-ışınları eğrisi. ○: $\alpha_c\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}$, □: $\alpha\text{-Al}$, Δ: Mg_2Si , ●: Si , ◇: $\text{Al}_3(\text{Zr,Sc})$, ■: Al_6Mn , ▲: $\text{K}\beta$.

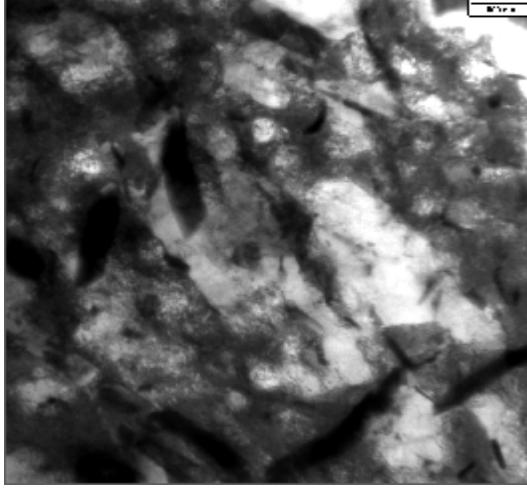
AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının daha yüksek sıcaklıklardaki yaşlanma davranışlarını görebilmek amacıyla sıcaklık yükseltilmiştir. AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. Paso ve aynı alaşımların deforme edilmemiş hallerine 130°C’de yapılan yaşlandırma ısıl işlemi sonucu ulaşılan sertliğin yaşlanma hızına bağlı olarak değişimi Şekil 7.23’de gösterilmiştir.

AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 130°C’de yapılan yaşlanma ısıl işlemi sonunda sertliği ilk olarak hızlı bir şekilde azalmış, ancak ilerleyen sürelerde ise sabit kalmıştır. Sertlik 1. saat sonunda 87HV’e düşmüştür. 6 saat sonunda sertlik değeri değişmemiştir. Bu durum, kısa yaşlanma ısıl işlem sürelerinde toparlanma ve/veya yeniden kristalleşmenin çok hızlı bir şekilde meydana gelmesi, daha uzun yaşlanma ısıl işlem sürelerinde ise çökelti oluşumuna bağlı olarak sertlik oluşumunun ve yeniden kristalleşme hızının birbirine eşit olmasından dolayı sertliğin sabit kalması ile açıklanabilir.

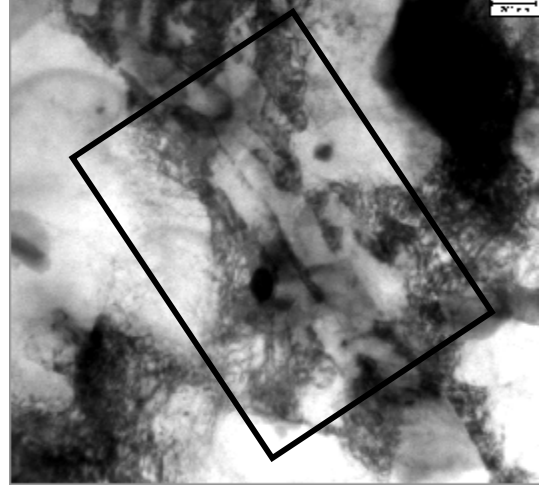


Şekil 7.23 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP öncesi ve EKAP 1.paso sonrası 130°C de yaşlanma ısı işlem süresine bağlı olarak sertliğinin değişimi.

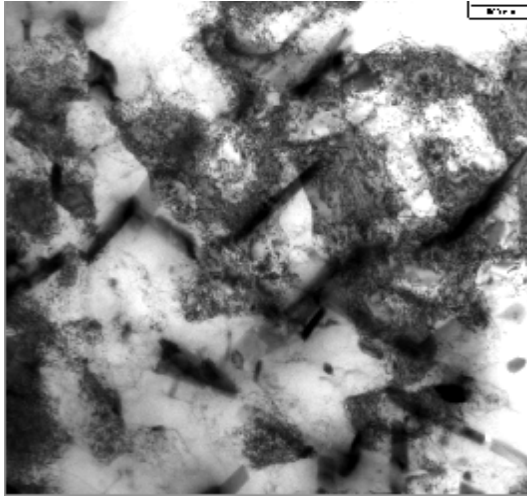
AA 6082 alaşımının 130°C’de 1 saatlik yaşlandırma ısı işlemi sonrası TEM mikroyapısına bakıldığında 1. paso sonrasında oluşan bandımsı yapının halen mevcut olduğu görülmüştür (Şekil 7.24). Ancak sıcaklığın etkisiyle yeniden kristalleşmenin de başladığı mikroyapıdan görülmektedir. (Şekil 7.24 a ve b). 130°C–1 saat sonunda sertliğin %30 oranında düşme nedenini yeniden kristalleşmeye başlayan bu mikro yapıyla açıklamak mümkündür. EKAP 1. paso sonrasında yüksek deformasyon enerjisine sahip malzeme 130°C’de kısa sürelerde dahi hızlı bir şekilde toparlanma/yeniden kristalleşmeye uğrayabilmektedir. Yeniden kristalleşmenin yanı sıra yapıda kaba (ok ile gösterilen) ve ince (daire içerisine alınmış) olarak çökelmiş bazı partiküller de görülmektedir. (Şekil 7.24 c ve d). Yapılan EDS analizlerinden kaba partiküllerin β -(Mg₂Si) ve ince partiküllerin ise Al₆Mn(Si) oldukları belirlenmiştir.



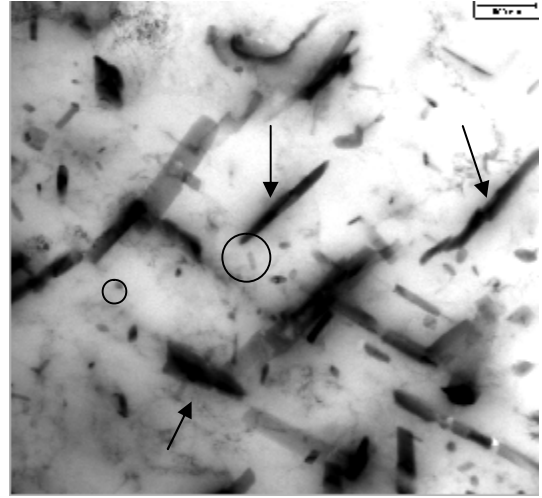
(a)X3.800



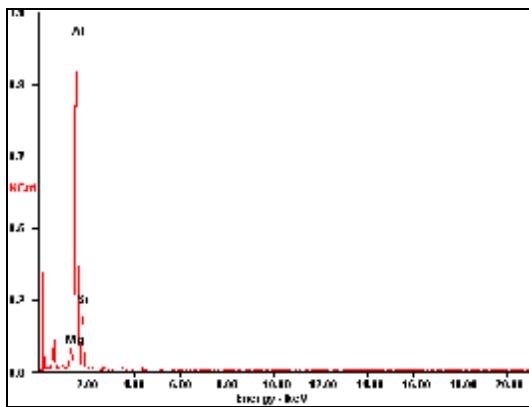
(b)X11.500



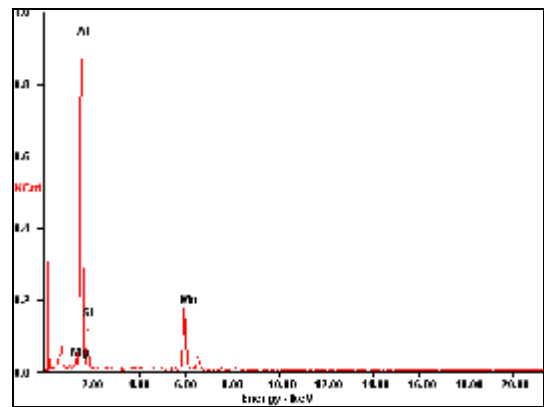
(c)X3.800



(d)X3.800



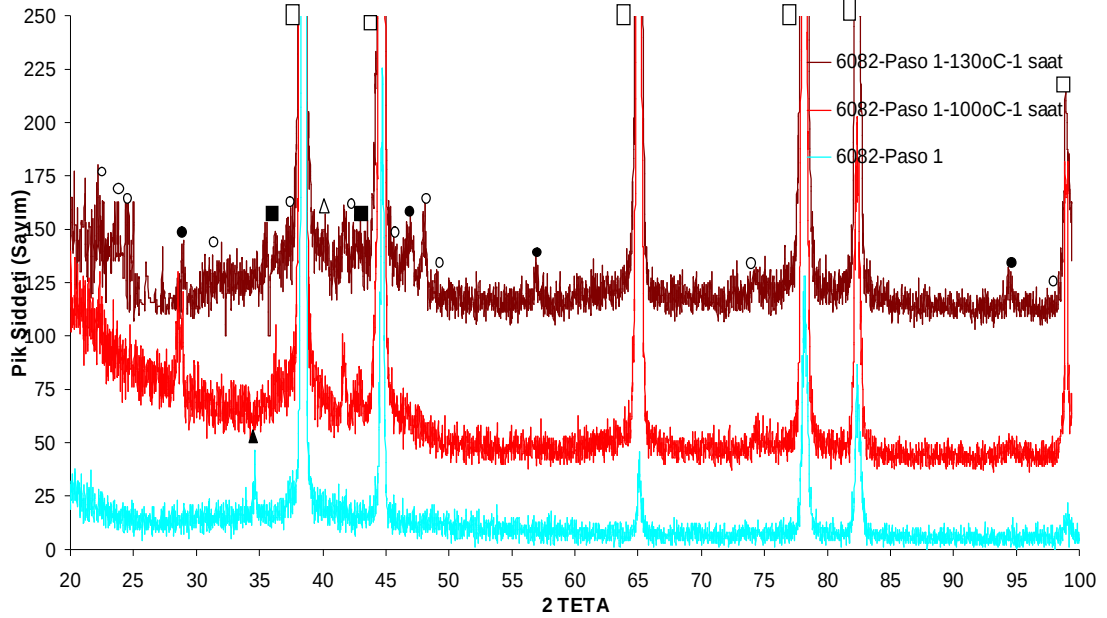
(e)



(f)

Şekil 7.24 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 130°C–1 saat sonundaki mikro yapısı (a-d) ve çökeltilere ait EDS analizleri (e-f).

Yaşlanma ısıtıl işleminde sıcaklığın artmasıyla birlikte XRD pik şiddetlerinde bir değişiklik olmamıştır (Şekil 7.25). Bunun yanı sıra özellikle β -(Mg_2Si) ve Si çökelti fazlarına ait piklerin şiddetlerinde bir artış görülmüştür.

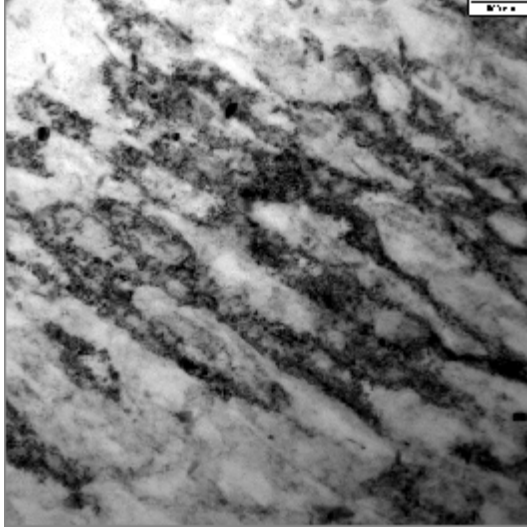


Şekil 7.25 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısıtıl işlem sonunda XRD eğrisi; ○: α_c - $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$, □: α -Al, △: Mg_2Si ●: Si, ■: Al_6Mn , ▲: K_{β} .

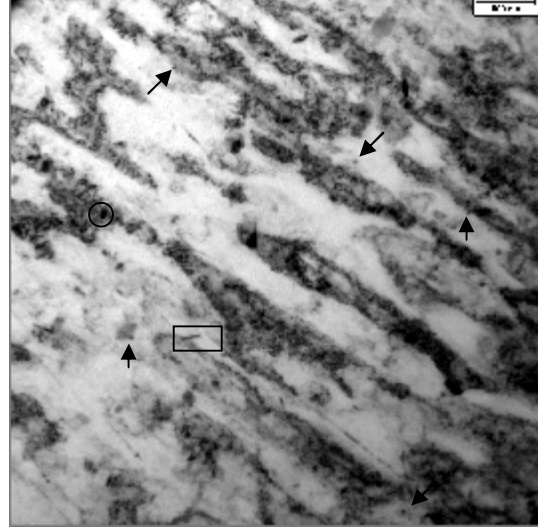
AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 130°C’de yapılan yaşlanma ısıtıl işlemine verdiği tepki AA 6082 alaşımlarından farklıdır. Kısa süreli yaşlanma sürelerinde sertlik tam tersine hızlı bir şekilde artmıştır (Şekil 7.23). 1 saat sonunda sertlik 103HV’den 126 HV’e yükselmiş, ancak sürenin artması ile birlikte sertlikte bir değişiklik olmamıştır. 6 saat sonunda sertlik yine 126 HV değerindedir. Bu durumu toparlanma/yeniden kristalleşmenin engellenerek aynı anda çökelti oluşumu ile açıklayabiliriz. Şekil 7.26’da AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 130°C–1 saat sonundaki mikro yapısı verilmiştir.

Şekil 7.26 daki TEM fotoğraflarından görüldüğü gibi EKAP sonrası oluşan uzamış tane yapısı 130°C-1 saat yaşlanma ısıtıl işlemi ile değişmemiştir. Ancak uzamış bandımsı yapının tane sınırlarında dislokasyonların belli bir düzene girmeye çalıştıkları görünmektedir. Bununla birlikte aynı bölge içerisinde mikroyapı resminde ok ile gösterilmiş ve tane sınırlarına çökelmiş nano boyuttaki dispersoidler de görülmüştür. (Şekil 7.26 b). Kısa sürelerdeki sertlik artışını bu çökelti oluşumu ile açıklayabiliriz. Tane sınırlarının hareketlerini engelleyen ana matris ile uyumlu bu dispersoidler, aynı anda diğer çökeltilerin oluşumunu hızlandıran dislokasyon

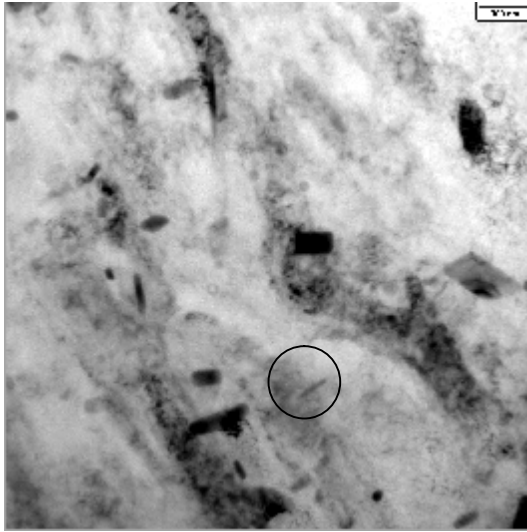
yapısını da korumuş olurlar. Bu sayede tane sınırlarının hareketlerini engelleyerek toparlanma/yeniden kristalleşme ve tane büyümesini yavaşlatırlar. Nano boyuttaki dispersoidlerin yanı sıra yapıda çubuk formunda çökelen partiküller de bulunmaktadır (Şekil 7.26c).



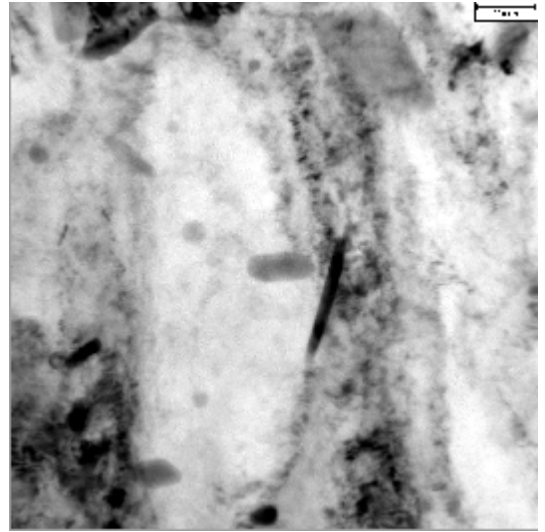
(a)X3.800



(b)X3.800



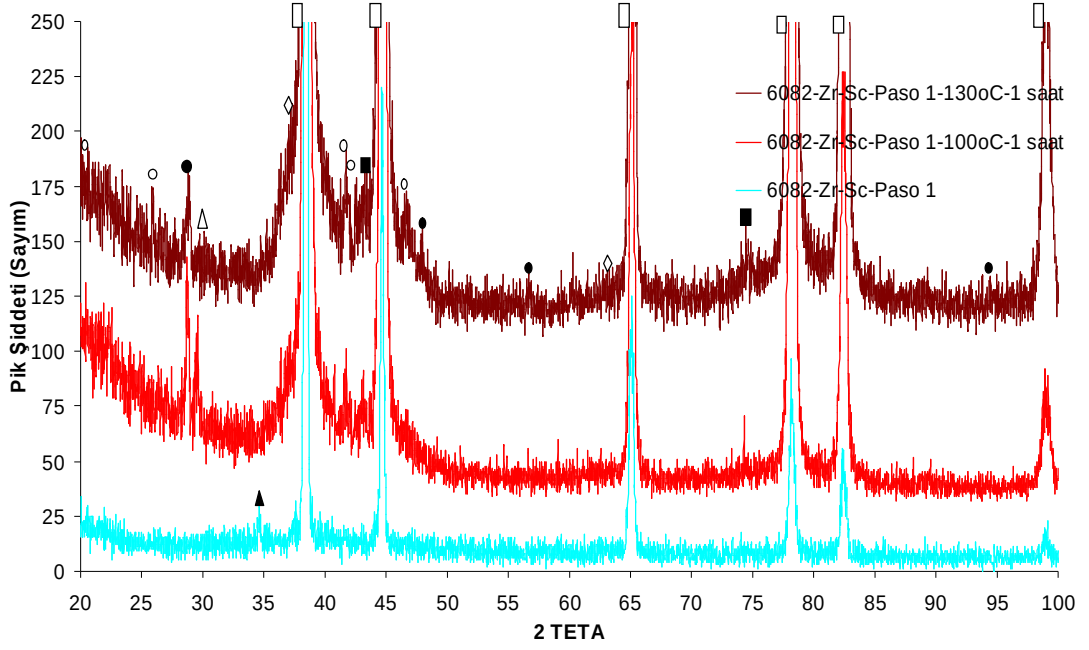
(c)X8.800



(d)X15.000

Şekil 7.26 : AA 6082-Zr-Sc alaşımların ECAE 1. pası sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısıtma işlemi sonrası mikro yapısı.

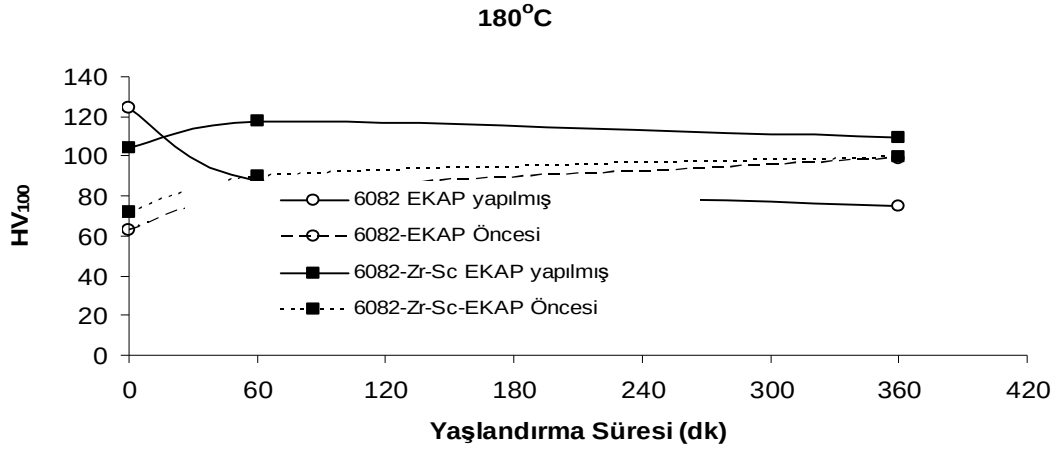
AA 6082-Zr-Sc alaşımında çökelti oluşumunu belirlemek amacıyla yapılan XRD eğrisi Şekil 7.27’de verilmiştir. 100°C–1 saatte yapılan XRD eğrisine benzer bir eğri elde edilmiştir.



Şekil 7.27 : AA 6082-Zr-Sc alaşımasının EKAP 1. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısıt işlem X-ışını eğrisi; ○:α_c-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, □:α-Al, ●:Si, △:Mg₂Si, ◇:Al₃(Zr,Sc), ■:Al₆Mn, ▲:K_β.

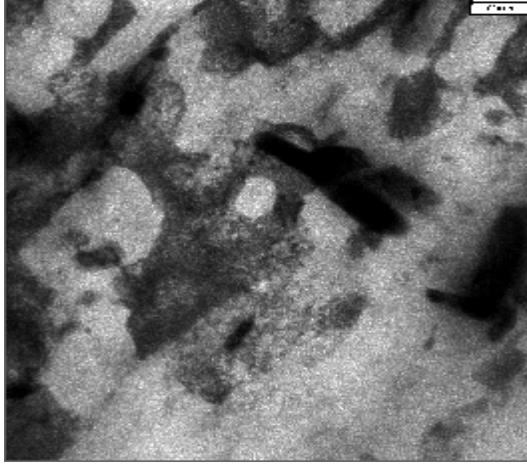
EKAP deformasyonu görmüş malzemeleri endüstriyel şartlarda yapılan T6 (180°C) ısıt işlem şartlarıyla kıyaslamak ve daha yüksek sıcaklıklarda yeniden kristalleşme davranışını görebilmek amacıyla yaşlandırma ısıt işlem sıcaklığı tekrar yükseltilmiştir. Şekil 7.28’de 180°C’deki yaşlanma ısıt işleminin sertlik üzerindeki etkileri görülmektedir.

EKAP işlemi görmüş AA 6082 alaşımasının sertliği yaşlanma süresinin artmasıyla azalmaktadır. 130°C-1 saatlik ısıt işlem sonucuna benzer bir şekilde başlangıçta 121HV olan sertlik 1 saat sonunda 85HV’e, 6 saat sonunda ise 70HV’e kadar azalmıştır. EKAP işlemi görmüş AA 6082-Zr-Sc alaşımasının kısa süreli yaşlanma ısıt işlemlerinde sertliği biraz artarken, uzun süreli yaşlanma işlemlerinde tekrar azalmaktadır. AA 6082-Zr-Sc alaşımın sertliği 1 saat sonunda 100 HV’dan 120HV’e artmış, 6 saat sonunda ise 109HV’e azalmıştır. Deforme edilmemiş alaşımların T6 ısıt işlemleri sonucunda sertlikleri beklenildiği gibi artan süreyle birlikte artmaktadır (Şekil 7.28).

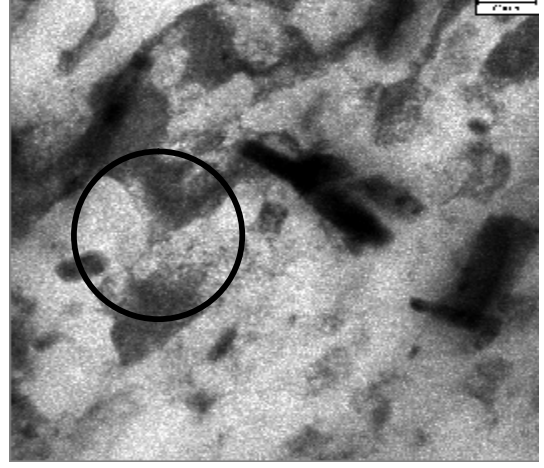


Şekil 7.28 : AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP öncesi ve EKAP 1. paso sonrası, 180°C’de yaşılanma ısıl işleminde yaşılanma süresine bağlı olarak sertliğin değişimi.

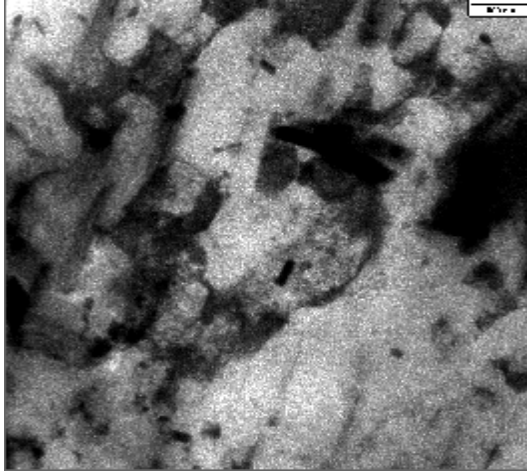
AA 6082 alaşımının 180°C–1 saat sonunda mikroyapısına bakıldığında yeniden kristalleşmenin etkileri çok daha açık bir şekilde görülmektedir. Bu ısıl işlem sonunda dislokasyon içermeyen taneler oluşmuştur (Şekil 7.29). Yeni oluşan tanelerin yanı sıra yapı içerisinde çökelen kaba partiküller belirlenmiştir (Şekil 7.29d). Bu partiküller üzerinden yapılan EDS analizlerinden β -(Mg₂Si) fazı oldukları görülmüştür (Şekil 7.29f). Ayrıca yapıda iğnesel çökeltiler de görülmektedir (Şekil 7.29e).



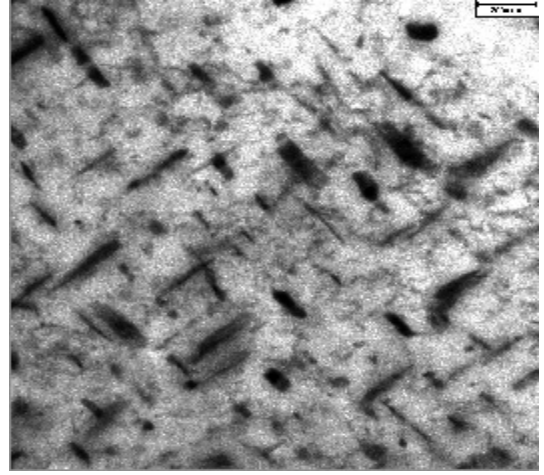
(a)X5.000



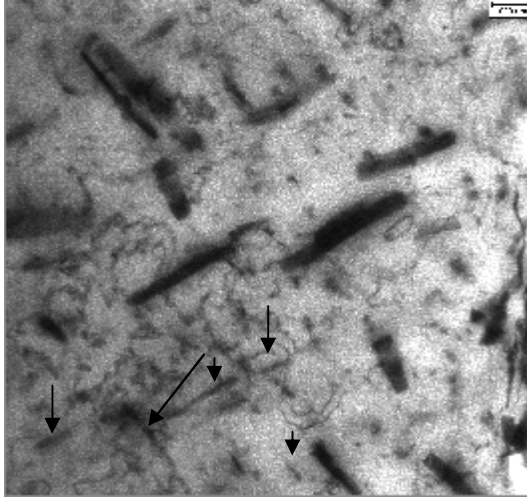
(b)X5.000



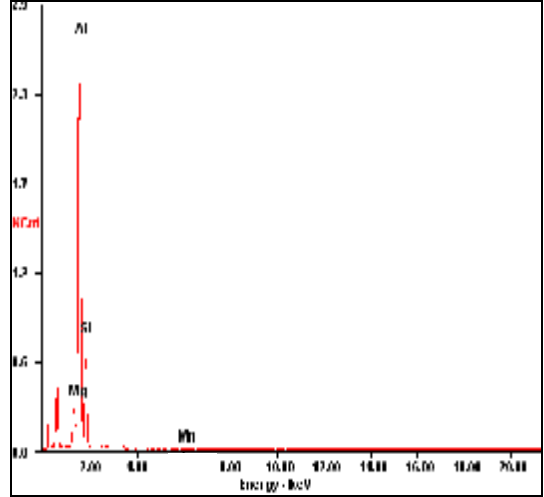
(c)X3.800



(d)X1.500



(e)X2.000

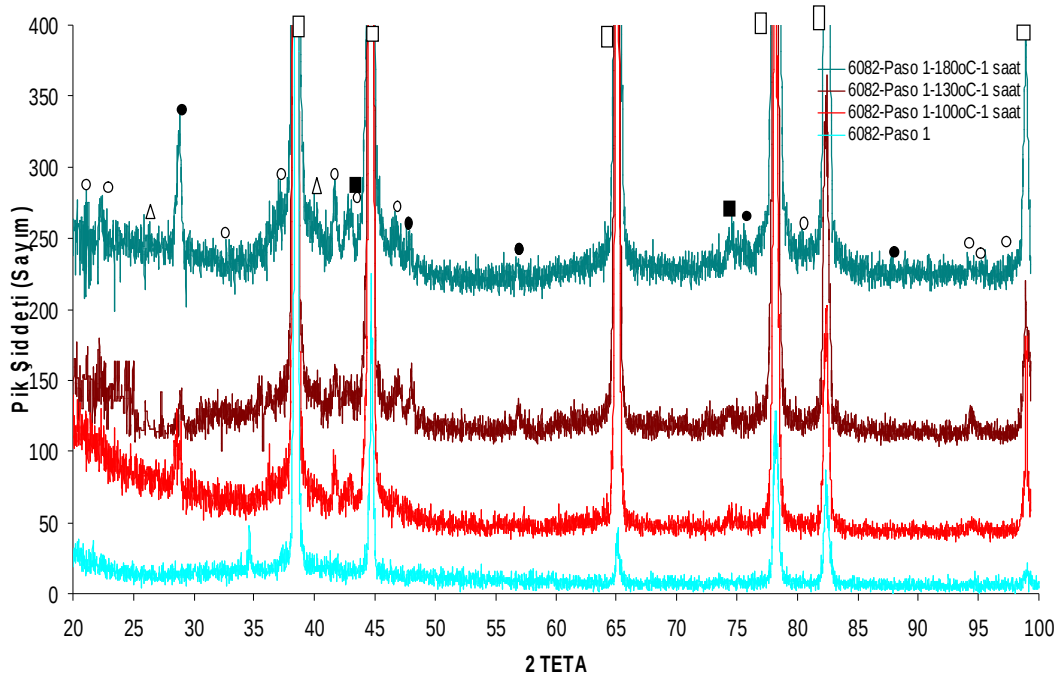


(f)

Şekil 7.29 : AA 6082 alaşımların EKAP 1. paso sonrası 180°C-1 saat yaşlandırma ısıtma işlemi sonrası mikro yapısı.

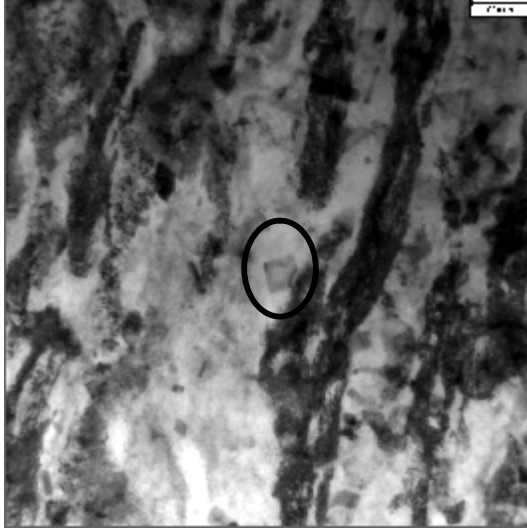
Bu iğnesel çökeltilerin $\beta''(\text{Mg}_6\text{Si}_5)$ fazına ait oldukları düşünülmektedir. Yeniden kristalleşmenin baskın olmasından dolayı oluşan bu çökeltilerin alaşımın sertliğine bir etkileri olmamaktadır. Bundan dolayı $180^\circ\text{C}-1$ saatte yapılan ısıtıl işlem sonunda sertlik azalmıştır.

$180^\circ\text{C}-1$ saatlik ısıtıl işlem sonunda yapılan XRD analizinde, $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}$ fazının yanı sıra silisyuma ait pikin şiddeti artmaktadır (Şekil 7.30). Silisyumun mukavemete pozitif yönde bir etkisi bulunmaktadır. 6082 alaşımın DSC eğrilerinden hatırlanacağı üzere, silisyum oda sıcaklığından itibaren uygun pozisyonlara difüze olmaya çalışan bir elementtir ve özellikle oluşturacağı atom kümelerinden sonra çökelti oluşum mekanizmasını etkilemektedir.

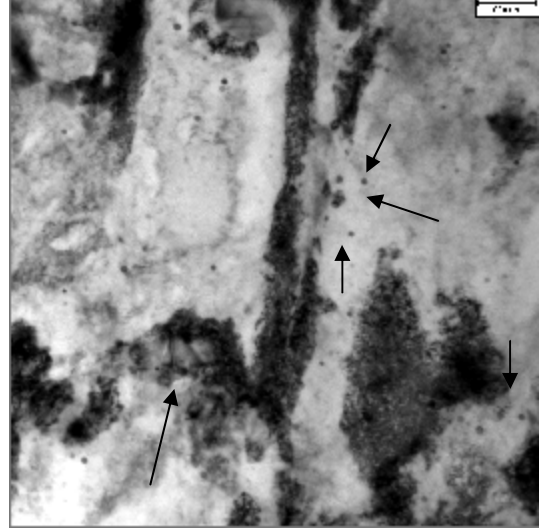


Şekil 7.30 : AA 6082 alaşımın EKAP 1. paso sonrası $180^\circ\text{C}-1$ saatte yapılan X-ışınları eğrisi. $\circ$: $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}$, $\square$: $\alpha\text{-Al}$, $\bullet$:Si, Δ : Mg_2Si , $\blacksquare$: Al_6Mn , $\blacktriangle$: K_β .

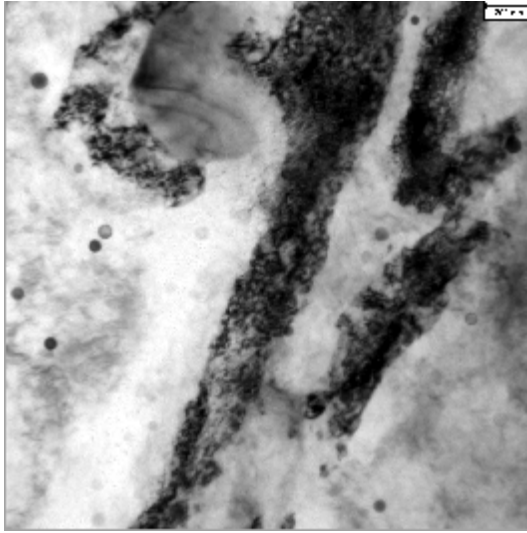
AA 6082-Zr-Sc alaşımında özellikle $\text{Al}_3(\text{Zr,Sc})$ çökelti oluşumu hızlanmıştır. Yapıda yoğun bir şekilde nano boyutta dispersoid görülmektedir (Şekil 7.31b). AA 6082-Zr-Sc alaşımının EKAP 1. paso sonrası yapılan $180^\circ\text{C}-1$ saat ısıtıl işlem sonundaki mikro yapısı Şekil 7.31’de verilmiştir.



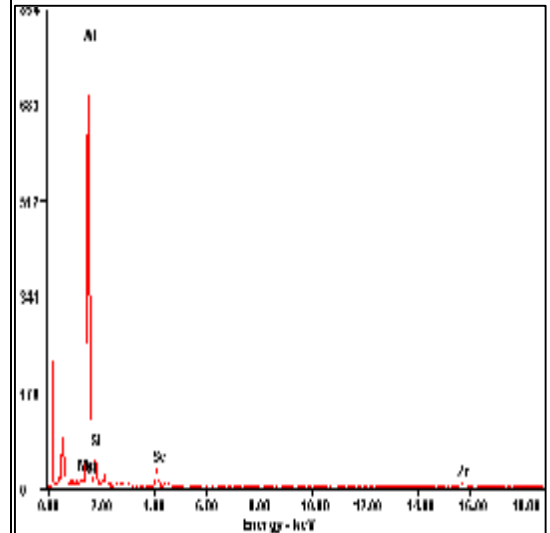
(a)X5.000



(b)X5.000



(c)X11.500

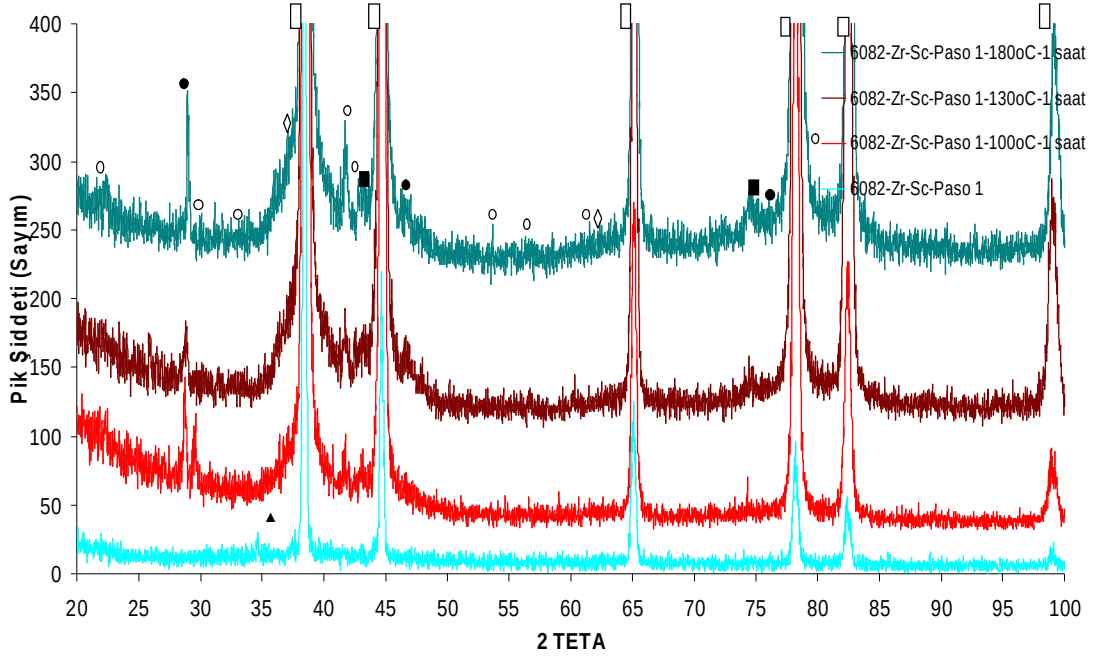


(d)

Şekil 7.31 : AA 6082-Zr-Sc alaşımların EKAP 1. paso sonrası 180°C–1 saat yaşlandırma ısıtma işlemi sonrası mikro yapısı (a-c) ve dairesel çökeltilerden yapılan EDS analizi (d).

Şekil 7.31’den görüleceği üzere AA 6082-Zr-Sc alaşımında EKAP 1. paso sonrası 180°C-1 saat ısıtma işlem sonrası AA 6082 alaşımından farklı olarak plastik deformasyon yapısı halen korunmaktadır. Yapılan TEM incelemesinde oldukça yoğun oranda $Al_3(Zr,Sc)$ dispersoidine rastlanmıştır. Şekil 7.31d’de küçük dairesel partiküllerden yapılan EDS analizleri görülmektedir. Sertlikteki artış yoğun dispersoid yapısı ile açıklanabilir.

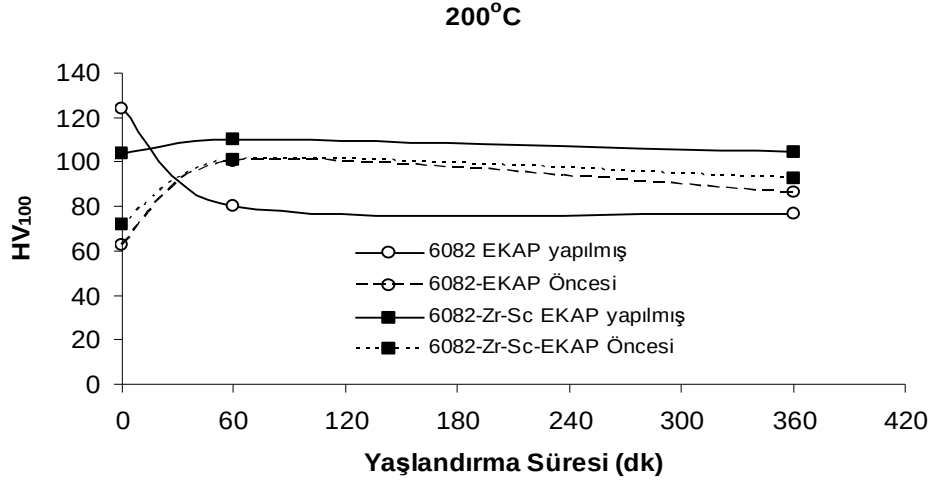
AA 6082-Zr-Sc alařımında yapılan ısıl iřlemin 180°C–1 saat sonrası yapısındaki mevcut fazlara ait XRD eđrisi řekil 7.31’de verilmiřtir. XRD sonularından zellikle sıcaklıđın artmasıyla silisyum pik řiddetinde artıř olduđu grlmřtir.



řekil 7.32 : AA 6082-Zr-Sc alařımının EKAP 1. paso sonrası 180°C–1 saat yařlandırma ısıl iřlem XRD eđrisi; $\circ$: α_c -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, $\square$: α -Al, $\bullet$:Si, Δ :Mg₂Si, $\diamond$:Al₃(Zr,Sc), $\blacksquare$:Al₆Mn, $\blacktriangle$:K β .

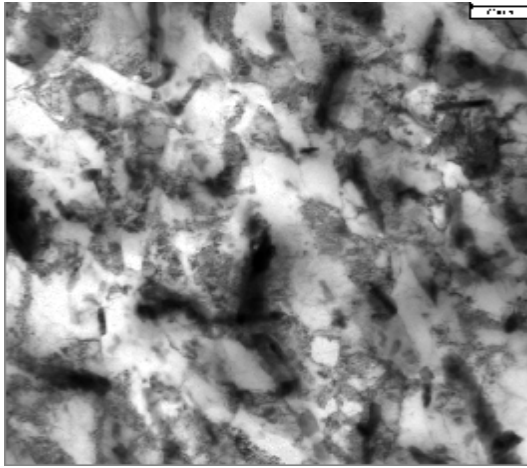
AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alařımlarının 200°C’de yapılan yařlanma ısıl iřleminde sertliđin zamana gre deđiřimi řekil 7.33’da verilmiřtir.

AA 6082 alařımının 1 saat sonunda sertliđi 120 HV’den 80 HV’e dřmektedir. Bu durum, yeniden kristalleřmenin tam olarak meydana gelmesi ile aıklanabilir. AA 6082-Zr-Sc alařımı ise daha nceki yařlanma ısıl iřlemlerine benzer řekilde kısa sreli yařlanmalarda sertliđi bir miktar artmakta, daha uzun yařlanma srelerinde ise tekrar azalmaktadır. Kısa sreli yařlanma ısıl iřlemlerinde kelti oluřumunun yeniden kristalleřme hızından daha baskın olduđu sylenebilir. Deforme olmamıř alařımların sertlikleri de AA 6082-Zr-Sc alařımının davranıřına benzemektedir. Kısa sreli yařlanmalarda sertlik ykselmekte ancak artan yařlanma sresi ile tekrar dřmektedir. Ancak deforme olmamıř alařımların kısa sreli yařlanma ısıl iřlemlerinde meydana gelen sertlik artıřı EKAP iřlemi grmř malzemenin yařlanma sonrası sertlik artıřından ok daha yksektir.

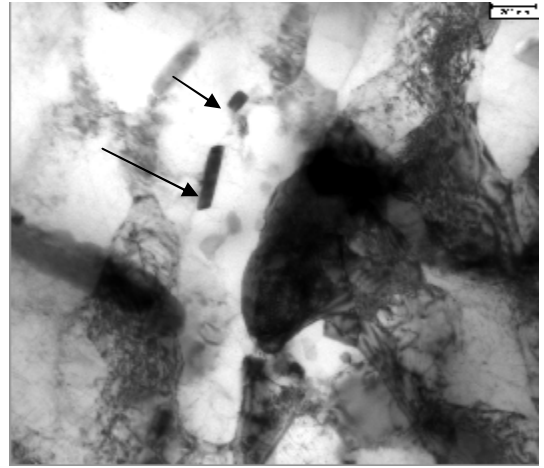


Şekil 7.33 : EKAP 1. paso sonrası 200°C’de yaşlanma ısı işlemine tabi tutulmuş AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının sertliğinin yaşlanma süresine bağlı olarak değişimi.

AA 6082 alaşımının 200°C–1 saat sonundaki mikro yapısı Şekil 7.34’de verilmiştir. 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonrası mikro yapı incelendiğinde yeniden kristalleşmiş taneler ve tane sınırlarında çubuk formunda çökelmiş partiküller görülmüştür. (Şekil 7.34 a ve b). Dislokasyonsuz yeni tanelerin oluşumu 7.34-e’de görülmektedir. Aynı resimde üçlü tane sınırında çökelmiş kaba partikülden yapılan EDS analizine göre çökeltinin silisyum olduğu belirlenmiştir (Şekil 7.34 e’de ok ile gösterilen partikül).

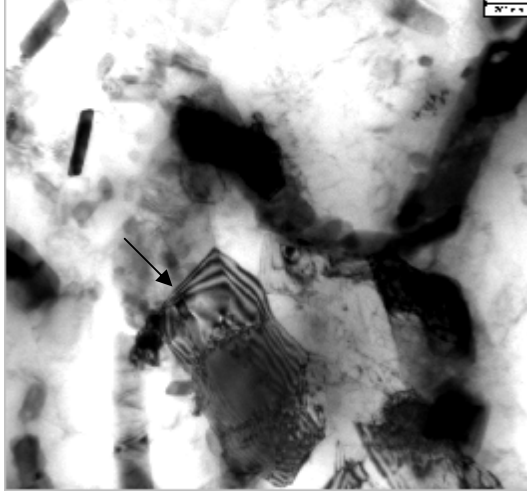


(a)X5.000

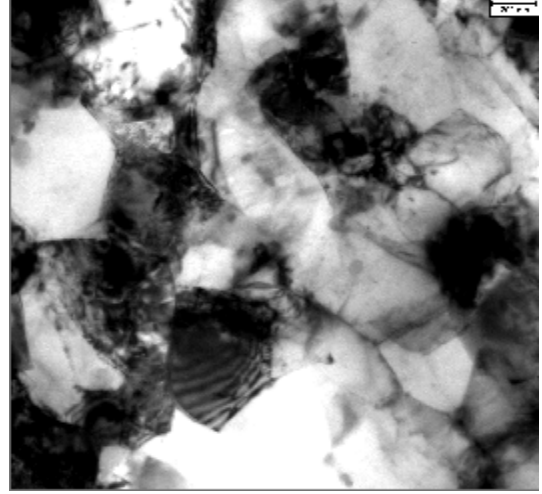


(b)X11.500

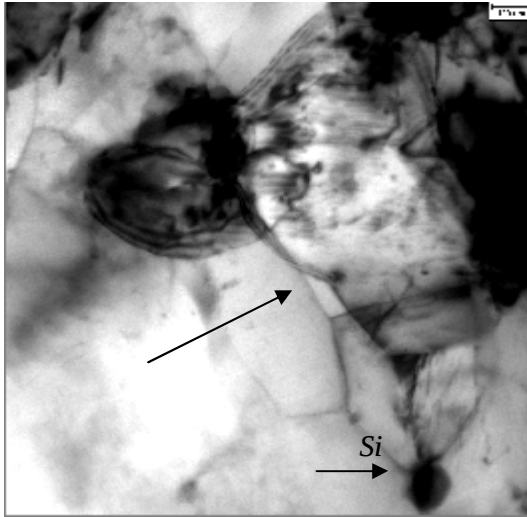
Şekil 7.34 : AA 6082 alaşımın EKAP 1. paso sonrası 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonrası mikro yapısı.



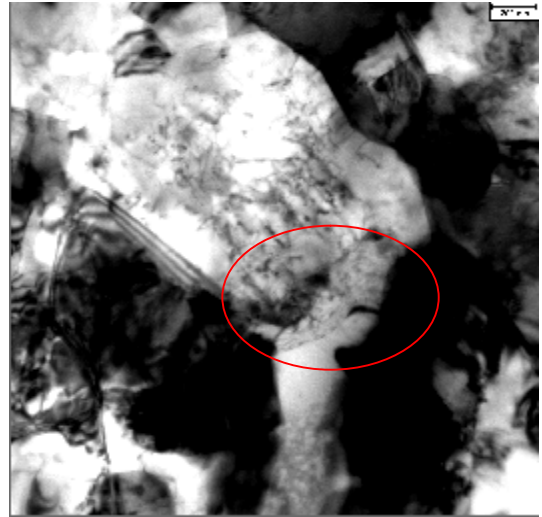
(c)X11.500



(d)X11.500



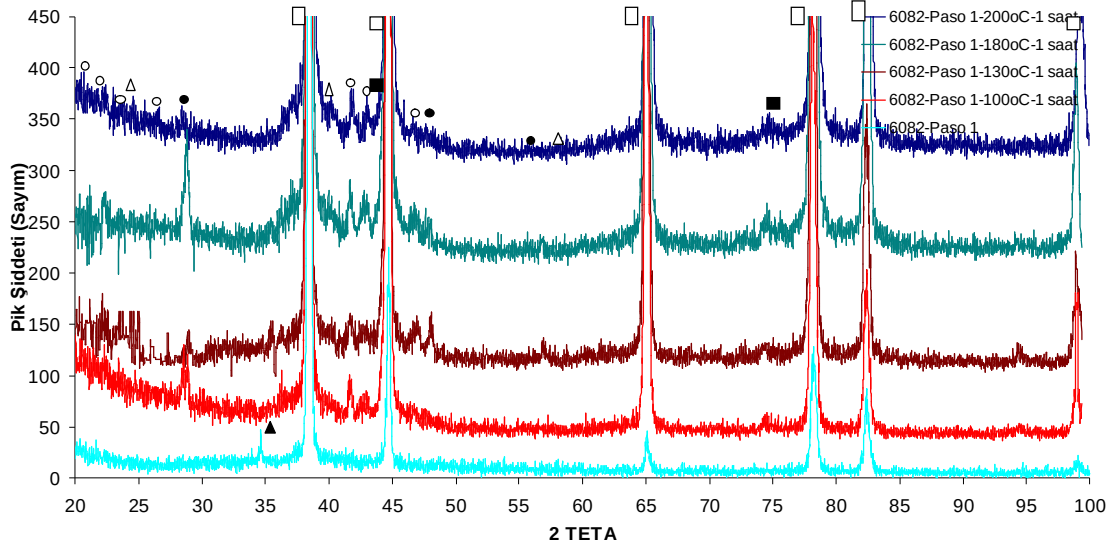
(e)X20.000



(f)X11.500

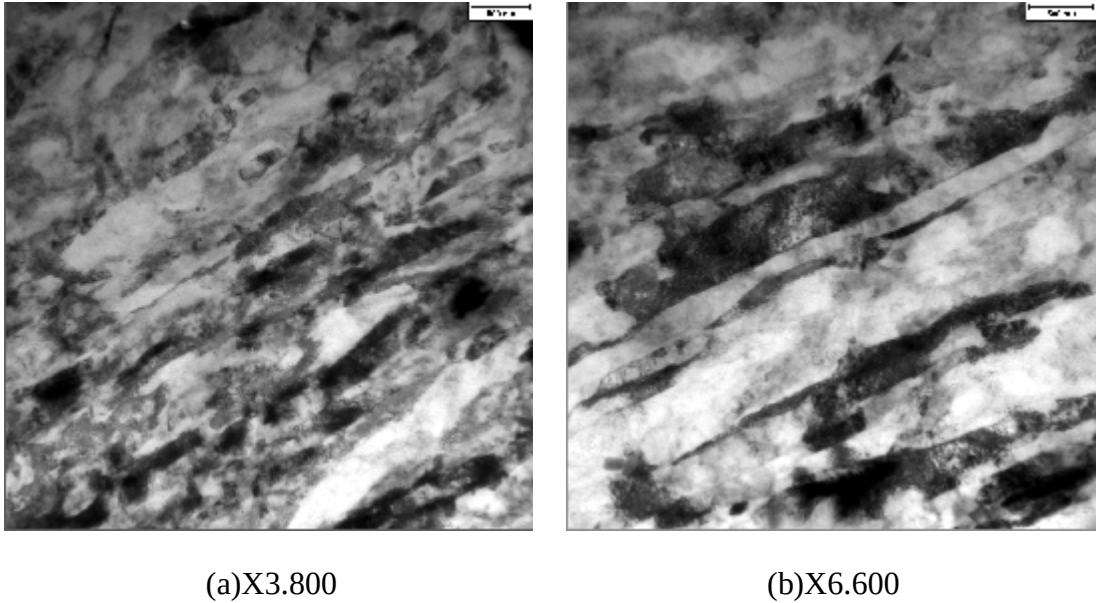
Şekil 7.34(devam) : AA 6082 alaşımların EKAP 1. paso sonrası 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonrası mikro yapısı.

200°C-1 saat yaşlanma ısı işlemi yapılmış AA 6082 alaşımlarının XRD grafiğine bakıldığında (Şekil 7.35) yeniden kristalleşmenin etkisi ile azalan dislokasyon yoğunluğu çökelti oluşumunu yavaşlatmıştır. Bundan dolayı özellikle silisyum ve Mg_2Si çökeltilerine ait pik şiddetlerinde azalma meydana gelmiştir.

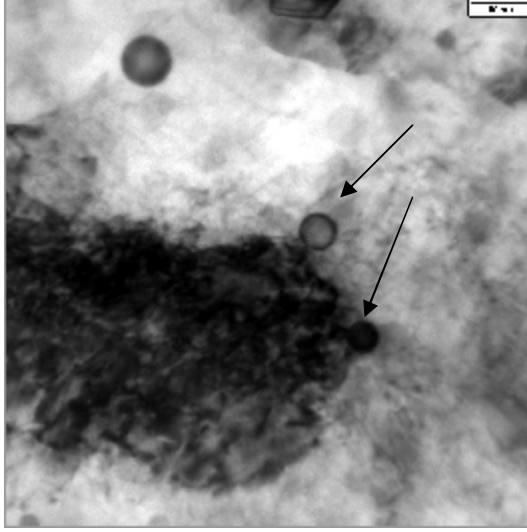


Şekil 7.35 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 200°C–1 saate yapılan yaşlandırma ısı işleminde sonunda XRD eğrisi. ○:α-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, □:α-Al, ●:Si, △:Mg₂Si, ■:Al₆Mn, ▲:K_β.

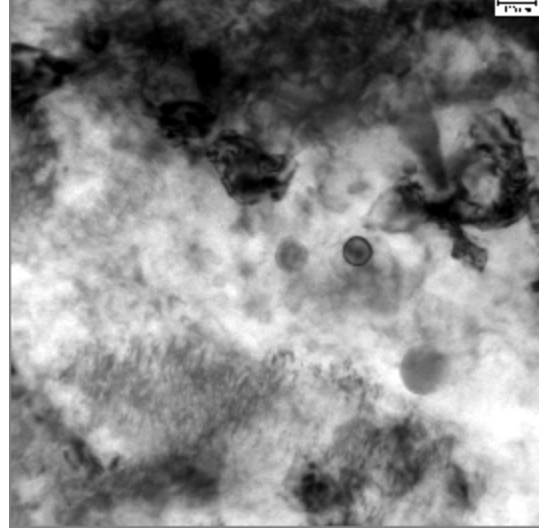
AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 200°C’de yapılan ısı işleminde 1 saat sonunda sertlikte %10’luk bir artış olmuştur (Şekil 7.33). Mikroyapıdan görüleceği üzere 200°C’de bile deformasyon yapısı korunmuştur (Şekil 7.36.a ve 7.36.b). Uzun taneler içerisinde yoğun dislokasyon yapısı vardır (Şekil 7.36.b). Daha yüksek büyütme yapıldığında uzun tanelerin sınırlarında nano boyutta Al₃(Zr,Sc) dipersoidleri tespit edilmiştir (Şekil 7.36.c ve 7.36.d). 200°C–1 saat sonunda sertliğin düşmemesi nano dispersoidlerin tane sınırlarının hareketlerinin engellemesi ile açıklanabilir.



Şekil 7.36 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem mikroyapısı.



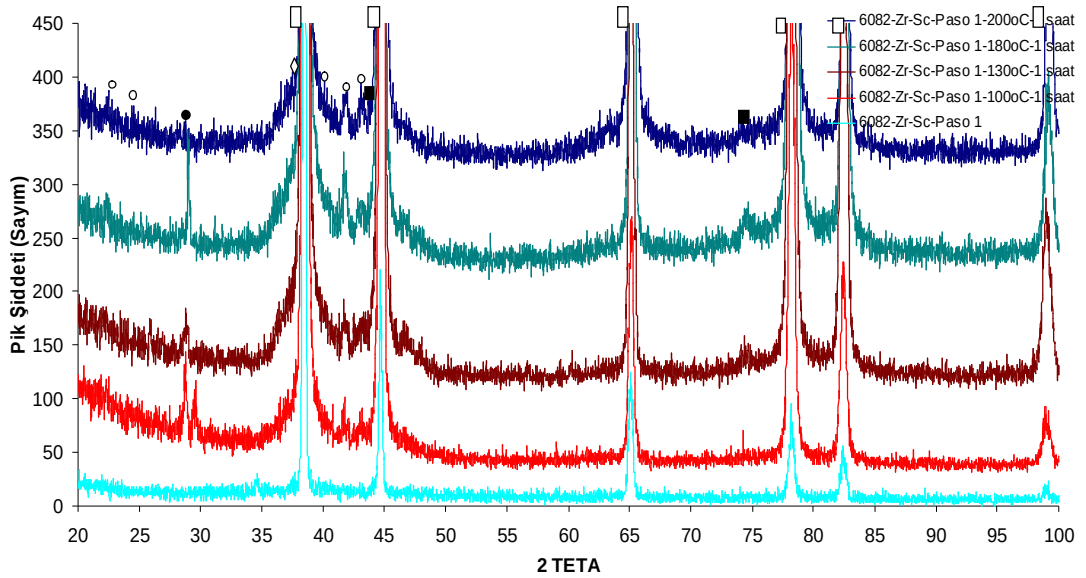
(c)X38.000



(d)X20.000

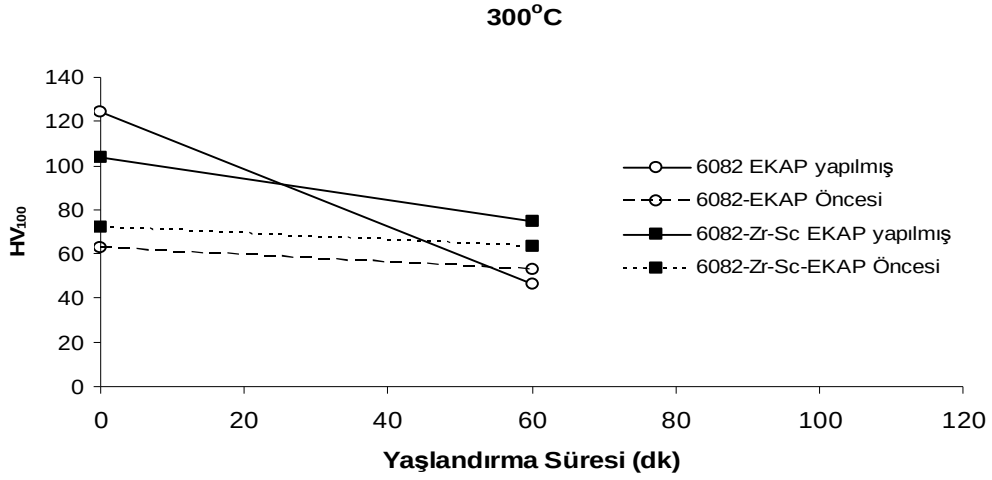
Şekil 7.36(devam): AA 6082-Zr-Sc alaşımların EAP 1. paso sonrası 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem mikro yapısı.

AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 200°C-1 saatte yapılan yaşlandırma ısı işlemi sonrası XRD eğrisi Şekil 7.37’de verilmiştir. Diğer sıcaklıklarda olduğu gibi yapıda silisyum, α_c -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si ve Al₆Mn fazları tespit edilmiştir.



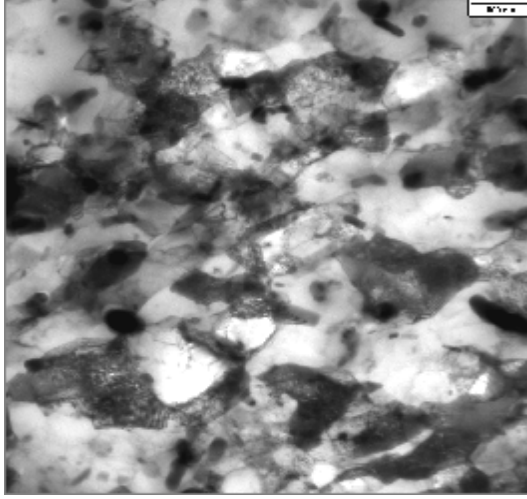
Şekil 7.37 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EAP 1. paso sonrası 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem XRD eğrisi; $\circ$: α_c -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, $\square$: α -Al, $\bullet$:Si, $\diamond$:Al₃(Zr,Sc), $\blacksquare$:Al₆Mn.

EKAP 1. paso sonrasında yapılan yaşlandırma ısı işlemlerinde son olarak 300°C’de ısı işlem yapılmıştır. AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının sertliğinin 300°C’deki yaşlandırma süresine bağlı olarak değişimi Şekil 7.38’de verilmiştir.

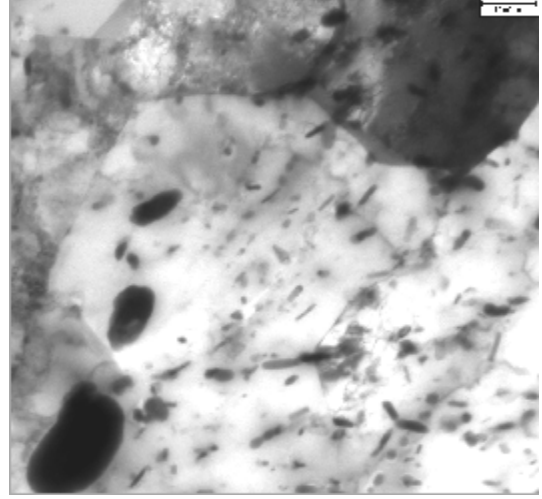


Şekil 7.38 : EKAP 1. pası sonrası 300°C’de yaşlanma ısıl işlemine tabi tutulmuş AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının sertliğinin yaşlanma süresine bağlı olarak değişimi.

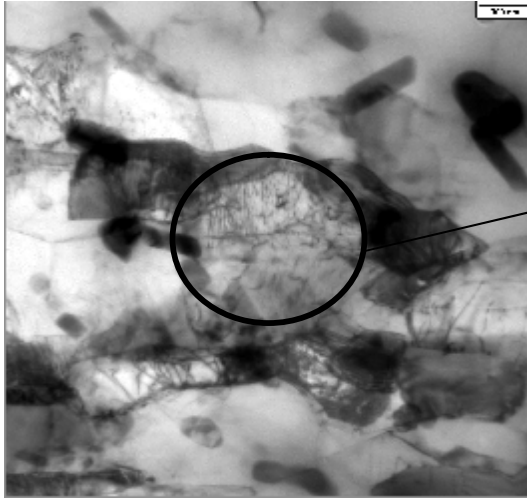
Şekil 7.38’den görüleceği üzere hem EKAP işlemi görmüş hem de EKAP işlemi görmemiş numunelerin sertlikleri 300°C’de yapılan yaşlandırma ısıl işlemi sonunda hızlı bir şekilde azalmıştır. 1 saatlik yaşlandırma ısıl işlemi sonunda AA 6082 alaşımının sertliği 45HV’e kadar azalmıştır. Bunun yanında aynı alaşımın EKAP işlemi görmemiş halinin 1 saat sonundaki sertliği 55 HV’dir. AA 6082-Zr-Sc alaşımının sertliğinde de bir azalma meydana gelmiştir. 1 saat sonunda sertlik 75 HV’e gerilemiştir. EKAP işlemi görmemiş numunenin sertliği ise 65 HV’e gerilemiştir. Alaşımların sertlik düşüşlerindeki farklılık sadece yeniden kristalleşme/toparlanma hızlarının birbirinden farklı olması ve çökelti oluşumu ile açıklanabilir. Şekil 7.39’de AA 6082 alaşımının 300°C–1 saat yaşlanma ısıl işlemi sonundaki mikroyapıları verilmiştir.



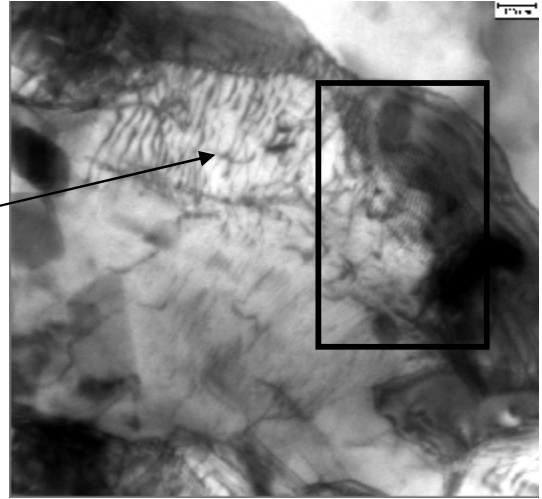
(a)X3.800



(b)X2.750



(c)X8.800

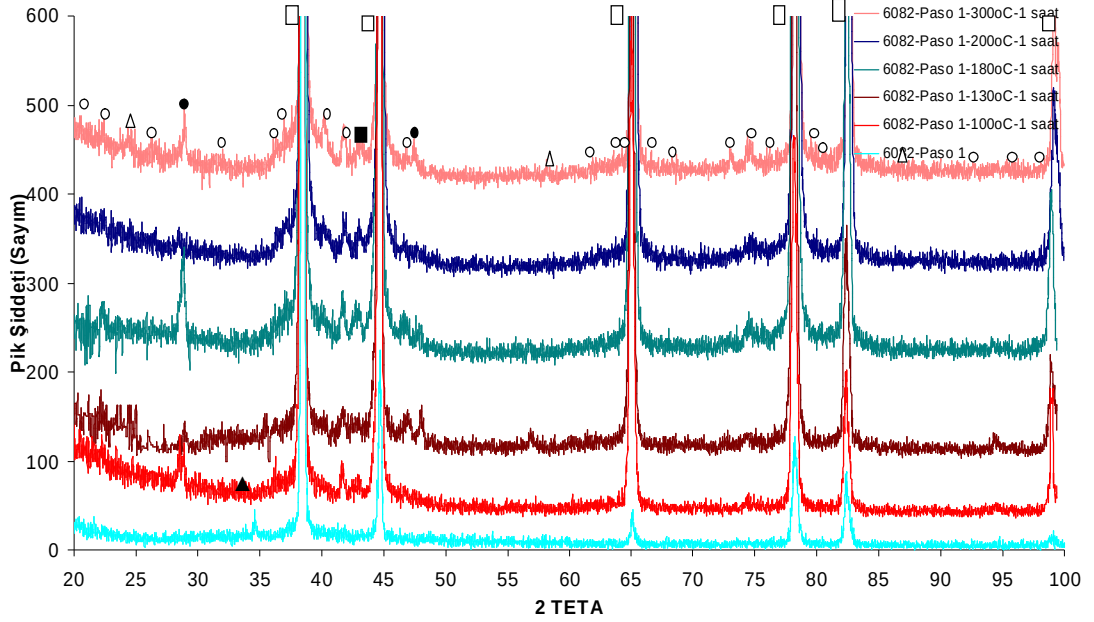


(d)X15.000

Şekil 7.39 : AA 6082 alaşımların EKAP 1. paso sonrası 300°C–1 saat yaşlandırma ısıtma işlemi mikroyapısı.

AA 6082 alaşımında yüksek sıcaklığın etkisiyle EKAP yapısı hızlı bir şekilde bozulmuş olup yeniden kristalleşme başlamıştır. (Şekil 7.39a). Yeniden kristalleşmiş yapıdaki tane boyutu yaklaşık 1-2 μm arasındadır. Yapıda çökelten küresel kaba partiküllerin (yaklaşık 1 mikron boyutlarında) silisyum oldukları düşünülmektedir (Şekil 7.39b). Tane sınırlarında da ince küresel çökeltiler görülmüştür. Şekil 7.39c’de belli bir düzene girmiş dislokasyonlar da görülmektedir. Bu durum toparlanmanın bir aşaması olarak açıklanabilir. Aynı mikroyapıda TEM’de yüksek büyütme incelemesinde dislokasyonlarla etkileşim halinde olan küçük küresel ve iğnesel çökeltiler görülmüştür (Şekil 7.39d).

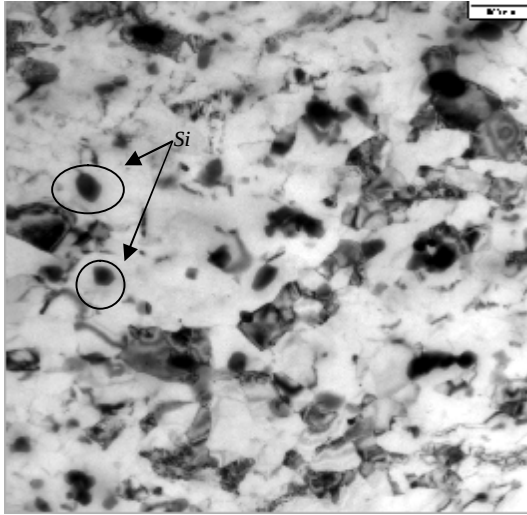
300°C–1 saat yaşlandırma ısıt işlemleri sonunda yapının ana fazlarını, α -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, β -(Mg₂Si) ve silisyum çökeltileri oluşturmaktadır (Şekil 7.40. XRD analizi eğrileri TEM bulgularıyla paralellik göstermektedir.



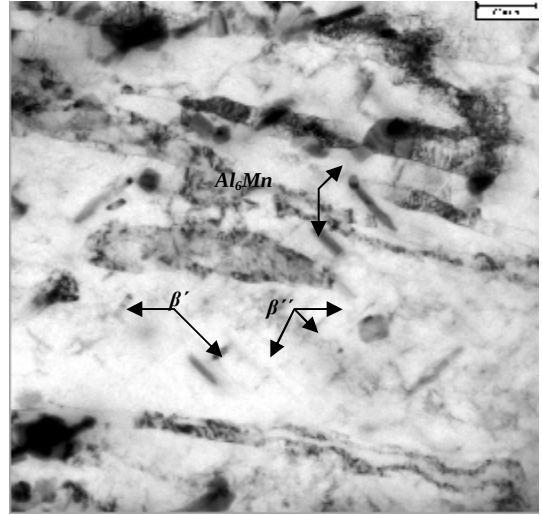
Şekil 7.40 : AA 6082 alaşımların EKAP 1. pası sonrası 300°C–1 saate yapılan XRD eğrisi. ○: α -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, □: α -Al, ●: Si, △: Mg₂Si, ■: Al₆Mn, ▲: K β .

AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 300°C'deki yaşlanma ısıt işlemleri sonrasında mikroyapısında hem yeniden kristalleşmiş taneler hem de deformasyon sonrası oluşan uzamış taneler gözlemlenmiştir (Şekil 7.41 a ve b). Yeniden kristalleşen tane boyutu yaklaşık 600-800 nm arasındadır. Mikroyapıda kaba silisyum partiküllerinin yanı sıra iğnesel β'' ve çubuk formda oluşan β' çökeltiler görülmüştür. Mn esaslı dispersoidler hem tane içerisinde hem de tane sınırlarına çökerek tane büyümesini engellemişlerdir.

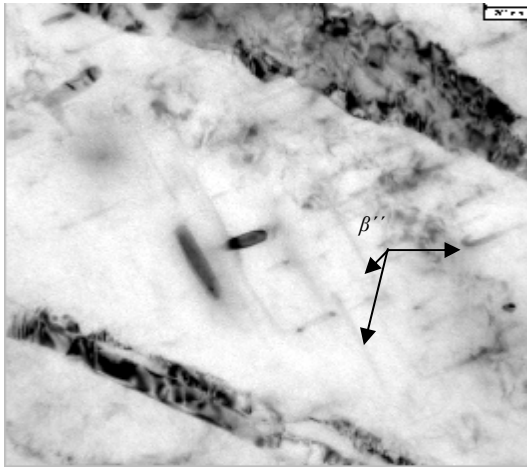
Yukarıda bahsedildiği gibi yapıda aynı zamanda uzamış taneler tespit edilmiştir (Şekil 7.41b.) Bu taneler üzerinde daha ayrıntılı yapılan incelemede tane sınırlarında çökelmiş 40-50 nm büyüklüğünde çökeltiler görülmüştür (Şekil 7.41b ve e). Tane sınırlarında bulunan bu dispersoidler tane büyümesini engelleyerek yüksek sıcaklıkta malzemenin yeniden kristalleşmesini engellemektedirler. Şekil 7.41h'da toparlanma yapısı görülmektedir.



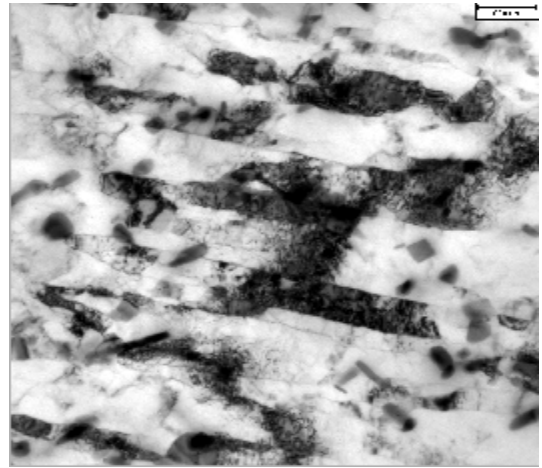
(a)X3.800



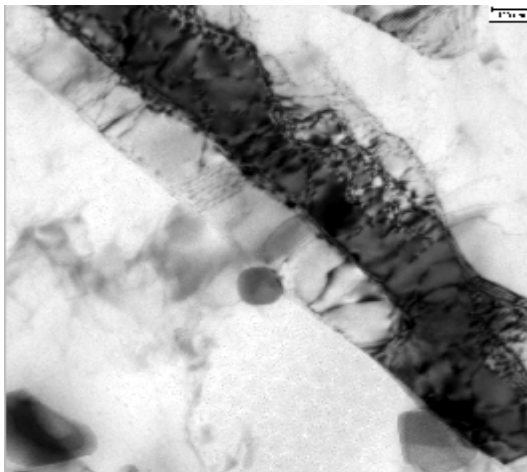
(b)X5.000



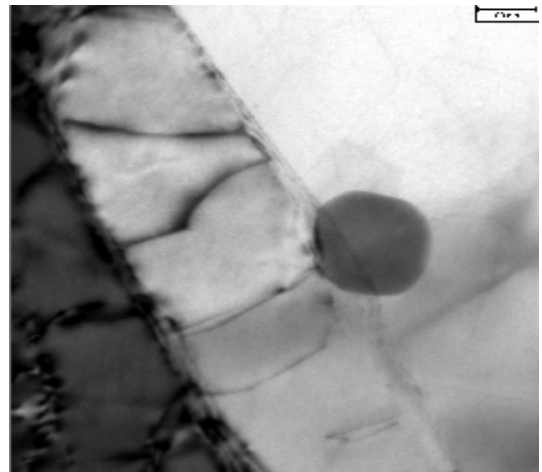
(c)X11.500



(d)X5.000

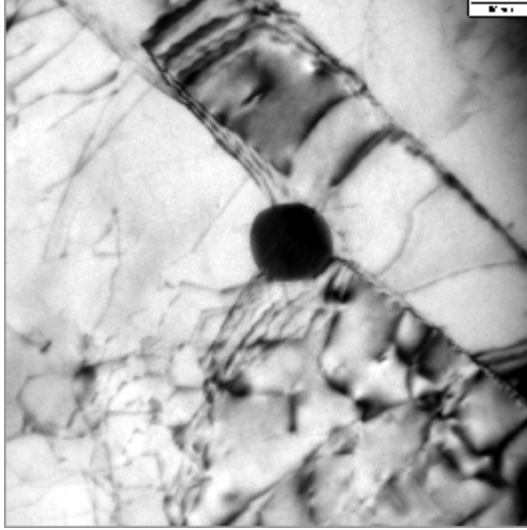


(e)X20.000

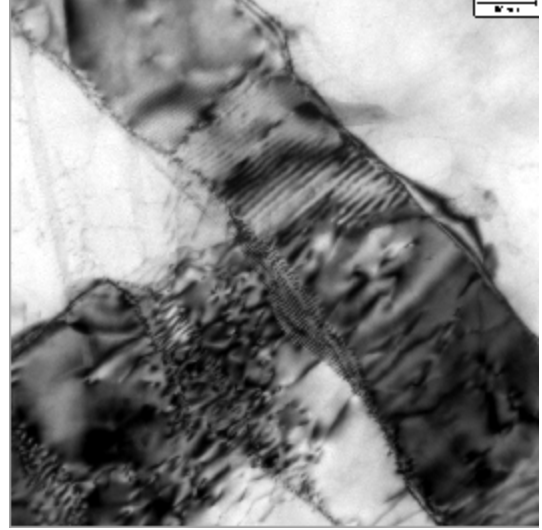


(f)X50.000

Şekil 7.41 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 1. paso sonrası 300°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi TEM mikro yapısı.



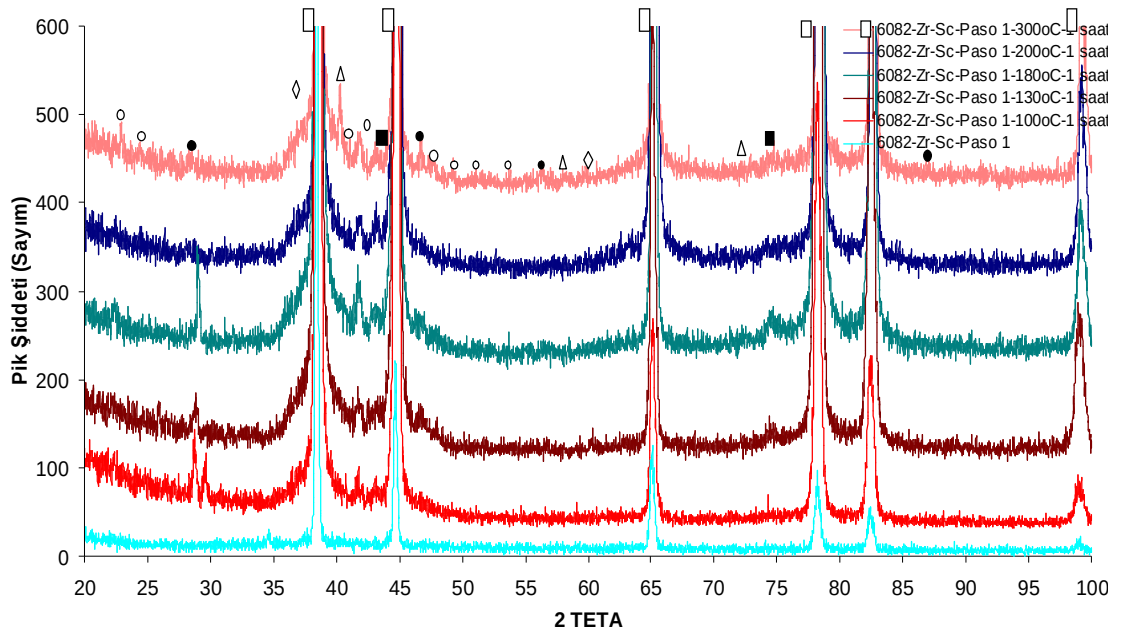
(g)X38.000



(h)X38.000

Şekil 7.41(devam) : AA 6082-Zr-Sc alaşımların EKAİ 1. paso sonrası 300°C–1 saat yaşlandırma ısıı işlem TEM mikro yapıı.

Şekil 7.42’de 300°C–1 saat yaşlandırma ısıı işlemi görmüş AA 6082-Zr-Sc alaşımlarına ait XRD eğrisi görölmektedir. Silisyum çökeltisine ait pik şiddeti düşmüştür. TEM mikroyapılarında görölen Mg₂Si çökelti oluşumu, yapıdaki serbest silisyum ile Mg’un birleştğini, bunun sonucu olarak yapıdaki konsantrasyonlarının azalması nedeni ile XRD diyagramında Si pik şiddetinin düştüğü düşünölmektedir.

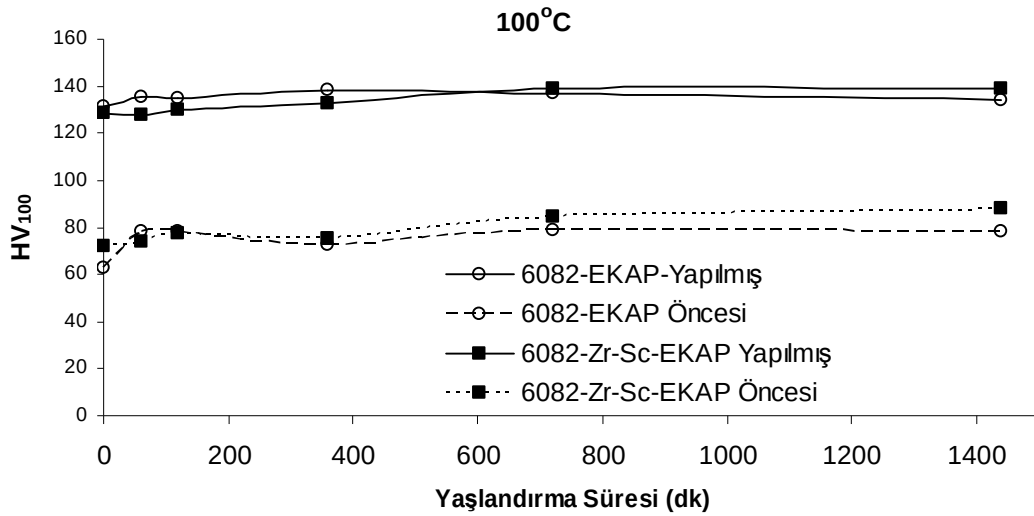


Şekil 7.42 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAİ 1. paso sonrası 300°C–1 saat yaşlandırma ısıı işlem XRD eğrisi; ○:α-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, □:α-Al, Δ:Mg₂Si, ●:Si, ◇:Al₃(Zr,Sc), ■:Al₆Mn.

7.3.2 EKAP 4. paso sonrası yaşlandırma ısıl işlemleri

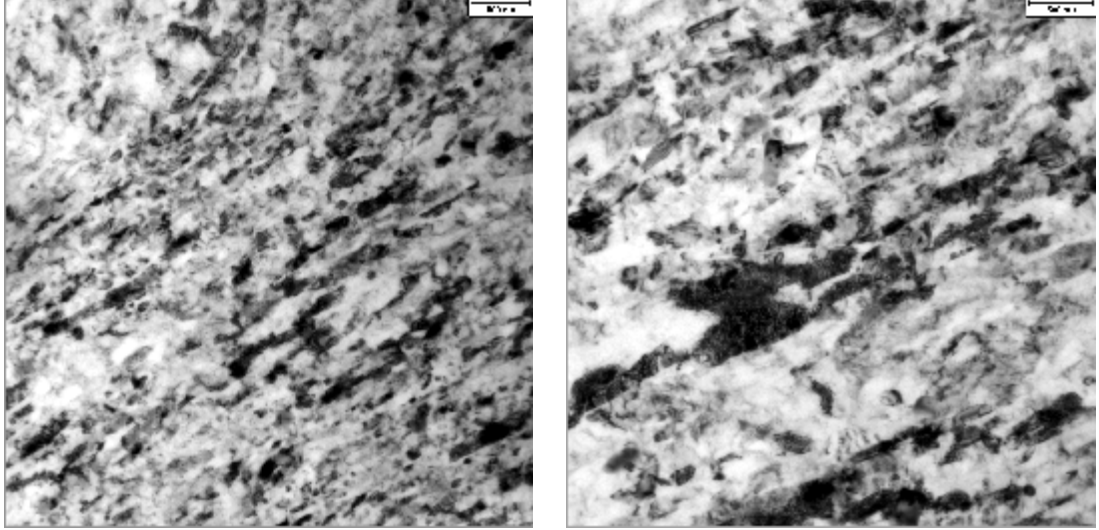
EKAP 1. paso sonrasında yapılan yaşlandırma ısıl işlemlerinden sonra aynı sıcaklık ve sürelerde EKAP 4. paso sonrasında yaşlandırma ısıl işlemleri yapılmıştır.

AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrasında 100°C de yapılan yaşlandırma ısıl işlemi sonucunda sertlikte meydana gelen değişim Şekil 7.43’de verilmiştir.



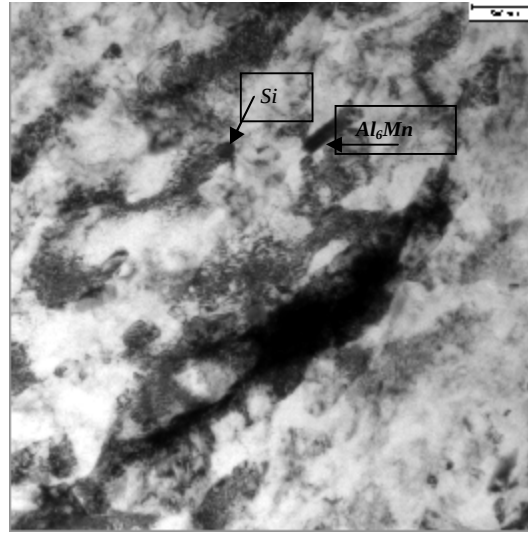
Şekil 7.43 : EKAP 4. paso sonrası 100°C’de yaşlanma ısıl işlemine tabi tutulmuş AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının sertliğinin yaşlanma süresine bağlı olarak değişimi.

100°C’de yapılan yaşlandırma ısıl işlemlerinde her iki alaşımda sertliği yaşlandırma süresinin artmasıyla artmaktadır. AA 6082 alaşımlarının 24 saat (1440 dk) sonundaki sertliği 138 HV’dir. EKAP 4. paso işleminde 24 saat yaşlandırma ısıl işlemi sonunda sertlikteki artışı %5 kadardır. AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 24 saat sonundaki sertliği 140 HV değerine ulaşmıştır. Ticari alaşımlara yapılan T6 ısıl işlemleri ile kıyaslandığında, yaklaşık %40 kadar bir artış söz konusudur. Kısa yaşlandırma sürelerinde sıcaklığın mikroyapıya etkilerini görebilmek amacıyla TEM çalışması yapılmıştır. Şekil 7.44’de AA 6082 alaşımlarının 100°C–1 saat sonundaki mikroyapısı gösterilmiştir.



(a)

(b)

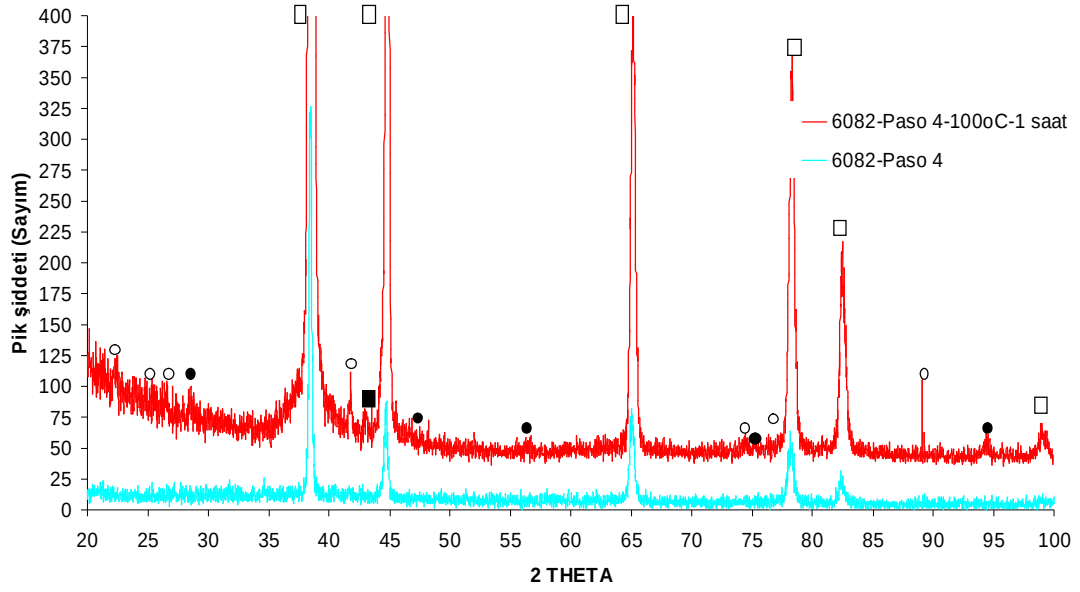


(c)

Şekil 7.44 : AA 6082 alaşımların EKAP 4. paso sonrası 100°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem mikro yapısı.

Şekil 7.44'den görüleceği üzere deformasyon yapısı korunmaktadır. EKAP 4. pasodan sonra düşük sıcaklıkta yapılan ısı işlem çökelti oluşumuna ya da yeniden kristalleşmeye neden olacak itici gücü sağlayamamıştır. Sertlik eğrisinde belirgin bir artışın olmamasını bu şekilde açıklamak mümkündür. Yapıda sadece çok az oranda silisyum çökeltileri ve Mn esaslı çökelti tespit edilmiştir.

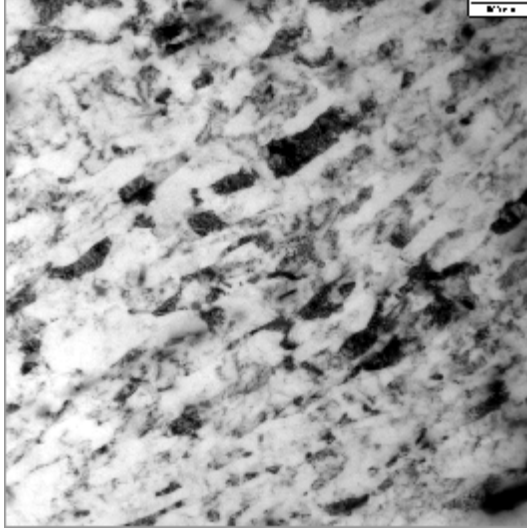
EKAP 4. paso sonrası 100°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi görmüş, AA 6082 alaşımlarının XRD eğrisi Şekil 7.45'de verilmiştir.



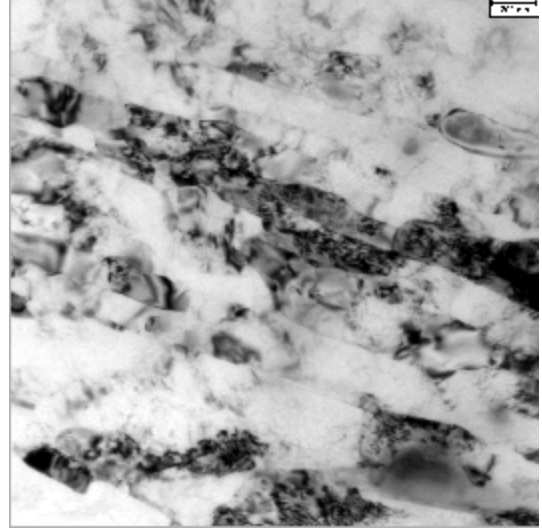
Şekil 7.45 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 100°C–1 saat yaşlandırma ısıl işlem XRD eğrisi; ○:α_c-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, □:α-Al, ●:Si, ■:Al₆Mn.

Şekil 7.44’deki TEM mikroyapılarından görüleceği üzere, 100°C–1 saat yaşlandırma sonrasında çok az çökelti oluşumu meydana geldiğinden X-ışınları eğrisinde de az sayıda çökelen silisyum ve Al₆Mn esaslı çökeltilerin pik şiddetleri oldukça düşük seviyede kalmıştır. EKAP 4. paso sonrasında çok düşük seviyelere inen α-Al pik şiddetlerinde yaşlanma ısıl işlemi sonrasında önemli bir artış meydana gelmiştir. Bu durum, azda olsa kristal kafeste oluşan distorsiyonun kaybolduğu ya da toparlanmanın başlaması şeklinde açıklanabilir.

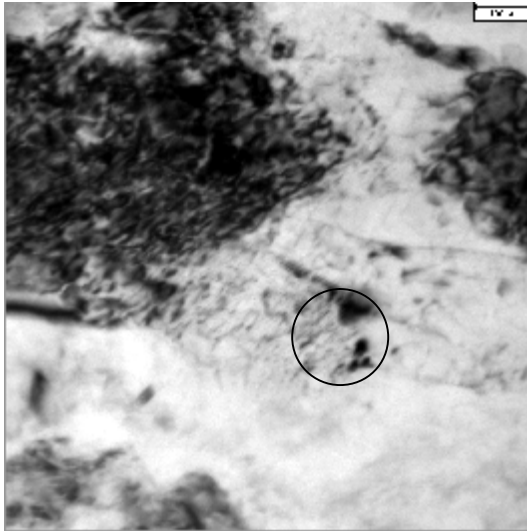
AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 100°C–1 saat yaşlandırma ısıl işlem sonrası mikroyapısı Şekil 7.46’de verilmiştir. AA 6082-Zr-Sc alaşımında da AA 6082 alaşımına benzer şekilde deformasyon yapısı bozulmamıştır.



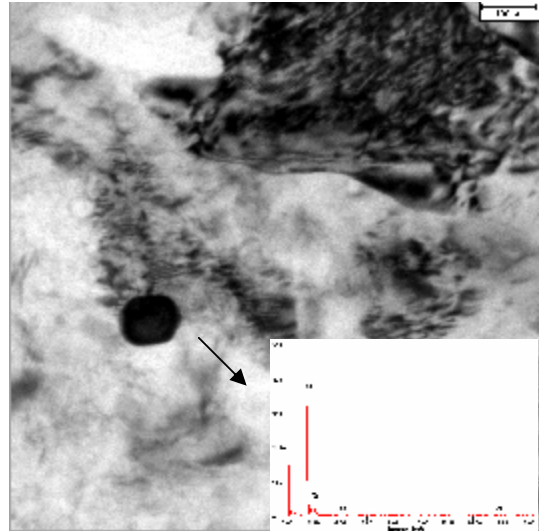
(a)



(b)



(c)

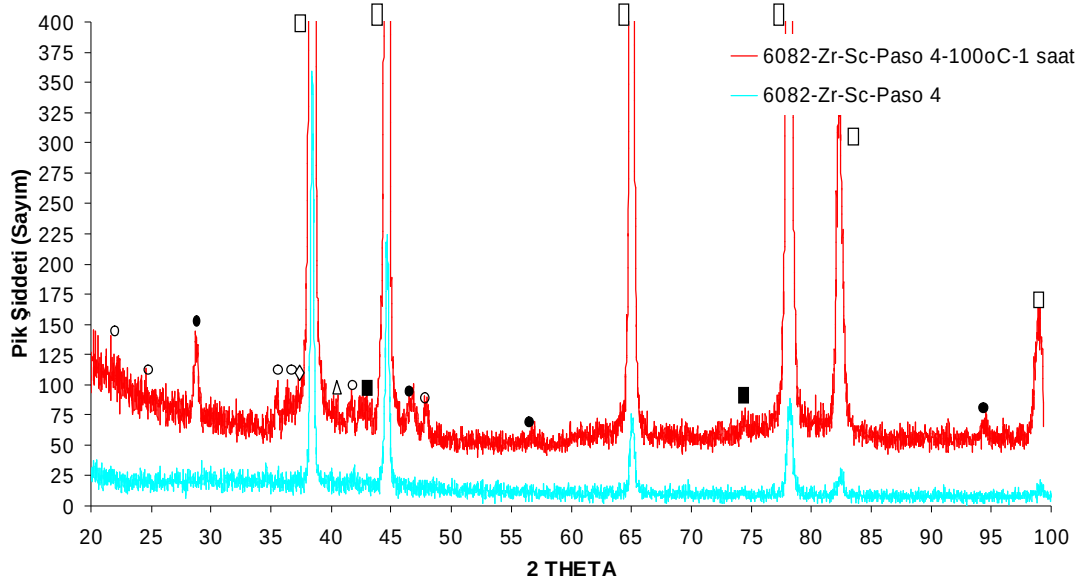


(d)

Şekil 7.46 : AA 6082-Zr-Sc alaşımların EAP 4. paso sonrası 100°C–1 saat yaşlandırma ısıl işlem mikro yapısı.

Şekil 7.46c’de dislokasyonlar ile etkileşim halinde olan çok küçük çökeltiler görülmektedir. Bu çökeltilerin statik yaşlanma ısıl işleminde çökelen partiküllerdir. Bununla birlikte 7.46 d’de ise dislokasyon kümesinin hemen yanında çökelen 60-80 nm büyüklüğündeki çökeltinin $Al_3(Zr,Sc)$ dispersoidi olduğu EDS analizlerinden tespit edilmiştir (Şekil 7.46d).

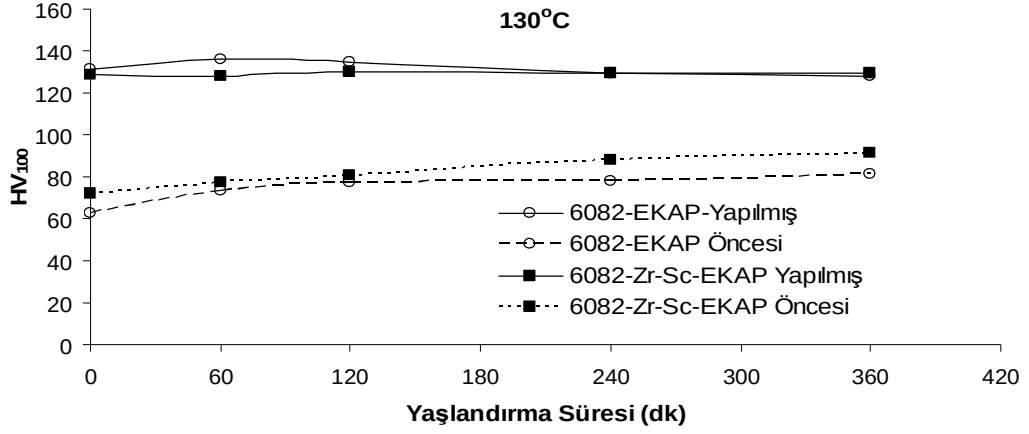
Şekil 7.47’de AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 100°C–1 saat yaşlandırma ısıl işlemi sonrası XRD eğrisi verilmiştir.



Şekil 7.47 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 100°C–1 saat yaşlandırma ısıl işlem XRD eğrisi; ○:α_c-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, □:α-Al, ●:Si, ◇:Al₃(Zr,Sc), ■:Al₆Mn.

AA 6082 alaşımlarının XRD sonuçlarına benzer şekilde ilk olarak göze çarpan α-Al'e ait pik şiddetlerindeki artış olmuştur. Yapıdaki baskın çökelti fazı silisyum ve α_c-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si fazıdır.

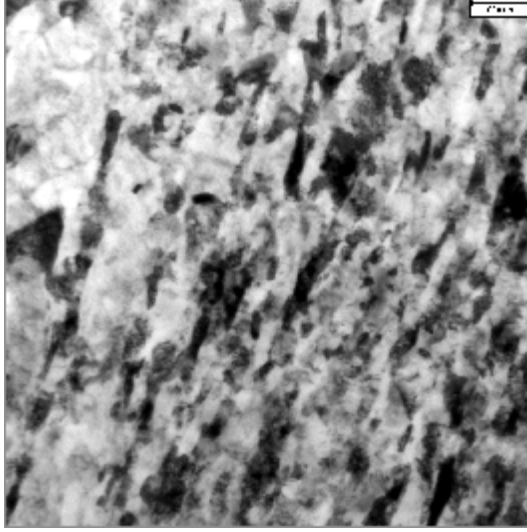
Yaşlandırma ısıl işlem sıcaklığının 100°C'den 130°C'a artmasıyla birlikte AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının sertlik davranışlarında belirgin bir değişim olmamıştır. AA 6082 alaşımlarının sertliği kısa yaşlanma sürelerinde çok az artış gösterirken artan yaşlandırma süresi ile azalmaya başlamıştır. Kısa sürelerde bir çökelti oluşumundan bahsetmek mümkündür. Artan sürelerde sertliğin azalmasını ise toparlanma/yeniden kristalleşmenin başlaması olarak yorumlanabilir. AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının sertliği ise yaşlanma süresiyle birlikte değişmemiş, sabit olarak kalmıştır (Şekil 7.48).



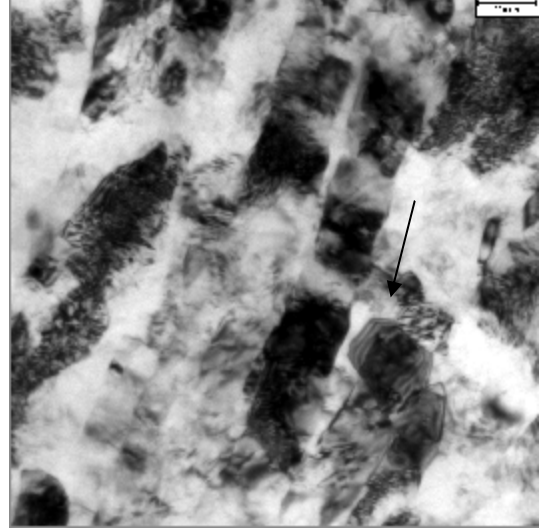
Şekil 7.48 : EKAP 4. paso yapılmış AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımının 130°C’de yapılan yaşlandırma ısı işlemi ile sertliğinin zamana bağlı olarak değişimi.

Kısa sürelerde yaşlanma ısı işleminin etkilerini görmek amacıyla 130°C–1 saat yaşlanma ısı işlemi görmüş AA 6082 alaşımının mikroyapısı incelenmiştir (Şekil 7.49).

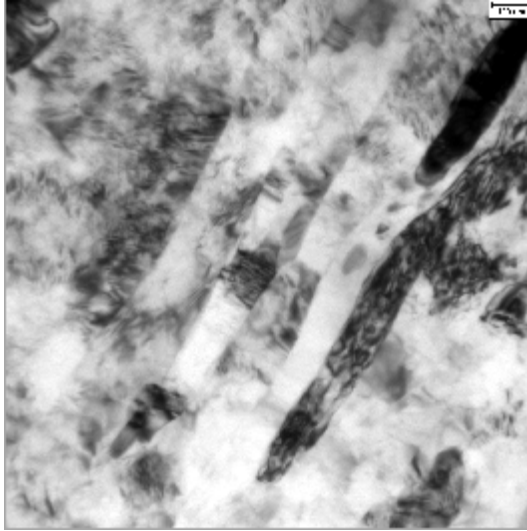
Alaşımın genel görüntüsü deformasyon yapısının bozulmadığını işaret etmektedir (Şekil 7.49a). TEM’de yüksek büyütme incelemeleri ise uzamış taneler içerisinde toparlanmanın başladığını azda olsa yeniden kristalleşmiş tanelerin varlığını göstermiştir (Şekil 7.49b).



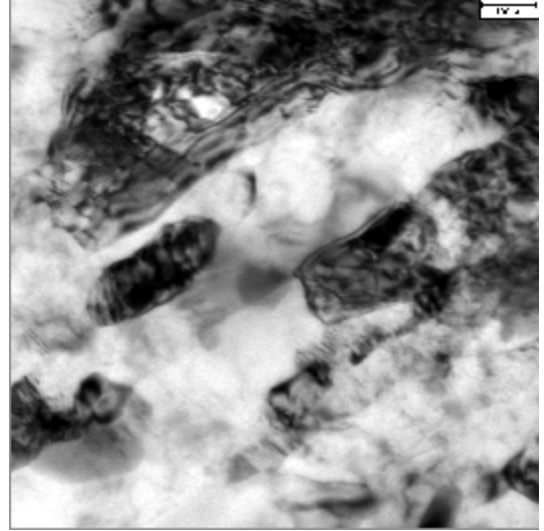
(a)



(b)



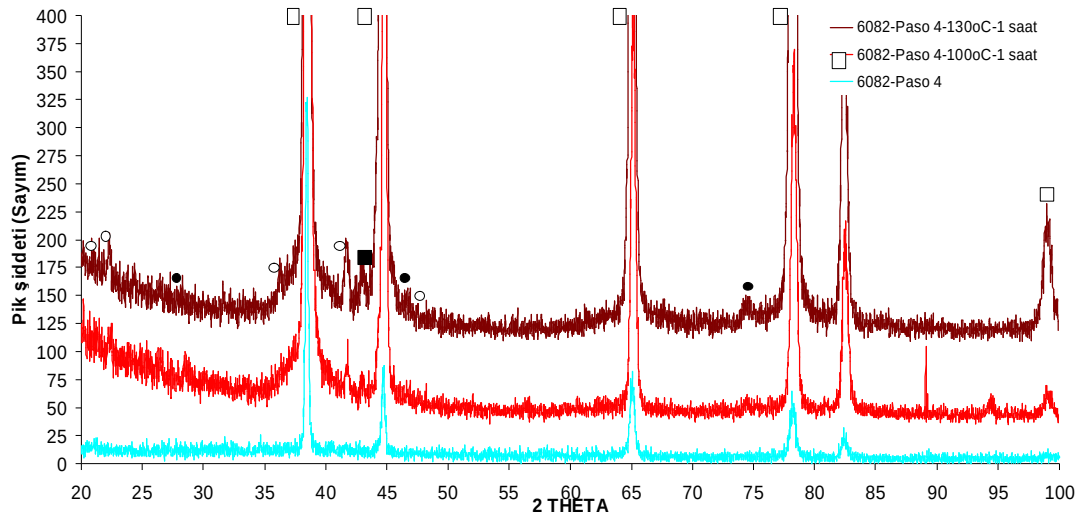
(c)



(d)

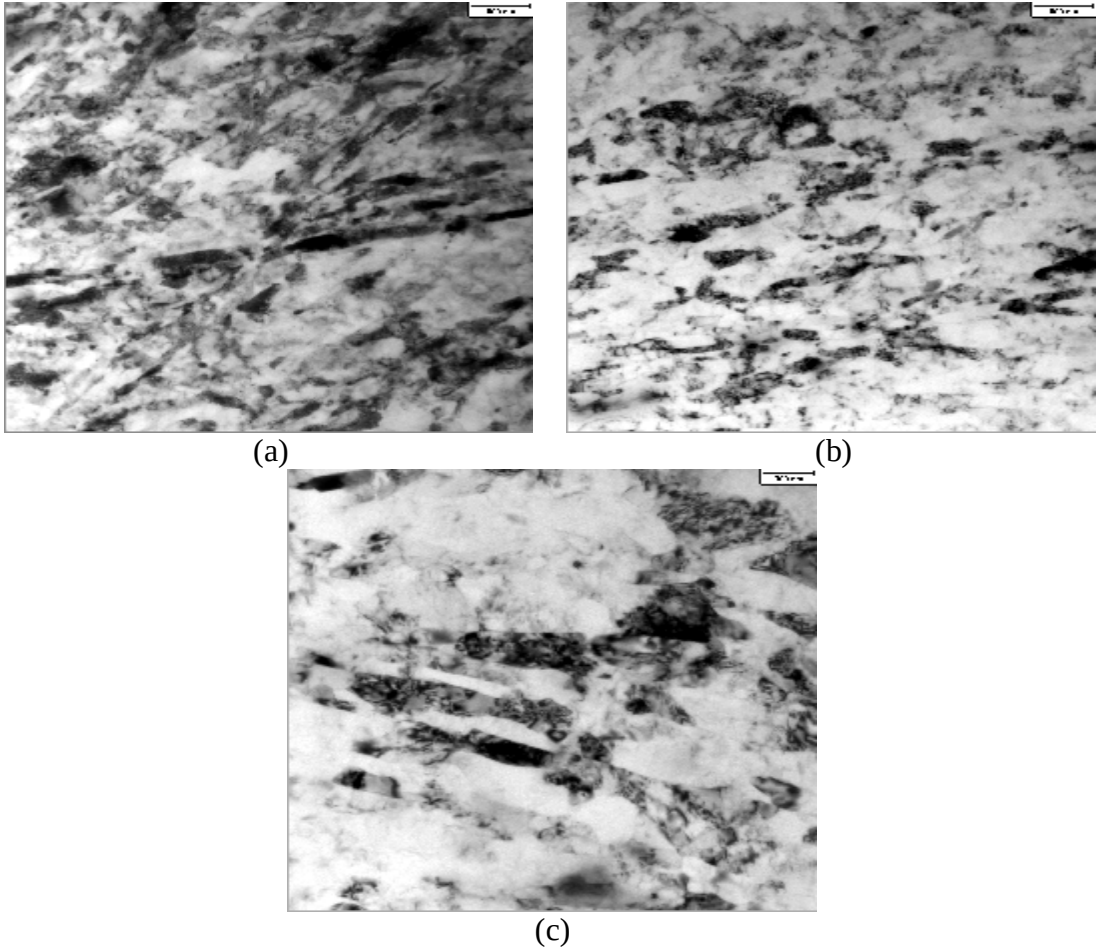
Şekil 7.49 : AA 6082 alaşımlının EKAP 4. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısııl işlem mikro yapısı.

AA 6082 alaşımlının detaylı TEM incelemesinde yoğun bir çökelti oluşumuna rastlanmamıştır. XRD analizinden de bu durum anlaşılmaktadır (Şekil 7.50). Yapının mukavemetine pozitif yönde etki sağlayacak bir çökelti oluşmaması ve yeniden kristalleşmenin de çok etkili olmamasından dolayı sertlikte bir değişiklik olmamıştır.



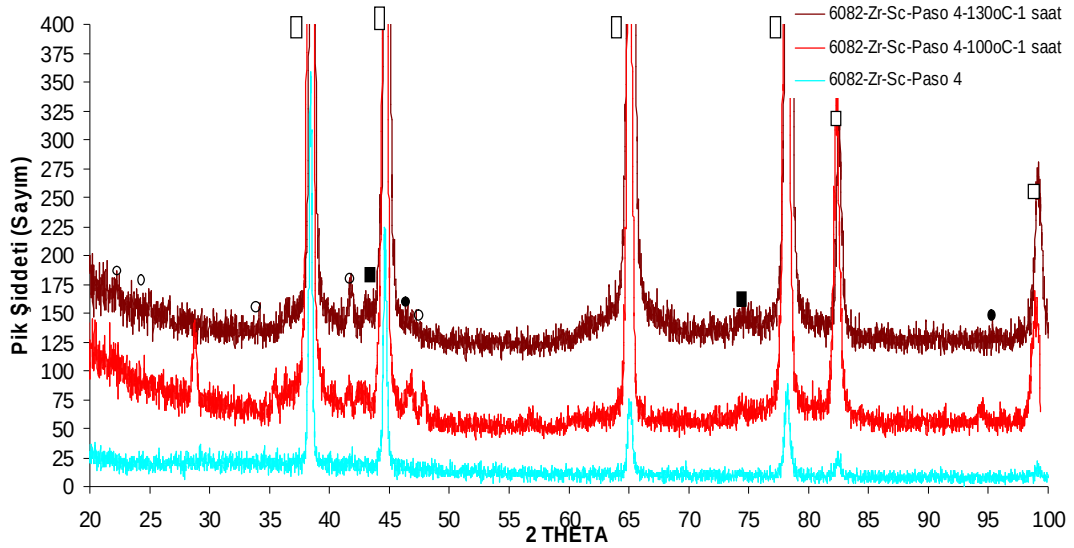
Şekil 7.50 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısıtıl işlem XRD eğrisi; ○:α_c-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, □:α-Al, ●:Si, ■:Al₆Mn.

AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası yapılan 130°C–1 saat yaşlandırma ısıtıl işlem mikro yapısı Şekil 7.51’de verilmiştir.



Şekil 7.51 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 130°C–1 saat yaşlandırma ısıtıl işlem mikro yapısı.

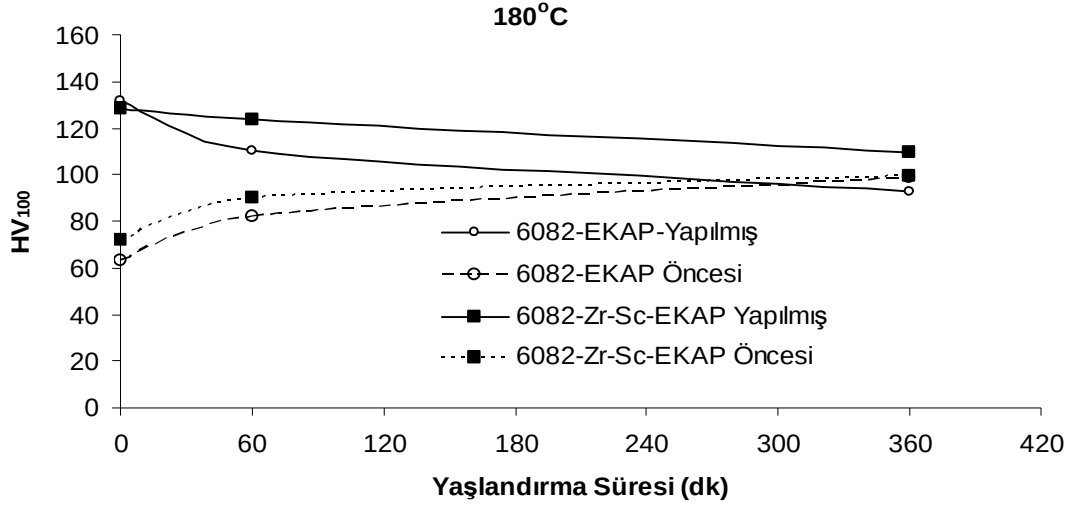
AA 6082-Zr-Sc alařımında EKAP 4. paso sonrası oluřan bandımsı yapı bozulmamıřtır (řekil 7.51). 130°C–1 saat yařlandırma ısııl iřlemi yapıda herhangi bir deęiřiklięe neden olmamıřtır. XRD sonuçları da benzer özellikleri gstermektedir. Yapılan yařlandırma sonunda yapıda herhangi bir kelti oluřumu meydana gelmemiřtir. Baskın intermetalik faz α_c -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si’dir (řekil 7.52).



řekil 7.52 : AA 6082-Zr-Sc alařımının EKAP 4. paso sonrası 130°C–1 saat yařlandırma ısııl iřlem X-ıřını eęrisi; ○: α_c -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, □: α -Al, ●: Si, ■: Al₆Mn

EKAP 4. paso sonrası yapılan yařlandırma ısııl iřleminde sıcaklık 130°C’den 180°C’ye ykseltildięinde sertlięin zamana baęlı olarak deęiřimi řekil 7.53’de verilmiřtir. 180°C’de yapılan yařlandırma ısııl iřlemlerinde AA 6082 alařımının sertlięi artan yařlandırma sresiyle birlikte azalmıřtır. Bařlangıta 130 HV olan sertlik, 6 saat sonunda 90 HV’e kadar gerilemiřtir. Bunun nedeni olarak toparlanma/yeniden kristalleřmeyi gsterebiliriz. Zr ve Sc ieren AA 6082-Zr-Sc alařımında AA 6082’ye benzer řekilde bir sertlik davranıřı vardır. Artan yařlandırma sresiyle birlikte sertlik azalmıřtır. Ancak sertlikteki dřř AA 6082 kadar hızlı olmamıřtır. AA 6082-Zr-Sc alařımının sertlięi 6 saat sonunda 105 HV deęerine gelmiřtir. Bu deęer AA 6082 grubu alařımların ticari uygulamalarda T6 ısııl iřleminde sonra ulařtıęı sertlikle hemen hemen aynıdır.

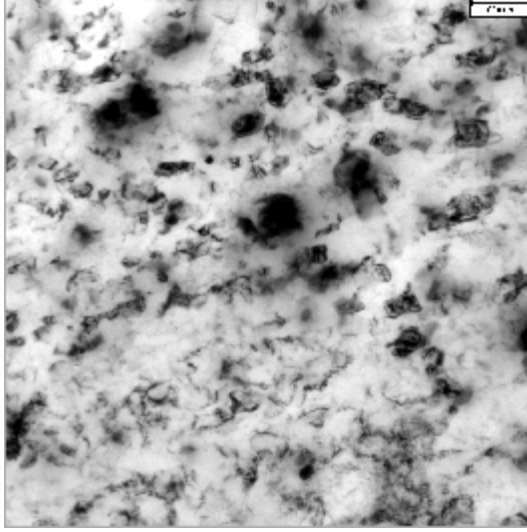
Zr ve Sc iermeyen AA 6082 alařımının 180°C–1 saat sonundaki mikro yapısına bakıldıęında yeniden kristalleřmenin bařladıęı grlmřtir (řekil 7.54).



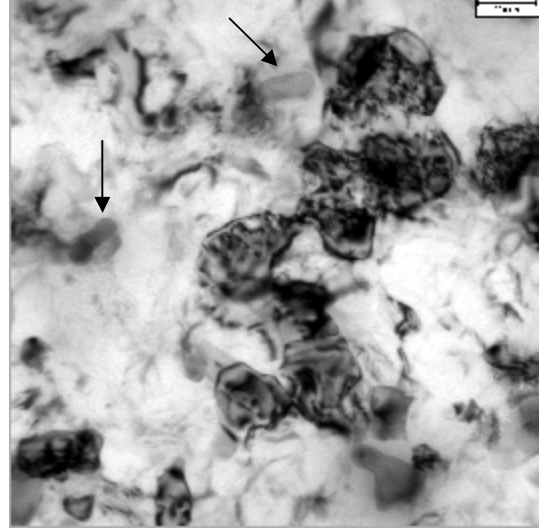
Şekil 7.53 :. EKAP 4. paso yapılmış AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarında 180°C yaşlandırma ısı işlemi sonrasında sertliğinin yaşlandırma süresine bağlı olarak değişimi.

Tane sınırlarına çökelmiş bazı Mn esaslı dispersoidler yeniden kristalleşmeyi ve tane büyümesini engelleyememişlerdir (Şekil 7.54b). Yeniden kristalleşmiş tane boyutu yaklaşık 0.6 µm olarak ölçülmüştür (Şekil 7.54b).

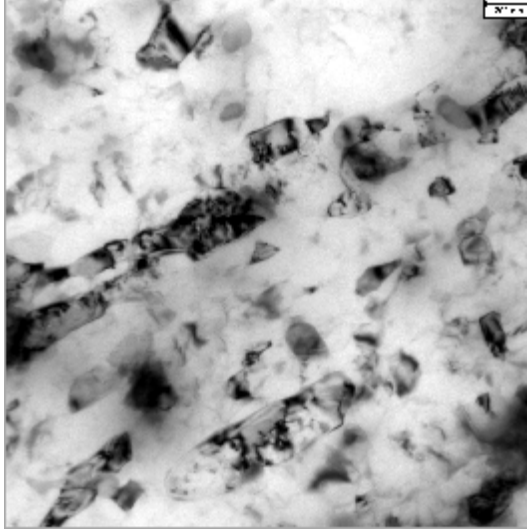
Şekil 7.54d’de görüldüğü gibi kaba küresel silisyum çökeltileri tane sınırlarında çökelmişlerdir. Şekil 7.55’de EKAP 4. paso sonrası 180°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi görmüş AA 6082 alaşımının XRD eğrisi görülmektedir. Çökelti oluşumu XRD eğrisinden daha iyi anlaşılmaktadır. TEM incelemesinde tespit edilen silisyum ve Mn esaslı dispersoidlere ait pikler görülmektedir. Mn esaslı dispersoidlerin oluşumu ve silisyumun çökmesi α_c -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si fazının mikroyapı içerisindeki konsantrasyonunu düşürdüğünden bu intermetalik faza ait pik şiddeti düşmektedir.



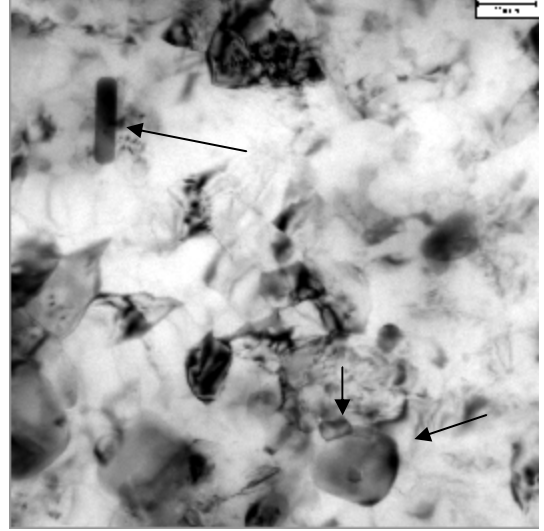
(a)



(b)



(c)



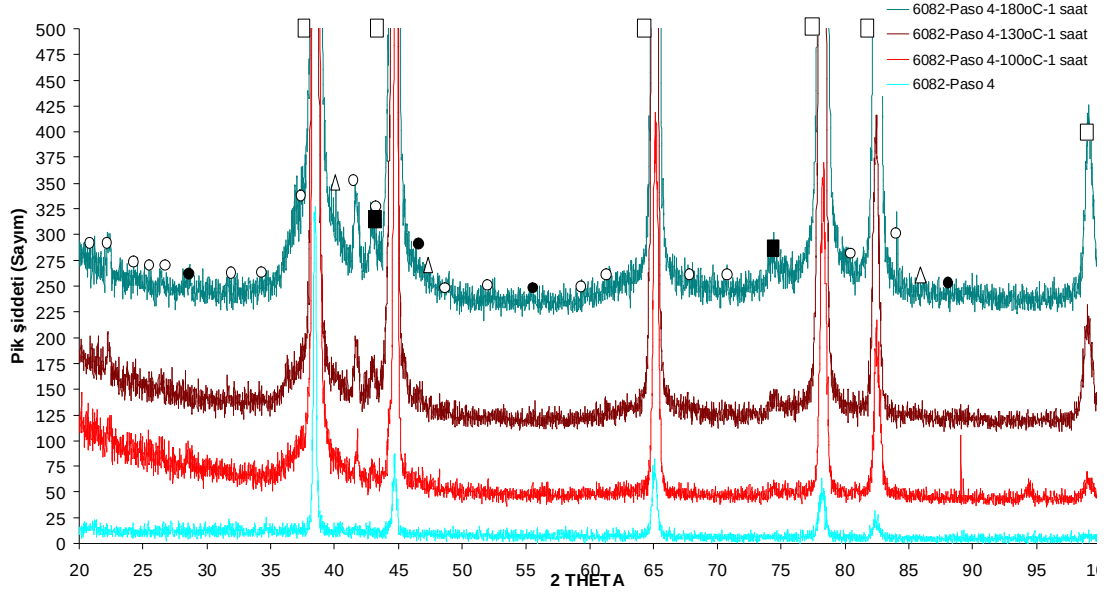
(d)

Şekil 7.54 : AA 6082 alaşımasının EKAP 4. paso sonrası 180°C–1 saat yaşlandırma ısıt işleminin mikroyapısı.

Çökelti oluşumunun yanı sıra α -Al ait pik şiddetleri de artmakta ve pik genişlikleri azalmaktadır.

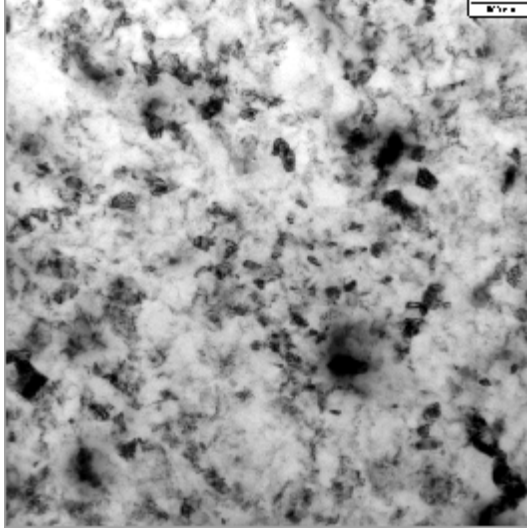
AA 6082-Zr-Sc alaşımında Şekil 7.53'den görüldüğü gibi yaşlandırma süresinin artmasıyla sertlik değeri düşmektedir. Şekil 7.56'de AA 6082-Zr-Sc alaşımasının EKAP 4. paso sonrası 180°C–1 saat yaşlandırma ısıt işleminin mikroyapısı verilmiştir.

Şekil 7.56'den görüleceği üzere mikroyapıda yeniden kristalleşmiş taneler görülmektedir. Ancak boyutları oldukça küçüktür. Ayrıca tane sınırlarında yaklaşık 40 nm boyutlarında $Al_3(Zr,Sc)$ çökeltiside görülmektedir (Şekil 7.56.c).

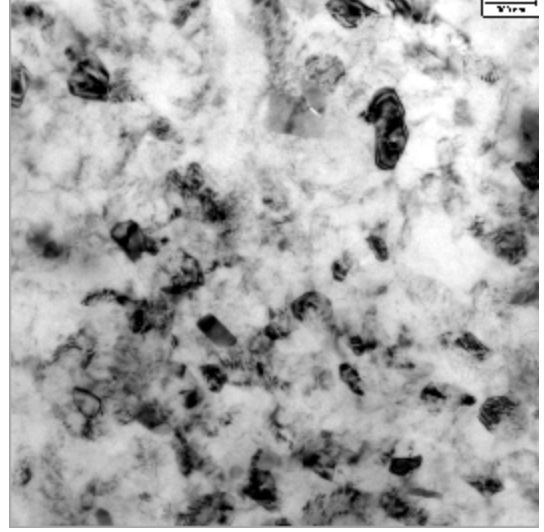


Şekil 7.55 : AA 6082 alaşımının EKAP 4. paso sonrası 180°C–1 saat yaşılandırma ısııl işlem X-ışını eğrisi; ○: $\alpha_c-Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$, □: $\alpha-Al$, ●: Si, △: Mg_2Si , ■: Al_6Mn ,

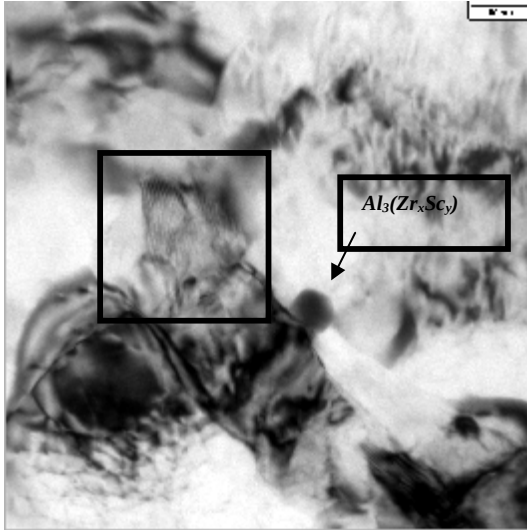
Tane sınırına çökelen nano boyuttaki dispersoid tane büyümesini engellemiştir. Şekil 7.56'de düzene girmiş(toparlanma) dislokasyonlar da görülmektedir. Burada toparlanmayı engelleyen $Al_3(Zr,Sc)$ çökeltisidir.



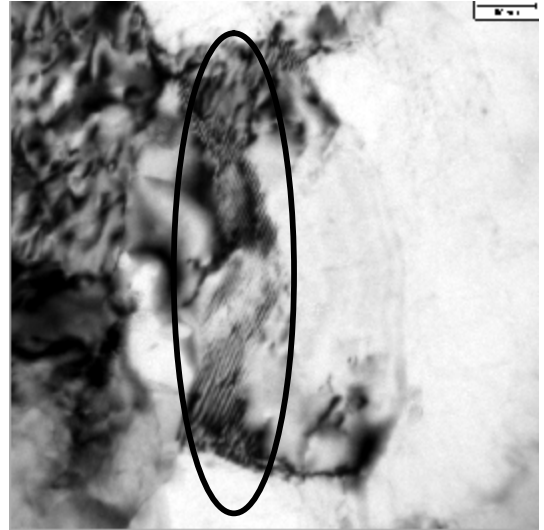
(a)



(b)



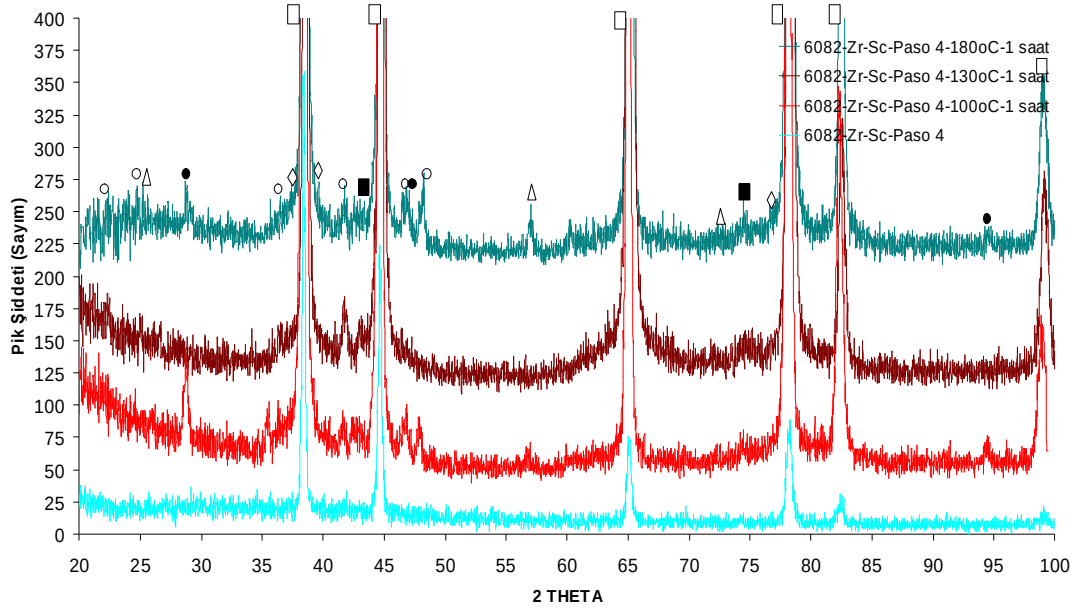
(c)



(d)

Şekil 7.56 :. AA 6082-Zr-Sc alaşıminın 180°C–1 saat yaşılandırma ısıı işlemler sonundakı mikroyapısı.

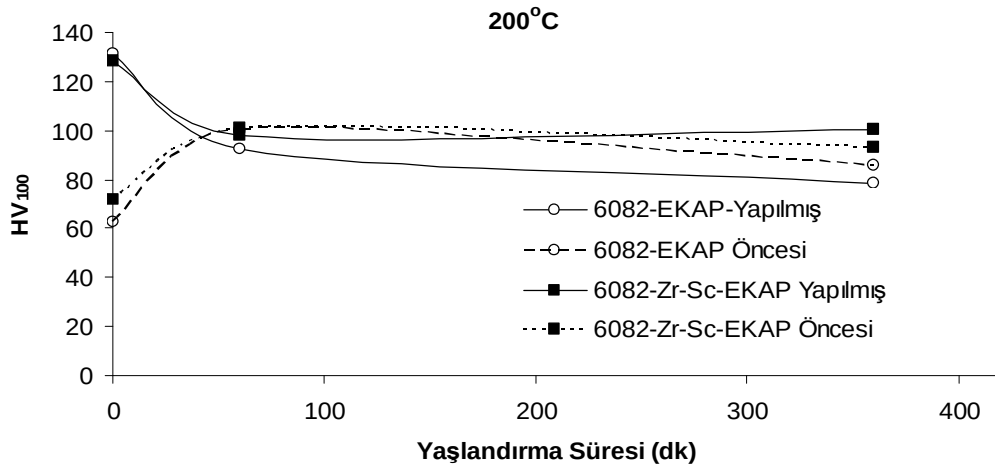
AA 6082-Zr-Sc alaşıminın EKAP 4. pası sonrası 180°C–1 saat yaşılandırma ısıı işlemler sonucunda faz dağılımını gösteren XRD eğrısı, daha düşük sıcaklıklarda yapılan yaşılandırma ısıı işlemler sonundakı XRD eğrileri ile birlikte Şekil 7.57’de gösterılmıştır.



Şekil 7.57 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 100°C ile 180°C arasındaki farklı sıcaklıklarda 1 saat yaşlandırma ısıtma işlemi XRD eğrisi; ○:α_c-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, □:α-Al, ●:Si, △:Mg₂Si, ■:Al₆Mn, ◇:Al₃(Zr,Sc)

180°C–1 saat yaşlandırma ısıtma işlemi sonrasında yapıda silisyum ve Al₆Mn çökeltilerinin oluştuğu görülmüştür.

Şekil 7.58’de AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 200°C yaşlandırma ısıtma işlemi sonunda sertliğinin zamana bağlı olarak değişimi verilmiştir.

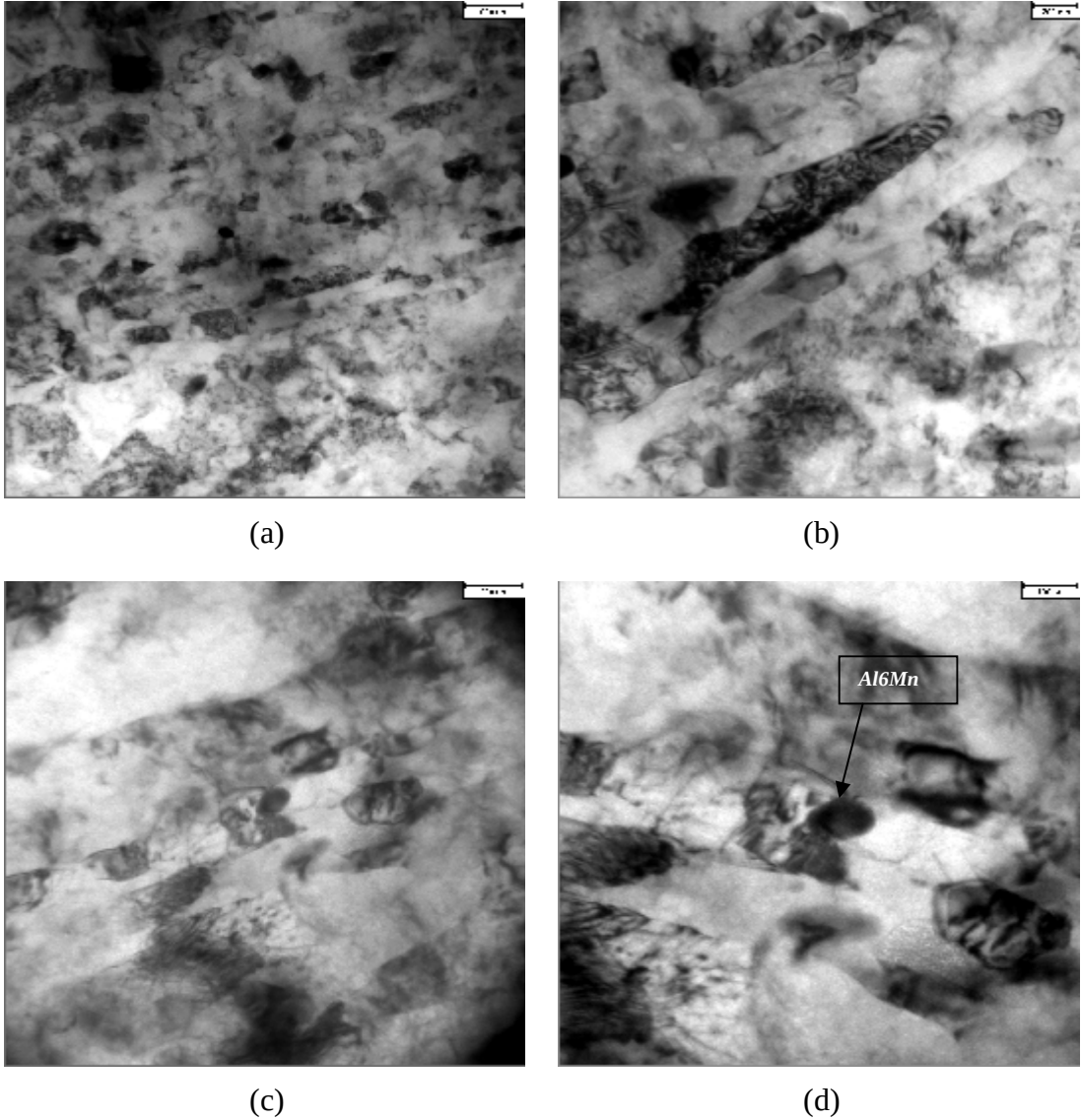


Şekil 7.58 : EKAP 4. paso yapılmış AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarında 200°C yaşlandırma ısıtma işlemi sonunda sertliğin yaşlandırma süresine bağlı olarak değişimi.

AA 6082 alaşımlarının 1 saat sonundaki yaşlandırma ısıtma işleminde sertliğinin hızlı bir şekilde düştüğü gözlemlenmiştir. Artan süreyle birlikte sertlikteki düşüş devam

etmiştir. 1 saat sonunda 90 HV olan sertlik 6 saat sonunda 75 HV'e gerilemiştir. Toparlanma/yeniden kristalleşme hızı çökelme hızından daha yüksek olduğundan sertlikteki düşüş hızlanmıştır. AA 6082-Zr-Sc alaşımında ise 1 saat sonunda sertlik 95 HV'e kadar gerilemiştir. Ancak artan yaşlanma süresiyle sertlikte azda olsa bir artış meydana gelmiştir. Kısa sürelerde tane büyümesi meydana gelmekle birlikte artan yaşlanma süresinde çökelti oluşumunun gerçekleştiği söylenebilir.

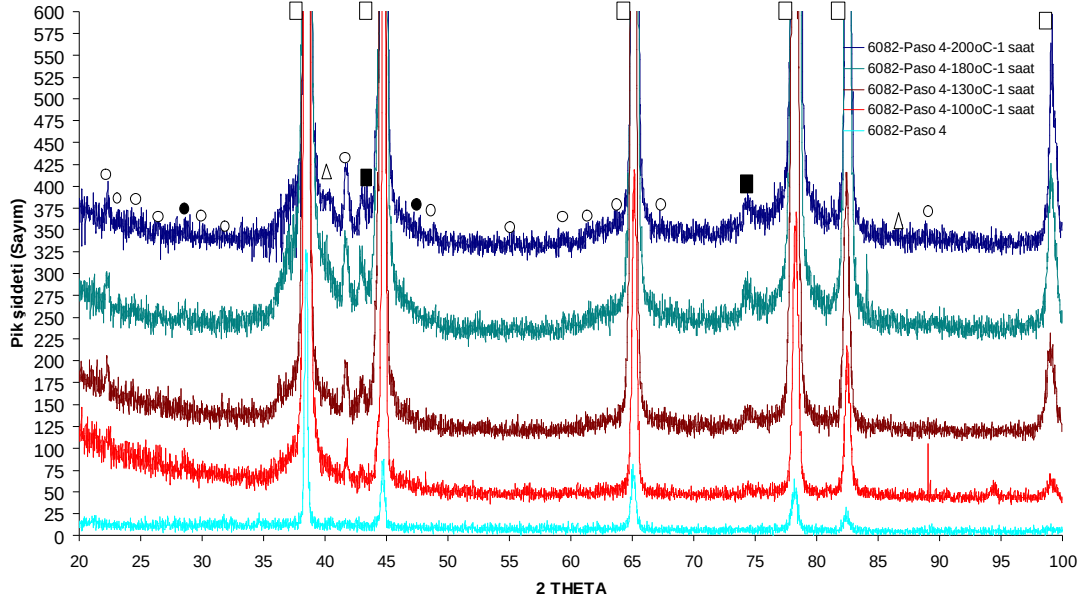
AA 6082 alaşımının 200°C–1 saat yaşlandırma ısıtma işlemi sonundaki TEM mikroyapısı Şekil 7.59'de göstermektedir.



Şekil 7.59 : AA 6082 alaşımının 200°C–1 saat yaşlandırma ısıtma işlemi sonrası mikroyapısı.

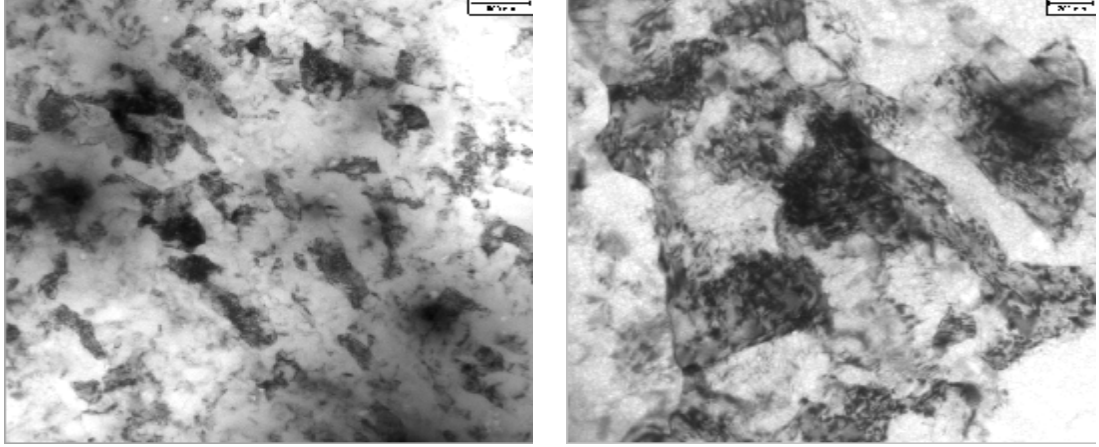
Şekil 7.59'de deformasyon sonrası yapıda oluşan uzamış tane yapısı ve yaşlandırma ısıtma işlemi sırasında oluşan toparlanma/yeniden kristalleşmenin de gelişmekte olduğu

gözlenmektedir. Dislokasyonlarla etkileşimde olan çok küçük çökeltiler de TEM resimlerinden gözlenmiştir (Şekil 7.59d). Aynı zamanda tane sınırlarına çökelmiş manganez esaslı çökelti de yapılan EDS analizi ile tespit edilmiştir. AA 6082 alaşımında yaşlandırma ısı işlemi sonrası yapılan XRD analizi sonucunda da Mn esaslı çökeltiye ait pik tespit edilmiştir (Şekil 7.60).



Şekil 7.60 : AA 6082 alaşımının EKAP 4. paso sonrası 100°C ila 200°C arasındaki farklı sıcaklıklarda 1 saat yaşlanma ısı işlemi XRD eğrileri; $\circ$: α - $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$, $\square$: α -Al, $\bullet$:Si, $\triangle$: Mg_2Si , $\blacksquare$: Al_6Mn .

Zr ve Sc içeren AA 6082 alaşımının 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonrasında TEM de belirlenen mikro yapısı Şekil 7.61’de gösterilmiştir. Sıcaklığın etkisi ile dislokasyonlar belli bir düzene girmiştir. (Şekil 7.61b). Sertlikteki düşüş oluşan bu yeniden kristalleşme ile açıklanabilir. AA 6082 alaşımı ile kıyaslandığında sertlikteki düşüşün az olmasının nedeninin $Al_3(Zr,Sc)$ dispersoidlerin tane sınırlarına çökelerek tane sınırlarının hareketlerini engellemesi ve silisyum çökeltisi olduğu sonucuna varılmıştır.

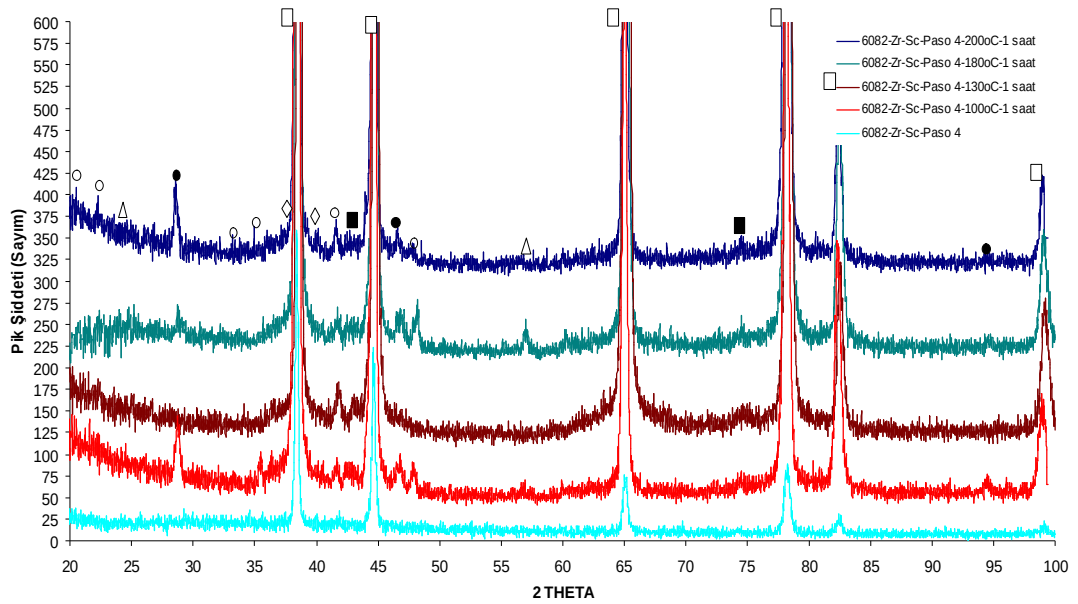


(a)

(b)

Şekil 7.61 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonrası mikroyapısı.

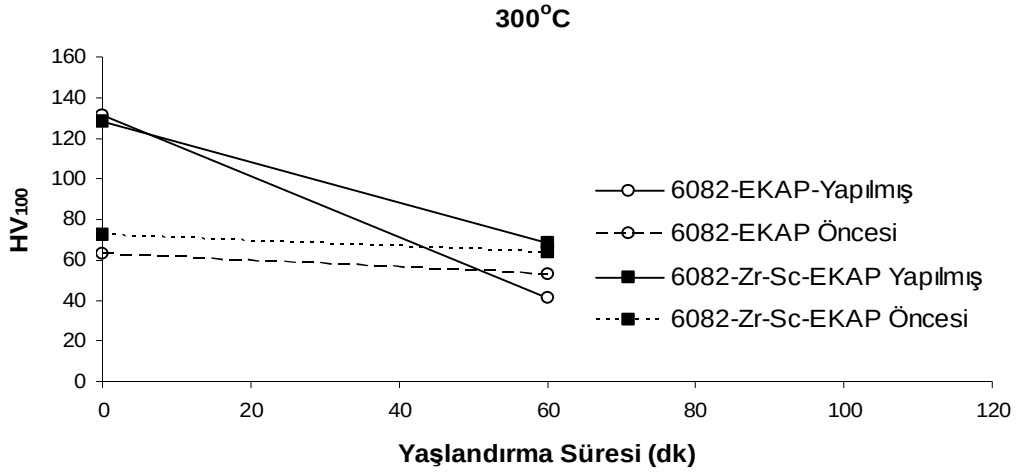
AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 200°C–1 saatlik yaşlandırma ısı işlemi sonucunda yapılan XRD eğrisinden de silisyuma ait pik şiddetinin bariz bir şekilde arttığı görülmektedir (Şekil 7.62).



Şekil 7.62 : AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 200°C–1 saat yaşlandırma ısı işlem XRD eğrisi; ○:α_c-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, □:α-Al, ●:Si, Δ:Mg₂Si, ■:Al₆Mn, ◇:Al₃(Zr,Sc)

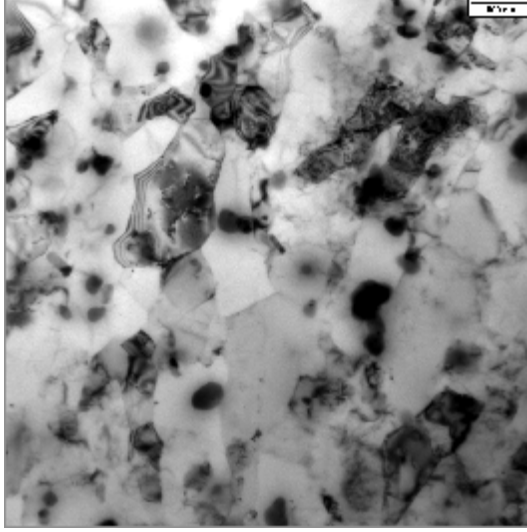
EKAP- 4. paso sonrası yaşlandırma ısı işlemlerinin son bölümü 300°C’de yapılmıştır. Şekil 7.63’da AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 300°C yaşlandırma ısı işlemi sonunda sertliğinin yaşlanma süresi ile değişimi verilmiştir. Her iki

alaşımında sertliği yaşlandırma süresine bağlı olarak hızlı bir şekilde düşmüştür. Bu düşüşün nedeni yeniden kristalleşme olabilir.

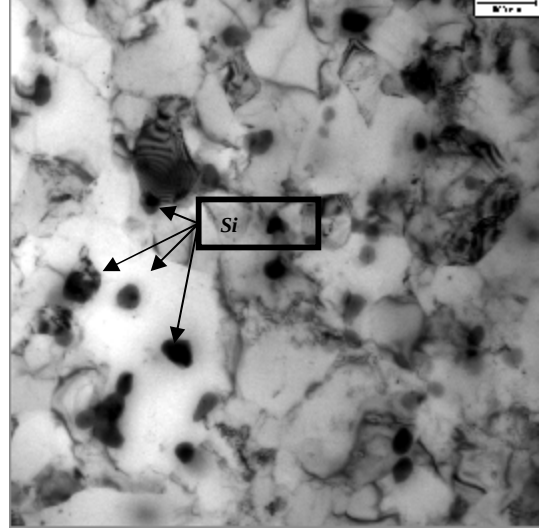


Şekil 7.63 : EKAP 4. paso yapılmış AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 300°C'de yapılan yaşlandırma ısıtıl işleminde sertliğinin 1 saat sonrasındaki değişimi.

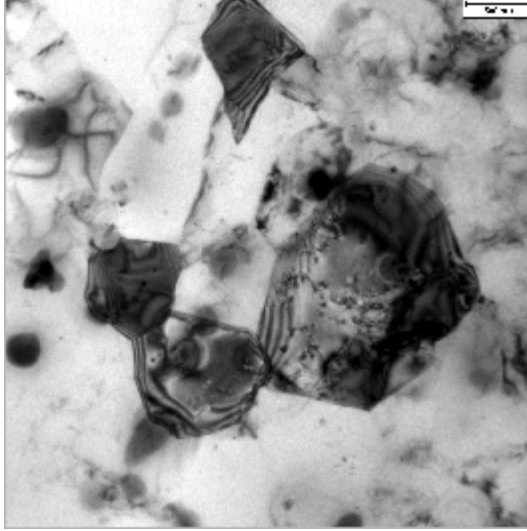
300°C-1 saat sonunda mikro yapı tamamen yeniden kristalleşmiş tanelerden oluşmaktadır (Şekil 7.64). Yeniden kristalleşen tane boyutu yaklaşık 1 µm kadardır. Tane içerisinde dislokasyon yoğunluğu düşmüştür. Özellikle tane sınırlarına kaba silisyum partiküllerinin çökeldiği görülmektedir. Şekil 7.64 c ve d'de yeniden kristalleşen tane içerisinde çökelen çok ince çökelti bulunmektedir. Ancak bu çökelen partiküllerin sertliğe bir katkıları yoktur. Çünkü malzemedeki yeniden kristalleşme, çökelti oluşumundan daha hızlıdır ve çok önce yeniden kristalleşme tamamlanmıştır.



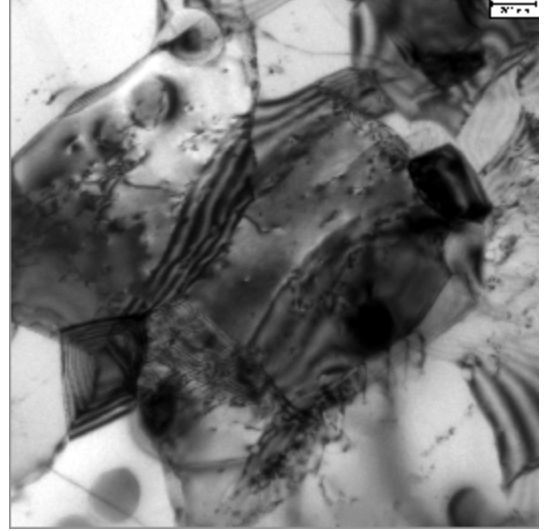
(a)



(b)



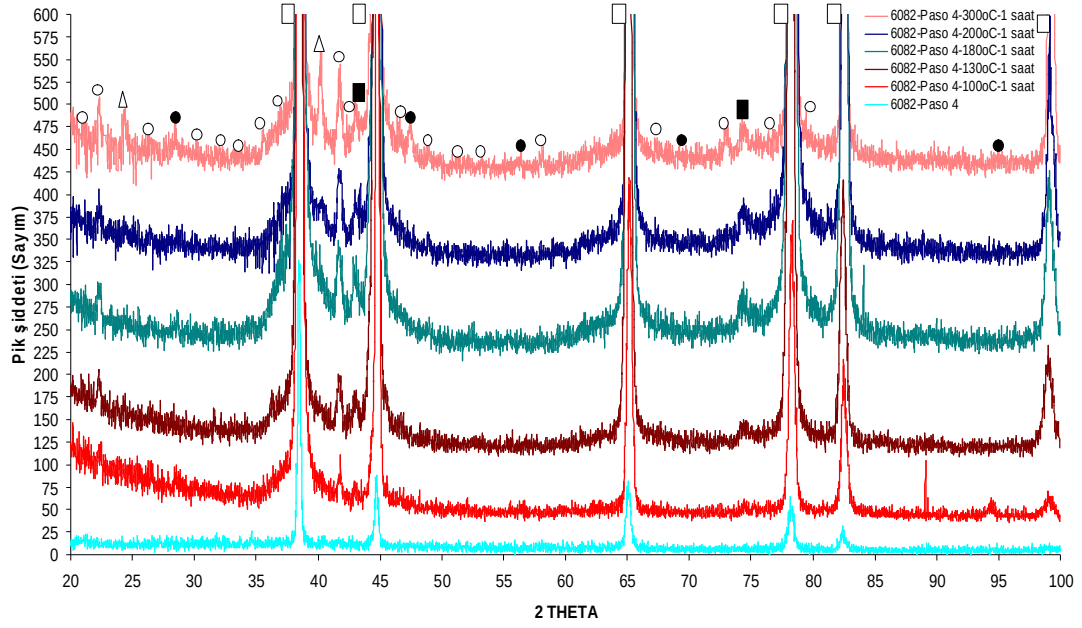
(c)



(d)

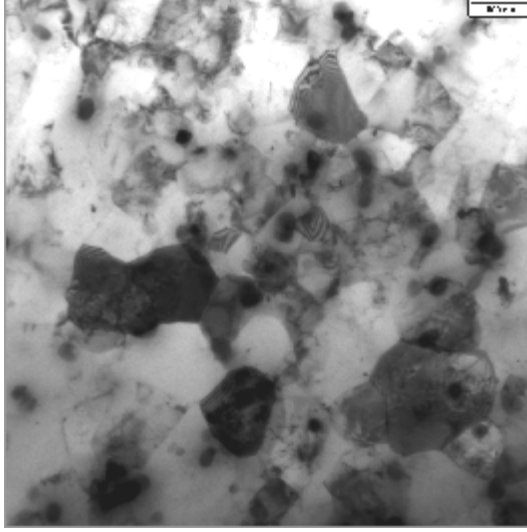
Şekil 7.64 : AA 6082 alaşımı 300°C–1 saat yaşlanma ısı işlemi sonrası mikroyapısı

Şekil 7.65’de AA 6082 alaşımının 300°C–1 saat sonunda faz dağılımını gösteren XRD diyagramı verilmiştir. AA 6082 alaşımında 300°C-1 saatlik XRD grafiğine bakıldığında, baskın çökelti fazının $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}$ ve Mg_2Si olduğu görülmektedir.

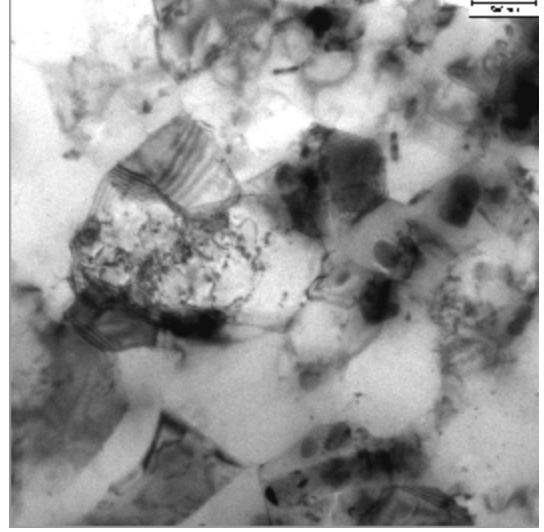


Şekil 7.65 : AA 6082 alaşımlarının EKAP 4. paso sonrası 100°C ile 300°C arasındaki farklı sıcaklıklarda 1 saat yaşlandırma ısıl işlem XRD diyagramları;
○: α_c - $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$, □: α -Al, ●: Si, △: Mg_2Si , ■: Al_6Mn .

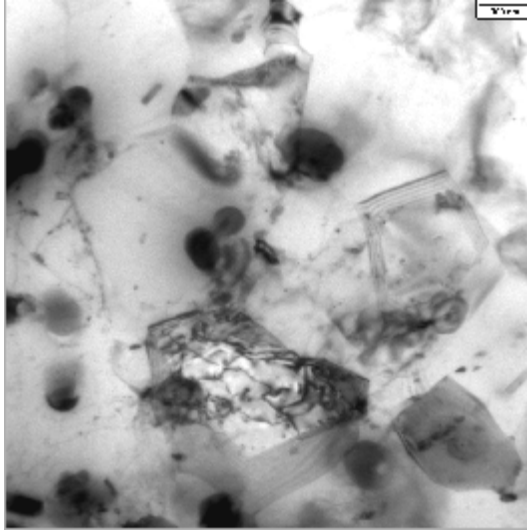
AA 6082-Zr-Sc alaşımı da 300°C-1 saat yaşlanma ısıl işlemi sonrasında diğer alaşım gibi tam olarak yeniden kristalleşmiştir. Yeniden kristalleşmiş tane boyutu yaklaşık 0.6 μm kadardır (Şekil 7.66). Yapıda yoğun silisyum çökeltileri görülmüştür. Aynı zamanda partiküllerde yapılan EDX analizleri sonucunda yeniden kristalleşmiş tane sınırlarında çökelen $Al_3(Zr,Sc)$ dispersoidleri de tespit edilmiştir (Şekil 7.66d).



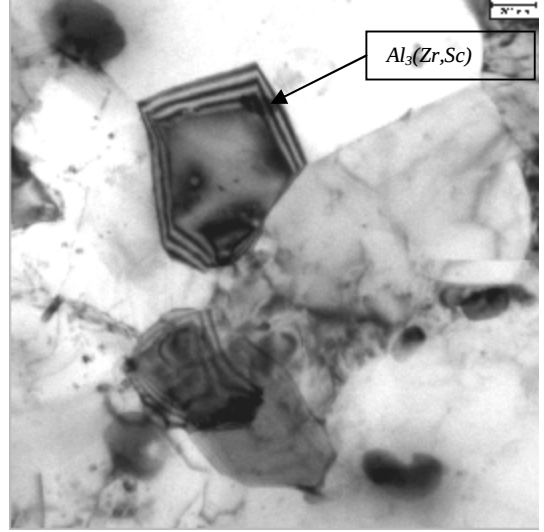
(a)



(b)



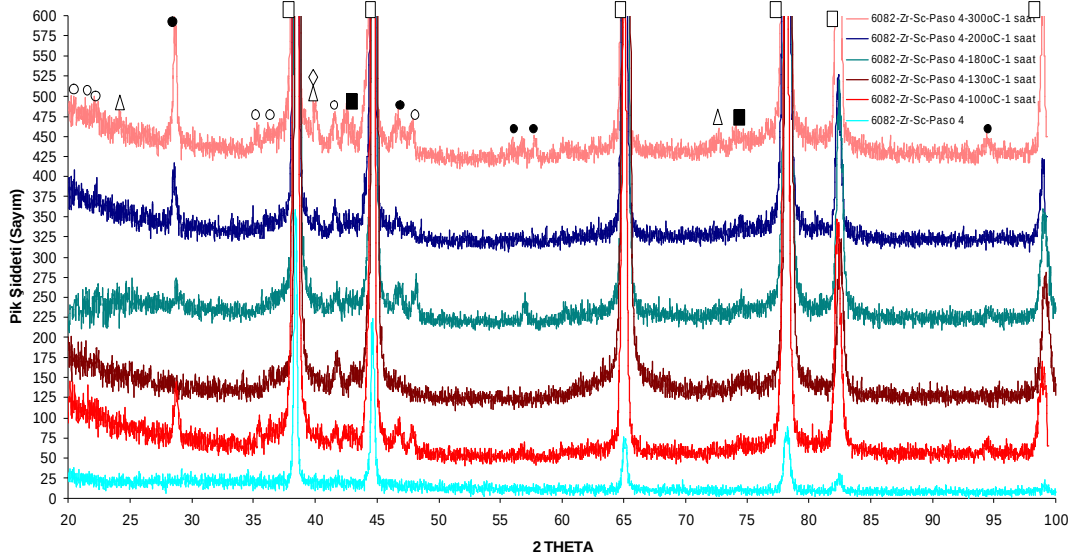
(c)



(d)

Şekil 7.66 : AA 6082-Zr-Sc alaşımasının 300°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonundaki TEM mikro yapısı.

Şekil 7.67’de, AA 6082-Zr-Sc alaşımasının 300°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi sonundaki faz dağılımını gösteren XRD diyagramı verilmiştir. XRD grafiğine göre yapıdaki baskın çökelti fazı silisyumdur.



Şekil 7.67: AA 6082-Zr-Sc alaşıminın EKAP 4. paso sonrası 300°C–1 saat yaşlandırma ısı işlemi XRD eğrisi; ○:α_c-Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, □:α-Al, ●:Si, △:Mg₂Si, ■:Al₆Mn, ◇:Al₃(Zr,Sc)

EKAP ve yaşlandırma ısı işlemi bir arada düşünüldüğünde 3 farklı mukavemet arttırıcı mekanizmadan bahsedebiliriz: a) Çok ince taneli malzeme oluşumu, b)deformasyon sertleşmesi, c) çökeltme ve dispersiyon sertleşmesi. Lukac ve Balık aşırı plastik deformasyon işlemlerinde sertleşme ve yumuşamayı ifade eden yeni bir yaklaşım geliştirmişlerdir. Bu yaklaşıma göre sertleşme, dislokasyonların birbiriyle ve çökeltilerle etkileşimleri ile oluşabilir. Diğer yandan dislokasyonların çapraz kayma ve tırmanma mekanizmaları ile kayma düzlemlerini değiştirmeleri yumuşama mekanizmaları olarak gösterilebilir [84, 85]. Bu durumda toplam mukavemet artışı aşağıdaki bağıntı ile ifade edilebilir [86];

$$\Theta = \frac{A}{\sigma - \sigma_y} + B - C(\sigma - \sigma_y) - D(\sigma - \sigma_y)^3 \quad (7.5)$$

Bu bağıntıda A: dislokasyon-çökelti etkileşimi, B: dislokasyonların birbirleriyle olan etkileşimidir. A ve B sıcaklıktan bağımsızdır. C toparlanmayı ifade ederken, sıcaklığın yükselmesiyle artan bir parametredir. D ise dislokasyonların tırmanması olarak ifade edilmektedir ve C parametresi gibi sıcaklığa bağlı olarak değişmektedir.

EKAP işlemi görmüş ancak yaşlanma ısı işlemi görmemiş alaşımda A değeri oldukça düşük seviyededir ve yapıya mukavemeti sağlayan deformasyon sertleşmesidir. Yani B parametresi yüksek seviyededir. Yaşlanma ısı işleminin yapılması ile A değeri artmaya başlamaktadır. Ancak EKAP yapısındaki yoğun

dislokasyon yapısından dolayı C ve D değerlerinde artış meydana gelmektedir. Bu durumda toplam mukavemette artış, yaşlandırma ısı işlem sıcaklığı ve çökelti oluşumuna bağlı olarak değişmektedir.

En yüksek seviyede mukavemet değerlerine ulaşmak, EKAP sonunda çok ince taneli malzeme üretimi ve bunu takip eden düşük sıcaklıkta yapılacak yaşlandırma ısı işlemi ile mümkün olmuştur.

EKAP 1. Paso ve EKAP 4. Paso devamında yapılan yaşlandırma ısı işlemlerinden sonra ölçülen sertlik sonuçlarını Çizelge 7.2 ve Çizelge 7.3’de verildiği şekilde özetlememiz mümkündür.

Çizelge 7.2: EKAP 1. Paso sonrası yaşlandırma ısı işlemi sertlik ölçüm sonuçları.

Alaşım	100°C	130°C	180°C	200°C	300°C
AA 6082	Sertlik Düşüşü	Sertlik Düşüşü	Sertlik Düşüşü	Sertlik Düşüşü	Sertlik Düşüşü
AA 6082-Zr-Sc	Sertlik Artışı	Sertlik Artışı	Sertlik Artışı	Sertlik Artışı	Sertlik Düşüşü

Çizelge 7.3: EKAP 4. Paso sonrası yaşlandırma ısı işlem sertlik ölçüm sonuçları.

Alaşım	100°C	130°C	180°C	200°C	300°C
AA 6082	Sertlik Artışı	Sertlik Artışı	Sertlik Düşüşü	Sertlik Düşüşü	Sertlik Düşüşü
AA 6082-Zr-Sc	Sertlik Artışı	Sertlik Artışı	Sertlik Düşüşü	Sertlik Düşüşü	Sertlik Düşüşü

Bu sonuçlara göre EKAP 1. paso işlemlerinde Zr ve Sc içeren AA 6082 alaşımında çökelti oluşumuna bağlı olarak sertlik artışı daha baskın olmakla birlikte Zr ve Sc içermeyen alaşımda yeniden kristalleşme ve/veya tane büyümesine bağlı olarak sertlik düşmesi meydana gelmiştir. EKAP 4. paso işlemlerinde ise her iki alaşımda da sertlik artışı ve düşüşü birbirine paralel bir şekilde meydana gelmiştir.

8. YAŞLANMA ISIL İŞLEMLERİ ÇÖKELTİ KİNETİĞİ

Bölüm 7’de yapılan yaşlandırma ısı işlemlerinden sertliğin yaşlanma ısı işleminin başlangıç devresinde arttığı ve maksimum sertlik seviyesine ulaşmak için gereken sürenin yaşlanma sıcaklığına bağlı olarak değiştiği gözlemlenmiştir. EKAP 1. ve 4. Paso işlemleri sonrasında maksimum sertliğin elde edildiği sıcaklık ve süreler Çizelge 8.1 ve Çizelge 8.2’de verilmiştir.

Çizelge 8.1: Yaşlandırma ısı işlemlerinde EKAP 1. Paso sonrası sıcaklığa bağlı olarak maksimum sertlik seviyesine ulaşma süreleri (dk).

Malzeme	Sıcaklık (°C)			
	200°C	180°C	130°C	100°C
	Süre (dak)			
AA 6082	5	30	360	1440
AA 6082-Zr-Sc	10	30	240	1440

Çizelge 8.2: Yaşlandırma ısı işlemlerinde EKAP 4. Paso sonrası sıcaklığa bağlı olarak maksimum sertlik seviyesine ulaşma süreleri (dk).

Malzeme	Sıcaklık (°C)			
	200°C	180°C	130°C	100°C
	Süre (dak)			
AA 6082	2	5	60	360
AA 6082-Zr-Sc	5	15	240	720

Çizelge 8.1 ve Çizelge 8.2’den görüleceği üzere yüksek sıcaklıklarda yapılan yaşlandırma ısı işlemlerinde maksimum sertlik seviyesine daha kısa sürelerde ulaşılmıştır. Yaşlandırma sıcaklığı azaldıkça maksimum sertlik seviyesine ulaşma

süresi artmaktadır. Bu sonuçlar, çökelme kinetik enerjisinin sertlik değerleri ile hesaplanması fikrini doğurmuştur.

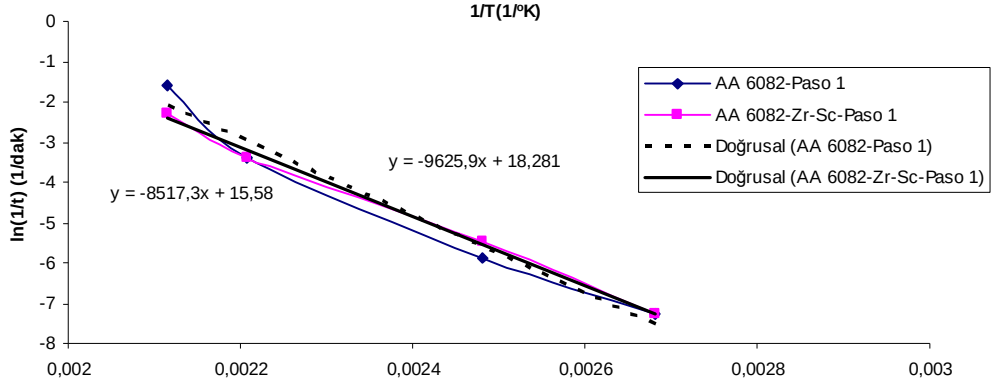
6XXX grubu alüminyum alaşımlarında yapıya sertlik kazandıran ana faz Mg_xSi_y çökeltisidir. Aşırı doymuş katı eriyikten çökelen bu faz yapıya gerekli mukavemeti kazandırmaktadır. Sıcaklığa ve malzemenin yaşlanma ısı işlemi öncesindeki göreceği termomekanik işlemlere göre çökelme sıcaklığı ve kinetiği değişmektedir. Sıcaklık kontrollü olan bu işlemde çökelti kinetiğini Arrhenius bağıntısını kullanarak çökelti aktivasyon enerjisi hesaplanabilir. Arrhenius bağıntısı;

$$\frac{1}{t} = A_r \cdot \exp \left(-\frac{Q_r}{RT} \right) \quad (8.1)$$

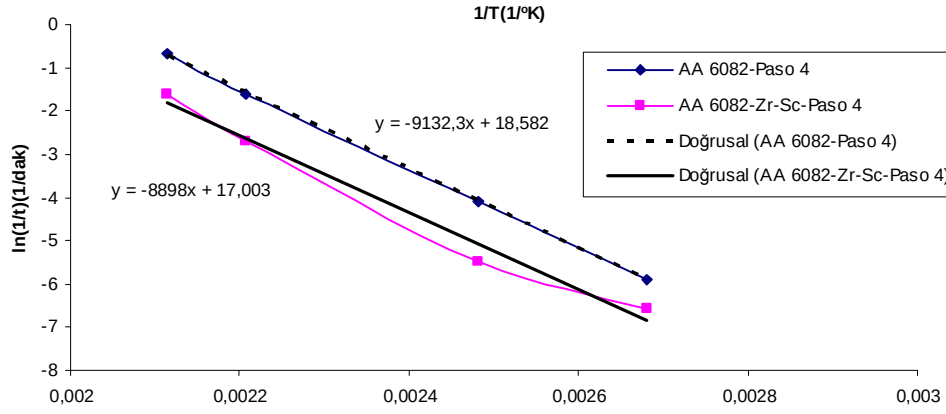
Bu bağıntıya göre t: maksimum sertliğe ulaşma süresi, A_r : üssel sabit, Q_r : Aktivasyon enerjisi, R: gaz sabiti(8,314 J/molK), T: yaşlanma sıcaklığı (°K). Bu formülde Aktivasyon enerjisi, $\ln(1/t)-(1/T)$ grafiğinde çizilecek eğrinin eğiminden hesaplanmaktadır.

Şekil 8.1 de AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının 1. ve 4. paso sonrasında Arrhenius bağıntısı kullanılarak çökelti kinetiğinin incelendiği $\ln(1/t)-1/T$ grafikleri görülmektedir.

Çizelge 8.3’de EKAP 1. ve 4. paso sonrası Arrhenius bağıntısı yardımıyla hesaplanan aktivasyon enerjileri, Çizelge 8.4’de ise literatürde verilen aktivasyon enerjileri gösterilmiştir. İncelenen iki alaşımın EKAP 1. ve 4. paso sonrası yaşlanma ısı işlem sonrası hesaplanan aktivasyon enerjisi literatürde verilen çökelti fazları aktivasyon enerjileri ile kıyaslandığında β'' fazı aktivasyon enerjisi değerine yakındır.



(a)



(b)

Şekil 8.1 : $\ln(1/t)$ - $1/T$ eğrisi a) 1. paso, b) 4. paso.

Çizelge 8.3: EKAP 1. ve 4. paso sonrası aktivasyon enerjileri ve AA 6XXX grubu alüminyum alaşımlarında çökeltme aktivasyon enerjileri.

Malzeme	Aktivasyon Enerji, Q (kJ/mol)
AA 6082, Paso 1	80
AA 6082, Paso 4	75
AA 6082-Zr-Sc, Paso 1	75
AA 6082-Zr-Sc, Paso 4	73

Çizelge 8.4: Literatür çökelti fazları aktivasyon enerjileri [87-92].

Literatür çökelti fazları aktivasyon enerjileri (kJ/mol)		
(β'')	(β')	(β -Mg ₂ Si)
85	125	120

Çizelge 8.3'de görüldüğü üzere Çizelge 8.1 ve Çizelge 8.2'den alınan değerlerle hesaplanan aktivasyon enerjileri, Çizelge 8.4'de verilen 6082 alaşımı için hesaplanan çökelti aktivasyon enerjilerinden β'' için verilen değere oldukça yakındır. Bu sonuçtan EKAP sonrası yapılan yaşlandırma ısı işlemleri neticesinde sertliğin artmasına neden olan çökeltinin β'' olduğu sonucuna varılmıştır.

9. SONUÇLAR

AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alüminyum alaşımlarına Eş Kanallı Açısız Pres (EKAP) işlemleri uygulanmış, sonrada yaşlanma ısı işlemleri yapılmıştır. AA 6082 alaşımına alternatif olacak ve daha yüksek mukavemet değerlerine sahip malzeme üretimi amacı ile yapılan bu tez çalışmasında yapılan deneyler sonunda ulaşılan sonuçlar aşağıda verilmiştir.

1. Artan paso sayısına bağlı olarak her iki alaşımında sertliği artmıştır.
2. EKAP 1. paso sonucunda AA 6082 alaşımının sertliği (125 HV) iken AA 6082-Zr-Sc alaşımının sertliğinden 105 HV olarak ölçülmüştür. AA 6082 ve AA 6082-Zr-Sc alaşımlarının EKAP 4. paso sonrasındaki sertlikleri sırasıyla 128 HV ve 132 HV'dir. Bu sonuç AA 6082 alaşımına ticari olarak uygulanan T6 ısı işleminden sonra ulaşılan sertlik değerinden (100 HV) % 30 daha fazladır.
3. EKAP 1. ve 4. paso sonrasında yapılan Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) çalışmasında aşırı plastik deformasyon nedeniyle çökelti oluşum hızının arttığı görülmüş ve yapıya ana mukavemeti sağlayan β'' fazının oluşumu 25°C daha düşük sıcaklıklara doğru kaymıştır.
4. AA 6082 alaşımında 1. pasodan sonra görülen yeniden kristalleşme piki AA 6082-Zr-Sc alaşımında görülmemiştir. Bunun nedeni olarak Zr ve Sc içeren AA 6082 alaşımında oluşan $Al_3(Zr,Sc)$ dispersoidleri gösterilebilir.
5. AA 6082 alaşımının 4. pasodan sonra yapılan DSC çalışmalarında β'' pikinin oluşum sıcaklığında bir değişiklik olmamıştır. Yeniden kristalleşme pikinin şiddeti azalmıştır.
6. AA 6082-Zr-Sc alaşımının 4. paso sonrasında yapılan DSC eğrisinde pik şiddetleri oldukça düşük seviyeye gelmiştir. Yeniden kristalleşme piki, β'' pikiyle çakışarak geniş spektrumlu yeni bir pik oluşturmuştur.

7. EKAP ile alaşımlara uygulanan deformasyon neticesinde, kristal kafesinde meydana gelen distorsiyon nedeniyle XRD grafiğinde pik şiddetleri azalmış, ayrıca pikler genişlemiştir.
8. X-ışınları piklerinden hesaplanan kristal boyutunun (alt tane boyutu-band genişliği) TEM ile ölçülen değerlere yakın olduğu görülmüştür. AA 6082 malzeme için band genişliği 1. pasodan sonra 90 nm iken 4. paso sonrasında 85 nm olarak hesaplanmıştır. AA 6082-Zr-Sc alaşımı ise 1. paso için ölçülen band genişliği 95 nm iken 4. paso sonrası 80 nm olarak ölçülmüştür.
9. EKAP 1. paso yaşlandırma ısı işlem sonuçlarına göre AA 6082 alaşımının sertliği tüm sıcaklık ve yaşlanma sürelerinde azalırken, AA 6082-Zr-Sc alaşımında sertlik 100, 130, 180°C ve 200°C ısı işlemlerinde artan yaşlanma süresiyle birlikte artmıştır. AA 6082-Zr-Sc alaşımında en yüksek sertlik değerine(131 HV) 100°C–24 saat yaşlandırma ısı işlemi sonunda ulaşılmıştır. Bu değer AA 6082 alaşımına yapılan T6 ısı işlem değerinden %30 daha yüksektir.
10. EKAP 4. paso yaşlandırma ısı işlem sonuçlarına göre 100°C–6 saat yaşlanma ısı işlemi sonunda AA 6082 alaşımının sertliği 138 HV ile en yüksek seviyeye ulaşmıştır. Bu değer aynı alaşımın T6 ısı işlemiyle ulaşılan sertlik değerinden %35 daha fazladır. Aynı koşullarda AA 6082-Zr-Sc alaşımının sertliği ise 140 HV değerine ulaşmıştır. Bu sertlik değeri, yapılan tüm yaşlandırma işlemleri sonucunda ulaşılan en yüksek değerdir.
11. EKAP 4. paso sonrasında yapılan yaşlandırma ısı işlem sonuçlarına göre her iki alaşımın da sertlikleri 100°C ve 130°C’deki ısı işlemlerde artarken 180°C, 200°C ve 300°C ısı işlemlerinde azalmıştır.
12. EKAP 1. paso ve EKAP 4. paso sonrası yapılan yaşlandırma ısı işlemi neticesinde ölçülen sertlik değerleri kıyaslandığında EKAP 4. paso sonrası yapılan yaşlandırma ısı işlemin sertliğe kazancı sadece %5 kadar olmuştur. Buna bağlı olarak sadece 1. paso sonrası yapılacak yaşlandırma ısı işlemleri ile istenen sertlik seviyesine çıkılabildiği düşünülürse yüksek sertlik değerleri için yüksek paso sayılarına ihtiyaç duyulmadığı söylenebilir. Bu sonuç özellikle endüstriyel uygulamalara imkan tanınması açısından ümit vericidir.

13. EKAP 1. ve 4. Paso sonrası yapılan yaşlandırma ısı işlemi neticesinde meydana gelen sertlik artışını çökelti oluşumuna, sertlik düşüşünü ise yeniden kristalleşme ve/veya tane büyümesine bağlamak mümkündür.
14. EKAP sonrası yapılan yaşlandırma ısı işlemlerinden elde edilen sertlik değerleri kullanılarak yapılan aktivasyon enerjisi hesaplarında bulunan sonuçlar sertlik artışına neden olan fazın β'' çökelti fazına ait olduğunu göstermiştir.
15. EKAP prosesinde en yüksek sertliğe, EKAP öncesi çözeltiye alma ısı işlemi ve EKAP sonrası yaşlandırma ısı işlemi kombinasyonu ile ulaşılmaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] Olejnik, L., and Rosochowki., 2005. Methods of Fabricating Metals for Nano-Technology, *Bulletin of the Polish Academy of Science*, **53**, 413-423
- [2] Cheng, Xu, 2003. Evaluation of The Characteristics of Ultrafine-Grained Aluminum Alloys Obtained by Equal-Channel Angular Pressing, *PhD Thesis*, University of Southern California, Los Angeles, CA.
- [3] Valiev, R., Langdon, G.T., 2006. Principles of Equal-Channel Angular Pressing as a Processings Tool for Grain Refinement, *Progress in Materials Science*, **51**,881-981
- [4] Hansen, P., 1985. *Physical Metallurgy*, University Press, Cambridge
- [5] Horita, Z., Furukawa, M., Barnes, A.J., 2000. Superplastic Forming at High Strain Rates after Severe Plastic Deformation, *Acta Materiala*, **48**, 3633-3640
- [6] Langdon, G.T., Furukowa, M., 2000. Using ECAP for Refining Grain Size, *JOM*, **52**, 30.
- [7] Zhu, Y.T., Lowe, T.C., Langdon, T.G., 2004. Performance and Applications of Nanostructures Materials Produced by SPD, *Scripta Materialia*, **51**, 825-830.
- [8] Horita, Z., Fujinami, T., Nemoto, M., Langdon, T.G., 2001. Improvement of Mechanical Properties for Al Alloys Using Equal Channel Angular Pressing, *Journal of Material Processing Technolgy*, **117**, 288-292.
- [9] Ocenasek, V., Slamova, M., 2001. Resistance to Recrystallization Due to Sc and Zr Addition to Al-Mg Alloys, *Materials Characterization*, **47**, 157-162.
- [10] Komura, S., Berbon, P.B., Furukawa, M., Horita, Z., Nemoto, M., Langdon, T.G., 1998. High Strain Rate Superplasticity in Al-Mg Alloy Containing Scandium, *Scripta Materialia*, **38**, 12, 1851-1856.
- [11] Lee, S., Utsunomiya, A., Akamatsu, H., Neishi, K., Furukowa, M., Horita, Z, Langdon, T.G., 2002. Influence of Scandium and Zirconium on Grain Stability and Superplastic Ductilities in Ultrafine-Grained Al-Mg Alloy, *Acta Materialia*, **50**, 553-564.
- [12] Yin, Z., Pan, Q., Zhang, Y., Jiang, F., 2005. Effect of Minor Sc and Zr on the Microstructure and Mechanical Properties of Al-Mg Alloys, *Materials Science and Engineering A*, **280**, 151-155.
- [13] Emmanuelle A,M., Seidman D., N., 2005. Coarsening Kinetics of Nanoscale Al₃Sc Precipitates in an Al-Mg-Sc Alloy, *Acta Materialia*, **53**, 4259-4268.

- [14] **Turba, K., Malek, P., Cieslar, M.**, 2006. Superplasticity in an Al-Mg-Zr-Sc Alloy Produced by Equal-Channel Angular Pressing, *Materials Science and Engineering A*, **17**, 4, 744-750.
- [15] **Zakharov, V.V.**, 2003. Effect of Scandium on the Structure and Properties of Aluminum Alloys, *Metal Science and Heat Treatment*, **45**, 7-8.
- [16] **Royset, J., Ryum, N.**, 2005. Scandium in Aluminum alloys, *International Materials Reviews*, **50**, 119.
- [17] **Cabibbo, M., Evangelista, E.**, 2006. A TEM Study of the Combined Plastic Deformation and (Zr), (Sc+Zr) Containing Dispersoids on an Al-Mg-Si Alloys, *Journal of Materials Science*, **41**, 5329-5338.
- [18] **Lowe, T.C., Valiev, R. Z.**, 2004. The Use of Severe Plastic Deformation Techniques in Grain Refinement, *JOM*, **56**, 10, 64.
- [19] **Zhen Guo**, 2006. *The Application of Nano Materials*, San Jose State University, Department of Chemical and Materials Engineering, Los Angeles, USA.
- [20] **Semiatin, S.L., Salem, A.A., Saram, M.J.**, 2004. Models for Severe Plastic Deformation by ECAE, *JOM*, **56**, 69.
- [21] **Nam, C.Y., Han, J.H., Chung, Y.H., Shin, M.C.**, 2003. Effect of Precipitates on Microstructural Evolution of 7050 Al Alloy Sheet During Equal Channel Angular Rolling, *Materials Science and Engineering A*, **347**, 253-257.
- [22] **Gubicza, J., Chinh, Q.N., Langdon, T.G., Ungar, T.**, 2006. Microstructure and Strength of Metals Processed by SPD, *TMS*, 231-236.
- [23] **Iwahashi, Y., Horita, Z., Nemoto, M., Langdon, T.G.**, 1997. An Investigation of Microstructural Evolution During Equal Channel Angular Pressing, *Acta Materialia*, **45**, 11, 4733-4741
- [24] **Kaibyshev, R.O., Mazurina, A., Gromov**, 2006. Mechanisms of Grain Refinement in Aluminum Alloys in The Process of Severe Plastic Deformation, *Metal Science and Heat Treatment*, **48**, 57-62.
- [25] **Petryk, H., Stupkiewicz, S.**, 2007. A Quantitative model of Grain Refinement and Strain Hardening During Severe Plastic Deformation, *Materials Science and Engineering A*, **444**, 214-219.
- [26] **Semiatin, S.L., Salem, A.A., Saram, M.J.**, 2004. Models for Severe Plastic Deformation, *JOM*, **56**, 10, 69-77.
- [27] **Url-1** </<http://www.nanospd.org>>/, alındığı tarih 09.08.2008.
- [28] **Zhilyaev, A.P., Nurislamova, G.V., Kim, B.K., Baro, M.D., Szpunar, J.A., Langdon, T.G.**, 2003. Experimental Parameters Influencing Grain Refinement and Microstructural Evolution During High-Pressure Torsion, *Acta Materialia*, **51**, 753-765.

- [29] **Winther, G., Hansen, N., Hebesberger, T., Huang, X., Pippan, R., Zehetbauer, M.,** 2001. Dislocation Structure of Ni Deformed by High Pressure Torsion, *Proceedings of The 22nd Riso International Symposium on Material Science: Science of Metastable and Nanocrystalline Alloys Structure, Properties and Modelling*, Riso National Laboratory, Roskilde, Denmark, 2001, 435-440.
- [30] **Jiang, H., Zhu, T.Y., Butt, D.P., Alezandrov, I.V., Lowe, T.C.,** 2000. Microstructural Evolution, Microhardness and Thermal Stability of HPT-Processed Cu, *Materials Science and Engineering A*, **290**, 128-138.
- [31] **Tsuji, N., Saito, Y., Utsunomiya and Tanigawa, S.,** 1999. Ultra-fine Grained Bulk Steel Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process, *Scripta Materialia*, **40**, 7, 795-800
- [32] **Saito, Y., Utsunomiya, H., Suzuki, H., Sakai, T.,** 2000. Improvement in the r-Value of Aluminum Strip by a Continuous Shear Deformation Process, *Scripta Materialia*, **42**, 1139-1144.
- [33] **Utsunomiya, H., Hatsuda, K., Sakai, T., Saito, Y.,** 2004. continuous Grain Refinement of Aluminum Strip by Conshearing, *Materials Science and Engineering A*, **372**, 199-206.
- [34] **Ungar, T., Alexandrov, I., Zehetbauer, M.,** 2000. Ultrafine-Grained Microstructures Evolving During SPD, *JOM*, **52**, 34-36.
- [35] **Valiev, R.Z., Lowe, T.C., Mukherjee,** 2000. Understanding the Unique Properties of SPD-Induced Microstructures, *JOM*, **52**, 37-40.
- [36] **Humphrey, F.J.,** 1996. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier, Oxford.
- [37] **Yu, C.Y., Sun, P.L., Kao, P.W., Chang, C.P.,** 2004. Evolution of Microstructure During Annealing of a Severely Deformed Aluminum, *Materials Science and Engineering A*, **366**, 310-317.
- [38] **Wang, Y.Y., Sun, P.L., Kao, P.W., Chang, C.P.,** 2004. Effect of Deformation Temperature on the Microstructure Developed in Commercial Purity Aluminum Processed by ECAP, *Scripta Materialia*, **50**, 613-617.
- [39] **Langdon, T. G.,** 2006. *The Principles of Grain Refinement in Equal-Channel Angular Pressing*,
- [40] **Berbon, P.B., Furukawa, M., Horita, Z., Nemoto, M., Langdon, T.G.,** 1999. *Materials Transaction*, **30A**, 1989.
- [41] **Nakashima, K., Horita, Z., Nemoto, M., Langdon, T.G.,** 2000. Development of a Multi-Pass Facility for Equal-Channel Angular Pressing to High Total Strains, *Materials Science and Engineering A*, **281**, 82-87.
- [42] **Furukawa M., Iwahashi, Y., Horita, Z., Nemoto, M., Langdon, T.G.,** 1998. The Shearing Characteristics Associated with Equal-Channel Angular Pressing, *Materials Science and Engineering A*, **257**, 328-332.
- [43] **Iwahashi, Y., Wang, J., Horita, Z., Nemoto, M., Langdon, T.G.,** 1996. Principle of ECAP for the Processing of Ultrafine Grained Materials, *Scripta Materialia*, **35**, 2, 143-146.,

- [44] **Segal, V.M.**, 1995. Materials Processing by Simple Shear, *Materials Science and Engineering A*, **197**, 157-164.
- [45] **Shan, A., Moon, G., S.H.D and Park, W.**, 1999. Direct observation of shear deformation during equal channel angular pressing of pure aluminum *Scripta Materialia*, **41**, 353,
- [46] **Furuno, K., Akamatsu, H., Oh-Ishi, K., Furukawa, M., Horita, Z., Langdon, T.G.**, 2004. Microstructural Development in Equal-Channel Angular Pressing using a 60° Die, *Acta Materialia*, **52**, 2497-2507.
- [47] **Oh-Ishi K., Horita, Z., Furukowa, M., Newton, M., Langdon, T.G.**, 1998. Optimizing the rotation conditions for grain refinement in equal-channel angular pressing, *Metallurgical and Materials Transactions*, **29A**, 2011.
- [48] **Nakashima, K., Horita, Z., Nemoto, M., Langdon, T.G.**, 1998. Influence of Channel Angle on the Development of Ultrafine Grains in Equal Channel Angular Pressing, *Acta Materialia*, **46**, 5, 1589-1599.
- [49] **Furukawa, M., Horita, Z., Langdon, T.G.**, 2002. Factors Influencing the Shearing Patterns in Equal Channel Angular Pressing, *Materials Science and Engineering A*, **332**, 97-109.
- [50] **Suh, J, Y., Kim, H,S., Park, J,W., Chang, J,Y.**, 2001. Finite Element Analysis of Material Flow in Equal Channel Angular Pressing, *Scripta Materialia*, **44**, 677-681.
- [51] **Kim, H, S., Seo, M,H., Hong, S, I**, 2000. On the Die Corer Gap Formation in Equa Channel Angular Pressing, *Materials Science and Engineering A*, **291**, 86-90.
- [52] **Prangnell, P, B., Harris, C., Roberts, S,M.**, 1997. Finite Element Modelling of Equal Channel Angular Extrusion, *Scripta Materialia*, **37**, 983-989.
- [53] **Chung, S, W., Somekawa, H., Kinoshita, T., Kim, W,J., Higashi, K.**, 2004. The Non-Uniform Behaviour During ECAE Process by 3-D FVM Simulation, *Scripta Materialia*, **50**, 1079-1083.
- [54] **Iwashi, Y., Horita, Z., Nemoto, M., Langon, T.G.**, 1998. The Process of Grain Refinement in ECAP, *Acta Materialia*, **46**, 3317-3331.
- [55] **Mabuchi, M., Higashi, K.**, 1998. Mechanical properties of pure aluminium processed by equal channel angular extrusion, *Journal of Materials Science Letter*, **17**, 215-217.
- [56] **Komura, S., Furukawa, M., Horita, Z., Nemoto, M., Horita, Langdon, T. G.**, 2001. Optimizing the procedure of equal-channel angular pressing for maximum superplasticity, *Materials Science and Engineering A*, **297**, 111.
- [57] **Ferrase, S., Segal, V, M., Hartwig, K, T., Goforth, R, E.**, 2001. Microstructure and properties of copper and aluminum alloy 3003 heavily worked by equal channel angular extrusion, *Metallurgical and Materials Transactions*, **12A**, 1047.

- [58] **Krallics, G., Horvath, M., Fodor, A.**, 2004. Influence of ECAP routes on mechanical properties of a nanocrystalline aluminum alloy, *Periodica polytechnica ser. Mech. Eng.*, **48**, NO. 2, pp. 145–150.
- [59] **Stalyorov, V. V., Zhu, Y.T., Alexandos, I. V., Lowe, T., Valiev, R. Z.**, 2001. Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti, *Materials Science and Engineering A*, **299**, 59.
- [60] **Nishida, Y., Ando, T., Nagase, M., Lim, S. W., Shigematsu, I., Watazu, A.**, 2002. Billet temperature rise during equal-channel angular pressing, *Scripta Materialia*, **46**, 211-216.
- [61] **Ma, E.**, 2003. Instabilities and ductility of nanocrystalline and ultrafine-grained metals, *Scripta Materialia*, **49**, 663-338
- [62] **Horita, Z., Fujinami, T., Nemoto, M., Langdo, T. G.**, 2000. Equal-channel angular pressing of commercial aluminum alloys: Grain refinement, thermal stability and tensile properties, *Metallurgical and Materials Transactions*, **31A**, 691.
- [63] **Zhu, Y. T., Langdon, T. G.**, 2004. The Fundamentals of Nanostructured Materials Processed by SPD, *JOM*, **56**, 10, 58.
- [64] **Valiev, R. Z., Alexandrov, I. V., Lowe, T. G., Zhu, Y. T.**, 2002. Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic Deformation, *Journal of Materials Research*, **17**, 5-8.
- [65] **Valiev, R. Z., Islamgaliev, R. K., Alexandrov, I. V.**, 2000. Bulk nanostructured materials from severe plastic Deformation, *Progress in Materials Science*, **45**, 103-189.
- [66] **Hasegawa, H., Komura, S., Utsunomiya, A., Horita, Z., Furukawa, M., Nemoto, M., Langdon, T. G.**, 1999. Thermal stability of ultrafine-grained aluminum in the presence of Mg and Zr additions, *Materials Science and Engineering A*, **265**, 188-196.
- [67] **Davydov, V. G., Rostova, T. D., Zakharov, V. V., Filatov, Y. A., Yelagin, V. I.**, 2007. Scientific principles of making an alloying addition of scandium to aluminum alloys, *Materials Science and Engineering A*, **280**, 30-36.
- [68] **Kaufman, J.G.**, 2000. *Introduction to Aluminum Alloys and Tempers*, ASM International, Materials Park, Ohio.
- [69] **Birol Y.**, 2006. The effect of processing and Mn content on the T5 and T6 properties of AA 6082 profiles, *Journal of Processing Technology*, **173**, 84-91.
- [70] **Mrowka, G. N., Sieniawski, J.**, 2005. Influence of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of 6005 and 6082 aluminum alloys, *Journal of Processing Technology*, **162-163**, 367-372.
- [71] **Birol, Y.**, 2006. DSC Analysis of the precipitation reactions in the alloy AA 6082, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **83**, 219-222.
- [72] **Birol, Y.**, 2005. The effect of sample preparation on the DSC analysis of 6061 alloy, *Journal of Materials Science*, **40**, 6357-6361.

- [73] **Gupta, A, K., Lloyd, D, J., Court, S, A.,** 2001. Precipitation hardening in Al–Mg–Si alloys with and without excess Si, *Materials Science and Engineering A*, **316**, 11-17.
- [74] **Maruyama, N., Uemori, R., Hashimoto, N., Saga, M., and Kikuchi, M.,** 1997. Effect of silicon addition on the composition and structure of fine –scale precipitates in Al-Mg-Si alloys, *Scripta Materialia*, **36**, 89-93.
- [75] **Edwards, G, A., Kistiler, G., Dunlop, L., Couper, M, J.,** 1998. The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys, *Acta Materialia*, **46**, 3893-3904.
- [76] **Chang, J, Y., Shan, A.,** 2003. Microstructure and mechanical properties of AlMgSi alloys after equal channel angular pressing at room temperature, *Materials Science and Engineering A*, **347**, 165-170.
- [77] **Starink M, J.,** 2004. Analysis of aluminium based alloys by calorimetry: quantitative analysis of reactions and reaction kinetics, *International of Materials Review*, **49**, 3-4, 191
- [78] **Semiatin, S,L., Salem, A, A., Saram, M, J.,** 2004. Models for severe plastic deformation by ECAE, *JOM*, **56**, 69.
- [79] **Geng, H, B., Kang, S, B., Min, B, K.,** 2004. High temperature tensile behavior of ultra-fine grained Al-3,3Mg-0,2Sc-0,2Zr alloy by equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering A*, **373**, 229-238
- [80] **Ferrase, S., Segal, V, M., Hartwig, K, T, H., Goforth, R, E.,** 1997. *Metal Materials Transactions*, **A28**, 1047
- [81] **J.K.Kim, H.G.Jeong, S.I.Hong, Y.S.Kim, W.J.Kim,** 2001. Effect of aging treatment on heavily deformed microstructure of a 6061 aluminum alloy after equal channel angular pressing, *Scripta Materialia*, **45**, 901-907.
- [82] **Yaser, R., Field, D, P., Weiland, H.,** 2005. The effect of cold Deformation on the kinetix of the β'' precipitates in an Al-Mg-Si alloy, *Metallurgical and Materials Transactions*, **36A**, 2059-2065.
- [83] **Long, D, C., Ohmori, Y., Nakai, R.,** 2000. Effect of cold Rolling on the aging kinetix in an Al-Mg-Si based commercial alloys, *Materials Transactions JIM*, **41**, 690-695.
- [84] **Lukac, P., Balik, J.,** 1994. Kinetix of Plastic Deformation, *Key Engineering Materials*, **307**, 97-98,
- [85] **Kim, J, K., Kim, W, J.,** 2007. Post-ECAP Aging on Mechanical Properties of Age-Hardenable Aluminum Alloys, *Solid State Phenomena*, **124-126**, 1437-1440.
- [86] **Kim, W, J., Kim, J, K., Kim, H, K., Park, J, W., Jeong, Y, H.,** 2006. Effect of post equal-channel-angular-pressing aging on the modified 7075 Al alloy containing Sc, *Journal of Alloys and Compunds*, **450**, 1-2, 222-228.

- [87] **Vedani, M., Angella, G., Bassani, P., Ripamonti, D., Tussi, A.,** 2007. DSC Analysis of strengthening precipitates in ultrafine Al-Mg-Si alloys, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **871**, 277–284
- [88] **Afify, N., Gaber, A., Mostafa, M.S., Abbady, G.H.,** 2008. Influence of Si concentration on the precipitation in Al-1 at%Mg alloy, *Journal of alloys and Compounds*, **462**, 80–87
- [89] **Gaber, A., Gaffar, M.A., Mostafa, M.A., Abo Zeid, E.F.,** 2007. Precipitation kinetics of Al-1.12 Mg₂Si-0.35 Si and Al-1.07 Mg₂Si-0.33 Cu alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, **429**, 167–175
- [90] **Myhr, O.R., Grong, Ø., Andersen, S.J.,** 2001. Modelling of The age hardening behaviour of Al-Mg-Si alloys, *Acta Materialia*, **49**, 65–75.
- [91] **Biroli, G., Caglioti, G., Martini, L., Riontino, G.,** 1998. Precipitation kinetics of AA 4032 and AA 6082: A comparison based on DSC and TEM, *Scripta Materialia*, **39**, 2, 197–203.
- [92] **Jostein R., Ryum, N.,** 2005. Kinetics and mechanisms of precipitation in an Al-0.2 wt.% Sc alloy, *Materials Science and Engineering A*, **396** 409–422.

ÖZGEÇMİŞ

- Ad Soyad:** Emrah Fahri ÖZDOĞRU
- Doğum Yeri ve Tarihi:** Eskişehir, 04.11.1975
- Adres:** Atatürk Caddesi, Uçar Sokak, Dilkum Sitesi 2. Blok K.9, D.39 Kozyatağı/İstanbul.
- Lisans Üniversitesi:** İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya Metalurji Fakültesi, Metalurji Mühendisliği, 1998.
- Yüksek Lisans Üniversitesi:** İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Yüksek Lisans Programı, 2002.

Yayın Listesi:

- § Y. Sun., H. Ahlatci, **E. Ozdogru**, and H. Cimenoglu, 2006, Dry sliding wear behaviour of Fe–0.4C–25Cr–XNi cast steels, *Wear*, Volume 261, 3-4, 30, 338-346.
- § Arslan Kaya, M. Pekgülyüz, S. Türkoğlu, **E.F. Özdoğan**, 2004, Ağırlık Tasarrufu Amacıyla Otomobil Motor Bölmesinde Magnezyum Alaşımlarının Kullanımı, *Otomotiv Teknolojileri Kongresi* 21 – 23, BURSA.
- § **E. F. Ozdogru**, A. A. Kaya, E. S. Kayal, D. Eliezer, G. Gertsberg and N. Moscovitch, 2004, "Sliding Wear Behavior of Magnesium Alloy AZ91 Reinforced with Boron Carbide", *International Conference on Magnesium – Science, Technology and Applications*, Beijing, China.
- § Cinar F.S., Kızıllırmak V., Derin B, Yücel O, **Ozdogru E.F.**, 2004, "Carbothermal Reduction-Nitridation Study of Seydisehir Alumina", *Silicates Industriels*, 69, 5-8.
- § F.S. Cinar, V.Kızıllırmak, B. Derin, O. Yücel, **E.F. Ozdogru**, 2003, "Investigation of Reaction Mechanism and Morphologies of AlN Powders Produced by Carbothermal Reduction and Nitridation Process" ISNT'IT 2003, *Fourth International Symposium on Nitrides*, Mons, Belgium.
- § **E. F. Özdoğan**, A. Arslan Kaya, E. Sabri Kayalı, 2003, CrCoNi Esaslı Bir Süperalaşımın Yüksek Sıcaklık Oksidasyon Davranışı, *Elektron Mikroskobu Kongresi*, İzmir.
- § **E. F. Özdoğan**, A. A. Kaya, E.S. Kayalı, 2002, Bir Süper Alaşımın Yüksek Sıcaklıkta Oksidasyon ve Karburizasyon Davranışı, 1 1 . *Uluslararası Metalürji ve Malzeme Kongresi*, İstanbul.
- § A.A. Kaya, **E.F. Özdoğan**, D. Aboboz, S. Yiğit, O.Yücel, 2002, "Otomotivde Magnezyum Alaşım Uygulamaları", *OTEKON'02, Otomotiv Teknolojileri Kongresi Kongresi*, 41, Bursa..
- § D. Abanoz, **E.F. Özdoğan** and A. A. Kaya, 2001, "Crack propagation in high temperature materials during high temperature service", *15th National Electron Microscopy Congress*, Kuşadası, Aydın, Turkey.

§ E. F. Özdoğru, D. Abanoz and A.A. Kaya, 2001, “The microstructural investigation of a super alloy turbin blade that was exposed to high temperature conditions”, *15th National Electron Microscopy Congress*, Kuşadası, Aydın, Turkey.