

AŞIRI PLASTİK DEFORMASYON VE ÇÖKELME SERTLEŞMESİ İŞLEMLERİNİN 2024 ALÜMİNYUM ALAŞIMININ ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Evren TAN
Ebru SARALOĞLU
C. Hakan GÜR

Orta Doğu Teknik Üniversitesi
Orta Doğu Teknik Üniversitesi
Orta Doğu Teknik Üniversitesi

Effects of Severe Plastic Deformation and Precipitation Hardening on the Properties of 2024 Al-Alloy

Özet

Yüksek dayançlı alüminyum alaşımından mühendislik parçalarının üretimi, kapsamlı yatırım gerektiren büyük tesislerde termo-mekanik işlemlerle mümkün olmaktadır. Yüksek dayanım değerleri esas olarak çökeltme sertleşmesi ile sağlanmaktadır. Konvansiyonel yöntemlerle tane boyutu ancak 10 mikrona kadar düşürebilmekte ve işlem parametreleri her alaşım için yeniden belirlenmektedir. Daha üstün dayanım özelliklerinin elde edilebilmesi için tane büyüklüğü kontrolü ve diğer kuvvetlendirici mekanizmalar da dikkate alınmalıdır. Bu amaçla, Al alaşımları için alternatif imalat teknikleri geliştirilmeye çalışılmaktadır. Literatürdeki çalışmalar, aşırı plastik deformasyon ile çok ince taneli iç yapı elde edilerek, Al-alaşımlarının mukavemetinde önemli artış sağlanabileceğini göstermektedir. Bu çalışmada, laboratuvar ölçekli olarak çubuk şeklinde hacimli parçaları deforme eden Eş Kanallı Açısız Presleme (ECAP) sistemi imal edilmiştir. Bu sistemde aşırı plastik deformasyon uygulanan 2024 (çubuk) Al-alaşımı numuneler, SEM, TEM, X-ışınları kırınımı ve çeşitli mekanik deneyler yardımıyla incelenmiştir.

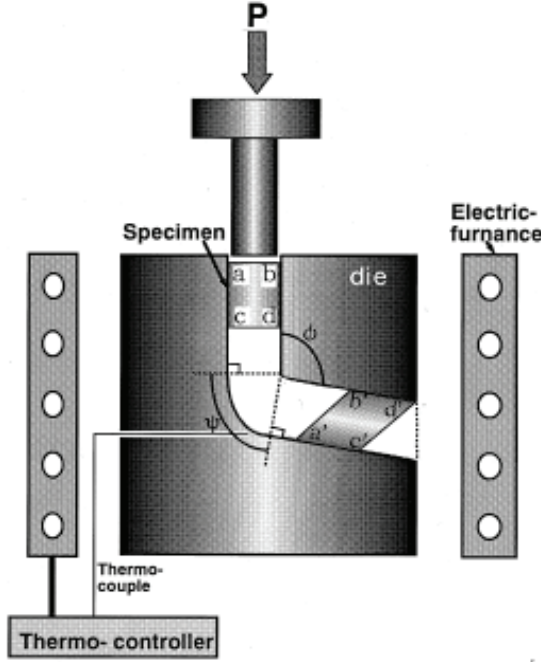
Anahtar Kelimeler: Aşırı Plastik Deformasyon, Eş Kanallı Açısız Presleme (ECAP), Al-2024, Yaşlandırma.

1. GİRİŞ

6xxx, 2xxx, 7xxx gibi yüksek dayançlı alüminyum alaşımları yüksek miktarda sıcak deformasyon işlemi gerektirdiğinden üretimleri ancak entegre tesislerde mümkün olmaktadır. Sıcak işlemin kontrollü bir program içerisinde yapılması, yüksek dayançlı alüminyum alaşımlarının üretiminde bir zorunluluktur. Bu alaşımlarda tane büyüklüğünün kontrolü, termo-mekanik işlemlerin temelini oluşturmaktadır. Konvansiyonel uygulamalarda, alaşımlara çökeltme sertleşmesinde etkili olmayan elementlerden az miktarda eklenerek sıcak işlem sonrası küçük taneli yapı elde edilmekte ve çözeltiye alma işleminde de tanelerin küçük kalmasını sağlanmaktadır. Ön termo-mekanik işlem olarak isimlendirilen bu kontrollü program, çoğu kez sıcak işlemle kısıtlı kalmamakta, benzer işlemlerin çözündürme sonrası evrede uygulanması (son termo-mekanik işlemler) elde edilecek özelliklerde etkili olmaktadır.

Aşırı plastik deformasyon yöntemi konvansiyonel teknolojiye alternatif olarak ortaya çıkmıştır. Yöntem, istenilen kalınlığa indirilmiş mamulün boyut değiştirmeksizin plastik deformasyonunu esas almaktadır. Hacimli parçaların deformasyonu için ECAP (Eş Kanallı Açısız Presleme) yöntemi ön plana çıkmaktadır. İlk olarak Segal vd. (1995) tarafından denemeleri yapılan yöntem, kesit alanını değiştirmeden silindirik veya dörtgen kesitli kütük malzemeleri aşırı plastik deformasyona uğratmak amacıyla geliştirilmiştir.

ECAP yöntemi, itme kuvvetini sağlayabilecek bir pres; kanallı bir kalıp ve gerektiğinde ısıtıcı bir fırından oluşmaktadır (Şekil 1). Kalıpta, belirli bir açıda kesişen eş kesitli iki ekstrüzyon kanalı mevcuttur. Numune kalıp kanalındaki açılı bölgeden geçtiğinde, yüksek miktarda kayma gerinmesine maruz kalmakta ve çok küçük taneli bir içyapı oluşmaktadır. Aynı numunenin kalıptan tekrarlı olarak geçirilmesi ile gerinme artmakta ve mikronaltı hatta nano boyutlarda tanelerin eldesi mümkün olmaktadır (Pithan vd. 2000). Laboratuvar ölçekli olan bu uygulama, deformasyonda kanal birleşim açısı Φ ve köşe yarıçap açısı θ nin etkin olduğunu göstermektedir. Nakashima vd. (1998) etkin tane inceltmede en iyi sonucun $\Phi=90^\circ$ koşulunda elde edildiğini, her geçişte malzemeye uygulanan gerçek gerinme değerinin yaklaşık 1 olduğunu belirtmiştir.



Şekil 1. Şematik ECAP düzeneği [Matsuki vd. 2000]

Tekrarlı geçişte malzeme davranışı numunenin kanala beslenme yönüne bağlıdır. Lee vd. (2003), nispeten daha yüksek açılı tane sınırları oluşturduğundan, her paso öncesi numuneyi 90° döndürme yönteminin tane inceltme açısından en iyi sonucu verdiğini öne sürmektedir.

Kim vd. (2001), 6061 alaşımına uygulanan ECAP+yaşlandırma işleminin T6 yaşlandırma pratiğinden daha üstün olduğunu göstermiştir. Horita vd. (2001) ECAP paso sayısını arttırmak yerine bir pasoyu takiben yaşlandırılan örneklerin akma dayanıcının daha yüksek olduğunu tespit etmişlerdir. Chung vd. (2002) paso sayısına bağlı olarak değişen tane büyüklüğünün mekanik özelliklere etkisini incelemiştir. Akma dayanıcında birinci paso ile ciddi bir iyileşmenin gerçekleştiği, takip eden pasolarda etkinin daha az olduğu tespit edilmiştir. Lee vd. (2003), 2024 alaşımını T0 (su verilmiş) durumunda 8 kez kalıptan geçirerek toplam ~8 'lik gerçek gerinme uygulamışlardır. Oda sıcaklığında ve 100°C 'ta yapılan bu işlem sonucunda malzeme tane büyüklüğünün sırası ile 0,3 ve 0,5 µm olduğunu tespit etmişlerdir. Diğer önemli husus ise malzemenin ısı kararlılığıdır: 400–450°C 'de tavlama tane büyüklüğü 1 µm 'nin üstüne çıkmamıştır. Zheng vd. (2003), 20 mikron tane büyüklüğüne sahip 7050 alaşımını dört kez ECAP kalıbından geçirerek yaklaşık 0,7 µm büyüklüğünde taneler elde etmişlerdir. ECAP ile birleştirilmiş T6 uygulaması, klasik işlemlerden daha iyi sonuç vermiştir: bazı durumlarda dayançtaki

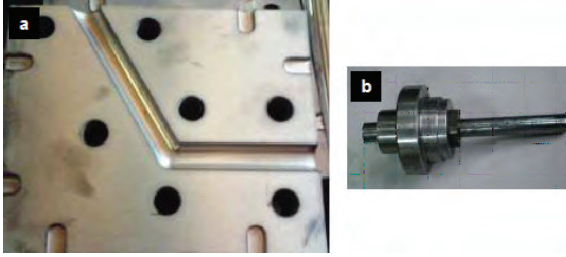
artış üç kata ulaşabilmekte ve tek pasoluk yoğunlaşma çoğunlukla yeterli olmaktadır. Chang ve Shan (2003), 100 µm tane büyüklüklü 6005 alaşımını tek pasoda deforme etmiş ve bunun sonucunda 0,3-0,4 µm büyüklüğünde bir tane yapısı elde etmiştir. Chang ve Shan (2003) her bir paso sonrası 180° döndürme içeren işlemle uygulanan ECAP yöntemi ile malzeme akma çekme ve süneklik değerlerinin değişimini incelemiştir. Yüksek sıcaklıklarda 6xxx alaşımında yapılan ECAP ile malzeme dayanıcının düştüğünü saptanmıştır (Chang vd. 2003). Kim vd. (2003) ise TEM analizleriyle ECAP sonrası yaşlandırmanın mikroyapıya etkisini incelemiştir. Bu iki mekanizmanın etkisi ECAP uygulanan alaşıma çok yüksek mukavemet ve makul miktarda süneklik sağlamaktadır. Cai vd. (2004) sıcak ECAP sonucu oluşan yaşlanma durumu incelemiştir. Kim vd. (2005) tarafından yapılan ECAP sonrası yaşlandırma işlemiyle, alaşımın çökeltme sertleştirme yöntemiyle kuvvetlendirilebileceği ve aynı zamanda çekme esnekliği toparlanma etkisiyle iyileştirilebileceği görülmüştür.

Mikron ve mikron altı seviyelerinde tane boyutu, yüksek dayanç ve sertlik, yorulma ömründeki iyileşme ve standart T6 işlemine göre belirgin avantajlar içermesi, 6xxx serisi ve diğer yüksek dayançlı alüminyum alaşımları için istenilen bir durumu ifade etmektedir. Hemen hemen bütün alüminyum ve alüminyum alaşımlarında dayanç ilk paso ile artmakta, süneklik azalmaktadır. Takip eden pasolarda, dayançta az artışa rağmen süneklikte bir değişikliğin olmaması, malzeme tokluğunda artışına işaret etmektedir. ECAP yöntemin diğer dikkat çekici yönü, malzeme tane yapısının ısı kararlılığıdır. Çoğu malzeme 200°C 'ye kadar tane büyüklüğünü muhafaza etmekte, bu sıcaklık 2xxx ve 7xxx serisi alaşımlarda 300°C 'ye kadar çıkabilmektedir.

Bu makale, yüksek dayançlı alüminyum alaşımı ara mamullerin, termo-mekanik işlemlerden daha basit ve daha düşük maliyetle ve daha iyi özelliklerde küçük ölçekli firmalarda da üretimini mümkün kılacak alternatif bir teknolojinin geliştirilmesi için temel oluşturmayı amaçlayan TÜBİTAK 105M174 projesi sonuçlarından derlenmiştir. 2024 alüminyum alaşımına aşırı plastik deformasyon tekniği uygulayarak termo-mekanik tekniklerle elde edilen dayanç değerlerinden daha yüksek değerlere ulaşılması hedeflenmiştir. Elde edilen numunelerde iç yapı değişimi ve mekanik özelliklerdeki iyileşme deneylerle incelenmiştir.

2. GEREÇ ve YÖNTEM

İlk olarak, imal edilecek laboratuvar ölçekli deformasyon düzeneğinin tasarımı ve deformasyona etki eden faktörleri irdelemek için sonlu eleman yöntemiyle modelleme yapılmıştır. Takiben, çubuk şeklinde hacimli parçaları deformasyonu için 120° açılı, 18mm çap kesitinde kalıp tasarlanıp Eş Kanallı Açısal Presleme (ECAP) sistemi imal edilmiştir (Şekil 2). Kalıp H13 sıcak iş takım çeliğinden üretilmiş; kanal iç yüzeyleri elektro polisaj ve plazma nitrasyon yapılarak pürüzsüzleştirilmiştir. Gereken itme basıncı 150 mm çapındaki pistonlara bağlı tungsten-karbürden mamul punçlarla sağlanmaktadır. 30 mm uzunluğundaki her Al numunenin önüne bakır malzeme yerleştirilmiş ve geri tepme basıncı oluşturulmuştur. Kalıp yüzeyindeki sürtünme Mo esaslı toz yağlayıcıyla azaltılmaktadır. Deforme edilecek tüm numunelerin arasına yaklaşık 2 mm kalınlığında yağlayıcı peletler konulmaktadır. Ayrıca itki malzemesi olarak kullanılan bakır parçaların yan yüzeylerine açılan kanallara dolan toz yağlayıcı sürekli yağlamayı gerçekleştirmektedir. Etkif yağlama işlemi aynı anda bu iki basamağın uygulanmasıyla sağlanmaktadır.



Şekil 2. Ø=18mm dairesel kesitli kalıp ve itici punç

Çizelge 1. Al-2024 alaşımı spektral analizi ve standart alaşım kimyasal kompozisyonu

	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Cr	Ti
Kullanılan	92,6	0,106	0,217	4,9	0,595	1,24	0,156	0,0166	0,0292
Standart	90,7 – 94,7	<0,5	<0,5	3,8 – 4,9	0,3 – 0,9	1,20 – 1,80	<0,250	<0,100	< 0,150

Çizelge 2. Yaşlandırma sıcaklıkları ve süreleri

	Sıcaklık (°C)	Süre (saat)					
Deforme edilmemiş örnekler	190	0,5	1	2	4	8	12
ECAP uygulanmış örnekler	80	30	43	55	65	86	
	100	6	12	24	32	6	12
	190	0.25	0.5	1	2	4	6

Kimyasal bileşimi Çizelge 1’de belirtilen Al-2024 alaşımı kütük kullanılmıştır. Kütükten çıkarılan 18mm çapında 30mm boyunda çubuklar ECAP sisteminde deforme edilmiştir.

Çözeltiye alma işlemi için numuneler muffle fırında 495°C de 1 saat tavllanmış ve takiben buzlu suda (0°C) soğutulmuştur. Ara basamaklarda oluşabilecek doğal yaşlanmanın önüne geçebilmek için numuneler -18°C ’de derin dondurucuda tutulmuştur. ECAP uygulanmış ve uygulanmamış numunelerin yaşlandırılmasında ±1°C hassasiyetteki yağ banyosu kullanılmıştır. Yağ ortamı olarak 1000cP viskozitede silikon yağı tercih edilmiştir. Yaşlandırma sıcaklıkları ve süreleri Çizelge 2’de sunulmuştur.

Aşırı plastik deformasyon uygulanan 2024 çubuk numuneler, SEM, TEM, X-ışınları kırınımı ve çeşitli mekanik deneyler yardımıyla incelenmiştir.

X-ışını kırınım profilleri bakır hedef metale sahip Ka monokromatik dalga boyunda x-ışını üreten ($\lambda=1,54183\text{Å}$) Rigaku DMAX2200 X-ışını cihazıyla elde edilmiştir. Kırınım verileri, $2\theta = 37,5^\circ - 40^\circ$ aralığında (111) düzlemi için toplanmış ve karşılaştırılmıştır. Deformasyon sonrası hücre boyutunun (cell size) ölçülmesi amacıyla X-ışınları çizgi genişlemesi yönteminden yararlanılmıştır. Limitli hücre boyutu sayesinde kırınım genişlemektedir. Kırınım genişliği, B, yarım maksimumdaki tam genişlik (FWMH) yöntemiyle ölçülerek; hücre boyutu, t ile aşağıdaki bağıntı ile ilişkilendirilmiştir:

$$t = (0,9\lambda)/(BS \cdot \cos \theta_B)$$

BS yapısal genişleme (structural broadening), λ kullanılan dalga boyu ve θ_B kırınım Bragg açısıdır. Yapısal genişleme, $BS^2 = BE^2 - BR^2$ formülüyle hesaplanmıştır. BE yapısal ve cihaz nedenli genişlemeyi içeren ECAP uygulanmış numuneye ait kırınım genişliğini; BR ise sadece cihazsal genişlemeyi içerdiği düşünülen referans kırınım genişliğini ifade etmektedir.

Mikroyapı incelemesi için optik mikroskop (OM), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve geçirim elektron mikroskobu (TEM) kullanılmış ve ECAP işlemi ve sonrası ısıtma işlemlerinin etkileri araştırılmıştır. OM ve SEM incelemeleri öncesi numuneler standart metalografi yöntemleriyle hazırlanmış ve Keller dağlayıcısı ile dağlanmıştır. Hazırlanan örnekler Nikon Optiphot-100 optik mikroskop ve Jeol JSM6400 Tarama Mikroskobu ile incelenmiştir. 25% nitrik asit + 75% metanol çözeltisinde -33°C 'de elektroparlatma yöntemiyle hazırlanan örnekler JEOL 2100 Geçirim Elektron Mikroskobu ile incelenmiştir. Karanlık Alan (DF), Parlak Alan (BF), Seçilmiş Alan Elektron Kırınımı (SAED) ve EDS teknikleriyle mikroyapı araştırılmıştır.

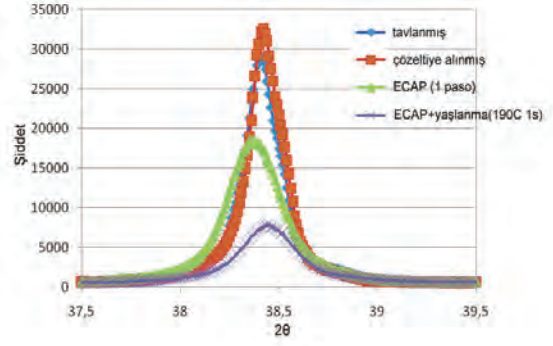
Brinell sertlik taramaları ise 2,5mm çelik top uçlu Heckert analog sertlik cihazıyla yapılmıştır.

3. BULGULAR ve TARTIŞMA

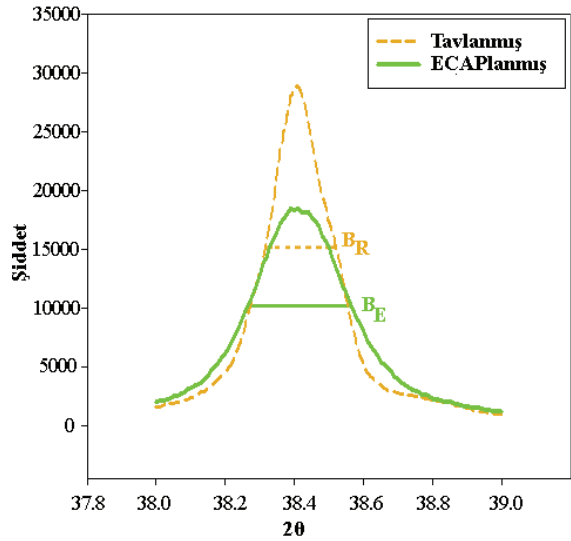
X-ışını Kırınımı Ölçüm Sonuçları

Deformasyon ve yaşlandırma işlemleri malzemenin mikroyapısını değiştirmekte ve x-ışını kırınım profilini etkilemektedir. Şekil 3, ortalama $2\theta=38,3^\circ$ değerinde gözükten alüminyum (111) düzlemine ait karakteristik kırınım tepesindeki değişimi göstermektedir. Kırınım tepesi, hızlı soğutma, deformasyon ve yaşlandırma işlemlerine bağlı olarak genişlemekte, sağa-sola kaymaktadır. Çözeltiye alma sonrası artan yarı yükseklik genişliği; sistemde kalıntı gerilmelerinin oluştuğuna işaret etmektedir. Deformasyon sonrası tepe noktası aşağıya düşmüş ve genişleyerek sola kaymıştır. Bu durum kalıntı geriliminin varlığı ve hücreli yapı oluşumuna işaret eder. ECAP sonrası yaşlandırılan örnekte ise profil sağa kaymış ve x-ışını kırınım şiddeti azalmıştır.

ECAP sonrası oluşan hücre boyutunun x-ışını çizgi genişlemesi (line broadening) yöntemiyle tayini için ECAP uygulanmış ve referans olarak seçilen tavllanmış durumdaki kırınım profillerinden çizgi genişlemesi (B_E ve B_R) tayin edilmiştir (Şekil 4). ECAP sonrası elde edilen ortalama hücre boyutu yaklaşık 50 nm olarak saptanmıştır.



Şekil 3. Uygulanan işlemlerin 2024 Al-alaşımı numunelerinin (111) düzlemine ait x-ışını kırınım tepesine etkisi

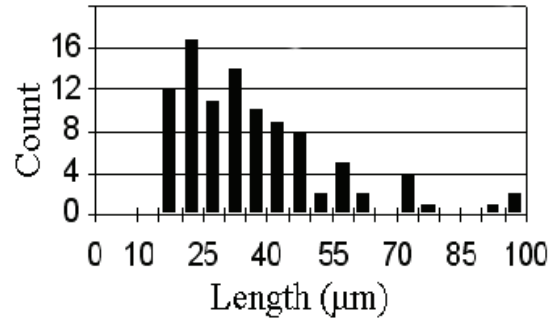
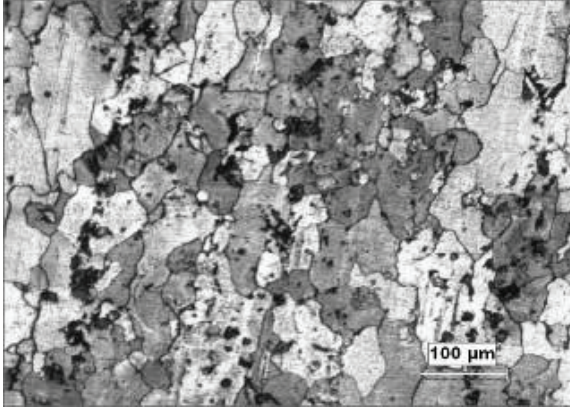


Şekil 4. Tavllanmış ve ECAP uygulanmış örneklerin (111) düzlemi için x-ışını kırınım analizi

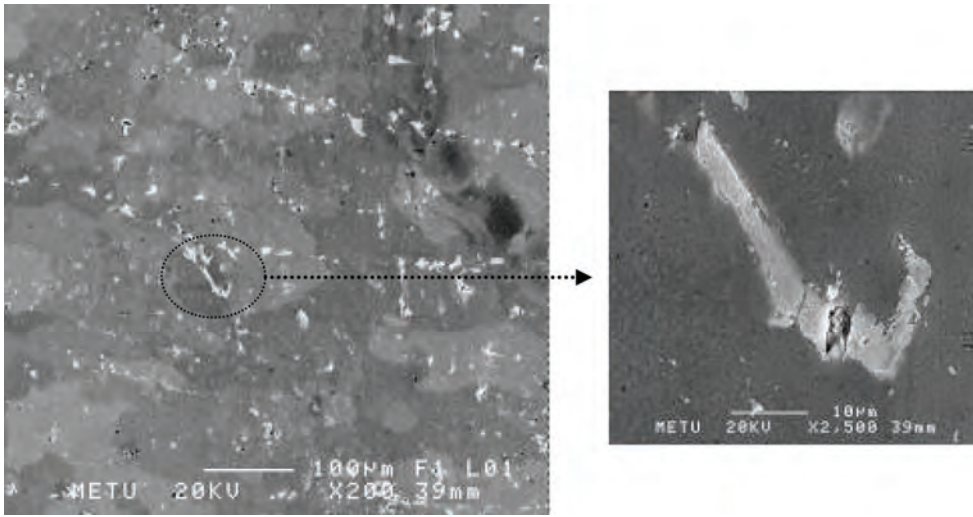
Mikroyapı İncelemeleri

Al-2024 alaşımının başlangıç konumunun belirlenmesi için optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobundan faydalanılmıştır. Deformasyon ve sonrası ısıtma işlemlerinin mikroyapı değişimleri geçirim elektron mikroskobuyla incelenmiştir.

Çözeltiye alınmış Al-2024 alaşımının optik mikroskop altındaki görünümü Şekil 5'te gösterilmiştir. Görüntü analiz programıyla tane boyutu dağılımı ölçülmüş ve ortalama tane boyutu $35\mu\text{m}$ olarak saptanmıştır. Optik mikroskop ve SEM çalışmaları (Şekil 6) matriste yayılmış durumda inklüzyonların varlığını göstermektedir. EDS yöntemiyle matris ve inklüzyonların kimyasal kompozisyonu tayin edilmiş ve Çizelge 3'te sunulmuştur.



Şekil 5. Çözeltiyeye alınmış Al-2024 alaşımının mikroyapısı
(a) Optik mikrograf (100X), (b) Tane boyutu dağılımı



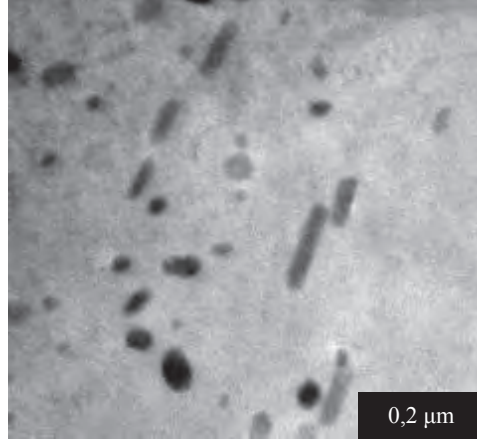
Şekil 6. Çözeltiyeye alınmış Al-2024 alaşımının SEM altındaki görünümü

Çizelge 3. Çözeltiyeye alınmış Al-2024 alaşımında matris ve inklüzyonların EDS analizleri

Matris		İnküzyon	
Element	Ağırlıkça %	Element	Ağırlıkça %
Al	94,46	Al	56,86
Cu	5,29	Cu	27,91
Mg	0,25	Mg	-
Fe	-	Fe	8,54
Mn	-	Mn	5,15
Si	-	Si	1,54

TEM çalışmaları başlangıç durumu, ECAP uygulanmış, ECAP sonrası yaşlandırılmış olmak üzere 3 başlık altında toplanmıştır. Karanlık Alan (DF), Parlak Alan (BF), Seçilmiş Alan Elektron Kırınımı (SAED) ve EDS teknikleriyle inklüzyon ve çökelti tayini, dislokasyon durumu ve tane/hücre boyutu saptanmaya çalışılmıştır.

Al-2024 alaşımının başlangıç durumu (Şekil 7), mikroyapıda çubuk şeklinde fazların varlığını göstermektedir. Bu faz, EDS analiziyle incelenerek Çizelge 4 'te sunulmuştur. Cheng vd. (2007) Al-2024 alaşımlarında yeniden-kristalleşme ve tane boyutu kontrolü için Al₂₀Cu₂Mn₃ çubuksu T-fazının kullanıldığını belirtmektedir. EDS analiz sonuçları bunu doğrulamaktadır. Şekildeki siyah çizgilerin dislokasyonları gösterdiği saptanmıştır. Soğuk deformasyondan ötürü belirgin tane/hücre duvarları oluşmamıştır.

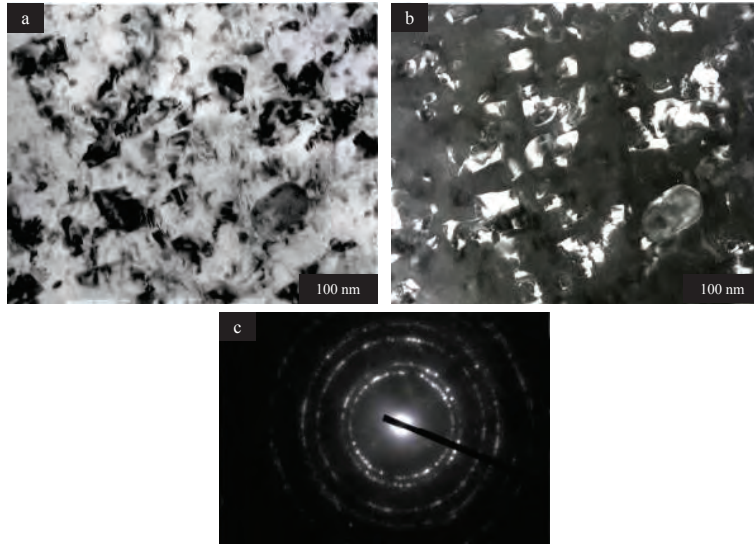


Şekil 7. Başlangıç konumundaki Al-2024 alaşımının TEM görüntüsü

Çizelge 4. Çubuksu fazların kimyasal analizi (EDS)

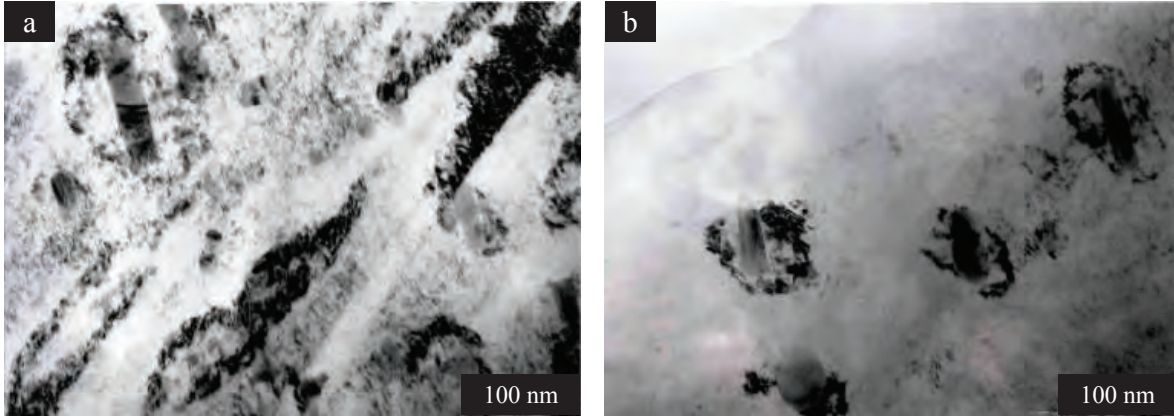
Element	Ağırlıkça %	Atomik %
Al	86,81	93,15
Cu	4,70	2,48
Mg	0,69	0,82
Mn	7,79	3,55

Alaşımın ECAP yöntemiyle deforme edildikten sonraki iç yapı durumu Şekil 8'de sunulmuştur. Karanlık alan (DF) yöntemiyle elde edilen fotoğrafta (Şekil 8.b) beyaz tanemsi yapılar saptanmıştır. Bu yapıların boyutlarının X-ışınları yöntemiyle elde edilen hücre boyutu ile tutarlı olduğu görülmüştür. Şekillerde yüksek dislokasyon yoğunluğunun yarattığı gerinme alanlarından dolayı tane sınırları net olarak seçilememektedir. Şekil 8.c'de sunulan seçili alan elektron kırınımı halka formuna sahiptir. Halka formu ECAP deformasyonu sonrası farklı yönlemeye sahip tanelerin varlığına işaret etmektedir.



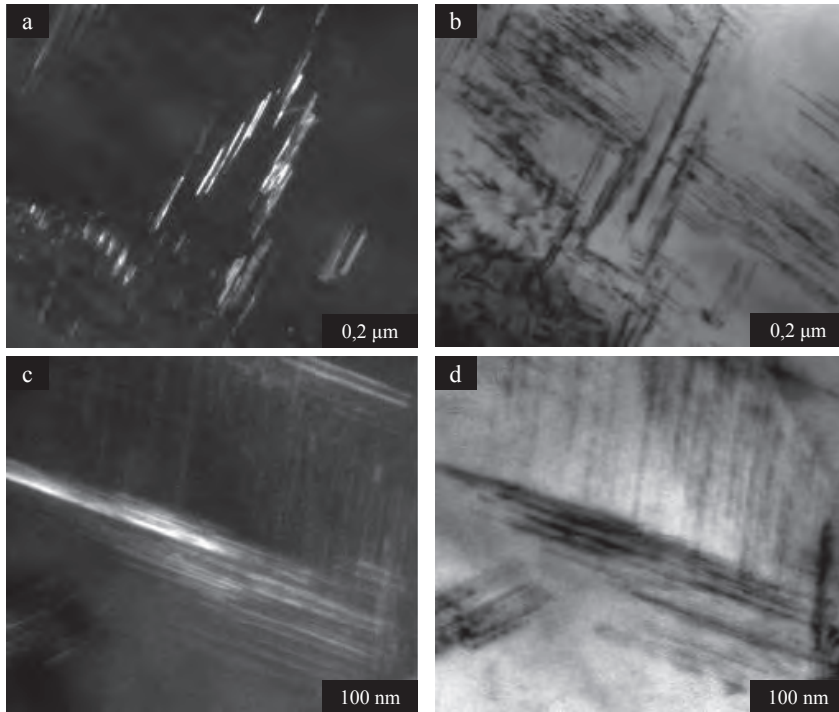
Şekil 8. ECAP uygulanmış Al-2024 alaşımının TEM görüntüleri
(a) Parlak alan (BF), (b) Karanlık alan (DF), (c) Seçilmiş alan elektron kırınımı (SAED)

Şekil 9'daki siyah bölgeler dislokasyon bantlarını, beyaz bölgeler ise dislokasyonsuz taneleri göstermektedir. Şekillerde T-fazı etrafına dolanmış dislokasyonlar da dikkat çekmektedir. Şekil 7 ve Şekil 9 karşılaştırıldığında ECAP deformasyonunun mikroyapı üzerine etkileri açıkça görülmektedir. Şekil 9.b'de T-fazı etrafındaki yüksek dislokasyon yoğunluğu heterojen deformasyona işaret etmektedir. Bu ve benzeri mikroyapıdaki T-fazının dislokasyon hareketine engel teşkil edeceği aşikardır. Zaten, ECAP gibi aşırı deformasyonlu yapılarda, kuvvetlendirme mekanizması olarak dislokasyon-dislokasyon kenetlenmesinin tane boyutu etkisine göre daha etkili olacağı düşünülmektedir.



Şekil 9. ECAP uygulanmış Al-2024 alaşımında dislokasyon yapısı

Yaşlandırma işlemi, hem deforme edilmemiş hem de ECAP uygulanmış numunelerde gerçekleştirilmiştir. Şekil 10' da 190°C 'de 12 saat yaşlandırılmış alaşımın karanlık alan (DF) ve parlak alan (BF) TEM görüntüleri verilmektedir. Görüntülerde belirli bir doğrultuda hizalanmış çökeltiler bulunmaktadır. Yapılan EDS analizleri çökeltilerin S' ve/veya S'' (Al₂CuMg) olduğunu göstermektedir. Çizelge 5'te verilen EDS analizi sonuçları Cu ve Mg atomik oranlarının birbirine yakın olduğu; fazla miktardaki Al ise matristen geldiğini göstermektedir.

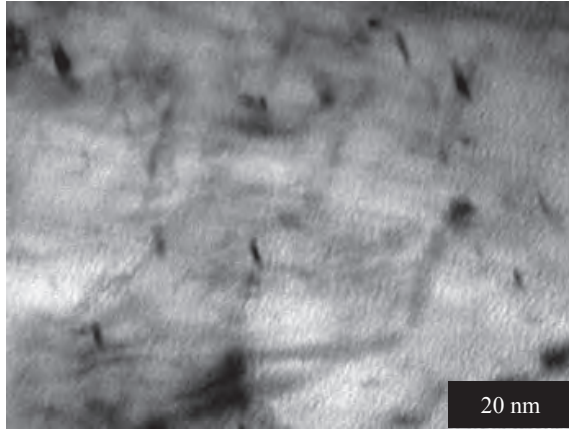


Şekil 10. Çözeltiye alma sonrası deforme edilmeden yaşlandırılan Al-2024 (a), (c) Karanlık alan (DF) görüntüsü, (b), (d) Aydınlanık alan (BF) görüntüsü

Çizelge 5. Yaşlandırılmış Al-2024 alaşımı çökeltisinin kimyasal analizi (EDS)

Element	Ağırlıkça %	Atomik %
Al	86,47	91,55
Cu	10,27	4,62
Mg	3,26	3,83

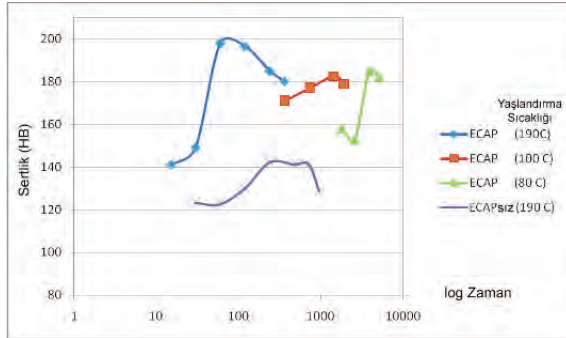
ECAP sonrası 190°C'de 2 saat yaşlandırmanın etkisi Şekil 11'de görülmektedir. Yüksek dislokasyon yoğunluğu, net bir kontrast farkını engellese de ufak çökelti seçilebilmektedir.



Şekil 11. ECAP uygulanmış ve yaşlandırılmış Al-2024 numunenin TEM görüntüsü

Sertlik Ölçümü Sonuçları

Tek paso ECAP sonrası uygulanan yaşlandırmanın malzemenin özellikleri üzerine etkileri incelenirken, ilk olarak deforme edilmemiş 2024 Al-alaşımının yaşlanma sertleşmesi takip edilmiş, 190°C'de yaşlandırılan örneklerde maksimum sertliğe (141 HB) 24 saat yaşlanma sonucunda ulaşılmıştır. Daha sonra çözeltiye alınmış numuneler ECAP sisteminde tek paso deforme edilerek yaşlandırma işlemine tabi tutulmuştur. 80°C, 100°C, 190°C'de yapılan yaşlandırmaların malzemenin sertliğine etkisi Şekil 12. 'de sunulmuştur.



Şekil 12. 2024 Al-alaşımı numunelerinde ECAP sonrası yaşlandırma süresine bağlı sertlik değişimi

ECAP sonrası yaşlandırılan numunelerde, doğrudan yaşlandırılmış numuneden daha yüksek sertliğe ulaşılmıştır. Yaşlandırmada sıcaklığının azaltılması azami sertlik değerinde azalmaya sebep olsa dahi sertliklerin ECAP uygulanmadığı durumdan daha yüksekte olduğu gözlenmiştir. 190°C'de yaşlandırılmış iki set kıyaslandığında, ECAP uygulanan numune hem daha yüksek sertliğe ulaşmakta hem de maksimum sertliğe daha kısa zamanda erişmektedir. Standard yöntemle yaşlandırılan 2024 alaşımı 190°C'de 24 saat sonunda yaklaşık 141 HB sertliğe ulaşırken; çözeltiye alma ve yaşlandırma arası ECAP yöntemiyle tek paso deforme edilen numunede aynı sertlik mertebesine 1 saat sonunda erişilmiştir. Bu sonuçlar, ECAP yönteminin yaşlanma kinetiğini hızlandırdığını göstermektedir. ECAP sırasında artan dislokasyon miktarının, çökelti oluşumu sırasında çekirdeklenme mevkisi olarak davranıp heterojen çekirdeklenmeye neden olduğu düşünülmektedir. Bu sayede çökelti oluşma hızı artmakta ve doruk sertliğe ulaşma süresi kısalmaktadır. Elde edilen bu bulgular "aşırı plastik deformasyon" yönteminin bir avantajı olarak yorumlanmaktadır.

4. SONUÇLAR

İmal edilen kalıp sistemi sayesinde çatlaksız 2024 Al-alaşımı numuneler (18 mm çap, 30 mm uzunluk) elde edilebilmiştir. Numunelerin önüne konan bakır bloklar sayesinde geri tepme basıncı ayarlanarak kalıp sökme takma işlemi olmadan ardışık numune geçirilmesi mümkün olmaktadır.

Tek paso ECAP deformasyonu ile sertlik değeri, ortalama 82 HB'den 160 HB'ye çıkmaktadır.

Deformasyon ve yaşlanmaya bağlı olarak malzemenin iç yapısı değişmekte ve x-ışını kırınım tepesinde genişleme ve kayma meydana getirmektedir. Kırınım çizgisi genişlemesi yöntemiyle ECAP sonrası ortalama hücre boyutu 50nm olarak hesaplanmıştır. Bu sonuç, TEM incelemeleriyle tutarlılık göstermektedir.

TEM görüntülerinden, Al-2024 alaşımının çözeltiye alınmış durumda çubuksu T-fazına sahip olduğu anlaşılmaktadır. ECAP sonrası dislokasyonlar T-fazı etrafında yumaklanmış ve sertleşmeye katkı sağlamıştır. Artan dislokasyon yoğunluğu nedeniyle tane sınırlarının saptanmasında güçlük çekildiğinden, ECAP sonrasında tavlama işlemi uygulanmıştır. Tavlama sonucunda, iç yapıda toparlanma ve yeniden-kristalleşme mekanizmaları devreye girmiş ve ortalama hücre boyutu 0,4 µm mertebesine ulaşmıştır. ECAP sonrası yaşlandırılan örneklerde ise S' ve S'' çökeltilerine rastlanmıştır.

2024 Al-alışımları tek paso ECAP sonrası yaşlandırılmış; deformasyonsuz yaşlandırmaya göre sertlik miktarındaki deęişim incelenmiştir. Kesit alandan alınan ortalama sertliklerde 190°C'de yaşlandırılmış örneklerde 24 saatte 141 HB'ye ulaşılabilirken, yaşlandırılma öncesi ECAP uygulanan örneklerde aynı sertliğe 1 saat sonunda ulaşılmaktadır. ECAP işleminin, yaşlanma kinetiğini heterojen çekirdeklenme mekanizması sayesinde arttırdığı düşünülmektedir.

Teşekkür: Bu çalışmanın gerçekleştirilmesi için 105M174 numaralı proje çerçevesinde destek veren TÜBİTAK'a teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

CAI M., Field D.P., Lorimer G.W., A Systematic Comparison of Static and Dynamic Ageing of Two Al-Mg-Si Alloys, *Materials Science and Engineering*, A373, 65-71, (2004).

CHANG J.Y., Shan A., Microstructure and Mechanical Properties of AlMgSi Alloys After Equal Channel Angular Pressing at Room Temperature, *Materials Science and Engineering*, A347, 165-70, (2003).

CHANG S.Y., Lee K.S., Choi S.H., Shin D.H., Effect of ECAP on Microstructure and Mechanical Properties of a Commercial 6061 Al Alloy Produced by Powder Metallurgy, *Journal of Alloys and Compounds*, 354, 216-20, (2003).

CHENG S., Zhao Y.H., Zhu Y.T., Ma E., Optimizing the Strength and Ductility of Fine Structured 2024 Al Alloy by Nano-precipitation, *Acta Materialia*, 55, 5822-32, (2007).

CHUNG C.S., Kim J.K., Kim H.K., Kim W.J., Improvement of high-cycle fatigue life in a 6061 Al alloy produced by equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering*, A337, 39-44, (2002).

HORITA Z., Fujinami T., Nemoto M., Langdon T.G., Improvement of Mechanical Properties for Al Alloys Using Equal-Channel Angular Pressing, *Journal of Materials Processing Technology*, 117, 288-92, (2001).

KIM J.K., Kim H.K., Park J.W., Kim J.W., Large Enhancement in Mechanical Properties of the 6061 Al Alloys After a Single Pressing by ECAP, *Scripta Materialia*, 53, 1207-11, (2005).

KIM W.J., Chung C.S., Ma D.S., Hong S.I., Kim H.K., Optimization of Strength and Ductility of 2024 Al by Equal Channel Angular Pressing (ECAP) and Post-ECAP Aging, *Scripta Materialia*, 49, 333-8, (2003).

KIM J.K., Jeong H.G., Hong S.I., Kim Y.S., Kim W.J., Effect of Aging Treatment on Heavily Deformed Microstructure of a 6061 Aluminum Alloy After Equal Channel Angular Pressing, *Scripta Materialia*, 45, 901-7, (2001).

LEE S., Furukawa M., Horita Z., Langdon T.G., Developing a Superplastic Forming Capability in a Commercial Aluminum Alloy Without Scandium or Zirconium Additions, *Materials Science and Engineering*, A342, 294-301, (2003).

NAKASHIMA K., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G., Influence of Channel Angle on the Development of Ultrafine Grains in Equal-Channel Angular Pressing, *Acta Materialia*, 46, 1589-99, (1998).

PITHAN C., Hashimoto T., Kawazoe M., Nagahora J., Higashi K., Microstructure and Texture Evolution in ECAE Processed A5056, *Materials Science and Engineering*, A280, 62-8, (2000).

SEGAL V.M., Materials Processing by Simple Shear, *Materials Science and Engineering*, A197, 157-64, (1995).

ZHENG L.J., Chen C.Q., Zhou T.T., Liu P.Y., Zheng M.G., Structure and Properties of Ultrafine-Grained Al-Zn-Mg-Cu and Al-Cu-Mg-Mn Alloys Fabricated by ECA Pressing Combined With Thermal Treatment, *Materials Characterization*, 49, 455-61, (2003).