

Eş Kanallı Açısal Presleme ve Toz Metalurjisi Yöntemiyle İşlenmiş Elementel Tozlardan Yaşlandırılabilir Al-%4Cu Alaşımların Üretimi Üzerine Bir Çalışma

Gözde VAREL¹, Ahmet GÜRAL²

¹ Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği 06500, Teknikokullar, Ankara

² Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, 06500, Teknikokullar, Ankara

(Geliş / Received : 05.01.2016 ; Kabul / Accepted : 05.02.2016)

ÖZ

Günümüzde aşırı plastik deformasyon sağlayan proseslerin önemi gittikçe artmaktadır. Özellikle eş kanallı açısal presleme (EKAP) yöntemiyle metaller ve alaşımlarının mekanik özelliklerinin artırılmasının yanında kesme düzlemleriyle nano boyutlara indirgenen tane yapısının malzemelerin kimyasal özelliklerini de önemli ölçüde geliştirildiği bilinmektedir. Bu araştırma çalışmasında kütlece %4Cu olacak şekilde Al ve Cu tozları ön karıştırma ile harmanlanmıştır. Sonrasında bu karışım tozlarla iki farklı alaşım üretimi yapılmıştır. İlki EKAP kalıbında farklı sıcaklık ve pas sayıları (EKAP kalıbından tek bir geçiş) ile presleme diğer ise toz metalurjisi ile üretimdir. Üç farklı bileşen ile üretilen EKAP malzemeleri ve KTM (klasik toz metalurjisi) yöntemi ile üretilmiş malzemeler, 2 saat 600°C'de sinterlenip, 4 saat çözündürülmüş ve oda sıcaklığına su verilmiştir. Herbiri belirli zaman aralıklarında 190°C'de toplamda 20 saat yaşlandırılmıştır. Çözündürme işlemleri sonrası tüm malzemelerde %90'dan fazla yoğunlaşma oranı elde edilmiştir ve EKAPlı yoğunlaşma oranları daha yüksektir. Bu malzemelerin mikro sertliği klasik toz metalurjisi ile üretilenlerin mikro sertlikleri arasında ciddi farklar gözlenmezken, EKAP'ın aşırı plastik deformasyon ile dislokasyon yoğunluğunu artırması, toz alaşımlandırma ile üretilen bu malzemelerin mikro sertliğine olumlu etki yapmıştır. Mikroyapı analizlerinde EKAP ile üretilen malzemelerde intermetalik Al/Cu bileşeni gözlenmiştir. Yaşlandırma işlemi sonunda tüm malzemelerin yaşlanma eğrisi elde edilmiş, pik sertlikleri ölçülmüştür. Malzemeler 10 ve 15 saatler arasında yaşlanmışlardır ve en yüksek sertlik 101,3 Hv ile EKAP ile üretime aittir.

Anahtar Kelimeler: Al alaşımı, yaşlandırma, aşırı plastik deformasyon, EKAP

A Study on Production of Age-Hardenable Al-%4Cu Alloys from Elemental Powders Processed by Equal Channel Angular Pressing and Powder Metallurgy Route

ABSTRACT

Recently, severe plastic deformation (SPD) applications are getting more and more important. Especially by equal channel angular pressing (ECAP), the mechanical properties of alloys are increased. In addition that by shear planes which are activated with ECAP, the grain refinement in nano scales is obtained and it also affects and enhances even chemical properties of the materials. In this research study Al-4%(wt.)Cu powders were prepared by pre-mixing. These pre-mixed powders were used to produce ingot materials by two different methods: ECAP and classical powder metallurgy method. Materials were sintered at 600°C for 2 hours and solution treated for 4 hours at 550°C then quenched to room temperature. Then materials were aged between particular time periods for 20 hours at 190°C. After solution treatment ECAPed samples had higher densification rate than the others. The micro-hardness measurements of all samples did not contain any difference until ageing treatment. The dislocation density produced by SPD of the ECAPed samples, affected positively to micro-hardness. In micro-structure analysis Al/Cu intermetallic components are seen at ECAPed samples. Ageing plot was obtained for all samples and they were aged between 10-15 hours. The highest micro-hardness according to ageing times were 101,3 Hv which belongs to ECAPed sample.

Keywords: Al alloy, ageing, severe plastic deformation, ECAP

* Sorumlu Yazar (Corresponding Author)

e-posta: gozdevarel@yahoo.com

Digital Object Identifier (DOI) : 10.2339/2016.19.3 333-341

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Saf alüminyum ve alaşımları modern mühendislikte en çok kullanılan demir dışı malzeme olarak önemli bir rol oynar. Bu metal ve alaşımlarını yığın halde (bulk) ve

tane büyüklüğü mikron altı (100-1000 nm) veya nanometre (100 nm'den daha az) düzeylerinde üretmek amacıyla pek çok teknik ortaya çıkmıştır [1]. Toz metalürjisi (T/M) veya klasik toz metalürjisi (KTM) de üniform ve ince mikroyapılı metal parçaları üretmek için kullanılan yöntemlerden biridir [2]. Son zamanlarda Al alaşımlarında böyle bir ince mikroyapı oluşumu, sadece mekanik dayanımı değil aynı zamanda alaşımın kimyasal ve fiziksel özelliklerini de artırarak Al ve alaşımlarını yapısal ve fonksiyonel uygulamalar için daha çekici bir hale getirmiştir [1].

Tane inceltmesinde en iyi bilinen örnek aşırı plastik deformasyon (APD) teknikleridir [1]. Eş kanallı açılmalı presleme (EKAP), APD proses teknikleri arasında en çok gelişenlerdendir ve ince taneler üretiminde etkili bir araçtır [3]. Pek çok yaşlandırılabilir alüminyum alaşımının mekanik özellikleri bu metotla geliştirilebilir. EKAP sırasındaki dislokasyon yoğunluğundaki artış, sadece malzemenin dayanımının artışıyla değil, aynı zamanda yaşlanma esnasındaki çökeltme oranında da artışa neden olur [4].

Şekil 1'de gösterildiği gibi bir EKAP kalıbı; kesit alanları eşit, kalıp merkezinde belirli bir açıyla kesişen iki kanal içerir. Test örneği bu kanal boyutlarına uyacak hale getirilir ve bir piston tarafından kalıba doğru bastırılır. Yük, Şekil 1 (a)'da gösterildiği üzere, örnek kalıptan geçerken üzerine verilir. Bu nedenle yalnız (basit) kesme, Şekil 1 (b)'de gösterilen 1 ve 2 olarak adlandırılmış iki komşu segment arasındaki kesme düzlemine uygulanır. Şekil 1 (a)'da gösterildiği üzere,

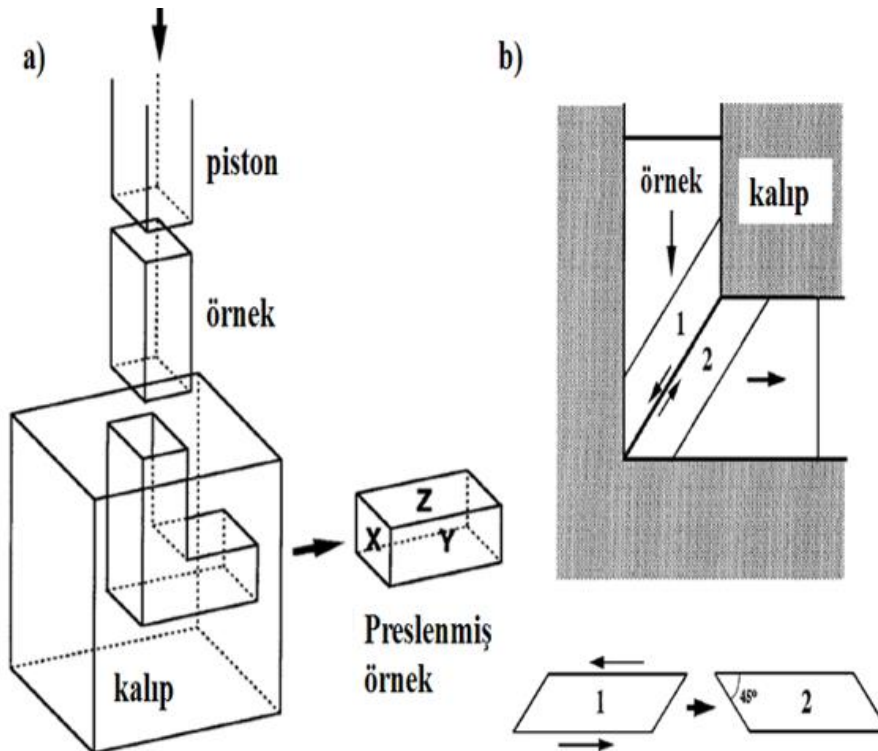
kalıptan çıkış noktasındaki örnekte üç düzlem tanımlanabilir. x düzlemi örneğin uzunlamasına eksenine diktir ve y ve z düzlemleri yan ve üst yüzeylerden paraleldir [5]. Malzemenin EKAP kalıbındaki eş kanallardan birinden preslenerek basılmasına ve diğer kanaldan çıkması işlemine "pas" adı verilmektedir.

EKAP sonrası malzemenin mekanik özellikleri incelendiğinde detaylı deneyler göstermiştir ki; EKAP, malzemelerde düzenli gerilim hızı sağlayan taneler ürettiğinde, yüksek süperplastik özellikler sağlamak için kullanılabilir. Pek çok çalışma EKAP'la malzemede yüksek gerilim oranlarında süperplastik elde edilen sonuçlar bildirmiştir [4, 5, 9-11, 13, 14].

Bu çalışmada; farklı EKAP parametreleri ile toz malzemelerden üretilmiş Al-%4Cu (kütlesel) karışımı ile klasik toz metalürjisi ile üretilmiş Al-%4Cu karışımının mikro yapısal karşılaştırılması yapılmış ve APD'nin Al-Cu alaşımının yaşlanma zamanına etkisi araştırılmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERIMENTAL STUDIES)

Bu çalışmada her biri sabit kütleli bileşimde Al-%4Cu olacak şekilde iki farklı metotla malzeme üretilmiştir. Bu metotlardan biri EKAP düzeneği diğeri ise klasik toz metalürjisi (KTM) ile üretimdir. Malzemelerde gaz atomizasyonu yöntemiyle elde edilmiş alüminyum (>%99,9 saflıkta) ve elektroliz ile üretilmiş Cu tozu

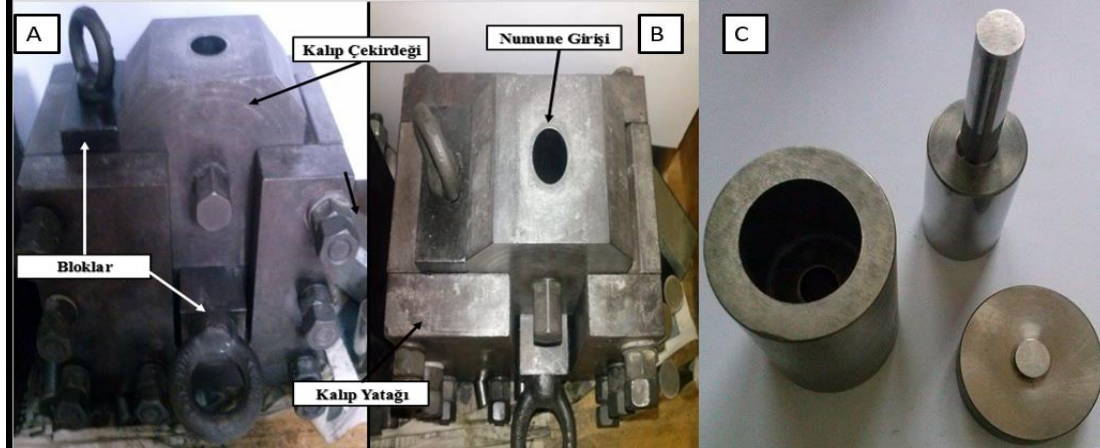


Şekil 1. EKAP numunesindeki düzlemler: (a) Üç ortogonal düzlem olan x, y ve z düzlemlerinin şematik gösterimi. (b) EKAP içerisinde birim 1 ve 2 arasındaki kesme prensibi [5] (of an ECAP Sample: (a) Illustration of three orthogonal planes x, y and z. (b) Shear principle of unit 1 and 2 in ECAP die

kullanılmıştır. Al tozlarının parçacık boyutu dağılımı ortalama $14\mu\text{m}$ ile $30\mu\text{m}$ arasında değişirken; Cu tozlarının parçacık boyutu dağılımı yaklaşık $24\mu\text{m}$ ile $60\mu\text{m}$ arasındadır. Tozlar; kütleye hassas elektronik tartıda kütleye %4'ü Cu olacak şekilde tartıldıktan sonra olabildiğince eşit dağılımları için cam bir kapta 10 dk boyunca çalkalanmıştır. Ardından vurgulu yoğunluk (tap-tensile) yöntemiyle önceden MoS_2 yağıyla

yağlanmış EKAP ve KTM (Şekil 2) kalıplarına konulmuştur. Ardından G.Ü. Teknoloji Fak. Metalurji ve Malzeme Müh. Lisansüstü Laboratuvarında bulunan özel tasarım EKAP ünitesi (Şekil 3) fırınında belirli sıcaklıklarda üretim gerçekleştirilmiştir. Aynı şekilde KTM malzemeleri üretilirken de EKAP ünitesinin fırından faydalanılmıştır.

Farklı sıcaklık ve pas sayılarına bağlı olarak EKAP ile



Şekil 2. Özel tasarım EKAP kalıbı (A-B) ve KTM kalıbı (C): Çap: 12 mm (A special design of an ECAP die (A-B) and P/M die (C): Diameter: 12 mm)



Şekil 3. EKAP deney düzeneği (ECAP Experimental Set-up)

Çizelge 1. EKAP yöntemi ile üretilmiş malzemelerin parametreleri (Parameters of the materials produced by ECAP method)

Numune Kodu	Bileşim (%kütleye)	Sıcaklık (°C)	Pas Sayısı	Rota
EKAP1	Al-4Cu	200	4	C
EKAP2*	Al-4Cu	200+500	4+4	C
EKAP3	Al-4Cu	200	8	C

* EKAP 2 numunesi üretilirken ilk olarak 200°C de 1 saat beklendikten sonra 4 pas, daha sonra 500°C 'de bir saat beklenip ve ardından kalıbın sıcaklığı 200°C 'ye düştükten sonra 4 pas daha gerçekleştirilmiştir.

üretilen numunelerin işlem şartları, numune kodları ile beraber Tablo 1’de verilmiştir.

EKAP numuneleri üretilirken kalıp sıcaklığının 200°C olması için fırının sıcaklığı 335°C’ye set edilmiştir. Ardından kalıbın istenilen sıcaklığa ulaşması için 1 saat beklenmiştir. Kalıbın sıcaklığı ısı çift vasıtasıyla devamlı olarak kontrol edilmiş ve istenilen rota ve sayıda paslar gerçekleştirilmiştir. EKAP2 numunesi preslenmeden önce, kalıp içinde 200°C’de 1 saat bekletilip 4 pas gerçekleştirildikten sonra kalıbın sıcaklığı 500°C’ye çıkarılmış ve 1 saat bekletilmiştir. 1 saat sonunda kalıbın tekrar 200°C’ye soğuması beklenmiş ve aynı rotada 4 pas daha gerçekleştirilmiştir. Klasik toz metalurjisi (KTM) yöntemi ile üretilen numunenin bileşimi aynı EKAP malzemeleri gibi kütlece %4 Cu içermektedir. Bu malzeme üretilirken EKAP ünitesi fırından faydalanılmış ve 200°C’de 1 saat bekletildikten sonra 6 ton pres yükü ile basılmıştır.

Isıl işlemlerdeki farklılıkları gözlemlemek adına malzemeler, EKAP ile üretilenlerden 2’şer numune olacak şekilde plakalar halinde dilimlenmiştir ve EKAP ve KTM numunesi toplamda 7’şer numune olacak şekilde sırayla 600°C’de sinterlenmiş, 550°C’de 4 saat çözündürülmüş ve çözündürülen malzemeler 190°C’de 5+5+5+3+2 saatlik ara basamaklarla toplamda 20 saat yaşlandırılmıştır.

Üretilen her bir malzemenin yoğunluğu ham, sinter sonrası, çözündürme sonrası olmak üzere Arşimed prensibine göre ölçülmüş ve olası değişiklikler gözlenmeye çalışılmıştır. Aynı şekilde mikro sertlik ölçümleri ham halleri, sinter sonrası, çözündürme sonrası ve yaşlandırma basamakları öncesi son kontrol ve yaşlandırma basamakları sonrası olarak Vickers cinsinden (Hv), 0,5 kg yük ve 10 s test parametreleriyle yapılmıştır.

Isıl işlemler sonlandırıldıktan sonra, EKAP pas sayısı ve sıcaklığının, Cu’nun Al matris içerisinde çözünürlüğüne etkisi, difüzyonuna katkısı ve bileşenlerin kantitatif analizi ham numunelerle birlikte ısı işlem gören numunelere yapılmıştır. Mikroyapı analizleri için EDS ünitesi Jeol 6060 LV Taramalı Elektron Mikroskobu kullanılmıştır.

3. BULGULAR ve TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

3.1. Yoğunluk Ölçümleri (Density Measurements)

Yoğunluk ölçümleri Arşimed prensibi ile sinterleme öncesi (ham), sinterleme sonrası ve çözündürme sonrası

olarak yapılmıştır. Tablo 2’de gerçek yoğunluk ve yoğunlaşma oranları sonuçları listelenmiştir.

Sinterleme öncesi, sonrası ve çözündürme işlemi sonrasında malzemelerin yoğunluklarında ciddi bir değişim gerçekleşmemiştir ancak genel olarak sonuçlar sinterleme işleminin amacına ulaştığını göstermektedir. Sinterleme sonrasında yoğunluklarında az da olsa artış gözükken numunelerin gözenek ve boşluk miktarının azaldığı söylenebilir ve malzemelerde herhangi bir distorsiyon meydana gelmemiştir. Bunun sonucu olarak malzeme daha homojen bir yapıya sahip olmuştur. Malzemelerin bu davranışları literatür sonuçları ile uyumaktadır [2, 6].

Çözündürme işleminde EKAP ile üretilen malzemelerin kendi içerisinde kıyaslaması yapıldığında ise yüksek sıcaklıkta yapılan EKAP2 malzemesinin yoğunluk değerlerinin çok daha kararlı olduğu görülürken; EKAP1 ve EKAP3 malzemelerinin yoğunluklarında daha fazla dalgalanma görülmektedir. Örneğin ham hallerinin yoğunluk oranları sırasıyla %91 ve %92, sinterleme sonrası %94 ve %92 son olarak dört saat çözündürme sonrası her ikisinin de %96’dır. Buradan yüksek sıcaklıklarda yapılan EKAP işleminin, yoğunluk kararlılığı açısından, oldukça başarılı olduğu söylenebilir. KTM yöntemi ile üretilmiş malzemenin yoğunluğunun göreceli olarak EKAP ile üretilen malzemelerinkine göre daha düşük olduğu görülmektedir. Tablo 2’de verilen yoğunlaşma oranları incelendiğinde, KTM ile üretilen malzemenin yoğunlaşma oranı %91 civarındadır. Bu beklenen durum, klasik toz metalurjisi yöntemlerinde toz parçacıkları arasında kalan gözeneklerin, sinterleme aşamasında difüzyonla bağ yapmasından kaynaklanır ve izole olan gözeneklerin, iç basıncın artması nedeniyle tamamen kapanması söz konusu olamamaktadır. Öte yandan EKAP ile üretimde bu yoğunlaşma oranının biraz daha üzerine çıkılabilmektedir. Özellikle pas sayısı daha yüksek olan EKAP2 malzemesinin hiçbir ısı işlem görmemiş hali göreceli olarak daha yüksek (%93) yoğunlaşma oranına sahiptir. Çözündürme işlemine geçildiğinde bakır atomlarının alüminyum matriste dağılması ve de sıcaklıkla beraber genleşmesi yoğunlaşma oranını düşürmüştür ya da Al ve Cu atomlarının farklı difüzyon hızlarından dolayı da çözünen kütleli elementin yerinde boşluk kalmış olabilir.

3.2. SEM-EDS Mikroyapı Analizleri (SEM-EDS)

Çizelge 2. Isıl işlemler öncesi ve sonrası gerçek yoğunluk (GY, g/cm³) ve yoğunlaşma oranları (YO, %) (Measured density before and after heat treatments and densification rates)

Malzeme	Ham		Sinter Sonrası		4 saat Çöz. sonrası	
	GY	YO	GY	YO	GY	YO
EKAP1	2,68	%91	2,78	%94	2,82	%96
EKAP2	2,74	%93	2,74	%93	2,70	%92
EKAP3	2,73	%92	2,70	%92	2,82	%96
KTM	2,73	%92	2,64	%89	2,74	%92

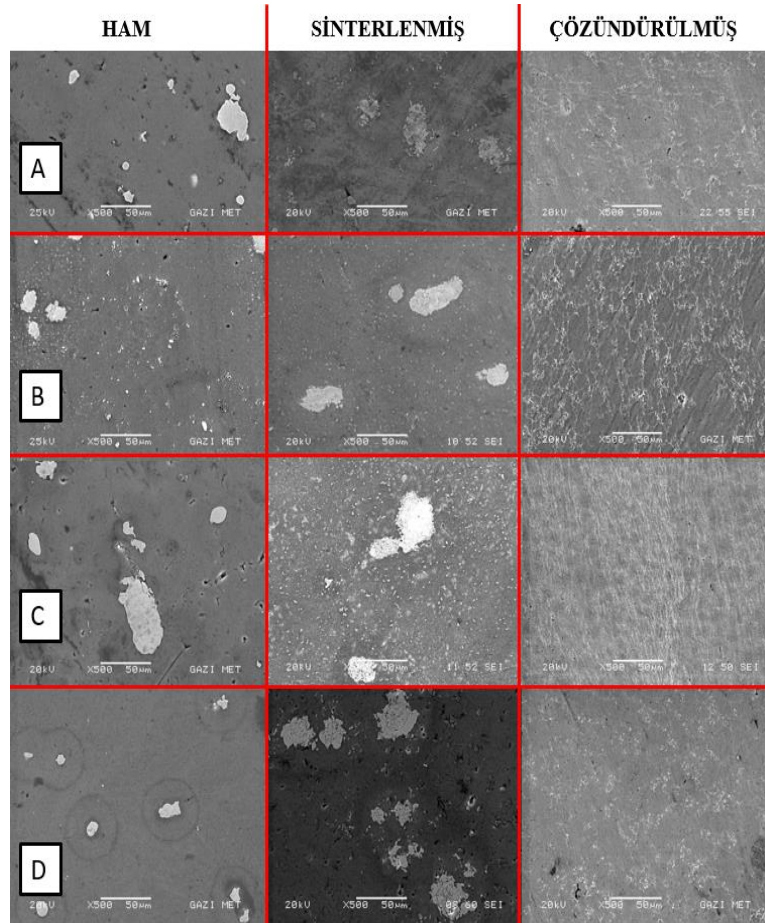
Microstructure Analysis)

SEM-EDS analizleri, sinter öncesi ısıl işlem görmemiş (ham), sinterleme sonrası ve 4 saat çözündürme olarak yapılmıştır. Şekil 4'te malzemelerin ısıl işlemlere göre mikro yapılarının SEM görüntüleri verilmiştir. Al matris (koyu gri) içerisinde Cu çökeltileri (açık gri) görülmektedir.

Şekil 4'de görüldüğü üzere ham EKAP2 malzemesinde Cu atomlarının diğer malzemelere göre çok daha geniş bir bölgeye yayılmıştır. EKAP2'nin daha yüksek sıcaklıklarda üretilmiş olması nedeniyle Cu atomlarının difüzyonu daha uzak mesafelerde gerçekleşebilmiştir. Çünkü bilindiği üzere katı faz difüzyonu sıcaklıkla

mikroyapılarına bakıldığında nispeten daha homojen yapı EKAP3'te görülmüştür. EKAP işlemi sırasında gerçekleştirilen tekrarlı geçişler ile hem tane inceltmesi sağlanmış hem de kayma düzlemlerinin harekete geçmesi ve yeni düzlemler oluşmasıyla Cu atomlarının matrise biraz daha yayılması sağlanmıştır. Bu açıdan düşünüldüğünde EKAP'ın çözündürme ısıl işlemine yardımcı bir görev üstlendiği sonucuna varılabilir. Tüm malzemeler ve ısıl işlemler içerisinde en heterojen dağılım ise KTM malzemesine aittir

Ham malzemelerde EKAP'ın Cu difüzyonuna katkısının araştırılması açısından Şekil 5'te verilen EDS analizi incelendiğinde aynı sıcaklıkta üretilen EKAP3 ve KTM

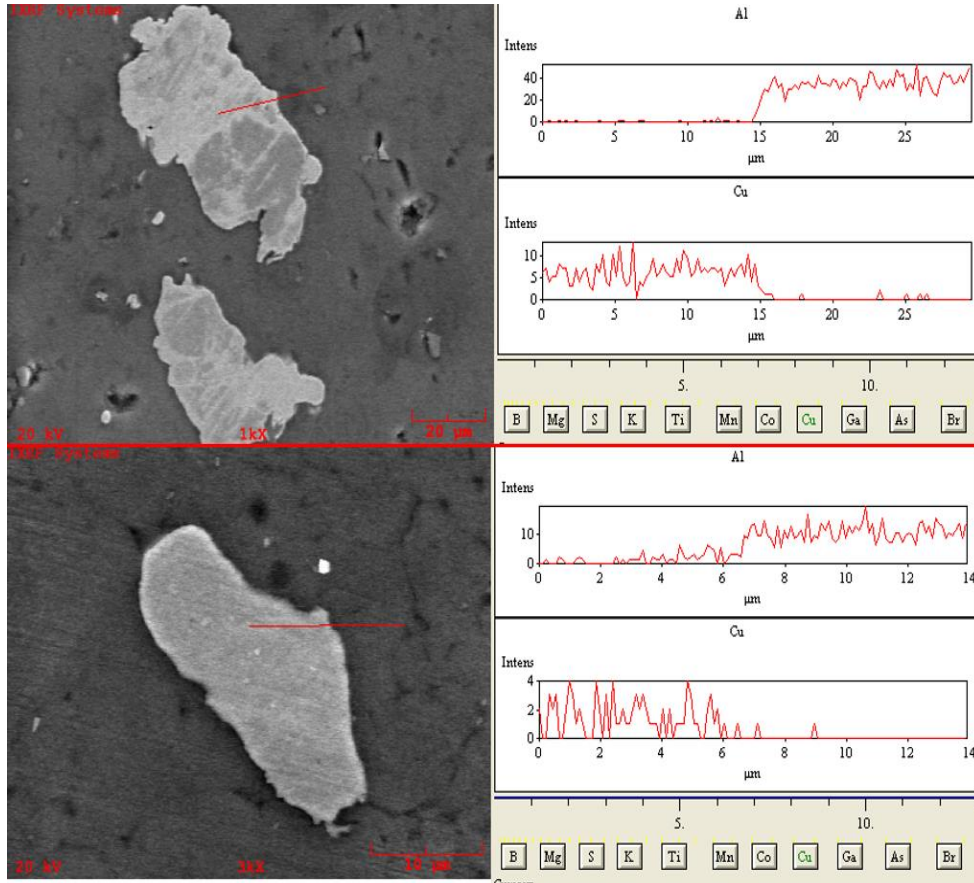


Şekil 4. Malzemelerin ısıl işlemler öncesi ve sonrası mikroyapı görüntüleri; (A) EKAP1, (B) EKAP2, (C) EKAP3 ve (D) KTM numunesi (Microstructure of the materials before and after heat treatments)

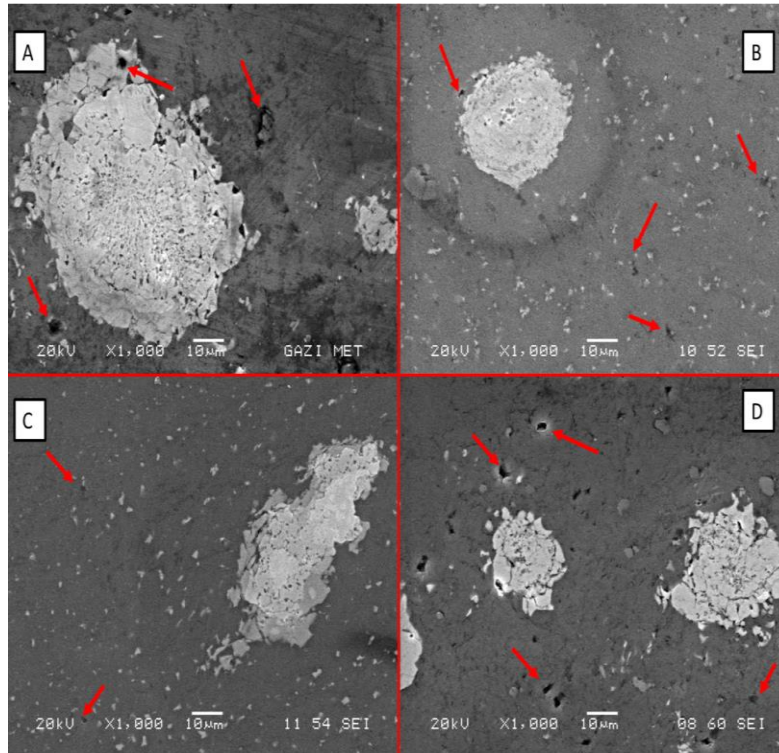
doğru orantılı olup 200°C'deki Cu atomlarının Al matris içerisindeki difüzyon hızı $8,09 \times 10^{-16}$ cm²/s iken 500°C'deki $4,22 \times 10^{-10}$ cm²/s'dir [7]. Bunun yanında sıcaklıkları aynı (200°C) ancak pas sayıları farklı olan EKAP1 (4 pas) ve EKAP3 (8 Pas) malzemelerinin

malzemelerinin karşılaştırılması yapılmıştır. Görüldüğü üzere EKAP3 malzemesine Cu kümelerinden 15µm uzakta Cu atomlarına rastlanırken, KTM malzemesinde bu mesafe 2µm'dir.

600°C’de 2 saat yapılan sinterleme işlemi sonrasında malzemelerde herhangi bir termal çarpılma gözlenmemiştir. Buradan toz harmanlama safhasının başarılı olduğu söylenebilir [8]. Malzemelerin SEM



Şekil 5. Ham EKAP3 ve KTM malzemelerindeki Cu'nun yayılma mesafesi (Diffusion distance of Cu in green EKAP3 and



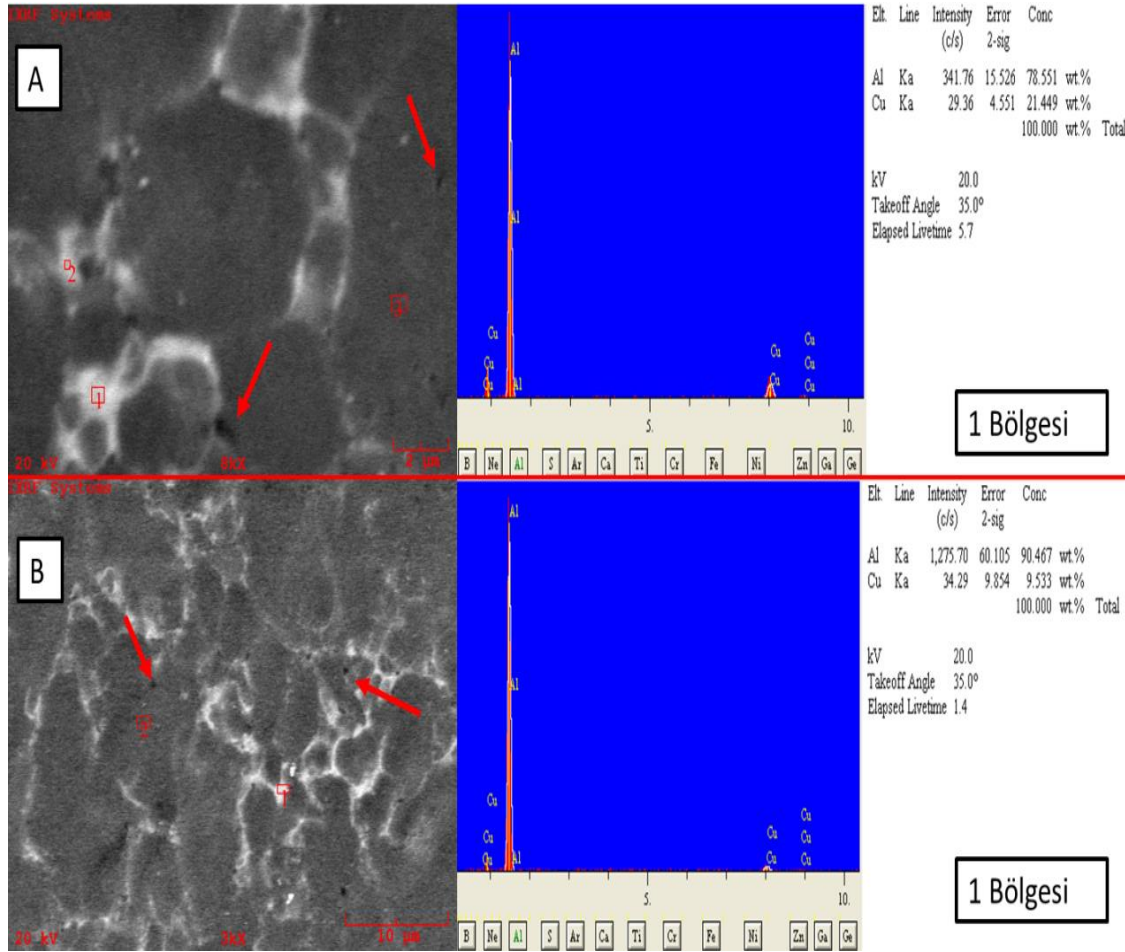
Şekil 6. Sinterleme sonrası malzemelerin mikroyapıları; (A) EKAP1, (B) EKAP2, (C) EKAP3, (D) KTM (Microstructures görüntüleri Şekil 6'da verilmiştir. Belirginleşen tane bir şekilde görülmektedir. Bunun yanında özellikle sınırları ile bakır kümelerinin dağılmaya başladığı açık KTM (Şekil 6D) malzemesinin mikroyapısındaki

boşluklar (kırmızı oklarla belirtilmiş) diğerlerine göre daha çok dikkat çekmektedir. En az gözenek oluşumu ve en homojen matris dağılımı görüntüsü ise EKAP2 (B) ve EKAP3 (C) malzemelerine aittir.

Sinterlenen malzemelerden alınan numuneler dört saat 550°C'de çözündürme işlemine tutulup ardından oda sıcaklığına su verilmiştir. Ardından yapılan SEM-EDS analizlerinde EKAP1 ve EKAP2 malzemelerindeki 1 numara ile gösterilen bölgelerde Al/Cu intermetalğine rastlanmıştır (Şekil 7). Ayrıca halen matristeki bazı göze-nekler (kırmızı oklarla belirtilmiş) dikkat çekmektedir. Ancak bunların boyutları ve miktarlarının çözündürme işleminden sonra oldukça azaldığını

EKAP1 malzemesi iken sinterleme sonrası en yüksek sertlik EKAP2 ve son olarak da 4 saatlik çözündürme sonrası en yüksek mikro sertliğe ulaşan malzeme EKAP3'tür. KTM malzemesinde çözündürme işlemi sonrası ham haline göre %19 oranında bir artış elde edilirken EKAP1, EKAP2 ve EKAP3 için bu oranlar sırasıyla; %17, %13 ve %40'tır.

Sinterleme sonrası malzemelerin mikro sertliğinde düşüş gözlenmiştir ve bu düşüş en az EKAP2'de meydana gelirken en çok EKAP1 ve KTM malzemelerinde görülmüştür. EKAP2 malzemesinin mikro sertliği çok daha kararlı bir durum sergilemiştir çünkü üretimi yapılırken sinterleme sıcaklığına yakın



Şekil 7. Dört saat çözündürme sonrası mikroyapı görüntüleri ve EDS analizi sonuçları; (A) EKAP1, (B) EKAP 2 (Microstructure images after 4-hour solution treatment and results of EDS analysis)

görülmüştür.

Genel olarak bakıldığında sinterleme ve çözündürme işlemlerinin kısmen amacına ulaştığı SEM-EDS analizlerinden görülmektedir.

3.3. Mikro Sertlik Analizleri (Micro-Hardness Analysis)

Mikro sertlik analizler hiçbir ısıl işlem görmemiş, sinterleme sonrası ve dört saat çözündürme sonrası malzemelere uygulanmıştır. Tablo 3'te bu ölçümlerin sonuçları standart sapmaları ile birlikte verilmiştir. Ham malzemelerde en yüksek mikrosertliğe sahip olan

bir sıcaklık kullanılmıştır.

EKAP işleminin tekrarlı paslarla dislokasyon yoğunluğunu artırıp malzemelerin sertliklerinin yanında diğer mekanik özelliklerinin de önemli ölçüde artırdığı bilinen bir gerçektir [9-11]. Ancak genel olarak yapılan çalışmalar ingot şeklinde dökülmüş ticari Al ve alaşımlarının EKAP işlemine sokulması olarak gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmayı diğerlerinden ayıran en önemli özellik ise metal tozu karışımlarının direkt olarak EKAP işlemine sokulup üretilmesi olduğundan aynı sıcaklıklarda üretilen KTM malzemesine kıyasla EKAP1 ve EKAP3 malzemelerinin çok daha yüksek

dayanımlara ulaşması EKAP işleminin toz alaşımlandırma prosesine olumlu etkisinin bir göstergesidir.

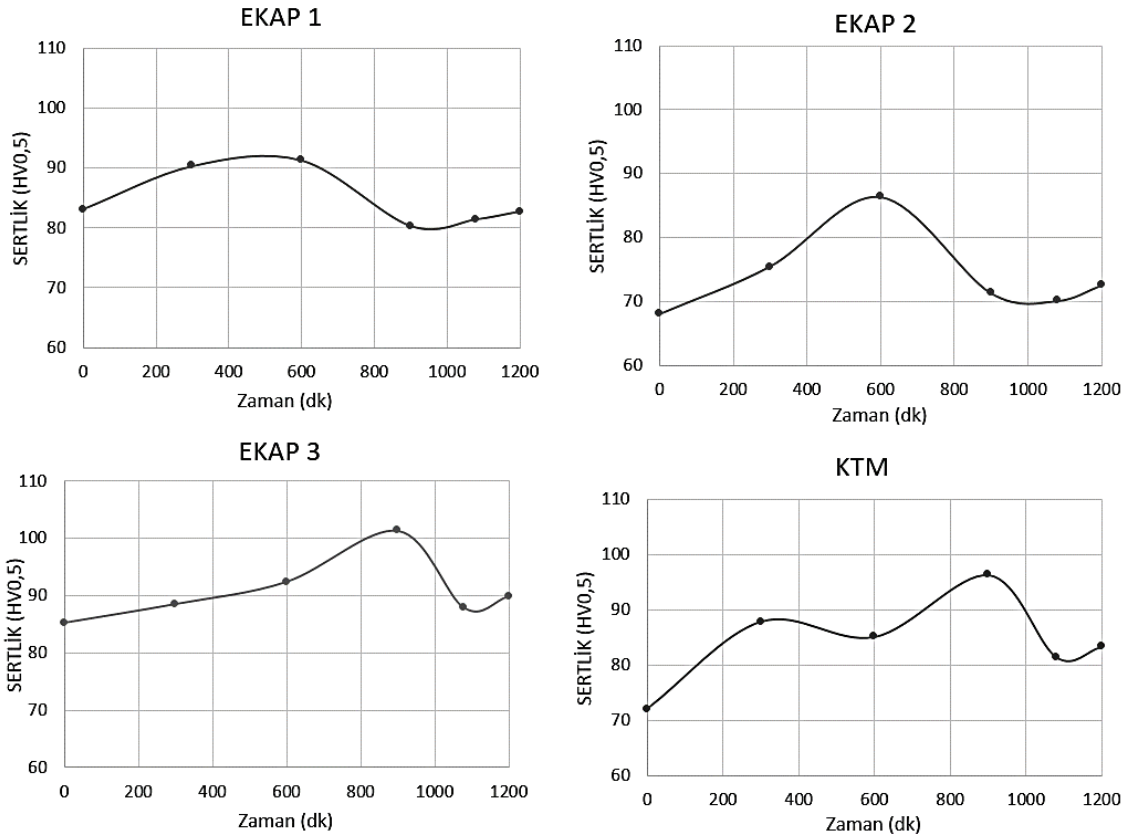
yüksek dayanıma ulaşmasında tekrarlı paslarla artan dislokasyon yoğunluğuna karşın bu dislokasyonların kesme düzlemleri ile hareketinin engellenmesi ve bunun

Çizelge 3. Isıl işlemler öncesi ve sonrası mikro sertlik sonuçları ve standart sapmaları (Micro-hardness results and standard deviations before and after heat treatments)

Mikro sertlik ölçümleri (HV0,5)			
Numune	Ham	Sinterleme	4 Saat Çözündürme
EKAP1	68,38 ±8,86	52,97 ±3,91	80,67 ±7,45
EKAP2	60,59 ±8,65	58,50 ±2,51	68,55 ±8,93
EKAP3	58,86 ±1,61	50,59 ±4,38	82,48 ±4,87
KTM	61,83 ±2,83	48,54 ±5,04	72,03 ±7,11

Çözündürme işlemlerinin ardından malzemeler 5+5+5+3+2 saatlik zaman dilimlerinde 190°C'de yaşlanırlmışlardır. Bu zaman dilimleri arası sürekli olarak mikro sertlikleri ölçülmüş ve pik zamanı belirlenmeye çalışılmıştır. Malzemelerin yaşlanma

sonucunda da aşırı plastik deformasyona maruz bırakılan malzemenin mikro sertliğinde artış meydana getirmesinin etkisi oluğu düşünülmektedir. Literatürde de EKAP ile Al ve alaşımlarının; mekanik özelliklerinin artırıldığı pek çok araştırmacı tarafından vurgulanmaktadır [5, 10, 11]. Ancak tüm bu çalışmalar



Şekil 8. Malzemelerin 20 saat sonunda yaşlanma grafikleri (Ageing graphs of the materials after 20 hours)

eğrilerinin grafikleri Şekil 8'de verilmiştir

Şekil 8'de görüldüğü üzere EKAP1 ve EKAP2 malzemeleri 10 saat, EKAP3 ve KTM malzemeleri ise 15 saat sonucunda yaşlanmışlardır. Bu malzemelerin pik mikro sertlikleri ise sırasıyla 91,3, 86,3, 101,3 ve 89,4'tür. En yüksek mikrosertliğe ulaşan malzeme EKAP3 olmuştur. 200°C'de 8 pas ile üretilen EKAP malzemesinin diğerlerinden daha

genelde ingot ticari Al alaşımlarının EKAP kalıbına uyacak kesite indirgenip preslenmesi ile gerçekleştirilirken bu çalışmada diğerlerinden farklı olarak Al ve Cu tozları ön karıştırma ile hazırlanıp, EKAP kalıbına ilave edilerek direkt olarak üretim yapılmıştır. Yaşlandırılabilir Al-Cu alaşımının EKAP ile üretilmesi açısından tüm bu sonuçlar umut vadeci olarak düşünülmektedir.

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada 3 tip malzeme üretilmiştir ve tüm malzemelerin kütlece bileşimi Al-%4Cu olacak şekilde tozları ön karıştırma ile hazırlanmıştır. EKAP işlemi ile üretilen malzemelerin ilkinde, EKAP1, kalıba doldurulan tozlar 200°C'ye kadar ısıtılıp bir saat beklenmiş ardından 4 pas yapılarak üretilmiştir. İkinci malzeme olan EKAP2'de yine kalıba dökülen tozlar önce 200°C'ye kadar ısıtılmış bir saat beklenmiş ve 4 pas gerçekleştirilmiş ardından 500°C'ye ısıtılmış 1 saat daha beklenmiş ve sonrasında da 200°C'ye soğumasının ardından 4 pas daha gerçekleştirilmiştir. Son olarak EKAP ile üretilen EKAP3, tozlar EKAP kalıbına döküldükten sonra 200°C'de 1 saat beklenmiş sonrasında 8 pas ile işleme devam edilmiştir. Klasik toz metalurjisi yöntemi kullanılarak üretilen diğer malzemelerde de aynı kütlece bileşimle 200°C'de üretim gerçekleştirilmiştir.

Daha sonra tüm malzemeler 600°C'de 2 saat sinterlenmiş bu malzemelerin birer numunesi 4 saat 550 °C'de çözün-dürme işlemine tutulmuştur. Son olarak malzemeler 5, 5, 5, 3 ve 2 saatlik zaman periyotlarında yaşlandırılmış ve pik sertliği bulunmuştur.

EKAP işleminin toz alaşımlandırma proseslerinde kullanımının sonuçları umut vaadedicidir. Isıl işlemler (yaşlandırma hariç) malzemelerin gerçek yoğunluklarında bariz bir değişim gerçekleşmemiştir. EKAP ve KTM yöntemlerinde 4 saat çözündürme sonrası malzemelerde ortalama %94 oranında yoğunlaştırma sağlanmıştır. En kararlı yoğunluk değerleri EKAP2 malzemesinde aittir. KTM ile üretilmiş malzemenin yoğunluğu, 4 saat çözündürme işlemi sonrasında EKAP ile üretime göre %4 daha azdır. Sinterleme işlemleri sonrası malzemelerde herhangi bir termal çarpılma gerçekleşmemiştir. Ham EKAP2 malzemesinde ve dört saat çözündürülmüş EKAP1 malzemesinde Al/Cu intermetaliklerine rastlanmıştır. KTM ile üretilmiş malzemelerde EKAP ile üretilenlere göre çözündürme ve sinterleme işlemi çok daha kritik önem arz etmektedir. Ham malzemelerin mikrosertlikleri arasında belirli bir fark görülmezken dört saat çözündürme işlemi sonunda en yüksek mikro sertliğe ulaşan malzeme EKAP3'tür. Dört saat çözündürme işlemi ile 190 °C'de 15 saat uygulanan yaşlandırma işlemi sonrası en yüksek sertlik 101,3 HV ile EKAP3 malzemesine aittir. EKAP işleminin mikro sertlik üzerine olumlu etkisi bulunmaktadır ve KTM ile üretime göre daha yüksek mikro sertlikler elde edilmiştir. Yaşlanma eğrisi tüm malzemelerde 10 ile 15 saatler arasında gerçekleşmiştir.

REFERANSLAR (REFERENCES)

- [1] Sabirov, I., Murashkin, M.Y., Valiev, R.Z., "Nanostructured Aluminium Alloys Produced by Severe Plastic Deformation: New Horizons in Development", *Materials Science & Engineering A*, 560:1-24 (2013).
- [2] Gökçe, A., Fındık, F., Kurt, A.O., "Microstructural Examination and Properties of Premixed Al-Cu-Mg

- Powder Metallurgy Alloy", *Materials Characterization*, 62:730-735 (2011).
- [3] Roshan, M.R., Jenabali, Jahromi, S., A., Ebrahimi, R., "Predicting the Critical pre-Aging Time in ECAP Processing of Age-Hardenable Aluminium Alloys", *Journal of Alloys and Compounds*, 509:7833-7839 (2011).
- [4] Goodarzy, M.H., Arabi, H., Boutorabi, M.A., Seyedein, S.H., Hasani Najafabadi, S.H., "The Effects of Room Temperature ECAP and Subsequent Aging on Mechanical Properties of 2024 Al Alloy", *Journal of Alloys and Compounds*, 585:753-759, (2014).
- [5] Furukawa M., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G., "Review Processing of Metals by Equal-Channel Angular Pressing", *Journal of Materials Science*, 36:2835-2843 (2001).
- [6] Aslan, Ateş, E., "Toz Metalurjisi ile Üretilen AA2014-AL4C3 Sistemlerine Yaşlandırma Isıl İşleminin Uygulanması ve Mikroyapısal Özelliklerinin Araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 87-88, (2012).
- [7] Du, Y., Chang, Y.A., Huang, B., Gong, W., Jin, Z., Xu, H., Yuan, Z., Liu, Y., He, Y., Xie, F.Y., "Diffusion Coefficients of Some Solutes in fcc and Liquid Al: Critical Evaluation and Correlation", *Materials Science and Engineering, A* 363:140-151 (2003).
- [8] Apelian, D., "Particulate Processing (Powder Metallurgy)", Editors: Buschow, K., H., J., Cahn, R., W., *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Vol.7, *Elsevier Science Ltd.*, United Kingdom, 6761-6769 (2001).
- [9] Chen, Y.J., Chai, Y.C., Roven, H.J., Gireesh, S.S., Yu, Y.D., Hjelen, J., "Microstructure and Mechanical Properties of Al-xMg Alloys Processed by Room Temperature ECAP", *Materials Science and Engineering A*, 545: 139-147 (2012).
- [10] Franko, İ., "Eş Kanallı Açılı Presleme ile Aşırı Plastik Deformasyon Uygulanan 2024 Alüminyum Alaşımının Yaşlandırılması", Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 2-3, 9 (2007).
- [11] Kim, X.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*, 49:333-338 (2013).
- [12] Mani, B., Jahedi, M., Paydar, M., H., "Consolidation of Commercial Pure Aluminum Powder by Torsional-Equal Channel Angular Pressing (T-ECAP) at Room Temperature", *Powder Technology*, 219:1-8 (2012).
- [13] Kotan, G., Tan, E., Kalay, Y.E., Gür, C.H., "Homogenization of ECAPed Al 2024 Alloy through Age-Hardening", *Materials Science & Engineering A*, 559:601-606 (2013).
- [14] Xu, X., Liu, Z., Li, Y., Dang, P., Zeng, S., "Evolution of Precipitates of Al-Cu Alloy During Equal-Channel Angular Pressing at Room Temperature", *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 18:1047-1052 (2008)