



**KRIYO-HADDELEMENİN 7050
ALÜMİNYUM ALAŞIMININ
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

Yüksek Lisans Tezi

**Bilge ÖNDER
Eskişehir, 2019**

**KRIYO-HADDELEMENİN 7050 ALÜMİNYUM ALAŞIMININ
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

Bilge ÖNDER

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı
Danışman: Dr.Öğr.Üy. Gül İpek Selimoğlu**

**Eskişehir
Eskişehir Teknik Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Ağustos, 2019**

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Bilge ÖNDER'in "Kriyo-haddelemenin 7050 Alüminyum Alaşımının Özelliklerine Etkisi" başlıklı tezi 01/08/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek "Eskişehir Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği" nin ilgili maddeleri uyarınca, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

<u>Jüri Üyeleri</u>	<u>Unvanı Adı Soyadı</u>	<u>İmza</u>
Üye (Tez Danışmanı)	: Dr.Öğr.Üy. Gül İpek SELİMOĞLU
Üye	: Dr.Öğr.Üy. İ. Özgür ÖZER
Üye	: Doç.Dr. Hakan GAŞAN

Prof. Dr. Murat TANIŞLI
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

ÖZET

KRİYO-HADDELEMENİN 7050 ALÜMİNYUM ALAŞIMININ ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Bilge ÖNDER

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Eskişehir Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Ağustos 2019

Danışman: Dr.Öğr.Üy. Gül İpek Selimoğlu

Çökelimli sertleşebilir 7xxx serisi alüminyum alaşımlar, otomotiv ve havacılık sanayinde oldukça yaygın kullanılmaktadır. Her ne kadar literatürde 7075 serisi alaşımlar üzerine yapılan çalışmalar öne çıksa da 7050 serisi alaşımların kırılma tokluğu ve gerilme korozyonuna dirençleri daha iyidir. Bu çalışmada, kriyo-haddelemenin 7050 çökelimli sertleşebilir alüminyum alaşımının yaşlandırma sonrasındaki mekanik özelliklerine ve mikroyapısına etkisi sırasıyla sertlik ölçümü ve SEM analizleri ile karakterize edilmiştir. Bu amaçla, 470°C’de 1 saat çözeltiye alınan plakalar kriyo-haddelenerek %5-20 deformasyona tabii tutulmuşlardır. 120°C’de farklı sürelerde uygulanan yaşlandırma sonucunda, deformasyon ile alaşımın azami sertliğinde önemli bir değişim gözlemlenmezken doruk yaşlanma süresinin artan deformasyon miktarı ile azaldığı görülmüştür. Üretim hızı açısından önemli bir parametre olan doruk yaşlanma süresindeki düşüş, yüksek dislokasyon yoğunluğuna bağlı olarak artan çekirdeklenme hızına bağlanmıştır.

Anahtar Sözcükler: Kriyojenik deformasyon, 7xxx serisi, çökelme sertleşmesi, yapay yaşlandırma

ABSTRACT
THE EFFECT OF CRYOGENIC DEFORMATION ON THE
PROPERTIES OF 7050 ALUMINUM ALLOY

Bilge ÖNDER

Material Science and Engineering Department
Eskişehir Technical University, Institute of Graduate Sciences, August 2019
Supervisor: Asst.Prof.Dr. Gül İpek Selimoğlu

The precipitation hardenable 7xxx series aluminum alloys are extensively used in automotive and aviation industry. Although the studies on 7075 series alloys are prominent in the literature, 7050 series alloys have better fracture toughness and resistance to stress corrosion. In the scope of this study, the effect of cryorolling on the mechanical properties and microstructure after ageing of precipitation hardenable 7050 aluminum alloy has been characterized with hardness measurements and SEM analysis, respectively. With this purpose, the plates, which have been solution treated at 470°C for 1 hour, were subjected to %5-20 deformation by cryorolling. As a result of aging at 120 ° C for varying time periods, no significant change was observed in the maximum hardness of the alloy after deformation while the peak aging time decreased with increasing amount of deformation. The decrease in peak aging time, which is an important parameter for production speed, was attributed to the increased nucleation rate due to the high density of dislocations.

Keywords: Cryogenic deformation, 7xxx series, precipitation hardening, artificial aging

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilemeyen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmanın Eskişehir Teknik Üniversitesi tarafından kullanılan “bilimsel intihal tespit programı”yla tarandığını ve hiçbir şekilde “intihal içermediğini” beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçlara razı olduğumu bildiririm.

Bilge ÖNDER

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım boyunca bilgi ve birikimleri ile bana her zaman yol gösteren birlikte çalışmaktan onur duyduğum değerli hocam Dr.Öğr.Üy. Gül İpek SELİMOĞLU'na en derin teşekkürlerimi sunarım.

Karakterizasyon çalışmalarımız boyunca yardımcı olan hocam Araş.Gör.Dr. H. Boğaç POYRAZ'a teşekkür ederim.

Laboratuvar çalışmalarım boyunca bana her türlü desteği veren Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü çalışanlarına teşekkür ederim.

Hayatımın her döneminde desteklerini hissettiğim beni bir an olsun yalnız bırakmayan başta eşim Caner ÖNDER olmak üzere, sevgili annem ve babam Nebahat-Ercan ÜNSAL ve kardeşim Özge ÜNSAL'a teşekkür ederim.

Tez ve laboratuvar çalışmalarım boyunca bana her türlü desteği veren arkadaşlarım Berkay YAZIRLI ve Nurşah KOÇDAĞ'a teşekkür ederim.

Eskişehir'de kaldığım süre boyunca bana her türlü konuda yardımcı olan ve desteğini esirgemeyen arkadaşım Özge ARAS'a teşekkür ederim.

Bilge ÖNDER

İÇİNDEKİLER

Sayfa

BAŞLIK SAYFASI.....	i
JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI.....	ii
ÖZET.....	iii
ABSTRACT.....	iv
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER.....	vii
TABLO DİZİNİ.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	x
1. GİRİŞ VE AMAÇ.....	1
1.1. Alüminyum ve Alaşımları	1
1.2. 7xxx Serisi Alüminyum Alaşımları.....	2
2. ISIL İŞLEM.....	4
2.1. Çözeltiye Alma.....	7
2.2. Su Verme.....	7
2.3. Yaşlandırma.....	9
2.3.1. Doğal yaşlandırma.....	12
2.3.2. Yapay yaşlandırma.....	12
3. TERMOMEKANİK İŞLEM.....	15
4. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI.....	18
5. MALZEME VE YÖNTEM.....	21
5.1. Isıl İşlem.....	22
5.2. Termomekanik İşlem.....	23
5.3. Karakterizasyon Çalışmaları.....	23

5.3.1. Termal analiz.....	23
5.3.2. Sertlik ölçümleri.....	25
5.3.3. İçyapı analizleri.....	25
6. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	29
6.1. Isıl İşlemin Sertlik Değerine Etkisi.....	29
6.2. Kriyojenik Deformasyonun Yaşlanma Sonrasındaki Sertlik Değerine Etkisi.....	31
6.3. İçyapı Analizleri.....	35
7. SONUÇLAR.....	42
8. ÖNERİLER.....	43
KAYNAKÇA.....	44

TABLO DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Tablo 4.1. A ve B plakalarının kimyasal kompozisyonu (ağırlıkça%)	18
Tablo 5.1. AA7050 plakasının kimyasal kompozisyonu (ağırlıkça%)	22
Tablo 5.2. Keller çözeltisinin kompozisyonu	27
Tablo 6.1. Kriyojenik işlem süresi ile malzeme sertliği ilişkisi	31
Tablo 6.2. Kriyojenik işlemin yaşlandırma sonrasında malzeme sertliğine etkisi .	32



ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 1.1. Alüminyum alaşımların sınıflandırılması	2
Şekil 2.1. Dislokasyon hareketi (a) kesme (b) atlatma (c) çökelti yarıçapı ile tanelerin dislokasyon hareketine gösterdiği direnç dayanımı	4
Şekil 2.2. Soldan sağa doğru; Bağdaşık sınır, yarı-bağdaşık sınır ve bağdaşmaz sınır	5
Şekil 2.3. Al-MgZn ₂ faz diyagramı: 7050 alaşımı kesikli çizgi ile belirtilmiştir	6
Şekil 2.4. 7xxx serisi alaşımlarda yaşlandırma ısıl işlemine ait sıcaklık-zaman diyagramı	6
Şekil 2.5. Al-Zn-Mg-Cu alaşımlarının TTP diyagramı	8
Şekil 2.6. Farklı aşırı doyguluk koşulları altında serbest enerji değişimi	10
Şekil 2.7. MgZn ₂ yapısına ait hekzagonal yapının birim hücresi (Mg atomları yeşil renk ile belirtilmiştir)	11
Şekil 3.1. İşleme sertleşmesinin çeşitli aşamaları ve elasto-plastik geçişine ait şematik diyagram	16
Şekil 3.2. 7050 alüminyum alaşımına uygulanan termomekanik işleme ait şematik gösterim	17
Şekil 4.1. (a) Birinci yaşlandırma işlemi sırasında alaşım A ve B'ye ait sertlik değeri (b) ikinci yaşlandırma işlemi sonrası A ve B alaşımına ait çekme mukavemeti değeri	18
Şekil 4.2. (a) Çözeltiye alınan (ÇA) ve (b) %90 kriyohaddelenen (K90) 7075 alaşımına ait EBSD mikrografı	19
Şekil 5.1. Çalışmada kullanılan 7050 Al alaşımı levhanın boyutları	21
Şekil 5.2. SPEKTROMAXx, Spectro Analytical Instruments GmbH, Germany UV-VIS spektrometresi	21
Şekil 5.3. Çözeltiye alma ve yaşlandırma işlemlerinde kullanılan fırın	22
Şekil 5.4. Haddeme/deformasyon işlemlerinde kullanılan hadde	23

Şekil 5.5. 470°C’de 1 saat çözeltiye alma işleminden sonra temin edilen plakaya ait DSC analizi	24
Şekil 5.6. (a) Vickers izinin optik görüntüsü (b) Sertlik ölçüm cihazı	25
Şekil 5.7. Optik mikroskop ve SEM ile içyapı analizleri için numune hazırlama adımları	26
Şekil 5.8. Otomatik parlatma cihazı	26
Şekil 5.9. Temin edilen plakanın optik mikroskop görüntüsü (200X)	27
Şekil 5.10. Tez çalışmaları kapsamında izlenen yöntem	28
Şekil 6.1. 470°C’de sırasıyla 1, 2 ve 4 saat çözeltiye alma işlemi sonrası sertlik değerleri	29
Şekil 6.2. Farklı sürelerde doğal yaşlandırmanın sertliğe etkisi	30
Şekil 6.3. 120 °C sıcaklıkta yapay yaşlandırma süresinin sertlik değerlerine etkisi	30
Şekil 6.4. %5 kriyojenik deformasyona uğramış plakanın 120 °C sıcaklıkta yapay yaşlandırma süresinin sertlik değerlerine etkisi	32
Şekil 6.5. %10 kriyojenik deformasyona uğramış plakanın 120 °C sıcaklıkta yapay yaşlandırma süresinin sertlik değerlerine etkisi	33
Şekil 6.6. %15 kriyojenik deformasyona uğramış plakanın 120 °C sıcaklıkta yapay yaşlandırma süresinin sertlik değerlerine etkisi	33
Şekil 6.7. %20 kriyojenik deformasyona uğramış plakanın 120 °C sıcaklıkta yapay yaşlandırma süresinin sertlik değerlerine etkisi	34
Şekil 6.8. Farklı deformasyon miktarları ve yaşlandırma süreleri sonucunda sertlik (HV) değerlerinin değişimi	34
Şekil 6.9. 120°C’de 12 saat yaşlandırılan numuneye ait (a) 5000x (b) 25000x ve (c) 70000x büyütmede SEM görüntüleri, (d) ”Spectrum 5” olarak işaretlenen noktanın EDS analizi sonucu	36
Şekil 6.10. 5000x büyütmede SEM görüntüsü (a) deformasyonsuz 120°C’de 24 saat (b) %5 deformasyon sonrasında 18 saat (c) %10 deformasyon sonrasında 12 saat (d) %15 deformasyon sonrasında 6 saat ve (e) %20 deformasyon sonrasında 6 saat yaşlandırma	38

1. GİRİŞ VE AMAÇ

1.1. Alüminyum ve Alaşımları

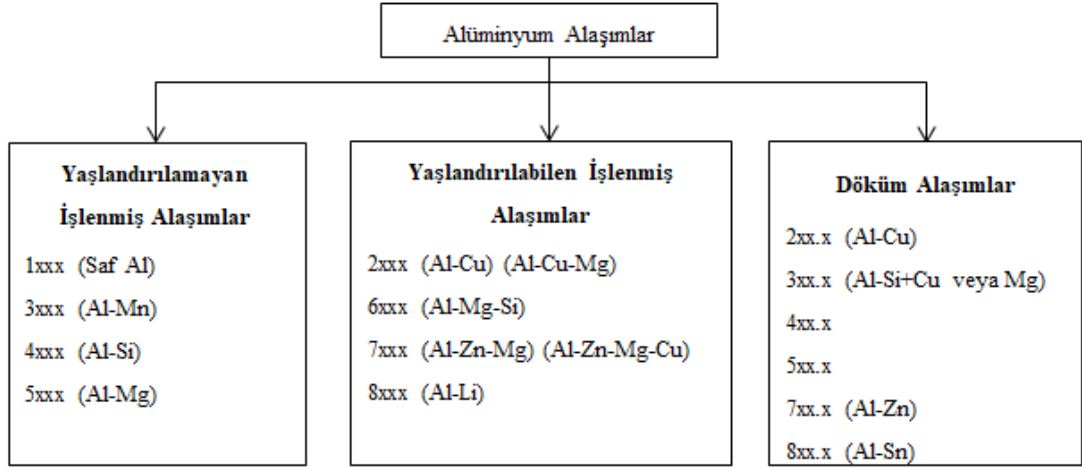
Alüminyum ve alaşımları, hafiflik, yüksek mekanik dayanım ve korozyon direnci gibi özellikleri sayesinde günümüzde en çok kullanılan malzemelerdendir. Bunların yanında; manyetik nötrlük, yüksek termal ve elektriksel iletkenlik, ultraviyole yansıtma ve süneklik ile düşük üretim maliyeti diğer önemli özellikleri arasındadır.

Alüminyumun yoğunluğu $2,7 \text{ g/cm}^3$ 'tür. Bu değer çeliğin yoğunluğu ($7,83 \text{ g/cm}^3$) ile karşılaştırılacak olursa yaklaşık üçte biri kadardır. Yoğunluğunun düşük olması alüminyum alaşımlarının hafif olmasını sağlarken kompozisyon ve mikro yapı kontrolü ile alüminyum alaşımlarının mekanik, fiziksel ve kimyasal özellikleri kontrol edilebilmektedir. Alüminyum alaşımları; yüksek spesifik dayanımları sayesinde özellikle otomotiv ve havacılık-uzay endüstrisinde oldukça önemli malzemeler haline gelmiştir.

Farklı elementlerin saf alüminyuma ilave edilmesi alüminyumun özelliklerini büyük oranda değiştirmektedir. Bu sebepten ötürü alüminyum alaşımları çoğu uygulamada bir ya da daha fazla alaşım elementinin ilavesi ile kullanılmaktadır. Ana alaşım elementleri bakır, mangan, silisyum, magnezyum ve çinkodur. Bu alaşım elementlerinin toplam miktarı alaşımın maksimum %10'unu oluşturmaktadır [1].

Alüminyum alaşımları üretim yöntemine göre döküm ve işlenmiş alaşımlar, çökelme sertleşmesi davranışına göre ise yaşlandırılabilen ve yaşlandırılmayan alaşımlar olarak sınıflandırılırlar. Şekil 1.1 ana alaşım elementlerine bağlı olarak alüminyum alaşımlarının türlerini göstermektedir [2-4].

Döküm alaşımlar; eriyik metalin istenilen şekle göre kalıba dökülmesi ile elde edilir. Alüminyum alaşımlarının üretiminde yaygınlıkla kullanılan üç farklı döküm yöntemi bulunmaktadır. Bunlar; kuma döküm, kokil döküm ve basınçlı dökümdür. Döküm alaşımları, hem yaşlandırılabilen hem de yaşlandırılmayan alaşımları içerir. Ana kategoriler 2xx.x serisi (Al-Cu), 3xx.x serisi (Al-Si+ Cu veya Mg), 4xx.x serisi (Al-Si), 5xx.x serisi (Al-Mg), 7xx.x serisi (Al-Zn) ve 8xx.x serisidir (Al-Sn). 2xx.x, 3xx.x, 7xx.x ve 8xx.x alaşımları çökelme sertleşmesiyle güçlendirilebilir, ancak elde edilen özellikler genellikle işlenmiş ve yaşlandırılmış alaşımlar kadar yüksek değildir [1].



Şekil 1.1. Alüminyum alaşımlarının sınıflandırılması [1].

İşlenmiş alaşımlar; külçe şeklinde dökülen alaşımların sıcak ve/veya soğuk şekillendirilmesi ile ekstrüzyon, dövme, levha, folyo, boru ve tel gibi formlarda elde edilirler.

Yaşlandırılmayan işlenmiş alaşımlara, çökelti sertleştirilmesi yerine soğuk deformasyon uygulanarak mekanik özellikleri artırılabilir. Saf alüminyum (1xxx serisi) ile alüminyum-manganez (3xxx serisi), alüminyum-silisyum (4xxx serisi), ve alüminyum-magnezyum (5xxx serisi) alaşımları bu gruba dahildir.

Öte yandan, 2xxx serisi (Al-Cu ve Al-Cu-Mg), 6xxx serisi (Al-Mg-Si), 7xxx serisi (Al-Zn-Mg ve Al-Zn-Mg-Cu) ve alüminyum-lityum alaşımları olan 8xxx serisi alüminyum alaşımlarının mekanik dayanımı çökelti sertleştirilmesi ile artırılabilir. En yüksek sertlik ve mekanik dayanıma sahip 2xxx ve 7xxx serisi alaşımlar uçakların gövdesinde kullanılan başlıca alaşımlardır [1].

1.2. 7xxx Serisi Alüminyum Alaşımları

7xxx serisi alüminyum alaşımları yaşlandırılabilen alaşımlardır. Ana alaşım elementi çinkoya ilaveten bakır, magnezyum, krom ve zirkonyum da alaşım elementi olarak kullanılmaktadır. Diğer ısıl işlem görmüş alüminyum alaşımlarına benzer şekilde, yaşlandırma sonucunda çökeltme sertleştirilmesi ile mukavemetleri artırılmaktadır [2-4]. 7xxx serisi alaşımlar Al-Zn-Mg ve Al-Zn-Mg-Cu alaşımlar

olarak ayrılabilir. Al-Zn-Mg alařımlar orta dayanımlı alařımlardır ve bu alařımlara kaynak yapılabilir. Al-Zn-Mg-Cu alařımları ise, diđer alüminyum alařımlarına kıyasla en yüksek dayanıma sahiptir [5]. Yardımcı alařım malzemeleri olan krom (Cr), mangan (Mn) ve zirkonyum (Zr) ise tane büyümesini ve yeniden çekirdeklenmeyi önlemektedir [2, 6].

7xxx serisi alařımlar hafiflik, yüksek korozyon direnci, kırılma tokluğu, çekme mukavemeti gibi özelliklerinden ötürü uzun yıllardır literatürde yer bulmaktadır.

Bu çalışma kapsamında ise 7050 alüminyum alařımına yařlandırma işleminde uygulanan kriyojenik deformasyonun yařlanma kinetiğine etkisi incelenmiştir. Yapılan çalışma sonucunda soğuk deformasyon ile depolanan enerjinin yařlanma kinetiğini hızlandırarak daha kısa sürede pik yařlanma elde edileceđi ve bu sayede enerji tasarrufu sağlanabileceđi düşünölmüştür. Öte yandan, kriyojenik sıcaklıkta difüzyon oldukça yavaşlayacağından dolayı 7xxx serisi alařımlarda sıklıkla karşılaşılan doğal yařlanma davranışının önüne geçilerek daha az enerji ile daha yüksek deformasyon miktarlarına ulařılabileceđi öngörölmüştür.

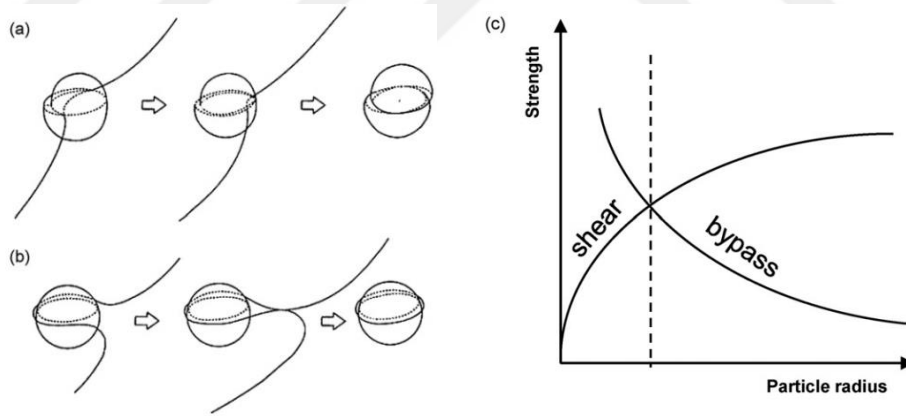
Bu amaçlar doğrultusunda; öncelikle deformasyona uğramamış 7050 alüminyum alařımının yapay yařlanma davranışı tespit edilmiş, sonrasında ise farklı miktarlardaki kriyojenik deformasyonun alařımın yapay yařlanma davranışına etkisi incelenmiştir. Pik yařlanma süresinin tespitinde ve uygulanan işlemlerin alařımın özelliklerine etkisinin incelenmesinde sertlik ölçümlerinden faydalanılmıştır. Ayrıca farklı işlemlerin içyapıda meydana getirdiđi deđişiklikler taramalı elektron mikroskopu yardımıyla incelenmiştir.

2. ISIL İŞLEM

7xxx serisi alaşımlara mekanik ve fiziksel özelliklerinin iyileştirilmesi için farklı ısıl işlemler uygulanır. Bu işlemlerden en yaygın uygulananı dayanç artırımı sağlayan çökeltme sertleşmesi ya da yaşlanma sertleşmesidir [7, 8]. 7xxx serisi alaşımlar, Zn, Mg ve Cu gibi alaşım elementlerinin azalan sıcaklığa bağlı olarak düşen katı çözünürlüğü ile karakterize edilirler. Yani, bu alaşım elementlerinin Al matrisi içerisindeki çözünürlük limiti sıcaklıkla doğru orantılı olarak düşmektedir. Bu durum, alaşımın yaşlandırılabilmesinde temel gerekliliktir [9].

Çökeltme sertleşmesi ile çökelti denilen ikincil fazlar matriste ve/veya tane sınırlarında oluşur. Matriste homojen dağılan çökelti dislokasyon hareketine engel olurlar ve böylece parçanın deformasyonu için daha yüksek enerji gerekir. Bu durum, malzemenin dayanımının artmasına sebep olur.

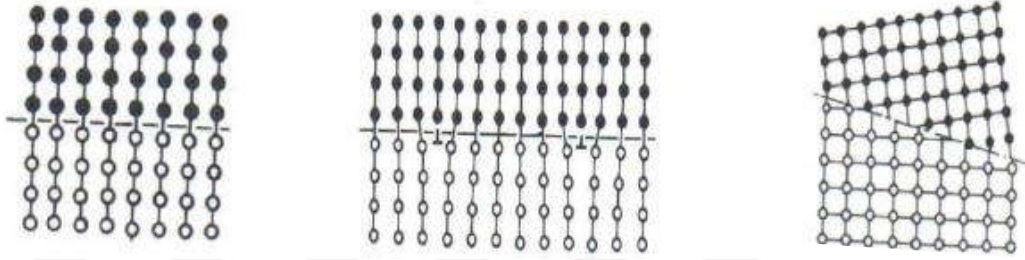
Çökeltilerin ve dislokasyonların birbiri ile etkileşiminden kaynaklanan güçlendirme mekanizması Şekil 2.1'de gösterilmiştir.



Şekil 2.1. Dislokasyon hareketi (a) kesme (b) atlama (c) çökelti yarıçapı ile tanelerin dislokasyon hareketine gösterdiği direnç dayanımı [10].

Dislokasyonlar, hareketleri sırasında çökelti ile karşılaştığında, engeli aşabilmek için kesme ya da halka hareketi yaparak devam eder. Seçilen yöntem ara yüzeyin bağdaşıklık durumuna bağlıdır [2]. Bağdaşık faz sınırına sahip çökeltelerde kesme mekanizması, bağdaşık olmayan faz sınırına sahip çökeltelerde ise halka mekanizması aktiftir.

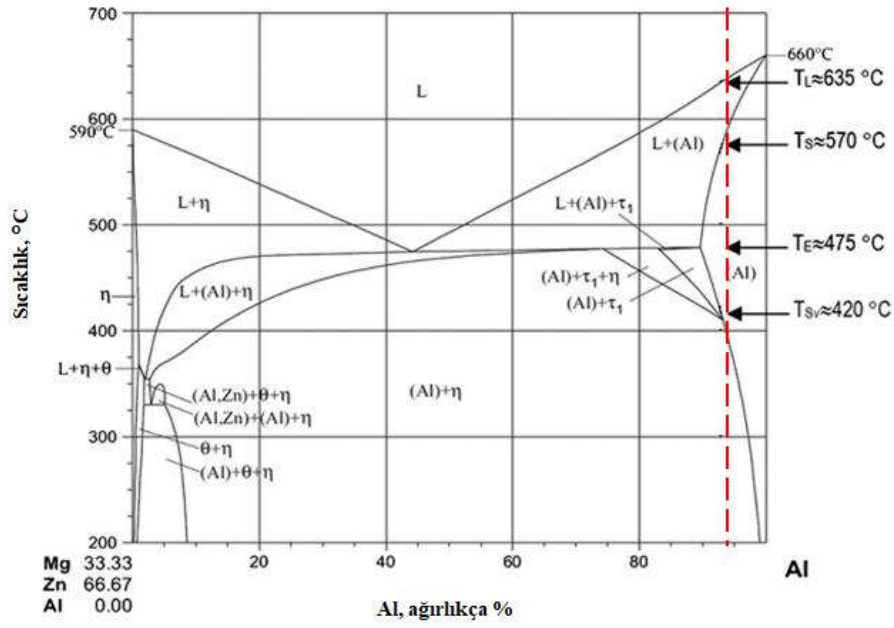
Alaşımda yaşlandırma işlemi sonrasında mukavemet artışı sağlanabilmesi için sistemin bağdaşık ya da yarı bağdaşık faz sınırlarına sahip çökeltiler oluşturması tercih edilir (Bkz. Şekil 2.2). Çökelti boyutu arttıkça, bağdaşık faz sınırına sahip çökeltiler önce yarı-bağdaşık ya da bağdaşık olmayan sınıra sahip çökeltilere dönüşürler. Bu durumda, gerinme enerjisi azalır ve güçlendirici etki zayıflar. Bu dönüşüm için kritik çap yaklaşık 10 nm – 1 µm arasındadır [2].



Şekil 2.2. Soldan sağa doğru; Bağdaşık sınır, yarı-bağdaşık sınır ve bağdaşmaz sınır [11].

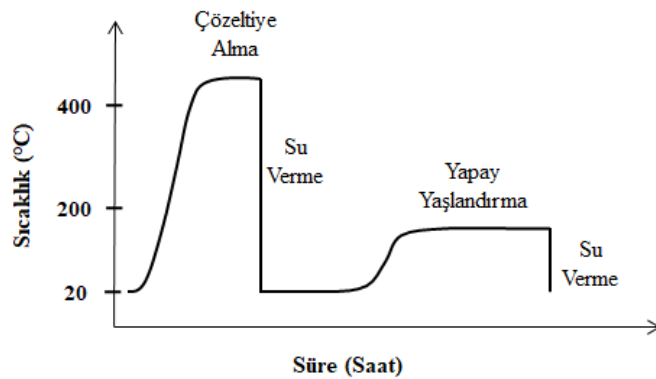
Yaşlandırılabilen tüm alaşımlarda olduğu gibi 7xxx serisi alaşımlarda da yaşlandırma ısıl işlemi 3 adımdan oluşur;

- I. Çözeltiye alma
- II. Su verme
- III. Yaşlandırma.



Şekil 2.3. Al-MgZn₂ faz diyagramı: 7050 alaşımı kesikli çizgi ile belirtilmiştir [5].

Çözeltiyeye alma ısıl işleminde amaç ikincil element(ler)in tek bir faz oluşturmak için matrikste çözünmesidir. Şekil 2.3'te verilen Al-MgZn₂ faz diyagramından da görüleceği üzere ~475°C sıcaklıkta tüm Mg ve Zn α-alüminyum matrisi içerisinde çözünmektedir. Bu sıcaklıkta tek faz elde edildikten sonra ise su verme işlemi ile difüzyon engellenerek tek fazlı yapı oda sıcaklığında korunur. Yaşlandırma ısıl işlemi ise bu aşırı doymuş çözeltiden oda sıcaklığında (doğal) ya da α(Al)+η iki faz bölgesindeki daha yüksek bir sıcaklıkta (yapay) çökeltilerin oluşmasıdır (Şekil 2.4) [2, 5].



Şekil. 2.4. 7xxx serisi alaşımlarda yaşlandırma ısıl işlemine ait sıcaklık-zaman diyagramı [2].

2.1. Çözeltiye Alma

Çözeltiye alma ısısal işleminin kritik parametreleri sıcaklık ve zamandır. Çözeltiye alma süresinde optimum koşullar belirlenirken tek faz elde edilmesine yetecek kadar uzun, gereksiz enerji kullanımı sonucunda oluşacak ekstra maliyeti önleyecek kadar kısa süreler tercih edilmelidir [12, 13]. Yüksek sıcaklık, atomların mobilitelerini artırarak ikincil fazların çözünmesini hızlandırmaktadır. Ancak aynı zamanda tane büyümesini de hızlandıracağı için çok yüksek sıcaklıklardan kaçınılmalıdır.

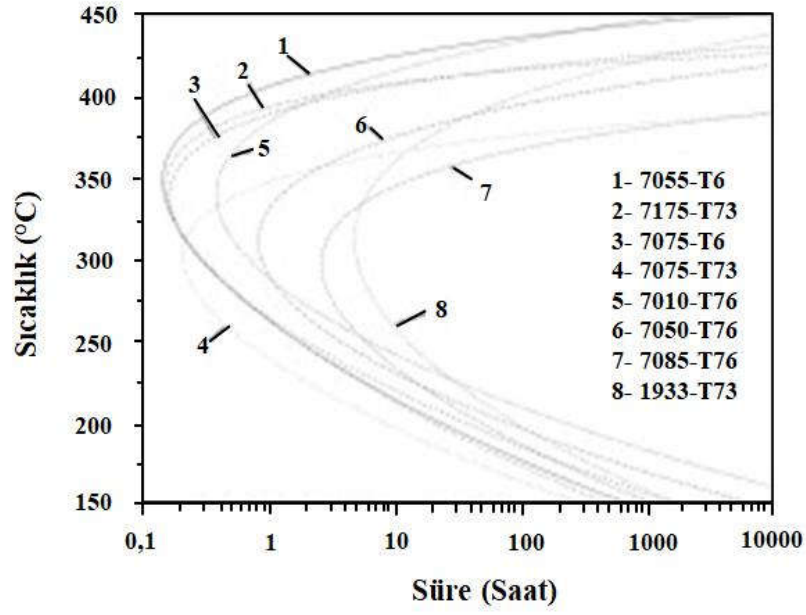
2.2. Su Verme

Isıl işlemin ikinci adımı su vermedir. Su verme işlemi, çözeltiye alma işlemi sırasında alaşımın ana fazı içerisinde çözünen ikincil elementleri hapsedip aşırı doymuş katı çözelti (ADKÇ) elde etmek için parçanın aniden soğutulmasıdır. Yüksek sıcaklıkta çözeltiye alma (homojenizasyon) işleminden sonra su verilerek ADKÇ elde edilir [14]. ADKÇ, yaşlandırma sırasında çökeltilerin büyümesi için çok önemlidir.

Optimum dayanım çoğunlukla ani su verme ile elde edilmektedir. Fakat hızlı su verme gerilmelerin oluşmasına ve yapıda bozulmalara/deformasyona sebep olabilir. Yavaş su verme ise çözünenlerin ve atomik boşlukların tane sınırlarına taşınmasına izin verir ve yaşlanma sonrasında mekanik dayanımın düşmesine sebep olur. Bu nedenle su verme ortamının ve sıcaklığının seçimi su verme hızının kararlaştırılmasında oldukça önemlidir. Alüminyum alaşımlarda genellikle su tercih edilmektedir. Önemli olan optimum mekanik özelliklere ulaşmak için su verme esnasında gecikmelerden kaçınmaktır.

ADKÇ elde etmek için su verme sırasında çökelti oluşumundan kaçınılmalıdır. Çünkü bu durum Al matrisin aşırı doymunluk seviyesini azaltır [15]. Düşük seviyedeki aşırı doymunluk, düşük miktarda çökelti oluşumuna ve malzeme dayanımının düşmesine yol açar [4].

Su verme işleminden kaynaklı çökeltilerin oluşmasını etkileyen faktörler; atomların difüzyon hızı ve aşırı doymunluk seviyesidir. Su verme işlemi sırasındaki soğuma hızı malzemenin su verme hassasiyetine bağlıdır. Şekil 2.5'te verilen Zaman-Sıcaklık-Özellik (TTP) diyagramlarından, su verme hassasiyetinin değerlendirilmesinde faydalanılmaktadır.



Şekil 2.5. Al-Zn-Mg-Cu alaşımlarının TTP diyagramı [7].

Kritik sıcaklık aralığı ve burun sıcaklığında gerekli dönüşüm zamanı parametreleri TTP diyagramından elde edilebilen önemli parametrelerdir. Bu iki parametre baz alınarak, her bir alaşımın su verme hassasiyeti tanımlanabilir. Sonuç olarak, yüksek kritik sıcaklık aralığı ya da burun noktasındaki daha kısa dönüşüm zamanı, alaşımlarda daha yüksek su verme hassasiyeti sağlar.

Aşırı doygunluk seviyesi arttıkça burun noktasındaki kritik süre azalacaktır. Bu durum su verme sırasındaki çökeltme kinetiğini etkilemektedir. Dolayısıyla, Al matrisi içerisinde çözünen daha yüksek miktarda atom su verme işleminden kaynaklı çökeltilerin bir araya gelme olasılığını arttırmaktadır. Şekil 2.5'ten de görüleceği üzere, 7050 alaşımları su verme hassasiyeti açısından çoğu 7xxx serisi alaşıma göre avantaj sağlamaktadır.

Atomik boşluklar yer değişimli difüzyon sırasında atomların hareketini kolaylaştırdığı için atomik boşluk konsantrasyonu önemlidir [16]. Daha hızlı su verme, yaşlanma sırasında Al fazı içerisinde daha yüksek mobiliteli elementlerin bulunmasını sağlayarak daha yüksek boşluk konsantrasyonunu muhafaza eder. Azami boşluk konsantrasyonunun muhafaza edilmesi ve su verme sonrasında parçadaki bozulmaların asgari seviyeye düşürülmesinde optimum su verme hızı gereklidir [17].

Su verme çökeltilerinin son dezavantajı yaşlanma sırasında malzeme mikroyapısının gelişimi ile ilgilidir. Su verme sırasında oluşan büyük çökeltilerin varlığı aslında çözünen atomların davranışını derinden etkilemektedir. Uygun su verilmiş bir parçada küçük ve homojen dağılımlı çökeltiler oluşacakken, tane sınırlarındaki büyük çökeltiler yaşlanma sırasında çözünen atomları kendilerine çekerler [2].

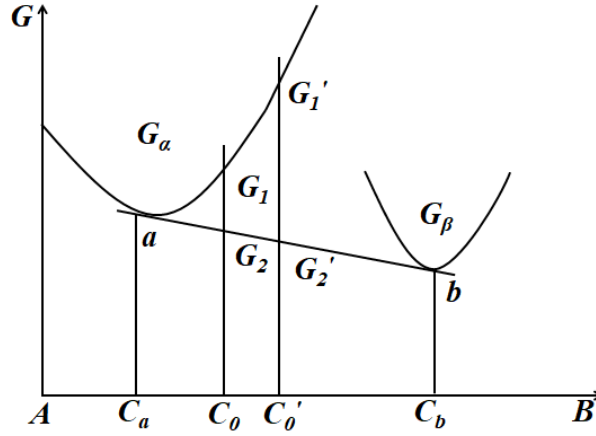
Etkileşim sonucunda tane sınırlarının yakınında çökeltisiz bölge (PFZ) olarak adlandırılan alanlar oluşur. Bu alanlarda dislokasyonlar herhangi bir engel olmadan hareket ederler böylece malzeme dayanımı uygun su verilmiş parçaya nazaran azalır [2].

Bunun yanında, çok yüksek soğutma hızından kaçınılması gerektiği belirtilmelidir. Soğutma sırasında, iç kısım çekme gerilmelerine maruz kalırken, parçanın yüzeyinde basma durumu ortaya çıkar. Çok yüksek soğutma hızının bir sonucu olan yüksek sıcaklık gradyanı, kalıntı gerilmelerini arttırabilir. Kalıntı gerilmelerinin bulunması, deformasyonun ortaya çıkmasından önce parçanın dayanabileceği yükü azaltır [15].

2.3. Yaşlandırma

Yaşlandırma, çökelti sertleştirilmesi ısı işleminin son adımudur. Eğer parçalar oda sıcaklığında bırakılarak yaşlandırma işlemi uygulanıyorsa buna doğal yaşlandırma, katı-katı (solidüs) eğrisinin altındaki daha yüksek bir sıcaklıkta yaşlandırılıyorsa buna yapay yaşlandırma denilir.

Yaşlanma sırasında küçük ve homojen dağılımlı çökeltiler oluşturularak dislokasyon hareketliliği azaltılır ve malzemenin sertliği ile dayanımı arttırılır. Çökeltilerin oluşumuna neden olan itki kuvveti, su verme işlemi sonrasındaki aşırı doyumluğa bağlı olarak artan sistemin enerjisini yeniden minimuma indirmektir. Yüksek aşırı doyumluk seviyesi, daha fazla çökelti oluşmasına sebep olur. Bu durum, enerji yönünden değerlendirilirse, yüksek çözünen konsantrasyonu sistem enerjisini arttırır ve enerjinin en kısa zamanda minimuma düşürülmesi için çok sayıda çökelti oluşur. Bu kavramı anlamak için, yaşlanma sırasında ADKÇ'nin tahrip edilmesi ve çökeltilerin çekirdeklenmesi sistem enerjisini düşürerek ikincil fazların oluştuğu unutulmamalıdır.



Şekil 2.6. Farklı aşırı doymuluk koşulları altında serbest enerji değişimi [18].

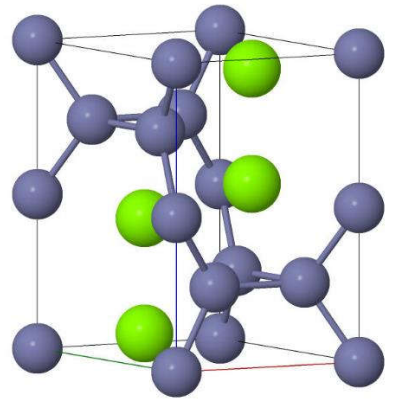
Şekil 2.6’da verilen grafikte G_α ve G_β , sırasıyla alüminyum matrisinin (α) ve ikincil fazın (β) Gibbs serbest enerjisinin, çözünen B atomunun konsantrasyonuna bağlı değişimini göstermektedir. Matrisi oluşturan α fazı içerisinde çözünen B konsantrasyonunun söz konusu sıcaklık için çözünürlük limiti olan C_a ’dan C_0 ’a artışıyla birlikte, matrisin enerjisinin de minimumdan G_1 ’e arttığı görülmektedir. “ $G_1 - G_2$ ” enerji farkı ise “ $C_0 - C_a$ ” aşırı doymuluk miktarında çökelti oluşumu için itki kuvveti olarak tanımlanır. Grafikten de görüldüğü üzere, itki kuvveti artan aşırı doymuşluk miktarıyla yükselir. Buna karşılık, itki kuvveti kritik çekirdeklenme yarıçapı ile ters orantılıdır, yani daha yüksek itki kuvveti varlığında çekirdeklenme için daha az atom gerekir. Sonuç olarak, küçük çekirdeklenme yarıçapı ikincil fazın oluşumu için gereken zamanın daha kısa olması demektir. Böylece yüksek çekirdeklenme hızı elde edilir ve çökeltilerin yoğunluğu artırılmış olur [18].

Su vermenin, en yüksek aşırı doymuluk seviyesine ulaşmak için neden önemli olduğu böylece açıklanmıştır. Sonuç olarak çözünme konsantrasyonu ve çökeltilerin yoğunluğu arasında doğrudan ilişki vardır. Al-Zn-Mg-Cu alaşımlarında gerçekleşen genel çökeltme sırası şöyledir [19-23];



Literatüre göre, 20-120°C arasındaki yaşlanma sırasında hızlıca oluşan GP bölgeleri matris ile uyumludur ve Zn ve Mg’ca zengin düzlemler içerir. Genellikle küçük küre şeklinde morfoloji gösterirler [22, 25-27]. Bu bölgelerin oluşumu,

kompozisyonu, yapısı ve özellikleri birçok araştırmanın konusudur [14, 22, 28, 29]. Çözünenlerin kümeleşmesi ve atomik boşlukların, boşlukça zengin kümeler (VRC) oluşturmasının GP bölgelerinin oluşumunda öncü olduğu önerilmiştir [22, 25, 30]. Bu oluşumun büyük ölçüde atomik boşluk aşırı doygunluğuna bağlı olduğu düşünülmektedir. Matris ile bağdaşık olmayan, kararlı η fazından önce oluşan η' fazı ise matris ile $\{111\}$ düzleminde arayüz oluşturmaktadır. GP bölgelerinden doğrudan [31] oluşabileceği gibi GP bölgelerinin çözünmesinden sonra da oluşabilmektedir. Bu yarı kararlı faz esasında tane içerisinde homojen dağılımlı küçük çökeltiler oluşturarak alaşımın doruk yaşlanmasına katkıda bulunur. η' fazı için hekzagonal [32, 33], monoklinik [14] ve ortorombik [34] olmak üzere farklı yapı modelleri önerilmiştir. Kararlı ve tamamen uyumsuz η fazı ise yaşlandırmanın ilerleyen aşamalarında meydana gelir [14]. Yapılan çalışmalarda elde edilen bilgilere göre η fazı birim hücrede dört $MgZn_2$ içermektedir ve latis parametresi $a=b=0,522$ nm, $c=0,857$ nm ve uzay grubu $P6_3/mmc$. Laves yapısı hekzagonal (C14) olarak bilinir ve en yaygın intermetalik yapı tipidir (Bkz. Şekil 2.7) [35].



Şekil 2.7. $MgZn_2$ yapısına ait hekzagonal yapının birim hücresi (Mg atomları yeşil renk ile belirtilmiştir) [35].

Al-Zn-Mg-Cu alaşımlarında yaygınlıkla mevcut bulunan ikincil fazlar temel olarak üç grupta toplanabilir. Bunlar; (1) Mg_2Si , Fe_3Al gibi istenmeyen intermetalikler, (2) Al_7Cr dağınıkları (dispersoid) ve (3) yarı kararlı η' ve kararlı η ($MgZn_2$) gibi güçlendirici çökeltilerdir [36]. Hekzagonal yapıdaki kararlı η ($MgZn_2$) ve yarı kararlı η' fazları sırasıyla tane sınırları ve tane içerisinde çökelmeyi tercih ederler [37].

2.3.1. Doğal yaşlandırma

Alüminyum matrisinde çözünen atomlar, su verme işlemi tamamlanır tamamlanmaz çökeltiler oluşturmak için mevcut atomik boşlukları kullanarak difüzyona başlar. Doğal yaşlandırma sırasında numune oda sıcaklığında bırakılır. Difüzyon hızı düşük olduğundan ikincil fazların oluşması için gereken süre oldukça uzundur. Atomların difüzyonu için mevcut enerjinin düşük olması yüzünden çökeltme işlemi sıralaması doğal yaşlandırmada malzemenin sertliğinde artış meydana getiren GPI bölgesinde durur [2]. Doğal yaşlanmada çökeltelerin ilk aşamaları Mg bakımından zengin küçük kümeler ile karakterize edilir. Bunlar GPI bölgelerine dönüşür ve Zn atomlarından etkilenecek Zn/Mg oranı 1'e eşit olana kadar boyutları büyür. Bu duruma ulaşıldığında çökeltme işlemi sona erer ve mikro yapı kararlı hale gelir. GPI bölgesinde ilk başlarda Cu kompozisyonunun miktarının %12 civarında olduğu bulunmuştur. Bu değer GPI büyüdükçe azalarak %5'e kadar düşmüştür. GPI içerisinde Cu'nun bulunması malzemenin sertliğinin arttırılmasına katkısı büyük olduğundan gereklidir [30]. Kararlı GPI bölgesinin morfolojisi küresel olup Al matris ile tamamen uyumlu ve birbirini takip eden Zn ve Al/Mg katmanlarından oluşmaktadır [22, 23]. Son olarak GPI bölgeleri genel olarak oda sıcaklığından 140°C'ye kadar oluşurlar [23].

2.3.2. Yapay yaşlandırma

Yapay yaşlandırma sırasında numune doğal yaşlandırmaya kıyasla daha yüksek sıcaklıklarda tutulur. Böylece atomların difüzyonu için daha yüksek enerji bulunur. Alüminyum alaşımlarda, çökeltilerin çekirdeklendiği ve büyüdüğü sıcaklık aralığı 150°C ile 210°C arasındadır [10]. Bu aralığın üstünde süper doyumluk seviyesi yeterince yüksek değildir, aralığın altında ise difüzyon hızı ikincil fazların hızlı bir şekilde çökmesine neden olmak için çok düşüktür.

Doğal yaşlandırmada olduğu gibi yapay yaşlandırmada da ADKÇ'den oluşan ilk çökelti GPI bölgesidir ama çekirdeklenmenin oluşması görece daha kısa zamanda gerçekleşir. Oda sıcaklığında GPI'in kararlı duruma gelmesi yaklaşık 1 gün sürerken, 121°C-130°C aralığında tutulduğunda 60 dakika yeterlidir. Literatürde sadece 15 dakika sonrasında bölgenin oluşmaya başladığı bildirilmiştir [20, 30].

3D Atom Probu (3DAP) analizi ile çökeltilerin 3D rekonstrüksiyonu, kompozisyon analizleriyle birlikte gerçekleştirilebilmektedir [30]. Yapılan analizler neticesinde 121°C'de 30 dakika yaşlandırma sonrasında GPI bölgesinin Zn/Mg oranı

yaklaşık olarak 0,91 olarak bulunmuş, yani kararlı duruma henüz ulaşmadığı ve Mg'un hala baskın olduğu görülmüştür. GPI kararlı durumda iken Zn/Mg oranı 1'e eşittir ve homojen dağılımlı, ortalama 3 nm çaplı küresel çökeltiler şeklinde oluşur.

Öte yandan, analiz sonuçları GPI bölgelerinin T6, çözeltilmeye alma işleminden sonra yapay yaşlandırma, ısıtma işlemi koşulunda T4, çözeltilmeye alma işleminden sonra doğal yaşlandırma, ısıtma işlemi durumuna nazaran daha hızlı geliştiğini göstermektedir; 121°C'de 30 dakika yaşlandırma sonrasındaki Zn/Mg oranı, oda sıcaklığında 90 dakika yaşlandırma sonrasında elde edilenden daha yüksektir. Daha önce de bahsedildiği gibi, yapay yaşlandırmada 60 dakika sonunda Zn/Mg oranı 1'e ulaşarak GPI kararlı hale gelmektedir. Doğal yaşlandırmada çökelti sertleşmesi tamamlanırken yapay yaşlandırmada GPI hala η' fazına dönüşebilir. Bu durumda Zn konsantrasyonu artacak, Zn/Mg oranı 1,2 ve küresel olan GPI bir yönde büyüyerek uzamış şekilde karakterizasyonu gerçekleşir [30].

GPI'nin aksine GPII, 70°C'nin üzerinde çekirdeklenir. Bu nedenle ADKÇ sadece yapay yaşlandırmada doğrudan GPII oluşturabilir. GPI'den farklı olarak GPII, 450°C'den yüksek sıcaklıkta çözeltilmeye alma işleminin ardından su verilen numunelerde bulunduğundan bu durum matristeki atomik boşluk konsantrasyonunun GPII çekirdeklenmesinde etkili bir faktör olduğu anlamına gelir [20, 22].

Yarı kararlı η', Zn bakımından zengin, ~7 nm boyunda plakamsı, matris ile yarı bağdaşık sınıra sahip çökeltilerdir. Bu bileşikler GPI bölgesinden oluşabilecekleri gibi ADKÇ'den doğrudan da çekirdeklenebilirler [23].

Yeni oluşan η' fazında 1,07 olan Zn/Mg oranı ilerleyen yaşlandırma sürelerinde 1,26'ya kadar yükselir. Fazın kararlılığının yüksek Zn/Mg oranı ile karakterize edilmesi GPI fazı ile tutarlı olduğundan Zn'nin çökeltilerin kararlılığında önemli rol oynadığı düşünülmektedir [30].

Kararlı η (MgZn₂) fazı ise genellikle doğrudan ADKÇ'den çekirdeklenecek levha şeklindeki morfolojisi ile bağdaşık olmayan arayüzlü ve ~15 nm büyüklüğünde çökeltiler oluşturur [23].

Yaşlanmanın ilk aşamalarında, matriste homojen olarak dağılmış çökeltiler (GPI ve η') nispeten küçük bir yarıçap ile karakterize edilirler [23]. Bu nedenle dislokasyonlarla yoğun etkileşime girer ve böylece malzemenin dayanımını artırırlar. η ise eşik yarıçapından büyük olduğu için dislokasyonlarla daha etkileşimde bulunup malzemenin daha düşük mukavemete sahip olmasına sebep olur. Bu nedenle yaşlanma

işlemini η çekirdeklenmesi oluşmadan ve malzemenin mukavemeti düşmeden bitirmek gerekir. Bu durum aşırı yaşlanma olarak tanımlanır. Aşırı yaşlanmadan kaçınmak için yaşlandırma süresinin belirlenmesi oldukça önemlidir. Yaşlandırma süresinin yanında diğer bir önemli parametre yaşlandırma sıcaklığıdır. Artan yaşlandırma sıcaklığı atomların difüzyonunu arttıracığından maksimum mukavemete daha kısa sürede ulaşılır fakat elde edilen mukavemet değeri daha düşük yaşlandırma sıcaklığında elde edilen değere göre daha düşüktür. Özetle, istenilen mekanik özelliklerin elde edilmesinde yaşlandırma sıcaklığının ve süresinin seçimi önemlidir [2].



3. TERMOMEKANİK İŞLEM

Gerinim sertleşmesi (deformasyon sertleşmesi), sünek metalin plastik deformasyona uğradığı için daha sert ve daha güçlü hale gelmesi olarak tanımlanabilir. Deformasyonun gerçekleştirildiği sıcaklığın metalin ergime sıcaklığının yarısından daha düşük olması gerektiği için çoğu metalik malzemeye oda sıcaklığında gerinim sertleşmesi uygulanır. Uygulanan plastik deformasyon miktarının tayini uzama yerine kesit alan değişiminden yapıldığından daha hassas sonuç vermektedir. Bu nedenle deformasyon yüzdesi (%CW) denklem 4.1 ile hesaplanır.

$$\%CW = \left(\frac{A_0 - A_d}{A_0} \right) \times 100 \quad (4.1)$$

Denklem 4.1’de A_0 deformasyon öncesi, A_d ise deformasyon sonrası kesit alanını ifade etmektedir [16].

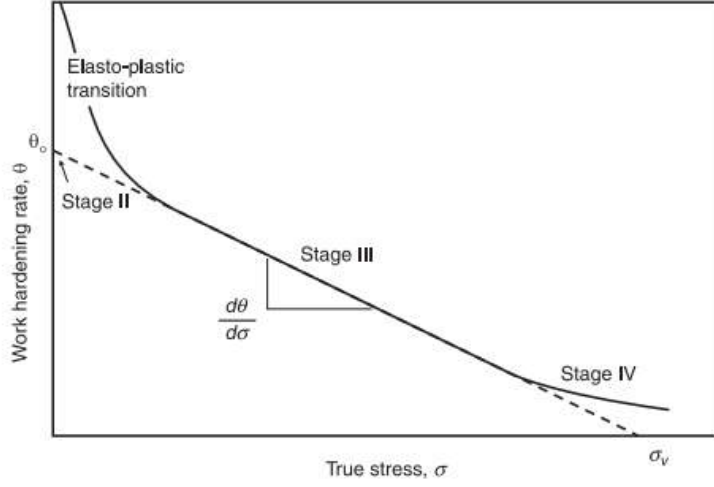
Deformasyon sertleşmesi, alüminyum alaşımların dayancının arttırılmasında etkili bir yöntemdir. Haddeleme, ekstrüzyon, derin çekme deformasyon sertleşmesinde kullanılan yöntemlere örnek olarak verilebilir [38].

Deformasyon sertleşmesi; dinamik toparlanma ve yeniden çekirdeklenme proseslerinin yokluğunda dislokasyon birikimi temeline dayanır. Bu model çeşitli mikroyapısal özelliklerin rolünün incelenebildiği basitleştirilmiş ancak genel bir çerçeve sunmaktadır. Böylece, örneğin, tane boyutunun veya ikincil fazın etkisini ya da çözünen atomların hem dislokasyon birikmesi hem de dinamik toparlanma süreçleri üzerindeki etkisini araştırmak mümkündür [39].

Geleneksel endüstriyel alaşımların tane boyutu 1–100 μm arasındadır. Bu aralıktaki tane boyutları işleme sertleşmesini iki yönden etkiler. Birincisi, tane sınırları; dislokasyonların birikimini değiştirir ve ikincisi dislokasyonların azalmasını sağlayabilir, böylelikle dinamik toparlanmayı etkiler.

Çözünen atomların alüminyuma ilavesi, alaşımın akma dayanımının ve bununla birlikte deformasyon sertleşmesi özelliğinin arttırılmasında etkili bir yöntemdir. Alüminyum alaşımlarda düşük sıcaklıklar için iki durum düşünülebilir. Bunlar; çözünen atomların deformasyon sırasında durağan ve hareketli olduğu durumlardır [40]. Çözünen atomların durağan olduğu durumlarda, Şekil 3.1’deki sertleştirme işleminin çeşitli aşamalarını gösteren şematik diyagramdaki işleme sertleşmesi aşamalarından III

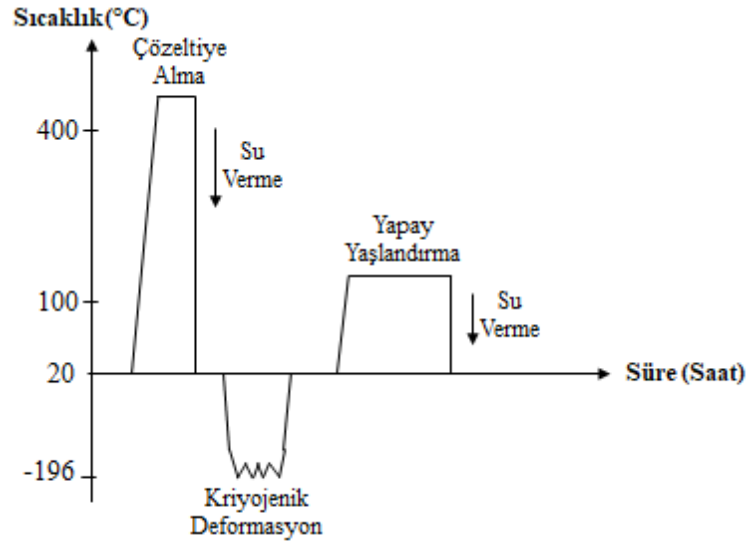
ve IV üzerinde önemli etkileri olduğu yani alaşım seviyesi arttıkça dinamik toparlanmanın azaldığı gözlemlenmiştir [38].



Şekil 3.1. İşleme sertleşmesinin çeşitli aşamaları ve elasto-plastik geçişine ait şematik diyagram [39].

Çökeltilerin varlığı alüminyum alaşımlarının deformasyonunu zorlaştırır. Çökeltiler, alüminyum matris içerisindeki dislokasyonların depolanmasını ve toparlanmasını olumsuz etkiler. Daha önce de bahsedildiği üzere çökeltiler kesilebilen ve kesilemeyen olmak üzere ikiye ayrılırlar. Engel ile karşılaşan dislokasyon kesilebilen çökeltide kesme, kesilemeyen çökeltide ise halka hareketi yaparak hareketine devam eder. Çökeltilerin kesme ya da halka hareketi ara yüzeyin bağdaşıklık durumuna bağlıdır. Kesilebilen çökeltilerin varlığı, pekleşme hızını azaltmaktadır. İlk olarak, aşırı doymuş katı çözeltilerin dekompozisyonu, kayma düzlemleri üzerinde çökeltiler üretir. Bu çökeltiler dislokasyon hareketine ekstra engeldir. İkinci olarak, matris içerisindeki çözünen miktarı çökelti işlemi sonucunda azalır. Çökeltiler geliştiğinde ve büyüdüğünde, dislokasyonların çökeltiyi kesemeyeceği ve bunun yerine çökeltinin etrafını dolanarak ve etrafında dislokasyon halkaları bırakarak çökeltiyi aştığı kritik bir yarıçap gözlenir. Bu nedenle de kesilemeyen çökeltilerin varlığı, pekleşme hızını büyük ölçüde arttırmaktadır [38].

Termomekanik işlem terimi; malzemenin mekanik özelliklerini geliştirmek amacıyla, mekanik işleme ısı işlemin kontrollü bir şekilde uygulandığı durumları belirtmektedir. Alüminyum alaşımlarında termomekanik işlem, genellikle çözeltili alma, plastik deformasyon (haddeleme, dövme, ekstrüzyon vb.) ve yaşlandırma işlemlerinden oluşur (Bkz. Şekil 3.2).



Şekil 3.2. 7050 alüminyum alaşımına uygulanan termomekanik işleme ait şematik gösterim.

Günümüzde çok ince taneli (UFG) malzemelerin üretimi, malzemelerin özelliklerinin iyileştirilmesinde yeni ve geleceği parlak metotlardan birisidir. Bu malzemeler, mikron yerine nano boyuttaki tanelere sahip olduklarından daha yüksek dayanım ile sünekliği bir arada sergilemektedirler [41].

UFG elde etmek için yaygınlıkla ağır plastik deformasyon (SPD) teknikleri olan eş kanallı açılmalı presleme (ECAP), yüksek basınçla bükme (HPT) ve birikimli hadde ile yapıştırma (ARB). Fakat SPD'nin önemli bir sınırlaması şudur; yüksek gerilme seviyelerinde tane küçültme hızı verimsiz hale gelmektedir [42].

Bununla birlikte, 7xxx serisi alüminyum alaşımlara oda sıcaklığında yapılan SPD işlemi, işlem sırasında yarı kararlı çökeltilerin oluşumuna sebep olup malzeme deformasyonunu sınırladığı için yeterli başarı gösterememiştir. Oda sıcaklığında yapılan SPD sırasında GP bölgelerinin ya da yarı kararlı tanelerin oluşumu nedeniyle işlem sırasında malzeme kırılır [43-45]. Öte yandan, SPD işlemi kriyojenik sıcaklıkta gerçekleştirildiğinde, malzemenin dislokasyon hareketi ve difüzyon kinetiği azalır ve bu da dinamik toparlanmanın, yeniden kristalleşmenin ve çökeltinin baskılanmasına yol açar [46, 47]. Ayrıca kriyohaddeleme ile üretilen çok ince taneli malzemeler, mükemmel mekanik özellikleri ile literatürde ilgi çekmektedir [48]. Kriyohaddelemenin SPD teknikleri üzerinde ayrıca daha yüksek üretim hızı, sürekli üretim, daha ucuz maliyet ve daha kolay kullanım gibi avantajları vardır [48].

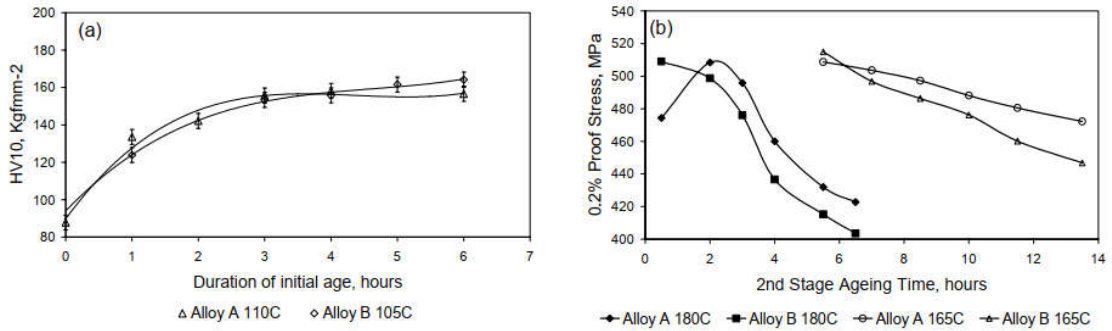
4. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

7xxx serisi alaşımlar üzerine kriyojenik deformasyonun alaşımın mekanik özelliklerine etkilerini inceleyen çalışmalar literatürde mevcuttur. Clinch ve diğerleri [49] yaptıkları çalışmada kompozisyon ve proses parametrelerini kontrol ederek optimum sertlik, dayanım ve kırılma tokluğunu elde etmeyi amaçlamışlardır. Yapılan çalışmada, 7xxx serisine ait A ve B alaşımlarına (Bkz. Tablo 4.1) oda sıcaklığında uygulanan ekstrüzyon ile uygulanan %85 deformasyon sonrasında sırasıyla çözeltiye alma, su verme ve iki aşamalı yaşlandırma işlemleri uygulanmıştır. Birinci yaşlandırma işlemi 105 ve 110°C'de, ikinci yaşlandırma işlemi ise 165 ve 180°C'de gerçekleştirilmiştir.

Tablo 4.1. A ve B plakalarının kimyasal kompozisyonu (ağırlıkça%).

Alaşım	Mg	Zn	Cu	Cr	Fe	Zn+Mg+Cu (%)	Zn:Mg oranı
A	2,0	6,0	2,0	0,2	0,1	5,7	3:1
B	1,7	6,9	2,0	0,2	0,1	5,7	4,1:1

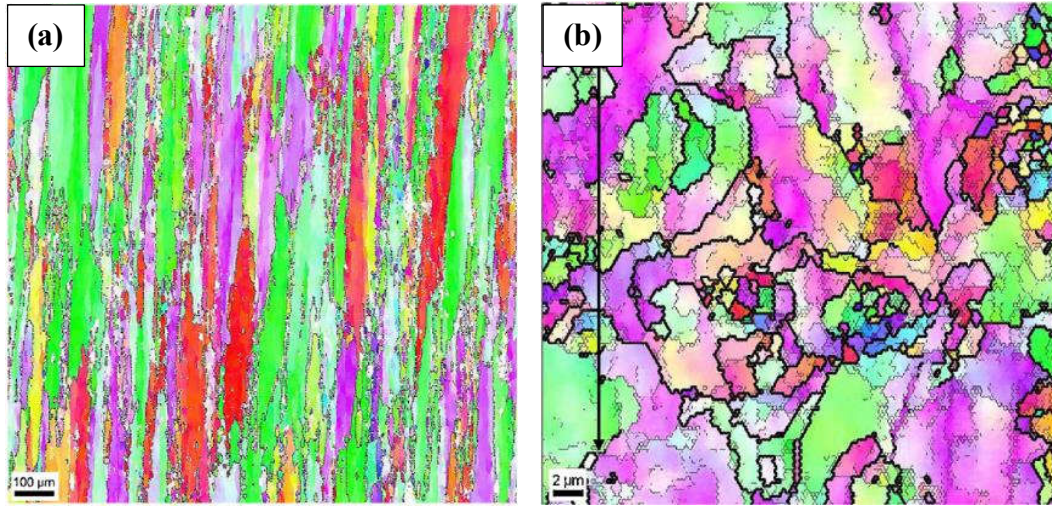
Sertlik sonucuna göre her iki alaşımda da birinci yaşlandırma işleminden sonra aynı sertlik değeri elde edilirken ikinci yaşlandırma işleminden sonra alaşımların sergilediği sertlik davranışı farklılık göstermektedir. Bunu daha iyi anlatabilmek için çekme testi sonuçları raporlanmıştır (Bkz. Şekil 4.1). Yapılan çalışma sonucunda Zn/Mg oranının çökelti kinetiğini etkileyerek, yüksek Zn/Mg oranının daha hızlı aşırı yaşlanmaya sebep olduğu görülmüştür. [2, 49].



Şekil 4.1. (a) Birinci yaşlandırma işlemi sırasında alaşım A ve B'ye ait sertlik değeri (b) ikinci yaşlandırma işlemi sonrası A ve B alaşımına ait çekme mukavemeti değeri.

Zak ve Tonn'un [50] yaptığı çalışmalarda da kimyasal kompozisyonun mikroyapı ve mekanik özelliklere etkisi incelenmiştir. Çalışma sonucunda; akma ve çekme dayanımına en büyük katkı Mg ve Zn tarafından sağlanırken, ağırlıkça %2,9'un üzerinde Cu içeriğinin; 470°C'de 16 saat çözeltiye alma işleminde bile çözünmeyen kırılma tane sınırı parçacıkları oluşmasına sebep olarak mekanik özellikleri olumsuz etkilediği görülmüştür.

Panigrahi ve arkadaşlarının [48] yaptığı çalışmada ise 7075 alüminyum alaşımına 490°C'de 6 saat çözeltiye alma işlemi uygulandıktan sonra 3.4 gerçek gerinim değerine kadar farklı miktarlarda kriyojenik ve oda sıcaklığında haddeleme işlemleri uygulanmıştır. Çalışma sonucunda kriyojenik haddelemenin, yüksek mukavemetli 7075 alüminyum alaşımlarında yüksek haddeleme gerinmesi (3.4 gerinim değeri) için oda sıcaklığında haddelemeye nazaran ideal bir işlem olduğu görülmüştür. Öte yandan, Jayaganthan ve arkadaşları [51]; 7075 alaşımına 490°C'de 6 saat çözeltiye alma işlemi uygulandıktan sonra %90'a varan oranlarda kriyojenik haddeleme işlemi uygulanmıştır. Sonuç olarak, dinamik toparlanmanın etkili bir şekilde baskılanmasından ötürü artan deformasyon miktarı ile yüksek dislokasyon yoğunluğu ve tanecik oluşumu gözlemlenmiştir (Bkz. Şekil 4.2).



Şekil 4.2. (a) Çözeltiye alınan (ÇA) ve (b) %90 kriyohaddelenen (K90) 7075 alaşımına ait EBSD mikroyapıları [51].

Das ve arkadaşlarının [52] yaptığı çalışmada da; 7075 alaşımına 490°C'de 6 saat çözeltiye alma işlemi uygulandıktan sonra %40 ve %70 kriyojenik deformasyon

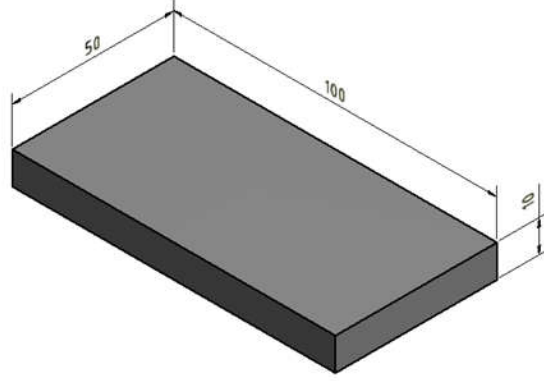
uygulanmış; deformasyon miktarı arttıkça elde edilen sertlik miktarının arttığı gözlemlenmiştir. Krishna ve arkadaşları [36] ise 7075 alaşımına 475°C’de 1 saat çözeltiliye alma işlemi uyguladıktan sonra kriyojenik haddelme ile %90 deformasyon uygulamıştır. Deformasyon sonrasında numunelere 3 farklı tavlama işlemi uygulanmıştır. Bunlar; (1) 150°C’de 12 dakika, (2) 200°C’de 3 dakika ve (3) 300°C’de 3 dakikadır. Tavlama sonrasında numunelere 120°C’de yaşlandırma işlemi uygulanmıştır. Yaptıkları çalışmada maksimum sertlik değerini 150°C’de 12 dakika, 120°C’de ise 11 saat yaşlandırılan numune ile elde edilmiştir.

7050 alaşımı ile ilgili yapılan çalışmalarda ise; Hou ve arkadaşları [53] 475°C’de 2-3 saat çözeltiliye alma işlemi uyguladıktan sonra kriyojenik haddelme ile yaklaşık %91’e kadar deformasyon uygulayabilirken oda sıcaklığında yapılan haddelme ile maksimum %70 deformasyon uygulanabildiğini gözlemlemişlerdir. %91 deformasyon sonrasında maksimum çekme dayanımı iki aşamalı yaşlandırma işlemi (50°C’de 5 saat + 80°C’de 9 saat) sonucunda elde edilmiştir. Magalhaes ve arkadaşları [42] ise 475°C’de 6 saat çözeltiliye alınmış 7050 alaşımına %76’ya varan oranlarda kriyojenik deformasyon uygulamıştır. Deformasyon sonrasında 1000 saate kadar doğal yaşlanmanın sertliğe etkisi incelenmiş ve ilk 10 saat içerisinde sertlik artışının çok yüksek olduğu, 100 saat sonunda ise neredeyse aynı kaldığı gözlemlenmiştir. Farklı deformasyon miktarları sonucunda elde edilen sertlik değerleri ise neredeyse aynı kalmıştır.

Literatür taramasından da görüleceği üzere, çalışmalar genellikle 7075 alaşımına yoğunlaşmıştır. 7050 alaşımı her ne kadar daha yüksek tokluğa ve gerilim korozyonu direncine sahip olsa da henüz 7075 alaşımı kadar yaygınlık kazanmamış durumdadır. Yapılan bu çalışma ile literatürdeki söz konusu eksikliğin giderilmesine katkıda bulunulacağı düşünülmektedir.

5. MALZEME VE YÖNTEM

Bu çalışmada kullanılan 7050 (Al-Zn-Mg-Cu) alüminyum alaşımı Seydişehir Alüminyum Metal Pazarlama San. ve Tic. Ltd. Şti.'den tedarik edilmiştir. 10x50x100 mm boyutlarındaki (Bkz. Şekil 5.1) levha T7451 (çözeltiye alınmış, gerilim gidermesi yapılmış ve aşırı yaşlandırılmış) ısıl işlem koşulunda temin edilebilmiştir.



Şekil 5.1. Çalışmada kullanılan 7050 Al alaşımı levhanın boyutları.

Alınan plakaların kimyasal kompozisyonu UV-VIS spektrometresi (SPEKTROMAXx, Spectro Analytical Instruments GmbH, Germany) (Bkz. Şekil 5.2) ile doğrulanmıştır. Tablo 5.1, 5 ölçümün ortalamasını yansıtmaktadır.



Şekil 5.2. SPEKTROMAXx, Spectro Analytical Instruments GmbH, Germany UV-VIS spektrometresi.

Tablo 5.1. AA7050 plakanın kimyasal kompozisyonu (ağırlıkça%).

Zn	Mg	Cu	Zr	Ti	Fe	Si	Al
5,86	2,02	2,07	0,106	0,0423	0,14	0,0771	89,7
±0,1	±0,02	±0,05	±0,002	±0,001	±0,002	±0,003	±0,2

5.1. Isıl İşlem

Isıl işlemin ilk aşaması olan çözeltili alma işlemi 470°C’de farklı sürelerde uygulanarak optimum çözeltili alma süresi belirlenmiştir. Tüm ısıl işlem çalışmalarında Şekil 5.3’te fotoğrafı verilen MSE marka atmosfer kontrollü ısıl işlem fırını kullanılmıştır. 7050 alaşımının korozyon dayancı yüksek olduğu için herhangi bir koruyucu atmosfere gerek duyulmamıştır.

Optimum çözeltili alma süresi belirlendikten sonra yaşlandırma ısıl işlemine geçilmiştir. Bu amaçla, çözeltili alınan plakalara su verildikten sonra plakalardan biri oda sıcaklığında doğal yaşlanmaya bırakılırken yapay yaşlandırma ise 120°C’de 24 saate kadar değişen sürelerde uygulanmıştır. Her iki yaşlandırma davranışı sonucunda doruk yaşlandırma süresi ile azami sertlik değerleri tespit edilmesi amaçlanmıştır.



Şekil 5.3. Çözeltili alma ve yaşlandırma işlemlerinde kullanılan fırın.

5.2. Termomekanik İşlem

Yapay yaşlandırma davranışı tespit edildikten sonra kriyojenik deformasyonun yapay yaşlandırma davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, çözeltiye alma ısıl işlemi sonrasında plakalar sıvı azot ortamında bekletilerek kriyojenik işleme tabi tutulmuştur. Azot tankından çıkartılan plakalar hemen haddelenerek deformasyon sırasında sıcaklık değişimi asgari seviyede tutulmuştur. Ayrıca her paso sonrasında plaka tekrar tanka yerleştirilmiş ve sıcaklık stabilizasyonu sağlandıktan sonra diğer paso uygulanmıştır. Haddelme işlemlerinde kullanılan Durston marka kuyumcu tipi haddenin fotoğrafı Şekil 5.4'te verilmiştir.

Deformasyon miktarı, hadde öncesi ve sonrasındaki kesit alan değişiminden hesaplanmıştır. Plakalara her bir pasoda ~%3,5 olmak üzere toplamda %5-20 arasında değişen miktarlarda uygulanan deformasyon sonrasında 120°C'de yapay yaşlandırma işlemi uygulanarak deformasyonun yaşlanma davranışına etkisini analiz etmek amaçlanmıştır. Yapay yaşlandırma süreleri ise 3-24 saat arasında değişmektedir.



Şekil 5.4. Haddelme/deformasyon işlemlerinde kullanılan hadde.

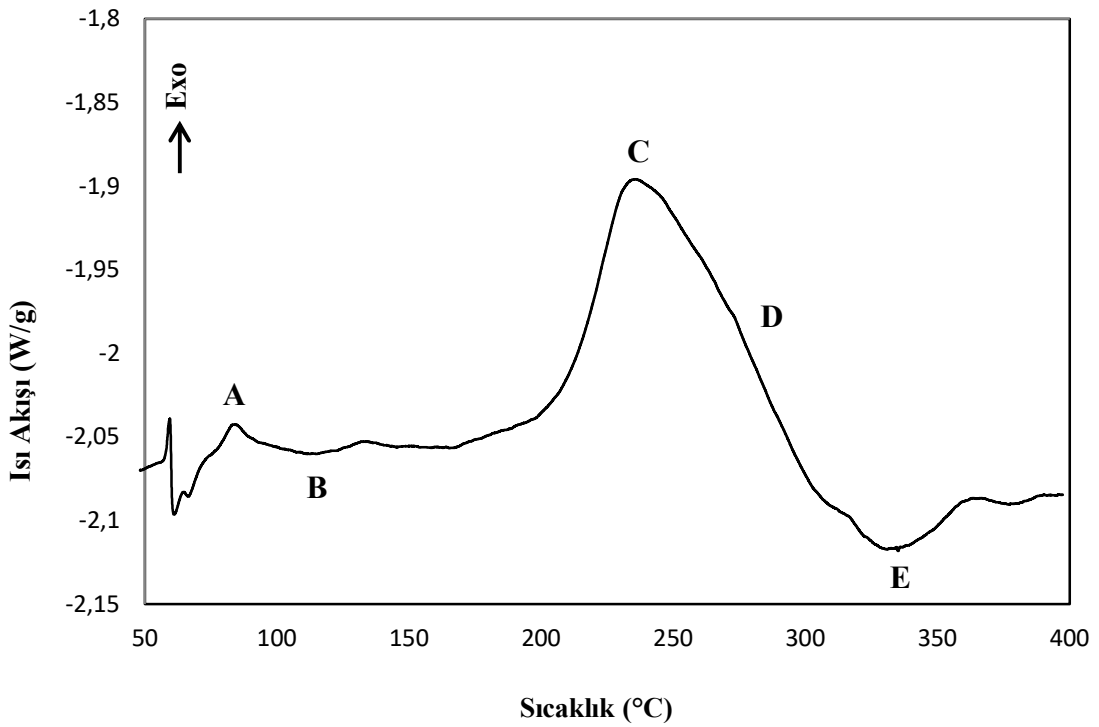
5.3. Karakterizasyon Çalışmaları

5.3.1. Termal analiz

AA7050 alaşımındaki faz dönüşümlerinin sıcaklık aralıklarını tespit etmek amacıyla TA DSC Q-2000 cihazı kullanılarak azot ortamında 20-400°C aralığında,

10°C/dakika ısıtma/soğutma hızı ile DSC (diferansiyel taramalı kalorimetre) analizi yapılmıştır.

Şekil 5.5, 470°C’de 1 saat çözeltiye alınan plakanın DSC eğrisini göstermektedir. Grafikte görüldüğü üzere ekzotermik ve endotermik pikler mevcuttur. Ekzotermik pikler çökelti oluşumuna işaret ederken endotermik pikler ise bazı tip çökeltilerin çözünmesi ile ilişkilendirilmiştir [54]. Bu kapsamda ~85°C civarındaki “A” ile gösterilen ilk ekzotermik pik muhtemelen GP bölgelerinin oluşmasından kaynaklanmaktadır [55]. B endotermik piki ise ~135°C’ye kadar devam eden GP bölgelerinin çözünmesine işaret etmektedir. Öte yandan, ~200°C’de başlayıp 237 °C civarında zirve yapan “C” ekzotermik piki η' çökeltilerine atfedilirken “D” ile gösterilen omuz bölgesinin η çökeltilerinin oluşumundan kaynaklandığı düşünülmektedir [56]. ~330°C’de görülen “E” endotermik piki ise η' ve η çökeltilerinin çözünmesi ile ilişkilendirilebilir.



Şekil 5.5. 470°C’de 1 saat çözeltiye alma işleminden sonra temin edilen plakaya ait DSC analizi.

5.3.2. Sertlik ölçümleri

Sertlik ölçümleri hem pratik ve tekrarlanabilir hem de mekanik dayanç değeriyle ilintilenebilir olması sebebiyle mekanik özelliklerin karakterizasyonunda sıklıkla tercih edilmektedir. Bu çalışma kapsamında da çok sayıda ısıtıl, mekanik ve termomekanik işlem uygulandıđı için çeşitli işlemlerin mekanik davranışa etkisinin incelenmesinde sertlik testlerinden faydalanılmıştır.

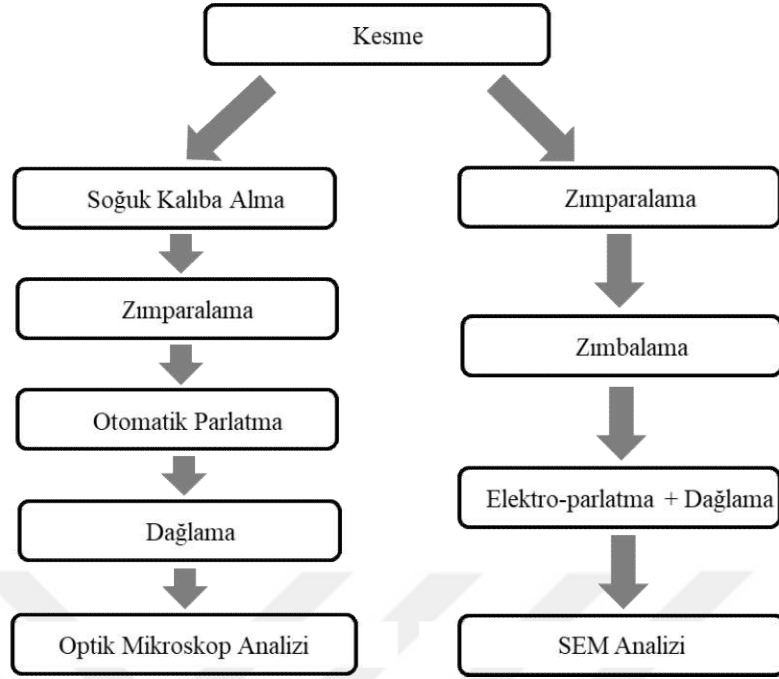


Şekil 5.6. (a) Vickers izinin optik görüntüsü (b) Sertlik ölçüm cihazı.

Sertlik ölçümleri Vickers sertlik ucu kullanılarak EMCO TEST MIC 010 dijital test cihazı (Bkz. Şekil 5.6) ile yapılmıştır. Ölçüm sırasında 5N yük plakaya 10 saniye boyunca uygulanmıştır. Her bir plakanın sertliği en az beş ayrı ölçümün ortalaması alınarak belirlenmiştir.

5.3.3. İy yapı analizleri

Öte yandan, uygulanan işlemlerin iy yapıdaki etkilerini gözlemlemek amacıyla mikroyapı analizleri yapılmıştır. Optik mikroskop ile incelenecek örneklerde klasik metalografik teknikler yeterli olurken taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile analiz yapabilmek için elektroparlatma ile numune hazırlanması gerekmiştir (Bkz. Şekil 5.7).



Şekil 5.7. Optik mikroskop ve SEM ile içyapı analizleri için numune hazırlama adımları.

Kesme işlemi sırasında numunenin ısınmasını önlemek amacıyla kesme hızı azami 0,25 mm/s olarak ayarlanmıştır; ayrıca kesme diski su ile soğutulmuştur. Kesilen parçalar soğuk kalıba alındıktan sonra zımparalama ve parlatma işlemleri STRUERS (Tegrapol-25) marka otomatik parlatma cihazı (Bkz. Şekil 5.8) yardımıyla uygulanmıştır.



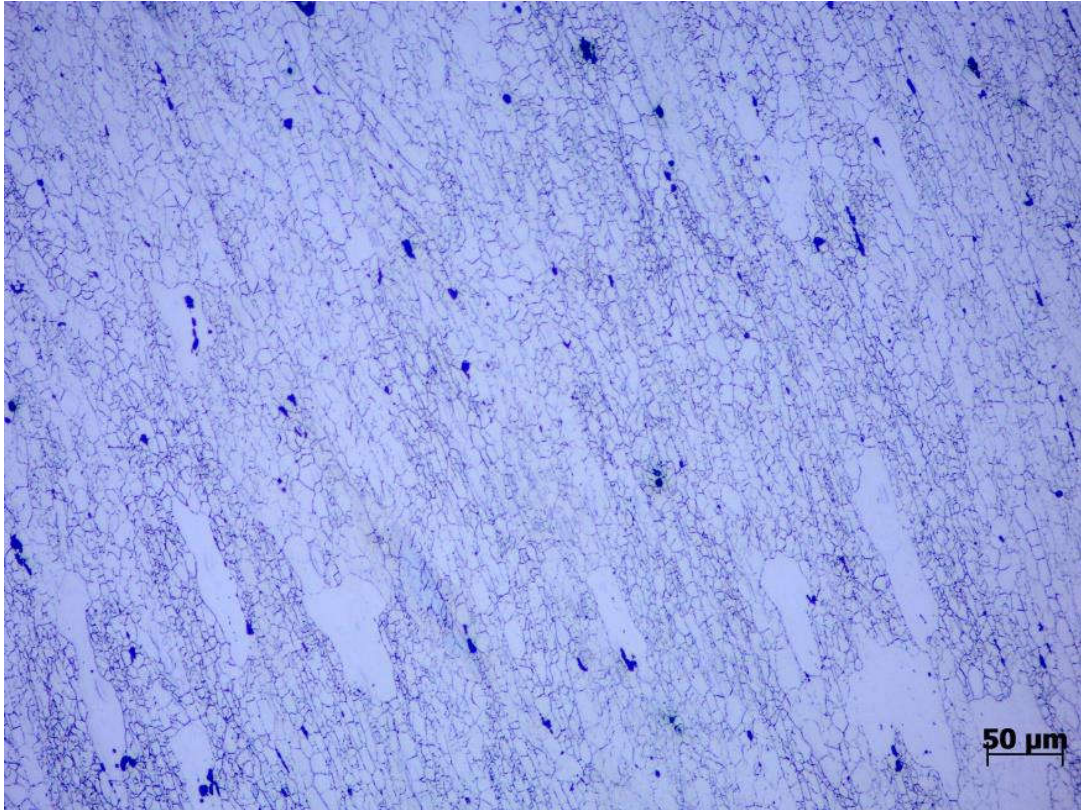
Şekil 5.8. Otomatik parlatma cihazı.

Dağlayıcı olarak ise Tablo 5.2.'de kompozisyonu verilen Keller çözeltisi kullanılmış; dağlama süresi ~60 saniye olarak belirlenmiştir.

Tablo 5.2. Keller çözeltisinin kompozisyonu [57].

Saf su	190 ml
Nitrik asit	5 ml
Hidroklorik asit	3 ml
Hidroflorik asit	2 ml

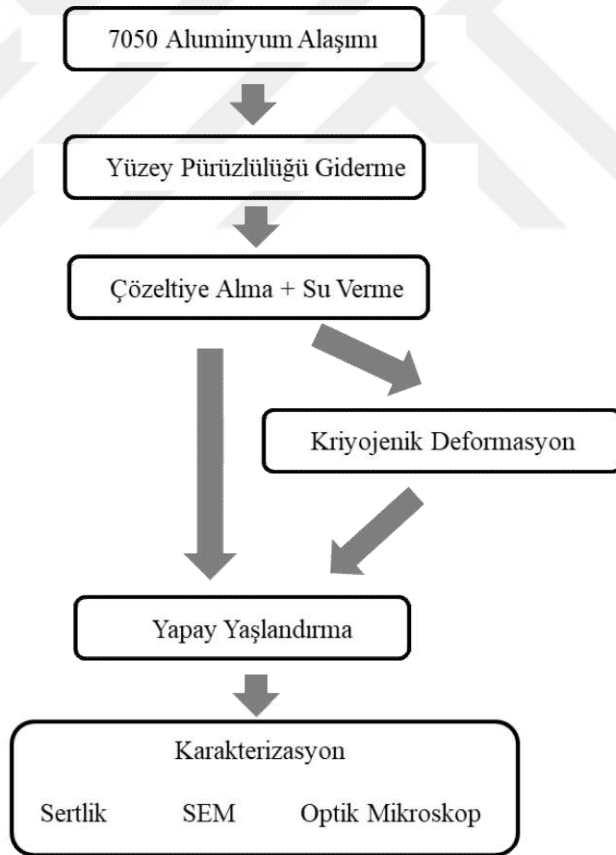
Temin edilen plakanın ZEISS Primotech marka optik mikroskop ile 200X büyütme oranında elde edilen mikrografı Şekil 5.9'da verilmiştir. Şekilden de görüleceği üzere kısmen yetersiz dağlanan bölgeler olsa bile tane sınırları net bir şekilde gözlemlenebilirken özellikle mikrometre altı boyutlara sahip ikincil fazların gözlemlenebilmesi için optik mikroskop (azami 1000X) yetersiz kalmaktadır.



Şekil 5.9. Temin edilen plakanın optik mikroskop görüntüsü (200X).

Bu nedenle, numunelerin detaylı analizinde SEM kullanılmıştır. SEM numunesi hazırlanırken elektro-parlatma yöntemi kullanılmıştır. Elektroparlatma öncesinde 150-200 µm kalınlığa kadar inceltileen numunelerden 3 mm çaplı diskler çıkartılmıştır. Struers (TenuPol-5) marka elektroparlatma ünitesinin tutucusuna yerleştirilen diskler 45 V gerilim altında elektroparlatma solüsyonunun (%5 perklorik asit + %14 saf su + %81 etanol) 30 saniye süreyle püskürtülmesi ile hem parlatma hem de dağlama işlemleri tek seferde gerçekleştirilmiştir. Elektroparlatma ile hazırlanan örnekler karbon bant yardımıyla SEM numune kızağına tutturularak enerji saçınım spektrometresi (EDS) dedektörü bulunan ZEISS SUPRA 50 VP marka SEM cihazında 20 kV gerilim altında incelenmiştir.

Tez çalışmaları kapsamında izlenen tüm aşamalar Şekil 5.10'da verilmiştir.

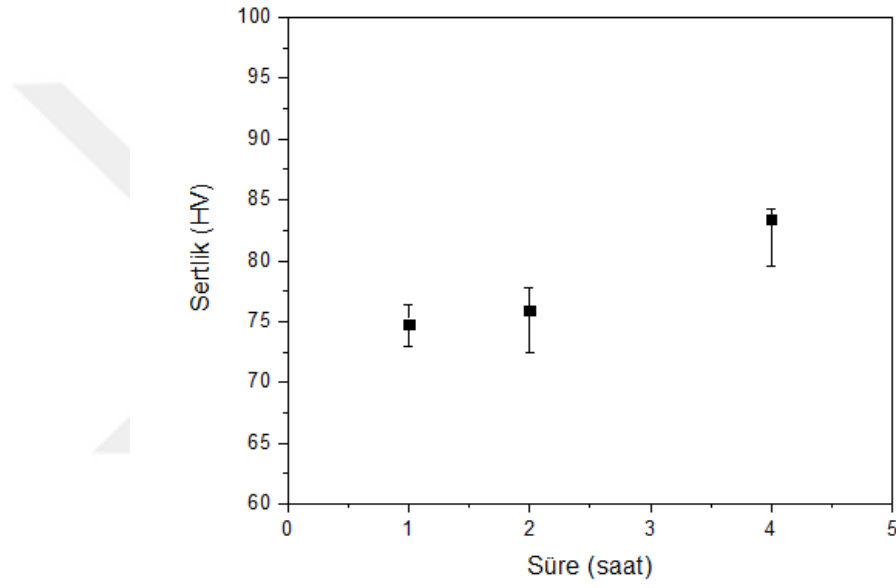


Şekil 5.10. Tez çalışmaları kapsamında izlenen yöntem.

6. BULGULAR VE TARTIŞMA

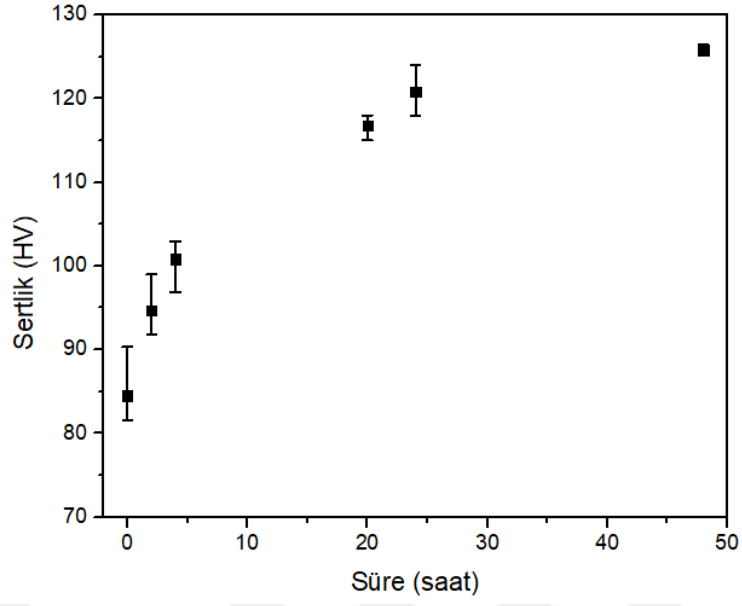
6.1. Isıl İşlemin Sertlik Değerine Etkisi

470°C’de sırasıyla 1, 2 ve 4 saat süreyle uygulanan çözeltiye alma ısıl işleminin sonucunda elde edilen ortalama sertlik değerleri, sapma miktarlarıyla birlikte Şekil 6.1’de verilmiştir. Farklı süreler sonucunda elde edilen sertlik değerlerinde önemli bir farklılık gözlemlenmediği için 470°C’de 1 saat çözeltiye almanın yeterli olacağına karar verilmiştir.



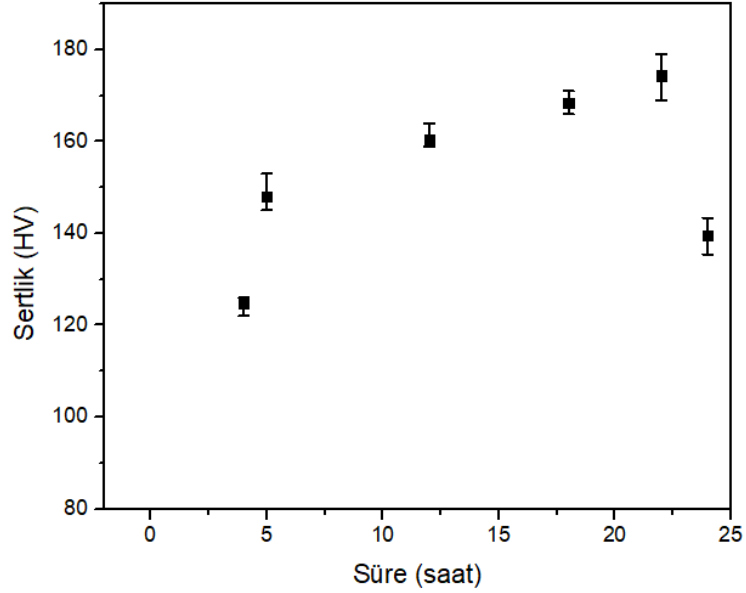
Şekil 6.1. 470°C’de sırasıyla 1, 2 ve 4 saat süreyle uygulanan çözeltiye alma ısıl işleminin sonucunda elde edilen ortalama sertlik değerleri.

Çözeltiye alma sonrasında doğal yaşlanmanın etkisi ise sertlik artışının stabilize olduğu 48 saate kadar incelenmiştir; azami sertlik değeri 126 ± 1 HV olarak ölçülmüştür (Bkz. Şekil 6.2).



Şekil 6.2. Farklı sürelerde doğal yaşlandırmanın sertliğe etkisi.

Yapay yaşlandırma ise 120°C’de 24 saate kadar değişen sürelerde uygulanmış ve azami sertlik 22 saat yapay yaşlandırma sonucunda 174±4 HV olarak ölçülmüştür (Bkz. Şekil 6.3).



Şekil 6.3. 120 °C sıcaklıkta yapay yaşlandırma süresinin sertlik değerlerine etkisi.

Şekil 6.2 ve 6.3’ten de görüleceği üzere doruk yaşlandırma süresi yapay yaşlandırmada doğal yaşlandırmaya kıyasla çok daha kısa sürmekte; azami sertlik

değeri ise daha yüksek olmaktadır. Bunun en temel sebebi tüm difüzyona bağlı süreçlerde geçerli olduğu üzere çökelti oluşumunda da çekirdeklenme ve büyüme hızlarının sıcaklıkla birlikte üstel olarak artmasıdır (Arrhenius kuralı).

6.2. Kriyojenik Deformasyonun Yaşlanma Sonrasındaki Sertlik Değerine Etkisi

Kriyojenik işlemden, malzemeler çok düşük sıcaklıklara soğutulmuş istenilen mekanik ve mikroyapısal özelliklere kavuşması sağlanır. Bu çalışmada numuneler sıvı azot tankında (-196 °C) bekletilerek kriyojenik işlem uygulanmıştır.

İlk olarak, çözeltiye alınmış plakalar sıvı azot tankında farklı sürelerde bekletilerek sıvı azotta bekleme süresinin sertliğe etkisi incelenmiştir. Tablo 6.1'den görülebileceği üzere N₂ tankında bekletme süresinin sertliğe etkisi ihmal edilebilecek kadar düşüktür. Bu nedenle, literatür araştırmasından [47] elde edilen bilgiler doğrultusunda plakaların sıvı N₂ tankında bekletilme süresi 20 dakika olarak belirlenmiştir.

Tablo 6.1. Kriyojenik işlem süresi ile malzeme sertliği ilişkisi.

Süre (Dakika)	5	10	20	30
Sertlik Değeri (HV)	79±2	80±1	78±3	79±2

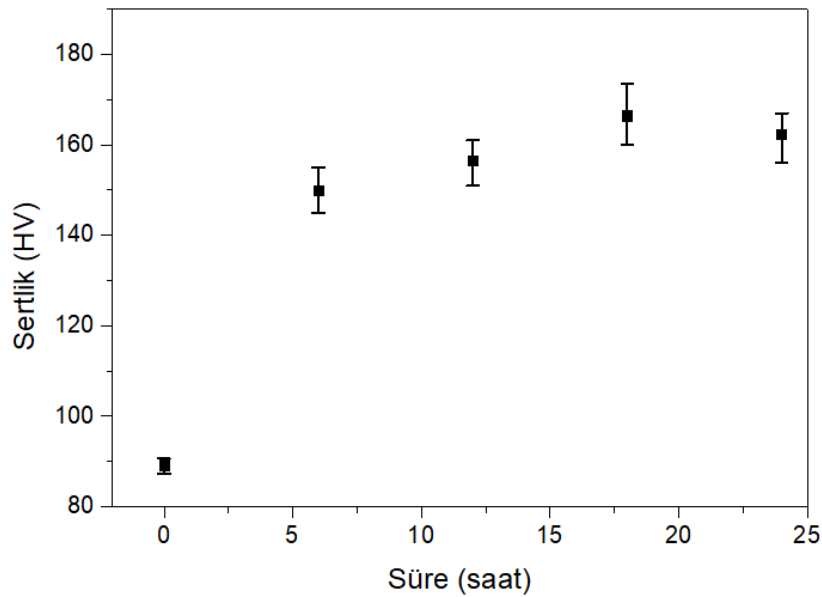
Bunlara ilaveten kriyojenik işlemin yaşlandırma sonrasındaki sertliğe etkisini incelemek için çözeltiye alma ısıl işlemi sonrasında plakalardan biri 20 dakika sıvı azot tankında ve akabinde 5 dakika oda sıcaklığında bekletilirken, diğeri 25 dakika boyunca oda sıcaklığında bekletilmiş ve her ikisine de 120°C'de 26 saat yaşlandırma işlemi uygulanmıştır. Tablo 6.2'den de görüleceği üzere elde edilen sertlik değerleri çok farklı olmamakla birlikte kriyojenik işlem sertlikte bir miktar düşüş meydana getirmektedir.

Tablo 6.2. Kriyojenik işlemin yaşlandırma sonrasında malzeme sertliğine etkisi.

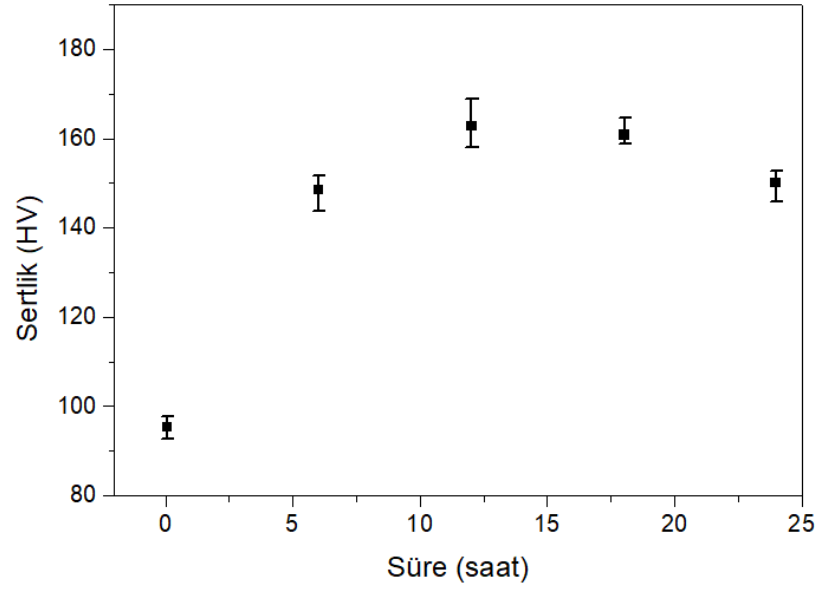
	Sertlik Değeri (HV)
Kriyojenik İşlemlili (N ₂ tankında bekletilmiş)	99
Kriyojenik İşlemsiz	104

Kriyojenik deformasyonun yaşlanma davranışına etkisini analiz etmek için çözeltiliye alınan plakalara -196 °C'de sırasıyla %5, %10, %15 ve %20 deformasyon uygulanmıştır. Deformasyonun akabinde uygulanan yapay yaşlandırmanın sıcaklığı ise 120°C'de sabit tutulmuştur.

%5 ve %10 kriyojenik deformasyon uygulanan plakalara ait 6, 12, 18 ve 24 saat yaşlandırma sonrasındaki sertlik değerleri sırasıyla Şekil 6.4 ve 6.5'de verilmiştir. Kriyojenik deformasyon miktarının %5'den %10'a çıkması doruk yaşlanma süresinin 18 saatten 12 saate düşmesine sebep olurken, azami sertlik değeri sırasıyla 167±7 ve 163±5 HV olarak ölçülmüştür. Deformasyon miktarının artması ile sertlik değerinde bir miktar azalma görülse de yaşlandırma süresi önemli derecede azalmıştır.

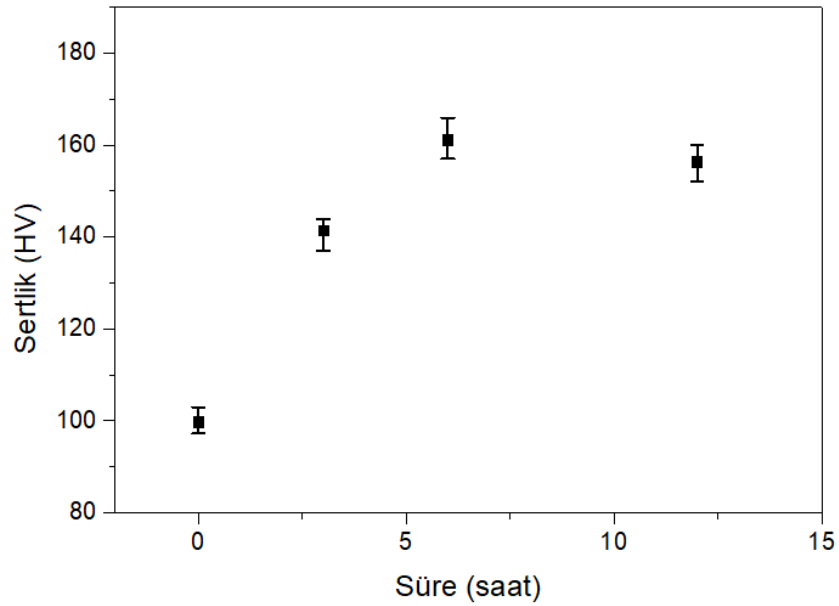


Şekil 6.4. %5 kriyojenik deformasyona uğramış plakanın 120 °C sıcaklıkta yapay yaşlandırma süresinin sertlik değerlerine etkisi.

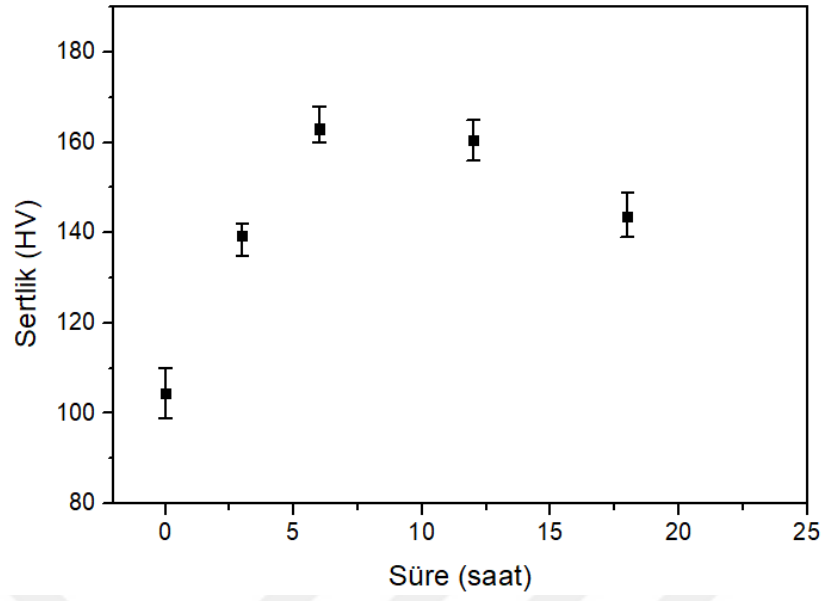


Şekil 6.5. %10 kriyojenik deformasyona uğramış plakanın 120 °C sıcaklıkta yapay yaşlandırma süresinin sertlik değerlerine etkisi.

Bunun yanında, deformasyon miktarı %15'in üzerine çıktığında doruk yaşlanma süresinin 6 saate düştüğü gözlemlenmiştir (Bkz. Şekil 6.6 ve Şekil 6.7). Ayrıca azami sertlik değeri de %15 ve %20 deformasyon miktarları için sırasıyla 161±4 ve 163±4 HV ölçülmüştür. Yaşlandırma süresi yarıya düşerken, sertlik değerinde önemli bir değişiklik gözlemlenmemiştir.

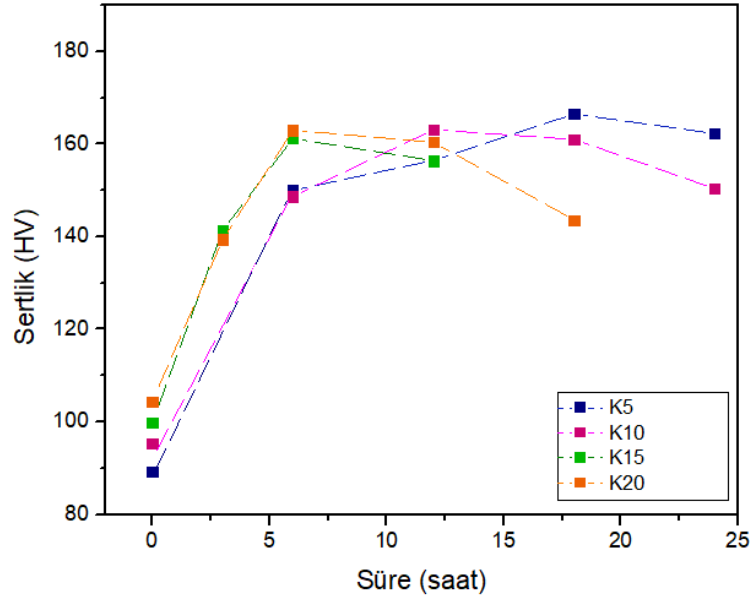


Şekil 6.6. %15 kriyojenik deformasyona uğramış plakanın 120 °C sıcaklıkta yapay yaşlandırma süresinin sertlik değerlerine etkisi.



Şekil 6.7. %20 kriyojenik deformasyona uğramış plakanın 120 °C sıcaklıkta yapay yaşlandırma süresinin sertlik değerlerine etkisi.

Çözeltiye alma sonrasında %5 (K5), %10 (K10), %15 (K15) ve %20 (K20) deformasyona uğrayan numunelerin 24 saate kadar değişen sürelerde yaşlandırma işlemi sonrasındaki sertlik değerlerinin karşılaştırması Şekil 6.8’de gösterilmiştir.



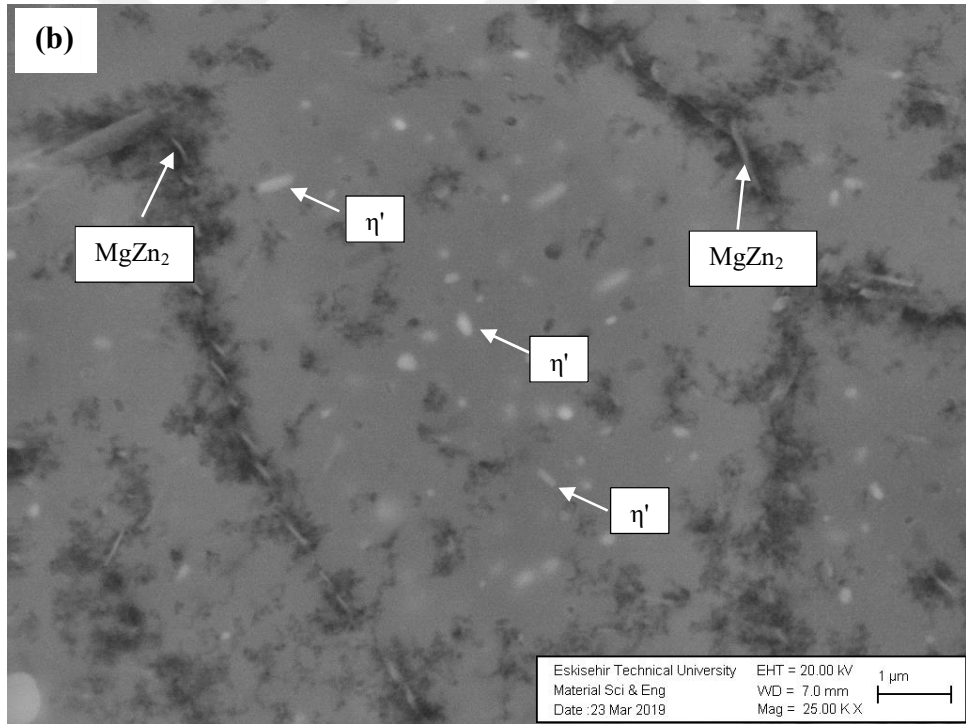
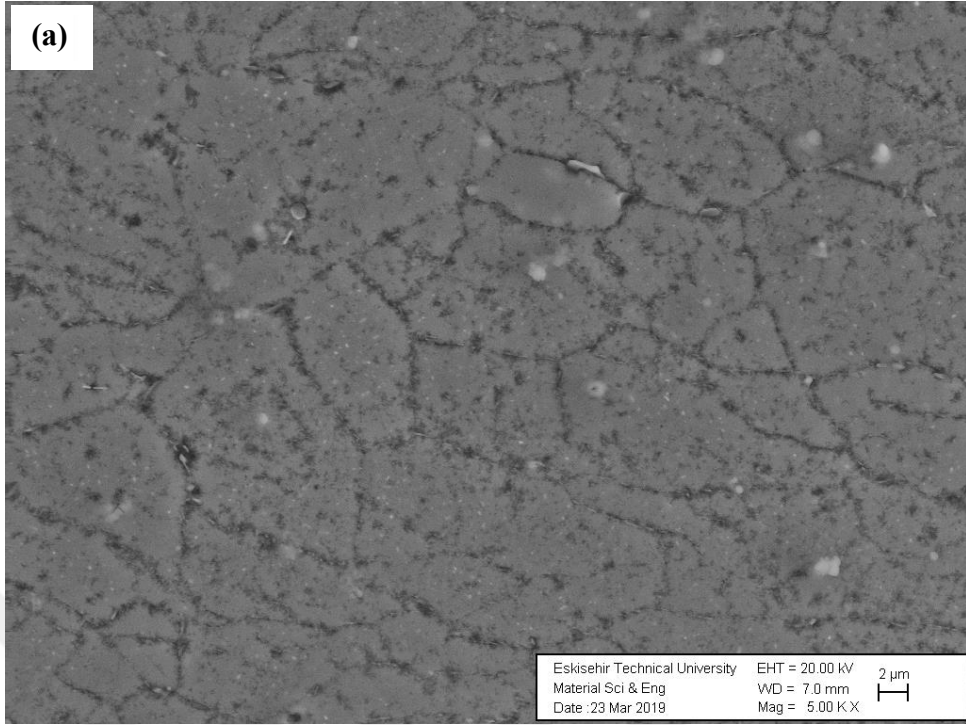
Şekil 6.8. Farklı deformasyon miktarları ve yaşlandırma süreleri sonucunda sertlik (HV) değerlerinin değişimi.

Deformasyon miktarı arttıkça alaşımın ilk sertlik değerinde artış gözlemlenmektedir. Uygulanan deformasyon miktarındaki artış ile birlikte dislokasyon yoğunluğunda artış gözlemleneceğinden ötürü bu beklenen bir durumdur. Öte yandan, uygulanan deformasyon miktarının yaşlandırma sonrasındaki azami sertlik değerine önemli bir etkisinin olmadığı; hatta artan deformasyon miktarının hafif bir düşüşe sebep olduğu gözlemlenmiştir. Ancak deformasyon miktarının artması azami sertlik değerinin elde edilmesi için gereken yaşlanma süresini önemli ölçüde azaltmaktadır.

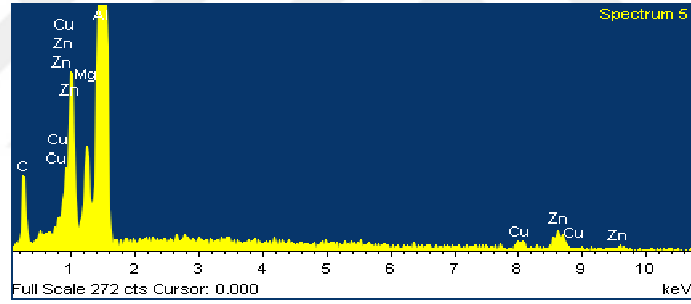
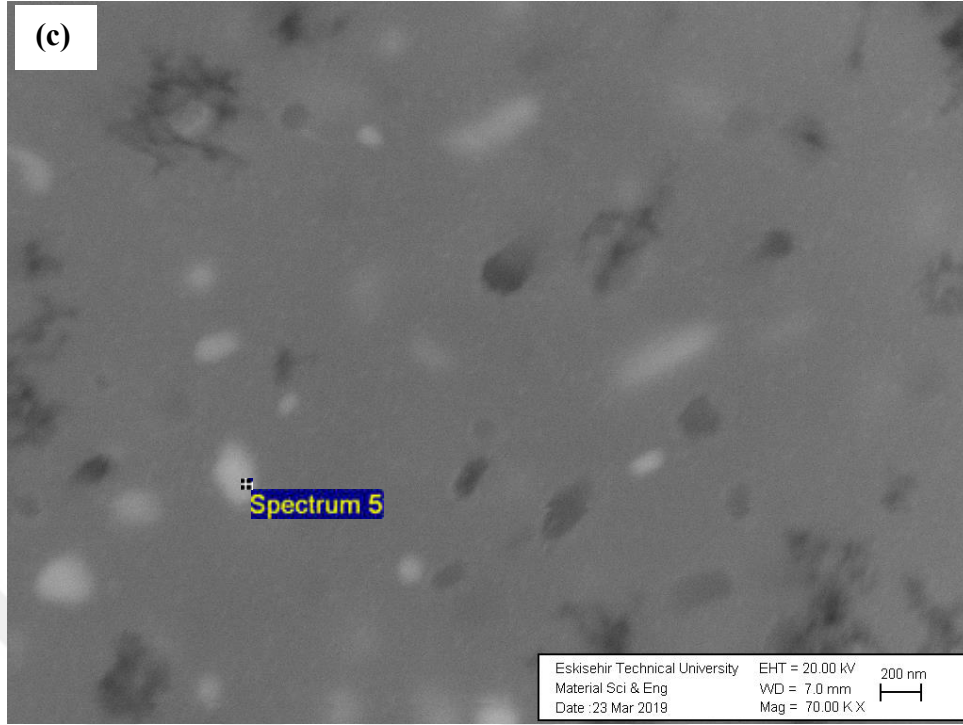
6.3. İçyapı Analizleri

7xxx serisi alaşımlarda özellikle η' ve η gibi dayanç arttırıcı ikincil fazların karakterizasyonunda genellikle geçirimli elektron mikroskopundan (TEM) faydalanılmaktadır. Ancak bu çalışma kapsamında amaç, deformasyonun içyapı üzerindeki etkisinin analiz edilmesi olduğundan tane boyutu ve geometrisi ile birlikte ikincil fazları da gözlemlemeye olanak sağlayan SEM analizleri ile daha faydalı sonuçlar elde edileceği değerlendirilmiştir.

Bu kapsamda öncelikle deformasyona uğramamış 7050 alaşımının içyapısı 120°C'de 12 saat yaşlandırma sonrasında incelenmiştir (Bkz. Şekil 6.9). Şekil 6.9 (b)'deki 25000x büyütmede alınan mikrograf incelendiğinde plakamsı şekle sahip η' fazı tane içerisinde dağılmış halde bulunurken yuvarlak η fazının tane sınırlarında büyüyerek plakamsı $MgZn_2$ fazına dönüştüğü görülmüştür [58, 59]. Ayrıca her iki büyütmedeki görüntüler incelendiğinde tane sınırlarında belirgin bir PFZ bulunmadığı görülmüştür.



Şekil 6.9. 120°C'de 12 saat yaşlandırılan numuneye ait (a) 5000x (b) 25000x ve (c) 70000x büyütmede SEM görüntüleri, (d) "Spectrum 5" olarak işaretlenen noktanın EDS analizi sonucu.



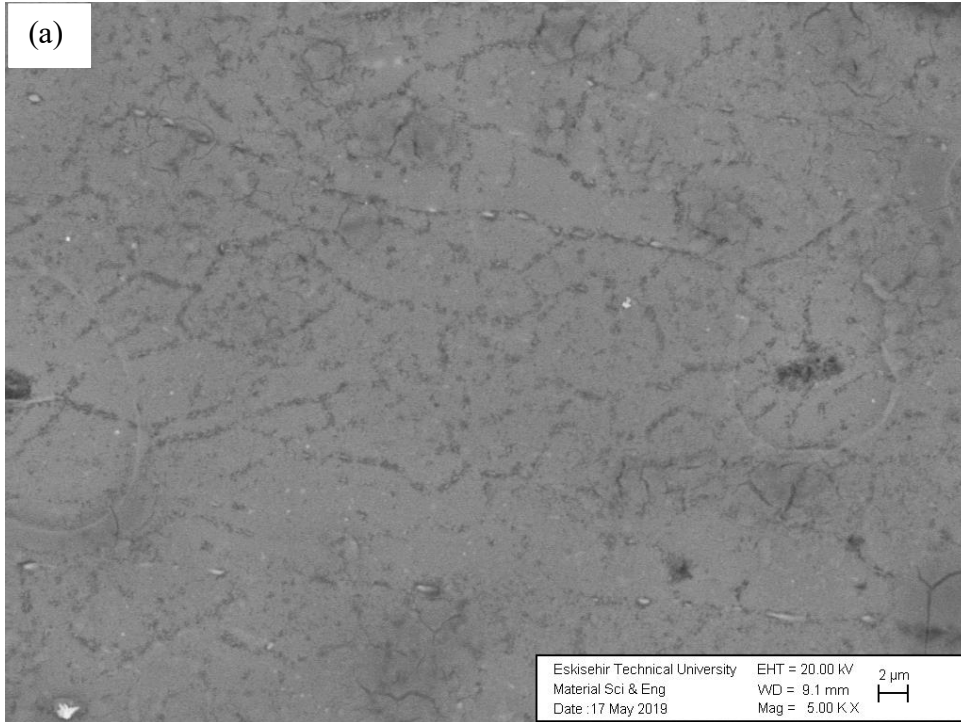
Element	Ağırlıkça%	Atomik%
C K	8,09	12,48
Mg K	0,81	0,62
Al K	34,91	23,97
Cu K	0,69	0,20
Zn K	1,76	0,50

(d)

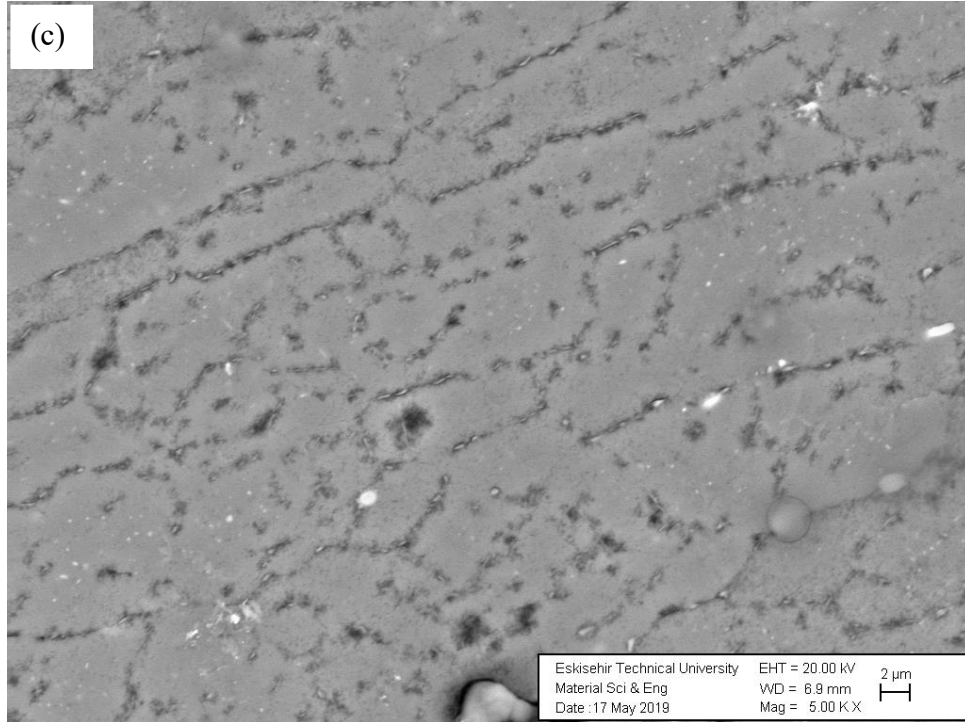
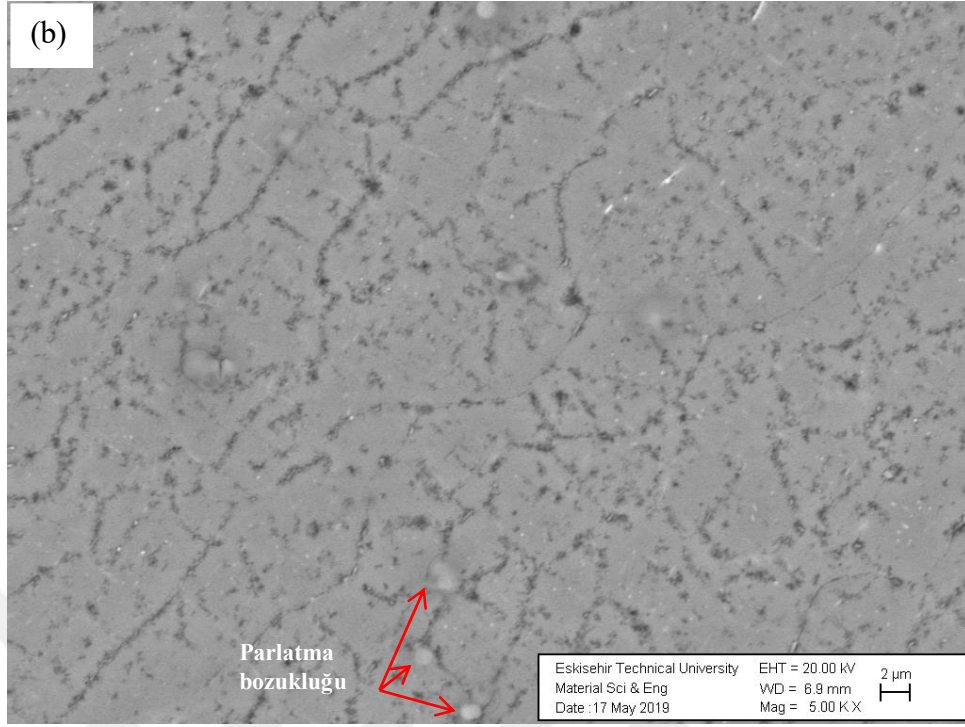
Şekil 6.9. (Devamı) 120°C'de 12 saat yaşlandırılan numuneye ait (a) 5000x (b) 25000x ve (c) 70000x büyütmede SEM görüntüleri, (d)"Spectrum 5" olarak işaretlenen noktanın EDS analizi sonucu.

Şekil 6.9 (c)'de verilen 70000x büyütmedeki mikrografta bulunan η' olduğu düşünülen çökeltiden alınan EDS analiz sonucu Şekil 6.9 (d)'de verilmektedir. Buradan da görüleceği üzere çökelti boyutunun ölçüm alınan alan yarıçapından oldukça küçük olması sebebiyle çökeltinin yapısı EDS analizi ile doğrulanamamaktadır.

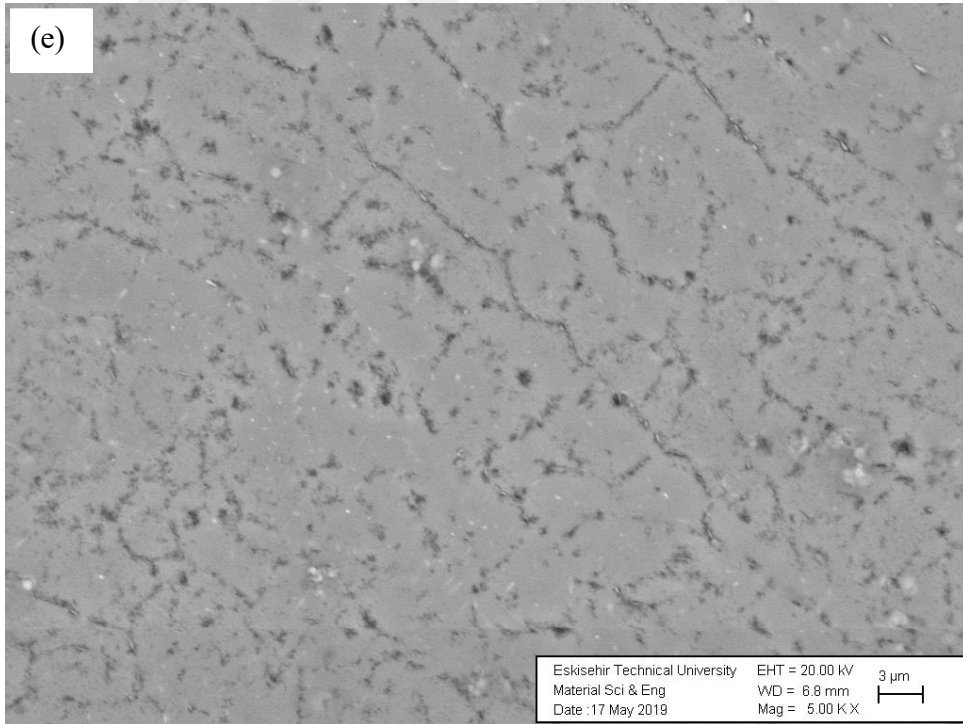
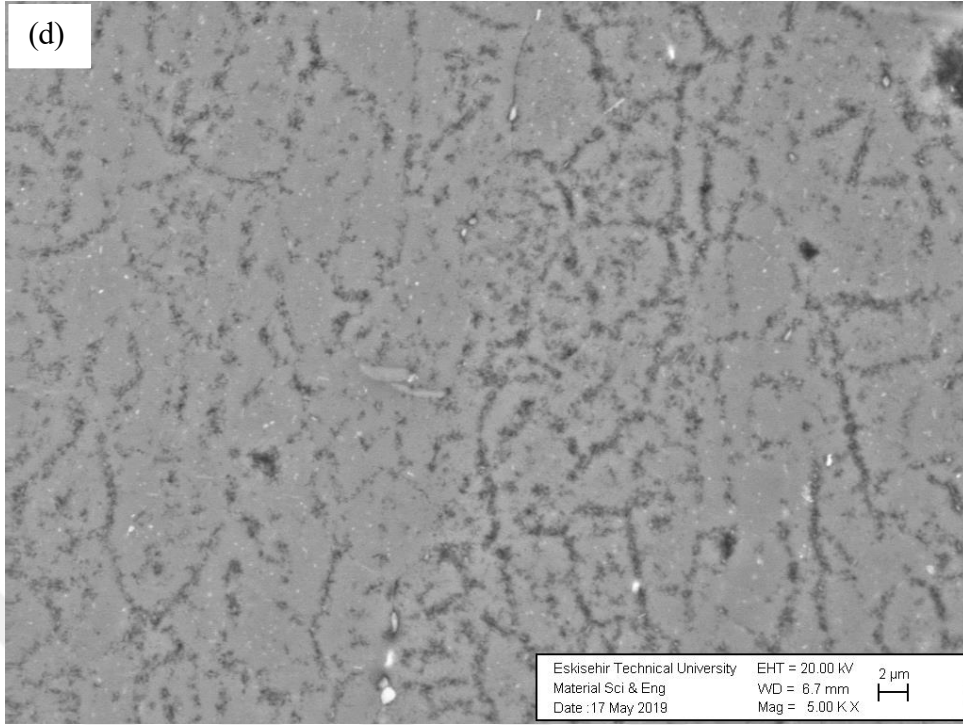
Şekil 6.10'da her bir koşul için elde edilen azami sertlik değerlerinin içyapıları verilmiştir. Deformasyonsuz ve deformasyonlu plakaların mikroyapıları karşılaştırıldığında, deformasyonsuz plakada tane sınırlarında oluşan çökeltilerin yoğunluğunun daha düşük olduğu görülmüştür. Öte yandan, %10 deformasyondan itibaren kısmi tekstür oluştuğu ve tane sınırlarındaki çökeltilerin uzamaya başladığını görülmüştür. Tane sınırlarında tek sıra halinde yaklaşık 1 μm boyutunda çökeltiler görülmüştür. Deformasyon miktarının %15'e çıkması ile hem tane içindeki η' olduğu tahmin edilen çökeltilerin hem de tane sınırlarında oluşan η olduğu düşünülen çökeltilerin yoğunluğu artmaktadır. Aynı ilişki deformasyonun %20'ye çıkması sonucunda da görülmüştür.



Şekil 6.10. 5000x büyütmede SEM görüntüsü (a) deformasyonsuz 120°C'de 24 saat (b) %5 deformasyon sonrasında 18 saat (c) %10 deformasyon sonrasında 12 saat (d) %15 deformasyon sonrasında 6 saat ve (e) %20 deformasyon sonrasında 6 saat yaşlandırma.



Şekil 6.10 (Devamı) 5000x büyütmede SEM görüntüsü (a) deformatsiyonsuz 120°C'de 24 saat (b) %5 deformatsiyon sonrasında 18 saat (c) %10 deformatsiyon sonrasında 12 saat (d) %15 deformatsiyon sonrasında 6 saat ve (e) %20 deformatsiyon sonrasında 6 saat yaşlandırma.



Şekil 6.10. (Devamı) 5000x büyütmede SEM görüntüsü (a) deformasyonsuz 120°C'de 24 saat (b) %5 deformasyon sonrasında 18 saat (c) %10 deformasyon sonrasında 12 saat (d) %15 deformasyon sonrasında 6 saat ve (e) %20 deformasyon sonrasında 6 saat yaşlandırma.

Elde edilen sonuçlar ışığında, artan deformasyonun çökelti oluşumunu desteklediği söylenebilir. Ancak çökeltilerin tam olarak karakterizasyonu için daha önce de belirtildiği üzere TEM analizlerine ihtiyaç duyulmaktadır. Öte yandan, Şekil 6.10'dan da açıkça görüleceği üzere plakaların hiçbirinde belirgin bir PFZ oluşumu görülmemiştir.

Deformasyon sonrasındaki en belirgin yeniden çekirdeklenme tekstürü ise %10 deformasyon sonrası 12 saat yaşlandırılan plakada görüntülenmiştir. Ancak plakaların SEM analizine hazırlanmasında ve görüntüleme sırasında yaşanan sıkıntılar nedeniyle tane sınırları belirgin bir şekilde gösterilemediği için bu konuda net bir yorum yapmaktan kaçınılmıştır.



7. SONUÇLAR

- Bu çalışmanın amacı, kriyojenik deformasyonun 7050 alüminyum alaşımının yaşlandırma davranışına etkisini incelemektir.
- Bu amaç doğrultusunda, öncelikle yapay yaşlanma davranışı belirlenmiştir. 7050 alüminyum alaşımına farklı sürelerde uygulanan yapay yaşlandırma sonucunda 174 HV azami sertlik değeri 120°C’de 22 saat yaşlandırma ile elde edilmiştir.
- Kriyojenik deformasyonun yorulma davranışına etkisini incelemek için ise 7050 plaka -196°C’de haddelenmiştir. Buradaki amaç, difüzyon hızını düşürerek oda sıcaklığında gerçekleşen çökelti oluşumu, dislokasyon toparlanması gibi olguların önüne geçmektir.
- Yapılan çalışmada elde edilen sertlik sonuçlarına göre farklı deformasyon miktarları sertlik değerinde önemli bir değişiklik yaratmasa da artan deformasyon miktarıyla doruk yaşlandırma süresinde önemli bir azalma meydana gelmiştir.
- Deformasyon miktarının artması, yarı kararlı η' ve kararlı η çökeltilerinin yoğunluğunu ve büyüklüğünü arttırmaktadır. Artan dislokasyon yoğunluğu sayesinde çekirdeklenme hızlanmakta ve azami sertlik değeri için gereken yaşlandırma süresi azalmaktadır.

8. ÖNERİLER

Bu çalışma kapsamında hem süre hem de imkanlar dahilinde gerçekleştirilememiş olsa da, ileriki çalışmalarda aşağıda listelenen çalışmaların yapılmasının konuyu daha kapsamlı ele almak açısından faydalı olacağı düşünülmektedir.

- Plakalar haddeye verilirken ve haddeleme sonrasında plaka kesiti boyunca termal gradyan değişimi ölçülebilir.
- Kriyojenik işlem için tercih edilen sıvı azot yerine farklı soğutma ortamları denenebilir.
- Bu çalışma kapsamında, haddenin kapasite limitleri nedeniyle her bir pasoda azami ~%3,5 deformasyon uygulanmıştır. Hadde kapasitesi daha yüksek olan bir haddeleme cihazı kullanıldığında tek bir paso ile verilebilecek %20 ya da daha yüksek deformasyonun alaşımın özelliklerine etkisi incelenebilir.
- Yukarıda verilen öneriler doğrultusunda elde edilen sonuçlar ile kriyojenik işlemin yarattığı sonuçlar endüstriyel uygulama boyutunda ekonomik açıdan değerlendirilebilir.

KAYNAKÇA

- [1] Davis, J.R., (2001). Alloying: understanding the basics. *ASM international*.
- [2] Barberis Pinlung, S.,(2015). *7xxx aluminum sheets for automotive applications*.
- [3] Enescu, M.-C., et al., (2010). Experimental researches on the corrosion behavior and microstructural aspects of heat treated Al-Zn-Mg-Cu alloys. *International Journal of Energy and Environment*, 4(4): p. 122-130.
- [4] Totten, G.E. and D.S. MacKenzie, (2003). *Handbook of Aluminum: Vol. 1: Physical Metallurgy and Processes*. Vol. 1. CRC press.
- [5] Tehinse, O., (2014). *Response of 7075 and 7050 aluminium alloys to high temperature pre-precipitation heat treatment*.
- [6] Mukhopadhyay, A., (2009). Microstructure and properties of high strength aluminium alloys for structural applications. *Transactions of the Indian Institute of Metals*,. **62**(2): p. 113-122.
- [7] Liu, S., et al., (2010). Investigation of quench sensitivity of high strength Al–Zn–Mg–Cu alloys by time–temperature–properties diagrams. *Materials & Design*,. **31**(6): p. 3116-3120.
- [8] Zhang, J., et al., (2014). Design of the multi-stage quenching process for 7050 aluminum alloy. *Materials & Design (1980-2015)*,. **56**: p. 334-344.
- [9] Gwozdz, M. and K. Kwapisz, (2008). *Influence of ageing process on the microstructure and mechanical properties of aluminum-silicon cast alloys-Al-9% Si-3% and Al-9% Si-0.4% Mg*. Bachelor degree thesis-Jonkoping University.
- [10] Sjölander, E. and S. Seifeddine, (2010). The heat treatment of Al–Si–Cu–Mg casting alloys. *Journal of Materials Processing Technology*,. **210**(10): p. 1249-1259.
- [11] Ashby, M.F. and Y. Jones, (1986). *DRH: Engineering Materials 2: An Introduction to Microstructures, Processing and Design*, Pergamon Press, Inc., Eimsford, NY.
- [12] Han, N., et al., (2011). Effect of solution treatment on the strength and fracture toughness of aluminum alloy 7050. *Journal of Alloys and Compounds*, **509**(10): p. 4138-4145.
- [13] Mohamed, A. and F. Samuel, (2012). A review on the heat treatment of Al-Si-Cu/Mg casting alloys, in Heat Treatment-Conventional and Novel Applications., *InTech*.

- [14] Chemingui, M., et al., (2019). DSC analysis of phase transformations during precipitation hardening in Al–Zn–Mg alloy (7020). *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*,. **136**(5): p. 1887-1894.
- [15] Hall, D.D. and I. Mudawar, (1996). Optimization of quench history of aluminum parts for superior mechanical properties. *International journal of heat and mass transfer*,. **39**(1): p. 81-95.
- [16] Callister, W.D. and D.G. Rethwisch, (2007). *Materials science and engineering: an introduction*. Vol. 7.: John Wiley & Sons New York.
- [17] Manickaraj, J., G. Liu, and S. Shankar, (2011). Effect of incubation coupled with artificial aging in T6 heat treatment of A356. 2 aluminum casting alloy. *International Journal of Metalcasting*,. **5**(4): p. 17-36.
- [18] LI, P.-y., et al., (2012). Temperature variation and solution treatment of high strength AA7050. *Transactions of Nonferrous metals society of China*,. **22**(3): p. 546-554.
- [19] Liu, Y., et al., (2014). Effect of cooling aging on microstructure and mechanical properties of an Al–Zn–Mg–Cu alloy. *Materials & Design*,. **57**: p. 79-86.
- [20] Buha, J., R. Lumley, and A. Crosky, (2008). Secondary ageing in an aluminium alloy 7050. *Materials Science and Engineering: A*,. **492**(1-2): p. 1-10.
- [21] Liu, S., et al., (2008). Influence of aging on quench sensitivity effect of 7055 aluminum alloy. *Materials Characterization*,. **59**(1): p. 53-60.
- [22] Berg, L., et al., (2001). GP-zones in Al–Zn–Mg alloys and their role in artificial aging. *Acta materialia*,. **49**(17): p. 3443-3451.
- [23] Wu, L.-M., et al., (2010). Characterization of precipitate evolution in an artificially aged Al–Zn–Mg–Sc–Zr alloy. *Materials Science and Engineering: A*,. **527**(4-5): p. 1068-1073.
- [24] Huang, L., et al., (2007). Influence of high-temperature pre-precipitation on local corrosion behaviors of Al–Zn–Mg alloy. *Scripta Materialia*,. **56**(4): p. 305-308.
- [25] Yang, R.-x., et al., (2016). Multistage-aging process effect on formation of GP zones and mechanical properties in Al–Zn–Mg–Cu alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*,. **26**(5): p. 1183-1190.

- [26] Stiller, K., et al., (1999). Investigation of precipitation in an Al–Zn–Mg alloy after two-step ageing treatment at 100 and 150 C. *Materials Science and Engineering: A*, **270**(1): p. 55-63.
- [27] Mukhopadhyay, A., (1994). Guinier-Preston zones in a high-purity Al-Zn-Mg alloy. *Philosophical magazine letters*,. **70**(3): p. 135-140.
- [28] Lendvai, J., (1996). Precipitation and strengthening in aluminium alloys. *Materials Science Forum*, 217-222 (PART 1), 43-56.
- [29] Löffler, H., I. Kovacs, and J. Lendvai, (1983). Decomposition processes in Al-Zn-Mg alloys. *Journal of Materials Science*,. **18**(8): p. 2215-2240.
- [30] Sha, G. and A. Cerezo, (2004). Early-stage precipitation in Al–Zn–Mg–Cu alloy (7050). *Acta Materialia*,. **52**(15): p. 4503-4516.
- [31] Mondolfo, L.F., (2013). *Aluminum alloys: structure and properties*. Elsevier.
- [32] Auld, J., J. Vietz, and I. Polmear, (1966). T-phase Precipitation induced by the Addition of Silver to an Aluminium–Copper–Magnesium Alloy. *Nature*,. **209**(5024): p. 703.
- [33] Auld, H. and S. McK, (1974). Cousland,“The structure of the metastable η' phase in Aluminum-Zinc-Magnesium alloys”. *Journal of the Australian Institute of Metals*, **19**: p. 194-199.
- [34] Yan, J., L. Chunzhi, and Y. Minggao, (1991). On the η' precipitate phase in 7050 aluminium alloy. *Materials Science and Engineering: A*,. **141**(1): p. 123-128.
- [35] Marioara, C.D., et al., (2013). Atomic structure of hardening precipitates in an Al–Mg–Zn–Cu alloy determined by HAADF-STEM and first-principles calculations: relation to η -MgZn₂. *Journal of Materials Science*,. **48**(10): p. 3638-3651.
- [36] Krishna, K.G., et al., (2017). Studies on aging and corrosion properties of cryorolled Al–Zn–Mg–Cu (AA7075) Alloy. *Transactions of the Indian Institute of Metals*,. **70**(3): p. 817-825.
- [37] Gu, K., et al., (2019) Micro-plastic deformation behavior of Al-Zn-Mg-Cu alloy subjected to cryo-cycling treatment. *Materials Science and Engineering: A*,. **742**: p. 672-679.
- [38] Poole, W., J. Embury, and D. Lloyd, (2011). Work hardening in aluminium alloys, in *Fundamentals of Aluminium Metallurgy*. Elsevier. p. 307-344.

- [39] Kocks, U. and H. Mecking, (2003). Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. *Progress in materials science*, **48**(3): p. 171-273.
- [40] Krausz, A.S. and K. Krausz, (1996). Unified constitutive laws of plastic deformation. *Elsevier*.
- [41] Mazilkin, A., et al., (2007). Structural changes in aluminum alloys upon severe plastic deformation. *Physics of the Solid State*,. **49**(5): p. 868-873.
- [42] Magalhães, D.C.C., M.F. Hupalo, and O.M. Cintho, (2014) Natural aging behavior of AA7050 Al alloy after cryogenic rolling. *Materials Science and Engineering: A*, **593**: p. 1-7.
- [43] Chinh, N.Q., et al., (2009). Developing a strategy for the processing of age-hardenable alloys by ECAP at room temperature. *Materials Science and Engineering: A*. **516**(1-2): p. 248-252.
- [44] Nam, C., et al., (2003). Effect of precipitates on microstructural evolution of 7050 Al alloy sheet during equal channel angular rolling. *Materials Science and Engineering: A*, **347**(1-2): p. 253-257.
- [45] Zhao, Y., et al., (2004). Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing. *Acta Materialia*, **52**(15): p. 4589-4599.
- [46] Wang, Y., et al., (2002). High tensile ductility in a nanostructured metal. *Nature*,. **419**(6910): p. 912.
- [47] Dhal, A., S. Panigrahi, and M. Shunmugam, (2017). Insight into the microstructural evolution during cryo-severe plastic deformation and post-deformation annealing of aluminum and its alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, **726**: p. 1205-1219.
- [48] Panigrahi, S.K. and R. Jayaganthan, (2011). Development of ultrafine grained high strength age hardenable Al 7075 alloy by cryorolling. *Materials & Design*,. **32**(6): p. 3150-3160.
- [49] Clinch, M., et al. (2004). A Microstructural Engineering-Based Approach to 7xxx Series Alloy Optimisation. *Materials forum*. Citeseer.
- [50] H.Zak and B.Tonn, (2011). Effect of chemical composition on the microstructure, mechanical properties and susceptibility to hot tearing of high strength Al-Zn-Mg-Cu cast alloys. *EAA*,.

- [51] Jayaganthan, R., et al., (2010). Microstructure and texture evolution in cryorolled Al 7075 alloy. *Journal of Alloys and Compounds*,. **496**(1): p. 183-188.
- [52] Das, P., et al., (2011). Fatigue behaviour and crack growth rate of cryorolled Al 7075 alloy. *Materials Science and Engineering: A*,. **528**(24): p. 7124-7132.
- [53] HOU, L., et al., (2017). Cryogenic Processing High-Strength 7050 Aluminum Alloy and Controlling of the Microstructures and Mechanical Properties. *Acta Metall Sin.*, **53**(9): p. 1075-1090.
- [54] Gjønnes, J. and C.J. Simensen, (1970). An electron microscope investigation of the microstructure in an aluminium-zinc-magnesium alloy. *Acta Metallurgica*. **18**(8): p. 881-890.
- [55] Lang, P., et al., (2014). Thermo-kinetic prediction of metastable and stable phase precipitation in Al–Zn–Mg series aluminium alloys during non-isothermal DSC analysis. *Journal of Alloys and Compounds*, **609**: p. 129-136.
- [56] Naimi, A., H. Yousfi, and M. Trari, (2013). Influence of cold rolling degree and ageing treatments on the precipitation hardening of 2024 and 7075 alloys. *Mechanics of Time-Dependent Materials*. **17**(3): p. 285-296.
- [57] *Metallographic etchants - Aluminum*. 2006 [cited 2015 February 2nd].
- [58] Wang, W., et al., (2018). Mechanical properties and microstructure evolution of ultra-high strength Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by room temperature ECAP with post aging. *Materials Science and Engineering: A*,. **731**: p. 195-208.
- [59] Guo, W., et al., (2015). Evolution of precipitate microstructure during stress aging of an Al–Zn–Mg–Cu alloy. *Materials Science and Engineering: A*,. **634**: p. 167-175.