KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ÇİNKO-ESASLI SÜPERPLASTİK ALAŞIMLARIN GELİŞTİRİLMESİ VE YAPISAL, MEKANİK VE TİTREŞİM SÖNÜMLEME DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

DOKTORA TEZİ

Mak. Yük. Müh. Muhammet DEMİRTAŞ

TEMMUZ 2017

TRABZON



KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünce

Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih :/Tezin Savunma Tarihi::/

Tez Danışmanı :

Trabzon

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Makina Mühendisliği Anabilim Dalında Muhammet DEMİRTAŞ tarafından hazırlanan

ÇİNKO-ESASLI SÜPERPLASTİK ALAŞIMLARIN GELİŞTİRİLMESİ VE YAPISAL, MEKANİK VE TİTREŞİM SÖNÜMLEME DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 06 /06 / 2017 gün ve 1705 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda DOKTORA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

- Başkan: Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENOĞLU
- Üye : Prof. Dr. Gençağa PÜRÇEK
- Üye : Prof. Dr. Ahmet KARAASLAN
- Üye : Doç. Dr. Yasin ALEMDAĞ
- Üye : Doç. Dr. Ahmet Can ALTUNIŞIK

in

Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

Çinko-alüminyum alaşımları çok iyi derecede işlenebilirlik, yüksek korozyon ve aşınma direnci gibi özelliklere sahip olmaları ve alaşımlara termomekanik işlemlerin uygulanması ile istenilen düzeyde mukavemet değerinin elde edilebiliyor olması nedeni ile endüstride yaygın bir kullanım alanına sahiptir. Öte yandan bazı Zn-Al alaşımları gerekli mikroyapısal düzenlemelerin gerçekleştirilmesi ile süperplastik davranış gösterebilmektedir. Dahası, etkili tane inceltme yöntemlerinin uygulanması ile ötektoid Zn-22Al ve ağırlıkça % 1,1'e kadar Al içeren Zn-Al alaşımlarında oda sıcaklığında dahi süperplastik davranış elde etmek mümkündür. Ötektik Zn-5Al alaşıml ise mikroyapısal özellikleri itibarı ile oda sıcaklığında süperplastik davranış gösterebilecek bir potansiyele sahiptir. Süperplastik Zn-Al alaşımlarının süperplastiklik özelliklerinin yanında yüksek sönüm kapasitesine de sahip olmaları bu alaşımları gerek mekanik ve gerekse sismik sönümleyici uygulamalarında potansiyel malzemeler olarak ön plana çıkarmaktadır.

Bu çalışmada, Zn-22Al, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarına basitten komplekse doğru bir takım termal ve/veya termomekanik işlemler uygulandı ve bu işlemlerin söz konusu alaşımların içyapıları, oda sıcaklığındaki süperplastik davranışları ve elastik sönüm kapasiteleri üzerine etkileri sistematik bir şekilde incelendi. Kaydedilen sonuçlar, Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızlarındaki süperplastik davranışının geliştirildiğini ve Zn-5Al alaşımında oda sıcaklığında süperplastik davranış elde edebilmenin mümkün olduğunu gösterdi. Ayrıca, Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığındaki sönüm kapasitesinin iyileştirildiği ve Zn-0,3Al ile Zn-5Al alaşımlarının da yüksek sönüm kapasitesine sahip yeni süperplastik Zn-Al alaşımları olarak değerlendirilebileceği görüldü.

Tez danışmanlığını üstlenerek çalışmalarımın yönlendirilmesindeki katkılarından dolayı hocam Prof. Dr. Gençağa PÜRÇEK'e teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca çalışmalarıma sağladığı katkılardan dolayı Arş. Gör. Harun YANAR, Yrd. Doç. Dr. Kadri Can ATLI, Dr. Zhenjun ZHANG ve Prof. Zhe-Feng ZHANG'e teşekkür ederim. Bu tez çalışması, 10501 kod numaralı proje ile KTÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından desteklenmiştir. Desteklerinden dolayı sözü geçen kurum yetkililerine teşekkür ederim.

Çalışmalarım boyunca, desteklerini esirgemeyen annem, babam, kardeşlerim ve sevgili eşim İlknur'a çok teşekkür ederim.

Muhammet DEMİRTAŞ TRABZON, 2017

TEZ ETİK BEYANNAMESİ

Doktora Tezi olarak sunduğum "Çinko-Esaslı Süperplastik Alaşımların Geliştirilmesi ve Yapısal, Mekanik ve Titreşim Sönümleme Davranışlarının İncelenmesi" başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Prof. Dr. Gençağa PÜRÇEK'in sorumluluğunda tamamladığımı, verileri/örnekleri kendim topladığımı, deneyleri/analizleri ilgili laboratuarlarda yaptığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 06/07/2017

Muhammet DEMİRTAŞ

İÇİNDEKİLER

<u>Sayfa No</u>

ÖNSÖZ .	iii		
TEZ ETİK BEYANNAMESİ iv			
İÇİNDEK	İÇİNDEKİLERv		
ÖZET	ÖZETix		
SUMMA	SUMMARYx		
ŞEKİLLE	ER DİZİNİ xi		
TABLOL	AR DİZİNİxix		
1.	GENEL BİLGİLER1		
1.1.	Giriş1		
1.2.	Süperplastisite		
1.2.1.	Tarihsel Gelişim		
1.2.2.	Süperplastik Davranışı Etkileyen Faktörler6		
1.2.1.1.	Tane Boyutu		
1.2.1.2.	Tanelerin Şekli		
1.2.1.3.	Tane Sınırlarının Yapısı		
1.2.1.3.1.	Tane Sınırlarının Açısı 9		
1.2.1.3.2.	Tane Sınırlarının Faz Yapısı		
1.2.1.4.	Malzemenin Faz Yapısı10		
1.2.1.4.1.	İkinci Fazın Dayanımı10		
1.2.1.4.2.	İkinci Fazın Boyutu ve Dağılımı11		
1.2.1.5.	Deformasyon Hızı11		
1.2.1.5.1.	Yüksek Deformasyon Hızlarında Süperplastik Davranış14		
1.2.1.6.	Sıcaklık17		
1.2.1.6.1.	Oda Sıcaklığında Süperplastik Davranış18		
1.2.3.	Süperplastik Deformasyon Mekanizmaları18		
1.2.3.1.	Tane Sınırı Kayması		
1.2.3.1.1.	Difüzyon Destekli Tane Sınırı Kayması19		
1.2.3.1.2.	Dislokasyon Hareketi Destekli Tane Sınırı Kayması		

1.2.3.2.	Dislokasyon Sürünmesi	24
1.3.	Metallerde Süperplastik Davranış Elde Etmek İçin Kullanılan Tane İnceltme Yöntemleri	24
1.4.	Çinko-Alüminyum Alaşımlarında Oda Sıcaklığında Süperplastik Davranış	27
1.5.	Metallerde Yüksek Sönüm Kapasitesi	32
1.5.1.	Metallerde Sönüm Mekanizmaları	33
1.5.1.1.	Statik Histerezis Sönüm Mekanizmaları	33
1.5.1.1.1.	Dislokasyon Hareketi Kaynaklı Sönüm Mekanizması	34
1.5.1.1.2.	İkiz Sınır Hareketi Kaynaklı Sönüm Mekanizması	35
1.5.1.2.	Dinamik Histerezis Sönüm Mekanizmaları	35
1.5.1.2.1.	Tane Sınırı Kayması	36
1.5.1.2.2.	Termoelastik Sönüm Mekanizması	36
1.5.2.	Yüksek Sönüm Kapasitesine Sahip Çinko-Alüminyum Alaşımları	37
1.6.	Literatür Analizi ve Çalışmanın Amacı	38
2.	YAPILAN ÇALIŞMALAR	42
2.1.	Deney Malzemeleri	42
2.2.	Alaşımlara Tane İnceltme Amaçlı Uygulanan İşlemler	43
2.2.1.	Proses-1: Yaşlandırma	44
2.2.2.	Proses-2: Proses-1 + Oda Sıcaklığında Haddeleme İşlemi	44
2.2.3.	Proses-3: İki Aşamalı Haddeleme (Sıcak Hadde + Oda Sıcaklığında Hadde) İşlemi	45
2.2.4.	Proses-4: Proses 1 + Oda Sıcaklığında EKAE İşlemi	46
2.2.5.	Proses-5: İki Aşamalı EKAE (Sıcak EKAE + Oda Sıcaklığında EKAE) İşlemi	47
2.2.6.	Proses-6: Oda Sıcaklığında EKAE İşlemi	48
2.2.7.	Proses-7: Sıcak Hadde + Oda Sıcaklığında EKAE İşlemi	48
2.3.	İçyapı İncelemeleri	49
2.4.	Mekanik Özellik İncelemeleri	50
2.5.	Süperplastik Deformasyon Mekanizmasının Belirlenmesi	51
2.6.	Sönüm Kapasitesi Deneyleri	51
3.	BULGULAR	53

3.1.	İçyapı	.53
3.1.1.	İşlem Öncesi Durum	.53
3.1.1.1.	Zn-22Al Alaşımı	.53
3.1.1.2.	Zn-5Al Alaşımı	.54
3.1.1.3.	Zn-0,3Al Alaşımı	.55
3.1.2.	Uygulanan Tane İnceltme Yöntemleri Sonrası Oluşan İçyapılar	.56
3.1.2.1.	Zn-22Al Alaşımı	.56
3.1.2.1.1.	Proses-1	.56
3.1.2.1.2.	Proses-2	.59
3.1.2.1.3.	Proses-3	.61
3.1.2.1.4.	Proses-4	.65
3.1.2.1.5.	Proses-5	.67
3.1.2.2.	Zn-5Al Alaşımı	.76
3.1.2.2.1.	Proses-3	.76
3.1.2.2.2.	Proses-6	.77
3.1.2.3.	Zn-0,3Al Alaşımı	.81
3.1.2.3.1.	Proses-3	.81
3.1.2.3.2.	Proses-6	.82
3.1.2.3.3.	Proses-7	.84
3.2.	Mekanik Özellikler	.88
3.2.1.	Gerilme-Şekil Değiştirme Davranışları	.88
3.2.1.1.	İşlem Öncesi Durumda Gerilme-Şekil Değiştirme Davranışları	.88
3.2.1.2.	Uygulanan Tane İnceltme Yöntemleri Sonrası Gerilme-Şekil Değiştirme Davranışları	.90
3.2.2.	Deformasyon Hızı - Mekanik Özellik İlişkisi	.97
3.2.2.1.	İşlem Öncesi Durum	.97
3.2.2.1.1.	Zn-22Al Alaşımı	.97
3.2.2.1.2.	Zn-5Al Alaşımı	.98
3.2.2.1.3.	Zn-0,3Al Alaşımı	.99
3.2.2.2.	Uygulanan Tane İnceltme Yöntemleri Sonrası Deformasyon Hızı- Mekanik Özellik İlişkileri	101

3.2.2.1.	Zn-22Al Alaşımı
3.2.2.2.2.	Zn-5Al Alaşımı
3.2.2.3.	Zn-0,3Al Alaşımı
3.3.	Süperplastik Deformasyon Mekanizması121
3.4.	Sönüm Kapasitesi
4.	İRDELEME
4.1.	İçyapı-Mekanik Özellik İlişkisi137
4.1.1.	Tane Boyutunun Zn-Al Alaşımlarının Deformasyon Davranışları ve Dayanımları Üzerine Etkisi
4.1.2.	Tane Boyutu ve Morfolojisinin Zn-Al Alaşımlarının Kopma Uzamaları ve Süperplastik Davranışları Üzerine Etkisi
4.1.2.1.	Zn-22Al Alaşımı
4.1.2.2.	Zn-5Al Alaşımı
4.1.2.3.	Zn-0,3Al Alaşımı
4.1.3.	Faz Bileşiminin Zn-Al Alaşımlarının Süperplastik Davranışları Üzerine Etkisi
4.2.	Süperplastik Deformasyon Mekanizması152
4.3.	Sönüm Kapasitesi ve Sönüm Mekanizması156
4.3.1.	Faz Bileşiminin Zn-Al Alaşımlarının Sönüm Kapasitesi Üzerine Etkisi160
5.	GENEL SONUÇLAR
6.	ÖNERİLER
7.	KAYNAKLAR
ÖZGEÇN	ſĬŞ

Doktora Tezi

ÖZET

ÇİNKO-ESASLI SÜPERPLASTİK ALAŞIMLARIN GELİŞTİRİLMESİ VE YAPISAL, MEKANİK VE TİTREŞİM SÖNÜMLEME DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

Muhammet DEMİRTAŞ Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Danışman: Prof. Dr. Gençağa PÜRÇEK 2017, 179 Sayfa

Bu çalışmada, üç farklı faz yapısına sahip Zn-22Al, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarına basitten komplekse doğru termal ve/veya termomekanik işlemler uygulandı ve bu işlemlerin alaşımların içyapıları, oda sıcaklığındaki süperplastik davranışları ve elastik sönüm kapasiteleri üzerine etkileri sistematik bir şekilde incelendi. Genel olarak, eş kanallı açısal ekstrüzyon/basma (EKAE/B) işleminin, yaşlandırma ve haddeleme işlemlerine kıyasla daha ince tane yapısına neden olduğu görüldü. Minimum tane boyutu Zn-22Al alaşımında 200 nm olarak elde edilirken, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarının en düşük tane boyutları sırası ile ~540 nm ve 2 µm olarak ölçüldü. Tane inceltme işlemleri sonrası her üç Zn-Al alaşımında oda sıcaklığı (O.S.) ve yüksek deformasyon hızlarında süperplastik uzama kaydedildi. Zn-22Al, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarında maksimum uzamalar sırası ile % 400, % 520 ve % 1000 olarak elde edildi. Böylelikle, Zn-22Al alaşımının yüksek deformasyon hızındaki süperplastik davranışı geliştirilirken, Zn-5Al alaşımında O.S.'da ilk defa süperplastik davranış elde edilmiş oldu. Zn-Al alaşımlarının süperplastik davranışlarının yanısıra O.S.'da yüksek sönüm kapasitesine (tan δ) de sahip oldukları görüldü. Maksimum tan δ değeri Zn-0,3Al alaşımında 0,256 (literatürde Zn-Al alaşımlarında kaydedilen en yüksek değer) olarak elde edildi. Zn-22Al ve Zn-5Al alaşımlarının en yüksek tanð değerleri sırası ile 0,211 ve 0,170 olarak belirlendi. Böylelikle hem Zn-22Al alaşımının sönüm kapasitesi literatürde elde edilen sonuçlara göre daha da iyilestirildi, hem de bu çalışma ile yüksek sönüm kapasitesine sahip yeni Zn-Al alaşımları (Zn-5Al ve Zn-0,3Al) geliştirilmiş oldu.

Anahtar Kelimeler: Zn-Al alaşımları, Termomekanik işlemler, Eş kanallı açısal ekstrüzyon/basma (EKAE/B), Oda sıcaklığı süperplastisitesi, Sönüm kapasitesi.

PhD. Thesis

SUMMARY

DEVELOPMENT OF ZINC-BASED SUPERPLASTIC ALLOYS AND INVESTIGATION OF STRUCTURAL, MECHANICAL AND DAMPING BEHAVIORS

Muhammet DEMİRTAŞ Karadeniz Technical University The Graduate School of Applied Sciences Mechanical Engineering Graduate Program Supervisor: Prof. Dr. Gençağa PÜRÇEK 2017, 179 Pages

In this study, Zn-22Al, Zn-5Al and Zn-0.3Al alloys in different phase structures were subjected to some thermal and/or thermomechanical processes from simple to complex types, and the effects of these processes on the microstructure, room temperature (RT) superplastic behavior and elastic deformation induced damping capacity were investigated in detail. In general, equal-channel angular extrusion/pressing (ECAE/P) remarkably refined microstructures as compared to aging and rolling processes. While the lowest grain size was obtained from Zn-22Al alloy as 200 nm, the minimum grain sizes of Zn-5Al and Zn-0.3Al alloys were measured to be \sim 540 nm and 2 μ m, respectively, after ECAP. After the formation of fine/ultrafine grained (F/UFG) microstructures, all three Zn-Al alloys showed superplastic behavior at RT and at high strain rates. The maximum superplastic elongations were obtained as 400 %, 520 % and 1000 % for Zn-22Al, Zn-5Al and Zn-0.3Al alloys, respectively. Thus, RT superplasticity of Zn-22Al was improved, and Zn-5Al showed superplastic behavior at RT for the first time. Besides the superplastic properties, Zn-Al alloys also showed high damping capacity (tan δ) at RT. The maximum tan δ of 0.256 (the highest one achieved in Zn-Al alloys in the literature) was obtained from Zn-0.3Al alloy at 1 Hz frequency and $2x10^{-3}$ strain amplitude. The tan δ values of Zn-22Al and Zn-5Al alloys were measured as 0.211 and 0.170, respectively, at the same frequency and strain amlitude. Thus, damping capacity of Zn-22Al alloy was further improved, and new high damping capacity Zn-Al alloys (Zn-5Al and Zn-0.3Al) were developed with this study.

Key Words: Zn-Al alloys, Thermomechanical processes, Equal-channel angular extrusion/pressing (ECAE/P), Room temperature superplasticity, Damping capacity.

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sayfa No</u>

Şekil 1.	1928'de Jenkins tarafından Cd-Zn veya Pb-Sn alaşımlarının süperplastisik davranışı üzerine yayımlanmış ve süperplastisite ile ilgili ilk görsel [28]4
Şekil 2.	(a) Pearson'un ötektik Pb-Sn alaşımında % 1950 uzama kaydettiğini gösteren fotoğraf [29]. (b) Süperplastik Zn-22Al alaşımından hava basıncı ile üretilmiş tuz ve biber kabını gösteren fotoğraf [31]
Şekil 3.	Süperplastik malzemelerde tane boyutunu düşürmenin maksimum uzamanın elde edildiği deformasyon hızı ve maksimum uzama üzerine etkisini şematik olarak gösteren grafik [1]
Şekil 4.	Süperplastik bir malzemenin (a) akma dayanımı ve (b) kopma uzamasının deformasyon hızı ile değişiminin şematik gösterimi [39]12
Şekil 5.	İki farklı safsızlık oranına sahip Zn-22Al alaşımına ait kayma deformasyon hızı-kayma gerilmesi grafiği [51]14
Şekil 6.	Farklı tane boyutlarına sahip Al-esaslı bazı alaşımların süperplastik uzamalarının deformasyon hızı ile değişimi [26]15
Şekil 7.	Bazı alüminyum alaşımlarına uygulanan tane inceltme yöntemleri ve bu yöntemlerin alaşımlara uygulanması sonucu elde edilen süperplastik davranışların deformasyon hızı ile değişimleri [1]16
Şekil 8.	Deney sıcaklığının Zn-22Al alaşımının, (a) uzama ve maksimum uzamanın elde edildiği deformasyon hızı (b) akma dayanımı üzerine etkisini gösteren grafikler [1]
Şekil 9.	 (a) Ashby ve Verral modelinde tanelerin birbirleriyle yer değiştirmesinin ve (b) yer değiştirme işleminin geçiş durumunda tane sınırı kaymasının difüzyon ile desteklenmesi olayının şematik gösterimi [60]
Şekil 10.	Tane sınırı kaymasının dislokasyon hareketi ile desteklenmesi temeline dayanan modellerin şematik gösterimi (a) Ball ve Hutchison modeli [63], (b) Mukherjee modeli [64, 65], (c) Gifkins modeli [26, 66], (d) Langdon modeli [68]
Şekil 11.	Dislokasyon sürünmesinin şematik gösterimi [26]24
Şekil 12.	(a)-(b) EKAE kalıbının ve işlemin şematik gösterimi [79]26
Şekil 13.	Temel EKAE rotalarının numunelere uygulanış biçimlerinin şematik gösterimi [79]27
Şekil 14.	Zn-Al ikili faz diyagramı ve bu diyagramda potansiyel süperplastik alaşım bileşimi ve aralıkları [83]
Şekil 15.	Statik histerezis sönüme ait gerilme/şekil değiştirme histerezis çevrimi [17]34

Şekil 16.	Dinamik histerezis sönüme ait gerilme/şekil değiştirme histerezis çevrimi [17].	.36
Şekil 17.	(a) Zn-Al alaşımlarının döküm işleminde kullanılan metal kokil kalıbın teknik resmi (tüm ölçüler mm'dir) ve (b) alaşımlara tane inceltme amaçlı uygulanan işlemlerde kullanılan numunelerin kokil içerisinden çıkarıldıkları konumları gösteren şematik resim	.43
Şekil 18.	Proses-1 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı	.44
Şekil 19.	Proses-2 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı	.45
Şekil 20.	Proses-3 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı	.46
Şekil 21.	Proses-4 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı	.47
Şekil 22.	Proses-5 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı	.48
Şekil 23.	Proses-6 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı	.48
Şekil 24.	Proses-7 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı	.49
Şekil 25.	(a) Haddelenmiş ve (b) EKAE işlemine tabi tutulmuş proses numunelerinden içyapı ve mekanik özellik incelemeleri için çıkarılan örneklerin numuneler içerisindeki pozisyon, konum ve geometrilerini gösteren şematik gösterimler.	.51
Şekil 26.	Zn-Al alaşımlarının sönüm kapasitelerinin belirlenmesinde kullanılan DMA test yönteminin şematik gösterimi	.52
Şekil 27.	Zn-22Al alaşımının su verilmiş durumdaki başlangıç içyapısını gösteren SEM resmi	.53
Şekil 28.	(a)-(b) Zn-22Al alaşımının su verilmiş durumdaki lamelli içyapısını gösteren yüksek çözünürlüklü SEM resimleri	.54
Şekil 29.	(a)-(b) Zn-5Al alaşımının su verilmiş durumdaki başlangıç içyapısını gösteren farklı büyültmelerdeki optik resimler. (c) (b) resminde belirtilen fazların kimyasal yapısını gösteren EDS spektrumları	.55
Şekil 30.	Zn-0,3Al alaşımının su verilmiş durumdaki başlangıç içyapısını gösteren optik resim	.56
Şekil 31.	(a) Zn-22Al alaşımının yapısındaki fazların bileşimlerini gösteren EDS spektrumları ve analizlerin yapıldığı noktaları gösteren SEM resmi (b)-(g) alaşıma Proses-1 kapsamında 250 ℃'de ve farklı sürelerde uygulanan yaşlandırma işlemleri sonrası elde edilen içyapıları gösteren SEM resimleri: (b)-(c) 15 dk, (d)-(e) 30 dk ve (f)-(g) 60 dk	.58
Şekil 32.	(a)-(b) Zn-22Al alaşımına Proses-1 kapsamında 250 °C sıcaklıkta 30 dk'lık süre ile uygulanan yaşlandırma işlemi sonrası oluşan içyapıyı gösteren TEM resimleri	.59
Şekil 33.	Zn-22Al alaşımına Proses-1 sonrası oda sıcaklığında Proses-2 kapsamında uygulanan farklı oranlardaki haddeleme işlemi sonrası oluşan içyapıları	

	gösteren SEM resimleri: (a)-(b) % 50 ezme oranı ve (c)-(d) % 60 ezme oranı
Şekil 34.	(a)-(b) Proses-2 kapsamında Zn-22Al alaşımına oda sıcaklığında ve % 60 ezme oranı ile uygulanan haddeleme işlemi sonrası elde edilen içyapıyı gösteren düşük ve yüksek büyültmeli TEM görüntüleri
Şekil 35.	Proses-3 şartlarında % 30 sıcak hadde + oda sıcaklığında % 30 haddeleme sonrası elde edilen içyapıların SEM resimleri. Sıcak hadde sıcaklıkları: (a)- (b) 100 °C, (c)-(d) 250 °C ve (e)-(f) 350 °C
Şekil 36.	(a)-(c) Zn-22Al alaşımına oda sıcaklığında % 60 ezme oranı ile uygulanan haddeleme işlemi sonrası alaşımın içyapısını gösteren SEM resimleri
Şekil 37.	(a)-(b) Sıcak hadde adımının 350 °C'de uygulandığı sıcak hadde + oda sıcaklığında haddelemeyi içeren Proses-3 sonrası Zn-22Al alaşımında elde edilen içyapının farklı büyütmelerdeki TEM görüntüleri
Şekil 38.	Zn-22Al alaşımına Proses-1 sonrası oda sıcaklığında uygulanan çok pasolu EKAE işlemleri sonrası elde edilen içyapıları gösteren SEM resimleri: (a)- (b) 1 paso (c)-(d) 4 paso ve (e)-(f) 8 paso
Şekil 39.	(a)-(b) Zn-22Al alaşımına Proses-1'i takiben oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk EKAE işlemi sonrası elde edilen içyapının düşük ve yüksek büyütmelerdeki TEM görüntüleri
Şekil 40.	Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında (a)-(b) 100 °C, (c)-(d) 250 °C, (e)- (f) 350 °C ve (g)-(h) oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk birinci aşama EKAE işlemleri sonrası elde edilen içyapıların SEM görüntüleri70
Şekil 41.	(a)-(f) Zn-22Al alaşımına uygulanan 4 paso sıcak EKAE + oda sıcaklığında 4 paso EKAE (iki aşamalı EKAE) işlemlerinden sonra elde edilen içyapıların SEM görüntüleri; sıcak EKAE sıcaklıkları: (a)-(b) 100 °C, (c)-(d) 250 °C ve (e)-(f) 350 °C. (g)-(h) oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk EKAE işlemi sonrası alaşımın içyapısını gösteren SEM resimleri
Şekil 42.	Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında ilk aşaması 350 °C'de, ikinci aşaması oda sıcaklığında uygulanan iki aşamalı EKAE işleminden sonra elde edilen içyapının TEM görüntüleri
Şekil 43.	(a)-(b) Zn-22Al alaşımına ilk aşaması 350 °C'de, ikinci aşaması oda sıcaklığında uygulanan iki aşamalı EKAE işleminden sonra elde edilen içyapının STEM görüntüleri ve (c) STEM resimlerindeki fazların bileşimlerini gösteren EDS spektrumları
Şekil 44.	Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında uygulanan iki aşamalı (350 °C'de sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE) EKAE işleminden sonra elde edilen içyapının (a) EBSD haritası ve (b)-(g) EBSD analizi kullanılarak her bir faz için ayrı ayrı oluşturulan (b)-(c) tane sınırı faz açısı (d)-(e) tane boyutu ve (f)- (g) tanelerin boy-en oranlarının yüzde dağılımlarını gösteren grafikler
Şekil 45.	(a) Zn-5Al alaşımının yapısında bulunan fazları gösteren SEM resmi ve bu resim üzerinde belirtilen noktaların EDS spektrumları. (b)-(e) Alaşıma

	Proses-3 kapsamında uygulanan % 30 sıcak hadde + oda sıcaklığında % 30 haddeleme işlemleri sonrası elde edilen içyapılara ait SEM resimleri: Sıcak hadde sıcaklıkları: (b)-(c) 100 °C ve (d)-(e) 250 °C	77
Şekil 46.	Zn-5Al alaşımına Proses-6 kapsamında farklı pasolarda uygulanan EKAE işlemleri sonrası oluşan yeni içyapıları gösteren SEM resimleri: (a)-(c) 4 paso ve (d)-(f) 8 paso EKAE	78
Şekil 47.	Zn-5Al alaşımına oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrası alaşımın içyapısını gösteren TEM görüntüleri	30
Şekil 48.	8 pasoluk EKAE işlemi sonrasında Zn-5Al alaşımının içyapısının (a) EBSD haritası ve (b)-(e) EBSD analizi kullanılarak her bir faz için ayrı ayrı oluşturulan (b)-(c) tane boyutu ve (d)-(e) tane sınırı faz açısının yüzde dağılımlarını gösteren grafikler	81
Şekil 49.	Zn-0,3Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme sonrası elde edilen içyapılara ait SEM görüntüleri. İlk adımda uygulanan haddeleme sıcaklıkları: (a)-(b) 100 °C ve (c)-(d) 250 °C	82
Şekil 50.	Zn-0,3Al alaşımına oda sıcaklığında uygulanan EKAE işlemleri sonrası elde edilen içyapıları gösteren SEM resimleri: (a)-(b) 1 paso, (c)-(d) 4 paso ve (e)-(f) 5 paso EKAE	34
Şekil 51.	100 °C' de % 35 ezme oranı ile uygulanan sıcak hadde işlemi sonrası Zn-0,3Al alaşımında elde edilen içyapının optik mikroskop görüntüsü	35
Şekil 52.	Zn-0,3Al alaşımına % 35'lik ezme oranında uygulanan sıcak haddeleme sonrası farklı paso sayılarında uygulana EKAE işlemleri ile elde edilen içyapıları gösteren SEM resimleri: (a)-(b) 3 paso ve (c)-(d) 6 paso EKAE8	36
Şekil 53.	Zn-0,3Al alaşımına % 35 sıcak hadde işleminin ardından oda sıcaklığında uygulanan 6 pasoluk EKAE işlemi sonrası farklı düzlemlerde elde edilen içyapılara ait TEM resimleri: (a) akış düzlemi ve (b) dik kesit düzlemi	87
Şekil 54.	(a) Zn-0,3Al alaşımına % 35 sıcak hadde + oda sıcaklığında 6 pasoluk EKAE işlemi sonrası elde edilen içyapıda EDS analizinin gerçekleştirildiği noktaları gösteren TEM görüntüsü ve (b) bu noktalardan elde edilen EDS spektrumları.	88
Şekil 55.	Su verilmiş durumdaki Zn-22Al alaşımının farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları	39
Şekil 56.	Su verilmiş durumdaki Zn-5Al alaşımının farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları	39
Şekil 57.	Su verilmiş durumdaki Zn-0,3Al alaşımının farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları) 0
Şekil 58.	Zn-22Al alaşımına Proses-1 kapsamında uygulanan 250 °C'de 30 dk'lık yaşlandırma işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilmeşekil değiştirme diyagramları	91

Şekil 59.	Zn-22Al alaşımında Proses-2 kapsamında uygulanan 250 °C'de 30 dk yaşlandırma + O.S.'da % 60 haddeleme işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları
Şekil 60.	Zn-22Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan 350 °C'de % 30 sıcak hadde + O.S.'da % 30 haddeleme işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları
Şekil 61.	Zn-22Al alaşımına Proses-4 kapsamında uygulanan 250 °C'de 30 dk yaşlandırma + O.S.'da 4 paso EKAE işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları
Şekil 62.	Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında uygulanan 350 °C'de 4 paso sıcak EKAE + O.S.'da 4 paso EKAE işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları
Şekil 63.	Zn-5Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan 100 °C'de % 30 sıcak hadde + O.S'da % 30 haddeleme işlemi sonrası alaşımın gerilme-şekil değiştirme diyagramları
Şekil 64.	Zn-5Al alaşımına Proses-6 kapsamında oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrası alaşımın gerilme-şekil değiştirme diyagramları95
Şekil 65.	Zn-0,3Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan 100 °C'de % 30 sıcak hadde + O.S'da % 30 haddeleme işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları
Şekil 66.	Zn-0,3Al alaşımına Proses-6 kapsamında oda sıcaklığında uygulanan 5 pasoluk EKAE işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları
Şekil 67.	Zn-0,3Al alaşımına Proses-7 kapsamında uygulanan 100 °C'de % 35 sıcak hadde + O.S'da 6 paso EKAE işlemi sonrası alaşımın gerilme-şekil değiştirme diyagramları
Şekil 68.	Tane inceltme işlemleri öncesi su verme işlemine (başlangıç durumu) tabi tutulmuş Zn-22Al alaşımının (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler
Şekil 69.	Tane inceltme işlemleri öncesi su verme işlemine (başlangıç durumu) tabi tutulmuş Zn-5Al alaşımının (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler
Şekil 70.	Tane inceltme işlemleri öncesi su verme işlemine (başlangıç durumu) tabi tutulmuş Zn-0,3Al alaşımının (a) kopma uzaması (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler100
Şekil 71.	Zn-22Al alaşımına uygulanan Proses-1 sonrası alaşımın (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler
Şekil 72.	Zn-22Al alaşımına uygulanan Proses-2 sonrası elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler

- Şekil 73. Zn-22Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan iki aşamalı (hibrit) haddeleme islemleri sonrası elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler......105 Sekil 74. Zn-22Al alasımına Proses-4 kapsamında uygulanan işlemler sonrası (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile Şekil 75. Proses-5 kapsamında Zn-22Al alaşımına uygulanan birinci EKAE işlem adımları sonrası elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler......111 Şekil 76. Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında uygulanan iki aşamalı EKAE işlemlerinden elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler. Ayrıca akma davanımı-deformasyon hızı eğrileri üzerinde süperplastik deformasyon bölgeleri ve deformasyon hızı duyarlılık üssü (m) değerleri de gösterilmiştir .112 Şekil 77. Zn-5Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme işlemlerinden sonra elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimlerini Şekil 78. Zn-5Al alaşımına Proses-6 kapsamında oda sıcaklığında uygulanan EKAE işlemleri sonrası (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler. Ayrıca akma dayanımıdeformasyon hızı eğrileri üzerinden süperplastik deformasyon bölgeleri ve deformasyon hızı duyarlılık üssü (m) değerleri de gösterilmiştir......116 Şekil 79. Proses-3 (% 30 sıcak hadde + oda sıcaklığında % 30 hadde) işlemine tabi tutulmuş Zn-0,3Al alaşımının (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler......118 Şekil 80. Zn-0,3Al alaşımına Proses-6 kapsamında oda sıcaklığında uygulanan EKAE işlemleri sonrası elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler......119 Şekil 81. Proses-7 işlemi uygulanmış Zn-0,3Al alaşımının (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımının deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler. Ayrıca akma dayanımı-deformasyon hızı eğrileri üzerinde süperplastik deformasyon bölgeleri ve deformasyon hızı duyarlılık üssü (m) değerleri de Şekil 82. Zn-22Al alaşımına uygulanan 350 °C'de 4 paso sıcak + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi sonrasında 5x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızında iki farklı çekme oranında gerçekleştirilen çekme deneyleri sonrası deney numunesinin yüzey görüntülerini gösteren SEM resimleri: (a) % 100 uzama ve (b) % 130 Şekil 83. Zn-5Al alaşımına oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi
 - Şekil 83. Zn-5Al alaşımına oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrasında 1×10^{-3} s⁻¹ deformasyon hızında iki farklı çekme oranında gerçekleştirilen çekme deneyleri sonrası deney numunelerinin yüzey

görüntülerini gösteren SEM resimleri: (a) % 100 uzama ve (b) % 200 Sekil 84. Zn-0,3Al alasımına 100 °C'de % 35 hadde adımını takiben oda sıcaklığında uygulanan 6 pasoluk EKAE işlemi sonrasında iki farklı hızda kopuncaya kadar uygulanan çekme deneyi sonrası numunelerin yüzey altı içyapılarını gösteren optik mikroskop resimleri: (a) deforme edilmemiş, (b) 1×10^{-2} ve (c) Şekil 85. Zn-0,3Al alaşımına uygulanan 100 °C'de % 35 hadde + oda sıcaklığında 6 paso EKAE işlemi sonrasında iki farklı hızda % 65 uzama değerine kadar gerçekleştirilen çekme deneyi sonrası numunelerin yüzey görünümlerini Şekil 86. (a)-(b) Zn-0,3Al alaşımına uygulanan 100 °C'de % 35 hadde + oda sıcaklığında 6 paso EKAE işlemi sonrasında 1x10⁻⁴ s⁻¹ deformasyon hızlarında % 65 uzama değerine kadar deforme edilen numunenin yüzeyini gösteren yüksek büyültmelere sahip SEM detay resimleri127 Şekil 87. Su verilmiş durumdaki ve 350 °C'de 4 paso sıcak EKAE + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemine (Proses-5) tabi tutulmuş Zn-22Al alaşımının farklı frekans ve şekil değiştirme genliklerinde sahip olduğu sönüm kapasitesini gösteren grafikler: (a) 1 Hz ve (b) 5 Hz.....128 Şekil 88. Oda sıcaklığında 8 pasoluk EKAE işlemi (Proses-6) uygulanmış Zn-5Al alaşımının su verilmiş durumdaki alaşım ile birlikte (a) 1 Hz ve (b) 5 Hz frekanslarındaki sönüm kapasitesinin şekil değiştirme genliği ile değişimini Şekil 89. Su verilmiş, 100 °C'de % 35 sıcak haddeleme işlemi uygulanmış ve 100 °C'de % 35 sıcak haddeleme + oda sıcaklığında 6 pasoluk EKAE islemine tabi tutulmuş Zn-0,3Al alaşımının sönüm kapasitesinin (a) 1 Hz ve (b) 5 Hz frekanslarında şekil değiştirme genliği ile değişimlerini gösteren grafikler130 Şekil 90. (a) DMA test numunesinin ve numune üzerinde yüzey incelemelerinin gerçekleştirildiği bölgelerin şematik gösterimi. 1 Hz frekansta ve $4x10^{-5}$ (sol sütun) ile $2x10^{-3}$ (sağ sütun) şekil değiştirme genliklerinde gerçekleştirilen deneyler sonrası: (b)-(c) su verilmiş, (d)-(e) sıcak hadde uygulanmış ve (f)-(g) Proses-7 işlemine tabi tutulmuş numunelerin yüzeylerine ait SEM Şekil 91. (a)-(b) 1 Hz frekansta ve 2×10^{-3} şekil değiştirme genliğinde gerçekleştirilen DMA testleri sonrası su verilmiş durumdaki numunenin kesit mikroyapısını Şekil 92. 1 Hz frekansta ve $2x10^{-3}$ şekil değiştirme genliğinde gerçekleştirilen DMA testleri sonrası su verilmiş numunenin yüzey altından optik mikroskop incelemesinin yapıldığı bölgenin şematik gösterimi ve söz konusu incelemeden elde edilen optik mikroskop görüntüsü......136 Şekil 93. Proses-3 sonrası (350 °C'de sıcak + oda sıcaklığında haddeleme) 1x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızında % 50'ye kadar deforme edilen çekme deneyi numunesi yüzeyinin yüksek çözünürlüklü SEM görüntüsü......143

- Şekil 94. (a)-(b) Proses-3 sonrası (350 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme) 1x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızında % 50'ye kadar deforme edilen çekme deneyi numunesi yüzeyinin düşük çözünürlüklü SEM görüntüleri......143
- Şekil 95. Proses-5 işlemine (350 °C'de sıcak EKAE + O.S.'da EKAE) tabi tutulmuş Zn-22Al alaşımının yapısındaki fazları, faz sınırlarını ve faz sınırlarında tane sınırı kaymasının gerçekleşebilme olasılığını gösteren STEM resmi.......147



TABLOLAR DİZİNİ

<u>Sayfa No</u>

Tablo 1.	Zn-Al alaşımlarına tane inceltme amaçlı uygulanan işlemler ve bu işlemler sonucunda elde edilen tane boyutları (d_f) ve oda sıcaklığındaki süperplastik uzama (ε_f) değerleri
Tablo 2.	Zn-22Al, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarının uygulanan prosesler sonrası farklı frekans ve şekil değiştirme genliklerinde sahip oldukları sönüm kapasitesi değerleri
Tablo 3.	Literatürde yüksek sönüm kapasitesine sahip malzemeler olarak bilinen bazı alaşımlar ile çeşitli Zn-Al alaşımlarının sönüm kapasiteleri ve bu tez çalışması kapsamında proses edilen Zn-Al alaşımlarından elde edilen sonuçlar
Tablo 4.	Zn-Al alaşımlarının optimum proses şartları ile bu proseslerden elde edilen tane boyutları ve maksimum uzama değerleri

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Geleneksel mühendislik malzemelerinin büyük çoğunluğunun süneklik özellikleri bir takım termal ve/veya termomekanik işlemler veya alaşım elementi ilavesi sonrasında makine sanayinde ve otomotiv sektöründe çok fazla karmaşık şekilli parçalar içermeyen sac şekillendirme işlemlerinde ihtiyaç duyulan düzeye çıkarılabilmektedir. Öte yandan özellikle uzay, havacılık, otomotiv sanayi ve mimari alanlarda çok daha karmaşık şekilli parçalar üretilmek istendiğinde, geleneksel mühendislik malzemelerinin sahip oldukları süneklik davranışlarının daha da geliştirilmesi gerekmektedir. Yapılan çalışmalar çok kristalli bazı malzemelerin, gerekli mikro yapısal ve şekillendirme işlemi ile ilgili bir takım şartların yerine getirilmesi durumunda kopmadan önce çok yüksek miktarlarda uzayabildiklerini göstermiştir [1, 2]. Süperplastik davranış veya süperplastisite olarak adlandırılan bu özelliği esas alan süperplastik şekillendirme yöntemleri özellikle uzay, havacılık, otomotiv ve mimari alanlarda çok karmaşık şekilli parçaların üretimini mümkün hale getirmektedir [3].

Süperplastik davranışın yüksek sıcaklıklarda ve genellikle 10⁻⁴ s⁻¹ ile 10⁻² s⁻¹ arasındaki çok düşük deformasyon hızlarında elde edilebiliyor olması süperplastik şekillendirme teknolojisinin en önemli dezavantajı olarak görülmektedir [4]. Süperplastik davranışın düşük deformasyon hızlarında elde edilmesi bu teknolojinin kullanıldığı üretim yöntemlerinde her bir parçanın 20-30 dk'da üretilebilmesi anlamına gelmektedir [5]. Dolayısıyla süperplastik şekillendirme teknolojisinin daha yaygın bir şekilde kullanılabilmesi için süperplastik davranışın yüksek deformasyon hızlarında da elde edilebilmesi önem arz etmektedir. Yapılan çalışmalar süperplastik malzemelerin tane boyutunun küçültülmesi ile süperplastik davranışın elde edildiği sıcaklığın düştüğünü, deformasyon hızının ise yükseldiğini göstermiştir [1, 6]. Dolayısıyla tane boyutunu küçültmek, düşük sıcaklık ve yüksek deformasyon hızlarında süperplastik davranışın elde edilebilmesi çen önemli şartlardan biri olarak ön plana çıkmaktadır.

Literatürde yapılan çalışmalara bakıldığında, Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığında (O.S.) dahi süperplastik davranış sergileyebiliyor olması ve çift fazlı bir içyapı içermesi nedeni ile hem süperplastik davranışın özelliklerini anlamak hem de tane inceltme işleminin süperplastik davranış üzerine etkisini belirlemek için bu alaşımın kullanılan başlıca model süperplastik malzeme olduğu görülmektedir. Bu kapsamda Zn-22Al alaşımına termal

işlemlerin [7] yanı sıra, haddeleme [7, 8] ve ekstrüzyon [9] gibi klasik plastik deformasyon yöntemleri ve son yıllarda geliştirilen bir takım aşırı plastik deformasyon (APD) teknikleri (özellikle eş kanallı açısal ekstrüzyon/basma (EKAE/B) yöntemi) tane inceltme amacı ile uygulanmıştır [7, 10-15]. Dolayısıyla, Zn-22Al alaşımında ince tane yapısı oluşturmak ve böylelikle oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızlarında süperplastik davranış elde etmek için birçok çalışma gerçekleştirilmiştir [7-15]. Ancak, çalışmalarda termal ve termomekanik işlemler alaşıma sistematik bir şekilde uygulanıp farklı özellikte içyapılar elde edilerek bu içyapıların alaşımın oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızlarındaki süperplastik davranışı üzerine etkileri incelenerek sonuçlar birbirleriyle kıyaslanmamıştır. Bu nedenle, termal ve termomekanik işlemlerin (hem geleneksel plastik deformasyon hem de APD yöntemlerinden en yayngın olarak kullanılan yöntem olan EKAE/B işlemini içeren termomekanik işlemlerin) tane inceltme amacı ile Zn-22Al alaşımına belirli bir sistematik içerisinde uygulanması ve elde edilen sonuçların birbiriyle kıyaslanması, özelde Zn-22Al alaşımında genelde ise diğer süperplastik malzemelerde düşük sıcaklık ve yüksek deformasyon hızlarında süperplastik davranış elde edebilmek için yol gösterir nitelikte olacağı için önemli görülmektedir.

Yukarıda da ifade edildiği gibi süperplastik davranışın düşük sıcaklık ve yüksek deformasyon hızlarında elde edilmesi süperplastik şekillendirme teknolojisinin daha yaygın bir şekilde kullanılabilmesi için önem arz etmektedir. Düşük sıcaklıktaki süperplastik davranışın bir uç örneği olarak oda sıcaklığında süperplastik uzama Zn-Al alaşım sisteminde Zn-22Al alaşımının yanı sıra Zn-0,3Al alaşımında da elde edilmiştir [16]. Ancak bu alaşıma tane inceltme amacı ile sadece haddeleme işlemi uygulanmış ve EKAE işlemi bir tane inceltme yöntemi olarak söz konusu alaşımda dikkate alınmamıştır. Halbuki Zn-22Al alaşımı üzerine yapılan çalışmalara bakıldığında [7, 11-15] EKAE işleminin Zn-0,3Al alaşımının oda sıcaklığındaki süperplastik davranışı üzerinde etkili olabileceği düşünülmektedir. Bu da APD yöntemlerinin daha geniş bir yelpazede uygulama alanı bulabilmesi açısından önemli görülmektedir. Öte yandan Zn-Al alaşım sisteminde ötektik Zn-5Al alaşımı da oda sıcaklığında süperplastik davranış elde edebilmek için potansiyel bir alaşım olarak görülmektedir. Çünkü Zn-5Al alaşımı, Zn-22Al gibi düşük ergime noktasına ve oda sıcaklığında çift fazlı bir yapıya sahiptir. Bu nedenle, Zn-5Al alaşımında ince tane yapılı bir içyapı oluşturmak sureti ile oda sıcaklığında süperplastik davranış elde etmek mümkün görünmektedir. Ancak ilginçtir ki litetürde Zn-5Al alaşımı kullanılarak oda sıcaklığında süperplastik davranış elde etmeyi amaçlayan herhangi bir çalışma mevcut değildir. Dolayısıyla Zn-5Al alaşımında oda sıcaklığında süperplastik uzama elde edilmesi düşük sıcaklık süperplastisitesi gerektiren uygulamalar için daha fazla alternatif malzeme seçeneğinin sunulması anlamında önem arz etmektedir.

Süperplastik Zn-Al alaşımlarının süperplastiklik özelliklerinin yanında yüksek sönüm kapasitesine sahip oldukları da bilinmektedir [17, 18]. Ancak literatürde yalnızca Zn-22Al alaşımının yüksek sönüm kapasitesine sahip süperplastik Zn-Al alaşımları arasında dikkate alındığı görülmektedir [17, 18]. Halbuki Zn-Al ikili faz diyagramına bakıldığında Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarının da bu anlamda önemli potansiyele sahip oldukları düşünülmektedir. Nitekim süperplastik deformasyon mekanizması olan tane/faz sınırı kayması ayrıca Zn-Al alaşımlarında etkim sönüm mekanizması olarak da bilinmektedir [19-21]. Tane/faz sınırı kayması ise Zn-Al alaşımlarında η/η (η : çinkoca zengin faz) ve η/α faz sınırlarında (α : alüminyumca zengin faz) α/α faz sınırlarına kıyasla çok daha etkin bir şekilde gerçekleşmektedir [22-25]. Ağırlıkça daha az Al içeren Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarında ise Zn-22Al alaşımına göre α/α faz sınırı oluşumu ihtimali daha düşüktür. Bu ise daha etkin tane sınırı kayması ve daha yüksek sönüm kapasitesi anlamına gelmektedir. Dolayısıyla Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarının sönüm davranışlarının incelenmesi, yüksek sönüm kapasitesine sahip yeni süperplastik Zn-Al alaşımları geliştirilmesi anlamında önemli görülmektedir. Zn-22Al alaşımının sönüm kapasitesinin iyileştirilmesi ve yüksek sönüm kapasitesine sahip yeni süperplastik Zn-Al alaşımlarının geliştirilmesi, Zn-Al alaşımlarının gerek mekanik ve gerekse sismik sönümleyici malzemesi olarak kullanılabilirliğinin de artırılmasını mümkün hale gelecektir.

Yukarıda özetlenen bilgiler ışığında, bu çalışmanın süperplastisite kapsamındaki başlıca hedeflerini; Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızlarındaki süperplastik davranışının geliştirilmesi, EKAE işleminin Zn-0,3Al alaşımının oda sıcaklığındaki süperplastik davranışı üzerine etkisinin araştırılması ve Zn-5Al alaşımında oda sıcaklığında ilk defa süperplastik davranış elde edilmesi olarak sıralamak mümkündür. Alaşımların sönüm kapasiteleri ile ilgili çalışmalar kapsamında ise Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığındaki sönüm kapasitesinin iyileştirilmesi ve Zn-0,3Al ile Zn-5Al alaşımlarının da yüksek sönüm kapasitesine sahip yeni süperplastik Zn-Al alaşımları olarak geliştirilmesi hedeflenmektedir.

1.2. Süperplastisite

1.2.1. Tarihsel Gelişim

Süperplastisite; cok kristalli bazı malzemelerin, gerekli içyapısal ve deneysel bir takım şartlar yerine getirildiğinde kopmadan önce yüksek miktarlarda uzayabilme yeteneği olarak tanımlanmaktadır [1, 2]. Genellikle süperplastisitenin yeni bir olgu olduğu düşünülse de, %10'a kadar arsenik iceren ve Bronz Cağı'nın başlarında Türkiye'de kullanılan arsenikbronzun ve milattan önce 300'lü yıllardan 19. yüzyıla kadar kullanılan Damascus çeliğinin süperplastik malzemeler oldukları ileri sürülmektedir [26]. Dolayısıyla, süperplasitite ve süperplastik şekillendirmenin her ne kadar tanımı yapılmamış olsa da antik çağlardan beri karmaşık şekillerin oluşturulmasında kullanıldığını söylemek mümkündür. Öte yandan, metallerde yüksek miktarlarda uzamanın, başka bir ifade ile süperplastik davranışın elde edilebileceğini gösteren bilimsel çalışmalar ancak 20. yüzyılın başlarında yayımlanmaya başlanmıştır. 1912 yılında Bengough tarafından yayınlanan ve $\alpha+\beta$ pirinci kullanılarak 700 °C'de %163 uzama kaydedildiği belirtilen makale, metalik malzemelerde süperplastisitenin elde edilebileceğini gösteren ilk bilimsel çalışma olarak kabul edilmektedir [27]. Öte yandan, 1928 yılında Jenkins, termomekanik işlemler uygulayarak Cd-Zn ve Pb-Sn alaşımlarında %300-400 arasında uzama kaydetmiş ve süperplastisite ile ilgili Şekil 1'de gösterilen ilk görseli yayımlamıştır [28].



Şekil 1. 1928'de Jenkins tarafından Cd-Zn veya Pb-Sn alaşımlarının süperplastisik davranışı üzerine yayımlanmış ve süperplastisite ile ilgili ilk görsel [28].

Çok yüksek miktarlarda süperplastik uzama ise ilk olarak 1934 yılında Pearson [29] tarafından ötektik Pb-Sn alaşımında % 1950 olarak kaydedilmiştir (Şekil 2.(a)). Bu yüzden Pearson bazı çevrelerde gerçek süperplastisiteyi ispat eden ilk bilim adamı olarak da kabul

edilmektedir. Süperplastisiteye asıl ilgi 1962'de Underwood'un eski Sovyetler Birliği'nde süperplastisite ile ilgili yapılan çalışmaları derlediği makalesini yayınlamasıyla artmıştır [30]. Daha sonra Backofen ve arkadaşları [31] süperplastik davranış kazandırdıkları Zn-22Al alaşımını basit bir hava basıncı ile şişirme işlemine tabi tutarak çeşitli parçalar üretmişler (Şekil 2.(b)) ve böylelikle süperplastik malzemelerin sıra dışı şekillendirilebilirliğe sahip olduklarını göstermişlerdir. 1964'te Backofen'in makalesinin yayınlanmasıyla birlikte süperplastisiteye olan ilgi daha da artmış ve bu alanda yapılan bilimsel çalışmalar hız kazanmıştır.



Şekil 2. (a) Pearson'un ötektik Pb-Sn alaşımında % 1950 uzama kaydettiğini gösteren fotoğraf [29]. (b) Süperplastik Zn-22Al alaşımından hava basıncı ile üretilmiş tuz ve biber kabını gösteren fotoğraf [31].

Başlangıçta sadece metallerde elde edilebilen süperplastik davranışın uygun işlemlerle günümüzde ara metallerde (metaller arası bileşikler) [32, 33] ve hatta seramiklerde [34-36] de elde edilebiliyor olması, süperplastisite ve süperplastik şekillendirmenin kullanım alanlarının da genişlemesine neden olmuştur. Süperplastisite ve süperplastik şekillendirme, basit üretim yöntemleri ile karmaşık şekilli parçaların üretimine imkan sağladığı ve dolayısıyla da imalat işlemlerini kolaylaştırdığı ve maliyeti ciddi manada düşürdüğü için günümüzde de önemini korumakta ve özellikle uzay, havacılık, otomotiv ve mimari alanlarda etkin bir şekilde kullanılmaktadır [3].

1.2.2. Süperplastik Davranışı Etkileyen Faktörler

Metallerde elde edilen süperplastik davranış gerek içyapısal ve gerekse deneysel bazı parametreler tarafından kontrol edilmektedir. Bunlardan tane boyutu, tanelerin şekli, tane sınırlarının karakteristiği ve faz yapısı içyapısal parametreler, sıcaklık ve deformasyon hızı ise deneysel parametreler arasındadır. Aşağıda bu parametreler ve metallerin süperplastik davranışları üzerine etkileri kısaca özetlenmiştir.

1.2.1.1. Tane Boyutu

Süperplastik malzemeler üzerine yapılan çalışmalar süperplastik deformasyon esnasında gerçekleşen temel deformasyon mekanizmasının tane sınırı kayması olduğunu göstermiştir [37-39]. Tane sınırı kaymasının temel süperplastik deformasyon mekanizması olarak etkin bir şekilde gerçekleşebilmesi, dolayısıyla da yüksek miktarda süperplastik uzama elde edilebilmesi için malzemenin ince tane yapısına sahip olması gerektiği bilinmektedir [1, 26]. Söz konusu ince tane yapısı malzemeden malzemeye farklılık göstermekle birlikte, metallerde süperplastik davranış elde edebilmek için tane boyutunun genellikle 10 μ m'nin altına indirilmesi gerektiği bu konuda yapılan çalışmalarda belirtilmiştir [1, 26]. Dahası, deformasyon hızı ve sıcaklık sabit tutulduğunda tane boyutu küçültülerek daha yüksek miktarda süperplastik uzama elde edebilmek mümkün hale gelmektedir [1]. Nitekim Zn-0,3Al alaşımının tane boyutunu 10 μ m'den 1 μ m'ye düşürmenin oda sıcaklığında ve 1x10⁻³ s⁻¹ deformasyon hızında elde edilen uzamayı % 25'ten % 400'e yükselttiği görülmüştür [37]. Bu sonuçlar göz önüne alındığında tane boyutunun, tane sınırı kaymasını ve dolayısıyla süperplastik davranışı etkileyen en önemli parametrelerden biri olduğunu söylemek mümkündür.

Tane boyutunun süperplastik davranışın elde edildiği deformasyon hızını da kayda değer bir şekilde etkilediği bilinmektedir ve bu iki özellik arasındaki ilişki (1) numaralı denklemde verilmiştir [37].

Bu denklemde *\u03ec* deformasyon hızını, d tane boyutunu, b ise genellikle 2 veya 3 değerine sahip bir sabiti ifade etmektedir. Bu bağıntıdan görüldüğü gibi, tane boyutunu küçültmek süperplastik davranışın elde edildiği deformasyon hızını ciddi oranda

artırmaktadır. Öte yandan, Şekil 3'te şematik olarak ifade edildiği gibi, tane boyutunu düşürmenin (d₁'den d₂'ye) süperplastik davranışı yüksek deformasyon hızlarına doğru ötelemenin dışında, elde edilen süperplastik uzamayı da artırdığı bilinmektedir [1]. Şöyle ki, süperplastik davranışın yüksek deformasyon hızlarında elde edildiği durumlarda iç boşluklar büyüyüp erken kırılmaya neden olacak kadar yeterli zaman bulamadıkları için, ince tane yapılı malzemelerde iri tane yapılı malzemelere kıyasla daha yüksek deformasyon hızlarında daha fazla süperplastik uzama elde edilebilmektedir [1].



Şekil 3. Süperplastik malzemelerde tane boyutunu düşürmenin maksimum uzamanın elde edildiği deformasyon hızı ve maksimum uzama üzerine etkisini şematik olarak gösteren grafik [1].

Tane boyutunun süperplastik malzemelerin akma dayanımları üzerinde de önemli bir etkisi vardır ve bu etki aşağıda verilen (2) nolu denklemle ifade edilmektedir [37].

$$\sigma \sim \mathbf{d}^{\mathrm{a}}$$
 (2)

Bu denklemde σ akma dayanımını, a ise 0,7 ile 2 arasında (genellikle 1'e eşit) değer alan bir sabiti ifade etmektedir. Bu denklemden, süperplastik malzemelerin tane boyutunu küçültmenin malzemenin akma dayanımını düşürdüğü görülmektedir. Sonuç olarak tane boyutunun küçültülmesiyle birlikte süperplastik şekillendirme esnasında daha düşük şekillendirme kuvvetine ihtiyaç duyulması enerji tasarrufunu da beraberinde getirmektedir [26]. Tane boyutunun süperplastik davranışın elde edildiği sıcaklık üzerinde de etkili olduğu bilinmektedir. Şöyle ki, yapılan çalışmalar tane boyutu küçültülerek daha düşük sıcaklıklarda süperplastik davranış elde edebilmenin mümkün olduğunu göstermiştir [37]. Nitekim Al-%4Cu-%0,5Zr alaşımının tane boyutunun 8 µm'den 0,3 µm'ye kadar inceltildiği bir çalışmada, aynı oranda süperplastik davranışın elde edildiği sıcaklığın 500 °C'den 220 °C'ye düştüğü ifade edilmiştir [37].

1.2.1.2. Tanelerin Şekli

Tane sınırı kayması esnasında özellikle tane sınırlarının birleştiği üçlü noktalarda meydana gelen gerilme yığılmalarının ortadan kaldırılması ve böylelikle içyapıda boşluk oluşumu ve erken kırılma olayının engellenebilmesi için tane sınırı kaymasının çeşitli mekanizmalar ile desteklendiği ve bu mekanizmalardan en önemlisinin de tane içi dislokasyon kayması olduğu bilinmektedir [26]. Öte yandan, ince tane yapısına sahip olsalar bile, uzamış silindirik tanelerden oluşan içyapılarda tane sınırı kaymasının tane içi dislokasyon kayması ile desteklenebilmesinin güç olduğu bu konuda yapılan çalışmalarda ifade edilmiştir [26]. Bu da içyapıda sınırlı oranda tane sınırı kayması ve dolayısıyla düşük miktarda uzama anlamına gelmektedir. Nitekim, 250 nm gibi çok küçük tane boyutu ve 2,6 boy-en oranına sahip tanelerden oluşan Zn-22Al alaşımının, eş eksenli ve nispeten iri (550 nm) taneler içeren alaşıma göre oda sıcaklığında daha az süperplastik uzama gösterdiği gözlenmiştir [7]. Dolayısıyla metalik bir malzemenin ince tane yapısına sahip olmasının söz konusu malzemede yüksek miktarda süperplastik davranış elde edebilmek için gerekli; ancak yeterli olmadığı; bununla birlikte malzemenin eş eksenli tanelerden oluşan bir içyapıya sahip olması gerektiği görülmektedir.

1.2.1.3. Tane Sınırlarının Yapısı

Metallerde süperplastik davranışı etkileyen önemli parametrelerden bir diğerinin de içyapıdaki tane sınırlarının yapısı olduğu bilinmektedir. Nitekim tane sınırlarının geniş veya dar açılı oluşu ve faz bileşimleri süperplastik davranışı önemli ölçüde etkilemektedir.

1.2.1.3.1. Tane Sınırlarının Açısı

Tane sınırları komşu taneler arasındaki yönlenme farkı göz önüne alınarak geniş açılı veya dar açılı tane sınırı olarak adlandırılır. Genellikle bu yönlenme farkının 10-15°den düşük olması durumunda tane sınırı dar açılı, büyük olması durumunda ise geniş açılı olarak kabul edilir [40]. Komşu taneler arasındaki sınırlarının yüksek enerjili, yani geniş açılı olması durumunda tane sınırlarındaki atomların daha hareketli olduğu ve bu taneler arasında tane sınırı kaymasının temel süperplastik deformasyon mekanizması olarak kolaylıkla gerçekleşebildiği bilinmektedir [41]. Söz konusu sınırların dar açılı olması durumunda ise etkin tane sınırı kayması gerçekleşebilme ihtimalinin daha zor olduğu görülmüştür. Nitekim, takım çeliği [42] ve Al-Li [43] alaşımı ile yapılan çalışmalarda, bu malzemelerin iç yapısal olarak büyük oranda dar açılı tane sınırlarına sahip olmaları durumunda yeterli süperplastik davranış göstermedikleri; ancak tane sınırlarının uygun yöntemlerle geniş açılı tane sınırlarına dönüştürülmesi ile söz konusu alaşımların süperplastik davranış sergiledikleri rapor edilmiştir. Dolayısıyla bir malzemede süperplastik davranış elde edebilmek için malzemenin taneleri arasındaki sınırlarının geniş açılı olması oldukça önemlidir.

1.2.1.3.2. Tane Sınırlarının Faz Yapısı

Tane sınırı faz yapısının süperplastik uzamayı etkileyen bir diğer mikroyapısal özellik olduğu bilinmektedir. Çeliklerde östenit-ferrit fazları arasındaki faz sınırlarının kayma hızının ferrit-ferrit faz sınırlarına kıyasla 200 kat daha hızlı olduğu belirlenmiştir [44]. Benzer şekilde, Zn-Al alaşımlarında maksimum tane sınırı kaymasının η/η ve η/α faz sınırlarında gerçekleştiği, α/α faz sınırlarında ise tane sınırı kaymasının minimum olduğu gözlenmiştir [22-25]. Dolayısıyla, süperplastik malzemelerde uzama miktarının artırılabilmesi için alaşımın yapısındaki faz sınırlarının kayma karakteristiğinin dikkate alınması ve maksimum kaymanın gerçekleştiği faz sınırlarının içyapı içerisinde oranının artırılmasının amaçlanması gerektiği görülmektedir.

Tane sınırlarının açısı ve faz bileşimine ek olarak, metalik malzemelerde süperplastik özelliği etkileyen bir diğer faktör de tane sınırlarının hareketliliğidir. Yukarıda da belirtildiği gibi tane sınırı kayması esnasında, tane sınırlarındaki engellerde ve tanelerin birleşim noktaları olan üçlü noktalarda gerilme yığılmaları oluşmaktadır. Tane sınırlarının hareketli olmadığı durumlarda bu gerilme yığılmalarının çatlak oluşumuna ve böylelikle de erken kırılmaya neden olabildikleri ifade edilmiştir [26]. Öte yandan, hareket edebilme yeteneğine sahip tane sınırlarının varlığı gerilme yığılmalarının giderilmesine ve böylelikle tane sınırı kaymasının temel deformasyon mekanizması olarak devam edebilmesine olanak sağlamaktadır. Yüksek miktarlarda süperplastik uzamanın elde edildiği bir metalik malzemenin içyapısındaki tanelerin eş eksenli morfolojilerini süperplastik uzama sonrasında bile koruyabiliyor olmaları, tane sınırlarının süperplastik deformasyon esnasında yer değiştirdiklerine en önemli kanıt olarak gösterilmektedir [26].

1.2.1.4. Malzemenin Faz Yapısı

Süperplastik davranış difüzyona bağlı bir olgu olduğu için genellikle yüksek sıcaklıklarda elde edilebilmektedir [2]. Öte yandan süperplastik deformasyon esnasında gerçekleşebilecek aşırı tane büyümesinin süperplastik uzamayı olumsuz yönde etkilediği bilinmektedir [26]. Bu nedenle süperplastik malzemelerin, metalik bir malzemede süperplastik davranış elde edebilmek için en önemli gerekliliklerden biri olan ince tane yapısını yüksek sıcaklıklarda da muhafaza edebiliyor olmaları gerekmektedir. Başka bir ifade ile metalik bir malzemede yüksek miktarda süperplastik uzama elde edebilmek için içyapıda aşırı tane büyümesinin engellenmesi ve böylelikle süperplastisitenin elde edildiği yüksek sıcaklıklarda kararlı bir içyapının oluşturulması önemlidir. Tek fazlı malzemelerin tane boyutu çok küçük olsa bile, aşırı tane büyümesi yüksek sıcaklıklarda çok hızlı bir şekilde meydana geldiği için bu malzemelerde süperplastik davranışın elde edilebilmesinin zor olduğu görülmüştür. Öte yandan içyapıdaki ikinci bir fazın veya tane sınırlarında ikinci faz parçacıklarının süperplastik malzemelerde aşırı tane büyümesini engelleyerek kararlı bir içyapı oluşumunu desteklediği bilinmektedir [26]. Bu nedenle süperplastisite ilgili çalışmaların çoğu ötektik veya ötektoid bileşime sahip alaşım gruplarında veya ikinci faz parçacıkları içeren alaşımlarda yoğunlaşmıştır. İkinci fazın tane büyümesini engellemedeki etkinliğinin ikinci fazın ince yapılı olması ve içyapıda homojen olarak dağıtılması ile artırılabileceği görülmüştür [26]. Dolayısıyla, ikinci faz veya faz parçacıklarının varlığı metalik bir malzemede yüksek miktarda süperplastik uzama elde edebilmek için bir diğer içyapısal gereklilik olarak görülmektedir.

1.2.1.4.1. İkinci Fazın Dayanımı

Matris fazı ve ikinci fazın birbirlerine göre dayanımlarının süperplastik deformasyon esnasında boşluk oluşumunu etkilediği bu konuda yapılan çalışmalarda ifade edilmiştir [45-

47]. Matris ve ikinci fazın dayanımlarının birbirinden çok farklı olması durumunda bu iki faz farklı deformasyon davranışı sergiledikleri için matris/sert parçacık veya matris/ikinci faz ara yüzeylerinde gerilme yığılması oluştuğu ve bu gerilme yığılmasının da boşluk oluşumuna neden olduğu belirtilmiştir [26]. Örneğin, normalde boşluk oluşumu göstermeyen Pb-Sn alaşımına sert Ag₃Sn parçacıkları ilavesinin özellikle matris/parçacık ara yüzeylerinde boşluk oluşumuna neden olduğu görülmüştür [45, 46]. Öte yandan, ince tane yapısına sahip Ti-6Al-4V ve ötektoid üstü Fe-Fe₃C alaşımlarında herhangi bir boşluk oluşumunun gözlenmemiş olması, süperplastik özelliğin elde edildiği sıcaklıkta matris ile ikinci fazın benzer dayanıma sahip olmalarına dayandırılarak açıklanmıştır [47]. Bu sonuçlar, süperplastik malzemelerde boşluk oluşumunun azaltılması ve böylelikle yüksek miktarda süperplastik uzama elde edilebilmesi için ikinci fazın dayanımının matris fazının dayanımına yakın olması gerektiğini göstermektedir [26].

1.2.1.4.2. İkinci Fazın Boyutu ve Dağılımı

Yapılan çalışmalarda ikinci fazın boyutu ve dağılımının süperplastik deformasyon esnasında gerçekleşen boşluk oluşumu üzerinde önemli etkisi olduğu görülmüştür. Sert ve ince silisyum parçacıklarının ince tane yapılı Al-Si alaşımının süperplastik deformasyonu esnasında boşluk oluşumunu minimize ettikleri rapor edilmiştir [48]. Öte yandan, beyaz dökme demir 700 °C'de süperplastik deformasyona tabi tutulduğunda 10 µm'den büyük olan iri yapılı ötektik karbür ile matris fazı arasında boşluk oluşumunu meydana geldiği gözlenmiştir [26]. Dolayısıyla, ikinci fazın ana faza kıyasla çok sert olması durumunda, ince yapıya sahip olması ve ana faz içerisinde homojen bir şekilde dağıtılması gerektiği görülmektedir. Bu durumda boşluk oluşumu, parçacık etrafında gerçekleşen çeşitli toparlanma mekanizmaları (difüzyon gibi) ile engellenebilmektedir [26].

1.2.1.5. Deformasyon Hizi

Süperplastik bir malzemenin akma dayanımının deformasyon hızı ile değişiminin şematik olarak gösterimi Şekil 4(a)'da verilmiştir. Bu şekle bakıldığında, süperplastik malzemelerde gerilmenin deformasyon hızına oldukça duyarlı olduğu görülmektedir [37, 39]. Bunun yanı sıra, gerilme ile deformasyon hızı arasında s-biçimli (sigmoidal) bir ilişkinin olduğu ve $\sigma - \dot{\epsilon}$ eğrisinin farklı eğimlere sahip üç temel bölgeden oluştuğu yine Şekil 4(a)'dan görülebilmektedir. $\sigma - \dot{\epsilon}$ eğrisinin eğimi (**log** σ /**log** $\dot{\epsilon}$) süperplastisite için önemli bir parametre olan deformasyon hızı duyarlılık üssüne (m) karşılık gelmektedir. Yapılan çalışmalarda düşük gerilmelerde (I. bölge) ve yüksek gerilme bölgesinde (III. bölge) m'nin düşük değerler aldığı (0,1-0,3 arasında) ve bu nedenle I. ve III. bölgelerde elde edilen uzama miktarının da düşük olduğu görülmüştür (Şekil 4(b)) [37, 39]. II. bölgede ise m'nin maksimum değerini aldığı (m>0,3) belirlenmiştir (Şekil 4(a)). Yüksek m değerinin numunede boyun verme olayını geciktirerek numune boyunca daha üniform bir deformasyon oluşumuna neden olduğu ve böylelikle maksimum süperplastik uzamanın II. bölgede elde edildiği ifade edilmiştir (Şekil 4(b)) [37]. Yüksek m değerinin süperplastik uzama üzerine etkisini şu şekilde açıklamak mümkündür: Numunenin herhangi bir bölgesinde boyun verme başladığında deformasyon bu bölgede yoğunlaşır ve bu bölgenin deformasyon hızı numunenin geri kalanına göre daha büyük olur. m-değerinin büyük olması bu bölgede mukavemetin artmasına ve dolayısıyla da deformasyonun bu bölgede durarak numunenin başka bir bölgesinde devam etmesine neden olur. Böylelikle numunede boyun verme gecikmiş olur ve yüksek miktarda uzama elde edilir [37]. "Optimum süperplastisite bölgesi" olarak da adlandırılan II. bölgede temel süperplastik deformasyon mekanizması olan tane sınırı kaymasının elde edilen süperplastik uzamaya katkısının oldukça yüksek olduğu bilinmektedir [2, 39].



Şekil 4. Süperplastik bir malzemenin (a) akma dayanımı ve (b) kopma uzamasının deformasyon hızı ile değişiminin şematik gösterimi [39].

Süperplastik malzemeler üzerine yapılan çalışmalar Şekil 4'te gösterilen üç farklı bölgenin oluşumuna bu bölgelerde etkin olan farklı deformasyon mekanizmalarının ve/veya başka mikroyapısal olayların neden olduğunu göstermiştir. III. bölgede deformasyon mekanizmasının, iri taneli malzemelerin sürünme davranışında olduğu gibi, dislokasyonların kayması ve tırmanması ile gerçekleşen dislokasyon sürünmesi olduğu belirlenmiştir. Başka bir ifade ile bu bölgede deformasyon üssel ilişkili sürünme şeklinde gerçekleşmektedir [1]. III. bölgede tane içi dislokasyon hareketi çok yoğun bir şekilde gerçekleştiği için deformasyon sonunda malzemede tekstür oluşumu ve tane yapısında uzama görülmektedir [1, 3]

I. ve II. bölgelerde ise temel deformasyon mekanizmasının tane sınırı kayması olduğu; ancak, tane sınırı kaymasının dislokasyon hareketleri tarafından desteklenme miktarındaki farklılık sonucu iki ayrı bölgenin oluştuğu bu konuda yapılan çalışmalarda ifade edilmiştir [3, 49, 50]. Bu çalışmalarda tane sınırlarında ayrıştırılan safsızlık maddelerinin yine tane sınırlarında hareket eden ve tane sınırı kaymasını destekleyen dislokasyonlar ile etkileşimi sonucunda I. bölgenin oluştuğu ileri sürülmüştür [50]. Şöyle ki, tane sınırı dislokasyonlarının safsızlık maddeleri ile etkileşimi, sıcaklığa bağlı bir eşik gerilmenin ortaya çıkmasına neden olmaktadır. Buradaki eşik gerilme değeri, tane sınırı dislokasyonlarının safsızlık maddelerinden kurtularak deformasyon oluşturabilmeleri ve böylelikle tane sınırı kaymasını destekleyebilmeleri için aşılması gereken gerilme değeri olarak ifade edilmektedir. Dolayısıyla I. bölgeden II. bölgeye geçiş, bu eşik gerilme değerinin aşılması ile gerçekleşebilmektedir [3]. Yapılan çalışmalar süperplastik malzemelerin yapısındaki safsızlık maddelerinin azaltılması ile birinci bölgenin ortadan kaldırılmasının mümkün olduğunu göstermiştir. Nitekim safsızlık oranları farklı Zn-22Al alaşımı ile yapılan çalışmalarda, 6 ppm safsızlık oranına sahip alaşımda birinci bölgenin oluşmadığı; ancak 180 ppm safsızlık oranına sahip alaşımda oluştuğu görülmüştür (Şekil 5) [51]. Düşük safsızlık elementi içeren Zn-22Al alaşımında I. bölgenin gözlenmemiş olması, safsızlık maddelerinin azaltılması ile tane sınırı dislokasyonlarının herhangi bir engelle karşılaşmaksızın düşük değerlerinde bile kolaylıkla hareket ederek kaymasını gerilme tane sınırı destekleyebilmelerine dayandırılarak açıklanmıştır.

Yukarıda da ifade edildiği gibi I. bölgeden II. bölgeye geçiş, eşik gerilme değerinin aşılması ile gerçekleşmektedir [50]. II. bölgede gerilme değeri eşik değerden yüksek olduğu için tane sınırı dislokasyonları hareketlerine engel teşkil eden safsızlık maddelerini kolaylıkla aşabilmekte ve böylelikle tane sınırı kaymasını aktif bir şekilde destekleyerek tane sınırı kaymasının bu bölgede etkin bir şekilde gerçekleşebilmesine olanak sağlamaktadır. Nitekim yapılan çalışmalar tane sınırı kaymasının II. bölgede toplam uzamaya %50 ile %70 arasında katkı sağladığını göstermiştir [2]. Optimum süperplastisite bölgesinin deformasyon hızı aralığı malzemeden malzemeye değişiklik göstermekle birlikte, II. metalik malzemelik malzemelerde genellikle 10^{-4} s⁻¹ ile 10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızları aralığına karşılık geldiği görülmüştür [37].



Şekil 5. İki farklı safsızlık oranına sahip Zn-22Al alaşımına ait kayma deformasyon hızı-kayma gerilmesi grafiği [51].

1.2.1.5.1. Yüksek Deformasyon Hızlarında Süperplastik Davranış

Bir önceki bölümde de belirtildiği gibi süperplastik davranış genellikle 10^{-4} s⁻¹ ile 10^{-2} s⁻¹ arasındaki deformasyon hızlarında elde edilebilmektedir [37]. Bu da süperplastik şekillendirme teknolojisinin kullanıldığı üretim yöntemlerinde her bir parçanın 20-30 dk'da üretilebilmesi anlamına gelmektedir [5]. Bu üretim hızı sınırlı sayıda kullanımı olan ve genellikle uçak sanayi ve inşaat sektöründe kullanılan çok değerli parçaların üretimi için kabul edilebilir olsa da, otomotiv sanayi gibi büyük ölçekli uygulamaların olduğu alanlar için yeterli değildir [5]. Öte yandan, gerekli mikroyapısal düzenlemelerin yapılması ile 10^{-1} s⁻¹ ile 10^{1} s⁻¹ gibi yüksek deformasyon hızlarında bile süperplastik davranışı elde etmenin

mümkün olduğu bilinmektedir [26]. Bu deformasyon hızları ise klasik dövme işlemindeki deformasyon hızına yakındır ve 10⁻¹ s⁻¹ deformasyon hızı ile süperplastik şekillendirme yapılabilmesi her bir parçanın 60 sn'den kısa bir sürede üretilebilmesine imkan sağlamaktadır [1, 5]. Dolayısıyla, yüksek deformasyon hızında süperplastik davranış elde etmek, süperplastik şekillendirme süresini kısaltacağı ve böylelikle üretim maliyetini düşüreceği için önemli bir çalışma alanı haline gelmiştir.

Tane boyutunun süperplastisite üzerine etkisinin anlatıldığı bölümde de belirtildiği gibi, yapılan çalışmalar süperplastik davranışın elde edildiği deformasyon hızını kontrol eden en önemli parametrenin tane boyutu olduğunu göstermiştir. Tane boyutunun maksimum süperplastik uzamanın elde edildiği deformasyon hızı üzerine etkisinin daha iyi anlaşılabilmesi için çeşitli tane boyutuna sahip bazı alüminyum alaşımlarının farklı deformasyon hızlarındaki süperplastik davranışları Şekil 6'da verilmiştir [26]. Bu şekil göz önüne alındığında, malzemenin tane boyutu küçültüldüğünde maksimum süperplastik uzamanın daha yüksek deformasyon hızlarında elde edilebildiği görülmektedir. Başka bir ifade ile, tane boyutunu küçültmek maksimum süperplastik uzamanın elde edildiği deformasyon hızı aralığını daha yüksek hızlara doğru ötelemektedir [1, 26]. Bunun yanı sıra, metalik malzemelerde yüksek deformasyon hızlarında süperplastik davranış elde edebilmek için malzemenin tane boyutunu ~2 µm'nin altına düşürülmesi gerektiği yine Şekil 6'dan görülebilmektedir.



Şekil 6. Farklı tane boyutlarına sahip Al-esaslı bazı alaşımların süperplastik uzamalarının deformasyon hızı ile değişimi [26].

Yüksek deformasyon hızında süperplastik davranış başlangıçta genellikle toz metalürjisi (TM) yöntemi ile üretilen metal matrisli kompozit malzemelerde veya mekanik alaşımlama (MA) yöntemi ile üretilen metallerde elde edilebilmekteydi [26]. Ancak son zamanlarda eş kanallı açısal ektrüzyon/basma (EKAE/B) gibi aşırı plastik deformasyona dayalı yeni tane inceltme yöntemlerinin geliştirilmesi ile birlikte belli alaşımlarda da yüksek deformasyon hızında süperplastik davranış elde edebilmenin mümkün olduğu görülmüştür. Bu türden çalışmaların ise daha çok Al-esaslı alaşımlar üzerinde yoğunlaştığı görülmektedir. Şekil 7'de bu kapsamda çalışılan bazı alüminyum alaşımlarına uygulanan tane inceltme yöntemleri ve bu yöntemlerin alaşımlara uygulanması sonucu elde edilen süperplastik davranışların deformasyon hızı ile değişimleri verilmiştir [1]. Bu şekle bakıldığında klasik tane inceltme yöntemleri ile (statik ve dinamik yeniden kristalleştirme gibi) yüksek deformasyon hızında süperplastik davranış elde etmenin pek mümkün olmadığı görülmektedir. Yine Şekil 7 göz önüne alındığında, TM ve MA yöntemlerinin yüksek deformasyon hızlarında süperplastisite elde etmeye olanak sağladığı; ancak büyük kütleli malzemelerde bu davranışın ancak alaşımlara EKAE işleminin uygulanması ile mümkün hale geldiği görülebilmektedir.



Şekil 7. Bazı alüminyum alaşımlarına uygulanan tane inceltme yöntemleri ve bu yöntemlerin alaşımlara uygulanması sonucu elde edilen süperplastik davranışların deformasyon hızı ile değişimleri [1].
1.2.1.6. Sıcaklık

Süperplastisite difüzyona dayalı bir olgu olduğu için mühendislik malzemelerinde süperplastik davranış elde edebilmek için malzemelerin nispeten daha yüksek sıcaklıklarda (genellikle 0,5Tm ve üzerindeki sıcaklıklarda, burada Tm malzemenin Kelvin cinsinden ergime sıcaklığıdır) deforme edilmeleri gerekmektedir [2]. Öte yandan, deney sıcaklığını artırmanın maksimum süperplastik uzamanın elde edildiği II. bölgenin yüksek deformasyon hızlarına doğru ötelenmesine ve elde edilen süperplastik uzamanın da artmasına neden olduğu bilinmektedir. Nitekim üç farklı sıcaklıkta deforme edilen Zn-22Al alaşımının deney sıcaklığını 150 °C'den 230 °C'ye yükseltmenin hem maksimum uzamayı % 1700'den % 2900'lere çıkardığı hem de maksimum uzamanın elde edildiği deformasyon hızını 1x10⁻³ s⁻¹'den 1x10⁻² s⁻¹'e yükselttiği Şekil 8'de görülmektedir [1]. Ancak bu etkinin, sıcaklığın malzemede aşırı tane büyümesine neden olacak kadar yüksek olmadığı optimum sıcaklık aralığı için geçerli olduğu, sıcaklığı yükseltmenin mümkün olmayacağı ifade edilmiştir [37].



Şekil 8. Deney sıcaklığının Zn-22Al alaşımının, (a) uzama ve maksimum uzamanın elde edildiği deformasyon hızı (b) akma dayanımı üzerine etkisini gösteren grafikler [1].

1.2.1.6.1. Oda Sıcaklığında Süperplastik Davranış

Yukarıda da ifade edildiği gibi süperplastik malzemelerin tane boyutunu küçültmek süperplastik davranışın daha düşük sıcaklıklarda elde edilebilmesine imkan sağlamaktadır [37]. Tane boyutunun süperplastik davranışın elde edildiği sıcaklık üzerine bu tür bir etkisi olduğunun kanıtlanmasıyla birlikte, süperplastisite üzerine yapılan çalışmalar yeni bir boyut kazanmış ve düşük sıcaklık süperplastisitesi (low temperature superplasticity) adı altında yeni bir çalışma alanı doğmuştur. Bunun bir uç örneği olarak, yapılan çalışmalar ergime noktası düşük bazı alaşım gruplarında mikron altı mertebelerde çok ince taneli içyapı oluşturmak sureti ile oda sıcaklığında bile süperplastik davranış elde etmenin mümkün olduğunu göstermiştir. Oda sıcaklığında süperplastik davranış elde etmek amacı ile yapılan çalışmaların daha çok Sn-Bi [52], Pb-Tl [53], Pb-Sn [54] ve Zn-Al [7-16, 55-57] gibi alaşım gruplarında yoğunlaştığı görülmektedir. Bunlardan Zn-Al alaşım grubu ise oda sıcaklığında süperplastik davranış elde yoğunlaştığı alaşım grupılarında ne fazla yoğunlaştığı alaşım grubu olarak ön plana çıkmaktadır.

1.2.3. Süperplastik Deformasyon Mekanizmaları

Süperplastik deformasyon esnasında tane sınırı kayması ve dislokasyon sürünmesi gibi deformasyon mekanizmalarının etkin olduğu bilinmektedir. Aşağıda bu deformasyon mekanizmaları kısaca özetlenmiştir.

1.2.3.1. Tane Sınırı Kayması

Komşu tanelerin uygulanan kayma gerilmesinin etkisi ile birbirleri üzerinde kaymaları şeklinde ifade edilen tane sınırı kayması, süperplastik deformasyonda temel deformasyon mekanizması olarak kabul edilmektedir [37-39]. Tane sınırı kayması sonucu oluşan uzamanın toplam süperplastik uzamaya oranının (ξ) belirlenebilmesi için süperplastik alaşımlar üzerine çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Söz konusu çalışmalarda, optimum süperplastisite bölgesinde (II. bölge) ξ değeri % 50-% 70 arasında ölçülürken, bu oranın I. ve III. bölgelerde çok daha düşük olduğu görülmüştür. [2, 58]. Bu çalışmalardan elde edilen sonuçlara bakıldığında, II. bölgede doğrudan tane sınırı kayması ile ilgili olmayan % 30-% 50 arasında bir kayıp uzama olduğu görülmektedir. Ancak bazı çalışmalarda söz konusu kapıp uzamanın ξ değerini belirlemede kullanılan deneylerin (numune yüzeyinde mikroçizikler oluşturma ve deformasyon sonrası bu çiziklerin birbirine göre konum değişikliğinin elektron mikroskobu yardımıyla incelenmesi) sahip olduğu bazı kısıtlamalardan kaynaklandığı ileri sürülmüştür. [2]. Nitekim, tane sınırı kaymasının ölçüldüğü yüzeyde numunenin iç kesimlerine kıyasla tane sınırı kaymasının çeşitli mekanizmalarla desteklenmesi olayının daha az olduğu bilinmektedir. Başka bir ifade ile, numune yüzeyinde tane sınırı kayması yüzey altına kıyasla daha az etkin bir şekilde gerçekleşebilmektedir. Dolayısıyla, süperplastik uzamanın tamamının tane sınırı kayması ve ilgili destekleme mekanizmaları ile gerçekleşmesi halinde bile, mevcut yöntemler kullanılarak II. bölgedeki ξ değerini numune yüzeyinden en fazla % 45-% 90 arasında (genellikle bu aralığın alt limitine yakın) elde etmenin mümkün olduğu belirtilmiştir [59]. Bu nedenle, ξ 'nin deneysel olarak ölçülen değeri her ne kadar % 50-% 70 arasında olsa da, II. bölgede süperplastik deformasyonun neredeyse tamamının tane sınırı kayması şeklinde gerçekleştiği öne sürülmektedir [59].

Tane sınırı kaymasının süperplastik deformasyonda temel deformasyon mekanizması olduğu yapılan çalışmalarla deneysel olarak ispat edilmiş olsa da, mikroyapısal anlamda nasıl gerçekleştiği konusunda değişik modeller mevcuttur. Süperplastik deformasyon esnasında özellikle tane sınırlarının birleştiği üçlü bölgelerde boşluk oluşumunun engellenmesi ve böylelikle yüksek miktarda süperplastik uzamanın elde edilebilmesi için tane sınırı kaymasının çeşitli mekanizmalarla desteklenmesi gerektiği bilinmektedir [3]. Süperplastik deformasyonda temel deformasyon mekanizması olan tane sınırı kaymasını mikroyapısal anlamda açıklayan modeller arasındaki temel farklılık, tane sınırı kaymasını destekleyen mekanizmaların birbirinden farklı oluşudur. Söz konusu modelleri difüzyon destekli tane sınırı kayması ve dislokasyon hareketi destekli tane sınırı kayması olarak iki başlık altında incelemek mümkündür.

1.2.3.1.1. Difüzyon Destekli Tane Sınırı Kayması

Ashby ve Verral [60] tarafından geliştirilen ve Şekil 9'da şematik olarak gösterilen modelde deformasyon esnasında tanelerin komşu taneler ile yer değiştirdikleri ve deformasyon sonrası tanelerde herhangi bir uzama meydana gelmediği belirtilmiştir. Tanelerin birbirlerine göre söz konusu yer değiştirmelerinin ise tane sınırı kaymasının bir sonucu olduğu ifade edilmiştir. Ashby ve Verral [60] modeline göre, numunedeki süperplastik uzama tanelerin uygulanan çekme gerilmesi doğrultusunda uzaması şeklinde değil de, birbirleriyle yer değiştirmesi sonucu çekme gerilmesi doğrultusundaki tanelerin sayısındaki artış şeklinde meydana geldiği ileri sürülmüştür (Şekil 9(a)). Tanelerin deformasyon esnasında temas halini koruyabilmeleri için (boşluk oluşumunun engellenebilmesi için), Şekil 9(a)'daki geçiş konumunda gösterildiği gibi geçici ancak karmaşık bir şekil değişimine direnmeleri gerekmektedir. Söz konusu modelde bunun tane sınırı kaymasının özellikle tane sınırlarında gerçekleşen difüzyon mekanizması ile desteklenmesi yoluyla gerçekleştiği belirtilmiştir [4, 61]. Şekil 9(b)'de görüldüğü gibi, Ashby ve Verral [60] modeline göre taneler düzgün bir altıgen şeklinde düşünüldüğünde her bir tane içinde altı çift difüzyon yolu bulunmakta ve geçiş durumunda bu yollardan difüzyon ile kütle transferi gerçekleşmektedir [4]. Böylelikle tanelerin yer değiştirmesi esnasında boşluk oluşumu engellenmekte ve yüksek miktarda süperplastik uzama elde edilebilmektedir.

Ashby ve Verral tarafından önerilen model, komşu tanelerin birbirlerine göre yer değiştirmeleri ve tanelerin deformasyon sonrasında eş eksenli formlarını korumaları gibi deneysel olarak kanıtlanan topolojik özellikleri açıklayabiliyor olması nedeni ile ilgi çekici bir modeldir. Ancak söz konusu model aşağıda maddeler halinde verilen bazı eksikliklere de sahip olduğu görülmektedir [37].

- Şekil 9(a)'da verilen ve modelin temelini oluşturan şematik gösterim birkaç seçilmiş tanenin birbirlerine göre yer değişimini açıklayabilmekte ise de söz konusu şematik gösterimi numune içerisindeki bütün tanelerin hareketi ile ilişkilendirebilmek zordur. Ayrıca söz konusu gösterim %55'in üzerindeki uzamalarda tanelerin birbirlerine göre yer değiştirmelerini açıklama konusunda yetersiz kalmaktadır [37]
- Model, bazı deneysel verilerle örtüşmekle birlikte deformasyon esnasında tane içindeki dislokasyon hareketlerini dikkate almamaktadır. [37].
- 3. Ashby ve Verral modeli optimum süperplastik deformasyon bölgesinde (II. bölge) deformasyon hızı duyarlılık üssünün yaklaşık olarak 1 değerini alacağını öngörmektedir. Ancak bu değer deneysel olarak elde edilen değerden (yaklaşık 0,5) oldukça yüksektir. Ayrıca model, II. bölgeden I. bölgeye geçişte deneysel olarak da kanıtlanan aktivasyon enerjisindeki artışı ve tane sınırı kaymasının toplam deformasyona oranındaki azalmayı açıklayamamaktadır [37].



Şekil 9. (a) Ashby ve Verral modelinde tanelerin birbirleriyle yer değiştirmesinin ve
(b) yer değiştirme işleminin geçiş durumunda tane sınırı kaymasının difüzyon ile desteklenmesi olayının şematik gösterimi [60].

1.2.3.1.2. Dislokasyon Hareketi Destekli Tane Sınırı Kayması

Tane sınırı kaymasının dislokasyon hareketi ile desteklenmesi temeline dayanan birkaç model geliştirilmiştir. Bu modeller hareket eden tanelerin sayısı, dislokasyon kaynakları ve dislokasyonların hareket ettikleri bölgeler gibi kavramların farklı olması nedeniyle birbirinden ayrılmaktadır.

Ball ve Hutchison [62, 63] tarafından geliştirilen modelde tanelerin gruplar halinde, düzensiz şekilde konumlanmış bir tane tarafından engelleninceye kadar bir düzlem üzerinde kaydıkları ifade edilmiştir (Şekil 10(a)). Bu modele göre tanelerin hareketi düzensiz olarak konumlanmış bir tane tarafından engellenir ve böylelikle bir gerilme yığılması oluşur. Söz konusu gerilme yığılmasının giderilebilmesi için bu bölgede oluşan dislokasyonların düzensiz şekilde konumlanmış tane içerisindeki kayma düzlemlerinde hareket etmeleri gerekir. Bu aşamada tane dönmesinin bir sonucu olarak en elverişli kayma düzleminin sürekli değişmesi nedeniyle deformasyon esnasında herhangi bir tane uzaması görülmez. Düzensiz olarak konumlanmış tane içerisinde hareket eden dislokasyonların komşu tane sınırları tarafından engellenmesiyle bu tane sınırlarında dislokasyon yığılması oluşur ve dislokasyon yığılması sonucunda oluşan geri stres tane sınırı kaymasının durmasına neden olur. Tane sınırı kaymasının devam edebilmesi için yığılan dislokasyonların komşu tane sınırları boyunca tırmanmaları gerekir. Böylelikle tane sınırı kayması dislokasyonların hareketi ile desteklenerek tane sınırı kaymasının devamlılığı sağlanmış olmaktadır [4, 37, 62- 64]. Mukherjee [65], Ball ve Hutchison [62, 63] tarafından geliştirilen modeli esas alarak yeni bir model geliştirmiş ve bu modelde tanelerin Ball ve Hutchison modelinin aksine gruplar halinde değil de bireysel olarak hareket ettiklerini ileri sürmüştür (Şekil 10(b)). Bu modele göre tanelerin birbiri üzerinde hareketleri esnasında tane sınırlarındaki çıkıntılar tarafından yeni dislokasyonlar üretilmekte ve bu dislokasyonlar tane içerisinde hareket ederek komşu tane sınırında yığılmaktadır. Ball ve Hutchison modelinde olduğu gibi tane sınırlarında yığılan dislokasyonlar yine tane sınırlarında tırmanarak tane sınırı kaymasını desteklemektedir [64, 65].

Gifkins [66] tarafından geliştirilen çekirdek-kabuk (core-mantle) modeline göre taneler merkezde bulunan çekirdek ve çekirdeği çevreleyen kabuk olmak üzere iki bölüme ayrılır (Şekil 10(c)). Çekirdek-kabuk modelinde tane sınırı kayması, kabuk denilen ve tane sınırlarına bitişik dar bir bölgeden oluşan bölümdeki tane sınırı dislokasyonlarının hareketi ile gerçekleşir. Bu modelde tane sınırı kaymasının dislokasyon hareketi ile desteklenmesinin ise, tane sınırı kaymasına engel teşkil eden üçlü bölgelerdeki gerilme yığılması sonucu yeni dislokasyonların oluşumu ve bu dislokasyonların kabuk kısmında kayması ve tırmanması şeklinde gerçekleştiği belirtilmiştir. Çekirdek-kabuk modeline göre kabuk tarafından çevrelenen çekirdek kısmında herhangi bir dislokasyon hareketi söz konusu değildir [4; 37, 39, 64, 66].

Son olarak Langdon [67, 68], Ball ve Hutchison [62, 63] modelinden yola çıkarak yeni bir model geliştirmiş ve bu modelde tanelerin Ball ve Hutchison modelinin aksine bireysel olarak hareket ettiklerini ileri sürmüştür. Bu modele göre tane sınırı kayması tane sınırları boyunca hareket eden dislokasyonlar vasıtasıyla gerçekleşir. Tanelerin kesiştiği üçlü kesişim noktalarında (Şekil 10(d)'de A noktası) engel ile karşılaşan dislokasyonlar bu gölgede yığılır ve bir gerilme yığılması meydana getirir. Ball ve Hutchison modelinde olduğu gibi söz konusu gerilme yığılması dislokasyonların komşu tane içerisinde hareket etmeleri ile giderilir ve böylelikle boşluk oluşumu engellenmiş olur. Komşu tane içerisinde hareket eden dislokasyonlar bir sonraki tane sınırlarında yığılır (Şekil 10(d)'de B noktası) ve daha sonra yine tane sınırlarında tırmanarak tane sınırı kaymasının devamını sağlar.

Tane sınırı kaymasının dislokasyon hareketi ile desteklenmesi üzerine kurulu yukarıda açıklanan tüm modellerin II. bölge için öne sürdüğü ortak noktaları aşağıdaki gibi sıralamak mümkündür: [64]

-Yüksek deformasyon hızı duyarlılık üssü (maks.: 0,5).

- -Tanelerin deformasyon sonrasında eş eksenli formunu koruması; yüksek miktarda tane sınırı kayması; modele göre tane içerisinde veya kabuk kısmında önemli miktarda dislokasyon hareketi.
- -Tane içerisinde veya tane ve arafaz sınırlarında önemli ölçüde dislokasyon yoğunluğu.
- -Tane sınırı veya arafaz difüzyonu için gerekli değere eşit aktivasyon enerjisi.



Şekil 10. Tane sınırı kaymasının dislokasyon hareketi ile desteklenmesi temeline dayanan modellerin şematik gösterimi (a) Ball ve Hutchison modeli [63], (b) Mukherjee modeli [64, 65], (c) Gifkins modeli [26, 66], (d) Langdon modeli [68].

1.2.3.2. Dislokasyon Sürünmesi

Süperplastik deformasyon esnasında deformasyon mekanizması olarak tane sınırı kaymasının yanı sıra, dislokasyonların tane içerisinde hareketi ile gerçekleşen ve dislokasyon sürünmesi olarak bilinen tane içi deformasyonun da gerçekleştiği bilinmektedir. Bu deformasyon mekanizması, iri taneli malzemelerin sürünme davranışında görülen üssel ilişkili sürünmedir ve deformasyon esnasında dislokasyonların tane içerisinde kayması ve tırmanması söz konusudur [1, 26]. Deformasyon esnasında belirli bir kayma düzleminde hareket eden dislokasyonlar herhangi bir engel ile karşılaştıklarında ısıl aktivasyonun etkisiyle tırmanma hareketini gerçekleştirerek farklı bir kayma düzlemine geçerler ve kayma işlemine bu yeni düzlemde devam ederler (Şekil 11). Böylelikle malzemelerde yüksek miktarlarda uzama (% 400'e kadar) elde etmek mümkün hale gelir [26]. Dislokasyon sürünmesinin özellikle süperplastik malzemenin yüksek deformasyon hızlarında deforme edildiği durumlarda (III. bölgede) gerçekleştiği ifade edilmiştir. Bu bölgede tane içi dislokasyon hareketi oldukça fazla olduğu için deformasyon sonunda malzemede tekstür oluşumu ve tane yapısında uzama görülmektedir [1, 26, 37].



Şekil 11. Dislokasyon sürünmesinin şematik gösterimi [26].

1.3. Metallerde Süperplastik Davranış Elde Etmek İçin Kullanılan Tane İnceltme Yöntemleri

Yukarıda özetlendiği gibi malzemenin tane boyutu süperplastik davranışı etkileyen en önemli mikroyapısal parametredir. Yine önceki bölümlerde ifade edildiği gibi, malzemenin tane boyutunu küçültmek hem süperplastik uzamayı olumlu yönde etkilemekte hem de süperplastik davranışın elde edildiği sıcaklığı düşürürken deformasyon hızını artırmaktadır [1, 6]. Înce tane yapısı elde etmenin süperplastik davranış üzerinde bu kadar etkili olması nedeniyle tane inceltme yöntemleri süperplastisite üzerine çalışma yapan bilim adamları ve mühendisler arasında, üzerinde önemle durulan konulardan biri olmuştur. Bu nedenle metalik malzemelerde ince tane yapısı elde etmek için etkili tane inceltme yöntemleri geliştirilmiştir.

Haddeleme, ektstrüzyon ve dövme gibi geleneksel plastik deformasyon yöntemlerini içeren termomekanik işlemler tane inceltme amacı ile yaygın olarak kullanılmaktadır. Ancak bu yöntemlerin metalik malzemelere uygulanması ile en fazla mikron mertebelerinde tane incelmesi elde etmenin mümkün olduğu bilinmektedir [69]. Öte yandan son dönemlerde nanoteknolojik yaklaşım ve yöntemlerin gelişimiyle, içyapı dizaynında yeni ufuklar açılmış ve bu sayede iri tane yapılı geleneksel malzemelerden mikron-altı ve/veya nano ölçekte tane boyutuna sahip içyapılı yeni nesil malzemelerin geliştirilmesi mümkün hale gelmiştir. Bu amaçla geliştirilen nanoteknolojik yaklaşımların başında aşırı plastik deformasyon (APD) yöntemleri [70] gelmektedir. Eş kanallı açısal ektrüzyon/basma (EKAE/B) [71, 72], yüksek basınç altında burma [73] ve sürtünme karıştırma işlemleri (SKİ) [74, 75] başlıca aşırı plastik deformasyon yöntemlerindendir. Gerek kütlesel ölçekte malzeme kullanımına ve gerekse daha iyi özellik optimizasyonuna izin veriyor olması nedeniyle, bu yöntemlerden EKAE işleminin en yaygın olarak kullanılan APD yöntemi olduğu görülmektedir. Bu yöntem 80'lerin başında Segal ve arkadaşları [71] tarafından önerilmiş ve ultra ince tane (UİT) yapılı metallerin üretilmesinde ilk olarak 1990'larda kullanılmıştır [76]. EKAE işlemi malzemenin kesit alanında herhangi bir değişiklik meydana getirmeden, basit kayma mekanizması ile aşırı plastik deformasyona maruz bırakıldığı bir içyapı dizayn yöntemidir. Bu yöntemde, büyük ebatlardaki metal malzemelerin tane boyutunun 200 nm mertebelerine kadar indirilebildiği ve mekanik özelliklerinin önemli ölçüde geliştirilebildiği bilinmektedir [70].

EKAE yönteminin genel şematik görüntüsü Şekil 12(a)'da verilmiştir. Bu şekilden görüldüğü gibi, EKAE kalıbı aynı kesit alanına sahip, birbirine dik, yatay ve düşey konumdaki iki kanalın birleşmesinden oluşmaktadır. Düşey kanala yerleştirilen numuneye hidrolik prese bağlı bir itici yardımı ile uygulanan kuvvet vasıtasıyla numunenin yatay kanaldan çıkması sağlanmaktadır. Bu işlem sırasında, Şekil 12(b)'de 1 ve 2 olarak gösterilen bitişik segmentlerin arasındaki kayma düzleminde gerçekleşen basit kayma ile numunede plastik deformasyon meydana gelmektedir. EKAE yönteminin önemli bir karakteristiği, diğer metal şekillendirme işlemlerinin aksine, malzemenin kalıptan geçtikten sonra kesit alanında herhangi bir değişikliğin olmamasıdır [77]. Bu yüzden, aynı numune üzerinde işlem

sürekli bir şekilde tekrar edilip son derece yüksek birim sekil değişimi değerlerine ulaşılabilmektedir. [78]. Ancak, klasik plastik deformasyon yöntemlerine kıyasla nispeten daha küçük boyutlu numunelere uygulanabiliyor olması halihazırda bu yöntemin en önemli dezavantajını oluşturmaktadır.



Şekil 12. (a)-(b) EKAE kalıbının ve işlemin şematik gösterimi [79].

EKAE işleminde numunenin kanaldan her bir geçirilişine paso denmekte ve EKAE işlemi numunelere genellikle çoklu pasolar şeklinde uygulanmaktadır. Çok pasolu EKAE işleminde, numunenin kalıba bir önceki pasoya göre giriş pozisyonunda değişiklik yaparak, numuneye farklı rotalarda EKAE uygulamak mümkündür. Böylelikle plastik deformasyonun her pasoda farklı kayma düzlemlerinde gerçekleşmesi sağlanmış olmaktadır. Bu ise aynı malzemeye farklı rotaların uygulanması ile birlikte farklı özellikte içyapılar elde edebilmeye olanak sağlamaktadır [80]. EKAE işleminde A, Ba, Bc ve C olmak üzere dört temel rota mevcuttur. Rota-A'da numune kalıba bir önceki rotada olduğu gibi yerleştirilmekte ve pasolar arasında herhangi bir döndürme işlemine maruz kalmamaktadır (Şekil 13). Rota-Ba'da ise numune pasolar arasında dikey ekseni doğrultusunda ve bir önceki pasodaki döndürme yönüne ters yönde 90° döndürülerek EKAE işlemine tabi tutulmaktadır. Rota-Bc ve Rota-C uygulama prensibi açışından birbiri ile benzerdir. Rota-Bc'de numune her pasodan sonra saat yönünün tersine 90° döndürülürken, aynı şekilde Rota-C'de de saat yönünün tersine 180° döndürülmektedir (Şekil 13) [79, 81].



Şekil 13. Temel EKAE rotalarının numunelere uygulanış biçimlerinin şematik gösterimi [79].

1.4. Çinko-Alüminyum Alaşımlarında Oda Sıcaklığında Süperplastik Davranış

Çinko-alüminyum alaşımlarının çok iyi derecede işlenebilirlik, yüksek korozyon ve aşınma direnci gibi özelliklere sahip olmaları, geniş döküm tekniği seçeneği sunmaları ve alaşımlara termomekanik işlemlerin uygulanması ile istenilen düzeyde mukavemet değerinin elde edilebiliyor olması nedeni ile endüstride yaygın bir kullanım alanına (özellikle yataklama ve dekoratif amaçlı uygulamalarda) sahip oldukları görülmektedir [17, 82]. ZA8 (Zn–8A1), ZA12 (Zn–11.5A1) ve ZA27 (Zn–27A1) iyi bilinen ve en yaygın olarak kullanılan Zn-Al alaşımları olarak dikkat çekmektedir. Öte yandan Zn-Al alaşım sisteminde oluşturulan bazı alaşımların gerekli mikroyapısal düzenlemelerin gerçekleştirilmesi ile süperplastik davranış gösterebildikleri bilinmektedir. Dahası, yapılan çalışmalar etkili tane inceltme yöntemlerinin uygulanması ile Sn-Bi [52], Pb-Tl [53] ve Pb-Sn [54] gibi alaşım gruplarının yanı sıra bazı Zn-Al alaşımlarında [7-15, 55-57] düşük sıcaklıkta süperplastik davranış elde etmenin dahi mümkün olduğunu göstermiştir.

Şekil 14'de verilen Zn-Al faz diyagramı göz önüne alındığında bazı Zn-Al alaşımlarının oda sıcaklığında süperplastik davranış elde edebilmek için oldukça uygun yapıya sahip oldukları görülmektedir. Nitekim ötektoid Zn-22Al, ötektik Zn-5Al alaşımları ve %1,1'e kadar Al içeren Zn-Al alaşım grupları (kenar katı çözeltisi) gerek süperplastisite için uygun içyapıya (çift fazlı olması veya ikinci faz parçacıkları içermesi) ve gerekse düşük ergime noktasına sahip olduklarından oda sıcaklığında süperplastik davranış için elverişli alaşımlar olarak değerlendirilmektedir. Her ne kadar ötektik Zn-5Al alaşımı oda sıcaklığında

çift fazlı bir içyapıya sahip olması nedeni ile süperplastisite için oldukça uygun bir alaşım olsa da, ilginçtir ki literatürde bu alaşımının oda sıcaklığındaki süperplastik davranışı üzerine yapılmış herhangi bir çalışma bulunmamaktadır. Bunun yanı sıra, ağırlıkça % 1,1'e kadar Al içeren Zn-Al alaşımlarında ve özellikle de ötektoid Zn-22Al alaşımında oda sıcaklığında süperplastik davranış elde edebilmek için bazı çalışmalar yapılmıştır [7-15, 55-57]. Söz konusu alaşımların içyapılarını süperplastisite için gerekli ince tane yapılı hale getirebilmek amacı ile bazı tane inceltme yöntemleri uygulanmıştır. Bu amaçla uygulanan tane inceltme yöntemlerini termal ve termomekanik işlemler olmak üzere iki başlık altında incelemek mümkündür. Uygulanan termomekanik işlemlerini de kendi içerisinde klasik plastik deformasyon yöntemleri içeren işlemler (haddeleme, ekstrüzyon, dövme gibi) ve APD yöntemleri içeren işlemler olarak iki gruba ayırmak mümkündür.

Zn-Al alaşımlarına, oda sıcaklığında süperplastik davranış elde edebilmek için, tane inceltme amaçlı uygulanan işlemler ve başlıca işlem parametreleri ile bu işlemler sonucunda elde edilen tane boyutları ve süperplastik uzama değerleri Tablo 1'de verilmiştir. Bu tablodan termal işlemler ile tane inceltme yönteminin Zn-Al alaşımlarından sadece Zn-22Al alaşımına uygulandığı görülmektedir. Basit bir termal işlem olarak Xia ve arkadaşları [7], başlangıç tane boyutu 10 μ m olan Zn-22Al alaşımına sırasıyla homojenize etme, su verme ve oda sıcaklığında 72 saat süre ile yaşlandırma işlemlerini uygulayarak alaşımın tane boyutunu 350 nm civarına düşürmüşlerdir. Bu işlem sonrasında alaşımın oda sıcaklığındaki maksimum uzama değeri 1x10⁻³ s⁻¹ deformasyon hızında % 125 olarak ölçülmüştür.

Hadde ve ekstrüzyon gibi klasik plastik deformasyon yöntemlerini içeren termomekanik işlemler, oda sıcaklığında süperplastik davranış elde edebilmek için hem ağırlıkça % 1,1'e kadar Al içeren Zn-Al alaşımlarına hem de ötektoid Zn-22Al alaşımına uygulanmıştır. Bu kapsamda düşük Al oranına sahip Zn-Al alaşımları üzerine yapılan çalışmalar daha çok Zn-0,2Al, Zn-0,3Al, Zn-0,4Al ve Zn-1,1Al alaşımlarında yoğunlaşmıştır. Cook [55], Zn-0,2Al alaşımını 30 °C'de 42:1 ekstrüzyon oranı ile ekstrüzyona tabi tutmuş ve 1,6 µm tane boyutuna sahip bir içyapı elde etmiştir. Bu işlem sonrasında alaşım oda sıcaklığı ve 7×10^{-3} s⁻¹ deformasyon hızında % 590 uzama göstermiştir. Ha ve arkadaşları [16], Zn-0,3Al alaşımına sırasıyla 220 °C'de sıcak hadde, 220 °C'de 30 dk süre ile ısıl işlem ve oda sıcaklığında hadde adımlarını içeren bir termomekanik işlem uygulamışlar ve alaşımın tane boyutunu 1 µm'ye kadar düşürmüşlerdir. Söz konusu işlem sonrasında alaşımın oda sıcaklığındaki maksimum uzama değeri 2x10⁻⁴ deformasyon hızında % 1400 olarak ölçülmüştür. Başka bir çalışmada Zn-0,4Al alaşımının

tane boyutu oda sıcaklığında alaşıma uygulanan % 90 oranında hadde ile 600 nm'ye kadar düşürülmüş ve alaşımın bu işlem sonrasında oda sıcaklığında ve $6,67 \times 10^{-4}$ s⁻¹ deformasyon hızında % 500 uzama gösterdiği kaydedilmiştir [56]. Son olarak Malek ve Lukáč [57], Zn-1,1A1 alaşımını 300 °C'de % 45 ve ardından oda sıcaklığında % 90 ezme oranında haddeleme içeren bir termomekanik işleme tabi tutmuşlar ve 1 µm tane boyutu ve 1×10^{-3} s⁻¹ deformasyon hızında % 600 uzama elde etmişlerdir.

Klasik plastik deformasyon yöntemleri oda sıcaklığında süperplastik davranış elde edebilmek için Zn-22Al alaşımına da başarı ile uygulanmıştır. Bu amaçla Xia ve arkadaşları [7], Zn-22Al alaşımına -70 °C'de soğuk hadde uygulamışlar ve 200 nm tane boyutuna sahip bir içyapı elde etmişlerdir. Bu işlem sonrasında alaşımın oda sıcaklığındaki maksimum uzama değeri 4×10⁻³ s⁻¹ deformasyon hızında % 315 olarak ölçülmüştür. Yüksek deformasyon hızlarında ise uzama değerlerinin düştüğü gözlenmiş ve 1×10^{-2} s⁻¹ ve 1×10^{-1} s⁻¹ ¹ deformasyon hızlarında sırasıyla % 280 ve % 210 uzama elde edilmiştir. Başka bir calışmada ise Zn-22Al alaşımı 150 mm çaptan 10 mm çapa ekstrüde edilmiş ve bu işlem 800 nm tane boyutuna ve 1×10^{-5} s⁻¹ deformasyon hızında % 340 uzamaya neden olmustur [9]. Deformasyon hızının 1×10^{-2} s⁻¹'e yükseltilmesi uzama değerini % 120'ye düşürmüştür. Son olarak Uesugi ve arkadaşları [8], Si safsızlık elementinin Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığındaki süperplastik davranışı üzerine etkisini inceledikleri çalışmalarında, alaşımı % 5'lik hadde adımları ile 10 mm'den 2 mm'ye kadar soğuk haddelemişlerdir. Daha sonra, farklı safsızlık oranlarına sahip alaşım numunelerine değişik sıcaklık ve sürelerde ısıl işlem uygulamışlar ve böylelikle farklı tane boyutlarına sahip numuneler elde etmişlerdir. Bu işlemler neticesinde 600 nm tane boyutuna sahip numunede 1×10^{-3} s⁻¹ ve 1×10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızlarında sırasıyla % 500 ve % 210 uzama elde edilirken, daha düşük tane boyutuna sahip (570 nm) başka bir numunenin ise aynı deformasyon hızlarında daha az uzadığı (sırasıyla % 300 ve % 160) gözlenmiştir. Süperplastik uzamanın tane boyutu ile yukarıda belirtilen ilişkisine ters düşen bu sonuçlar, iki numunenin farklı oranlarda safsızlık elementi içermeleri ile açıklanmıştır. Yüksek miktarda uzama gösteren birinci numune 10 ppm'nin altında Si safsızlık elementi içerirken, ikinci numunede bu değerin 1500 ppm olduğu belirtilmiştir. Söz konusu çalışmada, Si safsızlık elementinin alaşımın oda süperplastik deformasyon mekanizmasını (tane sınırı sıcaklığındaki kayması) değiştirmediği, ancak kırılma davranışını etkileyerek yüksek miktarda Si safsızlık elementi içeren numunenin bu nedenle daha düşük uzama gösterdiği belirtilmiştir [8].

Sürtünme karıştırma işlemi ve EKAE gibi APD yöntemlerini içeren termomekanik işlemlere gelince, söz konusu işlemler sadece ötektoid Zn-22Al alaşımında oda sıcaklığında süperplastik davranış elde edebilmek için tane inceltme yöntemi olarak kullanılmıştır. SKİ Zn-22Al alaşımına uygulanmış, ancak bu yöntemin alaşımın oda sıcaklığındaki süperplastik davranışı üzerinde kayda değer bir etkisinin olmadığı görülmüştür [10]. Bu yöntem alaşımda bir miktar tane incelmesine neden olmakla birlikte, oda sıcaklığında ve 1×10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızında ölçülen uzama değerini ancak % 100'den % 150'ye kadar artırabilmiştir. En yaygın olarak kullanılan SPD yöntemi olan EKAE, Zn-22Al alaşımında süperplastisite için uygun içyapı elde edebilmek amacı ile alaşıma etkin bir şekilde uygulanmıştır. Nitekim Tanaka ve arkadaşları [11, 12] Zn-22Al alaşımına oda sıcaklığında ve 100 °C'de ayrı ayrı EKAE işlemleri uygulamışlar ve oda sıcaklığında uygulanan EKAE işleminden sonra ortalama tane boyutunun 100 °C'de uygulanan işlem sonrası duruma göre daha küçük olduğunu belirlemişlerdir. Bu çalışmada oda sıcaklığında ve 100 °C'de uygulanan işlemler sonrasında ortalama tane boyutu sırası ile 350 nm ve 600 nm olarak ölçülürken, maksimum uzama oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi sonrasında 1×10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızında % 240 olarak elde edilmiştir. Xia ve arkadaşları [7] başlangıç tane boyutu 10 µm olan alaşıma homojenize edip su verdikten sonra oda sıcaklığında 8 paso EKAE uygulayarak tane boyutunu 550 nm'ye düşürmüşlerdir. İşlem sonrasında oda sıcaklığında maksimum uzama $4x10^{-3}$ s⁻¹ deformasyon hızında % 335 civarında ölçülürken, deformasyon hızını artırmanın süperplastik uzamayı düşürdüğü görülmüştür. 1x10⁻² s⁻¹ ve 1x10⁻¹ s⁻¹ gibi yüksek deformasyon hızlarında uzama değerleri sırasıyla % 310 ve % 220 olarak ölçülmüştür. Kumar ve arkadaşları [13] ise ilk tane boyutu 1,8 µm olan Zn-22Al alaşımını kullanarak EKAE işleminde paso sayısının alaşımın süperplastik davranışı üzerindeki etkisini belirlemek için çalışmalar yapmışlardır. Bu çalışmada Zn-22Al alaşımına 200 °C'de 4 ile 24 paso arasında değişen EKAE işlemi uygulamışlar ve 4 paso ve 8 pasoluk EKAE işlemleri sonrasında tane boyutunu sırası ile 0,8 µm ve 0,7 µm olarak belirlemişlerdir. Ayrıca 8 pasodan sonra paso sayısını artırmanın alaşımın tane boyutunda önemli bir değişikliğe neden olmadığı sonucuna varmışlardır. Söz konusu çalışmada maksimum uzama 12 paso EKAE işlemi sonrası 1x10⁻³ s⁻¹ deformasyon hızında % 280 olarak ölçülmüştür. Huang ve Langdon [14] da EKAE işleminin Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığındaki süperplastik davranışı üzerine etkisi konusunda çalışmalar yapmışlar ve 200 °C'de 8 paso EKAE işlemi sonrasında 1,3 μ m tane boyutu ve 1×10⁻⁴ s⁻¹ deformasyon hızında % 250 uzama elde etmişlerdir. Son olarak, Yang ve arkadaşları [15] Zn-22Al alaşımının tane



boyutunu 50 °C'de uyguladıkları 8 pasoluk EKAE işlemi ile 800 nm'ye düşürmüşler ve 1×10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızında % 250 uzama elde etmişlerdir.

Şekil 14. Zn-Al ikili faz diyagramı ve bu diyagramda potansiyel süperplastik alaşım bileşimi ve aralıkları [83].

Tablo	1.	Zn-Al	alaşımlarına	tane	inceltme	amaçlı	uygulanan	işlemler	ve	bu	işlemler
		sonucu	ında elde edile	en tan	e boyutlar:	ı (d _f) ve	oda sıcaklığ	ındaki süj	perp	last	ik uzama
		$(\varepsilon_{\rm f}) deg$	ğerleri.								

		Alaşım	Tane İnceltme Yöntemi	d _f (µm)	T (°C)	έ (s ⁻¹)	ε _f (%)	Ref.
Termal iş	lemler	Zn-22Al	Yaşlandırma	0.35	25	1x10 ⁻³	125	[7]
		Zn-0,2Al	Ekstrüzyon	1,6	25	7x10 ⁻³	590	[55]
		Zn-0,3Al	Haddeleme	1 25		2x10 ⁻⁴	1400	[16]
	Klasik	Zn-0,4Al	Haddeleme	0,6	25	6,67x10 ⁻⁴	>500	[56]
	yöntemler	Zn-1,1Al	Haddeleme	1	25	1x10 ⁻³	~600	[57]
		Zn-22A1	Soğuk hadde	0,25	25	4x10 ⁻³	315	[7]
			Ekstrüzyon	0,8	30	1x10 ⁻⁵	340	[9]
			Haddeleme	0,6	25	1×10^{-3}	500	[8]
		Zn-22A1	SKİ	0,6	25	1x10 ⁻²	160	[10]
Termomekanik işlemler			O.S.'da 4 paso EKAE	0,35	25	1x10 ⁻²	240	[11, 12]
			O.S.'da 8 paso EKAE	0,55	25	4x10 ⁻³	335	[7]
	APD yöntemleri		200 °C'de 4- 24 paso EKAE	0,7- 0,9	25	1x10 ⁻³	280	[13]
			200 °C'de 8 paso EKAE	1,3	25	1x10 ⁻⁴	250	[14]
			50 °C'de 8 paso EKAE	0,8	25	1x10 ⁻²	250	[15]

1.5. Metallerde Yüksek Sönüm Kapasitesi

Bir metalin sönüm kapasitesi, mekanik titreşim esnasında oluşan elastik şekil değiştirme enerjisini dağıtabilme kabiliyeti şeklinde tanımlanmaktadır. [17]. Mekanik parçalarda ve sistemlerde yüksek sönüm kapasitesine sahip malzeme kullanmak hem maliyeti düşürmekte hem de sistemin daha karmaşık bir yapıya sahip olmasını engellemektedir. Çünkü bu tür uygulamalarda, mekanik titreşim yüksek sönüm kapasitesine sahip malzemeden üretilmiş parçanın bizzat kendisi tarafından elimine edilebilmekte ve

böylelikle titreşim kontrolü için ilave bir parça veya sönümleyici kullanma gereği ortadan kalkmaktadır. Yüksek sönüm kapasitesine sahip malzemeler mekanik parça ve sistemlerin yanı sıra, sismik sönümleyici malzemesi olarak binalara ve diğer mühendislik yapılarına da adapte edilebilmektedir. Böylelikle binalarda deprem veya rüzgar şartlarında oluşan titreşim plastik deformasyona dayalı sönüm mekanizması ile kontrol altına alınabilmektedir [6, 9, 84]. Tüm bu gereklilikler mühendisleri ve bilim adamlarını yüksek sönüm kapasitesine sahip yeni malzemeler geliştirmeye veya mevcut malzemelerin sönüm kapasitelerini iyileştirmeye yönelik çalışmalar yapmaya sevk etmiştir. Mg–Zr [85, 86], Mn–Cu [87], Ni–Ti [88, 89] ve Zn–Al [18-21, 90-96] alaşımları bu anlamda üzerinde çalışma yürütülen başlıca alaşım grupları olarak bilinmektedir.

1.5.1. Metallerde Sönüm Mekanizmaları

Metallerde sönümleme olayı malzemeye uygulanan gerilme ile bu gerilmenin oluşturduğu şekil değiştirme arasında bir faz farkının meydana gelmesi durumunda ortaya çıkmaktadır. Bu faz farkının oluşabilmesi için gerilme altındaki malzemenin içyapısında gerçekleşen bir takım mekanizmaların aktif hale gelmesi gerekir. Söz konusu mekanizmaları metallerde iki başlık altında incelemek mümkündür. Sönüm kapasitesinin şekil değiştirme genliği ile arttığı ancak titreşimin frekansından bağımsız olduğu durumlarda statik histerezis sönüm mekanizmaları, sönüm kapasitesinin titreşimin frekansı ve sıcaklık ile değiştiği ancak şekil değiştirme genliğinden bağımsız olduğu durumlarda ise dinamik histerezis sönüm mekanizmaları etkindir. Dolayısıyla metallerde sönüm davranışı, etkin sönüm mekanizması veya mekanizmaları göz önüne alınarak statik histerezis ve dinamik histerezis sönüm olmak üzere ikiye ayrılır. Bazı metaller ise hem statik hem de dinamik histerezis sönüm karakteristiğini aynı anda belirli oranda sergileyebilmektedir [17, 97]. Aşağıda statik histerezis ve dinamik histerezis sönüm davranışlarının ortaya çıkmasında etkin sönüm mekanizmaları açıklanmıştır.

1.5.1.1. Statik Histerezis Sönüm Mekanizmaları

Metallerde dislokasyon hareketi ve ikiz sınırların hareketi olmak üzere iki çeşit statik histerezis sönüm mekanizması mevcuttur [17]. Bu sönüm mekanizmalarında sönümleme olayı, kristal kusurların (dislokasyonlar ve ikiz sınırlar gibi) uygulanan çevrimsel yükün etkisi altında salınım hareketi yapmaları esnasında gerilme ile şekil değiştirme arasında bir faz farkının oluşması sonucunda ortaya çıkar. Ancak sönümlemenin etkili olabilmesi için söz konusu kristal kusurlarının kolay hareket etmeleri malzemenin içyapısındaki safsızlık maddeleri veya tane sınırları gibi diğer kristal yapı kusurları tarafından bir şekilde kısıtlanmalıdır [17]. Herhangi bir metale uygulanan çevrimsel gerilme belirli bir değere ulaşınca kristal kusurlar onları tutan engellerden kurtulurlar ve böylelikle ani bir şekil değişimi meydana gelir. Ancak bu aşamada gerilmenin aniden düşmesi nedeni ile hareket eden kusurlar yeni konumlarında tekrar engele takılırlar. Uygulanan gerilme belirli bir değere ulaşınca kristal kusurlar tekrar bu engellerden kurtulurlar ve döngü bu şekilde devam eder. Böylelikle Şekil 15'de verilen statik histerezis çevrim elde edilmiş olur ve çevrimin içinde kalan alan her çevrimde sönümlenen enerjiyi verir. Hareket eden kusurların engellerden kurtulmaları ani bir olay olduğundan statik histerezis sönümde sönüm kapasitesi titreşimin frekansından bağımsız ancak şekil değiştirme genliğine bağımlıdır [17].



Şekil 15. Statik histerezis sönüme ait gerilme/şekil değiştirme histerezis çevrimi [17].

1.5.1.1.1. Dislokasyon Hareketi Kaynaklı Sönüm Mekanizması

Metaller, herbiri milyarlarca atomun sistematik bir şekilde dizilerek paketlenmesi sonucu oluşan küçük kristal gruplarından meydana gelir. Dislokasyonlar ise metallerde bulunan kristal yapıların atom dizilişlerindeki süreksizlikler olarak ifade edilmektedir [98]. Metallerde görülen sönüm davranışının, bazı durumlarda malzemenin yapısındaki dislokasyonların malzemeye uygulanan kayma gerilmesinin etkisi altındaki hareketleri ile ilişkili olduğu bilinmektedir. Dislokasyonların geniş çaplı hareketleri ancak malzemenin akma noktasına yakın veya üzerindeki gerilme değerlerinde gerçekleşir, ancak bölgesel dislokasyon hareketleri çok daha düşük gerilmelerde de meydana gelebilmektedir. Dolayısıyla, metale uygulanan çevrimsel gerilme malzemenin akma dayanımından düşük dahi olsa dislokasyonları bulundukları konumdan ileri-geri hareket etmeye zorlar. Dislokasyonların bu hareketleri esnasında kristal yapıdaki boşluk, arayer atomu, yer alan atomu, diğer dislokasyonlar ve tane sınırları gibi kusurlar ile etkileşimleri sönüm için gerekli olan faz farkına neden olur ve böylelikle sönüm davranışı ortaya çıkar. Dislokasyon hareketi kaynaklı sönüm davranışında malzemenin sönüm kapasitesi uygulanan gerilmenin artmasıyla birlikte artar [17, 99].

1.5.1.1.2. İkiz Sınır Hareketi Kaynaklı Sönüm Mekanizması

Bazı metaller uygulanan gerilme altında dislokasyon hareketi yerine ikizlenme oluşumu şeklinde deforme olurlar. Kristalografik anlamda ikizlenme atomların ikiz düzlemi (ikiz sınırı) denilen bir düzleme göre birbirlerinin simetriği (aynadaki görüntüsü) olacak şeklinde dizilmeleri olarak tanımlanabilir [98]. Uygulanan gerilme ile birlikte salınım hareketi yapan ikiz sınırlarının hareketi herhangi bir şekilde engellenirse gerilme ile ikizlenme şekil değişimi arasında bir faz farkı oluşur ve böylelikle sönümleme olayı gerçekleşir. Uygulanan gerilme ne kadar büyük ise içyapıda o kadar çok ikizlenme meydana geleceği için, ikiz sınır hareketi kaynaklı sönümleme statik histerezis bir karaktere sahiptir [17, 99].

1.5.1.2. Dinamik Histerezis Sönüm Mekanizmaları

Sönüm kapasitesinin titreşimin frekansı ve sıcaklık ile değiştiği ancak şekil değiştirme genliğinden bağımsız olduğu durumlarda, gerilme/şekil değiştirme histerezis çevrimi Şekil 16'da verilen dinamik histerezis sönüm mekanizmaları etkindir. Tane sınırı kayması ve termoelastik sönüm başlıca dinamik histerezis sönüm mekanizmalarıdır [17].



Şekil 16. Dinamik histerezis sönüme ait gerilme/şekil değiştirme histerezis çevrimi [17].

1.5.1.2.1. Tane Sınırı Kayması

Malzemenin yapısındaki tanelerin uygulanan çevrimsel yükler altında birbirleri üzerinde kayarak hareket etmeleri sönüm davranışının ortaya çıkmasına neden olur. Bu etki ince taneli malzemelerde iri taneli malzemelere göre daha belirgindir. Bunun nedeni ise ince taneli malzemelerde kaymanın gerçekleşebileceği daha fazla tane sınırının bulunmasıdır. Yüksek sıcaklıklarda tane sınırlarındaki atomlar daha düzensiz olacağı için tane sınırı kayması düşük sıcaklıklara kıyasla daha kolay gerçekleşebilmektedir. Dolayısıyla tane sınırı kayması kaynaklı sönüm davranışı, termal olarak aktive edilir ve sıcaklık ile uygulanan gerilmenin frekansına bağımlıdır (dinamik histerezis sönüm) [17, 99]. Tane sınırı kaymasının sönüm mekanizması olarak gerçekleştiği malzemelere verilebilecek başlıca örnek ötektoid Zn-22Al alaşımıdır [17].

1.5.1.2.2. Termoelastik Sönüm Mekanizması

Termoelastik sönüm yalnızca malzemenin çevrimsel eğme yüküne maruz kaldığı durumlarda ortaya çıkar ve malzemenin yükleme esnasında metalurjik yapısında meydana gelen değişiklikler ile değil de, fiziksel özelliklerindeki değişiklikler ile ilgilidir. Numunenin çevrimsel yük altında eğilmesi ile bası gerilmesine maruz kalan kısmı ısınırken çeki gerilmesine maruz kalan kısmı soğur. Dolayısıyla numunenin her iki yüzü tekrarlanan çevrimler esnasında bir ısınır bir soğur. Bu da elastik şekil değiştirme enerjisinin dağıtılmasına (sönümleme) neden olur. Numunenin sıcak bölgesindeki ısının soğuk bölgeye geçmesi için gerekli olan zamanın titreşim periyoduna eşit olduğu durumda termoelastik sönüm maksimum değerini alır. Dolayısıyla deneyde kullanılan numune kalınlığı ve titreşimin frekansı sönüm üzerinde etkilidir (dinamik histerezis sönüm) [17].

1.5.2. Yüksek Sönüm Kapasitesine Sahip Çinko-Alüminyum Alaşımları

Yukarıda da belirtildiği gibi Mg–Zr [85, 86], Mn–Cu [87], Ni–Ti [88, 89] ve Zn–Al [18-21, 90-96] gibi alaşım grupları yüksek sönüm kapasitesine sahip alaşımlar olarak bilinmektedir. Bunların içerisinde Zn-Al alaşımları, yüksek işlenebilirliğe ve geniş bir sıcaklık aralığında yüksek sönüm kapasitesine sahip olmaları ve mukavemetlerinin termomekanik işlemler vasıtasıyla istenilen değere getirilebilmesi gibi özelliklerinden dolayı en dikkat çeken alaşım grubudur. Zn-Al alaşım sistemi göz önüne alındığında ZA8, ZA12, ZA27, Zn-5Al ve ZA22 (Zn–22Al) iyi bilinen yüksek sönüm kapasitesine sahip alaşımlardır [17].

Zn-Al alaşımlarının sönüm davranışlarının anlaşılmasına yönelik literatürde bazı çalışmalar yapılmış ve sıcaklık, tane boyutu ve tane şeklinin alaşımların sönüm kapasiteleri üzerine etkileri araştırılmıştır [18-21, 90-96]. Ancak bu kapsamda yapılan çalışmaların sınırlı sayıda olduğu görülmektedir. Bu çalışmalarda değişik tane boyutu ve şekline sahip numuneler elde edebilmek amacı ile alaşımlara haddeleme ve tel çekme gibi tane inceltme yöntemleri ile homojenize ettikten sonra su verme veya havada soğutma ve su verdikten sonra ısıl işlem uygulama gibi işlemler uygulanmıştır [19, 20]. Söz konusu çalışmalarda alaşımların tane boyutunu küçültmenin ve lamelli yapıyı eş eksenli yapıya dönüştürmenin sönüm kapasitesini artırdığı sonucuna varılmıştır [19, 20]. Yine bu çalışmalarda alaşımların sönüm davranışlarının dinamik histerezis karaktere sahip oldukları belirtilmiş ve bazı sönüm mekanizmaları ileri sürülmüştür. Bunlar tane ve faz sınırı kayması [19-21], ötektoid dönüşüm [19, 21] ve termoelastik sönüm [93, 100] mekanizmalarıdır.

Yüksek sönüm kapasitesine sahip Zn-Al alaşımları üzerine literatürde uygulamaya dönük bazı çalışmalar da mevcuttur. Nitekim Zn-22Al alaşımının hem oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızında süperplastik davranışa hem de yüksek sönüm kapasitesine sahip olması söz konusu alaşımın binalarda sönümleyici eleman malzemesi olarak kullanılabileceği fikrini doğurmuş ve bu amaca yönelik bazı çalışmalar yapılmıştır. Nitekim Tanaka ve arkadaşları [6, 9, 84] haddeleme ve ekstrüzyon gibi klasik yöntemleri içeren termomekanik işlem uyguladıkları Zn-22Al alaşımını kullanarak panel tipi, moment tipi ve

çapraz bağlantı tipi sismik sönümleyiciler tasarlamış ve bu sönümleyicileri bazı projelerde uygulamışlardır. Yüksek dayanıma sahip Zn-27Al alaşımının ise mekanik sönüm davranışından yararlanabilmek adına bu alaşımın bazı otomobil parçalarında kullanılabileceği fikri ileri sürülmüş ve bu amaçla bazı çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmalarda kamyonet motorlarının alternatör montaj kulağında alüminyum yerine Zn-27Al alaşımı kullanmanın hem ses hem de titreşim yalıtımı için etkili olduğu sonucuna varılmıştır [17]. Dolayısıyla Zn-Al alaşımlarının hem plastik deformasyon kaynaklı sönüm kapasitesine dayalı uygulamalar (sismik uygulamalar) hem de elastik deformasyon kaynaklı sönüm kapasitesine dayalı uygulamalar (mekanik sönümleyiciler) için uygun alaşımlar oldukları görülmektedir.

1.6. Literatür Analizi ve Çalışmanın Amacı

Bilindiği gibi geleneksel yapıdaki süperplastik alaşımlarda bu özelliğin elde edilebilmesi için, alaşımların yüksek sıcaklık (0.5Tm) ve çok düşük deformasyon hızlarında (genellikle $1x10^{-4} - 1x10^{-2}$ s⁻¹ aralığında) deforme edilmeleri gerekmektedir [37]. Son yıllarda düşük ergime noktasına sahip bazı özel alaşım gruplarının belli mikroyapısal şartlar sağlandığında, oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızlarında bile makul sayılabilecek bir süperplastik davranış sergileyebilecekleri ortaya konulmuştur [7-16, 55-57]. Bu kapsamda yürütülen çalışmalar daha çok bir model süperplastik malzeme olan Zn-22Al alaşımı üzerine yoğunlaşmıştır [7-15]. Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığındaki süperplastik davranışı üzerine yapılan çalışmalar göz önüne alındığında bu alaşımda elde edilen maksimum uzamanın 1x10⁻³ s⁻¹ deformasyon hızında % 500 olduğu görülmektedir (Tablo 1) [8]. Ancak 1x10⁻² s⁻¹ ve 1x10⁻¹ s⁻¹ gibi yüksek deformasyon hızlarında maksimum uzama değerleri sırasıyla % 310 ve % 220 olarak elde edilebilmiştir [7]. Süperplastik davranışın yüksek deformasyon hızlarında elde edilebilmesi süperplastik şekillendirme işleminde üretim sürenin kısalmasına ve dolayısıyla maliyetin düşmesine neden olacağı için önemlidir. Zn-22Al alaşımı özelinde bakıldığında ise bu alaşım sismik sönümleyici malzemesi olarak kullanılmak istendiğinde yüksek deformasyon hızlarında büyük oranda süperplastik davranış elde etmek önemli görülmektedir. Her ne kadar literatürde Zn-22Al alaşımında 1x10⁻¹ s⁻¹ deformasyon hızında % 220 uzama kaydedilmiş olsa da bu uzama değerinin artırılması yukarıda belirtilen sebeplerden dolayı önem arz etmektedir. Bu nedenle bu çalışmanın birinci amacı Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızındaki süperplastik davranışının alaşıma uygun termal veya termomekanik işlemlerin uygulanması suretiyle elde edilecek içyapı yardımı ile geliştirilmesidir.

Zn-22Al alaşımında oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızında süperplastik davranış elde edebilmek için alaşımın tane boyutunun mikron civarına ve/veya mikron altı mertebelere indirilmesi (ultra-ince tane boyutuna sahip içyapıların geliştirilmesi) gerektiği bilinmektedir. Bu amaçla Zn-22Al alaşımına çeşitli termal ve termomekanik işlemler uygulanmış ve bu işlemlerin alaşımın oda sıcaklığındaki süperplastik davranışı üzerine etkisi araştırılmıştır [7-15]. Literatürde bu amaçla gerçekleştirilmiş birçok çalışma olmasına rağmen bunlardan hiç birinde termal ve termomekanik işlemler alaşıma sistematik bir şekilde uygulanıp elde edilen sonuçlar birbirleriyle kıyaslanmamıştır. Bu nedenle bu çalışmanın ikinci amacı; Zn-22Al alaşımına literatürel birikim göz önüne alınarak geliştirilen bir takım termal ve termomekanik işlemlerin (hem geleneksel plastik deformasyonu içeren hem de APD yöntemlerinden EKAE işlemini içeren termomekanik işlemlerin) belirli bir sistematik içerisinde uygulanması ve elde edilen sonuçların birbiriyle kıyaslanması suretiyle söz konusu alaşımda optimum süperplastisite elde etmek için alaşıma uygulanması gereken tane inceltme yönteminin/yöntemlerinin belirlenmesidir. Zn-22Al alaşımının yüksek deformasyon hızındaki süperplastik davranışının iyileştirilmesi için geliştirilecek yöntem veya yöntemlerin başka süperplastik alaşım gruplarında da benzer etkinin elde edilebilmesi için yol gösterir nitelikte olacağı düşünülmektedir.

Zn-22Al alaşımının yanı sıra Zn-0,3Al alaşımı da oda sıcaklığında süperplastik davranış elde edebilmek amacı ile çalışılan bir diğer Zn-Al alaşımıdır [16]. Bu alaşıma tane inceltme amacı ile sadece haddeleme işlemi uygulanmış ve EKAE işlemi bir tane inceltme yöntemi olarak söz konusu alaşımda dikkate alınmamıştır. Halbuki Zn-22Al alaşımı üzerine yapılan çalışmalara [7, 11-15] bakıldığında EKAE işleminin Zn-0,3Al alaşımının oda sıcaklığındaki süperplastik davranışı üzerinde etkili olabileceği düşünülmektedir. Dolayısıyla bu çalışmanın üçüncü amacı hadde içeren klasik termomekanik işlemlerin yanı sıra EKAE işleminin de tane inceltme yöntemi olarak Zn-0,3Al alaşımına uygulanması ve bu işlemin alaşımın oda sıcaklığındaki süperplastik davranışı üzerine etkisinin ilk kez araştırılmasıdır.

Şekil 14'te verilen Zn-Al faz diyagramı göz önüne alındığında ötektik Zn-5Al alaşımı oda sıcaklığında süperplastik davranış elde edebilmek için potansiyel bir alaşım olarak görülmektedir. Çünkü Zn-5Al alaşımı da Zn-22Al alaşımı gibi düşük ergime noktasına ve oda sıcaklığında çift fazlı bir yapıya sahiptir. Dolayısıyla Zn-5Al alaşımında ince tane yapılı bir içyapı oluşturmak sureti ile oda sıcaklığında süperplastik davranış elde etmek mümkün görünmektedir. Yukarıda da belirtildiği gibi Zn-Al alaşımlarında süperplastik deformasyon mekanizması olarak maksimum tane sınırı kaymasının η/η ve η/α faz sınırlarında gerçekleştiği, α/α faz sınırlarında ise tane sınırı kaymasının minimum olduğu bilinmektedir [22-25]. Dolayısıyla Zn-Al alaşımlarında uzama miktarının geliştirilebilmesi için alaşımın yapısındaki η/η ve η/α faz sınırlarının içyapı içerisinde oranının artırılması önem arz etmektedir. Bu nedenle Zn-5Al alaşımda Zn-22Al alaşımına kıyasla oda sıcaklığında daha yüksek süperplastik davranış elde edilebileceği düşünülmektedir. Nitekim 1 µm tane boyutuna sahip Zn-0,3Al alaşımında [16] 0,6 µm tane boyutuna sahip Zn-22Al alaşımına [8] kıyasla oda sıcaklığında çok daha yüksek süperplastik uzama elde edilmiş olması bu öngörüyü doğrular niteliktedir. Ancak ilginçtir ki litetürde Zn-5Al alaşımı kullanılarak oda sıcaklığında süperplastik davranış elde etmeyi amaçlayan herhangi bir çalışma mevcut değildir. Bu nedenle bu çalışmanın dördüncü amacı Zn-5Al alaşımına tane inceltme amaçlı olarak klasik plastik deformasyon yöntemlerini ve EKAE işlemini içeren termomekanik işlemler uygulayarak bu alaşımda oda sıcaklığında ilk kez süperplastik davranış elde etmektir. Zn-5Al alaşımında oda sıcaklığında süperplastik uzama elde edilmesinin düşük sıcaklık süperplastisitesi gerektiren uygulamalar için daha fazla alternatif malzeme seçeneğinin sunulması anlamında önem arz ettiği düşünülmektedir.

Zn-Al alaşımlarının oda sıcaklığındaki süperplastik davranışları üzerine yukarıda verilen literatürel bilgiler göz önüne alındığında, değişik bileşime sahip alaşımların (Zn-22Al, Zn-0,3Al gibi) süperplastik davranışlarının ayrı ayrı incelendiği görülmektedir. Ancak Zn-Al alaşımlarında hem tane boyutunun hem de faz bileşiminin söz konusu alaşımların oda sıcaklığındaki süperplastik davranışları üzerine etkileri tek bir çalışmanın çatısı altında incelenmemiştir. Dolayısıyla bu çalışmanın beşinci amacı üç farklı Zn-Al alaşımından (Zn-22Al, Zn-5Al ve Zn-0,3Al) elde edilen sonuçların birbirleriyle karşılaştırılması sureti ile hem tane boyutunun hem de faz bileşiminin alaşımların oda sıcaklığındaki süperplastik davranışları üzerine etkisinin tek bir çalışma içerisinde incelenmesidir. Bu anlamda söz konusu çalışma Zn-Al alaşımlarının süperplastik davranışı üzerine çalışma yapan araştırmacılara bileşim ve uygun tane inceltme yöntemi seçimi anlamında yol gösterir nitelikte olacaktır.

Süperplastik Zn-Al alaşımlarının süperplastiklik özelliklerinin yanında yüksek sönüm kapasitesine sahip oldukları da bilinmektedir [17, 18]. Ancak literatürde yalnızca Zn-22Al alaşımının yüksek sönüm kapasitesine sahip süperplastik Zn-Al alaşımları arasında dikkate

alındığı görülmektedir [17, 18]. Halbuki Zn-Al ikili faz diyagramına bakıldığında Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarının da bu anlamda önemli potansiyele sahip oldukları düşünülmektedir. Nitekim süperplastik deformasyon mekanizması olan tane/faz sınırı kayması ayrıca Zn-Al alaşımlarında etkim sönüm mekanizması olarak da bilinmektedir [19-21]. Zn-Al alaşımlarında tane sınırı kaymasının minimum olduğu α/α faz sınırı oluşumu ihtimali, Zn-22Al alaşımına göre ağırlıkça daha az Al içeren Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarında daha düşüktür. Bu ise daha etkin tane sınırı kayması ve daha yüksek sönüm kapasitesi anlamına gelmektedir. Dolayısıyla Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarının sönüm davranışlarının incelenmesi, yüksek sönüm kapasitesine sahip yeni süperplastik Zn-Al alaşımları hem Zn-22Al alaşımının süperplastik davranışının yanı sıra sönüm kapasitesinin de iyileştirilmesi hem de yüksek sönüm kapasitesine sahip yeni süperplastik Zn-Al alaşımlarının geliştirilmesidir. Böylelikle süperplastik Zn-Al alaşımlarının mekanik ve/veya sismik sönümleyici malzemesi olarak kullanılabilirliğinin de artırılması hedeflenmektedir.

Zn-Al alaşımlarının süperplastik davranışlarında olduğu gibi bu alaşımların sönüm kapasitelerine yönelik çalışmalar da genellikle alaşım bazında gerçekleştirilmiştir. Dolayısıyla birden fazla süperplastik Zn-Al alaşımının sönüm kapasitelerinin tek bir çatı altında incelenmesi ve böylelikle tane şekli, tane boyutu ve faz bileşiminin alaşımların süperplastik davranışlarının yanı sıra sönüm kapasiteleri üzerine etkilerinin de tek bir çalışmada ele alınması önemli görülmektedir. Böyle bir çalışmanın varlığı hem mekanik özellikleri hem de sönüm kapasitesi bilinen süperplastik Zn-Al alaşımları içerisinden uygulamaya yönelik seçim yapmak isteyen tasarımcı ve mühendislerin işlerini kolaylaştıracaktır. Ayrıca çalışmanın bu bölümünden elde edilen sonuçlar Zn-Al faz sisteminden yeni alaşım geliştirmek isteyen araştırmacılar için de yol gösterici nitelikte olacaktır. Dolayısıyla bu çalışmanın yedinci ve son amacı ise üç ayrı süperplastik Zn-Al alaşımının faz bileşimi ve içyapıya bağlı sönüm kapasitelerinin tek bir çalışma altında incelenmesi ve sonuçların birbirleriyle karşılaştırılmasıdır.

2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

2.1. Deney Malzemeleri

Bu tez çalışmasında bileşim bölgeleri Şekil 14'deki Zn-Al ikili faz diyagramında gösterilen üç farklı Zn-Al alaşımı (Zn-%0,3Al, ötektik Zn-%5Al ve ötektoid Zn-%22Al) kullanıldı. Seçilen alaşımlar laboratuvar ortamında kokil döküm yöntemi kullanılarak üretildi. Bunun için yüksek saflıktaki (yaklaşık % 99,90) Zn ve Al metalleri her alaşım için gerekli miktarda alınarak grafit potalarda ergitildi ve şematik resmi Şekil 17(a)'da verilen oda sıcaklığındaki konik şekilli metal kalıplara dökülerek katılaştırıldı. Döküm işleminden sonra Zn-22Al alaşımı 375 °C'de, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımları ise 320 °C'de 24 saat süre ile homojenizasyon işlemine tabi tutuldu. Bu ilk homojenizasyon işleminden sonra kokillerden talaşlı imalat yöntemiyle 13 x 13 mm² veya 20 x 20 mm² kesit alanına sahip numuneler (biletler) hzırlandı. Bu işlem esnasında numuneler kokillerin dış kısımlarından çıkarıldı ve döküm sonrası boşluk oluşumunun çok fazla olduğu kokillerin iç kesimleri (merkezleri) kullanılmadı (Şekil 17(b)). Çıkarılan numuneler yukarıda alaşımlar için belirtilen homojenizasyon sıcaklıklarında ikinci bir homojenizasyon süresi Zn-22Al alaşımı için 48 saat, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımları için ise 24 saat olarak belirlendi.



Şekil 17. (a) Zn-Al alaşımlarının döküm işleminde kullanılan metal kokil kalıbın teknik resmi (tüm ölçüler mm'dir) ve (b) alaşımlara tane inceltme amaçlı uygulanan işlemlerde kullanılan numunelerin kokil içerisinden çıkarıldıkları konumları gösteren şematik resim

2.2. Alaşımlara Tane İnceltme Amaçlı Uygulanan İşlemler

İkinci homojenizasyon adımının ardından su verilen alaşımlara oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızlarındaki süperplastik davranışlarını geliştirmek (Zn-22Al ve Zn-0,3Al alaşımları) veya oda sıcaklığında ilk defa süperplastik davranış kazandırmak (Zn-5Al) ve buna bağlı olarak darbe/titreşim sönümleme kapasitelerini artırmak için uygun içyapıların dizaynında basitten komplekse doğru yedi farklı termal veya termomekanik işlem adımları uygulandı. Bu işlemler aşağıda kısaca açıklanmıştır.

2.2.1. Proses-1: Yaşlandırma

Şekil 18'de sıcaklık-zaman-işlem grafiği verilen Proses-1 alaşımlara uygulanan en basit işlem (termal işlem) olarak tasarlandı ve yaşlandırılabilirlik özelliğinden dolayı sadece Zn-22Al alaşımına uygulandı. Bu proses kapsamında Zn-22Al alaşımı 250 °C'de 15 dk ile 60 dk arasında değişen sürelerde yaşlandırma işlemine tabi tutuldu.



Şekil 18. Proses-1 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı

2.2.2. Proses-2: Proses-1 + Oda Sıcaklığında Haddeleme İşlemi

Yaşlandırma içeriyor olmasından dolayı Proses-1'de olduğu gibi bu işlem de yalnızca Zn-22Al alaşımı için geliştirilen bir işlemdir ve bu işlemin adımlarını gösteren diyagram Şekil 19'da verilmiştir. Esasen bu işlem Proses-1'e ilaveten oda sıcaklığında uygulanan bir haddeleme adımını içermektedir ve dolayısıyla klasik plastik deformasyon yöntemlerinden haddelemeyi içeren termomekanik bir işlemdir. Bu işlemde, Proses-1'de belirlenen optimum yaşlandırma sıcaklığı ve süresinde (250 °C'de 30 dk) yaşlandırma işlemine tabi tutulan alaşıma % 50 ve % 60 ezme oranları ile hadde uygulayarak alaşımın tane boyutunu Proses-1 sonrası duruma göre daha da inceltmek ve süneklik davranışını geliştirmek amaçlandı.



Şekil 19. Proses-2 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı

2.2.3. Proses-3: İki Aşamalı Haddeleme (Sıcak Hadde + Oda Sıcaklığında Hadde) İşlemi

Bu işlemin alaşımlara uygulanışını gösteren diyagram Şekil 20'de verilmiştir. Her üç alaşıma da uygulanan bu proses kapsamında alaşımlar % 30 ezme oranında sıcak hadde ve ardından yine % 30 ezme oranında oda sıcaklığında haddeleme adımlarını içeren termomekanik bir işleme tabi tutuldu. Alaşımlar için sıcak hadde adımlarının sıcaklıkları alaşımların ergime noktaları ve faz diyagramındaki konumları göz önüne alınarak belirlendi. Zn-22Al alaşımına sıcak hadde adımı 100 °C, 250 °C ve 350 °C olmak üzere ayrı ayrı üç farklı sıcaklıkta uygulanırken, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımları 100 °C ve 250 °C'de sıcak hadde işlemlerine tabi tutuldular.

Bu proseste, sıcak haddelemeyle döküm yapısını ortadan kaldırıp yeniden kristalleşmeye dayalı tane incelmesini sağlamak ve ardından oda sıcaklığında uygulanacak haddelemeyle tane inceltme oranını daha da artırarak alaşımların oda sıcaklığındaki kopma uzaması değerlerinin geliştirilmesi amaçlandı. Sıcak hadde adımını alaşımlara farklı sıcaklıklarda uygulamak sureti ile de sıcak hadde adımının sıcaklığının alaşımların oda sıcaklığındaki mekanik özellikleri üzerine etkisi araştırılmış oldu.

Bu proses kapsamında iki aşamalı haddeleme işlemi ile karşılaştırma yapmak için alaşımlar oda sıcaklığında % 60 ezme oranında uygulanan haddeleme işlemine de tabi tutuldu. Böylelikle iki aşamalı haddeleme işleminin alaşımların içyapıları ve mekanik özellikleri üzerine etkisinin daha iyi anlaşılabilmesi hedeflendi.



Şekil 20. Proses-3 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı

2.2.4. Proses-4: Proses 1 + Oda Sıcaklığında EKAE İşlemi

Proses-1 ve Proses-2'de olduğu gibi bu proses de yalnızca Zn-22Al alaşımına uygulandı. Bu proseste, Zn-22Al alaşımı Proses-1 sonrası (250 °C'de 30 dk süre ile uygulanan yaşlandırma işlemi sonrası) oda sıcaklığında değişik pasolarda EKAE işlemine tabi tutuldu (Şekil 21). Dolayısıyla Proses-4 bu tez çalışmasında tane inceltme amaçlı olarak kullanılan termomekanik işlemlerden APD yöntemini içeren ilk prosestir. EKAE işlemi Zn-22Al alaşımına 13 x 13 mm² kesit alanına ve 130 mm uzunluğa sahip numuneler kullanılarak, 90° iç açıya (Ø) ve 0° dış yay açısına (Ψ) sahip kalıpta ve 1 mm/s basma hızında 1, 4 ve 8 paso olacak şekilde uygulandı. EKAE numunesinin yüzeyi kalıp ile numune arasındaki sürtünmeyi azaltmak amacıyla katı yağlayıcı (molibden sülfat) ile kaplandı ve EKAE rotası olarak Bc rota kullanıldı. Bu rotada numuneler pasolar arasında saat yönünün tersine 90° çevrilerek EKAE kalıbına yerleştirildi ve böylece eş eksenli bir UİT yapı elde edilmesi amaçlandı.



Şekil 21. Proses-4 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı

2.2.5. Proses-5: İki Aşamalı EKAE (Sıcak EKAE + Oda Sıcaklığında EKAE) İşlemi

Yalnızca Zn-22Al alaşımına uygulanan ve iki aşamalı EKAE işlemi içeren bu prosesin sıcaklık-zaman-işlem diyagramı Şekil 22'de verilmiştir. Buna göre alaşıma yüksek sıcaklıklarda toplam 4 pasoluk EKAE işlemi ve ardından oda sıcaklığında tekrar 4 pasoluk ikinci bir EKAE işlemi uygulandı. Burada, haddelemede olduğu gibi (Proses-3), sıcak EKAE ile döküm yapısını bozarak aşırı plastik deformasyona dayalı dinamik yeniden kristalleşmeyle tane yapısını inceltmek ve ardından oda sıcaklığında uygulanacak 4 pasoluk EKAE işlemi ile de tane boyutunu mikron altı seviyelere indirmek amaçlandı. Uygulanan sıcak EKAE adımında işlem sıcaklığı Proses-3'de olduğu gibi 100 °C, 250 °C ve 350 °C olarak belirlendi. Bu proses kapsamında iki aşamalı EKAE işlemlerinden elde edilen sonuçlar ile karşılaştırma amacı ile Zn-22Al alaşımına ayrıca oda sıcaklığında 4 ve 8 posuluk EKAE işlemleri de uygulandı. EKAE işlemi Zn-22Al alaşımına Proses-4'te belirtilen numune boyutları ve parametreler kullanılarak uygulandı.



Şekil 22. Proses-5 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı

2.2.6. Proses-6: Oda Sıcaklığında EKAE İşlemi

Bu proses kapsamında Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımları oda sıcaklığında EKAE işlemine tabi tutuldu (Şekil 23). Esasen oda sıcaklığında EKAE işlemi Zn-22Al alaşımına da uyguladı; ancak bu işlemler söz konusu alaşım için Proses-5 kapsamında değerlendirildi. Zn-5Al alaşımı Bc rota kullanılarak 4 ve 8 pasoluk EKAE işlemlerine tabi tutulurken, Zn-0,3Al alaşımına 1, 4 ve 5 pasoluk EKAE işlemleri uygulandı. Zn-0,3Al alaşımının döküm sonrası oldukça gevrek bir yapıya sahip olması ve Bc rota uygulanması halinde alaşımda kırılmaların görülmesi nedeni ile bu alaşıma uygulanan EKAE işlemlerinde A rota takip edildi. EKAE işlemleri alaşımlara Proses-4'de özellikleri belirtilen EKAE kalıbı kullanılarak 1 mm/s basma hızı ile uygulandı.



Şekil 23. Proses-6 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı

2.2.7. Proses-7: Sıcak Hadde + Oda Sıcaklığında EKAE İşlemi

Yalnızca Zn-0,3Al alaşımına uygulanan bu proses kapsamında alaşım önce 100 °C'de % 35 ezme oranı ile sıcak haddeleme işlemine tabi tutuldu ve ardından alaşıma oda sıcaklığında A rota takip edilerek ayrı ayrı 3 ve 6 pasoluk EKAE işlemleri uygulandı (Şekil 24). Bu proses geliştirilirken literatürel birikimden yararlanıldı. Nitekim Mg alaşımına EKAE işlemi öncesi ekstrüzyon yoluyla ön deformasyon uygulamanın EKAE işleminin tane inceltmeye yönelik etkinliğini artırdığı rapor edilmiştir [101]. Dolayısıyla bu işlemde hadde ile bir miktar tane incelmesi sağlamak ve böylelikle ardından uygulanan EKAE işlemi ile alaşımın oda sıcaklığındaki süperplastik davranışını ve sönüm kapasitesini geliştirmek amaçlandı.



Şekil 24. Proses-7 işlemine ait sıcaklık-zaman-işlem diyagramı

2.3. İçyapı İncelemeleri

Alaşımların geliştirilen prosesler öncesi içyapıları (su verilmiş durumda) optik mikroskop (OM) veya taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelendi. Alaşımlara uygulanan tane inceltme işlemlerinin ardından içyapılarında meydana gelen değişimler ise optik mikroskop, SEM, geçirimli elektron mikroskobu (TEM), taramalı geçirimli elektron mikroskobu (STEM) ve elektron geri saçılım difraksiyonu (EBSD) tekniklerinden biri veya birkaçı kullanılarak incelendi. Optik mikroskop ve SEM incelemelerinde kullanılan numuneler tel erozyon yöntemi ile kesildikten sonra numune yüzeyleri sırasıyla 600, 1200 ve 2500 grit zımparalar kullanılarak zımparalandı ve daha sonra 0,3 µm çapında alümina çözeltisi ile iyice parlatıldı. Bu parlatma işleminin ardından içyapıları mikroyapısal incelemeler için belirgin hale getirebilmek amacı ile numuneler 5 gr CrO₃, 0,5 g Na₂SO₄ ve 250 ml saf su içeren çözeltide dağlandı. TEM ve STEM incelemeleri için proses edilmiş alaşımlardan tel erozyon yöntemi ile kesilen numuneler öncelikle mekanik aşındırma yöntemi ile 600 µm kalınlığa kadar inceltildi. Daha sonra oda sıcaklığında tutulan % 25 H₃PO₄, % 25 C₂H₅OH ve % 50 saf su içeren çözeltisinde 20-22 V potansiyel fark uygulanarak elektrokimyasal olarak daha da inceltilip folyo haline getirildi. TEM ve STEM incelemeleri 200 kV nominal voltaj ile çalışan FEI Tecnai F20 mikroskopta gerçekleştirildi. EBSD incelemeleri ise 20 kV voltaj ile çalışan LEO Supra 35 SEM mikroskopu kombinasyonu ile gerçekleştirildi. Tüm içyapı incelemeleri (Optik, SEM, EBSD, TEM ve STEM) hadde içeren proseslerde bütün alaşımlar için hadde doğrultusuna paralel düzlem üzerinden (Şekil 25(a)), EKAE işlemi içeren proseslerde ise numunenin dik kesit düzlemi üzerinden gerçekleştirildi (Şekil 25(b)). İstisna olarak Zn-0,3Al alaşımına uygulanan % 35 sıcak hadde + 6 paso EKAE işlemi sonrasında dik kesit düzlemine ek olarak akış düzlemi üzerinden de TEM incelemeleri gerçekleştirildi.

2.4. Mekanik Özellik İncelemeleri

Üretilen ve üretim sonrası geliştirilen proseslere tabi tutulan alaşımların temel mekanik özellikleri ve özellikle oda sıcaklığında süperplastik davranışlarındaki gelişmeler oda sıcaklığında ve farklı deformasyon hızlarında gerçekleştirilen standart çekme deneyleriyle belirlendi. Bu kapsamda Zn-22Al alaşımı $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1} - 1 \times 10^{0} \text{ s}^{-1}$, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımları ise $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1} - 1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ gibi geniş bir deformasyon hızı aralığında çekme deneylerine tabi tutuldular. Çekme deneyi için kullanılan ve 3 x 2 mm² kesit alanına ve 5 mm ölçü boyuna sahip numuneler haddeleme içeren proseslerde hadde doğrultusuna, EKAE işlemi içeren proseslerde ise ekstrüzyon doğrultusuna paralel olacak şekilde tel erozyon yöntemi ile çıkarıldı (Şekil 25). Elde edilen sonuçların güvenilirliğinin teyit edilmesi için her bir deformasyon hızında en az üç çekme deneyi gerçekleştirildi.



Şekil 25. (a) Haddelenmiş ve (b) EKAE işlemine tabi tutulmuş proses numunelerinden içyapı ve mekanik özellik incelemeleri için çıkarılan örneklerin numuneler içerisindeki pozisyon, konum ve geometrilerini gösteren şematik gösterimler

2.5. Süperplastik Deformasyon Mekanizmasının Belirlenmesi

Her alaşım için maksimum süperplastik uzamanın elde edildiği şartlarda deforme edilen alaşımların oda sıcaklığındaki deformasyon mekanizmalarını belirlemek için, alaşımların optimum süperplastisite bölgesinde (II. bölgede) çekme deneyleri gerçekleştirildi. Bu amaçla deneylerden önce sırasıyla 600, 1200 ve 2500 grit zımparalar kullanılarak zımparalandıktan sonra 0,3 µm çapında alümina çözeltisi ile iyice parlatılan numune yüzeyleri, alaşıma göre farklılık gösteren deformasyon hızlarında gerçekleştirilen çekme deneylerinden sonra SEM mikroskobu ile incelendi. Böylelikle yüzey görüntüleri dikkate alınarak alaşımların optimum süperplastisite bölgesindeki deformasyon mekanizmaları aydınlatılmaya çalışıldı.

2.6. Sönüm Kapasitesi Deneyleri

Su verilmiş durumda ve her bir alaşım için elde edilen optimum proses şartları kullanılarak uygulanan işlemler sonrasında alaşımların elastik deformasyona dayalı sönüm kapasiteleri TA Instruments Q800 dinamik mekanik analiz (DMA) cihazı kullanılarak belirlendi. Numunenin iki ucu Şekil 26'da gösterildiği gibi sabit mesnetlere bağlandı. Numuneye ortasında yer alan hareketli bir çene yardımıyla çevrimsel yük uygulandı. Alaşımların sönüm kapasiteleri uygulanan gerilme ile meydana gelen şekil değişimi arasındaki faz farkının radyan cinsinden değeri olarak (tan δ) belirlendi. DMA testleri için 35 x 3 x 0,7 mm³ boyutlarındaki numuneler kullanıldı ve deneyler 1 Hz ve 5 Hz frekanslarında

ve 1x10⁻⁵ ile 2x10⁻³ arasında değişen şekil değiştirme genliklerinde gerçekleştirildi. Zn-Al alaşımlarının oda sıcaklığındaki etkin sönüm mekanizmalarının belirlenebilmesi için, su verilmiş durum ile proses sonrası durum arasındaki sönüm kapasitesi farkının en belirgin olduğu alaşım olan Zn-0,3Al alaşımı kullanılarak 1 Hz frekansta ve bazı şekil değiştirme genliklerinde gerçekleştirilen deneylerden sonra deney öncesinde iyice parlatılan numune yüzeyleri SEM mikroskobu ile incelendi. Böylelikle alaşımların sönüm davranışlarının altında yatan mikroyapısal mekanizmalar aydınlatılmaya çalışıldı.



Şekil 26. Zn-Al alaşımlarının sönüm kapasitelerinin belirlenmesinde kullanılan DMA test yönteminin şematik gösterimi
3. BULGULAR

3.1. İçyapı

3.1.1. İşlem Öncesi Durum

3.1.1.1. Zn-22Al Alaşımı

Zn-22Al alaşımının su verilmiş durumdaki başlangıç içyapısını gösteren SEM resmi Şekil 27'de verilmiştir. Bu şekilden, alaşım belli oranda taneli bölgeler içerse de, içyapıda su verme işlemi sonrası genel olarak döküm aşamasından gelen lamelli bir yapı görülmektedir. Lamelli bölgeleri (LB) daha net görüntüleyebilmek için yüksek çözünürlüklü SEM resimleri Şekil 28'de verilmiştir. Su verme işlemi sonrasında alaşımın içyapısının taneli ve lamelli bölgelerin karışımından oluştuğu bu resimlerden çok daha net bir şekilde görülebilmektedir.



Şekil 27. Zn-22Al alaşımının su verilmiş durumdaki başlangıç içyapısını gösteren SEM resmi



Şekil 28. (a)-(b) Zn-22Al alaşımının su verilmiş durumdaki lamelli içyapısını gösteren yüksek çözünürlüklü SEM resimleri

3.1.1.2. Zn-5Al Alaşımı

Zn-5Al alaşımının su verilmiş durumdaki başlangıç içyapısını gösteren optik mikroskop resimleri ve alaşımın yapısındaki faz bileşimlerini gösteren enerji dağılımı spektrumları (EDS) Şekil 29'da verilmiştir. Bu resimler dikkate alındığında, alaşımın içyapısının su verilmiş durumda çinkoca zengin birincil η-fazı ile ötektik yapıdan oluştuğu görülmektedir. Birincil η-fazı şekil olarak daha çok dairesel formda olup ötektik yapı tarafından çevrelenirken, ötektik yapı bazı bölgelerde lamelli, bazı bölgelerde ise küresel formda (küçük nodüller şeklinde) olacak şekilde dağılmaktadır (Şekil 29(b)). Lamelli yapıdan küresel forma dönüşümün tam olarak gerçekleşememiş olmasını, homojenizasyon işleminin alaşıma uygulanış süresinin kısa olmasına dayandırarak açıklamak mümkündür. Nitekim su verilmiş durumdaki Zn-5Al alaşımına uygulanan homojenizasyon işleminde sürenin uzatılması ile lamelli yapıdan küresel yapıya dönüşümün daha etkin bir şekilde gerçekleştiği rapor edilmiştir [102]. Dolayısıyla alaşıma 320 °C'de 24 saat süre ile uygulanan homojenizasyon işleminin söz konusu dönüşüm için yeteri kadar uzun olmadığı, bu nedenle de içyapıda lamelli ve küresel yapıların bir arada bulunduğu düşünülmektedir.



Şekil 29. (a)-(b) Zn-5Al alaşımının su verilmiş durumdaki başlangıç içyapısını gösteren farklı büyültmelerdeki optik resimler. (c) (b) resminde belirtilen fazların kimyasal yapısını gösteren EDS spektrumları

3.1.1.3. Zn-0,3Al Alaşımı

Zn-0,3Al alaşımının su verilmiş durumuna ait başlangıç içyapısını gösteren optik resim Şekil 30'da verilmiştir. Bu resimden görüldüğü gibi su verilmiş durumdaki alaşım 100 μ m ile 250 μ m arasında değişen tane boyutuna sahip ve alüminyumu yapısında çözündürmüş iri taneli η -fazından oluşmaktadır.



Şekil 30. Zn-0,3Al alaşımının su verilmiş durumdaki başlangıç içyapısını gösteren optik resim

3.1.2. Uygulanan Tane İnceltme Yöntemleri Sonrası Oluşan İçyapılar

3.1.2.1. Zn-22Al Alaşımı

3.1.2.1.1. Proses-1

Proses-1 kapsamındaki işlemler uygulanmış Zn-22Al alaşımının yapısındaki fazların bileşimlerini gösteren EDS spektrumları ve bu spektrumların alındığı noktaları gösteren SEM resmi Şekil 31(a)'da verilmiştir. Bu analiz sonuçlarına göre Zn-22Al alaşımı ile ilgili SEM resimlerinde açık ve koyu tondaki fazların sırası ile η - ve α -fazlarına karşılık geldiği görülmektedir (Şekil 31(a)). Başlangıç yapısı su verilmiş durumda olan alaşıma Proses-1 kapsamında 250 °C'de ve farklı sürelerde uygulanan yaşlandırma işlemleri sonrası elde edilen içyapı resimleri Şekil 31(b)-(g)'de verilmiştir. SEM resimlerinden; su verilmiş durumdaki içyapıya uygulanan 15 dk'lık yaşlandırma işleminin lamelli başlangıç yapısını büyük ölçüde taneli bir yapıya dönüştürdüğü; ancak içyapıda halen az da olsa lamelli bölgelerin var olduğu görülmektedir (Şekil 31(b)-(c)). Yaşlandırma süresinin 30 dk'ya çıkarılması lamelli yapının tamamen ortadan kalkmasına ve bunun yerine taneli bir içyapının oluşmasında neden olmuştur (Şekil 31(d)-(e)). Uygulanan 60 dk'lık yaşlandırma işleminden sonra ise 30 dk süre ile uygulanan yaşlandırma işlemine kıyasla bir miktar tane irileşmesinin olduğu da dikkati çekmektedir (Şekil 31(f) ve (g)).

Bu proseste (Proses-1) gerçekleşen lamelli yapıdan taneli yapıya dönüşümün küreselleşme mekanizması ile gerçekleştiği düşünülmektedir [103, 104]. 15 dk'lık

yaşlandırma işleminde yaşlandırma süresinin küresel dönüşümün tamamlanabilmesi için yeterli olmaması nedeni ile lamelli yapının küreselleşme işlemi tam olarak gerçekleşememiş ve dolayısıyla yapı içerisinde sınırlı sayıda da olsa lamelli bölgeler kalmıştır. Yaşlandırma süresinin artırılması ile birlikte dönüşüm için yeterli zaman sağlandığı için içyapıda lamelli bölgeler tamamen ortadan kalkmış ve bunun yerine taneli bir içyapı elde edilmiştir.

Yapılan çalışmalar bölümünde de belirtildiği gibi, bu çalışmada yaşlandırma işlemi Zn-22Al alaşımına Proses-1'in yanı sıra Proses-2 ve Proses-4 kapsamında uygulanan haddeleme (Proses-2) ve EKAE (Proses-4) işlemleri öncesinde ön işlem olarak da uygulandı. Söz konusu proseslerde yaşlandırma işlemlerini alaşıma Proses-1'de olduğu gibi farklı sürelerde uygulamak yerine, bu çalışmalarda Proses-1'den elde edilen optimum yaşlandırma süresi esas alındı. Bu amaçla, Proses-1 kapsamında alaşıma uygulanan yaşlandırma işlemleri sonrasında elde edilen içyapılar, yüksek miktarda süperplastik uzama için gerekli olan iki mikroyapısal gereklilik dikkate alınarak değerlendirildi. Bunlardan birincisi içyapının işlem sonrasında lamelli yapı içermemesi, ikincisi ise alaşımın mümkün olduğu kadar ince tane yapısına sahip olmasıdır [26]. Bu nedenle, Proses-1 sonrasında gerçekleştirilen mikroyapısal incelemeler göz önüne alındığında, alaşıma 250 °C'de 30 dk süre ile uygulanan yaşlandırma işlemi sonucunda elde edilen içyapı lamelli oluşum içermediği için süperplastisite için uygun bir içyapı olarak değerlendirildi. Her ne kadar 60 dk'lık yaşlandırma işleminden sonra alaşım lamelli yapı içermese de, bu proses 30 dk'lık yaşlandırma işlemine kıyasla belli oranda tane irileşmesine neden olduğu için tercih edilmedi. Dolayısıyla Proses-2 ve Proses-4'de yaşlandırma parametreleri 250 °C sıcaklık ve 30 dk süre olarak belirlendi.

Zn-22Al alaşımına uygulanan Proses-1 işlemi için optimum şart olarak belirlenen 250 °C'de 30 dk'lık yaşlandırma işlemi sonrasında SEM incelemelerinin yanı sıra, alaşımın söz konusu işlem sonrasında tane yapısı ve sınırlarının daha net bir şekilde görülebilmesi için TEM incelemeleri de gerçekleştirilmiştir. Şekil 32'de ve çalışmanın devamında verilen tüm TEM resimlerinde açık ve koyu tonlar sırasıyla alüminyumca zengin α-fazını ve çinkoca zengin η-fazını ifade etmektedir. TEM resimlerine bakıldığında 250 °C'de 30 dk'lık yaşlandırma işleminin eş-eksenli tane yapısına sahip bir içyapı oluşumuna neden olduğu görülmektedir. Bu işlem sonrasında ortalama tane boyutu doğrusal kesiştirme yöntemi kullanılarak 550 nm olarak belirlenirken, içyapı içerisindeki en küçük ve en büyük tane boyutları sırası ile 200 nm ve 1000 nm olarak ölçülmüştür.



Şekil 31. (a) Zn-22Al alaşımının yapısındaki fazların bileşimlerini gösteren EDS spektrumları ve analizlerin yapıldığı noktaları gösteren SEM resmi (b)-(g) alaşıma Proses-1 kapsamında 250 °C'de ve farklı sürelerde uygulanan yaşlandırma işlemleri sonrası elde edilen içyapıları gösteren SEM resimleri: (b)-(c) 15 dk, (d)-(e) 30 dk ve (f)-(g) 60 dk



Şekil 32. (a)-(b) Zn-22Al alaşımına Proses-1 kapsamında 250 °C sıcaklıkta 30 dk'lık süre ile uygulanan yaşlandırma işlemi sonrası oluşan içyapıyı gösteren TEM resimleri

3.1.2.1.2. Proses-2

Proses-1 sonrası (250 °C'de 30 dk yaşlandırma) Zn-22Al alaşımına Proses-2 kapsamında oda sıcaklığında % 50 ve % 60 ezme oranları ile uygulanan haddeleme işlemleri sonrası elde edilen içyapıları gösteren SEM resimleri Şekil 33'de verilmiştir. Söz konusu resimler göz önüne alındığında, genel olarak her iki ezme oranı ile uygulanan haddeleme işleminin Proses-1 sonrası duruma göre bir miktar daha tane incelmesine neden olduğu görülmektedir. SEM resimlerinden elde edilen bir diğer sonuç ise ezme oranını % 50'den (Şekil 33(a)-(b)) % 60'a çıkarmanın (Şekil 33(c)-(d)) nispeten daha ince bir tane yapısının elde edilmesi sonucunu doğurduğudur.

Proses-2 kapsamında en ince tane yapısının elde edildiği durum olan % 60 ezme oranı ile uygulanan haddeleme işlemi sonrası SEM incelemelerine ek olarak TEM incelemeleri de gerçekleştirilmiş ve elde edilen TEM resimleri Şekil 34'de verilmiştir. Bu resimlerden de görüldüğü gibi, Proses-1 sonrası elde edilen taneler Proses-2 işlemi sonrası daha da inceltilmiş ve ortalama 450 nm tane boyutuna sahip bir içyapı elde edilmiştir. Ayrıca elde edilen içyapıda herhangi bir lamelli bölgenin olmayışı aynı durum için verilen SEM görüntülerini de destekler niteliktedir.

Literatürde Zn-22Al alaşımı üzerine yapılan ve tane inceltme yöntemi olarak haddeleme işleminin seçildiği bir çalışmada, 200 °C'nin altında alaşıma % 85 gibi yüksek bir ezme oranı ile uygulanan haddeleme işleminden sonra dahi alaşımın döküm aşamasından

gelen lamelli yapısının tamamen ortadan kaldırılamadığı rapor edilmiştir [105]. Bu çalışmada ise Proses-2 kapsamında % 60 gibi düşük bir ezme oranı ile uygulanan haddeleme işleminden sonra bile içyapıda lamelli bölge oluşumu gözlenmemiştir. Dolayısıyla Zn-22Al alaşımına haddeleme işlemi öncesinde uygulanan bir yaşlandırma adımının süperplastisite için uygun eş-eksenli tanelerden oluşan bir içyapı elde edebilmek için daha etkili bir yöntem olduğu sonucuna varılmıştır. Bu sayede uygulanan birincil yaşlandırma adımı ile lamelli yapı tamamen ortadan kaldırılabilmekte ve ardından uygulanan haddeleme işlemi ile daha fazla oranda bir tane incelmesi elde edilebilmektedir.



Şekil 33. Zn-22Al alaşımına Proses-1 sonrası oda sıcaklığında Proses-2 kapsamında uygulanan farklı oranlardaki haddeleme işlemi sonrası oluşan içyapıları gösteren SEM resimleri: (a)-(b) % 50 ezme oranı ve (c)-(d) % 60 ezme oranı



Şekil 34. (a)-(b) Proses-2 kapsamında Zn-22Al alaşımına oda sıcaklığında ve % 60 ezme oranı ile uygulanan haddeleme işlemi sonrası elde edilen içyapıyı gösteren düşük ve yüksek büyültmeli TEM görüntüleri

3.1.2.1.3. Proses-3

Su verilmiş durumdaki alaşıma sırasıyla % 30 ezme oranında sıcak hadde ve oda sıcaklığında % 30 ezme oranında haddeleme adımlarını içeren Proses-3 işleminin uygulanmasının ardından elde edilen içyapılara ait SEM görüntüleri Sekil 35'de verilmiştir. Birinci işlem adımı olarak uygulanan haddelemede hadde sıcaklığını 100 °C'den (Şekil 35(a)-(b)) 250 °C'ye yükseltmenin (Şekil 35(c)-(d)) oda sıcaklığında uygulanan ikinci hadde adımı sonrasında elde edilen tane boyutunda çok önemli bir değişime neden olmadığı görülmektedir. Öte yandan, birinci hadde adımında haddeleme sıcaklığının 350 °C'ye çıkarılması nispeten daha iri bir tane yapısının oluşmasına neden olmuştur (Şekil 35(e)-(f)). Ayrıca sıcak hadde adımının 350 °C'de uygulanması iki aşamalı hadde işlemi sonrasında su verilmiş durumdaki lamelli yapının tamamen ortadan kaldırılamamasına neden olmuştur. Nitekim bu işlem sonrasında, su verilmiş durumda olduğu gibi içyapıdaki bazı bölgeler taneli yapılardan oluşurken bazı bölgeler ise halen lamelli yapılarını korumaktadır (Şekil 35(e)-(f)). İki aşamalı haddeleme işleminin (sıcak hadde + oda sıcaklığında hadde) Zn-22Al alaşımının içyapısı ve mekanik özellikleri üzerine etkisinin daha iyi anlaşılabilmesi için karşılaştırma amaçlı olarak alaşıma oda sıcaklığında % 60 ezme oranında haddeleme işlemi de uygulanmış ve bu işlem sonrasında elde edilen SEM görüntüleri Şekil 36'da verilmiştir. Zn-22Al alaşımına oda sıcaklığında % 60 ezme oranında hadde uygulamanın, 350 °C'de %

30 + oda sıcaklığında % 30 haddeleme işleminde olduğu gibi su verilmiş durumdaki lamelli yapıyı tamamen ortadan kaldıramadığı gözlenmektedir (Şekil 36(a)-(c)).

Yukarıda da ifade edildiği gibi Zn-22Al alaşımına 200 °C'nin altında % 85 gibi yüksek bir ezme oranı ile uygulanan haddeleme işleminden sonra dahi alaşımın döküm aşamasından gelen lamelli yapısının tamamen ortadan kaldırılamadığı daha önce yapılan bir çalışmada da rapor edilmiştir [105]. Proses-3 kapsamında oda sıcaklığında ve % 60 ezme oranı ile uygulanan haddeleme işlemi sonrasında alınan SEM görüntüleri de bu durumu doğrular niteliktedir (Şekil 36(a)-(c)). Dolayısıyla Zn-22Al alaşımına haddeleme işlemini öncesinde yaşlandırma işlemi uygulamadan tek aşamalı bir şekilde uygulamanın lamel içermeyen bir içyapı elde edebilmek için çok fazla elverişli bir proses olmadığı açıktır. İki aşamalı haddeleme işlemlerinden sonra ise içyapıda lamel oluşumunun sıcak hadde adımının alaşıma uygulandığı sıcaklığa bağlı olduğu görülmektedir. Şöyle ki, % 30 ezme oranında sahip sıcak hadde adımını ötektoid dönüşüm sıcaklığının altında uygulamak (100 °C'de ve 250 °C'de) ikinci hadde adımı sonrası lamel içermeyen bir içyapı oluşumuna neden olmaktadır (Şekil 35(a)-(d)). Diğer taraftan, sıcak hadde adımının 350 °C'de uygulandığı durumda ise döküm aşamasından gelen lamelli yapıyı tamamen ortadan kaldırabilmek mümkün olmamaktadır (Şekil 35(e)-(f)). Bu sonuçlar dikkate alındığında, Zn-22Al alaşımında süperplastisite için uygun bir içyapı (lamel içermeyen) oluşturabilmek için, hadde işleminin alaşıma iki aşamalı (sıcak hadde + oda sıcaklığında hadde) olarak uygulanması daha uygun görünmektedir. Ancak, bu durumda sıcak hadde sıcaklığının alaşımın ötektoid dönüşüm sıcaklığının altında tutulması gerektiği Proses-3 işlemi sonrası elde edilen önemli sonuçlardan biridir.

Her ne kadar Proses-3 işleminde elde edilen içyapılar açısından optimum şart 100 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında hadde olarak gözükse de, 350 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında hadde işleminin ardından içyapıda oluşan lamelli ve taneli yapıyı daha iyi analiz edebilmek için ilave TEM incelemeleri bu şart için gerçekleştirilmiştir. Şekil 37'de verilen TEM resimleri göz önüne alındığında, aynı şartın SEM resimlerinde gözlemlenen lamelli yapı (Şekil 35(e)-(f)) burada da izlenmektedir. Söz konusu lamelli yapının, ortalama tane boyutu 300 nm olarak belirlenen eş-eksenli ultra-ince taneler tarafından çevrelendiği görülmektedir (Şekil 37(a)).



Şekil 35. Proses-3 şartlarında % 30 sıcak hadde + oda sıcaklığında % 30 haddeleme sonrası elde edilen içyapıların SEM resimleri. Sıcak hadde sıcaklıkları: (a)-(b) 100 °C, (c)-(d) 250 °C ve (e)-(f) 350 °C



Şekil 36. (a)-(c) Zn-22Al alaşımına oda sıcaklığında % 60 ezme oranı ile uygulanan haddeleme işlemi sonrası alaşımın içyapısını gösteren SEM resimleri



Şekil 37. (a)-(b) Sıcak hadde adımının 350 °C'de uygulandığı sıcak hadde + oda sıcaklığında haddelemeyi içeren Proses-3 sonrası Zn-22Al alaşımında elde edilen içyapının farklı büyütmelerdeki TEM görüntüleri

3.1.2.1.4. Proses-4

Proses-4 kapsamında alaşıma Proses-1'in ardından (250 °C'de 30 dk yaşlandırma) oda sıcaklığında 1, 4 ve 8 pasoluk EKAE işlemlerinin uygulanması ile elde edilen içyapıların SEM görüntüleri Şekil 38'de verilmiştir. Oda sıcaklığında uygulanan 1 pasoluk EKAE işleminin Proses-1 sonrası elde edilen tane boyutunu bir miktar incelttiği görülmektedir (Şekil 38(a)-(b)). Öte yandan paso sayısını 4 ve 8'e çıkarmanın 1 paso sonrası duruma kıyasla içyapıda radikal bir değişime neden olmamakla birlikte tane yapısını az da olsa inceltmeye devam ettiği ve en ince tane yapısının 8 pasoluk EKAE işleminin ardından elde edildiği dikkati çekmektedir (Şekil 38(c)-(f)).

Diğer proseslerde olduğu gibi bu proses sonrasında da belirlenen tek bir şart için TEM incelemesi gerçekleştirildi. Her ne kadar SEM incelemeleri sonucunda en ince tane yapısının 8 pasoluk EKAE işleminin ardından (Şekil 38(e)-(f)) elde edildiği görülse de, 4 pasoluk EKAE işlemi ile kıyaslandığında içyapılar arasında önemli bir farkın olmamasından dolayı TEM incelemeleri 4 pasoluk EKAE işlemi uygulanan numune kullanılarak gerçekleştirildi. Şekil 39'da verilen TEM resimleri göz önüne alındığında; Proses-4 işleminin (4 pasoluk EKAE işlemi) 400 nm tane boyutuna sahip UİT yapılı bir içyapı oluşumuna neden olduğu görülmektedir. Ayrıca tane sınırlarının oldukça belirgin olduğu ve birbirinden geniş açılı sınırlarla ayrıldığı dikkati çekmektedir. Öte yandan, yapıyı oluşturan fazların (α - ve η fazlarının) içyapı içerisinde homojen bir şekilde dağıldığı ve herhangi bir bölgede faz yığılmasının meydana gelmediği de verilen TEM resimlerinden görülebilmektedir (Şekil 39(a)-(b)).

Proses-2 (Proses-1 + oda sıcaklığında % 60 hadde) ve Proses-4 (Proses-1 + oda sıcaklığında 4 paso EKAE) sonrası gerçekleştirilen TEM incelemelerinden elde edilen görüntüler dikkate alındığında, her iki işlemin de alaşıma Proses-1'den sonra uygulanmış olmasına rağmen Proses-4 sonrası nispeten daha ince tane yapısı elde edildiği görülmektedir. Bu durumun alaşıma Proses-4 kapsamında EKAE işlemi ile aşırı plastik deformasyon uygulanmış olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Zn-22Al alaşımı Proses-2 ve Proses-4 kapsamında her ne kadar oda sıcaklığında plastik deformasyona tabi tutulmuş olsa da, alaşımın düşük ergime noktasından dolayı bu sıcaklık alaşımın ergime sıcaklığının 0,42'sine tekabül etmektedir. Dolayısıyla oda sıcaklığında deforme edildiğinde dahi alaşımın içyapısında deformasyon esnasında dinamik toparlanma/yeniden kristalleşme gerçekleşebilmektedir [15]. Bu bilgiler ışığında, alaşıma Proses-4 kapsamında uygulanan

aşırı plastik deformasyonun, hadde işlemine kıyasla, çökelti parçacıklarının etrafında dinamik yeniden kristalleşme ile yeni tanelerin çekirdeklenebileceği daha fazla deformasyon bölgesinin oluşmasına neden olduğu düşünülmektedir [104]. Dolayısıyla, Proses-4 esnasında Proses-2'ye kıyasla daha fazla çekirdeklenme bölgesinin oluşumu ise nispeten daha düşük tane boyutu elde edilmesi sonucunu beraberinde getirmiştir.



Şekil 38. Zn-22Al alaşımına Proses-1 sonrası oda sıcaklığında uygulanan çok pasolu EKAE işlemleri sonrası elde edilen içyapıları gösteren SEM resimleri: (a)-(b) 1 paso (c)-(d) 4 paso ve (e)-(f) 8 paso



Şekil 39. (a)-(b) Zn-22Al alaşımına Proses-1'i takiben oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk EKAE işlemi sonrası elde edilen içyapının düşük ve yüksek büyütmelerdeki TEM görüntüleri

3.1.2.1.5. Proses-5

Proses-5 kapsamında alaşıma 100 °C, 250 °C ve 350 °C sıcaklıklarında uygulanan 4 pasoluk birinci EKAE adımları sonrasında elde edilen içyapıların SEM görüntüleri Şekil 40'da verilmiştir. EKAE sıcaklığını 100 °C'den 250 °C'ye çıkarılması ile birlikte elde edilen tane boyutunun da arttığı gözlenmektedir. Nitekim verilen SEM resimlerinden 100 °C ve 250 °C'de uygulanan 4 pasoluk EKAE işlemleri sonrasında elde edilen tane boyutları sırasıyla 500 nm (Şekil 40(a)-(b)) ve 1 µm (Şekil 40(c)-(d)) olarak belirlenmiştir. EKAE işleminin alaşıma ötektoid dönüşüm sıcaklığının üzerinde uygulandığı durumda ise tane boyutunun diğer iki duruma kıyasla (100 °C'de ve 250 °C'de uygulanan EKAE işlemlerine kıyasla) daha küçük (250 nm) olduğu görülmektedir (Şekil 40(e)-(f)). Ancak bu işlem sonrasında (350 °C'de 4 pasoluk EAKE işlemi), Proses-3 kapsamında ötektoid dönüşüm sıcaklığının üzerinde uygulanan haddeleme adımı içeren işlemde olduğu gibi, içyapıda lamelli yapılardan oluşan bazı bölgelerin varlığı da dikkatten kaçmamaktadır (Şekil 40(e)-(f)). Sıcak EKAE işlemlerinin alaşımın içyapısı üzerindeki etkilerinin daha iyi anlaşılabilmesi için alaşıma oda sıcaklığında 4 pasoluk EKAE işlemi de uygulanmış ve elde edilen SEM resimleri Şekil 40(g)-(h)'de verilmiştir. Bu resimler göz önüne alındığında oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk EKAE işleminin 350 nm tane boyutuna sahip UİT yapılı bir içyapı oluşumuna neden olduğu görülmektedir.

Şekil 40(c)-(d)'de verilen SEM görüntüleri incelendiğinde; 250 °C'de uygulanan 4 pasoluk EKAE işlemi sonrası elde edilen mikyoyapıda ilginç bir oluşum dikkati çekmektedir. Gerek Proses-5 kapsamında uygulanan birinci EKAE adımları (250 °C dışındaki) ve gerekse diğer tüm prosesler sonrası elde edilen SEM görüntüleri göz önüne alındığında α - ve η - fazları belirgin bir şekilde birbirinden ayrı iken (deformasyon esnasında bu fazlarda tane incelmesi ayrı ayrı gerçekleşirken), 250 °C'de uygulanan EKAE işlemi sonrasında bu fazların iç içe geçmiş durumda oldukları Şekil 40(c)-(d)'den açıkça görülmektedir. Başka bir ifade ile çinkoca zengin η -fazı içerisinde alüminyumca zengin α fazının, benzer şekilde α -fazı içerisinde de η -faz parçacıklarının varlığı ilgili resimlerde belirgin bir şekilde gözükmektedir. Bu durumun, alaşımın ikili faz bölgesinde ($\eta + \alpha$) ve nispeten yüksek bir sıcaklıkta (ötektoid dönüşüm sıcaklığına çok yakın bir sıcaklıkta) deforme edilmiş olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Zn-22Al alaşımının 100 °C'de EKAE işlemine tabi tutulduğu bir çalışmada tane incelmesi esnasında α - ve η -fazlarının birbirine karışmadığı, bunun yerine var olan faz tanelerinin bölünerek yeni ve daha ince taneler oluşturduğu vurgulanmıştır [106]. Bu çalışma kapsamında uygulanan termomekanik işlemler içerisinde sıcaklığın düşük tutulduğu tüm proseslerde bu etkiyi görmek mümkündür. Nitekim söz konusu prosesler sonrası fazlarda herhangi bir yığılma veya fazların karışması gibi durumlar gözlenmemiştir. Öte yandan 250 °C'de uygulanan EKAE işlemi sonrasında alaşımın sahip olduğu içyapı dikkate alındığında, deformasyon esnasında fazların yüksek proses sıcaklığından dolayı karıştığı ve böylelikle α- içerisinde η-fazı, benzer şekilde η - içerisinde de α -fazı bölgelerinin/çökeltilerinin oluştuğu görülmektedir (Şekil 40(c)-(d)).

Birinci EKAE adımlarından sonra oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk ikinci EKAE işlemlerinin alaşımın tane boyutunu birinci adımlara kıyasla daha da incelttiği Şekil 41'de verilen SEM resimlerinden görülebilmektedir. 100 °C ve 250 °C'de uygulanan birinci adımların ardından oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk EKAE işlemleri sonrasında alaşımın tane boyutu sırasıyla 400 nm (Şekil 41(a)-(b)) ve 700 nm (Şekil 41(c)-(d)) olarak belirlenmiştir. Ayrıca ikinci adım olarak oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk EKAE işlemleri sonrasında sonra olarak oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk EKAE işlemi, 350 °C'de uygulanan birinci adımın ardından oluşan lamelli yapıyı tamamen ortadan kaldırmış ve ~200 nm tane boyutuna sahip bir içyapı elde edilmesine neden olmuştur (Şekil 41(e)-(f)). Son olarak, oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrası alaşımın tane boyutu 250 nm'ye kadar düşürülmüştür (Şekil 41(g)-(h)).

250 °C 4 paso + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi için verilen SEM resimleri incelendiğinde, 250 °C'de uygulanan 4 pasoluk EKAE işleminin ardından içyapıda görülen iç içe girmiş faz yapılarının giderildiği, bunun yerine yapı içerisinde homojen bir şekilde dağılmış ve birbirinden belirgin bir şekilde ayrılmış α- ve η-fazlarından oluşan bir içyapının elde edildiği görülmektedir (Şekil 41(c)-(d)). Furukawa ve arkadaşları [107] tarafından yapılan bir çalışmada Zn-22Al alaşımına yüksek basınç altında burma ve EKAE işlemleri ile aşırı plastik deformasyon uygulanması sonucu, deformasyon öncesinde α-fazları içerisinde bulunan çubuksu çinko çökeltilerinin deformasyon esnasında η-fazları tarafından absorbe edildiği belirtilmiştir. Benzer şekilde 250 °C'de 4 pasoluk EKAE işlemi sonrası αfazları içerisinde oluşan çinko çökeltileri ve η-fazları içerisinde oluşan alüminyum çökeltilerinin oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk EKAE işlemi esnasında sırasıyla η- ve α-fazları tarafından absorbe edildiği ve böylelikle her iki fazdan oluşan tanelerin belirgin bir şekilde birbirlerinden ayrıldıkları görülmektedir (Şekil 41(c)-(d)).

Proses-5'de EKAE işlemi Proses-3'deki hadde işleminde olduğu gibi Zn-22Al alaşımına iki aşamalı olarak (sıcak+ oda sıcaklığında) uygulanmıştır. Ancak Proses-3 kapsamında oda sıcaklığında % 60 ezme oranı ile uygulanan hadde ile 350 °C'de % 30 sıcak hadde + oda sıcaklığında % 30 hadde işlemleri sonrası içyapıda lamelli bölgeler varlığını korurken (Şekil 35(e)-(f) ve Şekil 36), Proses-5 kapsamında aynı şartlarda uygulanan EKAE işlemleri sonrasında (oda sıcaklığında 8 paso EKAE ve 350 °C'de 4 paso + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemleri) yapıda herhangi bir lamelli bölge gözlenmemiştir (Şekil 41(e)-(h)). Bu durum Proses-5 kapsamında alaşıma aşırı plastik deformasyon uygulanmış olmasına dayandırılarak açıklanabilir. Hadde işlemi ile alaşımda oluşturulabilecek şekil değişimi (strain) sınırlı (çok düşük) iken, 8 pasoluk EKAE işlemi sonrasında alaşımda ~8 gibi çok yüksek bir şekil değişimi elde edildiği bilinmektedir [72]. Dolayısıyla Proses-5'de alaşıma uygulanan yüksek şekil değişimi miktarının alaşımın yapısında bulunan lamelli yapıyı tamamen ortadan kaldırdığını ve bunun yerine eş-eksenli UİT yapılı bir içyapı oluşumuna neden olduğunu söylemek mümkündür.



Şekil 40. Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında (a)-(b) 100 °C, (c)-(d) 250 °C, (e)-(f) 350 °C ve (g)-(h) oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk birinci aşama EKAE işlemleri sonrası elde edilen içyapıların SEM görüntüleri



Şekil 41. (a)-(f) Zn-22Al alaşımına uygulanan 4 paso sıcak EKAE + oda sıcaklığında 4 paso EKAE (iki aşamalı EKAE) işlemlerinden sonra elde edilen içyapıların SEM görüntüleri; sıcak EKAE sıcaklıkları: (a)-(b) 100 °C, (c)-(d) 250 °C ve (e)-(f) 350 °C. (g)-(h) oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk EKAE işlemi sonrası alaşımın içyapısını gösteren SEM resimleri

Zn-22Al alaşımına uygulanan bütün prosesler göz önüne alındığında en ince tane yapısının elde edildiği Proses-5 sonrası daha detaylı mikroyapısal incelemeler gerçekleştirildi. Bu kapsamda 350 °C'de 4 paso + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi uygulanan numunenin içyapısı TEM, STEM ve EBSD teknikleri kullanılarak incelendi. Şekil 42'de verilen TEM resimleri göz önüne alındığında iki aşamalı EKAE işleminin her iki fazda da belirgin, eş eksenli ve ultra ince tanelerden oluşan bir içyapıya neden olduğu açıkça görülmektedir. Ayrıca EKAE işleminin herhangi bir dislokasyon oluşumuna neden olmadığı yine TEM resimlerinden görülebilmektedir. Alaşımın bu proses sonrası içyapısına ait STEM resimleri faz bileşimlerini gösteren EDS spektrumları ile birlikte Şekil 43'de verilmiştir. TEM resimlerinin tersine STEM resimlerindeki açık ve koyu tonları sırası ile ηve α -fazlarına karşılık gelmektedir (Şekil 43(b)). STEM resimlerinden α - ve η -fazlarının içyapı içerisinde oldukça homojen bir şekilde dağıldığı ve belirli bölgelerde faz yığılması gibi bir durumun söz konusu olmadığı görülmektedir. Ayrıca tane sınırlarının çoğunlukla η/α ve η/η faz sınırlarından oluştuğu dikkati çekmektedir (Şekil 43(a)-(b)). Çinkoalüminyum alaşımlarında tane sınırı kaymasının bu faz sınırlarında α/α faz sınırlarına kıyasla daha kolay gerçekleştiği göz önüne alındığında, oluşan içyapı söz konusu alaşımın yüksek deformasyon hızlarındaki süperplastik davranışının geliştirilebilmesi için oldukça elverişli görülmektedir.

İki aşamalı EKAE işlemi sonrasında elde edilen içyapının tane morfolojisini gösteren EBSD haritası ve EBSD analizi kullanılarak her bir faz için ayrı ayrı oluşturulan tane sınırı açısı, tane boyutu ve tanelerin boy-en oranlarının yüzde dağılımlarını gösteren grafikler Şekil 44'de verilmiştir. Tane sınırı açısının dağılımını gösteren grafikler incelendiğinde her iki faz için de tane sınırlarının neredeyse tamamının (tüm tane sınırlarının % 98'den fazlasının) geniş açılı tane sınırlarından oluştuğu görülmektedir (Şekil 44(b)-(c)). Geniş açılı tane sınırların göre daha kolay gerçekleşmesine, dolayısıyla da süperplastik davranışın gelişmesine neden olmaları açısından son derece önemlidir [108-111]. Tane boyutu dağılımı görülmektedir. Ayrıca, her iki faz tanelerinin kayda değer bir bölümü 100 nm'nin altında tane boyutuna sahiptir (Şekil 44(d)-(e)). Her iki faz taneleri birlikte değerlendirildiğinde ise alaşımın ortalama tane boyutunu 200 nm olduğu belirlenmiştir. Şekil 44(f)-(g)'de verilen tanelerin boy-en oranlarının gafiklerine bakıldığında α - ve η -faz tanelerinin

ortalama boy-en oranlarının sırasıyla 1,45 ve 1,43 olduğu görülmektedir. Ayrıca her iki faz tanelerinin neredeyse yarısının yaklaşık 1 boy-en oranına sahip olduğu dikkati çekmektedir. Bu da göstermektedir ki iki aşamalı EKAE işlemi sonrası içyapıyı oluşturan taneler, yukarıda TEM resimleri açıklanırken de ifade edildiği gibi, eş-eksenli bir morfolojiye sahiptir.

Birinci bölümde de belirtildiği gibi literatürde Zn-22Al alaşımı üzerine yapılan calışmalarda en küçük tane boyutu -70 °C'de gerçekleştirilen kriyojenik haddeleme sonucu 250 nm olarak elde edilmiştir [7]. Ancak söz konusu çalışmada tanelerin boy-en oranlarının 2,6 olduğu ifade edilmiştir. EKAE işlemi içeren çalışmalarda ise en ince tane yapısının oda sıcaklığında uygulanan 4 paso EKAE işlemi sonrası 350 nm olarak kaydedildiği görülmektedir [12]. Öte yandan bu tez çalışması kapsamında alaşıma iki aşamalı olarak uygulanan EKAE işlemi sonrasında (350 °C'de 4 paso sıcak + oda sıcaklığında 4 paso EKAE) ~1,43 boy-en oranna ve 200 nm tane boyutuna sahip tanelerden oluşan bir içyapı elde edilmiştir. Tane boyutundaki söz konusu sıradışı incelmenin alaşıma iki aşamalı olarak uygulanan EKAE isleminin ve bu islemde secilen proses sıcaklıklarının bir sonucu olduğu düşünülmektedir. Alaşıma birinci aşama tek faz bölgesinde (β-fazı) ve her paso sonrası alaşıma su vermek suretiyle gerçekleştirilmiştir. Bu adım alaşımın döküm yapısını tamamen ortadan kaldırmış ve çok ince taneler ile kısmen lamelli bölgeleri bir arada bulunduran bir içyapı oluşumuna neden olmuştur (Şekil 38(e)-(f)). EKAE işleminde sıcaklığı düşürmenin elde edilen tane boyutunu da düşürdüğü bilinmektedir [13]. Ancak Proses-5'in ilk adımı olan sıcak EKAE işlemlerinden elde edilen sonuçlar (Şekil 38'de verilen içyapılar) göz önüne alındığında bu durumun EKAE işleminin Zn-22Al alaşımına ötektoid dönüşüm sıcaklığının altında uygulanması halinde geçerli olduğunu göstermektedir. Bu nedenle ikinci EKAE adımı alaşıma mevcut imkanlar dahilinde mümkün olan en düşük sıcaklıkta (oda sıcaklığında) uygulanmıştır. Böylelikle birinci adıma tabi tutulmuş numuneye ikinci adım kapsamında oda sıcaklığında 4 paso daha EKAE işleminin uygulanması ile birlikte alaşımın tane boyutu daha da inceltilmiştir. İkinci adımın düşük sıcaklıkta (ikili faz bölgesinde) uvgulanmasının bir diğer önemi de α -ve η -fazlarının ayrı ayrı deforme edilerek homojen ve herhangi bir faz yığılması içermeyen bir içyapı elde edilmesinin sağlanmış olmasıdır. Böylelikle mevcut literatür kapsamında en ince tane boyutu 350 °C'de 4 paso sıcak + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi sonrası 200 nm olarak elde edilmiştir.



Şekil 42. Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında ilk aşaması 350 °C'de, ikinci aşaması oda sıcaklığında uygulanan iki aşamalı EKAE işleminden sonra elde edilen içyapının TEM görüntüleri



Şekil 43. (a)-(b) Zn-22Al alaşımına ilk aşaması 350 °C'de, ikinci aşaması oda sıcaklığında uygulanan iki aşamalı EKAE işleminden sonra elde edilen içyapının STEM görüntüleri ve (c) STEM resimlerindeki fazların bileşimlerini gösteren EDS spektrumları



Şekil 44. Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında uygulanan iki aşamalı (350 °C'de sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE) EKAE işleminden sonra elde edilen içyapının (a) EBSD haritası ve (b)-(g) EBSD analizi kullanılarak her bir faz için ayrı ayrı oluşturulan (b)-(c) tane sınırı faz açısı (d)-(e) tane boyutu ve (f)-(g) tanelerin boy-en oranlarının yüzde dağılımlarını gösteren grafikler

3.1.2.2. Zn-5Al Alaşımı

3.1.2.2.1. Proses-3

Proses-3 uygulanmış Zn-5Al alaşımının yapısında bulunan fazları gösteren SEM resmi ve bu resim üzerinde belirtilen noktaların EDS spektrumları Şekil 45(a)'da verilmiştir. EDS spektrumları Zn-22Al alaşımında olduğu gibi açık ve koyu tondaki fazların sırası ile η- ve α-fazlarına karşılık geldiğini göstermektedir. SEM resminde belirtilen 1 ve 2 numaralı fazlar her ne kadar birbirinden farklı görünseler de her iki fazın da neredeyse saf çinkodan oluştuğu anlaşılmaktadır (Şekil 45(a)). Su verilmiş durumdaki Zn-5Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan % 30 sıcak hadde (ayrı ayrı 100 °C ve 250 °C'de) + oda sıcaklığında % 30 hadde işlemlerinden sonra alaşımda oluşan içyapılara ait SEM görüntüleri Şekil 45(b)-(e)'de verilmiştir. Genel olarak, her iki işlem sonrasında da (100 °C'de % 30 sıcak + O.S'da % 30 hadde ve 250 °C'de % 30 sıcak + O.S'da % 30 hadde) α + η fazları karışımından oluşan ve içyapı içerisinde çizgisel bir formda dizilerek η-fazlarını çevreleyen veya lamel görünümünde bir yapı meydana getiren bölgelerin varlığı dikkati çekmektedir (Şekil 45(b) ve (d)). Ancak sıcak hadde adımının 250 °C'de uygulandığı proses sonucunda söz konusu bölgeleri oluşturan faz karışımının nispeten daha kaba ve küresele yakın bir morfolojiye sahip oldukları görülmektedir (Şekil 45(d)-(e)). Sıcak hadde sıcaklığının 100 °C olarak alındığı iki aşamalı haddeleme işleminin alaşıma uygulanması ile birlikte elde edilen içyapıdaki n-fazından oluşan tanelerin ortalama tane boyutu 3,5 µm olarak belirlenmiştir (Şekil 45 (b)-(c)). Ayrıca yapı içerisinde çok büyük (12 µm tane boyutuna sahip) ve çok küçük (1,2 μm tane boyutuna sahip) taneler bir arada bulunmaktadır. Bu yapıda η-fazından oluşan tanelerin içerisinde ve tane sınırlarında boyutları $0,2 \mu m$ ile 1 μm arasında değişen α fazı parçacıklarının dağıldığı da görülmektedir (Şekil 45 (c)). Öte yandan, birinci hadde adımında sıcaklığın 250 °C'ye çıkarılması nispeten daha iri η-fazı tanelerinden meydana gelen bir içyapı oluşumuna neden olmuştur (Şekil 45(d)-(e)). Ancak ilk hadde adımı 100 °C'de uygulanan proses sonrası oluşan taneler daha çok dairesel formda iken (Şekil 45 (c)), alaşıma sıcak hadde adımını 250 °C'de uygulamanın sütunsu bir yapıya sahip (15-20 µm boy 1-6 µm en boyutlarında) tanelerin oluşumuna neden olduğu Şekil 45(e)'den açıkça görülmektedir.



Şekil 45. (a) Zn-5Al alaşımının yapısında bulunan fazları gösteren SEM resmi ve bu resim üzerinde belirtilen noktaların EDS spektrumları. (b)-(e) Alaşıma Proses-3 kapsamında uygulanan % 30 sıcak hadde + oda sıcaklığında % 30 haddeleme işlemleri sonrası elde edilen içyapılara ait SEM resimleri: Sıcak hadde sıcaklıkları: (b)-(c) 100 °C ve (d)-(e) 250 °C

3.1.2.2.2. Proses-6

Zn-5Al alaşımına Proses-6 kapsamında toplamda 4 paso ve 8 paso olmak üzere iki ayrı EKAE işlemi uygulanmış ve bu işlemler sonrasında elde edilen içyapılara ait SEM görüntüleri Şekil 46'de verilmiştir. Her iki EKAE işlemi sonrasında elde edilen içyapılar göz önüne alındığında haddeleme işlemlerine kıyasla dikkati çeken en önemli farklılık içyapıda $\alpha + \eta$ faz karışımından oluşan bölgelerin olmayışı ve α ve η fazlarının birbirinden belirgin bir şekilde ayrılmış olmalarıdır (Şekil 46(a)-(f)). Ayrıca daha çok η -faz sınırlarında yoğunlaştığı görülen α -fazından oluşan tanelerin içyapı içerisindeki dağılımlarının paso sayısının 4'den 8'e çıkarılması ile birlikte daha homojen bir hale geldiği görülmektedir (Şekil 46(d)). Oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk EKAE işlemi alaşımın η -fazı tane boyutunu ~1,2 µm'ye kadar düşürürken (Şekil 46(b)-(c)), paso sayısını 8'e çıkarmak tane boyutunu bir miktar daha incelterek ~0,6 µm değerine düşürmüştür (Şekil 46(e)-(f)).



Şekil 46. Zn-5Al alaşımına Proses-6 kapsamında farklı pasolarda uygulanan EKAE işlemleri sonrası oluşan yeni içyapıları gösteren SEM resimleri: (a)-(c) 4 paso ve (d)-(f) 8 paso EKAE

Zn-5Al alaşımında en ince tane yapısının elde edildiği şart olan oda sıcaklığında 8 pasoluk EKAE işlemi sonrası SEM incelemelerinin yanı sıra TEM ve EBSD gibi daha derinlemesine mikyoyapısal incelemeler de gerçekleştirilmiştir. Şekil 47'de verilen TEM görüntüleri incelendiğinde, oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işleminin çok ince ve nispeten daha iri tanelerin birlikte bulunduğu bi-modal bir içyapının oluşumuna neden olduğu görülmektedir. Ayrıca çok ince tane yapısına sahip alüminyumca zengin α -fazından oluşan tanelerin, SEM görüntülerinde olduğu gibi, çoğunlukla daha büyük tane boyutuna sahip çinkoca zengin η-fazından oluşan tanelerin tane sınırlarında yer aldıkları dikkati çekmektedir (Şekil 47(b)). Söz konusu mikroyapısal oluşum düşük yeniden kristalleşme sıcaklığına sahip η-fazından oluşan tanelerde süperplastik deformasyon esnasında gerçekleşebilecek aşırı tane büyümesinin engellenmesi ve böylelikle stabil bir içyapı oluşturulması açısından önemlidir [112]. Yine verilen TEM resimleri göz önüne alındığında, η -fazından oluşan tanelerin daha çok altıgen görünümlü, α -fazından oluşan tanelerin ise dairesel formda oldukları dikkati çekmektedir. Bunlara ek olarak içyapıda herhangi bir plastik deformasyon etkisi görülmemektedir. Dislokasyon içermeyen ve oldukça belirgin tane sınırlarına sahip bir içyapı oluşumunun düşük ergime sıcaklığından dolayı oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi esnasında dahi alaşımın içyapısında kolaylıkla dinamik yeniden kristalleşme olayının gerçekleşebiliyor olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir [15].

Proses-6 kapsamında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrası Zn-5Al alaşımında oluşan içyapının tane morfolojisini gösteren EBSD haritası ve EBSD analizi kullanılarak oluşturulan tanelerin açısal düzenlerinin (tane sınırı açıları) ve tane boyutunun yüzde dağılımlarını gösteren grafikler Şekil 48'de verilmiştir. Bu grafiklere bakıldığında, α- ve ηfazlarından oluşan tanelerin ortalama tane boyutlarının sırası ile 110 nm ve 540 nm olduğu görülmektedir. α-fazından oluşan tanelerin büyük çoğunluğu 50-200 nm gibi dar bir aralıkta değişen tane boyutuna sahip iken, η-fazından oluşan tanelerin tane boyutlarının 100-2000 nm gibi geniş bir aralıkta değiştiği yine verilen grafiklerden görülebilmektedir (Şekil 48(b)-(c)). Tane sınırı açısının içyapı içerisinde yüzde dağılımının verildiği grafikler incelendiğinde ise, her iki fazdan oluşan tanelerin % 90 gibi çok büyük bir çoğunluğunun birbirinden geniş açılı tane sınırları ile ayrıldığı görülmektedir (Şekil 48(d)-(e)). Söz konusu tane sınırı morfolojisi Zn-5Al alaşımında tane sınırı kaymasının etkin bir şekilde gerçekleşebilmesi ve böylelikle alaşımın oda sıcaklığında süperplastik davranış sergileyebilmesi açısından önemlidir.

Zn-5Al alaşımına oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrasında alaşımda elde edilen bi-modal içyapıya benzer bir oluşum literatürde EKAE işlemi sonrasında Zn-Al alaşımlarında gözlenmemiştir. Esasen Zn-5Al alaşımında elde edilen içyapı klasik türden bir bi-modal içyapı (ince ve kaba tanelerin bir arada bulunduğu) olarak değerlendirilmemektedir. Ancak çift fazlı alaşımlar için UİT yapılı bölgede bi-modal türden bir içyapı olarak değerlendirilebilir. Söz konusu bi-modal içyapı oluşumunun fazların EKAE işlemleri esnasındaki içyapısal dönüşümleri ile ilişkili olduğu düşünülmektedir. Çinkonun α-fazı içerisindeki çözünürlüğü ağırlıkça % 4 iken, alüminyum η-fazında çok az miktarda (% 0,1'in altında) çözünebilmektedir [113]. Bu da çinkoca zengin η-fazının neredeyse tamamının saf çinkodan ibaret olduğu anlamına gelmektedir. Çinko düşük ergime noktası ve yeniden kristalleşme sıcaklığına (-12 °C) sahip olduğu için oda sıcaklığında uygulanan EKAE işlemi sırasında n-fazında kolaylıkla gerçekleşebilen yeniden kristalleşme ve tane büyümesi mekanizmaları beraberinde α-fazından oluşan tanelere kıyasla nispeten iri η-fazı tanelerini beraberinde getirmiştir [7]. Öte yandan alüminyumun sahip olduğu yüksek ergime sıcaklığının bir sonucu olarak α -fazında söz konusu tane irileşmesi gerçekleşmemiş ve dolayısıyla çok ince tane boyutuna sahip α -fazı taneleri elde edilmiştir.



Şekil 47. Zn-5Al alaşımına oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrası alaşımın içyapısını gösteren TEM görüntüleri



Şekil 48. 8 pasoluk EKAE işlemi sonrasında Zn-5Al alaşımının içyapısının (a) EBSD haritası ve (b)-(e) EBSD analizi kullanılarak her bir faz için ayrı ayrı oluşturulan (b)-(c) tane boyutu ve (d)-(e) tane sınırı faz açısının yüzde dağılımlarını gösteren grafikler

3.1.2.3. Zn-0,3Al Alaşımı

3.1.2.3.1. Proses-3

Zn-0,3Al alaşımına tane inceltme amaclı olarak uygulan Proses-3'ün ilk adımı olan % 30'luk sıcak hadde alaşıma 100 °C ve 250 °C olmak üzere iki ayrı sıcaklıkta uygulanmış ve bu ilk adımları takiben alasım oda sıcaklığında % 30'luk ikinci bir haddeleme adımına daha tabi tutulmuştur. Bu iki aşamalı haddeleme işlemlerinin ardından elde edilen içyapılara ait SEM görüntüleri Şekil 49'da verilmiştir. Öncelikle alaşıma uygulanan sıcak hadde adımının sıcaklığını 100 °C'den 250 °C'ye yükseltmenin, alaşıma uygulanan ikinci hadde adımından sonra elde edilen tane boyutunda çok fazla bir değişime neden olmadığı görülmektedir. Bu iki aşamalı haddeleme işlemleri sonrasında ortalama tane boyutları 100 °C + O.S ve 250 °C + O.S için sırası ile \sim 3 µm ve \sim 2,7 µm olarak ölçülmüştür (Şekil 49). Öte yandan, her iki haddeleme işleminin ardından elde edilen içyapılarda yoğun miktarda mikro-gözeneklerin varlığı dikkati çekmektedir (Şekil 49(b) ve (d)). Dolayısıyla uygulanan haddeleme işlemlerinin Zn-0,3Al alaşımının içyapısında bulunan ve döküm aşamasından gelen mikrogözeneklerin tamamen giderilebilmesi için yeterli olmadığı görülmektedir. Diğer taraftan, söz konusu mikro-gözeneklerin varlığı süperplastik deformasyon esnasında bu bölgelerde gerilme yığılmalarına neden olabileceği ve böylelikle elde edilecek süperplastik uzamayı olumsuz yönde etkileyebileceği için olumsuz bir oluşum olarak değerlendirilmektedir [37].



Şekil 49. Zn-0,3Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme sonrası elde edilen içyapılara ait SEM görüntüleri. İlk adımda uygulanan haddeleme sıcaklıkları: (a)-(b) 100 °C ve (c)-(d) 250 °C

3.1.2.3.2. Proses-6

Zn-0,3Al alaşımına oda sıcaklığında rota-A takip edilerek farklı paso sayılarında uygulanan EKAE işlemleri sonrasında elde edilen içyapılara ait SEM resimleri Şekil 50'de verilmiştir. Alaşımın su verilmiş durumda sahip olduğu iri taneli içyapısının oda sıcaklığında uygulanan 1 pasoluk EKAE işlemi sonrasında tamamen ortadan kalktığı ve bunun yerine nispeten uzamış tanelerden oluşan ve ortalama ~5 µm tane boyutuna sahip bir içyapı oluştuğu görülmektedir. Ancak oluşan içyapıda yaklaşık 1 µm uzunluğunda mikrogözeneklerin varlığı dikkati çekmektedir (Şekil 50 (a)-(b)). Öte yandan, paso sayısını artırmak daha ince tane boyutuna sahip ve eş-eksenli tanelerden oluşan içyapıların elde edilmesine neden olurken, 4 ve 5 pasoluk EKAE işlemleri sonrasında elde edilen ortalama tane boyutu değerleri sırasıyla 3,5 µm ve 3,0 µm olarak ölçülmüştür (Şekil 50(c)-(f)). Ayrıca Proses-3 sonrası elde edilen içyapılara kıyasla Proses-6 kapsamında uygulanan 4 ve 5 pasoluk EKAE işlemleri sonrası nispeten çok daha az oranda mikro-gözeneklere sahip içyapıların elde edildiği yine Şekil 50'den görülebilmektedir.

Proses-6 kapsamında Zn-0,3A1 alaşımına uygulanan EKAE işlemleri sonrasında belirlenen tane boyutları göz önüne alındığında EKAE işleminde paso sayısının artırılması ile birlikte elde edilen tane boyutunun düştüğü görülmektedir. Bu durumu paso sayısındaki artış ile birlikte malzemede elde edilen şekil değişimi miktarının da artıyor olmasına dayandırarak açıklamak mümkün görünmektedir. Nitekim literatürde verilen ilgili bağıntılar kullanıldığında, bu çalışmada olduğu gibi 90° iç açıya ve 0° dış yuvarlatma (yay) açısına sahip EKAE kalıbı kullanılarak uygulanan her pasonun ~1 değerinde eş değer bir şekil değişimine karşılık geldiği görülmektedir [72]. Dolayısıyla, uygulanan 5 pasoluk EKAE işlemi sonrasında elde edilecek toplam eş değer şekil değişimi miktarının ~5 olacağı açıktır. Metalik malzemelere uygulanan yüksek miktardaki şekil değişimi ile birlikte alt tane sınırlarının geniş açılı tane sınırlarına dönüştüğü bilinmektedir [72, 114]. Dolayısıyla, 5 pasoluk EKAE işlemi ile alaşıma uygulanan yüksek miktardaki şekil değişiminin bir sonucu olarak bu işlem sonrasında 1 ve 4 pasoluk EKAE işlemlerine kıyasla daha ince tane yapısına sahip bir içyapının elde edildiği düşünülmektedir.



Şekil 50. Zn-0,3Al alaşımına oda sıcaklığında uygulanan EKAE işlemleri sonrası elde edilen içyapıları gösteren SEM resimleri: (a)-(b) 1 paso, (c)-(d) 4 paso ve (e)-(f) 5 paso EKAE

3.1.2.3.3. Proses-7

Proses-7 kapsamında Zn-0,3Al alaşımına ilk adım olarak 100 °C'de % 35'lik ezme oranı ile uygulanan hadde işlemi sonrası elde edilen içyapıya ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 51'de verilmiştir. Bu şekilden, sıcak hadde işleminin alaşımın su verilmiş durumdaki 100–250 µm arasında değişen tane boyutuna sahip iri tanelerden oluşan içyapısını tamamen ortandan kaldırdığı ve bunun yerine ortalama 5 µm tane boyutuna sahip ince tane yapılı bir içyapının oluşumuna neden olduğu görülmektedir. Bu içyapı Proses-7 kapsamında alaşıma ikinci bir adım olarak uygulanan EKAE işlemi öncesi başlangıç içyapısını oluşturmaktadır.



Şekil 51. 100 °C'de % 35 ezme oranı ile uygulanan sıcak hadde işlemi sonrası Zn-0,3Al alaşımında elde edilen içyapının optik mikroskop görüntüsü

Sıcak hadde işlemini takiben alaşıma uygulanan 3 ve 6 pasoluk EKAE işlemleri sonrasında alaşımın sahip olduğu içyapıları gösteren SEM resimleri Şekil 52'de verilmiştir. Sıcak hadde adımının ardından uygulanan 3 pasoluk EKAE işleminin Zn-0,3Al alaşımında bir miktar daha tane incelmesine neden olduğu ve alaşımın ortalama tane boyutunu ~2,2 μ m'ye kadar düşürdüğü görülmektedir (Şekil 52(a)-(b)). Öte yandan paso sayısını 6'ya çıkarmanın 3 paso sonrası elde edilen içyapıda dikkate değer bir değişime neden olmadığı, tane boyutunu ancak 2 μ m'ye kadar inceltebildiği dikkati çekmektedir (Şekil 52(c)-(d)).



Şekil 52. Zn-0,3Al alaşımına % 35'lik ezme oranında uygulanan sıcak haddeleme sonrası farklı paso sayılarında uygulana EKAE işlemleri ile elde edilen içyapıları gösteren SEM resimleri: (a)-(b) 3 paso ve (c)-(d) 6 paso EKAE

Zn-0,3Al alaşımına uygulanan prosesler içerisinde en ince tane boyutunun elde edildiği şart olan % 35 sıcak hadde + 6 pasoluk EKAE işlemi sonrası yapılan SEM incelemelerine ek olarak TEM incelemeleri de gerçekleştirilmiştir. % 35 sıcak hadde işleminin ardından uygulanan 6 pasoluk EKAE sonrası EKAE işlem numunesinin akış düzlemi ve dik kesit düzlemi üzerinden gerçekleştirilen mikroyapısal incelemeler sonucunda elde edilen TEM resimleri Şekil 53'de verilmiştir. Ayrıca alaşımın yapısındaki matris fazı ve çökelti parçacıklarına ait EDS analiz sonuçları analizlerin gerçekleştirildiği noktaları gösteren TEM görüntüsü ile birlikte Şekil 54'de verilmiştir. TEM resimleri göz önüne alındığında; EKAE işleminin her iki düzlemde de η-matris fazında kayda değer bir tane incelmesine neden olduğunu söylemek mümkündür. Nitekim η-matris fazının ortalama tane boyutu SEM resimlerinden de belirlendiği gibi 2 μm olarak ölçülmüştür (Şekil 53). Ayrıca matris fazının tane sınırlarının oldukça belirgin olduğu ve EKAE işleminin her iki düzlemde de eş-eksenli tanelerden oluşan bir içyapı oluşumuna neden olduğu yine verilen TEM dairesel şekilli alüminyumca zengin α -parçacıklarının içyapı içerisinde homojen bir şekilde dağıldığı da TEM resimlerinden gözlemlenen bir diğer sonuçtur (Şekil 53). Bu UİT yapısına sahip α -parçacıkları süperplastik deformasyon esnasında η -matris fazına ait tanelerin aşırı büyümelerini engelleyecek bir rol oynamaları ve böylelikle stabil bir içyapı oluşturmaları açısından önemlidir [112].

Metalik malzemelere rota-A'da uygulanan EKAE işlemlerinde EKAE işlem numunesinin akış düzleminde uzamış tanelerden oluşan bir içyapı elde edildiği bilinmektedir [72, 115, 116]. Oysaki bu çalışmada, Zn-0,3Al alaşımına sıcak hadde adımını takiben rota-A'da uygulanan 6 pasoluk EKAE işlemi sonrasında akış düzlemindeki tanelerde plastik deformasyona dayalı böyle bir uzama söz konusu değildir. Zn-22Al ve Zn-5Al alaşımlarında olduğu gibi, bunun nedeninin alaşıma uygulanan EKAE işlemi esnasında alaşımın matris fazında meydana gelen dinamik yeniden kristalleşme olduğu düşünülmektedir. Her ne kadar EKAE işlemi alaşıma oda sıcaklığında uygulanmış olsa da, alaşımın matris fazının sahip olduğu düşük yeniden kristalleşme sıcaklığı (-12 °C) nedeni ile EKAE işlemi esnasında matris fazında dinamik yeniden kristalleşme gerçekleşebilmektedir [15]. Dolayısıyla söz konusu dinamik yeniden kristalleşmenin bir neticesi olarak EKAE işlemi sonrasında her iki düzlemde de dislokasyon içermeyen ve eş-eksenli tanelerden oluşan bir içyapı elde edilmiştir.



Şekil 53. Zn-0,3Al alaşımına % 35 sıcak hadde işleminin ardından oda sıcaklığında uygulanan 6 pasoluk EKAE işlemi sonrası farklı düzlemlerde elde edilen içyapılara ait TEM resimleri: (a) akış düzlemi ve (b) dik kesit düzlemi



Şekil 54. (a) Zn-0,3Al alaşımına % 35 sıcak hadde + oda sıcaklığında 6 pasoluk EKAE işlemi sonrası elde edilen içyapıda EDS analizinin gerçekleştirildiği noktaları gösteren TEM görüntüsü ve (b) bu noktalardan elde edilen EDS spektrumları

3.2. Mekanik Özellikler

3.2.1. Gerilme-Şekil Değiştirme Davranışları

3.2.1.1. İşlem Öncesi Durumda Gerilme-Şekil Değiştirme Davranışları

Şekil 55, 56 ve 57'de su verilmiş alaşımlar kullanılarak farklı deformasyon hızlarında gerçekleştirilen çekme deneylerinden elde edilen gerilme-uzama diyagramları verilmiştir. Zn-22Al alaşımı ile ilgili Şekil 55'de verilen grafikler dikkate alındığında, alaşımın her üç deformasyon hızında da klasik iri tane yapılı malzemelerde gözlemlenen deformasyon sertleşmesi davranışı yerine, akma noktasından sonra deformasyon yumuşaması davranışı sergilediği görülmektedir. Şöyle ki gerilme değeri maksimuma ulaştıktan sonra alaşımın dayanımı hızla düşmüş ve alaşım oldukça belirgin bir deformasyon yumuşaması davranışı göstermiştir. Öte yandan Zn-5Al (Şekil 56) ve Zn-0,3Al (Şekil 57) alaşımlarının su verilmiş durumda Zn-22Al alaşımının aksine tüm deformasyon hızlarında iri taneli malzemelerde olduğu gibi belirgin deformasyon sertleşmesi davranışı gösterdikleri görülmektedir.


Şekil 55. Su verilmiş durumdaki Zn-22Al alaşımının farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları



Şekil 56. Su verilmiş durumdaki Zn-5Al alaşımının farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları



Şekil 57. Su verilmiş durumdaki Zn-0,3Al alaşımının farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları

3.2.1.2. Uygulanan Tane İnceltme Yöntemleri Sonrası Gerilme-Şekil Değiştirme Davranışları

Mikroyapısal incelemeler neticesinde Zn-22Al alaşımına uygulanan beş prosesin her biri için optimum proses şartları olarak belirlenen şartlar (TEM incelemelerinin gerçekleştirildiği şartlar) sonrası farklı deformasyon hızlarında deforme edilen alaşıma ait gerilme-şekil değiştirme diyagramları Şekil 58-62'de verilmiştir. Söz konusu şekillere bakıldığında, tüm prosesler sonrası alaşımın benzer gerilme-şekil değiştirme davranışı sergilediği görülmektedir. Nitekim gerilme değerinin maksimuma ulaştıktan sonra düşük deformasyon hızlarında yavaş yavaş, yüksek deformasyon hızlarında ise (özellikle 1x10⁻¹ s⁻ ¹'de) ani bir şekilde düştüğü (Şekil 58-62) ve sonrasında çekme deneyi numunesinde kopma meydana geldiği gözlenmektedir. Dolayısıyla proses öncesi su verilmiş durumda olduğu gibi, Zn-22Al alaşımı beş proses sonrasında da tüm deformasyon hızlarında belirgin bir deformasyon yumuşaması davranışı göstermiştir. Ancak, 1x10⁻¹ s⁻¹ deformasyon hızılarında (yüksek deformasyon hızlarında) deformasyon yumuşaması davranışının tüm prosesler kapsamında en iri tane boyutunun elde edildiği Proses-1 sonrasında diğer proseslere kıyasla daha az belirgin olduğu görülmektedir (Şekil 58). Öte yandan, tane boyutu küçüldükçe deformasyon yumuşaması davranışı yüksek deformasyon hızıları da dahil tüm deformasyon hızlarında daha belirgin hale gelmektedir. Bu da Zn-22Al alaşımında gerilme-şekil değiştirme eğrisinin karakteristiğinin tane boyutuna bağımlı olduğunu göstermektedir. Bunlara ek olarak, uygulanan prosesler sonrası yüksek miktarda uzamanın elde edildiği deformasyon hızlarında (özellikle Proses-4 sonrası $1x10^{-2}$ s⁻¹'de ve Proses-5 sonrası $5x10^{-2}$ s⁻¹'de) gerilme şekil değiştirme eğrilerinin kararlı bir yapıya sahip oldukları (deformasyon yumuşaması başladıktan sonra gerilmenin yavaş yavaş düştüğü) görülmektedir (Şekil 61 ve 62).



Şekil 58. Zn-22Al alaşımına Proses-1 kapsamında uygulanan 250 °C'de 30 dk'lık yaşlandırma işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları



Şekil 59. Zn-22Al alaşımında Proses-2 kapsamında uygulanan 250 °C'de 30 dk yaşlandırma + O.S.'da % 60 haddeleme işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları



Şekil 60. Zn-22Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan 350 °C'de % 30 sıcak hadde + O.S.'da % 30 haddeleme işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları



Şekil 61. Zn-22Al alaşımına Proses-4 kapsamında uygulanan 250 °C'de 30 dk yaşlandırma + O.S.'da 4 paso EKAE işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları



Şekil 62. Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında uygulanan 350 °C'de 4 paso sıcak EKAE + O.S.'da 4 paso EKAE işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları

Mikroyapısal incelemeler neticesinde Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarına uygulanan tane inceltme proseslerinin her biri için optimum proses şartları olarak belirlenen şartlar sonrası farklı deformasyon hızlarında gerçekleştirilen çekme deneylerinden elde edilen gerilme-şekil değiştirme diyagramları sırası ile Şekil 63-64 ve Şekil 65-67'de verilmiştir. Alaşımlara uygulanan prosesler sonrası su verilmiş durumlarının aksine bütün deformasyon hızarında Zn-22Al alaşımında olduğu gibi deformasyon yumuşaması davranışı gözlenmiştir (Şekil 63-67). Ancak, söz konusu deformasyon yumuşaması davranışının her iki alaşımda da tüm prosesler sonrası düşük deformasyon hızlarında oldukça belirgin olduğu, yüksek deformasyon hızlarında $(1x10^{-2} \text{ s}^{-1} \text{ ve } 1x10^{-1} \text{ s}^{-1})$ ise Zn-22Al alaşımında olduğu gibi tane boyutuna bağımlı hale geldiği yine Şekil 63-67'den açıkça görülebilmektedir. Nitekim 1x10⁻ ¹ s⁻¹ deformasyon hızında deformasyon yumuşaması davranışının Zn-5Al için Proses-6 sonrası (Şekil 64, tane boyutu 0,54 µm) Proses-3'e kıyasla (Şekil 63, tane boyutu 3,5 µm), Zn-0.3Al alaşımı için ise Proses-7 sonrası (Şekil 67, tane boyutu 2 µm) Proses-3 (Şekil 65, tane boyutu 3 µm) ve Proses-6'ya kıyasla (Şekil 66, tane boyutu 3 µm) daha belirgin hale geldiği görülmektedir. Bunlara ek olarak, Zn-22Al alaşımında olduğu gibi, her iki alaşımda da yüksek uzama değerlerinin elde edildiği deformasyon hızlarında (Zn-5Al alaşımında Proses-6 sonrası 1x10⁻³ s⁻¹'de (Şekil 64), Zn-0,3Al alaşımında Proses-6 ve Proses-7 sonrası 1x10⁻⁴ s⁻¹'de (Şekil 66 ve Şekil 67) oldukça kararlı gerilme-şekil değiştirme diyagramları elde edilmiştir.



Şekil 63. Zn-5Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan 100 °C'de % 30 sıcak hadde + O.S'da % 30 haddeleme işlemi sonrası alaşımın gerilme-şekil değiştirme diyagramları



Şekil 64. Zn-5Al alaşımına Proses-6 kapsamında oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrası alaşımın gerilme-şekil değiştirme diyagramları



Şekil 65. Zn-0,3Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan 100 °C'de % 30 sıcak hadde + O.S'da % 30 haddeleme işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları



Şekil 66. Zn-0,3Al alaşımına Proses-6 kapsamında oda sıcaklığında uygulanan 5 pasoluk EKAE işlemi sonrası alaşımın farklı deformasyon hızlarındaki gerilme-şekil değiştirme diyagramları



Şekil 67. Zn-0,3Al alaşımına Proses-7 kapsamında uygulanan 100 °C'de % 35 sıcak hadde + O.S'da 6 paso EKAE işlemi sonrası alaşımın gerilme-şekil değiştirme diyagramları

3.2.2. Deformasyon Hızı - Mekanik Özellik İlişkisi

3.2.2.1. İşlem Öncesi Durum

3.2.2.1.1. Zn-22Al Alaşımı

Uygulanan tane inceltme işlemleri öncesi su verilmiş durumdaki Zn-22Al alaşımına ait kopma uzaması ve akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimleri Şekil 68'de verilmiştir. Su verilmiş durumdaki alaşımın tüm deformasyon hızlarında yüksek sayılabilecek kopma uzaması değerlerine sahip olduğu görülmektedir (Şekil 68(a)). Nitekim kopma uzaması değerleri % 85 ($1x10^{-1} s^{-1}$ 'de) ile % 105 ($1x10^{-3} s^{-1}$ 'de) arasında değişmektedir. Akma dayanımınını ise deformasyon hızına nispeten duyarlı olduğu Şekil 68(b)'den açıkça görülmektedir. Nitekim $1x10^{-3} s^{-1}$ deformasyon hızında 255 MPa olan akma dayanımı değeri $1x10^{-1} s^{-1}$ deformasyon hızında 420 MPa'a kadar yükselmiştir.



Şekil 68. Tane inceltme işlemleri öncesi su verme işlemine (başlangıç durumu) tabi tutulmuş Zn-22Al alaşımının (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler

3.2.2.1.2. Zn-5Al Alaşımı

Şekil 69'da prosesler öncesi başlangıç durumu olan su verme işlemine tabi tutulmuş Zn-5Al alaşımının kopma uzaması ve akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişim grafikleri verilmiştir. Su verilmiş durumdaki alaşımda oldukça düşük uzama değerlerinin kaydedildiği ve tüm deformasyon hızlarında kopma uzamasının % 6'dan daha düşük olduğu görülmektedir (Şekil 69(a)). Akma dayanımı değerlerinde ise deformasyon hızının artırılması ile çok küçük değişiklikler gözlenmekle birlikte, saçılımlar da göz önüne alındığında akma dayanımının bu şartlarda deformasyon hızından bağımsız olduğunu söylemek mümkündür. Akma dayanımın minimum ve maksimum değerleri sırasıyla 1x10⁻⁴ s^{-1} ve 1x10⁻¹ s^{-1} deformasyon hızlarında 260 MPa ve 305 MPa olarak belirlenmiştir (Şekil 69(b)).



Şekil 69. Tane inceltme işlemleri öncesi su verme işlemine (başlangıç durumu) tabi tutulmuş Zn-5Al alaşımının (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler

3.2.2.1.3. Zn-0,3Al Alaşımı

Su verilmiş (başlangıç durumu) Zn-0,3Al alaşımının kopma uzaması ve akma dayanımının deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler Şekil 70'de verilmiştir. Zn-5Al alaşımında olduğu gibi Zn-0,3Al alaşımı da su verilmiş durumda oldukça düşük bir uzama davranışı göstermiş ve kopma uzaması değerleri tüm deformasyon hızlarında % 6'nın

altında ölçülmüştür (Şekil 70(a)). Su verme işleminden sonra alaşımın akma dayanımının ise deformasyon hızından bağımsız olduğu Şekil 70(b)'den açıkça görülmektedir. Alaşımın su verilmiş durumdaki akma dayanımı 175 MPa ile 210 MPa arasında değişmektedir.



Şekil 70. Tane inceltme işlemleri öncesi su verme işlemine (başlangıç durumu) tabi tutulmuş Zn-0,3Al alaşımının (a) kopma uzaması (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler

3.2.2.2. Uygulanan Tane İnceltme Yöntemleri Sonrası Deformasyon Hızı-Mekanik Özellik İlişkileri

3.2.2.2.1. Zn-22Al Alaşımı

Proses-1 kapsamında Zn-22Al alaşımına 250 °C'de ve farklı sürelerde uygulanan yaşlandırma işlemleri sonrasında alaşımın kopma uzaması değerlerinin deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler su verilmiş durumdaki değerler ile birlikte Şekil 71(a)'da verilmiştir. Uygulanan 15 dk'lık yaşlandırma işleminin ardından kopma uzamasının su verilmiş durum ile karşılaştırıldığında tüm deformasyon hızlarında belirgin bir artış gösterdiği Şekil 71(a)'da görülmektedir. Bu yaşlandırma işleminin ardından maksimum kopma uzaması 1×10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızında % 195 (su verilmiş durumun neredeyse iki katı) olarak elde edilirken, 1x10⁻³ ve 1x10⁻¹ s⁻¹ deformasyon hızlarında kopma uzaması değerleri sırası ile % 180 ve % 120 olarak ölçülmüştür. Öte yandan, 30 dk'lık yaşlandırma işlemi kopma uzamasında 15 dk'lık yaşlandırma işlemine kıyasla 1x10⁻³ s⁻¹ ve 1x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızlarında kayda değer bir değişikliğe neden olmazken, kopma uzaması 1x10⁻ ¹ s⁻¹ deformasyon hızında bir miktar azalmış ve % 70'e düşmüştür. Yaşlandırma süresini 60 dk'ya yükseltmek ise elde edilen uzamayı yüksek deformasyon hızlarında daha da düşürmüş (kopma uzaması $1x10^{-2}$ s⁻¹'de % 135 ve $1x10^{-1}$ s⁻¹'de % 45) ancak $1x10^{-3}$ s⁻¹ deformasyon hızında saçılımlar da dikkate alındığında kopma uzamasında herhangi bir değişikliğe neden olmamıştır (Şekil 71(a)).

Şekil 71(b)'de Zn-22Al alaşımına uygulanan Proses-1 işlemi sonrasında alaşımın akma dayanımının deformasyon hızı ile değişim eğrileri verilmiştir. Alaşıma uygulanan 15 dk ve 30 dk'lık yaşlandırma işlemleri sonrası alaşımın akma dayanımı su verilmiş duruma kıyasla deformasyon hızına daha duyarlı hale gelmiştir. Öte yandan 15'lık yaşlandırma işlemi alaşımın akma dayanımında su verilmiş durum dikkate alındığında tüm deformasyon hızlarında belirgin bir düşüşe neden olurken, yaşlandırma süresinin artırılması ile birlikte akma dayanımının da tekrar yükseldiği görülmektedir. Nitekim yaşlandırma süresini 60 dk'ya çıkarmak akma dayanımının da su verilmiş durumun üzerine (özellikle $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ve $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızlarında) çıkmasına neden olmuştur.



Şekil 71. Zn-22Al alaşımına uygulanan Proses-1 sonrası alaşımın (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler

Zn-22Al alaşımına Proses-2 kapsamında Proses-1'i takiben oda sıcaklığında ayrı ayrı % 50 ve % 60 ezme oranları ile uygulanan haddeleme işlemleri sonrası gerçekleştirilen çekme deneylerinden elde edilen uzama değerlerinin ve akma dayanımlarının deformasyon hızı ile değişim grafikleri Şekil 72'de verilmiştir. Şekilde ayrıca Proses-1'den (250 °C'de 30 dk yaşlandırma) elde edilen değerler de karşılaştırma amaçlı olarak gösterilmiştir. Proses-1 işlemine tabi tutulmuş numuneye oda sıcaklığında % 50 ezme oranında hadde işlemi uygulanması ile birlikte kopma uzamasında bir miktar artış gerçekleşmiş (özellikle yüksek deformasyon hızlarında) ve maksimum uzama $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızında % 210 olarak elde edilmiştir (Şekil 72(a)). Bu işlem sonrasında 1×10^{-3} , 1×10^{-1} ve $1 \times 10^{0} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızlarında ise kopma uzaması sırası ile % 190, % 175 ve % 95 olarak ölçülmüştür.

Haddeleme işleminde ezme oranını % 60'a yükseltmek ise kopma uzamasını $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızında % 260'a yükseltmiş, ancak diğer deformasyon hızlarında % 50 oranındaki haddeleme işlemine kıyasla kopma uzamasında herhangi bir değişime neden olmamıştır.

Proses-2 sonrası alaşımın akma dayanımının deformasyon hızı ile değişim eğrilerinin verildiği Şekil 72(b)'ye bakıldığında, % 50 ezme oranı ile uygulanan hadde işleminin akma dayanımında Proses-1 sonrası duruma kıyasla özellikle düşük deformasyon hızlarında ciddi bir düşüşe neden olduğu görülmektedir (Şekil 72(b)). Hadde oranını % 50'den % 60'a çıkarmak ise akma dayanımında kayda değer bir değişikliğe neden olmamıştır.



Şekil 72. Zn-22Al alaşımına uygulanan Proses-2 sonrası elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler

Su verilmiş durumdaki Zn-22Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan % 30 sıcak hadde + oda sıcaklığında % 30 haddeleme işlemleri sonrası elde edilen kopma uzaması değerlerinin deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler su verilmiş durumda elde edilen değerler ile birlikte Şekil 73(a)'da verilmiştir. Şekilde ayrıca oda sıcaklığında % 60 ezme oranı ile uygulanan haddeleme işleminden elde edilen değerler de karşılaştırma amacı ile gösterilmiştir. Proses-3 sonrası maksimum uzama 100 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme islemi sonrası 1×10^{-1} s⁻¹ deformasyon hızında % 310 olarak elde edilirken, kopma uzaması değeri bu deformasyon hızının altındaki ve üstündeki hızlarda düşmüştür. Görüldüğü gibi bu işlem sonrası kaydedilen maksimum uzama değeri su verilmiş durumda elde edilen maksimum uzamanın (% 105) neredeyse üç katına karşılık gelmektedir. Ayrıca % 300'ün üzerinde uzama alaşıma bu aşamaya kadar uygulanan üç proses kapsamında ilk defa bu işlem sonrasında elde edilmiştir. Sıcak hadde sıcaklığının 250 °C olarak alındığı işlem sonrasında da yüksek kopma uzaması değeri elde edilmiş (% 290), ancak söz konusu uzama 1×10^{-3} s⁻¹ gibi düşük bir deformasyon hızında kaydedilmiştir. Deformasyon hızını artırmak, kopma uzamasını hızla düşürmüş ve kopma uzaması 1x10⁻² s⁻ ¹, 1×10^{-1} s⁻¹ ve 1×10^{0} s⁻¹ deformasyon hızlarında sırası ile % 265, % 140 ve % 95 olarak belirlenmiştir. Öte yandan, Proses-3 kapsamındaki diğer iki işlem sonrası (oda sıcaklığında % 60 haddeleme ve 350 °C' de sicak hadde + oda sicakliğinda haddeleme) elde edilen kopma uzaması değerlerinin tüm deformasyon hızlarında % 200'ün altında olduğu yine Şekil 73(a)'dan görülebilmektedir. Öyle ki, 350 °C + oda sıcaklığında uygulanan haddeleme işlemi maksimum kopma uzamasını ancak % 105'ten % 150'ye kadar yükseltebilmiştir.

Zn-22Al alaşımına uygulanan ilk üç proses sonrası elde edilen kopma uzaması değerleri göz önüne alındığında % 300'ün üzerinde uzamanın ilk defa Proses-3 sonrası kaydedildiği görülmektedir. Bu proseste taranan hadde sıcaklıkları dikkate alındığında ise, Zn-22Al alaşımına yalnızca oda sıcaklığında hadde uygulamak yerine, sıcak hadde ve oda sıcaklığında hadde adımlarını içeren bir hibrit işlem uygulamanın alaşımda yüksek miktarda uzama elde edebilmek için daha uygun bir yöntem olduğu açıkça görülebilmektedir. Proses-3'ten elde edilen bir diğer sonuç, sıcak hadde adımında sıcaklığı düşürmenin ikinci hadde adımından sonra hem kopma uzamasını artırdığı, hem de maksimum uzamanın daha yüksek deformasyon hızlarında elde edilmesine neden olduğudur. Nitekim yukarıda da belirtildiği gibi Proses-3 sonrası maksimum uzama 100 °C + oda sıcaklığında uygulanan iki aşamalı haddeleme işlemi sonrasında kaydedilmiştir.

Proses-3 sonrası Zn-22Al alaşımının akma dayanımının deformasyon hızı ile değişimi Şekil 73(b)'de verilmiştir. Tüm deformasyon hızlarında en düşük akma dayanımı değerlerinin Proses-3 sonrası en yüksek uzamanın elde edildiği şart olan 100 °C + oda sıcaklığında haddeleme işlemi sonrası kaydedildiği görülmektedir. En yüksek akma dayanımı değerleri ise en düşük kopma uzamasının elde edildiği işlem sonrasında (350 °C + oda sıcaklığında haddeleme) kaydedilmiştir. Diğer işlemlerden (oda sıcaklığında % 60 haddeleme ve 250 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme) elde edilen akma dayanımları da, kopma uzamasında olduğu gibi, bu iki işlemden (100 °C'de sıcak + oda sıcaklığında hadde ve 350 °C'de sıcak + oda sıcaklığında hadde) elde edilen akma dayanımı değerleri arasında dağılım göstermektedir (Şekil 73(b)).



Şekil 73. Zn-22Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan iki aşamalı (hibrit) haddeleme işlemleri sonrası elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler

Bu çalışma kapsamında Zn-22Al alaşımına APD yöntemlerinden EKAE işleminin uygulandığı ilk proses olan Proses-4 (Proses-1 (250 °C'de 30 dk. yaşlandırma) + oda sıcaklığında EKAE) sonrası elde edilen kopma uzaması değerleri Proses-1'den elde edilen sonuçlar ile birlikte Şekil 74(a)'da verilmiştir. Proses-1 sonrası alaşıma oda sıcaklığında 1 paso EKAE işlemi uygulamak alaşımın kopma uzamasının tüm deformasyon hızlarında yükselmesine neden olmuş ve bu işlem sonrasında maksimum uzama $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızında % 290 olarak elde edilmiştir. $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızında da bu değere yakın bir uzama kaydedilirken (% 270), 1×10^{-3} ve $1 \times 10^{0} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızlarında kopma uzaması değerlerinin nispeten düşük olduğu görülmektedir ($1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ve $1 \times 10^{0} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızında daha da artırarak $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 'de % 370'e kadar yükseltmiş, diğer hızlarda ise önemli bir değişikliğe neden olmamıştır. Öte yandan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrasında 4 pasoluk işleme kıyasla kopma uzamasında kayda değer bir değişiklik meydana gelmezken Proses-4 işlemi sonrası maksimum uzama bu işlem sonrası $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızında % 380 olarak elde edilmiştir (Şekil 74(a)).

Proses-1 uygulanmış Zn-22Al alaşımının akma dayanımının alaşıma Proses-4'ün uygulanması ile birlikte önemli ölçüde düştüğü Şekil 74(b)'de görülmektedir. Öyle ki, oda sıcaklığında uygulanan 1 pasoluk EKAE işlem sonrası 1x10⁻³ s⁻¹ deformasyon hızında akma dayanımı 170 MPa'dan 120 MPa'a kadar düşmüştür. Benzer şekilde akma dayanımında diğer deformasyon hızlarında da belirgin bir düşüş söz konusudur. Öte yandan EKAE işleminde paso sayısını 4'e ve 8'e çıkarmanın 1 paso sonrası duruma kıyasla alaşımın akma dayanımında herhangi bir değişime neden olmadığı da yine Şekil 74(b)'den görülebilmektedir.



Şekil 74. Zn-22Al alaşımına Proses-4 kapsamında uygulanan işlemler sonrası (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler

Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında uygulanan ve sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE adımlarını içeren iki aşamalı EKAE işleminin ilk adımından (4 paso sıcak EKAE) elde edilen kopma uzaması değerleri su verilmiş durumdaki değerler ile birlikte Şekil 75(a)'da verilmiştir. Şekilde ayrıca oda sıcaklığında uygulanan 4 pasoluk EKAE işleminden elde edilen sonuçlar da gösterilmiştir. Sıcak EKAE işlemlerine bakıldığında, maksimum uzama değerinin 100 °C'de uygulanan 4 paso EKAE işlemi sonrası 1×10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızında ~% 310 olarak elde edildiği görülmektedir. EKAE sıcaklığını 250 °C'ye yükseltmek kopma uzamasının 1×10^{0} s⁻¹ dışındaki tüm deformasyon hızlarında önemli ölçüde düşmesine neden olmuş ve maksimum uzama % 200'e (1×10^{-3} s⁻¹'de) kadar düşmüştür. EKAE işlem

uzamasında başlangıç durumuna (su verilmiş durum) kıyasla kayda değer bir değişime neden olmamıştır. Öyle ki kopma uzamasının bu işlem sonrasında maksimum değeri % 105 olarak kaydedilmiştir. Öte yandan, EKAE işlemini oda sıcaklığında uygulamak sıcak EKAE işlemlerine kıyasla daha yüksek uzama değerini beraberinde getirmiş ve 4 pasoluk EKAE işlemi sonrasında maksimum uzama 1×10^{-1} s⁻¹ deformasyon hızında % 350 olarak elde edilmiştir (Şekil 75(a)).

Proses-5 işleminin ilk EKAE adımları sonrasında Zn-22Al alaşımının akma dayanımının deformasyon hızı ile değişimini gösteren eğriler Şekil 75(b)'de verilmiştir. EKAE sıcaklığını düşürmek alaşımın akma dayanımının da düşmesine neden olmuştur. Nitekim su verilmiş durumda akma dayanımı 1x10⁻³ s⁻¹ deformasyon hızında 255 MPa iken, alaşıma oda sıcaklığında uygulanan 4 paso EKAE işlemi sonrası bu değer 100 MPa'a kadar düşmüştür. 100 °C uygulanan EKAE işlemi de su verilmiş durumdaki alaşımın akma dayanımında tüm deformasyon hızlarında ciddi bir düşüşü beraberinde getirmiş, ancak EKAE işlemini 250 °C ve 350 °C'de uygulamak akma dayanımında kayda değer bir değişime neden olmamıştır.

Sıcak EKAE işlemlerini takiben Zn-22Al alaşımı Proses-5 kapsamında ikinci EKAE adımı olarak oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemine tabi tutulmuş ve bu işlemlerden sonra elde edilen uzama değerlerinin deformasyon hızı ile değişim eğrileri Şekil 76(a)'da verilmiştir. 100 °C'de 4 paso EKAE işlemine tabi tutulan numuneye oda sıcaklığında 4 paso daha uygulanması ile birlikte maksimum kopma uzaması % 310'dan (Şekil 75(a)) % 350'ye kadar yükselmiştir. Benzer şekilde 250 °C'de sıcak EKAE işlemi uygulanmış numune oda sıcaklığında 4 paso daha EKAE işlemine tabi tutulduğunda kopma uzamasının % 200'den (Şekil 75(a)) % 250'ye yükseldiği görülmektedir (Şekil 76(a)). Ancak ikinci adımlar sonrasında maksimum kopma uzamasındaki en önemli artış, sıcak EKAE işlemleri kapsamında en düşük kopma uzaması değerlerinin kaydedildiği numuneye (350 °C'de 4 paso EKAE uygulanmış numune) oda sıcaklığında EKAE işlemi uygulanması ile birlikte elde edilmiştir. Öyle ki, bu işlem sonrası (350 °C'de 4 paso + oda sıcaklığında 4 paso EKAE) maksimum kopma uzaması 5×10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızında % 400 (ilk EKAE işlem adımının dört katı) olarak elde edilirken, 1x10⁻¹ s⁻¹ gibi yüksek bir deformasyon hızında bile % 330 uzama kaydedilmiştir (Şekil 76(a)). Dolayısıyla, Zn-22Al alaşımına uygulanan bütün prosesler içerisinde en yüksek uzama değeri % 400 olarak 350 °C'de 4 paso + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi sonrasında elde edilmiştir.

İki aşamalı EKAE işleminin gerek birinci aşamasından ve gerekse ikinci aşamasından elde edilen kopma uzaması değerleri dikkate alındığında, EKAE işleminin alaşıma tek adımda uygulanması halinde yüksek kopma uzaması değeri elde edebilmek için uygulama sıcaklığının mümkün olduğu kadar düşük tutulması gerektiği sonucuna varılmaktadır. Nitekim birinci EKAE adımları neticesinde en yüksek ve en düşük maksimum uzama değerleri sırasıyla oda sıcaklığında ve 350 °C'de uygulanan EKAE işlemleri sonrasında elde edilmiştir (Şekil 75(a)). İki aşamalı EKAE işlemlerine gelince, ilk adım sıcaklığının alaşımın ötektoid dönüşüm sıcaklığından altında olduğu durumlarda sıcaklık ne kadar düşük ise ikinci EKAE adımından sonra (oda sıcaklığında EKAE) elde edilen maksimum uzama değeri de o kadar büyük olmaktadır (Şekil 76(a)). Bu şartı sağlayan işlemler sonucunda (ilk adım sıcaklığının alaşımın ötektoid dönüşüm sıcaklığından altında olduğu iki aşamalı EKAE işlemleri sonucunda) maksimum kopma uzamasının en yüksek değeri oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrasında elde edilirken, en düşük maksimum kopma uzaması değeri ise 250 °C'de sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE işlemine tabi tutulan numunede elde edilmiştir (Şekil 76(a)). Öte yandan birinci EKAE adımında en düşük maksimum uzama değerinin elde edildiği alaşıma (350 °C'de 4 paso EKAE işlemi uygulanmış alaşım) ikinci adımın uygulanması ile birlikte Zn-22Al alaşımına uygulanan bütün prosesler kapsamında en yüksek maksimum kopma uzamasının elde edildiği görülmektedir (Şekil 76(a)). Dolayısıyla Zn-22Al alaşımında yüksek kopma uzaması değerlerinin elde edilebilmesi için, ilk adım sıcaklığının alaşımın ötektoid dönüşüm sıcaklığının üzerinde seçildiği iki aşamalı EKAE işlemi en uygun yöntem olarak görülmektedir.

İki aşamalı EKAE işlemlerinden sonra Zn-22Al alaşımında elde edilen akma dayanımlarının deformasyon hızı ile değişimleri Şekil 76(b)'de verilmiştir. Genel olarak, ilk adımların ardından oda sıcaklığında uygulanan EKAE işlemlerinin tamamı alaşımın akma dayanımının ilk duruma göre düşmesine neden olmuştur. Bunun yanı sıra en düşük akma dayanımı, en yüksek kopma uzamasının elde edildiği şart olan 350 °C'de sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE işlemi sonrası elde edilmiştir. İlk adımların sonunda en yüksek akma dayanımına sahip numuneye (350 °C'de 4 paso EKAE uygulanmış numune) oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi uygulanması ile birlikte akma dayanımı oldukça belirgin bir şekilde düşerek ilk kez 100 MPa'ın altına inmiş ve 1×10^{-3} s⁻¹ deformasyon hızında 95 MPa olarak elde edilmiştir. Oda sıcaklığında uygulanan 8 paso EKAE işlemi sonrası kaydedilen akma dayanımı değerlerinin de 350 °C'de sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE işleminden elde edilen değerlere oldukça yakın olduğu görülmektedir. Öte yandan, en yüksek akma dayanımı değerleri ise 250 °C'de sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE işlemi sonrası elde edilmiştir (Şekil 76(b)).

Birinci bölümde ifade edildiği gibi, deformasyon hızı duyarlılık üssünün (m-değeri) süperplastik malzemeler için önemli bir parametre olduğu ve bu değer ne kadar büyük ise elde edilen uzamanın da o kadar yüksek olduğu bilinmektedir [37]. Bu nedenle Zn-22Al alaşımına uygulanan tüm prosesler göz önüne alındığında en yüksek uzamanın elde edildiği şart olan 350 °C'de sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE işlemi için m-değeri Şekil 76(b)'de bu işlem için verilen akma dayanımı-deformasyon hızı eğrisi kullanılarak belirlenmiş (eğrinin eğimi m-değerini vermektedir) ve şekil üzerinde gösterilmiştir. Görüldüğü gibi m-değeri dikkate alındığında, akma dayanımı-deformasyon hızı eğrisini üç belirgin bölgeye bölmek mümkündür. I. gölgede m-değeri 0,16 iken II. bölgede en yüksek değerini alarak 0,30'a yükselmiş ve III. bölgede tekrar 0,16'ya düşmüştür. Optimum süperplastisite bölgesi olarak da bilinen II. bölge süperplastik malzemelerde genellikle 10⁻⁴ s⁻¹ ile 10⁻² s⁻¹ arasındaki deformasyon hızlarında elde edilirken, Zn-22Al alaşımına 350 °C'de sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE işleminin uygulanması ile birlikte II. bölgenin yüksek deformasyon hızlarına ötelendiği (3x10⁻² - 2x10⁻¹ s⁻¹ deformasyon hızları aralığına) ve maksimum uzamanın 5x10⁻² s⁻¹ gibi yüksek bir deformasyon hızında elde edildiği görülmektedir. Dolayısıyla, bu sonucun Zn-22Al alaşımının yüksek deformasyon hızındaki süperplastik davranışının geliştirilmesi açısından önemli olduğu düşünülmektedir.



Şekil 75. Proses-5 kapsamında Zn-22Al alaşımına uygulanan birinci EKAE işlem adımları sonrası elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler



Şekil 76. Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında uygulanan iki aşamalı EKAE işlemlerinden elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler. Ayrıca akma dayanımı-deformasyon hızı eğrileri üzerinde süperplastik deformasyon bölgeleri ve deformasyon hızı duyarlılık üssü (m) değerleri de gösterilmiştir

3.2.2.2.2. Zn-5Al Alaşımı

Zn-5Al alaşımına ilk olarak sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme adımlarını içeren Proses-3 uygulanmış ve elde edilen uzama değerlerinin deformasyon hızı ile değişim eğrileri Şekil 77(a)' de verilmiştir. Bu alaşım başlangıç durumu olan su verilmiş durumda oldukça düşük (% 6'nın altında) uzama göstermiş, alaşıma ancak 100 °C'de % 30 sıcak hadde + oda sıcaklığında % 30 hadde işlemlerinin uygulanması ile birlikte alaşımın kopma uzamasının maksimum değeri % 115'e kadar yükselmiştir. Öte yandan sıcak haddeleme

adımında sıcaklığı 250 °C'ye yükseltmek ikinci adım sonunda elde edilen uzama değerlerini ilk adımı 100 °C'de uygulanan işleme kıyasla ciddi manada düşürmüş ve bu işlem sonrası en yüksek uzama 1x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızında % 55 olarak elde edilmiştir. Proses-3'ü Zn-5Al alaşımına uygulamak alaşımın kopma uzamasını su verilmiş duruma göre kayda değer bir şekilde artırmış olsa da, alaşımı süperplastik olarak nitelendirilebilmek için bu proses sonrası elde edilen uzama değerlerinin hala çok düşük olduğu açıktır.

Proses-3 uygulanmış Zn-5Al alaşımının akma dayanımı-deformasyon hızı eğrileri Şekil 77(b)'de verilmiştir. Su verilmiş durumda deformasyon hızından neredeyse bağımsız olan akma dayanımı değeri alaşıma Proses-3'ün uygulanması ile birlikte deformasyon hızına daha duyarlı hale gelmiş ve özellikle düşük deformasyon hızlarında bu değer düşmüştür. Deformasyon hızının artırılması ile birlikte akma dayanımları da artarak su verilmiş durumdaki değerlere kadar yükselmiş, hatta 250 °C + oda sıcaklığında uygulanan işlem sonrası yüksek deformasyon hızlarında (1x10⁻² s⁻¹ ve 1x10⁻¹ s⁻¹'de) su verilmiş alaşımdan elde edilen değerlerin de üzerine çıkmıştır (Şekil 77(b)).



Şekil 77. Zn-5Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme işlemlerinden sonra elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler

EKAE işlemi Zn-5Al alaşımına Proses-6 kapsamında Bc rota takip edilerek oda sıcaklığında ve farklı paso sayılarında uygulanmış ve elde edilen kopma uzaması değerleri Şekil 78(a)'da verilmiştir. Şekilde ayrıca su verilmiş durumdaki alaşımdan elde edilen değerler de gösterilmiştir. Alaşıma 4 pasoluk EKAE işlemi uygulamak alaşımın kopma uzamasını $1x10^{-3}$ s⁻¹ deformasyon hızında % 352'e kadar yükseltmiş, ancak paso sayısını 8'e çıkarmak kopma uzamasını daha da artırmıştır. Nitekim, 8 Paso EKAE işlemi sonrasında maksimum uzama $1x10^{-3}$ s⁻¹ deformasyon hızında % 520 olarak elde edilirken, $1x10^{-2}$ s⁻¹ gibi yüksek bir deformasyon hızında dahi bu şarttaki alaşımda % 400 uzama kaydedilmiştir. Böylelikle Zn-5Al alaşımında süperplastik davranış literatürde ilk defa bu çalışma

kapsamında alaşıma EKAE işlemi uygulayarak tane boyutunu küçültmek suretiyle elde edilmiştir. Bunun yanı sıra Zn-5Al alaşımında kaydedilen maksimum süperplastik uzama değerinin (% 520) bu çalışma kapsamında Zn-22Al alaşımından elde edilen maksimum uzama değerinden (% 400) daha büyük olduğu görülmektedir. Dolayısıyla 8 pasoluk EKAE işlemi sonrası elde edilen sonuçlar, hem Zn-5Al alaşımında ilk defa süperplastik davranış elde edilmiş olması, hem de elde edilen süperplastik uzamanın oda sıcaklığında en iyi bilinin süperplastik Zn-Al alaşımı olan Zn-22Al alaşımında kaydedilen maksimum uzama değerinden daha büyük olması açısından önemlidir.

Zn-5Al alaşımına uygulanan EKAE işlemlerinin alaşımın akma dayanımı üzerine etkileri Şekil 78(b)'de verilen grafiklerden görülmektedir. Su verilmiş durumdaki alaşıma 4 paso EKAE işlemi uygulamak alaşımın akma dayanımın hem deformasyon hızına oldukça duyarlı hale getirmiş, hem de ciddi manada düşürmüştür. Paso sayısının 8'e çıkarılması ile birlikte akma dayanımı daha da düşmüş ve $1x10^{-4}$ s⁻¹ deformasyon hızında 52 MPa olarak kaydedilmiştir. Deformasyon hızının artırılması akma dayanımının da artmasına neden olmuş ve $1x10^{-1}$ s⁻¹'de akma dayanımı 245 MPa'a kadar yükselmiştir Şekil 78(b).

Zn-22Al alaşımında olduğu gibi, Zn-5Al alaşımında en yüksek uzama değerinin kaydedildiği işlem sonrası alaşımın m-değeri ilgili şartın akma dayanımı-deformasyon hızı eğrisinin eğiminden hesaplanmış ve elde edilen değerler Şekil 78(b)'de gösterilmiştir. m-değeri göz önüne alındığında, oda sıcaklığında 8 pasoluk EKAE işlemi uygulanmış numuneye ait akma dayanımı-deformasyon hızı eğrisinin II. ve III. bölgeler olmak üzere iki bölgeye ayrıldığı, süperplastik malzemelerde görülen I. bölgenin ise eğri üzerinde oluşmadığı görülmektedir. Bu durumun I. bölgenin oluşması beklenen deformasyon hızıarında $(1x10^{-4} s^{-1}$ deformasyon hızının altındaki hızlarda) çekme deneyinin gerçekleştirilmemiş olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Zn-5Al alaşımında maksimum süperplastik uzamanın elde edildiği II. bölgeye karşılık gelen $1x10^{-4} s^{-1}$ ile $1x10^{-2} s^{-1}$ deformasyon hızları aralığında m-değeri 0,25 olarak belirlenmiş, $1x10^{-2} s^{-1}$ ile $1x10^{-1} s^{-1}$ deformasyon hızları arasında kalan III. bölgede ise m beklendiği gibi daha düşük bir değer (0,18) almıştır.



Şekil 78. Zn-5Al alaşımına Proses-6 kapsamında oda sıcaklığında uygulanan EKAE işlemleri sonrası (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler. Ayrıca akma dayanımı-deformasyon hızı eğrileri üzerinden süperplastik deformasyon bölgeleri ve deformasyon hızı duyarlılık üssü (m) değerleri de gösterilmiştir

3.2.2.2.3. Zn-0,3Al Alaşımı

Zn-0,3Al alaşımına uygulanan ilk işlem olan Proses-3 (% 30 sıcak hadde + oda sıcaklığında % 30 haddeleme) sonrası alaşımda elde edilen kopma uzaması değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler su verilmiş durumda kaydedilen değerler ile birlikte Şekil 79(a)'da verilmiştir. Sıcak haddeleme adımları alaşıma ayrı ayrı 100 °C ve 250 °C'de uygulanmış, bu işlemleri takiben oda sıcaklığında uygulanan ikinci adımların ardından ise birbirine çok yakın kopma uzaması değerleri elde edilmiştir. Nitekim her iki

işlem sonrasında da maksimum kopma uzaması $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızında ~% 220 olarak kaydedilmiştir. Deformasyon hızını artırmak kopma uzamasını düşürmüş ve $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızında % 75 gibi düşük bir kopma uzaması elde edilmiştir. Su verilmiş durum ile karşılaştırıldığında Proses-3 işleminin Zn-0,3Al alaşımının kopma uzamasını önemli ölçüde artırdığı görülmektedir. Ancak yine de elde edilen değerler alaşımı bu işlem sonrasında süperplastik olarak nitelendirebilmek için yeterli değildir.

Proses-3 işlemine tabi tutulmuş Zn-0,3Al alaşımının akma dayanımının deformasyon hızı ile değişimi Şekil 79(b)'de gösterilmiştir. İki aşamalı haddeleme işlemlerinin alaşıma uygulanması ile birlikte akma dayanımının deformasyon hızına bir miktar duyarlı hale geldiği görülmektedir. Ayrıca, Proses-3 sonrası akma dayanımı su verilmiş duruma kıyasla düşük deformasyon hızlarında çok fazla değişmemiş (1x10⁻⁴ s⁻¹ deformasyon hızında 175 MPa'dan ancak 190 MPa'a çıkmış), ancak 1x10⁻¹ s⁻¹ gibi yüksek deformasyon hızında 210 MPa'dan 320 MPa'a kadar yükselmiştir (Şekil 79(b)). Bu da alaşımın akma dayanımının Proses-3 sonrası deformasyon hızına duyarlı hale gelmiş olmasının bir sonucudur.



Şekil 79. Proses-3 (% 30 sıcak hadde + oda sıcaklığında % 30 hadde) işlemine tabi tutulmuş Zn-0,3Al alaşımının (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler

Zn-0,3Al alaşımına Proses-6 kapsamında A rota takip edilerek uygulanan EKAE işlemleri sonrası elde edilen kopma uzaması değerlerinin deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler Şekil 80(a)'da gösterilmiştir. Oda sıcaklığında uygulanan 1 pasoluk EKAE işlemi sonrası en yüksek uzama % 160 olarak elde edilirken, paso sayısının 4 ve 5'e çıkarılması kopma uzamasının da sırasıyla % 520 ve % 650'ye kadar yükselmesine neden olmuştur. Bu kopma uzaması değerleri 1×10^{-4} s⁻¹ deformasyon hızında kaydedilirken, deformasyon hızının artırılması ile birlikte kopma uzaması düşmüş ve 5 pasoluk EKAE işlemi sonrası 1×10^{-3} s⁻¹, 1×10^{-2} s⁻¹ ve 1×10^{-1} s⁻¹ deformasyon hızında sırasıyla % 380, % 225 ve % 110 uzama elde edilmiştir (Şekil 80(a)).

Proses-6 sonrası Zn-0,3Al alaşımının farklı deformasyon hızlarındaki akma dayanımları Şekil 80(b)'de gösterilmiştir. Su verilmiş durumdaki alaşıma EKAE işlemlerinin uygulanması ile birlikte akma dayanımı düşük deformasyon hızlarında düşmüş ve söz konusu düşüş paso sayısının artırılması ile daha da belirgin hale gelmiştir. Öyle ki, 5 pasoluk EKAE işlemi sonrası akma dayanımı $1x10^{-4}$ s⁻¹ deformasyon hızında 60 MPa'a kadar düşmüştür. Deformasyon hızının artırılması akma dayanımın da artırmış ve akma dayanımı $1x10^{-1}$ s⁻¹ deformasyon hızında su verilmiş durumun üzerine çıkarak 250 MPa olarak elde edilmiştir (Şekil 80(a)).



Şekil 80. Zn-0,3Al alaşımına Proses-6 kapsamında oda sıcaklığında uygulanan EKAE işlemleri sonrası elde edilen (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımı değerlerinin deformasyon hızı ile değişimini gösteren grafikler

Proses-7'nin Zn-0,3Al alaşımına uygulanmasının ardından alaşımda elde edilen kopma uzaması değerlerinin deformasyon hızı ile değişimi Şekil 81(a)'da gösterilmiştir. Su verilmiş durumdaki alaşıma Proses-7'nin ilk adımı olan 100 °C'de % 35 haddeleme işleminin uygulanması kopma uzamasında bir miktar artışa neden olmuş ve bu işlem sonrası maksimum uzama 1×10^{-4} s⁻¹ deformasyon hızında % 125 olarak elde edilmiştir. Sıcak haddeleme adımının ardından oda sıcaklığında rota-A takip edilerek uygulanan 3 pasoluk EKAE işlemi sonrası ise kopma uzamasında oldukça belirgin bir artış gerçekleşmiş ve 1×10^{-4} s⁻¹ deformasyon hızında % 900 olarak belirlenmiştir. Öte yandan, paso sayısını 6'ya çıkarmak kopma uzamasında da bir miktar artışı daha beraberinde getirmiş ve Proses-7 sonrası maksimum uzama bu işlem sonrasında 1×10^{-4} s⁻¹ deformasyon hızında % 1000 olarak kaydedilmiştir. Bu uzama değeri bu çalışma kapsamında kullanılan üç alaşıma uygulanan bütün prosesler sonrası kaydedilen en yüksek değer olması açısından önemlidir. Deformasyon hızını artırmak kopma uzamasının düşmesine neden olmuş ve 1×10^{-3} s⁻¹, 1×10^{-2} s⁻¹ ve 1×10^{-1} s⁻¹ deformasyon hızlarında sırasıyla % 630, % 350 ve % 110 uzama değerleri elde edilmiştir (Şekil 81(a)).

Proses-7 kapsamında alaşıma uygulanan tüm şartlar için akma dayanımının deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler Şekil 81(b)'de verilmiştir. Sıcak hadde işleminin alaşıma uygulanması ile birlikte alaşımın akma dayanımı bir miktar artmış ancak su verilmiş durumda olduğu gibi deformasyon hızının artırılması ile kayda değer bir değişime uğramamıştır. Öte yandan, sıcak haddenin ardından alaşıma 3 pasoluk EKAE işlemi uygulamak akma dayanımını deformasyon hızına oldukça duyarlı hale getirmiş ve akma dayanımını 1x10⁻⁴ s⁻¹ deformasyon hızında ciddi manada düşürmüştür. Paso sayısının 6'ya yükseltilmesi ise akma dayanımının daha da düşmesine neden olmuş ve su verilmiş durumda 1x10⁻⁴ s⁻¹ deformasyon hızında 175 MPa olan akma dayanımı değeri bu işlem sonrası 50 MPa'a kadar düşmüştür. Hıza duyarlı olmasının bir sonucu olarak deformasyon hızının artırılması akma dayanımını da artırmış ve 1x10⁻¹ s⁻¹ deformasyon hızında akma dayanımı su verilmiş durumda elde edilen değerin de üzerine çıkarak 250 MPa'a yükselmiştir (Şekil 81(b)).

Zn-0,3Al alaşımına uygulanan prosesler sonrası en yüksek uzamanın elde edildiği şart için (100 °C'de % 35 haddeleme + oda sıcaklığında 6 paso EKAE işlemi) m-değeri Şekil 81(b)'de söz konusu işlem için verilen eğrinin eğimi kullanılarak belirlenmiş ve grafik üzerinde gösterilmiştir. Söz konusu işlemin akma dayanımı-deformasyon hızı eğrisinin II. bölge ve III. bölge olmak üzere iki bölgeden oluştuğu görülmektedir. Öte yandan, çok düşük deformasyon hızlarında ($1x10^{-4}$ s⁻¹ deformasyon hızının altındaki hızlarda) çekme deneyi gerçekleştirilmediği için eğri üzerinde Zn-5Al alaşımında olduğu gibi I. bölge oluşmamıştır. Optimum süperplastisite bölgesi olan II. bölgede m-değeri 0,31 iken, III. bölgede 0,20 olarak elde edilmiştir.



Şekil 81. Proses-7 işlemi uygulanmış Zn-0,3Al alaşımının (a) kopma uzaması ve (b) akma dayanımının deformasyon hızı ile değişimlerini gösteren grafikler. Ayrıca akma dayanımı-deformasyon hızı eğrileri üzerinde süperplastik deformasyon bölgeleri ve deformasyon hızı duyarlılık üssü (m) değerleri de gösterilmiştir

3.3. Süperplastik Deformasyon Mekanizması

Her üç Zn-Al alaşımı için maksimum süperplastik uzamanın elde edildiği şart sonrası optimum süperplastisite bölgesinde (II. bölgede) süperplastik deformasyon mekanizmasının

belirlenebilmesi için bu bölgede deforme edilen çekme numunelerinin deney sonrası yüzey görüntüleri SEM mikroskobu ile incelendi. Bu amaçla farklı yöntemlerin kullanılabileceğini gösterebilmek amacı ile söz konusu yüzey inceleme işlemi her bir alaşım için farklı miktarda uzama değerlerinde gerçekleştirildi.

Yukarıda da belirtildiği gibi bu tez çalışmasında Zn-22Al alaşımında maksimum süperplastik uzama söz konusu alaşıma Proses-5 kapsamında uygulanan 350 °C'de 4 paso sıcak EKAE + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi sonrası elde edilmiştir (Şekil 76(b)). Bu proses sonrasında gerçekleştirilen çekme deneylerinde alaşımın optimum süperplastisite bölgesi olarak belirlenen $3x10^{-2}$ ile $2x10^{-1}$ s⁻¹ deformasyon hızları aralığında süperplastik deformasyon mekanizmasının belirlenebilmesi için yüzey incelemeleri maksimum uzamanın elde edildiği $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ deformasyon hızında deforme edilen numune yüzeyinden gerçekleştirildi. Bu amaçla yüzeyi çekme testi öncesi yapılan çalışmalar bölümünde belirtilen parlatma prosedürü takip edilerek parlatılan numune % 100'e kadar deforme edildi ve yüzeyi SEM mikroskobu ile incelendi. Bu inceleme neticesinde içyapıda bulunan 2 adet belirgin tane referans taneler olarak belirlendi. Daha sonra aynı numune tekrar çekme deneyine tabi tutuldu ve bu sefer % 30 oranında (toplamda % 130 uzama) şekil değişiminde deney sonlandırıldı. Bu işlem sonrasında da numunenin yüzeyinden SEM incelemeleri gerçekleştirildi. Her iki SEM incelemesinden elde edilen tane morfolojileri ve birinci incelemede belirlenen referans tanelerin ikinci inceleme sonucunda ilk incelemeye göre yer değiştirmeleri göz önüne alınarak alaşımın süperplastik deformasyon mekanizması belirlenmeye çalışıldı.

Zn-22Al alaşımı üzerinden gerçekleştirilen birinci (% 100 uzama sonrası) ve ikinci (% 130 uzama sonrası) yüzey incelemelerinden elde edilen SEM görüntüleri Şekil 82'de verilmiştir. Genel olarak, numune deney öncesinde veya sonrasında herhangi bir dağlama işlemine tabi tutulmadığı halde gerçekleştirilen çekme deneyleri sonrası numune yüzeyindeki tanelerin oldukça belirgin hale geldiği görülmektedir (Şekil 82(a)-(b)). Ayrıca tanelerin eş-eksenli morfolojilerini korudukları ve çekme doğrultusunda (yatay eksen boyunca, ÇD) herhangi bir tane uzamasının meydana gelmediği yine verilen SEM resimlerinden açıkça görülebilmektedir. Bunlara ek olarak, SEM incelerinde referans olarak belirlenen ve Şekil 82(a) ve (b)'de "1" ve "2" şeklinde ifade edilen taneler arasındaki dikey mesafenin %130 uzama sonrası %100 uzamaya göre azaldığı (yı > y2) yatay mesafenin ise arttığı (x2 > x1) görülmektedir. Bu da tanelerin deformasyon esnasında yer değiştirdiklerini, böylelikle çekme doğrultusundaki tane sayısının arttığını, çekme doğrultusuna dik doğrultudaki tane sayısının ise azaldığını göstermektedir.



Şekil 82. Zn-22Al alaşımına uygulanan 350 °C'de 4 paso sıcak + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi sonrasında 5x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızında iki farklı çekme oranında gerçekleştirilen çekme deneyleri sonrası deney numunesinin yüzey görüntülerini gösteren SEM resimleri: (a) % 100 uzama ve (b) % 130 uzama

Zn-5Al alaşımında maksimum superplastik uzama, alaşıma oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrasında 1×10^{-3} s⁻¹ deformasyon hızında elde edilmiştir (Şekil 78). Bu deformasyon hızında (optimum süperplastisite bölgesinde) süperplastik deformasyon mekanizmasının belirlenebilmesi için iki farklı çekme numunesi kullanıldı. Cekme deneyi öncesinde yüzeyleri parlatılan numunelerden biri % 100 diğeri ise % 200 uzama değeri elde edilinceye kadar çekme deneyine tabi tutuldu ve deney sonrasında numunelerin yüzeyleri SEM ile incelendi. Şekil 83'de her iki uzama değeri sonrasında numune yüzeylerinden elde edilen SEM görüntüleri verilmiştir. Bu resimlerden, çekme deneyi sonrası numune yüzeyindeki tanelerin Zn-22Al alaşımında olduğu gibi oldukça belirgin hale geldikleri görülmektedir. Uzama miktarını % 100'den % 200'e çıkarmanın tane sınırlarının daha da belirgin hale gelmesine neden olduğu açıktır. Ayrıca çekme doğrultusundaki tane yapısında (yatay eksen) herhangi bir uzamanın meydana gelmediği ve tanelerin çekme deneyi öncesi sahip oldukları eş-eksenli tane yapısını % 200 gibi yüksek bir uzama değerinden sonra dahi muhafaza ettikleri görülmektedir. Ancak % 100 uzama sonrasında alaşımın içyapısında bir miktar tane büyümesinin meydana geldiği ve tane boyutunun ~1 µm'ye kadar çıktığı izlenmektedir (Şekil 83(a)). Uzama miktarının % 200'e çıkarılmasının ise % 100 uzama sonrası duruma kıyasla tane boyutunda çok radikal bir değişime neden olmadığı dikkati çekmektedir (Şekil 83(b)). Bu durumun özellikle η -faz sınırlarında bulunan alüminyumca zengin α -faz parçacıklarının deformasyon esnasında η -fazında meydana gelebilecek aşırı tane büyümesini engelleyen bir rol üstlenmiş olmasından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir [112].



Şekil 83. Zn-5Al alaşımına oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrasında 1x10⁻³ s⁻¹ deformasyon hızında iki farklı çekme oranında gerçekleştirilen çekme deneyleri sonrası deney numunelerinin yüzey görüntülerini gösteren SEM resimleri: (a) % 100 uzama ve (b) % 200 uzama

Zn-0,3Al alaşımında maksimum uzamanın elde edildiği proses sonrası (100 °C'de % 35 hadde + oda sıcaklığında 6 paso EKAE) süperplastik deformasyon mekanizmasını belirleyebilmek için diğer iki alaşımdan biraz daha farklı bir yol izlendi. Alaşımın deformasyon sonrası tane yapısını ve morfolojisini incelemek amacı ile hem iki farklı deformasyon hızında kopuncaya kadar deforme edilen numunelerin yüzey altlarından optik mikroskop incelemeleri, hem de yine iki farklı deformasyon hızında belirli bir uzama değerine kadar deforme edilen numunelerin yüzeylerinden SEM incelemeleri gerçekleştirildi. Yüzey altından gerçekleştirilen optik mikroskop incelemeleri, biri optimum süperplastisite bölgesinde (maksimum uzamanın elde edildiği 1×10^{-4} s⁻¹ deformasyon hızında) diğeri de bu bölgenin dışında (III. bölgede kalan 1×10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızında) olacak şekilde belirlenen iki farklı deformasyon hızında kopuncaya kadar çekme deneyine tabi tutulan numuneler üzerinden gerçekleştirildi. Deforme edilen numuneler bakalit kalıba alındıktan sonra yapılan çalışmalar bölümünde içyapı incelemeleri için belirtilen zımparalama ve parlatma prosedürü takip edilerek iyice parlatıldı ve yine aynı bölümde belirtilen dağlama ayracı kullanılarak dağlandı. Bu işlemlerin ardından gerçekleştirilen optik
mikroskop incelemelerinden elde edilen görüntüler Şekil 84'de verilmiştir. Bu görüntüler göz önüne alındığında, öncelikle her iki deformasyon hızında gerçekleştirilen cekme deneyleri sonrasında çekme öncesi duruma göre tane irileşmesinin gerçekleştiği görülmektedir (Şekil 84(a)-(c)). Ancak söz konusu tane irileşmesinin 1×10^{-4} s⁻¹ deformasyon hızında çekme deneyine tabi tutulan numunede (Sekil 84(c)) 1×10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızında deforme edilen numuneye kıyasla (Şekil 84(b)) daha belirgin olduğu açıktır. Ayrıca tane irileşmesi içyapı boyunca homojen olmayıp, yapı içerisinde hem ~13 µm tane boyutuna sahip iri taneler hem de ~1,5 µm tane boyutuna sahip ince taneler bir arada bulunmaktadır (Şekil 84(b)-(c)). Bunlara ek olarak tanelerde % 1000 süperplastik uzama sonrasında dahi çekme doğrultusunda herhangi bir uzama söz konusu değildir (Şekil 84(c)). $1x10^{-4}$ s⁻¹ ve 1x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızlarında deforme edilen numunelerin içyapılarındaki bu benzerliklere rağmen, oluşan tane sınırları her iki şart sonrası çok belirgin farklılık göstermektedir. Deformasyon sonrasında III. bölgede (1x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızında) deforme edilen numunenin içyapısındaki tane sınırları belirgin değilken (Şekil 84(b)), II. bölgede (1x10⁻⁴ s⁻¹ deformasyon hızında) deforme edilen numunenin tane sınırlarının oldukça belirgin hale geldiği görülmektedir (Şekil 84(c)). Öyle ki bu durumda tane sınırlarının genişliği ~500 nm olarak belirlenmiştir.

Farklı iki bölgede etkin deformasyon mekanizmasını belirleyebilmek için yüzey altında gerçekleştirilen optik mikroskop incelemelerine ek olarak ayrıca numune yüzeylerinden SEM incelemelerinin de yapıldığı yukarıda belirtilmişti. Bu amaçla çekme deneyi öncesi yüzeyleri iyice parlatılan numuneler iki farklı deformasyon hızında $(1x10^{-4} \text{ s}^{-1} \text{ ve } 1x10^{-2} \text{ s}^{-1})$ % 65 uzama değerine kadar deforme edildi. Söz konusu numune yüzeylerinde gerçekleştirilen incelemelerinden elde edilen SEM resimleri Şekil 85'de verilmiştir. Bu resimlerden III. bölgede $(1x10^{-2} \text{ s}^{-1} \text{ deformasyon hızında})$ deforme edilen numunenin aksine (Şekil 85(a)) optimum süperplastisite bölgesi olan II. bölgede $(1x10^{-4} \text{ s}^{-1} \text{ deformasyon hızında})$ deforme edilen numunenin tane sınırlarının deformasyon sonrasında oldukça belirgin hale geldiği görülmektedir (Şekil 85(b)).

II. bölgede deforme edilen numunenim SEM görüntülerine bakıldığında özellikle nispeten daha iri tanelerin içerisinde kayma bantlarının da olduğu görülmektedir (Şekil 85(b)). Bu kayma bantlarının daha belirgin bir şekilde görüldüğü yüksek büyütmeye sahip SEM resimleri Şekil 86'da verilmiştir. Bu SEM resimleri incelendiğinde, kayma bantlarının doğrultularının taneden taneye değiştiği, ancak bu doğrultuların genel olarak çekme doğrultusu (yatay eksen) ile yaklaşık 45°'lik bir açı yaptıkları görülmektedir. Ayrıca, Şekil

86(a)-(b)'den özellikle iri tanelerin tane sınırlarında mikro-boşlukların da oluştuğu ve bu oluşumun ince tanelerin tane sınırlarında çok daha az olduğu görülmektedir.



Şekil 84. Zn-0,3Al alaşımına 100 °C'de % 35 hadde adımını takiben oda sıcaklığında uygulanan 6 pasoluk EKAE işlemi sonrasında iki farklı hızda kopuncaya kadar uygulanan çekme deneyi sonrası numunelerin yüzey altı içyapılarını gösteren optik mikroskop resimleri: (a) deforme edilmemiş, (b) 1x10⁻² ve (c) 1x10⁻⁴ s⁻¹ deformasyon hızlarında deforme edilmiş numuneler



Şekil 85. Zn-0,3Al alaşımına uygulanan 100 °C'de % 35 hadde + oda sıcaklığında 6 paso EKAE işlemi sonrasında iki farklı hızda % 65 uzama değerine kadar gerçekleştirilen çekme deneyi sonrası numunelerin yüzey görünümlerini veren SEM resimleri: (a) 1x10⁻² ve (b) 1x10⁻⁴ s⁻¹



Şekil 86. (a)-(b) Zn-0,3Al alaşımına uygulanan 100 °C'de % 35 hadde + oda sıcaklığında 6 paso EKAE işlemi sonrasında 1x10⁻⁴ s⁻¹ deformasyon hızlarında % 65 uzama değerine kadar deforme edilen numunenin yüzeyini gösteren yüksek büyültmelere sahip SEM detay resimleri

3.4. Sönüm Kapasitesi

Zn-22Al alaşımına uygulanan prosesler içerisinde optimum şart (maksimum süperplastik uzamanın elde edildiği şart) olarak belirlenen 350 °C'de 4 paso sıcak + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi (Proses-5) sonrası alaşımın 1 Hz ve 5 Hz frekanslarında ve farklı şekil değiştirme genliklerinde sahip olduğu sönüm kapasitesi değerleri (tanδ) su verilmiş numuneden elde edilen sonuçlar ile birlikte Şekil 87'de gösterilmiş ve ilgili değerler ayrıca Tablo 2'de verilmiştir. Genel olarak, her iki durum için de frekansa bağımlı olan sönüm kapasitesinin frekansın 1 Hz'den 5 Hz'e çıkarılması ile birlikte tüm şekil değiştirme genliklerinde düştüğü görülmektedir. Ayrıca tanδ değerlerinin yaklaşık 1x10⁻⁴'e tekabül eden bir şekil değiştirme genliğinin altında (kritik şekil değiştirme genliği (ε_{kr})) neredeyse sabit olduğu (şekil değiştirme genliğinden bağımsız), bu değerin üzerinde ise şekil değiştirme genliğinin artırılması ile birlikte belirgin bir şekilde arttığı görülebilmektedir (Şekil 87(a) ve (b)). 1 Hz frekans değerinde elde edilen sonuçlar dikkate alındığında, ε_{kr} 'nin $(1x10^{-4})$ 'ün) altında kalan bölgede su verilmiş durumdaki alaşımın tan δ değeri yaklaşık 0,041 iken, alaşıma Proses-5'in uygulanması ile birlikte bu değer 0,05'e yükselmiştir (Şekil 87(a)). ε_{kr} nin üzerine çıkıldığında ise her iki şart için de sönüm kapasitesinde belirgin bir artış olmuş ve en yüksek şekil değiştirme genliği olan $2x10^{-3}$ 'de tan δ maksimum değerine ulaşmıştır. Nitekim $2x10^{-3}$ şekil değiştirme genliğinde su verilmiş ve EKAE işlemine tabi tutulmuş numuneler için tanδ'nın maksimum değerleri sırası ile 0,145 ve 0,211 olarak elde edilmiştir (Şekil 87(a)). 5 Hz'de ise su verilmiş numunede maksimum 0,096 tanδ değeri elde



edilirken, EKAE işlemi uygulanmış numunenin aynı frekans değerinde en yüksek sönüm kapasitesi 0,130 olarak ölçülmüştür (Şekil 87(b) ve Tablo 2).

Şekil 87. Su verilmiş durumdaki ve 350 °C'de 4 paso sıcak EKAE + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemine (Proses-5) tabi tutulmuş Zn-22Al alaşımının farklı frekans ve şekil değiştirme genliklerinde sahip olduğu sönüm kapasitesini gösteren grafikler:
(a) 1 Hz ve (b) 5 Hz

Oda sıcaklığında 8 pasoluk EKAE işlemi (Proses-6) uygulanmış Zn-5Al alaşımının 1 Hz ve 5 Hz frekanslarındaki sönüm kapasitesinin şekil değiştirme genliği ile değişimi Şekil 88'de gösterilmiştir. Alaşımın bu iki proses sonrası sahip olduğu tanδ değerleri ayrıca Tablo 2'de verilmiştir. Şekil 88'e bakıldığında, her iki proses sonrası alaşımın tanδ değerlerinin Zn-22Al alaşımından elde edilen sonuçlara benzer bir karaktere sahip olduğu görülmektedir. Şöyle ki, frekansın artması tan δ değerinin düşmesine neden olmuş ve 1x10⁻⁴'e karşılık gelen kritik şekil değiştirme genliğinin altında sabit olan sönüm kapasitesi bu değerin üstündeki şekil değiştirme genliklerinde artmıştır. 1 Hz frekans değerinde su verilmiş ve Proses-6'ya tabi tutulmuş numunelerin ε_{kr} 'nin altındaki tan δ değerleri sırası ile 0,012 ve 0,065 olarak elde edilmiştir. Şekil değiştirme genliğinin kritik değerin üzerine çıkarılması ile birlikte sönüm kapasitesinin her iki numune için de artığı, ancak söz konusu artışın EKAE işlemi uygulanmış numunede daha belirgin olduğu yine Şekil 88(a)'dan görülebilmektedir. Nitekim su verilmiş durumdaki alaşımın tanδ değeri 0,012'den (kritik şekil değiştirme genliğindeki değer) 0,050'ye (2x10⁻³'de) yükselirken, EKAE işlemine tabi tutulmuş alaşımın 1x10⁻⁴'de 0,065 olan sönüm kapasitesi 2x10⁻³'de 0,170'e kadar yükselmiştir (Şekil 88(a)). 5 Hz frekans değerinde ise maksimum sönüm kapasitesi su verilmiş ve EKAE işlemi uygulanmış numuneler için sırası ile 0,039 ve 0,110 olarak kaydedilmiştir (Şekil 88(b)).



Şekil 88. Oda sıcaklığında 8 pasoluk EKAE işlemi (Proses-6) uygulanmış Zn-5Al alaşımının su verilmiş durumdaki alaşım ile birlikte (a) 1 Hz ve (b) 5 Hz frekanslarındaki sönüm kapasitesinin şekil değiştirme genliği ile değişimini gösteren grafikler

Zn-0,3Al alaşımında maksimum süperplastik uzamanın elde edildiği şart olan 100 °C'de % 35 sıcak haddeleme + oda sıcaklığında 6 pasoluk EKAE işlemi (Proses-7) sonrası alaşımın sönüm kapasitesinin 1 Hz ve 5 Hz frekanslarında şekil değiştirme genliği ile değişimleri Şekil 89'da gösterilmiş ve ortalama tanδ değerleri Tablo 2'de verilmiştir. Şekilde ayrıca su verilmiş durumdaki ve 100 °C'de % 35 sıcak haddeleme işlemine tabi tutulmuş numunelerin sönüm kapasiteleri de karşılaştırma amacı ile verilmiştir. Zn-22Al ve Zn-5Al alaşımlarında olduğu gibi tanô değerlerinin tüm numunelerde frekansın artırılması ile birlikte azaldığı görülmektedir (Şekil 89(a) ve (b)). Ayrıca yine diğer iki alaşımda gözlemlendiği gibi tanð değerlerinin yaklaşık 1x10⁻⁴'e tekabül eden bir şekil değiştirme genliğinin (ε_{kr}) altında neredeyse sabit olduğu Şekil 89'dan görülebilmektedir. 1 Hz frekans değerinde su verilmiş durumdaki alaşımın ε_{kr} değerinin (1x10⁻⁴'ün) altında kalan bölgede oldukca düsük sönüm kapasitesine sahip olduğu (0.0074'den düsük) ve alasıma sıcak hadde işleminin uygulanması ile birlikte tanô'nın bu bölgede yaklaşık 0,020'ye kadar yükseldiği görülmektedir (Şekil 89(a)). Ancak ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede sönüm kapasitesindeki asıl artış alaşıma EKAE işleminin uygulanması ile birlikte elde edilmiştir. Nitekim 1×10^{-4} şekil değiştirme genliğinde EKAE uygulanmış alaşımın sönüm kapasitesi 0,100 olarak belirlenmiştir. Bu değer su verilmiş durumdaki numunenin değerinden 13 kat, sıcak haddeleme işlemine tabi tutulmuş numunenin değerinden ise 5 kat daha fazladır. ε_{kr} 'nin üzerine çıkıldığında ise tüm sartlar için sönüm kapasitesinde belirgin bir atış olduğu Şekil 89'dan görülebilmektedir. Tüm şartlar içerisinde tanδ'nın maksimum değeri EKAE işlemine tabi tutulmus numunede $2x10^{-3}$ sekil değiştirme değerinde 0,256 olarak elde edilirken, sıcak

haddeleme işlemi uygulanmış numunede en yüksek tanδ değeri 0,072 olarak belirlenmiştir. EKAE işlemi uygulanmış numunenin $2x10^{-3}$ şekil değiştirme genliğinde sahip olduğu tanδ değeri Zn-Al alaşımları için şimdiye kadar elde edilen en yüksek değer olması açısından önemlidir. Kritik gerilme değerinin üzerine çıkıldığında sönüm kapasitesindeki en yüksek artış su verilmiş durumda elde edilmiştir. Nitekim şekil değiştirme genliğini $1x10^{-4}$ 'den $2x10^{-3}$ 'e çıkarmak sönüm kapasitesini 14 kat artırmış ve sönüm kapasitesi 0,100 olarak kaydedilmiştir. 5 Hz'de elde edilen sonuçlara bakıldığında ise su verilmiş, sıcak hadde uygulanmış ve EKAE işlemine tabi tutulmuş numunelerin maksimum tanδ değerlerinin sırası ile 0,076, 0,050 ve 0,187 olarak ölçülmüştür (Şekil 89(b)).



Şekil 89. Su verilmiş, 100 °C'de % 35 sıcak haddeleme işlemi uygulanmış ve 100 °C'de % 35 sıcak haddeleme + oda sıcaklığında 6 pasoluk EKAE işlemine tabi tutulmuş Zn-0,3Al alaşımının sönüm kapasitesinin (a) 1 Hz ve (b) 5 Hz frekanslarında şekil değiştirme genliği ile değişimlerini gösteren grafikler

Tablo 2. Zn-22Al, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarının uygulanan prosesler sonrası farklı frekans ve şekil değiştirme genliklerinde sahip oldukları sönüm kapasitesi değerleri

Zn-22Al				Zn-5Al				Zn-3Al								
	Su verilmiş		Proses-5 uygulanmış			Su verilmiş		Proses-6 uygulanmış			Su verilmiş		Sıcak hadde uygulanmış		Proses-7 uygulanmış	
Frekans Ger. Gen.	1Hz	5Hz	1Hz	5Hz	Frekans Ger. Gen.	1Hz	5Hz	1Hz	5Hz	Frekans Ger. Gen.	1Hz	5Hz	1Hz	5Hz	1Hz	5Hz
0,001	0,040	0,028	0,048	0,039	0,001	0,011	0,0099	0,063	0,040	0,001	0,00455	0,00425	0,0185	0,01	0,098	0,057
0,002					0,002					0,002					0,099	
0,003	0,040	0,029	0,050	0,039	0,003	0,012	0,01	0,064	0,040	0,003	0,00460	0,00430	0,019	0,01	0,1	0,058
0,004					0,004					0,004			0,0181	0,011	0,1	0,058
0,005					0,005					0,005	0,00710	0,00470	0,0198	0,012	0,1	0,0583
0,006					0,006					0,006				0,012		
0,008	0,041	0,030	0,049	0,039	0,008	0,012	0,011	0,064	0,040	0,008	0,00710	0,00500	0,0206	0,012	0,104	0,062
$0,01(\epsilon_{kr})$	0,041	0,030	0,050	0,039	$0,01(\varepsilon_{kr})$	0,012	0,011	0,065	0,041	$0,01(\epsilon_{kr})$	0,00740	0,00600	0,0201	0,012	0,11	0,066
0,02	0,043	0,032	0,057	0,041	0,02	0,014	0,012	0,071	0,043	0,02	0,0117	0,00890				
0,03	0,047	0,035	0,062	0,046	0,03	0,016	0,013	0,080	0,049	0,03	0,0157	0,012				
0,05	0,057	0,042	0,078	0,055	0,05	0,022	0,017	0,097	0,064	0,05	0,0246	0,0184	0,035	0,023	0,2	0,13
0,1	0,087	0,060	0,124	0,080	0,1	0,035	0,026	0,130	0,086	0,1	0,047	0,036	0,05	0,033	0,23	0,16
0,2	0,145	0,096	0,211	0,130	0,2	0,050	0,039	0,170	0,110	0,2	0,1	0,076	0,072	0,05	0,256	0,187

Literatürde yüksek sönüm kapasitesine sahip malzemeler olarak bilinen bazı alaşımlar ile çeşitli Zn-Al alaşımlarının sönüm kapasiteleri bu tez çalışması kapsamında her alaşımın optimum proses şartlarında proses edilen Zn-Al alaşımlarından elde edilen sonuçlar ile birlikte Tablo 3'de verilmiştir. Öncelikle, bu çalışmada kullanılan üç alaşımın da sönüm kapasitesinin 2x10⁻³ gibi yüksek şekil değiştirme genliğinde literatürde Mg-Zr alaşımında elde edilen değere çok yakın veya bu değerden yüksek olduğu görülmektedir [86]. Proses edilen alaşımların düşük şekil değiştirme genliklerinde ise literatürde yüksek sönüm kapasitesine sahip malzemeler olarak belirtilen alaşımların çoğundan daha yüksek tanð değerlerine sahip oldukları yine Tablo 3'den görülebilmektedir. Dolayısıyla literatürde elde edilen sonuçlar göz önüne alındığında [18, 85-87, 92, 96, 100] Zn-22Al alaşımının sönüm kapasitesinin daha da geliştirilmiş olması bu çalışmanın amaçlarından birinin daha gerçekleştirilmiş olduğunu göstermektedir. Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarının uygulanan prosesler sonrası hem düşük hem de yüksek şekil değiştirme genliklerinde yüksek sönüm kapasitelerine sahip olmaları ise Zn-Al ikili faz diyagramında yüksek sönüm kapasitesine sahip yeni alaşımların bu çalışmada hedeflendiği gibi geliştirilmiş olması açısından önemlidir ve elde edilen önemli çıktılar arasındadır.

Tablo 3. Literatürde yüksek sönüm kapasitesine sahip malzemeler olarak bilinen bazı alaşımlar ile çeşitli Zn-Al alaşımlarının sönüm kapasiteleri ve bu tez çalışması kapsamında proses edilen Zn-Al alaşımlarından elde edilen sonuçlar

Alaşım	Frekans (Hz)	Şekil değiştirme genliği	tanð	Sıcaklık (°C)	Ref.
Mg-1,5Zr	1	6x10 ⁻⁵	~0.0150	Oda sıcaklığı	85
Mg-0,6Zr	-	1x10 ⁻⁵	~0.1000	Oda sıcaklığı	86
Mg-0,6Zr	-	1x10 ⁻³	~0.1750	Oda sıcaklığı	86
Mn-5Cu	1	1.8 x10 ⁻⁵	~0.0850	Oda sıcaklığı	87
Zn-40Al	1	1.9 x10 ⁻⁵	0.0270	Oda sıcaklığı	92
Zn-22Al	1	1x10 ⁻⁶	~0.0500	Oda sıcaklığı	18
Zn-22Al	1	4x10 ⁻⁵	0.0488	Oda sıcaklığı	96
Zn-27Al	1	5x10 ⁻⁵	0.0022	Oda sıcaklığı	100
Zn-22Al	1	1x10 ⁻⁴	0,0500	Oda sıcaklığı	Bu çalışma
Zn-22Al	1	2x10 ⁻³	0,2110	Oda sıcaklığı	Bu çalışma
Zn-5Al	1	1x10 ⁻⁴	0,0650	Oda sıcaklığı	Bu çalışma
Zn-5Al	1	2x10 ⁻³	0,1700	Oda sıcaklığı	Bu çalışma
Zn-0,3Al	1	1x10 ⁻⁴	0.1000	Oda sıcaklığı	Bu çalışma
Zn-0,3Al	1	2x10 ⁻³	0.2560	Oda sıcaklığı	Bu çalışma

Bu çalışma kapsamında kullanılan Zn-Al alaşımlarının oda sıcaklığındaki temel sönüm mekanizmasının belirlenebilmesi için, üç alaşım içerisinde su verilmiş durum ile EKAE işlemi sonrası durum arasındaki sönüm kapasitesi farkının ɛkr'nin altında kalan bölgede en belirgin olduğu Zn-0.3Al alaşımının üç şartı (su verilmiş, 100 °C'de % 35 sıcak haddeleme işlemi uygulanmış ve 100 °C'de % 35 sıcak haddeleme + oda sıcaklığında 6 pasoluk EKAE işlemine tabi tutulmuş numuneler) üzerinde çalışmalar yapılmıştır. Bu amaçla deney öncesinde iyice parlatılan numune yüzeyleri 1 Hz frekansta ve $4x10^{-5}$ (ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede) ile $2x10^{-3}$ (en yüksek şekil değiştirme genliği) şekil değiştirme genliklerinde gerçekleştirilen deneylerden sonra SEM mikroskobu ile incelenmiş ve elde edilen yüzey görüntüleri Şekil 90'da verilmiştir. Şekilde ayrıca DMA test numunesinin şematik gösterimi ve numune üzerinde yüzey incelemelerinin gerçekleştirildiği bölgeler de gösterilmiştir (Şekil 90(a)). Her üç şart için ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede (4x10⁻⁵ şekil değiştirme genliğinde) gerçekleştirilen sönüm kapasitesi deneyleri sonrası numune yüzeylerindeki tane sınırlarının oldukça belirgin hale geldiği Şekil 90(b), (d) ve (f)'den açıkça görülebilmektedir. Numunelerin herhangi bir dağlama işlemine tabi tutulmadıkları halde numune yüzeylerindeki tanelerin belirgin hale gelmeleri DMA testleri esnasında tane sınırlarında gerçekleşen hareketin varlığını yani tanelerin birbirleri üzerinde kaydıklarını göstermektedir. En yüksek şekil değiştirme genliğinde gerçekleştirilen deneyler sonrası elde edilen yüzey görüntülerine bakıldığında ise alaşımın başlangıç içyapılarının (Şekil 90(b), (d) ve (f)) DMA testleri sonrası tamamen ortadan kaldırıldığı ve bunun yerine nispeten iri ve çok küçük tanelerin bir arada bulunduğu bi-modal içyapıların oluştuğu görülmektedir (Şekil 90(c), (e) ve (g)). Bu etkinin ise özellikle su verilmiş durumdaki numunede diğer iki numuneye kıyasla çok daha belirgin bir şekilde ortaya çıktığı dikkati çekmektedir (Şekil 90(c)).



Şekil 90. (a) DMA test numunesinin ve numune üzerinde yüzey incelemelerinin gerçekleştirildiği bölgelerin şematik gösterimi. 1 Hz frekansta ve 4x10⁻⁵ (sol sütun) ile 2x10⁻³ (sağ sütun) şekil değiştirme genliklerinde gerçekleştirilen deneyler sonrası: (b)-(c) su verilmiş, (d)-(e) sıcak hadde uygulanmış ve (f)-(g) Proses-7 işlemine tabi tutulmuş numunelerin yüzeylerine ait SEM görüntüleri

1 Hz frekansta ve $2x10^{-3}$ şekil değiştirme genliğinde gerçekleştirilen DMA testleri sonrası içyapıda meydana gelen bi-modal yapı oluşumunun numunenin kesiti boyunca nasıl bir değişim gösterdiğini belirleyebilmek için söz konusu oluşumun en belirgin olduğu su verilmiş durumdaki numunenin kesitinden deney sonrası SEM incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Bunun yanı sıra numune yüzeyi ~50 µm kadar zımparalandıktan sonra yüzey altından da SEM görüntüleri alınmış ve her iki incelemeden (numune kesitinden ve yüzey altından) elde edilen SEM görüntüleri Şekil 91 ve 92'de verilmiştir. Numunenin başlangıçta sahip olduğu iri taneli içyapının numune yüzeyinin aksine yüzey altında herhangi bir değişime uğramadığı Şekil 91(a) ve Şekil 92'den açıkça görülebilmektedir. Ancak numune kesitinin yüksek büyütmeye sahip SEM görüntüsüne bakıldığında, bi-modal içyapı oluşumunun numune yüzeyinde 15-20 µm kalınlığa sahip ince bir tabakada meydana geldiği ve bu bölgede tane boyutunun 2 µm ile 10 µm arasında değiştiği görülmektedir (Şekil 91(b)).



Şekil 91. (a)-(b) 1 Hz frekansta ve 2x10⁻³ şekil değiştirme genliğinde gerçekleştirilen DMA testleri sonrası su verilmiş durumdaki numunenin kesit mikroyapısını gösteren SEM görüntüleri



Şekil 92. 1 Hz frekansta ve 2x10⁻³ şekil değiştirme genliğinde gerçekleştirilen DMA testleri sonrası su verilmiş numunenin yüzey altından optik mikroskop incelemesinin yapıldığı bölgenin şematik gösterimi ve söz konusu incelemeden elde edilen optik mikroskop görüntüsü

4. **İRDELEME**

4.1. İçyapı-Mekanik Özellik İlişkisi

4.1.1. Tane Boyutunun Zn-Al Alaşımlarının Deformasyon Davranışları ve Dayanımları Üzerine Etkisi

Bu çalışma kapsamında gerçekleştirilen deneyler ve mikroyapısal incelemeler tane boyutunun Zn-Al alaşımlarının gerilme-şekil değiştirme davranışları üzerinde oldukça etkili olduğunu göstermiştir. Nitekim su verilmiş durumda lamelli yapıya sahip Zn-5Al ve kaba taneli Zn-0,3Al alaşımları iri taneli malzemelerde olduğu gibi belirgin deformasyon sertleşmesi davranışı sergilerken (Şekil 56 ve 57), lamelli ve çok ince taneli yapıları bir arada bulunduran Zn-22Al alaşımında belirgin bir deformasyon yumuşaması davranışı gözlenmiştir (Şekil 55). Öte yandan, alaşımlara uygulanan prosesler vasıtasıyla su verilmiş durumdaki içyapılarının elimine edilip bunların yerine ince tane yapısına sahip içyapıların elde edilmesi tüm alaşımlarda deformasyon yumuşaması davranışını beraberinde getirmiştir (Şekil 58-67). Ancak, tüm prosesler sonrası düşük deformasyon hızlarında oldukça belirgin olan söz konusu deformasyon yumuşaması davranışının, yüksek deformasyon hızlarında tane boyutuna bağımlı olduğu ve bu hızlarda tane boyutunun küçülmesi ile birlikte daha belirgin hale geldiği görülmüştür (Şekil 58-67).

Yüksek sıcaklıklarda deforme edilen süperplastik malzemelerde deformasyon esnasında gerçekleşen dinamik toparlanma/yeniden kristalleşme, bu malzemelerde görülen deformasyon yumuşamasının ana nedeni olarak kabul edilmektedir [117-120]. Öte yandan, akma dayanımı deformasyon hızına duyarlı olan malzemelerde (deformasyon hızının artırılması ile akma dayanımı da artan malzemelerde) deney esnasında deformasyon hızının sürekli düşüyor olması deformasyon yumuşaması davranışının bir diğer nedeni olarak görülmektedir [117]. Şöyle ki, bu tür malzemelerde çene hızı (v) deney boyunca sabit olduğu ve ölçü boyu (l₀) sürekli arttığı için, deformasyon hızı $\dot{\varepsilon} = \mathbf{v}/\mathbf{l}_0$ eşitliğinden sürekli azalmaktadır. Deformasyon hızının azalması da malzemenin dayanımını düşürdüğü için malzeme deformasyon yumuşaması davranışı göstermektedir. Bu çalışma kapsamında kullanılan bütün Zn-Al alaşımları için oda sıcaklığı 0,4Tm'in üzerinde bir sıcaklık değerine tekabül etmektedir. Dolayısıyla bu alaşımların oda sıcaklığındaki deformasyonları esnasında dinamik toparlanma/yeniden kristalleşmenin gerçekleşmesi mümkün görünmektedir.

Nitekim alaşımlara tane inceltme amacı ile uygulanan prosesler sonrası alaşımların içyapılarına ait TEM resimlerinde herhangi bir dislokasyon oluşumunun gözlenmemiş olması (Şekil 32, 34, 37, 39, 42, 47 ve 53), bu alaşımların oda sıcaklığındaki deformasyonları esnasında dinamik toparlanma/yeniden kristalleşme mekanizmasının gerçekleştiğini göstermektedir. Bu bilgiler ışığında, su verilmiş durumdaki Zn-22Al alaşımında ve uygulanan prosesler sonrası tüm alaşımlarda görülen deformasyon yumuşamasının dinamik toparlanma/yeniden kristalleşme mekanizmasının bir sonucu olduğunu söylemek mümkündür.

Esasen deformasyon yumusaması davranısının tane boyutuna duyarlı olması (yüksek deformasyon hızlarında tane boyutunun küçülmesi ile birlikte daha belirgin hale geliyor olması) bu davranışın esas nedeninin dinamik toparlanma/yeniden kristalleşme olduğunu gösteren bir diğer bulgu olarak değerlendirilmektedir. Dinamik yeniden kristalleşme esnasında tane sınırlarının (içyapı içerisindeki kusurlu bölgelerin) yeni tanelerin cekirdeklenmesi için uygun bölgeler olduğu bilinmektedir [121]. Dolayısıyla tane boyutunun küçülmesi yeni tanelerin çekirdeklenebilmesi için daha fazla bölgelerin oluşması, böylelikle çekirdeklenmenin kolaylaşması ve yeniden kristalleşmenin daha etkin bir şekilde gerçekleşebilmesi anlamına gelmektedir. Bu nedenle, tane boyutu küçük numunelerde dinamik yeniden kristalleşme yüksek deformasyon hızlarında da etkin bir şekilde gerçekleşmiş ve bu hızlarda bile deformasyon yumuşaması davranışı elde edilmiştir. Öte yandan tane boyutu nispeten büyük olan numunelerde (Zn-22Al alaşımında Proses-1 (Şekil 58), Zn-5Al alaşımında Proses-3 (Şekil 63) ve Zn-0,3Al alaşımında Proses-3 (Şekil 65) ve Proses-6 (Şekil 66) uygulanmış numunelerde) deformasyon yumuşamasının yüksek deformasyon hızlarına kıyasla düşük deformasyon hızlarında daha belirgin olduğu görülmektedir. Bunun nedeni ise, nispeten büyük tane boyutuna rağmen, düşük deformasyon hızlarında deformasyon esnasında dinamik yeniden toparlanma/kristalleşme için yeterli zamanın olmasıdır. Öte yandan, büyük tane boyutuna sahip numuneler ince tane yapılı malzemelere kıyasla nispeten daha az çekirdeklenme bölgesi içerdikleri için, yeterli sürenin olmaması nedeniyle bu numunelerde yüksek deformasyon hızlarında dinamik toparlanma/ yeniden kristalleşme etkin bir şekilde gerçekleşememiş ve daha az belirgin deformasyon yumuşaması elde edilmiştir.

Deformasyon yumuşaması gözlemlenen şartlarda (su verilmiş durumdaki Zn-22Al alaşımında ve uygulanan prosesler sonrası tüm alaşımlarda) alaşımların akma dayanımlarının deformasyon hızına duyarlı oldukları (deformasyon hızını artırmanın

alaşımların akma dayanımını da artırdığı) görülmektedir (Şekil 68(b), 71-81). Dolayısıyla, deformasyon esnasında, yukarıda açıklandığı gibi, deformasyon hızının sürekli azalması ve böylelikle alaşımların dayanımlarının düşmesi elde edilen deformasyon yumuşaması davranışının bir diğer nedeni olarak değerlendirilmektedir.

Üçüncü bölümde de ifade edildiği gibi, alaşımlara uygulanan prosesler sonrası özellikle yüksek miktarda süperplastik uzamanın elde edildiği deformasyon hızlarında (Zn-22Al alasımında Proses-4 sonrası 1x10⁻² s⁻¹ (Şekil 61) ve Proses-5 sonrası 5x10⁻² s⁻¹'de (Sekil 62), Zn-5Al alaşımında Proses-6 sonrası 1x10⁻³ s⁻¹'de (Sekil 64), Zn-0,3Al alaşımında ise Proses-6 ve Proses-7 sonrası 1×10^{-4} s⁻¹'de (sırasıyla Şekil 66 ve 67)) gerilme şekil değiştirme eğrilerinin kararlı bir yapıya sahip oldukları görülmektedir. Aslında bu tip gerilme-şekil değiştirme eğrileri süperplastik malzemelerde elde edilen karakteristik eğrilerdir ve süperplastik malzemelerin yüksek deformasyon hızı duyarlılık üssüne (mdeğerine) sahip olmalarının bir sonucu olarak ortaya çıktıkları bilinmektedir [122, 123]. Birinci bölümde de açıklandığı gibi, numunenin herhangi bir bölgesinde boyun verme başladığında deformasyon bu bölgede yoğunlaşır ve bu bölgenin deformasyon hızı numunenin geri kalanına göre daha büyük olur. m-değerinin yüksek olması bu bölgede mukavemetin artmasına ve dolayısıyla da deformasyonun bu bölgede durarak numunenin başka bir bölgesinde devam etmesine neden olur. Böylelikle hem numunede boyun verme gecikmiş olur, hem de ani dayanım düşmesi meydana gelmediği için kararlı bir gerilme-şekil değiştirme eğrisi ve dolayısıyla da yüksek miktarda uzama elde edilir [37]. Paragrafın hemen başında belirtilen prosesler sonrası bu tez çalışması kapsamında kullanılan alaşımlarda özellikle optimum süperplastisite bölgesinde yüksek m-değerleri elde edilmiştir. Nitekim, Proses-5 sonrası II. bölgede Zn-22Al alaşımının m-değeri 0,30 olarak belirlenirken (Şekil 76(b)), bu değer Proses-6 sonrası Zn-5Al alaşımında 0,25 (Şekil 78(b)) ve Proses-7 sonrası Zn-0,3Al alaşımında 0,31 olarak kaydedilmiştir (Şekil 81(b)). Her ne kadar, kararlı gerilmeşekil değiştirme eğrilerinin elde edildiği diğer prosesler için (Zn-22Al alaşımında Proses-4 ve Zn-0,3Al alaşımında Proses-6) alaşımların m-değerleri belirlenmemiş olsa da, söz konusu prosesler sonrası alaşımların nispeten yüksek m-değerlerine sahip oldukları ilgili proseslerin akma dayanımı-deformasyon hızı eğrilerinin verildiği şekillerden açıkça görülebilmektedir (Zn-22Al; Proses-4 (Şekil 74(b)) ve Zn-0,3Al; Proses-6 (Şekil 80(b)). Dolayısıyla, bu çalışma kapsamında Zn-Al alaşımlarında belirli şartlar sonrası elde edilen kararlı gerilmeşekil değiştirme eğrilerinin bu şartlar sonrası alaşımların yüksek deformasyon hızı duyarlılık üssüne (yüksek m-değerine) sahip olmalarından kaynaklandığı söylenebilir.

4.1.2. Tane Boyutu ve Morfolojisinin Zn-Al Alaşımlarının Kopma Uzamaları ve Süperplastik Davranışları Üzerine Etkisi

4.1.2.1. Zn-22Al Alaşımı

Birinci bölümde de belirtildiği gibi süperplastik malzemelerde tane boyutu ve morfolojisi ile kopma uzaması doğrudan ilişkilidir ve tane boyutunu küçültmek elde edilen uzamanın artmasına neden olmaktadır [1]. Bu çalışma kapsamında Zn-22Al alaşımına uygulanan beş proseslerin optimumu olarak belirlenen ve TEM görüntüleri alınan şartları sonrası kaydedilen tane boyutu ve kopma uzaması değerleri Proses-3 dışında bu bilgi ile birebir örtüşmektedir. Nitekim alaşımın su verilmiş durumda sahip olduğu ve belli oranda taneli bölgelerin yanı sıra çoğunlukla döküm aşamasından gelen lamelli bir yapıdan oluşan içyapısının alaşıma Proses-1 uygulanarak (250 °C'de 30 dk yaşlandırma) elimine edilip, yerine 550 nm tane boyutuna sahip bir içyapının oluşturulması kopma uzamasını % 105'den (Şekil 68(a)) % 150'ye çıkarmıştır (Şekil 71(a)). Proses-1 işlemine tabi tutulmuş numuneye Proses-2 kapsamında oda sıcaklığında uygulanan % 60 ezme oranındaki haddeleme işlemi ile alaşımın tane boyutunun 450 nm'ye düşürülmesi kopma uzamasının daha da artmasına neden olmuş ve bu proses sonrası % 260 uzama kaydedilmiştir (Şekil 72(a)). Proses-4'ün (250 °C'de 30 dk yaşlandırma + oda sıcaklığında 4 paso EKAE) Zn-22Al alaşımına uygulanması ile birlikte tane boyutunun Proses-1 ve Proses-2'ye kıyasla daha da inceltilmesi (400 nm) ise kopma uzamasının % 370'e kadar yükselmesine neden olmuştur (Şekil 74(a)). Alaşıma uygulanan bütün prosesler içerisinde en ince tane boyutunun (200 nm) elde edildiği Proses-5 sonrası ise (350 °C'de sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE) alaşımda en yüksek uzama değeri kaydedilmiş ve maksimum kopma uzaması 5×10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızında % 400 olarak elde edilmiştir (Şekil 76(a)). Dolayısıyla, bu prosesler sonrası elde edilen uzama değerleri yukarıda belirtilen tane boyutu-kopma uzaması ilişkisi ile tam olarak örtüşmektedir. Tane boyutunun küçülmesi ile birlikte içyapı içerisindeki tane sınırının oranı da artmakta, böylelikle yüksek test sıcaklığından dolayı (>0,4Tm) tane sınırı kayması daha fazla tane sınırında daha etkin bir şekilde gerçekleşmekte ve elde edilen uzama değerleri de artmaktadır.

Öte yandan, Proses-3 kapsamında uygulanan 350 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme işlemi sonrası Zn-22Al alaşımının tane boyutu Proses-5 dışındaki üç prosesin optimum şartlarından (Proses-1, 2 ve 4) elde edilen tane boyutlarından daha küçük olmasına rağmen, bu işlem sonrası tüm proseslerden daha düşük bir kopma uzaması değeri elde

edilmiştir. Bu işlem sonrası 300 nm'lik tane boyutu elde edilirken, en yüksek kopma uzamasının ise ancak % 150 olduğu belirlenmiştir (Şekil 73(a)). Benzer bir sonuç Proses-5'in ilk adımı olan sıcak EKAE işlemleri sonrasında da gözlenmiştir. 350 °C'de 4 pasoluk sıcak EKAE işlemi uygulanmış numunenin tane boyutu aynı proses kapsamındaki diğer şartlardan (250 °C'de sıcak EKAE, 100 °C'de sıcak EKAE ve oda sıcaklığında EKAE) elde edilen tane boyutlarından daha küçük iken, Proses-5'in ilk adımında minimum uzama bu şart sonrasında (350 °C'de 4 pasoluk sıcak EKAE) kaydedilmiştir (Şekil 75(a)). Şekil 31 ve Şekil 42 arasında verilen ve Zn-22Al alaşımının uygulanan prosesler sonrası sahip olduğu içyapıları gösteren SEM ve TEM resimlerine bakıldığında, Proses-3 (350 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme) ve Proses-5'in ilk adımı (350 °C'de sıcak EKAE) uygulanmış numunelerin sahip oldukları içyapıların diğer proseslerden elde edilen içyapılardan en belirgin farklarının kısmen lamelli bölgeler içeriyor olmaları olduğu görülmektedir (Şekil 35(e)-(f) ve Şekil 40(e)-(f)). Dolayısıyla, kopma uzamasında kaydedilen bu beklenmedik sonuçlara içyapı içerisindeki lamelli bölgelerin neden olduğu düşünülmektedir.

Lamelli yapıların Zn-22Al alaşımının deformasyon mekanizması ve kopma davranışı üzerine etkilerinin belirlenebilmesi için, içyapıda kısmen lamelli bölge oluşumuna neden olan Proses-3 ve tüm prosesler kapsamında en yüksek uzamanın elde edildiği Proses-5 sonrası alaşımın deformasyon mekanizması ve kopma davranışları analiz edilmiş ve sonuçlar birbirleri ile karşılaştırılmıştır. Proses-3 işlemi uygulanmış numunenin deformasyon mekanizmasının belirlenebilmesi için yüzeyi deney öncesi iyice parlatılan çekme numunesi 1×10^{-2} deformasyon hızında % 50'ye kadar deforme edilmiştir. Daha sonra numune yüzeyinden yüksek ve düşük çözünürlüklü SEM incelemeleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen yüzey görüntüleri Şekil 93 ve 94'de verilmiştir. Proses-5 işlemine tabi tutulmuş numunenin deformasyon mekanizmasını belirleyebilmek için yapılan çalışmaların detayları ve bu çalışmalardan elde edilen SEM görüntüleri ise üçüncü bölümde verilmiştir (Şekil 82). Şekil 82 ve 93'e bakıldığında, Proses-3 ve Proses-5 sonrası alaşımın yüzey morfolojilerinin oldukça benzer oldukları görülmektedir. Nitekim Şekil 82'de verilen SEM görüntülerinde olduğu gibi, Proses-3 sonrası deforme edilen numune yüzeyindeki tanelerin oldukça belirgin hale geldikleri, eş-eksenli morfolojilerini korudukları ve çekme doğrultusunda (yatay eksen boyunca) herhangi bir tane uzamasının meydana gelmediği gözlenmektedir. Bir sonraki bölümde detaylarıyla birlikte belirtildiği gibi, bu tür yüzey morfolojileri deformasyon esnasında temel deformasyon mekanizmasının tane sınırı kayması olduğunu işaret etmektedir. Bu sonuçlar, Proses-3 sonrası içyapıda bulunan lamelli bölgelerin etkin temel deformasyon mekanizmasında herhangi bir değişime neden olmadığını ve her iki proses sonrasında da deformasyon mekanizmasının tane sınırı kayması olduğunu göstermektedir. Dolayısıyla, Proses-3 sonrası alaşımın oldukça küçük tane boyutuna sahip olmasına rağmen çok düşük kopma uzaması değerinin elde edilmiş olmasını, Proses-3 ve Proses-5 sonrası farklı deformasyon mekanizmalarının varlığı ile açıklamak mümkün görünmemektedir. Bu nedenle, Proses-3 işlemine tabi tutulup deforme edilmiş numunenin yüzeyinden daha detaylı SEM incelemeleri gerçekleştirilmiş ve sonuçlar Şekil 94(a)-(b)'de verilmiştir. Söz konusu şekle bakıldığında, içyapı içerisinde bulunan lamelli bir bölgenin hemen yanında belirgin bir mikro-catlak (MC) oluşumunun varlığı dikkati çekmektedir. Bu mikro-catlak oluşumunun, içyapıda bulunan lamelli bölgeler nedeni ile temel deformasyon mekanizması olan tane sınırı kaymasının yeterince desteklenemiyor olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Birinci bölümde de ifade edildiği gibi, deformasyon esnasında oluşabilecek gerilme yığılmalarının giderilebilmesi için tane sınırı kaymasının deformasyon esnasında çeşitli mekanizmalarla desteklendiği ve dislokasyon hareketlerinin de bu anlamda gerçekleşen en önemli mekanizma olduğu bilinmektedir [26]. İçyapıda bulunabilecek lamelli bölgelerin ise dislokasyonların tane sınırlarında tırmanmak veya komşu tane içerisindeki en uygun düzlemde kaymak sureti ile yok olmalarını güçleştirerek gerilme yığılmasına neden oldukları ve böylelikle tane sınırı kaymasının dislokasyon hareketi ile etkin bir şekilde desteklenebilmesini engelledikleri ileri sürülmüştür [105]. Lamelli bölgelerde dislokasyon yığılmasının bir sonucu olarak ortaya çıkan gerilme yığılmalarının da beraberinde bu bölgelerde mikro-çatlak oluşumunu ve erken kırılmayı getirdikleri belirtilmiştir [105]. Proses-3 sonrası Zn-22Al alaşımının içyapısında bulunan lamelli bölgelerin bu türden bir etkisini bu proses sonrası deforme edilen numune yüzeyini gösteren SEM resimlerinden açıkça görebilmek mümkündür (Şekil 94(a)-(b)). Nitekim söz konusu resimlerde lamelli bir bölgenin hemen yanında belirgin bir mikro-çatlak oluşumunu görülmektedir. Bu analizler ve bilgiler ışığında, Proses-3 sonrası (350 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme işlemi sonrası) alaşım 300 nm gibi küçük bir tane boyutuna sahip iken, içyapıdaki lamelli bölgelerde oluşan mikro-çatlakların bir sonucu olarak meydana gelen erken kırılma nedeni ile bu proses sonrası beklenenden daha düşük uzama değerinin elde edildiği sonucuna varılmıştır. Aynı durum Proses-5'in ilk adımında (350 °C'de sıcak EKAE uygulanan numunede) elde edilen düşük kopma uzaması değeri için de geçerlidir. Bu sonuçlar, herhangi bir malzemede süperplastik davranış elde edebilmek için ince tane yapısının tek başına yeterli olmadığını, bununla birlikte malzemenin içyapısında gerilme yığılmalarına ve dolayısıyla kolay çatlak oluşumuna neden olabilecek lamelli yapı benzeri oluşumları içeren herhangi bir bölgenin de olmaması gerektiğini ortaya çıkarmaktadır.



Şekil 93. Proses-3 sonrası (350 °C'de sıcak + oda sıcaklığında haddeleme) 1x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızında % 50'ye kadar deforme edilen çekme deneyi numunesi yüzeyinin yüksek çözünürlüklü SEM görüntüsü



Şekil 94. (a)-(b) Proses-3 sonrası (350 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme) 1x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızında % 50'ye kadar deforme edilen çekme deneyi numunesi yüzeyinin düşük çözünürlüklü SEM görüntüleri

Bu tez çalışması kapsamında Zn-22Al alaşımına ilk iki prosesin (Proses-1 ve Proses-2) uygulanması ile elde edilen kopma uzaması değerlerinin % 300'ün altında kaldığı görülmektedir (Şekil 71(a) ve Şekil 72(a)). Proses-3 ve Proses-4'ün bazı şartlarında ise % 300'ün üzerinde uzamalar kaydedilmiştir (Şekil 73(a) ve Şekil 74(a)). Dolayısıyla Proses-3 ve Proses-4 sonrası Zn-22Al alaşımında oda sıcaklığında literatürde yapılan çalışmalara benzer süperplastik uzamalar elde edilmiştir. Ancak, Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığındaki süperplastik davranışındaki asıl gelişme Proses-5 kapsamında alaşıma uygulanan 350 °C'de sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE işlemi sonrasında kaydedilmiş ve bu proses sonrası $5x10^{-2}$ s⁻¹ ve $1x10^{-1}$ s⁻¹ gibi yüksek deformasyon hızlarında bile sırasıyla % 400 ve % 330 uzama elde edilmiştir (Şekil 76(a)). Literatürde Zn-22Al alaşımı üzerine yapılan çalışmalar göz önüne alındığında $1x10^{-2}$ s⁻¹ ve $1x10^{-1}$ s⁻¹ gibi yüksek deformasyon hızlarında bile sırasıyla % 400 ve % 370 uzama elde edilmiştir (Şekil 76(a)). Literatürde Zn-22Al alaşımı üzerine yapılan çalışmalar göz önüne alındığında $1x10^{-2}$ s⁻¹ ve $1x10^{-1}$ s⁻¹ gibi yüksek deformasyon hızlarında elde edilen maksimum uzama değerlerinin sırası ile % 310 ve % 220 olduğu görülmektedir [7]. Dolayısıyla Proses-5'in Zn-22Al alaşımına uygulanması ile alaşımın oda sıcaklığında ve yüksek deformasyon hızındaki süperplastik uzamasının bu çalışmada hedeflendiği gibi geliştirildiği görülmektedir.

Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığında ve yüksek deformasyon hızındaki süperplastik davranışındaki bu kayda değer gelişimin, alaşıma uygulanan çok iyi tasarlanmış iki aşamalı EKAE işlemi sonrası içyapıda meydana gelen değişiklikler ile açıklanabilmesi mümkündür. Nitekim, söz konusu prosesin alaşıma uygulanması ile birlikte bu zamana kadar Zn-22Al alaşımında kaydedilen en düşük tane boyutuna sahip (200 nm) içyapı elde edilmiştir. Ayrıca alaşımın yapısındaki fazların kayda değer bir bölümünün tane boyutunun 100 nm'nin altında olduğu görülmüştür (Şekil 44(d)-(e)). Dolayısıyla Zn-22Al alaşımının tane yapısının inceltilerek herhangi bir lamelli yapı içermeden 200 nm'ye düşürülmesi Proses-5 sonrası elde edilen yüksek süperplastik uzama miktarının en önemli nedeni olarak görülmektedir. Nitekim tane boyutunun düşürülmesi ile birlikte tane sınırının içyapı içerisindeki oranı artırılmış, böylelikle tane sınırı kayması temel deformasyon mekanizması olarak çok daha etkin bir şekilde gerçekleşerek çok daha yüksek uzama değeri elde edilmiştir. Bununla birlikte, bilindiği gibi tane boyutunu küçültmek süperplastik uzamanın elde edildiği deformasyon hızını da yüksek hızlara doğru ötelemekte ve bu hızlarda daha yüksek kopma uzaması değerlerinin elde edilmesine neden olmaktadır [1, 37]. Bunun nedeni ise, süperplastistik davranışın yüksek deformasyon hızlarında elde edildiği durumlarda, kırılmaya neden olabilecek iç boşlukların büyüyüp erken kırılmaya neden olmak için yeterli zaman bulamamalarıdır [1]. Böylelikle ince tane yapılı malzemelerde iri tane yapılı malzemelere oranla daha yüksek deformasyon hızlarında bile daha fazla süperplastik uzama elde edilebilmektedir. Dolayısıyla Proses-5 sonrası tane boyutunu 200 nm'ye kadar düşürmenin bir diğer sonucu da yüksek miktarda süperplastik uzama değerlerinin yüksek deformasyon hızlarında elde edilmiş olmasıdır.

200 nm ortalama tane boyutuna sahip ince taneli içyapının yanı sıra, bu yapı içerisindeki tanelerin sahip oldukları eş eksenli tane morfolojisi Proses-5 sonrası alaşımın oda sıcaklığında ve yüksek deformasyon hızında süperplastik davranışının geliştirilmesine neden olan bir diğer etken olarak görülmektedir. Xia ve arkadaşları [7] tarafından Zn-22Al alaşımına uygulanan kriyojenik haddeleme işlemi sonrasında 250 nm tane boyutuna ve ortalama 2,6 tane boy-en oranına sahip bir içyapı elde edildiği belirtilmiştir. Söz konusu tane yapısına sahip numunede % 315 uzama elde edilirken, aynı çalışma kapsamında eş eksenli tanelerden oluşan ve çok daha büyük tane boyutuna sahip numunede (550 nm) daha yüksek uzama değerinin (% 335) kaydedildiği görülmüştür [7]. Bu durumun yüksek boy-en oranına sahip tanelerden oluşan içyapının uzamış sütunsu tanelerinin tane sınırlarında meydana gelen gerilme yığılmalarından (ve dolayısıyla da boşluk oluşumu ve erken kırılmadan) kaynaklandığı ifade edilmiştir [7]. Bu çalışma kapsamında Proses-5 sonrası elde edilen tanelerin ortalama boy-en oranlarının 1,43 olduğu, içyapı içerisindeki tanelerin büyük çoğunluğunda ise bu değerin 1'e yakın olduğu görülmektedir (Şekil 44(f)-(g)). Başka bir ifade ile bu proses sonrası içyapı çoğunlukla eş-eksenli tanelerden oluşmaktadır. Dolayısıyla Proses-5 sonrası elde edilen ince tane yapısına ek olarak, içyapıyı oluşturan tanelerin eşeksenli morfolojiye sahip olmalarının ve içyapı içerisinde herhangi bir lamelli bölge olmayışının deformasyon esnasında tane sınırı kaymasının dislokasyon hareketi ile etkin bir şekilde desteklenebilmesine imkan sağladığı düşünülmektedir. Böylelikle alaşımın oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızındaki süperplastik davranışı geliştirilebilmiştir.

Tane boyutu ve morfolojisine ek olarak içyapıdaki taneleri ayıran tane sınırlarının büyük çoğunluğunun geniş açılı olmaları Zn-22Al alaşımında yüksek deformasyon hızında değeri elde edilebilmiş olmasının bir diğer nedeni yüksek uzama olarak değerlendirilmektedir. Tane sınırı kaymasının yüksek enerji seviyesine sahip geniş açılı tane sınırlarında dar açılı tane sınırlarına kıyasla daha kolay bir sekilde gerçeklesebildiği bilinmektedir [41]. Bu çalışma kapsamında gerçekleştirilen EBSD analizleri Proses-5 sonrası içyapıdaki taneleri ayıran tane sınırlarının % 98'den fazlasının geniş açılı tane sınırları olduklarını göstermiştir (Şekil 44(b)-(c)). Dolayısıyla, Proses-5'e tabi tutulmuş numunede tane sınırı kayması içyapı içerisindeki geniş açılı tane sınırlarında oldukça kolay ve etkin bir şekilde gerçekleşebilmiş ve böylelikle yüksek deformasyon hızlarında yüksek süperplastik uzama değerleri kaydedilmiştir.

Tane sınırlarının karakteristiğinin (faz bileşiminin) yüksek deformasyon hızında elde edilen süperplastistik davranışta rol oynayan bir diğer önemli faktör olduğu düşünülmektedir. Birinci bölümde ifade edildiği gibi tane sınırı kaymasının hetero-faz sınırlarında (farklı fazlara ait taneleri ayırın sınırlar) homo-faz sınırlarına (aynı fazdan oluşan taneleri ayıran sınırlar) göre çok daha kolay ve hızlı gerçekleştiği bilinmektedir [41]. Nitekim Hashimoto ve arkadaşları [44] östenitik çelikte östenit/ferrit faz sınırlarının kayma hızının ferrit/ferrit faz sınırlarından 200 kat daha hızlı olduğunu göstermişlerdir. Çinko alüminyum alaşımlarında tane sınırı kaymasının η/α ve η/η faz sınırlarında çok etkin bir sekilde gerçekleştiği, α/α faz sınırında ise kaymanın minimum olduğu bilinmektedir [22-25]. Dolayısıyla Zn-Al alaşımlarında yüksek miktarda süperplastik davranış elde edebilmek için içyapı içerisindeki fazların homojen bir şekilde dağılarak herhangi bir bölgede yığılma oluşturmamaları ve böylelikle α/α faz sınırlarının yapı içerisindeki oluşumunun minimize edilmesi önem arz etmektedir. Nitekim EKAE işlemine tabi tutulmuş Zn-22Al alaşımının içyapısındaki bazı bölgelerde η- ve α-fazlarının yığılma oluşturdukları bir çalışmada söz konusu alaşımın tane boyutuna göre beklenenden daha az süperplastik davranış gösterdiği rapor edilmiştir [106]. Bu tez çalışması kapsamında iki aşamalı EKAE işlemine (Proses-5'e) tabi tutulan numuneye ait Şekil 95'de verilen STEM resmine bakıldığında ise her iki fazın da içyapıda oldukça homojen bir şeklide dağıldıkları görülmektedir (söz konusu homojen dağılım söz konusu prosese ait Şekil 42'de verilen TEM ve Şekil 43'de verilen STEM resimlerinden de görülebilmektedir). Daha detaylı analiz yapabilmek için STEM resmi üzerinde alaşımın yapısındaki faz sınırlarında tane sınırı kaymasının gerçekleşebilme olasılıkları renkler yardımıyla ifade edilmiştir (Sekil 95). Söz konusu resimde tane sınırı kayması kolaylıkla gerçekleşebilen faz sınırları (η/α ve η/η) yeşil renk ile, nispeten zor gerçekleşebilen faz sınırları (α/α) ise kırmızı renk ile ifade edilmiştir. Yeşil renk ile ifade edilen faz sınırlarının yüzde dağılımları STEM resmi kullanılarak % 88 olarak hesaplanmış (% 59'u η/α ve % 29' η/η faz sınırları), α/α faz sınırlarının ise içyapı içerisindeki faz sınırlarının yalnızca % 12'sini oluşturduğu görülmüştür. Dolayısıyla, içyapı içerisinde fazların homojen bir şekilde dağılmaları α/α faz sınırlarının yapı içerisindeki oluşumunun minimize edilmesine neden olmuştur. Böylelikle tane sınırı kayması η/α ve η/η faz sınırlarında çok daha etkin bir şekilde gerçekleşebilmiş ve bu da yüksek deformasyon hızında süperplastik davranışın geliştirilebilmesine olanak sağlamıştır.



Şekil 95. Proses-5 işlemine (350 °C'de sıcak EKAE + O.S.'da EKAE) tabi tutulmuş Zn-22Al alaşımının yapısındaki fazları, faz sınırlarını ve faz sınırlarında tane sınırı kaymasının gerçekleşebilme olasılığını gösteren STEM resmi

4.1.2.2. Zn-5Al Alaşımı

Zn-5Al alaşımına uygulanan prosesler sonrası elde edilen tane boyutu ve kopma uzaması değerleri arasında literatürde de belirtilen türde bir ilişkinin olduğu görülmektedir. Şöyle ki, alaşımın tane boyutu küçüldükçe elde edilen kopma uzaması değeri artmıştır. Su verilmiş durumdaki lamelli yapının alaşıma Proses-3'ün (100 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme) uygulanması ile birlikte ortadan kaldırılıp tane boyutunun 3,5 µm'ye indirilmesi kopma uzamasını % 6'dan (Şekil 69(a)) % 115'e yükseltmiştir (Şekil 77(a)). Her ne kadar Proses-3 uygulanmış alaşımın kopma uzaması değeri su verilmiş duruma kıyasla neredeyse 20 kat artsa da, bu proses sonrası elde edilen tane boyutunun Zn-5Al alaşımında süperplastik davranış elde edebilmek için yeteri kadar küçük olmadığı ve daha da inceltilmesi gerektiği görülmektedir. Nitekim alaşıma Proses-6 kapsamında oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi alaşımın tane boyutunu 540 nm'ye kadar düşürmüş ve bu ince tane yapısının bir sonucu olarak alaşımda $1x10^{-3}$ s⁻¹ deformasyon hızında % 520, $1x10^{-2}$ s⁻¹ gibi yüksek bir deformasyon hızında ise % 400 uzama kaydedilmiştir (Şekil 78(a)). Dolayısıyla Zn-5Al alaşımında oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızında ilk defa süperplastik davranış elde edilmiş ve böylelikle bu tez çalışmasının amaçlarından bir tanesi daha gerçekleştirilmiştir.

Zn-5Al alaşımında oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızında elde edilen süperplastik davranışın alaşıma uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrası alaşımın içyapısında meydana gelen radikal değişiklikler ile (UİT yapılı bölgede özgün bi-modal tane yapısı ve faz sınırı karakteristiği gibi) doğrudan ilişkili olduğu düşünülmektedir. 8 pasoluk EKAE işlemine tabi tutulan Zn-5Al alaşımında temel deformasyon mekanizması tane sınırı kayması olduğu için (bir sonraki bölümde detaylarıyla belirtildiği tartışılmıştır) öncelikle Zn-5Al alaşımının sahip olduğu ve tane sınırı kaymasını desteklediği ve böylelikle alaşımın süperplastik davranışını olumlu yönde etkilediği düşünülen mikroyapısal özellikleri ele almanın yerinde bir yaklaşım olacağı düşünülmektedir. Zn-22Al alaşımının süperplastik davranışında kaydedilen iyileşmenin temel nedenlerinin irdelendiği bölümde belirtildiği ve detaylarıyla birlikte tartışıldığı gibi, tane sınırı kaymasını etkileyen başlıca mikroyapısal özelliklerin tane boyutu ile morfolojisi ve tane sınırlarının karakteristiği olduğu söylenebilir. Dolayısıyla Zn-5Al alaşımının sahip olduğu UİT yapılı içyapısının, elde edilen yüksek miktardaki süperplastik uzamanın en önemli nedeni olduğu düşünülmektedir. Uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi ile tane boyutunun mikron altı mertebelere kadar indirilmesi, içyapıdaki tane sınırı yoğunluğunun artmasına ve tane sınırı kaymasının çok daha etkin bir şekilde gerçekleşebilmesine imkan sağlamış ve böylelikle Zn-5Al alaşımında ilk defa oda sıcaklığında ve yüksek deformasyon hızında süperplastik davranış elde edilebilmiştir. Bunun yanı sıra, tane sınırlarının % 90'dan fazlasının geniş açılı tane sınırlarından oluşması (Şekil 48(d)-(e)) ve bu sınırların içyapıda daha çok η/α ve η/η faz sınırları şeklinde bulunmaları (Şekil 47) tane sınırı kaymasını olumlu yönde etkileyen ve böylelikle yüksek miktarda süperplastik uzamanın elde edilebilmesine imkan sağlayan diğer nedenler arasında görülmektedir. Bu mikroyapısal özelliklere ek olarak, tane sınırı kaymasını olumlu yönde etkileyen bir diğer özelliğin de α-fazı tanelerinin sahip oldukları dairesel formdaki tane morfolojisi olduğunu söylemek mümkündür. Çünkü, dairesel formdaki tanelerin sınırlarında tane sınırı kaymasının klasik eş-eksenli (altıgen formuna sahip) tanelerin sınırlarına kıyasla daha kolay gerçekleşebildiği bilinmektedir [124]. Dolayısıyla, dairesel α-fazı sınırlarının tane sınırı kaymasının etkin bir şekilde gerçekleşebilmesine olanak sağladığı ve dolayısıyla da süperplastik uzamayı olumlu yönde etkilediği düşünülmektedir.

Zn-5Al alaşımına uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi 110 nm tane boyutuna sahip αfazı ve 540 nm tane boyutuna sahip η-fazı tanelerinden oluşan ve UİT yapılı bölgede bimodel yapıya sahip bir içyapı oluşumuna neden olmuştur. Bu özgün mikroyapısal oluşumun Zn-5Al alaşımında oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızında elde edilen süperplastik davranışın bir diğer nedeni olduğu düşünülmektedir. Süperplastik malzemelerin deformasyonları esnasında meydana gelen asırı tane büyümesinin elde edilen süperplastik uzamayı olumsuz yönde etkilediği ve içyapı içerisinde ikinci bir fazın veya çok küçük ikinci faz parçacıklarının varlığının ise söz konusu tane büyümesini engelleyerek kopma uzamasını artırdığı bilinmektedir [41, 112]. Bu bilgiler ışığında, çok ince tane yapısına sahip olan ve çoğunlukla η-fazından oluşan tanelerin tane sınırlarında yer alan α -fazı tanelerinin süperplastik deformasyon esnasında çok düşük ergime sıcaklığına sahip η-fazının aşırı büyümesini engelledikleri ve böylelikle yüksek miktarda süperplastik uzamanın elde edilmesine katkıda bulundukları düşünülmektedir. Dolayısıyla Zn-5Al alaşımının sahip olduğu bi-modal içyapının oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızında elde edilen süperplastik davranışına olumlu katkısının, deformasyon esnasında stabil bir içyapı oluşturarak aşırı tane büyümesini engellemek ve böylelikle yüksek süperplastik uzama elde edilebilmesine olanak sağlamak şeklinde gerçekleştiğini söylemek mümkündür.

Yukarı da belirtildiği gibi, çift fazlı Zn-Al alaşımlarının içyapılarındaki fazların homojen bir şekilde dağılmalarının ve içyapı içerisinde herhangi bir bölgede faz yığılması olmamasının söz konusu alaşımların süperplastik davranışlarını olumlu yönde etkilediği bilinmektedir [106]. Zn-5Al alaşımına Proses-3 kapsamında uygulanan haddeleme işlemi (100 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme) sonrası elde edilen içyapıya kıyasla (Şekil 45(b)-(c)) oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işleminin oluşturduğu içyapıdaki α-fazı tanelerinin içyapı içerisinde oldukça homojen bir şekilde dağıldığı görülmektedir (Şekil 46(d)-(f)). Dolayısıyla Proses-6 sonrası Zn-5Al alaşımında oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızında elde edilen yüksek miktardaki süperplastik uzamanın bir diğer nedeninin de söz konusu proses sonrası her iki faz tanelerinin içyapı içerisinde oldukça homojen bir şekilde dağılmaları olduğu söylenebilir.

4.1.2.3. Zn-0,3Al Alaşımı

Su verilmiş durumda 100–250 µm arasında değişen tane boyutuna sahip iri tane yapılı Zn-0,3Al alaşımına 100 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme (Proses-3) işlemi uygulanması ile birlikte alaşımın tane boyutunun 3 µm'ye düşürülmesi kopma uzamasını % 6'dan (Şekil 70(a)) % 220'ye yükseltilmiştir (Şekil 79(a)). Alaşıma Proses-6 kapsamında uygulanan 5 pasoluk EKAE işlemi sonrası tane boyutu Proses-3'e kıyasla daha fazla inceltilememiş ve 3 µm olarak elde edilmiş ve bu proses sonrası kopma uzaması değeri % 650 olarak kaydedilmiştir (Şekil 80(a)). Bu iki prosesten elde edilen sonuçlara bakıldığında, hir iki proses sonrası elde edilen tane boyutları birbirlerine eşit iken Proses-6 sonrası Proses-3'ten üç kat daha fazla kopma uzaması elde edildiği görülmektedir. Söz konusu proseslerin içyapıları dikkatli bir şekilde incelendiğinde birbirlerine oldukça benzer oldukları (Şekil 49(a)-(b) ve (Sekil 50(e)-(f)), ancak Proses-3 sonrası içyapıda çok fazla mikro-gözenek (Şekil 49(a)-(b)) olduğu dikkati çekmektedir. Bu türden gözeneklerin süperplastik malzemelerde lamelli yapılarda olduğu gibi erken kırılmaya neden olarak elde edilen süperplastik uzamayı olumsuz yönde etkiledikleri bilinmektedir [37]. Bu bilgiler ışığında, Proses-3 ve Proses-6 sonrası alaşımın tane boyutları birbirlerine eşit iken Proses-3 işlemine tabi tutulmus alasımın içyapısında yoğun sekilde bulunan mikro-gözeneklerin erken kırılmaya neden oldukları, böylelikle bu numunede Proses-6 işlemi uygulanmış numuneye kıyasla daha az kopma uzaması elde edildiği düşünülmektedir.

Zn-0,3Al alaşımında maksimum süperplastik uzama Proses-7 (100 °C'de % 35 sıcak haddeleme + oda sıcaklığında 6 paso EKAE) sonrası 2 µm ile en ince tane yapısına sahip numunede % 1000 olarak elde edilmiştir. Bu proses sonrası 1x10⁻² s⁻¹ gibi yüksek bir deformasyon hızında bile % 350 kopma uzaması değerine ulaşılmıştır (Şekil 81(a))). Proses-7 işlemine tabi tutulan Zn-0,3Al alaşımının oda sıcaklığı ve yüksek deformasyon hızında sahip olduğu süperplastik davranışı diğer iki alaşımda olduğu gibi Zn-0,3Al alaşımının içyapısında EKAE işlemi ile birlikte meydana gelen değişiklikler ile açıklamak mümkündür. Söz konusu proses sonrası alaşımın eş-eksenli tanelerden oluşan ince tane yapısına sahip olması, tanelerin birbirlerinden geniş açılı sınırlar ile ayrılmaları ve tane sınırlarının neredeyse tamamının içyapıda η/η faz sınırları şeklinde bulunmaları, tane sınırı kaymasının temel deformasyon mekanizması olarak etkin bir sekilde gerçeklesebilmesine imkan sağlamış ve böylelikle yüksek miktarda süperplastik uzama elde edilmiştir. Bunlara ek olarak, alaşımın içyapısında daha çok tane sınırlarında bulanan ve çok ince tane yapısına sahip olan α-fazı parçacıklarının süperplastik deformasyon esnasında aşırı tane büyümesini engelleyerek stabil bir içyapı oluşturdukları ve elde edilen süperplastik uzamaya pozitif yönde katkıda bulundukları düşünülmektedir.

4.1.3. Faz Bileşiminin Zn-Al Alaşımlarının Süperplastik Davranışları Üzerine Etkisi

Bu tez çalışması kapsamında kullanılan üç farklı Zn-Al alaşımının optimum proses şartları ile bu proseslerden elde edilen tane boyutları (d_f) ve maksimum uzama değerleri Tablo 4'de özetlenmiştir. Bu tabloya bakıldığında, Zn-22Al alaşımının tane boyutu ve elde edilen uzama değerleri sırası ile 200 nm ve % 400 iken, Zn-5Al alaşımında bu değerlerin ~540 nm ve % 520 olduğu görülmektedir. Zn-0,3Al alaşımında ise 2 µm tane boyutuna sahip numunenin % 1000 uzama kaydettiği yine Tablo 4'den görülebilmektedir. Süperplastik malzemelerde geçerli olan tane boyutu-süperplastik uzama ilişkisi dikkate alındığında en yüksek uzamanın 200 nm ile minimum tane boyutuna sahip Zn-22Al alaşımında elde edilmesi beklenirken en düşük uzama bu alaşımda elde edilmiş, en yüksek süperplastik uzama ise en iri tane boyutuna sahip Zn-0,3Al alaşımında kaydedilmiştir. Bu sonuçlar süperplastik malzemelerde elde edilen uzamanın sadece tane boyutuna bağımlı olmadığını ve süperplastik uzamayı etkileyen başka faktörlerin de bulunduğunu göstermektedir.

Bir önceki bölümde de ifade edildiği gibi, içyapıda bulunan lamelli yapılar, faz yığılması ve mikro-gözenek gibi oluşumlar süperplastik uzamayı olumsuz yönde etkileyen başlıca faktörler arasındadır. Ancak her üç alaşımın kendi içerisinde maksimum uzama gösteren prosesleri sonrası içyapılarına bakıldığında bu türden oluşumların bulunmadığı ve söz konusu içyapıların birbirlerine göre en önemli farklılığının tane boyutunun yanısıra yapı içerisindeki fazların oranı olduğu görülmektedir (Zn-22Al; Şekil 42, Zn-0,3Al; Şekil 47 ve Zn-5Al; Şekil 53). Dolayısıyla süperplastik malzemelerde tane boyutunun yanı sıra alaşımın faz bileşiminin de süperplastik uzamayı etkileyen önemli bir faktör olduğu sonucuna varılmaktadır. Yukarıda da belirtildiği gibi, Zn-Al alaşımlarında tane sınırı kayması en etkin sekilde η/η ve η/α faz sınırlarında gerçekleşirken α/α faz sınırlarında tane sınırı kayması minimum seviyededir [22-25]. Bu tez çalışmasında kullanılan üç Zn-Al alaşımı arasında minimum ve maksimum α/α faz sınırı oluşumu sırasıyla Zn-0,3Al ve Zn-22Al alaşımlarında gözlemlenirken, Zn-5Al alaşımında bu oluşumun orta seviyede olduğu alaşımların ilgili TEM resimlerinden görülebilmektedir (Zn-22Al; Şekil 42, Zn-0,3Al; Şekil 47 ve Zn-5Al; Şekil 53). Bu bilgiler ışığında, Zn-0,3Al alaşımı 2 µm ile en iri tane yapısına sahip iken bu alaşımın faz sınırlarının neredeyse tamamının η/η faz sınırı şeklinde oluşu tane sınırı kaymasının diğer alaşımlara kıyasla çok daha etkin bir şekilde gerçekleşebilmesine neden olduğu ve bunun da büyük tane yapısına rağmen maksimum süperplastik uzamanın bu alaşımda elde edilmesini beraberinde getirdiği düşünülmektedir. Dolayısıyla Zn-Al faz sistemi kullanılarak oda sıcaklığında süperplastik davranış gösteren bir alaşım elde edilmek istendiğinde, Al oranını minimum seviyede tutmanın yüksek miktarda süperplastik uzama elde edebilmek için daha uygun olduğu bu tez çalışmasından elde edilen önemli çıktılardan biridir.

Tablo 4. Zn-Al alaşımlarının optimum proses şartları ile bu proseslerden elde edilen tane boyutları ve maksimum uzama değerleri

Alaşım	Proses parametresi	$d_f(\mu m)$	έ (s ⁻¹)	Süperplastik uzama (%)
Zn-22Al	Proses-5: 350 C'de 4 pasoluk sıcak EKAE + O.S.'da 4 pasoluk EKAE	0,20	5x10 ⁻²	400
Zn-5Al	Proses-6: O.S.'da 8 pasoluk EKAE	~0,54	1x10 ⁻³	520
Zn-0,3Al	Proses-7: 100 C'de % 35 sıcak haddeleme + O.S.'da 6 pasoluk EKAE	2,00	1x10 ⁻⁴	1000

4.2. Süperplastik Deformasyon Mekanizması

Her üç alaşımın (Zn-22Al, Zn-5Al ve Zn-0,3Al) optimum süperplastisite bölgelerinde deforme edilen numunelerinin yüzey incelemelerinden elde edilen SEM resimlerine bakıldığında (Şekil 82-86) deformasyon sonrası üç alaşımın yüzeylerinin ortak mikroyapısal özelliklerini şu şekilde sıralamak mümkündür:

- I. Yüzey incelemelerinde kullanılan çekme numuneleri deney öncesi veya sonrasında herhangi bir dağlama işlemine tabi tutulmadıkları halde, numune yüzeylerindeki taneler Zn-22Al alaşımı için % 100 ve % 130, (Şekil 82), Zn-5Al alaşımı için % 100 ve % 200 (Şekil 83), Zn-0,3Al alaşımında ise % 65 uzama değerleri sonrasında (Şekil 84(c), Şekil 85-86) oldukça belirgin hale gelmişlerdir. Bu tür bir oluşum ise tane sınırlarında gerçekleşen bir deformasyon mekanizmasının varlığına işaret etmektedir.
- II. Üç alaşımın da çekme deneyinde kullanılan numunelerinin içyapıları çekme deneyleri öncesinde eş-eksenli tanelerden oluşmaktadır (Zn-22Al; Şekil 42, Zn-5Al; Şekil 47, Zn-0,3Al; Şekil 53). Çekme deneyleri sonrası numune yüzeylerinden alınan SEM görüntülerinden ise her üç alaşıma ait numunelerin deformasyon sonrasında eş-eksenli tane morfolojilerini korudukları görülmektedir (Şekil 82-86).

Süperplastik davranış gösteren malzemeler bu özelliklerini kaybettikleri I. ve III. bölgelerde çekme deneyine tabi tutulduklarında çekme doğrultusunda tane uzaması meydana geldiği bilinmektedir [125]. Bu bölgelerde sınırlı miktarda tane sınırı kayması gerçekleşse de numunede meydan gelen uzama büyük oranda tanelerin çekme doğrultusunda uzaması şeklinde gerçekleşmektedir. Öte yandan yapılan çalışmalar optimum süperplastisite bölgesinde (II. bölgede) temel deformasyon mekanizmasının tane sınırı kayması olduğunu, tanelerin birbirleri üzerinde kayarak yer değiştirdiklerini ve böylelikle eş-eksenli morfolojilerini muhafaza ettiklerini göstermiştir [3]. Bu çalışmada kullanılan Zn-Al alaşımları optimum süperplastisite bölgesinde (her bir alaşım için II. bölge) deforme edildiklerinde, çekme deneyleri sonrası tanelerin yüzeyde belirgin hale gelmeleri ve eşeksenli morfolojilerini korumaları bu bölgede etkin süperplastik deformasyon mekanizmasının tane sınırı kayması olduğunu göstermektedir.

Olaya Zn-22Al alaşımı özelinde bakıldığında tane sınırı kaymasının etkin deformasyon mekanizması olarak gerçekleştiğini destekleyen bir diğer bulgu da yüzey incelemelerinde referans olarak belirlenen tanelerin farklı uzama oranları sonrasında birbirlerine göre konum değişiklikleridir. Süperplastik malzemelerde optimum süperplastisite bölgesindeki uzamanın tane sınırı kaymasının bir neticesi olarak çekme doğrultusundaki tane sayısının artması, çekme doğrultusuna dik doğrultuda ise azalması sonucu elde edildiği bilinmektedir [3]. Şekil 82(a) ve (b)'de verilen Zn-22Al alaşımına ait SEM yüzey resimlerinden elde edilen sonuçlar bu bilgi ile birebir örtüşmektedir. Nitekim Zn-22Al alaşımı üzerinden gerçekleştirilen SEM incelerinde referans olarak belirlenen "1" ve "2" nolu taneler arasındaki dikey mesafenin % 130 uzama sonrası % 100 uzamaya göre azaldığı ($y_1 > y_2$) yatay mesafenin ise arttığı ($x_2 > x_1$) görülmektedir (Şekil 82(a)-(b)). Bu da tanelerin süperplastik deformasyon esnasında tane sınırı kaymasının bir neticesi olarak yer değiştirdiklerini ve böylelikle çekme doğrultusundaki tane sayısının arttığını, çekme doğrultusuna dik doğrultudaki tane sayısının ise azaldığını göstermektedir. Dolayısıyla Zn-22Al alaşımının optimum süperplastisite bölgesinde etkin süperplastik deformasyon mekanizmasının tane sınırı kayması olduğu bu bulgular ışığında rahatlıkla söylenebilir.

Zn-0,3Al alaşımında tane sınırı kaymasının etkin süperplastik deformasyon mekanizması olduğu, çekme numunelerinin yüzeyindeki tanelerin deformasyon sonrasında belirgin hale gelmesi ve eş-eksenli morfolojilerini korumaları dışında başka bulgularla da desteklenmektedir. Zn-0,3Al alaşımının III. bölgede ($1x10^{-2}$ s⁻¹ deformasyon hızında) ve II. bölgede ($1x10^{-4}$ s⁻¹ deformasyon hızında) deforme edilen numunelerinin yüzey altından

gerçekleştirilen incelemelerden elde edilen tane sınırlarının her iki şart için çok belirgin farklılık gösterdiği görülmüştür. Şöyle ki; 1x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızında deforme edilen numunenin içyapısında tane sınırları belirgin değilken (Şekil 84(b)), $1x10^{-4}$ s⁻¹ deformasyon hızında deforme edilen numunenin tane sınırları oldukça belirgin hale gelmiş ve tane sınırlarının genişliği ~500 nm olarak belirlenmiştir (Şekil 84(c)). Bu farklılığın her iki deformasyon hızında elde edilen kopma uzaması değerlerinin farklı oluşundan ziyade (10⁻⁴ s⁻¹ deformasyon hızında % 1000 ve 10⁻² s⁻¹ deformasyon hızında %350 uzama) iki bölgede iki farklı deformasyon mekanizmasının etkin rol oynamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Tane sınırı kaymasının temel deformasyon mekanizması olduğu durumlarda, tane sınırları % 20 gibi çok düşük bir uzama değerinden sonra dahi belirgin hale gelebilmektedir [126]. Dolayısıyla 10^{-2} s⁻¹ deformasyon hızında elde edilen % 350 uzama sonrasında bile yüzey altında tane sınırlarının belirgin hale gelmeyişi bu bölgede tane sınırı kaymasının çok sınırlı miktarda gerçekleştiğini göstermektedir. Öte yandan, II. bölgede deforme edilen numunenin tane sınırlarının deformasyon sonrasında oldukça belirgin hale gelmesi III. bölgeden II. bölgeye geçiş ile birlikte aynı zamanda dislokasyon hareketi kaynaklı deformasyon mekanizmasından tane sınırı kaymasına bir geçiş olduğunu da göstermektedir [14]. Dolayısıyla elde edilen bulgulara göre, optimum süperplastisite bölgesi olan II. bölgede bu alaşım için etkin deformasyon mekanizmasının tane sınırı kayması olduğu söylenebilir.

Optimum süperplastisite bölgesinde deforme edilen Zn-0,3Al alaşımının bazı taneleri içerisindeki kayma bantlarının varlığı (Şekil 85(b) ve Şekil 86) ise bu bölgede etkin deformasyon mekanizmasının tane sınırı kayması olduğunu gösteren bir diğer bulgu olarak değerlendirilmektedir. Giriş bölümünde belirtildiği gibi, özellikle tane sınırlarının kesiştiği üçlü bölgelerde oluşan gerilme yığılmalarının giderilebilmesi için tane sınırı kaymasının süperplastik deformasyon esnasında çeşitli mekanizmalarla desteklendiği bilinmektedir. Yine aynı bölümde detayları verilen tane sınırı kayması modellerinden biri olan ve Langdon [68] tarafından geliştirilen modele göre, tane sınırları boyunca hareket ederek tane sınırı kaymasının gerçekleşmesinin sağlayan dislokasyonlar tanelerin kesiştiği üçlü kesişim noktalarında engel ile karşılaşır ve bu gölgede yığılarak bir gerilme yığılması meydana getirir. Söz konusu gerilme yığılması dislokasyonların komşu tane içerisinde hareket etmeleri ile giderilir ve böylelikle boşluk oluşumu engellenmiş olur. [68]. Şekil 85(b) ve Şekil 86'da verilen Zn-0,3Al alaşımına ait SEM görüntülerinde özellikle iri tanelerin içerisindeki kayma bantlarının varlığı, süperplastik deformasyon esnasında tane içinde

dislokasyon hareketinin de gerçekleştiğini ve bu dislokasyon hareketinin Langdon'ın modelinde olduğu gibi II. bölgede etkin süperplastik deformasyon mekanizması olan tane sınırı kaymasını desteklediğini göstermektedir.

Zn-0,3Al alaşımında etkin süperplastik deformasyon mekanizmasının tane sınırı kayması olduğunu destekleyen bir diğer bulgunun ise alaşımın yapısındaki özellikle iri tanelerin tane sınırlarında mikro-boşlukların oluşumu ve bu oluşumun ince tanelerin tane sınırlarında çok daha az olması (Şekil 86(a)-(b)) olduğunu söylemek mümkündür. Bu durumun etkin deformasyon mekanizması olan tane sınırı kaymasının içyapı içerisindeki farklı bölgelerde desteklenme oranlarının birbirinden farklı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. İri tane yapısına sahip malzemelerde tane sınırı kaymasının ince taneli malzemelere kıyasla dislokasyon hareketleri ile daha zor desteklendiği bilinmektedir [126]. Tane sınırı kaymasının etkin bir şekilde desteklenemenesi ise beraberinde özellikle üçlü bölgelerde boşluk oluşumunu getirmektedir. Dolayısıyla Şekil 86(a)-(b)'de verilen yüzey görüntülerindeki iri tanelerin tane sınırlarında ince tanelerin tane sınırı kayması olduğunu göstermektedir.

Tane sınırı kaymasının temel süperplastik deformasyon mekanizması olduğu geleneksel süperplastik malzemelerde deformasyon hızı duyarlılık üssünün yaklaşık olarak 0,5 gibi bir değer aldığı bilinmektedir [2]. Öte yandan Zn-22Al alaşımının oda sıcaklığındaki süperplastik davranışı üzerine yapılan çalışmalar bu alaşımın, deformasyon mekanizması tane sınırı kayması olsa bile, oda sıcaklığında deformasyon hızı duyarlılık üssünün 0,2 civarında bir değer aldığını göstermiştir [8, 127]. Düşük sıcaklıklarda elde edilen düşük deformasyon hızı duyarlılık üssü değerinin, tane sınırı dislokasyonlarının içyapıda bulunan safsızlık atmosferinden kurtularak tane sınırı kaymasını destekleyebilmeleri için aşılması gereken bir eşik gerilme değerinin sonucu olduğu ileri sürülmüştür [8, 12, 39]. Burada sözü edilen eşik gerilme safsızlık atomlarının tane sınırlarında ayrışmaları ve tane sınırı dislokasyonları ile etkilesmeleri sonucunda ortaya çıkmaktadır. Dolayısıyla safsızlık atomlarının yayınma kabiliyetleri eşik gerilme değeri üzerinde çok etkindir. Test sıcaklığının düşmesi tane sınırı yayınım katsayısının da düşmesine neden olacağı için test sıcaklığındaki herhangi bir düşüş eşik gerilme değerinin ciddi manada yükselmesine neden olmaktadır [12, 39]. Eşik gerilme değerinin yükselmesi ise akma dayanımının düşük deformasyon hızlarında yükselmesini ve böylelikle de düşük deformasyon hızı duyarlılık üssünün elde edilmesini beraberinde getirir. Dolayısıyla bu çalışmada kullanılan Zn-Al alaşımlarının optimum süperplastisite bölgesindeki temel deformasyon mekanizmaları tane sınırı kayması olmasına rağmen, bu bölgedeki deformasyon hızı duyarlılık üssü değerleri düşük test sıcaklığının (oda sıcaklığı) bir sonucu olarak beklenen değerden (0,5) daha düşük olacak şekilde 0,25-0,31 aralığında gerçekleşmiştir.

4.3. Sönüm Kapasitesi ve Sönüm Mekanizması

Birinci bölümde de belirtildiği gibi, metallerde statik histerezis ve dinamik histerezis olmak üzere iki farklı sönüm davranışı gözlenmektedir [17, 97]. Sönüm kapasitesinin uygulanan gerilmenin genliği ile arttığı ancak titreşimin frekansından bağımsız olduğu sönüm davranışı statik histerezis, titreşimin frekansı ve sıcaklık ile değiştiği ancak şekil değiştirme genliğinden bağımsız olduğu sönüm davranışı ise dinamik histerezis sönüm olarak adlandırılmaktadır [17, 97]. Literatürde Zn-Al alaşımlarının sönüm kapasiteleri ile ilgili yapılan çalışmalara bakıldığında bu alaşımların dinamik histerezis sönüm davranışı sergilediklerinin ifade edildiği görülmektedir [17]. Bu tez çalışmasında kullanılan Zn-Al alaşımlarında ise kritik şekil değiştirme genliğinin altında kalan bölgede literatürde olduğu gibi dinamik histerezis sönüm davranışı elde edilmiş ve frekansın artırılması ile birlikte sönüm kapasitesi azalmıştır. Ancak, ε_{kr} 'nin üzerine çıkıldığında şekil değiştirme genliğini artırmak sönüm kapasitesinin de armasına neden olmuştur (Şekil 87-89). Esasen şekil değiştirme genliği ile sönüm kapasitesi arasında bu türden bir ilişki (sönüm kapasitesinin şekil değiştirme genliği ile değişmesi) statik histerezis sönüm davranışı gösteren metallerde görülmektedir [17]. Bu bölgede (ε_{kr} 'nin üzerine) ayrıca ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede olduğu gibi frekansın artırılması ile birlikte sönüm kapasitesi azalmıştır. Dolayısıyla bu çalışma kapsamında incelenen Zn-Al alaşımlarının ε_{kr} 'nin üzerinde kalan bölgede hem dinamik histerezis hem de statik histerezis (dinamik/statik) sönüm davranışını aynı anda sergiledikleri görülmektedir. Bu tür bir sonuç Zn-Al alaşımlarında ilk defa gözlemlenmiştir. Ancak benzer sonuçlar daha önce saf Mg [128] ve bazı Mg alaşımlarında [129, 130] elde edilmiş ve sönüm kapasitesinin şekil değiştirme genliği ile değişim göstermesi Granata ve Lücke modeli [131] ile açıklanmıştır. Bu modele göre bir metalin sönüm kapasitesi dislokasyon segmentlerinin uzunluğu ile doğru orantılıdır. Çok düşük şekil değiştirme genliklerinde dislokasyonlar safsızlık elementleri gibi zayıf engeller tarafından tutulurlar ve çevrimsel yük altında ileri-geri salınım hareketi yaparlar. Zayıf engeller tarafından tutulan dislokasyonların segement uzunlukları kısa olduğu ve ɛkr'nin altındaki şekil değiştirme genliklerinde herhangi bir değişikliğe uğramadığı için malzemenin sönüm kapasitesi düşüktür ve şekil değiştirme genliğinden bağımsızdır. Uygulanan şekil değiştirme genliği kritik değeri aştığında ise dislokasyonlar zayıf engellerden kurtularak tane sınırları gibi daha güçlü engeller tarafından tutulurlar. Şekil değiştirme genliğinin daha da artırılması bir miktar mikro-plastisiteye ve dolayısıyla da dislokasyonların çoğalmasına neden olan Frank-Read kaynağının aktif hale gelmesine neden olur ve böylelikle yeni dislokasyonlar oluşur [129, 131, 132]. Bu bölgede (ε_{kr} 'nin üzerinde) şekil değiştirme genliğindeki artış daha fazla dislokasyon oluşumuna neden olacağı için malzemenin sönüm kapasitesi şekil değiştirme genliğine bağımlı hale gelir ve şekil değiştirme genliğinin artırılması ile birlikte artar. Dolayısıyla Granata ve Lücke modelinin ε_{kr} 'nin altında ve üstünde kalan bölgelerde tek bir sönüm mekanizmasının (dislokasyon hareketi kaynaklı sönüm mekanizması) etkin olduğunu ileri sürdüğü görülmektedir.

Bu tez çalışması kapsamında kullanılan Zn-Al alaşımları da Mg [128] ve bazı Mg alaşımlarında [129, 130] olduğu gibi ε_{kr} nin altında ve üstünde kalan bölgelerde farklı sönüm davranışı sergilemişlerdir. Ancak Zn-0,3Al alaşımının Şekil 90(b)-(g)'de verilen yüzey görüntüleri dikkate alındığında bu durumun nedenini Granata ve Lücke modelinde olduğu gibi dislokasyon hareketi ve yoğunluğuna bağlı tek bir sönüm mekanizması ile değil de, bu iki bölgede etkin iki farklı sönüm mekanizması ile açıklamak mümkün görünmektedir. ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede (4x10⁻⁵) gerçekleştirilen sönüm kapasitesi deneyleri sonrası numune yüzeylerine ait SEM görüntülerinin verildiği Şekil 90(b), (d) ve (f)'ye bakıldığında, DMA testleri sonrası numune yüzeylerindeki tane sınırlarının oldukça belirgin hale geldiği görülebilmektedir. Numuneler deneylerin öncesinde ve sonrasında herhangi bir dağlama işlemine tabi tutulmadıkları halde numune yüzeylerindeki tanelerin belirgin hale gelmeleri DMA testleri esnasında tane sınırlarında gerçekleşen bir hareketin varlığını, başka bir ifade ile tanelerin birbirleri üzerinde kaydıklarını (tane sınırı kayması) göstermektedir. Bu bulgular ışığında kritik şekil değiştirme genliğinde ve altında kalan bölgede Zn-22Al, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarının etkin sönüm mekanizmasının tane/faz sınırlarında gerçekleşen viskoz hareket (tane sınırı kayması) olduğunu söylemek mümkündür.

Her üç Zn-Al alaşımının da ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede dinamik histerezis sönüm davranışı sergiledikleri görülmektedir. Başka bir ifade ile alaşımların sönüm kapasiteleri frekansın artırılması ile birlikte azalmaktadır (Şekil 87-89). Söz konusu dinamik histerezis sönüm davranışının bu bölgede etkin sönüm mekanizması olan tane sınırı kaymasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bilindiği gibi tane sınırı kayması difüzyon kontrollü bir

işlemdir [1]. Bu nedenle, tane sınırı kaymasının temel sönüm mekanizması olduğu durumlarda sönüm kapasitesinin titreşimin frekansına bağımlı olması beklenen bir sonuçtur. Şöyle ki, frekansın artırılması ile birlikte her bir çevrim daha kısa sürede tamamlanmakta ve bu da tane sınırı kaymasının her bir çevrim esnasında difüzyon işlemi ile desteklenmesi için daha az zaman anlamına gelmektedir [133]. Bu nedenle frekansı artırmak sönüm kapasitesinin düşmesine neden olmaktadır. Yukarıda da ifade edildiği gibi böyle bir etki, bu çalışma kapsamında kullanılan Zn-Al alaşımlarının etkin sönüm mekanizması olarak tane sınırı kaymasının gösterildiği ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede açıkça görülebilmektedir (Şekil 87-89). Dolayısıyla, Şekil 90(b), (d) ve (f)'de verilen yüzey görüntülerinin yanı sıra, alaşımların tanδ değerlerinin frekansın artırılması ile azalıyor olması, ε_{kr} 'de ve altında kalan bölgede etkin sönüm mekanizmasının tane sınırı kayması olduğunu gösteren bir diğer bulgu olarak değerlendirilmektedir.

 ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede Zn-Al alaşımlarının sönüm kapasitelerinin tane boyutu ve morfolojisi ile doğrudan ilişkili olmaları bu bölgede tane sınırı kaymasının temel sönüm mekanizması olduğunu gösteren bir diğer bulgudur. Daha önce de belirtildiği gibi iri taneli ve lamelli yapılarda tane sınırı kayması ince taneli ve eş-eksenli tanelerden oluşan içyapılara kıyasla daha zor gerçekleşebilmektedir [26]. Bu etkiyi Zn-Al alaşımlarında etkin sönüm kapasitesinin tane sınırı kayması olduğu bölgede (ε_{kr} 'nin altında kalan bölge) görmek Şöyle ki, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarının su verilmiş durumda sahip mümkündür. oldukları lamelli ve iri taneli içyapılarının bu alaşımlara sırası ile Proses-6 ve Proses-7 işlemlerinin uygulanması ile birlikte elimine edilerek yerlerine eş eksenli tanelerden oluşan ince taneli içyapıların oluşturulması, söz konusu alaşımların sönüm kapasitelerinin ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede belirgin bir şekilde artmasına neden olmuştur (Şekil 88 ve 89). Benzer şekilde Zn-22Al alaşımına Proses-5 kapsamında uygulanan 350 °C'de sıcak EKAE + oda sıcaklığında EKAE işlemi sonrası lamelli bölge içermeyen ve eş eksenli tanelerden oluşan UİT yapılı içyapı oluşumu, alaşımının sönüm kapasitesinin içyapıda eş eksenli tanelerle çevrili lamelli bölgeler içeren su verilmiş duruma göre daha da artmasına neden olmuştur (Şekil 87). Dolayısıyla alaşımların sönüm kapasitelerinin ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede tane boyutunun inceltilmesi ve lamelli yapıların ortadan kaldırılması ile artıyor olmasını, bu bölgede tane sınırı kaymasının Zn-Al alaşımlarında temel sönüm mekanizması olduğunu gösteren bir diğer bulgu olarak değerlendirmek mümkündür.

En yüksek şekil değiştirme genliğinde (2x10⁻³) gerçekleştirilen DMA testleri sonrası Zn-0,3Al alaşımının yüzey görüntülerine bakıldığında, DMA testleri sonrası alaşımın başlangıç içyapılarının tamamen ortadan kaldırıldığı ve bunun yerine nispeten iri ve çok küçük tanelerin bir arada bulunduğu bi-modal içyapıların oluştuğu görülmektedir (Şekil 90(c), (e) ve (g)). Bu yüzey görüntüleri DMA testleri esnasında dönüşümlü olarak çeki-bası gerilmelerine maruz kalan numune yüzeylerinde bir miktar mikro-plastisite ve beraberinde dinamik yeniden kristalleşme gerçekleştiğini ve böylelikle başlangıç içyapılarının elimine edilip yerlerine bi-modal içyapıların oluştuğunu göstermektedir. Dolayısıyla söz konusu yüzey görüntüleri dikkate alındığında, ε_{kr} 'nin üzerinde kalan bölgede temel sönüm mekanizmasının dinamik yeniden kristalleşme olduğunu söylememek mümkün görünmektedir.

Dinamik yeniden kristalleşmenin şekil değiştirme enerjisini (sönümleme) katı-katı faz dönüşümleri (martenzitik ve ötektik dönüşümler) esnasında gerçekleşen mekanizmaya benzer şekilde dağıttığı düşünülmektedir. Katı-katı faz dönüşümleri esnasında meydana gelen molekül hareketleri malzemeye dışarıdan uygulanan gerilme ile çakışmakta ve böylelikle malzemede yüksek sönüm kapasitesi elde edilmektedir [134]. Benzer şekilde, dinamik yeniden kristalleşme ile yeni tanelerin oluşumu ve var olan tanelerin yeniden şekillenmesi esnasında tane/faz sınırlarında meydana gelen yoğun atom hareketlerinin kritik şekil değiştirme genliğinin üzerinde Zn-Al alaşımlarında yüksek sönüm kapasitesi elde edilebilmesine imkan sağladığı düşünülmektedir. Numune yüzeyinde meydana gelen mikroplastisitenin (dolayısıyla da dinamik yeniden kristalleşme etkisinin) şekil değiştirme genliğine bağımlı olması, ɛ_{kr}'nin üzerinde kalan bölgede sönüm kapasitesini de şekil değiştirme genliğine bağımlı hale getirmektedir. Şöyle ki, şekil değiştirme genliğinin artırılması numune yüzeyinde meydana gelen mikro-plastisitenin de artmasına ve böylelikle dinamik yeniden kristalleşmenin daha etkin bir şekilde gerçekleşebilmesine neden olduğu için şekil değiştirme genliğinin artırılması ile birlikte sönüm kapasitesi de artmaktadır. Dinamik yeniden kristalleşmenin çeşitli mikroyapısal ve deneysel verilerle desteklenerek sönüm mekanizması olarak ilk defa bu tez çalışması kapsamında öne sürülmüş olması bu çalışmanın önemli çıktıları arasındadır.

 $2x10^{-3}$ şekil değiştirme genliğinde gerçekleştirilen DMA deneyleri sonrası su verilmiş durumdaki Zn-0,3Al alaşımının kesit görüntüsünün verildiği SEM resimleri (Şekil 91(a)-(b)), bu şekil değiştirme genliğinde dinamik yeniden kristalleşmenin temel sönüm mekanizması olarak gerçekleştiğini kanıtlar niteliktedir. Ancak, söz konusu kesit görüntüsü ve deney sonrası yüzey altından (yüzeyden yaklaşık 50 µm derinlikten) gerçekleştirilen optik mikroskop incelemelerinden elde edilen optik resim (Şekil 92), dinamik yeniden kristalleşmenin yalnızca numune yüzeyinde ince bir tabakada gerçekleştiğini göstermektedir. Nitekim, numunenin başlangıçta sahip olduğu iri taneli içyapının yüzey altında herhangi bir değişime uğramaması (Şekil 92) ve numune yüzeyinde 15-20 µm kalınlığa sahip ince bir tabakada tane boyutları 2 μ m ile 10 μ m arasında değişen ince tane yapılı bir bölgenin oluşmuş olması (Şekil 91(b)) dinamik yeniden kristalleşmenin yalnızca bu ince tabakada gerçekleştiğine işaret ekmektedir. Esasen bu türden bir oluşum beklenen bir sonuçtur ve eğilme durumundaki dikdörtgen kesitli bir numunenin yüzey ve yüzey altına etki eden eşdeğer gerilmenin birbirinden faklı olması ile açıklanabilir. Bilindiği gibi eğilme durumundaki bir numunenin yüzeyinde eşdeğer gerilme maksimum iken, numune yüzeyinden uzaklaştıkça azalmakta ve nötr eksende sıfıra eşit olmaktadır. Yüksek eşdeğer gerilmenin bir sonucu olarak numune yüzeyinde meydana gelen dinamik yeniden kristalleşmenin yüzey altında eşdeğer gerilmenin azalması ile birlikte etkisini kaybettiği ve bu nedenle yüzey altındaki içyapıda herhangi bir değişiklik meydana gelmediği ilgili sekillerden (Sekil 91(b) ve Sekil 92) görülmektedir. Dolayısıyla bu bilgiler ve veriler ışığında dinamik yeniden kristalleşmenin etkin sönüm mekanizması olarak yalnızca numune yüzeyindeki ince bir tabakada meydana geldiğini söylemek mümkündür.

Tane/faz sınırlarındaki viskoz hareketin (tane sınırı kayması) stres kontrollü atom yayınımının yanı sırı, termal olarak kontrol edilen atom yayınımı ile de gerçekleşebildiği bilinmektedir [92]. Bu nedenle, ε_{kr} 'nin üzerinde kalan bölgede yüzey altında düşük eşdeğer gerilme değerine rağmen yüksek benzeş sıcaklığın (0,42T_m) bir sonucu olarak gerçekleşen difüzyon kontrollü tane sınırı kaymasının halen etkin sönüm mekanizması olduğu düşünülmektedir. Dolayısıyla ε_{kr} 'nin üzerinde kalan bölgede numune yüzeyindeki ince bir tabakada gerçekleşen dinamik yeniden kristalleşme ve yüzey altında gerçekleşen difüzyon kontrollü tane sınırı kayması olmak üzere iki sönüm mekanizmasının etkin olduğu ve böylelikle yüksek tanð değerlerinin elde edildiğini söylemek mümkündür.

4.3.1. Faz Bileşiminin Zn-Al Alaşımlarının Sönüm Kapasitesi Üzerine Etkisi

Faz bileşiminin Zn-Al alaşımlarının sönüm kapasitesi üzerine etkisinin net bir şekilde görülebilmesi için üç alaşımın su verilmiş ve Tablo 4'de belirtilen optimum şartlarda proses edilmiş durumlarına ait 1 Hz frekans değerinde elde edilen sönüm kapasiteleri Şekil 96'da her iki şart için ayrı ayrı gösterilmiştir. Yukarıda da belirtildiği gibi ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede sönüm mekanizması tane sınırı kayması iken, ε_{kr} 'nin üzerindeki şekil değiştirme
genliklerinde hem numune yüzeyinde gerçekleşen dinamik yeniden kristalleşme hem de yüzey altında etkin olan tane sınırı kayması temel sönüm mekanizmaları olarak belirlenmiştir. Dolayısıyla birden çok ve kompleks sönüm mekanizmalarının etkin olduğu ε_{kr} 'nin üstündeki şekil değiştirme genlikleri yerine, tek bir sönüm mekanizmasının etkin olduğu ɛkr'nin altında kalan bölgede faz bileşiminin söz konusu alaşımların sönüm kapasiteleri üzerine etkisinin daha iyi analiz edilebileceği düşünülmektedir. Bu yüzden alaşımların sönüm kapasiteleri arasındaki karşılaştırma tand'nın şekil değiştirme genliğinden bağımsız olduğu bölgede (ε_{kr} 'nin altında) yapılmış ve ε_{kr} 'nin üzerindeki bölgede elde edilen tanδ değerleri Şekil 96'da daha az belirgin bir şekilde verilmiştir. Su verilmiş durumdaki alaşımların sönüm kapasiteleri göz önüne alındığında, etkin sönüm mekanizması olan tane sınırı kayması ile tane yapısı ve morfolojisi arasındaki ilişkinin elde edilen sonuçlara yansıdığı görülmektedir. Nitekim en yüksek sönüm kapasitesi en ince tane yapısına sahip Zn-22Al alaşımında elde edilirken, en düşük tanδ değeri ise tane sınırı kaymasının zor gerçekleştiği iri tane yapılı numune olan Zn-0,3Al alaşımında kaydedilmiştir (Şekil 96(a)). Öte yandan, proses edilmiş alaşımlara gelince en ince tane yapısına sahip Zn-22Al alaşımının sönüm kapasitesinin diğer iki alaşımdan daha düşük olduğu, en yüksek sönüm kapasitesi değerlerinin ise 2 µm ile en büyük tane boyutuna sahip Zn-0,3Al alaşımında elde edildiği dikkati çekmektedir (Şekil 96(b)). Bu sonuçlar bu tez çalışması kapsamında Zn-Al alaşımların süperplastik davranışlarında da elde edilen sonuçlar ile birebir örtüşmektedir. Şöyle ki, uygulanan tane inceltme yöntemleri sonucunda en yüksek süperplastik uzama en iri tane yapısına sahip Zn-0,3Al alaşımında (Şekil 81(a)), en düşük süperplastik uzama ise en ince tane boyutuna sahip Zn-22Al elde edilmiştir (Şekil 76(a)). Dolayısıyla, yukarıda da ifade edildiği gibi tane boyutu ve morfolojisinin dışında Zn-Al alaşımlarının süperplastik davranışları ve sönüm kapasitelerini etkileyen başka önemli bir faktörün de alaşımların faz bileşimleri olduğu teyit edilmiş olmaktadır. Düşük Al oranına sahip Zn-0,3Al alaşımının tamamen η/η sınırlarından oluşan faz sınırlarında tane sınırı kayması nispeten iri tane yapısına rağmen oldukça etkin bir şekilde gerçekleşmiş ve böylelikle hem en yüksek süperplastik uzama hem de en yüksek tand değeri bu alaşımda elde edilmiştir. Alaşımların yapısındaki Al oranının ve dolayısıyla da α/α faz sınırı oluşumunun artırılması tane sınırı kaymasının nispeten daha zor gerçekleşmesine neden olduğu için, Al oranının en yüksek olduğu Zn-22Al alaşımında en ince tane yapısına rağmen en düşük sönüm kapasitesi değeri kaydedilmiştir. Dolayısıyla yüksek sönüm kapasitesine sahip Zn-Al alaşımları üretilmek istendiğinde tane boyutu ve şeklinin yanı sıra sönüm

kapasitesini kontrol eden önemli bir parametrenin de alaşımın faz bileşeni olduğu göz önüne alınmalı ve alaşım seçimi bu çerçevede yapılmalıdır.



Şekil 96. (a) Su verilmiş ve (b) optimum şartlarda proses edilmiş Zn-Al alaşımlarının 1 Hz frekans değerindeki sönüm kapasitelerinin şekil değiştirme genliği ile değişimlerini gösteren grafikler

5. GENEL SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında, Zn-Al faz diyagramına göre seçilen Zn-0,3Al, ötektik Zn-5Al ve ötektoid Zn-22Al alaşımlarına basitten komplekse doğru bir takım termal ve/veya termomekanik işlemler uygulandı ve bu işlemlerin söz konusu alaşımların içyapıları, oda sıcaklığındaki mekanik özellikleri (özellikle süperplastik davranışları) ve elastik sönüm kapasiteleri üzerine etkileri sistematik bir şekilde incelendi. Bu kapsamda elde edilen genel sonuçlar aşağıda verilmiştir:

- 1. Ötektoid yapıdaki Zn-22Al alaşımına eş kanallı açısal ekstrüzyon/basma (EKAE/B) uygulanması, termal işlemler (yaşlandırma) ve haddeleme içeren geleneksel termomekanik işlemlere kıyasla bu alaşımda daha ince tane yapısını (ultra ince tane yapısı) ortaya çıkarmaktadır. Ayrıca EKAE işlemini alaşıma tek aşamalı sıcak veya oda sıcaklığında tek aşamalı işlem yerine, bunların her ikisini içerecek şekilde iki aşamalı (sıcak EKAE+ oda sıcaklığında EKAE) olarak uygulamak mikron altı mertebede çok daha ince tane yapısının oluşmasına neden olmaktadır. Ancak iki aşamalı EKAE işleminde sıcak EKAE işlem adımının Zn-22Al alaşımının ötektoid dönüşüm sıcaklığının üzerinde uygulanması gerektiği görülmüştür.
- 2. Zn-22Al alaşımında minimum tane boyutu 350 °C'de 4 paso sıcak + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi (iki aşamalı EKAE işlemi) sonrasında 200 nm olarak elde edilmiştir.
- 3. Zn-5Al alaşımına haddeleme içeren geleneksel termomekanik işlemlerin uygulanması alaşımın tane boyutunu ancak mikron mertebelerine kadar (ince tane yapısı) indirebilmektedir. Bu alaşımda söz konusu yöntemler ile elde edilebilen en düşük tane boyutu 3,5 µm olarak ölçülmüştür. Öte yandan, EKAE işleminin uygulanması ile birlikte Zn-5Al alaşımının tane boyutunu mikron altı mertebelere kadar indirebilmek mümkündür. Nitekim alaşıma oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi sonrasında ultra ince tane (UİT) yapılı bölgede bi-modal türden bir içyapı oluşmaktadır. Bu işlem sonrasında alaşımın yapısında bulunan alüminyumca zengin α- ve çinkoca zengin η-fazlarının ortalama tane boyutları sırası ile 110 nm ve 540 nm olarak belirlenmiştir.
- Zn-0,3Al alaşımına iki aşamalı haddeleme (100 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme) işleminin uygulanması alaşımın tane boyutunu 2,7 μm'ye kadar indirebilmektedir. Ancak söz konusu haddeleme işlemi içyapıda yoğun miktarda mikro-

gözenekleri de beraberinde getirmektedir. Alaşıma oda sıcaklığında EKAE işleminin uygulanması alaşımın tane boyutunu önemli ölçüde düşürmekte ve paso sayısını artırmak daha ince tane oluşumuna neden olmaktadır. Nitekim oda sıcaklığında uygulanan 5 pasoluk EKAE işlemi alaşımın tane boyutunu 3 µm'ye kadar düşürmüştür.

- 5. Zn-0,3Al alaşımına sıcak hadde + oda sıcaklığında EKAE işleminin uygulanması oda sıcaklığında uygulanan EKAE işlemlerine kıyasla daha küçük tane boyutunu beraberinde getirmektedir. Uygulanan tüm prosesler dikkate alındığında, bu alaşımda minimum tane boyutu 100 °C'de % 35 sıcak hadde + oda sıcaklığında 6 pasoluk EKAE işlemi sonrasında 2 μm olarak elde edilmiştir.
- 6. İncelenen Zn-Al alaşımlarında en ince tane boyutunun elde edildiği şartlar (optimum proses şartları) sonrası içyapılar bir takım ortak özelliklere sahip olmaktadır. Öncelikle tüm alaşımların içyapıları eş eksenli tanelerden meydana gelmektedir. Bunun yanı sıra tane sınırları çoğunlukla geniş açılı formda oluşmaktadır. Alaşımlara özellikle EKAE işlemleri esnasında yüksek miktarda plastik deformasyon uygulanmış olmasına rağmen içyapılarda herhangi bir dislokasyon oluşumu gözlenmemektedir. Bu durum, oda sıcaklığında uygulanan EKAE işlemleri esnasında dahi alaşımların içyapılarında kolaylıkla dinamik toparlanma/yeniden kristalleşme olayının gerçekleşebiliyor olduğunu göstermektedir.
- 7. Zn-22Al alaşımına tek başına uygulanan termal işlem (250 °C'de değişik sürelerde yaşlandırma) bu alaşımda süperplastik davranış elde edebilmek için yeterli olmamaktadır. Haddeleme içeren termomekanik işlemin alaşıma 100 °C'de sıcak hadde + oda sıcaklığında haddeleme olacak şekilde iki aşamalı olarak uygulanması % 310 mertebelerinde süperplastik sayılabilecek bir uzamayı beraberinde getirmektedir. Öte yandan, Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarına haddeleme işleminin uygulanması ile bu alaşımlarda süperplastik uzama elde etmek mümkün görünmemektedir.
- 8. Zn-22Al alaşımında maksimum süperplastik uzama 350 °C'de 4 paso sıcak + oda sıcaklığında 4 paso EKAE işlemi sonrası 5x10⁻² s⁻¹ deformasyon hızında % 400 olarak elde edilmiştir. Oda sıcaklığında uygulanan 8 pasoluk EKAE işlemi Zn-5Al alaşımında 1x10⁻⁴ s⁻¹ deformasyon hızında % 520 süperplastik uzamayı beraberinde getirmiştir. Zn-0,3Al alaşımında ise maksimum süperplastik uzama 100 °C'de % 35 sıcak hadde + oda sıcaklığında 6 paso EKAE işlemi sonrası % 1000 olarak kaydedilmiştir. Bu sonuçlar dikkate alındığında, Zn-22Al alaşımının yüksek deformasyon hızındaki mevcut süperplastik davranışının bu çalışma ile geliştirildiği, Zn-5Al alaşımında ise bu çalışma

ile ilk defa oda sıcaklığında süperplastik davranış elde edildiği görülmektedir. Zn-0,3Al alaşımına EKAE işlemi uygulanarak bu alaşımda oda sıcaklığında süperplastik davranış da ilk defa bu tez çalışması kapsamında elde edilmiştir.

- 9. Zn-Al alaşımlarının oda sıcaklığındaki süperplastik davranışlarında kaydedilen gelişmeler, uygulanan prosesler sonrası alaşımların içyapılarında meydana gelen değişimlere dayandırılmaktadır. Nitekim prosesler sonrası alaşımların eş-eksenli tanelerden oluşan ince veya UİT yapısına sahip olmaları, tanelerin birbirlerinden geniş açılı sınırlar ile ayrılmaları ve tane sınırlarının büyük çoğunluğunun içyapıda α/η veya η/η faz sınırları şeklinde bulunmaları temel deformasyon mekanizması olan tane sınırı kaymasını kolaylaştırmakta, bu da Zn-Al alaşımlarında oda sıcaklığında elde edilen yüksek süperplastik uzamayı beraberinde getirmektedir.
- 10. Zn-Al alaşımları ayrı ayrı değerlendirildiklerinde; genel olarak uygulanan prosesler sonrası elde edilen tane boyutu küçüldükçe kaydedilen uzama değeri de artmaktadır. Öte yandan, tane boyutu çok küçük olsa bile, içyapının lamelli bölge içermesi durumunda elde edilen uzamanın da çok sınırlı kalacağı gözükmektedir. Bu durumun içyapıda bulunan lamelli bölgelerin temel deformasyon mekanizması olan tane sınırı kaymasını olumsuz yönde etkilemesinden kaynaklandığı Zn-22Al alaşımı üzerinde gerçekleştirilen mikroyapısal incelemeler neticesinde anlaşılmıştır.
- 11. Farklı yapılardaki üç alaşım birlikte ele alındığında; göreceli olarak en iri tane yapısına sahip Zn-0,3Al alaşımında en yüksek, en ince tane yapısına sahip Zn-22Al alaşımında ise en düşük süperplastik uzamanın elde edildiği dikkati çekmektedir. Bu durum Zn-Al alaşımlarında minimum tane sınırı kaymasının gerçekleştiği α/α faz sınırları oluşumunun Zn-0,3Al alaşımında en az seviyede olmasından kaynaklanmaktadır. Dolayısıyla oda sıcaklığında süperplastik davranış gösteren bir Zn-Al alaşımı elde edilmek istendiğinde, Al oranını minimum seviyede tutmanın oda sıcaklığında ve yüksek deformasyon hızlarında yüksek miktarda süperplastik uzama elde edebilmek için daha uygun olduğu sonucu ortaya çıkmaktadır.
- 12. Her alaşım için maksimum süperplastik uzamanın elde edildiği şartlarda deforme edilen numunelerin yüzeylerindeki taneler süperplastik deformasyon sonrasında oldukça belirgin hale gelmektedir. Ayrıca tanelerin eş eksenli morfolojilerini korudukları da görülmektedir. Bu sonuçlar Zn-Al alaşımlarının optimum süperplastisite bölgesindeki temel deformasyon mekanizmasının tane sınırı kayması olduğunu kanıtlamaktadır.

- 13. Zn-Al alaşımlarının sönüm kapasiteleri (tanδ) gerek uygulanan prosesler öncesi (su verilmiş durumda) ve gerekse uygulanan prosesler sonrası frekansa bağımlıdır ve frekansın 1 Hz'den 5 Hz'e çıkarılması ile birlikte tanδ değerleri tüm şekil değiştirme genliklerinde düşmektedir. Ayrıca belirli bir şekil değiştirme genliğinin altında (kritik şekil değiştirme genliği (ε_{kr})) neredeyse sabit olan (şekil değiştirme genliğinden bağımsız) tanδ değerleri ε_{kr} 'nin üzerinde şekil değiştirme genliğinin artırılması ile birlikte belirgin bir şekilde artmaktadır. Dolayısıyla her üç Zn-Al alaşımı ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede dinamik histerezis sönüm davranışı (tanδ şekil değiştirme genliğine bağımlı, titreşimin frekansından bağımsız), üzerinde kalan bölgede ise hem dinamik hem de statik histerezis sönüm davranışını (tanδ titreşimin frekansı ve sıcaklığa bağımlı, şekil değiştirme genliğinden bağımsız) aynı anda sergilemektedir.
- 14. Sönüm kapasitesi deneyleri sonucu gerçekleştirilen yüzey incelemeleri ε_{kr} 'nin altında kalan bölgede etkin sönüm mekanizmasının tane/faz sınırlarında gerçekleşen viskoz hareket (tane sınırı kayması) olduğunu göstermektedir. ε_{kr} 'nin üzerinde kalan bölgede ise numune yüzeyindeki ince bir tabakada gerçekleşen dinamik yeniden kristalleşme ve yüzey altında gerçekleşen difüzyon kontrollü tane sınırı kayması olmak üzere iki sönüm mekanizması etkindir. Dinamik yeniden kristalleşme çeşitli mikroyapısal ve deneysel verilerle desteklenerek sönüm mekanizması olarak ilk defa bu tez çalışması kapsamında öne sürülmüştür.
- 15. Zn-Al alaşımlarında ε_{kr}'nin altında kalan bölgede (etkin sönüm mekanizmasının tane sınırı kayması olduğu bölge) alaşımların başlangıç içyapılarının elimine edilip yerlerine eş eksenli tanelerden oluşan ince taneli (İT) veya UİT'li içyapıların oluşturulması, alaşımların sönüm kapasitelerinin belirgin bir şekilde artmasına neden olmaktadır.
- 16. Tüm alaşımlar içerisinde maksimum tanδ değeri 100 °C'de % 35 sıcak hadde + oda sıcaklığında 6 paso EKAE işlemine tabi tutulan Zn-0,3Al alaşımında 1 Hz frekans ve 2x10⁻³ şekil değiştirme genliğinde 0,256 olarak elde edilmiştir. Bu değer literatürde Zn-Al alaşımlarında kaydedilen en yüksek tanδ değeri olması açısından önemlidir. EKAE işlemine tabi tutulan Zn-22Al ve Zn-5Al alaşımlarının da oldukça yüksek sönüm kapasitesine sahip oldukları görülmektedir. Nitekim EKAE işlemi (350 °C'de 4 paso sıcak + oda sıcaklığında 4 paso EKAE) uygulanmış Zn-22Al alaşımı 1 Hz frekans ve 2x10⁻³ şekil değiştirme genliğinde 0,211 tanδ değerine sahip iken, oda sıcaklığında 8 pasoluk EKAE işlemine tabi tutulan Zn-5Al alaşımının tanδ değeri aynı frekans ve şekil değiştirme genliğinde 0,170 olarak elde edilmiştir.

17. Proses edilen alaşımlar düşük şekil değiştirme genliklerinde (ε_{kr}'nin altında kalan bölgede) literatürde yüksek sönüm kapasitesine sahip malzemeler olarak belirtilen alaşımların çoğundan daha yüksek tanδ değerlerine sahiptir. Dolayısıyla literatürde elde edilen sonuçlar göz önüne alındığında, Zn-22Al alaşımının sönüm kapasitesinin bu çalışma ile daha da iyileştirilmiş olduğu söylenebilir. Ayrıca Zn-5Al ve Zn-0,3Al alaşımlarının uygulanan prosesler sonrası hem düşük hem de yüksek şekil değiştirme genliklerinde yüksek sönüm kapasitelerine sahip olmaları ise bu çalışma ile yüksek sönüm kapasitesine sahip yeni Zn-Al alaşımların geliştirilmiş olması açısından önemlidir.

6. ÖNERİLER

- 1. Proses edilen Zn-Al alaşımlarının yüksek sıcaklıklardaki süperplastik davranışları incelenebilir.
- 2. Tane inceltme işlemlerine tabi tutulan alaşımların oda sıcaklığındaki termal kararlılık davranışları süperplastisite, mukavemet ve sönüm kapasitesi gibi özellikleri esas alınarak karakterize edilebilir.
- 3. Zn-Al alaşımlarının oda sıcaklığının altındaki sıcaklıklardaki (özellikle sıfırın altındaki sıcaklıklarda) sönüm davranışları incelenebilir. Bu tür bir inceleme, söz konusu alaşımlar özellikle soğuk bölgelerde sismik sönümleyici malzemesi olarak kullanılmak istendiğinde faydalı olacaktır.

7. KAYNAKLAR

- 1. Kawasaki, M. ve Langdon, T.G., Principles of Superplasticity in Ultrafine–Grained Materials, Journal of Materials Science, 42 (2007) 1782–1796.
- 2. Langdon, T.G., Seventy–five Years of Superplasticity: Historic Developments and New Opportunities, Journal of Materials Science, 44 (2009) 5998–6010.
- 3. Ridley, N., Metals for superplastic forming, G., Giuliano, Ed., Superplastic Forming of Advanced Metallic Materials: Methods and Applications, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, 2011.
- 4. Padmanabhan, K.A. ve Davies, G.1., Superplasticity, Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications, Springer-Verlag, Berlin; New York, 1980.
- 5. Langdon T.G., Recent Developments in High Strain Rate Superplasticity, <u>Materials</u> <u>Transactions JIM</u>, 40 (1999) 716-722.
- 6. Tanaka, T., Makii, K., Ueda, H., Kushibe, A., Kohzu, M. ve Higashi, K., Study on Practical Application of a New Seismic Damper Using a Zn–Al Alloy With a Nanocrystalline Microstructure, <u>International Journal of Mechanical Sciences</u>, 45 (2003) 1599–1612.
- Xia, S.H., Wang, J., Wang, J.T. ve Liu, J.Q., Improvement of Room-Temperature Superplasticity in Zn–22 wt.%Al Alloy, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 493 (2008) 111-115.
- Uesugi, T., Kawasaki, M., Ninomiya, M., Kamiya ,Y., Takigawa, Y. ve Higashi, K., Significance of Si Impurities on Exceptional Room-Temperature Superplasticity in a High-Purity Zn-22% Al Alloy, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 645 (2015) 47– 56.
- Tanaka, T., Makii, K., Kushibe, A., Kohzu, M. ve Higashi, K., Capability of Superplastic Forming in the Seismic Device Using Zn–22Al Eutectoid Alloy, <u>Scripta</u> <u>Materialia</u>, 49 (2003) 361-366.
- Hirata, T., Tanaka, T., Chung, S.W., Takigawa, Y. ve Higashi, K., Relationship Between Deformation Behavior and Microstructural Evolution of Friction Stir Processed Zn–22 wt.% Al Alloy, <u>Scripta Materialia</u>, 56 (2007) 477-480.
- 11. Tanaka, T., Watanabe, H. ve Higashi, K., Microstructure in Zn–Al Alloys after Equal-Channel-Angular Extrusion, <u>Materials Transactions</u>, 44 (2003) 1891-1894.

- 12. Tanaka, T. ve Higashi, K., Superplasticity at Room Temperature in Zn-22Al Alloy Processed by Equal-Channel-Angular Extrusion, <u>Materials Transactions</u>, 45 (2004) 1261-1265.
- 13. Kumar, P., Xu, C. ve Langdon, T.G., Mechanical Characteristics of a Zn–22% Al Alloy Processed to Very High Strains by ECAP, <u>Materials Science and Engineering</u> <u>A</u>, 429 (2006) 324-328.
- Huang, Y. ve Langdon, T.G., Characterization of Deformation Processes in a Zn-22% Al Alloy Using Atomic Force Microscopy, <u>Journal of Materials Science</u>, 37 (2002) 4993-4998.
- 15. Yang, C.F., Pan, J.H. ve Chuang, M.C., Achieving High Strain Rate Superplasticity via Severe Plastic Deformation Processing, <u>Journal of Materials Science</u>, 43 (2008) 6260-6266.
- 16. Ha, T.K., Son, J.R., Lee, W.B., Park, C.G. ve Chang, Y.W., Superplastic Deformation of a Fine-Grained Zn–0.3wt.%Al Alloy at Room Temperature, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 307 (2001) 98-106.
- 17. Murphy, S., High Damping Zinc Aluminium Alloys: Their Properties and Applications, ILZRO, North Carolina, 1999.
- Luo, B.H., Bai, Z.H. ve Xie, Y.Q., The Effects of Trace Sc and Zr on Microstructure and Internal Friction of Zn–Al Eutectoid Alloy, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 370 (2004) 172–176.
- 19. Kawabe, H. ve Kuwahara, K., High Damping and Modulus Characteristics in a Superplastic Zn–Al Alloy, Journal de Physique Colloques, 42, C5 (1981) 941–946.
- 20. Kurosawa, T., Otani, T. ve Hoshino K., Damping Capacity of Hypo-Eutectic Zn–A1 Alloys, Journal de Physique, 06, C8 (1996) 309–312.
- 21. Wei, J.N., Wang, D.Y., Xie, W.J., Luo, J.L. ve Han, F.S., Effects of Macroscopic Graphite Particulates on The Damping Behavior of Zn–Al Eutectoid Alloy, <u>Physics Letters A</u>, 366 (2007) 134–136.
- Naziri, H., Pearce, R., Brown, M.R. ve Hale, K.F., Microstructural–Mechanism Relationship in the Zinc/Aluminum Eutectoid Superplastic Alloy, <u>Acta Metallurgica</u>, 23 (1975) 489–496.
- 23. Novikov, I.I., Portnoy, V.K., ve Terentieva, T.E., Analysis of Superplastic Deformation Mechanisms in Zn–22% Al Alloy on the Basis of Electron Microscopy Topographic Investigations, <u>Acta Metallurgica</u>, 25 (1977) 1139–1149.

- 24. Shariat, P., Vastava, R.B. ve Langdon, T.G., An Evaluation of the Roles of Intercrystalline and Interphase Boundary Sliding in Two–Phase Superplastic Alloys, <u>Acta Metallurgica</u>, 30 (1982) 285–296.
- 25. Kumar, P., Xu, C. ve Langdon, T.G., The Significance of Grain Boundary Sliding in the Superplastic Zn–22% Al Alloy After Processing by ECAP, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 410–411 (2005) 447–450.
- 26. Nieh, T.G., Wadsworth, J. ve Sherby, O.D., Superplasticity in Metals and Ceramics, first ed., Cambridge University Press, Cambridge, 1997.
- 27. Bengough, G.D., A Study of the Properties of Alloys at High Temperatures, <u>Journal</u> of the Institute of Metals, 7 (1912) 123-128.
- 28. Jenkins, H.M., Strength of Cd-Zn and Sn-Pb Alloy Solder, <u>Journal of the Institute of Metals</u>, 40 (1928) 21-32.
- 29. Pearson, C.E., Viscous Properties of Extruded Eutectic Alloys of Pb-Sn and Bi-Sn, Journal of the Institute of Metals, 54 (1934) 111-123.
- 30. Underwood, E.E., A Review of Superplasticity and Related Phenomenon, Journal of <u>Metals</u>, 14 (1962) 914-919.
- 31. Backofen, W.A., Turner, I.R. ve Avery D.H., Superplasticity in an Al-Zn Alloy, <u>Transactions of the American Society of Materials</u>, 57 (1964) 980-990.
- 32. Imayev, R.M., Kaibyshev, O.A. ve Salishchev, G.A., Mechanical Behavior of Fine Grained TiAl Intermetallic Compound 1 .Superplasticity, <u>Acta Metallurgica et Materialia</u>, 40 (1992) 581-587.
- Nieh, T.G. ve Wadsworth, J., Microstructural Characteristics and Deformation Properties in Superplastic Intermetallics, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 239– 240 (1997) 88–96.
- 34. Itatani, K., Tsuchiya, K., Sakka, Y., Davies, I.J. ve Koda, S., Superplastic Deformation of Hydroxyapatite Ceramics with B2O3 or Na2O Addition Fabricated by Pulse Current Pressure Sintering, Journal of the European Ceramic Society, 31 (2011) 2641-2648.
- 35. Yoshida, H., Matsui, K. ve Ikuhara, Y., Low-Temperature Superplasticity in Nanocrystalline Tetragonal Zirconia Polycrystal (TZP), Journal of the American Ceramic Society, 95 (2012) 1701-1708.
- Garcia, D.G., Martin, S.B., Moshtaghioun, B.M., Romero, R.L.G. ve Rodriguez, A.D., Recent Insights on the Superplastic Behaviour of Ceramics, <u>Materials Science Forum</u>, 735 (2013) 120-129.

- 37. Kaibyshev, O.A., Superplasticity of Alloys, Metallides and Ceramics, First Edition, Springer–Verlag, Berlin, 1992.
- 38. Kawasaki, M., Balasubramanian, N. ve Langdon, T.G., Flow Mechanisms in Ultra-Fine-Grained Metals with an Emphasis on Superplasticity, <u>Materials Science and</u> <u>Engineering A</u>, 528 (2011) 6624–6629.
- 39. Mohamed, F.A., Micrograin Superplasticity: Characteristics and Utilization, <u>Materials</u>, 4 (2011) 1194–1223.
- 40. Abbaschian, R., Abbaschian, L. ve Reed-Hill, R.E, Physical Metallurgy Principples, Fourth Edition, Cambridge Learning, Stamford, 2009.
- 41. Nieh, T.G. ve Wadsworth, J., Fine Structure Superplasticity in Materials, <u>Journal of Chineese Institute of Engineers</u>, 21 (1998) 659-689.
- 42. Wadsworth, J., Lin, J.H. ve Sherby, O.D., Superplasticity in a Tool Steel, <u>Metals</u> <u>Technology</u>, 8 (1981) 190-193.
- 43. Wadsworth, J. ve Pelton, A.R., Superplastic Behavior of a Powder-Source Aluminum-Lithium Based Alloy, <u>Scripta Metallurgica</u>, 18 (1984) 387-392.
- 44. Hashimoto, S., Moriwaki, F., Mimaki, T. ve Miura, S., Sliding Along the Interphase Boundary in Austenitic/Ferritic Duplex Stainless Steel Bicrystals, 4th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials, June 1991, Osaka, Japan, Conference Proceeding: 23-32.
- Humphries, C.W. ve Ridley, N., Effect of Relatively Hard Particles on Cavitation of Microduplex Pb-Sn Eutectic During Superplastic Flow, <u>Journal of Materials Science</u>, 12 (1977) 851-855.
- Livesey, D.W. ve Ridley, N., Cavitation During Superplastic Flow of Ternary Alloys Based on Microduplex Pb-Sn Eutectic, <u>Journal of Materials Science</u>, 13 (1978) 825-832.
- 47. Walser, B. ve Sherby, O.D., Mechanical Behavior of Superplastic Ultrahigh Carbon Steels at Elevated Temperature, <u>Metallurgical Transactions A</u>, 10 (1979) 1461-1472.
- 48. Chung, J.W. ve Cahoon, J.R., Superplasticity in Aluminum-Silicon Eutectic, <u>Metal</u> <u>Science</u>, 13 (1979) 635-640.
- 49. Langdon, T.G., The Mechanical Properties of Superplastic Materials, <u>Metallurgical</u> <u>Transactions A</u>, 13 (1982) 689-701.
- 50. Mohamed, F.A., Interpretation of Superplastic Flow in Terms of Threshold Stress, Journal of Materials Science, 18 (1983) 582-592.

- 51. Chaudhury, P.K. ve Mohamed, F.A, Effect of Impurity Content on Superplastic Flow in the Zn22% A1 Alloy, <u>Acta Metallurgica</u>, 36 (1988) 1099-1110.
- 52. Alden, T.H., Superplastic Behavior of a Solid Solution Sn-1%Bi Alloy, <u>Transactions</u> of <u>AIME</u>, 236 (1966) 1633-1634.
- 53. Gifkins, R.C., Superplasticity During Creep, <u>Journal of the Institute of Metals</u>, 95 (1967) 373-377.
- 54. Ahmed, M.M.I. ve Langdon, T.G., Ductility of the superplastic Pb-Sn Eutectic at Room Temperature, Journal of Materials Science Letters, 2 (1983) 59-62.
- 55. Cook, R.C., Superplasticity in a Dilute Zinc Aluminum Alloy, Master's Thesis, University of British Columbia, Canada, 1968.
- 56. Naziri, H., Superplasticity in Zn-based Alloys, PhD. Thesis, Cranfield Institute of Technology, United Kingdom, 1972.
- 57. Málek, P. ve Lukáč, P., Superplasticity in A Zn-1,1wt.% Al alloy: I. The Influence of Strain Rate, <u>Czechoslovak Journal of Physics B</u>, 36 (1986) 498-508.
- 58. Langdon, T.G., Observations on the Magnitude of Grain Boundary Sliding in Region 1 of Superplasticity, Journal of Materials Science, 16 (1981) 2613-2616.
- 59. Langdon, T.G., An evaluation of the Strain Contributed by Grain Boundary Sliding in Superplasticity, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 174 (1994) 225-230.
- 60. Ashby, M.F. ve Verrall, R.A., Diffusion-Accommodated Flow and Superplasticity, <u>Acta Metallurgica</u>, 21 (1973) 149–163.
- 61. Mukherjee, A.K., Deformation Mechanisms in Superplasticity, <u>Annual Review of</u> <u>Materials Science</u>, 9 (1979) 191-217.
- 62. Ball, A. ve Hutchinson, M.M., Superplasticity in the Aluminum-Zinc Eutectoid, <u>Metal</u> <u>Science Journal</u>, 3 (1969) 1-6.
- 63. Ball A., Superplasticity in the Aluminium-Zinc Eutectoid-an Early Model Revisited, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 234-236 (1997) 365-369.
- 64. Edington, J.W., Microstructural Aspects of Superplasticity, <u>Metallurgical</u> <u>Transactions A</u>, 13 (1982) 703-715.
- 65. Mukherjee, A.K., The Rate Controlling Mechanism in Superplasticity, <u>Materials</u> <u>Science and Engineering</u> 8 (1971) 83-89.
- 66. Gifkins, R.C., Grain Boundary Sliding and its Accommodation During Creep and Superplasticity, <u>Metallurgical Transactions A</u>, 7 (1976) 1225-1232.

- 67. Langdon, T.G., Grain Boundary Sliding as a Deformation Mechanism During Creep, <u>Philosophical Magazine A</u>, 22 (1970) 689-700.
- 68. Langdon, T.G., A Unified Approach to Grain Boundary Sliding in Creep and Superplasticity, <u>Acta Metallurgica et Materialia</u>, 42 (1994) 2437-2443.
- 69. Langdon, T.G., The Charecteristic of Grain Refinement in Materials Processed by Severe Plastic Deformation, <u>Reviews on Advanced Materials Science</u>, 13 (2006) 6-14.
- 70. Valiev, R.Z., Islamgaliev, R.K. ve Alexandrov, I.V., Bulk Nanostructured Materials from Severe Plastic Deformation, <u>Progress in Materials Science</u>, 45 (2000) 103-189.
- 71. Segal, V.M., Reznikov, V.I., Dropyshevskiy, A.E. ve Kopylov, V.I., Plastic Working of Metals by Simple Shear, <u>Russian Metallurgy</u>, 1 (1981) 99-105,
- Valiev, R.Z. ve Langdon, T.G., Principles of Equal-Channel Angular Pressing as a Processing Tool for Grain Refinement, <u>Progress in Materials Science</u>, 51 (2006) 881– 981.
- 73. Zhilyaev, A.P. ve Langdon, T.G., Using High-Pressure Torsion for Metal Processing: Fundamentals and Applications, <u>Progress in Materials Science</u>, 53 (2008) 893–979.
- 74. Ma, Z.Y., Friction Stir Processing Technology: A Review, <u>Metallurgical and Materials</u> <u>Transactions A</u>, 39 (2008) 642-658.
- 75. Mishra, R.S., De, P.S. ve Kumar, N., Friction Stir Welding and Processing: Science and Engineering, Springer International Publishing, Switzerland, 2014
- Valiev, R.Z., Korznikov, A.V. ve Mulyukov, R.R., Structure and Properties of Ultrafine-Grained Materials Produced by Severe Plastic Deformation, <u>Materials</u> <u>Science and Engineering A</u>, 168 (1993) 141-148.
- 77. Segal, V.M., Materials Processing by Pimple Shear, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 197 (1995) 157-164.
- 78. Valiev, R.Z. ve Langdon, T.G., Developments in the Use of ECAP Processing for Grain Refinement, <u>Reviews on Advanced Materials Science</u> 13 (2006) 15-26.
- 79. Nakashima, K., Horita, Z., Nemoto, M. ve Langdon, T.G., Development of a Multi-Pass Facility for Equal-Channel Angular Pressing to High Total Strains, <u>Materials</u> <u>Science and Engineering A</u>, 281 (2000) 82-87.
- 80. Pürçek, G., Severe Plastic Deformation: Towards Bulk Production of Nanostructured Materials, NOVA Science Publishers Inc., New York, 2006.

- 81. Furukawa, M., Iwahashi, Y., Horita, Z., Nemoto, M. ve Langdon, T.G., The Shearing Characteristics Associated with Equal-Channel Angular Pressing, <u>Materials Science</u> and Engineering A, 257 (1998) 328- 332.
- 82. Gervais, E., Barnhurst, R.J., Loong, C.A., An Analysis of Selected Properties of ZA Alloys, Journal of Metals, 37, 11 (1985) 43–47.
- Zhu, Y.H., General Rule of Phase Decomposition in Zn-Al Based Alloys (II) -On Effects of External Stresses on Phase Transformation, <u>Materials Transactions</u>, 45 (2004) 3083-3097.
- Tanaka, T., Chung, S.W., Chaing, L.F., Makii, K., Kushibe, A., Kohzu, M. ve Higashi, K., Post-Characteristics of Formed Zn-22 mass%Al Alloy to Seismic Damper for General Residence, <u>Materials Transactions</u>, 45 (2004) 2542–2546.
- 85. Liu, Z.L., Liu, X.Q., Shen, P., Zhu, X.R. ve Meng, L., Effect of Ball-Milling Parameter on Mechanical and Damping Properties of Sintered Mg–Zr Alloy, <u>Transactions of</u> <u>Nonferrous Metals Society of China</u>, 20 (2010) 2092–2095.
- Wan, D.Q., Wang, J.C. ve Yang, G.C., A Study of the Effect of Y on the Mechanical Properties, Damping Properties of High Damping Mg–0.6%Zr Based Alloys, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 517 (2009) 114–117.
- 87. Fukuhara, M., Yin, F., Ohsawa, Y. ve Takamori, S., High-Damping Properties of Mn– Cu Sintered Alloys, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 442 (2006) 439–443.
- 88. Zhang, X.X., Hou, H.W., Wei, L.S., Chen, Z.X., Wei, W.T. ve Geng, L., High Damping Capacity in Porous NiTi Alloy with Bimodal Pore Architecture, Journal of Alloys and Compounds, 550 (2013) 297–301.
- Hu, X., Zheng, Y.F., Tong, Y.X., Chen, F., Tian, B., Zhou, H.M. ve Li, L., High Damping Capacity in a Wide Temperature Range of a Compositionally Graded TiNi Alloy Prepared by Electroplating and Diffusion Annealing, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 623 (2015) 1-3.
- 90. Otani, T., Hoshino, K. ve Kurosawa, T., Damping Capacity and Mechanical Properties of Zn–A1 Alloy Castings, Journal de Physique Colloques, 42, C5 (1981) 935–940.
- 91. Otani, T., Sakai, T., Hoshino, K. ve Kurosawa, T., Damping Capacity of Zn–A1 Alloy Castings, Journal de Physique Colloques, 46, C10 (1981) 417–421.
- 92. Zhu, X., Stable Damping Associated With Linear Viscous Motion of the Interface in a Multiphase AlZn Alloy, Journal of Applied Physics, 67 (1990) 7287–791.
- Ritchie, I.G., Pan, Z.L. ve Goodwin, F.E., Characterization of the Damping Properties of Die-Cast Zinc–Aluminum Alloys, <u>Metallurgical Transactions A</u>, 22 (1991) 617– 622.

- Zhu, Y.H., Microstructural Dependence of Damping Behavior of Eutectoid Zn–Al Based Alloy (ZA27), Journal of Materials Science and Technology, 15 (1999) 178– 180.
- 95. Girish, B.M., Prakash, K.R., Satish, B.M., Jain, P.K. ve Prabhakar, P., An Investigation into the Effects of Graphite Particles on the Damping Behavior of ZA–27 Alloy Composite Material, <u>Materials and Design</u>, 32 (2011) 1050–56.
- 96. Lu, J. ve Van Aken, D.C., Analysis of Damping in Particle-Reinforced Superplastic Zinc Composites, <u>Metallurgical and Materials Transaction A</u>, 27 (1996) 2565–2573.
- 97. Ritchie, I.G. ve Pan, Z.L. High-Damping Metals and Alloys, <u>Metallurgical</u> <u>Transactions A</u>, 22 (1991) 607–616.
- 98. Callister, W.D. ve Rethwisch, D.G., Materials Science and Engineering: An Introduction, Eighth Edition, John Wiley & Sons, Inc., USA, 2009.
- 99. Blanter, M.S., Golovin, I.S., Neuhäuser, H. ve Sinning, H.R., Internal Friction in Metallic Materials, A Handbook, Springer, Berlin; New York, 2007.
- Liu, Y., Yang, G., Lu, Y. ve Yang, L., Damping Behavior and Tribological Properties of As-Spray-Deposited High Silicon Alloy ZA27, <u>Journal of Materials Processing</u> <u>Technology</u>, 87 (1999) 53–58.
- Horita, Z., Matsubara, K., Makii, K. ve Langdon, T.G., A Two-Step Processing Route for Achieving a Superplastic Forming Capability in Dilute Magnesium Alloys, <u>Scripta</u> <u>Materialia</u>, 47 (2002) 255–260.
- 102. Shi, Z., Liu, Y., ve Li, S., Influence of Heat-Treatment on Transformation Superplasticity of the as Cast Zn-5Al Alloy, <u>Journal of Materials Engineering</u>, 06 (2004) 33–37.
- Yang, C.F., Chiu, L.H. ve Sheu, Y.P., Effects of Thermomechanical Treatments on Superplasticity of Zn-22%A1 Alloy, <u>Materials and Manufacturing Processes</u>, 12 (1997) 199-214.
- 104. El-Baradie, J.M., Grain Refining of Zn–22 wt.% Al Superplastic Alloy, <u>Journal of</u> <u>Materials Processing Technology</u>, 84 (1998) 73-78.
- 105. Tanaka, T., Kohzu, M., Takigawa, Y. ve Higashi, K., Low Cycle Fatigue Behavior of Zn–22mass%Al Alloy Exhibiting High-Strain-Rate Superplasticity at Room Temperature, <u>Scripta Materialia</u>, 52 (2005) 231-236
- 106. Furukawa, M., Ma, Y., Horita, Z., Nemoto, M., Valiev, R.Z. ve Langdon, T.G., Microstructural Characteristics and Superplastic Ductility in a Zn-22% Al Alloy with

Submicrometer Grain Size, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 241 (1998) 122–128.

- 107. Furukawa, M., Horita, Z., Nemoto, M., Valiev, R.Z. ve Langdon, T.G., Fabrication of Submicrometer-Grained Zn–22% Al by Torsion Straining, <u>Journal of Materials</u> <u>Research</u>, 11 (1996) 2128-2130.
- Kokawa, H., Watanabe, T. ve Karashima, S., Sliding Behaviour and Dislocation Structures in Aluminium Grain Boundaries, <u>Philosophical Magazine A</u>, 44 (1981) 1239-1254.
- 109. Watanabe, T., Grain Boundary Design and Control for High Temperature Materials, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 166 (1993) 11–28.
- Hirata, T., Osa, T., Hosokawa, H. ve Higashi K., Effects of Flow Stress and Grain Size on the Evolution of Grain Boundary Microstructure in Superplastic 5083 Aluminum Alloy, <u>Materials Transaction</u>, 43 (2002) 2385–2391.
- 111. Hirata, T., Mukai, T., Saito, N., Tanabe, S., Kohzu, M. ve Higashi, K., Experimental Prediction of Deformation Mechanism after Continuous Dynamic Recrystallization in Superplastic P/M7475, <u>Journal of Materials Science</u>, 38 (2003) 3925–3932.
- 112. Yuan, Y.C., Ma, A.B., Jiang, J.H., Sun, Y., Lu, F.M., Zhang, L.Y. ve Song, D., Mechanical Properties and Precipitate Behavior of Mg–9Al–1Zn Alloy Processed by Equal-Channel Angular Pressing and Aging, <u>Journal of Alloys and Compounds</u>, 594 (2014) 182–188.
- 113. Shi, Z., Ye, Y., Li, S., Teng, X. ve Wang, H., Phase Boundary Sliding Model Controlled by Diffusionsolution Zone in Superplastic Deformation, <u>Chinese Science</u> <u>Bulletin</u>, 47 (2002) 1228–1232.
- 114. Shin, D.H., Kim, I., Kim, J. ve Park, K.T., Grain Refinement Mechanism During Equal-Channel Angular Pressing af A Low-Carbon Steel, <u>Acta Materialia</u>, 49 (2001) 1285–1292.
- 115. Langdon, T.G., The Principles of Grain Refinement in Equal-Channel Angular Pressing, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 462 (2007) 3–11.
- 116. Saray, O. ve Purcek, G., Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Al-40 wt.%Zn Alloy Processed by Equal-Channel Angular Extrusion, <u>Journal of</u> <u>Materials Processing Technology</u>, 209 (2009) 2488–2498.
- 117. Mcnelley, T.R., Lee, E.W. ve Mills, M.E., Superplasticity in a Thermomechanically Processed High–Mg, AI–Mg alloy, <u>Metallurgical Transactions A</u>, 17 (1986) 1035– 1041.

- 118. Mohri, T., Mabuchi, M., Nakamura, M., Asahina, T., Iwasaki, H., Aizawa, T. ve Higashi, K., Microstructural Evolution and Superplasticity of Rolled Mg–9Al–1Zn, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 290 (2000) 139–144.
- Bussiba, A., Ben Artzy, A., Shtechman, A., Ifergan, S., Kupiec, M., Grain Refinement of AZ31 and ZK60 Mg Alloys–Towards Superplasticity Studies, <u>Materials Science</u> <u>and Engineering A</u>, 302 (2001) 56–62.
- Tan, J.C. ve Tan, M.J., Dynamic Continuous Recrystallization Characteristics in Two Stage Deformation of Mg–3Al–1Zn Alloy Sheet, <u>Materials Science and Engineering</u> <u>A</u>, 339 (2003) 124–132.
- 121. Humphreys, F.J. ve Hatherly, M., Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Second Edition, Elsevier, Oxford, 2004.
- 122. Langdon, T.G., Fracture Processes in Superplastic Flow, <u>Metal Science</u>, 16 (1982) 175–183.
- 123. Cetlin, P.R., Aguilar, M.T.P., Figueiredo, R.B. ve Langdon, T.G., Avoiding Cracks and Inhomogeneities in Billets Processed by ECAP, Journal of Materials Science, 45 (2010) 4561–4570.
- 124. Chou, C.Y., Lee, S.L., Lin, J.C. ve Hsu, C.M., Effects of Cross-Channel Extrusion on the Microstructures and Superplasticity of a Zn–22 wt.% Al Eutectoid Alloy, <u>Scripta</u> <u>Materialia</u>, 57 (2007) 972–975.
- 125. Kashyap, B.P., ve Mukherjee, A.K., Superplasticity, Baudelet, B. ve Suery, M., Eds., Centre Nationaldela Recherché Scientifique, Paris, 1985.
- 126. Ma'lek, P., The Deformation Sructure of the Superplastic Zn–Al alloy, <u>Materials</u> Science and Engineering A, 268 (1999) 132–140.
- 127. Tanaka, T., Makii, K., Kushibe, A. ve Higashi, K., Room Temperature Deformation Behavior of Zn-22 mass%Al Alloy with Nanocrystalline Structure, <u>Materials</u> <u>Transactions</u>, 43 (2002) 2449–2454.
- 128. Fan, G.D., Zheng, M.Y., Hu, X.S., Xu, C., Wu, K. ve Golovin, I.S., Improved Mechanical Property and Internal Friction of Pure Mg Processed by ECAP, <u>Materials</u> <u>Science and Engineering A</u>, 556 (2012) 588–594.
- Zhang, Z., Zeng, Z. ve Ding, W., The Influence of Heat Treatment on Damping Response of AZ91D Magnesium Alloy, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 392 (2005) 150–155.
- Chen, X.H., Mao, J.J., Pan, F.S., Peng, J. ve Wang, J.F., Influence of Impurities on Damping Properties of ZK60 Magnesium Alloy, <u>Transactions of Nonferrous Metals</u> <u>Society of China</u>, 20 (2010) 1305–1310.

- 131. Granato, A. ve Lücke, K., Theory of Mechanical Damping Due to Dislocations, Journal of Applied Physics, 27 (1956) 583–593.
- 132. Puškár, A., Internal Friction of Materials, Cambridge International Science Publishing, Cambridge, 2001.
- 133. Bajalan, H., Damping in Zinc-Based Alloys, PhD thesis, The University of Aston in Birmingham, United Kingdom, 1993.
- 134. Batist, R., High Damping Materials: Mechanisms and Applications, Journal de Physique Colloques, 44, C9 (1983) 39–50.

ÖZGEÇMİŞ

Muhammet DEMİRTAŞ, 1983 yılında Vakfıkebir/Trabzon'da doğdu. 2003 yılında, Samsun 100. Yıl Lisesi'nden okul birincisi olarak mezun oldu. 2008 yılında Marmara Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği (İngilizce) Bölümü'nden lisans derecesini, 2012 yılında da Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'ndan yüksek lisans derecesini aldı. Doktora sürecinde, Karadeniz Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından desteklenen 1 araştırma projesinde araştırmacı olarak görev aldı. Muhammet DEMİRTAŞ'ın uluslararası hakemli bilimsel dergilerde yayınlanmış 9 adet makalesi ve 6 tanesi uluslararası olmak üzere 7 adet bildirisi bulunmaktadır. Yayınlanmış makaleleri 35'in üzerinde atıf almıştır. Bu makalelerden doktora tezi kapsamında yapılan çalışmaları kapsayanları aşağıda sıralanmıştır. Çok iyi derecede İngilizce bilen Muhammet DEMİRTAŞ, 2011 yılından beri Bayburt Üniversitesi Makine Mühendisliği bölümünde Araştırma Görevlisi olarak görev yapmaktadır.

Doktora tezi kapsamındaki yayınları:

- Demirtas, M., Atli, K.C., Yanar, H. ve Purcek, G., Enhancing the Damping Behavior of Dilute Zn-0.3Al Alloy by Equal Channel Angular Pressing, <u>Metallurgical and Materials</u> <u>Transactions A</u>, 48 (2017) 2868-2876.
- Demirtas, M., Purcek, G., Yanar, H., Zhang, Z.J. ve Zhang, Z.F., Effect of Different Processes on Lamellar-Free Ultrafine Grain Formation, Room Temperature Superplasticity and Fracture Mode of Zn-22Al Alloy, <u>Journal of Alloys and Compounds</u>, 663 (2016) 775-783.
- 3. Demirtas, M., Purcek, G., Yanar, H., Zhang, Z.J. ve Zhang, Z.F., Effect of Equal-Channel Angular Pressing on Room Temperature Superplasticity of Quasi-Single Phase Zn–0.3Al Alloy, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 644 (2015) 17–24.
- 4. Demirtas, M., Purcek, G., Yanar, H., Zhang, Z.J. ve Zhang, Z.F., Achieving room temperature superplasticity in Zn-5Al alloy at high strain rates by equal-channel angular extrusion, Journal of Alloys and Compounds, 623 (2015) 213–218
- 5. Demirtas, M., Purcek, G., Yanar, H., Zhang, Z.J. ve Zhang, Z.F., Effect of Chemical Composition and Grain Size on RT Superplasticity of Zn-Al Alloys Processed by ECAP, <u>Letters on Materials</u>, 5, 3 (2015) 328-334.
- Demirtas, M., Purcek, G., Yanar, H., Zhang, Z.J. ve Zhang, Z.F., Improvement of High Strain Rate and Room Temperature Superplasticity in Zn–22Al Alloy by Two-Step Equal-Channel Angular Pressing, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 620 (2014) 233-240.