



## Eşit kanallı açısal preslenmiş toz halde Al-%5Ni alaşımının mikro yapısal karakterizasyonu

Ümit Demir<sup>1\*</sup>, Ahmet Güral<sup>2</sup>, M. Kemal Öztürk<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi, 06500, Teknikokullar, Ankara, Türkiye

<sup>2</sup>Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 06500, Teknikokullar, Ankara, Türkiye

<sup>3</sup>Gazi Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü, 06500, Teknikokullar, Ankara, Türkiye

### ÖNEÇIKANLAR

- Toz halde Al-%5Ni Alaşımına 200°C’de eşit kanallı açısal presleme (EKAP) uygulanmıştır
- EKAP işlemi ile alaşımın ortalama tane boyutu azaltılmış
- Alaşımında ortalama 61 HV0,5 mikro sertlik ve %90 nispi yoğunluk değerleri sağlanmıştır

### Makale Bilgileri

Geliş: 28.01.2016

Kabul: 22.04.2017

### DOI:

10.17341/gazimmfd.337615

### Anahtar Kelimeler:

Toz alüminyum ve nikel,  
eşit kanallı açısal presleme,  
yoğunlaştırma,  
pekiştirme

### ÖZET

Bu çalışmanın amacı eşit kanallı açısal presleme yöntemiyle (EKAP) toz halde Al-%5Ni alaşımını pekiştirmektir. Saf Al ve ağırlıkça %5 saf nikel tozlarına 200°C’de 5-15 geçişli EKAP yöntemi uygulanmıştır. EKAP geçiş sayısının artışıyla, Al matriste Ni parçacıkları homojen olarak dağılmıştır ancak, Al matriste Ni’in tam olarak çözünübilirliğinin etkili olmadığı görülmüştür. EKAP işleminin geçiş sayıları artışıyla ortalama tane boyutu düşmüştür. 5 geçişli EKAP işlemiyle tane incemesi başlangıç iri Al tozlarının kıyılarında (Al parçacıklar arasında) başlamışken, 15 geçişli EKAP işlemiyle daha ince ve uzamış taneler elde edilebilmiştir. Numunelerin ortama yoğunlukları ve HV0,5 mikro sertlikleri sırasıyla 2,7 g/cm<sup>3</sup> ve 61 olarak sağlanmıştır. Bu EKAP şartlarında belirgin bir Al-Ni intermetalik fazları sağlanmamıştır.

## Microstructural characterization of equal-channel angular-pressed as powder Al-5% Ni alloy

### HIGHLIGHTS

- Equal-channel angular pressing (EKAP) was applied to the Al-5%Ni Alloy at 200°C in powder form
- The average particle size of the alloy is reduced by EKAP process
- Average 60 HV0,5 micro hardness and 90%relative density values were obtained in the alloy

### Article Info

Received: 28.01.2016

Accepted: 22.04.2017

### DOI:

10.17341/gazimmfd.337615

### Keywords:

Powder aluminum and nickel,  
equal channel angular  
pressing,  
densification,  
grain refinement,  
consolidation

### ABSTRACT

The aim of this study was to consolidate of powders mixed Al-Ni through equal channel angular pressing (EKAP). Pure Al and 5 % (in wt.) Ni powders were exposed to EKAP with 5-15 passes procedure at 200°C. With the increasing EKAP passes, Ni particles distributed in the Al matrix homogeneously and the solubility of Al in the Ni particles increased relatively. However, it was seen that Ni solubility in the Al matrix wasn't sufficient. The average grain size reduced with the increasing pass numbers of the EKAP process. While grain refinement started forming at the edge of initial large Al powder (inter-particles of Al) after applying 5-pass EKAP, finer and elongated grains were obtained after the 15 - pass EKAP process. Average densities and HV0,5 micro hardness of the specimens were found as 2,7 g.cm<sup>-3</sup> and 61 respectively. In these conditions of EKAP, Al-Ni intermetallic phases wasn't distinct formed.

## 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Aşırı plastik deformasyon (APD), hem fiziksel hem de mekanik özelliklerin geliştirilmesi amacıyla malzemeye uygulanan bir plastik şekil değiştirme işlemidir. Valiev R.Z vd. malzemeye uygulanan APD'nun etkilerini detaylı bir şekilde incelemişlerdir [1]. Başka bir çalışmada yine Valiev R.Z. vd. çeşitli APD tekniklerini incelemiştir [2]. Langdon T.G. APD yöntemlerinden Eşit Kanallı Açısız Presleme (EKAP) ile tane inceltme işleminin prensiplerini incelemiştir [3]. APD mekanizmaları oluşturması neticesi ile geleneksel termo - mekanik yöntemlere göre çok daha küçük hatta nano boyutta taneler elde edilmesi ile sonuçlanan plastik şekil değişimidir. Morris D.G. vd. geleneksel APD yöntemiyle intermetaliklere mikroyapı inceltme işlemi uygulamıştır [4]. Robertson J. vd. toz malzemeleri EKAP yöntemi uygulayarak pekiştirilmesi sağlanmıştır [5]. Hu T. vd. toz haldeki Al 7075 alaşımına sıcak izostatik pres ve ekstrüzyon uygulayarak ultra ince taneli yapı elde etmiştir [6]. Lee Z. vd. Al-%7.5Mg alaşımına yüksek basınçlı burma yöntemi uygulanarak malzeme pekiştirilmiş ve ince tane elde edilmiştir [7]. APD yöntemlerinden en etkili olanlarından biri de Eşit Kanallı Açısız Presleme (EKAP) yöntemidir [8]. Ultra ince taneli (UİT) malzemeler ve nano - kristal malzemelerin üretiminde birkaç farklı metot kullanılmaktadır. Geleneksel olarak küçük tane boyutlu malzemeler uygun termo - mekanik işlemler kullanılarak üretilebilmektedir. Wert, J.A vd. alüminyum 7075 alaşımını termomekanik işlemlerle tane inceltmiştir [9]. Termo - mekanik metot, dinamik yeniden kristalleşme olarak da bilinen sürekli yeniden kristalleşme sürecidir [10]. Bununla birlikte termo - mekanik işlemler ile sadece 10µm daha küçük tane boyutları üretilebilir ancak zordur [11]. Termo - mekanik işlemler ile tane boyutlarının inceltmesinde ayrıca ısıl işlem uygulanması maliyeti de arttıracaktır. Bu nedenle termo - mekanik işlemler yöntemi UİT malzemelerinin üretimi için çok cazip bir yöntem değildir. Ayrıca asal gaz yoğunlaştırma, yüksek enerjili bilyeli öğütme ve aşınma ile UİT malzemelerin üretimi yapılabilmektedir [12].

Son zamanlarda UİT malzeme üretiminde APD metotları yaygın olarak kullanılmaktadır [13]. Geleneksel olarak, soğuk haddeleme veya çekme gibi plastik deformasyon yöntemlerinden farklı olarak APD yöntemlerinde düşük sıcaklıklarda yüksek basınç ile mikro yapıyı kolaylıkla inceltilebilmektedir. Ayrıca APD metotları ile tam yoğunlukta malzemeler üretilebilir ve bu yöntemler endüstriyel uygulamalar için oldukça kullanışlıdır [14]. EKAP yöntemi ilk olarak Segal ve ekibi tarafından tanıtılmıştır [15]. Bu yöntemde malzeme özel tasarlanmış kalıp içerisindeki kanalda preslenerek malzemeye şekli değişimsiz yüksek basınçta büyük kesme gerilimi uygulanmaktadır. Böylece yüksek tane sınırı açılı ultra ince tanelerin üretimi sağlanmış olmaktadır [16]. Ek olarak EKAP yönteminde MMK üretiminin diğer yöntemlere göre çok üstün özellikler sağlaması bu yöntemin araştırma alanlarının artmasında etken rol oynamaktadır [17]. Ancak yapılan MMK malzeme üretiminde [18] ve EKAP işlemi ile

üretilecek parçalar genellikle ergitme yöntemi ile alaşımlandırma şeklinde yapılmıştır. Ancak TM yöntemi kullanılarak EKAP işlemi uygulanmış numunelerde MMK üretimi üzerine çalışmaların kısıtlılığı bu yöntem ile yapılan çalışmaların artmasına neden olmaktadır [19]. Bu çalışmada toz halindeki saf alüminyum alaşımlandırmak amacıyla seçilen ağırlıkça %5 saf Ni tozu ilave edilmiş ve farklı geçiş sayıları ile bu karışım tozlara 200°C'de EKAP işlemleri uygulanmıştır. Böylece hem düşük sıcaklıkta alaşımlanabilirliği hem de EKAP yönteminin temel prensibi olan ultra ince taneli alaşımın pekiştirilmesi amaçlanmıştır.

## 2. DENEYSEL METOT (EXPERIMENTAL METHOD)

Ağırlıkça saf Al tozları (Alfa Aesar firmasından alınan 45 mikron altı boyutunda %99,5 saflıktaki tozlar) ile ağırlıkça %5 saf Ni tozları (Alfa Aesar firmasından alınan 3-7 mikron boyutunda %99,9 saflıktaki tozlar) kullanılarak hassas terazide tartılarak kapalı cam bir kap içerisinde en az 15 dk el ile karıştırıldı. Karışım tozları Şekil 1'de gösterilen L-kanallı EKAP kalıp içerisine açık kanal boşluğundan dolduruldu. Tozlar kalıp içerisine aktarıldıktan sonra EKAP kalıbında 190 MPa ön sıkıştırma yapıldı. Sıkıştırılan tozlar ve kalıp 200°C EKAP işlem sıcaklığına getirildi. Çalışma sıcaklığı saf Al'nin yeniden kristalleşme sıcaklığı göz önünde bulundurularak tercih edilmiştir. Bu sıcaklıkta çıkarılan numunelerde tane büyümesi görülmemiştir. Kayma mekanizmalarının rahat işlemesi için Al-Ni ara yüzeyindeki katı hal difüzyonu daha hızlı gerçekleşmesi için 200°C optimum sıcaklık değeri yapılan literatür çalışmalarında görülmüştür [20]. Bu çalışmada ise 200°C'de, Al-%5Ni toz alaşımı EKAP kalıbının 90° lik kesişim kanallarından 1 mm/s sabit hızda artan basınç ile geçirildi. Numunelere, Rota-C (Şekil 1) yöntemiyle ayrı ayrı 5, 10 ve 15 geçişler uygulanmıştır. EKAP yöntemi kullanılarak Ni tozlarının Al matris malzeme içerisindeki dağılımı, pekiştirilmesi ve tane inceltme işlemi incelenmiştir. Artan geçiş sayısı ile Nikelin alüminyum matris içerisindeki dağılımlarını belirlemek amacıyla, numuneler metalografik işlemlerden sonra dağıtılma yapılmadan JEOL 6060-LV taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelemeler yapılmıştır.

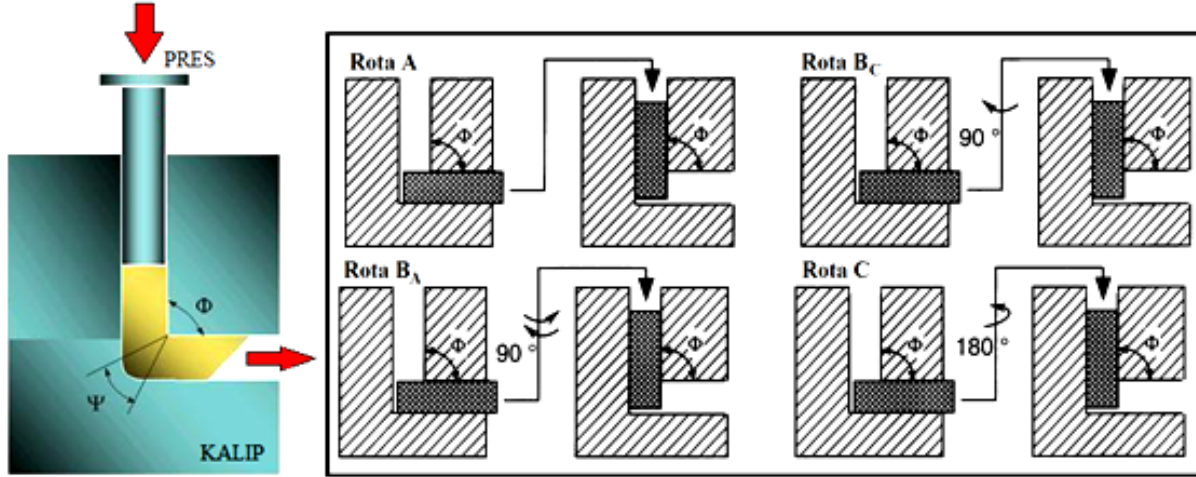
Mikroyapıda Al ana yapısının ortalama tane boyutunun belirlenmesi amacıyla numuneler %10 HF, %90 H<sub>2</sub>O solüsyonunda dağlandıktan sonra LEICA DM 4000M model optik metal mikroskobu ile görüntüleri elde edilmiştir. Numunelerde ortalama tane boyutu, çizgisel kesişim metoduyla en az beş farklı bölgeden optik mikroskop görüntüsü üzerinden belirlenmiştir. Ayrıca numunelerde hem genel, hem de Al ve Ni alanlarının ağırlıkça element oranları SEM incelemesi sırasında nokta EDS ve Ni ve Al arasında difüzyonun belirlenmesinde ise haritalamalı EDS analizleri ile belirlenmiştir. EKAP işlemleri sonrası numunelerde olası oluşması muhtemel Al-Ni intermetalik fazların tespit edilmesinde GNR marka APD 2000 PRO X-ışını difraksiyonu (XRD) cihazından faydalanılmıştır. Üretilen numunelerin yoğunluk ölçümleri Arşimet metodu ile ve mikro sertlik dağılımları Shimadzu-HMV-2 marka

mikrosertlik cihazında 500 g yük uygulanarak HV0,5 sertlikleri her bir numuneden en az on farklı bölgeden ölçülerek ortalama değerleri belirlenmiştir.

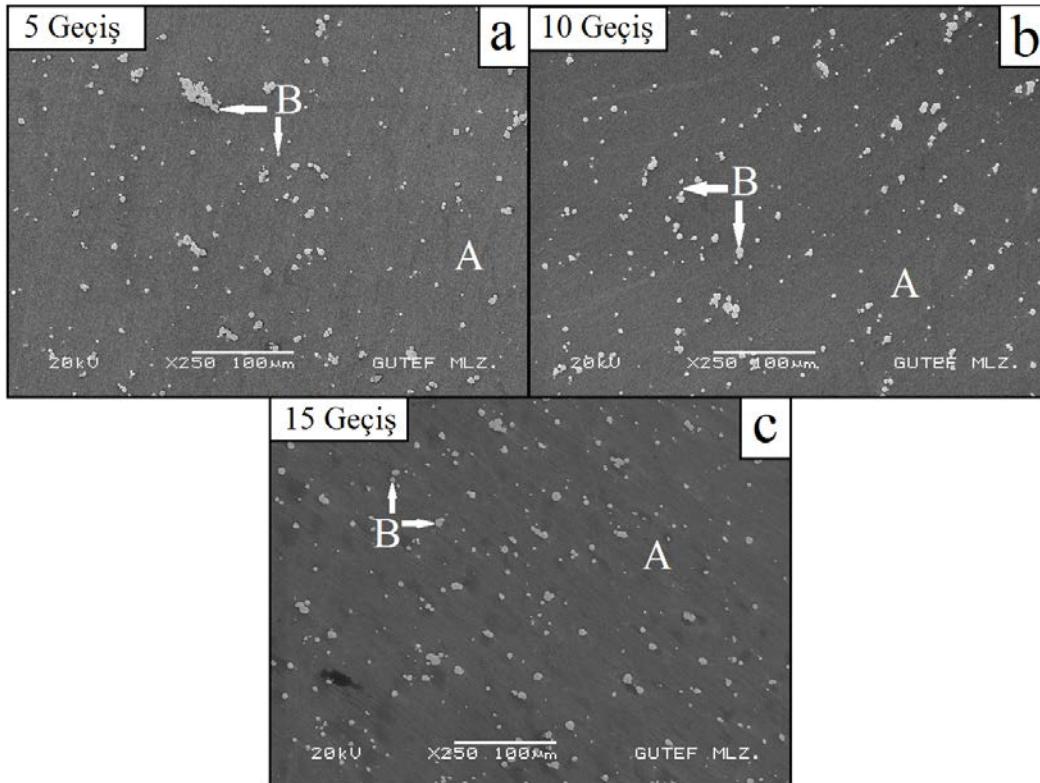
### 3. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR (RESULTS AND DISCUSSIONS)

Şekil 2’de Al-%5Ni MMK alaşımının farklı EKAP geçiş sayılarına bağlı olarak dağlama yapılmadan elde edilmiş SEM mikro yapıları verilmiştir. Burada en fazla dikkati çeken durumun ilave edilen Ni toz parçacıklarının Al matris

içersinde Nikelin tamamen çözünmemesidir. EKAP geçiş sayısının Ni’in Al matris içerisinde çözünmesine etkisi incelendiğinde ise Ni’in matris yapıda tamamen çözünmediği gözlemlenmiştir. Bu durumda Al matriste Ni’in çözünemesinin EKAP geçiş sayısının 200°C’de etkin olamayacağı düşünülmektedir. Bu duruma etken ise Ni’in Al matris içerisinde çözüneme ve katı eriyik oluşturma sıcaklığının 470–650 °C aralığında etkin olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir [22]. Çalışmada uygulanan EKAP sıcaklığının 200°C olması ve APD mekanizmasının etkin olması ile difüzyon sıcaklığının düşmesine ve katı



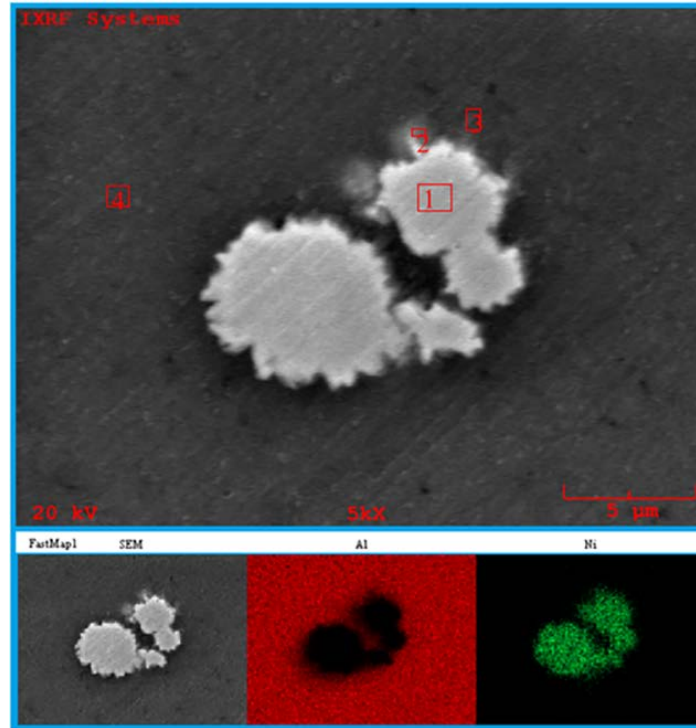
Şekil 1. EKAP işlem kalıbı ve EKAP işlemlerinde kullanılan temel rotaların şematik gösterimi [21]  
(ECAP process die and schematic illustrations of the basic routes used in the ECAP process)



Şekil 2. EKAP yapılmış numunelerin dağlama yapılmaksızın SEM görüntüleri a) Al anayapı b) Ni parçacıkları  
(SEM images of ECAP’ed specimens without etching ( a) Al matrix b) Ni particles)

eriyik oluşumunda kısmen etkili olduğu düşünülmektedir [23]. Alaşımlandırmanın temel prensipleri arasında olan, en az biri metal olan elementlerin birbiri içerisinde atomik olarak çözünebilmesi ve/veya bu çözünmenin sonucunda mukavemetleşmeyi sağlayabilmesi ana yapıda homojen dağılmış kararlı çökeltilerin (karbür, oksit, nitür, ara faz, intermetalik faz vb) oluşturulması önemlidir. Bu çalışmada ilave edilen Ni'in Al matris içerisinde çökeltileri oluşturmadığı ve intermetalik bileşiklerin oluşmadığı görülmüştür. Ancak bu çalışma şartlarında mukavemetleşmeyi sağlayan dağılım mukavemetleşmesi ile mekanik özelliklerin iyileştirildiği tespit edilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde artan pas sayısı ile birlikte Ni parçacıklarında nispeten inceltme ve yapı içerisinde homojen bir dağılıma sahip olan MMK yapı görülmektedir. EKAP sıcaklığında (200°C) görülen çözünmenin Ni parçacıklarının çevresinde Al'da kısmi olarak daha fazla çözüldüğü SEM ile yapılan element dağılım haritalamasından ve Tablo 1'de verilen Şekil 3'e ait EDS değerlerinden anlaşılmaktadır. Bunun muhtemel nedeni Şekil 4'de gösterilen Al-Ni faz

diyagramında olduğu gibi Al'da Ni'in daha fazla çözünebilirlik sergilemesinden kaynaklanmaktadır. Tablo 2'de EDS analiz verileri incelendiğinde matris malzemenin Al, alaşım elementinin ise Ni olduğu görülmektedir. Çalışmada Şekil 2'de SEM görüntüleri üzerinden alınan EDS analiz verilerinde, matris malzemenin yoğun olduğu (Ni parçacıklardan uzak; A bölgesi) yerlerden alınan sonuçlar alüminyum değerinin yaklaşık %100'e yakın olduğunu göstermektedir. Nikel parçaları üzerinden alınan sonuçlarda ise (B bölgeleri) Ni oranlarında bir azalma olduğu görülmektedir. Bunun nedeni ise Ni'nin Al içerisinde çözünebilir oranının Al'nin Ni içerisinde çözünme oranından daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır [22]. Tablo 2.'de görülen tane inceltmesi ile birlikte yoğunluk düşünün sebebi EKAP sonrası numune mikro yapılarında tanelerin uygulanan APD oranına bağlı olarak inceltme işleminin gerçekleştiği açıkça görülmektedir. Ancak 15 geçiş gibi yüksek deformasyon oranlarında dislokasyon ve atomsal yapı kusurlarının miktarındaki artış, boşluk yüzdesinin artmasında etken rol oynayacağından,



**Şekil 3.** 10 Geçişli EKAP işlemi sonrası Al-%10Ni alaşım tozlarının SEM görüntüsü EDS analizleri ve element dağılım haritası. (After ECAP with 10 passes SEM images EDS analyses and element distribution mapping of Al-%10Ni alloy powders)

**Tablo 1.** Şekil 3'deki EDS analiz sonuçları. (EDS analysis results in Figure 3)

EDS Analizi (% Ağırlıkça)		
Bölge	Al	Ni
1	1,18	98,82
2	69,92	30,08
3	94,68	5,32
4	98,61	1,39

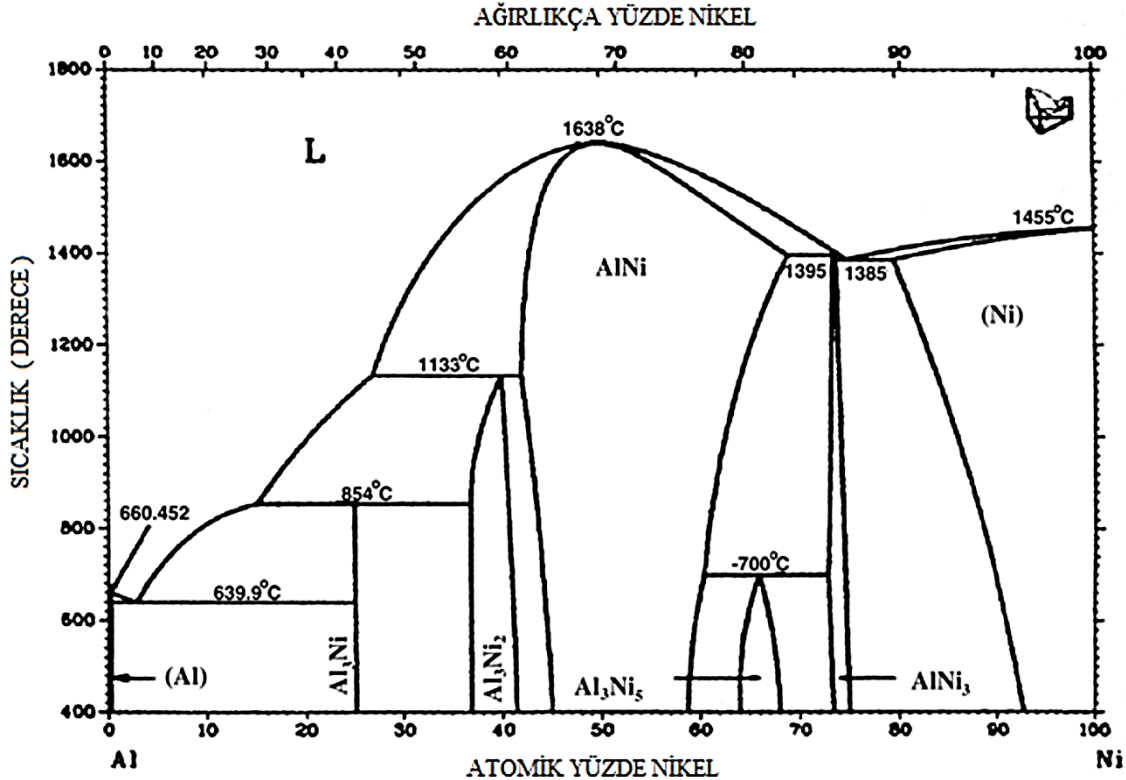


yoğunluktaki nispi bir düşüşün nedenini göstermektedir. Deformasyon miktarının artışı ile birlikte tane boyutunun küçülmesi ve yoğunluktaki nispi düşüş göz önüne alındığında sertlik değerlerinde kayda değer bir değişim görülmemiştir. Şekil 4’de Al-Ni faz diyagramında görüldüğü gibi denge şartlarında  $Al_3Ni/AlNi_3$  gibi intermetalik fazların oluşumu bu yöntemle Al ve Ni tozlarıyla üretilen alaşımda denge dışı şartlardan dolayı kolaylıkla oluşmamaktadır. Bu çalışmada temel düşünce, düşük EKAP sıcaklığına rağmen şiddetli plastik deformasyonun bu intermetalik fazların oluşumunda aktivasyon enerjisinin azaltılabilmesi idi. Beddoes vd. yaptığı çalışmada  $\gamma$ -TiAl tozlarını yaklaşık  $1100^\circ C$ ’de izostatik preleme ile pekiştirebilirken [24], Suryanarayana vd. aynı tozlara uyguladığı mekanik alaşımlama ile bu sıcaklığı yaklaşık  $725^\circ C$ ’ye kadar

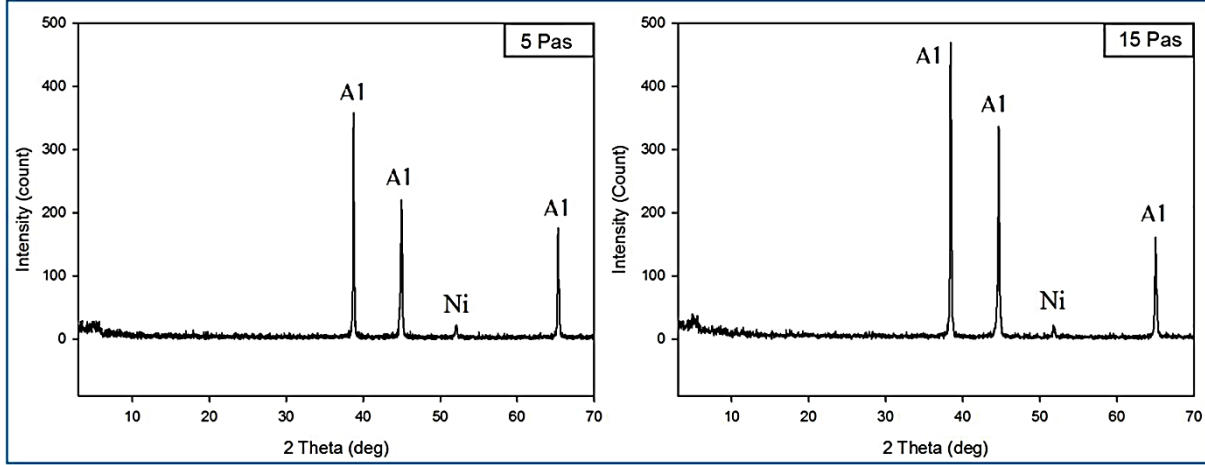
düşürmüşlerdir [25]. Metalik sistemlerde uygulanan aşırı plastik deformasyonla kristal yapı kusurlarının artması ve beraberinde dislokasyon yoğunluğunun çok fazla artması yeni faz dönüşümlerinde itici güç olmaktadır. Oysaki bu çalışmada düşük sıcaklık EKAP işleminde şiddetli plastik deformasyonun Al-Ni alaşım sisteminde katı hal faz dönüşümlerine önemli katkı sağlamadığı görülmektedir. Bu durum Şekil 5’deki XRD grafiklerinden açıkça görülebilir. Muhtemel bulunması gereken intermetalik fazlarının bulunduğu yansıma açılarında yeterli yansıma şiddetinin olmadığı görülmektedir. Hatta EKAP pas sayısının artmasıyla intermetalik fazların oluşumuna katkı sağlamadığı Şekil 5’deki 15 geçişli EKAP işleminde de görülmemektedir. Diğer taraftan bu tip intermetalik fazların dönüşümüne sıcaklığın çok önemli bir etken olduğu

**Tablo 2.** EKAP yapılmış numunelerde sağlanmış özellikler. (Obtained properties in the ECAP’ed specimens)

EKAP Geçiş Sayısı	Ortalama Tane Ebadı ( $\mu m$ )	Nispi Yoğunluk (%)	Sertlik (HV0,5)	Element Analizi (Ağırlıkça %)		
				Bölge	Al	Ni
5	10,17	90,64	61,20 $\pm$ 2,2	Genel	95,375	4,625
				A	100	0
				B	1,178	98,822
10	4,39	90,71	61,29 $\pm$ 2,4	Genel	95,450	4,550
				A	100	0
				B	2,608	97,392
15	3,63	89,62	60,20 $\pm$ 4,7	Genel	95,838	4,162
				A	100	0
				B	3,161	96,839



**Şekil 4.** Al-Ni faz diyagramı [26] (Phase diagram of Al-Ni)



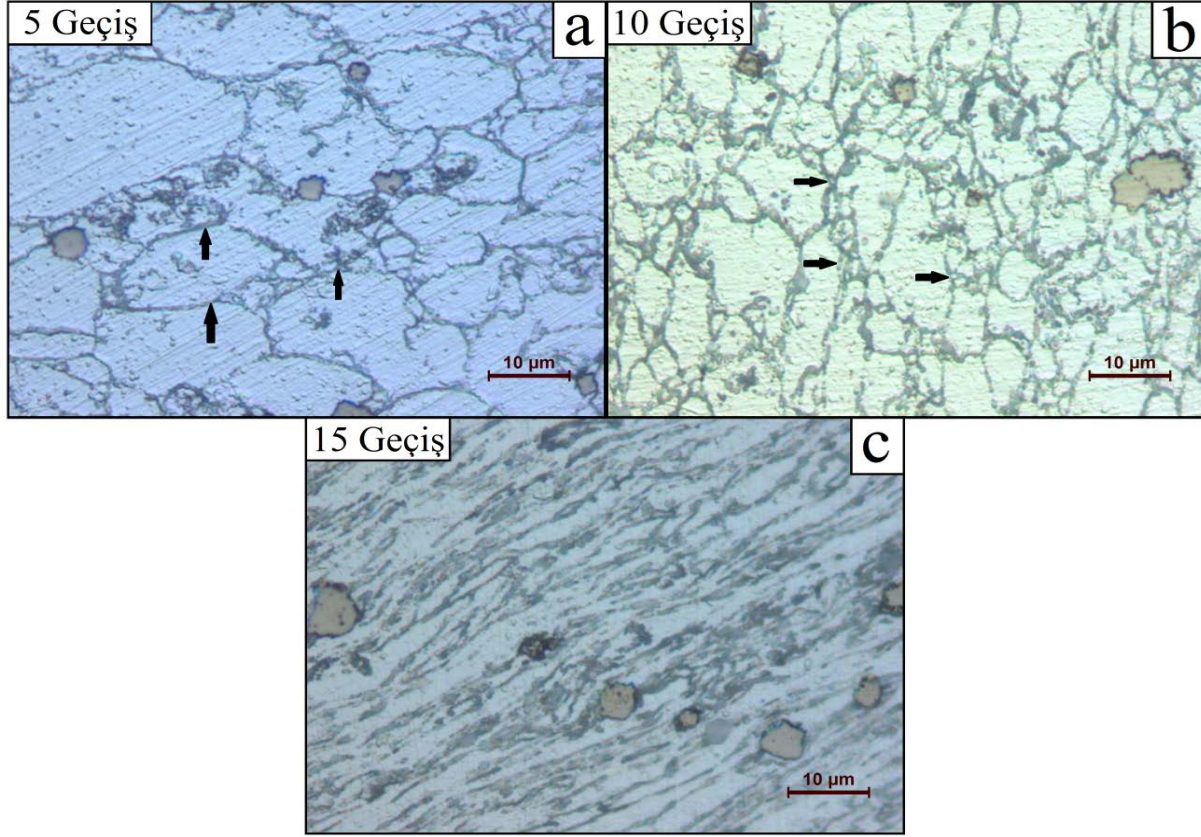
**Şekil 5.** 5 ve 15 geçiş EKAP uygulanmış numunelerin XRD sonuçları (XRD results of specimens applied ECAP with 5 and 15 pass)

bilinmektedir [22]. Bu çalışmada olduğu gibi EKAP işlemlerinde sıcaklığın 200°C'de tutulmasının nedeni ise MMK alaşımının yeniden kristalleşmesine imkan vermeden tane inceltmenin mümkün olabilmesidir. Yapılan literatür çalışmalarında 200°C'deki EKAP işlemlerinde tane inceltme işlemi başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir [27]. Bu nedenle bu çalışmada daha yüksek EKAP sıcaklığı uygulanmamıştır. Yüksek saflıktaki Al ve Ni tozlarının 200°C sıcaklıkta EKAP yöntemiyle hem ultra ince taneli, hem de yüksek yoğunluklu Al-Ni alaşımının üretilebilirliği bu çalışmanın temel amacıdır. Ayrıca bu çalışma yönteminin üstünlüğü düşük sıcaklık EKAP işlemi ile yoğunlaştırma ve tane inceltme işlemleri klasik sinterleme sıcaklığına kıyasla oldukça düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilmiş olmasıdır. Bu çalışmada düşük deformasyon sıcaklığında, Ni haricinde özellikle Al tozları arasında yüksek basınç altında birbirleri ile daha iyi temas etmeleri sonucu hem mekanik hem de difüzyonlu bağ oluşturmaktadırlar hem de etkili tane inceltmesine imkan sağlamaktadır. Aynı şekilde Ni ve Al tozları arasında oluşan bağlanma ve ara yüzeyde oluşan iletme yüksek basınç ve deformasyon etkisi ile gerçekleşmektedir.

Şekil 6'da yüzeyleri parlatılmış ve %10 HF, %90 H<sub>2</sub>O çözeltisinde dağlanmış numunelerin optik mikroskop görüntüleri verilmiştir. Bu mikro yapı görüntülerinde açık bir şekilde ve artan geçiş sayısı ile birlikte özellikle ana yapı durumunda bulunan Al tanelerin belirgin bir biçimde incelendiği görülmektedir (Tablo 2). Yüksek geçiş değerlerine rağmen ana yapıda tamamen çözünmeyen Ni parçacıklarında plastik deformasyon etkisi ile kırılma, parçalanma ve ufalma eğiliminin çok az olduğu söylenebilir. Al ana yapıda tane inceltme eğilimlerinin EKAP işlemi sırasında aşırı plastik deformasyon sırasında Al toz parçacıklarının birbirlerine temas eden yüzeylerine yakın bölgelerinde mikro yapıda siyah okla gösterildiği gibi daha etkili olduğu görülmektedir. Özellikle bu durum daha düşük EKAP geçiş sayılarında daha belirgin olduğu Şekil 6 (a) ve (b)'deki 5 ve 10 geçiş uygulanmış numunelerde görülmektedir. 15 geçişli EKAP işlemiyle Al ana tane yapısının plastik deformasyon etkisi yönünde yönlendiği açıkça görülmektedir. Bu aşamada numunenin Al toz parçacıklarının şiddetli plastik

deformasyona maruz kaldığı, yönlenmiş en/boy oranı düşük olan tanelerden anlaşılmaktadır. Bununla beraber, fiberli şekilde uzamış tane bantlarının içinde çok yoğun dislokasyon hücrelerinin neden olduğu alt tane sınırlarının varlığına inanılmaktadır. Çünkü benzer şekilde çoğu ingot veya hadde Al ve alaşımlarında daha düşük EKAP geçiş sayılarında bile geçirimli elektron mikroskop (TEM) çalışmalarıyla varlığı önceki çalışmalarda tespit edilmiştir [28]. Bu çalışmadaki bu plastik deformasyon yönlennesinin (veya daha fazla EKAP geçiş sayısıyla gerçekleşmesinin) nedeni Al ve Ni'in toz halinde kullanılmasıdır. Toz halindeki parçacıklar EKAP işlemi sırasında henüz aralarındaki mekaniksel ve/veya difüzyonla bağlanmaya fırsat bulamadan 90°'lik kesişime sahip L kanalından geçerken birbirleri üzerinden kaymış olduğu düşünülmektedir. EKAP geçiş sayısı artışıyla beraber toz parçacıkları arasında bağ oluşumu gerçekleştiğinde tane yapısı plastik olarak yönlenmeye başlamıştır.

15 geçiş yapılmış EKAP işlemi Al ana yapı taneleri yönlendiği halde toz halinde ilave edilmiş Ni parçacıklarının boyutları her ne kadar nispeten küçülmüş olsa bile Al gibi plastik olarak deforme olamadığı Şekil 6 (c)'den görülmektedir. Hem Al hem de Ni'nin kristal yapısı yüzey merkezli kübik olmasına rağmen plastik deformasyon etkilerinin farklı olmasının temel nedenlerinden biri Al'da daha yüksek ergime sıcaklığına sahip Ni'in atomik bağ enerjisinin yüksek olması ve diğer nedeni ise Ni'in Al'u kısmen de olsa çözebilmesinden kaynaklanan katı eriyik mukavemetleşmesinden dolayı Ni parçacıkları deforme olamamış ve etkili olarak küçülmemiştir. Tablo 2'deki sertlik ve yoğunluk değerlerine bakıldığında yüksek geçişlerdeki biraz düşmesinin nedeni Ni ve Al karşılıklı difüzyon katsayısının farklı olması sonucu Ni/Al ara yüzeyinde oluşan boşluklardan dolayıdır. 15 pas EKAP işleminden geçirilen numunedeki sertlik değerlerinin standart sapmasının diğerlerine göre yüksek olmasının nedeni de aynı şekilde izah edilebilir. Arşimet metodu kullanılarak yapılan yoğunluk ölçümleri ile nispi yoğunluk değerlerinin yaklaşık olarak %91'e ulaştığı görülmektedir. Mani vd. [19] saf Al'un 4 geçişli EKAP işlemiyle pekiştirilmesi sonucunda %90 yoğunlaşma oranı



**Şekil 6.** EKAP yapılmış numunelerin dağlama sonrası optik mikroyapıları  
(After etching optical microstructures of ECAP'ed specimens)

sağlamışlardır. Ancak daha fazla nispi yoğunluk kazandırılabilmesi için daha yüksek sıcaklık, geri EKAP basıncı ve/veya burma basıncının uygulanması gerekmektedir. Kotan H'nin yaptığı çalışmada Fe-Ni-Zr tozlarından sıcak pres ve sıcak ekstrüzyon yöntemleri ile teorik yoğunluklarında pekiştirilmesi amaçlanmıştır. Çalışmaların sonucunda elde edilen alaşım tozlarının sıcak pres ile teorik yoğunlukta preslenmesinin mümkün olmadığı, ancak sıcak ekstrüzyon yöntemi ile 900°C ve 1000°C'de tekrarlı geçiş uygulandığında teorik yoğunlukta ve porozite içermeyen ürün elde edilebileceği görülmüştür [29]. Dolayısı ile yukarıda bahsedildiği gibi 200°C gibi düşük sıcaklıkta EKAP işlemi ile %90 nispi yoğunluk değerlerine ulaşılmış olması yöntemin üstünlüğünü göstermektedir.

#### 4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışma eşit kanallı açılmalık presleme yöntemiyle (EKAP) Al-Ni tozları pekiştirmeye çalışılmıştır. Bu amaçla, saf alüminyum ve ağırlıkça %5 saf nikel tozları 200°C'de 5-10 ve 15 geçişli Rota C-tipi EKAP yöntemi uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir. Al ana yapı içinde Ni toz parçacıkları genel olarak EKAP işlemleriyle homojen olarak dağıtılabilmemiş ve EKAP geçiş sayısı artışıyla da ilave edilen Ni parçacıklarının kısmen parçalanarak incelendiği görülmüştür. Ancak ilave edilen Ni toz parçacıkları, Al ana yapıda tamamen çözünmemiştir. Tüm numunelerde ortalama mikro sertlik ve yoğunluk değerleri sırasıyla 61

HV0,5 ve 2,7 g.cm<sup>-3</sup> elde edilmiş ve bu değerler, EKAP pas sayısı ile önemli oranda değişmemiştir. Tüm numunelerde bu sertlik ve yoğunluk değerleri pekleşmenin ve tane incelmeyi göstermektedir. Optik mikroskop görüntülerine göre daha az EKAP geçiş sayısı uygulandığında tane incelmeyi Al toz tane kenarlarında (veya Al toz parçacıkları sınırlarında) başlarken artan geçiş sayısı ile birlikte tane boyutunda incelmeyi ve 15 geçiş EKAP sonunda ise uzamış ve yönlendirilmiş Al taneleri görülmüştür. Ancak ilave edilen Ni tozlarında Al kadar ciddi plastik deformasyon etkisi görülmemiştir. XRD sonucundan alınan piklerin çıkış açıları ve şiddetleri numunede saf Al ve Ni'den başka elementin veya metaller-arası herhangi bir bileşiğin oluşmadığını göstermektedir.

#### KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V., Bulk nano structured materials from severe plastic deformation, Prog. Mater. Sci, 45, 103–189, 2000.
2. Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J. and Zhu Y.T., Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation, Nanostruct. Mater., 58 (4), 33–39, 2006.
3. Langdon T.G., Twenty-five years of ultrafine - grained Materials : achieving exceptional properties through grain refinement, Acta Mater., 61, 7035–7059, 2013.

4. Morris D.G., Munoz-Morris M.A., Microstructural refinement in alloys and intermetallics by severe plastic Deformation, *J. Alloys Compd.*, 536S, S180 – S185, 2012.
5. Robertson J., J.-T. Im, Karaman I., Hartwig K.T., Anderson I.E., Consolidation of amorphous copper based powder by equal channel angular extrusion, *J. Non-Cryst. Solids*, 317, 144–151, 2003.
6. Hu T., Ma K., Topping T.D., Schoenung J.M., Lavernia E.J. Precipitation phenomena in an ultrafine-grained Al alloy, *Acta Mater.*, 61, 2163–2178, 2013.
7. Lee Z., Zhou F., Valiev R.Z., Lavernia E.J., Nutt S.R., Microstructure and microhardness of cryomilled bulk nanocrystalline Al–7.5%Mg alloy consolidated by high pressure torsion, *Scr. Mater.*, 51, 209–214, 2004.
8. Matsuki K, Aida T, Takeuchi T, Kusui J, Yokoe K., Microstructural characteristics and superplastic-like behavior in aluminum powder alloy consolidated by equal channel angular pressing, *Acta Mater.*, 48, 2625 – 2632, 2000.
9. Wert J.A., Paton N.E., Himilton C.H., Mahoney M.W., Grain refinement in 7075 aluminium by thermo mechanical processing, *Metall. Trans.*, 12 (7), 1267-1276, 1981.
10. Gholinia A., Humphreys F.J., Prangnell P.B., Processing to ultrafine grain structures by conventional routes, *Mater. Sci. Technol.*, 16 (11-12), 1251-1255, 2000.
11. Roven, H.J., Werenskiold, J.C., Conventional light alloys towards the bottom-a physical metallurgical approach, *Nanomaterials Conference, Oslo*, 32-40, 36. (2004).
12. Gleiter H., Nanocrystalline materials, *Prog. Mater Sci.*, 33, 4, 223-315, 1989.
13. Straumal B.B., Sauvage X., Baretzky B., Mazilkina A.A., Valiev R.Z. Grain boundary films in Al–Zn alloys after high pressure torsion, *Scr. Mater.* 70, 59–62, 2014.
14. Cubero-Sesin J.M., Horita Z., Powder consolidation of Al–10 wt% Fe alloy by High-Pressure Torsion, *Mater. Sci. Eng., A*, 558, 462–471, 2012.
15. Segal V.M., Reznikov V.I., Drobyshevskiy A.E., Kopylov V.I., Plastic Metal Working by Simple Shear, *Russ. Metall.*, 1, 99-105, 1981.
16. Chang S-Y., Lee K-S., Choi S-H., Shin D.H., Effect of ECAP on microstructure and mechanical properties of a commercial 6061 Al alloy produced by powder metallurgy, *J. Alloys Compd.*, 354, 216–220, 2003.
17. Senkov O.N., Senkova S.V., Scott J.M., Miracle D.B., Compaction of amorphous aluminum alloy powder by direct extrusion and equal channel angular extrusion, *Mater. Sci. Eng., A*, 393, 12–21, 2005.
18. Saravanan M., Pillai R.M., Ravi K.R., Pai B.C., Brahmakumar M., Development of ultrafine grain aluminium–graphite metal matrix composite by equal channel angular pressing, *Compos. Sci. Technol.*, 67, 1275–1279, 2007.
19. Mani B., Jahedi M., Paydar M.H., Consolidation of commercial pure aluminum powder by torsional-equal channel angular pressing (T-ECAP) at room temperature, *Powder Technol.*, 219, 1-8, 2012.
20. Li P., Xue K., Wang X., Qian C., Refinement and consolidation of pure Al particles by equal channel angular pressing and torsion, *Trans. Nonferrous Met. Soc.*, 24, 1289–1294, 2014.
21. Zhu Y.T., Lowe T.C., Observations and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process, *Mater. Sci. Eng., A*, 291, 46–53, 2000.
22. Edelstein A. S., Everett R. K., Richardson G. Y., Qadri S. B., and Altman E. I., Intermetallic phase formation during annealing of Al/Ni multilayer, *J. Appl. Phys.*, 76 (12), 15, 1994.
23. Prokoshkina D., Klinger L., Moros A., Wilde G., Rabkin E., Divinski S.V., Effect of recrystallization on diffusion in ultrafine-grained Ni, *Acta Mater.*, 69, 314–325, 2014.
24. Beddoes J., Wallace W., de Malherbe M.C., Densification of  $\gamma$ -TiAl Powder By Hot Isostatic Pressing, *Int. J. Powder Metall.*, 28, 313-326, 1992.
25. Suryanarayana C., Korth G.E., Froes F.H., Compaction and Characterization of Mechanically Alloyed Nanocrystalline Titanium Aluminides, *Metall. Mater. Trans. A*, 28A, 293-302, 1997.
26. Massalski T.B. et.al., Binary alloy phase diagrams, American Society for Metals Materials Park, 1 Ohio, 1986.
27. Paydar M.H., Reihanian M., Bagherpour E., Sharifzadeh M., Zarinejad M., Dean T.A., Equal channel angular pressing–forward extrusion (ECAP–FE) consolidation of Al particles, *J. Mater. Des.*, 30, 429–43, 2009.
28. Cardoso K.R., Travessa D.N., Botta W.J., Jorge Jr A.M., High Strength AA7050 Al alloy processed by ECAP, Microstructure and mechanical properties, *Mater. Sci. Eng., A*, 528 (18), 5804-5811, 2011.
29. Kotan H., Consolidation of Thermally Stabilized Fe Based Ferritic Steels Via Hot Pressing And Hot Extrusion (Ecae), *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 31 (1) 171-179, 2016.