



Eş Kanallı Açısal Presleme (EKAP) ile Deforme Edilen ETP Bakırın Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi

Investigation of Microstructure and Mechanical Properties of ETP Copper Deformed by Equal Channel Angular Pressing (ECAP)

Ebubekir Atan ^{1*}

¹ İzmir Katip Çelebi Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, İzmir, TÜRKİYE
Sorumlu Yazar / Corresponding Author *: ebubekir.atan@ikcu.edu.tr

Geliş Tarihi / Received: 03.02.2022

Kabul Tarihi / Accepted: 25.02.2022

Araştırma Makalesi/Research Article
DOI:10.21205/deufmd.2022247217
Atıf şekli/How to cite: ATAN, E.(2022). Eş Kanallı Açısal Presleme (EKAP) ile Deforme Edilen ETP Bakırın Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. DEÜ FMD 24(72), 875-885.

Öz

Aşırı plastik deformasyon (APD), malzemelere yüksek basınç altında plastik deformasyon uygulanması, malzemelerin mekanik ve yapısal özelliklerini iyileştirmek için kullanılan yöntemlerdendir. Bu yöntemlerden biri olan Eş Kanallı Açısal Presleme (EKAP), aynı çaplara sahip açısal kesişen iki kanaldan geçen numuneye yüksek basınç uygulayarak mikroyapısal olarak mikron altı veya nano boyutlu tanelere sahip malzemeler üretmek için kullanılan bir tekniktir. Son yıllarda EKAP yöntemini kullanarak nano taneli metalik malzemelerin üretimine yönelik çalışmalar artmıştır. Bu çalışmanın amacı, yüksek basınç altında malzemenin mikroyapı ve mekanik özelliklerinin kademeli olarak değişimini incelemek ve EKAP'ın bu özelliklerin iyileşmesine etkisini belirlemektir. Bu süreç doğrudan malzemenin iç yapısı ve dokusuyla ilgilidir. Uygulanan yöntem ile daha mukavim bir malzeme yapısının elde edilmesi hedeflenmektedir. Çalışmada elektrik uygulamalarında yaygın kullanılan bakır türlerinden ETP (Elektrolitik Tough Pitch) bakır malzeme seçilmiştir. Herhangi bir ısıtma işlemine tabi tutulmamış 12 mm çapında ve 35 mm uzunluğunda ETP bakır numuneleri, 120 ton kapasiteli hidrolik pres, 120° kanal açısına sahip ($\Phi=120^\circ$, $\psi=20^\circ$) hassas şekilde işlenmiş kalıp ve EKAP işlem tekrarlarında BC rotası kullanılarak, 2 mm/s'lik presleme hızında ve 200°C kalıp sıcaklığında çalışma gerçekleştirilmiştir. EKAP uygulanan numunelerin kristal yapı, mikroyapı ve mekanik özelliklerdeki değişiklikler incelenmiştir. Elde edilen verilere göre, 4 paso EKAP uygulamasının mikroyapıda tanelerin incelenmesi ve mekanik özelliklerde iyileşmenin gerçekleştiği gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: EKAP, ETP Bakır, Aşırı Plastik Deformasyon Mikroyapı, Mekanik Özellikler

Abstract

Severe plastic deformation (SPD), the plastic deformation of materials under high pressure, is used to improve the mechanical and structural properties of materials. Equal Channel Angular Pressing (ECAP) is one of these methods used to produce materials microstructure with submicron or nano-sized grains by applying high pressure to the sample passing through two angular intersecting channels with the same diameters. In recent years, studies on the production of nano-grained metallic materials have increased. The aim of this study is to examine the gradual change of the microstructure

and mechanical properties of the material under high pressure and to determine the effect of ECAP on the improvement of these properties. This process is directly related to the internal structure and texture of the material. With the applied method, it is aimed to obtain a more durable material structure. Electrolytic Tough Pitch (ETP) copper material, which is one of the copper types commonly used in electrical applications, was chosen in the study. 12 mm diameter and 35 mm long ETP copper samples, which were not subjected to any heat treatment, processed on 2 mm/s pressing speed, 200°C mold temperature and Bc ECAP route using a 120 ton capacity hydraulic press, a precision machined mold which has 120° ($\Phi=120^\circ$, $\psi=20^\circ$) channel angle. The changes in the crystal structure, microstructure and mechanical properties of the ECAP applied samples were investigated. According to the data obtained, it was observed that the 4 passes of ECAP application resulted in having finer grains in microstructure and improvement in mechanical properties.

Keywords: ECAP, Severe Plastic Deformation, ETP Copper, Microstructure, Mechanical Properties

1. Giriş

Teknolojinin gelişmesiyle birlikte, malzeme mühendisliğinde nano malzemeler üzerine yapılan çalışmalar popüler hale gelmiştir. Malzemelerin içyapıları ve mekanik özellikleri arasında dikkate değer bir ilişki vardır. Bu ilişki, mikroyapıyı oluşturan tanelerin küçülmesi ile malzemelerin mekanik dayanımındaki artışı ifade eden Hall-Petch denklemi ile de açıklanabilir. Metalik malzemelerin mekanik özellikleri Aşırı Plastik Deformasyon (APD) tekniği kullanılarak geliştirilebilir. Metal ve alaşımların dayanımlarının arttırmak için yaygın olarak tercih edilen haddeleme, çekme, ekstrüzyon gibi APD teknikleri uzun yıllardır endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadır. EKAP, aynı çaplara sahip açısız kesişen iki kanaldan geçen malzemeye basınç uygulayarak malzeme içyapısında nano boyutlu taneler elde etme tekniğidir. Bu işlem sırasında, numune EKAP kanalından geçerken açısız bölgede tane incelmeye maruz kalır. Numunenin enine kesit boyutları değişmez ve kanaldan çıkan numunenin her bir geçişi 1 paso olarak tanımlanır. Daha sonra işlem aynı numune ile daha ince taneli bir mikro ve/veya nano yapıya taneçikler elde etmek için tekrarlanır. İşlem sonucunda, homojen olarak yeniden kristallen ve tane yapısı küçülen malzeme yüksek mekanik özellikler kazanır [1]. Bakır, kolayca soğuk şekillendirmeye tabii tutulabilen sünek bir metaldir. Bakır, yüksek elektrik iletkenliğinden dolayı elektriksel uygulamaların olduğu bütün alanlarda yaygın kullanım alanına sahiptir [2].

Son yıllarda, literatürde farklı metal malzemelerin EKAP uygulamalarına yönelik çalışmalara sıkça rastlanmaktadır. Bu

çalışmaların özellikle alüminyum alaşımlarında yoğunlaştığı görülmektedir [3,9-12]. Bu çalışmanın konusu olan bakır ve bakır (Cu) içeren alaşımların EKAP uygulamalarına ait güncel araştırmalar aşağıda sunulmuştur.

Morozova vd. [4] 800°C'de dövme, 450°C'de haddeleme uygulanmış Cu-0.25Mg alaşımını 90° kanal açısını Bc rotasını kullanarak oda sıcaklığında 8 paso EKAP işlemine tabi tutulmuş ve belirtilen deformasyon tekniklerinin kombine etkilerini incelemiştir. Ögüt vd. [5] optimizasyon ile belirlenen EKAP, genişlemeli eşit kanal açısız presleme ve hibrit eş kanal açısız preslemenin saf bakıra etkilerini incelemiştir. Uygulama neticesinde 4 paso ve 1 paso genişlemeli eşit kanal açısız presleme de mikrosertliğinin yaklaşık 70% oranında, maksimum dayanım değerlerinde de artış olduğunu belirtmişlerdir.

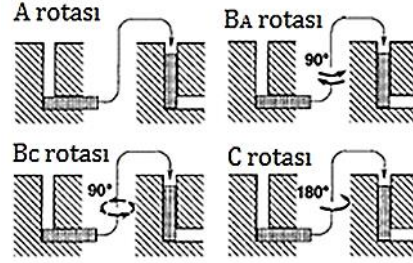
Alawadhi vd. [6] 600 °C sıcaklıkta bir vakum tüplü fırında 1 saat süreyle tavllanmış, ticari saflığı >%99.95 olan oksijensiz (OF) 65 mm uzunluğa ve 10 mm çapa sahip bakır numuneler ve 110°'lik kanal açısı kullanarak 24 pasoya kadar EKAP işlemini gerçekleştirmişlerdir. Çalışmada, tavllanmış durumda yaklaşık 41 HV olan mikrosertlik değeri, 2 pasodan sonra aniden yaklaşık 105 HV'e yükselmiş ve sonrasında sonrasında artış 16 pasoda kadar kademeli olarak 120 HV'ye kadar devam etmiştir. Ancak, 24 pasodan sonra tanelerin yeniden toparlanması ile numunenin mikrosertliğinin yaklaşık 112 HV'ye düştüğü görülmüştür. Akma mukavemeti de 2 pasoda yaklaşık 90 MPa'dan 371 MPa'a, 16 pasoda ise 410 MPa'a artış göstermiş ve 16 pasodan sonra kısmen azalarak 24 pasoda 410 MPa'a düşmüştür. Alateyah vd. [7] 200°C'de EKAP uygulanmış saf bakırın mikroyapısal değişimi, kristal dokusu ve sertlik

homojenliğini deneysel ve nümerik olarak çalışmış, 4 paso sonunda ortalama tane boyutunun $5.14\mu\text{m}$ 'den $2.5\mu\text{m}$ 'ye küçüldüğünü ve mikrosertlik değerinin ise 55 HV'den 128 HV'ye çıktığını tespit etmiştir. Akbarzadeh vd. [8] birleştirilmiş ekstrüzyon ve eş kanallı açısız preslemenin saf bakırın mikroyapısı ve mekanik özelliklerine etkisini araştırmış ve çalışmada 6 pasoda diğer EKAP çalışmalarında olduğu gibi tane boyutunun yaklaşık 20 kat küçüldüğünü ve mikrosertliğinin de 2 kat kadar bir artış gösterdiğini belirtmiştir.

Suresh vd. [9], 250°C 'de 4 paso geçişle gerçekleştirilen eş kanallı açısız preslemenin (EKAP) Al-Cu-Li alaşımının (AA2195) mikroyapı ve mekanik özelliklerin gelişimi üzerindeki etkisini incelemiş ve sonuç olarak tane boyutunun önemli ölçüde incelendiği ($2.8 \pm 0.7\mu\text{m}$), süneklikte kısmi bir azalma ile sertlik ve mukavemet özelliklerinde önemli bir artış olduğunu belirtmiştir. Wang vd. [10], oda sıcaklığında EKAP ile işlenen yüksek mukavemetli Al-Zn-Mg-Cu alaşımlarında, EKAP'ın mukavemet ve sertlik artışı için uygulanan yaşlandırma süresini önemli ölçüde kısalttığını, sertlik ve çekme mukavemeti gibi mekanik özellikleri de geliştirdiğini ifade etmiştir. Genel olarak, EKAP çalışmalarının sonuçlarına bakıldığında mikroyapıda ince taneli ve iyileştirilmiş mekanik özelliklere sahip malzemeler elde edildiği görülmektedir. Rezaei vd. [11], EKAP konsolidasyon sıcaklığının Al-Cu-Ti metalik cam takviyeli alüminyum matris kompozitin mikroyapısı ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisini; Shaeri vd. [12], EKAP sıcaklığının Al-Zn-Mg-Cu alaşımının mikroyapısı ve mekanik özelliklerine etkisini; Abib [13], EKAP'ın Cu-Cr-Zr alaşımının mikroyapısı üzerine etkisini; Zhu [14], EKAP'ın Cu-Mg alaşımlarının mekanik özellikleri ve elektriksel iletkenliği üzerindeki etkisini; Blum vd. [15], EKAP ile tane inceltmenin saf bakırın sürünme davranışı üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Bu çalışmalarda, EKAP işleminin malzemelerin mikroyapısında tane inceltmesine, sertlik, çekme dayanımı ve sürünme direncinde artışa neden olduğu, elektriksel iletkenlikte ise bir değişime yol açmadığı gözlemlenmiştir [12-20].

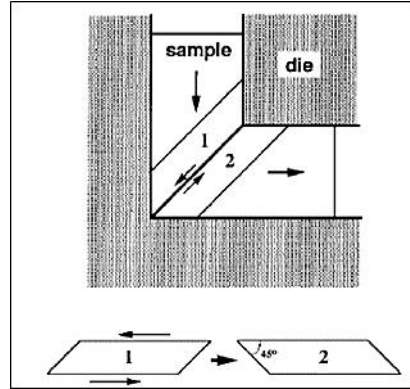
Aşırı plastik deformasyon yöntemlerinden EKAP prosesinde önemli olan parametreler aşağıda kısaca özetlenmiştir. EKAP uygulamalarında numunenin her geçiş işlemi sonrası tekrar kalıba

yerleştirilme durumuna göre literatürde yer alan farklı rota ve bunların kombinasyonu Şekil 1'de gösterilmiştir [21].

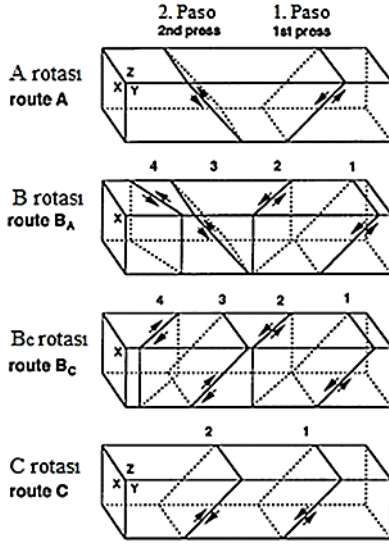


Şekil 1. Tekrarlayan EKAP uygulamaları için kullanılabilen işleme rotaları [21]

Furukawa vd. EKAP işleminin Şekil 1'de verilen örnek rotasyon etkileri deneysel olarak araştırılmış ve geometrik olarak malzemeye uygulanan kayma gerinimi (Şekil 2) ve her geçişten önce söz konusu numunenin eksenine etrafında dönmesiyle belirlenen EKAP işleme rotalarına bağlı kayma düzlemleri gösterilmiştir (Şekil 3) [19].



Şekil 2. EKAP işleminde numunede gerçekleşen kaymaların şematik gösterimi [21]



Şekil 3. EKAP işleme rotalarına bağlı kayma düzlemleri [21]

EKAP işleminde önemli olan sistem ve uygulama parametreleri şu şekilde sıralanabilir; kontrol edilebilir presleme ünitesi, EKAP işlemi için uygun boyutta malzeme örneği, EKAP kalıp malzemesi ve tasarımı, kalıp kanallarının kesişme açıları, uygulama hızı, kanalların yüzey kalitesi, numuneye ve kalıp kanallarına uygulanan yağlayıcı malzeme, kalıp sıcaklığı ve EKAP rotası [22-27].

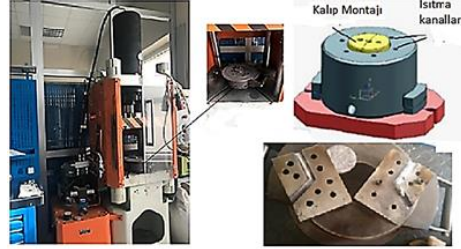
Yapılan araştırmalarda, EKAP işlem parametrelerinin ETP tipi bakırın mikroyapısı ve mekanik özelliklerine etkisi üzerine yönelik herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu çalışmanın amacı, literatürde yeterli düzeyde çalışılmamış olan ETP tipi bakırın mikroyapı ve mekanik özellikleri üzerine EKAP prosesinin etkisini araştırmaktır.

2. Materyal ve Metot

Çalışmada kullanılan, 180-300 ppm oksijen içeriğine, 220-260 MPa kopma dayanımına ve % 40 kopma uzamasına sahip ETP bakır malzemeler Erbakır (Denizli, Türkiye) firmasından temin edilmiştir. EKAP işlemleri için Daha önce herhangi bir ısıl işleme tabi tutulmamış 12 mm çapında ve 35 mm uzunluğunda numuneler hazırlanmıştır.

EKAP işleminde 120 ton kapasiteli hidrolik pres ve Ø12 mm çapta, 120° kanallı kalıp içeren EKAP düzeneği (Şekil 4) kullanılmıştır. EKAP kalıbı,

AISI H13 DIN 1.2344 iki çelik bloktan işlenmiş ve kalıba 62 HRC nominal sertliğe ulaşmak için ısıl işlem uygulanmıştır. Kesişen iki kanal arasında dış ve iç yuvarlatma yarıçapları sırasıyla R dış yarıçapı 4 mm ve r iç yarıçapı 2 mm'dir. Kalıplar ısıtma kartuşları yerleştirilebilecek şekilde tasarlanmış ısıtma ve koruma amaçlı olarak kullanılan bir çelik blok içerisine oturtulmuştur.



Şekil 4. Hidrolik pres ve EKAP düzeneği

Belirtilen düzene kullanılarak 12 mm çap ve 35 mm uzunluğunda kesilmiş ETP bakır çubuklar grafen içerikli yağ ile yağlanmış kalıp içerisine yerleştirilerek 200°C ye kadar ısıtma işlemine tabi tutulmuş ve preslenmiştir [27]. Çalışma, C Rotası kullanılarak 80 tonluk basınç ve 2 mm/s'lik presleme hızında 6 pasoya kadar tekrarlanmıştır. Ayrıca paso sayısının etkisinin de gözlemlenmesi için 2 ve 4 pasoluk ara numuneler de elde edilmiştir.

Paso sayısı	EKAP uygulanmamış	2 Paso EKAP uygulanmış	4 Paso EKAP uygulanmış	6 Paso EKAP uygulanmış
Kesit yüzeyi				
Kalıba alınmamış Numuneler				
EKAP eksenine dik kesit yüzeyi				
EKAP eksenine paralel kesit yüzeyi				

Şekil 5. EKAP uygulanmamış ve EKAP işleme tabi tutulmuş numune örnekleri

EKAP uygulanmamış ve EKAP işleme tabi tutulmuş numune örnekleri Şekil 5'te gösterilmiştir. Bu numuneler mikroyapısal ve mikrosertlik incelemeleri için, metalografik numune hazırlama yöntemleri kullanılarak hassas kesme işlemi ile kesilerek yüzey zımparalama, parlatma ve kimyasal dağlama süreçlerine maruz bırakılmıştır. Elmas kesme diski ile enine ve boyuna kesilen numunelerin yüzeyleri sırasıyla 180, 320, 600, 1200 gritlik silisyum karbür zımpara kağıtları ile

zımparalanmış, sırasıyla 9, 3, 1 mikronluk elmas parlatma solüsyonu ile numune yüzeyleri parlatılmıştır. Sonrasında alkolle temizlenen yüzeyler 50ml saf su + 50ml nitrik asit dağlama solüsyonu ile 90sn süre ile kimyasal dağlama işlemi ile dağlanmıştır. Daha sonra temizleme ve kurutma işlemiyle optik mikroskopi incelemesi için hazır hale getirilmiştir.

Numunelerin kristal düzlemlerinin yönlenmesinin ve kristal boyutunun tespiti için X-ışını kırınımı (XRD) analizi, XRD (Bruker D2 Phaser) cihazı ile $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.5406$ angstrom) radyasyonu ile 40 kV'da $30-85^\circ$ 2θ aralığında gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, XRD analizinden elde edilen veriler kullanılarak numunelerin kristal boyutları Debye-Scherrer denklemi (Denklem 1) kullanılarak hesaplanmıştır.

Debye-Scherrer denklemi;

$$t = K\lambda / (B \cdot \cos\theta) \quad (1)$$

Burada, t kristallerin ortalama boyutu, K 0.87-1.0 aralığında Scherrer sabiti, B maksimum şiddetli pikin yarı pik genişliği (radyan), λ X-ışınının dalga boyu, θ maksimum şiddetli pikin X-ışını kırınım açısıdır.

EKAP paso sayılarına bağlı, mikroyapısal değişimlerin gözlemlenmesi ve mikroyapı karakterizasyonu için dağlanmış ve kalıba alınmış numunelerin 500x büyütme oranında optik mikroskop (Nikon-Eclipse LV150N) görüntüleri alınmıştır.

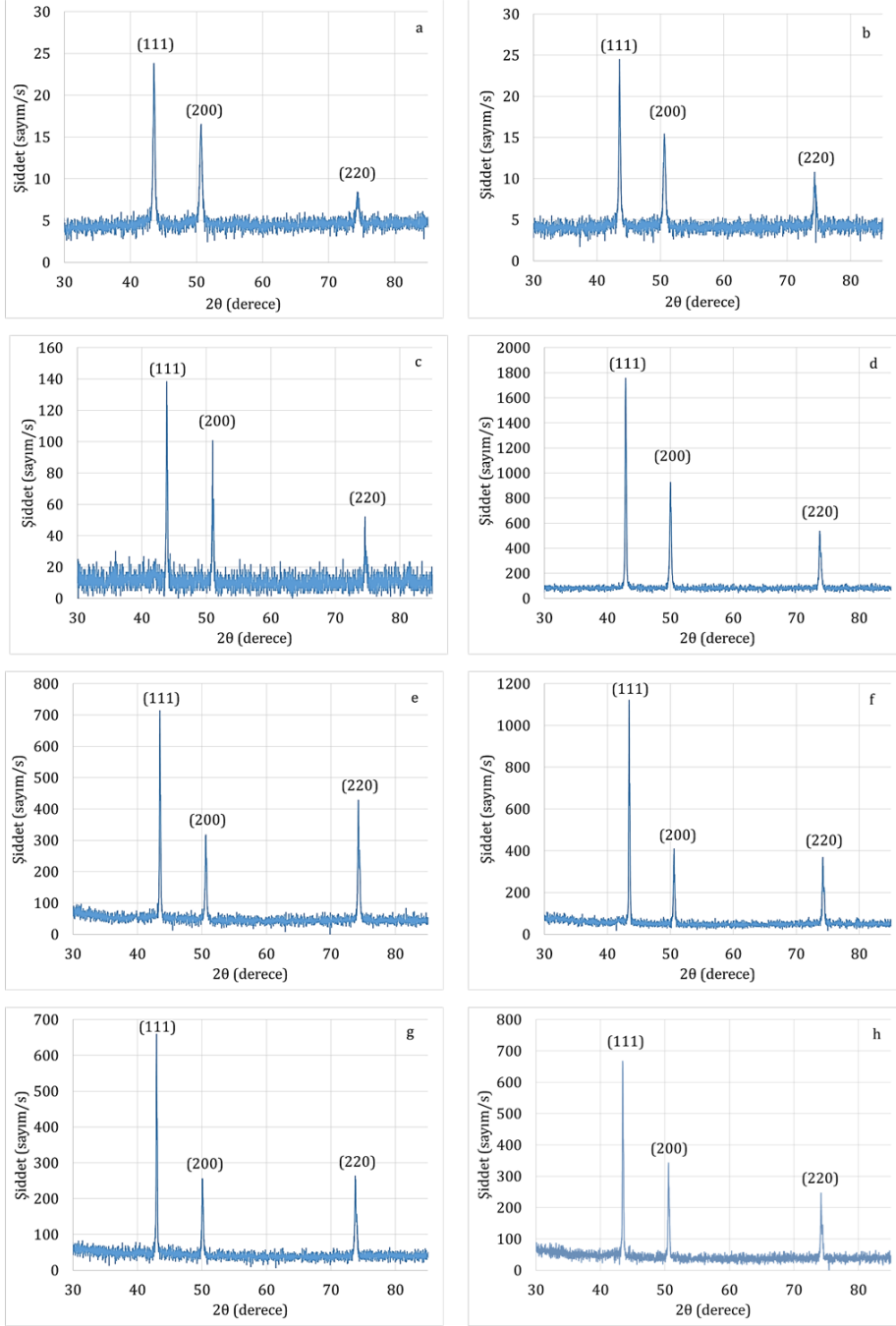
EKAP'ın ETP bakır numunelerin sertlik değerlerine etkisini belirlemek amacıyla 5 farklı yükte (50, 100, 150, 200 ve 250 mN) nanoindentasyon ve 50gr (0.49N) yükte mikrosertlik ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca nanoindentasyon test sonuçları da yük (N) - derinlik (nm) verileri kullanılarak analiz edilmiştir.

3. Araştırma Sonuçları ve Tartışma

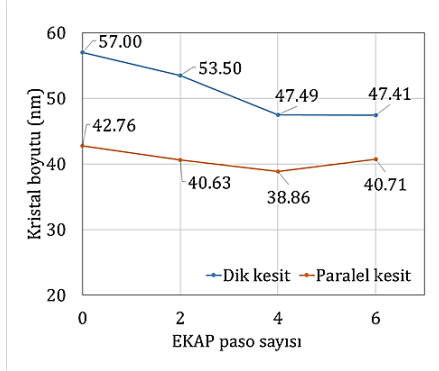
3.1. Numunelerin X ışını kırınımı (XRD) analizi

EKAP uygulanmamış ve 2, 4, 6 paso EKAP uygulanmış ETP bakır (Cu) numunelerin geçiş eksenlerine dik ve paralel kesitlerinden alınmış XRD analiz sonuçları Şekil 6'da verilmektedir. Bu sonuçlardan, EKAP işleminin deforme olan malzemelerin kristal kafes yapısında önemli miktarda distorsiyona neden olduğu ve her geçişten sonra mikroyapıdaki tanelerin düzlemsel yönlenmesinin şiddetinin değiştiği ve kristal boyut değişikliklerinin ortaya çıktığı görülmüştür. Bu durum tekrarlı gerilmelerle ve deformasyonla tanelerin bölünüp küçülmesi ile yeni kristal düzlemleri oluşmaktadır. Kristal düzlemlerindeki pik şiddetlerinin değişmesi bununla açıklanabilir.

XRD analizinden elde edilen veriler kullanılarak Debye-Scherrer denklemi ile hesaplanan kristal boyutları Şekil 7'de verilmiştir. EKAP uygulaması ile ETP bakırın EKAP geçiş eksenine dik kesitte 4 pasoda (111) ve (200) düzlemlerine sahip tanelerin yoğunluğunda önemli miktarda arttığı gözlemlenmiş, 4 pasodan sonra dikkate değer bir değişim olmamıştır. Aynı zamanda XRD grafiklerindeki verilerin Debye-Scherrer denkleminde kullanılması ile hesaplanan kristal boyutlarında da 4. pasoda belirgin bir küçülme olduğu ve küçülmenin 6. pasoda kısmen devam ettiği görülmüştür. Bu durum EKAP işleminde her paso sonrası deformasyonla tanelerin kırılarak inceltmesi olarak açıklanabilir. Ayrıca yine 4. pasoda (200) düzlemindeki tanelerin miktarının azalarak (220) düzlemine geçişin olduğu da görülmektedir. EKAP geçiş eksenine paralel kesitte ise EKAP işlem sayısı artışıyla (111) ve (200) düzlemlerine sahip tanelerin yoğunluğunun azaldığı gözlemlenmiştir. Aynı zamanda XRD grafiklerinde verilerin Debye-Scherrer denklemi ile hesaplanan kristal boyutlarında 4. pasoda belirgin bir küçülme ve 6. pasoda kısmen büyüme görülmüştür.



Şekil 6. ETP bakır (Cu) numunenin EKAP uygulanmamış ve 2, 4 ve 6 paso EKAP uygulanmış numunelerin geçiş eksenlerine dik ve paralel kesitlerinden alınmış XRD analizleri (a-EKAP uygulanmamış dik kesit, b- EKAP uygulanmamış paralel kesit, c-2 paso dik kesit, d-2 paso paralel kesit, e-4 paso dik kesit, f-4 paso paralel kesit ve g-6 paso dik kesit, h-6 paso paralel kesit)



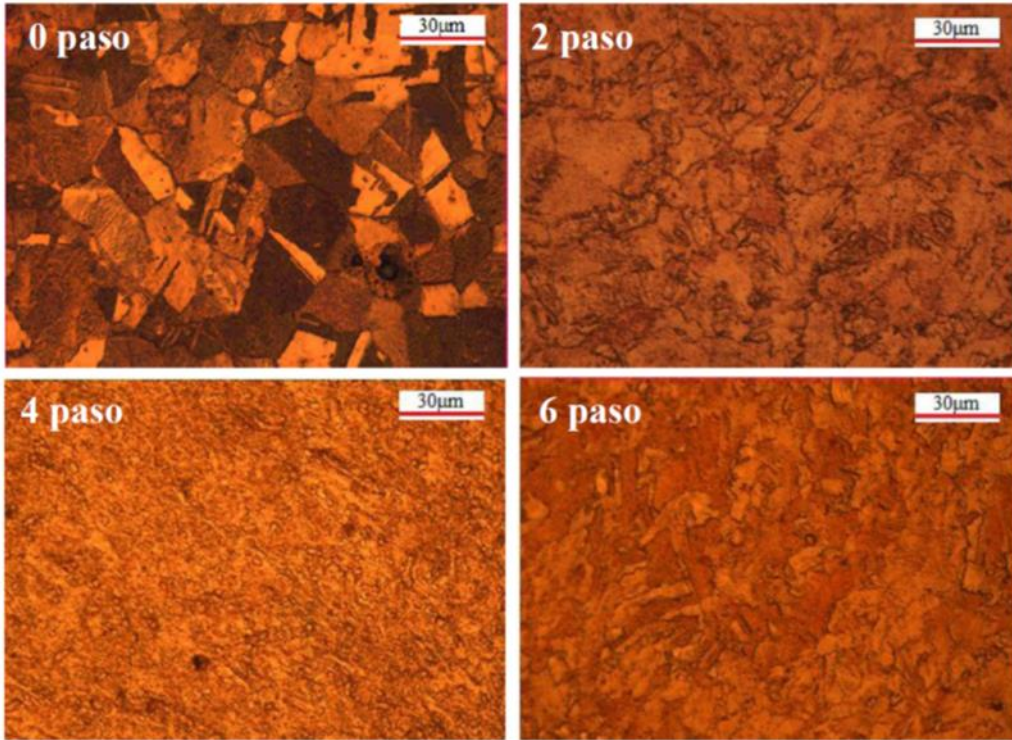
Şekil 7. EKAP uygulanmamış (0), 2, 4 ve 6 paso EKAP uygulanmış ETP bakır (Cu) numunenin kristal boyutları

3.2. Optik mikroskopi sonuçları

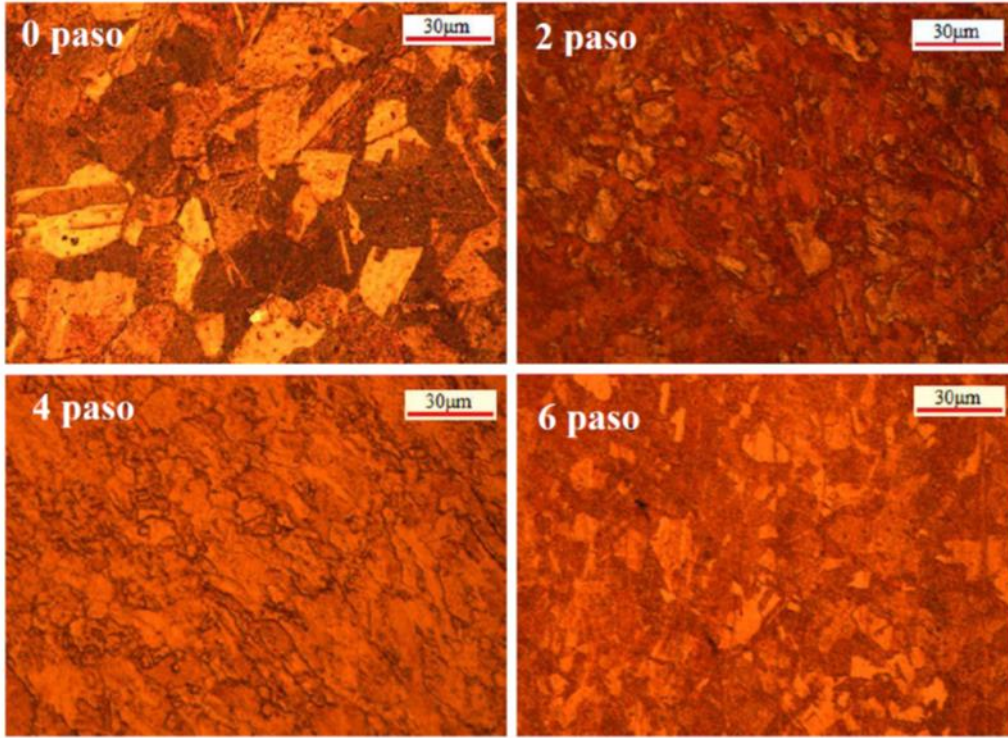
EKAP uygulanmamış ve 2, 4, 6 paso EKAP uygulanmış ETP bakır (Cu) numunelerin geçiş

eksenlerine paralel ve dik kesitlerinden optik mikroskop ile alınmış mikroyapı görüntüleri sırasıyla Şekil 8 ve 9'da verilmektedir. EKAP uygulanmamış numunede tanelerin ortalama $30\mu\text{m}$ boyutlarında olduğu ve ayrıca ikizlenme bantlarının bulunduğu görülmektedir. EKAP uygulaması neticesinde ise, köşe gerilme etkisi ile numunelerin mikroyapıdaki tanelerde yönelme değişikliklerinin meydana geldiği ve aynı zamanda da tane boyutunun incelendiği görülmektedir.

Optik mikroskop incelemelerinden tane boyutları EKAP uygulanmamış hem dik ve hem de yan numune kesitlerinde $30\mu\text{m}$ 'ler civarında iken 2 pasoda $15\mu\text{m}$ 'nin altına, 4 pasoda ise önemli düzeyde kırılarak $8\mu\text{m}$ 'ler seviyesine düştüğü görülmektedir. 6. pasoda ise tanelerin bir miktar büyüdüğü görülmektedir.



Şekil 8. EKAP uygulanmamış (0 paso), 2, 4 ve 6 paso EKAP uygulanmış ETP bakır (Cu) numunelerin EKAP geçiş eksenine paralel kesit yüzeylerinin optik mikroskop görüntüleri (500 X)

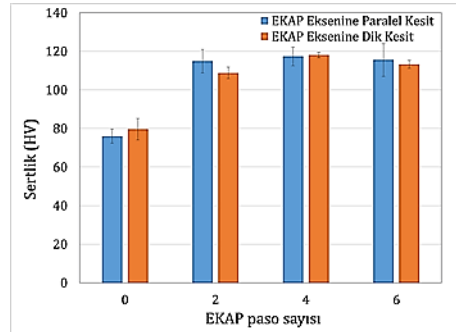


Şekil 9. EKAP uygulanmamış (0 paso), 2, 4 ve 6 paso EKAP uygulanmış ETP bakır (Cu) numunelerinin EKAP geçiş eksenine dik kesit yüzeylerinin optik mikroskop görüntüleri (500 X)

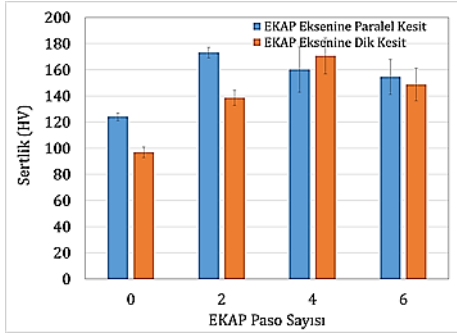
3.3. EKAP'ın malzemenin sertliğine etkisi

Numunelere vickers mikrosertlik ve nanoindentasyon testleri uygulanarak EKAP işleminin ETP bakırın mekanik özelliklerine etkisi incelenmiştir. Mikrosertlik test sonuçlarına göre, EKAP sonrası 4. pasoya kadar sertlik değerlerinin artarak EKAP eksenine paralel kesitte yaklaşık 75 HV'den 117 HV'a, dik kesitte ise yaklaşık 80 HV'den 118 HV'a çıkarak %40-50 oranlarında arttığı, 6. paso sonrasında da kısmi bir azalmanın olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 10, 11). Bu durum 4. pasoya kadar tane boyutlarının deformasyonla küçülerek ince taneli yapı yoğunluğunun artması ve 6. pasoda deformasyon sonucu tanelerin yeniden birleşerek büyümesi ile açıklanabilir. Mikroyapı görüntüleri de bu yorumu desteklemektedir (Şekil 8, 9). Nanoindentasyon testlerinde de sertlik değerlerinin mikrosertlik değerlerine göre bir miktar yüksek olduğu, ancak artış ve azalışların benzerlik gösterdiği görülmektedir. Bu artış, yüzey boyut etkisinin yanı sıra indentasyon yükünün daha küçük alanda uygulanmasından dolayı yükün uygulandığı

bölgede tane sınırı gibi malzeme kusurlarının nano ölçekli alanda az olmasından kaynaklanabilir.



Şekil 10. ETP-Cu numunelerinin EKAP eksenine paralel ve dik kesitte mikrosertlik değerleri



Şekil 11. ETP-Cu numunelerinin EKAP eksenine paralel ve dik kesitte nanosertlik değerleri

3.4. EKAP'ın malzemenin mukavemetine etkisi

EKAP uygulanan numune boyutlarının çekme testlerine elverişli olmaması sebebi ile farklı bakır alaşımları için yapılan çekme mukavemeti ve sertlik değerleri arasındaki ilişkiyi açıklayan bir çalışma [28] kullanılmıştır. Bu çalışmada malzemelerin sertlik ve mukavemet ilişkileri arasında genel olarak doğrusal bir korelasyon olduğu gözlemlenmiştir [28]. Çalışmada elde edilen 50-425 VHN aralığında sertlik değerlerinde geçerli çekme mukavemeti (Denklem 2) ve akma

mukavemeti (Denklem 3) eşitlikleri bu çalışma için referans alınmıştır.

$$UTS = 3.353 * VHN \quad (2)$$

$$YS = 2.874 * VHN \quad (3)$$

Burada, YS akma mukavemetini (MPa), UTS çekme mukavemetini (MPa) ve VHN, vickers sertlik değerini ifade etmektedir. Bu yaklaşım yöntemi ile mikrosertlik değerlerinden belirlenen akma ve çekme mukavemetleri Tablo 1'de sunulmuştur.

Elde edilen bu verilerden, sertlik ile doğru orantılı olarak mukavemet değerlerinin 4 pasoya kadar önemli derece arttığı görülmektedir. Numunelerin akma mukavemeti değerlerinin EKAP eksenine paralel kesitte yaklaşık 218 MPa'dan 337 MPa'a, dik kesitte ise yaklaşık 227 MPa'dan 339 MPa'a arttığı hesaplanmıştır. Çekme dayanımı değerleri de 4 paso sonunda dik kesitte 395 MPa, paralel kesitte ise 393 MPa olarak hesaplanmıştır. Bu sonuçlar EKAP uygulanmamış orjinal malzemenin EKAP sonrası mukavemet artışının önemli oranda arttığını göstermektedir.

Tablo 1. EKAP paso sayılarının numunenin akma ve çekme dayanımlarına etkisi.

EKAP Paso Sayısı	EKAP Eksenine Paralel Kesitte Mikrosertlik ve Mukavemet Değerleri			EKAP Eksenine Dik Kesitte Mikrosertlik ve Mukavemet Değerleri		
	Sertlik (HV)	YS (MPa)	UTS (MPa)	Sertlik (HV)	YS (MPa)	UTS (MPa)
0	76,02±3,65	218,47±10,49	254,88±12,23	79,63±8,43	227,48±15,98	265,39±18,64
2	114,86±6,06	330,10±1,41	385,12±20,30	108,80±3,03	312,69±8,72	364,81±10,17
4	117,33±4,85	337,22±13,95	393,42±16,27	118,00±1,41	339,13±4,06	395,65±4,74
6	114,50±3,64	329,95±10,46	383,92±12,20	113,33±2,08	325,72±5,98	380,01±6,98

4. Sonuç

Mukavemet ve süneklik, metalik malzemeler için birbirine zıt görünen temel mekanik özelliklerdir. Metalik malzemeler, mukavim veya sünek olmalarına göre değerlendirilmektedir, fakat nadiren aynı anda her iki özellikte görülebilmektedir. Bir çok araştırma, bu çalışmanın sonuçlarında da olduğu gibi, EKAP uygulaması ile genel olarak, mikroyapıda ince

taneli ve iyileştirilmiş mekanik özelliklere sahip malzemeler elde edildiğini göstermektedir [1, 3-15]. Ayrıca malzemenin tane boyutunu nano boyutlara düşürerek, yüksek mukavemet ve sünekliğin istisnai bir kombinasyonunun aynı anda elde edilebileceğini göstermiştir [1,3].

Alateyah vd. [7], çalışmasında saf bakır EKAP prosesinde parametreler olarak 200°C uygulama sıcaklığı, 120° EKAP açısı ve Bc rotasını

kullanmıştır. Buna göre, 4 paso sonunda elde ettiği sonuçlar da ortalama tane boyutunun 5.14µm'den 2.5µm'ye küçüldüğünü ve mikro sertlik değerinin ise 55 HV'den 128 HV'ye yükseldiğini gözlemlemiştir. Alateyah vd. [7]'nin, elde ettiği bu sonuçlar ile mevcut bu çalışmada ETP bakırın 4 paso sonunda elde edilen sonuçlarıyla benzerlik gösterdiği görülmüştür. Bir başka çalışmada da Alawadhi vd. [6] oksijensiz bakır numuneler üzerine 24 pasoya kadar gerçekleştirilen 110°'lik kanal açılı EKAP uygulamasında mikrosertlik değerinin, 2 pasoda yaklaşık 2.5 katına çıktığını, artışın 16 pasoya kadar kademeli olarak devam ettiğini bulmuşlardır. Ancak, 16 pasodan sonra tanelerin gerçekleştirdiğimiz bu çalışmada 6 pasoda gözlemlendiği gibi yeniden kristalleşme ve tanelerin toparlanması ile numunenin sertlik değerinin düştüğü görülmüştür. Malzemenin sertlik değerlerindeki bu değişimler akma ve çekme mukavemetlerine de benzer şekilde yansımıştır.

Bu çalışmada ETP bakır numunelerin 200°C ye ısıtılan 120° EKAP kanal açısı kullanılan kalıptan 2, 4 ve 6 pasoya kadar gerçekleştirilen uygulamaya yer verilmiştir. Mekanik ve mikroyapısal özelliklerinin 4 pasoya kadar iyileştiği ve 6. paso sonrası kısmi bir geri dönüş olduğu görülmüştür.

İleriki çalışmalarda aşırı plastik deformasyonun etkisini arttıracak EKAP açısının düşürülmesi, kalıbın daha uzun numuneleri test edebilecek şekilde tasarlanması ve mekanik çekme testlerinin de yapılmasına imkân sağlayacak numuneler elde edilmesi önerilebilir.

Kaynakça

- [1] Valiev, R. Z., & Langdon, T. G. 2006. Principles Of Equal-Channel Angular Pressing as A Processing Tool for Grain Refinement, *Progress in materials science*, 51(7), 881-981. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2006.02.003
- [2] Yazan, H. A. , Akar, A. & Özmerih, L. 1974. Bakır ve İlgili Ürünlerin Kullanım Alanları, *Bilimsel Madencilik Dergisi* , 13 (2) , 43-47.
- [3] Radhi, H. N., Aljassani, A. M., & Mohammed, M. T. 2020. Effect of ECAP on Microstructure, Mechanical and Tribological Properties of Aluminum and Brass Alloys: A Review, *Materials Today: Proceedings*, 26, 2302-2307. DOI: 10.1016/j.matpr.2020.02.497
- [4] Morozova, A., Pilipenko, A., Tkachev, M., Lugovskaya, A., Belyakov, A., & Kaibyshev, R. 2021. Effect of deformation techniques on the microstructure and mechanical properties of a copper alloy. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* (Vol. 1014, No. 1, p. 012030). IOP Publishing. DOI: 10.1088/1757-899X/1014/1/012030
- [5] Ögüt, S., Kaya, H., Kentli, A., & Uçar, M. 2021. Applying hybrid equal channel angular pressing (HECAP) to pure copper using optimized Exp.-ECAP die. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 116(11), 3859-3876. DOI: 10.1007/s00170-021-07717-9
- [6] Alawadhi, M. Y., Sabbaghianrad, S., Huang, Y., & Langdon, T. G. 2021. Evaluating the paradox of strength and ductility in ultrafine-grained oxygen-free copper processed by ECAP at room temperature. *Materials Science and Engineering: A*, 802, 140546. DOI: 10.1016/j.msea.2020.140546
- [7] Alateyah, A. I., Ahmed, M. M., Zedan, Y., El-Hafez, H. A., Alawad, M. O., & El-Garaihy, W. H. 2021. Experimental and numerical investigation of the ECAP processed copper: Microstructural evolution, crystallographic texture and hardness homogeneity. *Metals*, 11(4), 607. DOI: 10.3390/met11040607
- [8] Akbarzadeh, B., Gorji, H., Bakhshi-Jooybari, M., Jamaati, R., & Mirnia, M. J. 2021. Investigation of mechanical and microstructural properties of pure copper processed by combined extrusion-equal channel angular pressing (C-Ex-ECAP). *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 113(7), 2175-2191. DOI:10.1007/s00170-021-06692-5
- [9] Suresh, M., Sharma, A., More, A. M., Kalsar, R., Bisht, A., Nayan, N., & Suwas, S. 2019. Effect of Equal Channel Angular Pressing (ECAP) on the Evolution of Texture, Microstructure and Mechanical Properties in the Al-Cu-Li alloy AA2195, *Journal of Alloys and Compounds*, 785, 972-983. DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.01.161
- [10] Wang, W., Pan, Q., Wang, X., Sun, Y., Long, L., & Huang, Z. 2018. Mechanical Properties and Microstructure Evolution of Ultra-High Strength Al-Zn-Mg-Cu Alloy Processed by Room Temperature ECAP with Post Aging, *Materials Science and Engineering: A*, 731, 195-208. DOI: 10.1016/j.msea.2018.06.047
- [11] Rezaei, M. R., Shabestari, S. G., & Razavi, S. H. 2017. Effect of ECAP Consolidation Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of Al-Cu-Ti Metallic Glass Reinforced Aluminum Matrix Composite, *Journal of Materials Science & Technology*, 33(9), 1031-1038. DOI: 10.1016/j.jmst.2016.10.013
- [12] Shaeri, M. H., Shaeri, M., Ebrahimi, M., Salehi, M. T., & Seyyedein, S. H. 2016. Effect of ECAP Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of Al-Zn-Mg-Cu Alloy, *Progress in Natural Science: Materials International*, 26(2), 182-191. DOI: 10.1016/j.pnsc.2016.03.003
- [13] Abib, K., Balanos, J. A. M., Alili, B., & Bradai, D. 2016. On the Microstructure and Texture of Cu-Cr-Zr Alloy After Severe Plastic Deformation by ECAP, *Materials Characterization*, 112, 252-258. DOI: 10.1016/j.matchar.2015.12.026
- [14] Zhu, C., Ma, A., Jiang, J., Li, X., Song, D., Yang, D., Yuan, Y., & Chen, J. 2014. Effect of ECAP Combined Cold Working on Mechanical Properties and Electrical Conductivity of Conform-Produced Cu-Mg Alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 582, 135-140. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.08.007

- [15] Blum, W., Dvořák, J., Kral, P., Eisenlohr, P., & Sklenička, V. 2014. Effect of Grain Refinement by ECAP on Creep of Pure Cu, *Materials Science and Engineering: A*, 590, 423-432. DOI: 10.1016/j.msea.2013.10.022
- [16] Khereddine, A. Y., Larbi, F. H., Kawasaki, M., Baudin, T., Bradai, D., & Langdon, T. G. 2013. An Examination of Microstructural Evolution in a Cu-Ni-Si Alloy Processed by Hpt and ECAP, *Materials Science and Engineering: A*, 576, 149-155. DOI: 10.1016/j.msea.2013.04.004
- [17] Ko, Y. G., Namgung, S., Lee, B. U., & Shin, D. H. 2010. Mechanical and Electrical Responses of Nanostructured Cu-3 Wt% Ag Alloy Fabricated by ECAP and Cold Rolling, *Journal of Alloys and Compounds*, 504, S448-S451 DOI: 10.1016/j.jallcom.2010.02.198
- [18] Gazizov, M., & Kaibyshev, R. 2013. The Precipitation Behavior of an Al-Cu-Mg-Ag Alloy Under ECAP, *Materials Science and Engineering: A*, 588, 65-75. DOI: 10.1016/j.msea.2013.09.021
- [19] Jayakumar, P. K., Balasubramanian, K., & Tagore, G. R. 2012. Recrystallisation and Bonding Behaviour of Ultra Fine Grained Copper and Cu-Cr-Zr Alloy Using ECAP, *Materials Science and Engineering: A*, 538, 7-13. DOI: 10.1016/j.msea.2011.12.069
- [20] Abd El Aal, M. I. 2011. Influence of the Pre-Homogenization Treatment on the Microstructure Evolution and the Mechanical Properties of Al-Cu Alloys Processed by ECAP, *Materials Science And Engineering: A*, 528(22-23), 6946-6957. DOI: 10.1016/j.msea.2011.05.072
- [21] Furukawa, M., Horita, Z., Nemoto, M., & Langdon, T. G. 2001. Processing of Metals by Equal-Channel Angular Pressing, *Journal of Materials Science*, 36(12), 2835-2843. DOI: 10.1023/A:1017932417043
- [22] Kamachi, M., Furukawa, M., Horita, Z., & Langdon, T. G. 2003. Equal-Channel Angular Pressing Using Plate Samples, *Materials Science And Engineering: A*, 361(1-2), 258-266. DOI: 10.1016/S0921-5093(03)00522-7
- [23] Agwa, M. A., Ali, M. N., & Al-Shorbagy, A. E. 2016. Optimum Processing Parameters for Equal Channel Angular Pressing, *Mechanics of Materials*, 100, 1-11. DOI: 10.1016/j.mechmat.2016.06.003
- [24] Gural, A., Tekeli, S., Aytac, A., & Karatas, C. 2011. Construction of an Equal Channel Angular Pressing Unit and Determination of Optimum Parameters for Al-Zn-Mg-Cu Alloy Chosen as a Modal Material, *Journal of Polytechnic-Politeknik Dergisi*, 14(4), 243-248. DOI: 10.2339/2011.14.4, 243-248
- [25] Frint, P., Wagner, M. X., Weber, S., Seipp, S., Frint, S., & Lampke, T. 2017. An Experimental Study on Optimum Lubrication for Large-Scale Severe Plastic Deformation of Aluminum-Based Alloys, *Journal of Materials Processing Technology*, 239, 222-229. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2016.08.032
- [26] Segal, V. M. 1999. Equal Channel Angular Extrusion: from Macromechanics to Structure Formation, *Materials Science and Engineering: A*, 271(1-2), 322-333. DOI: 10.1016/S0921-5093(99)00248-8
- [27] Yamashita, A., Yamaguchi, D., Horita, Z., & Langdon, T. G. 2000. Influence of Pressing Temperature on Microstructural Development in Equal-Channel Angular Pressing, *Materials Science and Engineering: A*, 287(1), 100-106. DOI: 10.1016/S0921-5093(00)00836-4
- [28] Krishna, S. C., Gangwar, N. K., Jha, A. K., & Pant, B. 2013. On the Prediction of Strength from Hardness for Copper Alloys, *Journal of Materials*, 2013, 1-6. DOI: 10.1155/2013/352578