



Investigation the Effect of Semi-Solid Temperatures and Holding Times at Isothermal Range On Microstructure of AZ31 Mg Alloy

Bahadır AKGÜN¹  Kadir KOCATEPE¹ 

¹Gazi University, Technology Faculty, Naturel and Applied Science Institute, Department of Metallurgical and Material Engineering, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article

Received: 10.10.2022

Revision: 05.11.2022

Accepted: 21.11.2022

Highlights

- Mg Alloys
- Semi-Solid Process
- Spheroidization
- Shape Factor
- Grain Growth
- Isothermal Soaking

Keywords

AZ31Alloy
SIMA Method
Semi Solid
Mg Alloy
Intermetallic Gama (γ)
phase

In this study, to achieve globular microstructure required for semi-solid forming of extruded AZ31 Mg alloy is experimented by increasing to semi-solid temperatures. Once optimum parameters such as ideal grain size and shape factor and liquid phase ratios corresponding to semi-solid temperatures are achieved then these variables are utilized as inputs in hot pressing with SIMA method to form compact microstructure.

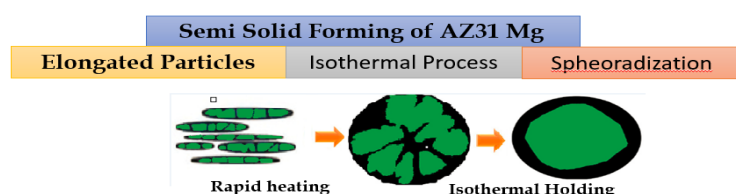


Figure A. Schematic Representation of Semi Solid Forming

Purpose: It is aimed to determine optimum parameters of spherical microstructure necessary for the semi-solid shaping of the extruded AZ31 Mg alloy by rapid heating to semi-solid temperatures and isothermal holding in the semi-solid temperature range. Therefore, determined variables of optimal spheroidization degree can be directly applied to hot press stage through the SIMA method.

Theory and Methods: In the induction coil of extruded AZ31 Mg alloy, rapid heating to semi-solid temperature and controlled holding in the isothermal temperature range processes are applied to AZ31 Mg alloy during the study. Rapid heating (4°C/s) above 585°C and cooling in water produced many intermetallic $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}(\gamma)$ compounds with heterogeneous distribution both in the grain and very little eutectic at the grain boundaries. Not only intermetallic phases have detrimental effects to microstructure, but they have also effect to prevent grain growth especially when they settle at the grain boundaries.

Results: Rapid heating to the semi-solid temperature ($565\text{-}630^{\circ}\text{C}$) of extruded AZ31 Mg alloy and cooling in water leads to spheroidization (shape factor increase) in equiaxed primary elongated extruded Mg grains. As the escalation in temperature, the degree of spheroidization of the grains improved but meanwhile grain growth occurred. Therefore, optimum grain size around $49\text{-}52\ \mu\text{m}$ and shape factor ($\text{SF} = 0.86$) were achieved before grain growth.

Conclusion: In this paper rapid heating to the semi-solid temperature ($565\text{-}630^{\circ}\text{C}$) of extruded AZ31 Mg alloy and cooling in water leads to spheroidization (shape factor increase) in equiaxed primary elongated extruded Mg grains. Optimal values of shape factor and grain size were successfully determined as a result of experiments. Since best parameters must be used during hot pressing stage, it is anticipated that samples are eligible to be formed by SIMA method.



Investigation the Effect of Semi-Solid Temperatures and Holding Times at Isothermal Range On Microstructure of AZ31 Mg Alloy

Bahadır AKGÜN¹ Prof. Dr. Kadir KOCATEPE¹

¹Gazi University, Technology Faculty, Naturel and Applied Science Institute, Department of Metallurgical and Material Engineering, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Abstract

Mg alloys have poor formability due to their hexagonal tightly packed (HCP) crystal structure, low active shear system at room temperature, and anisotropic behaviour in polycrystalline structure. Today's developments in machining, liquid forming and semi-solid forming technology have removed these obstacles. In the semi-solid forming method, it is aimed to obtain ideal microstructure of the alloy, including excellent fluidity, appropriate flow control, adjustable viscosity and controllable grain morphology, thanks to equiaxed spherical solid particles surrounded by liquid. In this study, it is aimed to achieve the spherical microstructure required for the semi-solid shaping of the extruded AZ31 Mg alloy by heating to semi-solid temperatures and isothermal holding in the semi-solid temperature range. Therefore, rapid heating in the induction coil and controlled holding in the isothermal temperature range were applied to the alloy. Heating the extruded AZ31 Mg alloy to a semi-solid temperature (565-630°C) and subsequently rapid cooling processes lead to many intermetallic Mg₁₇Al₁₂(γ) compounds with heterogeneous distribution both in the equiaxed primary Mg_(α) grains and at the grain boundaries as well as a very little eutectic at the grain boundaries. As the semi-solid temperature value increased, the degree of spheroidization increased. However, it was found that the grain growth reached a maximum at one point and there was no significant change in the shape factor as a result of controlled holding time.

Makale Bilgisi

Research article
Received: 10.10.2022
Revision: 05.11.2022
Accepted: 21.11.2022

Keywords

AZ31 Alloy
SIMA Method
Semi Solid
Mg Alloy
Intermetallic Gama (γ)
phase

Anahtar Kelimeler

AZ31 Alaşımı
SIMA Metodu
Yarı Katı
Mg Alaşımı
İntermetalik Gama (γ)
Fazı

AZ31 Mg Alaşımında Yarı Katı Sıcaklıkların ve Yarı-Katı Sıcaklıklarında İzotermal Bekletmenin Mikro Yapı Üzerine Etkisinin İncelenmesi

Öz

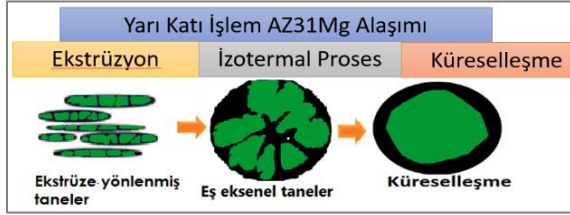
Mg alaşımları, hegzagonal sıkı paketlenmiş (HCP) kristal yapısı, oda sıcaklığında aktif kayma sisteminin az olması ve polikristal yapıdaki anizotropik davranışı nedeniyle zayıf şekillendirilebilirlik özelliğine sahiptir. Bu durum geçmişte Mg alaşımlarının geliştirilmesini ve ticarileşmesini belirli ölçüde engellerken günümüzde sıvı şekillendirme ve yarı-katı şekillendirme teknolojisindeki gelişmeler bu engelleri ortadan kaldırmıştır. Yarı-katı şekillendirme yönteminde, sıvı ile çevrelenmiş eş eksenli küresel katı parçacıklar sayesinde mükemmel akışkanlık, uygun akış kontrolü, ayarlanabilir viskozite ve kontrol edilebilir tane morfolojisi dâhil olmak üzere ideal mikro yapı elde edilmesi hedeflenmektedir. Bu çalışmada, Ekstrüze AZ31 Mg alaşımının yarı-katı şekillendirilmesi için gerekli olan küresel mikro yapının yarı katı sıcaklıklara ısıtma ve yarı-katı sıcaklık aralığında izotermal bekletme işlemleri ile elde edilmesi amaçlanmıştır. Alaşıma indüksiyon bobininde hızlı ısıtma ve izotermal sıcaklık aralığında kontrollü bekletme uygulanmıştır. Ekstrüze AZ31 Mg alaşımını yarı-katı sıcaklığa (565-630°C) ani ısıtma ve hızlı soğutma işlemleri ile eşeksnel birincil Mg_(α) taneleri içinde ve tane sınırlarında heterojen dağılımlı birçok intermetalik Mg₁₇Al₁₂(γ) bileşiği ve az da olsa tane sınırlarında ötektik meydana gelmiştir. Yarı-katı sıcaklık değeri arttıkça küreselleşme derecesi artmıştır. Ancak tane büyümesinin bir noktada maksimuma ulaştığı ve kontrollü bekletme sonucu tane büyümesi gerçekleşerek şekil faktöründe önemli bir değişiklik olmadığı tespit edilmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Metal alaşımları arasında düşük özgül ağırlığa sahip Mg alaşımları, yüksek özgül mukavemetleri ve sertlikleri, mükemmel sönümlenme özellikleri, iyi dökülebilirlikleri ve geri dönüştürülebilirlikleri nedeniyle otomobil, havacılık ve elektronik sektörlerinde oldukça geniş uygulama alanına sahiptir [1]. Mg alaşımları, hegzagonal sıkı paketlenmiş (HCP) kristal yapısı gereği oda sıcaklığında aktif kayma sisteminin az olması ve polikristal yapıdaki anizotropik davranışı nedeniyle zayıf şekillendirilebilirlik özelliğine sahiptir. Bu durum geçmişte Mg alaşımlarının geliştirilmesini ve ticarileşmesini belirli ölçüde

engellemiştir. Günümüzde ise talaş kaldırma, sıvı şekillendirme ve yarı-katı şekillendirme teknolojisindeki gelişmeler bu engelleri elimine etmiştir [2].

Alaşımın yarı-katı şekillendirilme yöntemi ilk olarak 1970'lerde keşfedildiğinden itibaren Ar-Ge konusu olmuştur. Başta demir dışı Al, Mg, Zn ve daha sonra çelik alaşımlarının da dâhil olduğu yarı-katı şekillendirme yönteminde, sıvı ile çevrelenmiş eş eksenli küresel katı parçacıklar sayesinde mükemmel akışkanlık, uygun akış kontrolü, ayarlanabilir viskozite ve kontrol edilebilir tane morfolojisi dâhil olmak üzere ideal mikro yapı elde edilmektedir [3]. Şekil 1'de grafiksel işlemi gösterilen alaşımların yarı katı şekillendirilmesi için gerekli olan tiksotropik küresel yapı, gerinim kaynaklı ergiyik aktivasyonu (SIMA) başta olmak üzere, yeniden kristalleştirme ve kısmi ergitme (RAP) ve yarı katı termal dönüşüm (SSTT) gibi daha birçok yöntem ile elde edilebilmektedir [4].



Şekil 1. SIMA Yarı Katı İşlem Grafiksel Gösterim

SIMA yönteminde, yarı-katı şekillendirme işleminden önce malzemenin yeniden kristalleşme sıcaklığı altında ön deformasyona uğratılması gerekir. Bu işlem ile malzemede dislokasyon yoğunluğunun artırılmasıyla yüksek enerji birikimi meydana gelir. Yarı-katı sıcaklığa ısıtma sırasında yüksek enerjili bölgelerde, eskisinden daha fazla noktada yeni tane oluşumunu sağlayan çekirdeklenme başlar. Yeni taneler daha küçük tane boyutunu tetiklerken, yarı-katı sıcaklık aralığında izotermal bekletme de tane sınırlarında yüksek enerjili alanları aktive ederek tanelerde küreselleşmeye yol açar. Tane boyutu izotermal sıcaklıkta difüzyon nedeniyle artan süre ile artar. Bu artış zayıf enerjili küçük tane sınırlarında ilk ergimenin başlaması ile açıklanabilir. Tane büyümesi ise alaşımların tiksotropik ve mekanik özelliklerini olumsuz etkilemesi sebebiyle istenmeyen bir durumdur [5].

Ülkemizde yarı katı metal şekillendirme işlemleri üzerine ilk çalışmalar SIMA yöntemiyle 7001 dövme alüminyum alaşımına yönelik (%7,42 Zn-% Mg-%2,1 Cu) tiksotropik yapı üretimi üzerine olmuştur. Türkel [6] çalışmasında, 3 cm çapında ve 2 cm boyundaki numuneleri elektrik dirençli fırında farklı sıcaklıklarda 20 dakika bekletmenin ardından suda soğutup mikro yapı değişimini incelemiştir. Tikso-şekillendirme için uygun olan küresel yapının 575 °C'de elde edilebileceğini ve artan sıcaklıkla ortalama tane boyutunun arttığını tespit etmiştir.

Diğer bir çalışmada ise N. Akbaş [7], 7075 alaşımında SIMA yöntemiyle ön malzeme üretimini ve tikso-şekillendirilmesini araştırmıştır. Tikso-şekillendirilmiş 7075 alaşımı numunelerin mekanik özelliklerinin ekstrüze koşullardaki alaşımdan daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Bunun nedeni yapıda var olan küçük ve çok miktardaki gözeneklere bağlamaktadır. Bu gözeneklerin sıvı fazda çözünen hidrojen kaynaklı olduğu vurgulanmaktadır. Bu gözeneklerin giderilmesi için koruyucu inert atmosfer altında veya vakum altında ısıtma ve şekillendirme yapılması gerektiği rapor edilmiştir.

Kırtay, S., ET-AL-44 (AA7075) alaşımını kullanarak SIMA yöntemiyle yarı-katı şekillendirme çalışmaları yapmıştır. Araştırmacı yarı-katı halde şekillendirme için numunelerin 690 °C'deki kalıp sıcaklığında 10 dakikalık bir bekleme süresi sonunda istenen tane morfolojisine ulaştığını belirlemiştir. Çalışmada, numunenin yarı-katı bölgeye ısıtılmasında elektrik dirençli bir fırın kullanılmış ve sıvı fazda hidrojen gazının çözündüğü numunelerin yüzeyinde bulunan kabarcıklardan (blister) anlaşılmıştır. Ayrıca kalıbın iç yüzeylerinin yaşlanması ve yüksek sıcaklıkta bu yağların yanması sonucu açığa çıkan gazlardan dolayı ek bir hidrojen kaynağı oluşmuştur. Buna bağlı olarak mikro yapılarda mikro-gözenek oluşumu gözlenmiştir. Mikro yapıdaki gözeneklerden dolayı yarı-katı şekillendirilmiş 7075 alaşımının mekanik özellikleri ekstrüze koşullardan daha düşük çıkmış ve yorulma testi gerçekleştirilememiştir [8].

SIMA tekniği ile 2010 yılında yapılan diğer bir çalışmada ise Al-Zn alaşımlarından endüstride en çok kullanılan ve dövme alüminyum alaşımı olan AA7075 alaşımı yarı-katı metal şekillendirme tekniklerinden tikso-döküm yöntemiyle şekillendirilmiştir. Tikso-dökümde gerininin neden olduğu sıvı aktivasyonu (SIMA) işlemi ile üretilen numuneler kullanılmıştır. Yarı-katı bölgede, farklı sıvı oranlarına karşılık gelen sıcaklıklara (600 °C, 606 °C ve 611 °C) ve farklı piston hızlarına (0,5 m/s, 1 m/s, 1,5m/s, 2 m/s ve 2,37 m/s) bağlı olarak mikro yapı ve mekanik özelliklerin değişimi araştırılmıştır. Numune üretiminde artan yarı-katı sıcaklıkla tane boyutunun ve şekil faktörünün arttığı, artan soğuk deformasyon oranı ile tane boyutunun azaldığı ve şekil faktörünün arttığı belirlenmiştir. Tikso-dökümle şekillendirilmede, düşük sıvı oranlarına karşılık gelen sıcaklıklarda (600 °C ve 606 °C) ve düşük piston hızlarında (0,5 m/s ve 1 m/s) yarı-katı haldeki numunenin kalıp boşluğunu tam olarak doldurmadığı tespit edilmiştir. Tikso-dökümle şekillendirilmiş numunelerin mekanik özellikleri artan piston hızıyla iyileşmiştir. En iyi mekanik özellikler %30 soğuk deformasyon ile üretilmiş numunede 611 °C'den (%50 sıvı oranında) 2,37 m/s piston hızında elde edilmiştir. En iyi mekanik özellikleri sağlayan tikso-dökümle üretilen numunelere T6 yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmıştır. Bu numunelerin mekanik özellikleri ekstrüze koşullardaki numunelere yakındır [9].

2011 yılında gerçekleştirilen çalışmada ise bir dövme alüminyum alaşımı olan AA2024 alaşımında gerininin neden olduğu sıvı aktivasyonu (SIMA) yöntemi ile yarı-katı şekillendirme için gerekli tiksotropik mikro yapı üretimi araştırılmıştır. Bu amaçla ekstrüze halde AA2024 alaşımı %20 oranında soğuk deformasyona tabi tutulmuş ve takiben %30, %40 ve %50 sıvı oranına karşılık gelen yarı-katı sıcaklıklara ısıtılarak oda sıcaklığına sahip suda soğutulmuştur. Mikro yapı analizleri metalografik inceleme ve nicel ölçüm yöntemleri ile yapılmıştır. Deneysel sonuçlar, SIMA yöntemiyle AA2024 alaşımında, yarı katı şekillendirme için gerekli olan küresel şekilli tiksotropik mikro yapıların üretilebileceğini göstermiştir. Artan yarı-katı sıcaklıkla tane boyutu artarken şekil faktöründe belirgin bir değişim gözlenmemiştir. SIMA yöntemi ile tiksotropik yapı üretimi için yarı-katı sıcaklıklarda izotermal bekletmeye gerek olmadığı tespit edilmiştir [10].

2016 yılında Marmara Üniversitesi'nde yapılan çalışmada ise; Al-Ni alaşımının dökümü için ergitme fırını, K tipi termokuple ve kokil kalıp kullanılmıştır. Aynı döküm işlemi soğutma eğrisi kullanarak da uygulanarak alaşımdaki nikel yüzdesini incelemek için, sıcaklığa bağlı sıvı yüzdesi hesaplanmıştır. SIMA prosesinin gerekliliklerinden olan soğuk deformasyon işlemi tüm alaşımlar için aynı pres makinesinde farklı yüklerde uygulanırken, deformasyon işleminden sonra incelenen alaşımlara 650 °C'de kalınlığa bağlı olarak 27-33 dakika arasında ısıl işlem uygulanmıştır. Sonuç olarak, her iki üretim yöntemi kullanılarak elde edilen alaşımlarda olumlu etkiler görülmüştür. Ötektik altı nikel kullanılarak üretilen alaşımlar küresel bir mikro yapı ve tek faz gösterirken, ötektik üstü nikel alaşımları aynı küresel yapıda olup kompozitler gibi çift fazlı mikro yapıya sahip oldukları tespit edilmiştir [11].

Yarı Katı metal alaşımları ön malzeme üretimi ve şekillendirme çalışmaları yurt içinde yapılan araştırmalar, görüldüğü gibi gerininin neden olduğu sıvı aktivasyonu SIMA prosesi ile Al alaşımlarına yönelik gerçekleştirilmiştir. Diğer taraftan Mg alaşımları üzerine konvansiyonel döküm yöntemleri ile sadece Mg alaşımlarına nadir element eklenerek ikincil faz oluşumunun etkileri, soğuma hızı ve koruyucu atmosfer altında dökümde hangi koruyucu gazın kullanılacağı gibi değişkenlerin tespiti incelenmiştir.

Yurt dışında ise AZ31 magnezyum alaşımına kıyasla katılma sıcaklık aralığı daha yüksek olan AZ91 ve AM60 magnezyum alaşımlarının yarı-katı şekillendirilmesi üzerine birçok çalışma yapılmıştır [12, 13]. Ancak yüksek tokluğu sayesinde yaygın ticari bir ekstrüze alaşım olan AZ31 alaşımının yarı katı şekillendirilmesi ve mikro yapısal değişimi hakkında literatürde çok az çalışma mevcuttur. Söz konusu çalışmalarda çoğunlukla SIMA yöntemiyle AZ31 alaşımına farklı sıcaklıklarda katı halde deformasyon uygulandıktan sonra yarı-katı şekillendirilebilirlik kabiliyeti araştırılmıştır. Bu çalışmada ise, AZ31 alaşımının ekstrüze halde diğer bir ifade ile katı halde ikinci bir deformasyon uygulanmadan SIMA yöntemi ile yarı-katı şekillendirme kabiliyeti araştırılmıştır. Bu amaçla, ekstrüze AZ31 Mg alaşımının yarı-katı sıcaklığa hızlı ısıtma ve yarı-katı sıcaklıklarda izotermal bekletme ile alaşımın yarı-katı şekillendirilmesi için gerekli olan küresel tane yapısının oluşumu ve mikro yapı değişimine etkisi incelenmiştir.

2. MATERYELVE METOTLAR (MATERIALS AND METHODS)

2.1 Malzeme Mg Alaşımı (AZ31)

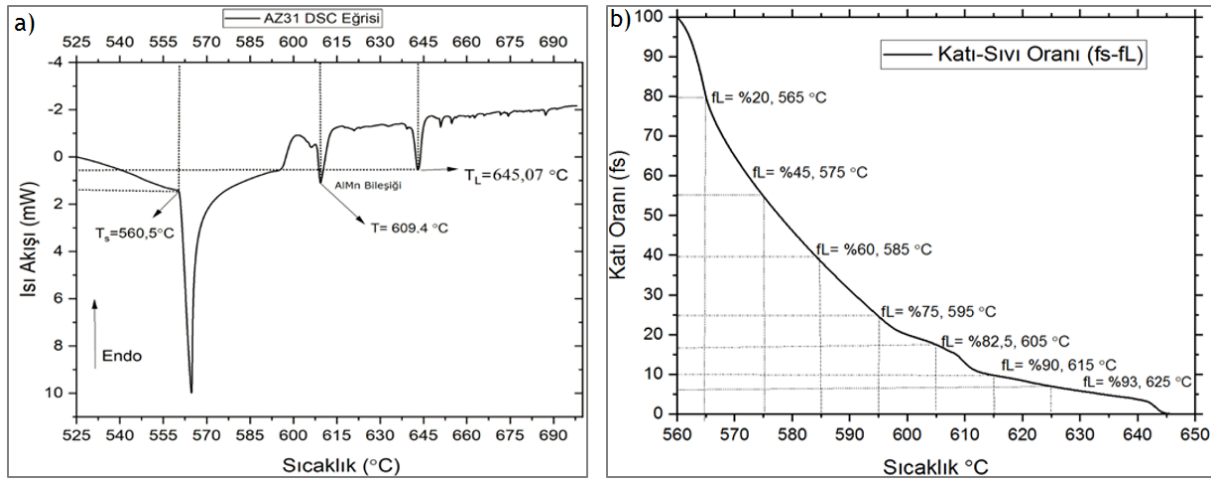
Bu çalışmada kullanılan Ekstrüze AZ31 alaşımın kimyasal bileşimi Tablo 1’de verilmiştir. Alaşımın kimyasal bileşimi spektral analiz ve yaş çözündürme yöntemleri ile doğrulanmıştır.

Tablo 1. AZ31 Alaşımı Kimyasal Bileşimi

AZ31 Ekstrüze Alaşım	% Ağırlık			
	Al	Zn	Mn	Mg
Nominal Değerler [12]	2,5-3,5	0,60 – 1,4	$\geq 0,20$	Kalan
Optik Emisyon Spektrometre	3,10	0,86	0,35	Kalan
Yaş Çözündürme	2,91	0,66	0,28	Kalan

2.2 İzotermal Sıcaklığa Isıtma ve Bekletme Deneyleri

AZ31 alaşımın katılaşma aralığını ve katılaşma aralığında sıcaklık ile sıvı-katı oranı ilişkisini belirlemek için Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) test ve veri analizi gerçekleştirilmiştir (Şekil 2). AZ31 alaşımında sıcaklığa bağlı olarak değişen sıvı oranlarının belirlenmesinde DTA eğrisinden faydalanılarak “kısmi alan” yöntemi kullanılmıştır [13]. Sıvı oranın sıcaklıkla değişimi, Şekil 2’de gösterildiği gibi katı-sıvı oranı, Isı akışı (W/g) verileri ile ısı akışına karşı sıcaklık eğrilerinden değerlendirilerek elde edilmiştir [14, 15].



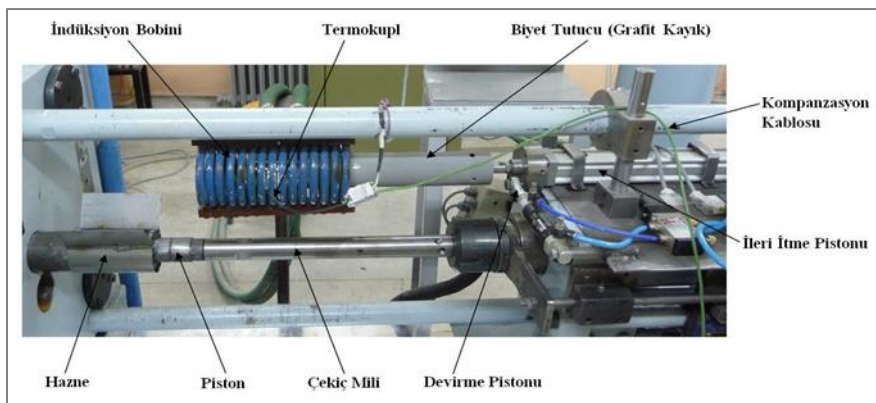
Şekil 2. AZ31 Alaşımın DSC Analizinde a) Isı Akışı ve Sıcaklık, b) Sıcaklığa Bağlı Katı-Sıvı Oranı ilişkisi

Tablo 2. AZ31 Mg Alaşımı İzotermal Yarı Katı Sıcaklıklar Ve Bekletme Süreleri

Yarı Katı Sıcaklık T (°C)	İzotermal Sıcaklığa Hızlı Isıtma Süreleri t (dk)	İzotermal Bekletme Yarı-katı Sıcaklık (°C)	Bekletme Süresi (dk)
565	2,5	565	3
570	5	570	7,5
575	2,5	575	3
580	2,5	575	7,5
585	3	580	5
590	3	585	1
595	2,5	590	5
600	2,5		
605	3		
610	2,5		
615	3,5		
620	3,5		
625	4		
630	4		

AZ31 alaşımının solidüs, likidüs, ötektik oluşum sıcaklığı ve yüzde sıvı oranları göz önüne alındığında, izotermal sıcaklığa ısıtma 565-630 °C sıcaklıklara ani ısıtma ile gerçekleştirilmiştir. İzotermal bekletme işlemi ise manyetik bobin sarmalında grafit kayıkta içinde sıcaklık kontrollü (sabit enerji ayarında 10-25 kw) en düşük 1 dk, en çok 7,5 dk aralığında değişen sürelerde 565-590°C’de uygulanmıştır. Hızlı ısıtma tepkisini kolaylaştırmak için D=40 mm çap ve l =70-80 mm boyutlarındaki numuneler kullanılmıştır.

İzotermal bekletme olmadan çıkılan sıcaklıklar 630°C’ye kadar erişebilirken izotermal bekletme işlemi en fazla 590°C’de – 5 dk olarak gerçekleştirilebilmiştir. Ar₂ koruyucu atmosfer altında bile olsa AZ31 Mg alaşımının yüksek oksidasyonu ve sıcaklık yükseldikçe sıvı oranının artması ile sıcaklık kontrolünün güçleşmesi sebebiyle 590°C’den sonra bekletme işlemi uygulanmamıştır. Sonuç olarak numuneler yarı-katı şekillendirme ünitesinde (Şekil 3) yer alan indüksiyon bobininde 4 °C / sn ısıtma hızında 565-630 °C yarı katı sıcaklık aralığına (Tablo 2) ısıtılmış ve takiben oda sıcaklığındaki suda soğutulmuştur. İzotermal sıcaklıkta bekletme süresinin mikro yapı üzerine etkisini belirlemek amacıyla, alaşım 565-590°C yarı katı sıcaklık aralığına ısıtılarak (1, 3, 5 ve 7,5 dk) bekletilip oda sıcaklığındaki suda soğutma işlemi gerçekleştirilmiştir.

**Şekil 3.** Yarı-Katı Şekillendirme Ünitesi

Numuneleri ısıtma sırasında sıcaklık ölçümü ve kontrolü, numune üzerine 20 mm derinliğinde ve 3 mm çapında açılmış deliklere yerleştirilen “K” tipi termokupullar ile gerçekleştirilmiştir. Yarı-katı şekillendirme için alaşıma gerekli tiksotropik özelliği kazandıran küresel mikro yapı oluşumunun sağlanması zorunludur. Yarı-katı sıcaklığa çıkılarak ve ısıtma sıcaklıklarında değişik sürelerde

bekletilerek suda soğutulan numunelerden mikro yapı analizi için Şekil 4’de gösterildiği üzere metalografik numuneler çıkarılmış optik mikroskop ve elektron mikroskobunda inceleme için standart zımparalama ve parlatma işlemlerine tabi tutulmuştur. Dağlama işleminde Asetik Pikral (10 ml asetik asit, 4,2 g pikrik asit, 10 ml H₂O, 70 ml etanol) dağlayıcı 5-30 sn değişen sürelerde uygulamalı olarak kullanılmıştır.

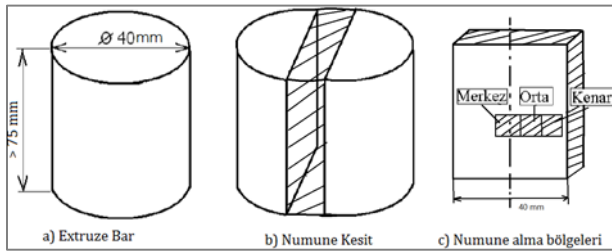
Mikro yapı analizinde biyetin merkez, orta ve kenar bölgelerinden alınan metalografik numuneler üzerinde metalografik inceleme ve optik mikroskoptan alınan mikro yapı görüntüleri ile tane boyutu ve şekil faktörü değeri elde edilmiştir. Tane boyutu tespiti için “Çizgisel kesişme metodu (ASTM E 112)” ve şekil faktörü denklem (1) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$SF = \frac{4\pi A^2}{P^2} \quad (1)$$

SF= Şekil faktörü, SF = 1 Tamamen Küresel,

P= Tane Çevre Uzunluğu, A= Tane Alanı

Tane boyutu ve şekil faktörü hesaplamalarında her bir metalografik numune üzerinden aynı ölçekte 5 görüntü alınmış ve her bir görüntüden yaklaşık 50 adet ölçüm yapılmıştır. Her bir biyet için merkez, orta ve kenar bölgelerinden hesaplanan tane boyutu ve şekil faktörü değerlerin ortalaması alınmıştır.



Şekil 4. Biyetten Metalografik Numune Çıkarılışı

Mikro yapı incelemesinde Leica DM4000M optik mikroskop ve JEOL JSM 6060 LV Taramalı Elektron Mikroskobu kullanılmıştır. EDS-Enerji Dağılımlı X Işınları Spektrometresi (IXRF Instruments) ile EDS testleri gerçekleştirilmiştir.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA(FINDINGS AND DISCUSSION)

3.1 Kimyasal bileşim

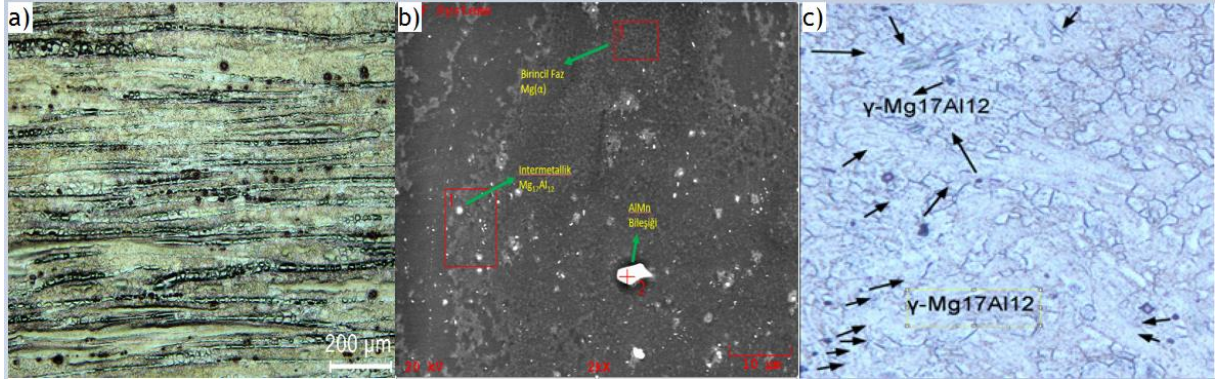
AZ31 ekstrüze alaşımın kimyasal bileşiminin doğrulanması işleminde spektral analiz ve yaş çözüldürme yöntemleri ile elde edilen değerlerin literatürde verilen nominal değerler [12] ile uyumlu olduğu belirlenmiştir (Tablo 1).

3.2 AZ31 Ekstrüze Alaşımın Katılaştırma Sıcaklık Aralığı Ve Katı-Sıvı Oranları

AZ31 ekstrüze alaşımın Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizinde elde edilen veriler kullanılarak alaşımın likidüs sıcaklığı 645 °C ve solidüs sıcaklığı 560 °C tespit edilmiştir (Şekil 2-a). Ayrıca 609°C 'de Al₄Mn bileşiğinin ergime piki oluşmuştur. Alaşımın 85°C yarı-katı sıcaklık aralığının yarı katı şekillendirme işlemleri için yeterli aralıkta olduğu belirlenmiştir. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizinde elde edilen veriler kullanılarak AZ31 alaşımın sıcaklığa bağlı Katı-Sıvı Oranı ilişkisi çıkarılmıştır [9, 16] (Şekil 2-b).

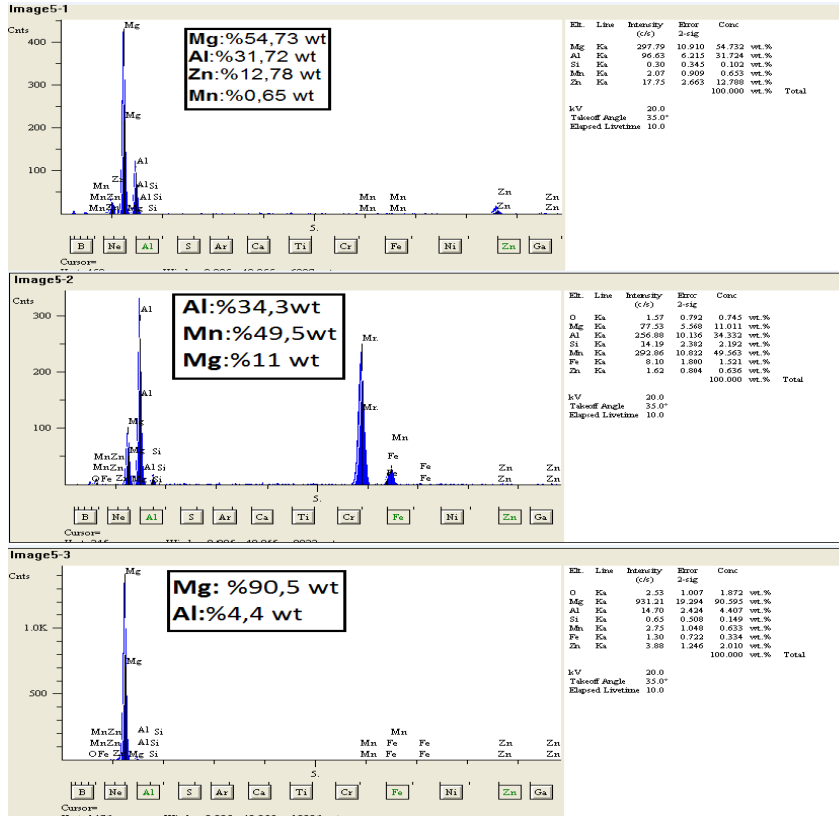
3.3 Ekstrüze AZ31 alaşımının Makro ve Mikro Yapısı

AZ31 alaşımının ekstrüze halde makro yapısında ekstrüzyon yönünde yönelmiş ortalama 11,52 μm çapına sahip taneler mevcuttur (Şekil 5-a). Alaşımın SEM analizinde mikro yapıyı Mg esaslı α birincil taneleri, tane sınırlarına yakın oluşan parçacık halinde $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ (γ) bileşiği ve çok az da olsa Al_4Mn bileşiği oluşturmuştur (Şekil 5-b). Söz konusu fazlar ayrıca SEM ve EDS testi sonuçları ile de doğrulanmıştır (Şekil 6).

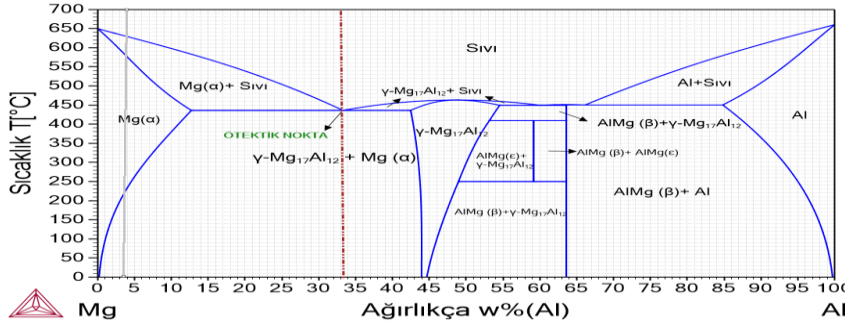


Şekil 5. AZ31 alaşımında a) ekstrüzyon yönünde yönelmiş taneler, b) SEM Görüntüsü, Fazların Tespiti, c) $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ (γ) dağılımı

AZ31 ana malzeme tedarikçi veri tabanına göre alaşımın ekstrüzyon işlemi öncesinde soğuk deformasyona, ticari işleme terminolojisiyle gerinim sertleşmesine (H112- strain hardening) maruz bırakıldığı, sonrasında ise yeniden kristalleşme sıcaklığı altında ekstrüze edildiği tespit edilmiştir [17]. Alaşımın hem soğuk hem de sıcak işlem gördüğü, ısıl işleme tabi tutulmasıyla da kırılğan intermetalik faz olan $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ (γ)'nin homojen bir şekilde dağılım gösterdiği saptanmıştır (Şekil 5-c).

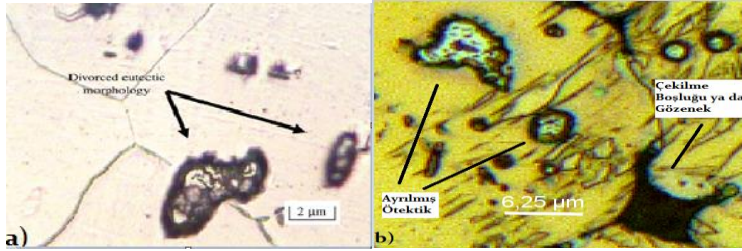


Şekil 6. AZ31 Alaşımında EDS Testi. Sırasıyla $\text{Mg}(\alpha)$, $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ (γ) ve Al_4Mn faz ve bileşikleri



Şekil 7. Mg-Al Ağırlıkça % Al Oranına Göre İkili Dengele Faz Diyagramı

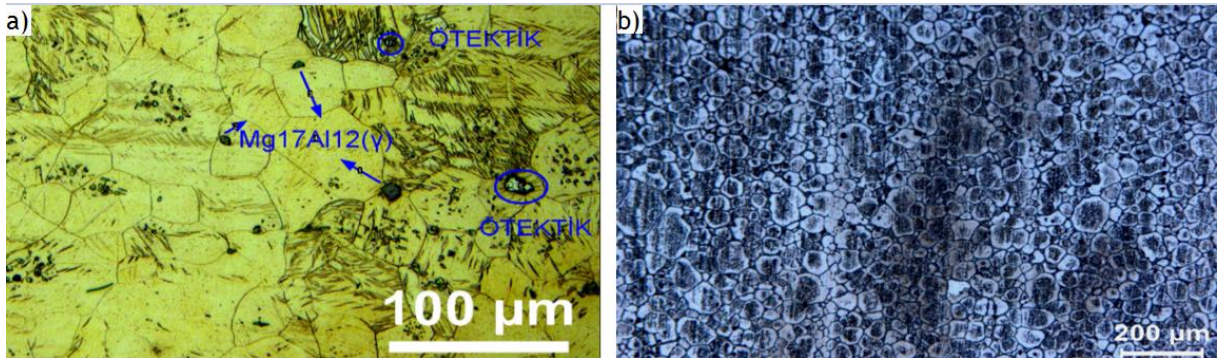
Literatürde [2, 5, 18] AZ31 alaşımın dengede katılaştırma şartlarında faz diyagramında (Şekil 7) ötektik faz dönüşümü sergilemese de dengesiz katılaştırma şartlarında ötektik oluşabileceği belirtilmiştir. Basu ve arkadaşları çalışmalarında [19] birincil faz morfolojisinin katı çözeltilerdeki alüminyum içeriğine bağlı olduğunu göstermişlerdir. Ağırlıkça düşük alüminyum içeriği alaşımlarda hücreli yapıda gözlenirken, % Al oranının artmasıyla tane morfolojisinin hücreli yapıdan dendritik morfolojiye geçtiği gösterilmiştir. Ağırlıkça %5 Al alaşımında dendritlerin başlangıçta rozet şeklinde küresel eş eksenli bir morfolojide olduğu, Alüminyum içeriği arttıkça (% 9 Al) tam gelişmiş bir dendritik ağ elde edildiği ve alaşım elementlerinin ötektik morfoloji üzerinde güçlü bir etkisi olduğu raporlanmıştır. Dahle ve arkadaşları [20] ise soğutma hızının, alüminyum ve çinko içeriğinin ötektik morfolojiye etkisini incelemişlerdir. Artan alüminyum içeriği ile alaşımın ötektik oluşumlu katmanlı bir morfolojiye yöneldiğini, artan soğuma hızı ve artan çinko içeriği ile de ötektik (α -Mg ve β -Mg₁₇Al₁₂) segregasyonun başlayarak kısmen ya da tamamen ayrılmış ötektik formu oluşabileceğini bildirmişlerdir (Şekil 8).



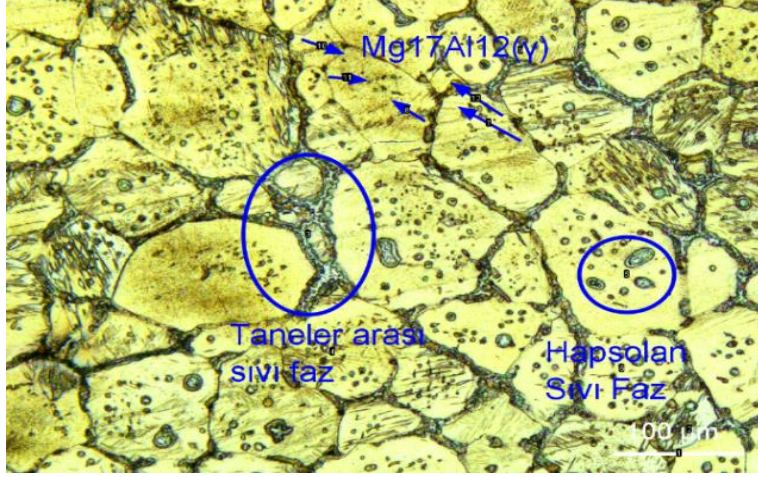
Şekil 8. a) AZ31 Alaşımında Dengesiz Katılaştırma Ötektik Morfolojisi [18], b) bu çalışmada ekstrüze AZ31 alaşımında meydana gelen ayrılmış ötektik örneği

3.4 Ekstrüze AZ31 alaşımında yarı-katı sıcaklıkların mikro yapıya etkisi

Yarı-katı şekillendirme ünitesinde yer alan indüksiyon bobininde 4 °C/sn ısıtma hızında 565-630°C yarı katı sıcaklık aralıklarına (Tablo 2) ısıtma ve takiben oda sıcaklığındaki suda soğutulan AZ31 alaşımının farklı sıcaklıklardaki mikro yapıları Şekil 9-10'da verilmiştir.



Şekil 9. a) 570°C'de oluşan eşeksenel tane yapısı, b) 585°C'de oluşan eşeksenel küresel tane yapısı



Şekil 10. AZ31 alaşımı 600 °C sıcaklıkta tane sınırlarında Ötektik $Mg_{17}Al_{12}$ (γ) yoğunluğu

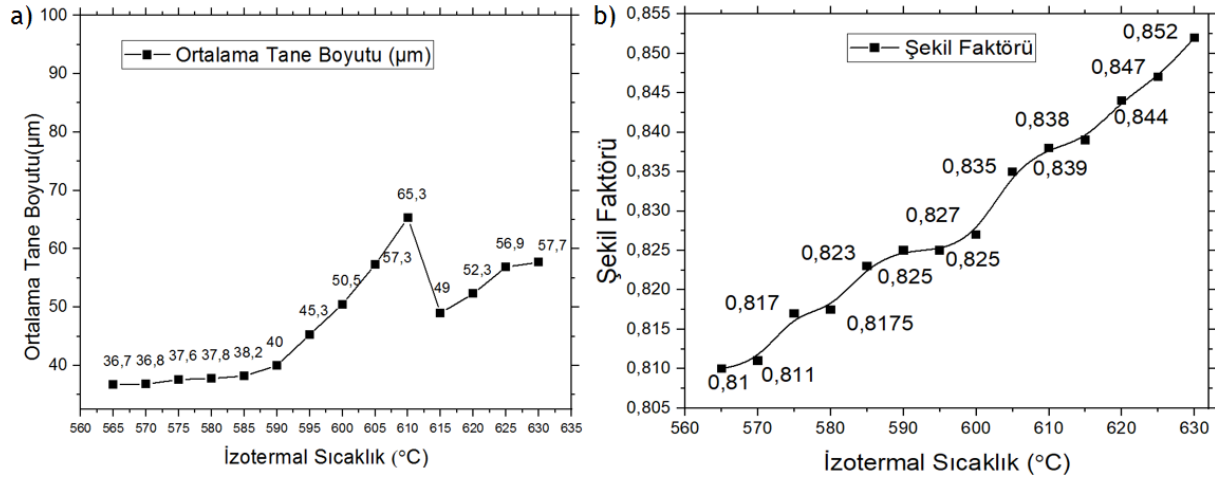
565°C sıcaklığa ısıtma ve takiben suda soğutma işleminde eşksenel tane oluşumu başlamış ve 570°C 'den daha yüksek sıcaklıklarda sıcaklık arttıkça eşksenel tane yapısı daha belirgin hale gelmiştir (Şekil 9-b). Düşük sıcaklıklarda eşksenel tane oluşmakla birlikte tane sınırlarında $Mg_{17}Al_{12}$ (γ) birikimi son derece azdır. Yüksek sıcaklıklarda ise eşksenel tane sınırlarında $Mg_{17}Al_{12}$ (γ) ötektik yoğunluğu artmış ve bu nedenle tane sınırları kalınlaşmıştır (Şekil 10). İlave olarak yüksek sıcaklıklar hem tane sınırlarında hem de tane içinde “ayrılan (Divorced)” $Mg_{(a)} + Mg_{17}Al_{12}$ (γ) ötektiğini oluşturmuş ve yoğunluğunu artırmıştır (Şekil 8). AZ31 alaşımında düşük ikincil alaşım elementleri oranına rağmen, tane sınırlarında ve tane içinde ayrılan ötektiğin oluşabileceği Mohammadi, J. Ve arkadaşları ile Monas, A. ve arkadaşlarının çalışmalarında [18, 21] daha önce ayrıca raporlanmıştır.

3.5 Ekstrüze AZ31 alaşımında yarı-katı sıcaklığın tane boyutu ve şekil faktörüne etkisi

Yarı-katı şekillendirme ünitesinde yer alan indüksiyon bobininde 4 °C / sn ısıtma hızında 565-630°C yarı katı sıcaklık aralıklarının ekstrüze AZ31 alaşımın tane boyutuna ve şekil faktörüne etkisi Tablo 3 ve sırasıyla Şekil 15 ve Şekil 16'da verilmiştir.

Tablo 3. Yarı-katı sıcaklıkların tane boyutuna ve şekil faktörüne etkisi

İzotermal Sıcaklık	Şekil Faktörü	Ortalama Tane Boyutu (μm)
565	0,811	36,79
570	0,815	36,88
575	0,817	37,64
580	0,820	37,81
585	0,823	38,29
590	0,825	40,06
595	0,828	45,33
600	0,831	50,5
605	0,835	57,31
610	0,838	65,39
615	0,839	49
620	0,844	52,3
625	0,847	56,9
630	0,852	57,7



Şekil 11. Yarı Katı Sıcaklığın a) Tane boyutu değişimine etkisi, b) Şekil faktörü değişimine etkisi

Alaşımın ortalama tane boyutu 565-585°C sıcaklık aralığında 36,7 ve 38,2 µm arasında yatay seyrederken 595°C ve 605°C sıcaklıklarda sırasıyla 45,3 µm ve 57,3 µm' ye yükselmiştir. Ortalama tane boyutu 610°C sıcaklığında 65,3 µm ile en yüksek değere ulaşırken, 615°C'den itibaren %90 (f_L) sıvı oranı etkisi (Şekil 2-b) ile taneler arası aşırı sıvılaşma ve sıvının tane sınırlarına penetrasyonu nedeniyle ortalama tane boyutunda kısmi düşüş gözlemlenmiştir. Yüksek yarı-katı sıcaklıklarda tane boyutu artışındaki engellenme ve kısmi düşüş, tane sınırlarında artan sıvı miktarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Benzer durum Zhao ve arkadaşlarının [22] ZK60 alaşımı üzerinde gerçekleştirdikleri çalışmada izotermal sıcaklığın ve sıvılaşmanın artması ile beraber katı parçacıkların sıvı içinde yüzmesi ve tane sınırlarındaki sıvılaşmanın katı fraksiyondaki ıslatma derecesini yükseltmesi sonucu tane boyutunun yüksek yarı katı sıcaklıklarda düşmesi şeklinde gözlemlenmiştir. Kısmi ergime başlangıcı ile yarı katı alaşımın mikro yapı değişiminde iki önemli mekanizma rol oynamaktadır. i) Katı halde dominant olan Ostwald olgunlaşması etkisi ile katı taneciklerin kabalaşması ve tane büyümesi, ii) sıvı halde ise katı parçacıkların sıvılaşma oranının artması ile taneler arası sıvı penetrasyonudur [23].

Diğer taraftan 565°C sıcaklığına ani ısıtma ve takiben soğutma işlemi alaşımın ergime başlangıcı sıcaklığı seviyelerinde 0,811 şekil faktörüne sahip olduğunu gösterirken, 630°C sıcaklığa ani ısıtma ile şekil faktörü 0,852 değeri ile en yüksek seviyeye yükselmiştir (Şekil 11). Sonuç olarak sıcaklık arttıkça şekil faktörü değeri de beklendiği üzere artmıştır ve ani ısıtma ile yüksek yarı katı sıcaklıklara çıkmak şekil faktörüne etki etmektedir. Sıcaklık yükseldikçe tane sınırlarında biriken düşük ergime sıcaklığına sahip ötektik sıvı miktarı artacak ve tanelerin küreselleşme derecesini artan sıvılaşma oranı ile beraber iyileştirecektir. Sıcaklıkların tane sınırlarında meydana gelen ötektik oluşumuna ve küreselleşmedeki artışa etkisi mikro yapı analizinde de açık bir şekilde gözlemlenmiştir (Şekil 9-10).

Küreselleşme derecesinin artan sıcaklıkla iyileştiğini literatür [24] de desteklemektedir. SIMA yönteminde genel olarak üç faktör yüksek küreselleşme derecesi elde etmede rol oynar. a) Si, Cu, Zn vb. düşük ergime noktalı fazların oluşumu için yeterli alaşım elementlerinin varlığı, b) Fe ve Mn gibi tane büyümesini önleyici alaşım elementlerinin yüksek izotermal sıcaklıklardaki tane büyümesini engelleyici bileşik oluşturmaları, c) tane sınırlarında konumlanan ve ötektik fazlardan olan $Mg_{17}Al_{12}$, Mg_2Si ve Al_2Cu 'nın oluşumu [25]. Gerinimin neden olduğu sıvı aktivasyonu (SIMA) ile yarı katı malzeme üretiminde küresel taneciklerin kayma gerilmesi ile beraber tiksotropik özelliğe bürünerek bir biri üzerinden kolayca kayabilmeleri için optimum tane boyutunda ve küresellikteki taneciklerden oluşan yeterli seviyede sıvı faz bulunması gerektiği literatürde açıkça belirtilmektedir [26]. Deneysel çalışmamızda izotermal sıcaklığa ani ısıtmanın uygun tane boyutunda (d_{MLI} : 49 µm -57,7 µm), yeterli küreselliği oluşturduğu SF:0,84 - 0,85) tespit edilmiştir (Şekil 11).

3.6 Ekstrüze AZ31 alaşımında yarı-katı sıcaklıklarda izotermal bekletmenin tane boyutu ve şekil faktörüne etkisi

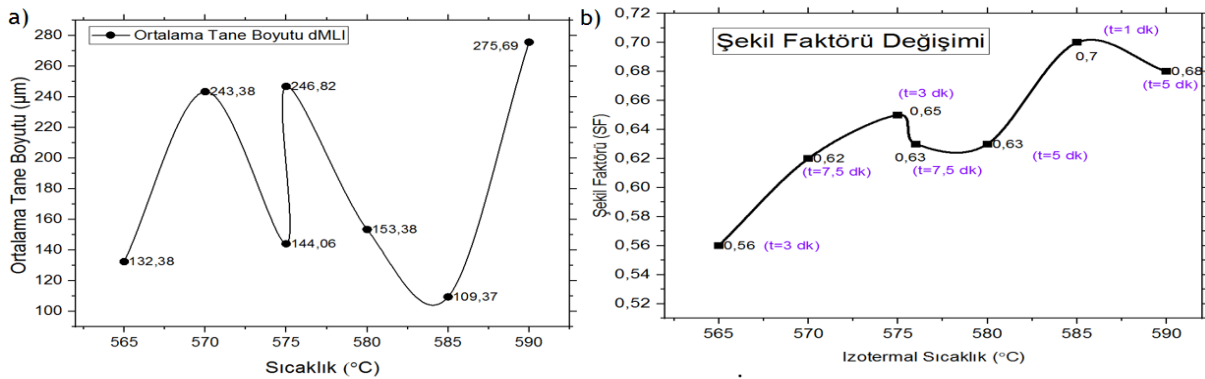
Yarı-katı şekillendirme ünitesinde yer alan indüksiyon bobininde $4\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{sn}$ ısıtma hızında $565\text{-}590\text{ }^{\circ}\text{C}$ yarı katı sıcaklık aralıklarında 1, 3, 5 ve 7,5 dakika süre ile izotermal bekletme işleminin ekstrüze AZ31 alaşımın tane boyutuna ve şekil faktörüne etkisi Tablo 4 ve Şekil 17 ve 18’de verilmiştir. 590°C sıcaklığın üzerinde izotermal bekletme, sıcaklığın hızlı bir şekilde artması nedeniyle gerçekleştirilememiştir. Diğer bir ifade ile koruyucu atmosfer (Ar_2) kullanılmasına rağmen AZ31 alaşımı yüksek sıcaklık oksidasyonu hızlanmış ve sabit sıcaklık korunamamıştır.

Tablo 4 ve Şekil 12’de görülebileceği üzere $565\text{-}590^{\circ}\text{C}$ yarı katı sıcaklık aralıklarında sıcaklık ve izotermal bekletme süresi arttıkça ortalama tane boyutu artmıştır. 565°C sıcaklıkta 3 dakika bekletme süresi $132,38\text{ }\mu\text{m}$ tane boyutu üretirken 570°C sıcaklıkta 7,5 dakika bekletme süresi tane boyutunu $243,38\text{ }\mu\text{m}$ ’ye yükseltmiştir. Benzer durum 575°C sıcaklıkta 3-7,5 dakika, 580°C sıcaklıkta 5 dakika ve 585°C sıcaklıkta 1 dakika bekletme sürelerinde gerçekleşmiştir. 585°C sıcaklıkta 1 dakika bekletme süresinde $109,37\text{ }\mu\text{m}$ tane boyutu elde edilirken 575°C sıcaklıkta 7,5 dakika bekletme süresi $246,82\text{ }\mu\text{m}$ tane boyutu değeri vermiştir. Ortalama tane boyutu 590°C sıcaklıkta 5 dakika bekletme süresinde ise $275,69\text{ }\mu\text{m}$ ’ye yükselmiştir. Sonuç olarak ortalama tane boyutu üzerinde hem sıcaklık hem de bekletme süresi etkili olmuştur. $565\text{-}590\text{ }^{\circ}\text{C}$ yarı katı sıcaklık aralıklarında sıcaklık ve izotermal bekletme süresi arttıkça ortalama tane boyutunun artması tane sınırlarında ötektik sıvının düşük olması sebebiyle tane birleşmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

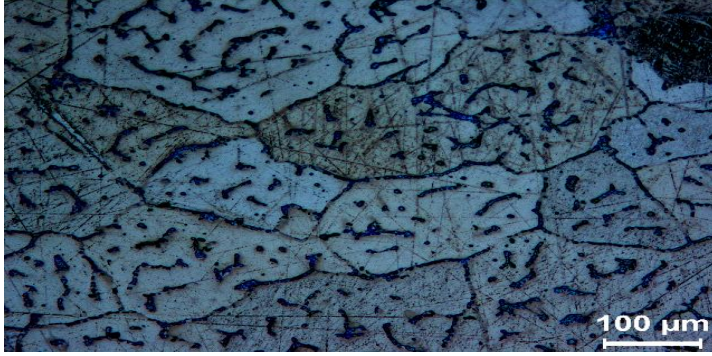
Tablo 4. Yarı-katı sıcaklıklarda izotermal bekletme sürelerinin tane boyutu ve şekil faktörüne etkisi

İzotermal Sıcaklık ($^{\circ}\text{C}$)	Bekleme Süresi (dk)	Ortalama Tane Boyutu (d_{MLI})	Şekil Faktörü (SF)
565	3	132,38	0,566
570	7,5	243,38	0,631
575	3	144,06	0,654
575	7,5	246,82	0,633
580	5	187,69	0,679
585	1	109,37	0,703
590	5	275,69	0,683

$565\text{-}590^{\circ}\text{C}$ yarı katı sıcaklık aralıklarında sıcaklık ve izotermal bekletme süresi arttıkça küresellik derecesini ifade eden şekil faktörü artmıştır. Şekil faktörü 565°C sıcaklıkta 3 dakika bekletme süresi ile 0,56 ve 570°C sıcaklıkta 7,5 dakika bekletme süresi ile 0,63 değerine yükselmiştir. Artan sıcaklık ve bekletme süresi ile şekil faktörü de artmıştır. Şekil faktörünün 575°C sıcaklıkta 7,5 dakika bekletme süresinde 3 dakika bekletme süresine göre çok az düşmesinin artan bekletme süresi ile tane birleşmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Benzer durum 585°C sıcaklıkta 1 dakika ve 590°C sıcaklıkta 5 dakika bekletme sürelerinde de meydana gelmiştir.



Şekil 12. İzotermal Bekletme Süresi Sıcaklığa Bağlı a) Tane Boyutu Değişimi, b) Şekil Faktörü Değişimi



Şekil 13. AZ31 alaşımında 590°C'de 5 dk izotermal bekleme ile tane büyümesi

AZ31 alaşımında yeterli ötektik oluşmaması küreselleşmeyi zorlaştırmaktadır (Şekil 13). Ötektik reaksiyon, son kalan sıvı faz ötektik kompozisyona eriştiğinde meydana gelir [2]. Ötektik reaksiyon sırasında dengesiz katılaşmada sıvı faz dengeli katılaşmaya göre daha fazla olduğundan ve %Al içeriğinin de normale göre az olmasıyla ikincil fazların oluşumu kolaylaşır. İkincil fazlar ise yarı katı işlem sırasında potansiyel yeni çekirdeklenme noktalarıdır. Ayrıca bu fazlar tane sınırlarında birikmeleri durumunda tane büyümesini büyük ölçüde engellerler. AZ31 alaşımı dengeli katılaşmayı temsil eden faz diyagramında ötektik faz dönüşümü sergilemese dahi dengesiz katılaşma sırasında az da olsa ötektik oluşabileceği termodinamik hesaplamalarla ve mikro yapı analizleriyle gösterilmiştir [2, 18, 27]. Çalışmamızda Ekstrüze AZ31 Mg alaşımında ise dengesiz katılaşma şartlarında 570 °C sıcaklığın üzerindeki yarı-katı sıcaklıklarda az da olsa ötektik faz oluşumu (Şekil 10) gözlemlenmektedir.

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışma sonucu, yarı-katı şekillendirme ünitesinde 4 °C / sn ısıtma hızında 565-630°C yarı katı sıcaklıkların ve 565-590 °C yarı katı sıcaklık aralığında 1, 3, 5 ve 7,5 dakika süre ile izotermal bekleme işleminin, ekstrüze AZ31 alaşımı mikro yapısına etkisinin sonuçları aşağıda verilmiştir.

1. Ekstrüze AZ31 Mg alaşımının mikro yapısı Mg esaslı Mg_(α) birincil taneleri, tane sınırlarında çökelmiş Mg₁₇Al₁₂(γ) bileşiği ve 609,4°C'de oluşan Al₄Mn bileşiğinden meydana gelmiştir.
2. DSC test verilerinin analizi ile AZ31 Mg ekstrüze alaşımının 560-645°C yarı-katı sıcaklık aralığına (85°C) sahip olduğu tespit edilmiştir.
3. 565-630 °C yarı katı sıcaklık aralıklarına ani ısıtma ve takiben oda sıcaklığındaki suda soğutma işlemleri alaşımda eşeksenel taneler meydana getirmiştir.
4. Düşük yarı-katı sıcaklıklarda eşeksenel tane oluşmakla birlikte tane sınırlarında Mg₁₇Al₁₂(γ) birikimi son derece azdır. Yüksek sıcaklıklarda ise hem eşeksenel tane sınırlarında hem de tane içinde ayrılan (divorced) ötektik yoğunluğu artmış ve bu nedenle tane sınırları kalınlaşmıştır.
5. Ortalama tane boyutu 590°C sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda sıcaklık arttıkça hızlı bir şekilde artmış, 610°C sıcaklığında 65,3 μm ile en yüksek değere ulaşmıştır. 615°C'den itibaren %90 sıvı oranı etkisi ile taneler arası aşırı sıvılaşma ve sıvının tane sınırlarına penetrasyonu nedeniyle tane boyutu artışında kısmi düşüş gözlemlenmiştir. Aynı zamanda Şekil Faktörü 630°C sıcaklığında 0,852 değerine yükselmiştir.
6. 565-590°C yarı katı sıcaklık aralıklarında sıcaklık ve izotermal bekleme süresi arttıkça ortalama tane boyutu ve şekil faktörü artmıştır. Sabit sıcaklıkta artan bekleme süresi, tane boyutunu artırırken şekil faktörünü düşürme eğilimi göstermiştir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Bu çalışma, " Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi (BAP)" programı kapsamında 6273 numaralı proje ile desteklenmiştir.

KAYNAKÇA (REFERENCES)

- [1] Chang, Z., et al., Semisolid rheofforming of magnesium alloys: A review. *Materials & Design*, 2020. 195.
- [2] Feng, J., et al., Improved microstructures of AZ31 magnesium alloy by semi-solid extrusion. *Materials Science and Engineering: A*, 2021. 800.
- [3] Kiuchi, M. And R. Kopp, Mushy/semi-solid metal forming technology–Present and Future. *Cirp annals*, 2002. 51(2): p. 653-670.
- [4] Pola, A., M. Tocci, and P. Kapranos, Microstructure and properties of semi-solid aluminum alloys: a literature review. *Metals*, 2018. 8(3): p. 181.
- [5] Meng, Y., et al., Cold formability of AZ31 wrought magnesium alloy undergoing semisolid spheroidization treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 2015. 624: p. 148-156.
- [6] Türkeli, A., 7001 dövme alüminyum alaşımından SIMA yöntemiyle tiksotropik malzeme üretimi, 5. Denizli Malzeme Sempozyumu, 1993: p. 52-62.
- [7] Akbaş, N., Dövme alüminyum alaşımından SIMA yöntemi ile non-dendritik malzeme üretimi ve ısıl işlemi. 1995, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü: İstanbul.
- [8] Kırtay, S., Etial-24 ve Etial-44 alüminyum alaşımlarına yarı katı halde şekil verilmesi, mikroyapı ile mekanik özelliklerin incelenmesi. *Fen Bilimleri Ens. Yüksek Lisans Tezi*, 1997.
- [9] Kılıçlı, V., Yarı-katı döküm tekniği üretilen Al-Zn alaşımlarında yapı-özellik ilişkisinin incelenmesi. Mayıs 2010.
- [10] Neşet, A., AA2024 Alaşımında Sima Yöntemi İle Tiksotropik Yapı Üretimi Üzerine Yeniden Isıtma Sıcaklığının Etkisi. *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 2011. 26(2).
- [11] ÖZDEMİR, Z., Semi Solid Slurry Production for Thixocasting. 2016, M. Sc. Thesis, Marmara University Institute of Pure and Applied Sciences
- [12] Standard GB/T 5156: 2022 / Magnesium and magnesium alloy extruded profiles, in *Chemical Compositions Table 1*. 2022.
- [13] Tzimas, E. And A. Zavaliangos, Evaluation of volume fraction of solid in alloys formed by semisolid processing. *Journal of Materials Science*, 2000. 35(21): p. 5319-5330.
- [14] Mirković, D. And R. Schmid-Fetzer, Solidification Curves for Commercial Mg Alloys Determined from Differential Scanning Calorimetry with Improved Heat-Transfer Modeling. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2007. 38(10): p. 2575-2592.
- [15] Ohno, M., D. Mirkovic, and R. Schmid-Fetzer, Phase equilibria and solidification of Mg-rich Mg–Al–Zn alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2006. 421(1-2): p. 328-337.
- [16] Özer, M., Yarı-Katı Döküm tekniği İle üretilen Al-Si Alaşımlarında Yapı-özellik ilişkisinin incelenmesi. 2010.
- [17] Totalmateria Web Portal, AZ31B (GB). 2021.
- [18] Mohammadi, J., M. Ghoreishi, and Y. Behnamian, An investigation into the dissolution characteristics of γ precipitates in Mg-3Al-Zn alloy. *Materials Research*, 2014. 17(4): p. 996-1002.
- [19] Basu, I., Effect of Process Variables on the Microstructural Features for As-Cast Magnesium Alloys. 2011.
- [20] Dahle, A.K., et al., Development of the as-cast microstructure in magnesium–aluminium alloys. *Journal of light metals*, 2001. 1(1): p. 61-72.
- [21] Monas, A., et al., Divorced Eutectic Solidification of Mg-Al Alloys. *Jom*, 2015. 67(8): p. 1805-1811.
- [22] Zhao, Z., et al., Microstructural evolution of an ECAE-formed ZK60-RE magnesium alloy in the semi-solid state. *Materials Science and Engineering: A*, 2009. 506(1-2): p. 8-15.
- [23] Fan, L., et al., The semi-solid microstructural evolution and coarsening kinetics of AZ80-0.2Y-0.15Ca magnesium alloy. *Materials Characterization*, 2019. 154: p. 116-126.
- [24] Wang, L.-p., et al., Spheroidal microstructure formation and thixofforming of AM60B magnesium alloy prepared by SIMA process. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2012. 22: p. S435-s444.
- [25] Lin, C.-W., F.-Y. Hung, and T.-S. Lui, Microstructural Characteristics and Mechanical Behaviors of New Type SIMA Processed Aluminum Alloy, in *Aluminium Alloys - Recent Trends in Processing, Characterization, Mechanical Behavior and Applications*. 2017.

- [26] Jiang, J.-f., et al., Microstructure and mechanical properties of AZ61 magnesium alloy parts achieved by thixo-extruding semisolid billets prepared by new SIMA. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2013. 23(3): p. 576-585.
- [27] Xu, G., et al., Thermodynamic database of multi-component Mg alloys and its application to solidification and heat treatment. Journal of Magnesium and Alloys, 2016. 4(4): p. 249-264.