



**ANİSOTROPİK MEKANİK ÖZELLİK GÖSTEREN
FEMNCOCRNİ YÜKSEK ENTROPİLİ
MALZEMELERİN MİKRO YAPILARININ
İNCELENMESİ**

**2024
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ**

Batuhan BOSTANCI

**Tez Danışmanı
Dr. Öğr. Üyesi Sezer PIÇAK**

**ANİSOTROPİK MEKANİK ÖZELLİK GÖSTEREN FEMNCOCRNİ
YÜKSEK ENTROPİLİ MALZEMELERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

Batuhan BOSTANCI

**Tez Danışmanı
Dr. Öğr. Üyesi Sezer PIÇAK**

**T.C.
Karabük Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalında
Yüksek Lisans Tezi
Olarak Hazırlanmıştır**

**KARABÜK
Ocak 2024**

Batuhan BOSTANCI tarafından hazırlanan “ANİSOTROPİK MEKANİK ÖZELLİK GÖSTEREN FEMNOCORNI YÜKSEK ENTROPİLİ MALZEMELERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ” başlıklı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Dr. Öğr. Üyesi Sezer PIÇAK

.....

Tez Danışmanı, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından Oy Birliği ile Makine Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir. 15/01/2024

Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu)

İmzası

Başkan : Doç. Dr. Erdi KORKMAZ (KBÜ)

.....

Üye : Doç. Dr. Nafiz YAŞAR (DPÜ)

.....

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Sezer PIÇAK (KBÜ)

.....

KBÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile, Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Doç. Dr. Zeynep ÖZCAN

.....

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

“Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.”

Batuhan BOSTANCI

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ANİSOTROPİK MEKANİK ÖZELLİK GÖSTEREN FEMNCOCRNI YÜKSEK ENTROPİLİ MALZEMELERİN MİKRO YAPILARININ İNCELENMESİ

Batuhan BOSTANCI

Karabük Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı:

Dr. Öğr. Üyesi Sezer PIÇAK

Ocak 2024, 30 sayfa

Şiddetli plastik deformasyon (SPD), tane incelmesi sayesinde malzemelerde önemli bir mukavemetlenmeye yol açar. Ancak bilinen SPD teknikleri kullanılarak işlenen malzemelerin temel dezavantajı, düşük gerinim sertleştirme kapasitesinden dolayı heterojen şekil değişiminin ortaya çıkmasıdır. Bu çalışmada, yüksek sıcaklıklarda anormal olan CoCrFeMnNi yüksek entropi alaşımında (HEA) eş zamanlı ikizleme kaynaklı (TWIP) ve dönüşüm kaynaklı plastisiteyi (TRIP) etkinleştirmek için yüksek sıcaklıklarda eşit kanallı açısız presleme (ECAP) kullanıldı. Mekanik testler sonucunda, anizotropik çekme testi sonuçları elde edildi ve bu durum mikroyapıda ki ikizleme bantları ile ilişkilendirildi. Mikroyapısal özellikleri ortaya çıkarmak için geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ve elektron geri saçılımlı kırınım (EBSD) analizi yapıldı. Bu alaşımda dönüştürülmüş ve ikizlenmiş bölgelerin yanı sıra tane incelmesinin varlığı, oda sıcaklığında çekme deneylerinde tekdüze plastik

deformasyon kabiliyetine sahip yüksek bir mukavemet seviyesi (yaklaşık 1 GPa) sağlamıştır. TWIP/TRIP'in gözlemlenmesi, ECAP aracılığıyla uygulanan yüksek mukavemet seviyelerine ve mevcut HEA'nın nispeten düşük istifleme hatası enerjisi ile ilişkilendirilmiştir.

Anahtar Sözcükler : Sıcak şekil verme, Mikro yapı, Geçirimli elektron mikroskobu

Bilim Kodu : 91416

ABSTRACT

Master Thesis

EXAMINATION OF THE MICROSTRUCTURE OF FEMNCOCRNI HIGH ENTROPY MATERIALS SHOWING ANISOTROPIC MECHANICAL PROPERTIES

Batuhan BOSTANCI

Karabük University

Institute of Graduate Programs

Department of Mechanical Engineering

Thesis Advisor:

Assist. Prof. Dr. Sezer PIÇAK

January 2024, 30 pages

Severe plastic deformation (SPD) leads to significant strengthening of materials due to grain refinement. However, the main disadvantage of materials processed using known SPD techniques is the emergence of heterogeneous deformation due to low strain hardening capacity. In this study, equal channel angular pressing (ECAP) at high temperatures was used to enable simultaneous twinning-induced (TWIP) and transformation-induced plasticity (TRIP) in CoCrFeMnNi high entropy alloy (HEA), which is abnormal at high temperatures. As a result of mechanical tests, anisotropic tensile test results were obtained, and this was associated with twinning bands in the microstructure. Transmission electron microscopy (TEM) and electron backscatter diffraction (EBSD) analysis was performed to reveal microstructural features. The presence of transformed and twinned regions as well as grain refinement in this alloy provided a high strength level (about 1 GPa) capable of uniform plastic deformation

in tensile tests at room temperature. The observation of TWIP/TRIP has been attributed to the high levels of strength applied via ECAP and the relatively low stacking fault energy of the existing HEA.

Key Words : Severe plastic deformation, Microstructure, Electron backscatter diffraction

Science Code : 91416

TEŐEKKÜR

Bu tez alıŐmasının planlanmasında, araŐtırılmasında, yürütülmesinde ve oluşumunda ilgi ve desteęini esirgemeyen, bilgi ve tecrübelerinden yararlandıęım Sayın Dr. Öğr. Üyesi Sezer PIÇAK hocama sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca tez süresince bize maddi imkan sunan Karabük Üniversitesi'ne desteklerinden dolayı teşekkür ederim.

Sevgili eşime ve aileme vermiş oldukları manevi destek için tüm kalbimle teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL.....	Error! Bookmark not defined.
ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xii
BÖLÜM 1	1
GİRİŞ	1
BÖLÜM 2	5
LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	5
2.1. EŞİT KANAL AÇISAL EKSTRÜZYON PRENSİBİ.....	5
BÖLÜM 3	8
DENEY TASARIMI ve YÖNTEMİ.....	8
BÖLÜM 4	13
DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	13
4.1 ELEKTRON GERİ SAÇILIM KIRILIM ANALİZİ (EBSD)	13
4.2 XRD ANALİZİ	16
4.3 GEÇİRİMLİ ELEKTRON MİKROSKOBU ANALİZİ (TEM).....	17
4.3 ÇEKME TESTİ	20
BÖLÜM 5	23
SONUÇ	23

	<u>Sayfa</u>
KAYNAKLAR	25
ÖZGEÇMİŞ	30

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

- Şekil 1.1. Metalik sistemlerde element sayısının artırılmasıyla konfigürasyonel entropi şansı 3
- Şekil 3.1. Kullanılan ECAP kalıp kanalının şematik gösterimi. LD: Boyuna Yön, FD: Akış Yönü, ED: Ekstrüzyon Yön [31] 10
- Şekil 3.2. Çeşitli kalınlıktaki (0,7-1,3 mm) çekme numunelerinin şematik gösterimi 11
- Şekil 4.1. Döküm ve 900 °C'de sıcak ekstrüzyon (uzunlamasına düzlemde görüntülenmiştir) CoCrFeMnNi yüksek entropi alaşımının elektron geri saçılma kırınımı (EBSD) görüntülemesi yoluyla mikroyapısal karakterizasyonu). (a) ve (b) ters kutup şekli (IPF) haritaları..... 14
- Şekil 4.2. Döküm ve 900 °C'de sıcak ekstrüzyon (uzunlamasına düzlemde görüntülenmiştir) CoCrFeMnNi yüksek entropi alaşımının elektron geri saçılma kırınımı (EBSD) görüntülemesi yoluyla mikroyapısal karakterizasyonu). (a) ve (b) sırasıyla faz haritalarını temsil etmektedir. 14
- Şekil 4.3. 900/700/300 °C'de sıcak ekstrüzyon (uzunlamasına düzlemde görüntülenmiştir) CoCrFeMnNi yüksek entropi alaşımının elektron geri saçılma kırınımı (EBSD) görüntülemesi yoluyla mikroyapısal karakterizasyonu). 16
- Şekil 4.4. XRD analizi a) ECAP 2C-900-900 b) ECAP 2C-900-300 c) ECAP 2C-300-300 d) ECAP 3C-700-500-300. Tüm XRD açıları fcc kristallerine aittir.17
- Şekil 4.5. Parlak alan ve karanlık alan TEM görüntüleri ve karşılık gelen SADP'ler, ECAP prosesine maruz kalmış (900°C-300°C) CoCrNiFeMn'nin mikroyapısal özelliklerini göstermektedir. (a) tane yapısını, ikizlenmeyi ve ϵ -martensiti (b) dislokasyon yapısına sahip uzatılmış ultra ince taneleri, (c) yüksek yoğunluklu ϵ -martensit/ikiz lamelleri gösteren genel mikro yapı gözlemi. (a)'nın yakınlaştırılmış görüntüleri şunları gösterir: (d) nano ikizler ve birincil ikizlenmenin karanlık alan görüntüleri, ikiz sistemi tanımlayan karşılık gelen SAD modeli (ek), (e) suşun neden olduğu ϵ -martensit ve karanlık alan ϵ -martensitin görüntüleri, (f) ϵ -martensiti tanımlayan (e)'nin karşılık gelen SAD modeli. (g) dislokasyon düğümlerini (DT'ler) ve dislokasyon hücre yapısını (DC) gösteren uzun bir tane etrafındaki dislokasyon yapıları, (h) fcc kristal eki DP'nin çizgilenme noktasının karanlık dosyalanmış görüntüsü (i) büyük dislokasyon hücre yapılarına sahip bir bölge ilgili SAD modeli [31]. 19
- Şekil 4.6. Sırasıyla 900-500-300 °C'de sıcak ekstrüzyona tabi tutulan CoCrFeMnNi HEA'lar, ED ve FD yönü boyunca oda sıcaklığında çekme deneyi sonuçları. 21

ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 1.1. 8 elemente kadar eş molar alaşımların ΔS_{conf} 'u	4
Çizelge 3.1. Üç kütük için ECAP proses koşulları ve parametreleri [31].....	9

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Tarihte malzeme bilimindeki bilim adamlarının çoğu, geleneksel alaşımlar olarak adlandırılan, bir ana elemente ve bir veya daha fazla ikincil elemente bağlı olarak devasa alaşımlar tasarlamaya ve üretmeye çalıştı. Yirmi birinci yüzyılda Brian Cantor ve Jien-Wei Yeh adlı iki bilim adamı bağımsız olarak geleneksel alaşımların dışında çığır açan bir keşif yaptılar [1–3]. Çok fazlı alaşımlardan bazıları ilk kez yüksek entropili alaşımlar (YEA'lar) olarak icat edildi.

Brian Cantor ve öğrencisi Alain Vincent, en az 5, hatta 20'ye kadar bileşeni karıştırarak çeşitli eş atomlu alaşımlar elde etti. Eşit atomlu CoCrFeMnNi'nin tek fazlı dendritik FCC yapısı oluşturduğu gözlenmiş ve X-ışını kırınım deneyi ile CoCrFeMnNi'nin kafes parametreleri hesaplanmıştır [1]. Bu çalışmada çok önemli sonuçlar ortaya çıktı. İlk sonuç, Cu, V, Mo ve Ge gibi diğer bazı bileşenlerin CoCrFeMnNi'ye eklenmesinin aynı FCC fazını gösterdiği, ancak daha fazla elektronegatif bileşen eklenmesinin alaşımı diğerlerinden daha az kararlı hale getirdiği idi. Cantor da bu iddiasını Gibbs faz kurallarıyla kanıtlamıştır [1]. Bir diğer önemli sonuç ise 20 ve 16 bileşenli alaşımların diğer alaşımlara göre çok fazlı olduğudur. Bununla birlikte özellikle Cr, Mn, Fe, Co, Ni bakımından zengin olan daha fazla bileşen içeren alaşımlar esas olarak FCC yapısı göstermektedir [1–4].

Çok bileşenli alaşım sistemleri üzerinde çalışan bir başka bilim adamı Jien-Wei Yeh, yüksek karışım entropi özelliğinin tek fazlı alaşımlar için önemli olduğunu gösterdi. Deneylerde yeterince yüksek karıştırma entropisi elde etmenin, malzemenin olağanüstü özellikleri için gerekli olan bir alaşımdaki faz sayısını azaltabileceğini belirtti [1–4]. Ark eritme tekniği kullanılarak beş ile dokuz bileşenli 40 eşit atomlu alaşım üretildi. Yeh, ilk çalışmasında HEA'ların sertliğine odaklandı ve dokuz elementli HEA'lar dışında bileşen

sayısı arttıkça alaşımın sertliğinin de arttığı sonucuna vardı. Araştırma ekibi, sertlik deneylerinin yanı sıra, HAE'lerin aşınma davranışı, tavlama davranışı, deformasyon davranışı ve ince film biriktirme ve kaplama çalışmaları da yürüttü. Üretilen tüm HEA'lar, HCl, HF, H₂SO₄ ve HNO₃ gibi güçlü asidik çözeltilere rağmen mükemmel korozyon direnci gösterdi. Bu deneylerle yüksek entropi etkisi, kafes bozulma etkisi, yavaş difüzyon etkisi ve kokteyl etkisi gibi benzersiz özelliklere sahip HEA'ları tanıttı.

YEA'ların tarihini takiben, yüksek konsantrasyonlarda alaşım oluşturma fikri Cantor ve diğerleri tarafından ortaya atılmıştır. Yeh ve ark. [3] Cantor ve ark. [3] birçok eşit atomlu alaşım sistemi üzerinde çalıştı ve tek fazlı yüzey merkezli kübik (fcc) CoCrFeMnNi YEA'yı (Cantor Alaşımı olarak adlandırılır) araştırdı [2]. Öte yandan Yeh ve arkadaşları beş veya daha fazla temel öğeden oluşan bir HEA sistemi başlattı. Her bir bileşenin atom yüzdesi %5 ila %35 arasında değişebilir; bu da büyük bir katı çözeltili fazı oluşturma eğilimi gösteren yüksek karıştırma entropisi üretir. Termodinamikten, eğer Gibbs serbest karıştırma enerjisi intermetalik Gibbs serbest enerjisinden daha az negatifse, alaşım sistemi katı çözeltili fazı üretmek için bir denge durumuna ulaşır. Karışımın Gibbs serbest enerjisi, Denklem 1.1'e göre karışım entropisi arttıkça daha az negatif değere sahiptir:

$$\Delta G_{mix} = \Delta H_{mix} - T\Delta S_{mix} \quad (1.1)$$

burada ΔG_{mix} , Gibbs serbest karıştırma enerjisidir ve ΔH_{mix} , T, ΔS_{mix} sırasıyla karışım entalpisi, sıcaklık ve karışım entropisidir. İstatistiksel termodinamiğe göre ΔS_{conf} , bir sistemin entropisinin bir kısmını termodinamik sistem bozukluğunun bir ölçüsü olarak tanımlar ve Boltzmann denklemi kullanılarak hesaplanabilir:

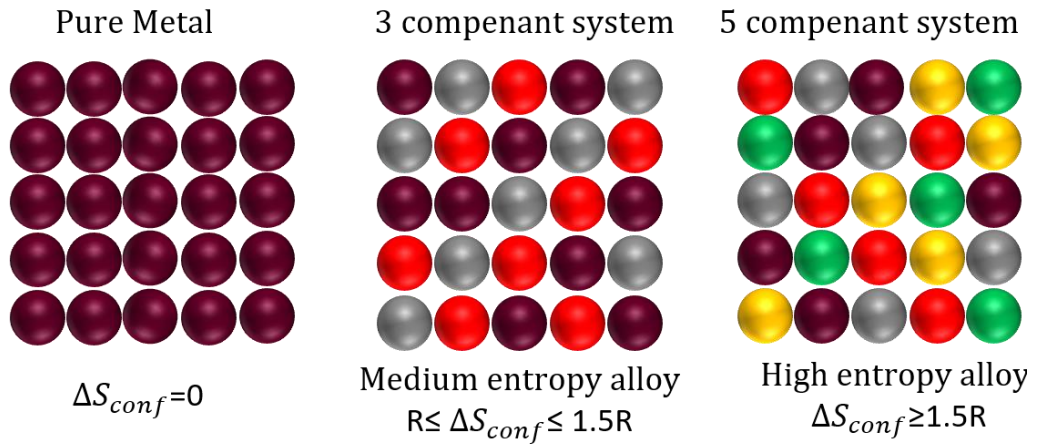
$$\Delta S_{conf} = kb \ln w \quad (1.2)$$

Burada ΔS_{conf} , bir sistemin molü başına konfigürasyon entropisindeki farktır; burada her bir elemanın atomik yüzdesi %5 ile %35 arasında değişir. Boltzmann sabiti kb'dir ve w, mikrodurumların sayısını temsil eder [5]. ΔS_{mix} , konfigürasyonel entropi ile değiştirilebilir çünkü ΔS_{conf} , dört katkıda bulunan ΔS_{mix} 'in üç katkıda bulunmasına hakimdir; konfigürasyonel titreşim, manyetik dipol ve elektronik rastgelelik ve konfigürasyonel entropi. Son olarak ΔS_{conf} Denklem 1.3 [6] olarak yazılabilir.

$$\Delta S_{conf} = -R \sum_{i=1}^n \frac{1}{n} \ln X_i \quad (1.3)$$

Burada n elementlerin sayısıdır, X_i i'inci elementin mol kesirleridir ve R gaz sabitidir (8,31 Joule/Mol.K).

Denklem 1.3'e [1] göre rastgele bir çözüm durumunda konfigürasyon entropisi $1.5R$ 'ye eşit veya daha büyükse alaşım sistemi YEA olarak tanımlanabilir. Bir ila iki elementten oluşan geleneksel alaşımlar düşük entropili alaşımlar olarak adlandırılırken, üç bileşenli alaşım sistemleri Şekil 1.1 ve Tablo 1.1'de gösterildiği gibi orta entropili alaşım olarak kabul edilir.



Şekil 1.1. Metalik sistemlerde element sayısının artırılmasıyla konfigürasyonel entropi şansı.

Bu alaşımların faz stabilitesi, onları pratikte çekici kılan şey, tek fazlı katı çözeltinin bireysel metalik bileşenlerle orantılı olarak, yüksek karıştırma entropileri ile artırılır [7]. YEA'lar dört ana özelliği paylaşır; yüksek entropi seviyeleri, yavaş atomik yayılma [8], nispeten büyük kafes distorsiyonu ve sözde kokteyl etkisi [2]. Bu özellikleri onları geleneksel alaşımlardan ayırır. YEA kafesleri, tüm katı atomların farklı atom boyutlarına sahip olması nedeniyle oldukça bozuktur [13]. Yüksek kafes distorsiyonu nispeten yüksek mukavemetlerine katkıda bulunur [9] ve atomik hareketi engeller, bu da difüzyon hızını kısıtlar (yavaş difüzyon) [8]. Ayrıca HEA'lar, çok prensipli elemanların dahil edilmesinden (kokteyl etkisi) dolayı atomik ölçekte kompozit bir malzeme olarak kabul edilmiştir [10]. Alaşım özellikleri, daha hafif

elementler (düşük yoğunluk için) [11], pasif oksit tabakası oluşturu elementler (daha yüksek korozyon direnci için) [12] veya benzeri [8] kullanılarak çok bileşenli element türlerinin ayarlanması yoluyla değiştirilebilir. Ek olarak, klasik metalurjik güçlendirme ve toklaştırma mekanizmaları çökelme sertleşmesi [17], deformasyon ikizlemesi [13,14] ve martensitik dönüşüm [15] yoluyla kullanılabilir.

Çizelge 1.1 8 elemente kadar eş molar alaşımların ΔS_{conf} 'u.

n	1	2	3	4	5	6	7	8
ΔS_{conf}	0	0.69	1.1R	1.39R	1.61R	1.79R	1.95R	2.08R
Alloys	Low Entropy $\Delta S_{conf} \leq R$		Medium Entropy $(R \leq \Delta S_{conf} \leq 1.5R)$			High Entropy $(\Delta S_{conf} \geq 1.5R)$		

BÖLÜM 2

LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

HEA'lar katı çözeltilerini oluşturur ve yalnızca dislokasyon plastisitesinden değil aynı zamanda ikizleme kaynaklı plastisite (TWIP) [16,17] ve dönüşümün neden olduğu plastisite (TRIP) [15] yoluyla da dikkate değer iş sertleştirme oranı ile yüksek mukavemet-süneklik kombinasyonu gibi benzersiz özellikler sergiler. Eşit atomlu CoCrFeMnNi alaşımı, dislokasyon kaymasından deformasyon ikizlenmesine geçişle ilişkili düşük sıcaklıklarda olağanüstü mukavemet-süneklik kombinasyonu sergileyen, stabil fcc kristal yapısına sahip en iyi bilinen HEA'dır [18].

CoCrFeMnNi HEA'nın en büyük dezavantajı düşük akma dayanımıdır (σ_y) [18]. Şiddetli plastik deformasyonun (SPD) yakın zamanda HEA'ların [5-10] (σ_y)'sini arttırmak için uygun bir yöntem olduğu gösterilmiştir. Bununla birlikte, SPD ile işlenmiş HEA'ların çoğu, iş sertleşmesindeki önemli azalma ve işlemden sonra kusur yoğunluklarının doyması nedeniyle düşük süneklik seviyeleri sergiler [19–24]. Kısıtlı plastik deformasyon kabiliyetini ortadan kaldırmak için, alaşımlar genellikle SPD'den sonra mukavemet azalmasına rağmen plastik deformasyon yeteneğini arttırmak için ısıtılı işlemlere maruz bırakılır [21,23,24]. Tavlama, hata miktarını azaltarak veya farklı eksenli dağılımı elde ederek boyun vermenin başlangıcını geciktirip, gerinim sertleşme oranını artırabilir [25,26]. Yüksek sıcaklıklarda tavlama aynı zamanda beklenmedik çökeltiler oluşturabilir [27] veya faz ayrışmasına neden olabilir [28].

2.1. EŞİT KANAL AÇISAL EKSTRÜZYON PRENSİBİ

Eşit kanallı açısız presleme (ECAP-Equal Channel Angular Pressing), istenen deformasyon seviyelerine ulaşmaya kadar tekrarlanan işlemlere izin veren sabit bir kesit alanını

korurken, basit kesme yoluyla dökme malzeme boyunca homojen bir deformasyon elde etme kabiliyeti nedeniyle diğer SPD tekniklerine kıyasla avantajlıdır [29]. ECAP nispeten büyük numunelere uygulanabilir [30] ve bu nedenle çeşitli uygulamalar için potansiyel olarak güçlü ve sünek alaşımlar üretmek için kullanılabilir. Her ne kadar ECAP birçok fcc alaşımının tane boyutunun incelttilmesinde kullanılmış olsa da, HEA'larda tane inceltme için ECAP çalışmış az sayıda çalışma vardır [19,20,31]. Shahmir ve arkadaşları [19], 110° kanal açısına sahip bir ECAP kalıbında 400 °C'de dört geçişli ECAP sonrasında gerilim altında gerinim sertleşmesi olmadan CoCrFeMnNi ($d \approx 100$ nm) içindeki tanecik incilmesi nedeniyle yüksek akma mukavemeti (~ 1 GPa) rapor etmiştir. Benzer şekilde, 120 °kanal açısına sahip bir kalıpta 3 geçişli ECAP sonrasında CoCrNi orta entropi alaşımında süneklik kaybına rağmen (%80'e karşı %8) çok yüksek akma dayanımı (~ 1.2 GPa) elde edilmiştir [20]. Pıçak ve arkadaşları, ECAP deformasyonuna maruz kalmış CoCrFeMnNi HEA'un mikro yapılarını TEM aracılığı ile yüksek çözünürlükte araştırmışlardır [31]. TEM metoduyla mikroyapılar incelenmiş ve tanelerin çoğunlukla uzatılmış ultra ince taneler (UFG) 'den oluştuğunu göstermişlerdir. Yüksek sıcaklık deformasyonuna rağmen deformasyon ikizlenmesi ve ϵ martensit bantlarının eş zamanlı oluştuğu tespit edilmiştir [31]. Daha önce bildirildiği gibi, UFG ve nano boyutlu taneler, dislokasyon plastisitesini baskılayarak yüksek istifleme hatası enerjili (SFE) malzemelerde bile ikizlenmenin aktivasyonunu destekleyebilir [32]. Seçilen alan kırınım modeli (SADP) ve Şekil 2.2 d'deki karanlık alan görüntüsü, bu çalışmada ikizlenmenin varlığını kanıtlamaktadır. İkizlenmeye benzer şekilde, Şekil 2.2e ve 2.2f 'de nano ölçekli boyutta ϵ -martensit oluşumunda ispatlanmıştır [31].

Deformasyon, ikizlenmesi etkili tane inceltme yöntemlerinden biridir çünkü ikiz sınırlar dislokasyon hareketine karşı bariyer görevi görerek Hall-Petch sertleşmesine yol açar. CoCrFeMnNi'de oda sıcaklığında deformasyon ikizlenmesi nadiren bildirilirken, sıklıkla kriyojenik sıcaklıklarda gerçekleşir [33]. TRIP, özellikle ortam ve düşük sıcaklıklarda fcc kristallerinde sertleşmeye yol açan bir başka deformasyon mekanizmasıdır [34]. Bu nedenle fcc kristallerinde daha iyi mekanik özellikler için hem TWIP hem de TRIP arzu edilir.

SPD sırasında CoCrFeMnNi HEA'da tane inceltmesinin yanı sıra TWIP/TRIP gibi başka güçlendirme mekanizmalarının meydana gelmesi sonucu mekanik özellikler iyileştirilmiş olsada [31], mekanik özelliklerin izentropik olup olmadığı

incelenmemiştir. Bu tez kapsamında, deformasyon yönüne bağı olarak, deformasyon modlarının (ikizleme veya martenzetik dönüşüm) malzeme tokluğuna etkisi değeriendirelecektir.

BÖLÜM 3

DENEY TASARIMI ve YÖNTEMİ

Bu tez çalışmasında kullanılan malzemelerin incelenmesi, işlenmiş malzemenin sonuçlarını karşılaştırmak için önemliydi. ECAP prosesi öncesinde döküm malzemesi (as-cast) ve sıcak ekstrüde (HE-hot-rolled) numuneleri, Elektron Geri Saçılım Kırınımı (EBSD) ve Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) ile incelenmiştir.

HE malzeme, ECAP için 2,5 x 2,5 cm² kesitli, telli elektrik deşarjlı işleme (EDM) yoluyla kütükler halinde kesildi. Burada kullanılan tüm ECAP parametreleri Tablo 1'de listelenmiştir. Bu çalışmada ECAP için kullanılan Rota C, her geçiş arasında +180 ° dönüş içerir. ECAP kütükleri ve bunların 90° açılı kalıp kanallarına göre yönelimleri Şekil 1'de gösterilmektedir [35].

İkinci olarak, başlangıç tane boyutunu hesaplamak ve döküm halindeki malzemelerin mikro yapısını gözlemek için EBSD çalışması yapılmıştır. EBSD gözlemlerinin ana amacı, ECAP işleminden önce ve sonra malzemenin ortalama tane boyutunu karşılaştırmaktır. Bu nedenle malzemenin tane boyutunu bilmek, malzemelerin mekanik davranışları ile mikro yapısını ilişkilendirmek için iyi bir göstergedir.

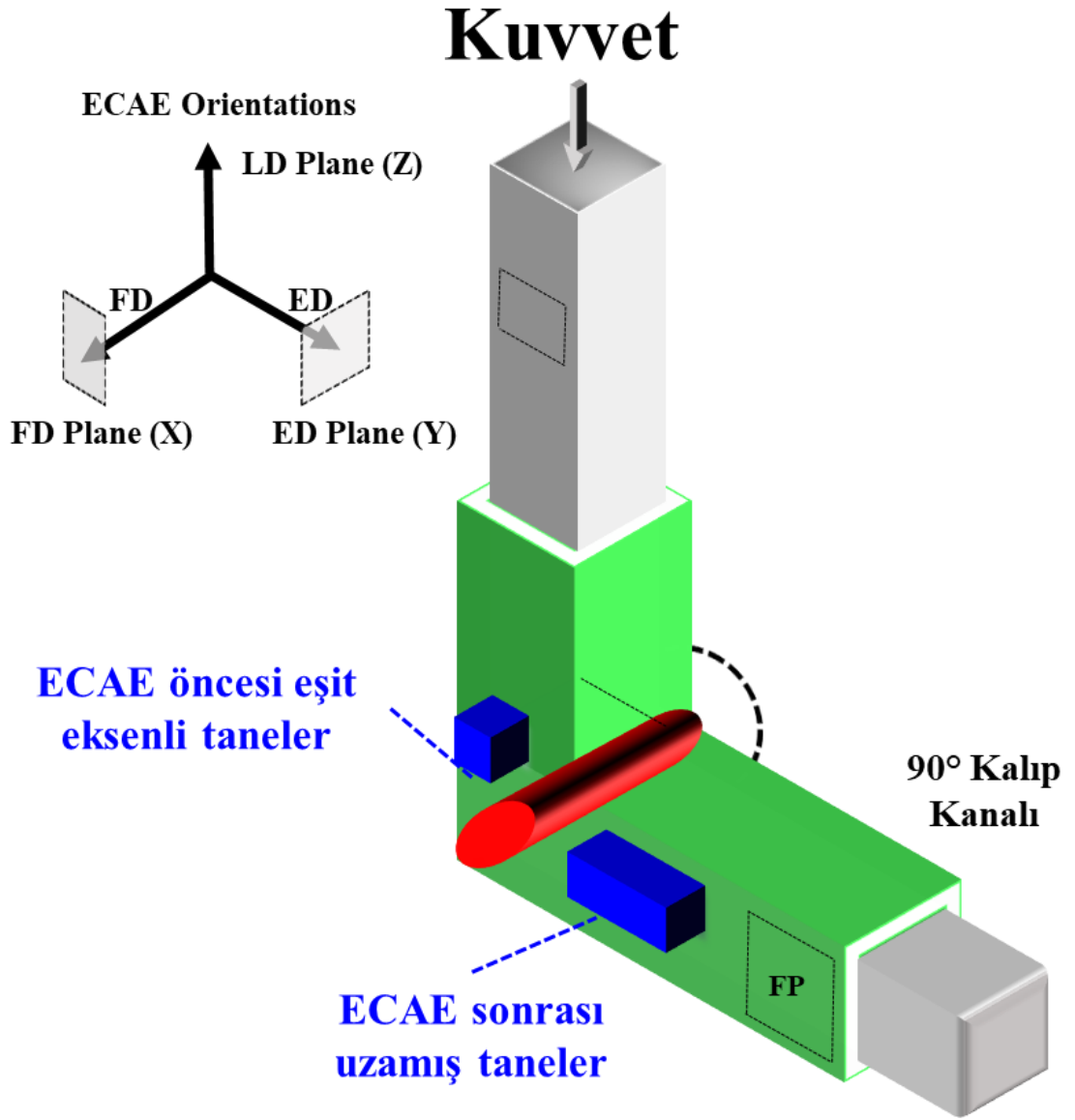
CoCrFeMnNi'nin ECAP deformasyonu yüksek homolog sıcaklıklarda gerçekleştirildi. 2C-900 1000°C dışında oksidasyonu önlemek için kullanılan Argon dolgusu altında homojenleştirilmiş malzeme elde etmek için tüm kütüklere 1200 °C'de iki saat ısıl işlem uygulandı. Isıl işlemde ve her geçişten sonra, ECAP prosesi tarafından üretilen mikro yapıyı korumak ve oksidasyonu önlemek için kütükler oda sıcaklığında suyla hızlıca soğutuldu. Malzemeyi oksidasyondan korumanın bir diğer yöntemi de kütüklerin her geçişten bir gün önce seramik bazlı kaplamayla kaplanmasıydı. Ayrıca, seramik bazlı bir kaplamanın kullanılması, düzgün bir ECAP prosesinin gerçekleştirilmesi ve kalıbın

soğuması nedeniyle kayma lokalizasyonunun önlenmesi açısından yararlı olmuştur. Her ECAP işleminden önce kalıp 300°C'ye önceden ısıtıldı. ECAP kanallarında yağlayıcı kullanılmasına rağmen ECAP işlemi sırasında yüksek yük oranı gözlemlendi. Dolayısıyla bazı kütükler için sadece iki geçiş yaparken, bazılarında daha fazla geçiş yapıldı.

Çizelge 3.1 Üç kütük için ECAP proses koşulları ve parametreleri [31].

	2C-900-900°C	2C-900-300°C	3C-900-700-500°C
Isıl İşlem Sıcaklığı (°C) ve Süresi	-	1200°C 2 Saat	1200°C 2 Saat
İlk Geçiş Sıcaklığı (°C)	900°C	900°C	900°C
İkinci Geçiş Sıcaklığı (°C)	1000°C	300°C	700°C
Üçüncü Geçiş Sıcaklığı	-	-	500°C
Her Geçiş için Rotalar	1A 2C	1A 2C	1A 2C 3C
Her Geçiş için Ekstrüzyon Hızları (inç/sn)	0.5 0.5	0.5 8.33×10^{-4}	0.5 0.5 0.2

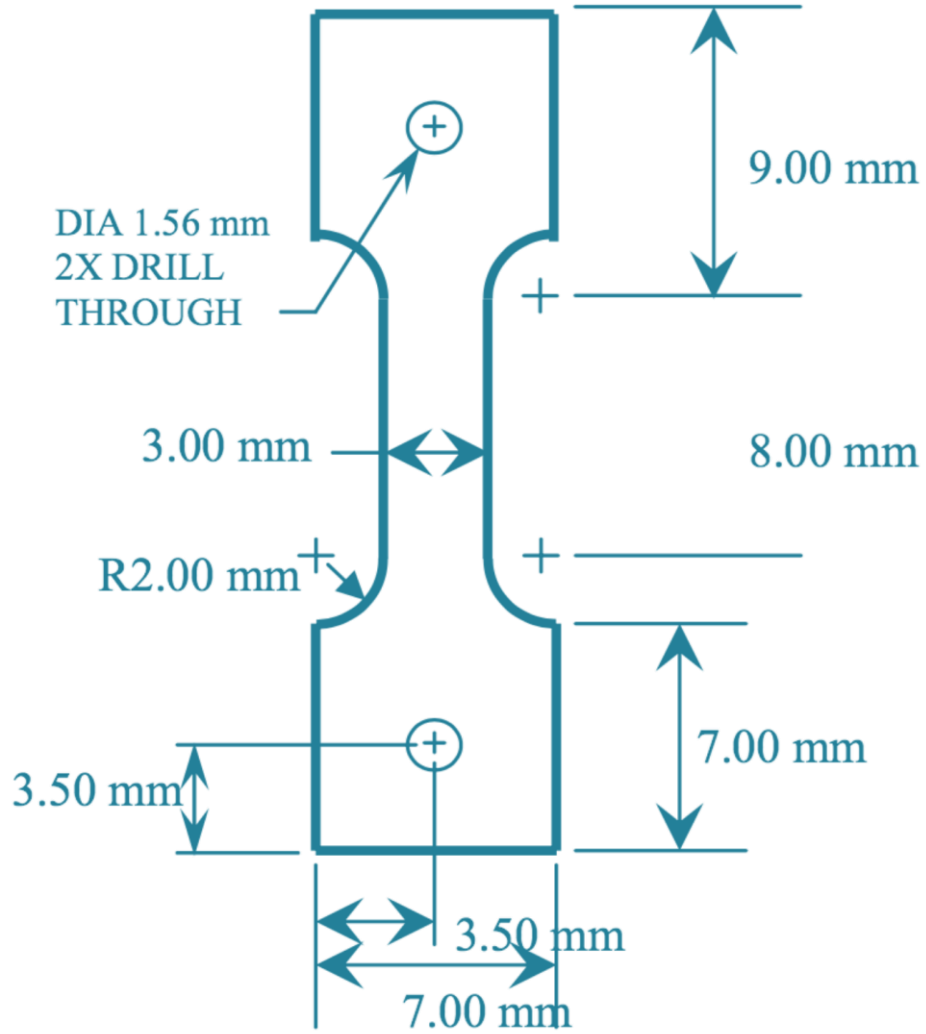
ECAP işleminin ardından kütükler EDM vasıtasıyla çekme numuneleri, basma numuneleri, SEM numuneleri ve TEM numuneleri olarak kesildi. FD, LD, ED'nin sırasıyla akış yönlerini, uzunlamasına yönleri ve ekstrüzyon yönlerini temsil ettiği kesme şemasının bir diyagramı Şekil 3.1'de gösterilmiştir.



Şekil 3.1 Kullanılan ECAP kalıp kanalının şematik gösterimi. LD: Boyuna Yön, FD: Akış Yönü, ED: Ekstrüzyon Yön [31].

ECAP'ten sonra kütükler, ekstrüzyon yönü boyunca EDM yoluyla "Köpek Kemliği" şeklindeki düz çekme numuneleri ve sıkıştırma numuneleri halinde kesildi (Şekil 2.2). Gerilme numuneleri 8 mm x 3 mm x 1,2 mm ölçüleriyle kesildi. Sıkıştırma numuneleri 4 mm x 4 mm x 8 mm'lik dikdörtgen prizmalar halinde kesildi. Gerilme ve basma testleri, gerilimi kaydetmek için doğrudan numunelere bağlanan bir MTS ekstensometreye sahip bir MTS servo-hidrolik test çerçevesi kullanılarak gerçekleştirildi. Testler $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ gerinim oranında gerçekleştirildi. Deneyle her durum için 3 kez tekrarlandı. Elektron Geri Saçılımlı Kırınım (EBSD) görüntüleme

numuneleri mekanik olarak taşlandı ve bir VibroMet 2 titreşimli cilalayıcıda koloidal silika ile 0,04 µm'lik son adıma kadar cilalandı.



Şekil 3.2 Çeşitli kalınlıktaki (0,7-1,3 mm) çekme numunelerinin şematik gösterimi.

ECAP numunelerinin çekme testleri, Teststar II sistemi ile kontrol edilen bir MTS servo hidrolik test cihazı kullanılarak gerçekleştirildi. Çekme testleri, yükleme sırasında yer değiştirme kontrolü ve boşaltma sırasında kuvvet kontrolü ile yapıldı. Eksenel gerinimi kaydetmek için eksransometre çekme testlerinde kullanıldı. Çekme testleri, kopuncaya kadar 4×10^{-3} s gerinim hızında test edildi. Sonuçları uygulanan kuvvetin yönüne bağlı olarak ED, LD veya FD olmak üzere üç grupta sınıflandırılan çekme testleri oda sıcaklığında gerçekleştirildi. Tekrarlanabilirliği kontrol etmek ve şekil etkilerinden ve ekstansometreden kaynaklanan hataları en aza indirmek için deneyler her kütük ve her yön için birkaç kez tekrarlandı.

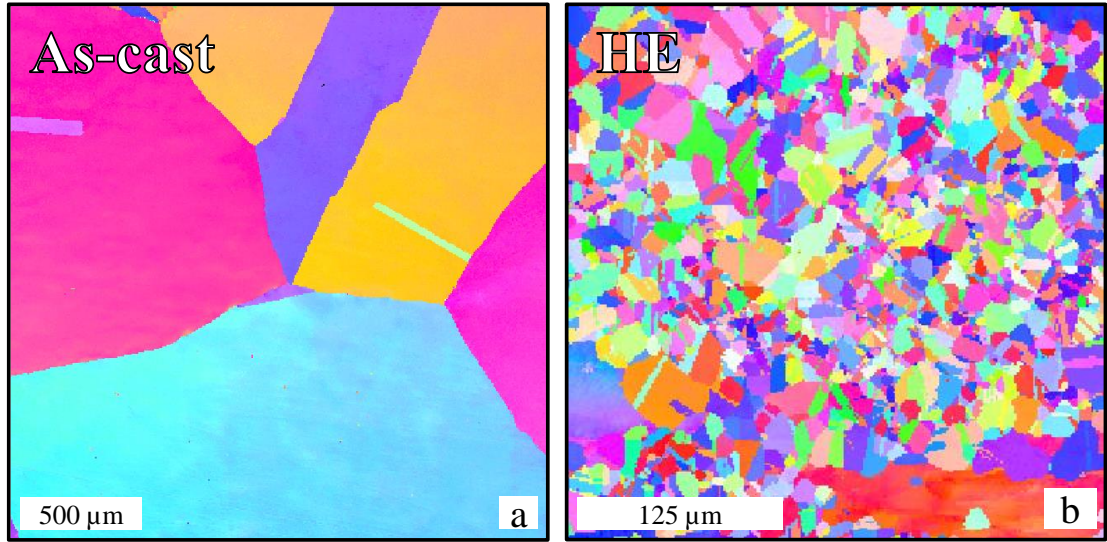
Tane yönelimleri ve boyutları, 20 kV hızlanma voltajına sahip bir Tescan FERA-3 SEM üzerinde Oxford Instruments AZtecHKL EBSD sistemi kullanılarak görüntüledi. Transmisyon elektron mikroskobu (TEM) folyoları, -20 °C'de bir metanol çözeltisi içinde hacimce %20 H₂SO₄ ile ikiz jet elektro-parlatma işlemine tabi tutuldu. TEM mikrografları FEI Tecnai G 2 F20 elektron mikroskobu kullanılarak 200 kV'de kaydedildi.

BÖLÜM 4

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

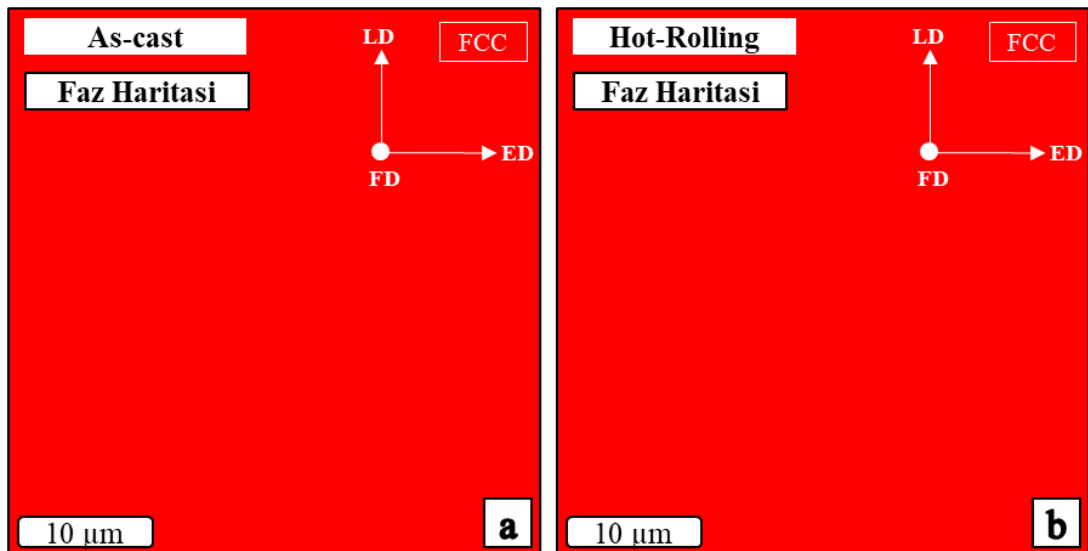
4.1 ELEKTRON GERİ SAÇILIM KIRILIM ANALİZİ (EBSD)

Tane boyutunu, morfolojisini ve yönelimini ortaya çıkarmak için As-cast, HE ve ECAP ile işlenmiş CoCrNiFeMn HEA'lar sırasıyla enine düzlemde ve akış düzleminde (FP) EBSD kullanılarak görüntülendi (Şekil 4.1). EBSD ters kutup şekli (IPF) görüntüleri ve tane boyutu dağılımları Şekil 4.1'de gösterilmektedir. As-cast ve HE durumunda, görüntü kalitesi (IQ) haritasına sahip IPF, tanelerin çoğunun yüksek açılı tanecik sınırlarıyla ayrıldığını ortaya koymaktadır (Şekil 4.1 a). As-cast numunesinin mikro yapısı ince eş eksenli oldukça büyük tanelerden oluşurken, sıcak çekme sonrası (HE) daha küçük tane dağılımı gözlemlenmiştir. ECAP numunesinin tane yapısı heterojen tane boyutu dağılımı göstermektedir.



Şekil 4.1 Döküm ve 900 °C'de sıcak ekstrüzyon (uzunlamasına düzlemde görüntülenmiştir) CoCrFeMnNi yüksek entropi alaşımının elektron geri saçılma kırınımı (EBSD) görüntülemesi yoluyla mikroyapısal karakterizasyonu). (a) ve (b) ters kutup şekli (IPF) haritaları.

Şekil 4.2'deki faz haritaları bu ölçekte tüm koşulların fcc yapısına sahip olduğunu göstermektedir. Tane boyutlarının analizi, HE, 2C@90 0/90 0 (B1) ve 2C@900/300 (B2) ECAP numunelerinin ortalama tane boyutlarını $8,86 \pm 5 \mu\text{m}$, $1,18 \pm 1 \mu\text{m}$ ve $0,46 \pm 0,4$ olarak vermektedir.



Şekil 4.2 Döküm ve 900 °C'de sıcak ekstrüzyon (uzunlamasına düzlemde görüntülenmiştir) CoCrFeMnNi yüksek entropi alaşımının elektron geri saçılma kırınımı (EBSD) görüntülemesi yoluyla mikroyapısal karakterizasyonu). (a) ve (b) sırasıyla faz haritalarını temsil etmektedir.

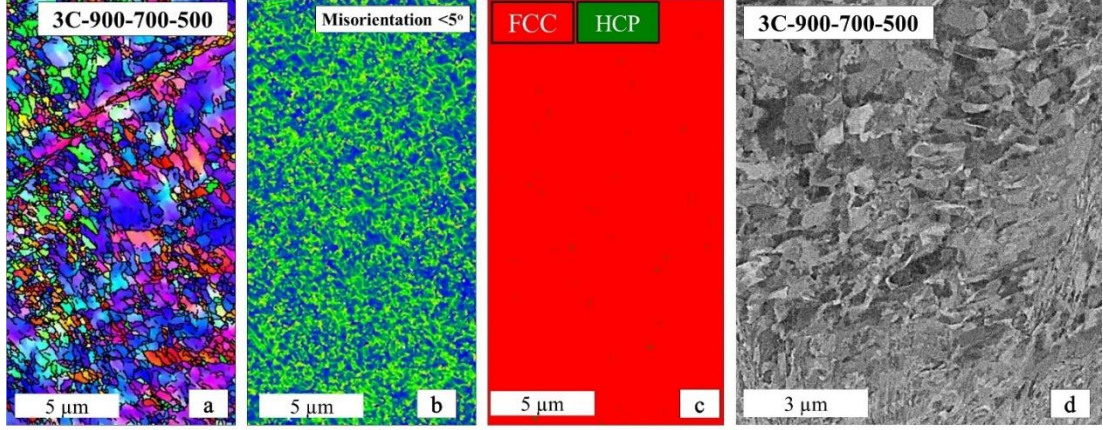
ECAP sonrası benzer şekilde tane boyutunu, morfolojisini ve yönelimini ortaya çıkarmak için işlenmiş CoCrNiFeMn HEA'lar akış düzleminde (FP) EBSD kullanılarak görüntülendi. B3 ECAP numunelerinin tane yapısı heterojen tane boyutu dağılımı göstermektedir. Şekil 5'deki faz haritaları bu ölçekte tüm koşulların fcc yapısına sahip olduğunu göstermektedir. Tane boyutlarının analizi, 2C@900/900 (B1), 2C@900/300 (B2) ve 2C@900/700/500 (B3) ECAP numunelerinin ortalama tane boyutlarını $1,86 \pm 5 \mu\text{m}$, $1,18 \pm 1 \mu\text{m}$ ve $0,46 \pm 0,4$ olarak vermektedir.

Şekil 4.3'de ECAP sonrası dislokasyon yoğunluğu gözlemlenmektedir. ECAP sonrası açıkça görüldüğü üzere deformasyonu miktarı artmaktadır. Deformasyon yoğunluğunun malzemenin akma mukavemetinde ciddi artışa sebep olması beklenirken, şekil değiştirme kabiliyetinde de düşüş görülmesi beklenebilir. Şekil 4.3'de ECAP sonrası malzemenin faz yapısı incelenmiştir. İhmal edilebilir düzeyde hcp fazlar görünmesine rağmen yapının büyük oranda fcc faza sahiptir. Şekil 4.3 d'de taramalı electron mikroskobu EBSD sonuçlarına paralel olarak heterojen tane yapısı dağılımını göstermektedir. Bu tarz bir mikro yapının anisotropik mekanik sonuçlar göstermesi beklenmektedir.

B3'deki tane boyutları, heterojen bir mikro yapıya sahip HE numunesine kıyasla ECAP'tan sonra dahada inceltiştir (Şekil 4.3 a). İlk ECAP geçişinden sonra toplam kusur yoğunluğunun önemli ölçüde artmadığı bilinmektedir [36]. Bununla birlikte, tane sınırı (GB) karakter dağılımı ve mikro yapının homojenliği, ilave geçiş sayısı ile daha da gelişir. İkinci ve üçüncü geçişte ECAP sıcaklığındaki düşüş, ECAP numunesinde daha fazla tanecik incelmeye yol açar (Şekil 4.3 a).

Şekil 4.3'deki B3 ECAP numunesinin daha yüksek çözünürlüklü EBSD haritası, kompozit bir mikro yapı oluşturan iki farklı bölgeyi ortaya koymaktadır. Bazı bölgeler büyük, uzun bir taneden oluşurken, ikinci bölge yeniden kristalize edilmiş ultra ince tanecikleri (UFG) içerir. Bu heterojen mikro yapı, plastik deformasyon sırasında kompozit bir etkiye yol açar; yani büyük taneler, uzatılmış plastik deformasyon sağlarken, küçük taneler güçlendirmeye katkıda bulunur. SPD'ye maruz kalan birçok fcc malzemesi çok yüksek mukavemet seviyeleri gösterir ancak kusur yoğunluklarının doygunluğu nedeniyle hem süneklik hem de gerinim sertleşmesinden yoksundur [19–24]. Plastik deformasyon yeteneğini geliştirmek için tavlama sonrasında elde edilebilecek heterojen bir tane dağılımı arzu edilir [25]. Öte yandan mevcut ECAP

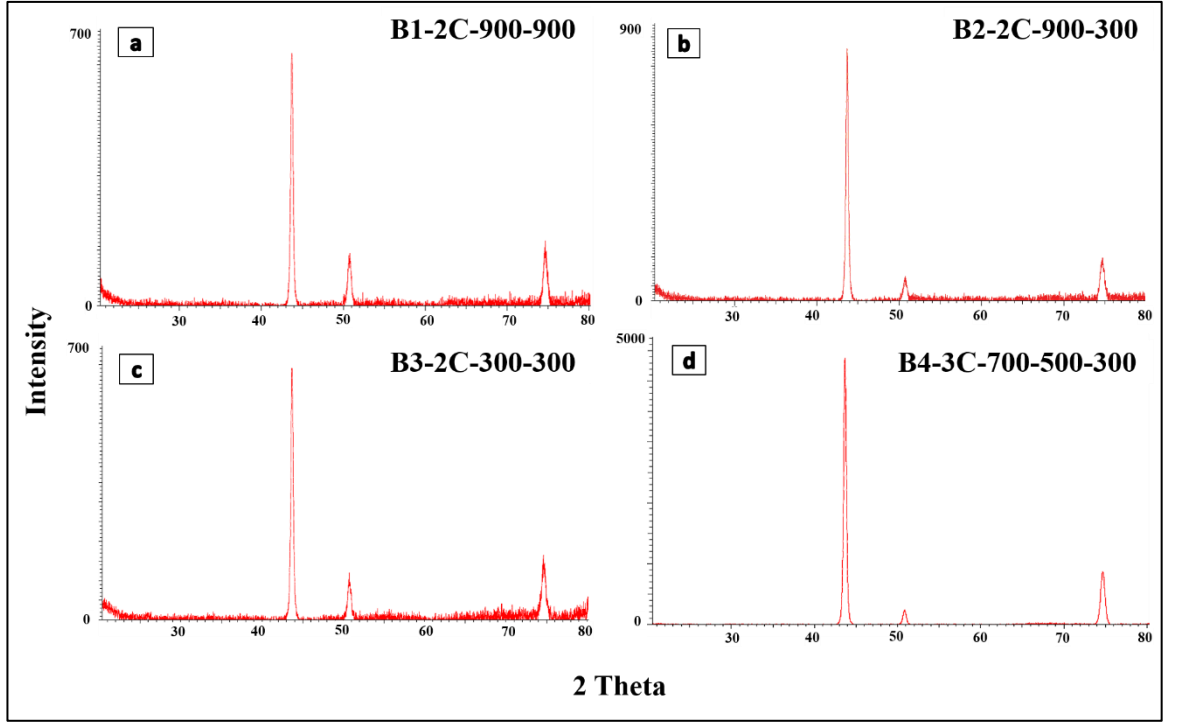
HEA numuneleri, işlem sonrası ısıl işlemlere gerek kalmadan, yüksek ve orta sıcaklıklarda iki geçişten sonra istenen bu tür heterojen mikro yapıyı göstermektedir.



Şekil 4.3 900/700/300 °C'de sıcak ekstrüzyon (uzunlamasına düzlemde görüntülenmiştir) CoCrFeMnNi yüksek entropi alaşımının elektron geri saçılma kırınımı (EBSD) görüntülemesi yoluyla mikroyapısal karakterizasyonu).

4.2 XRD ANALİZİ

Daha büyük alanlarda faz analizlerini gerçekleştirmek için farklı malzeme koşullarının kırınım desenleri XRD kullanılarak kaydedildi. Kırınım modelinin mümkün olduğu kadar çok sayıda piki kaydetmek için geniş bir 2θ aralığını kapsaması gerekmektedir. Bu çalışmada, östenit (fcc) veya martensit (hcp) için spesifik tepe noktalarını tespit etmek amacıyla ölçümler her numune üzerinde 30 ila 150° arasındaki 2θ aralığını kapsayacak şekilde gerçekleştirildi. Ölçümler, 1 mm kolimatörlü, 40 mA akım ve 40 kV voltajlı bakır X-ışını tüpü kullanılarak gerçekleştirildi. Ölçümler, dört deformasyon koşulunda gerçekleştirildi. Şekil 4.4'de, deformasyondan önce ve sonra 4 numuneninde kararlı östenit fazına sahip olduğunu göstermektedir.



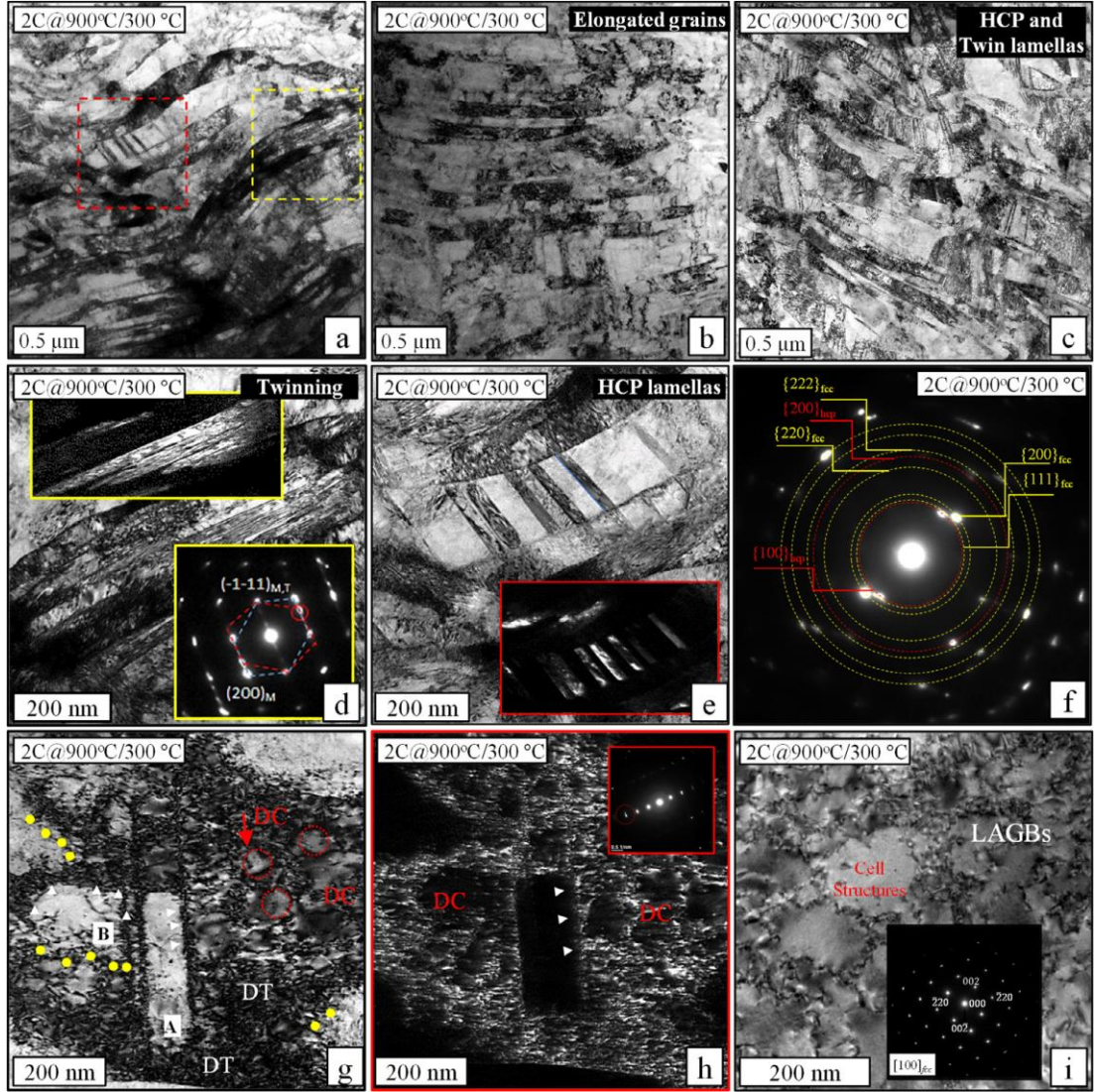
Şekil 4.4 XRD analizi a) ECAP 2C-900-900, b) ECAP 2C-900-300, c) ECAP 2C-300-300, d) ECAP 3C-700-500-300. Tüm XRD açıları fcc kristallerine aittir.

4.3 GEÇİRİMLİ ELEKTRON MİKROSKOBU ANALİZİ (TEM)

ECAP numunelerinin mikro yapısını daha yüksek çözünürlükte araştırmak için bu çalışmada kullanılan ECAP numuneleri üzerinde TEM çalışmaları yapılmıştır [31]. TEM, mikro yapının çoğunlukla uzatılmış UFG'den oluştuğunu ortaya çıkardı (Şekil 4.5 a-b). Bazı uzun tanelerin genişliği 100 nm'den azdır (Şekil 4.5 b). Biraz beklenmedik bir şekilde, bu kadar yüksek sıcaklık deformasyonuna rağmen deformasyon ikizlenmesi ve ϵ martensit lamelleri de gözlemlendi (Şekil 4.5 c-f), ikizlenme ve ϵ -martensitin eşzamanlı oluşumunu gösterir. Daha önce bildirildiği gibi, UFG ve nano boyutlu taneler, dislokasyon temelli şekil değiştirmeyi baskılayarak yüksek istifleme hatası enerjili (SFE) malzemelerde bile ikizlenmenin çekirdeklenmesini destekleyebilir [37]. Seçilen alan kırınım modeli (SADP) ve Şekil 4.5d'deki karanlık alan görüntüsü, ikizlenmenin varlığını kanıtlamaktadır. İkizlenmeye benzer şekilde, Şekil 4.5e'de nano ölçekli boyutta ϵ -martensit oluşur. Şekil 4.5f'deki SADP, hcp simetrisiyle ilişkili ekstra düzlemleri göstermektedir.

Yüksek sıcaklıklarda ikizlenme ve ϵ -martensitin aktivasyonu, uygulanan stresin kısmi dislokasyon ayrılması üzerindeki etkisine bağlanabilir [38–41]. Shockley parçaları

arasındaki denge ayrılma mesafesi, HEA'larda ve diğere düşük ve orta SFE fcc metalllerinde uygulanan stresle, tane oryantasyonuna ve uygulanan stres yönüne bağılı olarak artabilir veya azalabilir [16]. Bu, söz konusu tanecikteki deformasyon mekanizmasını belirleyen etkili bir SFE'ye yol açar [38,42]. Shockley kısımlerinin hem ikizlerin çekirdeklenmesinde hem de martensitik dönüşümde önemli bir rol oynadığı bilinmektedir [43,44]. Aslında, Fujita ve Ueda'nın [43] önceki çalışmalarında gösterildiği gibi, kobalt, kobalt alaşımları ve düşük SFE'li paslanmaz çeliklerde, fcc'den hcp'ye martensitik dönüşümün geniş istifleme hataları ve merdiven çubuğu (stair-rod) dislokasyonları varlığında gerçekleştiği keşfedilmiştir. Tüm bu düzlemsel kusurlar, düşük ila orta SFE malzemelerindeki kısmi dislokasyon ayrımının artmasıyla meydana gelir. Bu nedenle, uygulanan stresin kısmi dislokasyon ayrılması üzerindeki etkisinden kaynaklanan etkili SFE fenomeni, mevcut HEA'da ECAP sırasında eşzamanlı ikizlenme ve ϵ -martensit oluşumundan sorumlu olmalıdır.



Şekil 4.5 Parlak alan ve karanlık alan TEM görüntüleri ve karşılık gelen SADP'ler, ECAP prosesine maruz kalmış (900°C-300°C) CoCrNiFeMn'nin mikroyapısal özelliklerini göstermektedir. (a) tane yapısını, ikizlenmeyi ve ϵ -martesiti, (b) dislokasyon yapısına sahip uzatılmış ultra ince taneleri, (c) yüksek yoğunluklu ϵ -martensit/ikiz lamelleri gösteren genel mikro yapı gözlemi. (a)'nın yakınlştırılmış görüntüleri şunları gösterir: (d) nano ikizler ve birincil ikizlenmenin karanlık alan görüntüleri, ikiz sistemi tanımlayan karşılık gelen SAD modeli (ek), (e) suşun neden olduğu ϵ -martensit ve karanlık alan ϵ -martensitin görüntüleri, (f) ϵ -martensiti tanımlayan (e)'nin karşılık gelen SAD modeli. (g) dislokasyon düğümlerini (DT'ler) ve dislokasyon hücre yapısını (DC) gösteren uzun bir tane etrafındaki dislokasyon yapıları, (h) fcc kristal eki DP'nin çizgilenme noktasının karanlık dosyalanmış görüntüsü (i) büyük dislokasyon hücre yapılarına sahip bir bölge ilgili SAD modeli [31].

ECAP, uygulanan yüksek gerinim seviyesi ve gerinim hızı nedeniyle kısmi dislokasyonlarda yüksek gerilim seviyelerine yol açmaktadır. Bu, uygun yönelime sahip tanelerde kısmi dislokasyonların ayrılmasını kolaylaştırır ve dinamik SFE'yi

azaltır [16,26]. Azalan dinamik SFE, ECAP sırasında hem ikizlenme hem de ε -martensit oluşumuna neden olur ve bu da daha fazla tane incelmeye sağlar. Dinamik Hall Patch etkisi dislokasyon hareket yolunu azaltır ve malzemenin mukavemetini artırır [16].

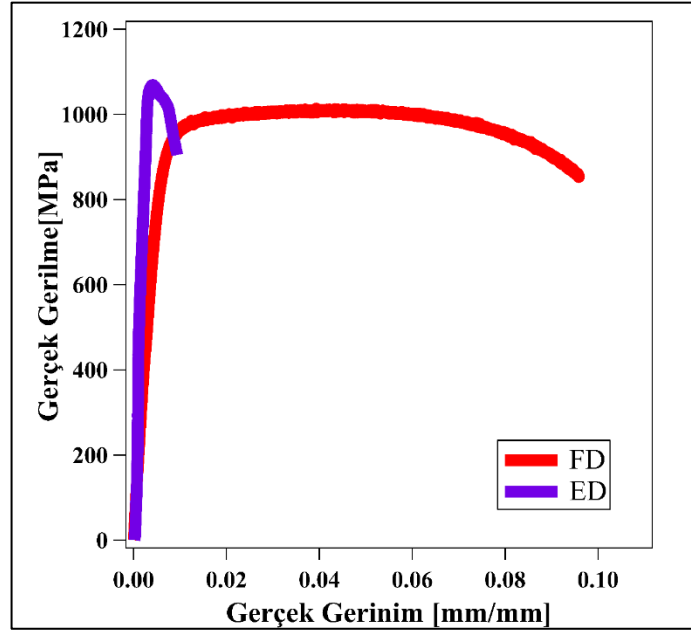
Mekanik özelliklere doğrudan etkisi olması gereken ECAP sonrası tane morfolojisi ve kusur yoğunluğu Şekil 4.5 g-i'de incelenmiştir. Şekil 4.5 g'de beyaz üçgenlerle işaretlenen GB'ler düzdür (nispeten yüksek açılı), oysa sarı dairelerle işaretlenen GB'ler iyi tanımlanmamıştır ve dalgalıdır (düşük açılı). Şekil 4.5 g'deki bazı taneler, yüksek deformasyonun bir sonucu olarak koyu kontrastlı kafes kusurlarıyla çevrelenmiştir. Şekil 4.5 h'deki SADP bir fcc kristalini temsil eder; ancak kırınım noktaları çizgilerdir. Bu, yüksek iç gerilime ve elastik distorsiyona işaret eder [45]. Çizgili fcc noktasına (Şekil 4.5 h) karşılık gelen karanlık alan görüntüsü, zayıf gelişmiş sınırlara sahip oldukça deforme olmuş bir bölge gösterdi ve yerel yönelim bozukluğu yalnızca birkaç derece. ECAP tarafından oluşturulan bu kusur yoğunluğu güçlendirmeye katkıda bulunurken, Şekil 4.5'i'de işaretlenen dislokasyon hücre yapılarının oluşumu dislokasyon hareket yolunu [17,46] artırır, bu da plastik deformasyon yeteneğinin geliştirilmesine yardımcı olur. Özet olarak, TEM araştırmaları, iki geçişli ECAP'tan sonra CoCrFeMnNi HEA'nın, muhtemelen aynı anda oluşan, deformasyonun neden olduğu ikizlenme ve ε -martensit dahil olmak üzere heterojen mikro yapıya sahip olduğunu doğrulamaktadır [31].

Dislokasyon plastisitesi, oda sıcaklığında CoCrFeMnNi HEA'larda birincil deformasyon mekanizması ve güçlendirme olduğundan [4], ECAP, bu malzemeleri tane inceltme, yüksek kusur yoğunluğu ve önemli direnç sağlayan eş zamanlı ikizlenme ve ε -martensitin aktivasyonu yoluyla güçlendirmek için dislokasyon aktivitesine büyük bir potansiyel gösterir. Ek olarak, ECAP ile oluşturulan kompozit benzeri mikroyapı, plastik deformasyon kabiliyetini geliştirerek yüksek bir dayanım düzeyi sağlar ve dolayısıyla oda sıcaklığında iyi bir dayanım-tokluk kombinasyonunun oluşması beklenir.

4.3 ÇEKME TESTİ

ECAP'ın deformasyon sertleşmesi davranışı üzerindeki etkisini incelemek için oda sıcaklığı çekme gerilimine karşı tepkileri ölçüldü. Çekme davranışlarını doğru bir

şekilde karşılaştırmak için gerçek gerilim ve gerçek gerinim eğrileri Şekil 4.6'da sunulmaktadır. HE malzemesinin ECAP sonra sonrası çekme dayanımlarının önemli ölçüde arttığı daha önceki çalışmalarda gösterilmiştir [31]. B2 ECAP numunesinin mukavemeti, akmadan hemen hemen sonra, 925 ± 10 MPa'lık stabil bir platoyla (mükemmel bir plastik deformasyonun göstergesi) zirveye ulaşırken, B1 ECAP numunesi orta derecede bir akma mukavemeti (650 ± 12 MPa) ve kayda değer parabolik sertleşme sergilemiştir [31]. Bu çalışmada ek olarak B4 -3C-900-500-300 numunesinin mekanik özellikleri farklı yönlerde çekilerek incelenmiştir. Şekil 4.6 da açıkça görüldüğü üzere aynı özellikteki ECAP numunelerinden farklı yönde elde edilen çekme numuneleri farklı mekanik özellikler göstermektedir. FD yönünde yapılan çekme testleri sonucunda malzeme tamamen gevrek davranırken, ED yönünde daha sünek davranmaktadır.



Şekil 4.6 Sırasıyla 900-500-300 °C'de sıcak ekstrüzyona tabi tutulan CoCrFeMnNi HEA'lar, ED ve FD yönü boyunca oda sıcaklığında çekme deneyi sonuçları.

Yukarıda açıkça gösterildiği gibi, ECAP numuneler, oda sıcaklığında çekme yüklemesi altında anizotropik mekanik özellikler sergiler. Numuneler arasında gözlemlenen mekanik özelliklerde ki farklılaşmanın sebebi, mikroyapıda oluşan dikene ikizlenme bantları olduğu düşünülmektedir. Şekil 3.4 ten anlaşılacağı üzere ikizleme oluşumları FD çekme yönünü göre 90° dir. TEM ve EBSD kullanılarak

gerçekleştirilen detaylı mikroyapısal arařtırmalara dayanarak, iki farklı özelliđin anizotropik çekme sünekliđi ve FD boyunca erken hasar ile sonuçlandıđı sonucuna varılmıřtır: (a) ikizleme bantları ve (b) daha sonra homojen olmayan tane dađılımı. Yukarıdaki sonuçların tümüne dayanarak, Őekil 4.6'da gözlemlenen süneklik anizotropisinin, ECAP süreci sırasında oluřan ikizleme bantlarıyla direkt iliřkili olduđu sonucuna varılmıřtır. Ayrıca, EBSD ve TEM gözlemleri, ECAP CoCrFeMnNi HEA'daki mikro yapının, yeniden kristalize tanelerin yanı sıra düşük açılı GB'leri de içerdiđini ortaya çıkardı. Bu nedenle, Őekil 3.6'da gözlemlenen anizotropik davranıřın, ECAP sonrasında GB'lerde geri gerilim birikimine de atfedilebilir.

BÖLÜM 5

SONUÇ

Mevcut çalışma, ECAP yoluyla mekanik mukavemeti arttırmak için bir CoCrFeMnNi HEA'nın mikro yapı farklılıklarını ve bunların çekme sünekliği anizotropisi üzerindeki etkilerinin araştırılmasını detaylandırmaktadır. Bu çalışmanın ana bulguları, EBSD, SEM, TEM ve XRD karakterizasyonu, oda sıcaklığında çekme testi sonuçlarına dayanarak aşağıdaki şekilde özetlenebilir:

- 1) Mikroyapısal çalışmalar, ECAP ile işlenmiş CoCrFeMnNi HEA'nın, çoğunlukla yüksek kusur yoğunluğuna, rafine edilmiş yeniden kristalize tanelere ve deformasyonun neden olduğu ikizlenmeye ve ϵ -martensit lamellerine sahip, büyük uzun taneciklere sahip bir kompozit mikro yapı olduğunu göstermektedir. Eşleştirme ve martensitik dönüşümün her ikisinin de yönelime bağlı olduğu iyi bilinmektedir. Örneğin, [111] yönelimli tane boyunca çekme deformasyonuna ikizlenme hakim olurken, [001] yönelimli tane boyunca gerilme deformasyonuna çoklu kayma sistemleri hakim olur ve bu da dislokasyon düğümlerinin ve dislokasyon duvarlarının oluşmasına neden olan çapraz kaymaya neden olur. Bu heterojen mikro yapı ve bunların dislokasyon hareketi üzerindeki etkilerinin bir sonucu olarak, ECAP ile işlenmiş malzemelerde nispeten yüksek düzgün uzama seviyeleri ile yüksek çekme ve basınç dayanımı seviyeleri (1 GPa) elde edilmiştir.
- 2) CoCrFeMnNi HEA'nın orta ve yüksek sıcaklıklarda ECAP'si, tane incelmeye, dislokasyon yoğunluğunda artışa ve heterojen tane boyutu dağılımına ek olarak beklenmedik bir deformasyon ikizlenmesi ve martensit oluşumuyla sonuçlandı. Bu kompozit mikro yapı, oda sıcaklığında yüksek mukavemet seviyelerindeki süneklik yeteneğine sebep oldu. Yüksek sıcaklıklarda eş zamanlı TWIP/TRIP etkisi, düşük SFE ve yüksek gerilim seviyelerinin kısmi dislokasyon ayrılması

- 3) üzerindeki etkisine bağlandı. ECAP ile elde edilen kompozit mikro yapı, daha fazla kusur oluşturmayı mümkün kılar, gerinim sertleşmesi yeteneği sağlar ve boyun verme sürecini erteleyerek sonuçta daha fazla plastik deformasyon kabiliyeti sağlar.
- 4) Oda sıcaklığında test edilen numuneler, plakanın ED ve LD yönleri boyunca üstün bir nihai çekme mukavemeti ve süneklik kombinasyonu sergilerken, FD yönü boyunca plastik deformasyon yeteneği son derece sınırlıydı.
- 5) TEM aracılığıyla yapılan sistematik mikro yapı incelemesi, çekme deformasyon tepkilerinin ikizleme bantları tarafından etkilendiğini ortaya çıkarttı. Mikro-ayırışma bantlarına (ikizleme bantları) paralel olan çekme yükleme yönü en iyi mukavemet ve süneklik kombinasyonunu sergilerken, mikro-ayırışma bantlarına 90°'lik yükleme yönü en kötü durumu göstermektedir.

KAYNAKLAR

- [1] B. Cantor, I.T.H. Chang, P. Knight, A.J.B. Vincent, Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 375–377 (2004) 213–218.
- [2] Y. Zhang, T.T. Zuo, Z. Tang, M.C. Gao, K.A. Dahmen, P.K. Liaw, Z.P. Lu, Microstructures and properties of high-entropy alloys, *Prog. Mater. Sci.* 61 (2014) 1–93.
- [3] J.W. Yeh, S.K. Chen, S.J. Lin, J.Y. Gan, T.S. Chin, T.T. Shun, C.H. Tsau, S.Y. Chang, Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes, *Adv. Eng. Mater.* 6 (2004) 299–303.
- [4] K.S.N.S. Idury, B.S. Murty, J. Bhatt, Identifying non-equiatomic high entropy bulk metallic glass formers through thermodynamic approach: A theoretical perspective, *J. Non. Cryst. Solids.* 450 (2016) 164–173. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2016.08.002>.
- [5] W.J. Moore, Thermodynamics of solids (Swalin, Richard A.), *J. Chem. Educ.* 39 (1962) 488.
- [6] E.J. Pickering, N.G. Jones, High-entropy alloys: a critical assessment of their founding principles and future prospects, *Int. Mater. Rev.* 61 (2016) 183–202.
- [7] P.F. Yu, H. Cheng, L.J. Zhang, H. Zhang, M.Z. Ma, G. Li, P.K. Liaw, R.P. Liu, Nanotwin's formation and growth in an AlCoCuFeNi high-entropy alloy, *Scr. Mater.* 114 (2016) 31–34.
- [8] J. Yeh, Recent progress in high-entropy alloys, *Ann. Chim. Des Mater.* 31 (2006) 633–648.
- [9] Y. Zhang, X. Yang, P.K. Liaw, Alloy design and properties optimization of high-entropy alloys, *Jom.* 64 (2012) 830–838.
- [10] D.B. Miracle, O.N. Senkov, A critical review of high entropy alloys and related concepts, *Acta Mater.* 122 (2017) 448–511.
- [11] Y. Qiu, Y.J. Hu, A. Taylor, M.J. Styles, R.K.W. Marceau, A. V. Ceguerra, M.A. Gibson, Z.K. Liu, H.L. Fraser, N. Birbilis, A lightweight single-phase AlTiVCr compositionally complex alloy, *Acta Mater.* 123 (2017) 115–124.

- [12] X.W. Qiu, Y.P. Zhang, L. He, C.G. Liu, Microstructure and corrosion resistance of AlCrFeCuCo high entropy alloy, *J. Alloys Compd.* 549 (2013) 195–199.
- [13] G. Laplanche, A. Kostka, O.M. Horst, G. Eggeler, E.P. George, Microstructure evolution and critical stress for twinning in the CrMnFeCoNi high-entropy alloy, *Acta Mater.* 118 (2016) 152–163.
- [14] K.V.S. Thurston, A. Hohenwarter, G. Laplanche, E.P. George, B. Gludovatz, R.O. Ritchie, On the onset of deformation twinning in the CrFeMnCoNi high-entropy alloy using a novel tensile specimen geometry, *Intermetallics*. 110 (2019) 106469.
- [15] Z. Li, K.G. Pradeep, Y. Deng, D. Raabe, C.C. Tasan, Metastable high-entropy dual-phase alloys overcome the strength–ductility trade-off, *Nature*. 534 (2016) 227.
- [16] S. Picak, J. Liu, C. Hayrettin, W. Nasim, D. Canadinc, K. Xie, Y.I. Chumlyakov, I.V. Kireeva, I. Karaman, Anomalous work hardening behavior of Fe₄₀Mn₄₀Cr₁₀Co₁₀ high entropy alloy single crystals deformed by twinning and slip, *Acta Mater.* 181 (2019) 555–569.
- [17] B. Uzer, S. Picak, J. Liu, T. Jozaghi, D. Canadinc, I. Karaman, I. Kireeva, On the mechanical response and microstructure evolution of NiCoCr single crystalline medium entropy alloys, *Mater. Res. Lett.* 6 (2018) 442–449.
- [18] F. Otto, A. Dlouhý, C. Somsen, H. Bei, G. Eggeler, E.P. George, The influences of temperature and microstructure on the tensile properties of a CoCrFeMnNi high-entropy alloy, *Acta Mater.* 61 (2013) 5743–5755.
- [19] H. Shahmir, T. Mousavi, J. He, Z. Lu, M. Kawasaki, T.G. Langdon, Microstructure and properties of a CoCrFeNiMn high-entropy alloy processed by equal-channel angular pressing, *Mater. Sci. Eng. A*. 705 (2017) 411–419.
- [20] H.W. Deng, Z.M. Xie, B.L. Zhao, Y.K. Wang, M.M. Wang, J.F. Yang, T. Zhang, Y. Xiong, X.P. Wang, Q.F. Fang, C.S. Liu, Tailoring mechanical properties of a CoCrNi medium-entropy alloy by controlling nanotwin-HCP lamellae and annealing twins, *Mater. Sci. Eng. A*. 744 (2019) 241–246.
- [21] B. Schuh, R. Pippan, A. Hohenwarter, Tailoring bimodal grain size structures in nanocrystalline compositionally complex alloys to improve ductility, *Mater. Sci. Eng. A*. 748 (2019) 379–385.
- [22] B. Schuh, F. Mendez-Martin, B. Völker, E.P. George, H. Clemens, R. Pippan, A. Hohenwarter, Mechanical properties, microstructure and thermal stability of a nanocrystalline CoCrFeMnNi high-entropy alloy after severe plastic deformation, *Acta Mater.* 96 (2015) 258–268.

- [23] S. Yoshida, T. Bhattacharjee, Y. Bai, N. Tsuji, Friction stress and Hall-Petch relationship in CoCrNi equi-atomic medium entropy alloy processed by severe plastic deformation and subsequent annealing, *Scr. Mater.* 134 (2017) 33–36.
- [24] H. Shahmir, J. He, Z. Lu, M. Kawasaki, T.G. Langdon, Effect of annealing on mechanical properties of a nanocrystalline CoCrFeNiMn high-entropy alloy processed by high-pressure torsion, *Mater. Sci. Eng. A.* 676 (2016) 294–303.
- [25] Y.M. Wang, E. Ma, Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal, *Acta Mater.* 52 (2004) 1699–1709.
- [26] G.G. Yapici, I. Karaman, Z.P. Luo, H.J. Maier, Y.I. Chumlyakov, Microstructural refinement and deformation twinning during severe plastic deformation of 316L stainless steel at high temperatures, *J. Mater. Res.* 19 (2004) 2268–2278.
- [27] E.J. Pickering, R. Muñoz-Moreno, H.J. Stone, N.G. Jones, Precipitation in the equiatomic high-entropy alloy CrMnFeCoNi, *Scr. Mater.* 113 (2016) 106–109.
- [28] N.D. Stepanov, D.G. Shaysultanov, M.S. Ozerov, S. V. Zherebtsov, G.A. Salishchev, Second phase formation in the CoCrFeNiMn high entropy alloy after recrystallization annealing, *Mater. Lett.* 185 (2016) 1–4.
- [29] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement, *Prog. Mater. Sci.* 51 (2006) 881–981.
- [30] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Achieving exceptional grain refinement through severe plastic deformation: New approaches for improving the processing technology, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 42 (2011) 2942–2951.
- [31] S. Picak, H.C. Yilmaz, I. Karaman, Simultaneous deformation twinning and martensitic transformation in CoCrFeMnNi high entropy alloy at high temperatures, *Scr. Mater.* 202 (2021) 113995.
- [32] L. Kunz, P. Lukáš, M. Svoboda, Fatigue strength, microstructural stability and strain localization in ultrafine-grained copper, *Mater. Sci. Eng. A.* 424 (2006) 97–104.
- [33] B. Gludovatz, A. Hohenwarter, D. Catoor, E.H. Chang, E.P. George, R.O. Ritchie, A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications, *Science.* 345 (2014) 1153–1158.

- [34] Y. Qiu, S. Thomas, M.A. Gibson, H.L. Fraser, N. Birbilis, R. Michael, Wisnom, M.J. Yao, K.G. Pradeep, C.C. Tasan, D. Raabe, R.T. Van Tol, J.K. Kim, L. Zhao, J. Sietsma, B.C. De Cooman, Bhriku K Lahkar, 2011 Bruce, S. Martin, C. Ullrich, D. Rafaja, R.D.K. Misra, B.R. Kumar, M. Somani, P. Karjalainen, T.H. Lee, C.S. Oh, S.J. Kim, S. Takaki, J. Moon, Y. Qi, E. Tabachnikova, Y. Estrin, W.M. Choi, S.H. Joo, B.J. Lee, A. Podolskiy, M. Tikhonovsky, H.S. Kim, C.S. Yoo, P. Söderlind, J.A. Moriarty, A.J. Cambell, W. Wu, M. Song, S. Ni, J. Wang, Y. Liu, B. Liu, X. Liao, 2011 Bruce, Deformation mechanisms of mechanically induced phase transformation in iron, *J. Chem. Inf. Model.* 53 (2017) 1689–1699. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>.
- [35] S. Picak, *Deformation Mechanisms in Single Crystalline and Ultrafine Polychrystalline Medium and High Entropy Alloys*, Texas A&M University, 2021.
- [36] H.J. Maier, P. Gabor, N. Gupta, I. Karaman, M. Haouaoui, Cyclic stress-strain response of ultrafine grained copper, *Int. J. Fatigue.* 28 (2006) 243–250.
- [37] M. Chen, E. Ma, K.J. Hemker, H. Sheng, Y. Wang, X. Cheng, Deformation Twinning in Nanocrystalline Aluminum, *Science* (80-.). 300 (2003) 1275–1277.
- [38] S.M. Copley, B.H. Kear, The dependence of the the width of a dissociated dislocation on dislocation velocity, *Acta Mater.* 16 (1968) 227–231.
- [39] T.S. Byun, On the stress dependence of partial dislocation separation and deformation microstructure in austenitic stainless steels, *Acta Mater.* 51 (2003) 3063–3071.
- [40] H.J. Kestenbach, The effect of applied stress on partial dislocation separation and dislocation substructure in austenitic stainless steel, *Philos. Mag.* 36 (1977) 1509–1515.
- [41] S. Picak, T. Wegener, S. V Sajadifar, C. Sobrero, J. Richter, H. Kim, T. Niendorf, I. Karaman, On the low cycle fatigue response of CoCrNiFeMn high entropy alloy with ultra-fine grain structure, *Acta Mater.* 205 (2021) 116540.
- [42] M. Fujita, Y. Kaimeko, A. Nohara, H. Saka, R. Zauter, H. Mughrabi, Temperature dependence of the dissociation width of dislocations in a commercial 304L stainless steel, *ISIJ Int.* 34 (1994) 697–703.
- [43] H. Fujita, S. Ueda, Stacking faults and f.c.c. (γ) \rightarrow h.c.p. (ϵ) transformation in 18/8-type stainless steel, *Acta Metall.* 20 (1972) 759–767.
- [44] H. Fujita, T. Mori, A formation mechanism of mechanical twins in f.c.c. metals, 9 (1975) 631–636.

- [45] Y.T. Zhu, J.Y. Huang, J. Gubicza, T. Ungár, Y.M. Wang, E. Ma, R.Z. Valiev, Nanostructures in Ti processed by severe plastic deformation, *J. Mater. Res.* 18 (2003) 1908–1917.
- [46] I. Karaman, H. Sehitoglu, H.J. Maier, Y.I. Chumlyakov, Competing mechanisms and modeling of deformation in austenitic stainless single crystals with and without nitrogen, *Acta Mater.* 49 (2001) 3919–3933.

ÖZGEÇMİŞ

Batuhan BOSTANCI, ilk ve orta öğretimini Mersin, Mardin ve Bandırma'da tamamladı. Bandırma Kemal Pireci Anadolu Lisesi'nden 2015 yılında mezun oldu. 2015 yılında Karabük Üniversitesi Raylı Sistemler Mühendisliği öğrenime başlayıp 2020 yılında mezun oldu. 2021 yılında Karabük Üniversitesi Makine Mühendisliği bölümünde yüksek lisans eğitimine başladı.