

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**

**Pb-Sn İKİLİ METALİK ALAŞIMLARININ (Pb-% x ağı. Sn
(x= 25, 50, 61.9, 75)) TERMOFİZİKSEL ÖZELLİKLERİN
ARAŞTIRILMASI**

**Hazırlayan
Fatma EKİCİ**

**Danışman
Prof. Dr. Buket SAATÇI**

Yüksek Lisans Tezi

**Ocak 2014
KAYSERİ**

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**

**Pb-Sn İKİLİ METALİK ALAŞIMLARININ (Pb-% x ağı. Sn
(x= 25, 50, 61.9, 75)) TERMOFİZİKSEL ÖZELLİKLERİN
ARAŞTIRILMASI**

(Yüksek Lisans Tezi)

**Hazırlayan
Fatma EKİCİ**

**Danışman
Prof. Dr. Buket SAATÇI**

**Bu çalışma, Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi
Tarafından FYL-2013-4332 kodlu proje ile desteklenmiştir.**

**Ocak 2014
KAYSERİ**

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir şekilde elde edildiğini beyan ederim. Aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiği gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi belirtirim.

Fatma EKİCİ



YÖNERGEYE UYGUNLUK

“Pb-Sn İkili Metalik Alaşımlarının (pb-% x ağ. sn (x= 25, 50, 61.9, 75)) Termofiziksel Özelliklerin Araştırılması” adlı Yüksek Lisans tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi’ne uygun olarak hazırlanmıştır.

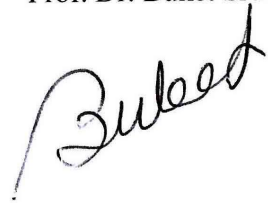
Tezi Hazırlayan

Fatma EKİCİ



Danışman

Prof. Dr. Buket SAATÇI



Fizik Ana Bilim Dalı Başkanı

Prof. Dr. Ayhan GÜLDESTE

Prof. Dr. Buket SAATÇİ danışmanlığında **Fatma EKİCİ** tarafından hazırlanan “**Pb-Sn İkili Metalik Alaşımlarının (pb-% x ağı. sn (x= 25, 50, 61.9, 75)) Termofiziksel Özelliklerin Araştırılması**” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

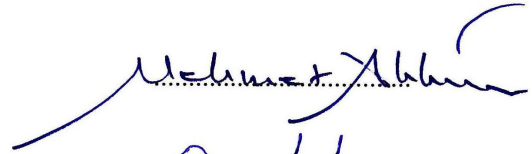
12/02/2014

JÜRİ:

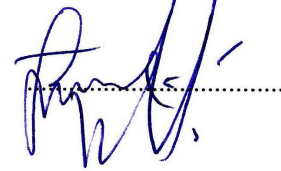
Danışman : Prof. Dr. Buket SAATÇİ



Üye : Prof. Dr. Mehmet AKKURT



Üye : Yrd. Doç. Dr. Eyyup GERÇEKÇİOĞLU



ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun 18.02.2014.....tarih ve 2014/09211 sayılı kararı ile onaylanmıştır.



Prof. Dr. Kazım KEŞİOĞLU

Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışmamda bana bizzat yardım eden, yol gösteren, beni aydınlatan, bilimsel konularda yardımını esirgemeyen Sayın hocam Prof. Dr. Buket SAATÇİ' ye teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Deneysel çalışmalarda bana baştan sona kadar yardım eden, bilimsel konularda bana danışmalık yapan ve karşılaştığım sorunlarda benden yardımlarını esirgemeyen Sayın Arş. Gör. Canan ALPER BİLLUR' a teşekkür ederim. Mekanik özellikler konusunda benden yardımlarını esirgemeyen sayın hocalarım Yrd. Doç. Dr. Eyyup GERÇEKÇİOĞLU ve Doç. Dr. Fehmi NAİR'e teşekkürü bir borç bilirim. Elektriksel iletkenlik deneylerinde de geniş bilgi biriminden faydalandığım ve deneysel aşamalarda yardımını esirgemeyen Sayın hocam Prof. Dr. Mehmet ARI 'ya teşekkür ederim. Her konuda destekleriyle yanımda olan değerli arkadaşlarım Emine ACER ve Ayşe YAVUZ 'a teşekkür ederim.

Son olarak, hayatım boyunca her zaman bana maddi ve manevi destek olan ve her zaman yanımda olan aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Fatma EKİCİ

Ocak 2014, KAYSERİ

“PB-SN İKİLİ METALİK ALAŞIMLARININ (PB-% X AĞ. SN (X= 25, 50, 61.9, 75) TERMOFİZİKSEL ÖZELLİKLERİN ARAŞTIRILMASI”

Fatma EKİCİ

**Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü
Yüksek Lisans Tezi, Aralık 2013
Danışman: Prof. Dr. Buket SAATÇI**

ÖZET

Bu çalışmada Pb-Sn ikili metalik alaşımının [Pb-% x ağ. Sn (x=25, 50, 61.9, 75) bileşimleri için] termofiziksel özellikler araştırıldı.

Numunelerin X-ışınları toz difraksiyon desenleri değerlendirilerek kristal örgü parametreleri ve tane büyüklükleri elde edilmiştir. Pb-Sn ikili alaşımının EDX analizi yapılarak bileşimler doğrulanmış ve SEM görüntüleri ile mikro yapıları incelenmiştir. Pb-Sn ikili alaşımının dört nokta prop yöntemi ile elektriksel özdirençleri ve sıcaklıkla değişimleri elde edilmiştir. Numunelerin mikro sertlikleri Vickers mikro sertlik cihazı ile 25 g yük altında yapılmıştır. Artan Sn oranı ile birlikte sertliğin arttığı bulunmuştur. Ayrıca numunelerin çekme deneyleri 20 mm/dak hız kullanılarak yapılmıştır ve gerilmenin artan Sn miktarına bağlı olarak arttığı gözlemlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Pb-Sn ikili alaşımı, termofiziksel özellikler, mekanik özellikler, elektriksel özdirenç.

**THE INVESTIGATION OF TERMOPHYSICAL PROPERTIES IN Pb–Sn
BINARY METALLIC ALLOYS (Pb–x wt. %sn x=25,50, 61.9, 75)SYSTEMS**

Fatma EKİCİ

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences M.Sc.

Thesis, December 2013

Supervisor: Prof. Dr. Buket SAATÇI

ABSTRACT

In this study, the thermo physicals properties of Pb-Sn binary alloys [for the composition of Pb-x wt. % Sn (x=25, 50, 61.9, 75] were investigated.

The crystal unit cell parameters and the grain size of the samples were obtained by evaluating X-ray powder diffraction patterns. The composition of the Pb-Sn binary alloys were identified by the EDX analysis and the microstructures were examined by SEM images. The electrical resistivities of Pb-Sn binary alloys were measured by four point probe method and their temperature dependence were obtained. The micro-hardness of the samples was carried out by using Vickers micro-hardness apparatus under 25 g loads. The hardness of samples increased with increasing proportion of Sn. Also, the tensile tests of samples were made by using 20 mm/min speed and the stress was observed depending on the increasing Sn.

Keywords: Pb-Sn binary alloy, term physical properties, mechanical properties, electrical resistivity

İÇİNDEKİLER

Pb-Sn İKİLİ METALİK ALAŞIMLARININ (Pb-% x ağı Sn (x= 25, 50, 61.9, 75)) TERMOFİZİKSEL ÖZELLİKLERİN ARAŞTIRILMASI

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK	i
YÖNERGEYE UYGUNLUK.....	ii
KABUL ONAY	iii
TEŞEKKÜR.....	iv
ÖZET	v
ABSTRACT.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
TABLolar LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLER LİSTESİ	xi
KISALTMA VE SİMGELER.....	xiii
GİRİŞ	1

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER

1.1. Tez Çalışmasında Kullanılan Malzemeler ve Özellikler	2
1.1.1. Kalay (Sn).....	2
1.1.2. Kurşun (Pb).....	3
1.1.3. Pb-Sn Alaşımı	3

2. BÖLÜM

LİTERATÜR ÇALIŞMASI

2.1. Elektriksel İletkenlik.....	5
2.1.1. Elektriksel İletkenliğin Tanımı	5
2.1.2. Öz direncin Ölçülmesi.....	6

2.2. Sertlik	10
2.2.1. Brinell Sertlik Ölçme Yöntemi	11
2.2.2. Rockwell Sertlik Ölçüm Yöntemi	12
2.2.3. Knoop Sertlik Ölçme Yöntemi	12
2.2.4. Vickers Sertlik Ölçme Yöntemi	13
2.3. X-Işınları Difraksiyon Metodu (XRD)	14
2.3.1. X-Işını Difraksiyonu (XRD)	15
2.3.2. Kristal Yapı Analizi.....	16
2.3.3. Difraksiyon Desenlerinin Yorumu	17
2.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	18
2.5. Mekaniksel Özellikler	22

3. BÖLÜM

YÖNTEM VE MATERYALLER

3.1. Numune Hazırlanması ve Kullanılan Fırınlar	24
3.1.1. Numunenin Hazırlanması.....	24
3.1.2. Alaşımın Hazırlanması.....	25
3.1.3. Vakumlu Eritme Fırını	26
3.2. Metalografik İşlemler	27
3.2.1. Numunenin Kesilmesi	27
3.2.2. Numunenin Zımparalanması	27
3.2.3. Numunelerin Parlatılması	28
3.3. X-Işınları Toz Difraksiyon Çalışmalarında Kullanılan Aletler ve Uygulanışı. 29	
3.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Çalışmaları	30
3.5. Dört Nokta D.C. Elektriksel İletkenlik Ölçüm Metodunda Kullanılan Cihazlar ve Uygulanışı.....	31
3.6. Mekanik Özellikler	32

3.6.1. Çekme Deneyi	32
3.6.2. Çekme Deneyi İçin Numune Hazırlama	33
3.6.3. Sertlik Deneyi.....	33

4. BÖLÜM

DENEYSEL SONUÇLAR, TARTIŞMA VE ÖNERİ

4.1. XRD Ölçüm Sonuçları	35
4.2. SEM ve EDX Sonuçları	37
4.3. Elektriksel Özdirenç Ölçüm Sonuçları	38
4.4. Mekanik ve Sertlik Özellikleri Belirlenmesi.....	38
4.5. Sonuçlar	41
KAYNAKLAR	43
EKLER.....	46
ÖZGEÇMİŞ.....	47

TABLÖLAR LİSTESİ

Tablo 2.1. İletkenliğin sınıflandırılması.....	4
Tablo 2.2. Malzemelerin elektriksel iletkenlik değerleri	5
Tablo 4.1. Pb-Sn ikili alaşımlarının tane büyüklükleri ve kristal örgü parametreleri.....	34
Tablo 4.2. Sertlik deneyi ölçüm sonuçları	38

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	İki nokta elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği	6
Şekil 2.2:	Dört Nokta Prob Yöntemi İle Elektriksel İletkenlik Ölçüm Tekniği	8
Şekil 2.3.	Dört nokta prob yöntemi ile elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği çalışma prensibi	9
Şekil 2.4.	Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi.....	10
Şekil 2.5:	(a) Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi, (b) Batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı.	12
Şekil 2.6.	X-ışınları toz difraktometresinin bileşenleri	15
Şekil 2.7.	X-ışınlarının bir kristal tarafından difraksiyonu	16
Şekil 2.8.	Taramalı elektron mikroskobun blok diyagramı	18
Şekil 3.1.	Grafit pota ve huni.	23
Şekil 3.2.	Grafitin işlenmesinde kullanılan a) büyük torna, b)küçük torna ve c)yönlü matkap.	24
Şekil 3.3.	AND GX-600 tipi hassas terazi	24
Şekil 3.4.	Vakumlu eritme fırınının fotoğrafı.	25
Şekil 3.5.	Struers Minitom numune kesme cihazı	26
Şekil 3.6.	Kullanılan zımparalar.	27
Şekil 3.7:	Su soğutmalı zımparalama cihazı	27
Şekil 3.8.	İnce parlatma cihazı	27
Şekil 3.9.	X-Işınları Toz Difraksiyon Ölçümleri (XRD) İçin Kullanılan Bruker AXS D8 Advance Tipi Difraktometre.....	28
Şekil 3.10.	Goniometri Ünitesi	29
Şekil 3.11.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), a) dıştan görünüşü, b) içten görünüşü	29
Şekil 3.12.	İletkenlik ölçüm kiti.....	30
Şekil 3.13.	Bilgisayar Destekli Shimadzu AG-Xplus çekme testi deney tezgahı.....	31
Şekil 3.14.	Sertlik ölçüm cihazı.	32

Şekil 3.15. Batıcı uç tarafından oluşturulan kare şeklindeki izler.	33
Şekil 4.1. Pb-Sn ikili alaşımlarının indislenen XRD pikleri	35
Şekil 4.2. Pb-Sn ikili alaşımlarının SEM görüntüleri	36
Şekil 4.3. Pb-Sn ikili alaşımların EDX analizleri	36
Şekil 4.4: Elektriksel özdirenç ve sıcaklık değişim grafiği.....	37
Şekil 4.5. Sertlik değerinin bileşime göre değişimi	38
Şekil 4.6. Gerilme- % uzama grafiği	39

KISALTMA VE SİMGELER

Pb	Kurşun
Sn	Kalay
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
EDX	Enerji dağıtıcı X-ışını spektrometresi
XRD	X-ışınları difraksiyonu
Ağ	Ağırlıkça
⁰C	Derece Celsius
Σ	Elektriksel iletkenlik
P	Elektriksel özdirenç
λ	Dalga boyu
V	Voltaj
I	Akım
R	Direnç
G	Geometrik düzeltme katsayısı
H_B	Brinell sertlik
H_K	Knoop sertlik
H_V	Vickers sertlik

GİRİŞ

Alaşımların mekanik endüstride çok geniş uygulama alanları bulunmaktadır. Geniş uygulama alanı bulmalarının sebebi değişik türde özelliklere sahip olmalarıdır. Özellikle üstün mekanik özelliklere sahip olmalarından dolayı yapı ve makine malzemesi olarak kullanılırlar. Diğer taraftan alaşımlar daha iyi özellik bileşimleri için oluşturulmakta ve saf metallere göre daha iyi mekanik özelliklere sahip olmaktadır. Bu yüzden alaşımların önemi hızla artmış ve bu konuda yoğun çalışmalar yapılmıştır [1].

Bu çalışmada ilk kez Pb-Sn ikili metalik alaşımının Pb-% x ağ. Sn (x=25, 50, 61.9 (ötektik), 75) bileşimlerinde elektriksel özdirenç ölçümleri dört nokta probe yöntemi kullanılarak elde edilmiştir. Pb-Sn ikili metalik alaşımında Pb-% x ağ. Sn (x=25, 50, 61.9 (ötektik), 75) bileşimin elektriksel özdirenç- sıcaklık değişimi elde edilmiştir.

Ayrıca Pb-Sn ikili metalik alaşımının Pb-% x ağ. Sn (x=25, 50, 61.9 (ötektik), 75) bileşimleri için ilk kez mekanik özellikler ve mikrosertlikleri incelenmiştir. Bunun için numunelerin çekme deneyleri 20 mm/ dak hızı kullanılarak elde edilmiştir. Alaşımın mikrosertlik deneyleri ise 25 g lık yük altında Vickers Sertlik metoduyla yapılmıştır.

Çalışmada elde edilen Pb-Sn alaşımının her bileşimi için EDX analizleri yapılarak bileşim oranları doğrulanmıştır. Aynı alaşımlar için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile grain (tane) yapılarının resmi çekilmiştir. Yine Pb-% x ağ. Sn (x=25, 50, 61.9 (ötektik), 75) bileşimleri için kristal yapıları birim hücre parametreleri (a,b,c) X-ışını difraksiyon yöntemi ile belirlenmiş ve X Powder software programında yorumlanmıştır. Ayrıca son olarak X Powder software programında tane yapılarının büyüklükleri de hesaplanmıştır.

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER

1.1. Tez Çalışmasında Kullanılan Malzemeler ve Özellikler

1.1.1. Kalay (Sn)

Kalay gümüşümsü gri renktedir, havada kolaylıkla okside olmaz, korozyona karşı dirençlidir. Bu özelliğinden dolayı diğer metallerin kaplamasında kullanılır. Yoğunluğu 7.28 g/cm^3 olup erime sıcaklığı $232 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 'dır. $1200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta fazla miktarda buharlaşmaya başlar, tetragonal fazlı olan içyapı yumuşaktır ve kolayca deforme olabilir. Kalay pek çok metalle alaşım yapar, özellikle erime noktası yüksek metallerle serbest olarak alaşım yapar. Kalay kaplama, altındaki metalin oksitlenmesini önler, şekil verilebilir ve lehimlenebilir özelliğiyle metalin sonraki işlemlerine olanak sağlar. Kaplamalar, alaşımlar ve oluşturduğu bileşikler en önemli kullanım alanlarıdır [2].

Kalay ortam sıcaklığında hava, su ve zayıf asitler ile bazlara karşı dayanıklıdır. Kalay ayrıca lehim alaşımı, bronz, kızıl döküm ve beyaz metal alaşımlarının imal edilmesinde kullanılır. Kurşun bronz, içindeki kalay elementi, yatak malzemesinin Brinell Sertliğini yükseltir [2]. Aynı zamanda kalay tabanlı alaşımlar son zamanlarda anotlara göre daha yüksek depolama kapasitesiyle lityum iyon bataryalarına potansiyel alternatif anot malzemesi olarak yoğun bir şekilde araştırılmaktadır [3].

Konserve kutularında, erime noktaları düşük olduğu için yangın söndürme tesisatlarında kullanılır. Otomotiv endüstrisinde de motor yataklarında, kaporta, radyatör, yağ ve hava filtrelerinde kullanılır. Uçak ve gemi endüstrisi ile elektronik ve elektrik sanayinde geniş bir kullanım alanı vardır. Matbaacılık, mutfak malzemeleri ve cam endüstrisinde, kimya sanayinde boya, parfüm, sabun, poliüretan üretiminden diş macunu üretimine kadar geniş bir alanda kullanılmaktadır [4].

1.1.2. Kurşun (Pb)

Kurşun mavi-gümüş karışımı renktedir. Yoğunluğu 11.34 g/cm^3 olup erime sıcaklığı 327°C , kaynama sıcaklığı 1740°C dir [2]. Kristal yapısı yüzey merkezli kübiktir. Yumuşak ve esnek olması nedeni ile çok iyi işlenebilen kurşun az dayanıklıdır. Bu yüzden başka madenlerle alaşım olarak kullanılması gerekir. Bu nedenle birçok bileşiği ve alaşımı vardır. Elektriği az iletir, korozyona karşı dayanıklıdır [2].

Kurşun bazlı alaşımların, ikili ve üçlü alaşımları kolay ve güvenilir dökülebilmesi, uygun sertlik ve aşınma direnci gibi özelliklerinden dolayı çok uzun zamandır yaygın olarak kullanılmaktadır [5]. Bu yaygın özellikle modern toplumda, mikro elektronik parçalarda ve çoğunlukla lehim tabanlı kullanılmaktadır [6].

Kurşun zehirli olduğundan, yiyecek maddeleri ile temas ettirilmemelidir. Kurşunun başlıca kullanım yerleri yatak metalleri, düşük erimeli alaşımlar, lehim imalatı, mermi, akü plakaları, kablo ve matbaa harfi yapımıdır. Büyük miktarda kurşun, bakır döküm alaşımları için kullanılır. Kurşun aşınmayı minimize edici bir alaşım elemanı olarak kullanılabilir [7]. Ses geçirmeyen stüdyo duvarlarında kullanılır, korozyona karşı dayanıklı olmasından dolayı aşındırıcı sıvıları saklamakta kullanılır. Radyasyonu en az geçiren madde olmasından dolayı X-ışını ekipmanlarında ve nükleer santrallerde radyasyon kalkanı olarak kullanılır [4].

1.1.3. Pb-Sn Alaşımı

Kurşun- kalay alaşımlarının lehimlenmesinde ergime karakteristikleri çok yaygın olarak kullanılır. Lehimlemede kalay-kurşun kaplı metal ve diğer kurşun alaşımlı dökümler, kalay, bakır ve çelik gibi metallerle bağ yapma kabiliyeti açısından daha etkilidir.

Kurşun alaşımları, düşük sıcaklıkta ergiyen alaşımların geniş bir grubunu oluşturmaktadırlar. Kalayla her oranda alaşım oluşturmaya yatkındırlar. Bu alaşımlar, endüstride yaygın bir şekilde kalay-kurşun-lehim olarak da kullanılmaktadır [2]. Lehim bir çok mühendislik malzemesinin temelini oluşturur. Bundan dolayı katılaştırma işlemi, fiziksel özellikler ve mikro yapı gibi özelliklerin deneysel ve teoriksel olarak incelemeleri yapılmaktadır. Kurşun-kalay lehim bilgisayar endüstrisinde çeşitli mikro elektronik bağlantılar için kullanılan en bilindik malzemedir. Kurşun-kalay lehimlerinin

farklı bileşimleri gelişmiş yapısal ve elektronik uygulamalar için önemli bir potansiyeldir. Lehim alaşımlarına yoğun ilgi süper yüksek plastik özellikleri, düşük erime sıcaklığı, ısınabilirlik ve iyi termal ve elektriksel iletkenlik özellikleri ve düşük maliyetinden dolayıdır [8].

2. BÖLÜM

LİTERATÜR ÇALIŞMASI

2.1. Elektriksel İletkenlik

2.1.1. Elektriksel İletkenliğin Tanımı

Elektriksel yüklerin herhangi bir etki ile (genelde potansiyel etki) bir yönde veya her iki yönde de hareketi elektriksel iletkenlik olarak tanımlanır. Elektriksel iletkenlik hareketli yüklü taneciklere göre sınıflandırılır. Bu sınıflandırmada hareketli tanecikler elektronlar ise elektronik iletkenlik, iyonlar ise iyonik iletkenlik, her iki tanecik türününse hareketli olduğu iletkenlik türü karma iletkenlik olarak tanımlanmıştır. Bu durumda iletkenlik üçe ayrılır ve şu şekilde gruplandırılır (tablo 2.1) [9].

Bir malzemenin elektrik iletimi elektronik ya da iyonik mekanizmalardan biri ile gerçekleşebilir. Yarıiletkenlik, süper iletkenlik ve metalik iletkenliği içine alan elektronik iletkenliğin dışında olan diğer iletkenlik türü iyonların hareketine bağlı olan iyonik iletkenliktir (tablo 2.2) [10].

Tablo 2.1. İletkenliğin sınıflandırılması

Elektriksel İletkenlik		
<u>Elektronik İletkenler</u> (yük taşıyıcılar elektronlar)	<u>İyonik İletkenler</u> (yük taşıyıcılar iyonlar O^{-2} , Li^{+})	<u>Karma İletkenlik</u> (yük taşıyıcılar iyonlar + elektronlar)
1-Metalik İletkenlik (Au, Cu)	1-Katı Elektrolitler (zirkonyum tabanlı katı elektrolit)	δ - Bi_2O_3 Fazı
2-Yarı İletkenlik (Si, Ge, polimer)	2-Süper İyonik İletkenlik (SrF_2)	
3-Süper İletkenlik (Hg, MgB_2)	3-Hızlı İyon İletkenliği ($Tl_3Cu_2Cl_3$)	

Tablo 2.2. Malzemelerin elektriksel iletkenlik deęerleri

Malzeme	İletkenlik ($\Omega\text{.cm}$) ⁻¹
İyonik kristaller	$<10^{-16}$ - 10^{-2}
İyonik iletkenler	
Katı elektrolitler	10^{-1} - 10^3
Sıvı elektrolitler	10^{-1} - 10^3
Metaller	10^3 - 10^7
Elektronik iletkenler	
Yarıiletkenler	10^{-3} - 10^4
Yalıtkanlar	$<10^{-10}$

2.1.2. Özdirencin Ölçülmesi

İletkenlik ve özdirenç bir malzemenin karakteristik özellikleridir. Elektriksel iletkenlik σ ile gösterilir ve birimi $(\Omega\text{cm})^{-1}$ ve ρ özdirençtir ve birimi (Ωcm) dir. Elektriksel iletkenlik ile özdirenç arasındaki bağıntı aşağıdaki ifade ile verilir

$$\sigma=1/\rho \quad (2.1)$$

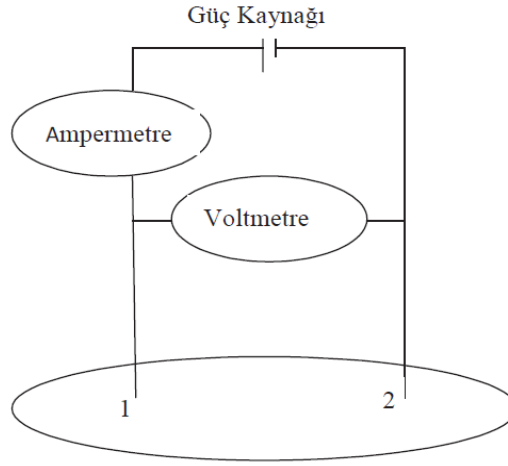
burada ρ özdirençtir [11]. Bir numunenin elektriksel iletkenliğinin belirlenmesi için ölçülen voltaj ve akım şiddeti ile hesaplanan özdirenç değeri ile numunenin geometrik yapısı arasında bir ilişki vardır.

Bu nedenle özdirencin hesaplanmasında kullanılan Ohm Kanunu;

$$\frac{V}{I} = R \quad (2.2)$$

Eşitliğine geometrik yapıya bağlı olan bir düzeltme faktörü (Resistivity Correction Factor) değeri ilave edilerek özdirenç hesaplanır. Bu düzeltme katsayısı numunenin kalınlığına ve kalınlık geometrik yapısına, yüzey büyüklüğüne, numune kenar sınırlarının yapısına, kontakların numune üzerinde bulunduğu konuma ve kontakların düzenine bağlı olarak değişir.

Malzemelerin özdirençlerinin belirlenmesi için tipik olarak numune içinde bir elektrik alan yaratacak olan akım kaynağına, bu elektrik alan nedeni ile numune içinde meydana gelen I elektrik akımının şiddeti ve keyfi seçilen herhangi iki nokta arasında meydana gelen V potansiyel düşmesinin belirlenmesine ihtiyaç vardır. Bir maddenin elektriksel direnci, maddenin üzerinden geçen I akımı ve bunun meydana getirdiği V gerilimin oranı ile bulunur (şekil 2.1).



Şekil 2.1. İki nokta elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği

$$R = \frac{V}{I} \quad (2.3)$$

İki metal kontak tel ile yapılan bu ölçüm yöntemi ile nokta elektriksel iletkenlik ölçümü olarak adlandırılır (şekil 2.1). Burada direncin belirlenebilmesi için V ve I değerinin doğrudan belirlenmesi yeterlidir [9].

Direncin elde edilmesi numunenin özdirencini belirlemesini sağlar. Homojen bir numunenin özdirenci belirlenmek istendiğinde malzemenin geometrik özelliklerini de içerir.

Özdirenç ifadesi aşağıdaki şekilde verilebilir.

$$\rho = \frac{V}{I} \cdot G \quad (2.4)$$

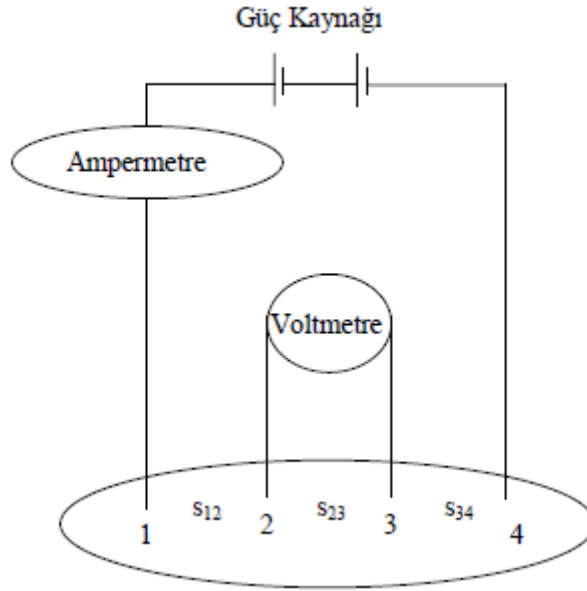
Burada G gösterimi numunenin boyutlarını yani yüzey geometrik sınırlarını ve kalınlığını, elektriksel kontakların numune üzerindeki konumunu ve diziliş düzenini içeren bir katsayıdır ve “Geometrik Düzeltme Katsayısı/Faktörü” (Resistivity Correction Factor, RCF) olarak tanımlanır [9]. Numunelerin geometrisine ilave numune üzerinde prob pozisyonu ve prob aralıklı kullanılması düzeltme faktörünü belirler. Düzeltme faktörlerinin gerekliliği numunelerde olası mevcut yolları sınırlayan bir sınır yakınlığı nedeniyle oluşur [12].

İki nokta ölçümü (two point probe) ile elde edilen R_{toplam} direnç değeri numunenin direncinin dışında başka ek dirençleri de içerir. Bu ek dirençler iletken telin (R_{tel}), numuneye akımı aktaran iğne uçların (probe, pin) (R_{prob}), gerekirse problemleri numuneye tutturan iletken lehimin (R_{pasta}), kontak ucu ve numune temas ara yüzeyinin dirençlerinin (R_{kotak}) toplamıdır. Bu nedenle numunenin hesaplanan ρ öz direnci olması gerekenden daha büyüktür. Numuneye kontak olarak kullanılan iletken teller genel olarak iki parçalıdır ve bu da iki farklı dirençli kontak kullanmak demektir. Bu kontaktların bir kısmı ölçüm cihazlarına bağlı olan iletken tel kablolar ve diğer kısmı da bu kabloların numuneye temas eden uç kısımları olan problemlerdir. Problemler genelde ihtiyaca uygun farklı metalden yapılır. Bunun nedeni numunenin cinsine göre numuneye sert ve sağlam temasın sağlanması ya da yüksek sıcaklığa dayanıklı olan metal başlar kullanmaktır. Bu durum özellikle kontak direnci numune direncine oranla yüksek olan iyi iletkenlerin ve yarıiletkenlerin öz direncinin belirlenmesinde ortaya çıkar.

Bu gibi durumlardan dolayı sadece numunenin direncini belirleyen bir direnç ölçme tekniği daha uygun olacaktır. Dört nokta ölçümü (four point probe) elektriksel iletkenlik ölçme tekniğinde kullanılan noktaların dirençleri ölçümde hesaba girmez ve hesaplanan değer sadece numunenin öz direncidir. Bu sebeple ölçümlerde dört nokta ölçüm elektriksel iletkenlik ölçme tekniği kullanılmıştır.

Bu amaçla kurulan düzenekte kontaktlardan ikisi numune üzerinde akan akımı ölçmek için, diğer ikisi ise herhangi iki nokta arasındaki potansiyel farkı ölçmek için kullanılır (Şekil 2.2). Şekil 2.2’de görüldüğü gibi 1. ve 4. problemlerden akım ve 2. ve 3. problemlerden ise potansiyel fark ayrı ayrı ölçüldüğü için iki nokta iletkenlik ölçüm tekniğindeki gibi kontak dirençleri ölçüme doğrudan dahil olmaz. Yine bu sistemde de

kontak direnci söz konusudur ama ölçümün sonucunu çok az etkileyeceğinden ihmal edilebilir.



Şekil 2.2: Dört Nokta Prob Yöntemi İle Elektriksel İletkenlik Ölçüm Tekniği

Bu ölçüm tekniğinde öz direnç denklemi yukarıda verilenden farklı olmamakla beraber aşağıdaki şekildedir.

$$\rho = \frac{V_{23}}{I_{14}} \cdot G \quad (2.3)$$

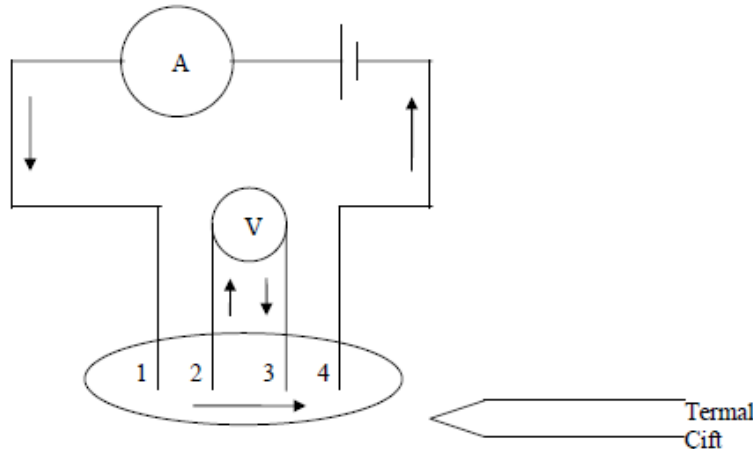
Kontakların aynı doğrultuda dizilmeleri en avantajlı ölçüm şekli olacaktır. Bu durumda G faktörünün belirlenmesi ve hesabı daha sadedir. Burada s ardışık kontaklar arası mesafedir (şekil 2.2). Böyle bir ölçüm düzeneğinde yukarıda yer alan ρ öz direnç denklemindeki G katsayısı numune geometrisi, kontakların numune üzerindeki konumuna ve kontaklar arası s mesafesine bağlıdır. Uygulamada genel olarak yapılan kontak dizilişi $s_{12}=s_{23}=s_{34}=s$ olan eşit aralıklı düzendir [10].

Dört nokta yöntemi elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği çalışma prensibi şekil 2.3’de gösterilmiştir. Burada I akımı ve V voltajı multimetreden okunur. Termal çift ise o anki numunenin sıcaklığını ölçer.

I akışı her durumda numune üzerinde 1. kontakdan 4. kontağa doğrudur. Akım geçişi esnasındaki numune üzerine düşen gerilim 2. ve 3. kontaklardan okunur (Şekil 2.3). Burada elektriksel iletkenlik aşağıdaki denklem ile hesaplanır.

$$\sigma T = \frac{I}{V} \frac{1}{G} \quad (1.4)$$

Burada I numuneden geçen akım (A), V numune üzerimde gözlenen potansiyel fark (V), G geometrik düzeltme faktörü (cm) olarak tanımlanır [13].



Şekil 2.3. Dört nokta prob yöntemi ile elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği çalışma prensibi [13]

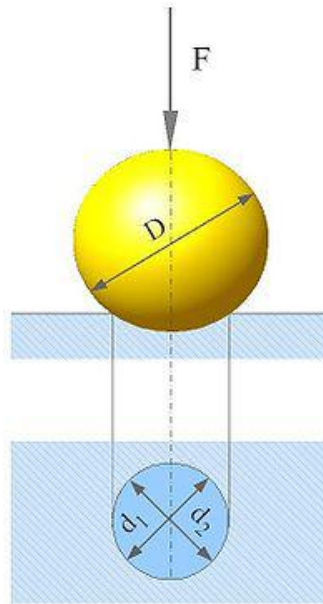
2.2. Sertlik

Sertlik, bir metalin kalıcı biçim değiştirmeye karşı göstermiş olduğu direncin bir ölçüsüdür. Metalin sertliği yüzeyine bir batıcı uç (indenter) batırılarak belirlenir. Genellikle küre, piramit veya koni şeklinde olan batıcı uç, numuneden çok daha sert bir malzemedir. Örneğin, sertleştirilmiş çelik, volfram karbür veya elmas yaygın olarak kullanılan batıcı uç malzemeleridir. Standart sertlik deneylerinin çoğunda, yük, batıcı ucu yavaşça malzeme yüzeyine dik olarak batırılır. Batırma işleminden sonra batıcı uç yüzeyden kaldırılır. Batma derinliği veya batma kesiti alanı esas alınarak sertlik değeri hesaplanır [14].

Sertlik değerlerinden malzemelerin iç yapı durumu hakkında sonuçlar çıkarılabilir. Sertlik ölçümleri bu sebeple yaygın olarak uygulanır ve özel bir numune hazırlanmasına gerek göstermeden malzeme parçası üzerine yapılabilir [1]. Bir malzeme ne kadar sert ise dayanımı o kadar yüksek ve aşınma direnci o kadar fazladır. Makine elemanlarında kullanılan malzemelerin ömrü, sertlikleriyle yakından ilişkilidir. Ayrıca, sert malzemelerin iç yapıları düzensiz ve gerilmeli olduğundan, elektriksel iletkenlikleri düşüktür. Bu bakımdan malzemelerin sertlikleri ile elektriksel iletkenlikleri arasında yakın bir ilişki vardır. Günümüzde yaygın olarak kullanılan dört çeşit sertlik ölçme yöntemi vardır. Bunlar, Brinell sertlik ölçme yöntemi, Rocwell sertlik ölçme yöntemi, Knoop sertlik ölçme yöntemi, Vickers sertlik ölçme yöntemi [15].

2.2.1. Brinell Sertlik Ölçme Yöntemi

Bu yöntemde batıcı uç olarak sertleştirilmiş çelik küre veya tungsten karbür kullanılmaktadır. Kullanılacak kürenin çapı numune kalınlığına ve malzemenin şekline göre seçilir. Yükün uygulanma süresi 10-15 saniyedir. Sertliği ölçülecek numune üzerine batırılan çelik küre, hacmi nedeni ile numune üzerine küresel iz bırakır. Şekil 2.4’de Brinell sertlik ölçümü metodunun şematik gösterimi verilmiştir ($d_1=d_2$).



Şekil 2.4. Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi

Numune üzerindeki izin alanı hesaplanarak, Brinell serlik (H_B) değeri:

$$H_B = \frac{\text{uygulanan yük (kgf)}}{\text{iz yüzeyi (mm}^2\text{)}} \quad (2.5)$$

$$H_B = \frac{2F}{\pi D \left(D - \sqrt{[(D)^2 - d^2]} \right)} \left(\frac{\text{kgf}}{\text{mm}^2} \right) \quad (2.6)$$

bağlantısı ile bulunur veya hazır sertlik tablalarından alınır. Burada F; numuneye uygulanan yük, D; çelik bilyenin çapı, d; numune üzerinde oluşan iz çapıdır [15].

2.2.2. Rockwell Sertlik Ölçüm Yöntemi

Rockwell sertlik ölçme yönteminde, standart cihaz ve yüzeysel cihaz olmak üzere iki tip sertlik ölçme cihazı kullanılmaktadır. Standart cihazda, 60, 100, 150 kg'lık kütleler kullanılır. Batıcı uç olarak, sert malzemeler için uç kısmında tepe açısı 120° olan, 0,2 mm çapında yuvarlaştırılmış elmas koni kullanılırken, yumuşak malzemeler için de 1/16" (~1,59 mm) çapında sertleştirilmiş çelik bilye kullanılmaktadır. Uç olarak standart cihazlarda kullanılan çelik bilyeler ve elmas koni yüzeysel cihazlarda da kullanılmaktadır. Rockwell yönteminde sertlik, numuneye batan ucun meydana getirdiği derinlik esas alınarak bulunmaktadır [15]. Sertlik değerleri direk okunur. Burada hesaplama ihtiyacı duyulmamaktadır.

2.2.3. Knoop Sertlik Ölçme Yöntemi

Mekaniksel sertlik ölçme yöntemlerinden biri olan Knoop sertlik ölçme yöntemi özellikle çok ince ve kırılgan malzemelerin mikrosertlik değerlerinin ölçülmesinde kullanılır. Bu yöntemde amaç, sertliği ölçülerek numune üzerinde sadece küçük bir iz bırakılmaktadır. Bir piramit elmas uç, belirli bir kuvvet ve süre kadar uygulanır. Knoop sertliği H_K veya KHN ile gösterilir ve aşağıdaki formülle ifade edilir:

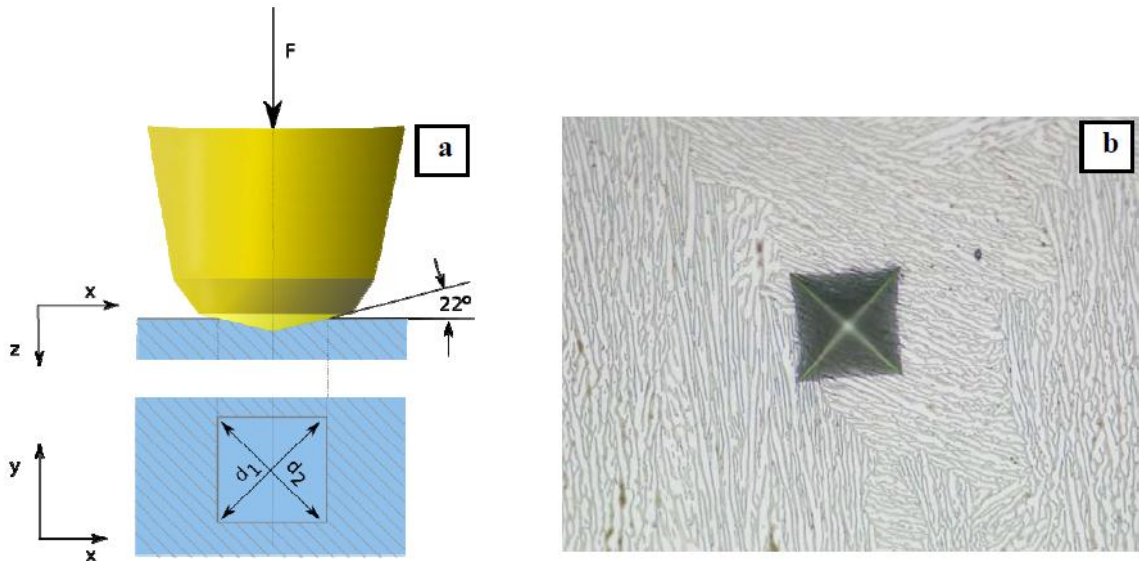
$$H_K = \frac{\text{uygulanan yük}}{\text{iz alanı}} = \frac{P}{c_p L^2} \left(\frac{\text{kgf}}{\text{mm}^2} \right) \quad (2.7)$$

Burada L ; numune üzerindeki izin uzunluğu, c_p ; düzeltme faktörü (izin şekline bağlıdır ve genellikle 0,070279 değeri kullanılır) ve P ; uygulanan yük miktarıdır.

Bu metotla çok küçük boyutlu malzemelerin bile mikro sertlik değeri ölçülebilmektedir. Bununla beraber numune üzerinde oluşturulan izin boyutu ölçülürken mikroskobun kullanılmasının zor olması, numuneyi hazırlama ve iz elde etme işlemlerinin zaman alması bu metodun zorluklarındandır [15].

2.2.4. Vickers Sertlik Ölçme Yöntemi

Vickers sertlik ölçümünde kullanılan uç, yüzeyleri arasında 136° açı bulunan bir elmas piramittir. Darbelere karşı daha hassas olduğundan en sert malzemeler bu metotla ölçülebilir. Uygulanan yük 10 g ile 1000 g arasında değişmektedir. Uç, numuneye belli bir kuvveti 5-30 saniye kadar uygulayarak, numune üzerinde kare şeklinde iz oluşturur. İzin köşegen boyutları (d), cihaz mikroskobundan okunarak belirlenir. Şekil 2.5’de Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi ve batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı verilmiştir.



Şekil 2.5: (a) Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi, (b) Batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı.

Vickers sertliği (H_v), Brinell sertliğine benzer şekilde, uygulanan kuvvetin iz alanına belirlenmesi ile hesaplanır veya hazır V tablolarından alınır.

$$H_v = \frac{2F \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}{q \cdot d^2} \left(\frac{kgf}{mm^2} \right) \quad (2.8)$$

Burada F ; uygulanan yük, g ; yer çekimi ivmesi, $d(d^2=d_1 \cdot d_2)$; izin alanıdır. Vickers sertliği ile çok ince bölge veya tabakaların bile sertliği hassas bir şekilde ölçülebildiğinden, bu metotla ölçülen sertlik değeri, mikro sertlik olarak da bilinir [15].

En duyarlı ölçme yöntemidir. Daha uzun zaman almasına rağmen, özellikle araştırma amacı ile mikro sertlikleri ölçmeye elverişlidir. Vickers sertlik testinin oldukça doğru sonuçların alınabilmesi, en geniş ölçme aralığına sahip olması ve tüm metal yüzeyler için tek bir uç kullanılması gibi avantajları vardır. Ayrıca değişen kuvvetler altında sert ve yumuşak metallere ait sertlik ölçümleri içinde kullanılabilir. Vickers sertlik testinin dezavantajları ise izin büyüklüğünün optik olarak ölçmeye ihtiyaç duyulmasıdır. Nitekim ölçme cihazı, sertlik ölçme cihazı ve mikroskobun karışımı olan bir cihazdır. Dolayısıyla izin görülebilmesi için test noktasının çok iyi parlatılması gerekir [1]. Mikro sertlik gibi mekanik özellikler işlem sıcaklığı, kompozisyon, mikro yapı vb özelliklere bağlıdır [16].

2.3. X-Işınlari Difraksiyon Metodu (XRD)

Kristal yapı, üç boyutlu uzayda düzgün tekrarlanan bir deseni temel alan bir atomik yapıya sahiptir. Bu nedenle, katıların kristal yapısı, yapıda bulunan atom gruplarının bir araya gelmesi ile oluşur. İlk kez Max Van Laue tarafından kristal yapı ve yapı içindeki atomların dizilişleri X-ışını kırınım desenleri kullanılarak incelenmiştir. Bir malzemenin atomik yapısını görüntülemek, yüksek çözünürlüğe sahip çeşitli elektron mikroskopları kullanılarak mümkündür. Fakat bilinmeyen yapıları belirtmek veya yapısal parametreleri tayin etmek için kırınım tekniklerini kullanmak gerekir. Katıların kristal yapılarını incelemek için en çok kullanılan kırınım tekniği X-ışını kırınımıdır. Bu tekniğin ince film analizi için uygun olması, temelde iki nedenden dolayıdır;

1. X-ışınlarının dalga boyları, yoğunlaştırılmış maddedeki atomik mesafeler ölçüsündedir ve bu özellik, yapısal araştırmalarda kullanılmalarını sağlar.
2. X-ışınları kırınım teknikleri, yıkıcı değildir ve incelenen numuneyi değiştirmez [17].

XRD sistemi çoğunlukla ağır elementlerden oluşan, katı anorganik ve kristalin maddelerin araştırılmasına uygun bir aletsel yöntemdir. XRD ölçümleri için kullanılan

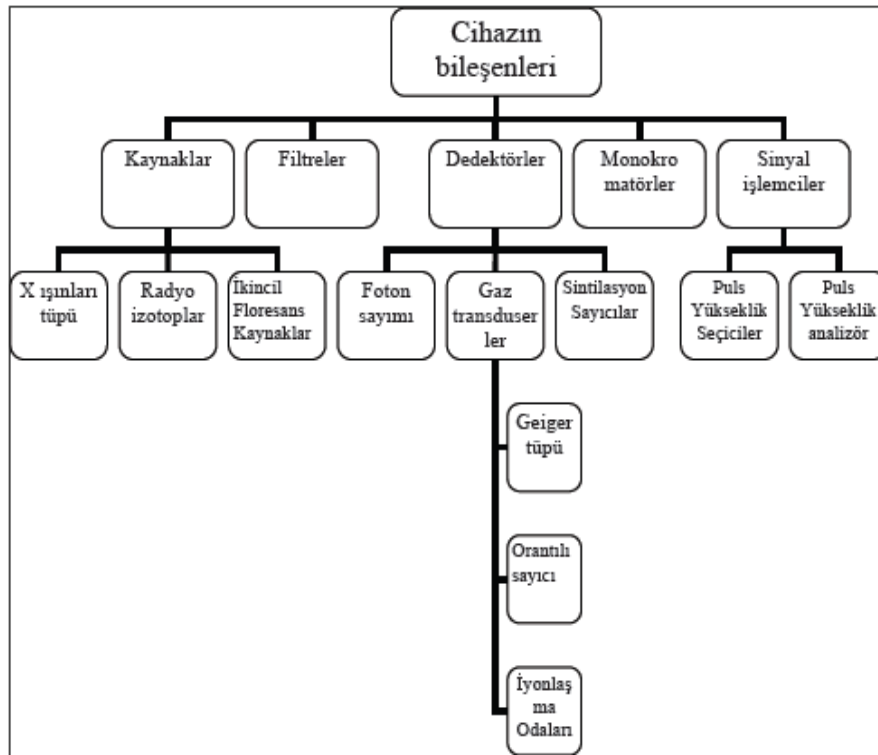
cihazlar basit olarak şekil 2.6'daki blok diyagramına sahiptir. Yöntem, süper iletkenler, seramikler, metaller, alaşımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karışımlar, korozif maddeler, çelik kaplama malzemeleri, maden analizlerinde, toprak analizlerinde, safsızlık katkılanmış yarı iletkenlerde, böbrek ve mesane taşlarında, bileşim analizlerinde, adli konularda, boyar maddelerde, pigmentlerde, çimentolarda, doğal veya yapay minerallerde, herhangi bir malzemenin içerdiği bileşik veya elementlerinin tayininde, inorganik polimerlerde, faz diyagramlarının ve faz dönüşümlerinin araştırılması kristalin veya amorf kompleks bileşiklerinin incelenmesinde olduğu gibi bir çok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir. Yaygın olmamakla birlikte bazı katı organik bileşiklerin, katı organik polimerlerin, plastiklerin, organik boyar maddelerin v.s. analizlerinde kullanılmaktadır [18].

Ayrıca XRD çalışmaları metallerin, polimerik malzemelerin ve diğer katıların fiziksel özelliklerinin çok daha iyi anlaşılmasına katkıda bulunmuşlardır. X-ışınları difraksiyonu son zamanlarda stereoidler, vitaminler ve antibiyotikler gibi karmaşık maddelerin yapılarının aydınlatılmasında da yaygın olarak kullanılmaktadır.

X-ışınları difraksiyonu kristalin bileşiklerin kalitatif (hangi element veya bileşiklerden meydana geldiğini bulmaya yarayan analiz dalıdır) olarak tanınmasında pratik ve uygun bir yöntemdir. X-ışınları toz difraksiyon yöntemi ise, katı bir numunedeki bulunan bileşikler hakkında kalitatif ve kantitatif (bileşenlerden her birinin ne yüzde de olduğunu bulmaya yarayan analiz dalıdır) bilgi sağlayabilen tek analitik yöntemdir. Örneğin, toz yöntem ile bir katı numunedeki KBr ve NaCl yüzdeleri tayin edilirken diğer analitik yöntemlerle sadece numunedeki K^+ , Na^+ , Br^- , Cl^- iyon yüzdeleri tayin edilebilmektedir [18].

2.3.1. X-Işını Difraksiyonu (XRD)

X-ışınlar toz yöntemleri her bir kristalin madde için x-ışını difraksiyon modelinin sadece o kristale özgü olması temeline dayanır. Böylece eğer numunenin difraksiyon deseni ile tam uyarsa (difraksiyon açıları aynı olursa), numunenin kimyasal yapısı bulunabilir [18].



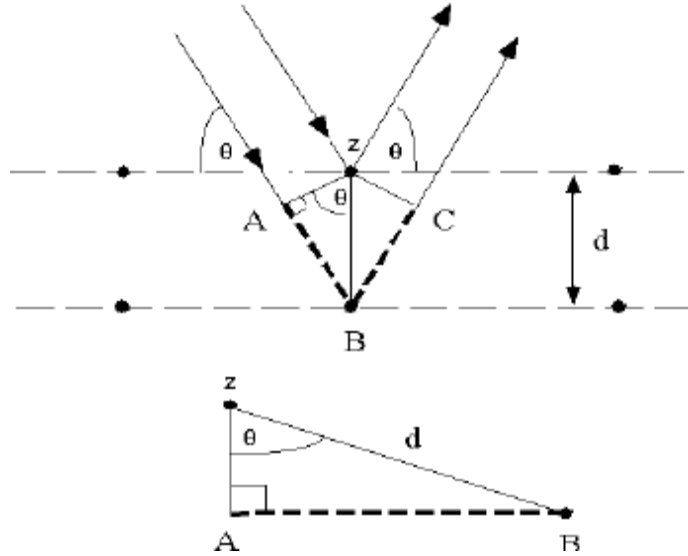
Şekil 2.6. X-ışınları toz difraktometresinin bileşenleri

2.3.2. Kristal Yapı Analizi

Toz difraksiyon yönteminde, analitik difraksiyon çalışmaları için kristal numune, homojen durumda olur. Çok sayıda küçük kristal tanecikleri bütün mümkün yönlerde yönlenirler; böylece bir x-ışını demetinin malzeme içinden geçerken çok sayıda taneciğin bütün mümkün düzlemler arası boşluklarda yansıması için Bragg şartını yerine getirecek şekilde yönlenmiş olması beklenir.

Bir kristalin yapısı, atomla etkileşen dalgaların difraksiyon desenleri incelenerek tayin edilir. Difraksiyon doğrultuları ve şiddetleri ölçülerek, difraksiyondan sorumlu kristal yapı ile ilgili bilgi elde edilir. Paralel, mono kromatik ve dalga boyu λ olan x-ışınlarının bu kristal yapı üzerine, kristal düzlemiyle θ açısı yaparak geldiğini farz edelim. X-ışını demeti kristale geldiğinde düzlemlerden (düzlemin d aralıklı sıralandığı varsayılır) farklı doğrultularda yansıma yaparlar ve belli şartların sağlandığı durum haricinde birbirlerinin etkilerini azaltırlar.

Kristali tanıttak olan difraksiyon deseninin olması için şekil 2.7’de de görüldüğü gibi yansıma ışınlarının yapıcı girişim yapmaları gerekir. Şekil 2.7’de örgü yüzeyinin bir parçası gösterilmiştir [18].



Şekil 2.7. X-ışınlarının bir kristal tarafından difraksiyonu

Her bir yüzeyden yansıyan dalgalar arasındaki yol farkı $AB+BC=2d\sin\theta$ ile ifade edilir. Yapıcı girişim olması için bu ifadenin dalga boyunun tam katlarına, $n\lambda$, eşit olması gerekir. Bunun için gerekli şart, komşu iki düzlemden yansıyan ışınlar arasındaki yol farkı $2d\sin\theta$ olmalı ve yol farkı dalga boyunun tam katı olmalıdır. Bu ifade Bragg kanunu olarak bilinmektedir ve;

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.9)$$

Bu ifadeye göre difraksiyon meydana gelebilmesi için gelen ve yansıyan ışınların belli bir yüzeyle belli bir açı yapması gereklidir. Aynı zamanda gelen ışınların dalga boylarının d düzlemler arası mesafeden küçük olması ya da ona eşit olması gerekmektedir ($\lambda \leq 2d$). Bu da difraksiyon için gerekli şartları belirlemektedir [18].

2.3.3. Difraksiyon Desenlerinin Yorumu

Bilinmeyen bir malzemenin toz difraksiyon desenlerinden yararlanarak tanımlanması, sinyallerin θ ve 2θ cinsinden pozisyonlarına ve bağlı şiddetlerinin elde edilmesi

temeline dayanır. Difraksiyon açısı 2θ belli bir grup düzlemler arası açıklık tarafından belirlenir. Bragg eşitliği yardımıyla bu düzlemler arası uzaklık (d) mesafesi kaynağın bilinen dalga boyundan ve ölçüm yapıldığı açıdan hesaplanır. Çizgi şiddetleri her bir düzlem kümesindeki atomik yansıtma merkezlerinin türüne ve sayısına bağlıdır. Uluslararası Difraksiyon Verileri Merkezi (International Centre For Diffraction Data, Swarthmore, PA) tarafından toz difraksiyon verileri dosyası sağlanabilir. Bu dosyadaki verileri tarayarak bilinmeyenleri belirlemek zor ve zaman alıcı olduğundan, toz veriler dosyası; inorganikler, organikler, mineraller, metaller, alaşımlar, adli malzemeler ve diğer türlerin listesini içeren alt dosyalara ayrılmıştır. Bu dosyalardaki veriler düzlemler arası uzaklık mesafelerini ve bağıl çizgi şiddetlerini göstermektedir. Veriler en şiddetli çizginin d değerlerine göre sıralanmıştır; en şiddetli d mesafelerine bir pikometrenin yüzde bir ikisi kadar yaklaşan d değerleri alınır. Muhtemel bileşikler ayrıldıktan sonra aralarında tekrar bir eleme için ikinci, daha sonra üçüncü, vb. en şiddetli çizgilerin d değerlerine göre elemeler yapılarak bilinmeyene yaklaşıp. Çoğunlukla üç veya dört d değeri bileşiğin iyi bir şekilde teşhis edilmesi için yeterlidir. Günümüzde artık bilgisayar tarama programlarıyla bu zor işlem kolaylaştırılmıştır.

Eğer numune iki veya daha fazla kristal bileşiği içeriyorsa, bunların tanımlanması daha karmaşık olmaktadır. Bu durumda denemeler sonucu bir uygunluk sağlanana kadar daha şiddetli çizgilerin çeşitli kombinasyonları kullanılır. Difraksiyon çizgilerinin şiddetleri ölçülerek ve standartlarla karşılaştırılarak kristal karışımlarının kantitatif analizini yapmak mümkündür [18].

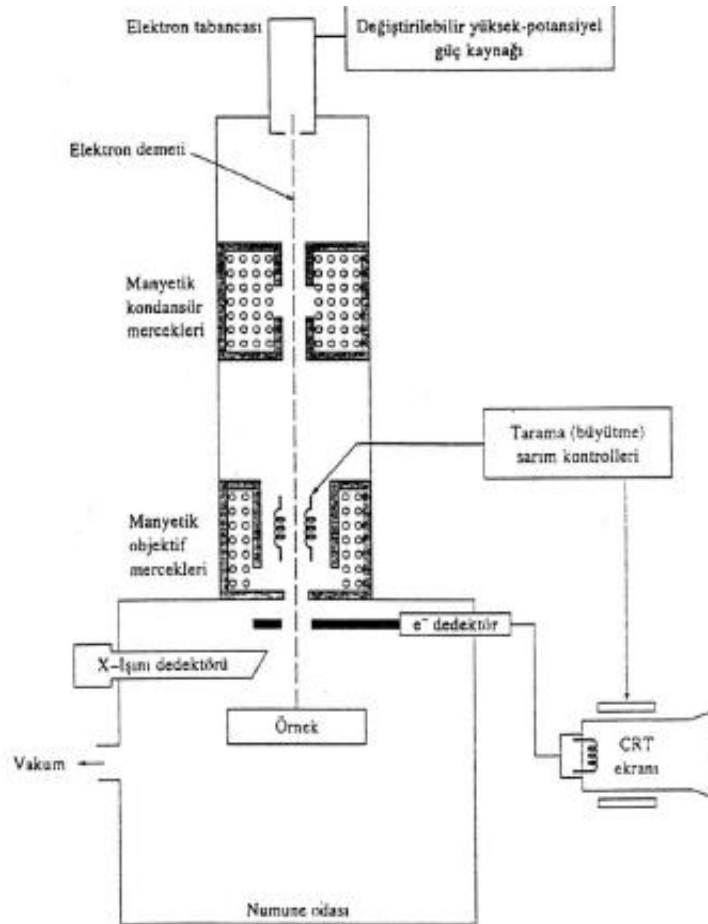
2.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Bilinen ilk SEM araştırmaları 1935 yılında M. Knoll ve onun gibi öncü birkaç arkadaşı tarafından Almanya'da elektron optiği üzerine yaptıkları araştırmalarla başladı. 1928 yılında, M. Von Ardenne'nin SEM'e bir tarama bobini ilave ederek STEM'i geliştirmesiyle sürdürüldü. Elde edilen ilk görüntü elde edilen ilk görüntü, 23 kV ve 8000 büyütmede çalışılan ve 50 ile 100 nm'lik uzaysal dağılıma sahip bir STEM kullanılarak ZnO kristalinden alındı [19].

Taramalı elektron mikroskobunda, katı numune yüzeyi yüksek enerjili bir elektron demeti ile taranır. Bu teknikte yüzeyden çeşitli tür sinyaller oluşturulur. Bunlar geri

saçılmış elektronlar, bu teknikte yüzeyden çeşitli tür sinyaller oluşturulur. Bunlar geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlar, Auger elektronları, X-ışını floresans fotonları ve değişik enerjili diğer fotonlarıdır. Bütün bu sinyaller yüzey çalışmalarında kullanılmış olmakla beraber, bunların içinde en yaygın olan iki tanesi taramalı elektron mikroskopunun temelini oluşturan geri saçılmış ve ikincil elektronlar ve elektron mikroprob analizinde kullanılan x-ışını emisyonudur [20].

Şekil 2.9’da görülen manyetik kondensör ve objektif mercek sistemi, görüntüyü 5 ile 200 nm’lik numune üzerindeki son nokta boyutuna indirgeme görevi görürler. Bir veya daha çok sayıda mercekten oluşan kondensör mercek sistemi, elektron demetinin objektif merceklerle ulaştırılmak üzere yönlendirilmesini sağlar, objektif mercekler ise numune yüzeyine çarpan elektron demetinin boyutlarından sorumludur. Mercekler genel olarak simetrik silindirik olup, 10-15 cm yüksekliğindedir.



Şekil 2.8. Taramalı elektron mikroskopun blok diyagramı

SEM ile tarama, objektif merceklerin arasında yerleştirilmiş iki çift elektromanyetik sarım ile sağlanır. Sarım çiftlerinden biri, demeti numune boyunca x yönünde kaydırırken, diğer çift y yönünde saptırır.

Taramanın yapılabilmesi için tarama sarımlarından birine elektrik sinyali uygulanır ve elektron demeti mercek sisteminin merkez ekseninin bir yönünden numuneye çarpar. Bu sarım çiftine (yani x sarımlarına) uygulanan elektrik sinyalinin zamanın bir fonksiyonu olarak değiştirmek suretiyle elektron demetinin numune boyunca düz bir doğru üzerinde hareket ettirilmesi ve daha sonra tekrar başlangıç (orjin) pozisyonuna dönmesi sağlanır. Çizgi taraması tamamlandıktan sonra diğer sarım grubu (y sarımları) kullanılarak demet y yönünde biraz kaydırılır ve x sarımlarını kullanarak x yönünde demet kaydırması tekrarlanır. Demetin bu şekilde hızla hareket ettirilmesiyle tüm numune yüzeyi elektron demetiyle ışınlanabilir. Tarama sarımlarına uygulanan sinyaller ya analog ya dijitaldir. Dijital taramanın üstünlüğü, elektron demetinin hareketinin ve incelenecek bölgeyi bulmasının çok iyi bir şekilde tekrarlanabilir olmasıdır. Numuneden alınan sinyaller kodlanır ve demetin x ve y pozisyonlarını dijital olarak temsil eden formda hafızaya alınır [20].

Elektron demetinin x ve y yönünde tarama yapmasını sağlayan sinyalleri yöneten sistem, aynı anda katot ışınları tüpünün (CRT) dikey ve yatay eksenlerinin taranmasını sağlar. CRT üzerindeki nokta şiddetini kontrol eden bir dedektör çıkış sinyalini kullanarak numunenin bir haritasını oluşturur. Bunu yaparken numunenin yüzeyindeki belirli bir alanda oluşturulan sinyalin CRT ekranında buna karşı gelen bir nokta ile birebir korelasyonu sağlanır. SEM ile görüntü de sağlanabilecek büyütme (M)

$$M = W/w \quad (2.10)$$

Bu denklem ile verilir. Burada W, CRT ekranının genişliği, w ise numune boyunca tek bir tarama çizgisinin genişliğidir. W sabit olduğundan w'yi azaltarak büyütme (M) arttırılabilir. Büyütme faktörü ile numune boyunca tarama genişliği arasındaki ters orantı nedeniyle sonsuz küçük bir noktaya odaklanan elektron demetiyle sonsuz bir büyütme sağlanabilir. Ancak diğer pek çok faktör, ulaşılacak büyütme oranını 10 kat ile (10x) 100 000 kat (100 000x) arasında sınırlandırır.

Numune ve numune tutucu, numune odakları numunelerin hızlı bir şekilde değiştirilebilmesine uygun olarak tasarlanmıştır. Normal basınçtan 10^{-4} torr veya daha düşük bir basınca hızla ulaşabilmek için yüksek kapasiteli vakum pompaları kullanılır.

Çalışması en kolay olan numuneler elektriği iletkenlerdir. Çünkü engellenmemiş veya yavaşlatılmamış bir şekilde toprağa akan elektronlar, yük birikimi nedeniyle oluşan gerçek olmayan yapay verileri en aza indirir. Ayrıca, elektrikçe iyi iletken numuneler genellikle ısıyı iyi iletiklerinden ısısal bozunma olasılığı en azdır.

İletken olmayan numunelerin SEM görüntülerini elde etmek için çeşitli teknikler geliştirilmiştir. Fakat en çok uygulanan tekniklerde numune yüzeyi tozlaşma veya vakum buharlaşma uygulanarak ince bir metalik film tabakasıyla kaplanır. Kaplama işlemlerinde dikkat edilecek nokta, aşırı kalın kaplamanın yüzey ayrıntılarını örtmesidir. Bu nedenle optimum bir kalınlığın seçilmesi gerekir.

Taramalı elektron mikroskoplarda elektron için en yaygın transduser (elektriksel olamayan büyüklükleri elektriksel hale getiren eleman) tipi X-ışınları sintilasyon (parıldama) transduserlerine benzer fonksiyona sahip simülasyon düzenekleridir. Bunlarda katkılanmış bir cam veya plastik hedef üzerine bir elektron çarptığında görünür bölgede aşırı miktarda foton yayınlanır. Fotonlar, cihazın yüksek vakum bölgesi dışında yer alan fotoçoğaltıcı tüpe bir ışık borusu vasıtasıyla iletilir. Sintilasyon transduserlerinde ortalama 10^5 ile 10^6 katlık bir çoğaltma sağlanır.

SEM ve EDX (enerji dispersif x ışınları analizi) ölçümleri yapılan numuneler için Scherrer-Warren eşitliği kullanılarak, yapıyı karakterize edecek, seçilen en şiddetli piklerin pik profili hesaplandı.

$$D = 0.9\lambda / (B \cos \theta_B) \quad (2.10)$$

Scherrer-Warren eşitliğinde D ortalama kristal boyutu, λ ölçümde kullanılan x-ışınının dalga boyu, θ_B Bragg difraksiyon açısı ve B ise pik yarı yüksekliğinin genişliğidir. B değerini hesaplamak için

$$B^2 = B_m^2 - B_s^2 \quad (2.11)$$

eşitliği kullanılır. B_m ölçülen ve hesaplanan pik yarı genişliklerinin doğrulamasından elde edilen değer ve B_s yapı için iç yansımalarının elde edilen pik yarı genişliğidir [20].

2.5. Mekaniksel Özellikler

Bir malzemenin uygulanan kuvvetlere karşı gösterdiği tepki, mekaniksel davranış olarak tanımlanır. Bu davranış değişik tür zorlanmalar altında oluşan gerilme ve şekil değiştirmeleri ölçerek veya gözleyerek saptanır [1].

Herhangi bir katılaşmış malzemenin mekanik özellikleri genellikle sertlik testi, çekme testi, süneklik testi vb ile belirlenir [16]. Bunlardan her birisi malzemenin mekanik kuvvetlere dayanıklılığı ile ilişkilidir. Malzemeler artan dış kuvvet altında önce şekil değiştirirler, sonra dayanımı yitirerek kırılırlar. Düşük kuvvetler altında şekil değiştirmeler elastik yani tersinirdir. Uygulanan dış kuvvet elastiklik sınırını aşarsa kalıcı yani plastik şekil değişimi ortaya çıkar. Elastiklik, şekil değiştirmeye karşı direnç veya malzemenin esneklik modülü ile belirlenir. Tokluk bir malzemeyi koparmak için gereken enerjinin bir ölçüsüdür. Süneklik ise malzemenin kopmaksızın dayanabileceği şekil değiştirme miktarıdır. Tüm bu mekaniksel özellikler çeliklerin ısıtma işlemleri sonucunda ortaya çıkan yapıları her birinde farklı değerler alır. Çoğu zaman oldukça karmaşık görüntü de sergileyen faz-mekanik özellikler ilişkisi birçok araştırmacının dikkatini çekmiştir [1].

Cisimlerin mekanik özellikleri iki aşamada incelenebilir. Birinci aşamada bunların birer sürekli ortam olduğu varsayılır. Bu sürekli ortamların uygulanan dış kuvvetlere karşı tepkisi, uygulama-gözle yöntemi ile deneysel olarak saptanır. Bu aşamada atomların nasıl davrandıkları ve içyapıda ne gibi değişikliklerin olduğu göz önüne alınmaksızın uygulanan gerilmeye karşı oluşan şekil değiştirmeler ölçülür. Böylece belirli koşullar altında elde edilen gerilme- birim şekil değiştirme bağıntıları malzemelerin mekanik davranışları ile ilgili çok yararlı bilgiler sağlar. İkinci aşamada ise, atomların nasıl davrandığı ve içyapıda meydana gelen değişiklikler, diğer bir deyişle şekil değiştirme ve kırılma mekanizmaları ele alınır [20].

Malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi ve mekanik davranışlarının belirlenmesi amacı ile çekme deneyleri yapılır. Mühendislikte önemli olan metal ve

alaşımların, çekme deneylerinden elde edilebilecek, mühendislik tasarımlarında yararlanılan mekanik özellikler:

1. Elastiklik modülü
2. %0.2 Kalıcı şekil değişimindeki akma dayanımı
3. Çekme dayanımı
4. Kopmada yüzde uzama
5. Kopmada yüzde kesit daralması [20].

Çekme deneyi, bir malzemenin statik zorlama şeklindeki çekmeye karşı gösterdiği direnci saptamak ve malzemenin çekme dayanımını hesaplamak için yapılır. Çekme deneyinde deney parçası düzgün ve darbesiz olarak kopuncaya kadar çekilip zorlanarak uzatılır. Sonucun hatalı çıkmaması için uzama hızı düşük olmalıdır. Çekme kuvveti ve uzunluk değişimi ölçülür veya ölçü aletine takılı bir kalem ucu tarafından çizilir. Deney sırasında malzemenin sabit olarak artan ve kesit üzerine eşit olarak dağılmış çekme kuvveti etkisi altında davranışı takip edilir. Çeşitli metal ve alaşımlar, birbirinden çok farklı gerilme-şekil değiştirme diyagramlarına sahiptirler [7].

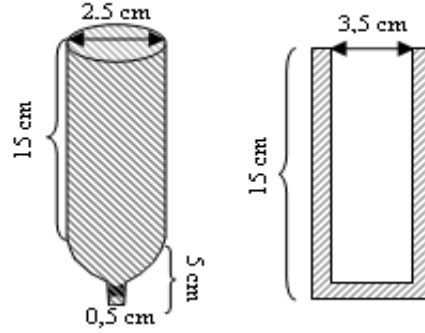
3. BÖLÜM

YÖNTEM VE MATERYALLER

3.1. Numune Hazırlanması ve Kullanılan Fırınlr

3.1.1. Numunenin Hazırlanması

Deneylerde kullanılacak alaşımların dökümlerinin yüksek sıcaklıklarda yapılabilmesi sıcağa dayanıklı grafitlerden hazırlanan numune kalıpları kullanılmaktadır (Şekil 3.1).



Şekil 3.1. Grafit pota ve huni.

Grafit kolay işlenebilen, yüksek sıcaklığa dayanabilen ve metallerle etkileşmeye girmeyen bir malzeme olmasından dolayı tercih edilmektedir. Grafitin pota ve huni haline getirilebilmesi için şekil 3.2’de gösterilen torna tezgahları kullanılmıştır.



Şekil 3.2. Grafitin işlenmesinde kullanılan a) büyük torna, b)küçük torna ve c)yönlü matkap.

3.1.2. Alaşımın Hazırlanması

Bu çalışmada Pb-Sn ikili metalik alaşımının termofiziksel özellikleri çalışılmıştır. Bunun için Pb-Sn ikili metalik faz diyagramından yararlanılmış ve çalışılacak bölge tespit edilmiştir [Ek-1]. Alaşımın yapılması için yeterli saflıkta verilen % 99.99 Pb, % 99.99 Sn metaller uygun oranlarda 0.1mg'a duyarlı AND GX-600 tipi hassas terazi ile tartılmıştır (Şekil 3.3). Terazi ile tartılan metaller erime sıcaklığına göre grafitten hazırlanan erime potasına yerleştirilir. Daha sonra pota vakumlu eritme fırınına indirilir.



Şekil 3.3. AND GX-600 tipi hassas terazi

3.1.3. Vakumlu Eritme Fırını

İstenilen alaşımda oksitlenme olmadan elde edilebilmesi için vakumlu eritme fırını kullanılmaktadır. Vakumlu eritme fırını; alümina tüp, vakum pompası, sıcaklık termostatu, sabit bir güç vermekte kullanılan varyak ve su soğutma sisteminden oluşmaktadır [21]. Alümina tüp ile alt kapak arasındaki hava sızıntısını önlemek için 250 °C'ye dayanıklı zift kullanılmıştır. Ziftin erimemesi için, fırın çalıştırılmadan önce pirinç kapaktan su geçirilerek soğutma yapılır. Daha sonra fırın varyak (güç kaynağı) ile istenilen sıcaklığa çıkması sağlanır. Fırın istenilen sıcaklığa ulaştıktan sonra hassas terazide tartılan numuneler erime sıcaklıklarına göre grafit pota içerisine yerleştirilir. Grafit pota tel asansör yardımı ile fırına indirilir. Metaller tamamen eridikten sonra fırın kapağı açılarak grafit karıştırıcı sayesinde metaller karıştırılır. Bu işlem yaklaşık 30 dk aralıklarla 4-5 kere tekrarlanarak ikili metalik alaşım hazırlanmış olur. Kullanılan vakumlu eritme fırını şekil 3.4'de verilmiştir.



Şekil 3.4. Vakumlu eritme fırınının fotoğrafı.

3.2. Metalografik İşlemler

3.2.1. Numunenin Kesilmesi

Numuneler testere vasıtasıyla ya da Struers marka minitom kesme cihazı kullanılarak kesildi. Kesme yapılırken numunelerin yapısında bozulmama olmaması için dikkat edildi ve numune zımparalamaya hazır hale getirildi. Minitom kesme cihazı Şekil 3.5’de verilmiştir.



Şekil 3.5. Struers Minitom numune kesme cihazı [20].

3.2.2. Numunenin Zımparalanması

Numunelere kesme işlemi yapıldıktan sonra 80 gridlik zımpara kağıdından başlayarak 2400 gride kadar, kabadan inceye doğru zımparalama yapıldı. Zımparalamanın düzgün yapılması fotoğraf çekimlerinde ve ölçümlerde kolaylık sağlamaktadır. Bu yüzden zımparalama yapılırken numunelere dengeli ve eşit bir baskı kuvveti uygulanarak yüzeydeki pürüzler giderildi. Zımparalama işlemi sulu ortamlarda yapılarak aşınma sonrası kopan parçacıklar yüzeyden uzaklaştırılır. Zımparalama işlemi sırasında numunelerin düz olmasına ve çiziklerin oluşmamasına dikkat edildi. Kullanılan zımparalar ve su soğutmalı kesme cihazı şekil 3.6 ve şekil 3.7 de verilmiştir.



Şekil 3.6. Kullanılan zımparalar.



Şekil 3.7: Su soğutmalı zımparalama cihazı

3.2.3. Numunelerin Parlatılması

Zımparalama işleminde numunelerin yüzeylerinin daha pürüzsüz olması için numunelere parlatma işlemi yapıldı. Parlatma işleminde dönüş hızı ayarlanabilen mekanik parlatma aletinin disklerine uygun parlatma kumaşları yapıştırıldı. Parlatma sırasında diskler üzerine yapıştırılan kumaşlarla birlikte her bir diske uygun solisyonlar kullanıldı. Aynı zamanda kumaş ile numune arasında yumuşak bir temas sağlayabilmek için Struers Depif lubrikant (yağlayıcı) kullanıldı (şekil 3.8)



Şekil 3.8. İnce parlatma cihazı

3.3. X-Işınları Toz Difraksiyon Çalışmalarında Kullanılan Aletler ve Uygulanışı

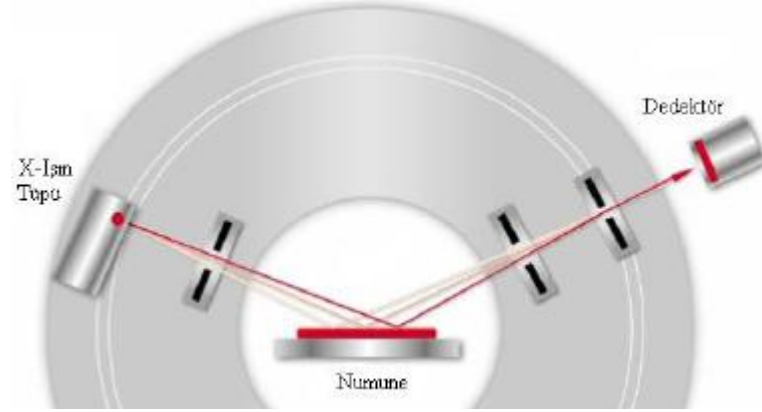
X-ışınları toz difraksiyon desenleri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde bulunan Bruker AXS D8 Advance tipi difraktometre ile yapıldı(Şekil 3.9).



Şekil 3.9. X-Işınları Toz Difraksiyon Ölçümleri (XRD) İçin Kullanılan Bruker AXS D8 Advance Tipi Difraktometre.

Şekil 3.9' de blok şeması verilen sistem Bragg Brentano geometrisine göre çalışan bir sistem olup, ölçümlerde 40 kV ve 40 nA elde edilen Cu K α ışınlar kullanıldı. Sistemde monokramatize X-ışını elde etmek için grafit monokramatör veya filtreler kullanılmaktadır. Ölçümler $10^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$ aralığında $0,002^\circ$ (2θ)'lık açı tarama miktarı ile yapıldı. X-ışınının demetinin kalınlığını uygun hale getirmek için difraktometre girişine 1 mm'lik ve çıkışında da 0,1mm'lik filtre bulunmaktadır. Numuneden saçılmış olan X-ışınları NaI (T1) tipi sintilasyon dedektörü ile toplanmakta ve sisteme bağlı bulunan bilgisayar ünitesi yardımı ile değerlendirilmektedir. Şekil 3.10'da görülen sinyal işleyici ünitesi, sayıcıdan gelen elektronik pulslardan istenmeyen pulsları ayırmak, difraksiyon piklerinin genliğini artırmak, pulsların şiddetlerini sayısal

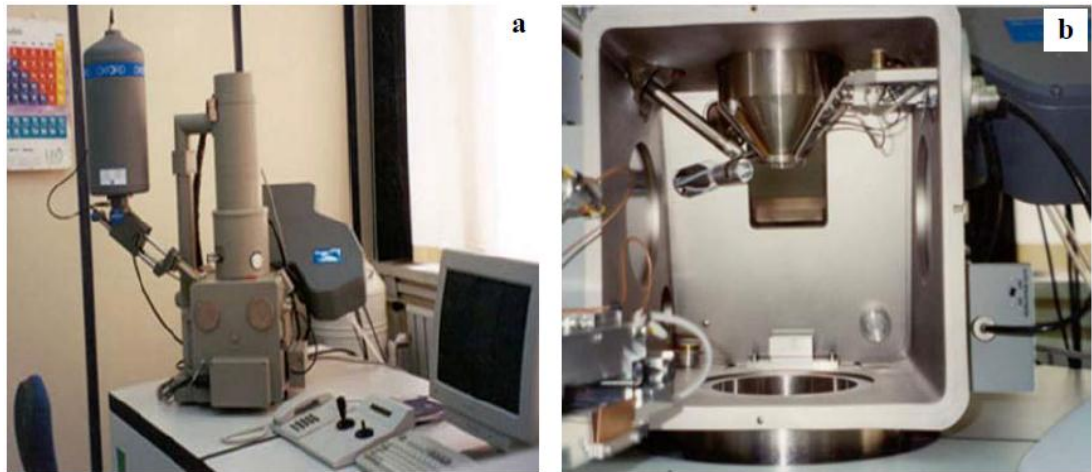
değerlere çevirmek, bunların voltaj akım değerlerini bilgisayara göndermek için kullanılmaktadır [10].



Şekil 3.10. Goniometri Ünitesi [10]

3.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Çalışmaları

Alaşımların yüzeyi parlatıldıktan sonra yapıyı en iyi ortaya çıkaran çeşitli büyüklüklerdeki SEM fotoğrafları Erciyes Üniversitesi Teknoloji ve Araştırma Merkezinde (TAUM) bulunan LEO 440 marka taramalı elektron mikroskobu ile yapıldı (Şekil 3.11)



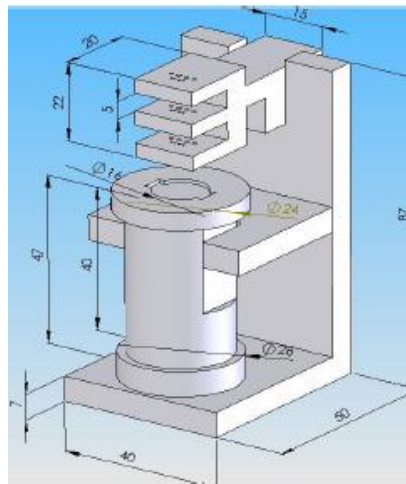
Şekil 3.11. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), a) dıştan görünüşü, b) içten görünüşü.

Bu mikroskop, 40 kV hızlandırma voltajlı ve Secondary- Backscattered elektron dedektörüne sahip $\times(5-300\ 000)$ kat büyüme kapasitelidir. Ayrıca farklı fazların tane özelliğini tespit edebilme özelliği bulunmaktadır (Şekil 3.11) [14].

3.5. Dört Nokta D.C. Elektriksel İletkenlik Ölçüm Metodunda Kullanılan Cihazlar ve Uygulanışı

Pb-Sn ikili metalik alaşım sisteminin Pb-% x ağı. Sn (x=25, 50, 61.9 (ötektik), 75) bileşimlerinin elektriksel iletkenlik ölçümleri dört nokta D.C. elektriksel iletkenlik yöntemi kullanılarak ölçüldü. Bu ölçüm DAQ (Data Acquisition) kontrol sistemi ile yapıldı. Bu sistem, PC IEEE-488.2 Bus Interface kart, Scanner kartlı multimetre, programlanabilir güç kaynağı (sourcemetre) ve bu amaç için yazılmış bilgisayar programlarından oluşmuştur. Bütün cihazlar GPIB protokolünü destekleyen uygun portlara sahiptir. Kontaklar, 0.5 mm çaplı platin teller, birbirine temas etmeden numune üzerine temas edecek şekilde yerleştirildi. Bu yöntem temas noktasındaki direnci olabilecek en aza indirmeyi sağlayan ve karşılaşılan en iyi yöntemdir [9].

Numuneler daha sonra özel olarak tasarlanmış olan Şekil 3.12’de gösterilen yüksek ısıya dayanıklı (1500 °C) ve yüksek sıcaklıkta iletkenlik göstermeyen alüminadan yapılmış iletkenlik ölçüm kitine yerleştirildi. Numunelerin erime sıcaklıklarından dolayı iletkenlik ölçümleri 150 °C ye kadar olan sıcaklık değerlerinde yapılmıştır.



Şekil 3.12. İletkenlik ölçüm kiti

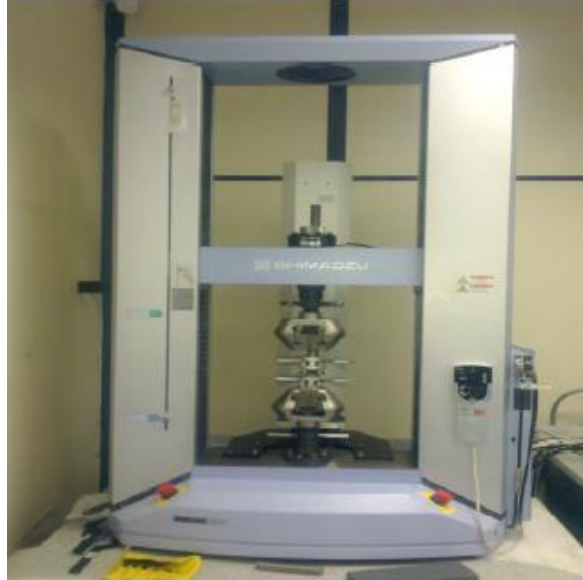
Güç kaynağı olarak Keitley 2700, data eldesi için Keithley 7700 Scanner kart içeren Keithley 2700 multimetre, dataların bilgisayara aktarılması ve cihazların kontrolü için Keithley 488.2 Interface kart kullanıldı [9].

3.6. Mekanik Özellikler

3.6.1. Çekme Deneyi

Çekme deneyi bir malzemenin çekilmeye karşı gösterdiği direnci saptamak ve malzemenin çekme dayanımını hesaplamak için yapılır. Sonucun hatalı çıkmaması için uzama hızı düşük tutulur. Çekme kuvveti ve uzunluk değişimi bilgisayar destekli deney cihazı ile ölçülür. Deney sırasında malzemenin sabit olarak artan ve kesit üzerinde eşit olarak dağılmış çekme kuvveti etkisi altındaki davranışı takip edilir [2].

Çekme deneyleri şekil 3.13’de gösterilen Shimadzu AG-Xplus çekme testi deneyi cihazı kullanılarak yapıldı. Çekme testleri 20 mm/dak hızla yapılarak numunelerin davranışları incelendi.



Şekil 3.13. Bilgisayar destekli Shimadzu AG-Xplus çekme testi deney tezgahı.

3.6.2. Çekme Deneyi İçin Numune Hazırlama

Mekanik özellikler incelenebilmek için yüksek saflıkta %99,99 Pb, %99,99 Sn malzemeler vakumlu eritme fırınında homojen hale getirildi. Bu iş için özel tasarlanmış grafit pota içerisinde oda sıcaklığında soğumaya bırakıldı. Soğuduktan sonra potadan çıkarılarak çekme deneyleri için cihazın çenelerine uygun yarıçapa getirilebilmek için tam orta noktasında yaklaşık 1 cm mesafede torna ile uygun yarıçapa getirildi.

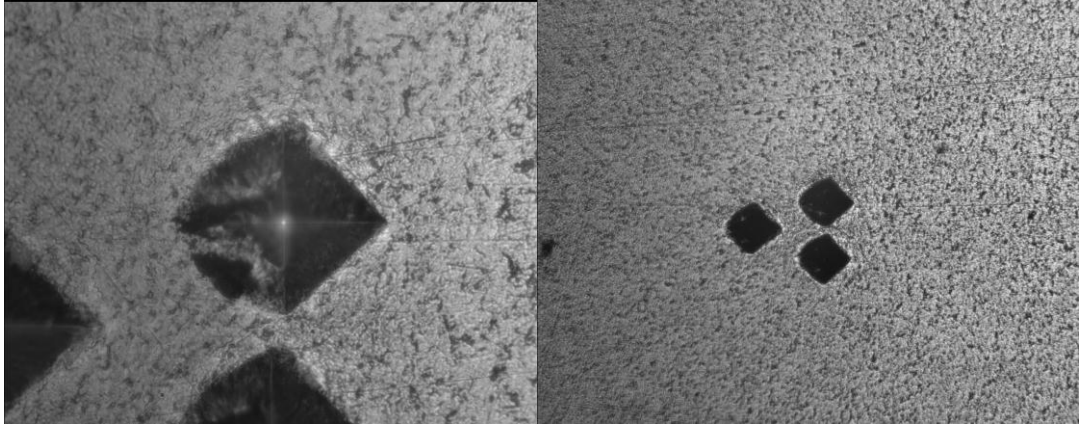
3.6.3. Sertlik Deneyi

Vickers sertlik ölçme yöntemi en duyarlı sertlik ölçme yöntemidir. Numuneler sertlik analizleri için Şekil 3.14’de görülen Vickers sertlik cihazı ile ölçümler yapılmıştır [1].



Şekil 3.14. Sertlik ölçüm cihazı.

Sertlik test sonuçlarının sağlıklı olabilmesi için her numunenin farklı bölgelerinde çok sayıda ölçümler alınmıştır. 25 g yükle batıcı uç numunede kare şeklinde iz oluşturdu (şekil 3.15). İzin köşegen boyutları (d), cihaz mikroskobundan okunan alan değerleri ile numunenin sertlik değerleri belirlendi.



Şekil 3.15. Batıcı uç tarafından oluşturulan kare şeklindeki izler.

4. BÖLÜM

DENEYSEL SONUÇLAR, TARTIŞMA VE ÖNERİ

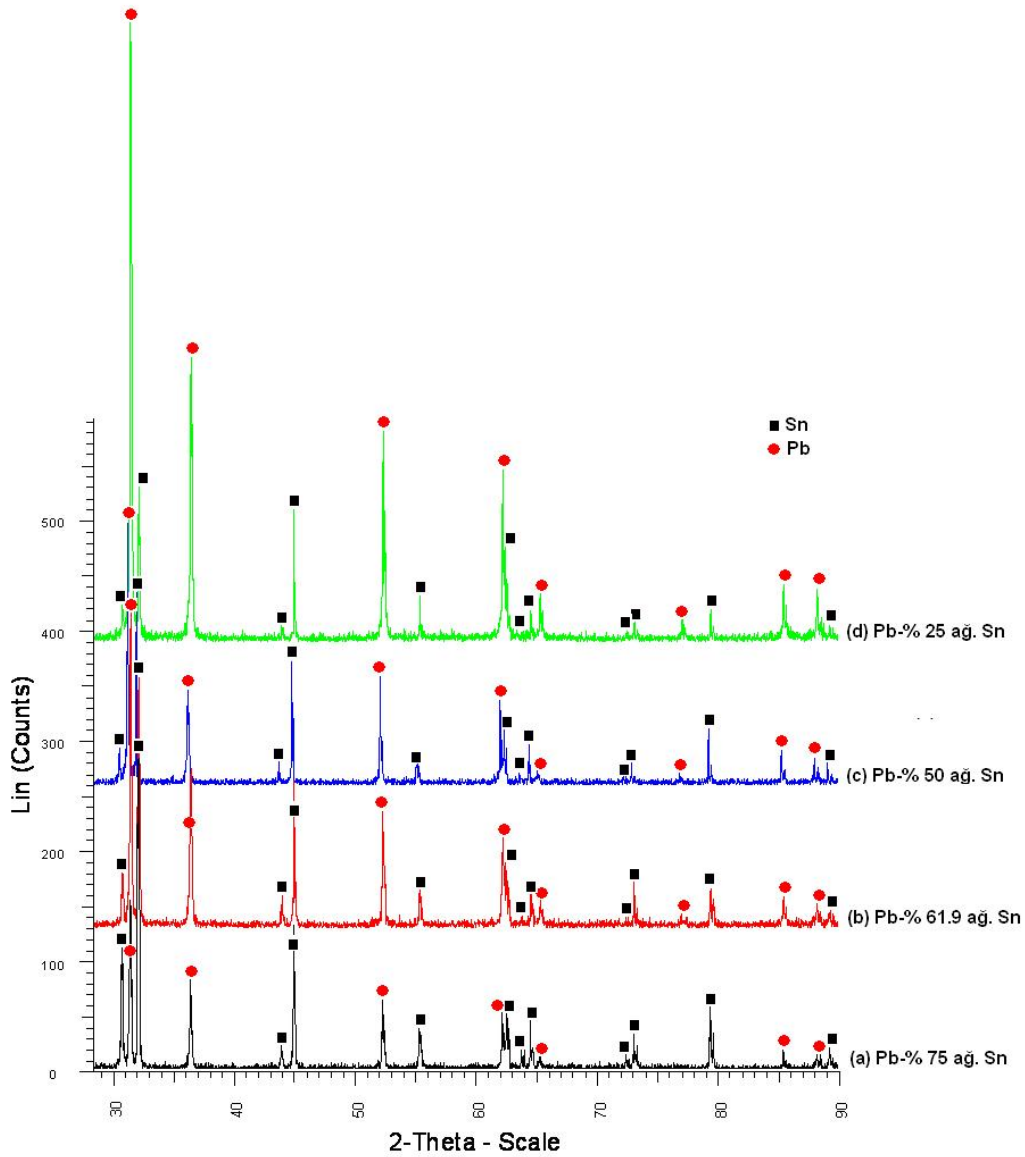
4.1. XRD Ölçüm Sonuçları

Bu çalışmada, Pb-Sn ikili alaşımlarının farklı bileşimlerinin Bruker AXS D8 Advance Tipi Difraktrometre kullanılarak toz desenleri alındı.

Tablo 4.1. Pb-Sn ikili alaşımlarının tane büyüklükleri ve kristal örgü parametreleri

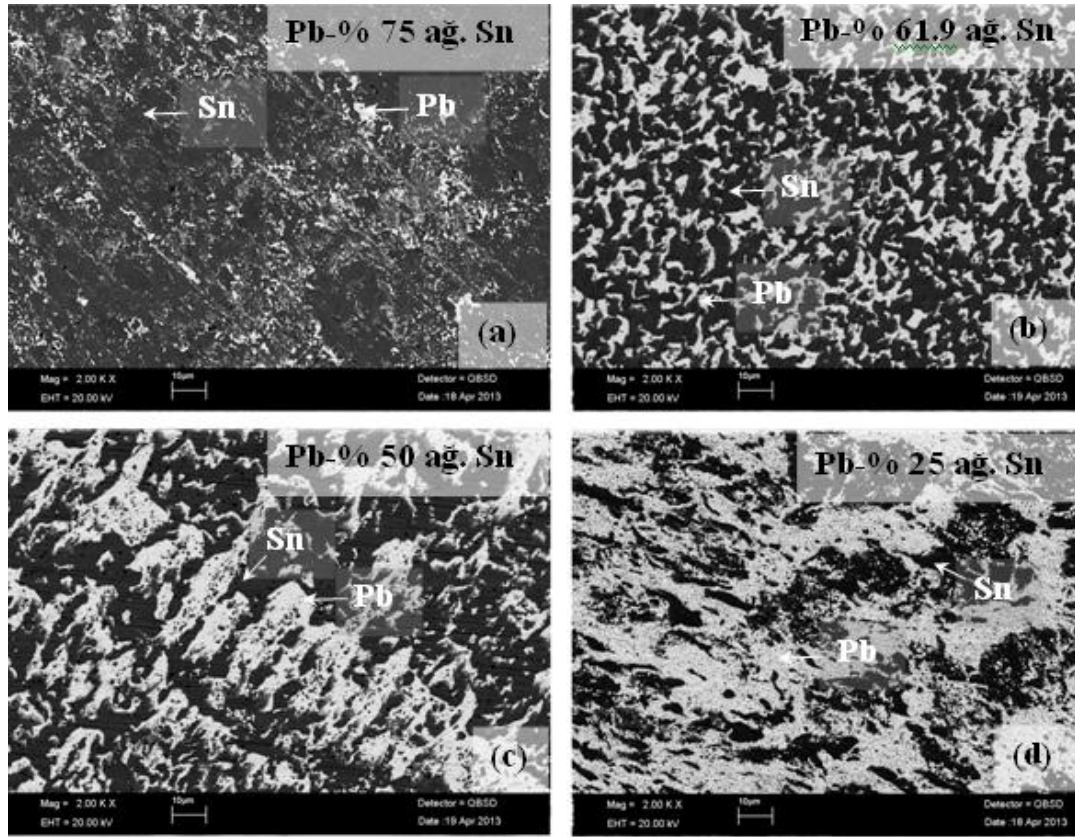
Numuneler	Kristal örgü parametreleri ($^{\circ}A$) (Sn tarafı)	Kristal örgü parametreleri($^{\circ}A$) (Pb tarafı)	Tane büyüklükleri (nm)
Pb-%75 ağı. Sn	a=5.832 c=3.183 vol=108.261 Tetragonal	a=4.949 vol=121.184 yüzey merkezli kübik	83.0
Pb-%61.9 ağı. Sn	a=5.832 c=3.182 vol=108.227 Tetragonal	a=4.952 vol=121.425 yüzey merkezli kübik	95.7
Pb-%50 ağı. Sn	a=5.851 c=3.194 vol=109.344 Tetragonal	a=4.971 vol= 122.808 yüzey merkezli kübik	102.0
Pb-%25 ağı. Sn	a= 5.82 c=3.179 vol= 107.68 Tetragonal	a=4.949 vol= 121.184 yüzey merkezli kübik	160.5

Numunelerin toz desenleri incelenerek kristal yapıları, birim hücre parametreleri (a,b,c,) belirlendi. Saf Pb nin literatüre bakıldığında kristal yapısı yüzey merkezli kübik (fcc) ve kristal örgü parametreleri $a= 4.95060 \text{ \AA}$, $V=121.33$ [22]. Saf Sn nin kristal yapısı tetragonal özellik gösterip kristal örgü parametreleri $a=5.83100 \text{ \AA}$, $c=3.18200 \text{ \AA}$, $V=108.19$ [22]. Tablo 4.1’de gösterildiği gibi Pb-% x ağ. Sn (x=25, 50, 61.9 (ötektik), 75) bileşimleri için hem Sn hem Pb taraflarının kristal örgü parametreleri incelenmiştir. Tablo 4.1 de gösterildiği gibi bileşimlerde Sn miktarı artıkça tane büyüklükleri azalmıştır.

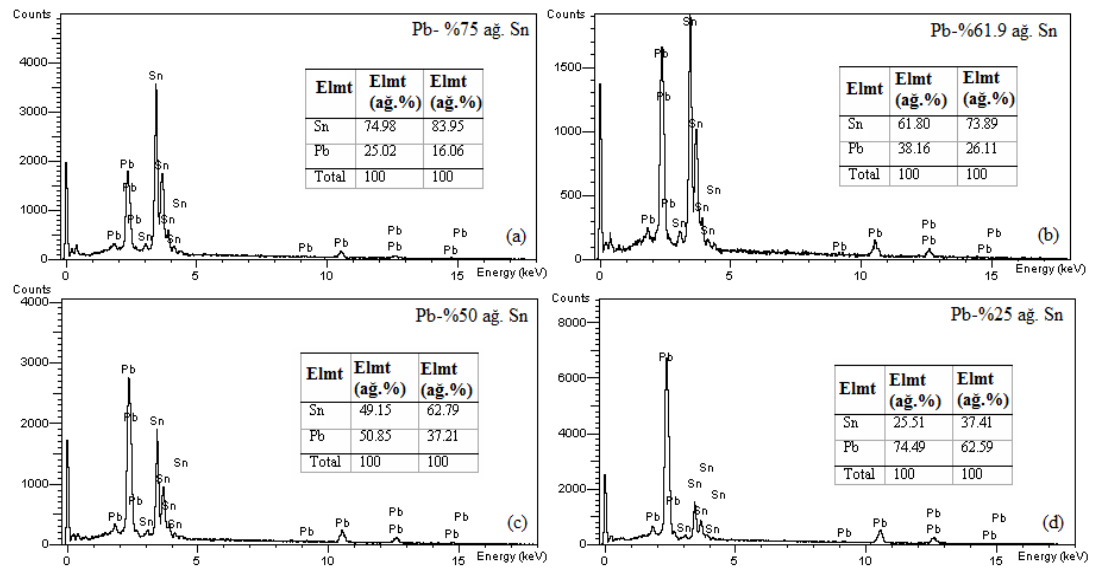


Şekil 4.1. Pb-Sn ikili alaşımlarının indislenen XRD pikleri

4.2. SEM ve EDX Sonuçları



Şekil 4.2. Pb-Sn ikili alaşımlarının SEM görüntüleri

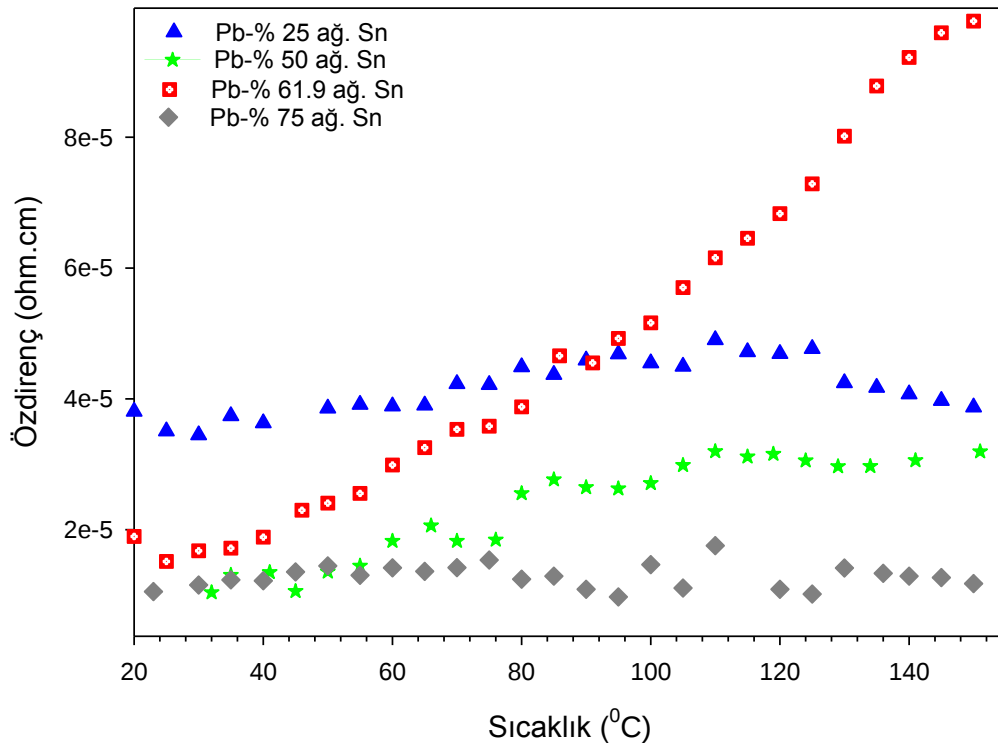


Şekil 4.3. Pb-Sn ikili alaşımların EDX analizleri

Numunelere zımpara ve parlatma işlemi yapılarak taramalı elektron mikroskopunda (SEM) görüntüleri alınmıştır. Numunelerin SEM görüntülerinde görünen fazlar EDX analizleri ile doğrulanmıştır.

4.3. Elektriksel Özdirenç Ölçüm Sonuçları

Pb-Sn ikili alaşımının Pb-% x ağı. Sn (x=25, 50, 61.9 (ötektik), 75) bileşimlerinin elektriksel özdirenç ölçümleri dört nokta d.c. elektriksel ölçüm metodu ile yapıldı. Elektriksel özdirenç değerlerinin sıcaklığa bağlı grafikleri şekil 4.4 'de gösterilmektedir.



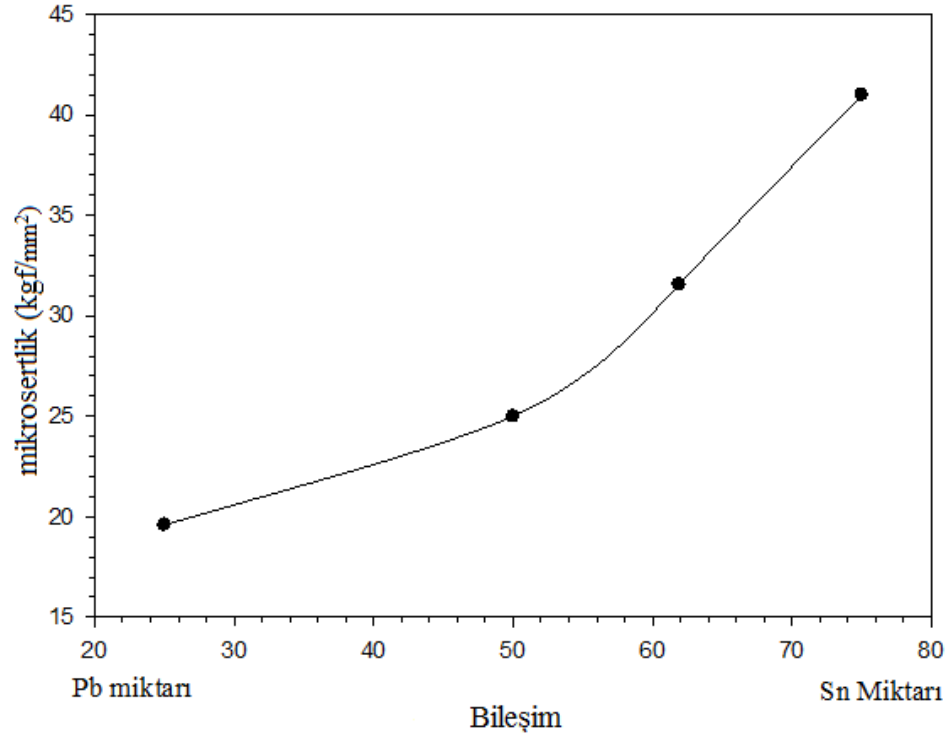
Şekil 4.4: Elektriksel özdirenç ve sıcaklık değişim grafiği

4.4. Mekanik ve Sertlik Özellikleri Belirlenmesi

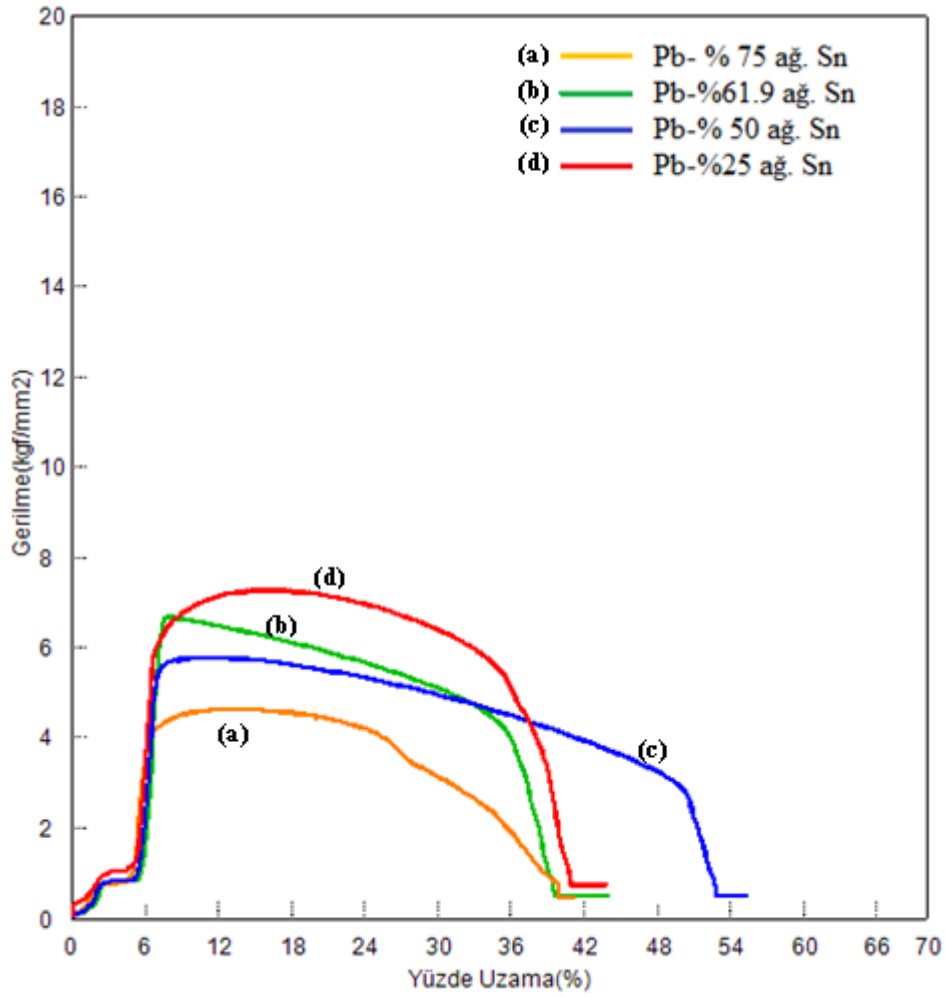
Sertlik ölçümleri ise Struers marka Duramin 5 model Vickers mikrosertlik ölçüm cihazı ile 25 g yük altında yapılmıştır. Alınan değerler Tablo 4.2 de gösterilmiştir. Şekil 4.5'de Pb- %75 ağı. Sn numunesinin daha sert olduğu görülmektedir. Buna göre Sn elementi, Pb elementine göre daha sert olduğundan dolayı için Sn oranı arttıkça sertlik artmıştır.

Tablo 4.2: Sertlik deneyi ölçüm sonuçları

Alařım	HV_{0.25} (kgf/mm²)
(a) Pb-%75 ađ. Sn	41.00
(b) Pb-%61.9 ađ. Sn	31.56
(c) Pb-%50 ađ. Sn	24.22
(d) Pb-%25 ađ. Sn	19.53



řekil 4.5. Sertlik deđerinin bileřime g re deđiřimi



Şekil 4.6. Gerilme- % uzama grafiği

Shimadzu AG-Xplus çekme testi deney cihazı ile çekme testleri yapılmıştır. 20 mm/min hızla yapılan çekme testinin sonuçları şekil 4.6 de verilmiştir.

Mekanik özelliklerde malzemenin gerilme ve sertlik değerleri birbiri ile doğru orantılı olarak değişim gösterirler. Malzemelerde bu değerlerin yüksek olması durumunda süneklik ve tokluk değerlerinde düşüşler gözlenir veya tam tersi durum da söz konusu olabilir. Ancak üretilen bazı malzemelerde ise çekme gerilme değerleri ile sertlik değerleri arasında farklılıklar ortaya çıkabilmektedir. Örneğin dökme demirlerde olduğu gibi. Yani bazı dökme demirlerin sertlik değerleri yüksek iken gerilme değerleri düşüktür. Bunun nedeni ise, yapı içerisindeki karbon miktarı ve buna bağlı olarak da oluşan grafitleşmedir. Bunların sonucunda da malzeme gevrek özellik gösterir.

Mevcut alaşımların mekanik özellikleri de yukarıda belirtilen açıklamalara paralel özellikler sergilemişlerdir. Artan kalay miktarına bağlı olarak sertlik değerleri artarken (Şekil 4.5. veya Tablo 4.2.'de görüldüğü gibi) çekme gerilme değerlerinde düşüşler gözlenmiştir. Bu da artan kalay miktarlarına bağlı olarak alaşımın gevrek özellik sergilemesinden ileri geldiği anlaşılmaktadır.

Ancak (b) ve (c) alaşımlarının çekme gerilme ve sertlik değerleri arasında uyumsuzluk görülmektedir. (b) alaşımının çekme gerilme değeri (c) alaşımının çekme gerilme değerinden yüksek olduğu görülmektedir. Şekil 4.2 deki SEM görüntüleri incelendiğinde buradaki farkın neden ortaya çıktığı görülmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde (b) alaşımının ince taneli ve homojen bir dağılıma sahip iken (c) alaşımı ise iri taneli ve homojen olmayan bir yapıya sahiptir. Dolayısı ile ince taneli yapıdaki (b) alaşımının çekme gerilme değeri (c) alaşımının çekme gerilme değerinden büyük çıkmıştır. Alaşımların sertlik değerleri 19.53 HV_{0.25} ile 41 HV_{0.25} arasında değişirken, çekme gerilme değerleri de 4.62 ile 7.27 Kg/mm² arasında değişmektedir.

Alaşımlara ait yüzde uzama değerleri Şekil 4.6 üzerindeki grafikten alınmıştır. Bu çalışmada ölçülen % uzama miktarları sırası ile $\epsilon_a = \%33.90$, $\epsilon_b = \%39.60$, $\epsilon_c = \%53.10$ ve $\epsilon_d = \%40.80$ 'dir. (a), (b) ve (d) alaşımlarının % uzama miktarları kısmen birbirlerine yakın iken (c) alaşımının % uzama miktarı diğer alaşımların % uzama değerlerinden yüksek değere sahiptir.

4.5. Sonuçlar

Bu çalışmada Pb- Sn ikili alaşımında Pb-% x ağı. Sn (x=25, 50, 61.9 (ötektik), 75) bileşimlerinin mikroyapı, kristal yapıları, mekanik ve elektriksel özellikleri ilgili çalışılmıştır. Yapılan çalışmalarla aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

1. Çalışmada Pb-Sn ikili alaşımının Pb-% x ağı. Sn (x=25, 50, 61.9 (ötektik), 75) bileşimleri için XRD Evaluation programı ile bileşimlerin toz desenleri incelenerek bileşimlerin kristal örgü parametreleri ve tane büyüklükleri belirlendi. Alaşımlarda kristal yapıyı Pb tarafı ve Sn tarafı olarak incelediğimizde, Pb tarafı yüzey merkezli kübik özellik göstermekte, Sn tarafı ise tetragonal özellik göstermiştir. Kristal örgü parametreleri Pb tarafında $a = 4.949-4.971 \text{ Å}$, $V = 121.184-122.808$ arasında değişim

gösterirken, Sn tarafında $a = 5.820-5.851 \text{ A}^0$, $c = 3.179-3.194 \text{ A}^0$, $V = 107.68-109.344$ arasında değişim göstermektedir. Saf Pb ve saf Sn için literatür parametreleri[22] ile karşılaştırıldığında birim hücre parametrelerinde çok küçük değişimler gözlenmiştir. Tane büyüklükleri incelendiğinde ise Sn miktarı arttıkça tane büyüklüğünün azaldığı gözlemlenmiştir.

2. Pb-Sn ikili alaşımlarının SEM görüntüleri şekil 4.2’de verilmiştir. SEM mikro yapı görüntülerinde Pb ve Sn fazları net bir şekilde görülmektedir. Bu fazların oranları ise şekil 4.3’de görüldüğü gibi EDX analizleri ile incelenmiştir.

3. Pb-Sn ikili alaşımlarının elektriksel özdirenç sıcaklık değişim grafiği şekil 4.4’de verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi Pb- % 61.9 ağ. Sn (ötektik) numune dışındaki numunelerde özdirenç sıcaklığa bağlı hafif artış göstermektedir. Ancak Pb- % 61 ağ. Sn (ötektik) alaşımındaki artış lineerdir. Artışın nedeninin ötektik yapıdan kaynaklandığı düşünülmektedir. Aynı bileşimde farklı numuneler için yapılan ölçümlerde hep aynı sonuç elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre Pb - % 25 ağ. Sn, Pb- % 50 ağ. Sn ve Pb- % 75 ağ. Sn numunelerinin elektriksel özdirençleri $1.04 \times 10^{-5} - 3.87 \times 10^{-5} (\Omega\text{cm})$ arasında değişmektedir. Ancak Pb- %61.9 ağ. Sn (ötektik) numunesinin elektriksel özdirençleri değerleri ise $1.52 \times 10^{-5} - 5.77 \times 10^{-5} (\Omega\text{cm})$ arasında değişmektedir. Bu değişimin nedeni de daha önceden de bahsedildiği gibi Pb- %61.9 ağ. Sn numunesinin ötektik olmasından kaynaklanmaktadır.

4. Şekil 4.5’de görüldüğü gibi kalayın artan miktarlarına bağlı olarak alaşım sertliğinin arttığı görülmektedir. Grafikten de anlaşıldığı gibi Pb- % 75 ağ. Sn alaşımının en sert, Pb - % 25 ağ. Sn alaşımının ise en düşük sertliğe sahip olduğu tespit edilmiştir.

5. Çekme testleri 20mm/min hızla gerçekleşmiştir. Elde edilen sonuçlar gerilme- % uzama grafiği olarak şekil 4.6 de verilmiştir. Mekanik özelliklerde malzemenin gerilme ve sertlik değerleri birbiri ile doğru orantılı olarak değişim gösterirler. Artan kalay miktarına bağlı olarak sertlik değerleri artarken (şekil 11 ve şekil12) çekme gerilme değerlerinde düşüşler gözlenmiştir. Bunun nedeni de artan kalay miktarına bağlı olarak alaşımın gevrek özellik sergilemesinden kaynaklanmaktadır.

Alaşımların % uzama değerleri ise şekil 12’de görüldüğü gibi (a), (b) ve (d) alaşımlarının % uzama miktarları kısmen birbirlerine yakın iken (c) alaşımının % uzama daha yüksektir.

KAYNAKLAR

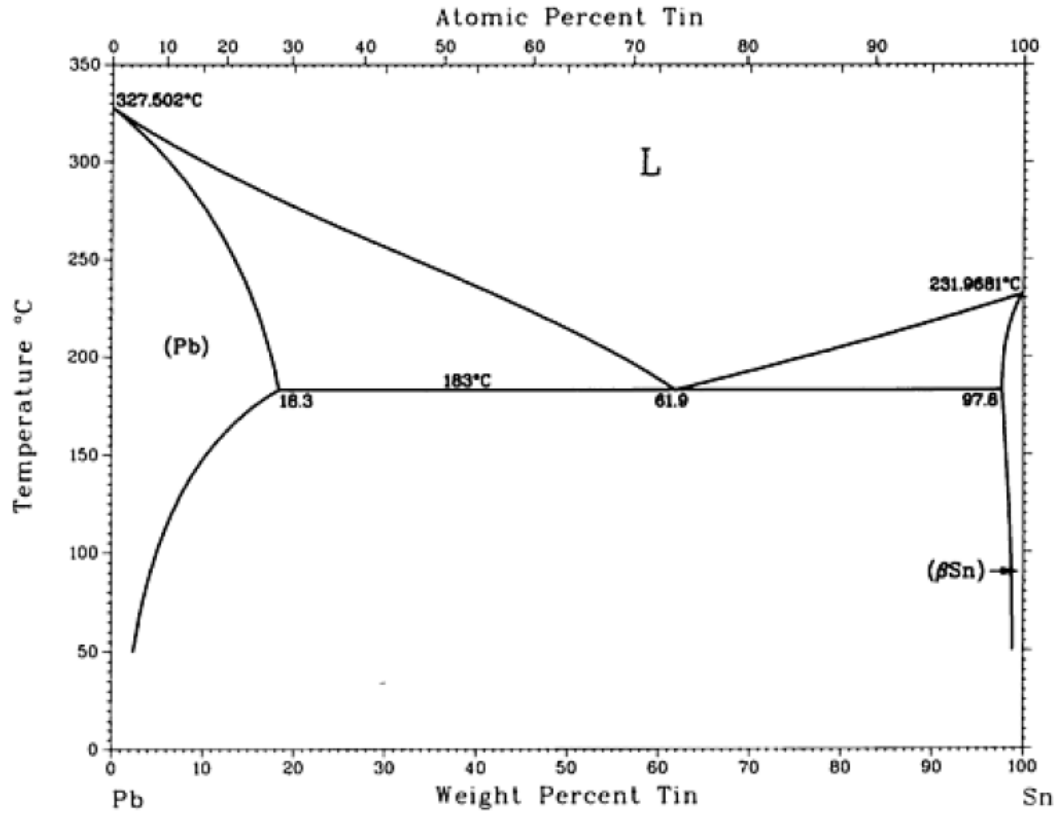
1. Ekinci C., 2011. Düşük karbonlu mikro alaşımlı çeliklerin sertlik ve mikro yapıları üzerine soğuma hızının etkisi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Isparta.
2. Kartal M., 2006. Pb-Sn-Cu alaşımının mikroyapı ve mekanik özelliklerine Ma, Sb, B ve B₂O₃ ilavelerinin etkilerinin incelenmesi, Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji Eğitimi Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Elazığ.
3. Meydaneri F., Saatçi B., Özdemir M., Thermal conductivities of solid and liquid phases for pure Al, Pure Sn and their binary alloys. **Fluid Phase Equilibria** **298**, (2010) 97-105.
4. Meydaneri F., 2010. Pb-Cd, Sn-Mg ve Ag- Sn ikili metalik alaşımlarında ısı iletkenlik katsayılarının ve arayüzey enerjilerinin hesaplanması, Erciyes Üniversitesi, fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Doktora Tezi, Kayseri.
5. Meydaneri F., Arı M., and Saatçi B., Thermal-electrical chacterization of lead-codmium (Pb-Cd) alloys. **Internatianol Journal of Physical Sciences**, (2012) 6210-6221.
6. Ocak Y., Aksöz S., Maraşlı N., Keşlioğlu K., Thermal and conductivity of Sn-Ag-In alloys. **Journal of Non-Crytalline solids**, **356**, (2010) 1795-1801.
7. Teker T, 2004. Kurşun- kalay-bakır alaşımı yatak malzemelerinin mikroyapı ve mekanik özelliklerinin araştırılması. Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji Eğitimi Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Elazığ.
8. Ocak Y., Aksöz S., Maraşlı N., Çadırılı E., Dependecy of thermal and electrical conductivity on temperature and composition of Sn in Pb-Sn alloys. **Fluid Phase Equilibria**, **295**, (2010) 60-67.
9. Bozoklu M., 2007. Holmiyum trioksit katkılanmış bizmut trioksit polimorflarının sentezlenmesi, karakterizasyonu ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi. Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Kayseri.
10. Altuner E., 2009. Al-Sn ve Ag-Sn ikili metalik alaşımlarda kristalografik örgü parametreleri, ısı iletkenliği ve elektriksel iletkenlik katsayılarının tayini. Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Kayseri.

11. Kaşıkçı M., 2010. Holmiyum ve disporsiyum oksit katkılı bizmut oksit polimorfların yapısal ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi, Niğde Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Niğde.
12. Çadırlı E., Büyük U., Kaya H., Maraşlı N., Determination of mechanical electrical and thermal properties of the Sn-Bi-Zn ternary alloy. **Journal of Non-Crystalline Solids** 357, (2011) 2876-2881.
13. Ferhat Y., 2010. Üçlü metalik alaşımların ısısal ve elektriksel iletkenliklerinin ölçümü, Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans.
14. Vural M. E., 2007. Metalik alaşımlarda mikroyapı parametreleri, katılaştırma parametreleri ve mikrosertlik arasındaki ilişkilerin incelenmesi, Niğde Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Niğde.
15. Büyük U., 2009. Üçlü metalik alaşımların kontrollü doğrusal katılaştırılması ve mikrosertliğin incelenmesi, Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Doktora Tezi, Kayseri.
16. Meydaneri F., Saatçi B., Özdemir M., (2013) Thermal, electrical, microstructure and microhardness properties of the eutectic Sn-3.5 wt.%Ag alloy. *Kovove Mater* 51, 1-9.
17. Arslan T., 2010. X-ışınları ve kullanım alanları, Gazi Üniversitesi, Gazi Eğitim Fakültesi Orta Öğretim Fen ve Matematik Alanları Eğitim Bölümü, Fizik Anabilim Dalı, Ankara.
18. Cullity B., Çeviri: Sümer A., 1966. X-Işınları difraksiyonu, İstanbul Teknik Üniversitesi Matbaası, İstanbul.
19. Taramalı elektron mikroskobu, Malzeme Bilimi Mühendisliği Malzeme Üretim Laboratuvarları Ders Notları, On dokuz Mayıs Üniversitesi, Samsun.
20. Altıncı A. T., 2012. Üçlü metalik Sn-Sb-Zn, alaşım sisteminde elektrik, mekanik ve kristal yapı özelliklerinin araştırılması, Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Kayseri.
21. Saatçi B., 2000. İkili metalik alaşımların katı-sıvı arayüzey enerjilerinin ölçümü, Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Doktora Tezi, Kayseri.

22. Natl. Bur. Stand. (U.S) (1953) Circ.539, 24, 34.
23. Alloys Phase Diagrams was published in 1992 as Volume 3 of the ASM Handbook.

EKLER

EK-1: Pb-Sn Alařımının Faz Diyagramı [23]



ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı: Fatma EKİCİ

Uyruğu: T.C.

Doğum Yeri: KIRŞEHİR

Doğum Tarihi: 1988

Medeni Durumu: Bekâr

Mail Adresi: fatmaekici08@hotmail.com

Telefon: 0532 165 79 72

Yazışma Adresi: Kortulu Köyü

Merkez/KIRŞEHİR

EĞTİM BİLGİLERİ

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	EÜ Fen Bilimler Enstitüsü / Kayseri	2014
Lisans	Ahi Evran Üniversitesi Fen–Edebiyat Fakültesi	2010
Lise	Kırşehir Lisesi	2005

YABANCI DİL

İngilizce