

T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ
KOORDİNASYON BİRİMİ

**SİLİSYUM, BAKIR VE DEMİR KATKILANMIŞ ALÜMİNYUM-MANGAN
ALAŞIMININ YAPISAL, MEKANİKSEL VE ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİNE
KATILAŞTIRMA HIZININ ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

FBA-2015-5631

NAP

SONUÇ RAPORU

Proje Yürütücüsü:

Yrd. Doç. Dr. M. İzzettin YILMAZER

Eğitim Fakültesi/Eğitim Bilimleri Bölümü

Prof. Dr. Hasan KAYA / Eğitim Fakültesi / İlköğretim Bölümü

Doç. Dr. Uğur BÜYÜK / Eğitim Fakültesi / İlköğretim Bölümü

Prof. Dr. Emin ÇADIRLI / Niğde Üniversitesi / Fen Fakültesi / Fizik Bölümü

EYLÜL 2016

KAYSERİ

TEŞEKKÜR

Bu proje çalışmasının yapılabilmesi için sağladığı maddi destekten dolayı Erciyes Üniversitesi Araştırma Projeleri Birimine teşekkür ederiz.

**SİLİSYUM, BAKIR VE DEMİR KATKILANMIŞ ALÜMİNYUM-MANGAN
ALAŞIMININ YAPISAL, MEKANİKSEL VE ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİNE
KATILAŞTIRMA HIZININ ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

ÖZET

Bu projede ötektik Al-Mn alaşımına farklı oranlarda Si, Cu ve Fe ilave edilerek Al-Mn-5X [X=Si, Cu, Fe (ağ.)] alaşımları elde edildi. Her bir kompozisyonda üretilen alaşımlar Bridgman tipi fırında en az beş farklı hızda kontrollü katılaştırıldı. Bu alaşımların mikroyapıları (λ), mikrosertlikleri (HV), çekme dayanımları (σ) ve elektriksel özdirençleri (ρ) belirlendi. Ayrıca bu parametreler arasında nasıl bir ilişki olduğu lineer regresyon analizi kullanılarak araştırıldı.

Kontrollü doğrusal katılaştırılan numunelerin mikroyapı fotoğrafları, optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) yardımıyla çekildi. Çekilen bu fotoğraflardan mikroyapı mesafeler ölçüldü. Farklı katılaştırma parametrelerinde üretilen her bir numunenin mikrosertlik değerlerinin ölçümünde Vickers türü sertlik ölçme cihazı kullanıldı. Katılaştırma hızı (V) ve sıcaklık gradyentinin (G), mikroyapı mesafeleri (λ) ve mikrosertlik değerleriyle (HV) ilişkisi lineer regrasyon analizi yöntemi kullanılarak belirlendi.

Ayrıca Al-Mn-5X alaşımlarının 280-600 K sıcaklık aralığında elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi standart dört nokta uç tekniği kullanılarak ölçüldü. Aynı malzemeler için entalpi değişimi ve özgül ısı değerleri tespit edildi.

Anahtar Kelimeler: Metalik alaşımlar, Kontrollü katılaştırma, Mikroyapı, Mikrosertlik, Çekme dayanımı, Entalpi, Elektriksel özdirenç.

**THE INVESTIGATION OF SILICON COPPER AND IRON-MANGANESE DOPED
ALUMINUM ALLOY STRUCTURAL EFFECT OF MECHANICAL AND
ELECTRICAL PROPERTIES OF SOLIDIFICATION RATE**

ABSTRACT

In this study, the Al-Mn eutectic alloy by adding different compositions Si, Cu and Al, Fe-Mn-5X [X = Si, C, Fe (wt.)] alloys were obtained. The alloys produced in each composition controlled solidified at least five different speed in Bridgman-type furnace. These alloys' microstructure (λ) and microhardness (HV) and tensile strength (σ) and electrical resistivity (ρ) were determined. It was also investigated how the relationship between these parameters using the linear regression analysis.

The microstructures of the controlled directionally solidified samples were photographed by using an optical light microscopy and scanning electron microcopy (*SEM*) and the microstructure parameters has been measured from the photographs of samples. The microhardness (HV) of each sample which produced under the different solidification conditions has also been measured by the Vickers type hardness tester. The dependence of characteristic eutectic spacing (λ) and the microhardness (HV) on the growth rate and the temperature gradient were determined by using linear regression analysis method.

The variation of electrical resistivity (ρ) with a temperature in the range of 280–600 K for the Al-Mn-5X eutectic cast alloy was also measured by using a standard four-point probe technique. Enthalpy of fusion and specific heat for the same alloy were determined.

Keywords: Metallic alloys, Directional solidification, Microstructure, Microhardness, Resistivity, Specific heat

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
İÇİNDEKİLER.....	v
TABLolar LİSTESİ	ix
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	x
1. BÖLÜM	1
AMAÇ VE KAPSAM	1
1.1. Giriş.....	1
1.2. Katı-Sıvı Faz Dönüşümleri için Temel Kavramlar	2
1.2.1. Gibbs serbest enerjisi	2
1.2.2. Faz dönüşümlerinde denge	3
1.2.3. Katılaşmada sürücü kuvvet	5
1.2.4. Alt soğumalar	5
1.2.4.1. Kinetik alt soğuması (ΔT_k)	8
1.2.4.2. Çözünürlük alt soğuması (ΔT_s).....	8
1.2.4.3. Eğrilik alt soğuması (ΔT_r)	9
1.2.5. Çekirdeklenme	10
1.2.5.1. Homojen çekirdeklenme.....	10
1.2.5.2. Heterojen çekirdeklenme.....	13
2. BÖLÜM	16
TEMEL BİLGİLER	16
2.1. Alaşımların Katılaştırılması	16
2.1.1. Alaşımların düzlemsel cephede katılaştırılması	18
2.1.2. Alaşımların hücrel katılaştırılması	19

2.1.3. Alaşımların dendritik katılaştırılması.....	21
2.1.4. Alaşımların ötektik katılaştırılması	22
2.2. Ötektik Yapılar ve Ötektik Yapıların Sınıflandırılması	26
2.2.1. Normal ötektikler	27
2.2.2. Anormal ötektikler	28
2.2.3. Üçlü ötektikler.....	31
2.3. Sertlik	32
2.3.1. Brinell sertlik ölçme yöntemi	33
2.3.2. Rockwell sertlik ölçme yöntemi.....	33
2.3.3. Knoop sertlik ölçme yöntemi	34
2.3.4. Vickers sertlik ölçme yöntemi.....	35
2.3.5. Mikroyapı parametresi, katılaştırma hızı ve sertlik değerleri arasındaki ilişki	35
2.4. Çekme-Dayanım.....	36
2.4.1. Mikroyapı parametresi, katılaştırma hızı ve çekme-dayanım değerleri arasındaki ilişki.....	39
2.5. Elektriksel Özellikler.....	39
2.5.1. Elektriksel öz direnç ve ölçüm yöntemleri.....	40
2.6. Termal Özellikler	45
2.6.1. Entalpi ve öz ısı ölçüm yöntemleri.....	46
3. BÖLÜM	49
GEREÇ ve YÖNTEM	49
3.1. Deneysel Sistem	49
3.1.1. Vakumlu eritme fırını.....	49
3.1.2. Döküm fırını.....	51
3.1.3. Kontrollü katılaştırma fırını	54
3.1.3.1. Isıtıcı sistem.....	54
3.1.3.2. Soğutucu sistem.....	55

3.1.3.3. Sürücü sistem	55
3.2. Deneyin Yapılışı.....	57
3.2.1. Numunenin hazırlanması.....	57
3.2.1.1. Numune kalıbının yapılması	57
3.2.1.2. Numune potasının yapılması	59
3.2.1.3. Alaşımın hazırlanması.....	61
3.2.1.4. Dökümün yapılması	61
3.2.1.5. Termal çift seçimi ve sıcaklık ölçümleri	63
3.2.2. Kontrollü katılaştırma	65
3.2.2.1. Sıcaklık gradyentinin ölçülmesi	68
3.2.2.2. Katılaştırma hızının ölçülmesi	68
3.2.3. Metalografik işlemler	69
3.2.3.1. Numunelerin kesilmesi.....	70
3.2.3.2. Numunelerin zımparalanması	71
3.2.3.3. Numunelerin parlatılması	72
3.2.3.4. Numunelerin dağlanması.....	75
3.2.4. Mikroyapıların gözlenmesi.....	76
3.3. Mikrosertlik Değerlerinin Ölçülmesi	77
3.4. Çekme-Dayanım Değerlerinin Ölçülmesi	78
3.5. Elektriksel Öz direnç Değerlerinin Ölçülmesi	79
3.6. Entalpi ve Öz Isı Ölçülmesi	79
4.1. Giriş.....	81
4.2. Mikroyapıların Gözlenmesi Mikroyapı Parametrelerinin Ölçümü	81
4.2.1. Al-2Mn-5Fe.....	81
4.2.1.1. Mikroyapı Parametresi ile Kontrol Parametreleri Arasındaki İlişki	85
4.2.1.2. Mikrosertlik	85
4.2.1.3. Elektriksel Özellikler (öz direnç, iletkenlik katsayısı)	87

4.2.1.4. Termal Özellikler	89
4.2.1.5. Al-2Mn-5Fe Alaşımına ait Çekme Dayanımı	90
4.2.2. Al-2Mn-5Si	91
4.2.2.1. Mikroyapların Gözlenmesi Mikroyapı Parametrelerinin Ölçümü	91
4.2.2.2. Mikroyapı Parametresi ile Kontrol Parametreleri Arasındaki İlişki	93
4.2.2.3. Mikrosertlik	93
4.2.2.4. Elektriksel Özellikler (özdirenç, iletkenlik katsayısı)	95
4.2.2.3 Termal Özellikler	96
4.2.4.4. Al-2Mn-5Si Alaşımına ait Çekme Dayanımı	97
4.2.3. Al-2Mn-5Cu	98
4.2.3.1. Mikroyapların Gözlenmesi Mikroyapı Parametrelerinin Ölçümü	98
4.2.3.2. Mikroyapı Parametresi ile Kontrol Parametreleri Arasındaki İlişki	101
4.2.3.4. Elektriksel Özellikler (özdirenç, iletkenlik katsayısı)	103
4.2.3.5. Termal Özellikler	104
4.2.3.6. Al-2Mn-5Cu Alaşımına ait Çekme Dayanımı	105
4.3. Sonuçlar ve Tartışma.....	106
KAYNAKLAR.....	108
EK 1. Regresyon Analizi [1]	118
EK 2. Proje Yayınları	119

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1. Elektriksel iletkenliğin sınıflandırılması.....	40
Tablo 2.2. Malzemelerin elektriksel iletkenlik değer aralıkları	42
Tablo 2.3. Alaşımlarda kullanılan bazı malzemelerin oda sıcaklığındaki elektriksel iletkenlik değerleri.....	42
Tablo 3.1. Parlatmada kullanılan çözelti ve kumaşlar.....	74
Tablo 4.1. Çubuksal mesafeler ve mikrosertliğin katılaştırma parametrelerine bağımlılığı ve lineer regresyon analizi	86
Tablo 4.2. Dendritik mesafeler (λ_E ve λ_B) ve mikrosertliğin katılaştırma parametrelerine bağımlılığı ve lineer regresyon analizi	94
Tablo 4.3. Dendritik mesafeler (λ_E ve λ_B) ve mikrosertliğin katılaştırma parametrelerine bağımlılığı ve lineer regresyon analizi	102

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. Gibbs serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişimi [3].....	3
Şekil 1.2. Atomların dağılımına göre Gibbs serbest enerjisinin değişimi [3]	4
Şekil 1.3. Zamana bağlı sıcaklık değişimi ve alt soğuma	6
Şekil 1.4. Alaşımların katılaştırılmasında yapısal alt soğuma [11] (a) Katı-sıvı arayüzeyi (b) Katı-sıvı arayüzey önündeki çözünence zengin bölge (c) Yapısal olarak alt soğuma	7
Şekil 1.5. Çözünürlük alt soğumasına neden olan faktörler [12]	9
Şekil 1.6. Homojen çekirdeklenmede embriyonun serbest enerjisinin embriyo yarıçapına bağlılığı [3]	11
Şekil 1.7. Heterojen çekirdeklenmenin şematik gösterimi [3]	13
Şekil 1.8. Aktivasyon enerjisinin ve çekirdeklenme hızının alt soğumaya göre değişimi [3] .	15
Şekil 2.1. Değişik malzemelerde gözlenen mikroyapılar	17
Şekil 2.2. Birbirini sınırlı oranda eriten ikili sistemlerde denge faz diyagramı [22].....	18
Şekil 2.3. Düzlemsel cephede katılaşmanın şematik gösterimi	18
Şekil 2.4. Düzlemsel katılaşmadan dendritik katılaşmaya geçiş [24]	20
Şekil 2.5. Hücresel katılaşmanın yapısı ve mikroyapı parametrelerinin şematik gösterimi	20
Şekil 2.6. (a) Katı ve sıvı fazlar arasında malzemenin katılaşma morfolojisi ve yumuşak bölge derinliği, (b) Al-Cu alaşımında oluşan dendritlerin fotoğrafı [27].....	21
Şekil 2.7. Dendritik katılaşmanın yapısı ve mikroyapı parametrelerinin şematik gösterimi ...	22
Şekil 2.8. İki bileşenli ötektik sisteme ait faz diyagramı ve mikroyapı oluşumu [30]	23
Şekil 2.9. Üç bileşenli ötektik sisteme ait faz diyagramı ve mikroyapı oluşumu	24
Şekil 2.10. Lamelsel ötektik büyümenin şematik gösterimi [32].....	25
Şekil 2.11. Doğrusal katılaştırılmış ötektik alaşımlara ait farklı yapılar	29
Şekil 2.12. Farklı ötektik yapıların şematik gösterimi	31
Şekil 2.13. Doğrusal katılaştırılmış üçlü ötektiklerin sınıflandırılması [38]	32
Şekil 2.14. Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi	33
Şekil 2.15. (a) Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi,	35
Şekil 2.16. Çekme-dayanım test cihazı	37
Şekil 2.17. Çekme-uzama diyagramı	38
Şekil 2.18. İki nokta (d.c.) elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği	43
Şekil 2.19. Dört nokta (d.c.) elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği	45
Şekil 2.20. Perkin Elmer Pyris Diamond model Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) ..	46

Şekil 3.2. Vakumlu eritme fırını.....	50
Şekil 3.3. Vakumlu eritme fırınının şematik gösterimi	51
Şekil 3.4. Döküm fırınının fotoğrafı.....	52
Şekil 3.5. Döküm fırınının şematik gösterimi	53
Şekil 3.6. Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırını [93].	56
Şekil 3.7. Grafit numune kalıbı (a) Üst enine kesiti, (b) Alt enine kesiti, (c) Yandan görünüşü	58
Şekil 3.8. Grafitlerin işlenmesinde kullanılan araçlar a) Büyük torna, b) Küçük torna c) Yönlü matkap	58
Şekil 3.9. Numune potası ve alt-üst desteklerin şematik gösterimi	59
Şekil 3.10. Deneylerde kullanılan grafit numune kalıpları ve potaları	60
Şekil 3.11. (a) Grafit numune kalıplarının yapımında kullanılan pirinç destek ve değişik ebatlarda matkap uçları,	60
Şekil 3.12. Alaşım metallerinin tartılmasında kullanılan hassas terazi	61
Şekil 3.13. Grafitten yapılmış (a) Pota ve (b) Huninin şematik gösterimi	63
Şekil 3.14. Numunelerin sıcaklıklarının ölçümünde kullanılan K-tipi termal çiftler.....	64
Şekil 3.15. Sıcaklık değişimlerinin kaydedilmesinde kullanılan Pico TC-08 model sıcaklık kaydedicisi.....	65
Şekil 3.16. Deney sisteminin şematik gösterimi	66
Şekil 3.17. Deney sisteminin fotoğrafı.....	66
Şekil 3.18. Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınının içyapısı	67
Şekil 3.19. Numunelerin farklı hızlarda katılaştırılmasını sağlayan senkronize motorlar	69
Şekil 3.20. Numune kalıbının oluşturulmasından epoksi-resin ile kalıplanması sürecine kadar ki her bir aşamanın gösterimi	71
Şekil 3.21. Epoksi-resin ile kalıplanarak metalografik işlemlere tabi tutulan her bir ötektik alaşımın enine ve boyuna kesitleri	71
Şekil 3.22. Numuneleri zımparalamada kullanılan bazı zımpara kâğıtları	72
Şekil 3.23. Kesme robotu ile kesilmiş numunedeki yüzey durumu (A, B, C tabakaları zımparalama işlemiyle oluşan şekil değişikliklerini D ise orijinal içyapıyı göstermektedir) [98].	72
Şekil 3.24. Otomatik parlatma robotu	73
Şekil 3.25. Numunelerin parlatılmasında kullanılan	74
Şekil 3.26. Numunelerin dağlanmasında kullanılan bazı dağlama malzemeleri.....	75
Şekil 3.27. Görüntü sistemi elemanları; optik mikroskop ve CCD kamera	76

Şekil 3.28. Taramalı elektron mikroskopunun (SEM) dıştan ve içten görünüş fotoğrafları	77
Şekil 3.29. (a) Mikrosertlik ölçüm cihazının şematik gösterimi,	78
Şekil 3. 30. a) Keithley 2700 marka multimetre b) Keithley 2400 marka programlanabilir güç kaynağı c) Protherm marka kül fırını	79
Şekil 4.1. Epoksi-resin ile kalıplanarak metalografik işlemlere tabi tutulan Al-2Mn-5Fe alaşımının doğrusal katılaştırılmış numunelerin enine ve boyuna kesitleri fotoğrafları. .	82
Şekil 4.2. (a) Otomatik parlatma robotu, (b) Optik mikroskop ve CCD kameradan oluşan görüntü sistemi.	82
Şekil 4.3. Doğrusal katılaştırılmış Al-2Mn-5Fe alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti ($G=6.7$ K/mm) farklı katılaştırma hızlarında ($V=8.3-978$ $\mu\text{m/s}$) oluşan mikroyapıların SEM fotoğrafları (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit ($V=8.3$ $\mu\text{m/s}$, $G=6.7$ K/mm), (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit ($V=41.6$ $\mu\text{m/s}$, $G=6.7$ K/mm), (e) Boyuna kesit (f) Enine kesit ($V=978$ $\mu\text{m/s}$, $G=6.7$ K/mm).....	83
Şekil 4.4. Al-2Mn-5Fe alaşımının kimyasal bileşim analizi (EDX).	84
Şekil 4.5. Çubuksal mesafelerin katılaştırma hızı ile değişimi.	85
Şekil 4.6. Mikrosertliğin çubuksal mesafe ile değişimi.	86
Şekil 4.7. Mikrosertliğin katılaştırma hızı ile değişimi.	87
Şekil 4.8. Elektriksel öz direncin sıcaklık ile değişimi.	88
Şekil 4.9. Elektriksel öz direncin katılaştırma hızı ile değişimi.	88
Şekil 4.10. Al-2Mn-5Fe alaşımına ait ısı akışı-sıcaklık eğrisi.	89
Şekil 4.11. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında elde edilen numunelerin Çekme dayanımı-Uzama grafiği.	90
Şekil 4.12. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında elde edilen numunelerin Maksimum çekme dayanımı-Katılaştırma hızı grafiği.	90
Şekil 4.13. Doğrusal katılaştırılmış Al-2Mn-5Si alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti ($G=4.9$ K/mm) farklı katılaştırma hızlarında ($V=8.3-978$ $\mu\text{m/s}$) oluşan mikroyapıların bazı optik mikroskop fotoğrafları (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit ($V=8.3$ $\mu\text{m/s}$, $G=4.9$ K/mm), (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit ($V=978$ $\mu\text{m/s}$, $G=4.9$ K/mm).	91
Şekil 4.14. Al-2Mn-5Si alaşımının kimyasal bileşim analizi (EDX).	92
Şekil 4.15. Dendritik mesafe λ_1 'in katılaştırma hızı ile değişimi.	93
Şekil 4.16. Mikrosertliğin dendritik mesafe ile değişimi.	94
Şekil 4.17. Mikrosertliğin katılaştırma hızı ile değişimi.	95
Şekil 4.18. Elektriksel öz direncin sıcaklık ile değişimi.	95
Şekil 4.19. Elektriksel öz direncin katılaştırma hızı ile değişimi.	96

Şekil 4.20. Al-2Mn-5Si alaşımına ait ısı akışı-sıcaklık eğrisi.	96
Şekil 4.21. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında elde edilen numunelerin çekme dayanımı-uzama grafiği.	97
Şekil 4.22. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında elde edilen numunelerin maksimum çekme dayanımı-katılaştırma hızı grafiği.	97
Şekil 4.23. Doğrusal katılaştırılmış Al-2Mn-5Cu alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti ($G=4.9$ K/mm) farklı katılaştırma hızlarında ($V=8.3-978$ $\mu\text{m/s}$) oluşan mikroyapıların bazı optik mikroskop fotoğrafları (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit ($V=8.3$ $\mu\text{m/s}$, $G=4.9$ K/mm), (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit ($V=978$ $\mu\text{m/s}$, $G=4.9$ K/mm).	98
Şekil 4.24. Doğrusal katılaştırılmış Al-2Mn-5Cu alaşımı için SEM fotoğrafları.	99
Şekil 4.25. Al-2Mn-5Cu alaşımının kimyasal bileşim analizi (EDX).	100
Şekil 4.26. Dendritik mesafe λ_1 'in katılaştırma hızı ile değişimi.	101
Şekil 4.27. Mikrosertliğin dendritik mesafe ile değişimi.	102
Şekil 4.28. Mikrosertliğin katılaştırma hızı ile değişimi.	103
Şekil 4.29. Elektriksel öz direncin sıcaklık ile değişimi.	104
Şekil 4.30. Elektriksel öz direncin katılaştırma hızı ile değişimi.	104
Şekil 4.31. Al-2Mn-5Cu alaşımına ait ısı akışı-sıcaklık eğrisi.	105
Şekil 4.32. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında elde edilen numunelerin çekme dayanımı-uzama grafiği.	105
Şekil 4.33. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında elde edilen numunelerin maksimum çekme dayanımı-katılaştırma hızı grafiği.	106

1. BÖLÜM

AMAÇ VE KAPSAM

1.1. Giriş

Alüminyuma ilave edilen alaşımlama elementleri, malzemenin özelliklerini daha da iyileştirerek diğer metallere göre üstün olmasını sağlarlar. Alüminyum ve alüminyum alaşımları dünyada demir esaslı malzemelerden sonra en önemli metal grubunu oluşturur. Ayrıca hafif metaller arasında da gerek saf halde gerekse alaşım olarak en çok kullanılandır.

Alüminyum alaşımları, alüminyuma bakır, silisyum, demir, çinko, magnezyum, mangan, nikel, titanyum, vb. elementler katılarak oluşturulur. Bunların bazen biri, bazen daha çoğu alüminyuma katılanlardır. Alüminyuma katılan alaşımlama elementleri dökülebilirlik, mekanik mukavemet, kimyasal stabilite, işlenebilirlik, ısı genleşme, ısı iletkenlik, ısıya mukavemet olarak sıralanabilir.

Bu alaşımlama elementleriyle oluşturulan Al-Si, Al-Cu ve Al-Fe alaşımlarının Bridgman tipi fırın vasıtasıyla kontrollü doğrusal şekilde, hızlı veya döküm formunda katılaştırılarak fiziksel ve mekaniksel anlamda incelenmesi literatürde oldukça fazla yer almaktadır. Bu proje çalışmasında ise ticari ve endüstriyel öneme sahip olan ötektik Al-%2Mn alaşımına %5 Si, Cu ve Fe ilave edilerek Al-2Mn-5Si, Al-2Mn-5Cu ve Al-2Mn-5Fe (ağ.) bileşimlerinde hazırlanan üçlü alaşımların fiziksel ve mekaniksel özellikleri farklı çekme hızlarında araştırılması planlanmıştır.

Bu kapsamda öncelikle Al-Mn ötektik alaşımına %5 Si, Cu ve Fe ilave edilmesiyle uygun koşullarda alaşımlar oluşturulmasına, oluşturulan her bir alaşım Bridgman tipi fırın vasıtasıyla farklı hızlarda kontrollü katılaştırılmasına karar verilmiştir. Bu amaç doğrultusunda yapılan çalışmalar, ilerleyen bölümlerde ayrıntılı olarak anlatılmış deneysel çalışmalardan elde edilen sonuçlar verilmiştir. Proje kapsamında elde edilen sonuçlar verilmeden önce, ilk olarak

konuyla ilgili temel kavramlar ve genel bilgilere yer verilecek, daha sonra bir deneyin yapılmasıyla ilgili tüm aşamalar sırasıyla anlatılacaktır.

1.2. Katı-Sıvı Faz Dönüşümleri için Temel Kavramlar

Bu bölümde katı-sıvı faz dönüşümleri hakkında genel bir bilgi verilecek ve bu dönüşümlere etki eden parametreler detaylı bir şekilde anlatılacaktır. Ayrıca Gibbs serbest enerjisi, faz dönüşümlerinde denge, sürücü kuvvet ve alt soğumalar üzerinde de durulacaktır.

1.2.1. Gibbs serbest enerjisi

Katı-sıvı faz dönüşümleri sabit sıcaklık ve sabit basınçta oluşan bir faz dönüşümüdür. Gibbs serbest enerjisiyle açıklanabilir. Gibbs serbest enerjisi,

$$G = H - TS \quad (1.1)$$

olarak ifade edilir [3]. Burada T mutlak sıcaklık, S sistemin düzensizliğinin bir ölçüsü olan entropi ve H ise sistemin ısı kapasitesinin ölçüsü olan entalpidir. Entalpi,

$$H = E + PV \quad (1.2)$$

şeklinde ifade edilir. Burada E sistemin iç enerjisi, P basıncı ve V hacmidir. Sistemin iç enerjisi atomların kinetik ve potansiyel enerjilerinin toplamıdır. Kinetik enerji, katıdaki atomların titreşim enerjisinden ve sıvıdaki atomların titreşim, öteleme ve dönme enerjilerinden ileri gelir. Potansiyel enerji ise atomların bağ enerjilerinden ve birbirleriyle olan etkileşme enerjilerinden oluşur. Katı-sıvı faz dönüşümlerinde PV terimi E ile karşılaştırıldığında çok küçük olduğundan, sistemin entalpisi yaklaşık olarak sistemin iç enerjisine eşittir. Yani $H \cong E$ olur.

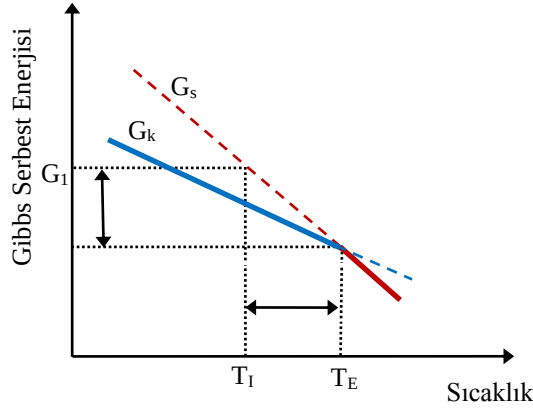
Sabit kütleli ve sabit bileşimli diğer bir deyişle kapalı bir sistem için Gibbs serbest enerjisinin sıcaklıkla değişimi klasik termodinamiğe göre,

$$dG = -SdT + VdP \quad (1.3)$$

biçiminde yazılabilir. Sabit basınçta $dP = 0$ olduğundan,

$$\left(\frac{\partial G}{\partial T} \right)_P = -S \quad (1.4)$$

olur. Bu ifadeden sıcaklığın artmasıyla Gibbs serbest enerjisinin azaldığı anlaşılmaktadır. Katı ve sıvı fazların Gibbs serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişimi Şekil 1.1’de gösterilmektedir.



Şekil 1.1. Gibbs serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişimi [3]

Eğer bir sıvı erime sıcaklığı, T_E 'nin altındaki bir T_I sıcaklığına kadar soğutulursa sıvının T_E sıcaklığında aniden katıya dönüşmesi beklenir. Ancak bu her zaman mümkün değildir. Örneğin, uygun şartlar altında saf metaller sıvı fazdan katı faza geçerken, soğutma hızına bağlı olarak erime sıcaklığının birkaç derece altında katılaşabildikleri gibi yüksek aşırı soğuma nedeniyle erime sıcaklığının 300 °C altında bile katılaşabilirler [7, 8]. Bunun sebebi, ilk katı oluşurken yeni bir katı-sıvı arayüzeyinin oluşumu için büyük miktarda enerjiye ihtiyaç duyulmasıdır. Sıvı fazdaki atomların katı faza geçmeleri için $\Delta T = T_E - T_I$ kadar bir sıcaklık değişimine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu sıcaklık düşmesi sırasında sıvıdaki atom veya moleküller katıya benzer bir yapıya sahip olan atom gruplarını (embriyo) oluşturmak için bir araya gelirler. Şekil 1.1'de gösterildiği gibi sıvı-katı faz dönüşümünün olabilmesi için Gibbs serbest enerjisinin azalması gerekmektedir. Gibbs serbest enerjisindeki bu azalma katılaşmada sürücü kuvveti meydana getirir. Bir sistemde faz dönüşümünün olabilmesi için son durumun Gibbs serbest enerjisi G_2 'nin ilk durumun Gibbs serbest enerjisi G_1 'den küçük olması gerekir. Yani $\Delta G = G_2 - G_1 < 0$ olmalıdır. Sistem kararlı denge durumuna ulaşabilmek için yüksek enerjili durumdan (G_1) düşük enerjili duruma (G_2) geçmek isteyecektir.

1.2.2. Faz dönüşümlerinde denge

Bir sistemin dengede olması, mekanik, termal ve kimyasal olarak dengede olması demektir. Katı-sıvı arayüzeyi hareket etmediği zaman sistem mekanik olarak dengededir. Arayüzey sabit bir sıcaklıkta tutulduğunda ise termal dengededir. Kimyasal denge durumundaysa fazların kimyasal potansiyelleri eşittir, yani kütle akışı yoktur.

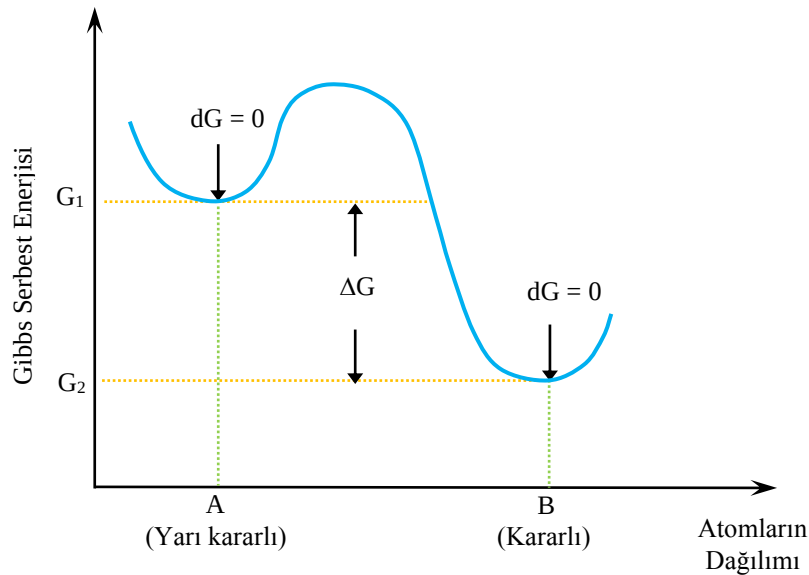
Sıvı fazın entropisinin büyük olmasından dolayı, Şekil 1.1'de görüldüğü gibi sıvının Gibbs serbest enerjisi katının Gibbs serbest enerjisinden daha hızlı azalmaktadır. Erime sıcaklığından (T_E) küçük sıcaklıklarda katı fazın serbest enerjisi sıvı fazın serbest enerjisinden

daha küçüktür. Bu yüzden katı faz kararlı denge durumundadır. T_E sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda ise, sıvının serbest enerjisi katının serbest enerjisinden daha küçüktür. Dolayısıyla erime sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda sıvı faz kararlı denge durumundadır. T_E sıcaklığında ise her iki fazın Gibbs serbest enerjileri birbirlerine eşittir. Böylece erime sıcaklığında katı ve sıvı faz birlikte denge halinde bulunurlar.

Klasik termodinamiğe göre, sabit basınç ve sıcaklıkta bulunan yalıtılmış bir sistemin Gibbs serbest enerjisi minimum değerde ise bu sistemin dengede olduğu söylenir. Yani yalıtılmış bir sistemin denge durumu için Gibbs serbest enerjisi matematiksel olarak,

$$(dG)_{T,P} = 0 \quad (1.5)$$

biçiminde ifade edilir. Şekil 1.2’de atomların dağılımına göre Gibbs serbest enerjileri verilmektedir.



Şekil 1.2. Atomların dağılımına göre Gibbs serbest enerjisinin değişimi [3]

Şekil 1.2’de görüldüğü gibi (1.5) denklemini yarı kararlı (A) ve kararlı (B) durumları sağlamaktadır. Kararlı durumda sistemin Gibbs serbest enerjisi mümkün olabilecek en küçük değere sahip olduğundan sistem kararlı denge durumundadır. Yarı kararlı durumda da Gibbs serbest enerjisindeki değişim sıfırdır. Fakat mümkün olabilecek minimum değerden büyüktür. Bu durumu kararlı denge durumundan ayırt etmek için A noktasına yarı kararlı denge durumu denir. Kararlı denge durumu ile yarı kararlı denge durumu arasındaki geçiş durumlarına ise kararsız denge durumları denir [3].

1.2.3. Katılaşmada sürücü kuvvet

Şekil 1.1'den açıkça görülebileceği gibi sıvılar erime sıcaklığının altındaki bir sıcaklığa kadar soğutulursa, Gibbs serbest enerjisinde $\Delta G = G_l - G_s$ kadar değişme olacaktır. Gibbs serbest enerjisindeki bu azalma katılaşma için gerekli olan sürücü kuvveti sağlar [3]. Katılaşma için gerekli olan serbest enerji değişim miktarı aşağıda verilen işlem basamaklarıyla elde edilebilir.

Sabit basınçta ΔT sıcaklık aralığında katı ve sıvı fazlar için Gibbs serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişiminin lineer olduğu kabul edilir. Böylece Gibbs serbest enerjileri;

$$G_k = H_k - T S_k \text{ ve } G_s = H_s - T S_s \quad (1.6)$$

olur. Bu durumda,

$$\Delta G = G_k - G_s = H_k - H_s - T(S_k - S_s) = \Delta H - T\Delta S \quad (1.7)$$

olarak elde edilir. Burada k ve s indisleri sırasıyla katı ve sıvı fazları göstermektedir. Saf bir maddenin faz dönüşüm sıcaklığı olan T_E 'de, $G_k = G_s$ olacağından $\Delta G = 0$ olur. Buna göre denklem (1.7) yeniden düzenlenerek,

$$\Delta S = \frac{\Delta H}{T_E} \quad (1.8)$$

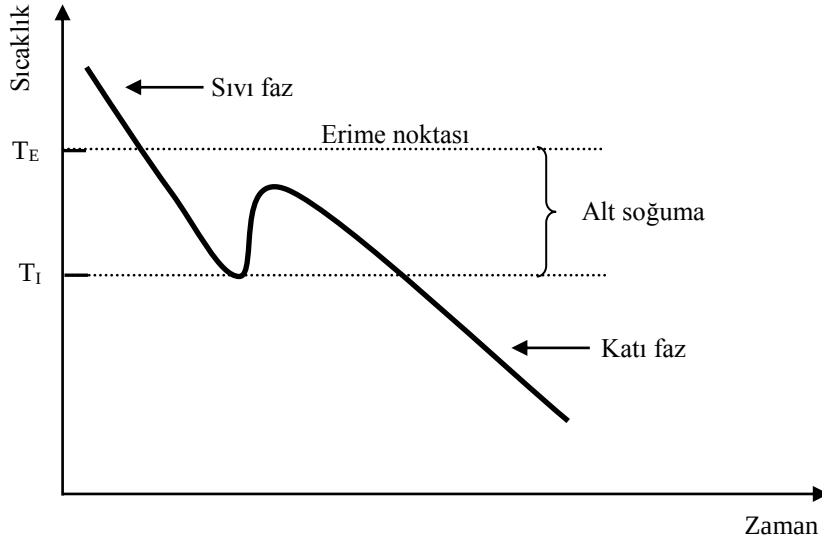
yazılabilir. Burada ΔS entropideki değişimdir. Sonuç olarak herhangi bir T sıcaklığında Gibbs serbest enerjisindeki değişim (1.7) ve (1.8) denklemlerinden,

$$\Delta G \cong \Delta H - \frac{\Delta H T}{T_E} = \frac{\Delta H (T_E - T)}{T_E} = \frac{\Delta H \Delta T}{T_E} = \Delta T \Delta S \quad (1.9)$$

olarak elde edilir. Denklem (1.9)'a sıvı fazdan katı faza dönüşüm için hacimsel serbest enerji değişimi veya sürücü kuvvet denir [3]. Saf maddeler için erime sıcaklığındaki entalpi değişimi erime gizli ısısına eşittir. Diğer bir deyişle $\Delta H = L$ dir.

1.2.4. Alt soğumalar

Bir katılaşma olayında katılaşmanın gerçekleşmesi T_E erime sıcaklığında olmayıp erime sıcaklığının altındaki bir T_l sıcaklığında gerçekleşebilir.



Şekil 1.3. Zamana bağlı sıcaklık değişimi ve alt soğuma

Bu enerji, ΔT sıcaklık farkından sağlanmakta olup bu farka alt soğuma denir [9]. Alt soğuma arayüzey eğriliğine, sıvının bileşimine ve atomların sıvıdan katıya geçmesi için gerekli olan enerji miktarına bağlıdır. Katılaşma için gerekli olan toplam alt soğuma,

$$\Delta T = T_E - T_I = \Delta T_k + \Delta T_s + \Delta T_r \quad (1.10)$$

olarak ifade edilir. Bu ifadede ΔT_k kinetik alt soğuması, ΔT_s çözünürlük alt soğuması ve ΔT_r ise eğrilik alt soğumasıdır.

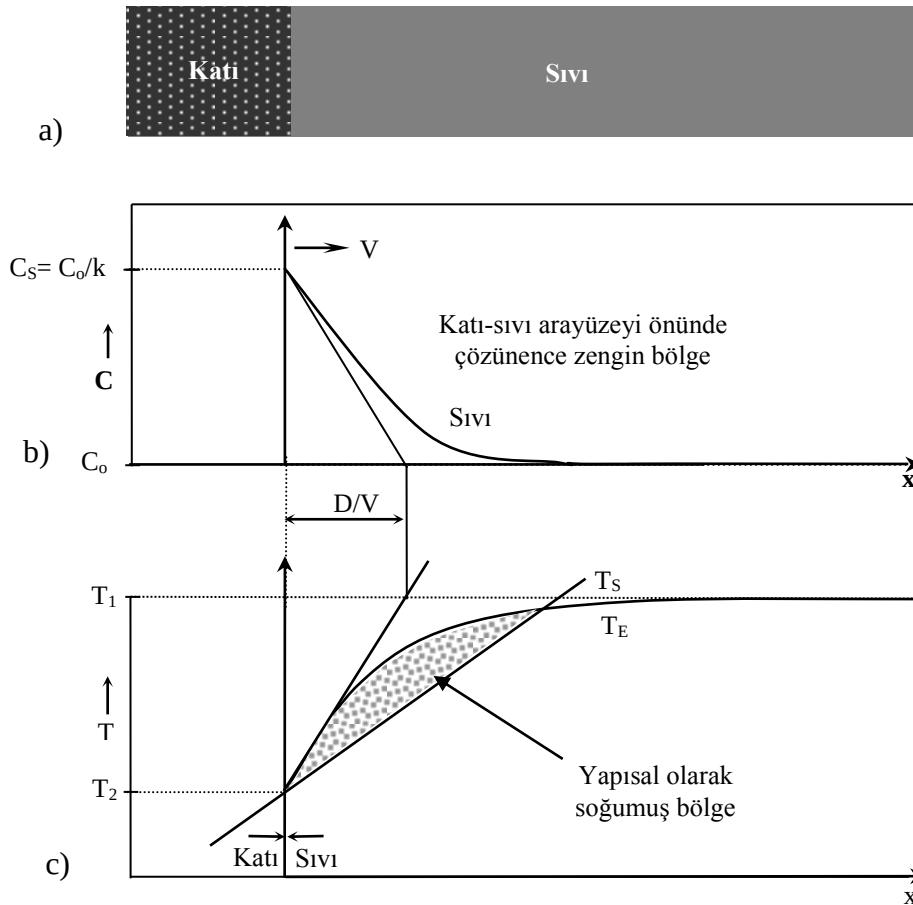
Şekil 1,4'te arayüzeydeki düzlemsel cepheyi kararsız hale getiren sıcaklık değişiminin nasıl olduğu görülmektedir. Şekil 1.4.b'de gösterilen sıvı bileşimi C_S , arayüzeyde maksimum iken, arayüzeyden uzaklaştıkça azalır ve çözünence zengin bir sıvı tabakası oluşturur. Çözünen miktarı azaldıkça sıvı sıcaklığı artacağından, dengesel sıvılaşma (likudus) sıcaklığı arayüzeyden uzaklaştıkça artar. Şekil 1.4.c'de arayüzey sıcaklığı, dengesel sıvılaşma sıcaklığının üstündedir. Bu durum düzlemsel cephede kararlı bir katılaştırma için gerekli olan şartı göstermektedir.

Eğer bir kararsızlık, başlangıçta düz bir arayüzeyde bir çıkıntı oluştursa bu çıkıntı aşırı ısıtılmış ortam içerisinde bulunacak ve tekrar eriyecektir. Kararsız durum Şekil 1.4.c'de gösterilmektedir. Burada arayüzeyin hemen önündeki sıvının gerçek sıcaklığı, sıvılaşma sıcaklığının altındadır. Bu durumda arayüzeyde oluşan bir çıkıntı, aşırı soğumuş ortam içinde bulunacak ve katılaşma devam edecektir. Sıvılaşma sıcaklığının altındaki bu sıvı aşırı soğumuş durumdadır. Bu olaya yapısal alt soğuma adı verilmektedir [10].

Yapısal ifadesi, bileşimdeki değişmeden dolayıdır. Yapısal alt soğuma teorisine göre, arayüzeyde oluşan bir çıkıntı, kendisini aşırı soğumuş bir sıvı içerisinde bulacak ve düzlemsel cephede bir kararsızlık meydana getirecektir. Arayüzeyde sıvı içerisinde çözünen bileşimin gradyenti,

$$\left(\frac{dC_s}{dx} \right)_{x=0} = - \frac{V}{D_s} C_s (1-k) \quad (1.11)$$

eşitliği ile verilir [11]. Burada V , katı-sıvı arayüzeyinin ilerleme hızıdır. D_s , sıvı maddenin difüzyon katsayısı, C_s sıvı maddenin bileşimi, k ise dağılım katsayısıdır.



Şekil 1.4. Alaşımların katılaştırılmasında yapısal alt soğuma [11]
 (a) Katı-sıvı arayüzeyi (b) Katı-sıvı arayüzey önündeki çözünence zengin bölge
 (c) Yapısal olarak alt soğuma

Düzlemsel arayüzeyin denge olduğu kabul edilirse,

$$\left(\frac{dT_s}{dx} \right)_{x=0} = m_s \left(\frac{dC_s}{dx} \right)_{x=0} \quad (1.12)$$

eşitliği yazılabilir. Arayüzeydeki sıvı içerisinde sıcaklık gradyenti,

$$G \geq \left(\frac{dT_s}{dx} \right)_{x=0} \quad (1.13)$$

eşitsizliğini sağlıyorsa yapısal alt soğuma yoktur [11].

$C_k = kC_s$ durumunda,

$$\frac{G_s}{V} \geq - \frac{m_s C_k (1-k)}{k D_s} \quad (1.14)$$

yapısal alt soğuma ifadesi elde edilir. Burada m_s sıvılaşma eğimi, C_k katı fazın bileşimidir. Bu durumda düzlemsel cephe kararlıdır [11]. Alt soğuma olayında Gibbs serbest enerjisi, aşırı soğutulmuş bir sıvıda kararlı veya yarı kararlı fazlardan hangisinin oluşabileceğini belirler. Alt soğuma olayının anlaşılabilmesi için, bir sıvının katılaşmasında başlangıç olan çekirdeklenme olayının da bilinmesi gerekmektedir.

1.2.4.1. Kinetik alt soğuması (ΔT_k)

Bütün maddelerde atomların katıdan sıvıya veya sıvıdan katıya geçişlerini engelleyen bir enerji engeli vardır. Eğer bir madde erime sıcaklığının altındaki bir sıcaklığa kadar soğutulursa, sıvıdan katıya geçen atomların sayısı katıdan sıvıya geçen atomların sayısından fazla olur. Bu durumda katı faz büyür, yani katılaşma olur. Bu durumun aksine katıdan sıvıya geçen atomların sayısı sıvıdan katıya geçen atomların sayısından daha fazla olursa sıvı faz büyür, yani erime olur. Atomların geçişlerini sürdürmeleri için gerekli olan bu alt soğumaya kinetik alt soğuma denir.

Bir katı-sıvı arayüzeyinde katı fazdan sıvı faza geçen atomların sayısı, sıvı fazdan katı faza geçen atomların sayısına eşit ise katı-sıvı arayüzeyi dengededir. Dengedeki bir sistem ister saf olsun isterse çok bileşenli bir sistem olsun kinetik alt soğuma, $\Delta T_k = 0$ olur.

1.2.4.2. Çözünürlük alt soğuması (ΔT_s)

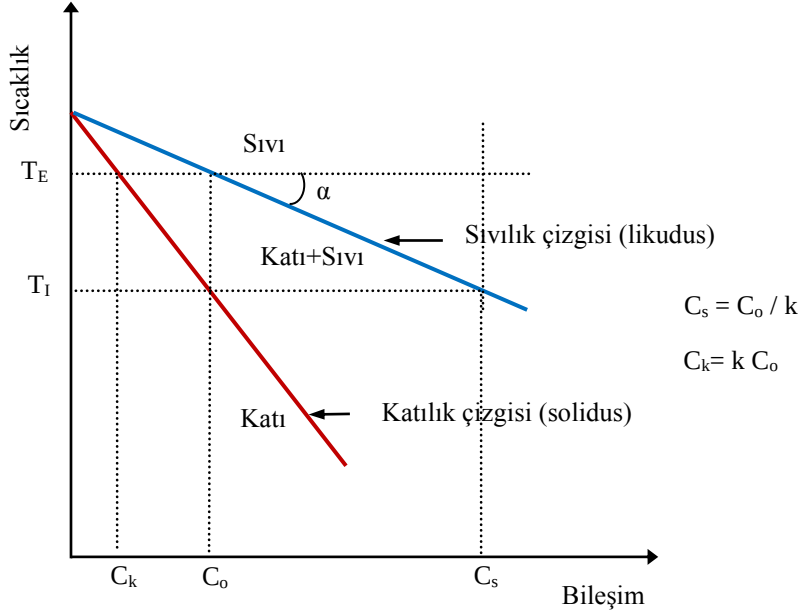
Çözünürlük alt soğuması, katı-sıvı arayüzeyindeki sıvının bileşimi ile sıvı içerisindeki herhangi bir noktanın bileşim farklılığından kaynaklanır. Şekil 1.5'te verilen çözünürlük alt soğuması [12];

$$\Delta T_s = T_E - T_1 = m_s (C_o - C_s) = m_s C_o \left(\frac{k-1}{k} \right) \quad (1.15)$$

olarak ifade edilir. Burada,

$$m_s = \tan \alpha = \frac{\Delta T}{\Delta C} = \frac{T_E - T_I}{C_s - C_o} \quad (1.16)$$

şeklinde verilir. Burada T_E erime sıcaklığı, T_I arayüzey sıcaklığı, C_s sıvı içerisindeki herhangi bir noktanın bileşimi, C_o eğrilik arayüzeyindeki katının bileşimi, m_s sıvılaşma eğrisinin eğimi ve k dağılım katsayısıdır. Tek bileşenli sistemler için yani tek kristal büyütme durumunda $C_o=C_s$ olduğundan $k=1$ olacaktır. Bu yüzden saf malzemeler için çözünürlük alt soğuması $\Delta T_s=0$ olur.



Şekil 1.5. Çözünürlük alt soğumasına neden olan faktörler [12]

Ayrıca katı-sıvı arayüzeyi dengede olduğu durumda, sistem ister iki bileşenli, isterse daha fazla bileşenli olsun sıvı içerisinde bileşim gradyenti olmadığı için $\Delta T_s=0$ olur [9]. Sonuç olarak; katı-sıvı arayüzeyinin denge durumunda toplam alt soğuma eğrilik alt soğumasına eşittir.

1.2.4.3. Eğrilik alt soğuması (ΔT_r)

Eğrilik alt soğuması genellikle Gibbs-Thomson alt soğuması olarak da adlandırılır. Bu alt soğuma katı-sıvı arayüzey eğriliğinden meydana gelmektedir. Eğrisel bir arayüzeyin kimyasal ve mekaniksel dengesi göz önüne alınarak, eğrilik alt soğuması ΔT_r ,

$$\Delta T_r = \Gamma \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad (1.17)$$

olarak verilir [9]. Burada Γ Gibbs-Thomson katsayısı, r_1 ve r_2 ise arayüzeyin eğrilik yarıçaplarıdır. Küresel bir katı-sıvı arayüzeyinin eğrilik yarıçapları $r_1=r_2=r$ olduğundan (1.17) denklemi,

$$\Delta T_r = \frac{2\Gamma}{r} \quad (1.18)$$

şeklini alır. Silindirik katı-sıvı arayüzeyi için $r_1=r$ ve $r_2=\infty$ olacağından (1.17) denklemi,

$$\Delta T_r = \frac{\Gamma}{r} \quad (1.19)$$

olur.

1.2.5. Çekirdeklenme

Soğumaya bırakılan herhangi bir sıvı, erime sıcaklığına düşünce hemen katılaşmaz. Soğuma hızına bağlı olarak erime sıcaklığının altında bir sıcaklığa ulaşınca katılaşır. Sıvı içerisinde, öncelikle aynı moleküllerin bir araya gelerek oluşturduğu katıya benzer bir yapı oluşur. Bu yapıya embriyoya da çekirdekçik denir. Embriyonun etrafında büyüme meydana gelir ve katılaşma başlar. Bu olaya çekirdeklenme denir. Homojen ve heterojen çekirdeklenme olmak üzere iki çeşit çekirdeklenme vardır.

1.2.5.1. Homojen çekirdeklenme

Homojen çekirdeklenme, içerisinde hiçbir yabancı madde katkısı olmaksızın uygun laboratuvar şartlarında ve çok yüksek aşırı soğumalarda nadiren gerçekleşen bir çekirdeklenmedir. Aşırı soğutulmuş sıvı ile katı arasındaki serbest enerji farkına sürücü kuvvet denir ve homojen çekirdeklenme için büyük bir sürücü kuvvete ihtiyaç vardır [12]. Homojen çekirdeklenme için gerekli olan enerji yani sürücü kuvvet hacimsel serbest enerjideki azalma ve yüzey enerjisindeki artmanın toplamı olarak ifade edilebilir.

$$\Delta G = -V_k \Delta G_V + A_{ks} \sigma_{ks} \quad (1.20)$$

şeklinde yazılır. Burada, V_k oluşan katının molar hacmi, ΔG_V katının birim hacim başına düşen hacimsel serbest enerjisindeki değişim, A_{ks} katı-sıvı arayüzey alanı ve σ_{ks} katı-sıvı arayüzey enerjisidir. Hacimsel serbest enerjideki değişim ise,

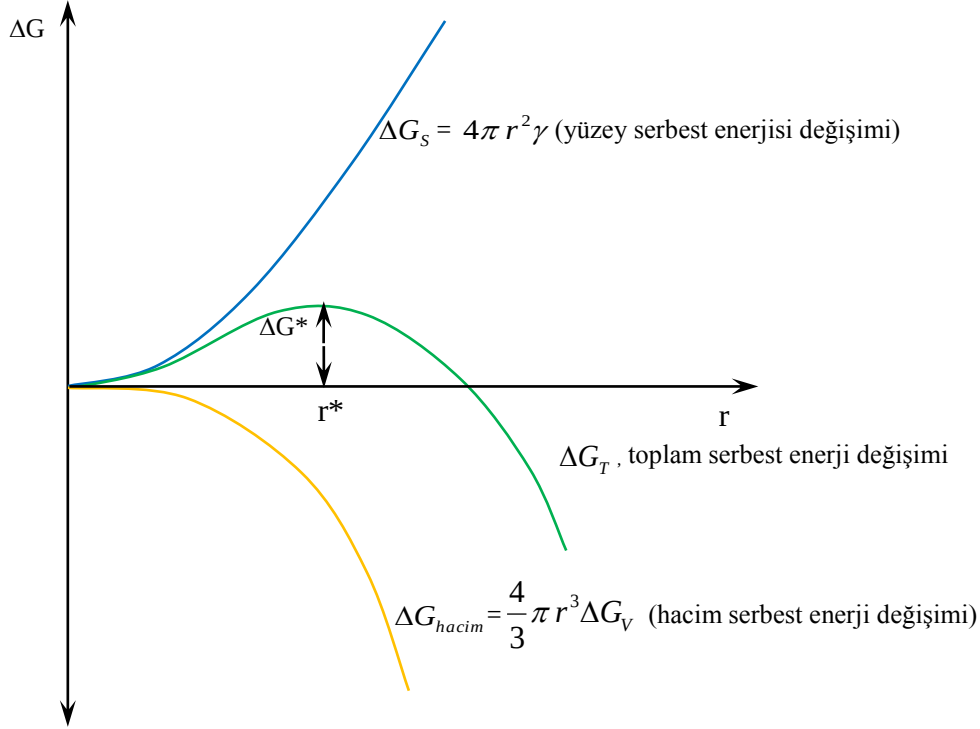
$$\Delta G_V = \frac{\Delta H \Delta T}{T_E} \quad (1.21)$$

şeklinde dir. Burada ΔH erime entalpisi, ΔT alt soğuma, T_E ise erime sıcaklığıdır.

Homojen çekirdeklenmede başlangıçta oluşan embriyonun r yarıçaplı bir küre olduğu kabul edilerek, embriyonun serbest enerjisindeki değişim (1.20) denkleminde,

$$\Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_V + 4\pi r^2 \sigma_{ks} \quad (1.22)$$

olarak ifade edilir. ΔG 'nin r 'ye göre değişimi Şekil 1.6'da verilmiştir [3].



Şekil 1.6. Homojen çekirdeklenmede embriyonun serbest enerjisinin embriyo yarıçapına bağlılığı [3]

r 'nin küçük değerlerinde ΔG kritik bir değere kadar artar ve kritik değerde maksimum olduktan sonra tekrar azalır. ΔG 'nin maksimum olduğu andaki r değerine kritik yarıçap denir ve r^* ile gösterilir. Kritik yarıçapa karşılık gelen serbest enerji ise ΔG^* ile gösterilir ve aktivasyon enerjisi olarak adlandırılır. Aktivasyon enerjisi homojen çekirdeklenmenin oluşabilmesi için gereken enerjidir. Çekirdeklenme kritik yarıçapta başladığı için embriyonun yarıçapı her zaman r^* olur. ΔG 'nin eğiminin kritik yarıçaptaki değeri sıfır olacağından,

$\frac{d\Delta G}{dr} = 0$ şartı denklem (1.22)'de uygulandığında kritik yarıçap,

$$r^* = \frac{2\sigma_{ks}}{\Delta G_V} \quad (1.23.a)$$

şeklinde elde edilir. Denklem (1.21), denklem (1.23.a)'da yerine yazılarak embriyonun yarıçapı,

$$r^* = \frac{2\sigma_{ks} T_E}{L\Delta T} \quad (1.23.b)$$

olarak bulunur. Şekil 1.6'dan da görüldüğü gibi r^* 'nin küçük değerleri için ΔG kritik bir yarıçap değerine kadar artar fakat sonra azalma gösterir. Homojen çekirdeklenme için kritik yarıçapa karşılık gelen aktivasyon serbest enerjisi, denklem (1.23.b)'nin, denklem (1.22)'de yerine yazılmasıyla şu şekilde bulunur:

$$\Delta G_{\text{hom}}^* = \frac{16\pi\sigma_{ks}^3}{3(\Delta G_V)^2} = \frac{4}{3}\pi r^{*2} \sigma_{ks} \quad (1.24)$$

Denklem (1.23.b)'den σ_{ks} 'nin artmasıyla veya ΔT 'nin azalmasıyla kritik yarıçap değerinin artacağı görülmektedir.

Klasik çekirdeklenme teorisinin temelleri Volmer-Weber [13] ve Becker-Döring [14] tarafından atılmıştır. Bu araştırmacılar yoğunlaştırılmış buhar ile oluşturdukları sıvı damlacıklarının çekirdeklenme kinetiğini incelemişlerdir. Turnbull'da [7, 8] yaptığı çalışmalarla çekirdeklenme teorisinin temellerinin oluşmasına önemli katkılar sağlamıştır.

Daha sonra Turnbull ve Fisher [15], Becker ve Döring yaklaşımını kullanarak bir sıvı içerisinde katının çekirdeklenme hızının belirlenmesi için yeni bir teori geliştirmişlerdir. Bu teori çekirdeklenme kinetiğini betimlemek ve arayüzey enerjisini tahmin etmek için kullanılmıştır. Turnbull [7, 15] homojen çekirdeklenme hızını (I_{hom}) alt soğumanın bir fonksiyonu olarak ölçmüştür.

Erime sıcaklığının altındaki herhangi bir T sıcaklığında, sıvının birim hacimdeki homojen çekirdeklenme hızı,

$$I_{\text{hom}} = N_V \frac{kT}{h} \exp\left(-\frac{\Delta G_D}{kT}\right) \exp\left(-\frac{16\pi\sigma_{ks}^3}{3(\Delta G_V)^2 kT}\right) \quad (1.25)$$

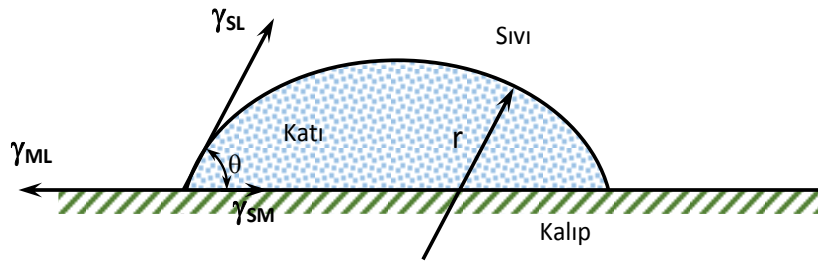
olarak verilmiştir. Burada N_V birim hacimdeki sıvı atom sayısı, k Boltzmann sabiti, h Planck sabiti, ΔG_D difüzyon için gerekli olan aktivasyon enerjisi ve ΔG_V ise hacimsel serbest enerji değişimidir.

Çekirdeklenme sırasında çözünmeyen parçacıkları ortadan kaldırmak için sıvı damlacıkların çapları bir mikron ile yüz mikron arasındaki damlacıklara ayrılır. Böylece bu damlacıklar heterojen çekirdekçik oluşturamayacak ve gerçek homojen çekirdeklenme meydana gelecektir. İlk homojen çekirdeklenme deneylerinde çekirdeklenme hızı ve sıcaklığı,

dilatometre ile ölçülmüştür [16, 17]. Daha sonraki deneyler ise numunelerin katılaşma sıcaklığının değişimi mikroskop altında gözlemlenerek gerçekleştirilmiştir [18, 19].

1.2.5.2. Heterojen çekirdeklenme

Sıvı içerisinde bulunan yabancı maddeler üzerinde, şapka şeklinde çekirdekçiklerin oluşmasıyla heterojen çekirdeklenme başlar. Heterojen çekirdeklenme, homojen çekirdeklenmeye göre daha sık rastlanılan ve çekirdeklenme hızının daha büyük olduğu bir çekirdeklenme türüdür. Heterojen çekirdeklenmede, bir alt cisim üzerinde oluşan çekirdeğin küresel bir yapıda olduğu kabul edilir.



Şekil 1.7. Heterojen çekirdeklenmenin şematik gösterimi [3]

Heterojen çekirdeklenmede alt cisim, yeni oluşan katı çekirdek ve sıvı arasındaki arayüzey enerjilerinin mekanik denge şartı,

$$\sigma_{sa} = \sigma_{ka} + \sigma_{ks} \cos \theta \quad (1.26)$$

olarak yazılır. Burada σ_{sa} sıvı ile alt cisim arasında birim uzunluktaki arayüzey enerjisini, σ_{ka} katı çekirdek ile alt cisim arasında birim uzunluktaki arayüzey enerjisini, σ_{ks} katı çekirdek ile sıvı arasında birim uzunluktaki arayüzey enerjisini, θ açısı ise temas açısını ifade etmektedir.

Heterojen çekirdeklenme teorisi için serbest enerji ifadesi,

$$\Delta G_{het} = \left(-\frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_V + 4 \pi r^2 \sigma_{ks} \right) \frac{1}{4} (2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta) \quad (1.27)$$

olarak verilir. Kritik yarıçapta $\frac{d\Delta G}{dr} = 0$ şartı denklem (1.27)'ye uygulanarak kritik yarıçap,

$$r_{het}^* = \frac{2 \sigma_{ks}}{\Delta G_V} \quad (1.28)$$

olarak bulunur ve bu ifade denklem (1.27)'de yerine yazılırsa,

$$\Delta G_{het}^* = \frac{16\pi\sigma_{ks}^3}{3\Delta G_V^2} f(\theta) \quad (1.29)$$

elde edilir.

Burada $f(\theta) = \frac{1}{4}(2 - 3\cos\theta + \cos^3\theta)$ olup, temas açısı faktörü olarak adlandırılır. Denklem (1.24) ve (1.29) birbirine eşitlenirse,

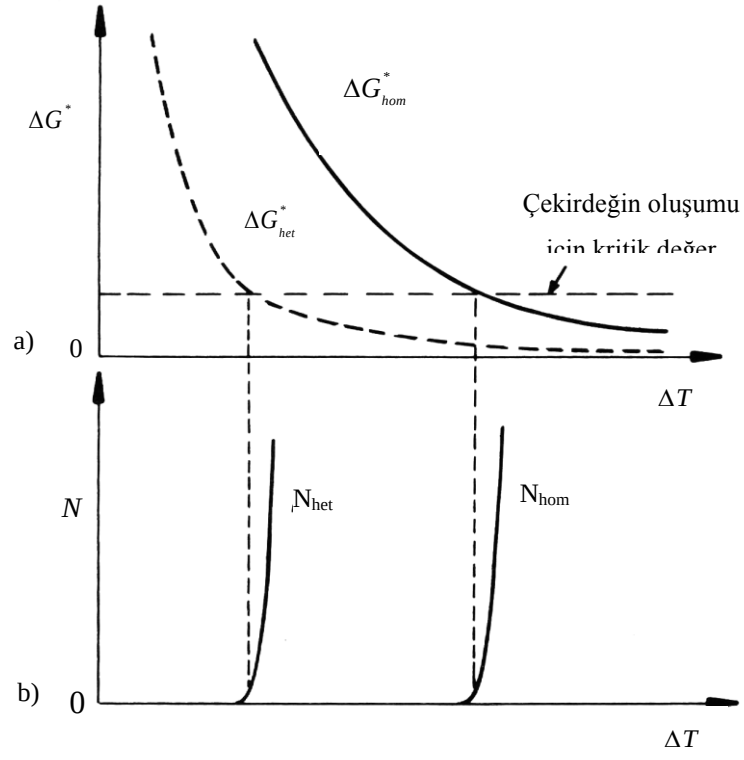
$$\Delta G_{het}^* = \Delta G_{hom}^* f(\theta) \quad (1.30)$$

elde edilir [3]. Buradan da anlaşılacağı gibi heterojen çekirdeklenmedeki aktivasyon enerji engeli, homojen çekirdeklenmedeki enerji engelinden $f(\theta)$ faktörü kadar daha küçüktür.

Enerji engelinin küçük olması, heterojen çekirdeklenmede çekirdeklenme hızının büyük olmasını sağlamaktadır. Temas açısının küçük olması, heterojen çekirdeklenmedeki enerji engelini azaltmaktadır. $\theta = 0$ olduğunda $\Delta G_{het}^* = 0$ olur ki bu durumda çekirdeklenme yok demektir. $\theta = 180^\circ$ olduğunda $\Delta G_{het}^* = \Delta G_{hom}^*$ olur, bu durumda ise çekirdeklenme homojendir ve çekirdekçiğin alt cisimle hiçbir teması yoktur. Heterojen çekirdeklenme hızı,

$$I_{het} = N_s \frac{kT}{h} \exp\left(-\frac{\Delta G_D}{kT}\right) \exp\left(-\frac{16\pi\sigma_{ks}^3}{3(\Delta G_V)^2 kT} f(\theta)\right) \quad (1.31)$$

olarak elde edilir [15]. Burada N_s alt cisimle temas halinde bulunan birim yüzeydeki atom sayısı, ΔG_D katı-sıvı arayüzeyini geçmek için gerekli olan difüzyon enerjisi, ΔG_V ise birim hacimdeki enerji değişimidir. Şekil 1.8'de aktivasyon enerjisinin ve çekirdeklenme hızının alt soğumaya göre değişimi verilmektedir.



Şekil 1.8. Aktivasyon enerjisinin ve çekirdeklenme hızının alt soğumaya göre değişimi [3]

2. BÖLÜM

TEMEL BİLGİLER

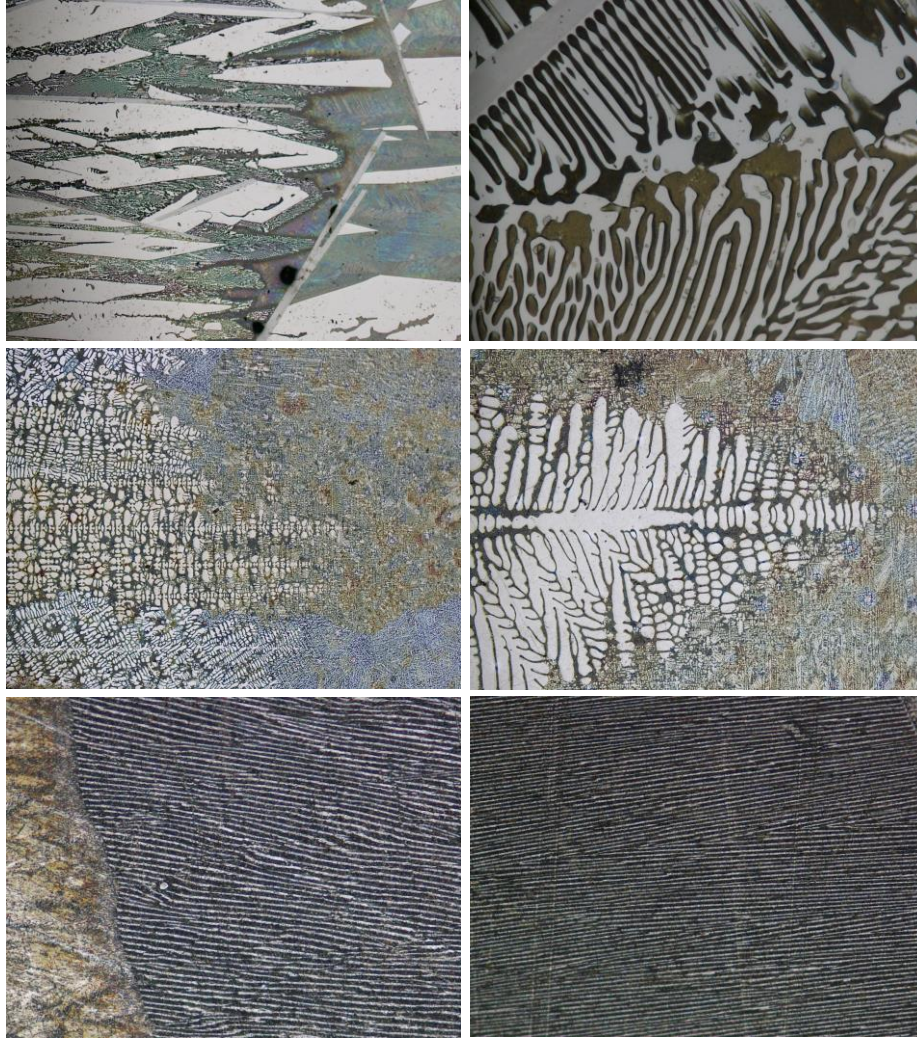
Bu bölümde katılaştırma türleri ele alınacak ötektik ve dendritik katılaştırma üzerinde durulacaktır. Literatürde daha önce yapılmış olan ötektik katılaştırma ve bazı dendritik katılaştırma çalışmaları özetlenecektir. Ayrıca mikrosertlik, çekme-dayanımı, elektriksel özdirenç, entalpi ve özısı ölçümleri hakkında bilgiler verilecektir.

2.1. Alaşımların Katılaştırılması

Malzemelerin mikroyapılarındaki değişikliklerin, mikrosertlik ve çekme dayanımı gibi mekanik özellikleri ve elektriksel iletkenlik, ısısal özellikler, korozyon gibi diğer özelliklerini etkilediği bilinmektedir. Malzemelerde düzenli mikroyapıların oluşması ve tanecik boyutları (λ), bu malzemelerin katılaştırılması esnasındaki katılaştırma parametrelerine (G , V ve C_o) bağlıdır. Yani, katılaştırma parametreleri G , V ve C_o birbirinden bağımsız kontrol edilerek malzemelerin tanecik boyutundaki mikroyapılarına, mekanik ve elektriksel özelliklerine etki etmek kontrollü katılaştırma yöntemi ile mümkündür. Bu yöntem ile değişik malzemelerden elde edilen farklı mikroyapı şekilleri Şekil 2.1’de verilmiştir.

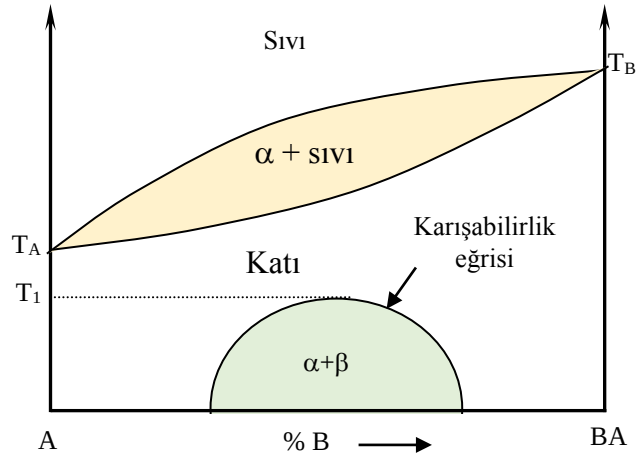
Bir alaşım sistemi, iki veya daha fazla elementin belirli bir sıcaklık, basınç ve bileşimde eritilmesiyle elde edilen bir katı çözeltilidir. Alaşımlar, alaşım tipine bağlı olarak kendisini oluşturan elementlerin özelliklerini taşıyabileceği gibi, bu elementlerin özelliklerinden başka yeni özellikler de taşıyabilirler. Örneğin saf bir metale alaşım elementi ilave edilerek, onun mekanik özellikleri büyük ölçüde geliştirilebilmektedir [20]. Alaşımlar, kendisini oluşturan elementlerin birbiri içerisindeki karışımına göre tek fazlı ve çok fazlı olmak üzere ikiye ayrılırlar. Homojen bir sistemin fiziksel sınırlarla ayrılmış olan kısmına faz denir. Birbiri içerisinde her oranda homojen olarak karışabilen alaşımlar, tek fazlı alaşımlardır. Böyle bir alaşım sistemindeki, alaşım elementlerinin örgü sistemlerinde olan değişiklik sonucunda alaşım elementinden birinin atomları diğerinin kristal örgüsüne yerleşir. Yeni örgüde farklı özelliklere sahip atomların bulunmasından dolayı farklılıklar oluşur ve yeni bir malzeme

ortaya çıkar. Çok fazlı alaşımlarda, alaşımı oluşturan elementlerin baskın özellikleri görülür ve örgü yapılarında bir değişiklik olmaz [21, 22].



Şekil 2.1. Değişik malzemelerde gözlenen mikroyapılar

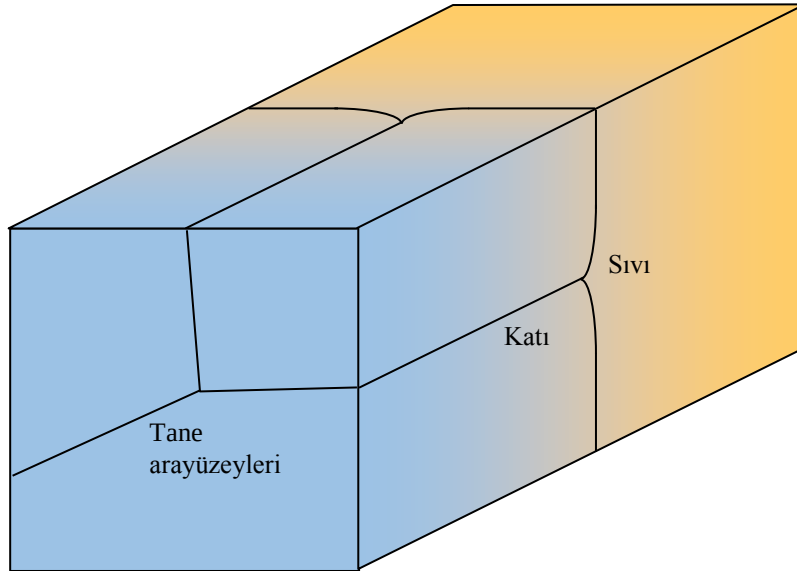
Endüstride kullanılan metalik sistemler, yüksek sıcaklıklarda birbirini her oranda eritebilmelerine rağmen, düşük sıcaklıklarda sınırlı oranda eritebilmektedirler. Şekil 2.2’de ikili bir alaşım sistemine ait faz diyagramı verilmektedir. Faz diyagramından da görüldüğü gibi alaşım sistemi, sıvı halden soğutulmaya başlandığında, önce katı çökelti oluşmasıyla α fazı meydana gelmektedir. Daha sonra sıcaklık T_1 ’e düşürüldüğünde α fazı B atomlarınınca zenginleşmekte ve bu sıcaklığın altında B atomlarının fazlası β fazı şeklinde çökerek α ve β fazlarını oluşturmaktadır.



Şekil 2.2. Birbirini sınırlı oranda eriten ikili sistemlerde denge faz diyagramı [22]

2.1.1. Alaşımların düzlemsel cephede katılaştırılması

Alaşımların düzlemsel cephede kontrollü olarak katılaştırılması pratikte tek kristallerin büyütülmesinde, malzemeleri saflaştırmada ve kontrollü büyütülen malzemede homojen bileşim elde etmede kullanılır. Bu tür katılaştırmanın en önemli ticari uygulaması, yarıiletken kristallerin büyütülmesidir. Örnek olarak alüminyum oksitler, tantal oksitler ve niyobyum oksitler verilebilir. Şekil 2.3'te düzlemsel cephede katılaşma yapısının şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.3. Düzlemsel cephede katılaşmanın şematik gösterimi

Araştırmalarda metal-metal alaşımların düzlemsel cephede katılaştırılmış kristallerinin incelenmesi büyük bir paya sahiptir. Birçok metalin ve metal olmayan inorganiklerin

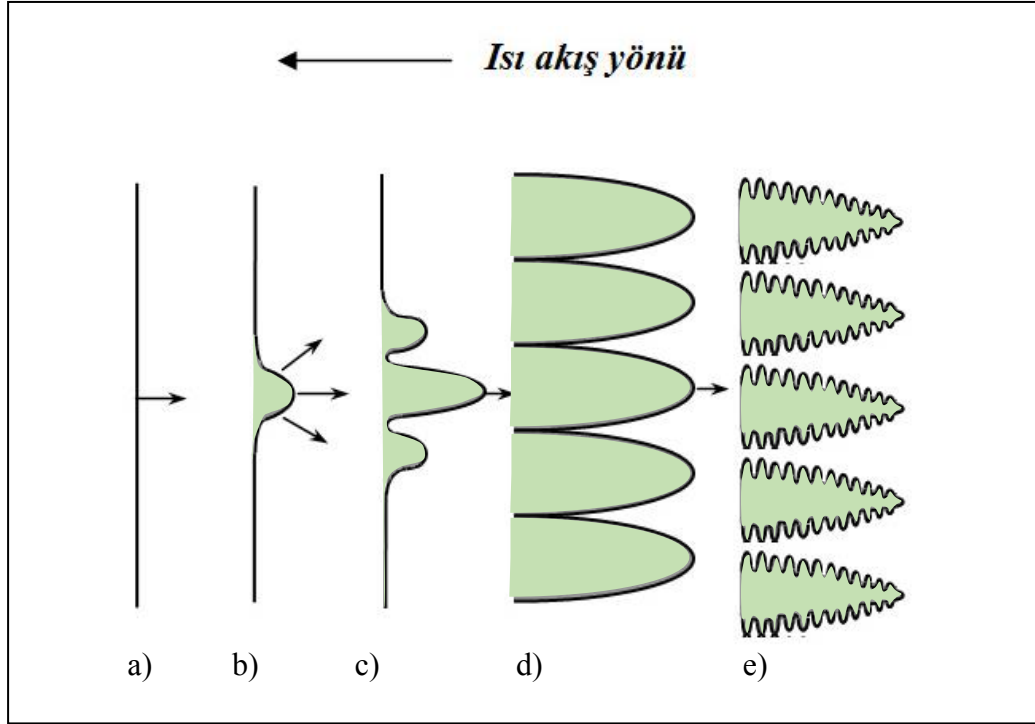
eriyiklerinin katılaştırılması esnasında arayüzeyin iyi bir yaklaşıklıkla dengede olduğu kabul edilir. Yani katılaştırma esnasında, katı-sıvı arayüzeyinin önünde büyük bileşim gradyentleri meydana gelebilir. Ancak arayüzeyden geçişte atomların aktarılmasına karşı çok küçük miktarda, ihmal edilebilir bir direnç mevcuttur. Bu durum yapısal aşırı soğuma teorisi ile açıklanmaktadır [10]. Yapısal aşırı soğuma teorisi, başlangıçta düzlemsel cephede arayüzeyin önünde katı ve sıvının hangisinin termodinamik olarak kararlı olduğu sorusu ile ilgilenir. Yani sıvı kararlı ise arayüzeyin düzlemsel kaldığı, katı kararlı ise arayüzeyin bozulduğu kabul edilir.

2.1.2. Alaşımların hücresele katılaştırılması

Arayüzey yapısının bozularak hücresele biçime, sonrasında da dendritik biçime nasıl dönüştüğü Şekil 2.4'te gösterilmiştir. Düzlemsel cephede katılaştıran bir alaşım sisteminde ilk katılaştıran kısmın bileşimi, ortalama C_0 bileşiminin altında oluşur. Dolayısıyla bir kısım çözünen madde sıvı içine itilir. Katılaştırma ilerledikçe sıvı içine itilen çözünen madde miktarı arayüzeyde artar ve çözünence zenginleşen arayüzeyde sıcaklık azalır [23].

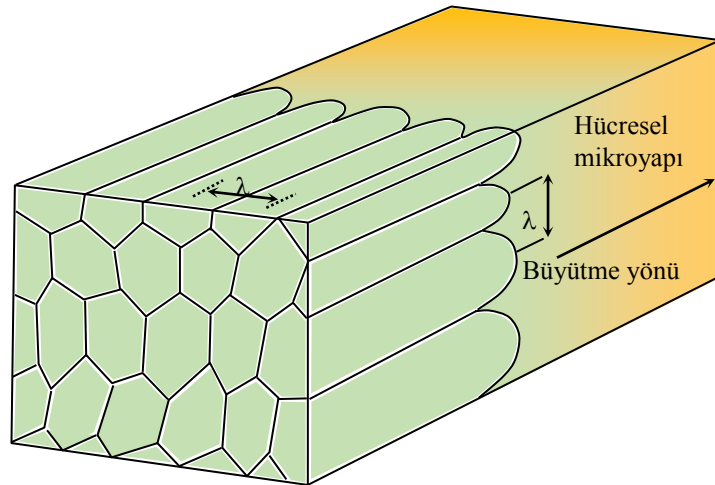
Eğer arayüzeyin önündeki sıcaklık gradyenti kritik sıcaklık gradyentinden daha büyük ise, arayüzey sıcaklığı normal sıcaklığın üstünde olacak ve katılaştıran kısım tekrar erimeye başlayacaktır. Eğer düzlemsel arayüzeyin önündeki sıcaklık gradyenti yavaşça kritik sıcaklığın altına düşürülürse düzlemsel arayüzeydeki ilk çıkıntılar Şekil 2.4.b'deki gibi oluşacaktır. Çıkıntılardan sıvı içerisine itilen çözünen madde, çıkıntının ön ve yanlarında toplanarak bu bölgeleri çözünence zenginleştirir ve arayüzey sıcaklığını sıvı denge sıcaklığının altına düşürür. Bu nedenle, katı-sıvı arayüzeyi kararsız hale gelir ve arayüzey sıcaklığının en düşük olduğu yerlerde yeni çıkıntılar oluşur.

Bu çıkıntılar tarafından itilen çözünen maddeler çıkıntılar arasında toplanırlar ve çözünen maddelerce zenginleşen bu bölgeler sıvı halde iken Şekil 2.4.d'de görüldüğü gibi, çıkıntılar sıvının içine doğru hücreler halinde ilerler. Bu katılaştırma olayına hücresele katılaştırma denir. Hücrenin uçlarındaki sıcaklık, hücrenin gerisindeki sıcaklıktan daha yüksek olduğundan, hücrenin gerisi ön kısmına göre çözünen madde yönünden daha zengindir. Katılaştırma hızı yeterince yüksek değere ulaşıncaya Şekil 2.4.e'de görülen çam ağacına benzer bir yapı oluşur. Bu şekillenim dendritik yapı olarak bilinir.



Şekil 2.4. Düzlemsel katılaşmadan dendritik katılaşmaya geçiş [24]

Metalik alaşımlarda hücrel ve dendritik yapıları incelemek için en iyi yol, katılaştırmayı aniden soğutma (quench) ile durdurmaktır. Bu metot, ağırlıkça % 1'den daha fazla çözünen içeren alaşımlarda oldukça iyi sonuçlar vermektedir [25]. Şekil 2.5'te hücrel katılaşma yapısı ve mikroyapı parametrelerinin şematik gösterimi verilmiştir.

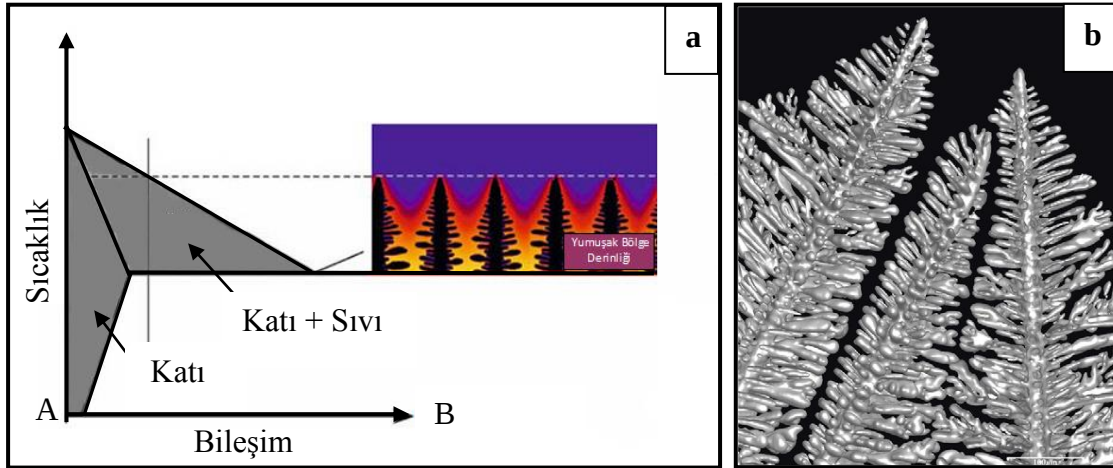


Şekil 2.5. Hücrel katılaşmanın yapısı ve mikroyapı parametrelerinin şematik gösterimi

2.1.3. Alaşımların dendritik katılaştırılması

Alaşımların katılaştırılmasında dendritik büyüme çok yaygın görülmektedir. Dendritik katılaştırma, hücresel katılaştırmanın bir sonraki aşamasıdır. Çözelti içindeki bileşim gradyentleri yapısal aşırı soğumaya ve arayüzeyin bozularak hücresel hale geçmesine neden olur. Bu durum çözünen miktarının yanlara doğru itilmesine sebep olduğu için çözünence zengin ara bölgeler oluşur ve yapısal aşırı soğumayı daha da artırır. Sonuçta birincil kollara dik ikincil kollar oluşur ve büyür. Bu çam ağacına benzer yapı “dendritik katılaşıma yapısı” olarak bilinir.

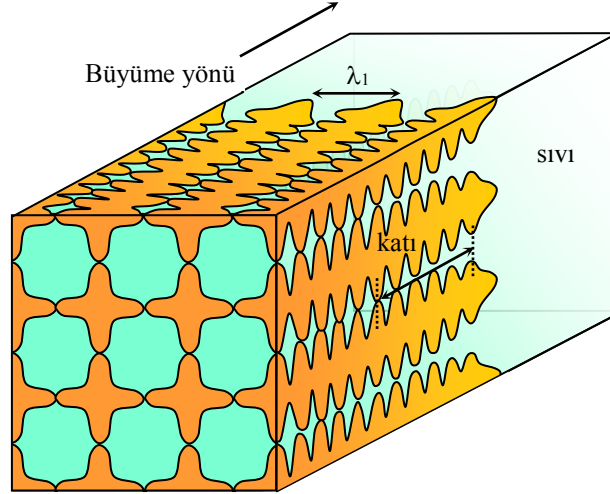
Katılaşıma yapısı bölgesel katılaştırma hızına ve sıcaklık gradyentine göre değişmektedir. Yani, eğer uygulanan katılaştırma hızı yeterince düşükse çözünen madde zamanla arayüzeyden sıvı içine itilir. Bunun sonucunda arayüzey düzlemselleşeceği için katılaştırma düzlemsel olur. Diğer taraftan yüksek katılaşıma hızlarında çözünen madde arayüzeyde birikir. Bu ise yapısal aşırı soğuma için potansiyel oluşturur ki bu durumda yapısal aşırı soğuma şiddetine bağlı olarak oluşan yapı, hücresel veya dendritik biçimde olur. Eğer uygulanan katılaştırma hızı yüksek ise ince dendritik yapı elde edilir, tane yapısı küçülür. Bu nedenle malzemenin sertliği ve mukavemeti artar. Dolayısıyla malzemelerin mekaniksel özellikleri ile dendrit kollar arası mesafe arasında sıkı bir bağ vardır [26].



Şekil 2.6. (a) Katı ve sıvı fazlar arasında malzemenin katılaşıma morfolojisi ve yumuşak bölge derinliği, (b) Al-Cu alaışımında oluşan dendritlerin fotoğrafı [27]

Doğrusal katılaştırmada dendritik yapı; birincil kollar arası mesafe λ_1 , ikincil kollar arası mesafe λ_2 , dendrit uç yarıçapı R ve yumuşak bölge derinliği d , alaışımın bileşimine, katılaştırma hızına ve sıcaklık gradyentine bağlı olarak değişmektedir. Bu özellik malzemeye

yeni kullanım alanları kazandırmaktadır. Bu sebeplerden dolayı son yıllarda dendritik katılaştırma konusu önem kazanmış ve bu konuda birçok çalışma yapılmıştır [28, 29]. Şekil 2.7’de dendritik katılaşmanın yapısı ve mikroyapı mesafeleri şematik olarak verilmiştir.



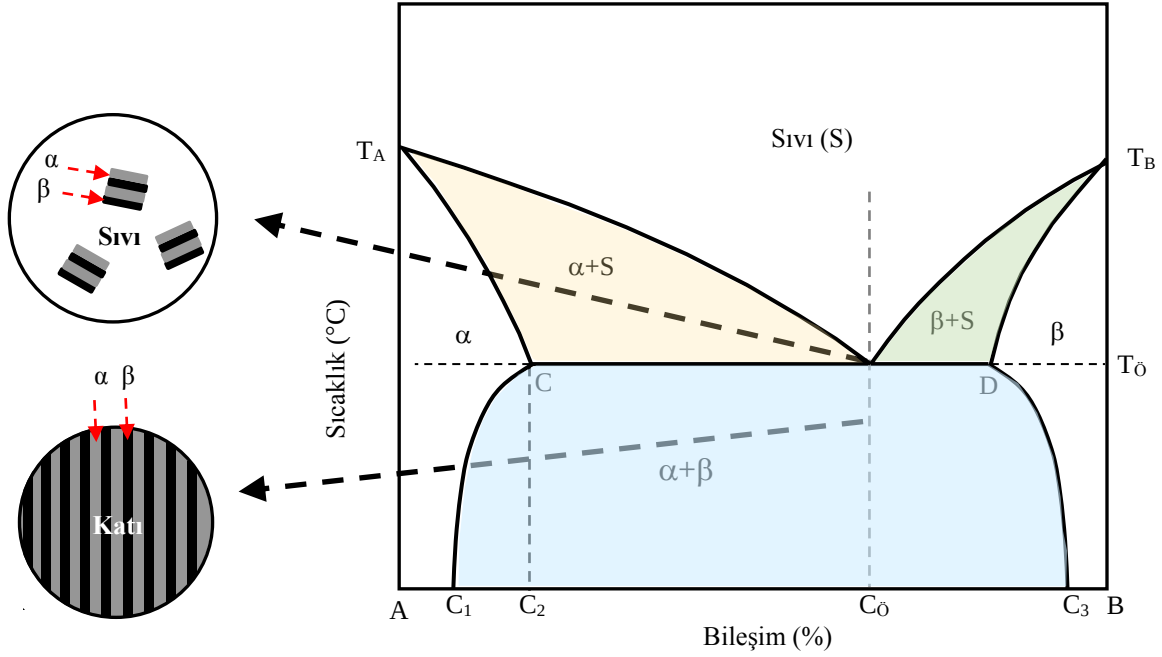
Şekil 2.7. Dendritik katılaşmanın yapısı ve mikroyapı parametrelerinin şematik gösterimi

2.1.4. Alaşımların ötektik katılaşdırılması

Ötektik kelimesi, Yunancada kolay eriyen anlamına gelmektedir. Ötektik bölge, bir alaşım sisteminde α ve β gibi katı fazlar ile sıvı fazın dengede olduğu üçlü bölgedir. Bu noktalardaki sıcaklığa ötektik sıcaklık, bileşime de ötektik bileşim denir. Ötektik alaşımı oluşturan iki bileşenli sistemlerde bileşenler birbirinin erime sıcaklıklarını düşürür ve ötektik reaksiyon sonucu sıvı faz aynı anda iki farklı katı faza dönüşür. Dolayısıyla ötektik reaksiyon,



şeklinde ifade edilir [22]. Bu tür reaksiyona sahip sistemlere ötektik sistemler denir. Bu reaksiyon esnasında iki katı faz yan yana gelerek ince tabakalar halinde şekillenir ve ötektik yapı oluşur [30]. Ötektik yapının oluşumu; katılaşma hızı, sıcaklık gradyenti ve alaşımın bileşimine göre değişim gösterir. Şekil 2.8’de iki bileşenli bir ötektik sisteme ait faz diyagramı ve katılaşma yapısı verilmektedir.

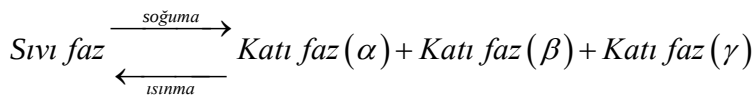


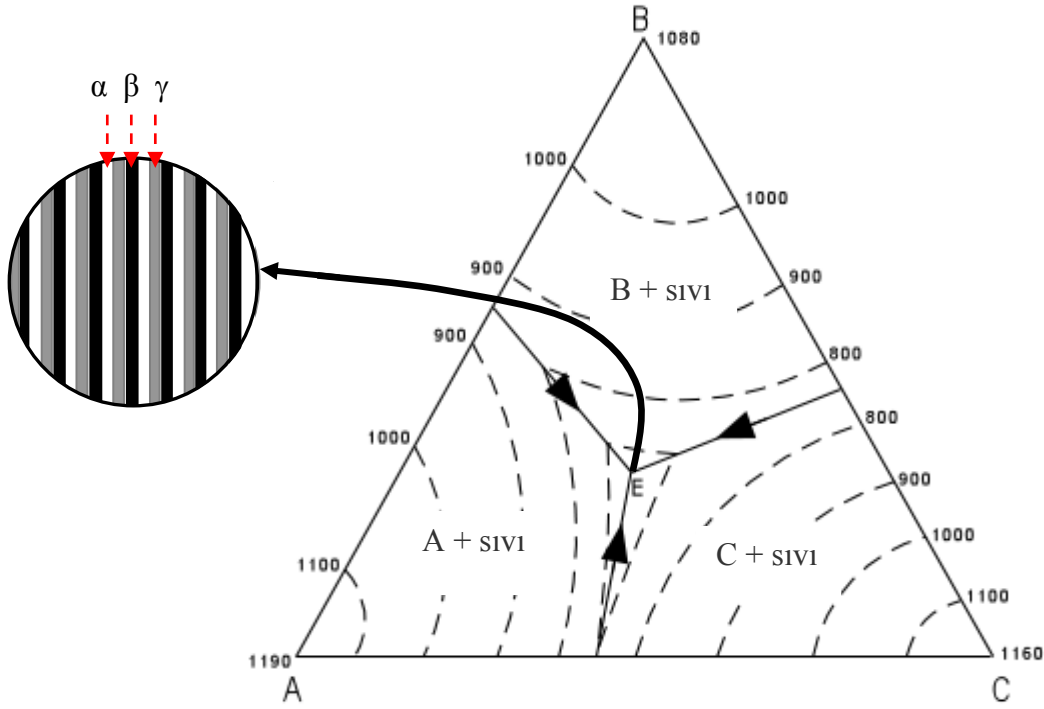
Şekil 2.8. İki bileşenli ötektik sisteme ait faz diyagramı ve mikroyapı oluşumu [30]

Şekil 2.8’de verilen faz diyagramındaki sembollerden C_0 ; ötektik bileşim, T_0 ; ötektik sıcaklık, T_A ve T_B ; A ve B bileşenlerin saf haldeki erime sıcaklıkları, C_1 ; oda sıcaklığında B metalinin α fazındaki çözünme sınırı, C_2 ; B metalinin α fazındaki en yüksek erime sınırı, C_3 ; A metalinin β fazındaki en yüksek erime sınırı anlamına gelmektedir.

Faz diyagramında gösterilen C_0 ötektik bileşimindeki alaşım sistemi, sıvı halden soğuyarak T_0 ötektik sıcaklığa geldiğinde, ötektik reaksiyon sonucu α ve β fazları oluşur. Bu dönüşüm sırasında α ve β kristalleri yan yana, sık ve ince tabakalar halinde büyür ve katılaştırma şartlarına bağlı olarak ötektik yapı oluşur [31].

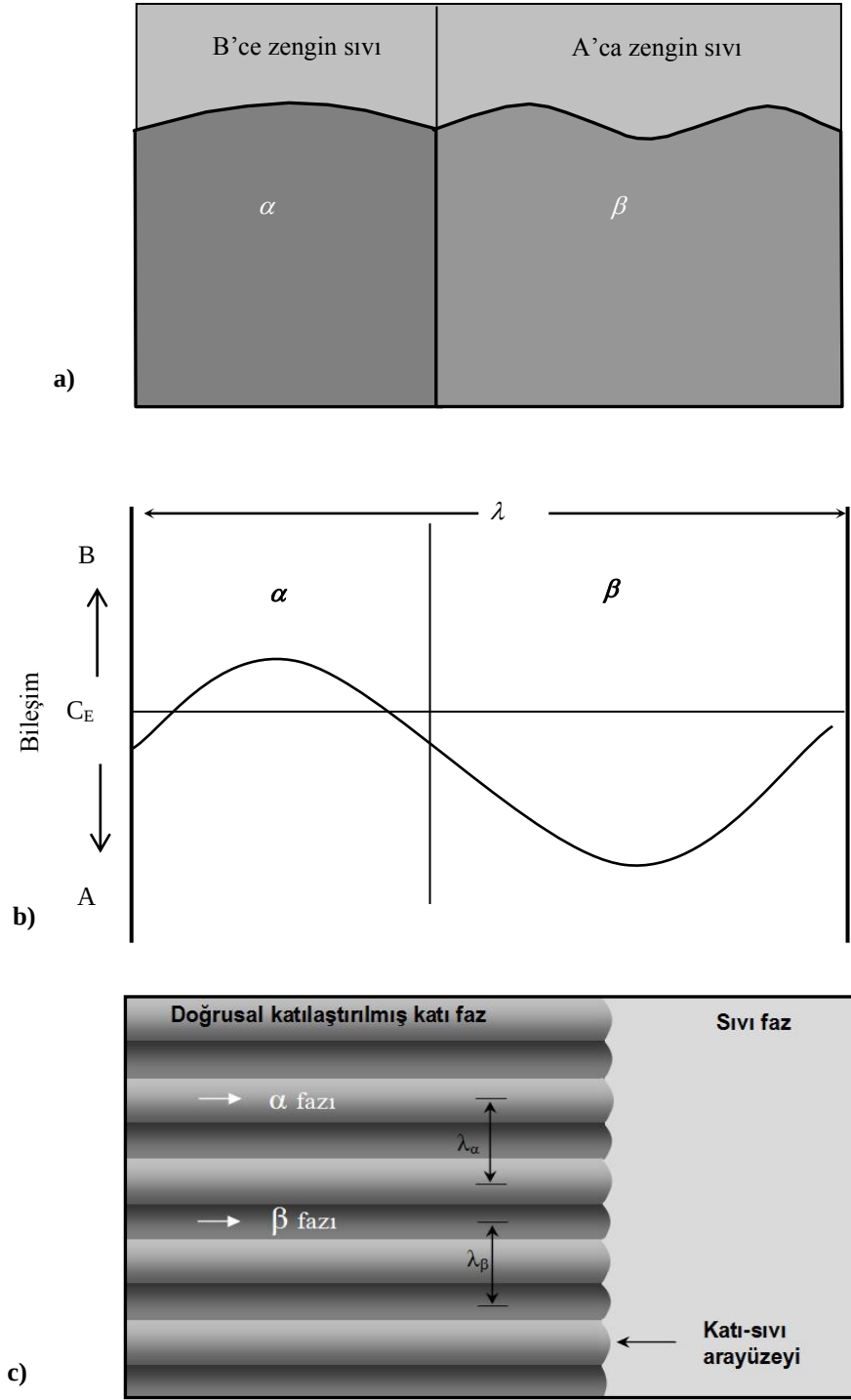
Benzer şekilde Şekil 2.9’da üç bileşenli bir ötektik sisteme ait faz diyagramı ve mikroyapı oluşumu verilmiştir. Üç bileşenli sistemlerde ise, ötektik reaksiyon sonucu sıvı faz aynı anda üç farklı katı faza (veya iki-üç intermetalik faza) dönüşür.





Şekil 2.9. Üç bileşenli ötektik sisteme ait faz diyagramı ve mikroyapı oluşumu

Şekil 2.10'da arayüzey çözünen konsantrasyonuna ve aşırı soğumaya bağlı olarak α ve β lamellerinin oluşumu görülmektedir. Şekil 2.10.a'da A bileşenince zengin olan α fazı katılaşırken, B atomları sıvı içerisinde hareket ederek B bileşenince zengin olan β fazını nasıl oluşturduğunun şematik gösterimi verilmiştir. Benzer şekilde β fazının önüne A atomları itilerek α fazı oluşur. Şekil 2.10.b'de ise B atomları α lamelleri önünde hafifçe artarken β lamellerinin önünde azalır. Katı-sıvı arayüzeyindeki A ve B atomlarının kısa mesafe difüzyonu ile α ve β katı fazlarının oluşturduğu lamelsel yapılar ise Şekil 2.10.c'de verilmektedir. Bu lamelsel ötektiklerin genişliği büyüme hızı ve difüzyon hızına yani α fazı önündeki B atomlarının β fazına geçiş hızı ve β fazı önündeki A atomlarının α fazına geçiş hızına bağlıdır. Buna göre, katılaşma ne kadar hızlı gerçekleştirilirse, ötektik tane yapısı o oranda küçük olur [31].



Şekil 2.10. Lamelsel ötektik büyümenin şematik gösterimi [32]

- (a) Lamelsel büyümede katı-sıvı arayüzey şekli (b) Katı-sıvı arayüzeyinde A ve B atomlarının bileşimi
(c) Lamelsel ötektik mesafeler

α - β arayüzeyine ait yüzey geriliminin ($\gamma_{\alpha\beta}$) belirlenmesi ile de λ bulunabilir. Örneğin, bir mol sıvının katılaştırılmasıyla oluşan serbest enerji değişimi,

$$\Delta G(\lambda) = -\Delta G(\infty) + \frac{2\gamma_{\alpha\beta}V_m}{\lambda} \quad (2.1)$$

eşitliği ile verilir [31]. Burada $\Delta G(\lambda)$, ötektik mesafeye bağlı serbest enerji değişimi, $\Delta G(\infty)$, λ 'nın çok büyük değerleri için azalan serbest enerji değişimi ve V_m ötektik malzemenin molar hacmidir. $\Delta G(\lambda) > 0$ ise katılaşma olmaz. $\Delta G(\infty)$, arayüzey enerjisini dengelemek için yeterince büyük olmalıdır. Yani ötektik katı-sıvı arayüzeyi, ötektik denge sıcaklığı altında aşırı soğutulmalıdır. Eğer toplam alt soğuma ΔT_o ile tanımlanırsa, $\Delta G(\infty)$ yaklaşık olarak,

$$\Delta G(\infty) = \frac{\Delta H \Delta T_o}{T_E} \quad (2.2)$$

şeklinde ifade edilir. Burada ΔH , entalpi değişimidir. Lamelsel mesafenin alabileceği en küçük değer (λ^*) için, $\Delta G(\lambda^*) = 0$ olduğu göz önüne alınırsa,

$$\Delta G(\infty) = \frac{2\gamma_{\alpha\beta}V_m}{\lambda^*} \quad (2.3)$$

$$\lambda^* = \frac{2\gamma_{\alpha\beta}V_m}{\Delta G(\infty)} = \frac{2\gamma_{\alpha\beta}V_m T_E}{\Delta H \Delta T_o} \quad (2.4)$$

eşitliği bulunur [31].

2.2. Ötektik Yapılar ve Ötektik Yapıların Sınıflandırılması

Ötektik alaşımların kontrollü katılaştırılması ile oluşan mikroyapıların sınıflandırılması konusunda değişik görüşler ileri sürülmüştür [32, 33]. Bu sınıflandırmalar çoğunlukla mikroyapıların morfolojik görünümüne bağlı olarak yapılmıştır.

Scheil (1959), ötektik mikroyapıları normal ve anormal olmak üzere iki ana grupta incelemiştir. Bu sınıflandırmada, ötektik yapıdaki fazların dağılımında birbirlerine göre düzenlilik derecesi dikkate alınmıştır. Normal mikroyapılar sürekli bir ana faz içerisine gömülmüş birbirine paralel lamelsel, çubuksal ve küresel kristallerden meydana gelmiştir. Anormal mikroyapılarda ise ötektik mikroyapıyı oluşturan fazların aynı hızda ve sıcaklıkta büyümediği ve fazların gelişigüzel yöneldiği yapılardan meydana gelmiştir.

Chadwick (1962) ise ötektik yapıyı sürekli, süreksiz ve spiral olmak üzere üçe ayırmıştır. Sürekli yapılar, lamelsel ve çubuksal yapılardan meydana gelirken, süreksiz yapı bir ana faz içerisinde gelişigüzel dağılmış taneciklerden meydana gelmiştir. Spiral katılaşma şeklini

gösteren ötektik yapılar ise aynı isimle anılmıştır. Bu sınıflandırma, optik mikroskopta incelenen numunelerin yüzeylerindeki yapıların şekilsel görünüşlerine göre yapılmıştır.

Hunt ve Jackson (1966) tarafından geliştirilen ve ötektik mikroyapıyı oluşturan fazların erime entropilerine dayanan sınıflandırma, ikili ötektik alaşımların katılaşmasıyla ortaya çıkan mikroyapıları üç gruba ayırmıştır. Bu yapıları sınıflandırmaya ait mikroyapı oluşumları Şekil 2.11’de şematik olarak gösterilmektedir. Bunlar,

a) Düzlemsiz-Düzlemsiz (Nonefaceted-Nonefaceted) Ötektikler: Her iki elementin erime entropisi düşüktür ve sadece düzenli lamelsel veya fiber şeklinde mikroyapılar oluşur. Metal-metal ötektik alaşımlarda gözlenir (Sn-Pb, Al-Zn).

b) Düzlemsiz-Düzlemlı (Nonefaceted-Faceted) Ötektikler: Elementlerden birisi düşük diğeri ise yüksek erime entropisine sahiptir. Bu tür alaşımlarda düzensiz veya kompleks düzenli mikroyapılar görülür. Metal-ametal ötektik alaşımlarda gözlenir (Al-Si, Fe-C).

c) Düzlemlı-Düzlemlı (Faceted-Faceted) Ötektikler: Bu tür ötektiklerde hiçbir düzenli yapı oluşmaz. Bu tür mikroyapı, sadece organik ötektiklerde (Azobenzen-Benzil), bazı yarı metallerde (Bi, Si, Ge) veya erime entropisi yüksek intermetalik bileşiklerde görülür.

Crocker vd. (1971, 1975), Hunt ve Jackson’un (1966) ortaya attıkları modeli geliştirerek ötektik yapıları daha anlamlı bir şekilde sınıflandırmışlardır. Buna göre ötektik fazların düzlemlı olup olmaması, ötektik sıcaklıktaki dönüşüm entropisine bağlıdır. Katı-sıvı dönüşüm entropisi $\Delta S_{\alpha} \geq 23 \text{ J.mol}^{-1}\text{K}^{-1}$ olduğu durumda, faz düzlemlıdır ve normal ötektikle anormal ötektik birbirinden ayrılır. Normal ve özellikle anormal ötektiklerde yapılar, düzlemlı fazın hacim oranı V_F , katılaşma hızı, sıcaklık gradyenti ve bileşime bağlı olarak değişir.

2.2.1. Normal ötektikler

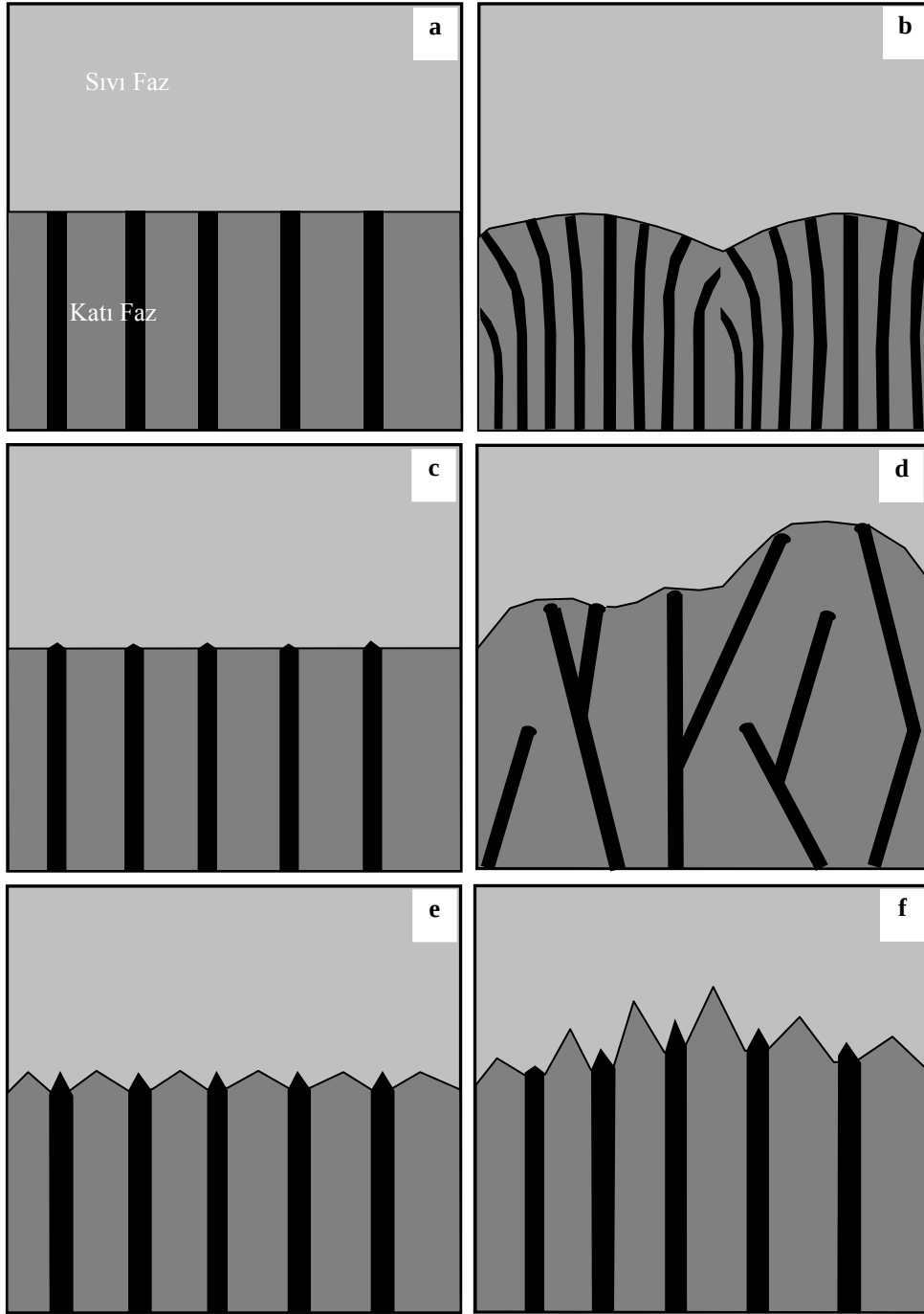
Normal ötektiklerde, her faz düşük bir dönüşüm entropisine sahip olup, çekirdeklenmeden sonra pürüzlü bir katı-sıvı arayüzeyi boyunca büyüme görülür. Çok az bir alt soğuma ile α ve β lamelleri veya ana faza çökelmiş çubuksal yapılar oluşur. Bu yapılar normal ötektiklerin en genel özelliğidir. Denge şartlarında, sıvıda bir bileşim gradyenti vardır. Bu bileşim gradyenti katı-sıvı arayüzeyinden yayılan A ve B atomlarınca oluşturulur. Bu yüzden lamelsel veya çubuksal kristaller arası mesafe (λ_E) korunur [34]. Normal ötektik mikroyapılar kendi içerisinde ikiye ayrılır [35, 36]. Bunlar;

a) Lamelsel: Uzun mesafeler boyunca uzanan düzenli fakat kristal hatalarıyla kesilen birbirine paralel lameller şeklindeki kristallerden oluşan mikroyapıdır.

b) Çubuksal: Uzun mesafeler boyunca uzanan ve katılma yönü doğrultusunda birbirine paralel olarak yönelmiş düzenli fiber şeklindeki kristallerden oluşan levhasal mikroyapıdır. Yapı düzenlidir fakat ana faz içerisinde dik kesiti çok köşeli ve çubuksaldır.

2.2.2. Anormal ötektikler

Anormal ötektik yapı, ticari bakımdan çok önemli olan Al-Si ve C-Fe-C alaşımlarında görülür. Fazlardan biri düzlemli karaktere sahip olduğundan, normal ötektiğe göre çok farklı ve karmaşık mikroyapısal özellik gösterir. Düzlemli fazlarda kinetik alt soğuma ΔT_k büyük olduğundan ötektik büyüme yavaş olur. Dolayısıyla sıcaklık dalgalanmaları dengelenemez. Kinetik engelin aşılmasındaki zorluklardan dolayı düzensiz ve farklı yapılar oluşur. Düzlemli fazın büyümesi için katı-sıvı arayüzeyinde büyüme tabakalarının oluşması gerekir. Bu tabakalar ve iki boyutlu çekirdeklenme, yüzeyde oluşan düzensizliklerden kaynaklanır. Bu düzensizliklerin oluşumu ise büyük ölçüde alt soğumaya bağlıdır. Düzlemli fazın farklı kristal büyüme özelliği, anizotropik karakteri, diğer faz ile eş-zamanlı büyümemesi, anormal ötektiklerin çok farklı yapılara sahip olmasına neden olur [34].



Şekil 2.11. Doğrusal katılaştırılmış ötektik alaşımlara ait farklı yapılar

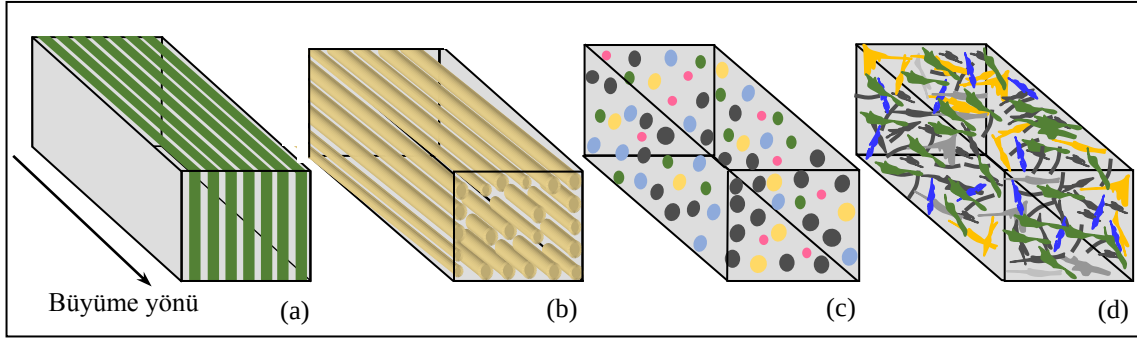
- a) Düzlemsiz/Düzlemsiz (Nf/Nf), düzlemsel arayüzey,
- b) Düzlemsiz/Düzlemsiz (Nf/Nf), eğrisel arayüzey,
- c) Düzlemsiz/Düzlemlı (Nf/F), düzlemsel arayüzey,
- d) Düzlemsiz/Düzlemlı (Nf/F), eğrisel arayüzey,
- e) Düzlemlı/Düzlemlı (F/F), düzlemsel arayüzey,
- f) Düzlemlı/Düzlemlı (F/F), eğrisel arayüzey.

Eğer düzlemlı-düzlemsiz ötektik bir sistemde, düzlemlı fazın hacim oranı V_F , düzlemsiz fazın hacim oranı V_{NF} 'den küçük ise kesikli lamelsel (broken lamellar) yapılar oluşur. Bu oluşumun

nedeni, düzlemli olmayan fazın, düzlemli olan fazın büyümesini nispeten veya tamamen engellemesinden kaynaklanır. Düzlemli fazın hacim oranı biraz daha artırılırsa düzlemli olmayan faz, düzlemli fazı büyüme esnasında sık sık kuşatır ve sıvı ile temasını kısmen keser. Bu engellemeyi aşmak için düzlemli faz dallanmalar ve farklı yönelimler gösterir. Eğer V_F artırılırsa, düzlemli faz atomları katı-sıvı arayüzeyinde birikim gösterir. Bu arayüzey birikimi, yapısal alt soğumaya sebep olur ve karmaşık düzenli yapı meydana gelir. V_F , ana faz oluşturacak kadar çoksa mikroyapı düzlemli olmayan fazın yarı düzenli dağılımından oluşur. Katılaştırma hızı ve sıvı sıcaklık gradyenti bu oluşumda önemli rol oynar. Yüksek G/V şartlarında katılaştırma, düzlemli fazın çevrenmesini önler ve izotermal katı-sıvı arayüzeyi oluşur. Eğer arayüzey büyüme hızı (V) artarsa (düşük G/V şartında) izotermal arayüzey bozulur, bu ise düzlemsel fazın diğer faz tarafından çevrenmesine ve düzensiz yapı oluşumuna yol açar [34]. Anormal ötektik mikroyapılar kendi içerisinde altıya ayrılır [35, 36]. Bunlar;

- a) Fleyk Yapı (Flake): Uzun mesafeler boyunca düzenli olmayan, dallanmış veya dallanmamış levhasallardan oluşan kuru yaprak veya ‘mısır gevreği’ şeklindeki kristallerden oluşan mikroyapılardır.
- b) Kesikli Lamelsel Yapı (Broken Lamellar): Kesikli levhaların oluşturduğu düzenli sayılabilecek mikroyapılardır.
- c) Lifli Yapı (Fibrous): Uzun mesafeler boyunca düzensiz olarak uzanan ve birbiri ile bağlantılı çok ince fiberlerden oluşan mikroyapılardır.
- d) Karmaşık Düzenli Yapı (Complex Regular): Çok küçük bir hacim içerisinde ve genellikle spiral biçimli birbirine paralel düzenli levhalardan oluşan mikroyapılardır.
- e) Çin Yazısı Yapı (Chinese Script): Birbirinden ayrı, küçük ve ince bir şekilde dallanmış mikrodüzlemli levhalardan oluşan mikroyapılardır.
- f) Yarı Düzenli Yapı (Quasi Regular): Erime entropisi yüksek bir ana faz içindeki düzlemsiz fazın levha veya fiber şeklindeki kristallerinden oluşmuş mikroyapılardır. Bu yapı, üçüncü bileşen ilavesi ile veya özel katılaştırma şartlarında elde edilebilir.

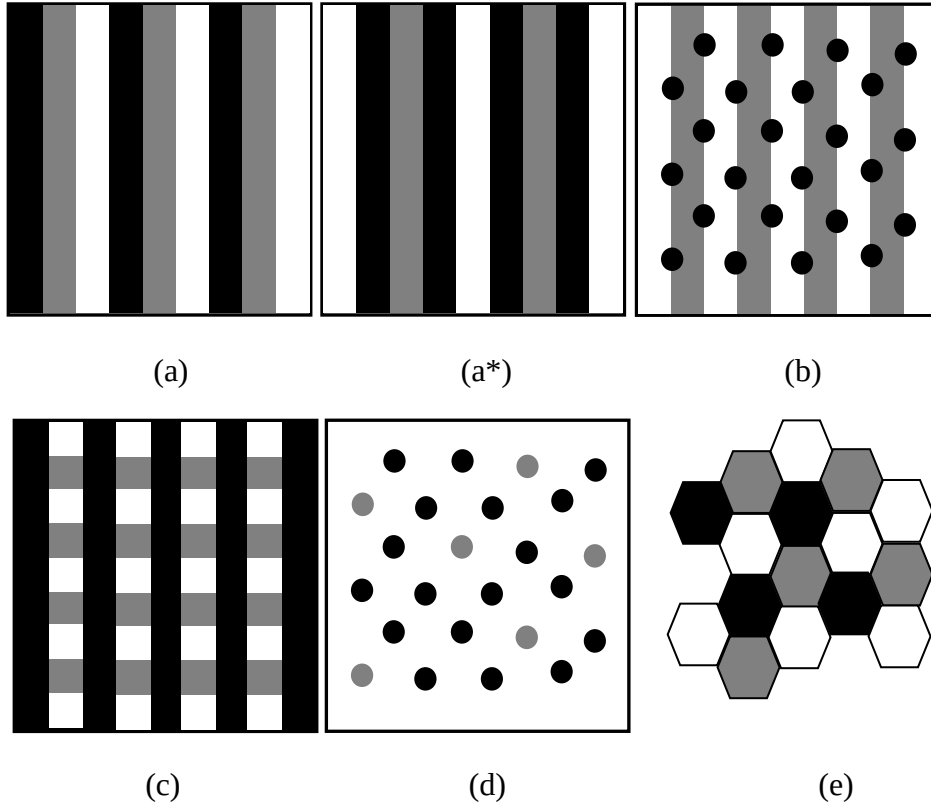
Her ne kadar yorum ve tanımlarda bazı farklılıklar olsa da araştırmacılar tarafından ortak olarak benimsenen ötektik yapılar şekil 2.12’de şematik olarak gösterildiği gibidir [37].



Şekil 2.12. Farklı ötektik yapıların şematik gösterimi
 (a) Lamelsel ötektik (Pb-Sn), (b) Çubuksal ötektik (Cu-Cr),
 (c) Küresel ötektik (Cu-CrO), (d) Karmaşık Düzenli ötektik (Al-Si).

2.2.3. Üçlü ötektikler

Üçlü ötektik alaşımların sınıflandırılması ikili ötektik alaşımlara göre oldukça zor ve karmaşıktır. Üçlü ötektik alaşımların bileşen sayısının ikili sistemlere göre daha fazla olması katılaştırma neticesinden sayıca fazla yapıların oluşmasına neden olmaktadır. Üçlü ötektik alaşımların sınıflandırılması üzerine son yıllarda Ruggerio ve Rutter (1977), bir yaklaşım geliştirmişlerdir. Bu yaklaşımda üçlü ötektikler için mümkün durumları kabaca lamelsel ve lifli fazların farklı oluşumları şeklinde tanımlamışlardır. Ruggerio ve Rutter tarafından üçlü alaşımlar için oluşturulan sınıflandırma türleri Şekil 2.13'te verilmektedir. Bu ötektik şekillenim türleri üçlü alaşımı meydana getiren tüm bileşenlerin arayüzey enerjilerinin eşit olduğu kabul edilerek oluşturulmuştur. Ayrıca araştırmacılar ikili sistemlere benzer olarak, üçlü ötektik alaşımlarda da ötektik yapıyı oluşturan her bir fazın arayüzey enerjisinin eşit ve hacimsel kesirlerinin küçük olması durumunda çubuksal ötektik yapı oluşacağını ifade etmişlerdir.



Şekil 2.13. Doğrusal katılaştırılmış üçlü ötektiklerin sınıflandırılması [38]
 (a-a*) Üçlü lamelsel büyüme, (b) Bir lifli, iki lamelsel büyüme,
 (c) İki lifli, bir lamelsel büyüme, (d) Bir ana faz, iki lifli büyüme,
 (e) Üçlü lifli büyüme

2.3. Sertlik

Malzemelerin sertliğinin ölçülmesi endüstride büyük bir öneme sahiptir. Sertlik, dayanım ve aşınma direncine bağlı olan bir özelliktir. Bir malzemenin yüzeyine batırılan bir cisme, malzemenin gösterdiği dirence o malzemenin sertliği veya mikrosertliği denir.

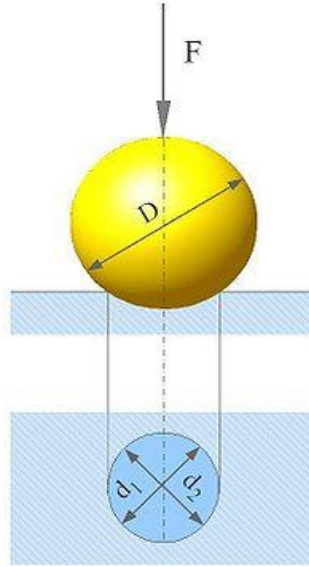
Bir malzeme ne kadar sert ise dayanımı o kadar yüksek ve aşınma direnci de o kadar fazladır. Makine elemanlarında kullanılan malzemelerin ömrü, sertlikleriyle yakından ilişkilidir. Ayrıca, sert malzemelerin içyapıları düzensiz ve stresli olduğundan, elektriksel iletkenlikleri de oldukça düşüktür. Bu nedenle malzemelerin sertlikleri ile elektriksel iletkenlikleri arasında yakın bir ilişki vardır. Günümüzde yaygın olarak kullanılan dört çeşit sertlik ölçme yöntemi vardır. Bunlar,

- a) Brinell sertlik ölçme yöntemi,
- b) Rockwell sertlik ölçme yöntemi,
- c) Knoop sertlik ölçme yöntemi,

d) Vickers sertlik ölçme yöntemidir.

2.3.1. 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 nedeniyle numune üzerinde küresel bir iz bırakır. Şekil 2.14'te Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.14. Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi

Numune üzerindeki izin alanı hesaplanarak, Brinell sertlik (H_B) değeri;

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

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

bağıntısı ile bulunur [39]. Burada F ; numuneye uygulanan yük, D ; baskı küresinin çapı, d ; numune üzerinde oluşan izin çapıdır.

2.3.2. Rockwell sertlik ölçme 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

yuvarlaklaştırılmış elmas koni kullanılırken, yumuşak malzemeler içinde 1/16" (~1.59 mm) çapında sertleştirilmiş çelik bilye kullanılmaktadır. Yüzeysel cihazlar çok ince ve yumuşak malzemeler için kullanılmakla beraber, sertlik ölçümünde 15, 30, 45 g'lık kütleler kullanılır. 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.

Sertlik ölçme cihazının hassasiyeti kontrol edildikten sonra sertliğini ölçmek istediğimiz malzemeye uygun ağırlık ve uç seçilir. Uç, malzemeye önce 10 kg'lık bir kütle ile yük uygular. Ön yükleme aracılığıyla malzemeye temas sağlanır. Böylelikle sertlik ölçümünde ön yükleme ile bir başlangıç noktası tespit edilmiş olur. 10 kg'lık yüklemeden sonra cihazın ibresi sıfıra ayarlanarak kalan ağırlıklar yüklenir. Bu durumda ucun, numuneye batması beklenir. Bir süre sonra son yüklenen ağırlık kaldırılarak sertlik değeri göstergeden okunur. Sertlik ölçümünde uç, numuneye ne kadar derin batarsa numune o kadar yumuşak demektir [40, 39].

2.3.3. 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 ölçülecek numune üzerinde sadece küçük bir iz bırakılmasıdır. Piramit şeklindeki elmas bir uç, belirli bir kuvvet ve süre kadar uygulanır. Sonuçta numune üzerinde ancak mikroskopla okunabilecek bir iz oluşur. Knoop sertliği H_K veya KHN ile gösterilir ve aşağıdaki formülle ifade edilir;

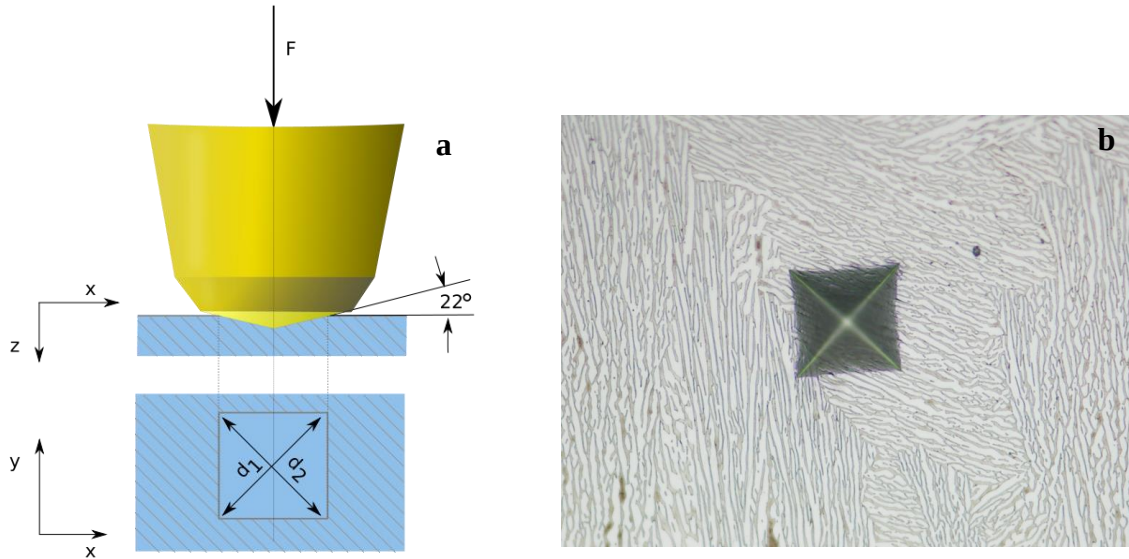
$$H_K = \frac{\text{Uygulanan Yük}}{\text{İz Alanı}} = \frac{P}{C_p L^2} \text{ (kgf / mm}^2\text{)} \quad (2.7)$$

Burada L ; numune üzerindeki izin eksensel uzunluğu, C_p ; düzeltme faktörü (izin şekline bağlıdır ve genellikle 0.070279 değeri kullanılır) ve P ; uygulanan yük miktarıdır.

H_K genellikle 100'den 1000'e kadar değişen sertlik değerlerini alır. Bu metotla çok küçük boyutlu malzemelerin bile mikrosertlik değerleri ölçülebilmektedir. Ancak numune üzerinde oluşturulan izin boyutunun ölçülmesi sırasında mikroskopun kullanımındaki zorluklar, numuneyi hazırlama ve iz uygulama işlemlerinin zaman alması bu yöntemin dezavantajlarıdır [41].

2.3.4. 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 bile 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 2.15’de Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi ve batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı verilmiştir.



Şekil 2.15. (a) Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi, (b) Batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı

Vickers sertliği (HV), Brinell sertliğine benzer şekilde, uygulanan kuvvetin iz alanına bölünmesi ile belirlenir.

$$HV = \frac{2F \sin(\theta / 2)}{g \cdot d^2} (kgf / mm^2) \quad (2.8)$$

Burada, F ; uygulanan yük, g ; yer çekim 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 değerleri, mikrosertlik olarak da bilinir [30, 40, 39].

2.3.5. Mikroyapı parametresi, katılaştırma hızı ve sertlik değerleri arasındaki ilişki

Hall (1951) ve Petch (1953) tarafından yapılan tane büyüklüğü ile mikrosertlik ve çekme-dayanım değerleri arasında ilişki kuran birbirinden bağımsız fakat aynı sonuca ulaşılmış çalışmalar mevcuttur. Bu çalışmalarda;

$$HV = H_o + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (2.9)$$

$$\sigma_U = \sigma_o + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (2.10)$$

şeklinde bağıntılar elde edilmiştir. Burada d (mm); taneler arası mesafe, k ; bileşime bağlı sabit, H_o (kg/mm²); malzemenin ilk sertlik değeri ve HV (kg/mm²); işlem gördükten sonra malzemenin sertlik değeri, σ_o (N/mm²); malzemenin ilk çekme-dayanım değeri ve σ_U (N/mm²); işlem gördükten sonra malzemenin çekme-dayanım değeridir.

Bazı araştırmacılar [42, 43, 44, 45, 46] ötektik sistemler üzerinde çalışmalar yapmışlardır. Bu araştırmacılar Hall (1951) ve Petch (1953) tarafından elde edilen bu bağıntılardan faydalanarak, d taneler arası mesafe yerine mikroyapı parametresi olan ötektik mesafeleri (λ_E) kullanarak malzemenin sertlik değerini (HV) incelemişlerdir. Ayrıca Hall (1951) ve Petch (1953) tarafından elde edilen bu bağıntılar yardımıyla katılaştırma hızının etkisini gözlemleyebilmek için Jackson-Hunt (1965) modeli olarak bilinen $\lambda_E^2 V = Sabit$ bağıntısından katılaştırma hızını çekip ötektik mesafe (λ_E) değeri yerine koyarak;

$$HV = H_o + k V^{0.25} \quad (2.11)$$

$$HV = H_o + k \lambda_E^{-0.50} \quad (2.12)$$

bağıntılarını elde etmişlerdir. Burada λ (mm); lameller arası mesafe, V (mm/s); katılma hızı, k ; bileşime bağlı sabit, H_o (kg/mm²); malzemenin ilk sertlik değeri ve HV (kg/mm²); kontrollü olarak katılaştırılan malzemenin sertlik değeridir. Böylece ötektik sistemler üzerine yapılan çalışmalarda mikrosertlik değerlerinin hem ötektik mesafelere bağlı olarak hem de katılaştırma hızına bağlı olarak nasıl değiştiğini inceleyebilmişlerdir.

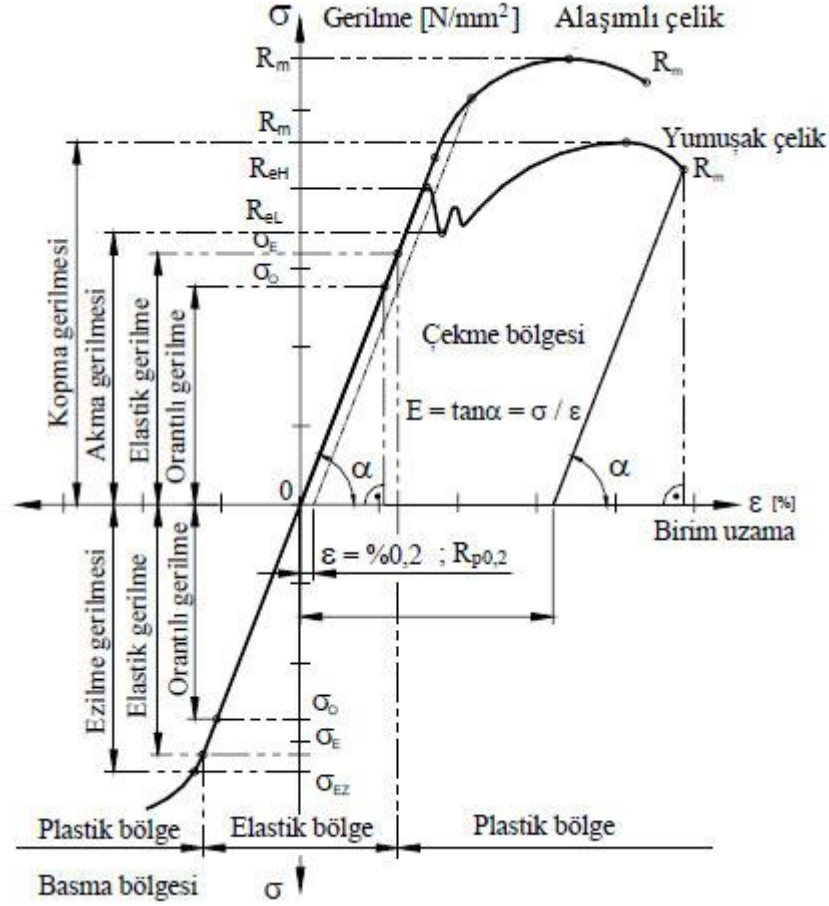
2.4. Çekme-Dayanım

Dinamometre veya çekme-dayanım test cihazı olarak isimlendirilen alet vasıtasıyla malzemelerin mukavemet özellikleri elde edilir. Çekme-dayanım, malzemeye iki ucundan çekme kuvveti uygulanması sonucu kopmadan önceki malzemenin ulaştığı maksimum gerilmeye denir. Bu gerilme malzemenin iç kuvvetlerinin büyüklüğü ile dış kuvvetlerin denge halinde olduğu durumda elde edilir.



Şekil 2.16. Çekme-dayanım test cihazı

Malzeme artan dış zorlanmalar altında şekil değiştirir, sonra dayanımını yitirerek kopar. Şekil 2.16'da görüldüğü gibi malzemenin dinamometreyle çekilmesinden sonra elde edilen grafik vasıtasıyla çekme-dayanım değeri belirlenir. Gerilme kuvvetiyle doğru orantılı olduğundan diyagramda genel tanımlamaların yapılabilmesi için kuvvet yerine gerilme ifadesi kullanılır. Malzemede oluşan bütün değişikliklerin kendine özgü deyimleri vardır ve bunların bazıları şu şekilde sıralanır:



Şekil 2.17. Çekme-uzama diyagramı

Kopma mukavemeti: Devamlı ve lineer fazlalaşan gerilme sonucu malzemenin koptuğu gerilme büyüklüğüne “kopma mukavemeti” adı verilir ve R_m ile gösterilir.

Akma mukavemeti: Kuvvetin sabit kalmasına rağmen kalıcı deformasyonun başladığı gerilmenin değerine “akma mukavemeti” adı verilir ve σ_{AK} veya τ_{AK} ile gösterilir.

% 0,2 Uzama mukavemeti: Kuvvetin sabit kalmasına rağmen kalıcı deformasyonun %0,2 olduğu gerilmenin değerine “%0,2 uzama mukavemeti” adı verilir ve $R_{p0,2}$ ile gösterilir.

Orantılı mukavemet: Devamlı ve lineer olarak fazlalaşan gerilme ile uzamanın birbirine oranının sabit kaldığı gerilme büyüklüğüne “orantılı mukavemet” adı verilir ve σ_0 veya τ_0 ile gösterilir.

Elastiklik modülü: Elastiklik modülü, orantılı mukavemette, gerilmenin uzamaya oranıdır.

Çekme-dayanımı σ_U ,

$$\sigma_U = \frac{F}{A} \quad (2.13)$$

eşitliği ile hesaplanır ve birimi N/mm² veya MPa'dır. Burada, F çekme kuvveti, A ise malzemenin deformasyona uğramadan önceki kesit alanıdır. Deformasyon (uzama) miktarı ε ,

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L - L_0}{L} \quad (2.14)$$

eşitliği ile hesaplanır. Burada, ΔL anlık alınan deformasyon miktarı, L_0 ise başlangıç uzunluğudur. Bir malzemenin çekme-dayanımı ne kadar yüksek ise o malzeme çekilirken o kadar az süner veya şekil değiştirir. Çekme-dayanım deneyi genellikle yuvarlak veya dikdörtgen kesitli çubuklar üzerinde yapılır.

2.4.1. Mikroyapı parametresi, katılaştırma hızı ve çekme-dayanım değerleri arasındaki ilişki

Bazı araştırmacılar (Golart vd., 2010; Cante vd., 2010; Garcia vd., 2010) sertlik üzerine yapılan araştırmaların bir benzeri şeklinde ötektik sistemler üzerinde çalışmalar yapmışlardır. Bu araştırmacılar, Hall (1951) ve Petch (1953) tarafından elde edilen bağıntıdan (denklem 2.11) faydalanarak d taneler arası mesafe yerine mikroyapı parametresi olan ötektik mesafeleri (λ_E) kullanarak malzemenin çekme-dayanım değerini (σ_U) incelemişlerdir. Ayrıca Hall (1951) ve Petch (1953) tarafından elde edilen bu bağıntılar yardımıyla katılaştırma hızının etkisini gözlemleyebilmek için Jackson ve Hunt (1966) modeli olarak bilinen $\lambda_E^2 V = \text{Sabit}$ bağıntısından katılaştırma hızını çekip ötektik mesafe (λ_E) değeri yerine koyarak;

$$\sigma_U = \sigma_o + k V^{0.25} \quad (2.15)$$

$$\sigma_U = \sigma_o + k \lambda_E^{-0.50} \quad (2.16)$$

bağıntılarını elde etmişlerdir. Burada λ_E (mm); lameller arası mesafe, V (mm/s); katılaşma hızı, k ; bileşime bağlı sabit, σ_o (N/mm²); malzemenin ilk çekme-dayanım değeri ve σ_U (N/mm²); kontrollü olarak katılaştırılan malzemenin çekme-dayanım değeridir.

2.5. Elektriksel Özellikler

Elektriksel yüklerin herhangi bir etki ile bir yönde veya her iki yöndeki hareketi elektriksel iletkenlik olarak tanımlanır. Elektriksel iletkenlik hareketli taneciklere göre sınıflandırılır. Bu sınıflandırmada hareketli tanecikler elektronlar ise elektronik iletkenlik, iyonlar ise iyonik

iletkenlik, her iki tanecik türünün de hareketli olduğu iletkenlik türü karma iletkenlik olarak tanımlanmıştır.

2.5.1. Elektriksel özdirenç ve ölçüm yöntemleri

İletkenlik genel olarak üçe ayrılır ve Tablo 2.1’de verilen şekilde gruplandırılır. Bir malzemenin elektrik iletimi iyonik ya da elektronik mekanizmalardan biri ile olur [47]. İyonik ve elektronik iletkenliğe sahip malzemelerin iletkenlik aralıkları Tablo 2.2’de verilmiştir. Yarıiletkenlik, süperiletkenlik ve metalik iletkenliği içine alan elektronik iletkenliğin dışında diğer bir iletkenlik türü iyonların hareketine bağlı olan iyonik iletkenliktir. İyonik iletkenlik özellikle O^{2-} , N^{3-} , Cl^- , B^{2-} gibi anyonlar veya H^+ , Na^+ , Li^+ gibi katyonların hareketleri ile görülür [47].

Tablo 2.1. Elektriksel iletkenliğin sınıflandırılması

Elektriksel İletkenlik		
Elektronik İletkenlik	İyonik İletkenlik	Karma İletkenlik
Metalik İletkenlik (<i>Au, Cu gibi</i>)	Katı Elektrolitler (<i>Zirkonyum tabanlı katı elektrolit gibi</i>)	(<i>δ-Bi₂O₃ Fazı</i>)
Yarıiletkenlik (<i>Si, Ge, Polimer gibi</i>)	Süper İyonik İletkenlik (<i>SrF₂</i>)	
Süper İletkenlik (<i>Hg, Al, MgB₂ gibi</i>)	Hızlı İyon İletkenliği (<i>Tl₃Cu₂Cl₅</i>)	

İyonların kristal örgüde hareket etmeleri ile gerçekleşen iletkenliğe iyonik iletkenlik, bu tür iletkenliğe sahip katılarda ise katı elektrolit denir. Yalnızca yüksek sıcaklıkta atomların termal enerjilerinin yüksek olduğu ve örgü kusurunun çok yüksek sayılara ulaştığı yerlerde bu tür iletkenlik fark edilebilir. NaCl, MgO gibi çoğu kristal malzemeler düşük iyonik iletkenliğe sahiptir. Çünkü atomlar termal titreşimlerine rağmen örgü noktalarından ayrılamazlar. Bunun tersi olarak, çoğu katı elektrolit malzemeler yüksek iyonik iletkenliğinden dolayı hızlı iyonik elektrolit ya da süper iyonik elektrolit olarak sınıflandırılırlar.

Sıfır sıcaklıkta sistemin serbest enerjisi potansiyel enerji tarafından baskılanır. Sıcaklık artırdıkça sistemin düzensizliğinin derecesi olan entropinin artmasından dolayı sistemin serbest enerji dağılımı oldukça belirginleşir. Tablo 2.3’te alaşımlarda sıkça kullanılan bazı metalik malzemelerin oda sıcaklığında elektriksel iletkenlik değerleri azalan sıralanışa göre verilmiştir.

Sistem artan serbest enerjiyi en aza indirmek ve kararlılığını artırmak için en düşük düzeyde örgü boşluklarına sahip olmalıdır. Bu durum hareketli taneciklerin sürekli örgü kusurlarından hareketi ile gerçekleştirilir [48]. Taneciklerin bu hareketi bir elektrik alan ile yönlendirilerek iletkenlik meydana getirilir. Katı haldeki malzemenin iletkenliği, yük taşıyıcıların konsantrasyonu, kristalin sıcaklığı, iyonun örgü içinde hareket edebilirliği, kristal içindeki kusurun miktarı gibi özelliklerden etkilenir. Örgüde boşluk kusurları normalde iki yöntemle meydana getirilir. Bunlardan biri kristalin ısıtılması ile oluşan örgü kusuru, diğeri ise safsızlık katkılanmasıyla elde edilen örgü kusurudur. Sıcaklık ve safsızlık iyonik iletkenliği büyük oranda etkiler. Safsızlık katkılanmış bileşiklerde yüksek sıcaklıkta bu iki etki de iletkenlikte rol oynar. Düşük sıcaklıklarda, elektriksel iletkenlik oldukça azdır. Bu durumda safsızlık etkisi ile meydana gelen kusurlar daha baskındır. Ancak yüksek sıcaklıklara çıktıkça sıcaklık etkisiyle oluşan kusurlar artacağından, katı karışık tip örgü kusuru içermeye başlar. Bu durumda gözlenen iletkenlik türü karışık tip iletkenliktir. Elektriksel iletkenliğin artmasının ana nedeni kristal örgüde oluşan örgü kusurlarıdır.

Elektriksel iletkenlik ve öz direnç diğer bir deyişle dirençlilik bir malzemenin karakteristik özelliğidir. Bir numunenin elektriksel iletkenliğinin belirlenebilmesi için ölçülen voltaj ve akım şiddeti, hesaplanan öz direnç değeri ile numunenin geometrik yapısı arasındaki ilişki kullanılır. Bu nedenle öz direncin hesaplanmasında kullanılan Ohm Kanunu;

$$\frac{V}{I} = R \quad (2.17)$$

eşitliğine, geometrik yapıya bağlı olan bir düzeltme katsayısı (resistivity correction factor) değeri ilave edilerek öz direnç hesaplanır. Bu düzeltme katsayısı numunenin kalınlığına ve geometrik yapısına, yüzey büyüklüğüne, numune kenar sınırlarının yapısına, kontakların numune üzerinde bulunduğu konuma ve kontakların düzenine bağlı olarak değişir [49].

Tablo 2.2. Malzemelerin elektriksel iletkenlik değeri aralıkları

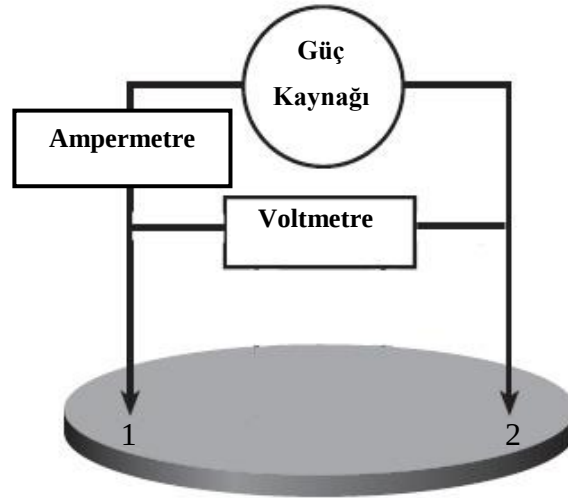
Malzeme		İletkenlik ($\Omega \text{ cm}$) ⁻¹
İyonik İletkenlikler	İyonik Kristaller	$<10^{-16} - 10^{-2}$
	Katı Elektrolitler	$10^{-1} - 10^3$
	Sıvı Elektrolitler	$10^{-1} - 10^3$
Elektronik İletkenlikler	Metaller	$10^3 - 10^7$
	Yarıiletkenler	$10^{-3} - 10^4$
Yalıtkanlar		$<10^{-10}$

Malzemelerin öz dirençlerinin belirlenebilmesi için numune içinde elektrik alan oluşturacak bir akım kaynağına, bu elektrik alan nedeniyle 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 öz direnci, maddenin üzerinden geçen I akımı ve bunun meydana getirdiği V geriliminin oranı ile bulunur.

Tablo 2.3. Alaşımlarda kullanılan bazı malzemelerin oda sıcaklığındaki elektriksel iletkenlik değerleri

Malzeme	Sembolü	Elektriksel İletkenlik ($\times 10^7 (\Omega \text{ m})^{-1}$)
Gümüş	Ag	6.3
Bakır	Cu	5.96
Altın	Au	4.52
Alüminyum	Al	3.77
Magnezyum	Mg	2.26
Tungsten	W	1.89
Molibdenyum	Mo	1.87
Kobalt	Co	1.72
Çinko	Zn	1.66
Nikel	Ni	1.43
İndiyum	In	1.16
Lityum	Li	1.08
Demir	Fe	0.993

Platin	Pt	0.966
Kalay	Sn	0.917
Krom	Cr	0.774
Kurşun	Pb	0.481
Uranyum	U	0.38
Antimon	Sb	0.288
Titanyum	Ti	0.234
Neodyum	Nd	0.157
Cıva	Hg	0.104
Bizmut	Bi	0.0867
Plutonyum	Pu	0.0666
Karbon	C	0.0061
Germanyum	Ge	1.45×10^{-7}
Silikon	Si	2.52×10^{-11}
Selenyum	Se	1.0×10^{-11}
Bor	B	1.0×10^{-11}



Şekil 2.18. İki nokta (d.c.) elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği

İki iletken kontak tel ile yapılan elektriksel iletkenlik ölçüm yöntemine iki nokta (d.c.) elektriksel iletkenlik ölçümü denir (Şekil 2.18). Burada direncin belirlenebilmesi için V ve I değerinin doğrudan ölçülmesi yeterlidir. Bu yöntemle yapılan direnç belirleme ölçümünde elde edilen R değeri ileride de belirteceğimiz şartlara bağlı olarak kontaktların direncini de içerir. Bu durumda elde edeceğimiz R direnci ve buna bağlı elde edilen ρ elektriksel öz direnç değeri sadece numuneye ait olmayacaktır.

Direncin elde edilmesi numunenin öz direncinin belirlenmesini sağlar. Homojen bir numunenin elektriksel öz direnci belirlenmek istendiğinde malzemenin geometrik özelliklerinin de bilinmesi gereklidir. Elektriksel öz direnç ifadesi aşağıdaki şekilde verilebilir [50].

$$\rho = \frac{V}{I} G \quad (2.18)$$

Burada G ; numunenin yüzey geometrik sınırlarını ve kalınlığını, elektriksel kontakların numune üzerindeki konumlarını, kontakların diziliş düzenlerini içeren bir katsayıdır ve “Geometrik Düzeltme Katsayısı” (Resistivity Correction Factor, RCF) olarak tanımlanır.

İki nokta (d.c.) elektriksel ölçüm yöntemi ile elde edilen $R_{toplaml}$ direnç değeri numunenin direncinin dışında başka ek dirençleri de içerir. Bu ek dirençler iletken telin (R_{tel}), numuneye akımı aktaran iğne uçların (prob, pin) (R_{prob}), gerekirse problemleri numuneye tutturan iletken lehimin (R_{pasta}), kontak ucu ve numune temas ara yüzeyinin dirençlerinin (R_{kontak}) toplamıdır. Bu nedenle numunenin hesaplanan ρ öz direnci olması gerekenden daha yüksektir.

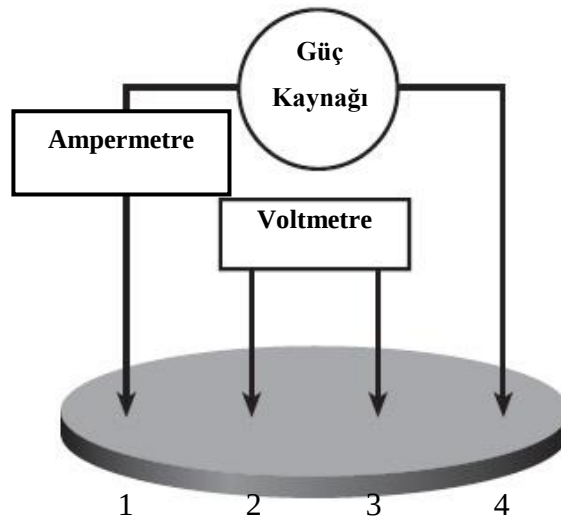
Numuneye kontak olarak kullanılan iletken teller genel olarak iki parçalıdır ve bu da iki farklı dirençli kontak kullanmak demektir. Bu kontakların bir kısmı, ölçüm cihazlarına bağlı olan iletken tel kablolar ve diğer kısmı da bu kabloların numuneye temas eden uç kısımları olan problemlerdir. Problemler genelde ihtiyaca uygun farklı metallerden yapılır. Bunun nedeni numunenin cinsine göre numuneye sert ve sağlam temasın sağlanmasıdır.

Bu gibi durumlardan dolayı sadece numunenin direncini belirleyen bir direnç ölçme tekniği daha uygun olacaktır. Bu durum özellikle kontak direnci numune direncine oranla yüksek olan iyi iletkenlerin ve yarıiletkenlerin öz direncinin belirlenmesinde ortaya çıkar.

Elektriksel iletkenliğin ölçümünde kullanılan diğer bir yöntem olan dört nokta (d.c.) elektriksel iletkenlik ölçme tekniğinde, kullanılan kontakların dirençleri ölçümde hesaba girmez ve hesaplanan değer sadece numunenin öz direncidir. Bu amaçla kurulan düzenekte kontaklardan ikisi numune üzerinden akan akımı ölçmek için, diğer ikisi ise herhangi iki nokta arasındaki potansiyel farkı ölçmek için kullanılır. Şekil 2.19’da görüldüğü gibi 1.ve 4. problemlerden akım, 2. ve 3. problemlerden ise potansiyel fark ayrı ayrı ölçüldüğü için iki nokta iletkenlik ölçüm tekniğindeki gibi kontak dirençleri, ölçüme doğrudan dâhil olmaz. Yine bu sistemde de kontak direnci söz konusudur ama ölçümün sonucunu çok az etkileyeceğinden ihmal edilebilir.

Kontakların aynı doğrultuda dizilmeleri en avantajlı ölçüm şekli olacaktır. Bu durumda G faktörünün belirlenmesi ve hesabı daha kolaydır. Burada s ardışık kontaklar arası mesafedir. Bu şekildeki bir ölçüm düzeneğinde yukarıda yer alan ρ öz direnç denklemiindeki G katsayısı numune geometrisine, 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.

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



Şekil 2.19. Dört nokta (d.c.) elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği

2.6. Termal Özellikler

Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (Differential scanning calorimetry, *DSC*) cihazı malzemelerin termo-fiziksel karakterizasyonunda kullanılmaktadır. Özellikle erime, kristallenme, faz geçişi, camsı geçiş gibi özellikler doğrudan ölçülmekte, entalpi (Enthalpy, ΔH) ve öz ısı (Specific heat, C_p) ise elde edilen eğrilerden hesaplanmaktadır. Entalpi ve öz ısı sırasıyla denklem (2.19) ve (2.20) ile hesaplanmaktadır.

$$\Delta H = \text{Area (mJ)} / \text{Kütle (mg)} \quad (2.19)$$

Denklem (2.19)'dan görüldüğü gibi entalpi, birim kütlenin erimesi için gerekli enerjidir. Burada Area (alan) oluşan pikin sınırladığı alandır. Birimi mJ ve kütle ise mg mertebesinde cihazın içine yerleştirilen örneğin kütlesidir. Öz ısı ise denklem (2.20) ile hesaplanır.

Üçlü alaşımlarının yaklaşık 10 mg'lık kütleli örnekleri DSC cihazına yerleştirilerek sistemin kararlı olması sağlanmaktadır. Daha sonra değişik ısı akış değerlerinde bu malzemeler ısıtma ve soğutma süreçlerine tabi tutulmaktadır. Isı akış hızı-sıcaklık, ısı akış hızı-zaman gibi eğriler elde edilip gerekli extrapolasyon ve hesaplamalar yapılarak her bir örnek için erime entalpisi ve öz ısı değerleri elde edilmektedir.

$$C_p = \frac{dQ}{dt} \frac{1}{m \beta_o} = \frac{dH}{dT} = \frac{\Delta H}{T_{peak}} \quad (2.20)$$

Burada, $\beta_o = \frac{dT}{dt} = 10$ K/dakika (ısıtma hızı), dQ/dt = heatflow (ısı akışı) (J/s veya watt), m = kütle (Değişik miktarlarda) ve Area = Üçgenin alanı = $0.5 \text{ taban} \times \text{yükseklik} = 0.5 \text{ zaman} \times \text{Güç}$ (Numunenin erimesi için gerekli enerji) olarak açıklanabilir [45]. Bu termal analizde kullanılan Perkin Elmer Pyris Diamond DSC Şekil 2.20'de görülmektedir.



Şekil 2.20. Perkin Elmer Pyris Diamond model Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

2.6.1. Entalpi ve öz ısı ölçüm yöntemleri

Açık sistemler ile çevreleri arasındaki enerji alışverişleri incelenirken (PV) çarpımının U iç enerjisinin yanında yer aldığı görülür. Bu nedenle U iç enerjisi ile (PV) çarpımının ayrı ayrı verilmesi yerine bunların ikisinin toplamına eşit olan

$$H = U + PV \quad (2.21a)$$

Büyüküğünün verilmesi büyük kolaylık sağlamaktadır. Bu büyüklüğe entalpi adı verilir. U , P ve V 'nin sisteme ait özellikler olması nedeniyle entalpi de sisteme ait bir özelliktir. Birim kütle için (2.21a) eşitliği

$$h = u + Pv \quad (2.21b)$$

şeklini alır. İç enerji için mutlak değer söz konusu olmadığına göre entalpi için de böyle bir değer söz konusu değildir. Verilmiş bir referans hali için entalpinin değeri belirlenir.

Sistemin iç enerjisini ve entalpisini doğrudan doğruya ölçme imkânı yoktur. Bu nedenle sistemin bu özellikleri ile doğrudan doğruya ölçülebilen basıncı, sıcaklığı ve özgül hacmi arasında bir bağıntının kurulmasına gerek vardır. Böyle bir bağıntının $u=u(T,v)$ şeklinde verildiğini varsayalım. Bu ifadenin diferansiyeli alınır;

$$du = \left(\frac{\partial u}{\partial T} \right)_v dT + \left(\frac{\partial u}{\partial v} \right)_T dv \quad (2.22)$$

Hal değişimi süresince sistemin hacmi sabit kalıyorsa (2.22) eşitliği,

$$du = \left(\frac{\partial u}{\partial T} \right)_v dT$$

şeklini alır.

$$C_v = \left(\frac{\partial u}{\partial T} \right)_v dT = \frac{1}{m} \left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_v \quad (2.23a)$$

Büyükluğüne sistemin sabit hacimdeki öz ısısı adı verilir. Sistemin sabit hacimdeki molar öz ısısı n molekül sayısını göstermek üzere

$$\bar{C}_v = \left(\frac{\partial \bar{u}}{\partial T} \right)_v = \frac{1}{n} \left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_v \quad (2.23b)$$

eşitliği ile tanımlanır.

Entalpi, basınç ve sıcaklık arasında $h=h(P,T)$ bağıntısının verilmiş olduğunu varsayalım. Bu ifadenin diferansiyeli alınır

$$dh = \left(\frac{\partial h}{\partial T} \right)_P dT + \left(\frac{\partial h}{\partial P} \right)_T dP \quad (2.24)$$

elde edilir. Hal değişimi süresince sistemin basıncı sabit kalıyorsa (2.24) denklemi

$$dh = \left(\frac{\partial h}{\partial T} \right)_P dT$$

şeklini alır.

$$C_p = \left(\frac{\partial h}{\partial T} \right)_p = \frac{1}{m} \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_p \quad (2.25a)$$

Büyükluğüne sistemin sabit basınçtaki öz ısısı adı verilir. Sistemin sabit basınçtaki molar öz ısısı n molekül sayısını göstermek üzere,

$$\overline{C_p} = \left(\frac{\partial \bar{h}}{\partial T} \right)_p = \frac{1}{n} \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_p \quad (2.25b)$$

eşitliği ile tanımlanır.

Öz ısının birimi (kJ/kgK) veya (kJ/kmolK) dir. Paydaya sıcaklık farkı olarak girdiğinden aynı birimler (kJ/kg°C) ve (kJ/kmol°C) şeklinde de yazılabilir [51].

3. BÖLÜM

GEREÇ ve YÖNTEM

Bugüne kadar, çeşitli alaşım sistemlerinde ötektik ve dendritik ötektik mesafenin tespiti üzerine birçok deneysel çalışma yapılmış, yapılan bu çalışmalarda çeşitli malzemelerin mikroyapı (λ), mikrosertlik (HV), çekme-dayanım (σ_U) ve elektriksel özdirenç (ρ) gibi özellikleri ayrı ayrı ele alınmıştır. Bu çalışmada ise, Al-2Mn-5Fe, Al-2Mn-5Si ve Al-2Mn-5Cu alaşım sistemleri incelenmiştir. Bu inceleme sırasında alaşımlar sabit sıcaklık gradyenti farklı katılaştırma hızlarında katılaştırılmış ve katılaştırma hızının malzemelerin mikroyapı, mikrosertlik, çekme-dayanım, elektriksel özdirenç ve kopma yüzey analizi üzerine etkileri araştırılmıştır. Ayrıca bu alaşımlara ait erime entalpisi ve özısı değerleri de tespit edilmiştir. Böylece ele alınan alaşım sistemlerinin birçok fiziksel özelliği bir bütün olarak tanımlanmıştır.

Bu bölümde katılaştırma çalışmalarının gerçekleştirilmesinde kullanılan deney sisteminin tanıtımı ve kontrollü katılaştırma deneyinin yapılışının tüm aşamaları ayrıntılı olarak anlatılacaktır.

3.1. Deneysel Sistem

Bu tez çalışmasında üç ayrı metalürjik fırın (vakumlu eritme fırını, döküm fırını ve kontrollü katılaştırma fırını) kullanılmıştır. Bu deneylerde kullanılan fırınlar aşağıdaki başlıklarda ayrıntılı olarak anlatılacaktır.

3.1.1. Vakumlu eritme fırını

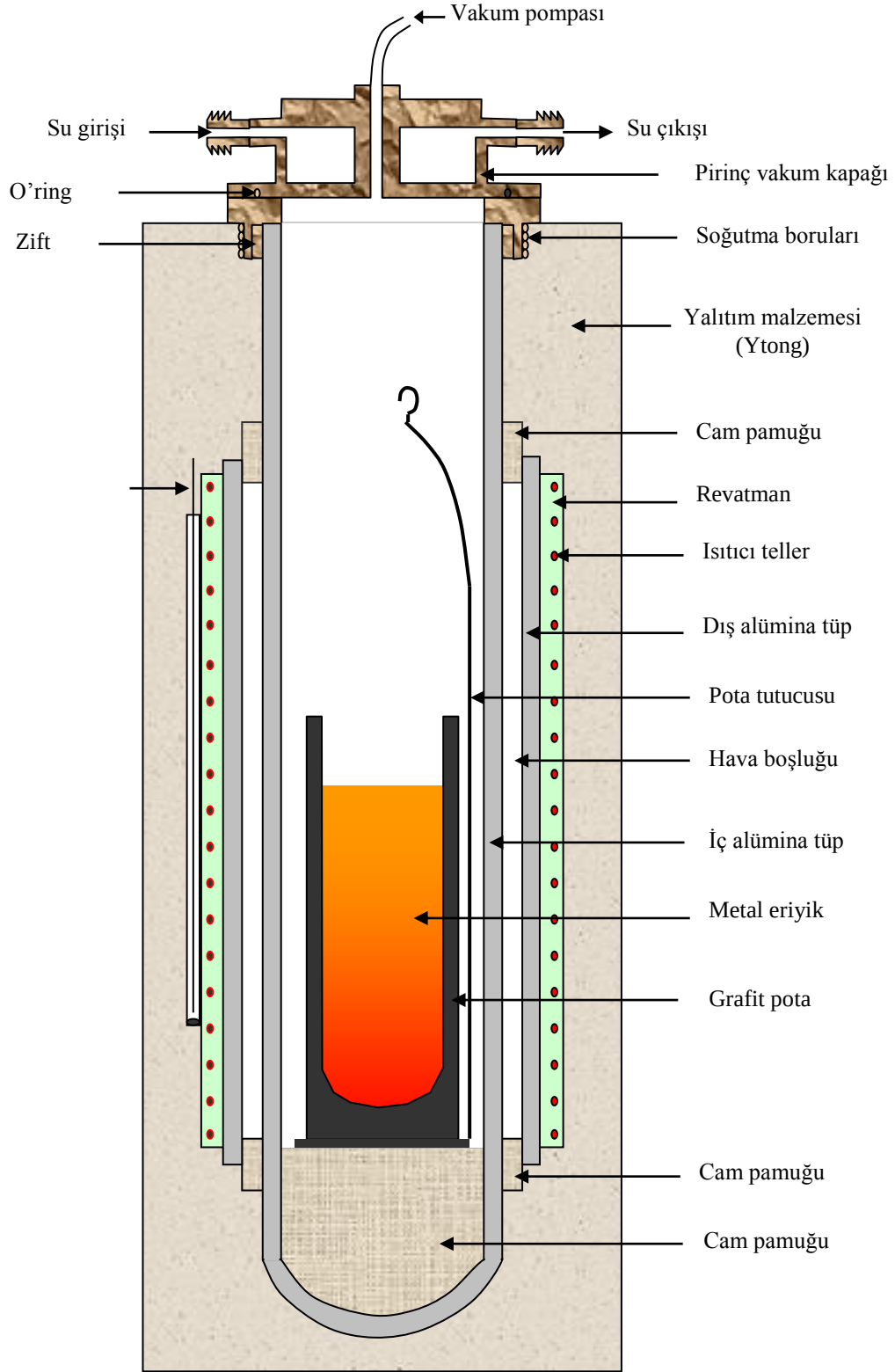
Bu fırın alaşım yapılacak metallerin vakumlu ortamda oksitlenmeden eritilmesinde kullanılır. Vakumlu eritme fırınının fotoğrafı Şekil 3.1’de verilmiştir. Şematik gösterimi Şekil 3.2’de verilen vakumlu eritme fırını, iç içe geçmiş iki alümina tüp, vakum pompası, sıcaklık

kontrolcüsü, güçteki dalgalanmaları engellemek için kullanılan varyak ve soğutma sisteminden oluşmaktadır.



Şekil 3.1. Vakumlu eritme fırını

İçteki alümina tüpün iç çapı 50 mm, dış çapı 60 mm ve uzunluğu 700 mm olup bir ucu kapalıdır. Bu alümina tüpün içinde vakumlu ortam oluşturulur. Dış alümina tüpün ebatları ise 80 mm × 90 mm × 500 mm olup her iki ucu da açıktır. Dış alümina tüpün etrafına 1.2 mm kalınlığındaki Kanthal A1 telinden (FeCrAl alaşımından yapılmış tel) 80 sarım sarılmıştır. Isıtıcı telin toplam direnci 28.1 Ω olarak ölçülmüştür. Isıtıcı tellerin birbirine değmemesi için sarımların arasını dolduracak şekilde, tellerin etrafı ısındıkça sertleşen iyi bir yalıtım malzemesi olan revatman ile sıvanmıştır. Fırının ısı kaybını önlemek için alümina tüplerin etrafına gaz beton (Ytong) tuğlası ve cam yünü (kaowool) yerleştirilmiştir. Vakumlu ortam oluşturabilmek için bir ucu kapalı alümina tüpün açık ucuna vakum pompasını bağlayacak şekilde pirinçten bir soğutma sistemi yapılmıştır. Vakumlama esnasında hava sızması için iç alümina tüp ile pirinç soğutma sisteminin arası zift ile yalıtılmıştır. Fırın ısıtıldığında ziftin erimemesi için soğutma sisteminden sürekli su dolandırılmaktadır. Fırının sıcaklığı sıcaklık kontrolcüsü ile kontrol edilmektedir. Vakumlu eritme fırını 1100 °C'ye kadar (± 2 °C hassaslıkta) çıkabilmektedir. Eritme işlemi vakum pompası yardımıyla 10^{-3} mbar basınç altında yapılmaktadır.



Şekil 3.2. Vakumlu eritme fırınının şematik gösterimi

3.1.2. Döküm fırını

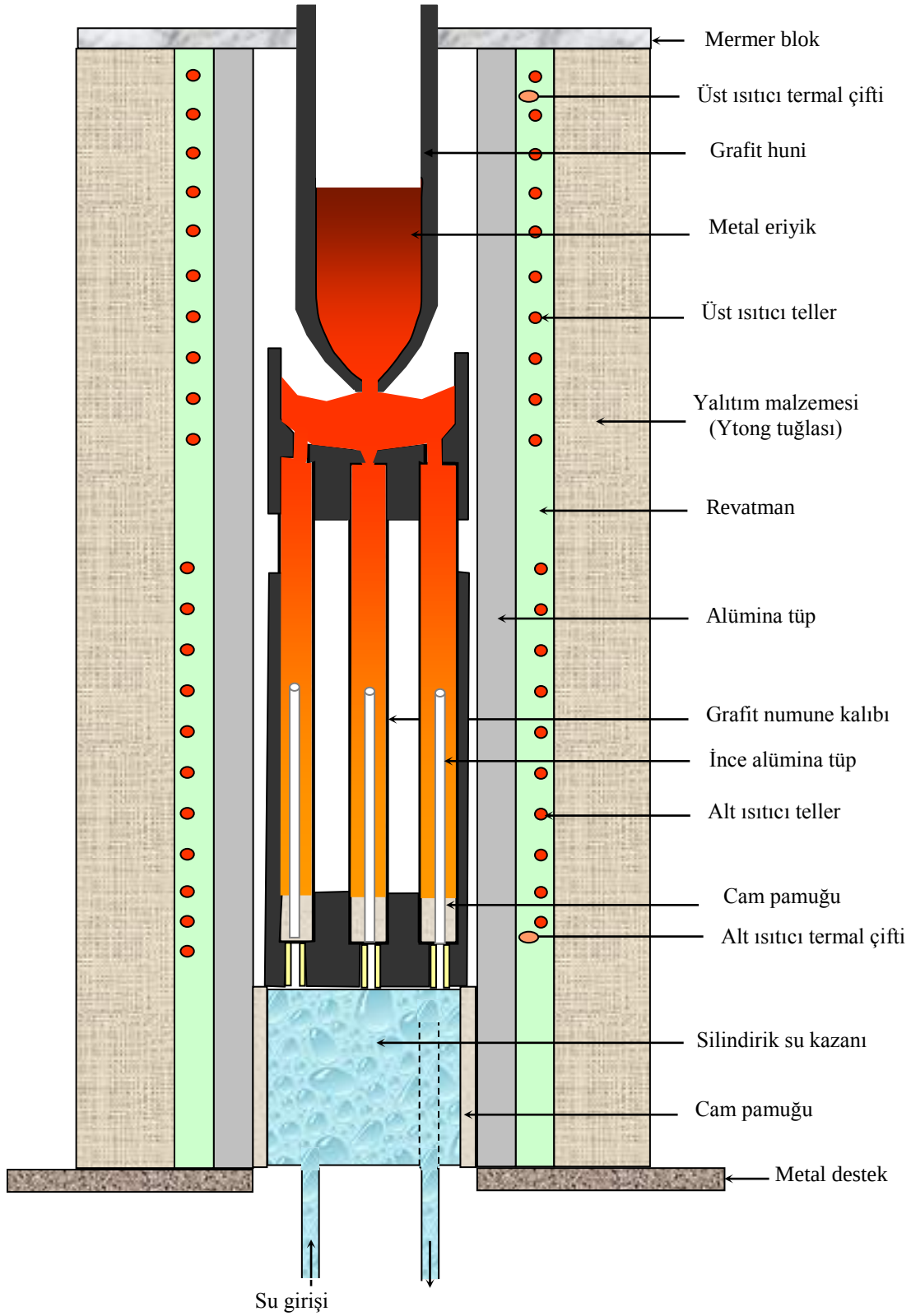
Döküm fırını, ergimiş haldeki alaşımın özel numune kalıbı içerisine dökümünün yapılması ve alaşımın kalıp içerisinde tek yönlü (doğrusal) olarak katılaştırılması için kullanılmaktadır. Bu

fırın aynı zamanda numuneler içerisinde hava boşluğunun kalmaması ve numune kalıplarının tamamen dolması için kullanılmaktadır. Döküm fırınının fotoğrafı Şekil 3.3'te verilmiştir.



Şekil 3.3. Döküm fırınının fotoğrafı

Döküm fırını; iki ucu açık alümina, alt ısıtıcı, üst ısıtıcı ve soğutma kazanından oluşmaktadır. İç çapı 50 mm, dış çapı 60 mm ve uzunluğu 750 mm olan alümina tüpün etrafındaki farklı iki bölgeye ısıtıcı teller sarılarak birbirinden bağımsız iki ısıtıcı bölge oluşturulmuştur. Isıtıcı tel olarak 1.2 mm kalınlığında Kanthal A1 teli kullanılmıştır. Alt ve üst ısıtıcıların dirençleri sırasıyla 16.675 Ω ve 9.725 Ω olarak ölçülmüştür. Isıtıcı tellerin birbirine değmemesi için sarımların arasını dolduracak şekilde tellerin etrafı revatman ile sıvanmıştır. Alt ve üst ısıtıcıların sıcaklıklarını ölçmek için ısıtıcıya yakın mesafelere iki adet yalıtılmış K-tipi termal çift yerleştirilmiştir. Alümina tüpün alt tarafına 40 mm çapında ve 160 mm uzunluğunda silindirik bir su kazanı yerleştirilmiştir. Alümina tüpün etrafı ise ısı yalıtımı amacıyla gaz beton (Ytong) tuğlası ile kaplanmıştır. Döküm fırını 1100 °C'ye kadar (± 2 °C hassaslıkta) çıkabilmektedir. Döküm fırınının şematik gösterimi Şekil 3.4'te verilmiştir.



Şekil 3.4. Döküm fırınının şematik gösterimi

3.1.3. Kontrollü katılaştırma fırını

Kristal büyütme çalışmalarının yaklaşık % 40'ı Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını ile yapılmaktadır. Özellikle mühendislik alanında gerilime dayanıklı malzeme üretiminde bu fırınlar yaygın olarak kullanılmaktadır [31]. Sıcak döküm fırınında elde edilen numunelerin, değişik sıcaklık gradyenti ve hızlarda katılaştırılması, kontrollü katılaştırma fırını yardımıyla yapılmaktadır.

Şekil 3.5'te şematik olarak gösterilen kontrollü katılaştırma fırınında, değişik katılma hızları elde etmek için kullanılan motor bağlantılı bir sürücü sistem, farklı sıcaklık gradyenti oluşturmak için kullanılan ısıtıcı ve soğutucu sistemler bulunmaktadır. Bu fırında numune tutucusuna yerleştirilen numuneler, sürücü sistem aracılığıyla sıcak bölgeden soğuk bölgeye çekilirken, kalıp içerisindeki sıvı alaşım, en alt kısımdan başlayarak katılaşmakta ve katı-sıvı arayüzeyi yukarı yönde ilerlemektedir.

Kontrollü katılaştırma fırını 1100 °C sıcaklığa kadar çıkılabilmektedir. Ayrıca bu fırına yerleştirilen numune içerisinde 10 ile 100 °C/cm arasında bir sıcaklık gradyenti elde edilebilmektedir. Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını başlıca ısıtıcı sistem, soğutucu sistem ve sürücü sistem olmak üzere üç kısımdan oluşmaktadır. Şimdi bu kısımları detaylı bir şekilde inceleyelim.

3.1.3.1. Isıtıcı sistem

Isıtıcı sistem, yüksek sıcaklıklara dayanıklı iç çapı 50 mm, dış çapı 60 mm ve uzunluğu 800 mm olan iki ucu açık alümina tüp etrafına 1 mm çapında, toplam direnci 25 Ω olan Cr-Ni telden 30 m sarılarak yapılmıştır. Alümina tüpün iki ucuna pirinçten yapılmış dairesel kesitli kaideler geçirilmiştir. Alümina tüp ile pirinç kaideler arasındaki boşluk 180 °C'ye dayanıklı zift (black wax) ile doldurulmuş ve böylece numunenin argon atmosferinde çalışması durumunda sızdırmazlığı sağlanmıştır. Dolgu ziftinin aşırı ısınmasını önlemek ve pirinç kaideyi soğuk tutmak için kaidelerin içerisinden sürekli su sirkülasyonu sağlanmıştır. Fırının sıcaklığını kontrol etmek için 0.5 mm çapında yalıtılmış, metal kaplı K-tipi termal çift sıcak bölgenin tam ortasına yerleştirilmiştir. Ayrıca üst bölgede pirinç kapak ile pirinç kaide arasından hava sızmaması için lastik halka (O'ring) yerleştirilmiştir. Kontrollü katılaştırma fırınının ısıtıcı sistemi ± 0.1 °C hassasiyetinde 2604S Eurotherm sıcaklık kontrolcüsü ile kontrol edilmiştir.

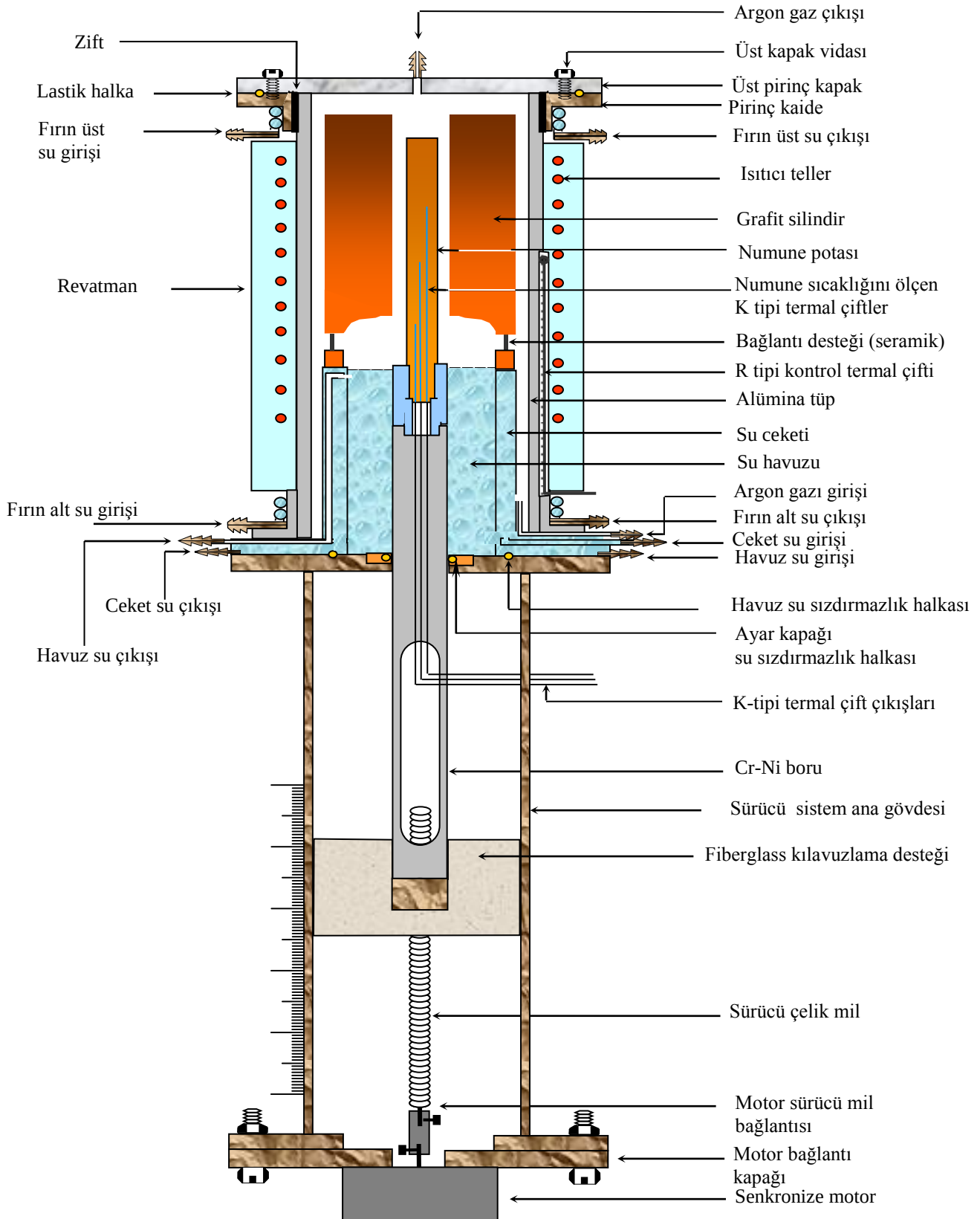
3.1.3.2. Soğutucu sistem

Soğutma sistemi, fırın içerisinde sıcaklık gradyenti oluşturmak amacıyla tasarlanmıştır. Yeterli uzunlukta katılaştırılan numune, aniden soğutma bölgesine (iç su havuzuna) çekilerek ani soğutma (quench) sağlanmaktadır. Soğutucu sistem, 300 mm uzunluğunda 23 ve 33 mm çaplara sahip iç içe geçmiş iki silindir pirinç borudan oluşmaktadır. Pirinç boruların alt kısmı yaklaşık 10 mm kalınlığında, 100 mm çapında dairesel pirinç parçaya kaynatılmıştır. Dolayısıyla soğutucu sistem iç içe geçmiş iki silindirin (iç ve dış silindir) oluşturduğu bir havuzdan yapılmıştır. Numune doğrudan havuza çekilmektedir.

Havuzlardaki suyun sıcaklığı, ± 0.01 °C hassasiyetinde -40 °C ile 200 °C sıcaklık aralığında çalışabilen PolyScience dijital kontrollü ısıtmalı/soğutmalı akışkan dolaşım sistemi ile kontrol edilmektedir. Dolaşım sisteminden gelen akışkan (antifrizli su) ilk olarak havuzun taban kısmından girmekte, havuzda belli bir seviyeye kadar birikmekte ve sonrada fırını terk ederek dolaşım sistemine geri dönmektedir. Böylece havuz ve içerisindeki akışkanın sürekli soğuk kalması sağlanabilmektedir. Dolaşım sisteminin akışkan tankı 13 L hacmindedir ve bu tank içerisindeki akışkan belli bir sıcaklık aralığında (-40 °C ile 200 °C) hem ısıtılıp hem de soğutulabilmektedir. Ayrıca dolaşım sisteminin tankında bulunan akışkanın, fırın içerisinde istenilen hızda dolaşımı sağlanabilmekte yani dolaşım sisteminin akışkanı pompalama hızı ayarlanabilmektedir.

3.1.3.3. Sürücü sistem

Farklı katılaştırma hızları elde etmek amacı ile kullanılan sürücü sistem, 540 mm boyunda ve 40 mm çapında pirinç gövde içerisinde bulunan, dış çapı 12 mm, iç çapı 10 mm ve uzunluğu 650 mm olan Cr-Ni borudan oluşmaktadır. Üzerinde cetvel ölçeği bulunan sürücü sistemin alt kısmında, değişik katılaştırma hızları sağlayan sürücü mile bağlı senkronize motor bulunmaktadır. Pirinç gövde içerisindeki Cr-Ni boru, alt ucundan fiberglastan yapılmış mil yuvasına, üst ucundan da numune tutucusuna sabitleştirilmiştir. Cr-Ni borunun kenarlarından su sızıntılarını önlemek amacıyla lastik halkalar kullanılmıştır. Pirinç gövde içerisine yerleştirilmiş fiberglas, 65 mm uzunluğundadır. Fiberglas'ın bir ucu 12 mm çapındaki Cr-Ni boruya sıkı bir şekilde geçebilmesi için delinmiştir.



Şekil 3.5. Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırını [93].

Diğer ucuna ise sürücü milin içinde hareket edebilmesi için 20 mm çapında 30 mm uzunluğunda pirinç blok yerleştirilmiştir. Bu parçanın merkezine 3 mm çapında metrik diş açılmıştır. Sürücü mil çelikten yapılmış olup buna da 3 mm'lik metrik diş açılmıştır. Numune bu çelik mil vasıtasıyla motor devir hızına bağlı olarak, soğuk bölgeye doğru çekilip, aşağıdan yukarıya doğru kontrollü olarak katılaşması sağlanmaktadır.

3.2. Deneyin Yapılışı

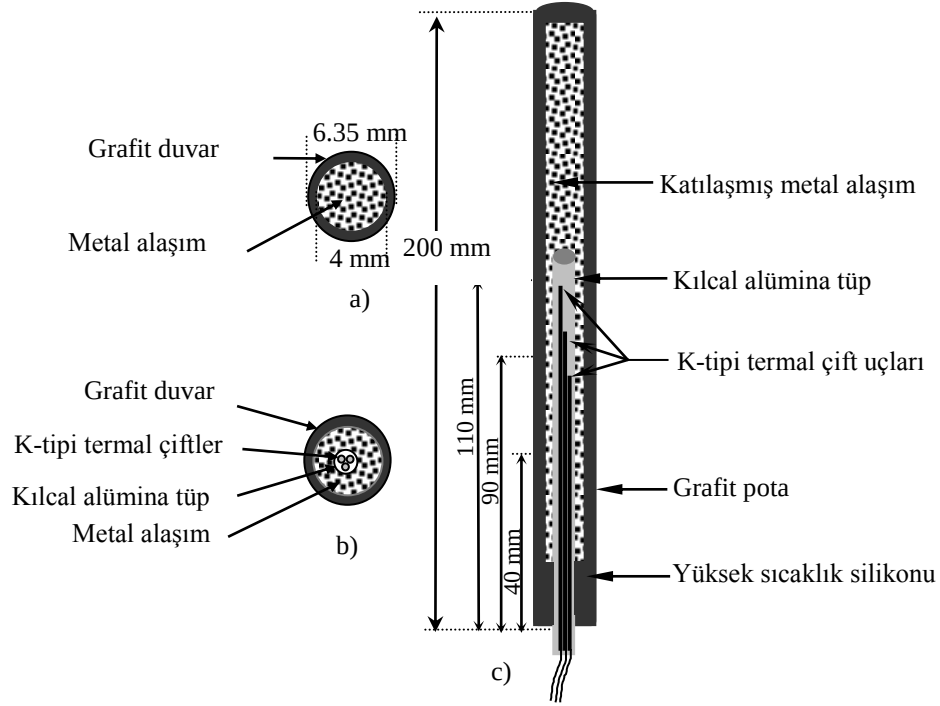
Bir kontrollü katılaştırma deneyi; numunenin hazırlanması, katılaştırma fırınında kontrollü katılaştırılması, metalografik işlemler ve ortaya çıkan mikroyapıların gözlenmesi basamaklarından oluşmaktadır. İlerleyen başlıklarda bu basamakların her birini ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir.

3.2.1. Numunenin hazırlanması

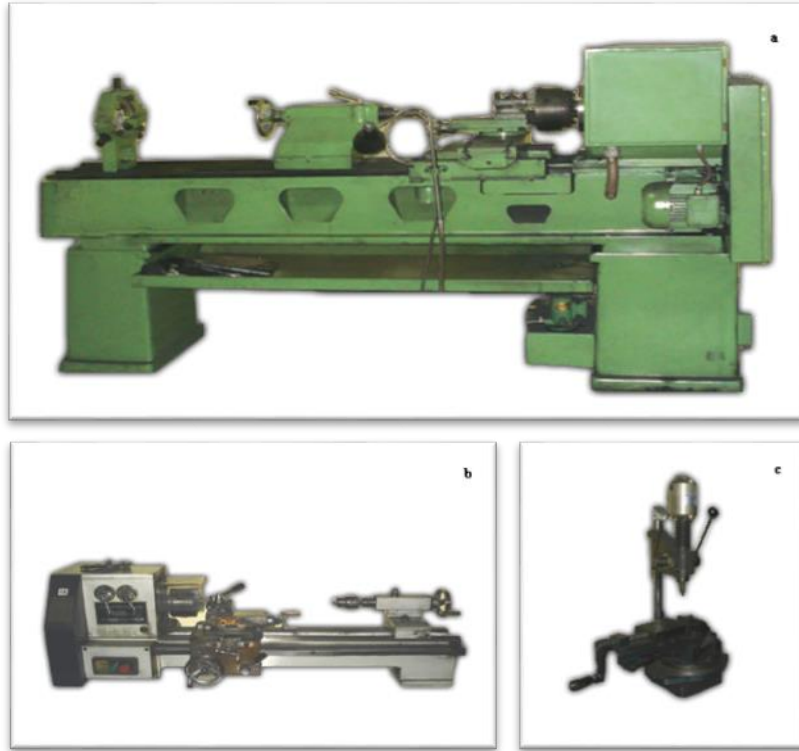
3.2.1.1. Numune kalıbının yapılması

Numune pota ve kalıplarının hazırlanmasında iyi bir ısı iletkenliğine ve kolay işlenebilme özelliklerine sahip olması, metalik alaşımlarla reaksiyona girmemesi nedeniyle grafit tercih edilmiştir. Bu amaçla deneysel çalışmalarda kolay işlenebilen, yüksek ısı iletkenliğe sahip, korozyona karşı dayanımı yüksek ve erime sıcaklığı 1600 °C'ye kadar olan metaller için kullanılabilen Morgan marka ince tane yapısına sahip grafitler kullanılmıştır.

Deneylerde numune kalıbı olarak 200 mm uzunluğunda ve 6.35 mm çapında grafit çubuklar kullanılmıştır. Bu grafit çubuklar delinme esnasında kolayca kırılabilirdikleri için, pirinçten yapılmış kalıbın içine yerleştirilerek 4 mm çapında 220 mm uzunluğunda özel matkap uçları ile tornada delinmiş ve böylelikle içi boş grafit kalıplar elde edilmiştir. Her bir alaşım sistemi için 11 grafit kalıbından 6'sı termal çiftsiz, 5'i ise termal çiftli olacak şekilde hazırlanmıştır. Termal çiftsiz olarak hazırlanan numune kalıplarının bir ucu, içerisinde sıvı halde bulunan metal alaşımın sızmasını engellemek için bir uçtan başlayan delme işlemi diğer ucun sonuna kadar getirilmiş ve grafitin diğer ucu kapalı bırakılmıştır. Termal çiftli numune kalıplarının hazırlanmasında ise 1.2 mm dış çapında 0.8 mm iç çapında kılcal alümina tüp kullanılmıştır. Şekil 3.6'da görüldüğü gibi, alümina tüp iki ucu delik olan numune kalıbının bir ucundan geçirilip diğer ucu merkezde olacak şekilde yerleştirilerek sızıntı olmaması için etrafı sıkı bir şekilde cam pamuğu ve silikonla desteklenmiştir. Bu grafitlerin işlenmesinde kullanılan cihazların fotoğrafları Şekil 3.7'de verilmiştir.



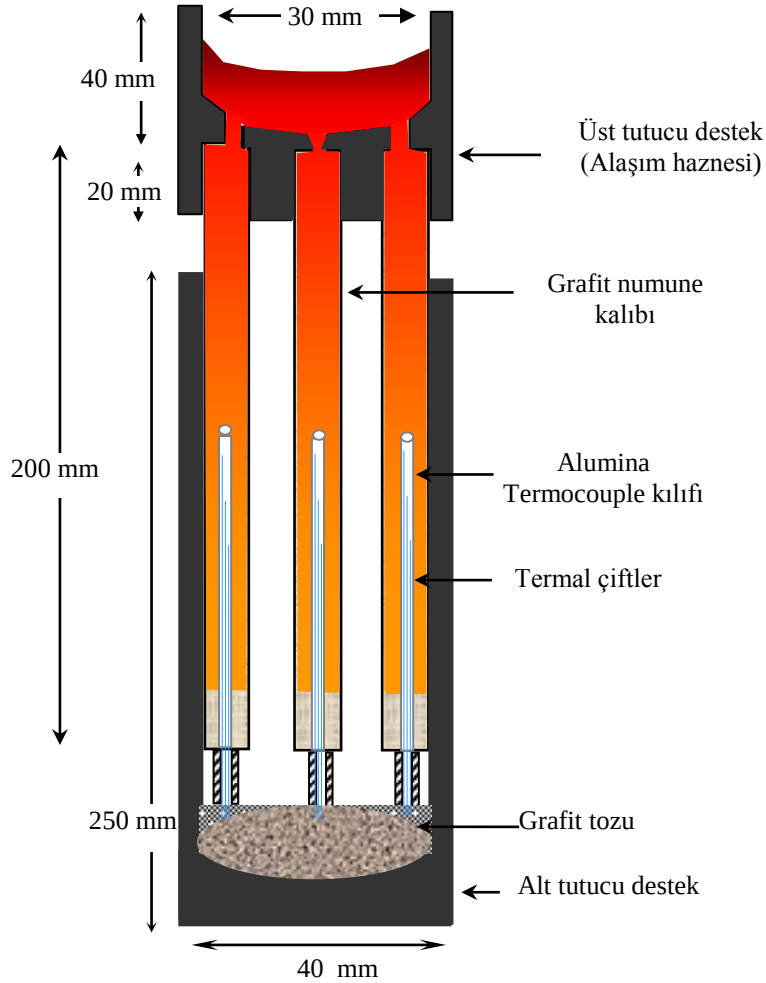
řekil 3.6. Grafite numune kalıbı (a) Üst enine kesiti, (b) Alt enine kesiti, (c) Yandan görünüşü



řekil 3.7. Grafitlerin işlenmesinde kullanılan araçlar
a) Büyük torna, b) Küçük torna c) Yönlü matkap

3.2.1.2. Numune potasının yapılması

Aynı anda, aynı bileşime sahip alaşımı numune kalıplarına doldurmak amacıyla numune pota kalıbının hazırlanmasına ihtiyaç duyulmuştur. Şekil 3.8’de verildiği gibi, hazırlanan numune kalıplarından 13 adet numune elde edilebilmektedir. Numune potası, alt ve üst olmak üzere 2 adet grafit destekten oluşmaktadır. Alt destek 40 mm çapında, 250 mm uzunluğunda silindir biçimli grafit parçadan yapılmış ve içerisine 30 mm çaplı 200 mm uzunluğunda bir ucu kapalı kalacak şekilde delik açılmıştır.



Şekil 3.8. Numune potası ve alt-üst desteklerin şematik gösterimi

Üst destek yapımı için 60 mm uzunluğunda, 40 mm çapında bir grafit parça kullanılmıştır. Grafit parçanın bir ucu 30 mm çapında matkap ucu kullanılarak 40 mm uzunluğunda delinmiştir. Diğer ucuna ise 3 mm çapında 20 mm uzunluğunda 13 adet delik açılmıştır. Bu delikler 6.35 mm çapındaki matkap ucuyla 15 mm uzunluğunda genişletilmiştir. Önceden hazırlanmış olan numune kalıplarının açık uçları üst destekteki deliklerden geçirilmiştir. Birleşme noktaları 1200 °C’ye dayanıklı karbon katkılı silikon yapıştırıcı ile tutturulmuştur.

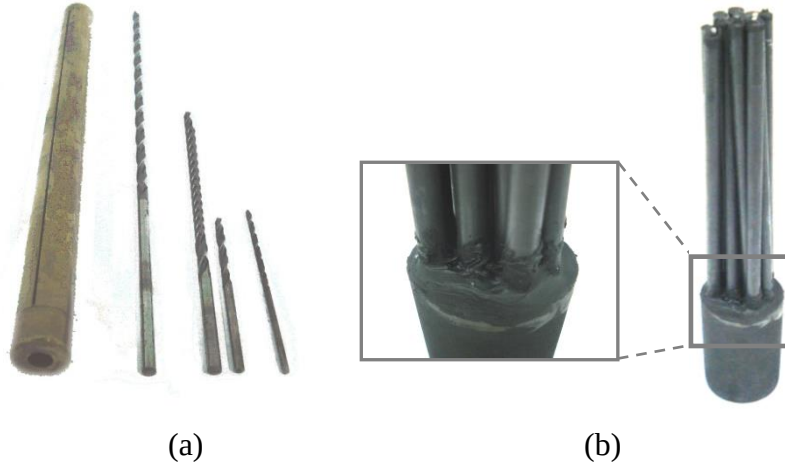
Şekil 3.9’da deneylerin yapımında kullanılan grafit numune kalıpları ve potalarının fotoğrafları verilmiştir.



Şekil 3.9. Deneylerde kullanılan grafit numune kalıpları ve potaları

Şekil 3.10’da ise grafit numune kalıplarının hazırlanmasında kullanılan pirinç blok, matkap uçları (Şekil 3.10.a) ve üst destek ile numune kalıplarının silikon yapıştırıcı yardımıyla birleştirilmesi (Şekil 3.10.b) verilmiştir. Üst destek ile numune kalıpları arasına sürülen silikonların kuruması için yaklaşık bir gün süreyle beklenmiştir.

Daha sonra önceden hazırlanan alt destek yardımıyla kılavuzlama yapılmıştır. Hazırlanan kalıp döküm fırınına teller yardımıyla indirilmiş böylece kalıp hazırlama işlemleri tamamlanarak alaşım hazırlama basamağına geçilmiştir.



Şekil 3.10. (a) Grafit numune kalıplarının yapımında kullanılan pirinç destek ve değişik ebatlarda matkap uçları,
(b) Üst destek ile numune kalıplarının silikon yapıştırıcı yardımıyla birleştirilmesi

3.2.1.3. Alaşımın hazırlanması

İncelenecek olan alaşımların istenilen noktadaki bileşim oranları her birinin faz diyagramları yardımıyla tespit edildi (Zolotarevsky vd., 2007; Mondolfo, 1943; Mondolfo, 1976; Zhang ve Du, 2007). Alaşım yapımında kullanılan malzemelerin yüksek saflıkta olmasına özellikle dikkat edildi. Yeterince saf olmayan malzemelerle alaşım hazırlandığında safsızlıklar arayüzeyde birikmekte ve deneysel süreçte arayüzeyde oluşan yapı şekillerini olumsuz etkilemektedir. Her bir bileşen, uygun oranlarda Şekil 3.11 de gösterilen 0.1 mg'a duyarlı AND GX-600 tipi hassas terazi ile tartıldı.



Şekil 3.11. Alaşım metallerinin tartılmasında kullanılan hassas terazi

3.2.1.4. Dökümün yapılması

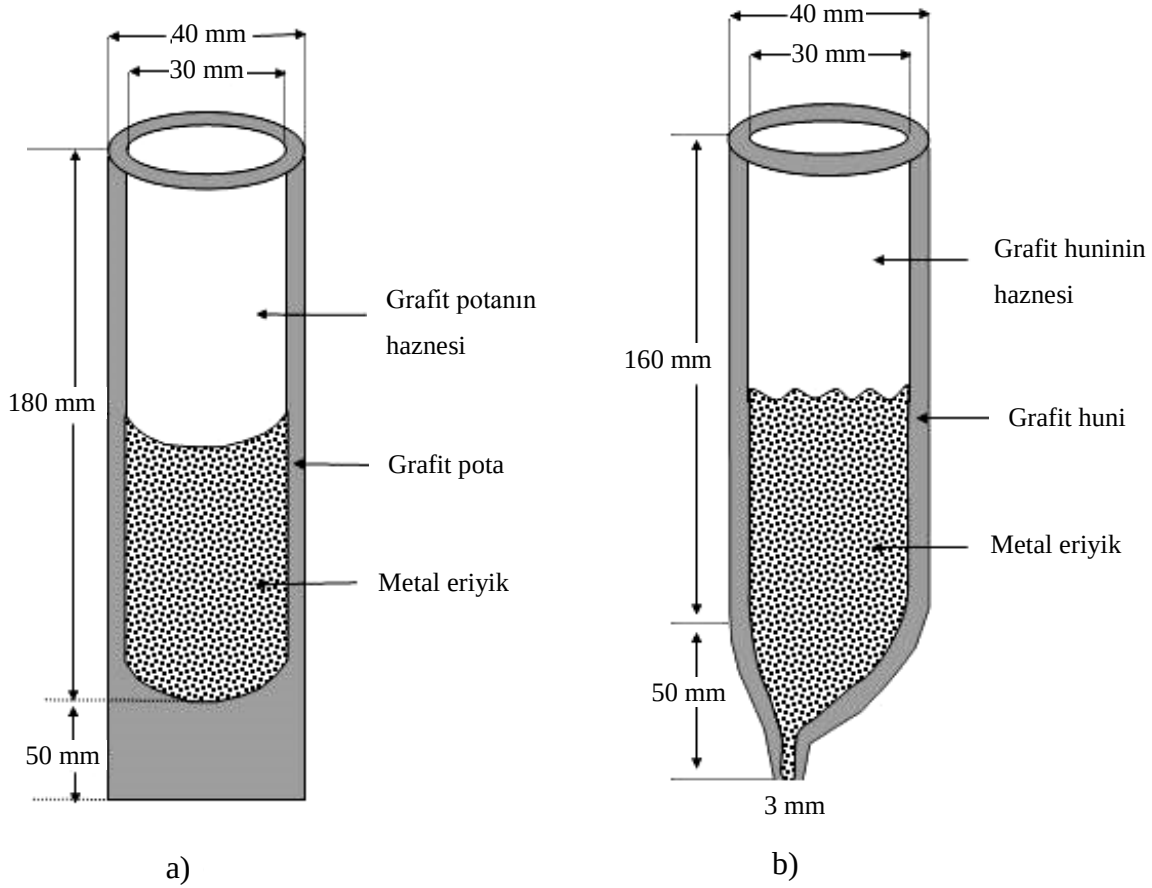
Alaşım hazırlamada kullanılacak metallerin miktarları hassas terazi ile tartıldıktan sonra alaşımın hazırlanması ve hazırlanan alaşımın numune kalıplarına doldurulması aşamalarına geçildi. Erime sıcaklığı düşük olan metal altta kalacak şekilde metal malzemeler grafit potaya yerleştirildi. Grafit pota uygun bir çengelli tel pota tutucusu yardımıyla vakum fırınına indirildi. Vakum pompası çalıştırılarak fırın vakumlandı. Fırın ısıtılmaya başlamadan önce fırının kapaklarında bulunan ziftin sıcaklığın etkisiyle erimemesi için kapak içlerinden su geçirilerek soğutma yapıldı. Varyak en düşük güç durumunda çalıştırıldı ve yaklaşık her 5 dakikada varyağın değeri %5 artırıldı. Varyağın değerinin artırılmasına fırın istenilen sıcaklığa çıkıncaya kadar devam edildi. Metaller tamamen eridikten sonra vakum kapağı açılarak grafit karıştırıcı çubuk yardımıyla metal eriyik karıştırıldı. Bu işlem 20-25 dakika arayla 4-5 defa tekrarlandı. Böylece eriyik halde metalik üçlü alaşım hazırlanmış oldu.

Vakumlu eritme fırınında alaşım hazırlama işlemleri devam ederken diğer taraftan döküm fırınında dökümün yapılması ve önceden yapılan numune kalıplarına alaşımın doldurulması

hazırlıklarına başlandı. Numune potalarıyla desteklenen numune kalıplarının etrafı cam pamuğu ile sarılarak çevresine sarılan tel yardımıyla fırına indirildi. Dökümü kolaylaştırmak amacıyla kalıp üzerine grafitten yapılmış bir huni yerleştirildi. Döküm sırasında sıvı alaşımın dışarıya taşıp fırına sızmasını engellemek için grafit huni ile alümina tüp arasına yüksek sıcaklığa dayanıklı cam yünü sıkıştırıldı. Fırının alt ve üst ısıtıcılarına güç verilerek fırının iç bölgesinin ısıyı çekmesi beklendi. Döküm fırınının varyakları yavaş yavaş artırılarak alt ısıtıcının sıcaklığı alaşımın erime sıcaklığının yaklaşık 50 °C üzerindeki bir sıcaklığa, üst ısıtıcının ise erime sıcaklığının 100-150 °C üzerindeki bir sıcaklığa çıkması sağlandı. Burada amaç vakumlu eritme fırınından eriyik halde çıkarılan alaşımın döküm fırınına yerleştirilen numune kalıplarına dolması esnasında akışkanlığını koruması ve bu süreç esnasında katılaşmadan kalıp içlerine tam bir dolumun sağlanmasıdır.

Vakumlu eritme fırınında hazırlanan ve yeterli miktarda karıştırılarak alaşım olduğuna kanaat getirilen eriyik, maşayla sıkıca kavrandı ve vakit geçirilmeden huni yardımıyla numune kalıplarına döküldü. Şekil 3.12.a'da vakumlu eritme fırınında alaşımı oluşturacak metalleri içerisinde eritmede kullanılan grafit pota ve Şekil 3.12.b'de döküm fırınında döküm yapmak amacıyla kullanılan grafit huninin şematik gösterimi verilmiştir.

Grafit numune potası üzerine yerleştirilen huni çıkarıldı ve ince bir grafit çubuk ucuna bağlanan alümina tüp ile sıvı alaşım tekrar tekrar karıştırılarak numune kalıpları içerisinde bulunabilecek hava kabarcıklarının dışarıya çıkması sağlandı. Döküm fırınının alt ısıtıcısı kapatıldı, üst ısıtıcı çalışır haldeyken numune kalıbının altında bulunan soğutma kazanından su geçirilerek tek yönlü katılaştırma başlatıldı. Tek yönlü katılaştırmanın amacı numune kalıbının içerisinde hava boşluğu kalmaksızın tamamen doldurulmasıdır. Katılma tamamlandıktan sonra üst ısıtıcı da kapatılarak fırının soğuması beklendi. Fırın tamamen soğuduktan sonra, dökümü yapılan grafit numune kalıpları fırından çıkarıldı. Üst ve alt destek kısımları numune kalıplarından ayrıldı. Böylece her bir numune kalıbının aynı anda aynı tür malzemeyle dolması sağlanarak, numuneler kontrollü katılaştırma fırınına yerleştirilecek hale getirildi.



Şekil 3.12. Grafitten yapılmış (a) Pota ve (b) Huninin şematik gösterimi

3.2.1.5. Termal çift seçimi ve sıcaklık ölçümleri

Termal çiftler, fırınlarda ısıtılan numunelerin sıcaklığını ölçmek ve kontrol etmek amacıyla kullanılmaktadır. Deneysel çalışmalarda yaygın olarak Kromel-Alumel (K-tipi) ve Platin-%13 Platin-Rodyum (R-tipi) olmak üzere iki tür termal çift kullanılmaktadır. Deneysel çalışmalara geçmeden önce, deneylerde kullanılacak termal çiftlerin seçimi ve testi yapıldı. Deneyler esnasında sıcaklık ölçümlerini yapabilmek için Şekil 3.13'te gösterilen 0.25 mm çapında 100 cm uzunluğunda, $-270\text{ }^{\circ}\text{C}$ ile $1370\text{ }^{\circ}\text{C}$ aralığında ölçüm yapabilen, K-tipi termal çiftler kullanıldı.

Deneylerde kullanılan termal çiftlerin, çapları 0.25 mm olması, deneysel çalışmalarda kolaylık sağlamak ve hassasiyeti artırmaktadır. Bu termal çiftlerin iç tarafındaki kontak noktası seramik tozla yalıtılmış ve yüzeyi metalle kaplanmış olduğu için ayrıca bir yalıtıma ihtiyaç duyulmamaktadır. Kontak uç, sıcaklığı ölçülecek bölgeye yerleştirilirken, diğer uçlar referans sıcaklığında ($0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de antifrizli su) tutulmaktadır. Bu amaçla PolyScience analog kontrollü ısıtmalı/soğutmali akışkan dolaşım sisteminin akışkan tankı kullanılmıştır.



Şekil 3.13. Numunelerin sıcaklıklarının ölçümünde kullanılan K-tipi termal çiftler

Referans noktasını sabitlemede kullanılan analog dolaşım sistemi, tankı içerisinde bulunan akışkanı $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ile $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklık aralığında $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ hassasiyetle kontrol edebilme özelliğine sahip olup 6 L hacmindedir. Bu nedenle sıcaklık ölçümünde kullanılan termal çiftlerin bir uçları sıcaklığı ölçülecek bölgeye yerleştirildikten sonra, diğer uçları içerisinde etil alkol bulunan bir cam tüp içerisine yerleştirilerek dolaşım sisteminin tankı içerisine sabitlendi. Cam şişe içlerinde etil alkolün kullanılmasının nedeni, ısı iletkenliğinin havanın ısı iletkenliğinden daha yüksek olması ve tank içerisindeki ısıyı termal çift uçlarına daha iyi iletmesinden dolayıdır. Dolaşım sisteminin tankına ise antifrizli su (etilen glikol çözeltisi) doldurularak referans sıcaklığı olan $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de akışkanın donması engellendi. Sistemde sıcak bölge ile soğuk bölge arasında bir e.m.k. oluşmakta ve bu oluşan e.m.k. μV mertebesinde hassas ölçüm yapan sıcaklık kaydedicisi yardımıyla okunarak $^{\circ}\text{C}$ birimine dönüştürmektedir. Böylece fırın içerisindeki numune sıcaklığı belirlenmektedir. Kullanılan termal çiftlerin ($-270\text{ }^{\circ}\text{C}$ ile $1370\text{ }^{\circ}\text{C}$) ölçüm aralıkları, deneysel çalışmalarda ölçüm aralıkları ile uyumlu olduğundan dolayı hassas ve duyarlı bir şekilde ölçümler alınabilmektedir.

Alaşımın erime sıcaklığının tayininde (kalibrasyon), katılaştırma süreci devam ederken numune içerisinde oluşan sıcaklık gradyentinin ölçümünde ve ani soğutma anında ölçüm termal çiftlerinin sıcaklık değişimlerinin kaydedilmesinde sıcaklık kaydedicisi (data logger) kullanılmıştır. Kontrollü katılaştırma deneylerinde ölçüm termal çiftlerinin sıcaklık değişimlerinin kaydında Pico TC-08 model sıcaklık kaydedicisi kullanılmış ve veriler bilgisayar ortamına kaydedilmiştir. Kullanılan sıcaklık kaydedicisinin fotoğrafı Şekil 3.14'te verilmiştir.



Şekil 3.14. Sıcaklık değişimlerinin kaydedilmesinde kullanılan Pico TC-08 model sıcaklık kaydedicisi

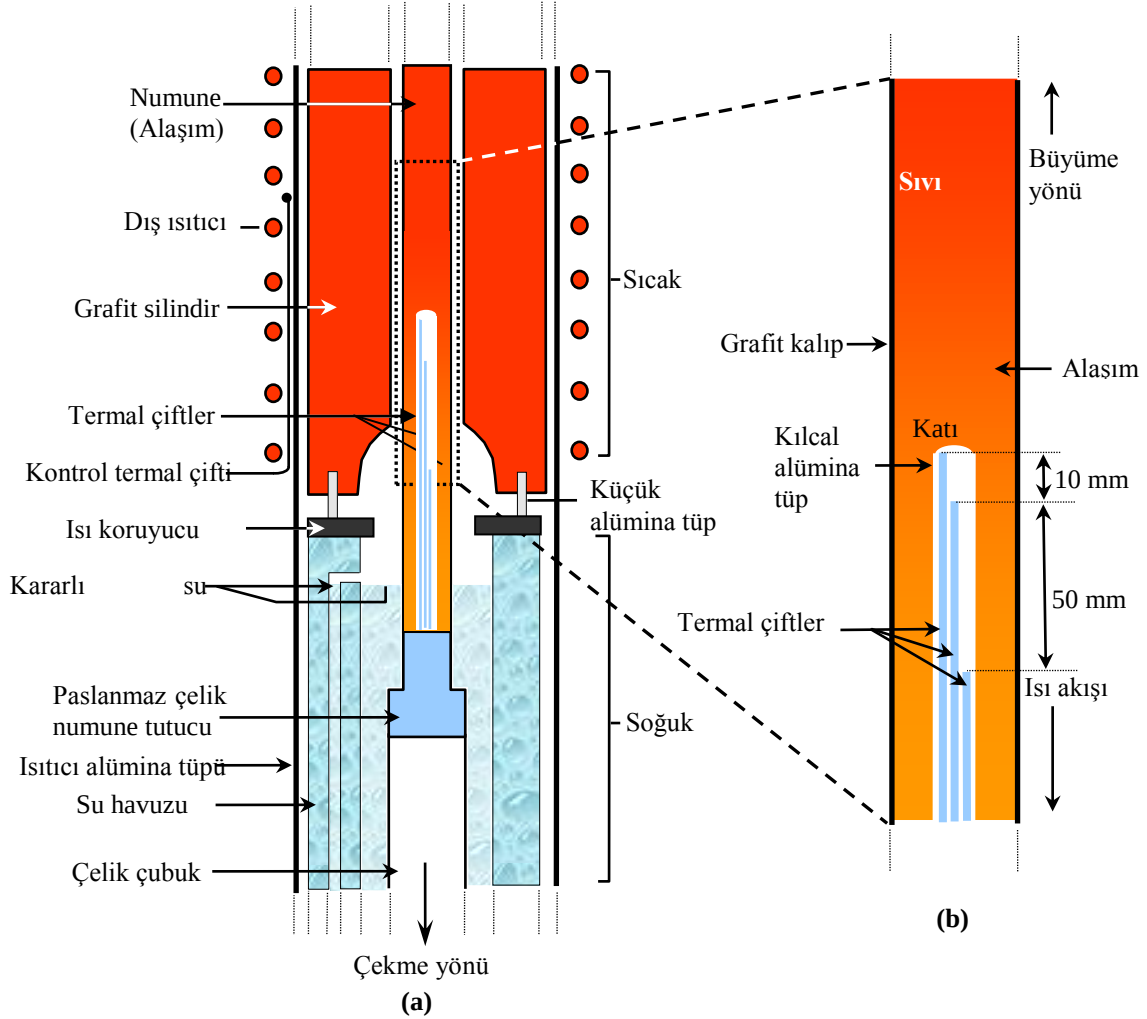
3.2.2. Kontrollü katılaştırma

Kontrollü katılaştırma deney düzeneği; yukarıda ayrıntılı özellikleri anlatılan alaşım ile doldurulan grafit numune kalıplarının, kontrollü olarak düşey doğrultuda katılaştırıldığı kontrollü katılaştırma fırını, sıcaklık kontrol ünitesi, varyak, senkronize motor, yön kontrol ünitesi, argon pozitif basınç ünitesi, akış ölçer (flowmeter), su dolaşım sistemi, sıcaklık kaydedicisi (data logger) ve bilgisayardan oluşmaktadır.

Dökümü yapılan numunelerden biri kontrollü katılaştırma fırınının numune tutucusuna yerleştirildi. Termal çift çıkışları 5 terminali bulunan selektöre bağlandı. Fırının bağlantı uçları, referans sıcaklığını 0 °C yapmak amacıyla içerisinde etil alkolün bulunduğu cam tüp borular içerisine konularak içerisinde 0 °C'de antifrizli su bulunan analog dolaşım sisteminin tankının içerisine yerleştirildi. Şekil 3.15'te bir bütün olarak deney sisteminin şematik görünümü, Şekil 3.16'de ise laboratuvar ortamındaki fotoğrafı verilmiştir.

Bu işlemten sonra soğutma havuzu giriş ve çıkış hortumlarının bağlantıları ve istenilen hızdaki senkronize motor bağlantıları yapılarak deney düzeneği kuruldu. Soğutma havuzundaki akışkanın sıcaklığı istenen düzeye geldikten sonra sisteme sıvı haldeki alaşımın katılaşma sürecinde herhangi bir oksidasyona maruz kalmaması için argon gazı verildi. Bu aşamadan sonra kontrollü katılaştırma fırını istenilen sıcaklığa ayarlandı. Fırının istenilen sıcaklığa gelişi, sıcaklık kaydedici ve bilgisayar bağlantısı yardımıyla kontrol edildi. Numune üzerindeki sıcaklık akışının kararlı hale gelmesi için yaklaşık 2 saat kadar beklendi. Daha sonra sürücü motor çalıştırılarak deney başlatıldı. Numune yaklaşık 7-9 cm katılaştıktan sonra ani soğutma (quench) yapılarak katılaştırma durduruldu. Ani soğutma işlemi numunenin kontrollü katılaştırılma işlemi devam ederken, hızla soğuk su havuzuna çekilerek o anki haliyle katılaştırılmasıdır.

Bu işlem 5 farklı katılaşma hızında ikişer adet olmak üzere her bir alaşım sistemi için 10 defa tekrarlandı. İkişer adet yapılmasının nedeni ise ilk yapılan deneylerde katılaştırma hızlarını ve malzemenin sıcaklık gradyentini belirlemek için içine termal çiftlerin yerleştirileceği alümina tüpler konulmasıdır. İçine alümina tüp konulan numunelerden çekme-dayanım testi güvenilir sonuçlar vermeyecektir. Bu nedenle de aynı şartlar altında iki deney yapılmıştır. Kontrollü katılaştırma fırınının iç yapısını ve içine yerleştirilen numunenin ayrıntıları Şekil 3.17’de verilmiştir.



Şekil 3.17. Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınının iç yapısı
(a) Fırının sıcak ve soğuk bölgeleri (b) Numune kalıbı

Kararlı ötektik mikroyapıların oluşabilmesi için ötektik bileşim değerine karşılık gelen oranların doğru olarak hesaplanması, tartılması ve deney esnasında katılaştırma şartlarının kararlı olması (yani katılaştırma esnasında konveksiyon etkisinin minimum ve numune üzerinde sıcaklık değişiminin ± 0.1 °C’den büyük olmaması) gerekmektedir.

Ayrıca deney esnasında numunenin katılaştırma hızının ve sıcaklık gradyentinin hassas bir şekilde ölçülmesi ve deney sonucunda oluşan ötektik mikroyapı mesafelerinin hassas okunması deneysel hata oranını minimize etmektedir.

3.2.2.1. Sıcaklık gradyentinin ölçülmesi

Kontrollü katılaştırma deneylerinde kontrol parametrelerden birisi sıcaklık gradyentidir. Sıcaklık gradyentinin ölçümü aşağıda özetlenmiştir. Kontrollü katılaştırma fırınına yerleştirilen numune içerisindeki sıcaklık akışı kararlı hale geldikten sonra sürücü motor çalıştırılarak katılaştırma başlatıldı. Deney sisteminde kullanılan Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını düşey olarak tasarlandığından içerisindeki numune aşağıdan yukarıya doğru katılaşmaktadır. Numune içerisindeki kılcal alümina tüpün içine yerleştirilen üç K-tipi termal çift ve sıcaklık kaydedicisi yardımıyla numunenin sıcaklığı tespit edildi. Numune katılaştırılırken, birinci termal çift katı-sıvı arayüzeyine geldiğinde ikinci ve üçüncü termal çiftlerin sıcaklıkları ölçüldü. Buradan;

$$G_{12} = \frac{\Delta T}{\Delta X} = \frac{T_2 - T_1}{X_2 - X_1}, G_{23} = \frac{\Delta T}{\Delta X} = \frac{T_3 - T_2}{X_3 - X_2} \text{ veya } G_{13} = \frac{\Delta T}{\Delta X} = \frac{T_3 - T_1}{X_3 - X_1} \quad (3.1)$$

denklemleri yardımıyla sıvı içerisindeki sıcaklık gradyenti G_s , üç farklı noktadan ölçüldü. T_1 , T_2 ve T_3 sırasıyla 1., 2. ve 3. termal çiftlerin ölçtüğü sıcaklık, X_1 , X_2 ve X_3 ise sırasıyla 1., 2. ve 3. termal çiftlerin numune tabanına olan uzaklıklarıdır.

Deney esnasında termal çiftler arasındaki mesafelerin değişmemesi ve sıcaklık gradyenti ölçümlerinin daha hassas olabilmesi için kalıp içerisine yerleştirilen termal çiftler numune kalıbı hazırlama sürecinde birbirlerine yapıştırılmış ve yüksek sıcaklık silikonu yardımıyla kalıbın alt kısmına sabitlenmiştir. Deneyler yapılmadan önce ve deneyler tamamlandıktan sonra birbirine tutturulmuş termal çiftler arasındaki mesafeler fotoğrafları çekilerek Adobe Photoshop CS4 programı yardımıyla hassas bir şekilde ölçüldü. Termal çiftler arasındaki mesafelerin böyle hassas bir şekilde ölçülmesi sıcaklık gradyenti hesaplamalarında güvenilirliği artırmaktadır.

3.2.2.2. Katılaştırma hızının ölçülmesi

Kontrollü katılaştırma deneylerinde kontrol parametrelerinden bir diğeri ise katılma hızıdır. Katılma hızı, sürücü motor vasıtasıyla elde edilen çekme hızından farklıdır. Çekme hızı numunenin soğutucu sisteme doğru çekilme hızı yani motorun çekme hızıdır. Katılma hızı

ise numune içerisinde oluşan katı-sıvı arayüzeyinin ilerleme hızıdır. Çekme hızı arttıkça katılaşma hızı artmakta, çekme hızı azaldıkça katılaşma hızı da azalmaktadır. Farklı sıcaklık gradyentleri için katılaşma hızını, çekme hızına eşit olarak almak yeterince hassas değildir.

Deneylerde hem çekme hızı hem de katılaşma hızı hassas bir şekilde ölçülmüş fakat hesaplamalarda sadece katılaşma hızı kullanılmıştır. Şekil 3.18’de bazı senkronize motorların fotoğrafı verilmektedir.



Şekil 3.18. Numunelerin farklı hızlarda katılaştırılmasını sağlayan senkronize motorlar

Katılaşma hızı şu şekilde ölçülmüştür: Katılaştırma süreci devam ederken sıcaklık kaydedici tarafından sıcaklık-zaman değişimini sürekli olarak kaydedilmektedir. Katılaştırma işlemi bittiğinde sıcaklık kaydedicinin topladığı veriler yardımıyla ikinci termal çiftin ötektik erime sıcaklığına geldiğindeki süre (t_2) ve üçüncü termal çiftin ötektik sıcaklığa geldiğindeki süre (t_3) saniye cinsinden ölçüldü. İkinci ve üçüncü termal çift arasındaki mesafe önceden bilindiğinden,

$$V = \frac{\Delta X}{\Delta t} = \frac{X_3 - X_2}{t_3 - t_2} \quad (\mu m / s) \quad (3.2)$$

denklemleri yardımıyla katılaştırma hızı hesaplandı. Bu çalışmada kullanılan alaşım sistemleri için katılaştırma hızlarının birbirlerine çok yakın olması nedeniyle ortalamaları alınmış ve genel bir değerlendirme yapılmıştır.

3.2.3. Metalografik işlemler

Katı-sıvı arayüzeyinde oluşan mikroyapıyı gözlemleyebilmek için numune metalografik işlemlere tabi tutulmalıdır. Bunun için ani soğutulmuş numune kontrollü katılaştırma fırınından çıkarıldı. Numunelerin kesilmesi, zımparalanması, kalıplanması, parlatılması,

ultrasonik temizlenmesi ve dađlanması gibi metalografik işlemler sonunda, açığa çıkan mikroyapıların fotoğrafları görüntü sistemi (optik mikroskop + CCD kamera + bilgisayar) ve taramalı elektron mikroskobuyla (SEM) çekildi. Bu süreçler aşağıda ayrıntılı olarak anlatılmıştır.

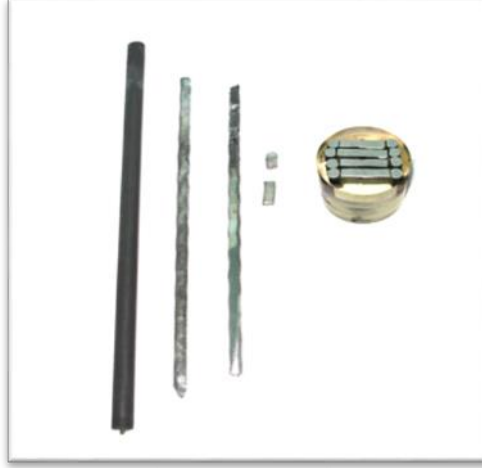
3.2.3.1. Numunelerin kesilmesi

Metal numuneleri istenilen boyutlara kesmede Struers Minitom kesme aleti ve 127 mm çaplı, 0.4 mm kalınlığında Struers elmas kesici kullanılmıştır. Numunenin boyuna kesitleri arayüzeyi içine alacak şekilde, enine kesitleri ise arayüzeye olabilecek en yakın mesafeden alınmıştır. Burada dikkat edilmesi gereken husus kesme esnasında numunede herhangi bir yapı değişiminin oluşmasını engellemektir. Keski kullanarak yapılan kesme işlemlerinde yapıda bozulmalar olabilir. Prensip olarak, numune yapısında minimum yapı değişimi yapan ve en az ısı oluşturan kesme tekniğinin kullanılması gerekmektedir.

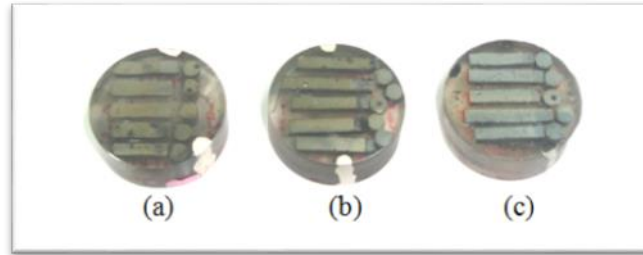
Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınından çıkarılan numunenin grafit kalıbı, numuneye zarar vermeyecek şekilde itina ile çıkarıldı. Numune bir yüzeyinden boyuna parlatılarak arayüzeyin yeri tespit edildi. Daha sonra kesme robotu yardımıyla arayüzeye en yakın katı ve sıvı bölgelerinden parçalar düşük hızda kesildi. Aynı işlem üretilen her bir numune için tekrarlandı. Enine ve boyuna kesitleri alınan numuneler, kalıplamaya ve zımparalamaya hazır hale getirilmiş oldu.

Bu çalışmada enine ve boyuna kesitleri alınan numuneler soğuk kalıplama yöntemi kullanılarak epoksi-resin ile kalıplandı. Numunenin boyutlarına uygun, plastikten yapılmış kalıplar içine numuneler yerleştirildi. Numune, üzerine kalıplama için hazırlanan epoksi-resin karışımının dökülmesi esnasında kaymaması için sabitlendi. Epoksi ve sertleştirici 7/1 oranında karıştırılarak kalıba döküldü ve sertleşmeye bırakıldı. Epoksi-resin yaklaşık 8 saat içerisinde sertleşti. Bu süre sonunda kalıp etrafındaki plastik çıkartılarak zımparalamaya hazır hale getirildi.

Şekil 3.19’da Bridgman kontrollü katılaştırma fırınından çıkarılan numunenin grafit kalıptan çıkarılması, arayüzeyin belirlenmesi, arayüzeyden boyuna ve enine kesitlerin alınması ve epoksi-resin ile kalıplanması sürecinin fotoğrafı verilmiştir. Hem boyuna hem de enine kesilen ve epoksi-resin ile kalıplanan her bir alaşım sistemin fotoğrafı Şekil 3.20’de verilmektedir.



Şekil 3.19. Numune kalıbının oluşturulmasından epoksi-resin ile kalıplanması sürecine kadar ki her bir aşamanın gösterimi



Şekil 3.20. Epoksi-resin ile kalıplanarak metalografik işlemlere tabi tutulan her bir ötektik alaşımın enine ve boyuna kesitleri

(a) Al-2Mn-5Fe, (b) Al-2Mn-5Si (c) Al-2Mn-5Cu

3.2.3.2. Numunelerin zımparalanması

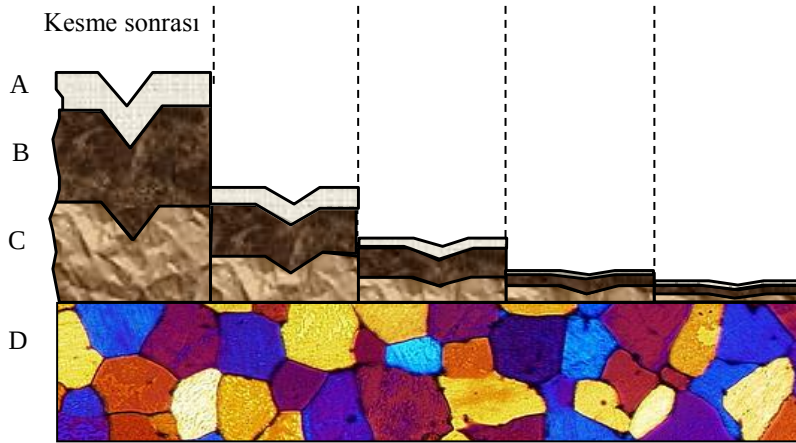
Numunelerin zımparalanması silisyum karbür (SiC) taneleri ve magnetit tozu içeren zımpara kâğıtlarıyla yapıldı. Zımpara kâğıtlarında birim alana düşen tane sayısı (grid) arttıkça mikron cinsinden tane boyutu azalmaktadır. 80-600 gridler kaba, 800-2500 gridler ise ince zımpara olarak sınıflandırılmaktadır.

Numuneler, 80 gridlik zımpara kâğıdından başlayarak 2500 gride kadar, kabadan inceye doğru kademeli olarak zımparalandı. Numunelerin zımparalanmasında kullanılan bazı zımpara kâğıtlarının fotoğrafı Şekil 3.21’de verilmektedir.



Şekil 3.21. Numuneleri zımparalamada kullanılan bazı zımpara kâğıtları

Her bir numune kaba zımparalarla 10-15 dakika, ince zımparalarla ise 20-25 dakika süreyle zımparalandı. Numune yüzeyinde zımparalama işlemiyle oluşan şekil değişikliğinin şematik gösterimi Şekil 3.22’te verilmektedir.



Şekil 3.22. Kesme robotu ile kesilmiş numunedeki yüzey durumu (A, B, C tabakaları zımparalama işlemiyle oluşan şekil değişikliklerini D ise orijinal içyapıyı göstermektedir) [98].

3.2.3.3. Numunelerin parlatılması

Zımparalama ve parlatma işlemleri Struers TegraPol-15 tipi otomatik parlatma robotu ile yapıldı. Otomatik parlatma robotunun fotoğrafı Şekil 3.23’te verilmiştir. Öncelikle parlatma robotun disklerine farklı tane büyüklüklerine sahip zımparalar takıldı. Cihazın su modu açılarak numunelere sulu zımparalama yapması sağlandı. Böylelikle numunenin hem ısınması engellendi hem de homojen bir temas sağlandı.

Zımparalamanın düzgün ve itinalı yapılması fotoğraf çekmede odaklama kolaylığı sağlamaktadır. Her bir zımparalama kademesinden sonra numune yüzeyinin düz olmasına ve derin çiziklerin giderilmiş olmasına dikkat edildi. Daha sonra dönüş hızı ve baskı basınç değeri ayarlanabilen otomatik parlatma robotunun disklerine, parlatılacak numuneye uygun

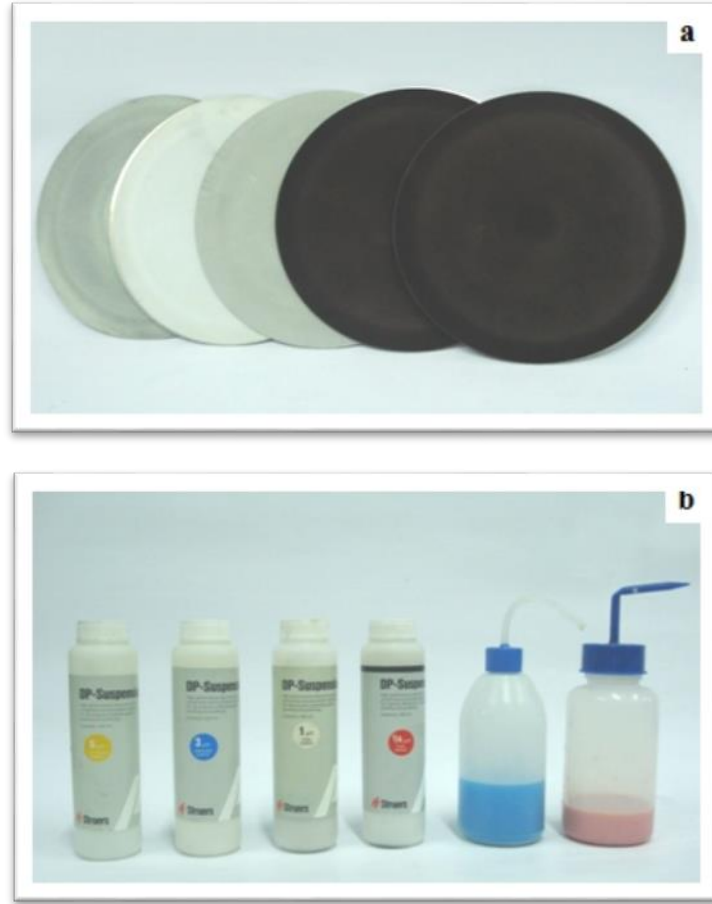
parlatma kumaşları takıldı. Kaba ve ince parlatma için farklı tane büyüklüğüne sahip elmas süspansiyonlar kullanıldı.

Parlatma işleminde kullanılan elmas süspansiyonlar sırasıyla 6 μm , 3 μm , 1 μm , 0.25 μm ve 0.05 μm tane büyüklüğüne sahip elmas çözeltilerdir. Parlatma sırasında her bir elmas süspansiyon için ayrı metal diskler üzerine yapıştırılmış parlatma kumaşları kullanıldı. Numune ile parlatma kumaşı arasında yumuşak bir temas sağlamak ve nem miktarını ayarlamak amacıyla parlaticı ile birlikte Struers Depif yağlayıcı (lubrikant) kullanıldı. Parlatma sırasında disk dönerken nem azaldıkça, numune yüzeyine parlaticı çözeltiler yapışabilmekte ve yüzeyde leke oluşturabilmektedir. Disk üzerindeki kumaşın kurumaması için zaman zaman çözelti veya yağlayıcı ilavesi yapıldı.



Şekil 3.23. Otomatik parlatma robotu

6 μm , 3 μm ve 1 μm 'lik parlatma çözeltileri kullanılırken numune üzerine her numunede farklı olmak üzere kuvvet (20-50 N) uygulandı. 0.25 μm ve 0.05 μm 'lik parlatma çözeltileri kullanılırken uygulanan kuvvetin büyüklüğü azaltıldı. Numuneler her bir çözelti ile ortalama 5-10 dakika parlatıldı. Parlatma sırasında elmas çözeltinin disk üzerinde homojen dağılmasına dikkat edildi. Her aşama sonunda numune bol damıtık su ile yıkandı. Numunelerin parlatılmasında kullanılan parlatma kumaşları ve parlatma süspansiyonları Şekil 2.24'te verilmektedir.



Şekil 3.24. Numunelerin parlatılmasında kullanılan
(a) Kumaşlar ve (b) Süspansiyonlar

0.05 μm 'lik çözelti ile yapılan parlatma kademesinin sonunda disk üzerine saf su sıkılarak numune iyice temizlendi. Artık numune yüzeyi dağlanmaya hazır duruma gelmiştir. Tablo 3.1'de bu çalışmada kullanılan çözelti ve kumaşların özellikleri verilmektedir.

Tablo 3.1. Parlatmada kullanılan çözelti ve kumaşlar

Çözeltinin Tane Büyüklüğü	Çözeltinin Özelliği	Parlatma Kumaşı	Kullanılan Yağlayıcı
6 μm	Struers Elmas Çözelti Monokristal, Samex	Struers Polifloc3 200 mm çapında	Struers Depif Mavi renkli
3 μm	Struers Elmas Çözelti Monokristal, Samte	Struers Polifloc3 200 mm çapında	Struers Depif Mavi renkli
1 μm	Struers Elmas Çözelti Monokristal, Samno	Struers Polifloc3 200 mm çapında	Struers Depif Mavi renkli
0.25 μm	Struers Elmas Çözelti Polikristal, Sapuq	Struers Policel2 200 mm çapında	Struers Depif Mavi renkli
0.05 μm	Struers Alümina Çözelti	Struers Policel2 200 mm çapında	Damıtık Su

Her malzemenin parlatılması birbirinden farklılıklar gösterebilmektedir. Yumuşak malzemenin parlatılması sürecinde malzemenin taneleri parlatılan yüzeye yapışarak yapıyı kapatmaktadır. Dolayısıyla her bir parlatma kademesinde yüzeyde oluşan tabakanın

temizlenmesi gerekmektedir. Sert malzemelerde ise parlatma esnasında üzerine oldukça yüksek (50 N) bir kuvvet uygulamak gerekmektedir.

3.2.3.4. Numunelerin dađlanması

Her ne kadar parlatma sonucunda numunenin yüzeyi düzgün, pürüzsüz ve ayna gibi parlak olsa da numune yüzeyinde kontrast oluşturmada inceleme yapmak mümkün değildir. Mikroyapı analizi için numunenin dađlanması gerekmektedir. Dađlama sonucunda mikroyapı karakteristikleri ortaya çıkarılır. Metalografide iki çeşit dađlama vardır: elektrolitik dađlama ve kimyasal dađlama. Elektrolitik dađlama ile yüzeyden atom tabakaları atılır. Bunun için belirli bir enerjiye ihtiyaç vardır. Bu enerji, ısı veya yüksek voltaj uygulanarak sağlanabilir [98]. Kimyasal dađlama ise numunenin yüzeyine uygun bir çözelti uygulanarak yapılmaktadır. Dađlama işleminde en önemli nokta metalik malzeme için uygun dađlama çözeltisini seçmektir.

Bu çalışmada, numunelerin tane sınırlarını ve mikroyapı özelliklerini ortaya çıkarmak için numune yüzeyine uygun bir reaktif tespit edilerek kimyasal dađlama tekniđi uygulandı. Kimyasal dađlama işlemi; yüzeyi istenen kalitede temizlenmiş ve pürüzsüz hale getirilmiş numunenin, dađlama çözeltisine uygun sürelerde daldırılmasıyla yapılmaktadır. Dađlama işlemi sonunda parlatılmış yüzey, çözeltinin etkisiyle renk deđiştirir ve donuklaşır. Dađlamanın yeterli olup olmadığına mikroskopla numuneye bakılarak karar verilir. Dađlama neticesinde katı bölge matlaşırken sıvı bölge sedefsi bir renge dönüşür. Dađlama, tane sınırlarının açığa çıkarılması, fazların tayin edilmesi ve dislokasyonların belirlenmesi gibi durumlarda yapılmaktadır [98]. Şekil 3.25’de farklı katılaşıma şartlarında üretilen numunelerin dađlanmasında kullanılan bazı kimyasal dađlama malzemelerinin fotoğrafları verilmiştir.



Şekil 3.25. Numunelerin dađlanmasında kullanılan bazı dađlama malzemeleri

3.2.4. Mikroyapıların gözlenmesi

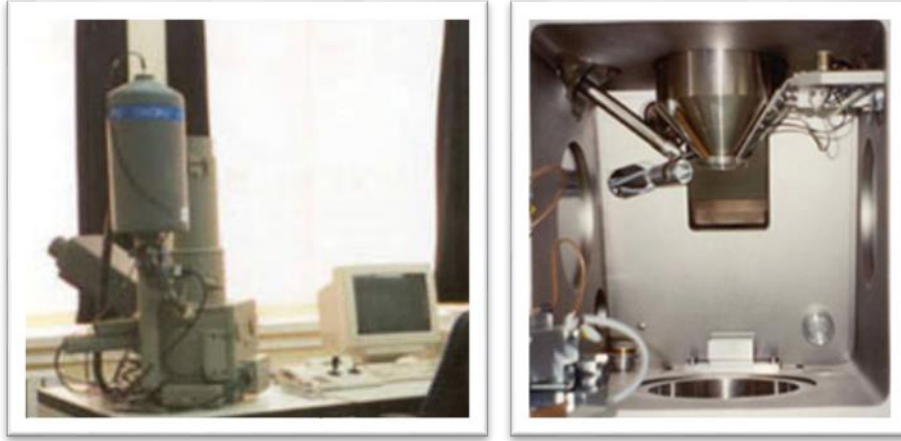
Üretilen her bir numunenin uygun bölgelerinden kesitler alınıp soğuk kalıplama yöntemiyle kalıplandıktan sonra metalografik işlemlere tabi tutuldu ve uygun dağılayıcılarla dağıldı. Üretilen her bir numunenin mikroyapı fotoğrafları öncelikle optik görüntü sistemiyle daha sonra taramalı elektron mikroskopuyla (SEM) çekildi.

İlk olarak bütün numunelerin yüzeyi incelenerek oluşan ötektik mikroyapıların fotoğrafları optik mikroskopla farklı büyüklükteki objektiflerle ($\times 2.5$, $\times 5$, $\times 10$, $\times 20$, $\times 50$, $\times 100$ ve $\times 200$) çok sayıda (enine ve boyuna kesitten) çekildi. Ötektik mikroyapı mesafelerinin doğru bir şekilde tayin edilebilmesi için optik mikroskopun büyütme ölçeğinin bilinmesine dolayısıyla da düzeltme çarpanının bilinmesine ihtiyaç vardır. Düzeltme çarpanını hesaplayabilmek için 1 mm'lik bir mikrometre (gratikula) kullanıldı. Mikrometrenin fotoğrafı, mikroyapı fotoğraflarının çekilmiş olduğu objektif ile çekildi. Mikrometrenin ve mikroyapının fotoğrafları bilgisayar bağlantılı Olympus DP12 tipi dijital kamera monte edilmiş Olympus BX51 tipi optik ışık mikroskopundan oluşan görüntü sistemi vasıtasıyla çekildi. Görüntü sisteminin fotoğrafı Şekil 3.26'da verilmiştir.



Şekil 3.26. Görüntü sistemi elemanları; optik mikroskop ve CCD kamera

Numunelerin SEM fotoğraflarının çekilmesinde LEO 440 marka bilgisayar kontrollü dijital taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanıldı. Bu mikroskop, 40 kV hızlandırma voltajlı ve Secondary - Backscattered elektron detektörüne sahip $\times(5-300\ 000)$ kat büyütme kapasitelidir. Ayrıca farklı fazların tane yönelimini tespit edebilme özelliği bulunmaktadır. Şekil 3.27'de kullanılan SEM mikroskopunun fotoğrafı verilmektedir.

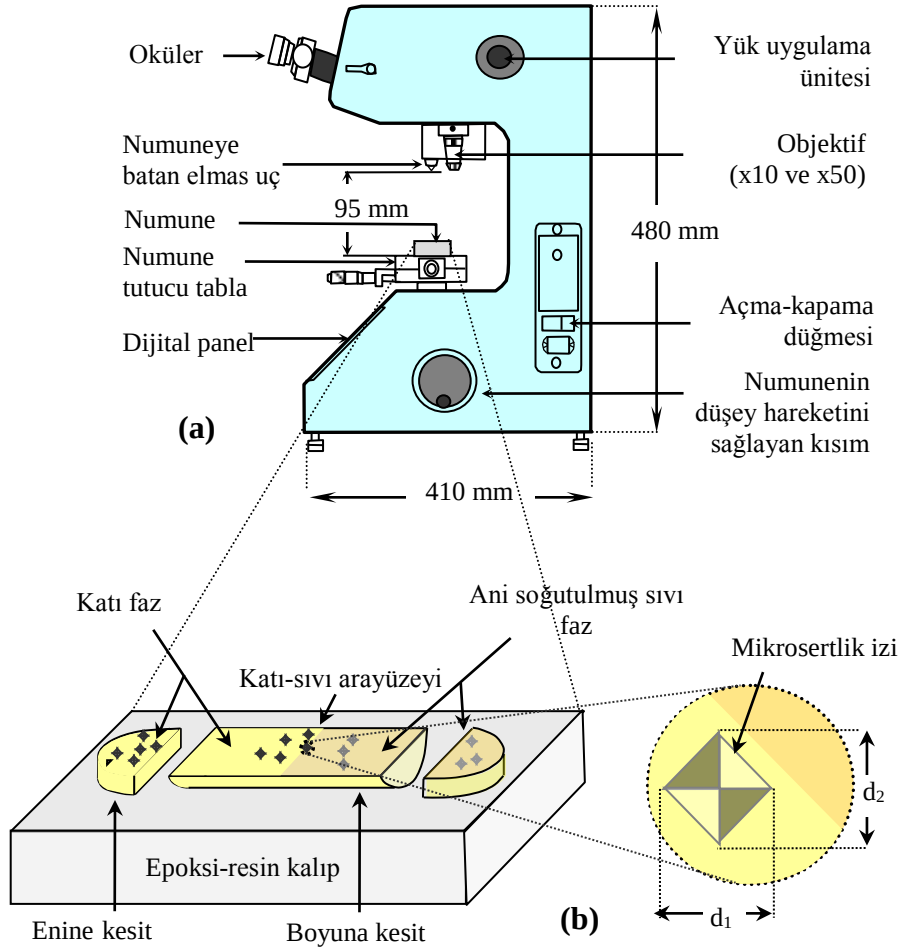


Şekil 3.27. Taramalı elektron mikroskobunun (SEM) dıştan ve içten görünüş fotoğrafları

SEM ile fotoğraf çekimine geçmeden önce, parlatılmış ve dağlanmış olan numuneler, elektron demetinin yüzeyden daha iyi saçılması ve görüntünün daha iyi kontrast ve netliğe sahip olması için kaplama ünitesinde yüzeyleri yaklaşık 10-40 nm inceliğinde gümüş tabaka ile kaplanarak vakum altına alındı. Bu işlemten sonra gümüş tabaka ile kaplanmış numuneler, SEM'in vakum haznesi içindeki numune tablası kısmına yerleştirilerek numunelerin uygun bölümlerinden farklı büyütmelerde fotoğrafları çekildi.

3.3. Mikrosertlik Değerlerinin Ölçülmesi

Numunelerin mikroyapı fotoğrafları optik görüntü sistemi ve SEM mikroskobuyla çekildikten sonra mikrosertlik ölçümlerine geçildi. Mikrosertlik ölçümlerinde, şematik yapısı Şekil 3.28'de verilen Future Tech FM-700 model dijital mikrosertlik ölçüm cihazı kullanılmıştır. Bu cihaz 10 g, 25 g, 50 g, 100 g, 200 g, 300 g, 500 g ve 1000 g'lık yük uygulayabilen, %5 hassasiyette ölçüm alabilen ve elektronik olarak mikrosertlik değerini kendisi hesaplayabilen bir cihazdır. Kendi üzerinde fotoğraf çekme ünitesi olup $\times 200$, $\times 500$ ve $\times 1000$ büyütme değerlerindeki objektiflerle fotoğraf çekebilme özelliklerine sahiptir.



Şekil 3.28. (a) Mikrosertlik ölçüm cihazının şematik gösterimi, (b) Numune üzerinde cihazın bıraktığı izin detayları.

Beş farklı katılaştırma hızında katılaştırılan numuneler sırasıyla ölçüm cihazına bağlanarak, her bir numunenin enine kesitinden ve boyuna kesitinin katı-sıvı arayüzeyine yakın katı kesitinden 8-12 adet mikrosertlik ölçümleri alınmıştır. Ölçülen mikrosertlik değerleri kullanılarak, katılaştırma hızının (V) ve mikroyapı parametresi (λ_E) değerleri ile mikrosertlik (HV) değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar elde edilmiştir. Elde edilen ölçüm sonuçları grafiklerle 4. Bölüm’de verilecektir.

3.4. Çekme-Dayanım Değerlerinin Ölçülmesi

Beş farklı hızda katılaştırılan numunelerin her birinden ikişer adet yapılmıştır. Çünkü çekme-dayanım testi için en az 50 mm uzunluğunda düzgün katılaşmış kesite ihtiyaç duyulmuştur. Böylece mikroyapı belirlenmesi ve elektriksel özellikler için ilk numune kullanılırken aynı şartlar altında katılaştırılan ikinci numuneler çekme-dayanım testi için kullanılmıştır.

Farklı katılaştırma hızlarında hazırlanan 4 mm çaplı ve en az 50 mm uzunluğundaki kontrollü katılaştırılmış numuneler Shimadzu marka çekme-dayanım cihazının çeneleri arasına sıkıca yerleştirildikten sonra 20 mm/dak hızlarında çekilerek gerilme-uzama eğrileri elde edilmiştir. Böylece elde edilen eğrilerden her bir numunenin çekme-dayanım değeri belirlenerek katılaştırma hızı ve mikroyapıyla değişimi tanımlanmıştır. Elde edilen ölçüm sonuçları grafiklerle Bölüm IV’de verilecektir.

3.5. Elektriksel Özdirenç Değerlerinin Ölçülmesi

Hazırlanan ötektik kompozisyondaki her bir alaşımın mikroyapıya bağlı elektriksel özdirenç değerlerinin ölçümünde dört nokta iletkenlik ölçüm metodu kullanılmıştır. Ölçümler için Şekil 3.29’da görülen Keithley 2400 marka programlanabilir güç kaynağı, Keithley 2700 marka multimetre ve Protherm marka kül fırınından faydalanılmıştır.

Ölçümlerde gümüş tellerin çubuk şekilli numunelere doğrudan teması sağlandı. Ölçümler, her bir numune için oda sıcaklığında 0.1 s’de bir 100 ölçüm alınarak yapıldı. Elde edilen ölçüm sonuçları grafiklerle 4. Bölüm’de verilecektir.



Şekil 3. 29. a) Keithley 2700 marka multimetre
b) Keithley 2400 marka programlanabilir güç kaynağı c) Protherm marka kül fırını

3.6. Entalpi ve Öz Isı Ölçülmesi

Endüstriyel uygulamalar için büyük önem arz ettiğinden dolayı çalışılan malzemelerin entalpileri (ΔH) ve özısı değişimleri (ΔC_p) de belirlendi. Bu işlem için diferansiyel taramalı

kalorimetre (DSC - Perkin Elmer Diamond modeli) kullanıldı. Termal analiz için sabit atmosfer basıncı ve nitrojen soğutması altında 300-780 K sıcaklık aralığı, 10 K/dak. ısıtma hızı değerleri kullanıldı. Elde edilen ölçüm sonuçları grafiklerle 4. Bölüm’de verilecektir.

4. BÖLÜM

DENEYSEL SONUÇLAR

4.1. Giriş

Bu bölümde Al-2Mn-5X [X=Fe, Si, Cu (ağ.)] alaşım sistemleri için yapılan kontrollü katılaştırma deneylerinden elde edilen mikroyapılardan, ötektik ve dendritik mesafe ölçümleri yapılarak bu sonuçların katılaştırma parametreleri olan sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızına göre değişimleri incelenmiş, sonuçlar grafiklerle verilmiştir.

Ayrıca bu bölümde Al-2Mn-5X [X=Fe, Si, Cu (ağ.)] alaşım sistemlerinin elektriksel, termal ölçümleri ve farklı katılaştırma şartlarında üretilen her bir numunenin mikrosertlik ve çekme dayanım ölçümleri yapılarak elde edilen sonuçlar grafiklerle verilmiştir.

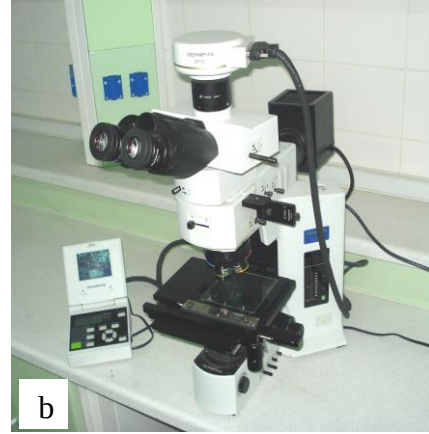
4.2. Mikroyapıların Gözlenmesi Mikroyapı Parametrelerinin Ölçümü

4.2.1. Al-2Mn-5Fe

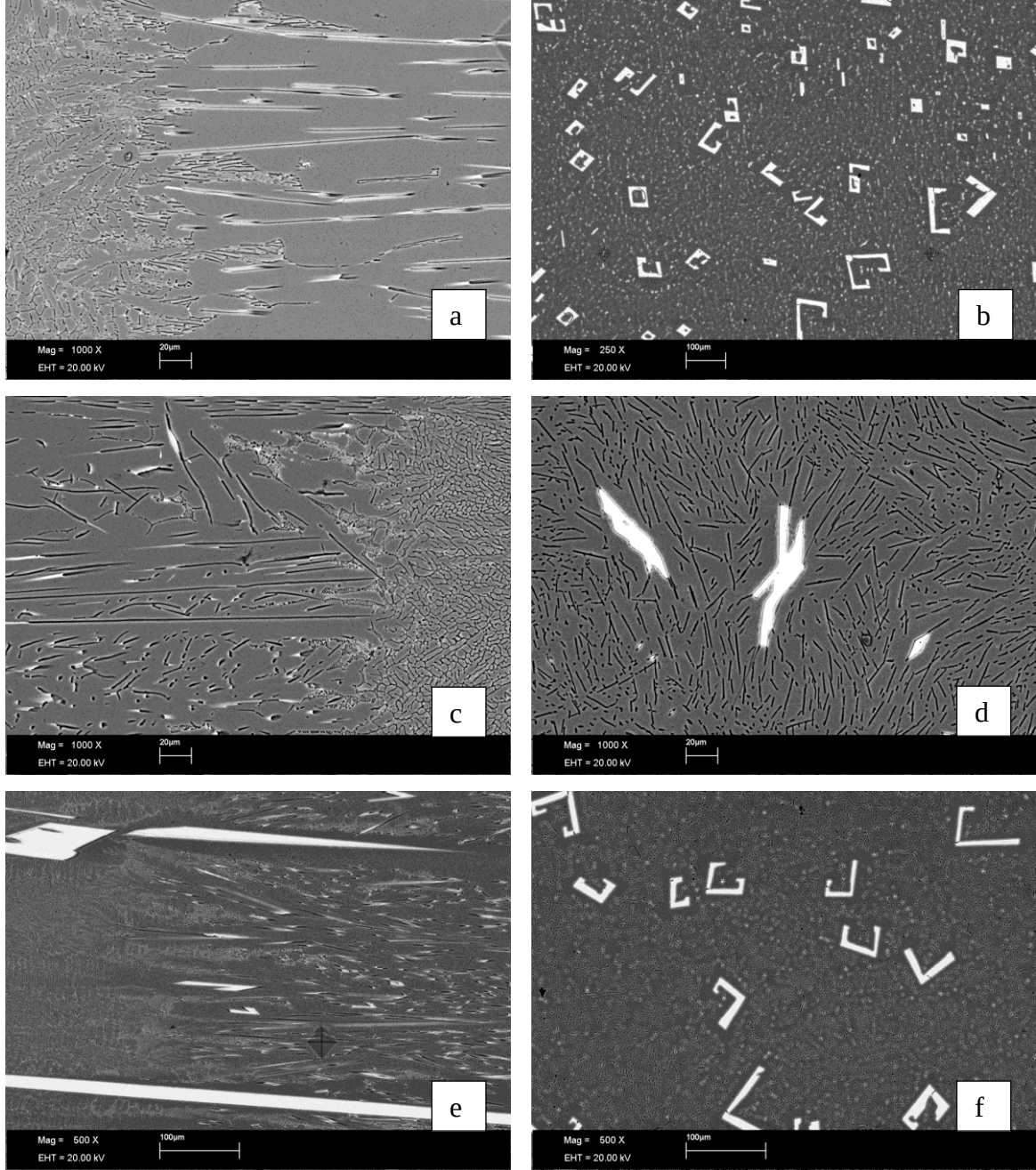
Farklı katılaştırma parametrelerine sahip olarak üretilen numuneler epoxy-resin ile kalıplanarak (Şekil 4.1) Struerz parlatma robotu (Şekil 4.2a) ile zımparalama ve parlatma gibi metalografik işlemlere tabi tutulduktan sonra Al-2Mn-5Fe üçlü alaşımına uygun dağlayıcıyla dağlanmıştır. Dağlama işleminden sonra katı-sıvı arayüzeyinde oluşan mikroyapıyı gözlemleyebilmek için görüntü analiz sistemleriyle fotoğrafları çekilmiştir. Görüntü analiz sistemleri dizüstü bilgisayar bağlantılı Olympus DP12 tipi dijital kamera monte edilmiş Olympus BX51 tipi optik ışık mikroskobu (Şekil 4.2b) ve LEO 440 marka bilgisayar kontrollü dijital taramalı elektron mikroskobundan (SEM) oluşmaktadır. Şekil 4.3’de Al-2Mn-5Fe alaşımından gözlenmiş mikroyapıların SEM fotoğrafları, Şekil 4.4’de EDX analizleri verilmiştir.



Şekil 4.1. Epoksi-resin ile kalıplanarak metalografik işlemlere tabi tutulan Al-2Mn-5Fe alaşıımının doğrusal katılaştırılmış numunelerin enine ve boyuna kesitleri fotoğrafları.

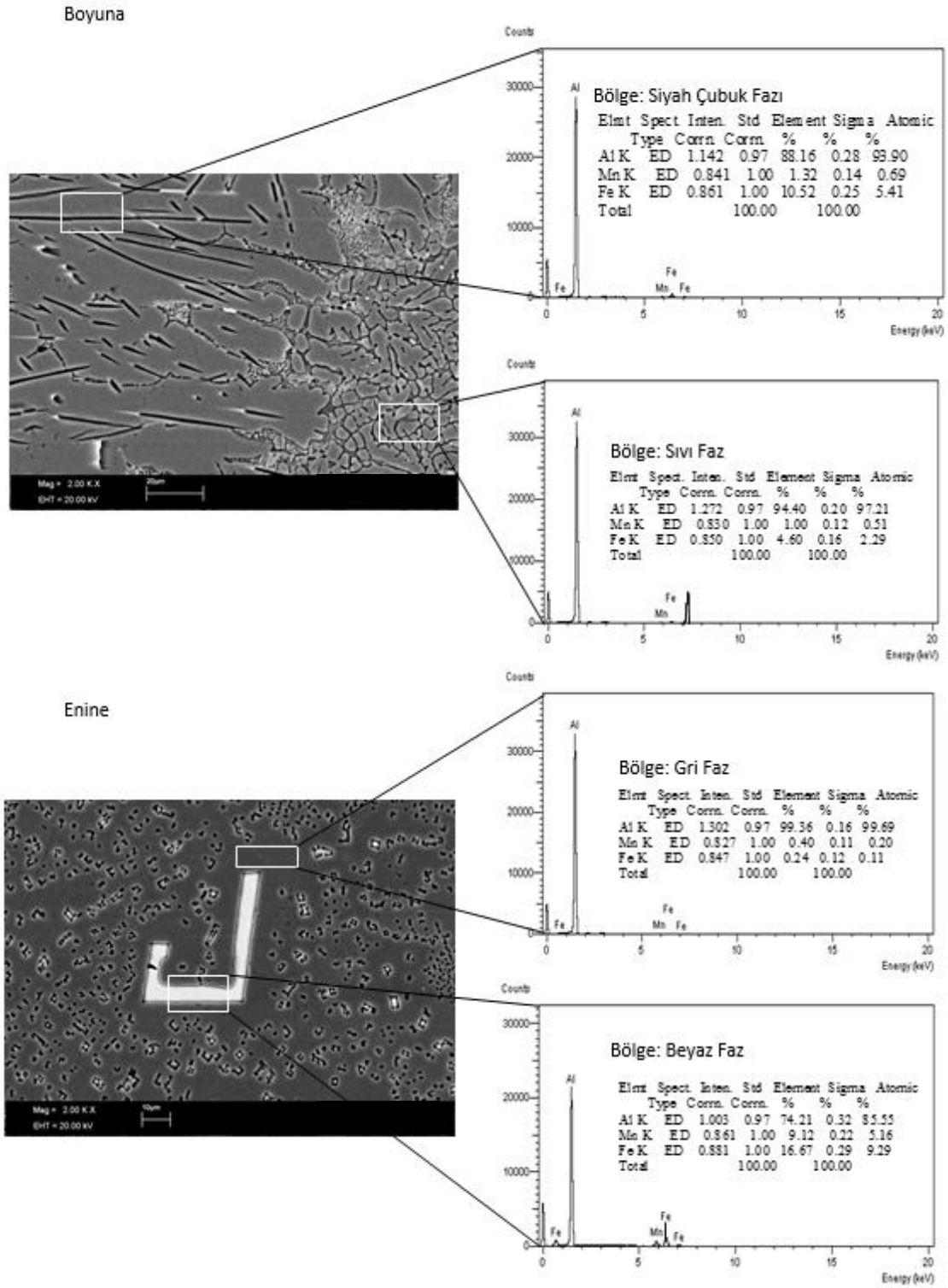


Şekil 4.2. (a) Otomatik parlatma robotu, (b) Optik mikroskop ve CCD kameradan oluşan görüntü sistemi.



Şekil 4.3. Doğrusal katılaştırılmış Al-2Mn-5Fe alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti ($G=6.7$ K/mm) farklı katılaştırma hızlarında ($V=8.3$ - 978 $\mu\text{m/s}$) oluşan mikroyapıların SEM fotoğrafları (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit ($V=8.3$ $\mu\text{m/s}$, $G=6.7$ K/mm), (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit ($V=41.6$ $\mu\text{m/s}$, $G=6.7$ K/mm), (e) Boyuna kesit (f) Enine kesit ($V=978$ $\mu\text{m/s}$, $G=6.7$ K/mm).

Her bir numunenin SEM fotoğrafları çekildikten sonra bu fotoğraflarda belirginleşen fazların kimyasal bileşim analizleri (EDX) yapılmıştır. Yapılan bu analizler sonucunda Şekil 4.3’de verilen mikroyapı fotoğraflarından Al-2Mn-5Fe alaşımının, ana faz üzerinde çubuksal ötektik yapısının büyüdüğü gözlenmiştir. Yapılan EDX analizleri sonucunda Şekil 4.4’de gösterildiği gibi bu fazların;



Şekil 4.4. Al-2Mn-5Fe alaışımının kimyasal bileşim analizi (EDX).

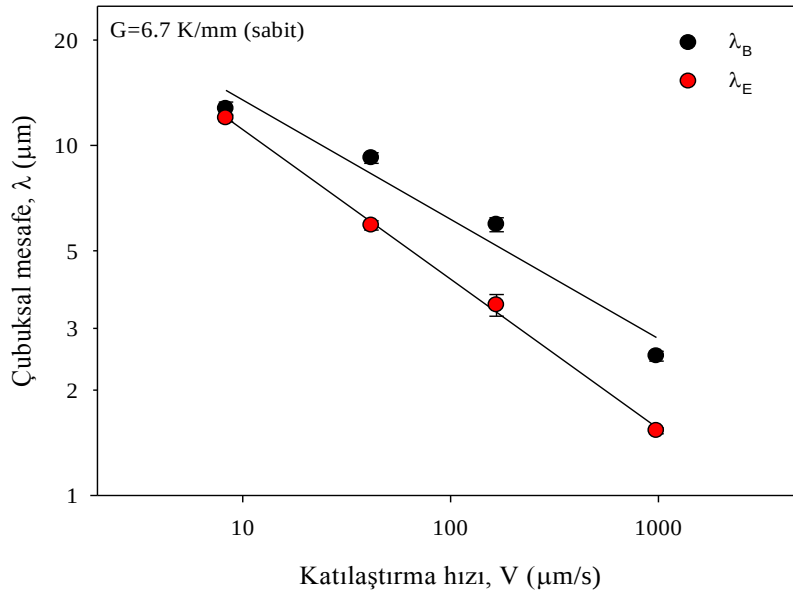
- Siyah çubuk fazı
- Sıvı Faz
- Gri Faz
- Beyaz Faz

olduğu belirlenmiştir.

4.2.1.1. Mikroyapı Parametresi ile Kontrol Parametreleri Arasındaki İlişki

Çubuksal mesafe ölçümlerinde her bir numunenin hem enine hemde boyuna kesitinden ayrı ayrı ölçümler alınarak ortalama değerler hesaplanmıştır. Elde edilen bu değerler kullanılarak katılaştırma parametreleri ile çubuksal (ötektik) mesafe değerleri arasındaki ilişkilerin logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bu kapsamda Al-2Mn-5Fe üçlü alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti, farklı katılaştırma hızlarında üretilen numunelerden ölçülen çubuksal mesafe değerleri ve bu değerler kullanarak lineer regresyon yöntemiyle tespit edilen parametreler arası bağıntılar Tablo 4.1’de verilmiştir.

Her bir katılaştırma parametresine bağlı olarak, çubuksal mesafelerin (λ_E , λ_B) grafikleri verilmiştir. Grafiklerden de görüleceği gibi katılaştırma hızının (V) artması ile mikroyapı parametre değerleri azalmaktadır.



Şekil 4.5. Çubuksal mesafelerin katılaştırma hızı ile değişimi.

4.2.1.2. Mikrosertlik

Mikrosertlik değerleri Future-Tech marka FM-700 model dijital mikrosertlik test cihazı ile ölçülmüştür. Bu cihaz 1 gr, 5 gr, 10 gr, 50 gr, 100 gr, 300 gr, 500 gr ve 1000 gr yük uygulayabilme, %5 hassasiyette ölçüm alabilme, elektronik olarak sertlik değerini hesaplayabilme ve x10, x50 büyütme değerlerinde objektiflerle fotoğraf çekebilme özelliklerine sahiptir. Numuneler sırasıyla test cihazına bağlanarak, enine ve boyuna

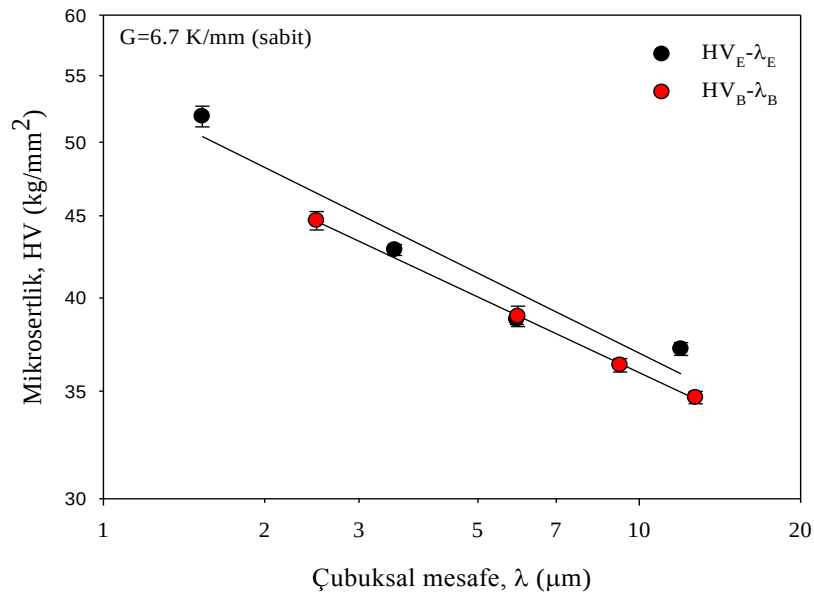
bölgelerinden Vickers yöntemiyle çok sayıda ölçüm alınmıştır. Ölçülen mikrosertlik değerleri ile katılaştırma parametreleri ve mikroyapı parametreleri arasındaki ilişkiler incelenmiştir.

Doğrusal (kontrollü) katılaştırılmış Al-2Mn-5Fe alaşımının mikrosertliğinin, katılaştırma parametrelerine (V) ve çubuksal mesafelere (λ_E , λ_B) bağımlılığı incelenmiş ve lineer regresyon analizi ile tespit edilen bu parametreler arasındaki bağıntılar Tablo 4.1’de verilmiştir.

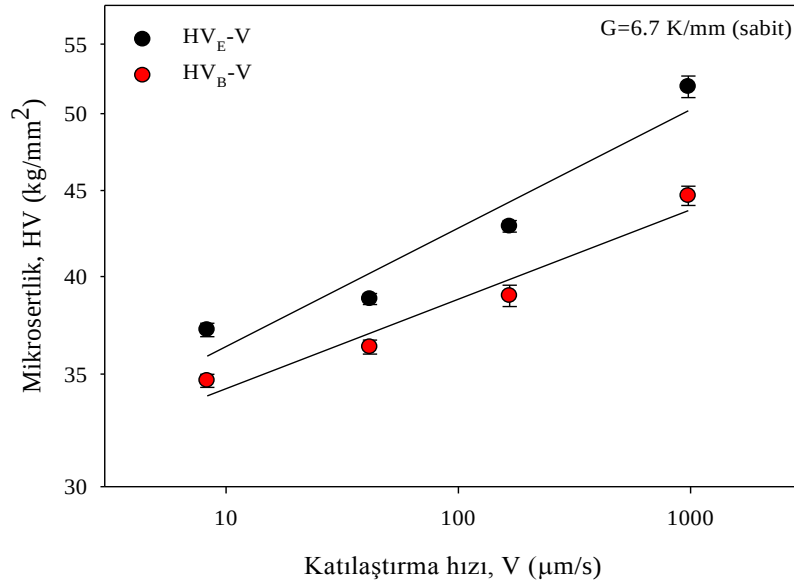
Tablo 4.1. Çubuksal mesafeler ve mikrosertliğin katılaştırma parametrelerine bağımlılığı ve lineer regresyon analizi

Bağıntılar	Sabitler (k)	Korelasyon katsayıları (r)
$\lambda_E = k_1 V^{-0.43}$	$k_1 = 29.65 (\mu\text{m}^{1.43} \text{s}^{-0.43})$	$r_1 = -0.998$
$\lambda_B = k_2 V^{-0.34}$	$k_2 = 29.58 (\mu\text{m}^{1.34} \text{s}^{-0.34})$	$r_2 = -0.979$
$HV_E = k_3 V^{0.07}$	$k_3 = 50.00 (\text{kg mm}^{-2.07} \text{s}^{0.07})$	$r_3 = 0.963$
$HV_B = k_4 V^{0.05}$	$k_4 = 42.85 (\text{kg mm}^{-2.05} \text{s}^{0.05})$	$r_4 = 0.976$
$HV_E = k_5 \lambda_E^{-0.17}$	$k_5 = 17.3 (\text{kg mm}^{-1.83})$	$r_5 = -0.966$
$HV_B = k_6 \lambda_B^{-0.16}$	$k_6 = 17.54 (\text{kg mm}^{-1.84})$	$r_6 = -0.999$

Al-2Mn-5Fe alaşımının mikrosertliğinin, katılaştırma hızı ve çubuksal mesafeler ile değişimi Şekil 4.6 ve 4.7’de görülmektedir. Şekil 4.7’de görüldüğü gibi, mikrosertlik değerleri, sabit bir sıcaklık gradyentinde çubuksal mesafelerin artması ile azalmaktadır. Şekil 4.8’de ise, mikrosertlik değerlerinin, sabit bir sıcaklık gradyentinde, katılaştırma hızı ile değişimi görülmektedir. Katılaştırma hızı arttıkça mikrosertlik değerlerinin arttığı gözlenmektedir.



Şekil 4.6. Mikrosertliğin çubuksal mesafe ile değişimi.

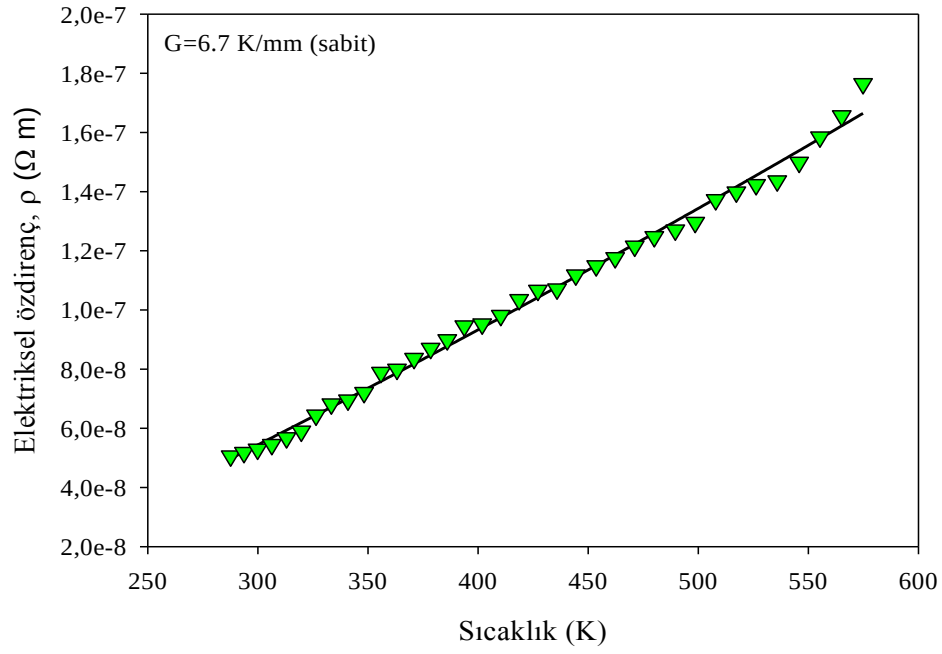


Şekil 4.7. Mikrosertliğin katılaştırma hızı ile değişimi.

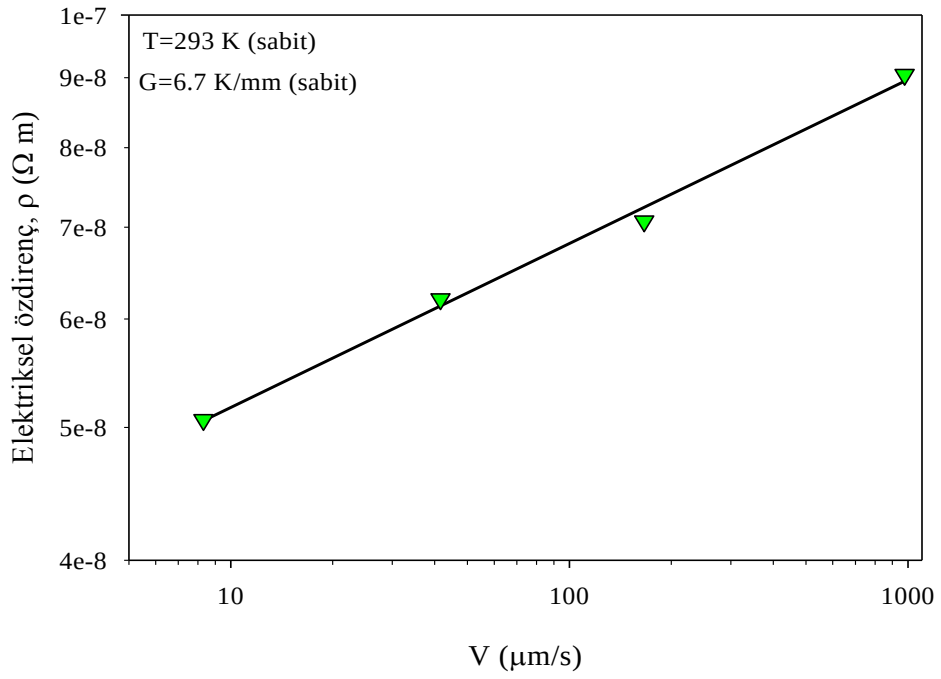
4.2.1.3. Elektriksel Özellikler (özdirenç, iletkenlik katsayısı)

Al-2Mn-5Fe alaşımının elektriksel özdirençlerinin 250-600 °K sıcaklık aralığındaki değişimi standart dc dört nokta yöntemi ile ölçülmüştür.

Al-2Mn-5Fe alaşımının elektriksel özdirencin sıcaklıkla değişimi Şekil 4.8’de görülmektedir. Özdirenç değerleri (280-580 K sıcaklık aralığında) $5.06 \times 10^{-8} - 1.76 \times 10^{-7} \Omega \text{ m}$ aralığında değişmektedir. Şekil 4.9’da elektriksel iletkenliğin katılaştırma hızıyla değişimi görülmektedir.



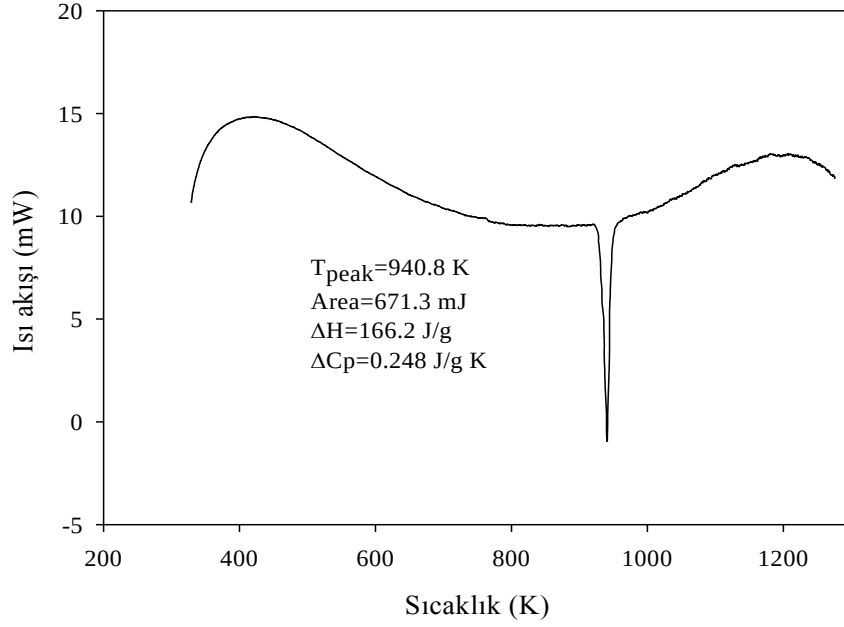
Şekil 4.8. Elektriksel öz direncin sıcaklık ile değişimi.



Şekil 4.9. Elektriksel öz direncin katılaşırma hızı ile değişimi.

4.2.1.4. Termal Özellikler

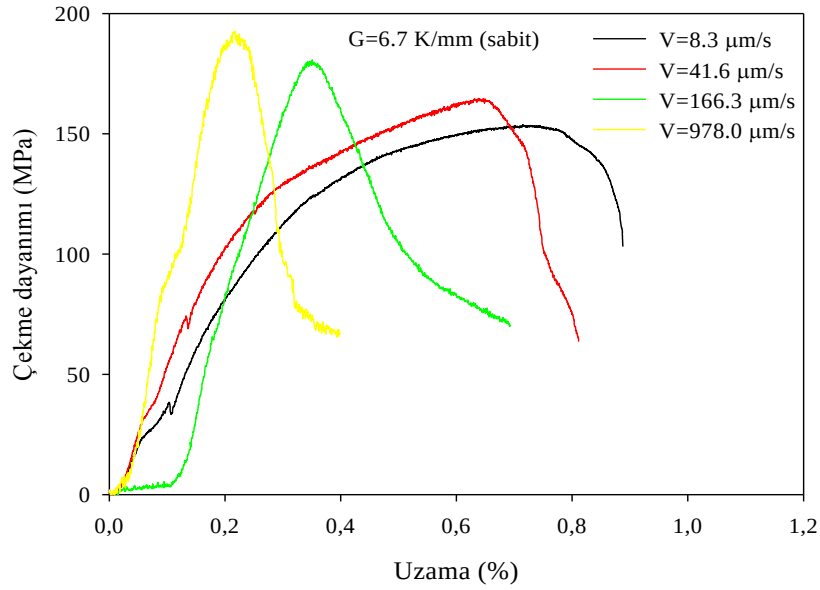
Endüstriyel uygulamalar için çok önemli olduklarından dolayı, entalpi (ΔH) değeri ölçülmüş ve özısı (C_p) değeri hesaplanarak aşağıdaki grafik üzerinde verilmiştir.



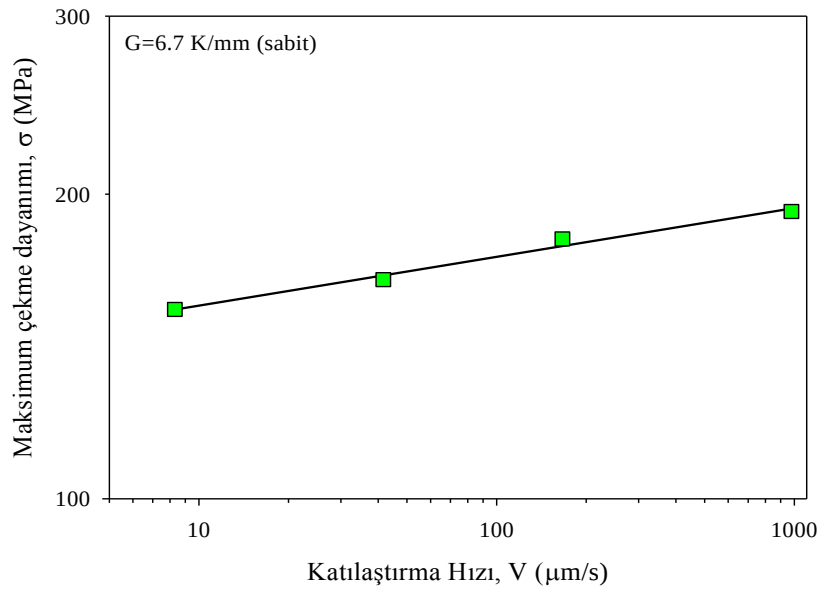
Şekil 4.10. Al-2Mn-5Fe alaşımına ait ısı akışı-sıcaklık eğrisi.

4.2.1.5. Al-2Mn-5Fe Alařımına ait ekme Dayanımı

En yaygın kullanılan mekanik zelliklerden ekme dayanım deęerleri (eęrileri) ve maksimum ekme dayanım deęerleri gerekli cihazlar kullanılarak llmřtr. Bu deęerlerin kontrol parametreleri ile iliřkileri grafikleřtirilmiřtir.



řekil 4.11. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılařtırma hızlarında elde edilen numunelerin ekme dayanımı-Uzama grafięi.

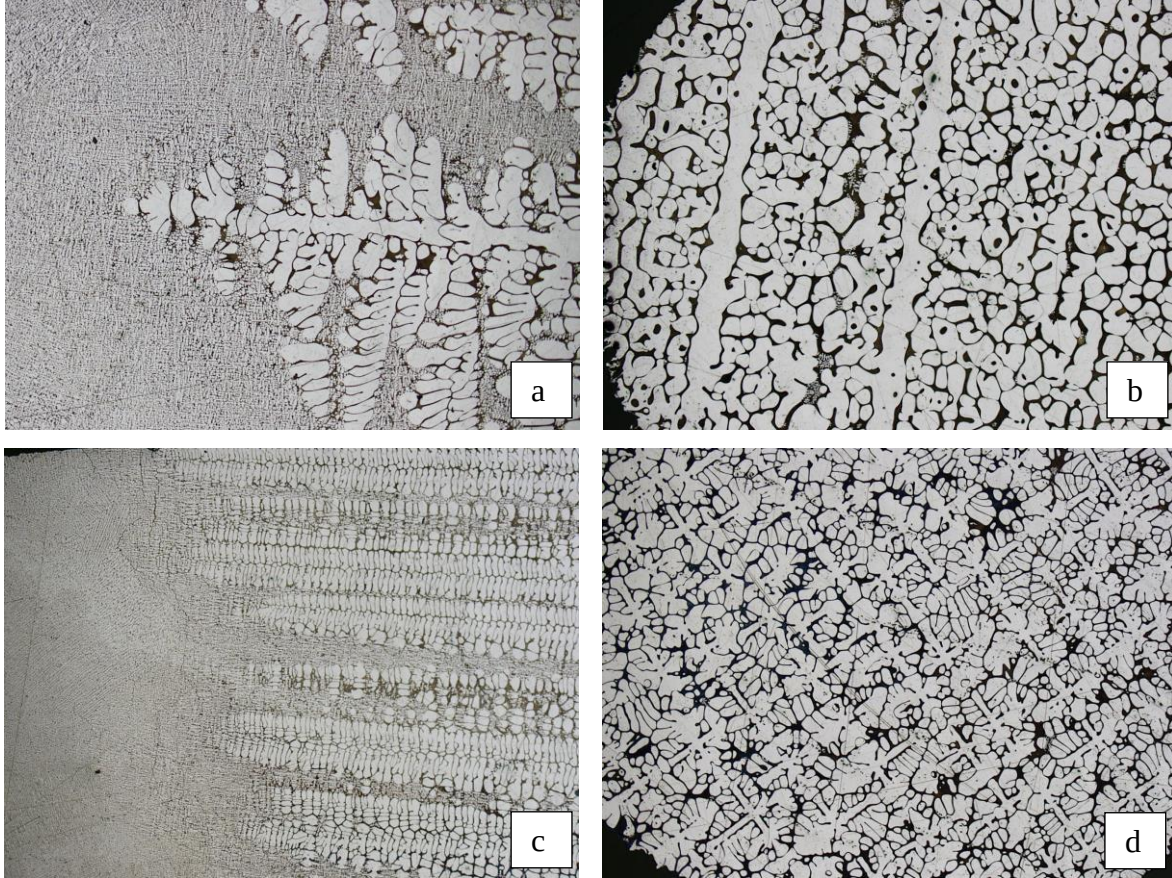


řekil 4.12. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılařtırma hızlarında elde edilen numunelerin Maksimum ekme dayanımı-Katılařtırma hızı grafięi.

4.2.2. Al-2Mn-5Si

4.2.2.1. Mikroyapların Gözlenmesi Mikroyapı Parametrelerinin Ölçümü

Farklı katılaştırma parametrelerine sahip olarak üretilen numuneler epoxy-resin ile kalıplanarak, Struerz parlatma robotu ile zımparalama ve parlatma gibi metalografik işlemlere tabi tutulduktan sonra Al-2Mn-5Si üçlü alaşımına uygun dağlayıcıyla dağlanmıştır. Şekil 4.13'de Al-2Mn-5Si alaşımından gözlenmiş tipik mikroyapıların optik fotoğrafları verilmiştir.



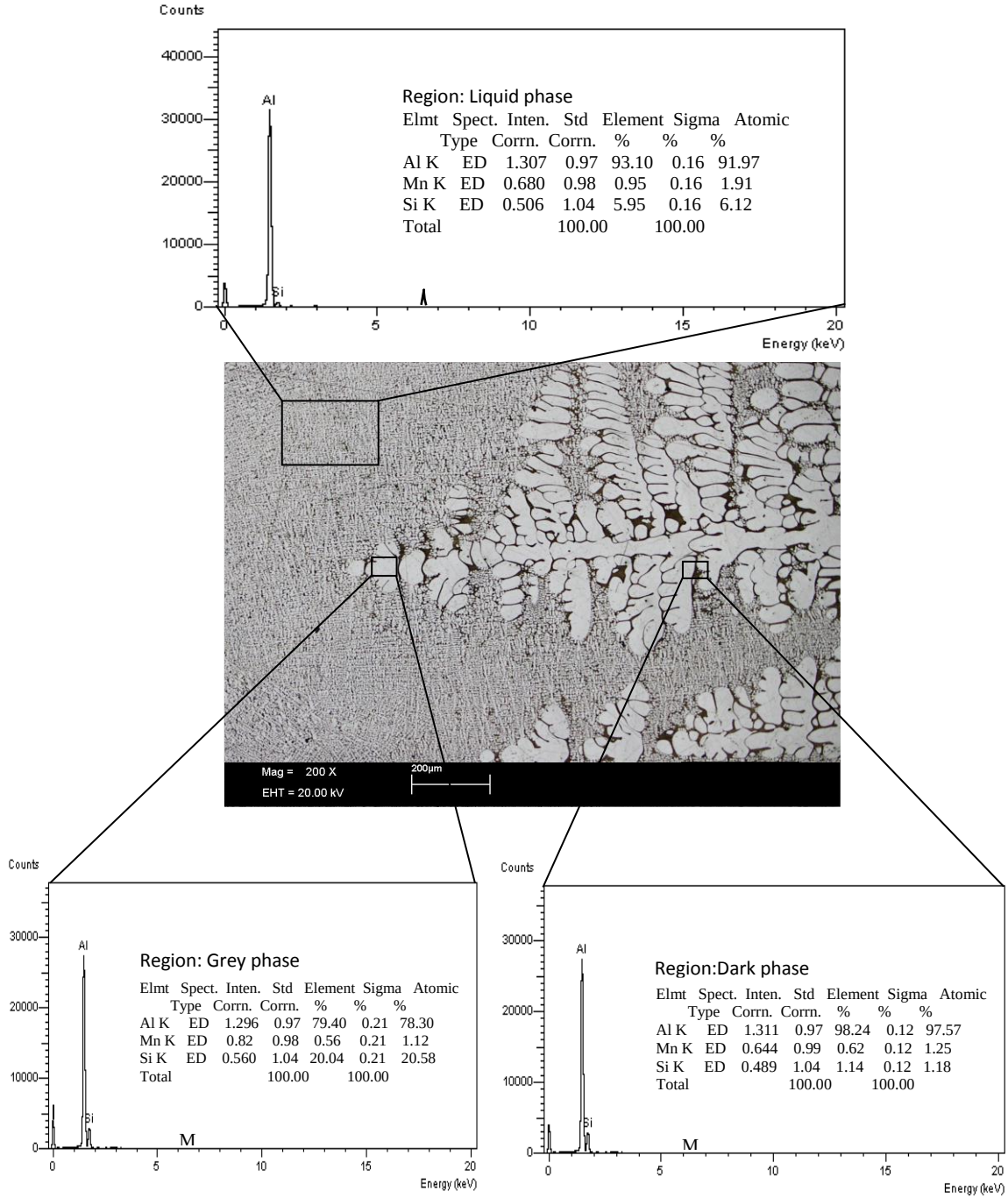
Şekil 4.13. Doğrusal katılaştırılmış Al-2Mn-5Si alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti ($G=4.9$ K/mm) farklı katılaştırma hızlarında ($V=8.3-978$ $\mu\text{m/s}$) oluşan mikroyapıların bazı optik mikroskop fotoğrafları (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit ($V=8.3$ $\mu\text{m/s}$, $G=4.9$ K/mm), (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit ($V=978$ $\mu\text{m/s}$, $G=4.9$ K/mm).

Her bir numunenin optik mikroskop fotoğrafları çekildikten sonra bu fotoğraflarda belirginleşen fazların kimyasal bileşim analizleri (EDX) yapılmıştır. Yapılan bu analizler sonucunda Şekil 4.13'de verilen mikroyapı fotoğraflarından Al-2Mn-5Si alaşımının, sıvı faz üzerinde dendrit yapısının büyüdüğü gözlenmiştir. Yapılan EDX analizleri sonucunda Şekil 4.15'de gösterildiği gibi bu fazların;

- Ani Soğutulmuş Sıvı (quench) Faz
- Gri Faz

- Koyu Faz

olduğu belirlenmiştir. Dendrit mesafe ölçümlerinin daha hassas yapılabilmesi amacıyla sisteme ait mikroyapıların fotoğrafları mikroskopta büyük objektiflerle çekilmiştir. Numunelerin mikroyapılarının çekildiği objektifler numune ebatlarını farklı oranlarda büyütürken görüntülediği için, her bir objektifin düzeltme çarpanı hesaplanmış ve *Adobe Photoshop CS4* programı yardımıyla ölçülen mikroyapı değerleri ile çarpılarak gerçek mikroyapı değerleri tespit edilmiştir.



Şekil 4.14. Al-2Mn-5Si alaşımının kimyasal bileşim analizi (EDX).

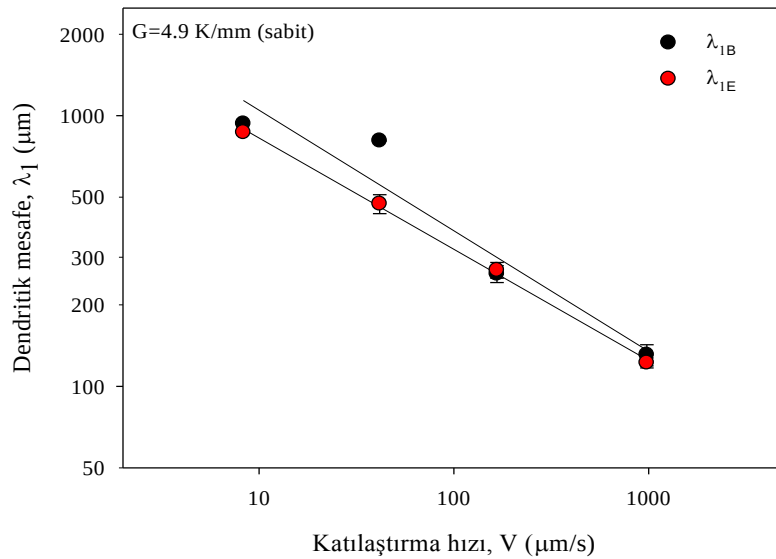
4.2.2.2. Mikroyapı Parametresi ile Kontrol Parametreleri Arasındaki İlişki

Birincil dendrit kollar arası mesafe (λ_1) en yakın iki dendrit gövdesinin merkezden merkeze olan mesafesi olarak bilinir. Fotoğraf üzerindeki toplam birincil kollar arası mesafe, toplam aralık sayısına bölünerek gerçek değerlere yakın mesafeler elde edilmiştir.

$$\lambda_1 = \frac{X}{n_1 - 1}$$

Elde edilen bu değerler kullanılarak katılaştırma parametreleri ile dendritik mesafe değerleri (enine ve boyuna) arasındaki ilişkilerin logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bu kapsamda Al-2Mn-5Si üçlü alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti, farklı katılaştırma hızlarında üretilen numunelerden ölçülen dendritik mesafe değerleri ve bu değerler kullanarak lineer regresyon yöntemiyle tespit edilen parametreler arası bağıntılar Tablo 4.2’de verilmiştir.

Her bir katılaştırma parametresine bağlı olarak, dendritik mesafelerin (λ_1) grafikleri verilmiştir. Grafiklerden de görüleceği gibi katılaştırma hızının (V) artması ile mikroyapı parametre değerleri azalmaktadır.



Şekil 4.15. Dendritik mesafe λ_1 'in katılaştırma hızı ile değişimi.

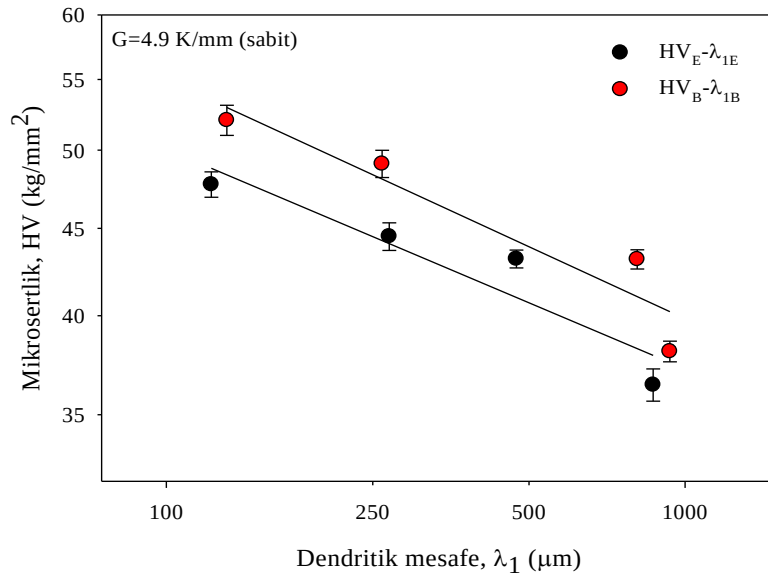
4.2.2.3. Mikrosertlik

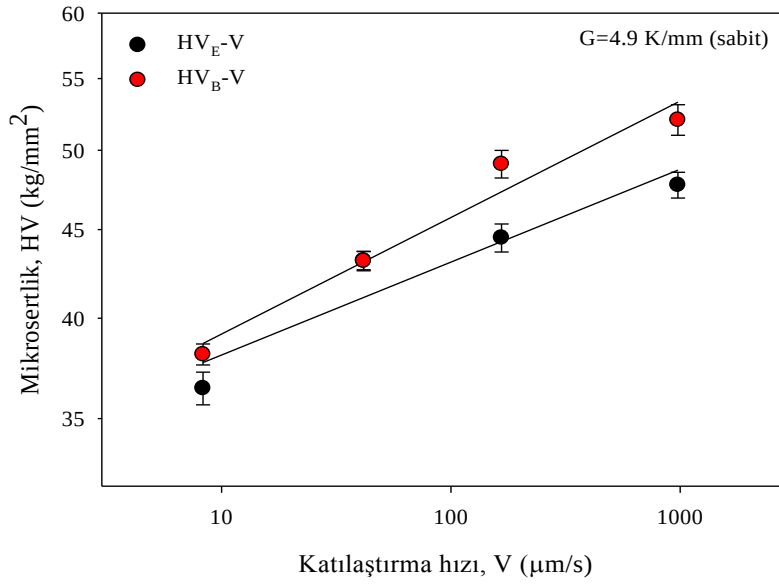
Doğrusal (kontrollü) katılaştırılmış Al-2Mn-5Si alaşımının mikrosertliğinin, katılaştırma parametrelerine (V) ve dendritik mesafelere bağımlılığı incelenmiş ve lineer regresyon analizi ile tespit edilen bu parametreler arasındaki bağıntılar Tablo 4.2’de verilmiştir.

Tablo 4.2. Dendritik mesafeler (λ_E ve λ_B) ve mikrosertliğin katılaştırma parametrelerine bağımlılığı ve lineer regresyon analizi

Bağıntılar	Sabitler (k)	Korelasyon katsayıları (r)
$\lambda_{1E}=k_1V^{-0.41}$	$k_1=2128.14 (\mu\text{m}^{1.41} \text{s}^{-0.41})$	$r_1=-0.998$
$\lambda_{1B}=k_2V^{-0.45}$	$k_2=2917.43 (\mu\text{m}^{1.45} \text{s}^{-0.45})$	$r_2=-0.961$
$HV_E=k_3V^{0.05}$	$k_3=48.53 (\text{kg mm}^{-2.05} \text{s}^{0.05})$	$r_3= 0.947$
$HV_B=k_4V^{0.07}$	$k_4=53.21 (\text{kg mm}^{-2.07} \text{s}^{0.07})$	$r_4= 0.981$
$HV_E=k_5\lambda_{1E}^{-0.13}$	$k_5=37.32 (\text{kg mm}^{-1.87})$	$r_5=-0.936$
$HV_B=k_6\lambda_{1B}^{-0.14}$	$k_6=39.99 (\text{kg mm}^{-1.86})$	$r_6=-0.945$

Al-2Mn-5Si alaşımının mikrosertliğin, katılaştırma hızı ve dendritik mesafeler ile değişimi Şekil 4.16 ve 4.17’de görülmektedir. Şekil 4.16’da görüldüğü gibi, mikrosertlik değerleri, sabit bir sıcaklık gradyentinde dendritik mesafelerin artması ile azalmaktadır. Şekil 4.17’de ise, mikrosertlik değerlerinin, sabit bir sıcaklık gradyentinde, katılaştırma hızı ile değişimi görülmektedir. Katılaştırma hızı arttıkça mikrosertlik değerlerinin arttığı da gözlenmektedir.

**Şekil 4.16.** Mikrosertliğin dendritik mesafe ile değişimi.

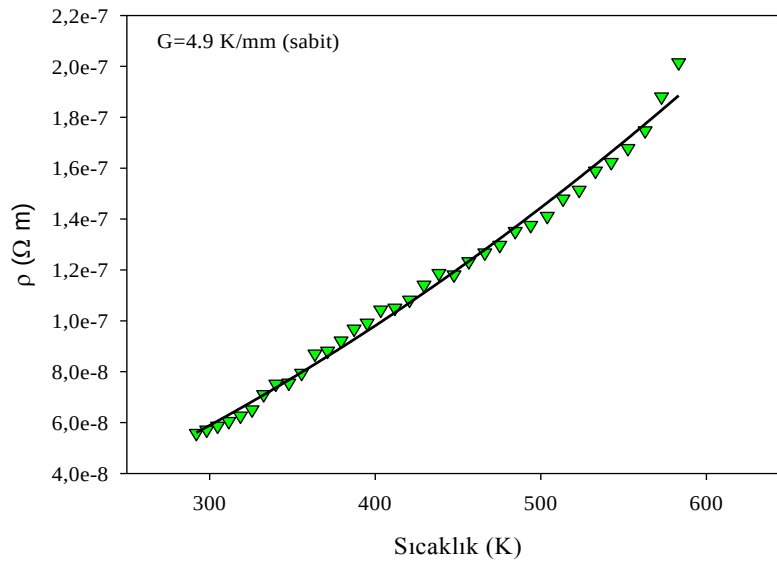


Şekil 4.17. Mikrosertliğin katılaştırma hızı ile değişimi.

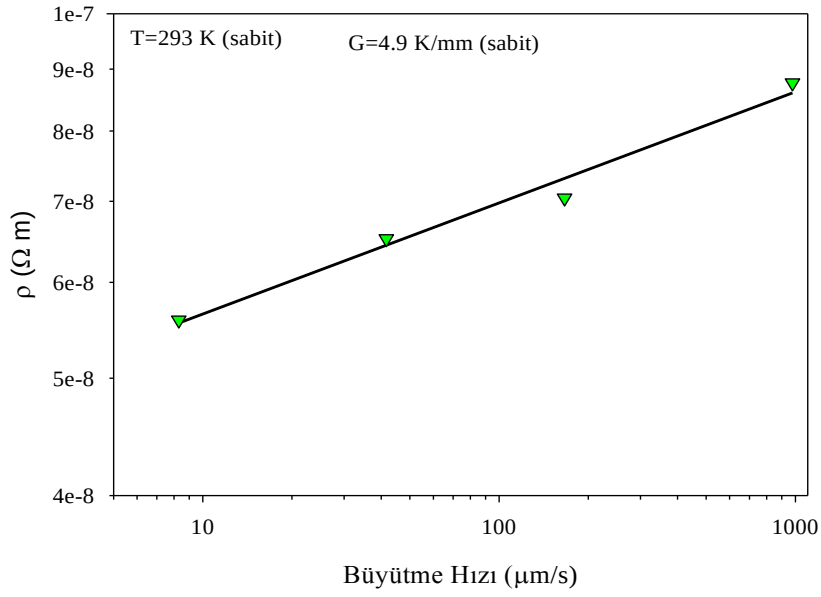
4.2.2.4. Elektriksel Özellikler (özdirenç, iletkenlik katsayısı)

Al-2Mn-5Si alaşımının elektriksel özdirençlerinin 291.97-583.25 °K sıcaklık aralığındaki değişimi standart d.c. dört nokta yöntemi ile ölçülmüştür.

Al-2Mn-5Si alaşımının elektriksel özdirençin sıcaklıkla değişimi Şekil 4.18’de görülmektedir. Özdirenç değerleri (291.97-583.25 °K sıcaklık aralığında) $5.58 \times 10^{-8} - 2.01 \times 10^{-7} \Omega \text{ m}$ aralığında değişmektedir. Şekil 4.19’da elektriksel iletkenliğin katılaştırma hızıyla değişimi görülmektedir.



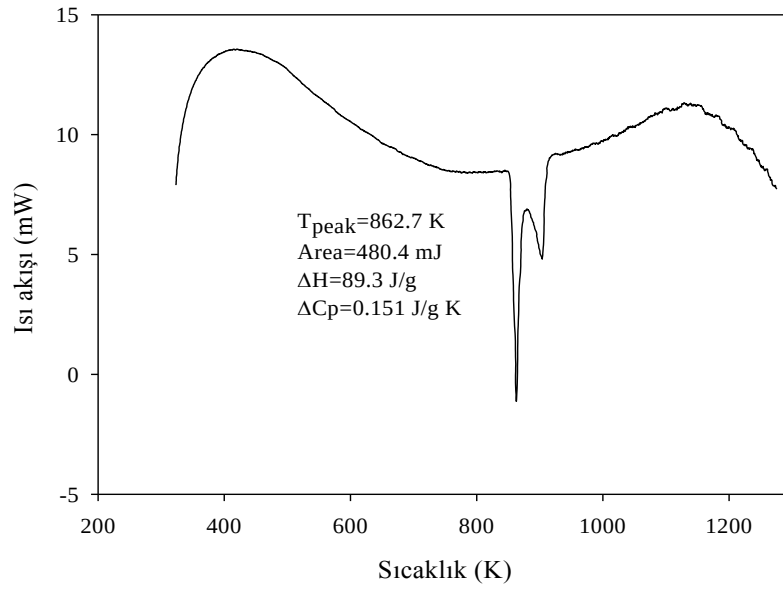
Şekil 4.18. Elektriksel özdirençin sıcaklık ile değişimi.



Şekil 4.19. Elektriksel öz direncin katılaştırma hızı ile değişimi.

4.2.2.3 Termal Özellikler

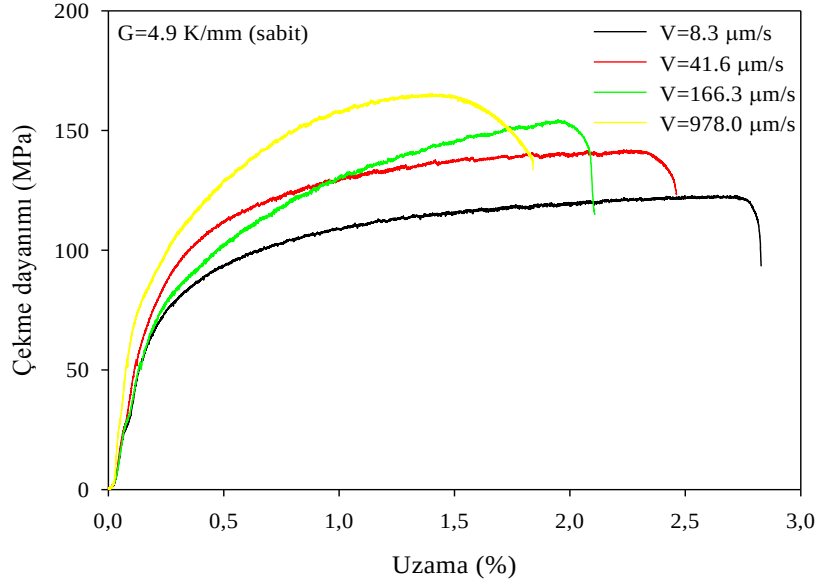
Endüstriyel uygulamalar için çok önemli olduklarından dolayı, entalpi (ΔH) değeri ölçülmüş ve özısı değişimi (ΔC_p) değeri hesaplanarak aşağıdaki grafik üzerinde verilmiştir.



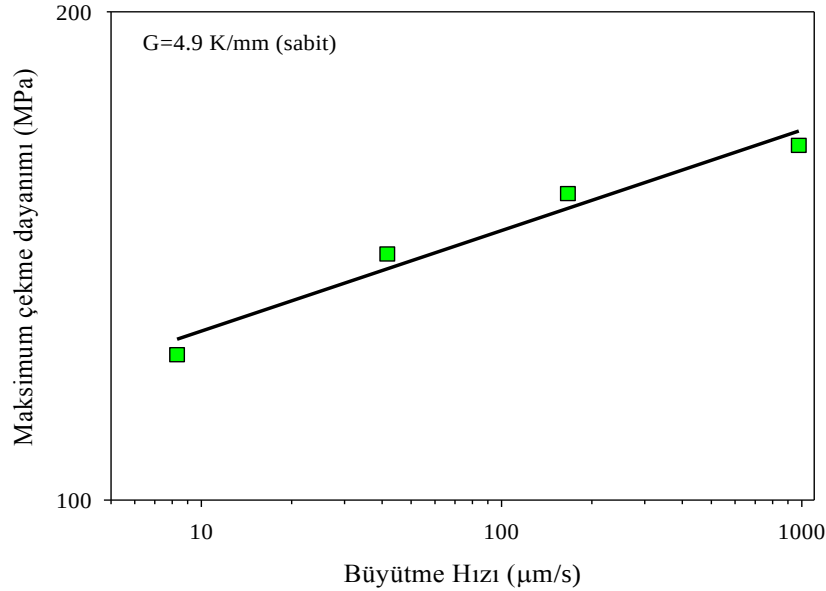
Şekil 4.20. Al-2Mn-5Si alaşımına ait ısı akışı-sıcaklık eğrisi.

4.2.4.4. Al-2Mn-5Si Alaşımına ait Çekme Dayanımı

En yaygın kullanılan mekanik özelliklerden çekme dayanım değerleri (eğrileri) ve maksimum çekme dayanım değerleri gerekli cihazlar kullanılarak ölçülmüştür. Bu değerlerin kontrol parametreleri ile ilişkileri grafikleştirilmiştir.



Şekil 4.21. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında elde edilen numunelerin çekme dayanımı-uzama grafiği.

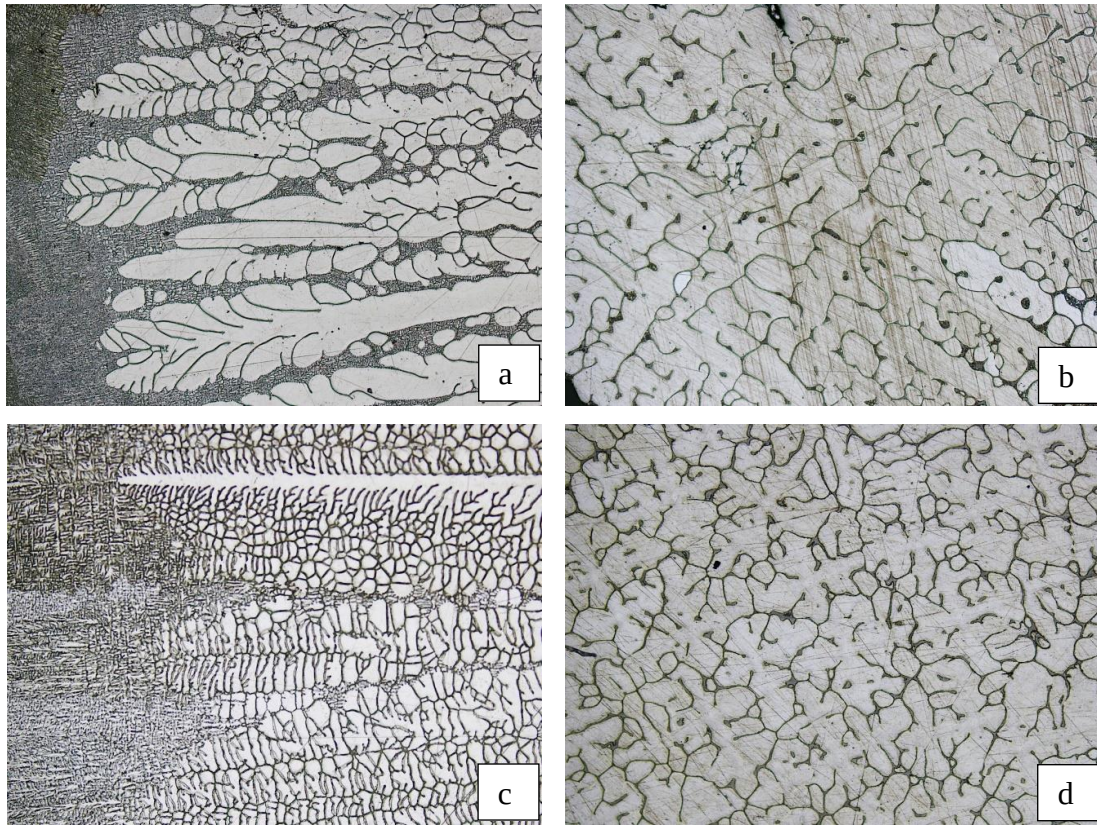


Şekil 4.22. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında elde edilen numunelerin maksimum çekme dayanımı-katılaştırma hızı grafiği.

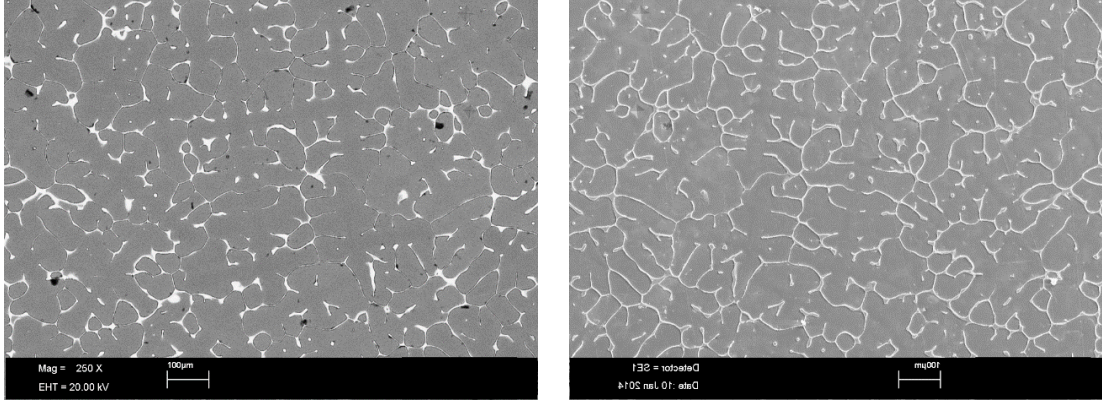
4.2.3. Al-2Mn-5Cu

4.2.3.1. Mikroyapların Gözlenmesi Mikroyapı Parametrelerinin Ölçümü

Farklı katılaştırma parametrelerine sahip olarak üretilen numuneler epoxy-resin ile kalıplanarak, Struerz parlatma robotu ile zımparalama ve parlatma gibi metalografik işlemlere tabi tutulduktan sonra Al-2Mn-5Cu üçlü alaşımına uygun dağlayıcıyla dağlanmıştır. Şekil 4.23'de 4.24'de SEM olmak üzere Al-2Mn-5Cu alaşımından gözlenmiş tipik mikroyapların fotoğrafları verilmiştir.



Şekil 4.23. Doğrusal katılaştırılmış Al-2Mn-5Cu alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti ($G=4.9$ K/mm) farklı katılaştırma hızlarında ($V=8.3$ - 978 $\mu\text{m/s}$) oluşan mikroyapıların bazı optik mikroskop fotoğrafları (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit ($V=8.3$ $\mu\text{m/s}$, $G=4.9$ K/mm), (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit ($V=978$ $\mu\text{m/s}$, $G=4.9$ K/mm).

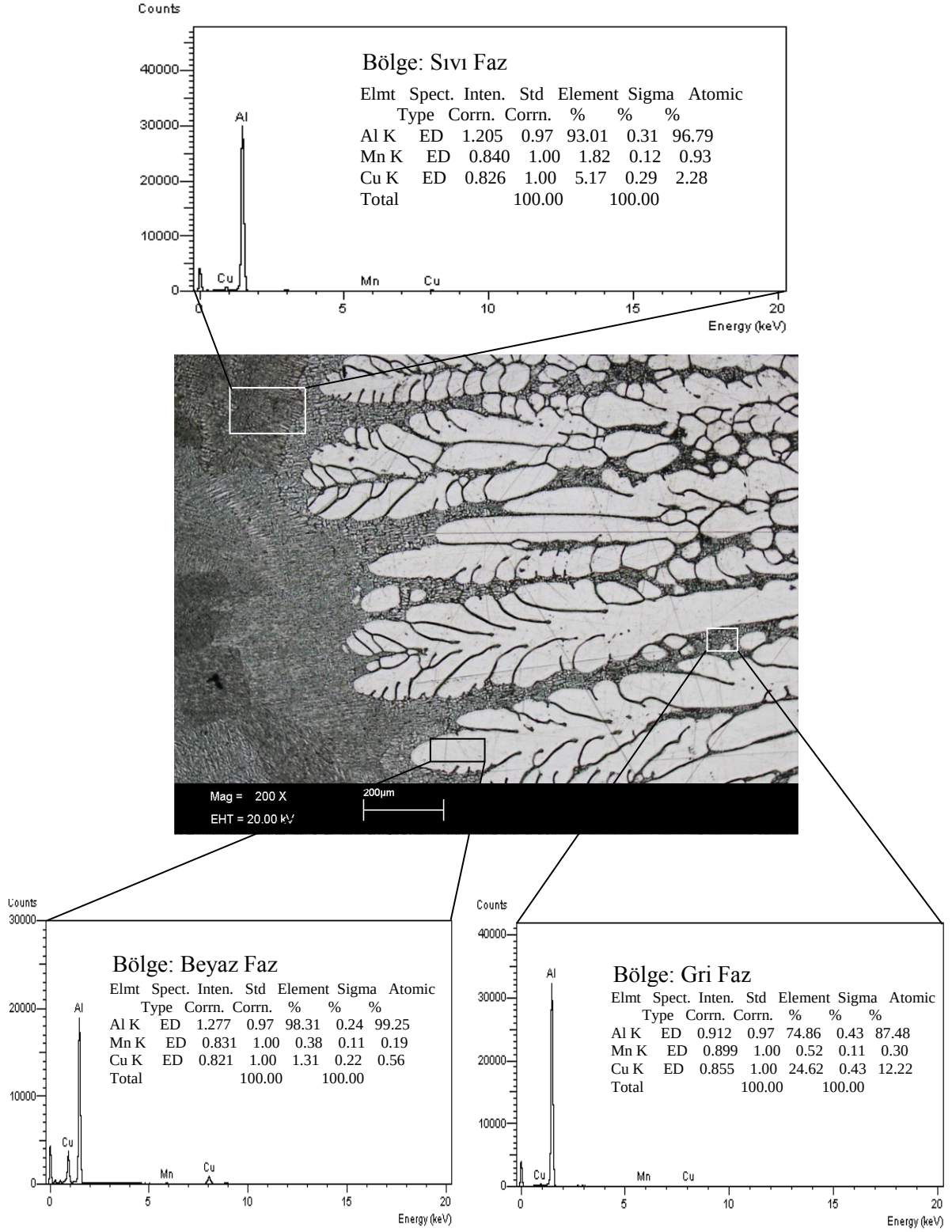


Şekil 4.24. Doğrusal katılaştırılmış Al-2Mn-5Cu alaşımı için SEM fotoğrafları.

Her bir numunenin optik mikroskop fotoğrafları çekildikten sonra bu fotoğraflarda belirginleşen fazların kimyasal bileşim analizleri (EDX) yapılmıştır. Yapılan bu analizler sonucunda Şekil 4.24’de verilen mikroyapı fotoğraflarından Al-2Mn-5Cu alaşımının, sıvı faz üzerinde dendrit yapısının büyüdüğü gözlenmiştir. Yapılan EDX analizleri sonucunda Şekil 4.25’de gösterildiği gibi bu fazların;

- Ani Soğutulmuş Sıvı (quench) Faz
- Beyaz Faz
- Gri Faz

olduğu belirlenmiştir. Dendrit mesafe ölçümlerinin daha hassas yapılabilmesi amacıyla sisteme ait mikroyapıların fotoğrafları mikroskopta büyük objektiflerle çekilmiştir. Numunelerin mikroyapılarının çekildiği objektifler numune ebatlarını farklı oranlarda büyütürken görüntülediği için, her bir objektifin düzeltme çarpanı hesaplanmış ve *Adobe Photoshop CS4* programı yardımıyla ölçülen mikroyapı değerleri ile çarpılarak gerçek ötektik mikroyapı değerleri tespit edilmiştir.

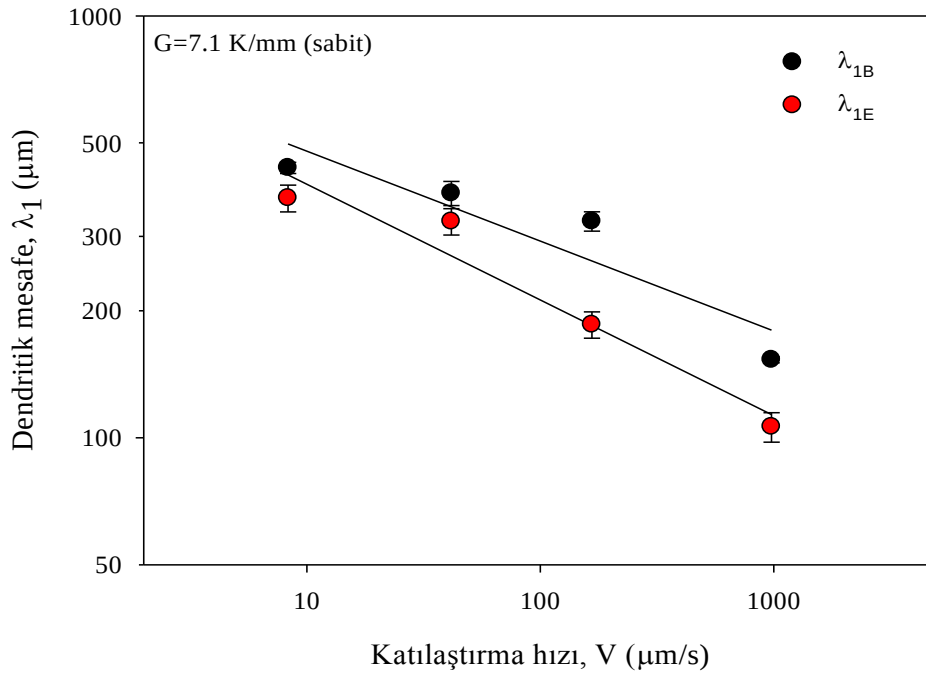


Şekil 4.25. Al-2Mn-5Cu alaışımının kimyasal bileşim analizi (EDX).

4.2.3.2. Mikroyapı Parametresi ile Kontrol Parametreleri Arasındaki İlişki

Al-2Mn-5Cu üçlü alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti, farklı katılaştırma hızlarında üretilen numunelerden ölçülen dendritik mesafe değerleri ve bu değerler kullanarak lineer regresyon yöntemiyle tespit edilen parametreler arası bağıntılar Tablo 4.3’de verilmiştir.

Her bir katılaştırma parametresine bağlı olarak, dendritik mesafelerin (λ_1) grafikleri verilmiştir. Grafiklerden de görüleceği gibi katılaştırma hızının (V) artması ile mikroyapı parametre değerleri azalmaktadır.



Şekil 4.26. Dendritik mesafe λ_1 'in katılaştırma hızı ile değişimi.

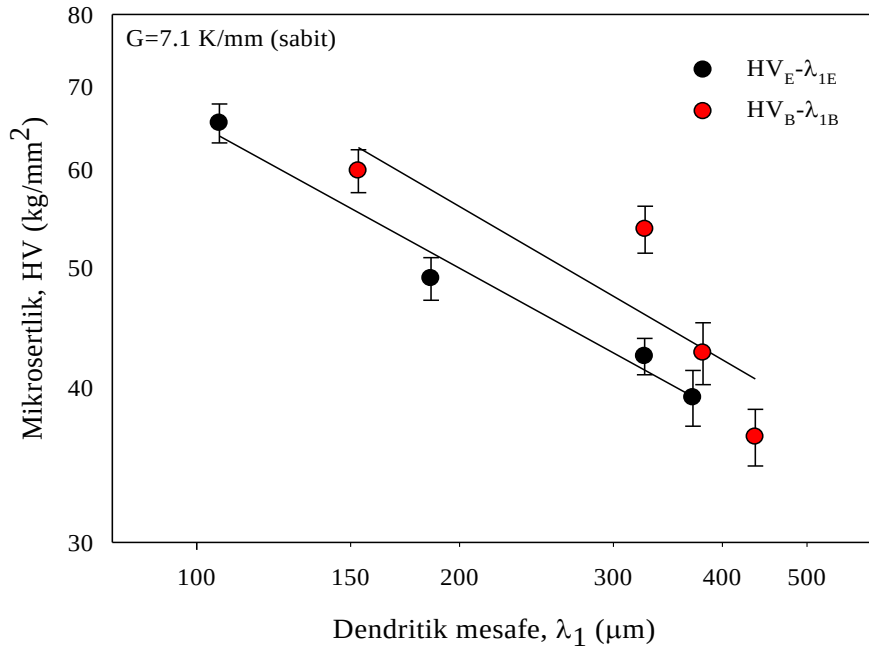
4.2.3.3. Mikrosertlik

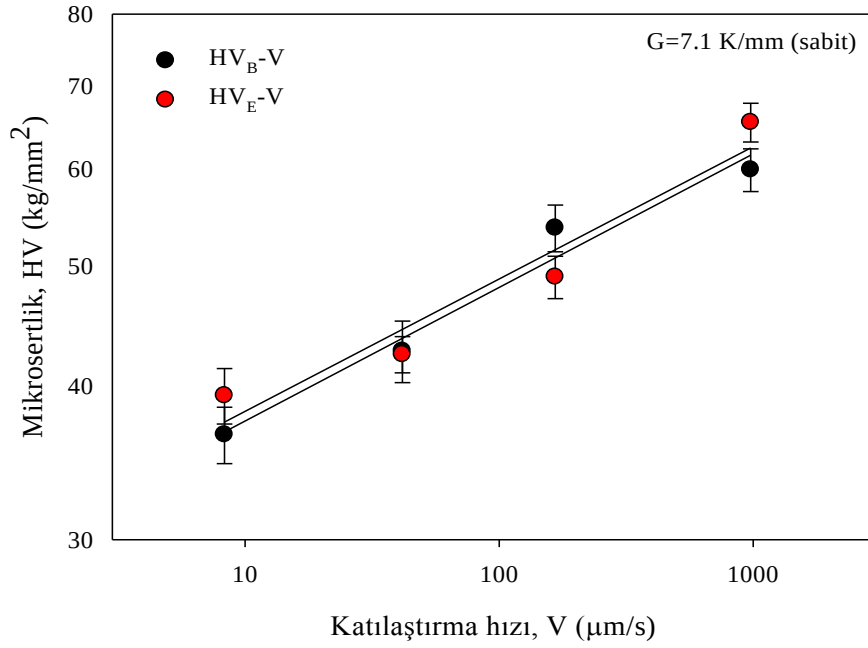
Doğrusal (kontrollü) katılaştırılmış Al-2Mn-5Cu alaşımının mikrosertliğinin, katılaştırma parametrelerine (V) ve dendritik mesafelere bağımlılığı incelenmiş ve lineer regresyon analizi ile tespit edilen bu parametreler arasındaki bağıntılar Tablo 4.3’de verilmiştir.

Tablo 4.3. Dendritik mesafeler (λ_E ve λ_B) ve mikrosertliğin katılaştırma parametrelerine bağımlılığı ve lineer regresyon analizi

Bağıntılar	Sabitler (k)	Korelasyon katsayıları (r)
$\lambda_{1E}=k_1 V^{-0.27}$	$k_1=749.89 (\mu\text{m}^{1.27} \text{s}^{-0.27})$	$r_1=-0.971$
$\lambda_{1B}=k_2 V^{-0.21}$	$k_2=779.83 (\mu\text{m}^{1.21} \text{s}^{-0.21})$	$r_2=-0.923$
$HV_E=k_3 V^{0.11}$	$k_3=62.23 (\text{kg mm}^{-2.11} \text{s}^{0.11})$	$r_3= 0.967$
$HV_B=k_4 V^{0.11}$	$k_4=61.37 (\text{kg mm}^{-2.11} \text{s}^{0.11})$	$r_4= 0.984$
$HV_E=k_5 \lambda_{1E}^{-0.39}$	$k_5=26.85 (\text{kg mm}^{-1.61})$	$r_5=-0.987$
$HV_B=k_6 \lambda_{1B}^{-0.41}$	$k_6=28.97 (\text{kg mm}^{-1.59})$	$r_6=-0.986$

Al-2Mn-5Cu alaşımının mikrosertliğin, katılaştırma hızı ve dendritik mesafeler ile değişimi Şekil 4.27 ve 4.28’de görülmektedir. Şekil 4.27’de görüldüğü gibi, mikrosertlik değerleri, sabit bir sıcaklık gradyentinde dendritik mesafelerin artması ile azalmaktadır. Şekil 4.28’de ise, mikrosertlik değerlerinin katılaştırma hızı ile değişimi görülmektedir. Katılaştırma hızı arttıkça mikrosertlik değerlerinin arttığı da gözlenmektedir.

**Şekil 4.27.** Mikrosertliğin dendritik mesafe ile değişimi.

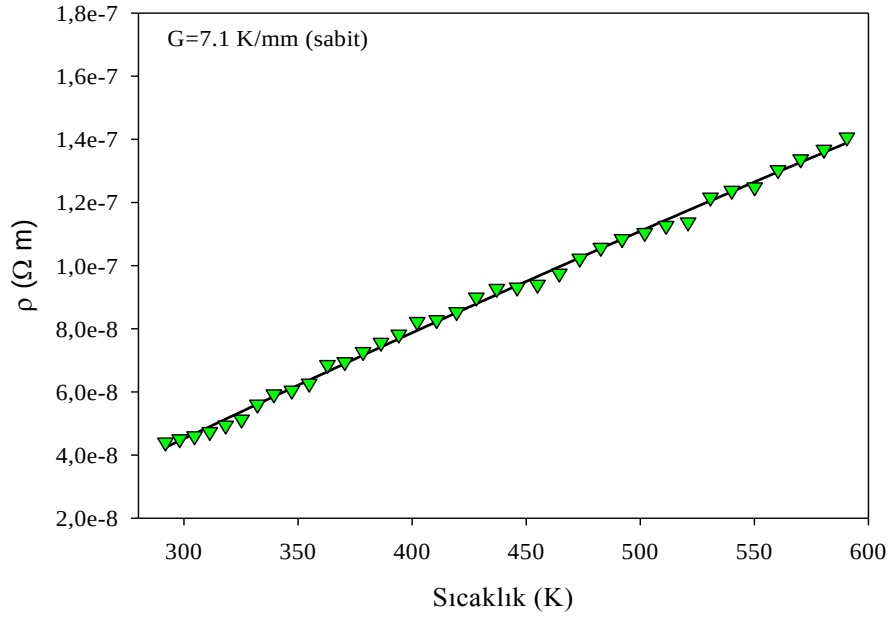


Şekil 4.28. Mikrosertliğin katılaştırma hızı ile değişimi.

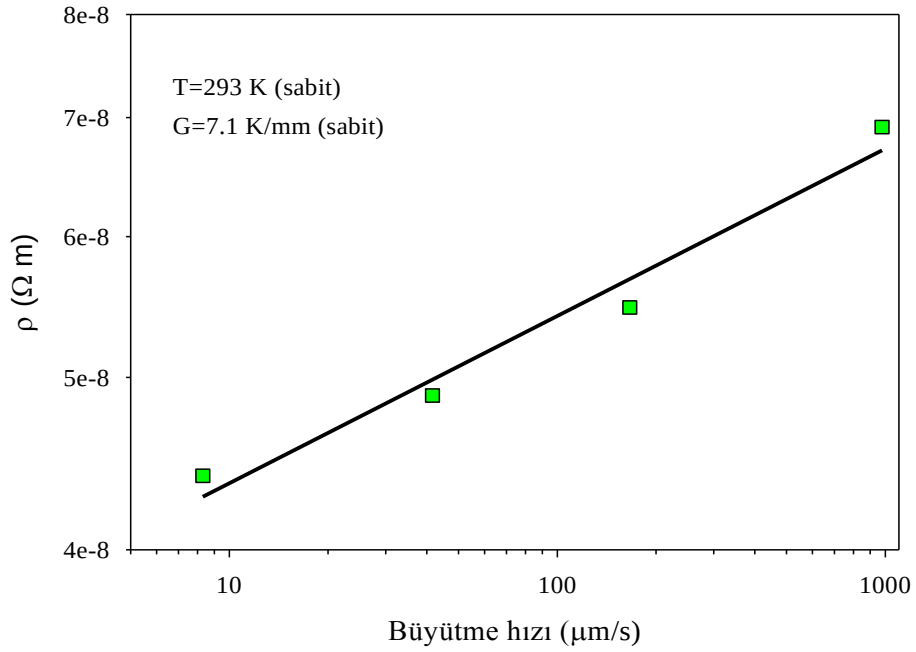
4.2.3.4. Elektriksel Özellikler (özdirenç, iletkenlik katsayısı)

Al-2Mn-5Cu alaşımının elektriksel özdirençlerinin 291.87-590.62 °K sıcaklık aralığındaki değişimi standart d.c. dört nokta yöntemi ile ölçülmüştür.

Al-2Mn-5Cu alaşımının elektriksel özdirencin sıcaklıkla değişimi Şekil 4.29'da görülmektedir. Özdirenç değerleri (291.87-590.62 °K sıcaklık aralığında) 4.40×10^{-8} – 1.40×10^{-7} Ω m aralığında değişmektedir. Şekil 4.30'da elektriksel iletkenliğin katılaştırma hızıyla değişimi görülmektedir.



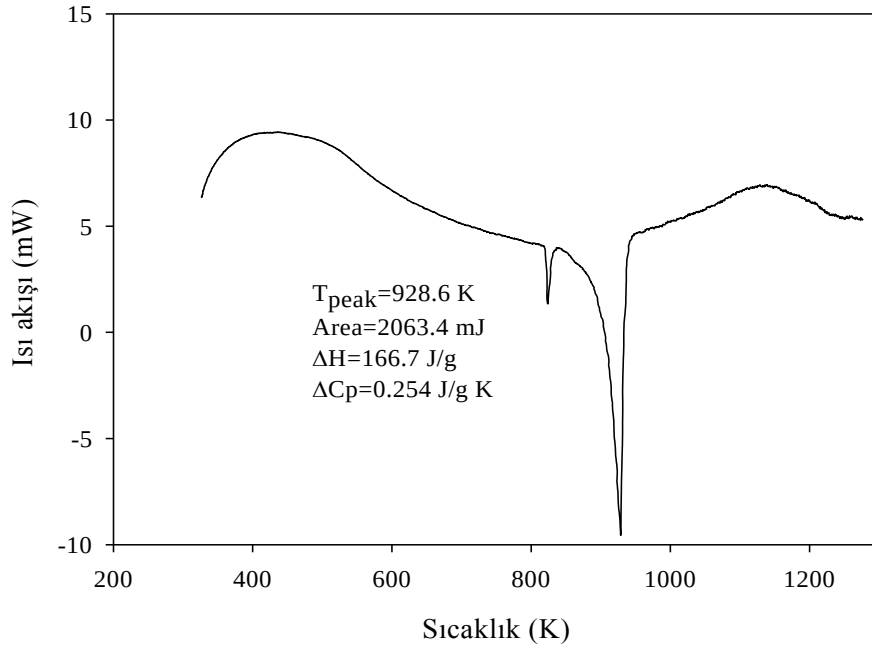
Şekil 4.29. Elektriksel öz direncin sıcaklık ile değişimi.



Şekil 4.30. Elektriksel öz direncin katılaştırma hızı ile değişimi.

4.2.3.5. Termal Özellikler

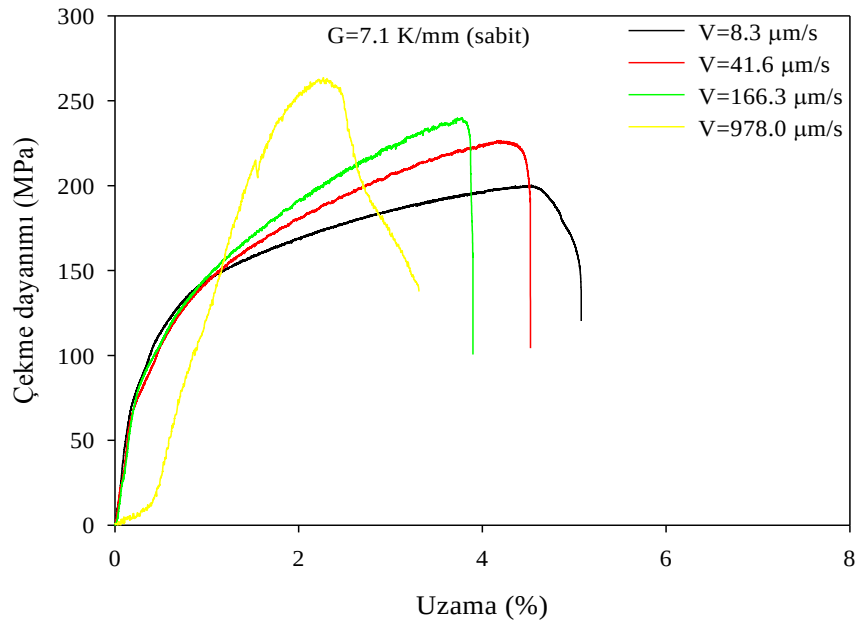
Endüstriyel uygulamalar için çok önemli olduklarından dolayı, entalpi (ΔH) değeri ölçülmüş ve özısı değişimi (ΔC_p) değeri hesaplanarak aşağıdaki grafik üzerinde verilmiştir.



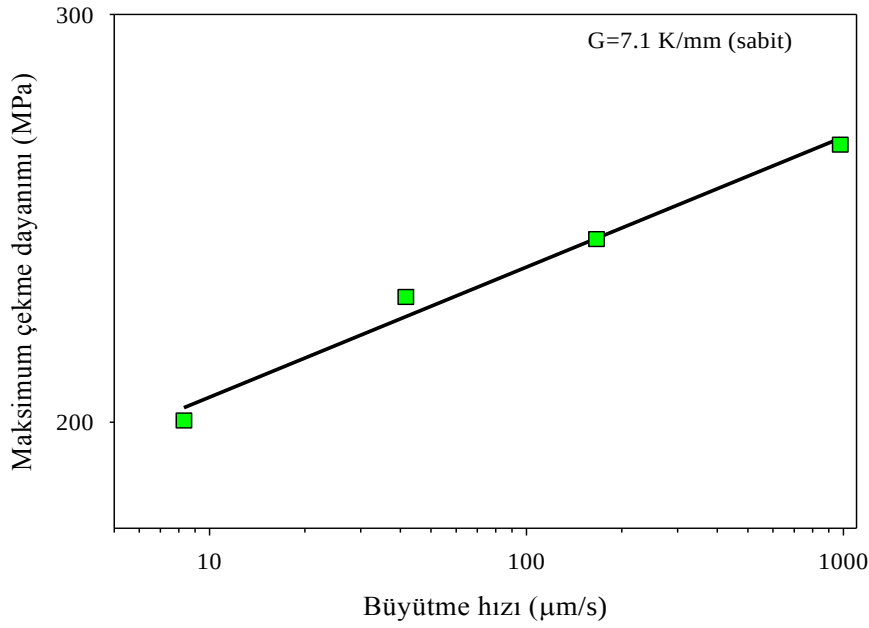
Şekil 4.31. Al-2Mn-5Cu alaşımına ait ısı akışı-sıcaklık eğrisi.

4.2.3.6. Al-2Mn-5Cu Alaşımına ait Çekme Dayanımı

En yaygın kullanılan mekanik özelliklerden çekme dayanım değerleri (eğrileri) ve maksimum çekme dayanım değerleri gerekli cihazlar kullanılarak ölçülmüştür. Bu değerlerin kontrol parametreleri ile ilişkileri grafikleştirilmiştir.



Şekil 4.32. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında elde edilen numunelerin çekme dayanımı-uzama grafiği.



Şekil 4.33. Sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında elde edilen numunelerin maksimum çekme dayanımı-katılaştırma hızı grafiği.

4.3. Sonuçlar ve Tartışma

Bu çalışmada, Al-2Mn-5X [X=Fe, Si, Cu (ağ.)] üçlü alaşım sistemleri, Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını yardımıyla, sabit sıcaklık gradyenti (G) ve farklı katılaştırma hızlarında (V) doğrusal olarak katılaştırılmış, katılaştırma parametrelerine (G , V) bağlı olarak mikroyapı (λ), mikrosertlik (HV), çekme-dayanım (σ_U), elektriksel özdirenç (ρ) değerlerinin nasıl değiştiği, sıcaklığa bağlı olarak özdirenci, entalpi ve öz ısı ölçümü incelenmiştir. Yapılan araştırmalardan aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

1- Bu çalışmada Al-2Mn-5X [X=Fe, Si, Cu (ağ.)] üçlü alaşım sistemleri için sabit sıcaklık gradyenti (G) ve farklı katılaştırma hızlarına (V) bağlı olarak numunelerin mikroyapı parametreleri elde edilmiştir.

2- Kontrollü katılaştırılan ötektik ve dendritik alaşım sistemlerinin mekanik özelliklerinden mikrosertlik (HV) ve çekme-dayanım (σ_U) değerleri ölçülmüştür.

3- Al-2Mn-5X [X=Fe, Si, Cu (ağ.)] üçlü alaşım sistemlerinin elektriksel özdirenci, sıcaklığa bağlı olarak ölçülmüştür.

4- Son olarak Al-2Mn-5X [X=Fe, Si, Cu (ağ.)] üçlü alaşım sistemlerinin entalpi değişimi ve öz ısı değerleri belirlenmiştir.

Bu proje çalışması kapsamında 4 adet bildiri hazırlanmıştır. Bunların tamamı uluslararası kongrelerde sunulmuştur.

KAYNAKLAR

- [1] C. S. Smith, The early history of casting, molds, and the science of solidification, *Metall Transformations, Informal Proceedings of the Second Buhl International Conference on Materials*, p. 418, 1966.
- [2] S. Srinivasan ve M. Saghir, Modeling of thermotransport phenomenon in metal alloys using artificial neural networks, *Applied Mathematical Modelling*, cilt 37, no. 5, p. 2850–2869, 2013.
- [3] D. Porter ve K. Easterling, Phase Transformation in Metals and Alloys, New York: Van Nostrand and Reinhold, 1984, pp. 1-17, 217-223.
- [4] M. Jain ve S. Gupta, Formation of intermetallic compounds in the Ni–Al–Si ternary system, *Materials Characterization*, no. 51, pp. 243-257, 2003.
- [5] H. Bei ve E. George, Microstructures and mechanical properties of a directionally solidified NiAl–Mo eutectic alloy, *Acta Materialia*, cilt 53, pp. 69-77, 2005.
- [6] X. Yang, J. Zhang, S. H., Z. Jie, L. Liu ve H. Fu, Solidification microstructure of Bridgman-grown Si–TaSi₂ eutectic in situ composite, *Journal of Crystal Growth*, no. 376, pp. 59-65, 2013.
- [7] D. Turnbull, Formation of crystal nuclei in liquid metals, *Journal of Applied Physics*, no. 21, pp. 1022-1029, 1950a.
- [8] D. Turnbull, Isothermal rate of solidification of small droplets of mercury and tin, *Journal of Chemical Physics*, no. 18, pp. 768-775, 1950b.
- [9] M. Burden ve J. D. Hunt, Cellular and dendritic growth II, *Journal of Crystal Growth*, no. 22, pp. 109-116, 1974.
- [10] J. Rutter ve B. Chalmers, Prismatic substructure formed during solidification metals, *Canadian Journal of Physics*, no. 31, pp. 15-39, 1953.
- [11] G. Davies, Solidification And Casting, New York: John Wiley and Sons, 1973.
- [12] M. Flemings, Döküm ve Katılaştırma Tekniği, İstanbul: İTÜ Matbaası, 1976.
- [13] M. Volmer ve A. Weber, Keimbildung in übersättigten Gebilden, *Journal of Physical*

- Chemistry*, no. 119, p. 227, 1926.
- [14] R. Becker ve W. Döring, Kinetics Behandlung der Keimbildung in übersöttingte Dömpfen, *Annual Physics*, no. 24, p. 719, 1953.
- [15] D. Turnbull ve J. Fisher, Rate of Nucleation in Condensed System, *Journal of Chemical Physics*, no. 17, pp. 71-73, 1949.
- [16] D. Turnbull, Kinetics of Solidification of Supercooled Liquid Mercury Droplets, *Journal of Chemical Physics*, no. 20, pp. 411-424, 1952.
- [17] Y. Miyazawa ve G. Pound, Homogeneous Nucleation of Crystalline Gallium from Liquid Gallium, *Journal of Crystal Growth*, no. 23, p. 45, 1974.
- [18] M. Stowell, The Solid-Liquid Interfacial Free Energy of Lead form Supercooling Data, *Philosophical Magazine*, no. 22, pp. 1-6, 1970.
- [19] V. Skripov, Homogeneous Nucleation in Metals and Amorphous Films, *Crystal Growth and Materials*, no. 327, 1977.
- [20] P. Thornton, Fundamentals of Engineering Meterials, Enlewood Cliffs: Prentica-Hall Inc., 1985, pp. 171-173.
- [21] D. Clark, Engineering Metals and Process, Ohio: Ohio University, 1959.
- [22] K. Onaran, Malzeme Bilimi, İstanbul: Çağlayan Basımevi, 1986.
- [23] W. Mullins ve R. Sekerka, Morphological Stability of a Particle Growing by Diffussion or Heat Flow, *Journal Applied Physics*, no. 34, pp. 323-329, 1963.
- [24] K. Jackson ve J. Hunt, Transparend Compounds That Freeze Like Metals, *Acta Metallurgica*, no. 13, pp. 1212-1215, 1965.
- [25] R. Trivedi, Theory of Dendritic Growth During The Directional Solidification of Binary Alloys, *Journal of Crystal Growth*, no. 49, pp. 219-232, 1939.
- [26] L. Edwards ve M. Endean, Manufacturing with Materials, Hong Kong: The Open University Press, 1990.
- [27] P. Voorhees, Utilization of Space, AIAA: Springer, 2006.

- [28] R. Sharp ve A. Hellawell, Solute Distributions At-Non Planar Solid-Liquid Growth Fronts II, *Journal of Crystal Growth*, no. 11, pp. 77-91, 1971.
- [29] M. Gündüz ve E. Çadırlı, Directional Solidification of Aluminium-Copper Alloys, *Materials Science and Engineering A*, no. 327, pp. 167-185, 2002.
- [30] D. Askeland, The Science and Engineering of Materials, London: Chapman and Hall, 1990.
- [31] H. Kaya, İkili Ötektik Alaşımların Doğrusal Katılaştırılması ve Mekaniksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Ankara: Gazi Üniversitesi, 2001.
- [32] J. Hunt ve K. Jackson, Binary eutectic solidification, *Transactions of the Metallurgical Society*, no. 236, pp. 843-852, 1966.
- [33] L. Graham ve R. Kraft, Coarsening at of eutectic micro structure at eveleated temperatures, *Transactions*, no. 236, pp. 94-102, 1966.
- [34] R. Elliot, Eutectic solidification, *International Metals Rewiews*, no. 219, pp. 161-186, 1977.
- [35] M. Croker, R. Fidler ve R. Smith, The cellular growth of Bi-Pb2Bi eutectic, *Journal of Crystal Growth*, no. 11, pp. 121-131, 1971.
- [36] M. Croker, D. Baragar ve R. Smith, Anomalous eutectic growth II, *Journal of Crystal Growth*, no. 30, pp. 198-212, 1975.
- [37] P. Haasen, Physical Metallurgy, Cambridge: Cambridge University Press, 1974.
- [38] G. Ding, W. Huang, X. Lin ve Y. Zhou, Prediction of Average Spacing for Constrained Cellular/Dendritic Growth, *Journal of Crystal Growth*, no. 177, pp. 281-288, 1997.
- [39] W. Weissbach, Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, İstanbul: Birsen Kitapevi, 1993.
- [40] D. Colling, Industrial Materials, Metals and Alloys, Ohio: Prentice- Hall Inc., 1995.
- [41] F. Knoop, C. Peters ve W. Emerson, A Sensitive Pyramidal-Diamond Tool for Indentation Measurements, *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, no. 23, pp. 39-61, 1939.
- [42] J. Fan, X. Li, Y. Su, J. Guo ve H. Fu, Dependency of microhardness on solidification

- processing parameters and microstructure characteristics in the directionally solidified Ti-46Al-0.5W-0.5Si alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, no. 504, pp. 60-64, 2010.
- [43] B. L.Silva, A. Garcia ve J. Spinelli, The effects of microstructure and intermetallic phases of directionally solidified Al-Fe alloys on microhardness, *Materials Letters*, no. 89, p. 291-295, 2012.
- [44] S. Khan, A. Ourdjini, Q. Hamed, M. Alam Najafabadi ve R. Eliot, Hardness and Mechanical Property Relationship in Directionally Solidified Aluminium- Silicon Eutectic Alloys with Different Silicon Morphologies, *Journal of Materials Science*, no. 28, pp. 5957-5962, 1993.
- [45] H. Liu, Y. Li ve H. Jones, Thermal stability of the Zn-Mg₂Zn₁₁ and Zn-Al eutectics obtained by Bridgman growth, *J. Mater. Sci.*, no. 33, pp. 1159-1164, 1998.
- [46] J. Fan, X. Li, Y. Su, J. Guo ve H. Fu, The microstructure parameters and microhardness of directionally solidified Ti-43Al-3Si alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, no. 506, p. 593-599, 2010.
- [47] P. Kane ve G. Larrabee, Characterization of Semiconductor Materials, 4 dü., USA: McGraw Hill Book Co., 1970.
- [48] P. Kumar ve S. Yashonath, Ionic Conduction in the Solid State, *J. Chem.Sci.*, no. 118 (1), pp. 135-154, 2006.
- [49] A. Caignan ve E. Holt, New 1,4-dihydropyridine Derivates with Hetero, Saturated B Rings, *Journal of Chemical Crystallography*, no. 32, pp. 315-323, 2002.
- [50] M. Yamashita, Resistivity Correction Factor for the Four-Probe Method, *J.Phys. E: Sci. Instrum.*, no. 20, pp. 1454-1456, 1987.
- [51] A. R. Büyüktür, Termodinamik Cilt-1, Bursa: Uludağ Üniversitesi Basımevi, 1989.
- [52] S. Kakaç, Isı Transferine Giriş I, Ankara: Tıp&Teknik Yayıncılık, 1998.
- [53] C. Kittel, Introduction to Solid State Physics, 6 dü., New York: Wiley, 1965.
- [54] D. Poirier ve G. Geiger, Transport Phenomena in Materials Processing, Warrendale: Wiley, 1994.

- [55] S. Milenkovic ve R. Caram, Effect of the growth parameters on the Ni-Ni₃Si eutectic microstructure, *J. Cryst. Growth.*, pp. 237-239, 95-100. , 2002.
- [56] A. Dutra, P. Ferrandini, C. Costa, M. Gonçalves ve R. Caram, Growth and Solid/Solid Transformation in a Ni-Si Eutectic Alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, no. 399, pp. 202-207, 2005.
- [57] T. Hosch, L. England ve R. Napolitano, Analysis of the high growth-rate transition in Al-Si eutectic solidification, *J. Mater. Sci.*, no. 44, pp. 4892-4899, 2009.
- [58] M. Hirai, T. Sato ve G. Ohiro, Interfacial Stability of α (Al - Rich Solid Solution) Liquid Interface of Unidirectionally Solidified Al-FeAl₃ Eutectic Alloy, *Journal of Crystal Growth*, no. 38, pp. 340-352, 1977.
- [59] H. Kaya, U. Büyük, E. Çadırlı ve N. Maraşlı, Unidirectional solidification of aluminium–nickel eutectic alloy, *Kovove Mater*, no. 48(5), pp. 291-300, 2010.
- [60] M. Gündüz, H. Kaya, E. Çadırlı ve A. Özmen, Interflake spacings and undercoolings in Al-Si irregular eutectic alloy, *Mater Sci Eng A*, no. 369, p. 215–229, 2004.
- [61] C. Rios, S. Milenkovic, P. Ferrandini ve R. Caram, Directional solidification, microstructure and properties of the Al₃Nb-Nb₂Al eutectic, *Journal of Crystal Growth*, no. 275, pp. 153-158, 2005.
- [62] P. Rohatgi, R. Sharma ve K. Prabhakar, Microstructure and mechanical properties of unidirectionally solidified Al-Si-Ni ternary eutectic, *Metallurgical Transactions A*, cilt 6, no. 3, pp. 569-575, 1975.
- [63] W. Bottinger, L. Bendersky, R. Shaefer ve F. Biancaniello, On The Formation of Dispersoids During Rapid Solidification of An Al-Fe-Ni Alloy, *Metall.Trans.*, no. 19A, pp. 1101-1107, 1988.
- [64] U. Büyük, S. Engin ve N. Maraşlı, Microstructural characterization of unidirectional solidified eutectic Al-Si-Ni alloy, *Materials Characterization*, no. 62, pp. 844-851, 2011.
- [65] S. Steinbach ve L. Ratke, The influence of fluid flow on the microstructure of directionally solidified AlSi-base alloys, *Metall. Mater. Trans.*, no. 38A, pp. 1388-1394, 2007.

- [66] J. Zhang, J. Shen, Z. Shang, Z. Feng, L. Wang ve H. Fu, Regular rod-like eutectic spacing selection during directional solidified NiAl-9Mo eutectic in situ composite, *J. Cryst. Growth.*, no. 329, pp. 77-81, 2011.
- [67] M. Mota, A. Coelho, J. Bejarano, S. Gama ve R. Caram, Fe–Al–Nb phase diagram investigation and directional growth of the (Fe, Al)₂Nb–(Fe, Al, Nb) eutectic system, *Journal of Alloys and Compounds*, no. 399, p. 196–201, 2005.
- [68] R. Contieri, E. Lopes, M. Cruz, A. Costa, C. Afonso ve R. Caram, Microstructure of directionally solidified Ti-Fe eutectic alloy with low interstitial and high mechanical strength, *Journal of Crystal Growth*, no. 333, pp. 40-47, 2011.
- [69] J. Fan, X. Li, Y. Su, J. Guo ve H. Fu, Effect of growth rate on microstructure parameters and microhardness in directionally solidified Ti–49Al alloy, *Materials Design*, no. 32, pp. 552-558, 2012.
- [70] H. Kaya, E. Çadırılı, M. Gündüz ve A. Ülgen, Effect of the temperature gradient, growth rate, and the interflake spacing on the microhardness in the directionally solidified Al-Si eutectic alloy, *J. Mat. Eng. and Perf.*, no. 12(5), p. 544–551, 2003.
- [71] F. Smiths, Measurement of sheet resistivities with the four-point probe, *Bell Syst. Technol. J.*, no. 37, p. 711, 1958.
- [72] U. Büyük, Physical and mechanical properties of Al–Si–Ni eutectic alloy, *Metals and Materials International*, cilt 6, no. 18, pp. 933-938, 2012.
- [73] H. Kaya, U. Büyük, E. Çadırılı ve N. Maraşlı, Influence of Growth Rate on Microstructure, Microhardness, and Electrical Resistivity of Directionally Solidified Al-7 wt% Ni Hypo-Eutectic Alloy, *Metals and Materials International*, cilt 19, no. 1, pp. 39-4, 2013.
- [74] U. Büyük, N. Maraşlı, E. Çadırılı, H. Kaya ve K. Keşlioğlu, Variations of microhardness with solidification parameters and electrical resistivity with temperature for Al-Cu-Ag eutectic alloy, *Curr. Appl. Phys.*, no. 12, pp. 7-10, 2012.
- [75] P. Goulart, J. Spinelli, N. Cheung ve A. Garcia, The effects of cell spacing and distribution of intermetallic fibers on the mechanical properties of hypoeutectic Al-Fe alloys,, *Mater. Chem. Phys.*, no. 119, pp. 272-278, 2010.

- [76] M. Cante, J. Spinelli, N. Cheung ve A. Garcia, The correlation between dendritic microstructure and mechanical properties of directionally solidified hypoeutectic Al-Ni alloys, *Met. Mater. Int.*, no. 16, pp. 39-49, 2010.
- [77] P. Goulart, J. Spinelli, W. Osorio ve A. Garcia, Mechanical properties as a function of microstructure and solidification thermal variables of Al-Si castings, *Mater. Sci. Eng. A.*, no. 421, pp. 245-253, 2006.
- [78] L. Garcia, W. R. Osorio, L. Peixoto ve A. Garcia, Mechanical properties of Sn-Zn lead-free solder alloys based on the microstructure array, *Material Characterization*, no. 61, pp. 212-220, 2010.
- [79] W. Osorio ve A. Garcia, Modeling dendritic structure and mechanical properties of Zn-Al alloys as a function of solidification conditions, *Mater. Sci. Eng. A.*, no. 325, pp. 103-111, 2002.
- [80] G. Santos, C. Neto, W. Osorio ve A. Garcia, Design of mechanical properties of a Zn27Al alloy based on microstructure dendritic array spacing, *Mater. Design.*, no. 28, pp. 2425-2430, 2007.
- [81] R. Brandt ve G. Neuer, Electrical Resistivity and Thermal Conductivity of Pure Aluminum and Aluminum Alloys up to and above the Melting Temperature, *International Journal of Thermophysics*, cilt 5, no. 28, pp. 1429-1446, 2007.
- [82] E. Çadırılı, U. Böyük, S. Engin, H. Kaya, N. Maraşlı ve M. Arı, Investigation of microhardness and thermo-electrical properties in the Sn-Cu hypereutectic alloy, *J. Mater. Sci- Mater. El.*, no. 21, pp. 468-474, 2010.
- [83] M. Kamal ve E. Gouda, Effect of cooling speed on structure and properties of rapidly solidified Pb-25wt. % Sn alloy, *Radiat. Eff. Defect. S.*, no. 162, pp. 691-696, 2007.
- [84] T. El-Ashram ve R. Shalaby, Effect of rapid solidification and small additions of Zn and Bi on the structure and properties of Sn-Cu eutectic alloy, *J. Electron. Mater.*, no. 34, pp. 212-215, 2005.
- [85] E. Çadırılı, M. Şahin, R. Kayalı, M. Arı ve S. Durmuş, Dependence of electrical and thermal conductivity on temperature, *J Mater Sci: Mater Electron*, no. 22, p. 1709–1714, 2011.

- [86] Y. Ocak, S. Aksöz, N. Maraşlı ve K. Keşiloğlu, Thermal and electrical conductivity of Sn–Ag–In alloys, *Journal of Non-Crystalline Solids*, no. 356, pp. 1795-1801, 2010.
- [87] S. Aksöz, E. Öztürk ve N. Maraşlı, The measurement of thermal conductivity variation with temperature, *Measurement*, no. 46, pp. 161-170, 2013.
- [88] B. Baudouy ve A. Four, Low temperature thermal conductivity of aluminum alloy 5056, *Cryogenics*, no. 60, pp. 1-4, 2014.
- [89] S. Aksöz, Y. Ocak, N. Maraşlı, E. Çadırılı, H. Kaya ve U. Böyük, Dependency of the thermal and electrical conductivity on the temperature and composition of Cu in the Al based Al–Cu alloys, *Experimental Thermal and Fluid Science*, no. 34, pp. 1507-1516, 2010.
- [90] F. Meydaneri, B. Saatçi ve M. Özdemir, Thermal conductivities of solid and liquid phases for pure Al, pure Sn and their binary alloys, *Fluid Phase Equilibria*, no. 298, pp. 97-105, 2010.
- [91] B. Saatçi, N. Maraşlı ve M. Gündüz, Thermal conductivities of solid and liquid phases in Pb–Cd and Sn–Zn binary eutectic alloys, *Thermochimica Acta*, no. 454, pp. 128-134, 2007.
- [92] M. Pariona, J. Rugenski, M. Canté, J. Spinelli ve G. A., Thermal stress analysis of a directionally solidified Al–1 wt%Ni alloy casting, *Finite Elements in Analysis and Design*, cilt 10, no. 46, p. 889–895, 2010.
- [93] E. Çadırılı, İkili Metalik Alaşımlarda Doğrusal Katılaştırma, Kayseri: Erciyes Üniversitesi, 1997.
- [94] V. Zolotarevsky, N. Belov ve M. Glazoff, Casting Aluminum Alloys, Amsterdam, Elsevier, 2007, pp. 41,42,47.
- [95] L. Mondolfo, Metallography of Aluminum Alloys, London: J. Wiley & Sons Inc., 1943, pp. 93,95.
- [96] L. F. Mondolfo, Aluminum alloys: structure and properties (Vol. 5), London: Butterworths, 1976, pp. 89,91.
- [97] L. Zhang ve Y. Du, Thermodynamic description of the Al–Fe–Ni system over the whole

- composition and temperature ranges: Modeling coupled with key experiment, *Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, no. 31, pp. 529-540, 2007.
- [98] A. Geçkinli, Metalografi (I. Kısım), İstanbul: İTÜ Kütüphanesi, 1989.
- [99] J. E. Hatch, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, U.S.A: American Society for Metals, 1984.
- [100] D. D. Pollock, Physical Properties of Materials for Engineers, U.S.A: CRC Press, 1993.
- [101] A. Ourdjini, J. Liu ve R. Elliot, Eutectic Spacing Selection in The Al-Cu System, *Materials Science and Technology*, no. 10, pp. 312-318, 1994.
- [102] S. Ganesan, C. Chan ve D. Poirier, Permeability for flow parallel to primary arms, *Mater. Sci. Eng A*, no. 151, pp. 97-105, 1992.
- [103] M. Bhat, D. Poirier ve J. Heinrich, Permeability for cross flow through columnar-dendritic alloys, *Metall. Trans.*, no. 26 B, pp. 1049-1056, 1995.
- [104] Y. Koçak, S. Engin, U. Büyük ve N. Maraşlı, The influence of the growth rate on the eutectic spacings, undercoolings and microhardness of directional solidified bismuth-lead eutectic alloy, *Current Applied Physics*, no. 13, pp. 587-593, 2013.
- [105] U. Büyük ve N. Maraşlı, The microstructure parameters and microhardness of directionally solidified Sn-Ag-Cu eutectic alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, no. 485, pp. 264-269, 2009.
- [106] H. Kaya, E. Çadırılı ve M. Gündüz, Eutectic growth of unidirectionally solidified bismuth-cadmium alloy, *Journal of Materials Processing Technology*, no. 183, pp. 310-320, 2007.
- [107] E. Çadırılı, U. Büyük, H. Kaya ve N. Maraşlı, Determination of mechanical, electrical and thermal properties of the Sn-Bi-Zn ternary alloy, *Journal of Non-Crystalline Solids*, no. 357, pp. 2876-2881, 2011.
- [108] S. Engin, U. Büyük, H. Kaya ve N. Maraşlı, Directional solidification and physical properties measurements of the zinc-aluminum eutectic alloy, *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, cilt 18, no. 6, pp. 659-664, 2011.
- [109] H. Kaya, U. Büyük, E. Çadırılı ve N. Maraşlı, Measurements of the microhardness,

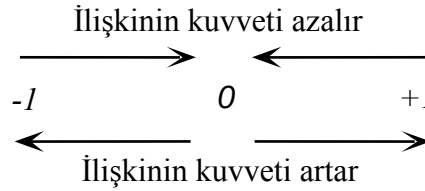
- electrical and thermal properties of the Al–Ni eutectic alloy, *Materials and Design*, no. 34, pp. 707-712, 2012.
- [110] H. Kaya, E. Çadırılı ve A. Ülgen, Investigation of the effect of composition on microhardness and determination of thermo-physical properties in the Zn–Cu alloys, *Materials and Design*, no. 32, pp. 900-906, 2011.
- [111] E. Çadırılı, Effect of Solidification Parameters on Mechanical Properties of Directionally Solidified Al-Rich Al-Cu Alloys, *Met. Mater. Int.*, cilt 19, no. 3, pp. 411-422, 2013.
- [112] K. Sümbüloğlu ve V. Sümbüloğlu, Biyoistatistik, İstanbul: Haliboğlu Yayınevi, 1987.
- [113] E. Scheil, On Eutectic Crystallization, *Geisserei Tech. Wiss*, no. 24, p. 1313, 1959.
- [114] G. Chadwick, Decanted interfaces and growth forms, *Acta Metallurgica*, no. 10, pp. 1-12, 1962.
- [115] M. Ruggiero ve J. Rutter, Origin of Microstructure in the 332 K Eutectic of The Bi-In-Sn System, *Materials Science and Technology*, no. 13, pp. 5-11, 1977.
- [116] E. Hall, The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results, *Proc. Phys. Soc. Lond. Sect. B*, no. 64, pp. 747-753, 1951.
- [117] N. Petch, The cleavage strength of polycrystals, *J. Iron. Steel. Inst.*, no. 174, pp. 25-31, 1953.
- [118] J.D. Hunt, K.A. Jackson, Lamellar and Eutectic Growth, *Transactions of the Metallurgical Society*, no. 236, pp. 1129-1142, 1966.
- [119] R.Trivedi, P. Magnin, W. Kurz, Theory of Eutectic Growth under Rapid Solidification Conditions, *Acta Metallurgica*, no. 35, pp. 971-980, 1987.

EK 1. Regresyon Analizi [1]

İki değişken arasındaki, değişim ilişkisini gösteren ölçü korelasyon katsayısıdır ve r harfi ile gösterilir. Korelasyon katsayısı;

$$r = \frac{\sum xy - \frac{(\sum x)(\sum y)}{n}}{\sqrt{\left(\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}\right)\left(\sum y^2 - \frac{(\sum y)^2}{n}\right)}}$$

ile ifade edilir. Değişkenler arasındaki ilişki pozitif ise işareti artı, negatif ise eksi olur. Korelasyon katsayısı -1 ile +1 arasında herhangi bir değer alabilir ($-1 \leq r \leq +1$). Her iki yönde de 0'dan ± 1 'e yaklaştıkça ilişkinin kuvveti artar. -1 veya +1'den 0'a yaklaştıkça ilişkinin kuvveti azalır, sıfır değerini aldığı anda kaybolur.



İki değişken arasında belirgin bir ilişki olduğunda bu ilişki, dağılım grafiğindeki noktalar arasından geçen uygun bir doğru ile tanımlanabilir. Bu doğruya regresyon doğrusu denir ve matematiksel bir denklem ile gösterilebilir. Bu denklemde regresyon denklemi denir. Regresyon katsayısı;

$$\text{Regrasyon Katsayısı} = \frac{\sum xy - \frac{\sum x \sum y}{n}}{\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}}$$

ile ifade edilir. Regresyon doğrusunu çizmeden önce doğrusallıktan sapma değerinin kontrolünün yapılması gerekir. Eğer doğrusallıktan sapma önemli ise iki değişken arasında ilişki doğrusal değildir. Başka bir ifadeyle ilişki $y=a+bx$ doğrusal denklemi ile ifade edilemez. Bu nedenle regresyon doğrusu çizilemez. Burada x ; bağımsız değişken, y ; bağımlı değişken, a ; doğrunun y eksenini kestiği nokta, b ise regresyon katsayısıdır (eğim).

EK 2. Proje Yayınları**Bildiriler**

1. Çadırılı E., Yilmazer M.I., Büyük U., Kaya H., “Microstructural Characterization and Mechanical Properties of Al-2Mn-5Fe Ternary Eutectic Alloy”, ICMSE 2015: International Conference on Materials Science and Engineering, Amsterdam, HOLLANDA, 6-7 Ağustos 2015, vol.17, no.8, pp.286-286
2. Yilmazer M.I., Çadırılı E. , Büyük U., Kaya H., “Electrical and Thermal Properties Al-2Mn-5Fe Ternary Alloy”, International Science and Technology Conference (ISTEC-2016), Viyana, AVUSTURYA, 13-15 Temmuz 2016, vol.x, no.x, pp.x-x
3. Büyük U., Yilmazer M.I., Çadırılı E. , Kaya H., “Effects of Copper Content on Microstructure and Mechanical Properties of Al-Mn Eutectic Alloys”, International Science and Technology Conference (ISTEC-2016), Viyana, AVUSTURYA, 13-15 Temmuz 2016, vol.x, no.x, pp.x-x
4. Kaya H., Büyük U., Çadırılı E. , Yilmazer M.I., “Effect of Growth Rate on Microstructure and Mechanical Properties of Al-Mn-Si Ternary Alloy”, International Science and Technology Conference (ISTEC-2016), Viyana, AVUSTURYA, 13-15 Temmuz 2016, vol.x, no.x, pp.x-x