

Erciyes Üniversitesi
Bilimsel Araştırma Projeleri Kordinasyon Birimi
Kayseri

21.11.2011

Danışmanı olduğum Fen Bilimleri Enstitüsü öğrencisi Erkan KAÇAR tarafından verilen FBY-09-923 kodlu Cd-Pb ve Sn-Cd alaşım sistemlerinin XRD analizlerinin incelenmesi, örgü parametrelerinin tespiti ve iletkenliğin örgü parametresine bağlılığının araştırılması isimli proje, öğrencimin başka bir üniversiteye araştırma görevlisi olarak gitmesi ve tez çalışmasını yarıda bırakması nedeniyle yüksek lisans tez projesini tamamlayamamış ve sunamamıştır. Ancak yaptığı tez çalışması ile ilgili tez dökümanı imza sayfasız olarak bu dilekçeye ekte sunulmuştur.

Söz konusu tez projesinin tarafımdan kapatılması için gereğinin yapılmasını saygılarımla arz ederim.

Tez Danışman
Doç. Dr. Mehmet ARI



Ek: 1 adet tez dökümanı (sonuç raporu)

T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ
KOORDİNASYON BİRİMİ

**Cd-Pb VE Sn-Cd ALAŞIM SİSTEMLERİNİN XRD
ANALİZLERİNİN İNCELENMESİ, ÖRGÜ
PARAMETRELERİNİN TESPİTİ VE İLETKENLİĞİN ÖRGÜ
PARAMETRESİNE BAĞLILIĞININ ARAŞTIRILMASI**

**Proje No:
FBY-09-923**

**Proje Türü
Yüksek Lisans Tezi**

SONUÇ RAPORU

**Proje Yürütücüsü:
Doç. Dr. Mehmet ARI
Fen Fakültesi/Fizik Bölümü**

**Araştırmacı:
Erkan KAÇAR
Fen Fakültesi/Fizik Bölümü**

**FBY-09-923 Proje Nolu Yüksek Lisans Tezi Erciyes Üniversitesi Bilimsel
Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi Tarafından Desteklenmiştir**

Ağustos 2009
KAYSERİ

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım sırasında bana maddi manevi desteğini esirgemeyen, tez danışmanım: Sayın Doç. Dr Mehmet ARI'ya, laboratuvar çalışmalarında bana destek veren, sayın hocam Doç. Dr Buket SAATÇİ'ye teşekkürlerimi sunarım.

Bana fizik hakkında bildiklerimi öğreten, yeni bakış açıları sunan Erciyes üniversitesi ve Ondokuz Mayıs üniversitesi Fizik bölümlerinin çok kıymetli hocalarına teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuvar çalışmalarında yardımlarını aldığım arkadaşların; Fatma MEYDANERİ, Semra DURMUŞ, Meral GÖKKOYUN. ve ismini burada saymadığım bütün arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Bana FBY-09-923 proje nolu yüksek lisans tezimde finansal destek sağlayan Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Kordinasyon Birimine teşekkürlerimi sunarım.

Bana çalışmalarım sırasında maddi manevi destek veren ve bütün öğrenim hayatım boyunca destekçim olan ailem ve dostlarıma teşekkürü borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
ÖZET.....	iii
ABSTRACT.....	iv
İÇİNDEKİLER.....	v
TABLolar LİSTESİ.....	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	vii

1. BÖLÜM

GİRİŞ

2. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER

2.1. X-Işınları Difraksiyon Spektroskopisi (XRDS).....	3
2.1.1. X-Işını Difraksiyonu (XRD).....	5
2.1.2. Kristal Yapı Analizi	5
2.1.3. Difraksiyon Desenlerinin Yorumu.....	7
2.2. X-Işınları Toz Difraksiyon Çalışmalarında Kullanılan Aletler ve Uygulanışı..	8
2.2.1. X-ışınları Toz Difraktometresi.....	8
2.2.2. Sistemdeki Fazların Analizi.....	10
2.3. Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM).....	11
2.4. Elektriksel İletkenlik	16
2.4.1. Elektriksel İletkenliğin Açıklaması	16
2.4.2. Özdirencin Ölçülmesi.....	19
2.4.4. 4 Nokta D.C. İletkenlik Ölçüm Metodunda Kullanılan Cihazlar ve Uygulanışı...	23

3. BÖLÜM

DENEYDE KULLANILAN YÖNTEMLER

3.1 Numunenin Zımparalanması ve Parlatılması.....	25
3.1.1 Zımparalama Kademesi	25
3.1.2 Parlatma Kademesi	26
3.1.3 Elektrolitik Parlatma	27

4. BÖLÜM

DENEY SONUÇLARI

4.1 Kullanılan Numuneler.....	30
4.2 XRD Difraksiyon Desenleri, Sıcaklığa Bağlı Direnç Ve İletkenlik Grafikleri...	30
4.2.1 Saf Cd.....	31
4.2.2 Saf Sn	33
4.2.3 Saf Pb	35
4.2.4 Cd % 94,17 Sn	37
4.2.5 Cd % 33,46 wt Sn	39
4.2.6 Cd %22,5 wt Sn	41
4.2.7 Cd % 2,5 wt Sn	43
4.2.8 Cd %0,25 Pb	45
4.2.9. %5 Pb % 95 Cd	47
4.2.10 %90 Pb %10 Cd	49
4.2.11 Pb Cd ötektik	51
4.3 3 Kullanılan Numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntüleri.....	53

5. BÖLÜM

SUNUÇ VE TARTIŞMA.....	59
KAYNAKLAR	61
ÖZGEÇMİŞ.....	63

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1 İletkenliğin sınıflandırılması	16
Tablo 2.2 Malzemelerin Elektriksel İletkenlik Değerleri	17
Tablo-3.1. Elektrolitik parlatma çözeltileri ve bunların uygulanışları.....	29

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1 X-Işınları Toz Difraktometresinin Bileşenleri.....	5
Şekil 2.2 X-Işınlarının Bir Kristal Tarafından Difraksiyonu.....	7
Şekil 2.3 X-Işınları Toz Difraksiyon Ölçümleri (XRD) İçin Kullanılan Bruker AXS D8 Advance Tipi Difraktometre.	9
Şekil 2.4 Goniometre Ünitesi.....	10
Şekil 2.5 insan saçının 450 büyütme ile alınmış elektron mikroskobu görüntüsü	11
Şekil 2.6 9mm Kurşun SEM görüntüsü 16 büyütme.....	12
Şekil 2.7 Taramalı Elektron Mikroskobu şematik gösterimi.....	14
Şekil 2.8 Ölçümlerde Kullanılan SEM Sistemi.....	15
Şekil 2.9 İki Nokta Elektriksel İletkenlik Olcum Tekniği.....	19
Şekil 2.10 Dört Nokta D.C. Elektriksel İletkenlik Olcum Tekniği.....	21
Şekil 2.11 İletkenlik Olcum Kiti.....	23
Şekil 2.12 Dört Nokta D.C. Elektriksel İletkenlik Olcum Tekniği Çalışma Prensibi..	23
Şekil 3-1 Zımparalama ve parlatmada kullanılan motor.....	26
Şekil 3-2. Elektrolitik parlatma düzeneğinin şematik görünüşü.....	28
Şekil 4-1 Saf Kadmiyum için XRD difraksiyon deseni.....	31
Şekil 4-2 Saf Kadmiyum için direncin sıcaklığa bağlılığı grafiği.....	32
Şekil 4-3 Saf kadmiyum için iletkenliğin sıcaklıkla değişim grafiği.....	32
Şekil 4-4 Saf kalayın XRD difraksiyon deseni.....	33
Şekil 4-5 Saf kalay için direncin sıcaklıkla değişimi grafiği.....	34
Şekil 4-6 Saf kalay için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi grafiği	34
Şekil 4-7 Saf Kurşunun XRD deseni.....	35
Şekil 4 -8 Saf Kurşun için direncin sıcaklıkla değişimi grafiği.....	36
Şekil 4 -9 Saf Kurşun için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi grafiği.....	36
Şekil 4-10 Cd %94,17 Sn alaşımı için XRD difraksiyon deseni.....	37
Şekil 4-11 Cd %94,17 Sn alaşımı için direncin sıcaklıkla değişim grafiği	38

Şekil 4-12 Cd %94,17 Sn alaşımı için iletkenliğin sıcaklıkla değişim grafiği.....	38
Şekil 4-13 Cd 33,46 wt Sn alaşımı için XRD difraksiyon deseni.....	39
Şekil 4-14 Cd %33,46 wt Sn alaşımı için direncin sıcaklıkla değişimi	40
Şekil 4-15 Cd %33,46 wt Sn alaşımı için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi.....	40
Şekil 4-16 Cd %22,5 wt Sn XRD difraksiyon deseni.....	41
Şekil 4-17 Cd %22,5 wt Sn alaşımında direncin sıcaklıkla değişimi.....	42
Şekil 4-18 Cd %22,5 wt Sn alaşımında iletkenliğin sıcaklıkla değişimi.....	42
Şekil 4-19 Cd %2,5 wt Sn için XRD difraksiyon deseni.....	43
Şekil 4-20 Cd %2,5 wt Sn için direncin sıcaklıkla değişimi grafiği	44
Şekil 4-21 Cd %2,5 wt Sn için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi grafiği.....	44
Şekil 4-22 Cd %0,25 Pb alaşımı için XRD difraksiyon deseni	45
Şekil 4-23 Cd %0,25 Pb alaşımı için direncin sıcaklıkla değişimi	46
Şekil 4-24 Cd %0,25 Pb alaşımı için iletkenliğin sıcaklığa bağımlılığı.....	46
Şekil 4-25 %5 Pb % 95 Cd alaşımı için XRD difraksiyon deseni	47
Şekil 4-26 %5 Pb % 95 Cd alaşımı için direncin sıcaklığa bağlılığı eğrisi.....	48
Şekil 4-27 %5 Pb % 95 Cd alaşımı için iletkenliğin sıcaklığa bağlılığı	48
Şekil 4-28 %90 Pb %10 Cd alaşımı için XRD difraksiyon deseni.....	49
Şekil 4-29 %90 Pb %10 Cd alaşımı için direncin sıcaklığa bağlılığı	50
Şekil 4-30 %90 Pb %10 Cd alaşımı için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi	50
Şekil 4-31 PbCd alaşımının ötektik fazı için XRD difraksiyon deseni	51
Şekil 4-32 PbCd alaşımının ötektik fazı için direncin sıcaklıkla değişimi grafiği	52
Şekil 4-33 PbCd alaşımının ötektik fazı için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi	52
Şekil 4 34 Saf Cd için SEM mikrografı	53
Şekil 4 35 saf Sn için Sem mikrografı	53
Şekil 4 36 Saf Pb için SEM mikrografı	54
Şekil 4 37 Cd %95 wt Sn alaşımı için SEM mikrografı	54
Şekil 4 38 Cd %33,46 wt Sn alaşımı için SEM mikrografı	55
Şekil 4 39 Cd %22,5 wt Sn alaşımı için SEM mikrografı	55
Şekil 4 40 Cd %2,5 wt Sn alaşımı için SEM mikrografı.....	56
Şekil 4 41 Pb %0,25 Cd alaşımı için SEM mikrografı.....	56
Şekil 4 42 %5 Pb %95 Cd alaşımı için SEM mikrografı	57
Şekil 4 43 %90 Cd %10 Pb alaşımı için SEM mikrografı	57
Şekil 4 44 PbCd ötektik alaşımı için SEM mikrografı	58

**Cd-Pb VE Sn-Cd ALAŞIM SİSTEMLERİNİN XRD ANALİZLERİNİN
İNCELENMESİ, ÖRGÜ PARAMETRELERİNİN TESPİTİ VE İLETKENLİĞİN
ÖRGÜ PARAMETRESİNE BAĞLILIĞININ ARAŞTIRILMASI**

Erkan KAÇAR

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi, Ağustos 2009

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Mehmet ARI

ÖZET

Bu çalışmamızda, CdSn ve PbCd alaşımlarının elektrik iletkenliklerinin sıcaklığa bağlılığını, kristal yapılarını ve bu yapıların elektrik iletkenliği ile olan ilişkilerini inceleyeceğiz.

Bu alaşımların, XRD ölçümleri ve Four Point DC yöntemi ile alınmış elektrik iletkenliklerini kullandık.

Görüntülemelerde Erciyes Üniversitesi Teknoloji geliştirme merkezi (TEKMER)'de bulunan cihazları kullandık. elektrik ölçümlerinde ise Fen edebiyat fakültesi laboratuvarlarındaki sistemlerden yararlandık.

XRD verileri Bruker AXS DifracPlus Eva ve diffrac programları kullanılarak tahlil ve tespit edilmiştir.

Bu paket programlar vasıtasıyla indislenen XRD verilerinden örgü parametreleri ve örgü tipleri tespit edilmiştir. Oda sıcaklığından başlayarak yaklaşık 300°C'ye kadar farklı sıcaklıklar için iletkenlik ve öz dirençleri ölçülmüş ve hesaplanmıştır.

Örgü tiplerine ve örgü parametreleri ile iletkenlik ölçümleri arasında ilişki incelenmiştir.

Anahtar kelimeler: CdSn, PbCd, Kristal yapı, Elektrik iletkenliği

RESEARCH XRD ANALYSIS OF CdSn AND PbCd ALLOYS, DEDECTION OF THE LATTICE PARAMETER AND RESEARCH THE RELATIONSHIP OF LATTICE PARAMETER AND CONDUCTIVITY

Erkan KAÇAR

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

M. Sc. Thesis, August 2009

Thesis Supervisor: Assoc. Prof.Dr Mehmet ARI

ABSTRACT

In this study, we will review relationship to electrical conductivity and temperature of CdSn and PbCd alloys. Crystal structure and electrical conductivity of these structures will examine the relationship with. These alloys, XRD measurements and Four Point DC method we used the electrical conductivity.

Erciyes University Technology Development Center view (TEKMER) at the equipment we used. At electrical measurements we used systems of the Graduate School of Natural and Applied Sciences laboratories.

Bruker AXS XRD data analysis and using DiffracPlus Eva and diffrac programs have been identified.

This package program through the XRD data, lattice parameters and lattice index types have been identified

Starting from room temperature up to about 300 ° C for different temperatures were measured and calculated conductivity and resistivity.

Lattice parameters and types, and weave a relationship between conductivity measurements were studied.

Keywords: CdSn,, PbCd, Crystal structure, Electrical conductivity

1. BÖLÜM

GİRİŞ

Kurşun, kalay, çinko ve benzeri elementler bin yıllardır insanların teknoloji geliştirmede en yaygın kullandığı metallere dendir. İlk metallerin işlendiği bu topraklarında kolayca bulunan ve kolayca işlenen kalay ve kurşun el aletleri yapımından, mutfak malzemeleri imalatına kadar bir çok alanda kullanılmış ve kullanılmaya devam etmektedir. İsa'dan önce 3000 senesine kadar uzanan tarihiyle kurşun hem bilim tarihinde önemli bir yer tutmakta hem de medeniyetin gelişmesinin önemli katkılarıyla dikkat çekmektedir. Simyacılar Kurşun'un ilk element olduğunu ve bundan yola çıkarak altına ulaşılabilceğini düşünmüşlerdir. Görece daha sert bir metal olan çinko yine bu topraklarda yüz yıllar evvel kullanılmaya başlanmıştır.

Teknolojinin gelişmesi ve elektriğin bulunmasıyla, kolay eriyebilen kalay ve kurşun devre elemanlarının tutturulmasında kullanılmaya başlanmıştır. Bununla birlikte bu malzemelerin elektrik tepkileri önem kazanmış ve devre içinde harcayacakları güç, iletim özelliklerinin bilinmesini gerekli kılmıştır.

Yarı iletken devre elemanlarının gelişmesi ve çok küçük akımların devrelerde önemli hale gelmesiyle birlikte, bu elementlerin hem devre elemanlarının tutturulmasında, hem yarıiletken katkılanmasında kullanılabilecek olması elektrik özelliklerinin ve devre sıcaklığı ile bu özelliklerinin nasıl değiştiğinin bilinmesini gerektirir.

Çinko ve kurşun batarya yapımında kullanılmaktadır bu kullanım alanı da elektrik özelliklerini bilinmesini gerekli kılar.

Biz de bu çalışmamızda hem elektrik özelliklerinin sıcaklığa bağımlılığını inceleyeceğiz, hem de yaptığımız çalışmalarda elektrik özelliklerinin kristal yapıya bağımlılığı hakkında tahmin yürütmeye çalışacağız.

Bilindiği gibi metallerde elektrik iletkenliği büyük oranda elektronlara bağlıdır. Bununla birlikte fonon titreşimleri de elektrik iletkenliğine küçük katkılar sağlar. Kristal yapı ise elektronların hareketlerini sınırladığı için iletkenlikte çok önemli yer tutmaktadır. Band teorisinde atom çekirdeklerinin bir potansiyel engeli olarak elektronların hareketlerini sınırladıkları kabul edilir, yapılan çalışmalar da göstermektedir ki kristal yapının yoğunluğu elektrik iletkenliğinde önemli bir yere sahiptir. Kristal yapının değişimine göre elektrik iletkenliği de değişir. Biz burada alaşımlar üzerinde çalışacağız. Çinko hegzagonal yapıda kristalleşmektedir. Buna karşılık Kurşun ise kübik bir yapı sergiler. Çinko-Kurşun alaşımlarından da bu iki yapıya rastlamayı bekliyoruz. Alaşımların çinko tarafı daha ziyade hegzagonal bir yapıda kristalleşirken, Kurşun tarafı kübik yapıda kristalleşmelidir. Biz bu kristallerin aynı yapıda kristallenenleri bir arada değerlendirip örgü parametrelerinin değişimi ile iletkenliğinin ne şekilde değiştiğini görmeye çalıştık.

Elektron mikroskobu ile yüzey haritaları çıkartılıp yapının homojen bir alaşım olup olmadığı incelendi, XRD ölçümleri alınarak kristal örgü parametreleri tayin edildi ve bu parametrelerin değişimine karşılık oda sıcaklığında iletkenliğin nasıl değiştiği grafiklerle incelenerek yorumlandı. Bu grafikler çizilirken aynı kristal yapıda olanlar bir arada değerlendirildi. Ayrıca sıcaklığın artmasıyla iletkenliğin nasıl değiştiği de yine grafikler çizilerek incelendi ancak yüksek sıcaklık için XRD ölçümleri alınamadığı için oda sıcaklığında yapılan değerlendirme sıcaklık değişimi için yapılamadı.

2. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER

Üzerinde çalıştığımız sistemlerin yapı analizlerinde x ışınları difraktometresi (XRD) kullanıldı. Daha sonra bu numunelerin elektrik iletkenliklerinin tayininde dört nokta DC yöntemi kullanıldı. Numuneler parlatılarak Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile görüntüleri alındı. Bu tekniklerle ilgili kısa bilgiler aşağıda verilmiştir.

2.1. X-Işınları Difraksiyon Metodu (XRDS)

X ışınları yaklaşık 0,03-20 Angstrom dalga boyuyla görünür ışığa nazaran çok küçük dalga boyuna sahip elektro manyetik dalgalarıdır. 19. Yüzyılın sonlarında Röntgen tarafından keşfedildikten sonra bilimde yeni bir çığır açmıştır. Günümüzde tıp alanında hastalıkların teşhis ve tedavisinde çok geniş bir kullanım alanı vardır. Fizikte ise kristal malzemelerin teşhisinde kullanılır (XRD). 1912 yılında Alman fizikçi Von Laue x-ışınlarının yapısını keşfetmek üzere bir deney yaptı; deneyde billur bir lam üzerinden geçen x ışınlarının kırınımı inceleyerek x ışınlarını yapısı hakkında bilgi almayı amaçlıyordu. Bu deney x ışınlarını yapısının aynen ışık ışınları gibi olduğunu göstermekle kalmadı aynı zamanda kırınımı gerçekleştirdiği lamın da yapısını tayin etti. Bu deneyle billur lamın yapısının Bravais teorisinde olduğu gibi kafes şeklinde örgülerden oluştuğu anlaşılmıştı. Bu deneyle Von Laue x ışınları difraksiyonu yöntemini ilk keşfeden kişi olarak tarihe geçmiştir. Von laue tarafından keşfedildikten sonra, x-ışınları difraksiyonu analiz yöntemi bugüne kadar endüstri ve bilime çok önemli katkı sağlamıştır. Örneğin; kristal malzemelerin atomlarının geometrik düzeni (örgü yapısı) ve aralarındaki mesafe hakkındaki bilgilerin çoğu doğrudan difraksiyon çalışmalarıyla tayin edilir. XRD sistemi çoğunlukla ağır elementlerden oluşan, katı anorganik ve kristalin maddelerin araştırılmasına uygun bir yöntemdir. Organik maddeler çoğunlukla x ışınlarını soğururlar bu özellikleri tıp alanında kullanılmaktadır.

XRD ölçümleri için kullanılan cihazlar basit olarak Şekil 2.1'deki blok diyagramına sahiptir. Yöntem, süper iletkenler, seramikler, metaller, alaşımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karışımlar, çelik kaplama malzemeleri, maden analizlerinde, toprak analizlerinde, safsızlık katkılanmış yarı iletkenlerde, böbrek ve mesane taşlarında, bileşim analizlerinde, bazı adli konularda, bazı boyar maddelerde, pigmentlerde, çimentolarda, doğal veya yapay minerallerde, herhangi bir malzemenin içerdiği bileşik veya elementlerin tayininde, inorganik polimerlerde, faz diyagramlarının ve faz dönüşümlerinin araştırılması bazı kristal yapılı veya amorf kompleks bileşiklerinin incelenmesinde olduğu gibi bir çok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir. Yaygın olmamakla birlikte bazı katı organik bileşiklerin, katı organik polimerlerin, plastiklerin, organik boyar maddelerin v.s. analizlerinde de kullanılmaktadır.[22]

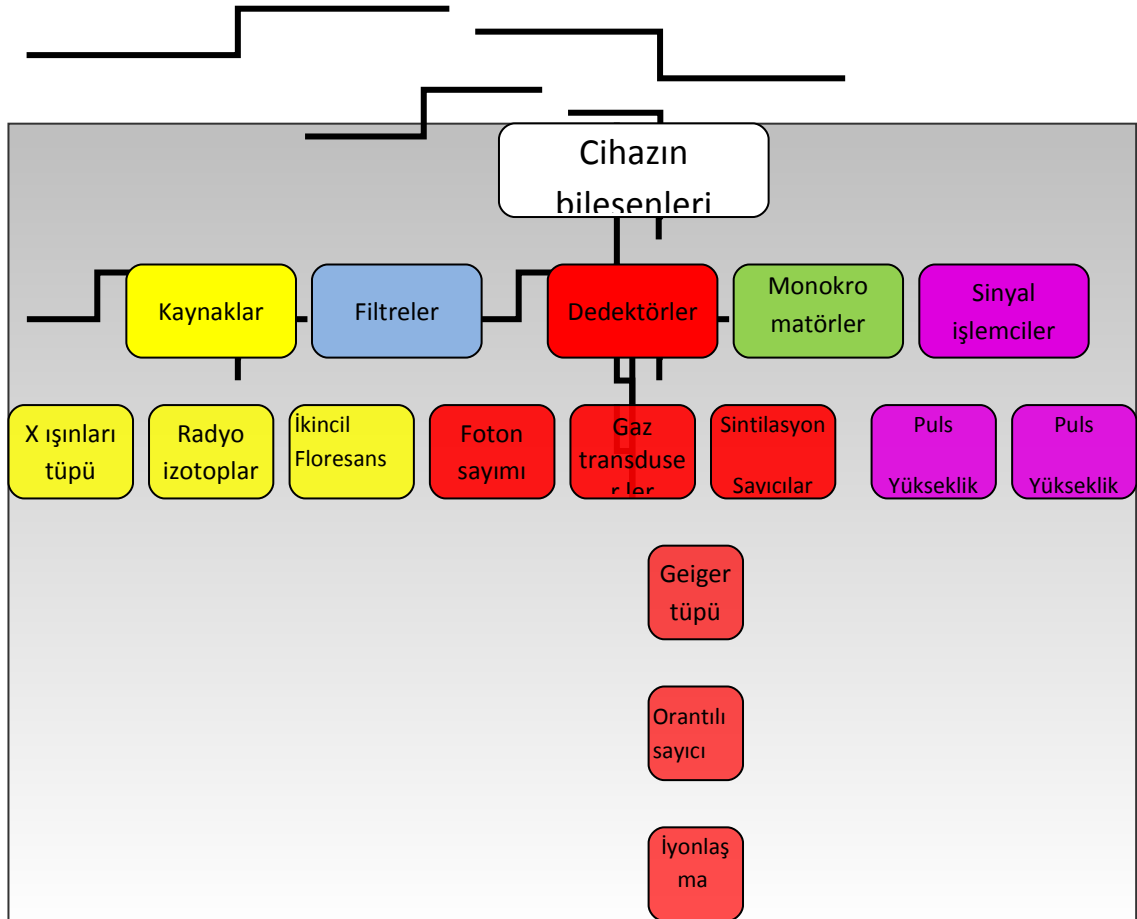
Ayrıca XRD çalışmaları metallerin, polimerik malzemelerin ve diğer katıların fiziksel özelliklerinin çok daha iyi anlaşılmasına katkıda bulunmuşlardır. X-ışınları difraksiyonu son zamanlarda stereoidler, vitaminler ve antibiyotikler gibi karmaşık maddelerin yapılarının aydınlatılmasında da yaygın olarak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

X-ışınları difraksiyonu kristal bileşiklerin kalitatif olarak tanınmasında pratik ve uygun bir yöntemdir. X ışınları difraksiyonunda Laue yöntemi, döner kristal yöntemi ve toz difraksiyonu yöntemi olmak üzere üç farklı yöntem kullanılır. En yaygın kullanılan X-ışınları toz difraksiyon yöntemi, katı bir numunedeki bulunan bileşikler hakkında kalitatif ve kantitatif bilgi sağlayabilen tek analitik yöntemdir. Bu yöntemde tek kristal yerine ince toz haline getirilmiş örnek kullanılır. Toz örnek, merkezinden geçen bir eksen etrafında kolayca dönebilen silindirik bir cam tüpün içine konulur. Tek renkli ışın, bu tüpün dönme eksenine dik olarak gelecek şekilde, yeteri kadar ince bir demet halinde olmalıdır. Kırınımın kaydedileceği film ise, tüpün dönme eksen ile aynı eksenli silindirin iç yüzeyine yerleştirilir. Toz yöntem ile bir katı numunedeki KBr ve NaCl yüzdeleri tayin edilebilirken diğer analitik yöntemlerle sadece numunedeki K^+ , Na^+ , Br^- ve Cl^- iyon yüzdeleri tayin edilebilmektedir.[22,23]

X-ışınları toz yöntemi her bir kristalin madde için x-ışını difraksiyon modelinin sadece o kristale özgü olması temeline dayanır. Böylece eğer numunenin difraksiyon deseni

literatürde karşılaştırıldığı maddenin literatürdeki difraksiyon deseni ile tam uyarsa (difraksiyon açıları aynı olursa), numunenin kimyasal yapısı bulunabilir [22,23].

2.1.1. X-Işını Difraksiyonu (XRD)



Şekil 2.1 X-Işınları Toz Difraktometresinin Bileşenleri.

2.1.2. Kristal Yapı Analizi

Difraktometre ye yerleştirilen metal alaşımda kristal içerisinde homojen dağılım olduğu için tüm mümkün yönlerde kristal parçacıkları homojen olarak dağılırlar. Böylece bir x-ışını demetinin malzeme içinden geçerken çok sayıda taneciğin bütün mümkün düzlemler arası boşluklarda yansıması için Bragg şartını (2.1) yerine getirecek şekilde yönelmiş olması beklenir.

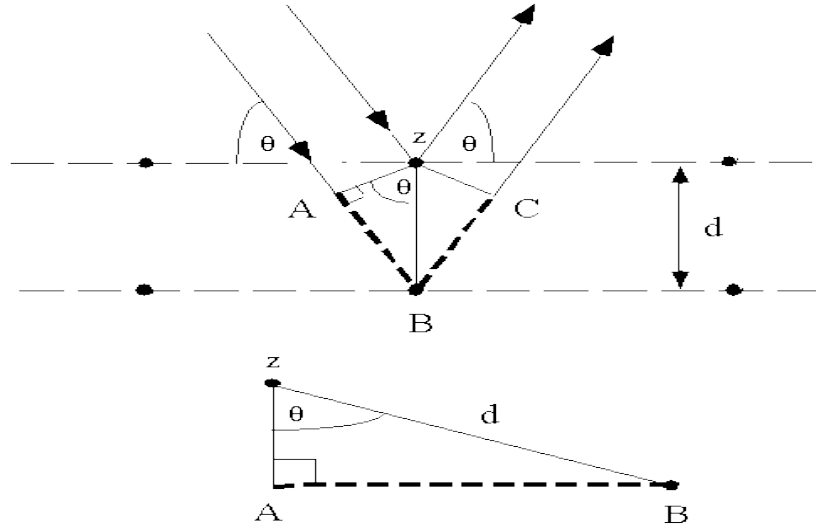
Numunelerin ölçüme hazırlanma şekilleri, ince duvarlı cam veya selofan kapiler tüpler içine yerleştirilebilirler. Diğer bir seçenek bir miktar numunenin kristalin özelliği bulunmayan bir bağlayıcı ile karıştırılması ve eritilerek uygun bir şekil verilmesidir. İki ya da daha fazla örneğin bir mika plaka üzerine yayılması şeklindedir.

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

Kristali tanıttak olan difraksiyon deseninin olması için Şekil 2.2'den de görüldüğü gibi yansıma ışınlarının yapıcı girişim yapmaları gerekir. Şekil 2.2'de örgü yüzeyinin bir parçası gösterilmiştir.

Her bir yüzeyden yansıyan dalgalar arasındaki yol farkı $\overline{AB} + \overline{BC} = 2d \sin \theta$ ile ifade edilir. Yapıcı girişim olması için bu ifadenin dalga boyunun tam katlarına, $n\lambda$, eşit olması gerekir. Bunun için gerekli şart, komşu iki düzlemden yansıyan ışınlar arasındaki yol farkı $2d \sin \theta$ olmalı ve yol farkı dalga boyunun tam katı olmalıdır. Bragg kanunu olarak bilinen bu ifade aşağıdaki matematiksel eşitlikte verilmiştir. [22,23]

$$2.d.\sin\theta = n.\lambda \quad (2.1)$$



Şekil 2.2 X-Işınlarnın Bir Kristal Tarafından Difraksiyonu.

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

Difraksiyon desenleri, genellikle otomatik cihazlarla elde edilir. Burada kaynak, uygun filtreleri bulunan bir x-ışını tüpüdür. Toz halindeki örnek numune tutucuya yerleştirilir. Kristallerin yönlenmesindeki gelişigüzelliği artırmak için numune tutucu döndürülür. Emisyon veya absorpsiyon spektrumunun elde edilmesinin benzeri bir şekilde otomatik olarak taranmak suretiyle difraksiyon desenleri elde edilir. Bu tür cihazların avantajı şiddet ölçümleri için yüksek kesinlik, otomatik veri ayıklama ve rapor sunmasıdır [23].

2.1.3. Difraksiyon Desenlerinin Yorumu

Bilinmeyen bir malzemenin toz difraksiyon desenlerinden yararlanarak tanımlanması, sinyallerin θ veya 2θ cinsinden pozisyonlarına ve bağlı şiddetlerinin elde edilmesi temeline dayanır. Difraksiyon açısı 2θ belli bir grup düzlemler arası açıklık tarafından belirlenir. Bragg eşitliği yardımıyla bu düzlemler arası uzaklık (d) mesafesi kaynağın bilinen dalga boyundan ve ölçümün yapıldığı açıdan hesaplanır. Çizgi şiddetleri her bir

düzlem kümesindeki atomik yansıtma merkezlerinin türüne ve sayısına bağlıdır. Uluslararası Difraksiyon Verileri Merkezi (International Centre For Diffraction Data, Swarthmore, PA) tarafından toz difraksiyon verileri dosyası sağlanabilir. Bu dosyadaki verileri tarayarak bilinmeyenleri belirlemek zor ve zaman alıcı olduğundan, toz veriler dosyası inorganikler, organikler, mineraller, metaller, alaşımlar, adli malzemeler ve diğer türlerin listesini içeren alt dosyalara ayrılmıştır. Bu dosyalardaki veriler düzlemler arası uzaklık mesafelerini ve bağıl çizgi şiddetlerini göstermektedir. Veriler en şiddetli çizginin d değerlerine göre sıralanmıştır; bu dosyadan analizi yapılan maddesinin en şiddetli d mesafelerine bir pikometrenin yüzde bir ikisi kadar yaklaşan d değerleri alınır. Muhtemel bileşikler ayrıldıktan sonra aralarında tekrar bir eleme için ikinci daha sonra üçüncü vb. en şiddetli çizgilerin d değerlerine göre elemeler yapılarak bilinmeyene yaklaşılr. Çoğunlukla üç veya dört d değeri bileşiğin kuşku götürmez bir şekilde teşhis edilmesi için yeterlidir. Günümüzde artık bilgisayar tarama programlarıyla bu zor işlem kolaylaştırılmıştır.

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

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

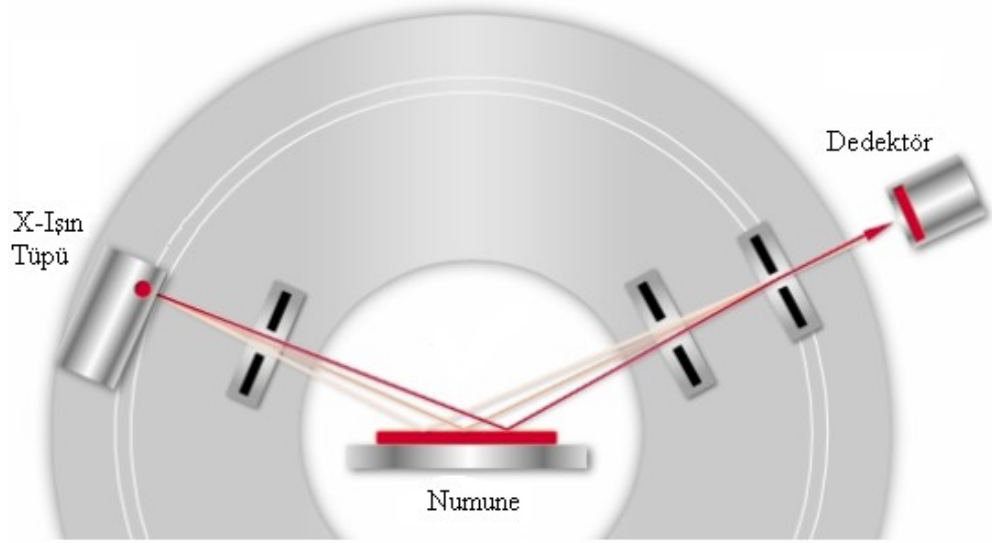
2.2.1. X-Işınları Toz Difraktometresi

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



Şekil 2.3 X-Işınları Toz Difraksiyon Ölçümleri (XRD) İçin
Kullanılan Bruker AXS D8 Advance Tipi Difraktometre.

Şekil 2.3’de blok şeması verilen sistem Bragg Brentano geometrisine göre çalışan bir sistem olup, ölçümlerde 40 kV ve 40 mA’de elde edilen Cu K α ışınları kullanıldı. Sistemde monokromatize X-ışını elde etmek için grafit monokromatör veya filtreler kullanılmaktadır. Ölçümler $10^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$ aralığında 0.002° (2θ)’lık açılı tarama miktarı ile yapıldı. X-ışını demetinin kalınlığını uygun hale getirmek için difraktometre girişine 1 mm’lik ve çıkışına da 0.1 mm’lik filtre bulunmaktadır. Numuneden difrakte olan X-ışınları NaI (Tl) tipi sintilasyon dedektörü ile toplanmakta ve sisteme bağlı bulunan bilgisayar ünitesi yardımıyla değerlendirilmektedir. Şekil 2.4’de görülen sinyal işleyici ünitesi, sayıcıdan gelen elektronik pulslardan istenmeyen pulsları ayırmak, difraksiyon piklerinin genliğini arttırmak, pulsların şiddetlerini sayısal değerlere çevirmek, bunları voltaj akım değerlerinde bilgisayara göndermek için kullanılmaktadır.[23]



Şekil 2.4 Goniometre Ünitesi.

2.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Ölçümleri

Malzeme biliminin, jeoloji ve biyolojinin bir çok çalışma alanında katı yüzeylerin fiziksel niteliği hakkında ayrıntılı bilgi sağlamak büyük bir önem taşır. Bu tür bilgiyi sağlamanın klasik yöntemi yüzey karakterizasyonunda hala önemli bir teknik olarak kullanılan optik mikroskopidir. Son zamanlarda çok daha yüksek ayırıcılığa sahip üç teknik kullanılarak yüzeyler hakkında bilgi sağlanmaktadır. Bu teknikler taramalı elektron mikroskopi (SEM), taramalı tünelleme mikroskopi (STM) ve atomik kuvvet mikroskopi (AFM)'dir. Son iki yöntem bazen taramalı prop mikroskopi (SPM) şeklinde ortak bir isimle adlandırılır.

Bu tekniklerin her biri ile bir görüntü elde etmek için katı numunenin yüzeyi, hassas bir şekilde odaklanan elektron demetiyle (1) yüzey boyunca düz bir doğru üzerinde (x yönünde) tarama yapılır, (2) demet başlangıç pozisyonuna döner ve (3) aşağı doğru (y yönünde) standart belirlenmiş bir miktar kadar kaydırılır. Bu işlem söz konusu yüzey alanı tamamen taranana kadar tekrarlanır. Bu tarama işlemi sırasında yüzey üstünde (z yönü) bir sinyal alınır ve görüntüye dönüştürüleceği bir bilgisayarda toplanır .

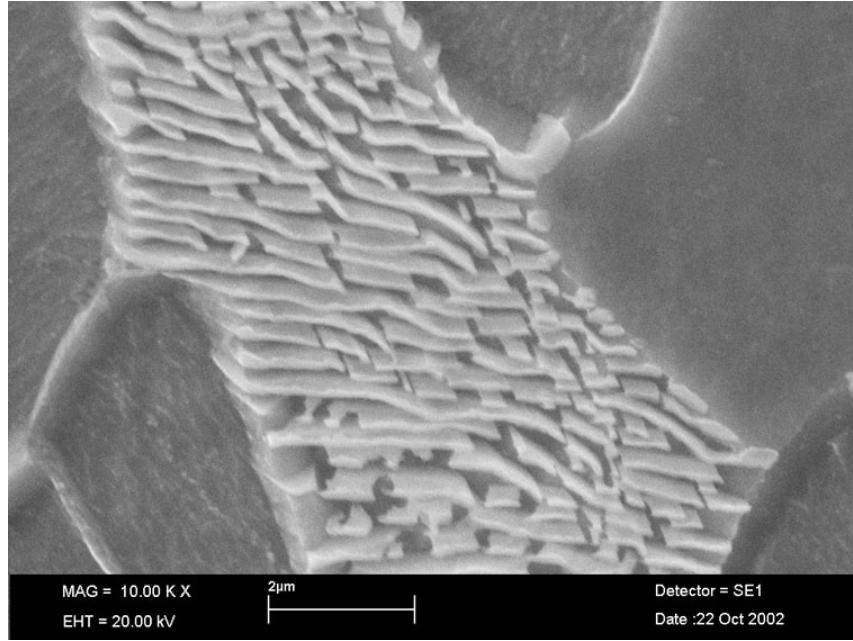


Şekil 2.5 insan saçının 450 büyütme ile alınmış elektron mikroskobu görüntüsü

Taramalı elektron mikroskopta, katı numune yüzeyi yüksek enerjili bir elektron demetiyle taranır. Bu teknikte yüzeyden çeşitli tür sinyaller oluşturulur. Bunlar geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlar, Auger elektronları, X-ışını floresans fotonları ve değişik enerjili diğer fotonlardır. Bütün bu sinyaller yüzey çalışmalarında kullanılmış olmakla beraber, bunların içinde en yaygın olan iki tanesi (1) taramalı elektron mikroskopinin temelini oluşturan geri saçılmış ve ikincil elektronlar ve (2) elektron mikroprob analizde kullanılan x- ışını emisyonudur .

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

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



Şekil 2.6 9mm Kurşun SEM görüntüsü 16 büyütme.

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

Elektron demetinin x ve y yönünde tarama yapmasını sağlayan sinyalleri yöneten sistem, aynı anda katot ışınları tüpünün (CRT) dikey ve yatay eksenlerinin taranmasını sağlar. CRT üzerindeki nokta şiddetini kontrol eden bir dedektör çıkış sinyalini kullanarak numunenin bir haritasını oluşturur. Bunu yaparken numunenin yüzeyindeki

belirli bir alanda oluşturulan sinyalin CRT ekranında buna karşı gelen bir nokta ile birebir korelasyonu sağlanır. SEM ile görüntüde sağlanabilecek büyütme (M)

$$M = W / w \quad (2.2)$$

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

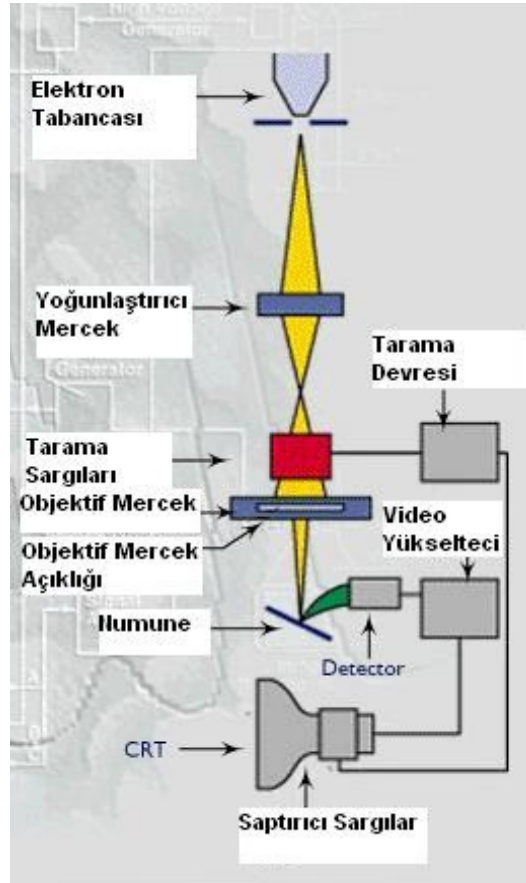
Numune ve numune tutucu, numune odaları numunelerin hızlı bir şekilde değiştirilebilmesine uygun olarak tasarlanmıştır. Normal basınçtan 10^{-4} torr veya daha düşük bir basınca hızla ulaşabilmek için yüksek kapasiteli vakum pompaları kullanılır.

Numune tutucular veya raflar, çoğu cihazda bir kenarı birkaç cm'den fazla numuneleri tutabilecek özelliktedir. Ayrıca numune tutucular x, y, ve z yönlerinde hareket ettirilebilir ve her bir eksen etrafından döndürülebilir. Sonuç olarak çoğu numunelerin yüzeyleri hemen hemen her yönden gözlenebilir.

Çalışması en kolay olan numuneler elektriği iletenlerdir. Çünkü engellenmemiş veya yavaşlatılmamış bir şekilde toprağa akan elektronlar, yük birikimi nedeniyle oluşan gerçek olmayan yapay verileri en aza indirir. Ayrıca, elektrikçe iyi iletken numuneler genellikle ısıyı iyi ilettiklerinden ısısal bozunma olasılığı en azdır. Ancak, ne yazık ki çoğu biyolojik ve mineralojik numuneler iletken değildir.

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

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



Şekil 2.7 Taramalı Elektron Mikroskobu şematik gösterimi.

SEM ve EDX ölçümleri yapılan numuneler için Scherrer -Warren eşitliği (2.3) kullanılarak, yapıyı karakterize edecek şekilde seçilen, en şiddetli piklerin pik profilleri hesaplandı.

$$D = 0.9 \lambda / (B \cos \theta_B) \quad (2.3)$$

Scherrer -Warren eşitliğinde D ortalama kristal boyutu, λ ölçümde kullanılan x-ışınının dalga boyu, θ_b Bragg difraksiyon açısı ve B ise pik yarı yüksekliğinin genişliğidir. B değerini hesaplamak için (2.4) eşitliği kullanılır.

$$B^2 = B_m^2 - B_s^2 \quad (2.4)$$

(2.4) eşitliğindeki B_m ölçülen ve hesaplanan pik yarı genişliklerinin doğrulamasından elde edilen değer ve B_s yapı için iç yansımalarının elde edilen pik yarı genişliğidir.



Şekil 2.8 Ölçümlerde Kullanılan SEM Sistemi.

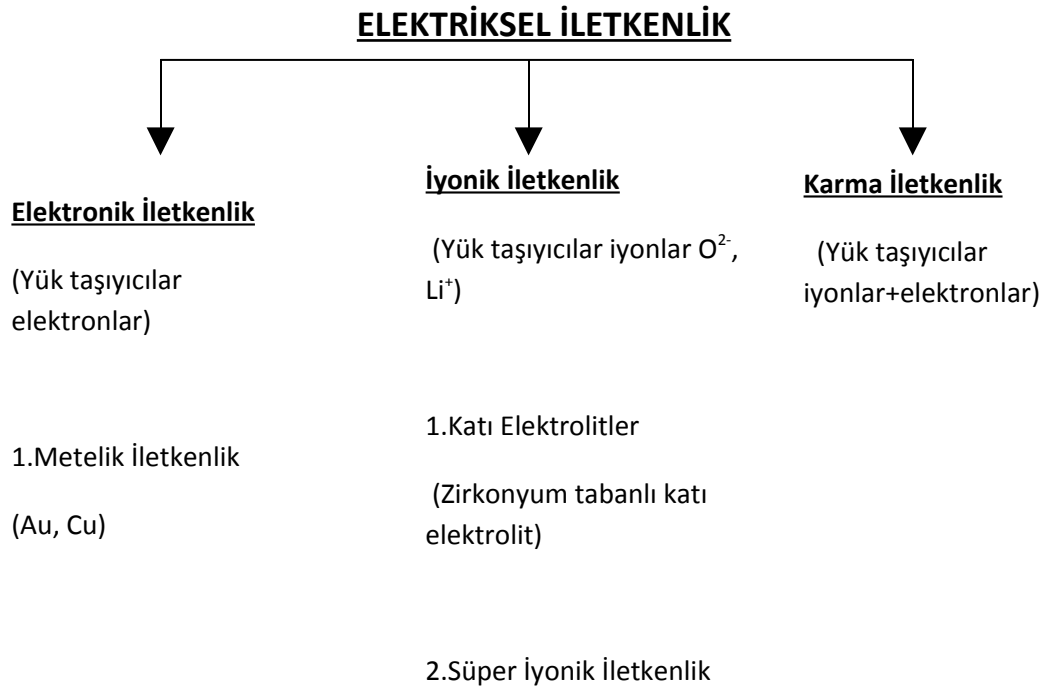
Tek faz olarak elde edilen tetragonal tipi katı elektrolitlerin mikro yapı özellikleri ve mikroprob analizleri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde bulunan Şekil 2.6'daki LEO 440 marka taramalı elektron mikroskobu ile yapıldı.

2.3. Elektriksel İletkenlik

2.3.1. Elektriksel İletkenliğin Açıklaması

Elektriksel yüklerin herhangi bir etki ile bir yönde veya her iki yönde de 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 türününse hareketli olduğu iletkenlik türü karma iletkenlik olarak tanımlanmıştır. Bu durumda iletkenlik üçe ayrılır ve şu şekilde gruplandırılır.

Tablo 2.1 İletkenliğin sınıflandırılması



Bir malzemenin elektrik iletimi iyonik ya da elektronik mekanizmalardan biri ile olur . Yarıiletkenlik, süperiletkenlik ve metalik iletkenliği içine alan elektronik iletkenliğin dışında diğer 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. Bir örgüdeki atomlar örgü noktalarında sabit kalma

eğilimindedirler ve sadece kristal kusurları boyunca hareket ederler. Bu iyonların kristal örgüsündeki yerlerini değiştirmeleri yoluyla yaptıkları hareketleri sonucunda oluşan iletkenlik türü iyonik iletkenliktir. İyonların (katyon veya anyon)kristal örgüde hareket etmeleri (göç etmeleri) ile gerçekleşen iletkenliğe iyonik iletkenlik, bu tür iletkenliğe sahip katılarda özel olarak katı elektrolit denir.

Yalnızca yüksek sıcaklıkta atomların termal enerjilerinin yüksek olduğu ve örgü kusuru konsantrasyonunun 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 elektroliti ya da süper iyonik elektroliti olarak sınıflandırılırlar.

Tablo 2.2 Malzemelerin Elektriksel İletkenlik Değerleri

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

Genel olarak kristal içinde iyonik iletkenliğin ortaya çıkması için şu şartlar gereklidir; tek tip iyonların çoğu hareketli olmalıdır, hareketli iyonların atlayabilmesi için çok sayıda boş örgü noktaları olmalıdır, iki komşu örgü noktası arasında atlamanın olabilmesi için düşük bir aktivasyon enerji engeline sahip örgü olmalıdır.

Bazı iyonik katılar yapılarında, bir elektrik alan içinde iyonların göç etmesine izin veren noktasal örgü kusurları içerirler. Bu örgü kusurları yük taşıyıcılar olarak görev alır. Örgüdeki kusurlardan iyonun hareketi ile iyonik iletkenlik gerçekleşir.

İyonik iletkenlik için iyonların bir ya da daha fazla tipinin malzeme boyunca iletilmesi gerekir. Düşük sıcaklıklarda, bir iyonun örgü içinde hareket etmesi için küçük bir alan vardır. Bu alan sadece atomların, bulundukları nokta civarında titreşimi için yeterlidir. İyonların örgü içindeki hareketine örgü çeşitli kısıtlamalar getirir ve hareket rasgele olmaz. Ancak sıfırdan farklı bir sıcaklıkta örgüde kusur meydana getirilirse iyonlar hareket edebileceklerdir. Sıfır sıcaklıkta sistemin serbest enerjisi potansiyel enerji tarafından baskılanır. Sıcaklık artırıldıkça sistemin düzensizliğinin derecesi olan entropinin artmasından dolayı sistemin serbest enerji dağılımı oldukça belirginleşir. Sistem artan serbest enerjiyi en aza indirmek ve kararlılığını artırmak için en düşük düzeyde örgü boşluklarını sahip olmalıdır. Bu durum mobil taneciklerin sürekli örgü kusurlarından hareketi ile gerçekleştirilir. Taneciklerin bu hareketi bir elektrik alan ile yönlendirilerek iletkenlik meydana getirilir. Katı haldeki malzemenin iletkenliği, yük taşıyıcıları konsantrasyonu, kristalin sıcaklığı, iyonun örgü içinde hareket edebilirliği, kristal içindeki kusurun miktarı gibi özelliklerden etkilenir. Örgüde boşluk kusurları normalde iki metotla meydana getirilir. Bunlardan biri kristalin ısıtılması sonucunda meydana gelen örgü kusurlarıdır. Bir diğer yolu ise safsızlık katkılanmaktır. 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 kusur içermeye başlar bu durumda gözlenen iletkenlik türü karışık tip iletkenliktir. Elektriksel iletkenliğin artmasının ana nedeni kristal örgüde oluşan örgü kusurlarıdır.

2.3.2. Öz direncin Ölçülmesi

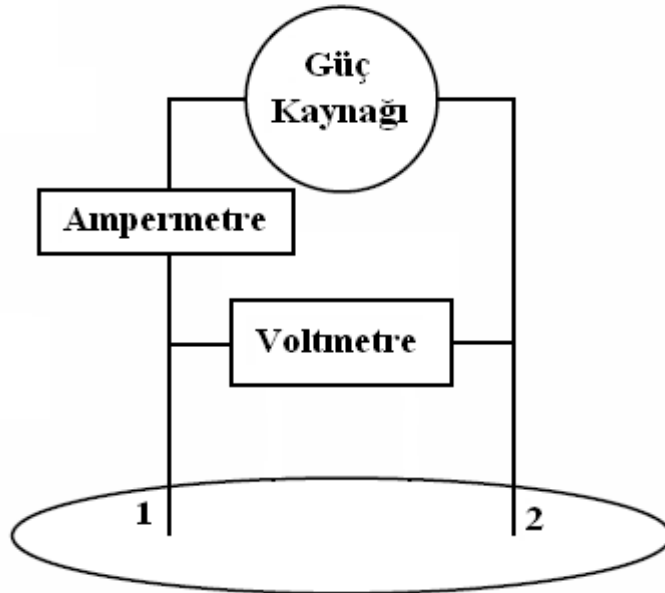
İletkenlik ve öz direnç (dirençlilik) bir malzemenin karakteristik özelliğidir. Bir numunenin elektriksel iletkenliğinin belirlenmesi için ölçülen voltaj ve akım şiddeti ile

hesaplanan özdirenç değeri ile numunenin geometrik yapısı arasında bir ilişki vardır. Bu nedenle özdirençin hesaplanmasında kullanılan Ohm Kanunu;

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

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

Malzemelerin özdirençlerinin belirlenebilmesi için tipik olarak numune içinde bir elektrik alan yaratacak olan 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 direnci, maddenin üzerinden geçen I akımı ve bunun meydana getirdiği V geriliminin oranı ile bulunur.



Şekil 2.9 İki Nokta Elektriksel İletkenlik Ölçüm Tekniği.

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

İki metal iletken kontak tel ile yapılan bu ölçüm yöntemi iki nokta elektriksel iletkenlik ölçümü olarak adlandırılır (Şekil 2.9). Burada direncin belirlenebilmesi için V ve I değerinin doğrudan belirlenmesi yeterlidir. Bu yöntemle yapılan direnç belirleme ölçümünde elde edilen R değeri ileride de belirteceğimiz şartlara bağlı olarak en azından kontakların direncini de içerir. Bu durumda elde edeceğimiz R direnci ve buna bağlı elde edilen ρ öz direnç değeri sadece numuneye ait olmayacaktır.

Direncin elde edilmesi numunenin öz direncini belirlenmesini sağlar. Homojen bir numunenin öz direnci belirlenmek istendiğinde malzemenin geometrik özelliklerini de içerir. Öz direnç ifadesi aşağıdaki şekilde verilebilir.

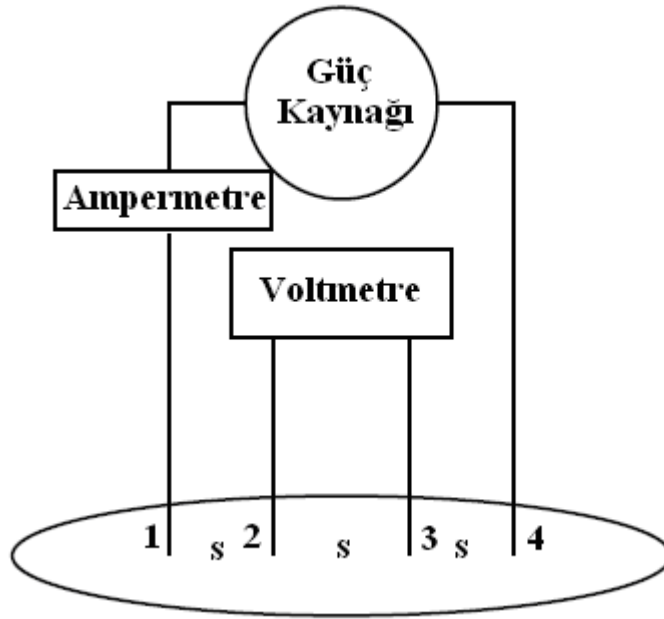
$$\rho = \frac{V}{I} \cdot G \quad (2.4)$$

Burada G gösterimi numunenin boyutlarını yani yüzey geometrik sınırları ve kalınlığını, elektriksel kontakların numune üzerindeki konumunu ve diziliş düzenini içeren bir katsayıdır ve “*Geometrik Düzeltme Katsayısı/Faktörü*” (Resistivity Correction Factor, RCF) olarak tanımlanır.

2-nokta ölçümü ile elde edilen R_{toplam} direnç değeri numunenin direncinin dışında başka ek dirençleri de içerir. Bu ek dirençler iletken telin (R_{tel}), numuneye akımı aktaran iğne uçların (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 metalden yapılar. Bunun nedeni numunenin cinsine göre numuneye sert ve sağlam temasın sağlanması ya da yüksek sıcaklığa dayanıklı olan metal başlar kullanmaktır.

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. 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, ikisi ise herhangi iki nokta arasındaki potansiyel farkı ölçmek için kullanılır (Şekil 2.10). Şekil 2.10'da görüldüğü gibi 1.ve 4. problardan akım ve 2.ve 3. problardan ise potansiyel fark ayrı ayrı ölçüldüğü için İki nokta iletkenlik ölçüm tekniğindeki gibi kontak dirençleri ölçüme doğrudan dahil olmaz. Yine bu sistemde de kontak direnci söz konusudur ama ölçümün sonucunu çok az etkileyeceğinden ihmal edilebilir.



Şekil 2.10 Dört Nokta D.C. Elektriksel İletkenlik Ölçüm Tekniği.

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

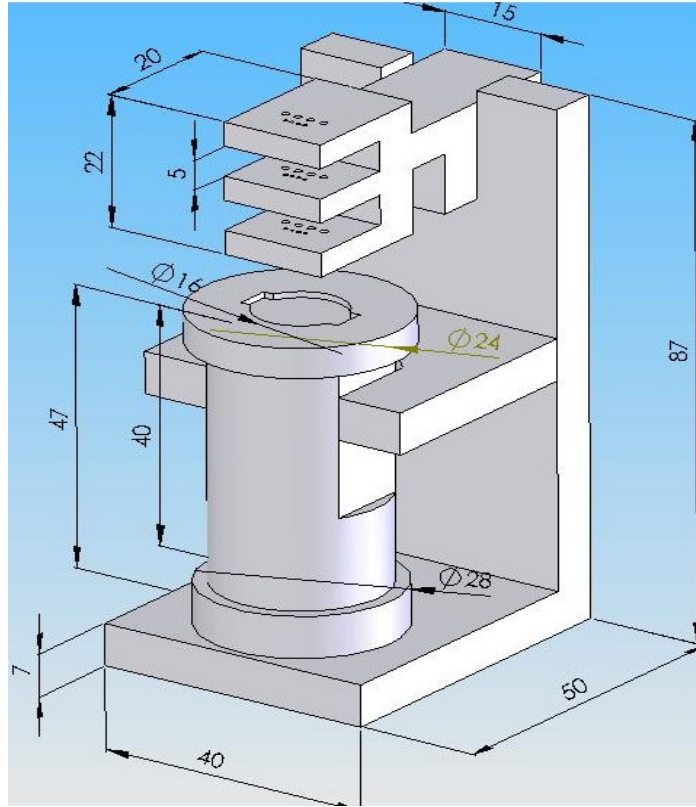
$$\rho = \frac{V_{23}}{I_{14}} \cdot G \quad (2.5)$$

Kontakların aynı doğrultuda dizilmeleri en avantajlı ölçüm şekli olacaktır. Bu durumda G faktörünün belirlenmesi ve hesabı daha sadedir. Burada s ardışık kontaklar arası mesafedir (Şekil 2.10). Böyle bir ölçüm düzeneğinde yukarıda yer alan ρ öz direnç denklemindeki G katsayısı numune geometrisi, kontakların numune üzerindeki konumuna ve kontaklar arası s mesafesine bağlıdır. Uygulamada genel olarak yapılan kontak dizilişi $s_{12} = s_{23} = s_{34} = s$ olan eşit aralıklı düzendir.

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

CdSn ve PbCd alaşım numunelerin elektriksel iletkenlikleri four-probe DC iletkenlik ölçüm tekniği ile ölçüldü. Bütün ölçüm DAQ (Data Acquisition) kontrol sistemi ile yapıldı. Bu sistem PC, IEEE-488.2 Bus, Interface kart, scanner kartlı multimetre, programlanabilir güç kaynağı(sourcemetre) ve bu amaç için yazılmış bilgisayar programlardan oluşmaktadır. Bütün cihazlar GPIB protokolünü destekleyen uygun portlara sahiptir. Kontaklar 0.5 mm çaplı platin teller numune üzerine temas edecek şekilde yerleştirildi. Bu yöntem temas noktasındaki direnci olabilecek en aza indirmeyi sağlayan ve literatürde karşılaşılan en iyi yöntemdir.

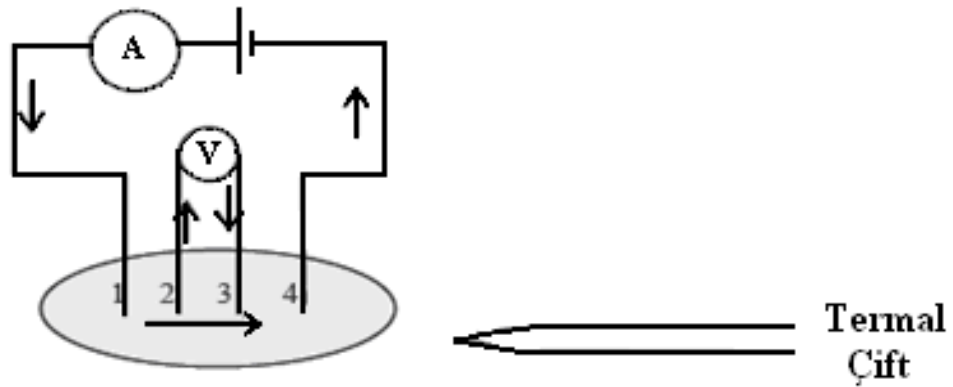
Numuneler iletkenlik ölçümü için özel olarak tasarladığımız Şekil 2.11’de gösterilen yüksek ısıya dayanıklı (1500°C) ve yüksek sıcaklıkta iletkenlik göstermeyen alüminadan yapılmış iletkenlik ölçüm kitine yerleştirilerek iletkenlikleri ölçüldü.



Şekil 2.11 İletkenlik Ölçüm Kiti.

Güç kaynağı olarak Keithley 2400, data eldesi için de Keithley 7700 Scanner kart içeren Keithley 2700 multimetre, dataların bilgisayara aktarılması ve cihazların kontrolü için ise Keithley 488.2 Interface kart kullanıldı

Dört nokta d.c. elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği çalışma prensibi Şekil 2.12’te gösterilmektedir.



Şekil 2.12 Dört Nokta D.C. Elektriksel İletkenlik Ölçüm Tekniği Çalışma Prensibi.

Burada I akımı ve V voltajı multimetreden okunur. Termal çift ise o anki numunenin sıcaklığı belirler. I akışı her durumda palet üzerinde 1. kontakdan 4. kontağa doğrudur. Akım geçişi esnasındaki numune üzerine düşen gerilim 2. ve 3. kontaklardan okunur. Burada elektriksel iletkenlik aşağıdaki denklem ile hesaplanmıştır.

$$\sigma_T = \frac{I}{V} \cdot \frac{1}{G} \quad (2.6)$$

Burada I; Numuneden Geçen Akım (A),

V; Numune Üzerinde Gözlenen Potansiyel Fark (V),

G; Geometrik Düzeltme Faktörü (cm),

.

BÖLÜM 3

DENEYDE KULLANILAN YÖNTEMLER

3.1 Numunenin Zımparalanması ve Parlatılması

Numunelerin kesildikten mikroskopik inceleme için zımparalanması ve parlatılması gerekmektedir. Çünkü numunenin kesimi esnasında deformasyon oluşabilmektedir. Parlatmanın amacı numunenin içyapısının yüzeyde temsil edilmesini sağlamaktır, deformasyona uğramış bölümün kaldırılması için bu işlem;

a) Zımparalama kademesi

b) Parlatma kademesi

Olmak üzere iki kademedede yapılır.

3.1.1. Zımparalama Kademesi

Zımparalama kademesi kaba zımparalama ve ince zımparalama kademesi olmak üzere iki aşamalıdır. Kaba zımparalama kademesinin amacı bir sonraki zımparalama ve parlatma kademesi için gerekli düz yüzeyi elde etmektir. Bu aşamada numune 100 ve 180 nolu zımpara ile kaba olarak zımparalanır. Kaba zımparalamada dikkat edilecek husus, numunenin ısınmasını önlemektir. Bunun için numunenin zımparalanması esnasında su soğutması kullanılmaktadır. Bu aşamadan sonra daha ince tane yapısına sahip 320, 500, 600, 1000, 1200 ve 2400 no'lu zımpara kağıtları sıra ile kullanılarak zımparalama yapılır. Her kademedede bir evvelki kademedede kullanılan aşındırıcılardan daha ince aşındırıcı kullanılır ve böylece her kademenin numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon ve çizikler minimuma indirilir. İnce parlatma kademesi de kaba parlatma kademesinde olduğu gibi numunenin ısınmasını engellemek için su soğutma altında gerçekleştirilir. Çünkü sıvı ortam, numune yüzeyi ile zımpara arasında daha homojen bir temas sağladığı gibi numunenin ısınmasını da önler. Diğer taraftan su, zımpara abrasiflerini bir arada tutarak sağa-sola dağılmalarına engel olur. Bir zımparadan

diğerine geçildiğinde, numune 90° çevrilerek bir evvelki zımparalama esnasında numune yüzeyinde oluşan çizikler ve deformasyon tabakası bir sonraki zımparalama ile ortadan kalkar. Bunun için her zımparalama kademesi sonunda numune gözle kontrol edilmelidir ve numune çatlak, porozite ihtiva ediyorsa bu bölgelere yerleşen zımpara tanelerinin, numuneden yıkama ile uzaklaştırılması mümkün olmuyorsa ultrasonik temizleyici kullanılmalıdır. Zımparalanacak numunenin zımparalanması esnasında zımpara kağıdına fazla bastırılmaması gerekir. [20]



Şekil 3- Zımparalama ve parlatmada kullanılan motor.

3.1.2. Parlatma Kademesi

İnce zımparalama sürecinden geçirilmiş olan numune, ultrasonik temizleyicide temizlendikten sonra parlatma işlemine geçilmektedir. Parlatma süreci iki kademede gerçekleşir. Bunlar kaba ve son parlatmadır. Her iki kademede numune, parlatma disklerine tutulur. Burada öncelikle disklerin üzerine parlatılacak numune için tavsiye edilen kumaşlar geçirildi. Deneyler esnasında yumuşak ve orta sertlikte malzemelerle çalışıldığı için yumuşak ve tüylü kumaşlar tercih edilmiştir. Kaba parlatma süresince numune, üzerine keçe yapıştırılmış dönen bir disk üzerine süspansiyon şeklinde hazırlanmış alümina sürülerek 50-100 devir/dakika hızında kaba parlatma yapıldı. Numune ile keçe arasında iyi temas olması için yağlayıcı malzemenin cinsine bağlı

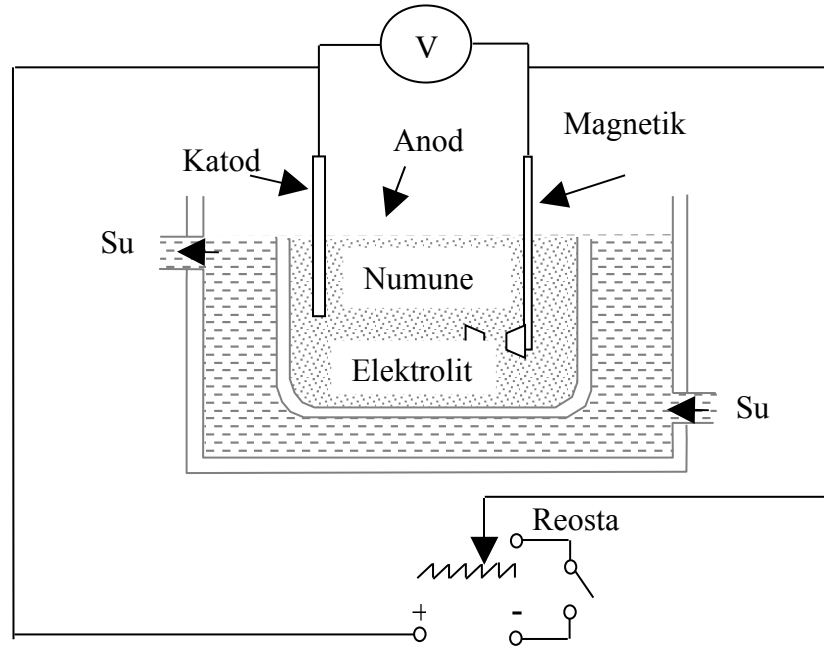
olarak lübricant kullanılmıştır. Kaba parlatma esnasında numuneyi hafif bir şekilde bastırmak iyi sonuç vermiştir. Bu durumda zımpara kâğıdının bırakmış olduğu izler azalmış ve yapı açığa çıkmıştır. Numune yeterince kaba parlatmaya tutulduktan sonra ultrasonik temizleyicide temizlenip kurutulduktan sonra son parlatma aşamasına geçilmiştir. Bu aşamada 6 μm , 1 μm , 1/4 μm ve tane büyüklüğüne sahip diamond (elmas) pastalar ve bunların kullanıldığı aynı özelliğe sahip üç ayrı disk üzerine yapıştırılan parlatma kumaşları kullanılmıştır. Bu ince parlatma süresince bir sonraki kademeye geçmeden büyük tane iriliğine sahip diamond pastanın daha küçük tane iriliği olan diamond pasta için hazırlanmış disk üzerindeki kumaşa bulaşmasını önlemek için numune damıtık su ile yıkanıp ultrasonik temizleyiciye bırakılmıştır.

Kaba ve son parlatmada dikkat edilecek nokta parlatma kumaşının nem derecesidir. Minimum nem miktarı numunenin yüzeyinin lekelenmesine yol açar. Eğer çalışılan malzeme yumuşak ise sürüklenme artar. Bu nedenle parlatma kumaşının kurumasına meydan verilmeksizin zaman zaman aşındırıcı süspansiyon kullanılmalıdır. Aşırı nem de parlatma sürecini uzatır ve oyuklaşmaya yol açar. Yüzeyde ince opak bir tabaka mevcutsa aşındırıcı miktarı yeterlidir. Gerek kaba gerekse son parlatmada numuneyi diske tutarken hareket ettirmenin bazı yararları vardır. Numune diskin dönme yönüne ters yönde ve diskin merkezinden dışa doğru ileri geri hareket ettirilmelidir. Böylece aşındırıcının disk yüzeyine homojen bir şekilde dağılımı ile parlatma kumaşının homojen yıpranması sağlanır. Numuneyi hareket ettirmenin diğer bir yararı da kalıntı oluşmasının engellenmesidir. Başarılı parlatma işleminde, son parlatma kademesinden sonra numunenin yüzeyi ayna gibi görünür. Bununla beraber göz aldanmasına engel olmak amacıyla özellikle numunenin mikroyapı fotoğrafı çekilecekse parlatmanın yeterli olup olmadığı ancak, numunenin mikroskopta incelenmesi ile anlaşılır. Bu nedenle parlatma yeterli olmuşsa dağlama aşamasına geçilir.

3.1.3. Elektrolitik Parlatma

Kurşun ağırlıklı alaşımlar mekaniksel olarak parlatıldığında istenilen sonuç elde edilemedi. Bunun sebebi kurşunun yumuşak bir malzeme olmasından dolayı diğer bileşen olan kadmiyum üzerine sürüklenmesi ve yığılma yapmasıdır. Yığılma sonucunda yapı açığa çıkmamaktadır. Sonuçta bu numunelerin

elektrolitik parlatılması denendi. Numune 2400 no 'lu zımparaya kadar ön parlatma işleminden geçirildikten sonra ultrasonik temizleyicide temizlenip kurutulduktan sonra son elektrolitik parlatmaya geçildi. Burada ilk olarak numune üzerine keçe yapıştırılmış dönen bir disk üzerine süspansiyon şeklinde hazırlanmış alümina sürülerek 50-100 devir/dakika hızında kaba parlatma yapılır. Numune ile keçe arasında iyi temas olması için su ve yağlayıcı (lübrikant) kullanılmıştır. Yüzeyin daima ıslak kalması sağlanmıştır. Daha sonra 6 μm , 3 μm ve 1 μm 'luk diamond pastalar ile parlatma yapılmıştır. Her aşama tamamlandığında numune (kurşun alaşımı için, öncelikle bileşiminde alkol ihtiva etmeyen bulaşık deterjanı ile temizlenir) ultrasonik temizleyici ile kısa sürede (yaklaşık 3-4 sn) temizlenmiştir. Bunun sebebi büyük tane iriliğine sahip diamond pastanın daha küçük tane iriliği olan diamond pasta için hazırlanmış disk üzerindeki kumaşa bulaşmasını önlemektir. Bu nedenle son diamond pasta aşamasından sonra temizleme aşamasından geçirilen numune **şekil 3-2.** 'de şematik olarak gösterilen elektrolitik parlatma ünitesine yerleştirilmiştir.



Şekil 3-2. Elektrolitik parlatma düzeneğinin şematik görünüşü.

Burada numune anod durumundadır. Elektroliz, elektroliz banyosunda parlatılacak numunenin metal iyonlarının ve kompleks bileşiklerinin çözülebildiği iletken çözeltilerdir. Elektrolitik seçimi parlatılacak numunenin cinsine, kimyasal bileşimine ve mikro yapısına bağlıdır. Bu çalışmada yapılan elektrolitik parlatma işlemi daha önce yapılan çalışmalarda[20] tespit edilen uygulama voltajı, parlatma zamanı gibi parametrelerinin değerleri kullanılmış olup bunlar **Tablo-3.4** 'de verilmiştir. [20]

Tablo-3.1. Elektrolitik parlatma çözeltileri ve bunların uygulanışları.

Bileşim (% Ağırlık)	Elektrolit [20]	Uygulama voltajı (d.c.volt)	Parlatma süresi (sn)	Sıcaklık (°C)
Pb-% 17,4 Cd alaşımı	800 ml etanol 140 ml damıtık su	10-15	5-15	20-25
Pb %3.3 wt Cd	60 ml Perklorik asit			

Yukarıda belirtilen sürelerde elektrolitik parlatma setinde tutulan numuneler daha sonra buradan çıkartılarak bol su ile yıkandı metal mikroskobunda incelenen numunelerde yeterince parlama olduğuna ve yüzeyi kapatacak kadar dağlama olmadığında numuneler SEM görüntüleri alınmak üzere TEKMER'e gönderildi.

BÖLÜM 4

DENEY SONUÇLARI

4.1 Kullanılan Numuneler

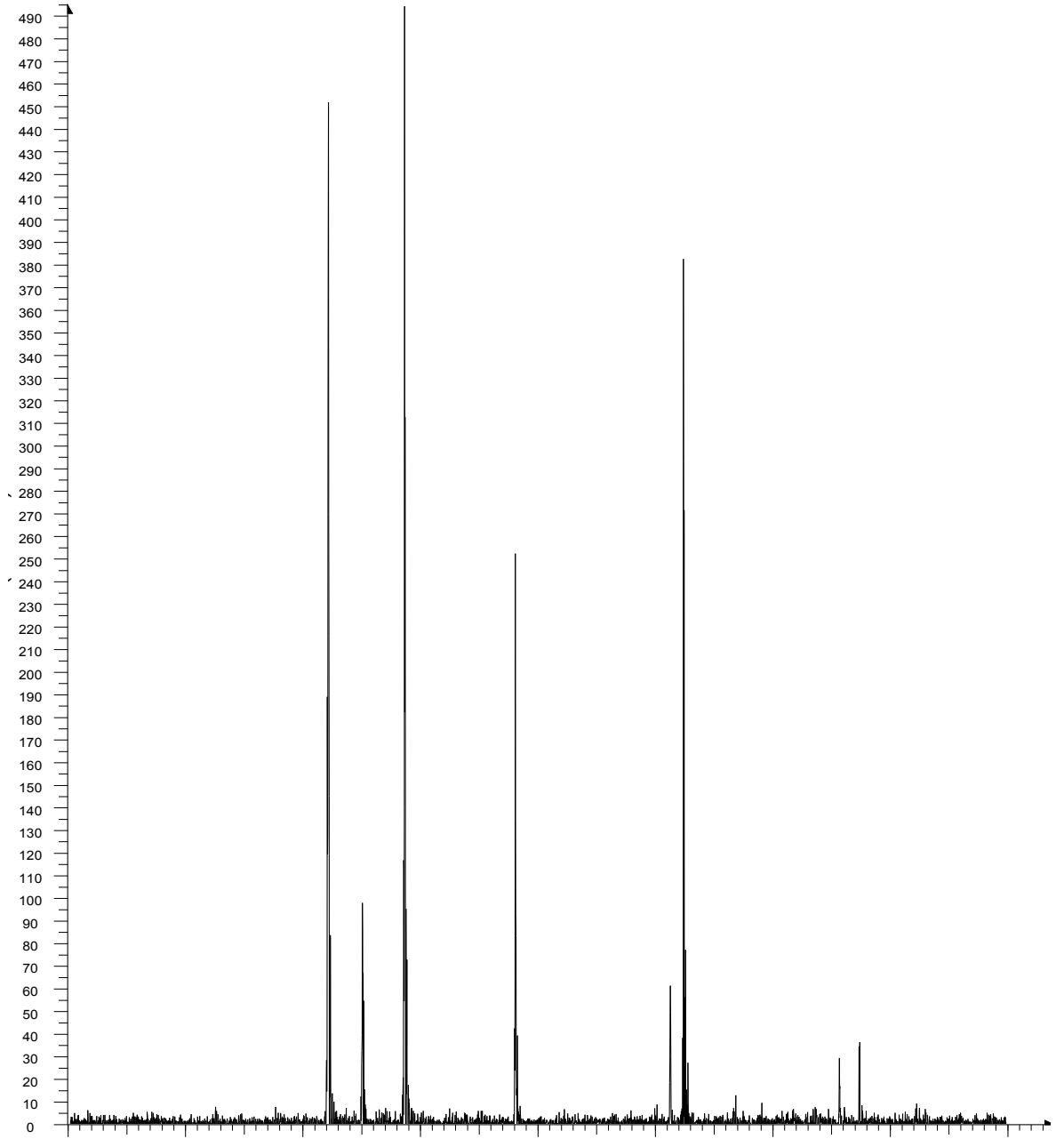
Bu çalışmamızda aşağıdaki alaşımlar üzerinde çalışmalar yapılmıştır.

- Saf Cd
- Saf Sn
- Saf Pb
- Cd%94,17 wt Sn
- Cd%33,46 wt Sn
- Cd%22,5 wt Sn
- Cd%2,5 wt Sn
- Pb %0,25 wt Cd
- %5 Pb %95 Cd
- %90 Cd %10 Pb
- PbCd otektik.(Pb %17,4 Cd)

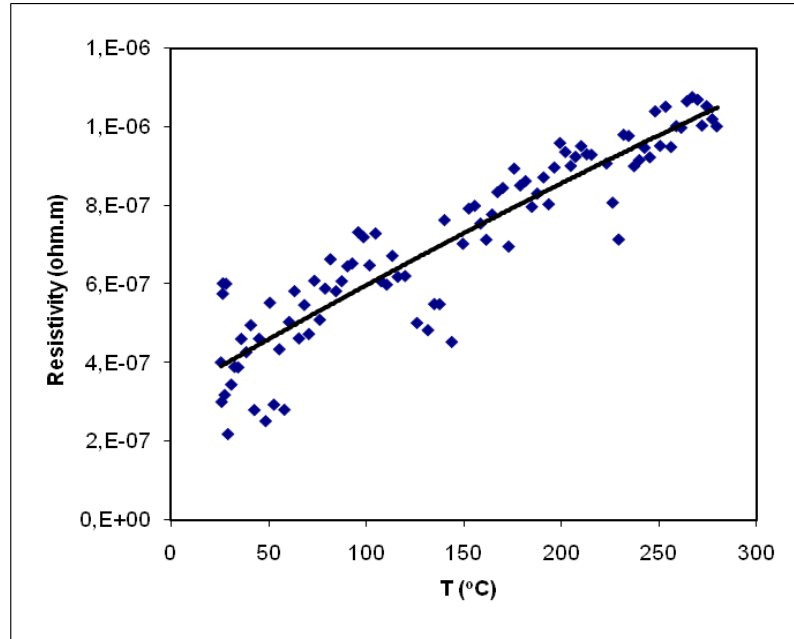
Üzerinde çalışılan numunelerin XRD difraktometresi ile alınmış desenleri,. Elektrik iletkenliğin ve direncin sıcaklığa bağlı değişim grafikleri aşağıda verilmiştir.

4.2 XRD Difraksiyon Desenleri, Sıcaklığa Bağlı Direnç Ve İletkenlik Grafikleri

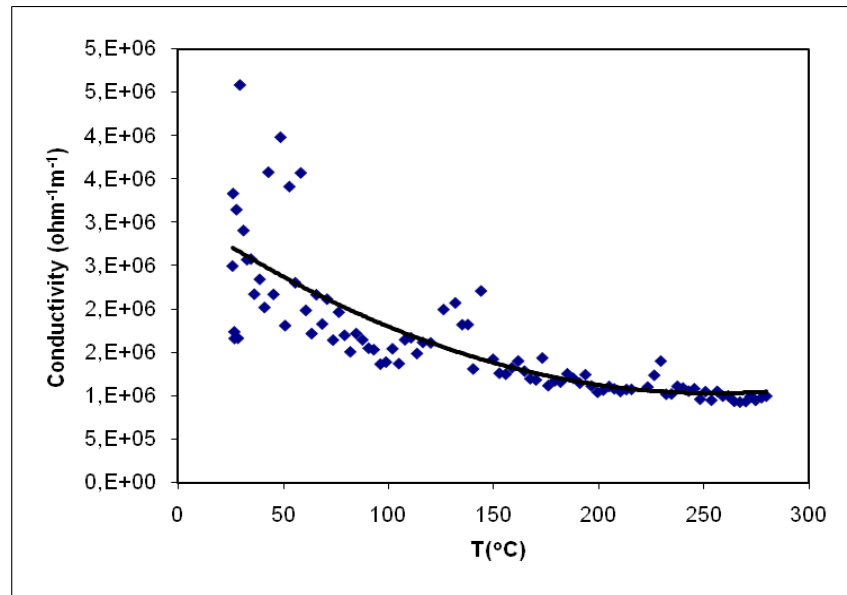
4.2.1 Saf Cd



Şekil 4-1 Saf Kadmiyum için XRD difraksiyon deseni

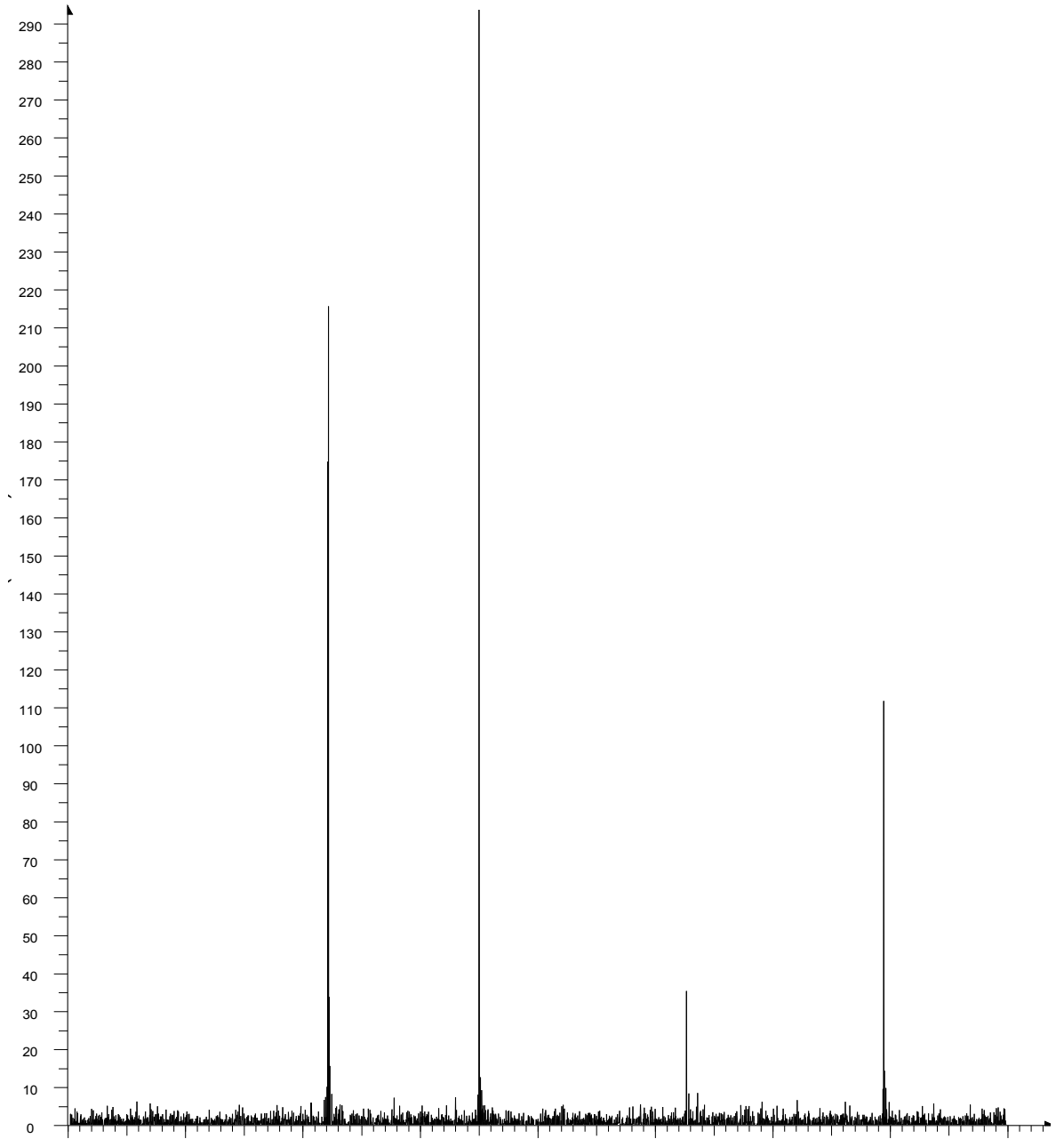


Şekil 4-2 Saf Kadmiyum için direncin sıcaklığa bağılılığı grafiği

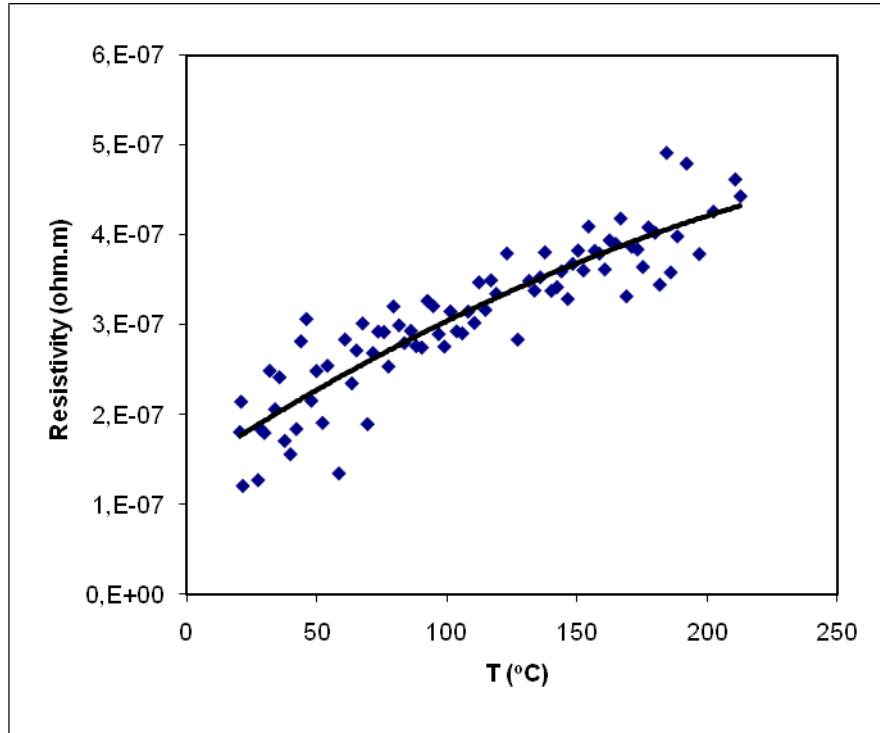


Şekil 4-3 Saf kadmiyum için iletkenliğin sıcaklıkla değişim grafiği

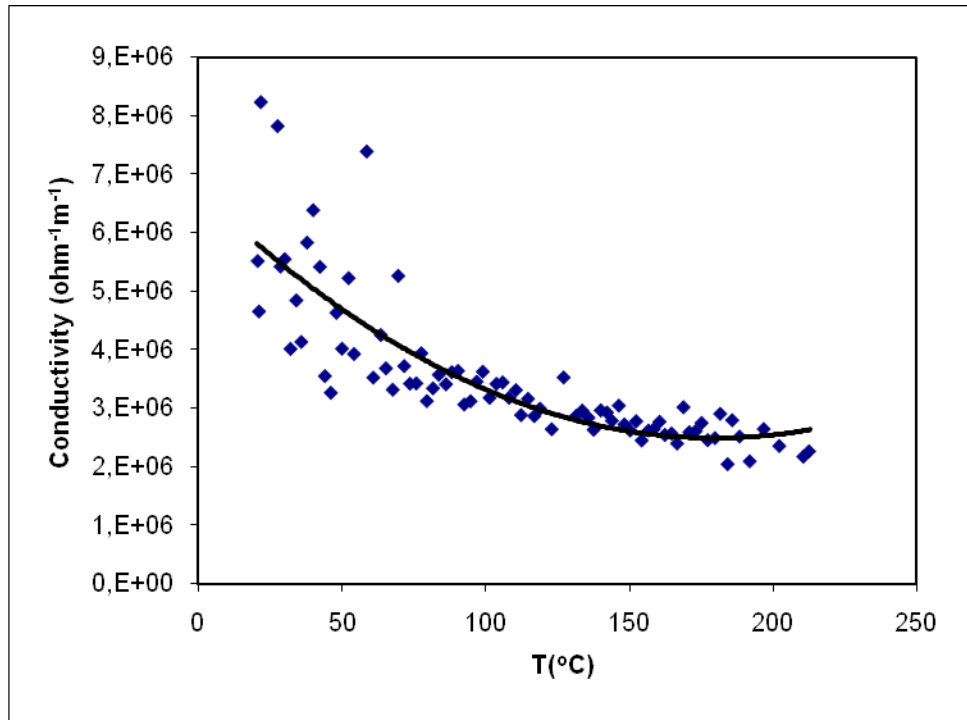
4.2.2 Saf Sn



Şekil 4-4 Saf kalayın XRD difraksiyon deseni

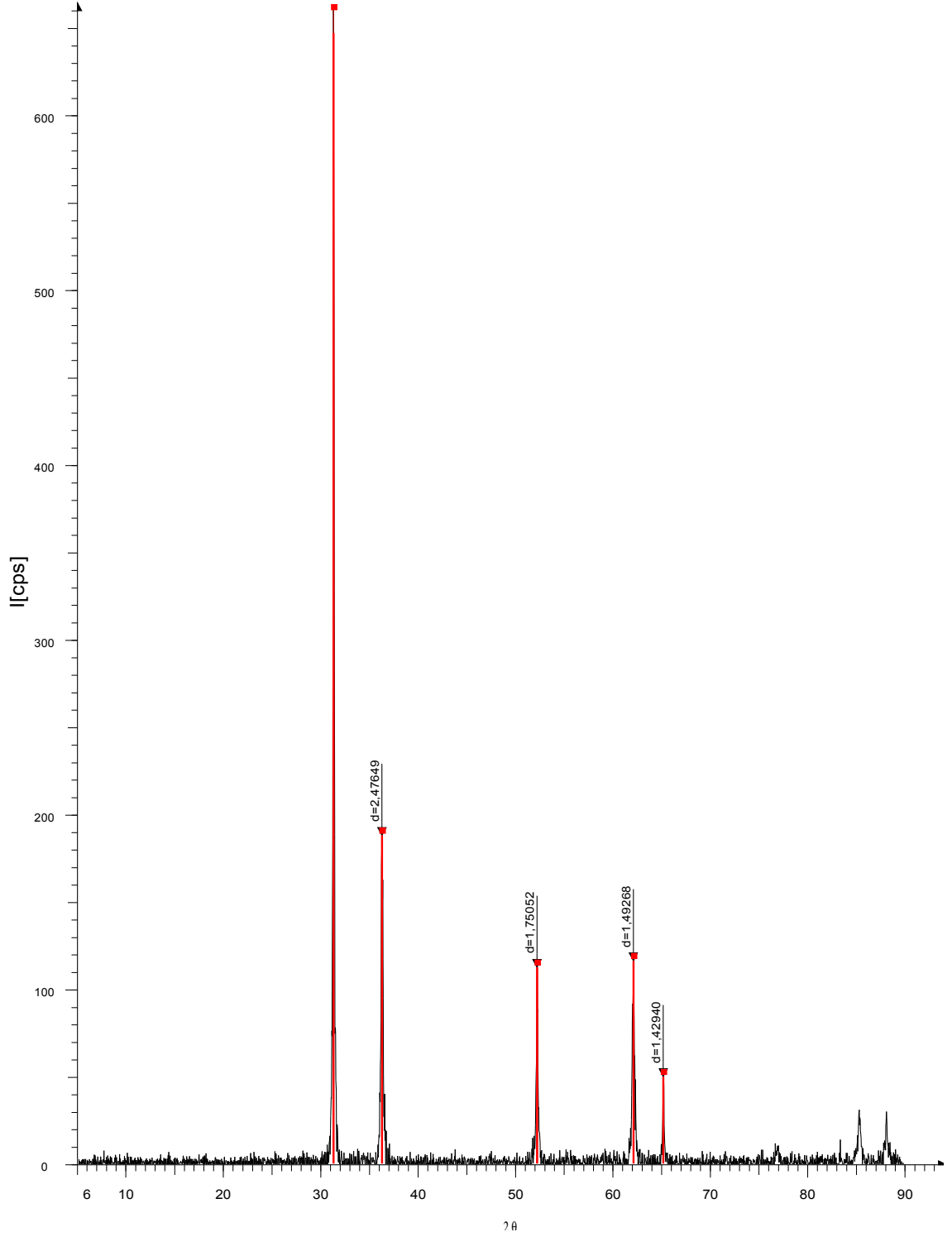


Şekil 4-5 Saf kalay için direncin sıcaklıkla değişimi grafiği

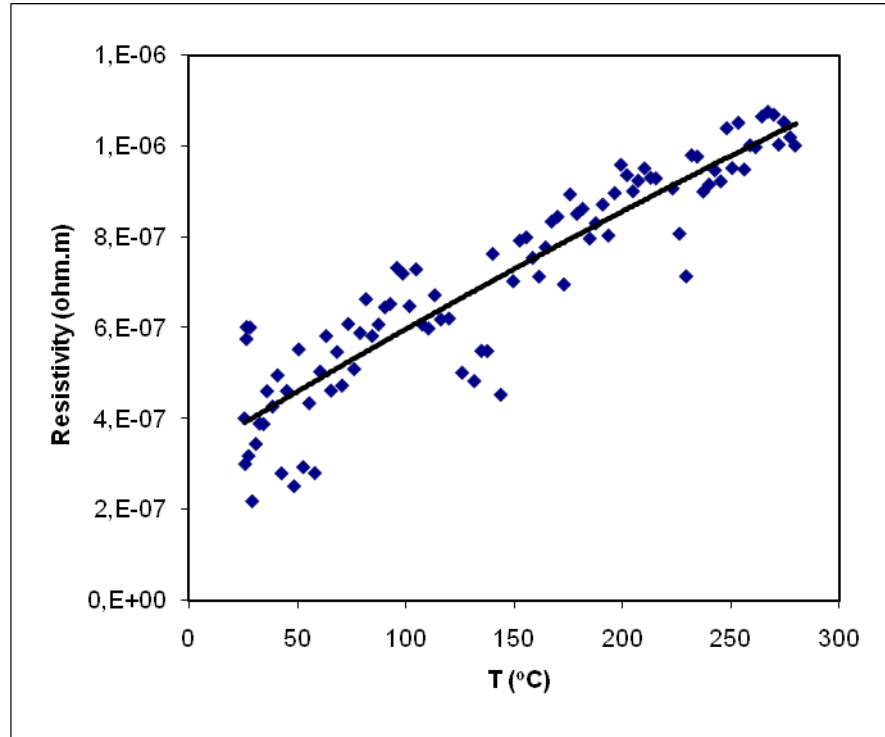


Şekil 4-6 Saf kalay için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi grafiği

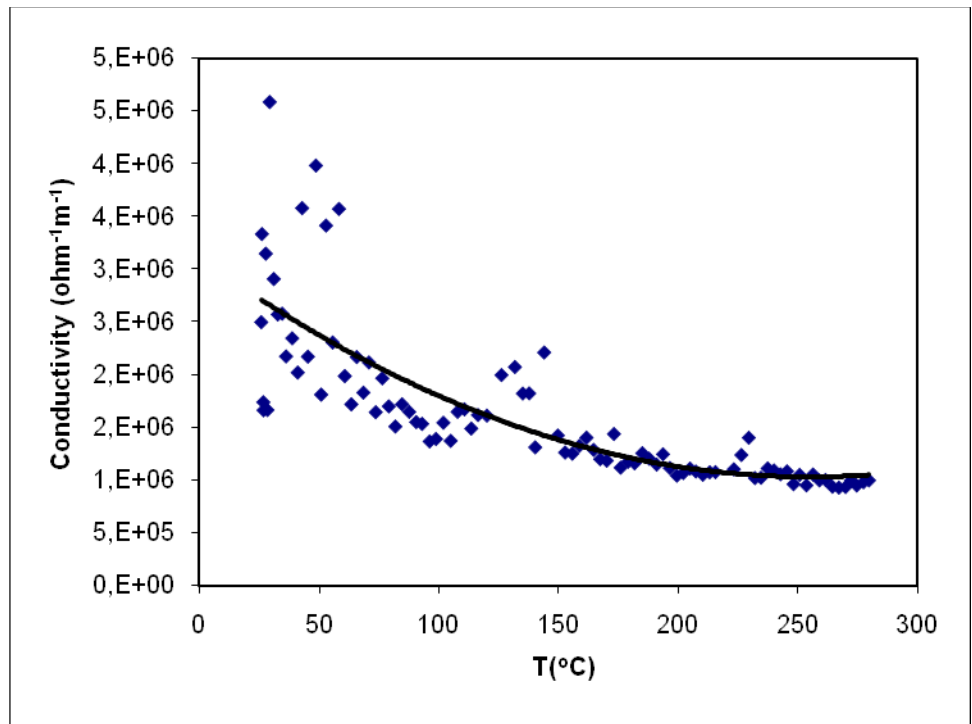
4.2.3 Saf Pb



Şekil 4-7 Saf Kurşunun XRD deseni

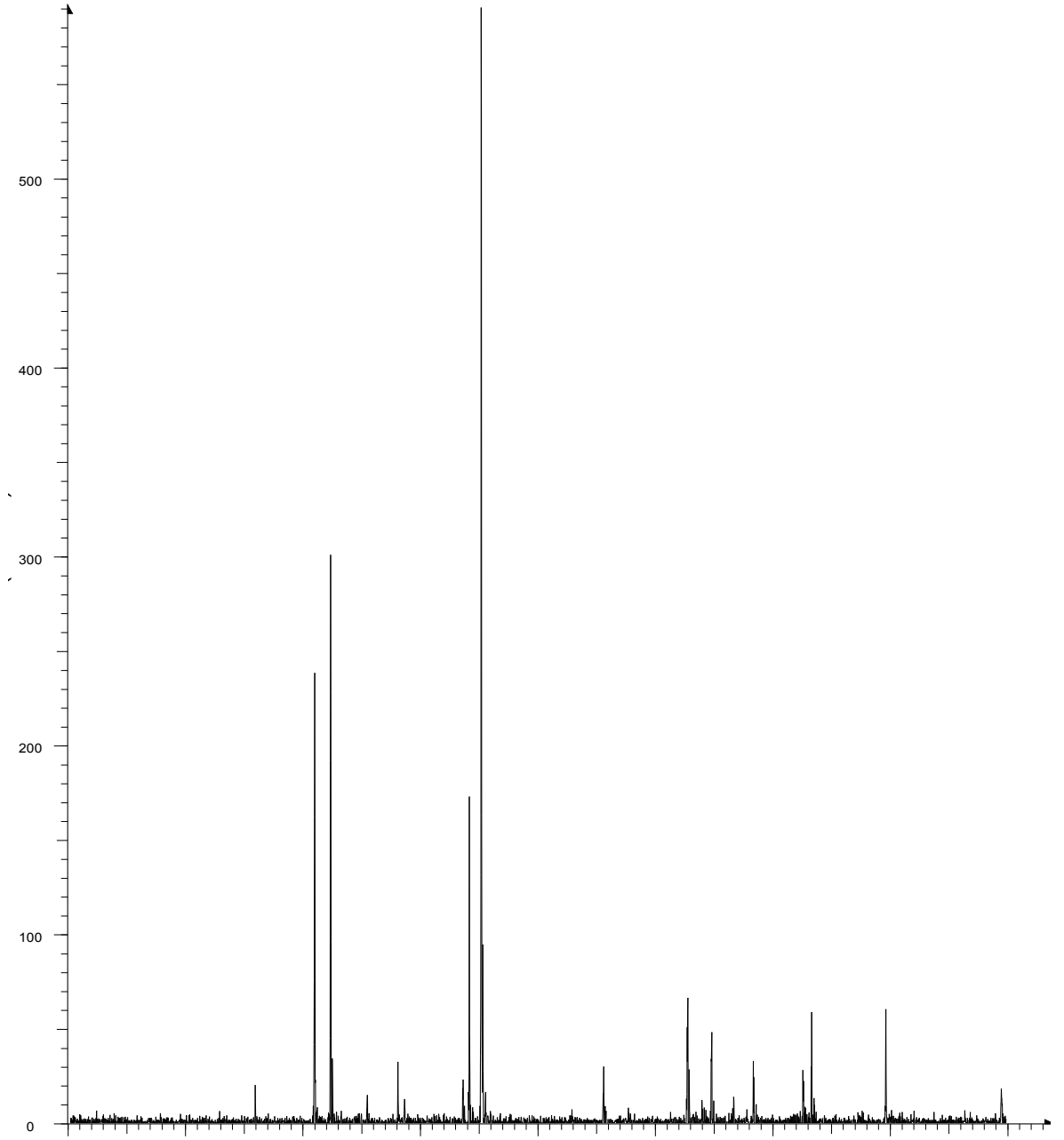


Şekil 4 -8 Saf Kurşun için direncin sıcaklıkla değişimi grafiği

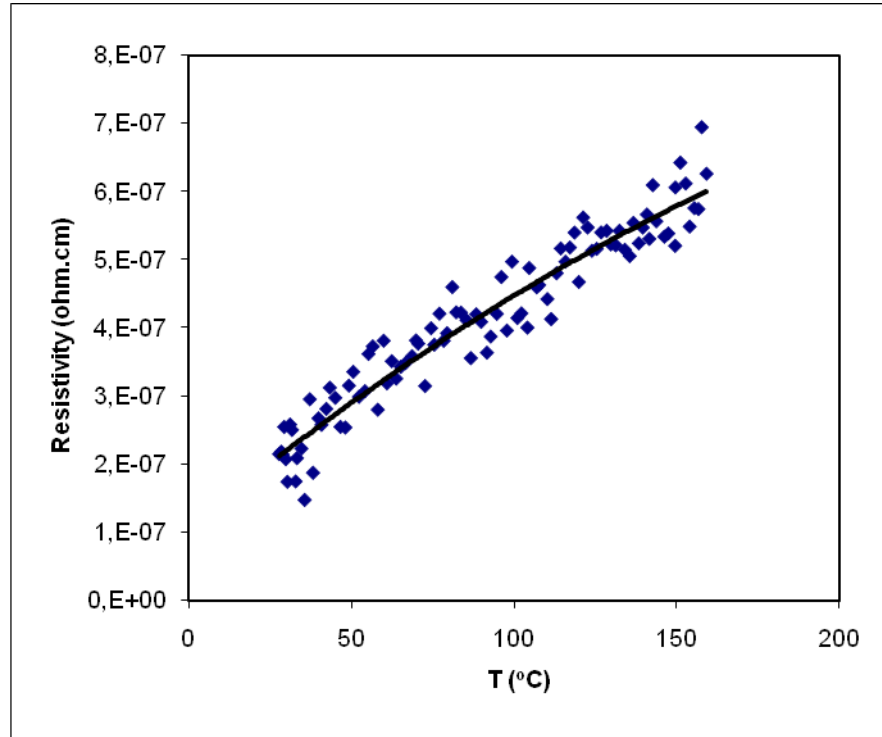


Şekil 4 -9 Saf Kurşun için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi grafiği

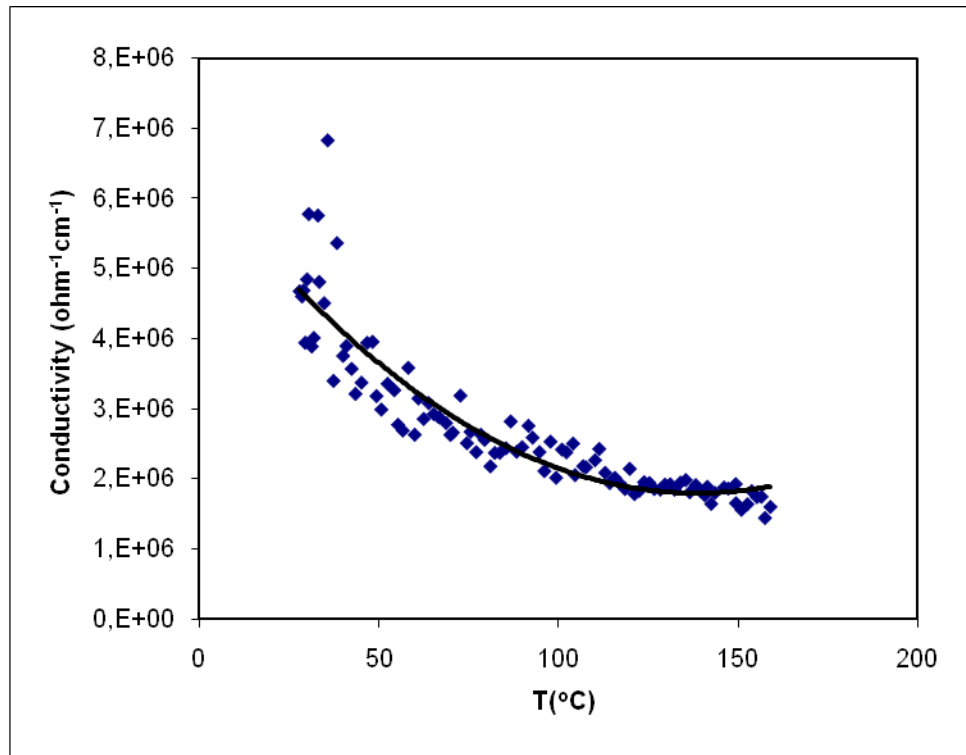
4.2.4 Cd % 94,17 Sn



Şekil 4-10 Cd %94,17 Sn alaşıımı için XRD difraksiyon deseni

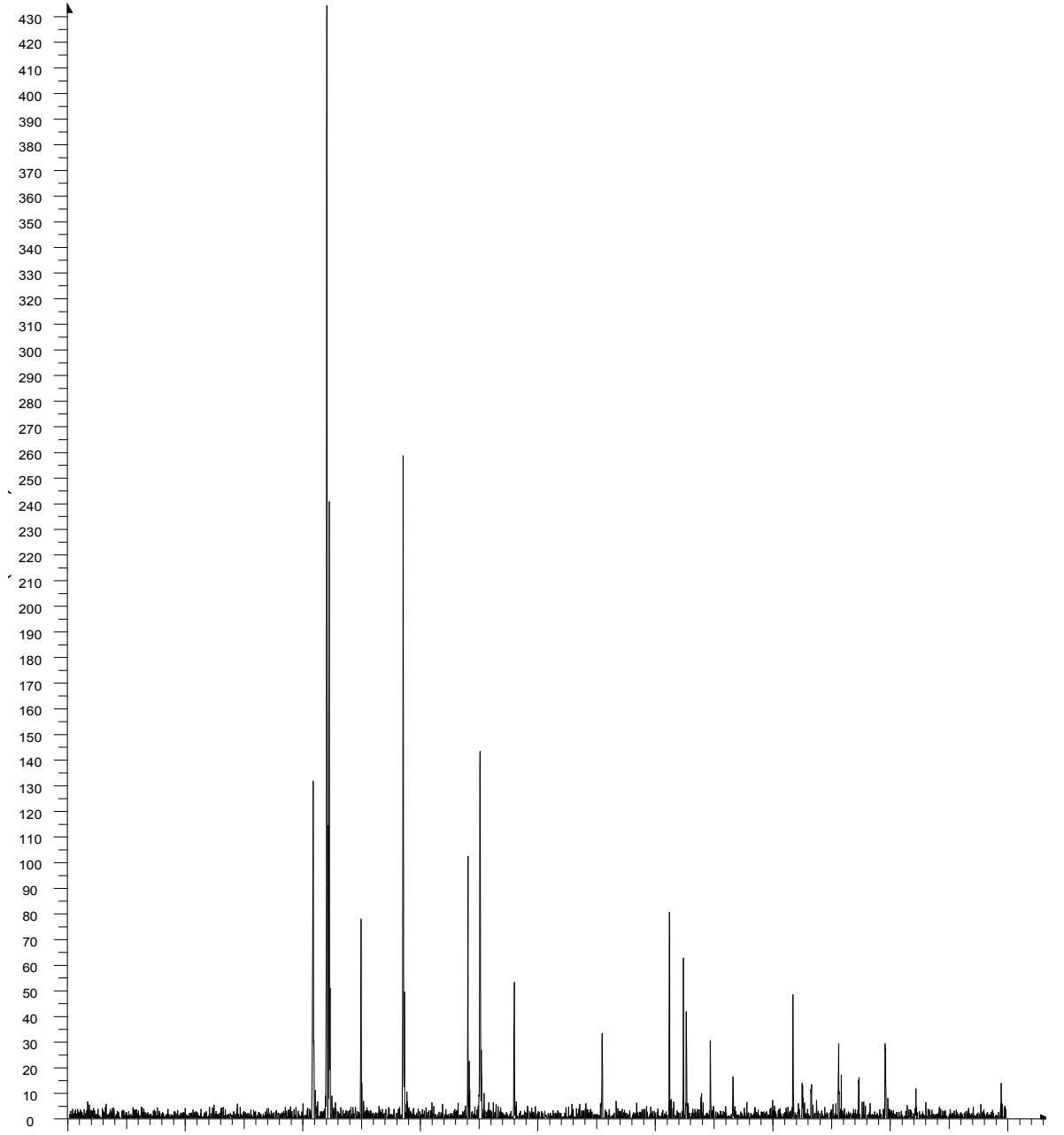


Şekil 4-11 Cd %94,17 Sn alaşımı için direncin sıcaklıkla değişim grafiği

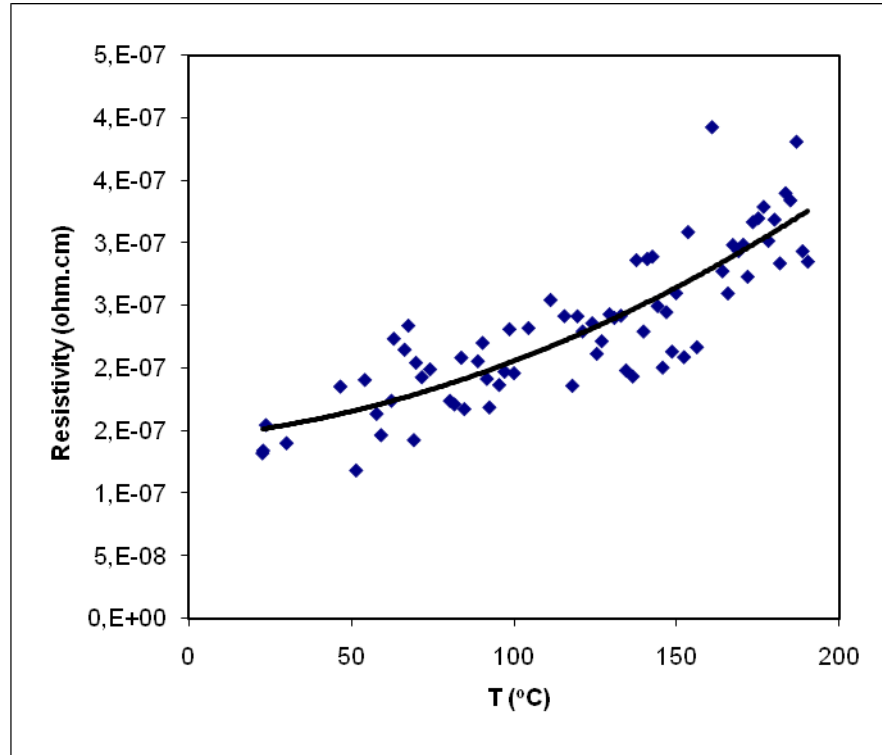


Şekil 4-12 Cd %94,17 Sn alaşımı için iletkenliğin sıcaklıkla değişim grafiği

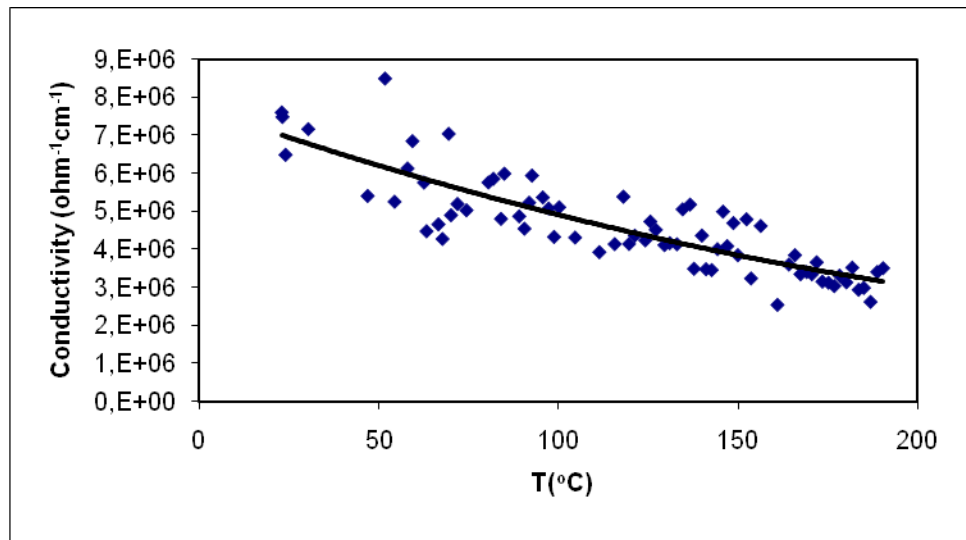
4.2.5 Cd % 33,46 wt Sn



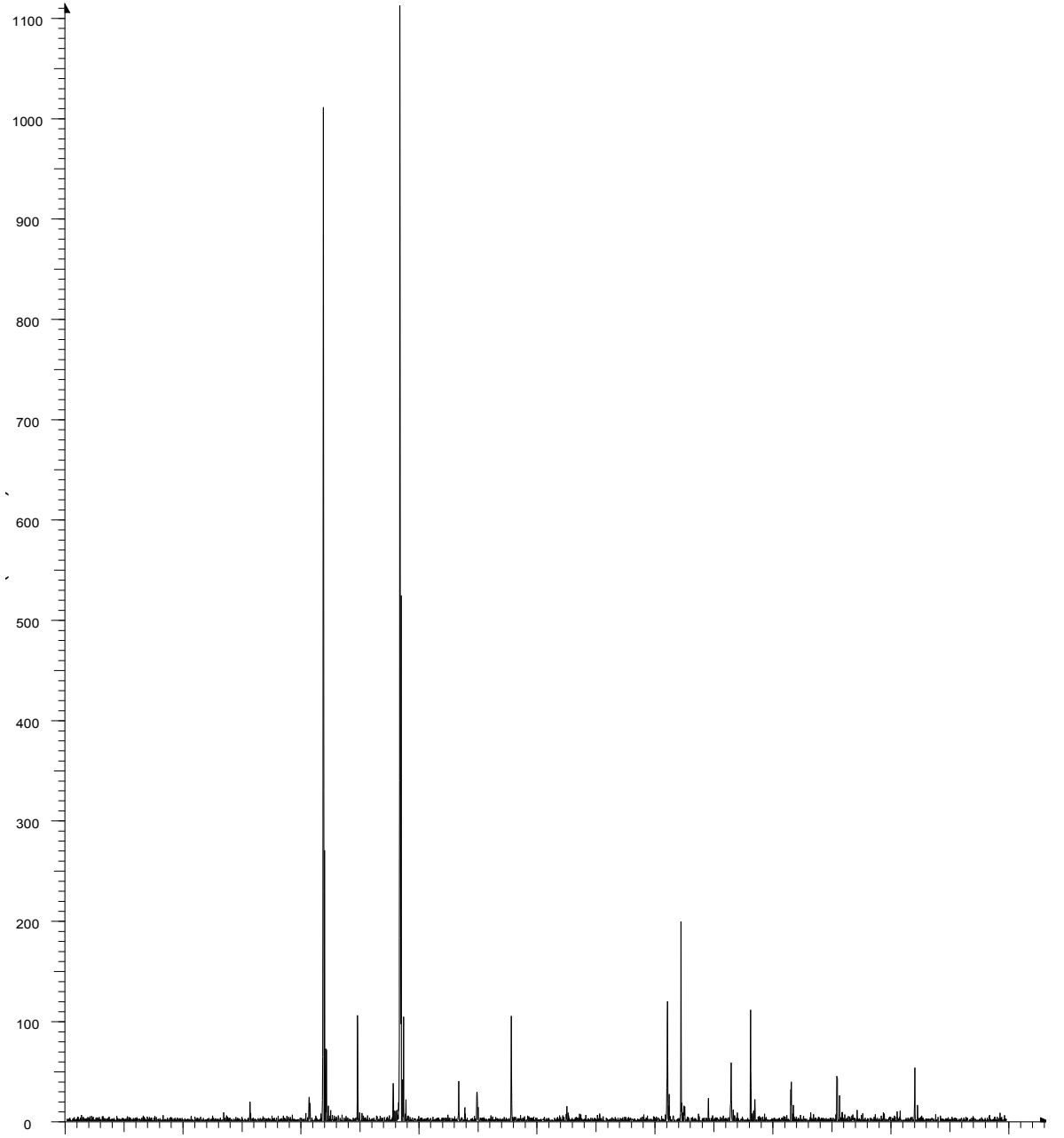
Şekil 4-13 Cd 33,46 wt Sn alaşıımı için XRD difraksiyon deseni

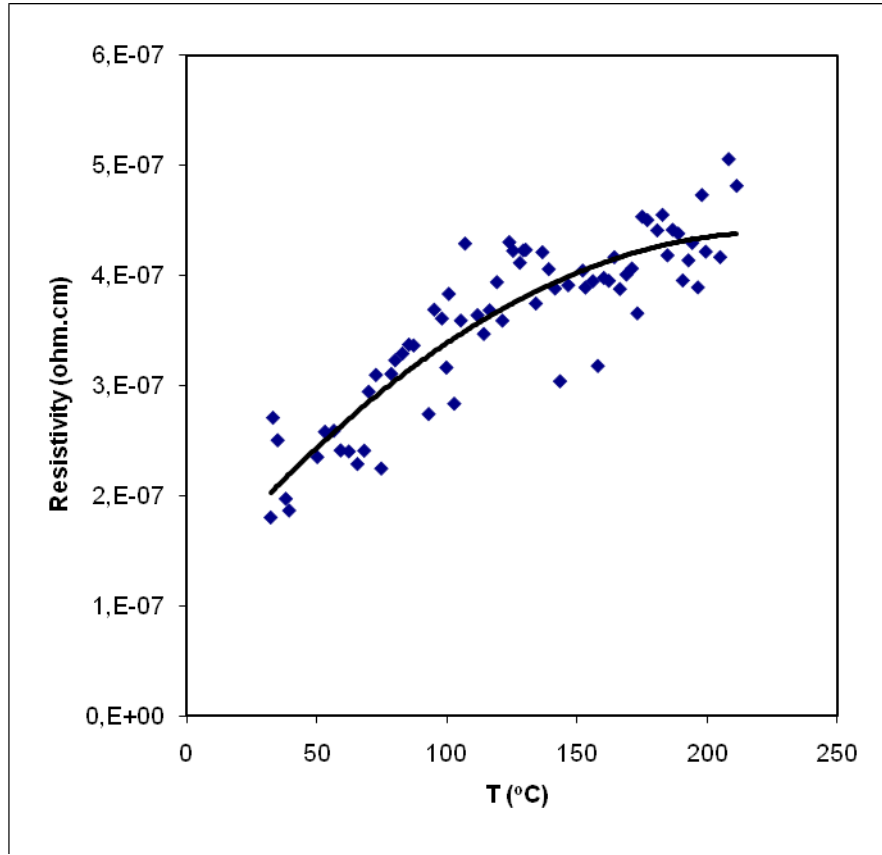


Şekil 4-14 Cd %33,46 wt Sn alaşıımı için direncin sıcaklıkla değişimi

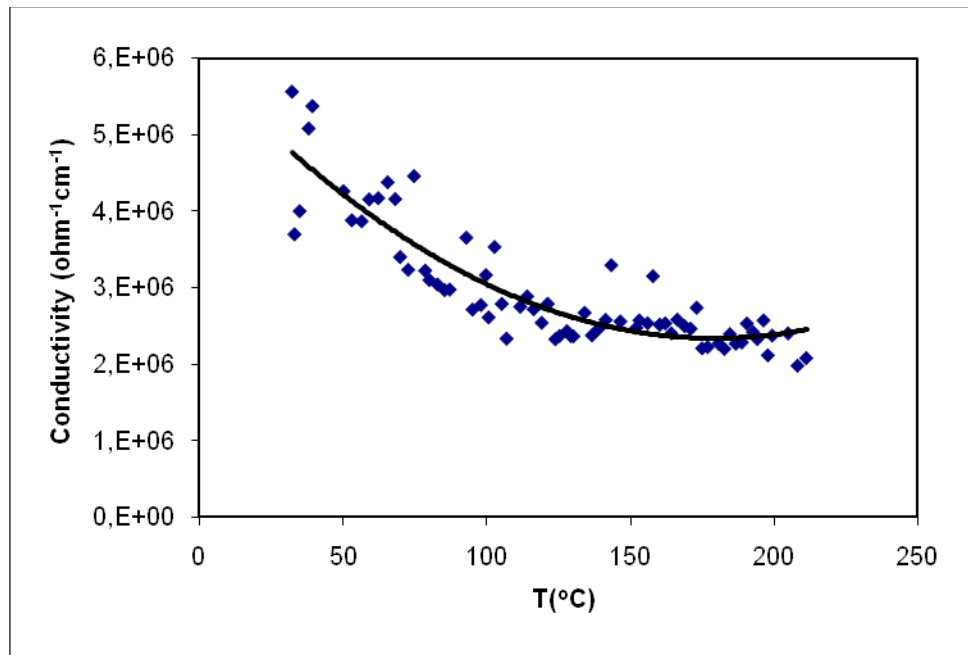


Şekil 4-15 Cd %33,46 wt Sn alaşıımı için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi

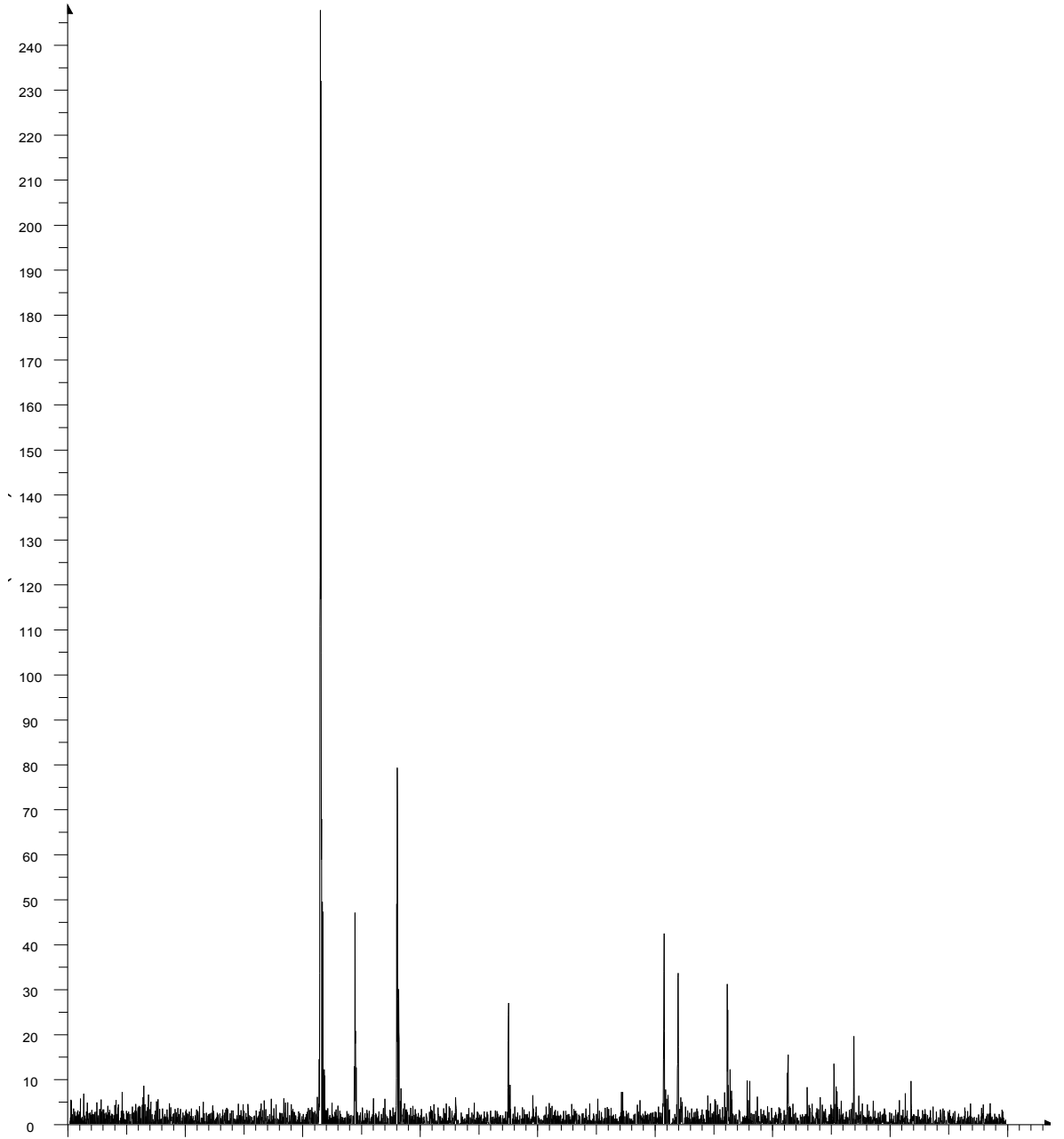
4.2.6 Cd %22,5 wt Sn**Şekil 4-16** Cd %22,5 wt Sn XRD difraksiyon deseni

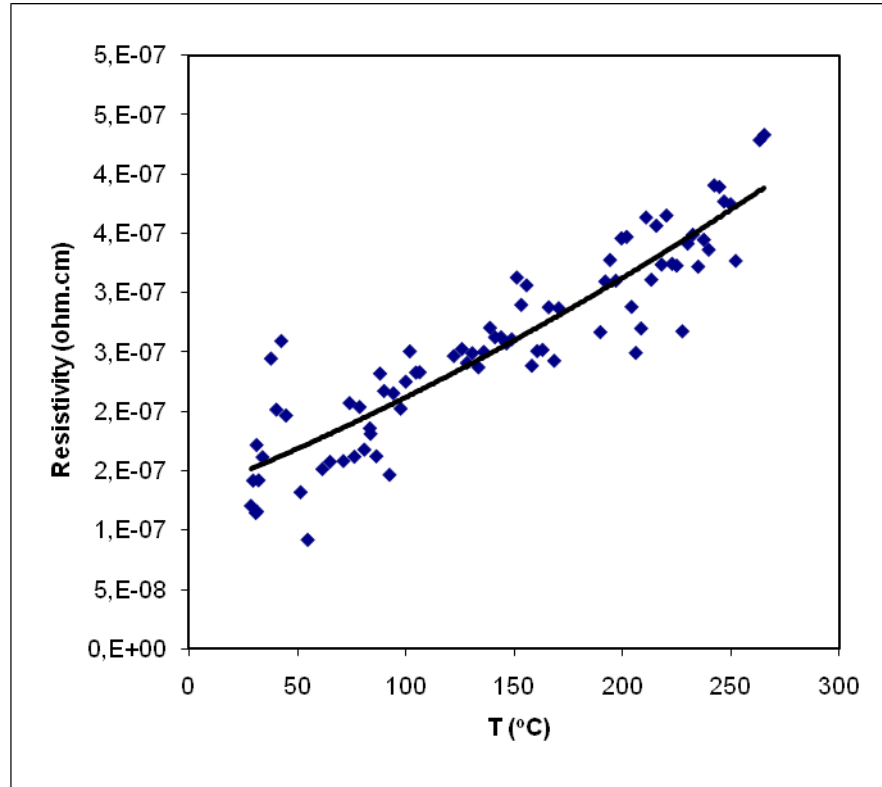


Şekil 4-17 Cd %22,5 wt Sn alaşımda direncin sıcaklıkla değişimi

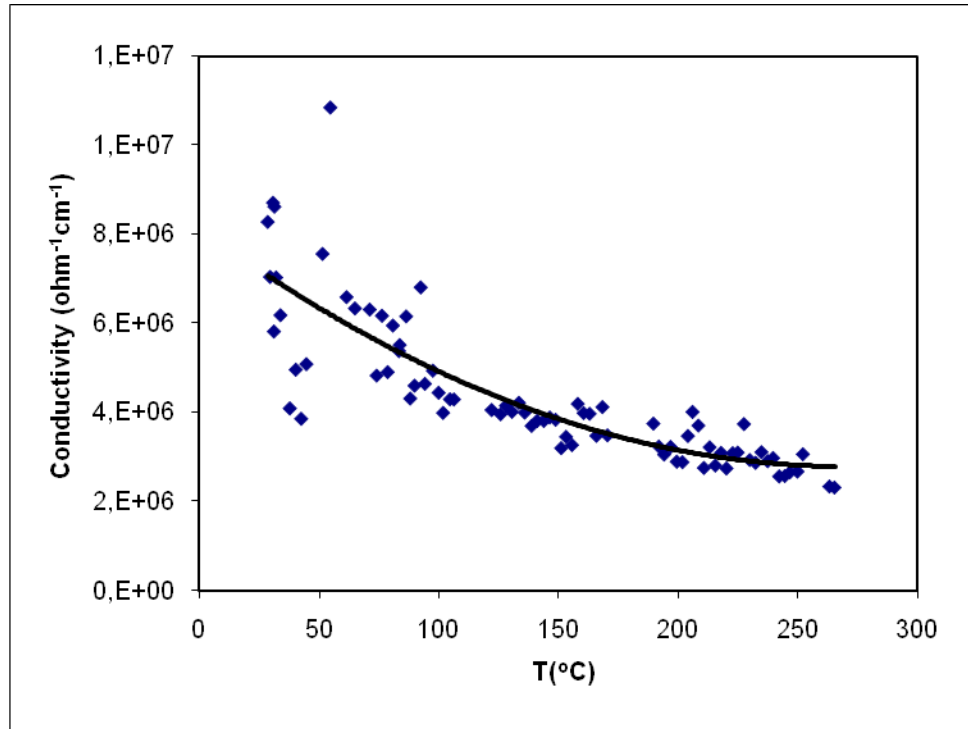


Şekil 4-18 Cd %22,5 wt Sn alaşımda iletkenliğin sıcaklıkla değişimi

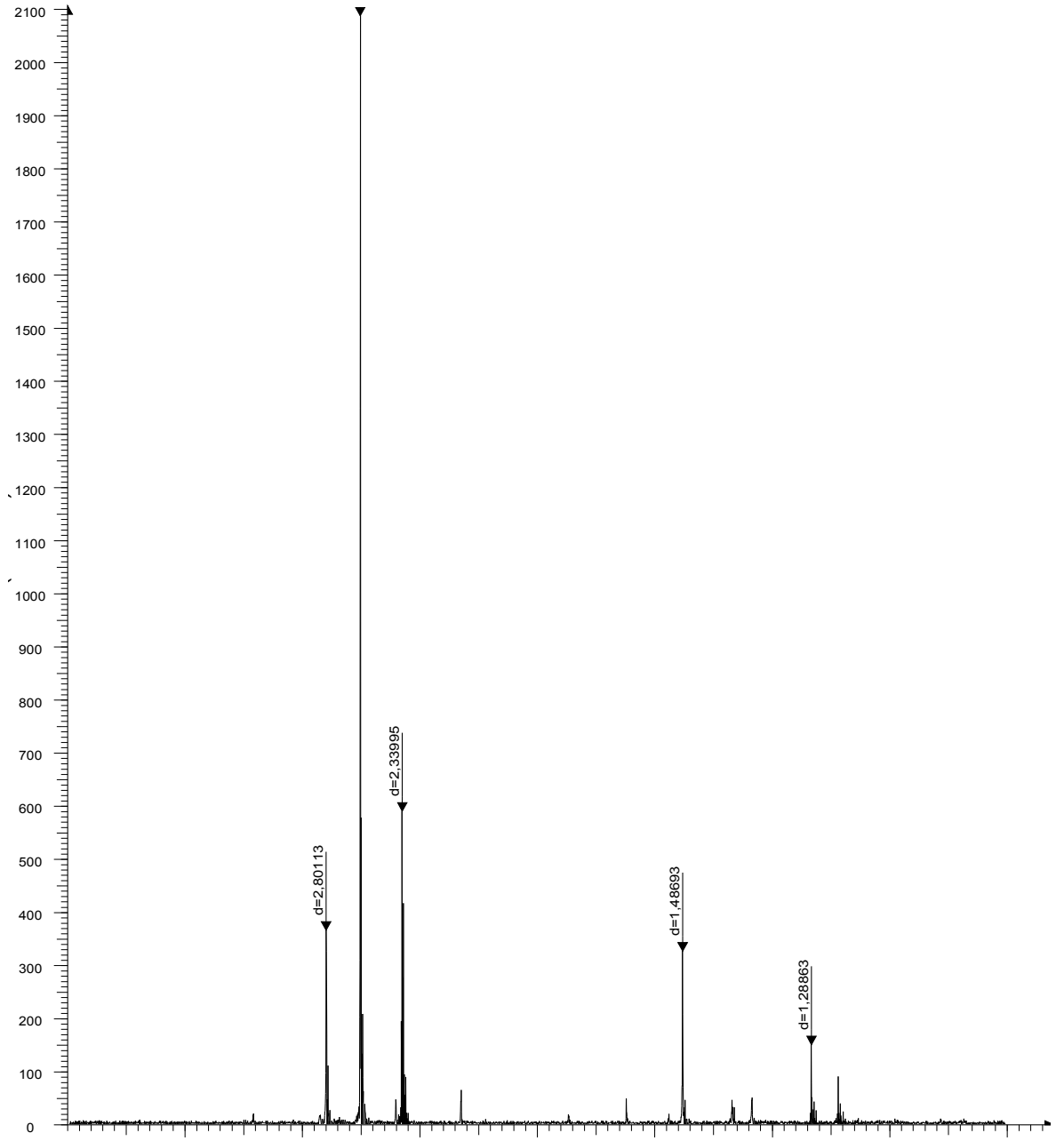
4.2.7 Cd % 2,5 wt Sn**Şekil 4-19** Cd %2,5 wt Sn için XRD difraksiyon deseni



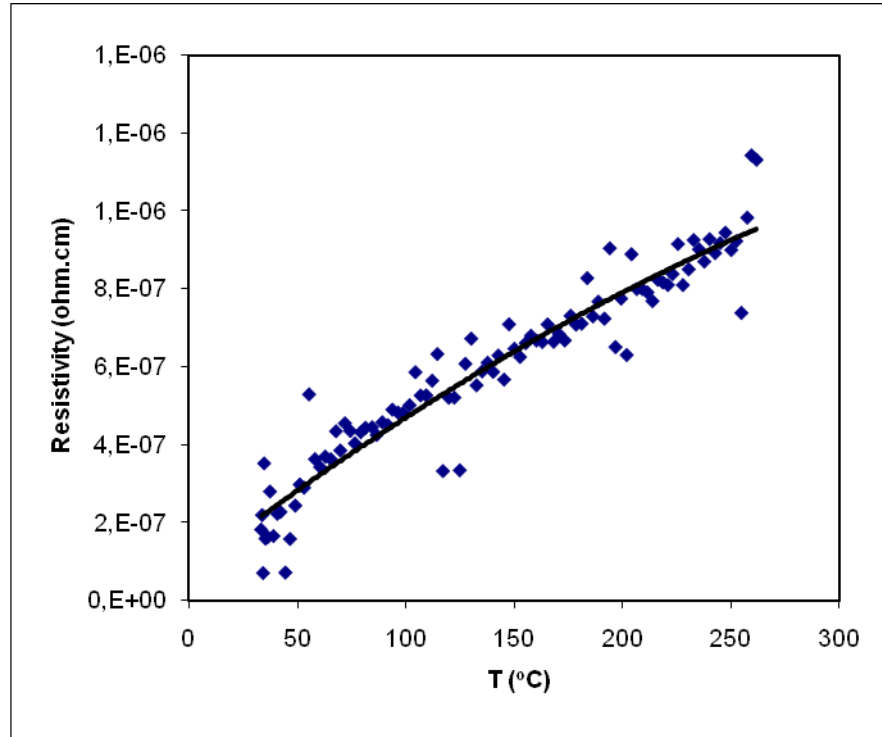
Şekil 4-20 Cd %2,5 wt Sn için direncin sıcaklıkla değişimi grafiği



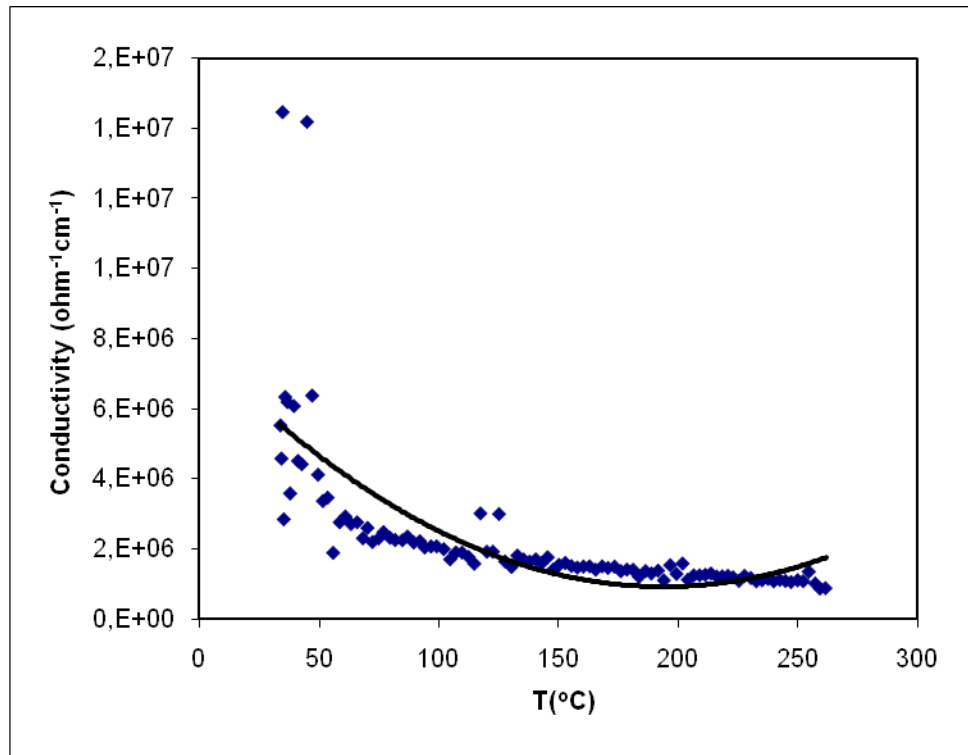
Şekil 4-21 Cd %2,5 wt Sn için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi grafiği

4.2.8 Cd %0,25 Pb

Şekil 4-22 Cd %0,25 Pb alaşıımı için XRD difraksiyon deseni

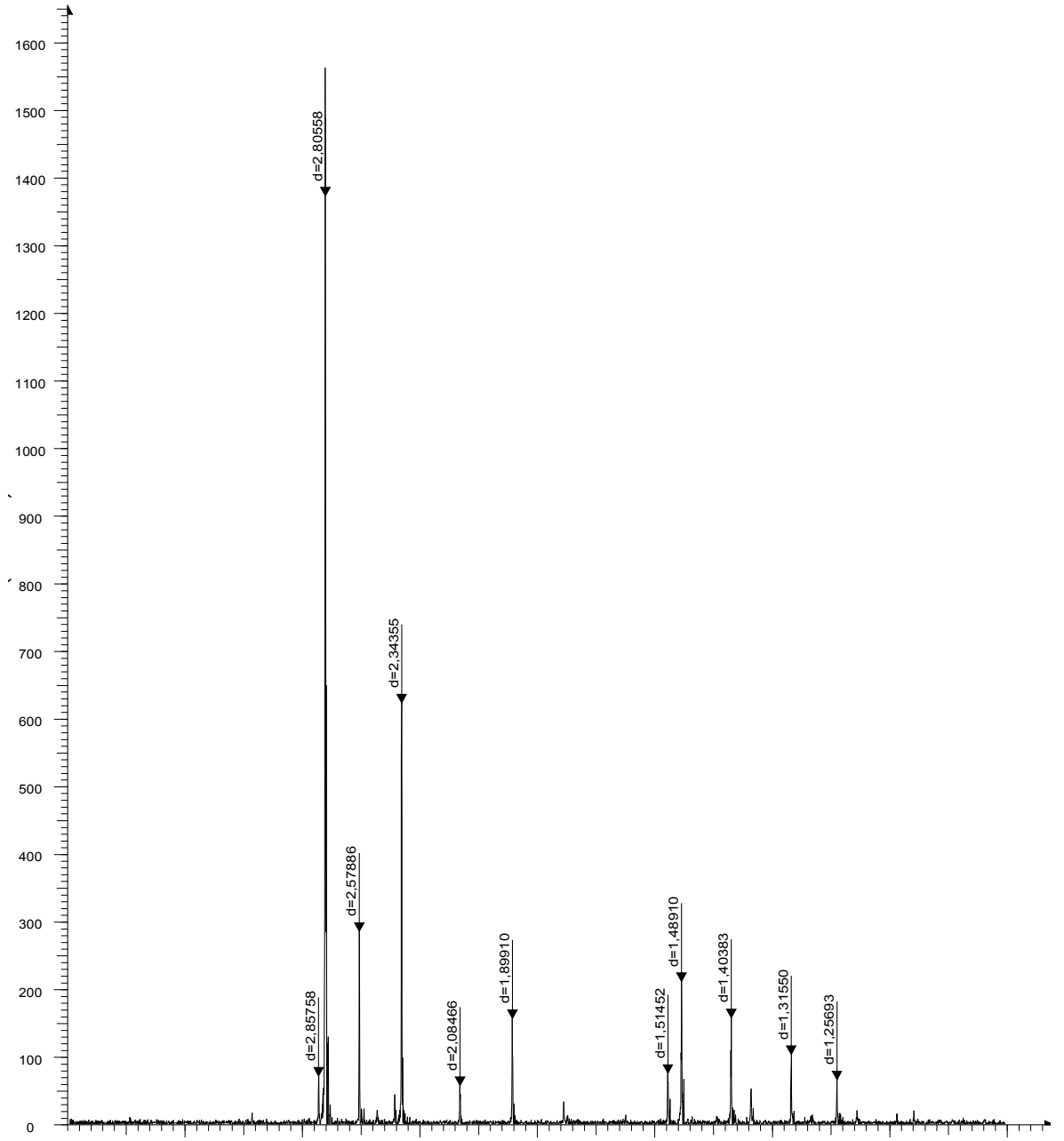


Şekil 4-23 Cd %0,25 Pb alaşımı için direncin sıcaklıkla değişimi

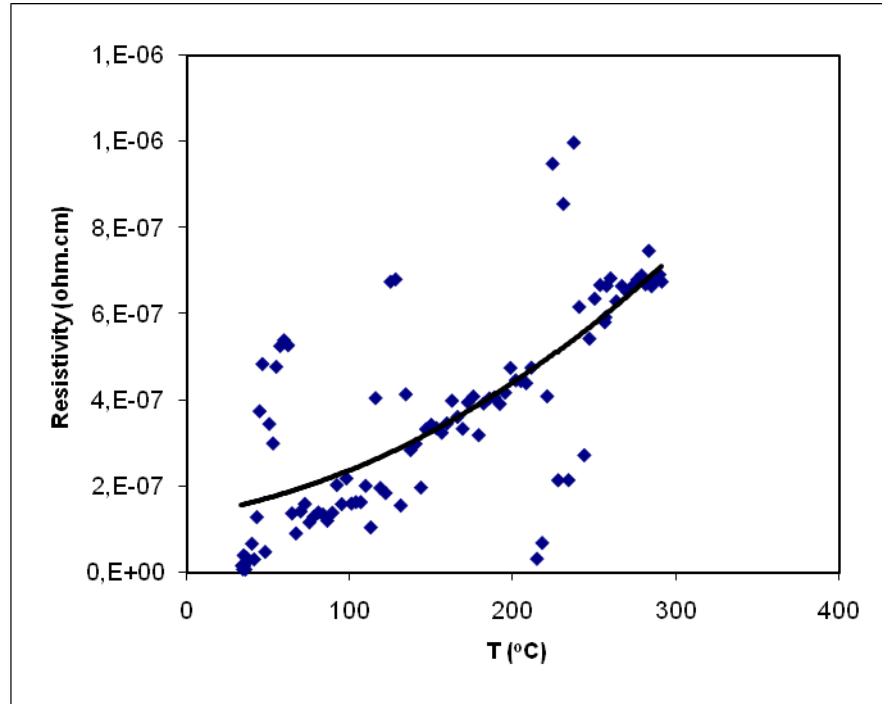


Şekil 4-24 Cd %0,25 Pb alaşımı için iletkenliğin sıcaklığa bağımlılığı

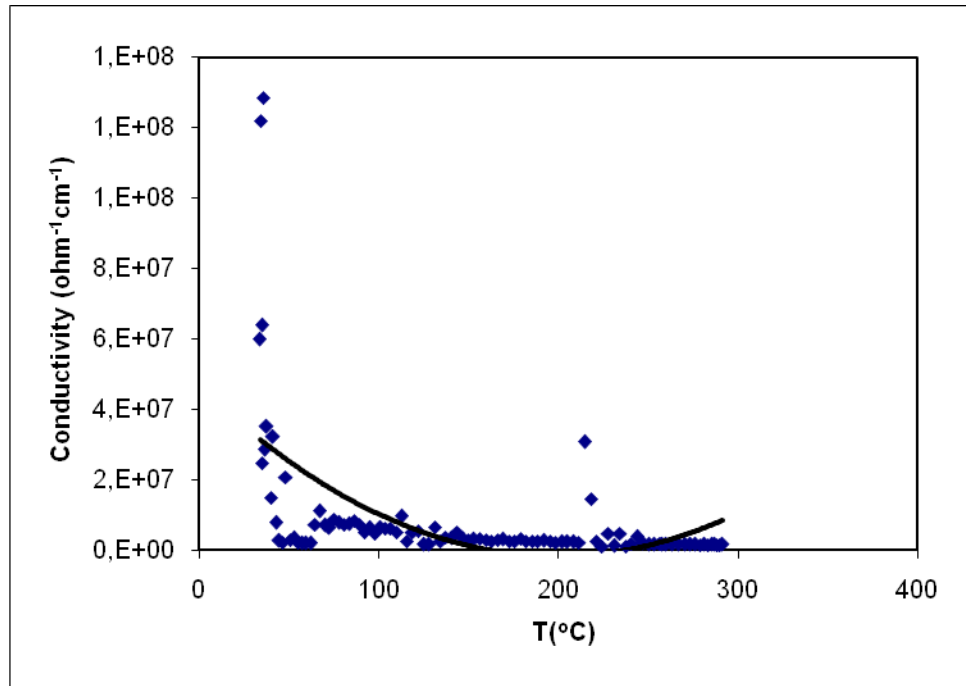
4.2.9. %5 Pb % 95 Cd



Şekil 4-25 %5 Pb % 95 Cd alaşımı için XRD difraksiyon deseni

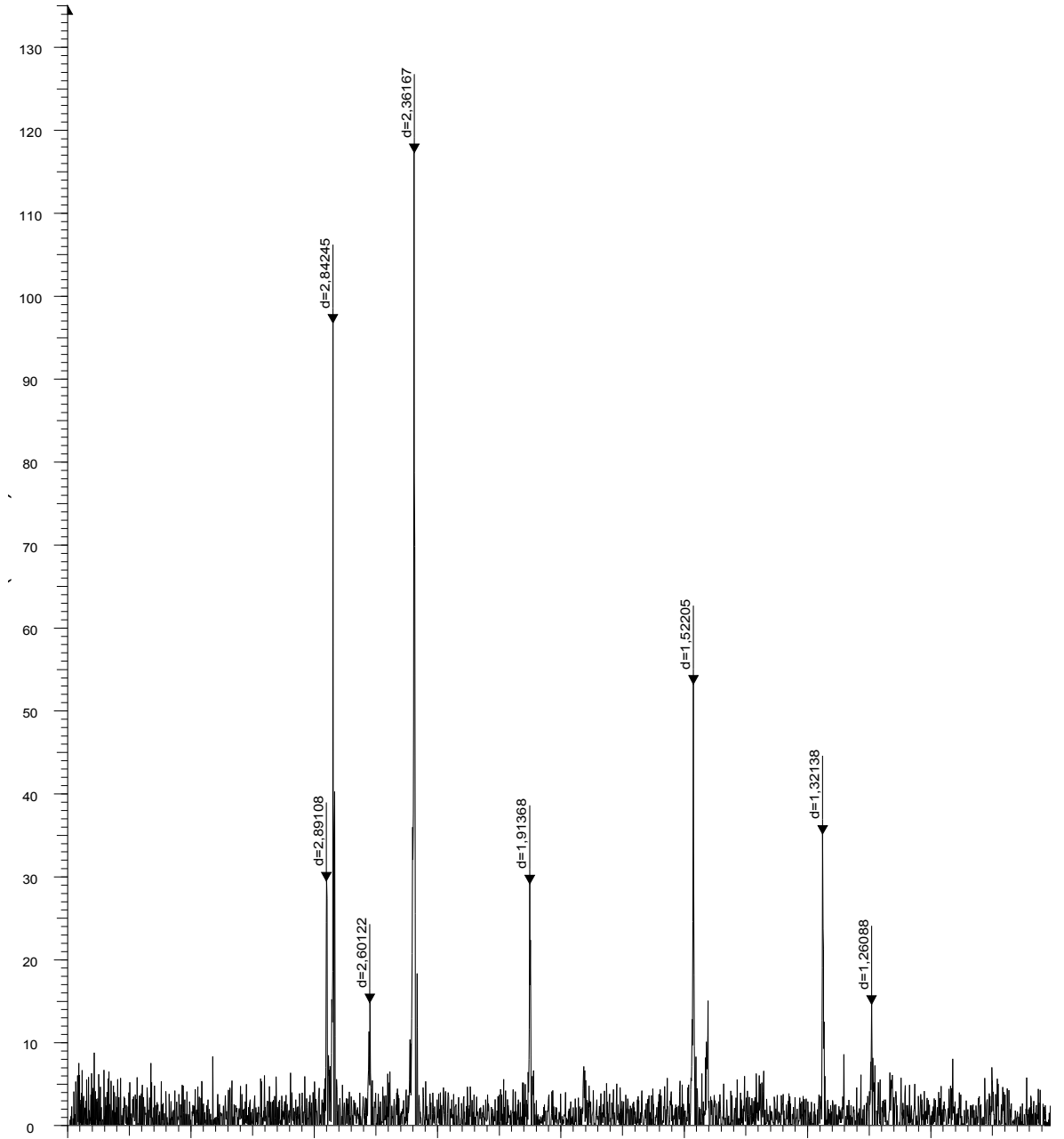


Şekil 4-26 %5 Pb % 95 Cd alaşımı için direncin sıcaklığa bağlılığı eğrisi

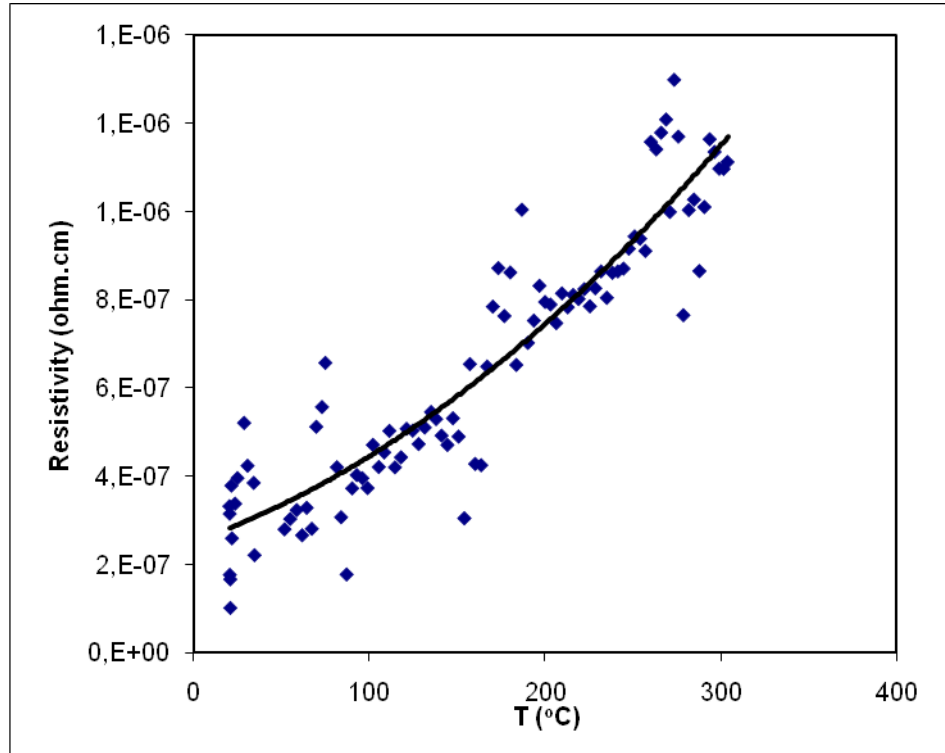


Şekil 4-27 %5 Pb % 95 Cd alaşımı için iletkenliğin sıcaklığa bağlılığı

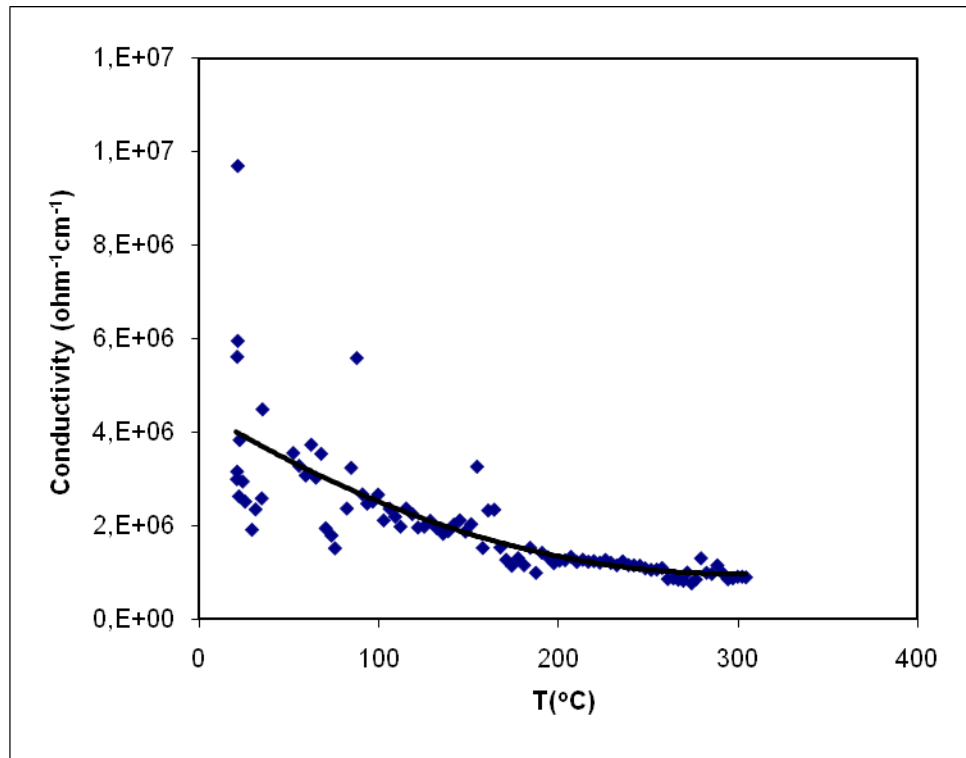
4.2.10 %90 Pb %10 Cd



Şekil 4-28 %90 Pb %10 Cd alaşımı için XRD difraksiyon deseni

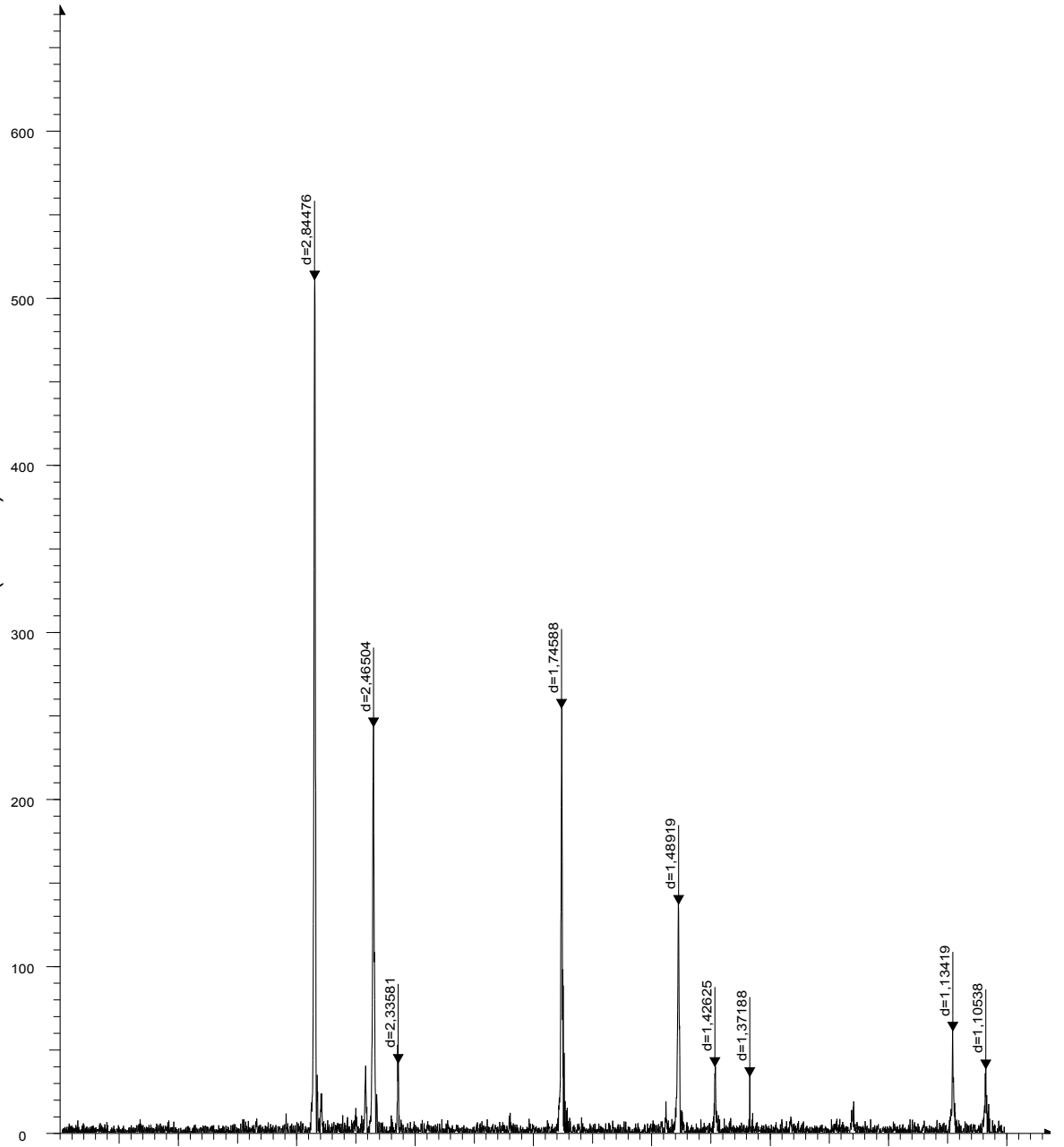


Şekil 4-29 %90 Pb %10 Cd alaşımı için direncin sıcaklığa bağlılığı

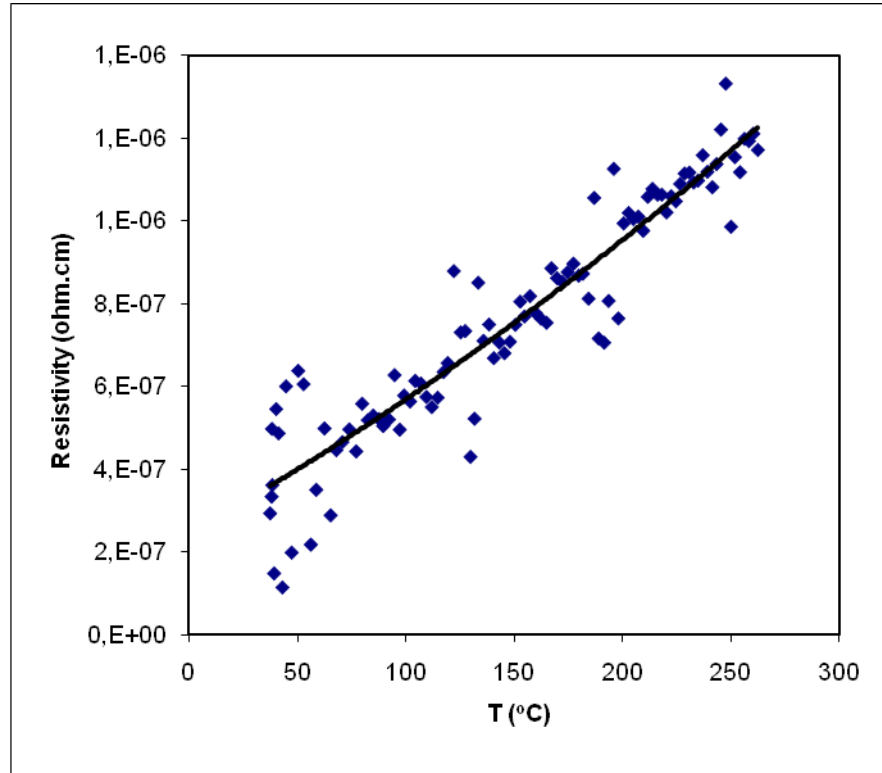


Şekil 4-30 %90 Pb %10 Cd alaşımı için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi

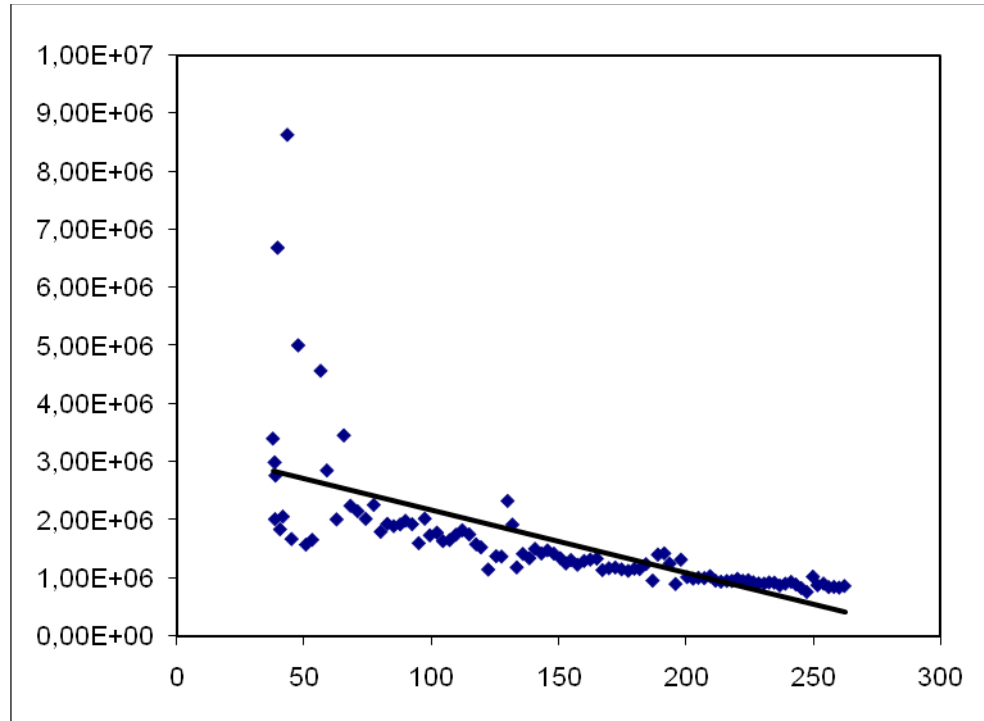
4.2.11 Pb Cd ötektik



Şekil 4-31 PbCd alaşımasının ötektik fazı için XRD difraksiyon deseni

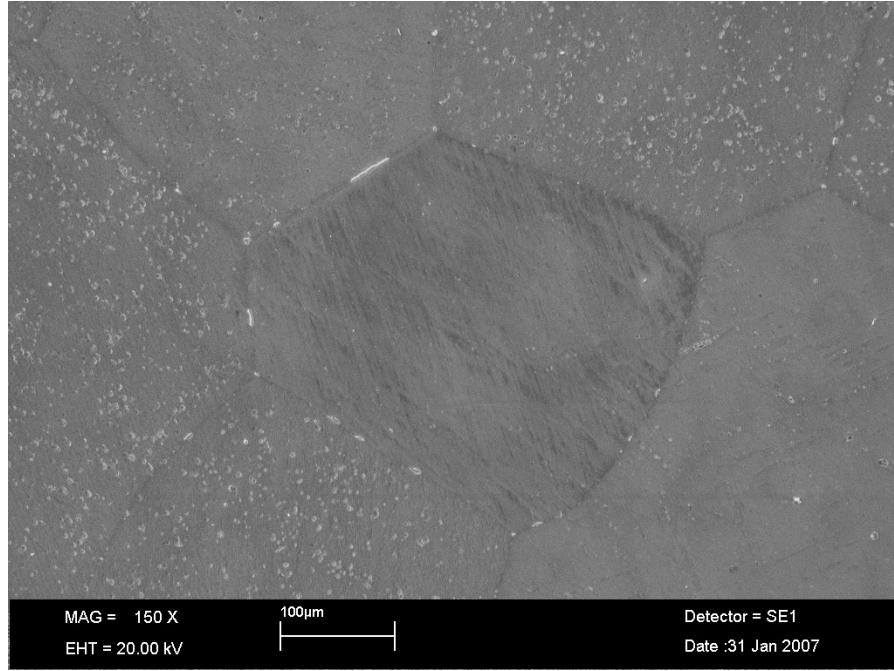


Şekil 4-32 PbCd alaışımının ötektik fazı için direncin sıcaklıkla değişimi grafiği

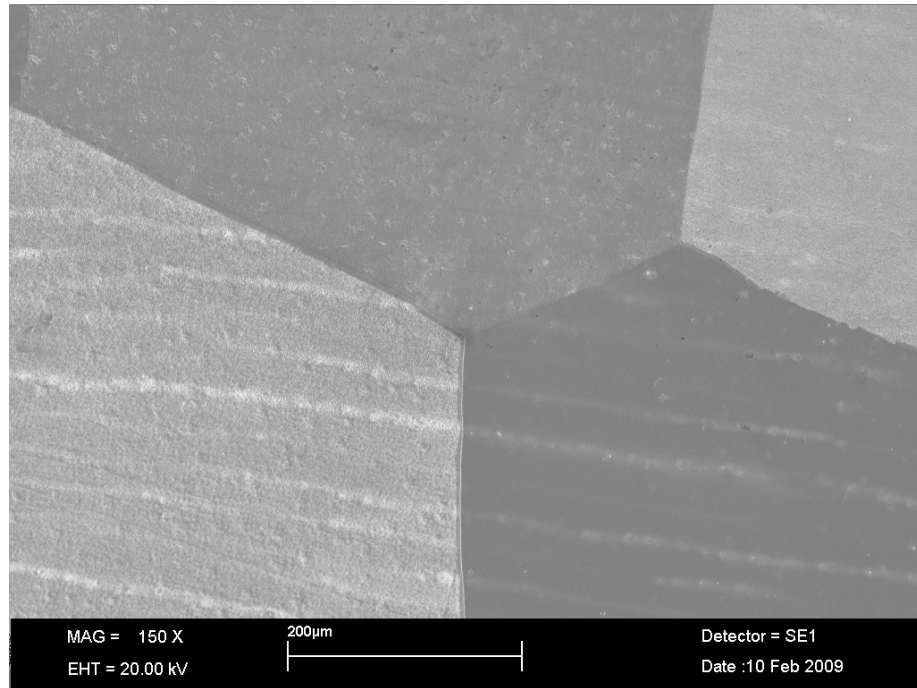


Şekil 4-33 PbCd alaışımının ötektik fazı için iletkenliğin sıcaklıkla değişimi

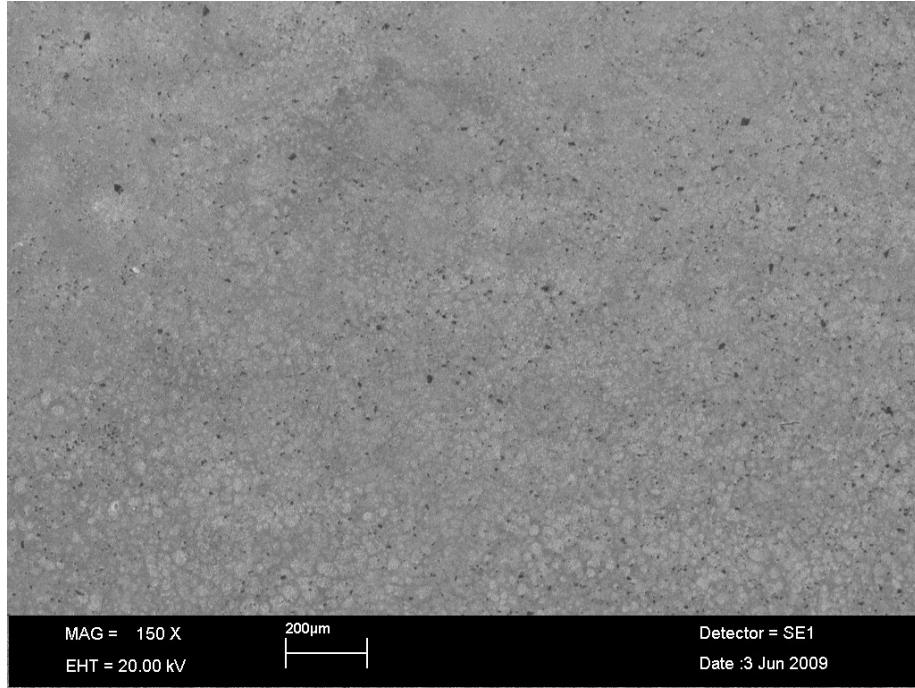
4.3 Kullanılan Numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntüleri



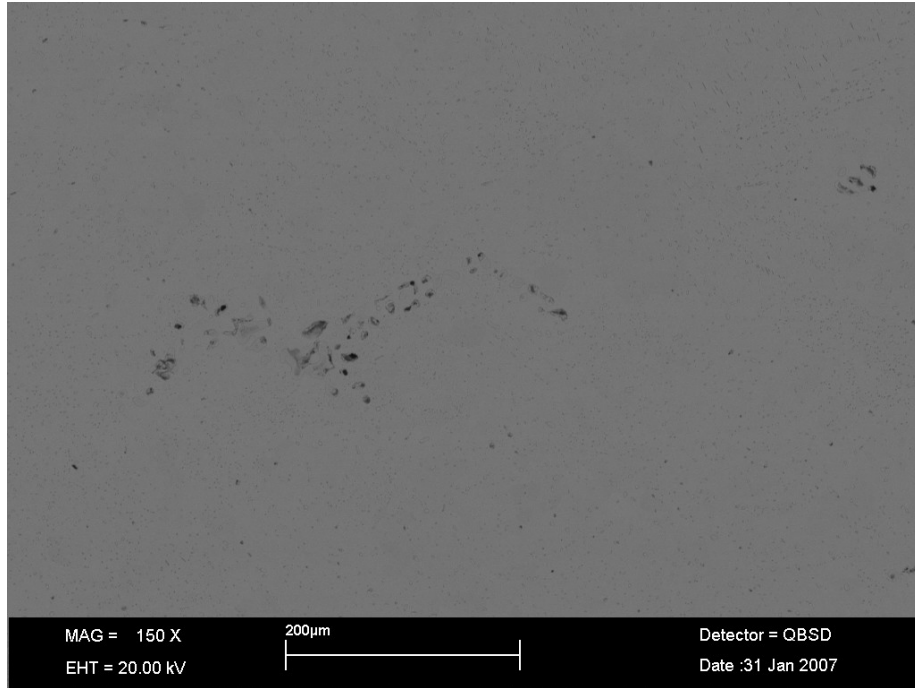
Şekil 4 33 Saf Cd için SEM mikrograğı



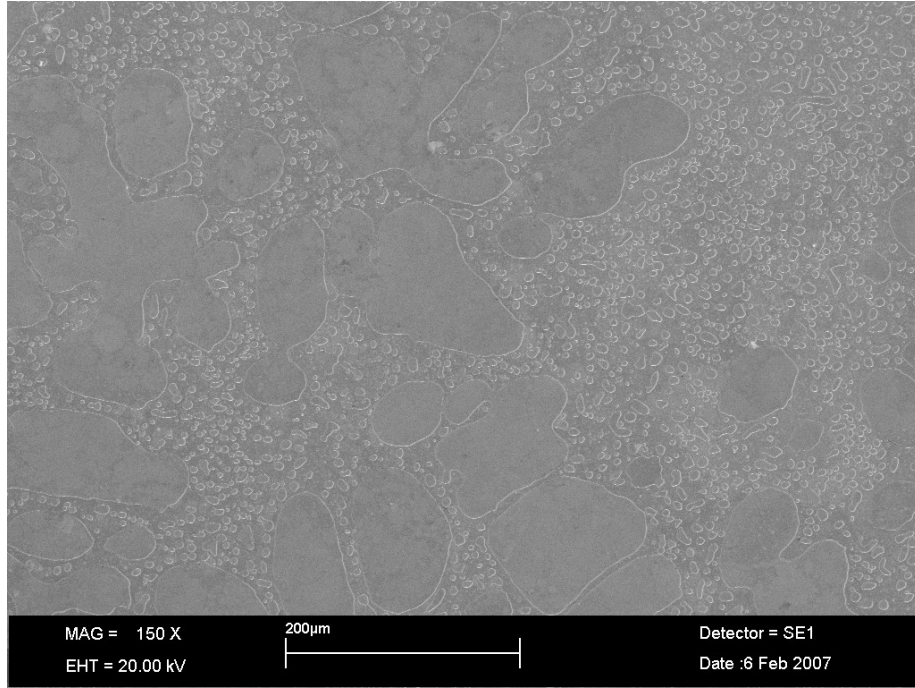
Şekil 4 34 saf Sn için Sem mikrograğı



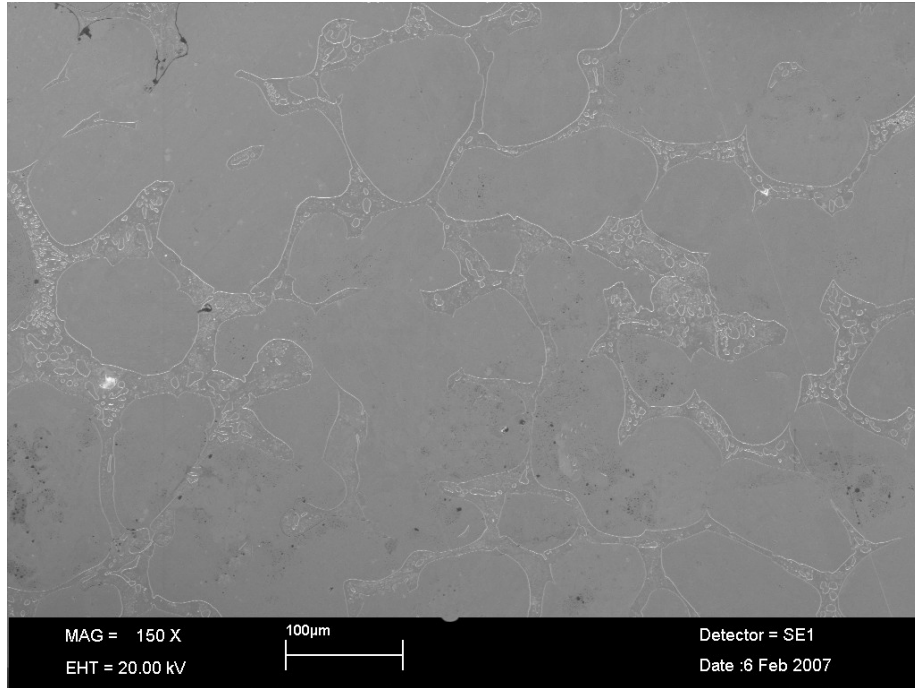
Şekil 4 35 Saf Pb için SEM mikrograğı



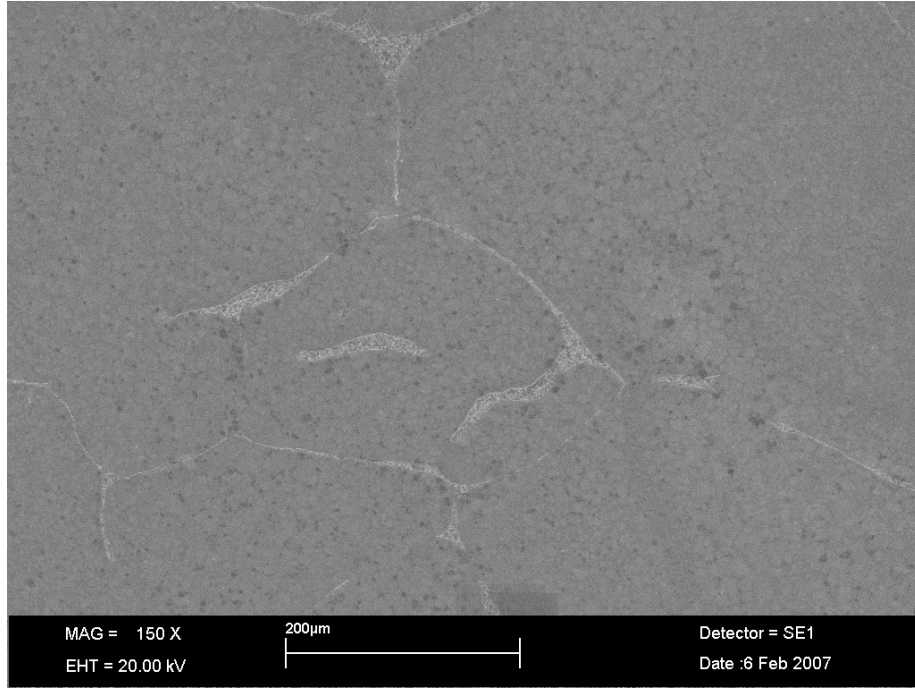
Şekil 4 36 Cd %95 wt Sn alařımı için SEM mikrograğı



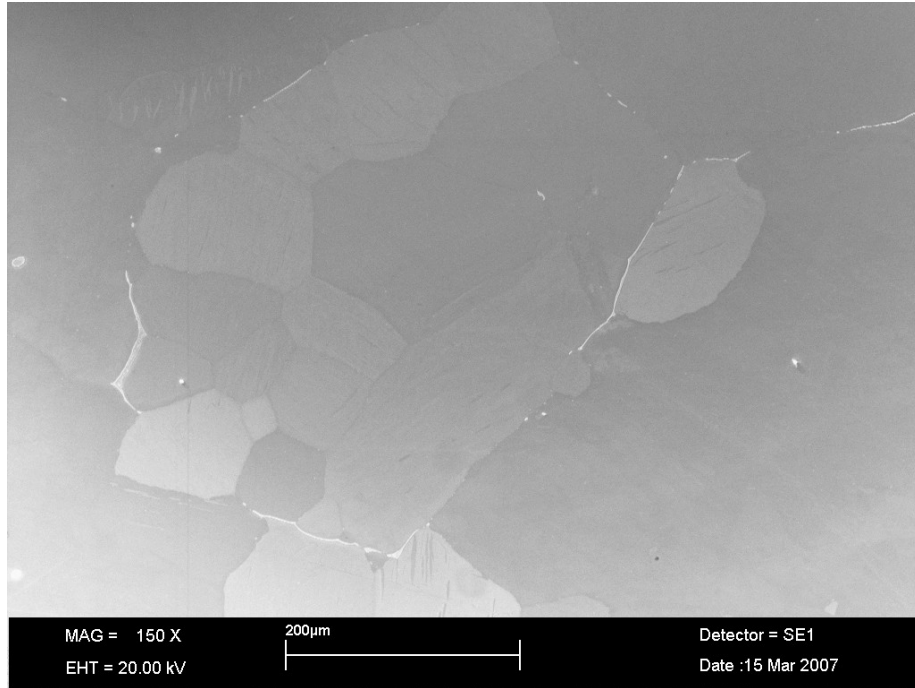
Şekil 4 37 Cd %33,46 wt Sn alaşımı için SEM mikrograğı



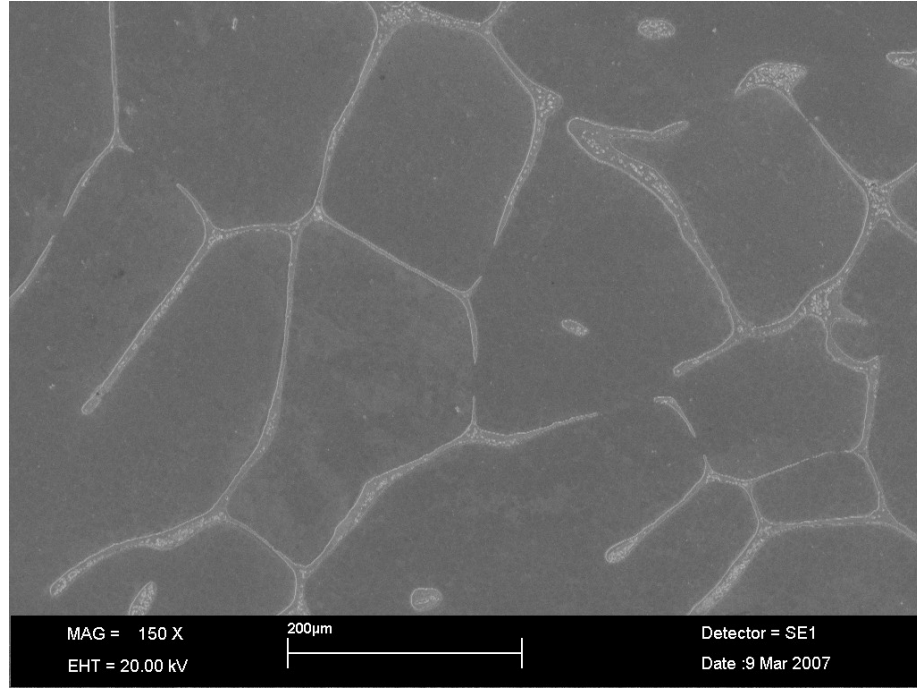
Şekil 4 38 Cd %22,5 wt Sn alaşımı için SEM mikrograğı



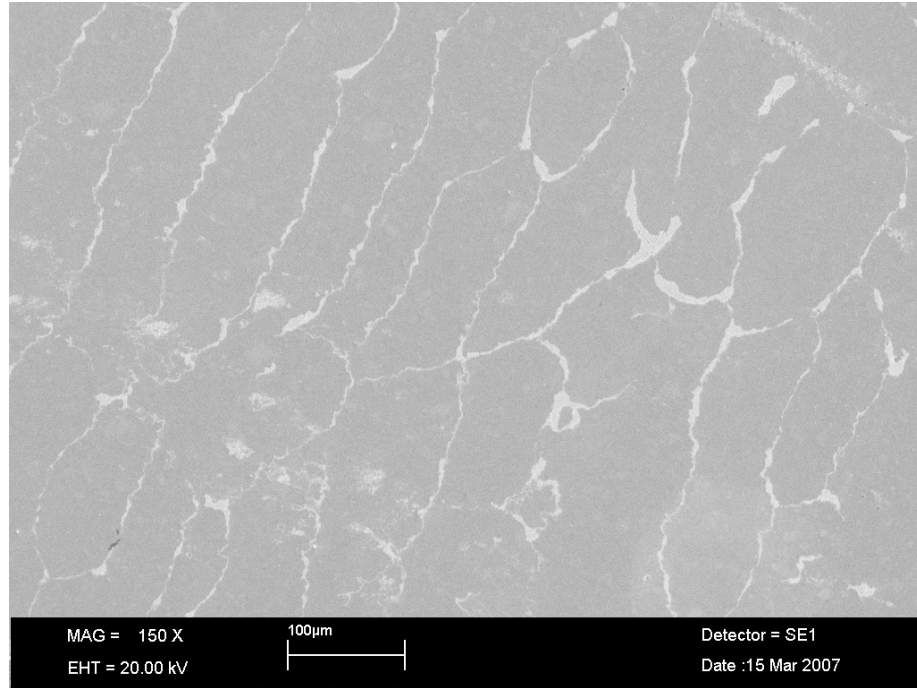
Şekil 4 39 Cd %2,5 wt Sn alaşıımı için SEM mikrograğı



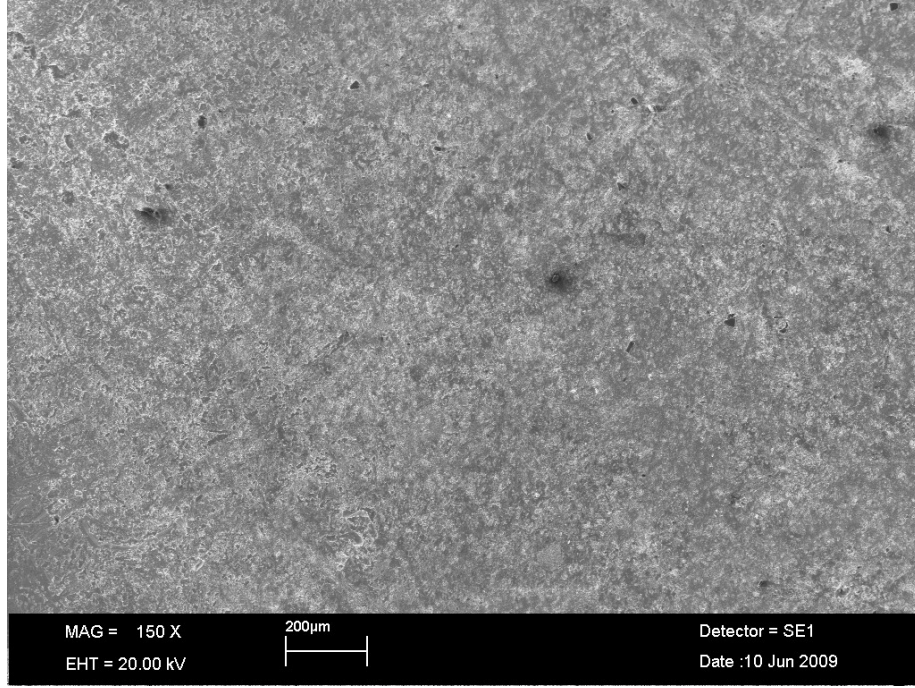
Şekil 4 40 Pb %0,25 Cd alaşıımı için SEM mikrograğı



Şekil 4 41 %5 Pb %95 Cd alaşımı için SEM mikrograğı



Şekil 4 42 %90 Cd %10 Pb alaşımı için SEM mikrograğı



Şekil 4 43 PbCd ötektik alaşımı için SEM mikrografı

5. BÖLÜM

SONUÇ VE TARTIŞMA

5.1 Saf Cd

Saf Kadmiyum numunesinde yapılan incelemelerde örgü tipinin literatürdeki gibi Hegzagonal yapıda kristallendiği bulundu. Örgü parametreleri:

$$a=2,9734 \quad b=2,9734 \quad c=5,6057 \quad \alpha=90 \quad \beta=90 \quad \gamma=120$$

Şekil 4.3’de görülen taramalı elektron mikroskobu ölçümünde yapının sonderece temiz ve kusursuz olarak ortaya çıktığı gözlenmiştir.

Şekil 4.3’de görüldüğü gibi iletkenin öz direnci sıcaklık ile lineer olarak artmıştır.

Şekil 4.3’de görüldüğü gibi iletkenlik sıcaklıkla lineer olarak azalmıştır. Bu azalma iletkenlik ölçümlerinde açıkça görülmektedir ki

- PbCd ve CdSn alaşımlarıyla yapılan çalışmada ikili alaşım sistemlerinde karıştırılan madde miktarına göre alaşımın kristal sisteminin tayin edildiği gözlenmiştir
- İletkenlik ölçümlerinde bu alaşım sistemleri için elektrik iletkenliğinin sıcaklık arttıkça azaldığı gözlemlendi. Sıcaklığın artması ile katı içerisinde elektronlar daha fazla çarpışma yaparlar ve elektronların ortalama serbest yolu düşer. Ortalama serbest yolun düşmesi de iletkenliğin düşmesine, öz direncin artmasına sebep olur.

KAYNAKLAR

1. Dikici, M, Katıhâl Fiziğine Giriş s14-19 s41-49 On dokuz Mayıs Üniversitesi yayınları, Samsun, 1993
2. Zor, M, Fizik ,Maddenin Elektrik iletkenlik özellikleri s91-103 Anadolu Üniversitesi Yayınları, Eskişehir, 1991
3. Bransen, B.H., Joachin, C.J., Atom ve Molekül Fiziği, Çev. Prof. Dr. Fevzi Köksal, Yrd. Dç. Dr. Hasan Gümüş, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Yayınları, Samsun, 1989.
4. Dinnebier, R. Billinge, S. Principles of Powder Diffraction
5. V.K. Pecharsky and P. Y. Zavalij, Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials, Kluwer Academic Publishers, Boston, 2003.
6. D. L. Bish, J. E. Post (Eds.), Modern Powder Diffraction, Reviews in Mineralogy Volume 20, Mineralogical Society of America, Chantilly VA, 1989.
7. S.L. Flegler, J.W. Heckman, K.L. Klomparens, Scanning and Transmission Electron Microscopy: An Introduction, Oxford Univ. Press, 1993
8. Atalay, T. Yapı ve Materyel özellikleri, s.12-16 s.26-29 Zonguldak Karaelmas üniversitesi, Zonguldak 1995
9. Stanley, M. X-ray analysis of a solid, Binghamton univ. Whittingham, 1992
10. Cullity, B., Çeviri; Sümer, A.; X-Işınlarının Difraksiyonu, İstanbul Teknik Üniversitesi Matbaası, 83-94,1966.
11. Cullity, B., Çeviri; Sümer, A.; X-Işınlarının Difraksiyonu, İstanbul Teknik Üniversitesi Matbaası, 83-94,1966
12. Durlu, T. N., Katıhal Fiziğine Giriş, s. 5-25, Set Ofset Ltd., Ankara, 1992
13. Bruker AXS GmbH, Diffracplus PDF Maint Powder Diffraction Database Manage Software, Printed in the Federal Republic of Germany, 2000.
14. Kumar, P.P., Yashonath, S., “Ionic Conduction in the Solid State”, J. Chem.Sci., 118 (1): 135-154, 2006.
15. Çimen, S, İkili Metalik alaşımların Katı-Sıvı arayüzey enerjisinin elde edilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2005
16. Yıldız, A., Genç, Ö., Bektaş, S., Enstrümantal Analiz Yöntemleri, Hacettepe Üniversitesi Yayınları, Ankara, 1997

17. Yamashita, M., “Resistivity Correction Factor for the Four-Probe Method”, J.Phys. E: Sci. Instrum., 20: 1454-1456, 1987.
18. Topsoe, H., “Geometric Factor In Four Point Resistivity Measurement”, Semiconductor Division 472-13, Vedbaek, 38-40, 1968.
19. Saatci, B., Ari, M., Gunduz, M., Meydaneri, F., Bozoklu, M. , Durmus, S., Thermal and electrical conductivities of Cd–Zn alloys ,Matter 18 (2006) 10643–10653, 2006.
20. Hammond, C., The Basics of Crystallography and Diffraction, p.51-53, Oxford University Pres, New York, 1998.
21. Saatçi, B. İkili metalik alaşımların katı-sıvı arayüzey enerjilerinin ölçümü, Doktora Tezi, Erciyes üniversitesi, Kayseri, 2000
22. Bozoklu, M. Holmiyum trioksit katkılanmış bizmut trioksit polimorflarının sentezlenmesi, karakterizasyonu ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri 2007.
23. Durmuş, S. Gadelenyum trioksit katkılanmış bizmut trioksit polimorflarının sentezlenmesi, karakterizasyonu ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri 2008
24. Ari, M. Et al. Microstructure and thermo-electrical transport properties of CdSn Alloys, materials characterization 624 – 630 59 (2008)
25. Saatçi, B et al. Thermal conductivities of solid and liquid phases in Pb–Cd and Sn–Zn binary eutectic alloys, Thermochimica Acta 128–134 454 (2007)
26. <http://www.istanbul.edu.tr/eng/metalurji/sem.htm>
27. <http://www.mos.org/sln/sem/seminfo.html>
28. <http://epswww.unm.edu/xrd/xrdbasics.pdf>

ÖZGEÇMİŞ

Adı ve Soyadı : Erkan Kaçar

Anne Adı : Naile

Baba Adı : Cemil

1984 senesinde Sivas\ Şarkışla'ya bağlı Yenyapan köyünde dünyaya geldi, ilkokulu burada başladıktan sonra dördüncü sınıftan itibaren Kayseri Gazioğlu ilkokulunda tamamladı. Orta ve lise öğrenimini Kayseri Melikgazi İmam Hatip lisesinde tamamladı. Daha sonra Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen edebiyat fakültesi fizik bölümünü kazanarak buradan mezun oldu. 2007 yılında Erciyes üniversitesi Fen bilimleri enstitüsünde lisansüstü eğitime başladı. Çeşitli özel şirketlerde organizasyon ve geliştirme bilimlerinde çalıştı. Daha sonra Hakkâri üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malzeme bilimi ve mühendisliği bölümüne araştırma görevlisi olarak atandı. Halen bu görevine devam etmektedir.

e-mail: erkankacar@gmail.com

Tel: (535) 868 64 99