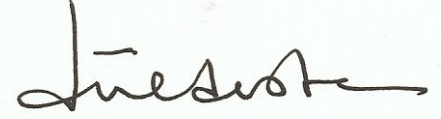


Prof. Dr. Mustafa KESKİN danışmanlığında **Ercan KARAKÖSE** tarafından hazırlanan “Al Esaslı Ağırlıkça %8Ni, %5Nd, %XSi (X=4, 8, 12) İçeren Alaşımların Melt Spinning Yöntemiyle Üretimi ve Karakterizasyonu” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında **Doktora** tezi olarak kabul edilmiştir.

02/ 08 / 2010

JÜRİ:

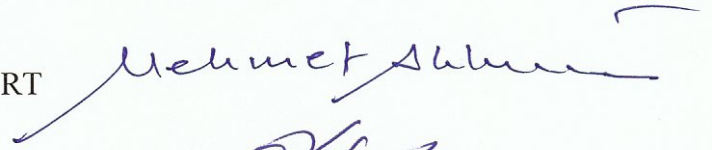
Başkan: Prof. Dr. Ayhan GÜLDESTE



Üye : Prof. Dr. Mustafa KESKİN



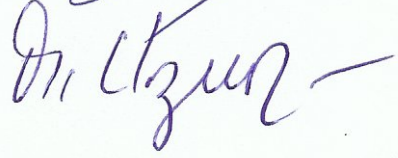
Üye : Prof. Dr. Mehmet AKKURT



Üye : Doç. Dr. Mustafa GENÇASLAN



Üye : Doç. Dr. Orhan UZUN

**ONAY:**

Bu tezin kabulü, Enstitü Yönetim Kurulunun 06/08/2010 tarih ve 2010/27-10. sayılı kararı ile onaylanmıştır.



06/08/2010
N. Aygildiz
Prof. Dr. Nispet AYILDIZ
Enstitü Müdürü

T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ
KOORDİNASYON BİRİMİ

**MELT SPİNNİNG YÖNTEMİYLE AL-%8Nİ-%5ND-%X Sİ (X= 4, 8, 12)
ALAŞIMLARININ ÜRETİLMESİ VE ÜRETİLEN NUMUNELERİN FİZİKSEL
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Proje No: FBD-08-472

Doktora Araştırma Projesi

SONUÇ RAPORU

Proje Yürütücüsü:

Mustafa KESKİN

Fen Fakültesi/ Fizik Bölümü

Araştırmacı:

Ercan KARAKÖSE

Fen Bilimleri Enstitüsü/Fizik Anabilim Dalı

Eylül 2010

KAYSERİ

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam süresince maddi ve manevi desteğini esirgemeyen, aksiliklerin üst üste geldiği dönemlerde bile güler yüzlü yaklaşımlarıyla çözüm üreten fedakârlık ve anlayış abidesi sayın hocam Pof. Dr. Mustafa KESKİN'e teşekkürü bir borç bilirim.

Deneysel çalışmalarım sırasında karşılaştığım zorlukları aşmamda yardımlarından dolayı Prof. Dr. Mehmet GÜNDÜZ, Prof. Dr. Mehmet AKKURT, Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI, Doç. Dr. Mehmet ARI, Doç. Dr. Kazım KEŞLİOĞLU, Öğr. Gör. Dr. Tuncay KARAASLAN'a ve Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (TAUM)'da yapılan analiz çalışmalarında göstermiş olduğu titizlik ve yakın ilgisinden dolayı sayın hocam Prof. Dr. Ayhan GÜLDESTE'ye teşekkür ederim.

Bu tez çalışmasına maddi destek veren Devlet Planlama Teşkilatı'na (Proje No: 2003K120510) ve Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne (Proje No: FBD-08-472) teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	2
İÇİNDEKİLER.....	3
ÖZET.....	5
ABSTRACT.....	6
1. GİRİŞ / AMAÇ VE KAPSAM	7
1.1. Giriş.....	7
1.2. Hızlı Katılaştırma Tekniklerinin Tarihi Gelişimi.....	8
1.3. Alüminyum Alaşımları ve Teknolojideki Kullanım Alanları	12
1.4. Hızlı Katılaştırmada Al-Ni-Nd-Si Alaşımının Seçilme Nedeni.....	18
1.5. Hızlı Katılaştırılmış Al Esaslı Alaşımlar Üzerine Dikkate Değer Çalışmalar	21
2. GENEL BİLGİLER.....	35
2.1. Giriş.....	35
2.2. Katılaştırma	35
2.2.1. Normal Katılaştırma	36
2.2.1.1. Kuma Döküm	37
2.2.1.2. Metal Kalıba Döküm Tekniği.....	38
2.2.2. Hızlı Katılaştırma	38
2.3. Hızlı Katılaştırmanın Etkileri	39
2.4. Hızlı Katılaştırma Teknikleri	40
2.4.1. Melt-Spinning Tekniği	41
2.4.2. Tabanca Tekniği.....	42
2.4.3. Püskürtme (Spray) Tekniği.....	42
2.4.4. Kaynak (Weld) Tekniği.....	43
3. GEREÇ VE DENEYSEL YÖNTEM.....	44
3.1 Giriş.....	44
3.2. Deneysel Sistemler	44
3.2.1. Vakumlu Eritme Fırını	44
3.2.2. Hızlı Katılaştırma Sistemi	47
4. ANALİZ VE BULGULAR.....	51
4.1. X-Işını Yapı Analizi.....	51
4.2. OM İle Mikroyapı Analizi.....	69

4.3. SEM İle Mikroyapı Analizi	75
4.4. EDS Analizleri	84
4.5. DSC Analizleri	91
4.6. DTA Analizleri.....	96
4.7. İletkenlik Testi.....	100
4.8. Sertlik Testi....	106
5. TARTIŞMA VE SONUÇ	108
KAYNAKLAR.....	112

ÖZET

Al-ağ.%8Ni-ağ.%5Nd-ağ.%XSi (X= 4,8,12) kompozisyonunda alaşımları hazırlamak için, Al (%99,99), Ni (%99,9), Nd (%99,99) ve Si (%99,999) saflıkta elementleri kullanıldı. Alaşımlar iki farklı yöntemle üretildi; geleneksel ingot döküm ve melt-spinning yöntemi. Silisyum katkısı ve soğuma hızının mikroyapı, mekanik ve elektriksel özellikler üzerine etkisi XRD, OM, SEM, EDS, DSC, DTA, OM, Vickers Mikrosertlik testi ve dört nokta DC elektriksel iletkenlik analizleri ile incelendi. XRD analizi ingot alaşımlarda α -Al, FCC Si, intermetalik Al_3Ni ve $Al_{11}Nd_3$ fazlarını gösterirken, hızlı katılaştırılmış alaşımlarda sadece çözünmüş α -Al difraksiyon pikini göstermektedir. OM ve SEM kullanılarak elde edilen fotoğraflar intermetalik fazların mikroyapıları ve büyüklükleri hakkında bilgi vermektedir. Ayrıca bu mikrograflar soğuma oranının Al-ağ.%8Ni-ağ.%5Nd-ağ.%XSi (X= 4, 8, 12) alaşımlarının yapısına etkisini açıkça göstermektedir. Yüksek soğuma oranlarında hızlı katılaştırılmış alaşımlarda düzenli küçük dentritik veya homojen yapılar tespit edilirken düşük soğuma oranlarında kaba iğne-benzeri ve kaba dentritik yapılar gözlenmektedir. Melt-spun şeritlerinden elde edilen DSC ve DTA grafikleri yaklaşık 565-620 °C sıcaklık aralığında benzer ekzotermik pikler vermektedir. Şeritlerin elektriksel direnç özelliklerinin, soğuma oranı ve alaşımdaki Si miktarına bağlı olduğu gözlenmektedir. Bununla birlikte, Si miktarının artmasıyla birlikte şeritlerin elektriksel direncinin arttığı gözlenmiştir. Vickers mikrosertlik analizleri ile de mikrosertlik değerinin hızlı katılaştırılmış şeritler ve ingot alaşımlar için artan Si miktarına ve soğuma oranına bağlı olarak arttığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Al-Ni-Nd-Si alaşımı, Melt spinning, Hızlı katılaştırma.

ABSTRACT

Elemental Al (99.99% purity), Ni (99.9% purity), Nd (99.99% purity) and Si (99.99 wt% purity) were used to prepare the alloys with nominal composition Al-8wt.Ni-5wt.Nd-X wt% Si (X= 4, 8,12). The alloys were solidified from the liquid state by using two methods: the conventional ingot casting, and melt-spinning process. The effects of silicon and cooling rate on the microstructural, mechanical and electrical properties of the alloys were characterized by XRD, OM, SEM, EDS, DSC, DTA, OM, Vickers Microhardness and four point probe DC conductivity analysis. The XRD analysis indicated that ingot samples were α -Al, FCC Si, intermetallic Al_3Ni and $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$ phases whereas only diffraction peaks of the α -Al solid solution presented in the rapidly solidified alloys. The micrographs recorded using OM and SEM gave information about the size and microstructure of the intermetallic phases. They also indicated that cooling rates clearly influence the morphology of the Al-8wt.Ni-5wt.Nd-X wt% Si (X=4,8,12) alloys. Lower cooling rates produced coarse needle-like and coarse dendritic structures in the rapidly solidified alloys, while higher cooling rates produced more regular minor dendritic or homogeneous structures in the rapidly solidified alloys. DSC and DTA traces from melt-spun ribbons consisted of similar exothermic peaks were between approximately 565-620 °C. Electrical resistivity properties of ribbons depended on the cooling rates and Si content of the alloys. Accordingly, it was observed that electrical resistance of ribbons increased with increasing Si. Vickers Microhardness analysis indicated that microhardness values for rapidly solidified ribbons and ingot alloys increase with increasing Si content and solidification rates.

Keywords: Al-Ni-Nd-Si Alloy, Melt spinning, Rapid solidification.

1. GİRİŞ / AMAÇ VE KAPSAM

1.1. Giriş

Yüzyıllardan beri insanoğlu hayatını devam ettirebilmek ve kolaylaştırmak için kullanabileceği araç ve gereçleri sürekli geliştirme çabasında olmuştur. Önceleri araç ve gereçlerini ağaçtan ve taşlardan yapan insanoğlu, ateş ve madenlerin keşfedilmesiyle metalleri araç ve gereç yapımında kullanmaya başladı. Günümüzde kullandığınız düzgün şekilli ve dayanıklı pek çok alet metallere yapılmaktadır. Dayanıklı olan maddelerin pek çok alanda kullanılması insanoğlunu yeni arayışlara yöneltmiş bunun sonucu olarak da metallerin birbirleriyle karıştırılmasıyla alaşımlar elde edilmiştir. Böylece daha kolay bir şekilde çok daha dayanıklı malzemeler yapılmıştır. Metal veya alaşımın önce eritilip, eritilen sıvının daha sonra uygun bir metalik ya da seramik kalıp içinde, kendi soğuma ve ısı akışı karakteriyle katılaştırılması, yüzyıllar boyunca geleneksel olarak alaşımların üretilme yöntemi olmuştur. Çağlar boyunca gittikçe artan bir ilgi ve çeşitlilik bu tarz dökümleri ve yöntemleri karakterize etmeye çalışmıştır. Bugün iyi bilinen bu katılaştırma metotları ‘geleneksel’ (normal) katılaştırma olarak genel bir ad altında sınıflandırılmıştır. Geleneksel katılaştırma uygulamalarında ve ticari alaşımlarda, metallerin katılma esnasındaki soğuma hızı 10^{-2} - 10^2 K/s aralığında değişmektedir.

Alaşımlar saf metallere elde edilen malzemelere göre birçok açıdan üstün özellikler gösterebilir de, bilim ve teknolojinin yirminci yüzyıldaki baş döndürücü ilerleyişi geleneksel alaşımları insanoğlunun ihtiyaçlarını karşılamaktan uzak bıraktı. Özellikle otomotiv, uçak, haberleşme vb. endüstri dallarındaki baş döndürücü gelişmeler, fiziksel, kimyasal, elektriksel ve manyetik özellikleri son derece yüksek malzemelere ihtiyaç duyulmasına neden oldu. Bundan dolayı alaşımların geliştirilmesine olan beklenti gün geçtikçe arttı ve geleneksel metotlarla üretilen alaşımların özelliklerinin belli bir seviyeden sonra geliştirilememesi üzerine, alaşım üretmek için yeni geliştirilmiş teknikler çok çeşitli araştırma alanlarına bilim insanlarını yöneltti. Başlangıçta iki metalin karışımıyla elde edilen alaşımlar, sonra üç ve daha sonra dört metali karıştırarak yapılmaya başlandı. Bu tür alaşımların da duyulan ihtiyaca cevap verememesi üzerine, metal alaşımlarının katılma süresi üzerinde araştırmalar yapıldı. Katılma süresi ile maddenin yapısındaki tanecik büyüklüğü arasında doğrudan bir ilişki

olduğu ve tanecik büyüklüğünün de malzemenin fiziksel özellikleri üzerinde oldukça önemli bir etkiye sahip olduğu gözlemlendi. Bu nedenle, alaşımları üretme metotları ve özellikle katılaştırma sürelerini kısaltma yolları araştırılmış ve bunun için çeşitli deney sistemleri geliştirilmiştir. Katılaştırma süresinin kısaltılması araştırmacıları hızlı katılaştırma çalışmalarına yöneltmiş ve günümüzde de bu çalışmalar halen yoğun bir şekilde devam etmektedir.

1.2. Hızlı Katılaştırma Tekniklerinin Tarihi Gelişimi

Hızlı katılaştırma ve ona eşlik eden aşırı soğuma genel anlamda çok yeni konular değildir. Örneğin, ilk olarak 1700 yılında Fahrenheit, su numunelerini denge sıcaklığı altında soğutarak buz formuna dönüştürmüştür. Bu tip çalışmalara filtreleme yöntemi denilmektedir. Jacobson ve arkadaşlarının [1] yaptıkları çalışmada belirttikleri gibi filtreleme yöntemi üzerinde ilk sistematik çalışmayı Ingersoll ve Mandenhall 1908’de yapmış ve çalışmalarında 50-100 μm çaplı küresel altın, platin ve radyum elementlerini elde etmişlerdir. Artan soğuma hızı ile parçacık çapının küçüldüğünü de kaydetmişlerdir. Aynı çalışmada belirtildiği üzere, kaynaklarda belirtilen ilk patentli hızlı katılaştırma aleti, fırlatma lehim teli makinesidir ve 1871 yılında Lang tarafından yapılmıştır [1]. 1908’ li yıllarda ise eriyik döndürme veya soğuk bloklu eriyik döndürme sistemlerinin ilk prototipleri Strange ve Pim [2] tarafından kullanılmıştır. Ancak teknik yetersizliklerden dolayı bu cihazlarda yüksek soğuma hızlarına ulaşılamamıştır.

Modern anlamda hızlı katılaştırmada kullanılan Melt Spinning (MS) sistemi 1959-1960 yıllarında Kaliforniya Teknolojileri Enstitüsü Keck Mühendislik laboratuvarlarında Duwez ve arkadaşları [3] tarafından geliştirilmiştir. Bu sistem ısıtıcı fırın içine yerleştirilen ve bir ucu açık grafit pota içerisinde eritilen metal alaşımın, gaz basıncı vasıtasıyla hızla dönen bakır disk üzerine düşürülerek soğutulması esasına dayanmaktadır. MS sistemi, hızlı katılaştırma deneyleri için kullanışlı ve yeni bir metot olmuştur. Duwez ve arkadaşları, kurmuş oldukları MS sistemiyle metalik eriyiklerin katılaşmaları esnasında oldukça yüksek soğuma hızlarının alaşım üzerindeki etkisini incelediler, başlangıçtaki birkaç başarısız denemeden hemen sonra miligram miktarındaki metalik eriyikleri 10^6 K/s ’yi aşan hızlarda katılaştırabilen ve “tabanca” adı verilen cihazı geliştirdiler. Geliştirilen sistemle Cu-Ag ve Ag-Pt alaşımları üzerinde yaptıkları ilk çalışmalarda, alaşımların kristal yapıda olmalarına rağmen hızlı katılaştırma

etkisiyle katı çözünürlük limitlerinin arttığını gözlemlediler [4, 7]. Hemen akabinde yine aynı teknikle ürettikleri hızlı katılaştırılmış Au-%25Si alaışımının X-Işını kırınımı analizlerinde, alaışımın amorf yapıda olduğunun tespit edilmesi bilimsel çevreleri hayrete düşürerek hızlı katılaştırma çalışmalarına yeni bir ivme kazandırmıştır [8]. Bu çalışma bilim insanlarına kontrollü bir mikroyapı için eriyikten hızlı soğutmanın önemini göstererek, amorf metalik alaşımların keşfine götürmüştür.

1964 yılında Cohen ve Turnbull [9], amorf alaşım kompozisyonlarının, denge diyagramlarındaki düşük erime sıcaklığına sahip olan ötektik nokta kompozisyonlarına çok yakın olduğunu belirtmişlerdir. Böylece, metallerin cam yani amorf olabilme yeteneklerinin, iyonik sistemleri kadar önemli olduğu ortaya çıkmıştır. Çünkü metallerde iyonik bağ ile oluşturulan alaşım sistemleri yerini, artık kristal olmayan, amorf alaşımlar almıştır. Ayrıca faz diyagramlarından derlenen bilgiler sonucunda, Duwez ve arkadaşlarının bulduğu Au-Si alaışımında da olduğu gibi, metal-metalloid (Metal olmadığı halde metalik özellikler gösterebilen elementler) alaşımları metale göre kıyaslandığında ötektik noktada çok düşük erime noktasına sahiptirler [10]. Bundan dolayı Au-Si amorf alaışımında var olan ısı kararlılığından kaçınmak için, Au yerine Pd konularak ısı kararlılığı daha yüksek Pd-Si amorf alaışımı üretilmiştir. Bundan çok kısa bir süre sonra da ilk olarak Chen ve Turnbull [11,12] tarafından, termodinamik prensipler kullanılarak Au-Ge-Si ve Pd-Si alaşımlarında cam (amorf) geçiş sıcaklıkları tespit edildi. Cam geçiş sıcaklığının varlığı, eriyik halinden hızlı soğutulmuş camsı amorf alaşımlara inandırıcı bir delil oldu ve böylece metalik camlar veya amorf metaller ismi tamamıyla kaynaklara girmiş oldu.

Diğer taraftan ilk defa Rus bilim adamı Gubanov'un [13], camsı metallerde ferromanyetikliğin mümkün olduğunu ileri sürmesi ile, Fe, Ni ve Co içeren alaşımlar üzerindeki çalışmalar çok yoğunlaştı. Ancak ilk çalışmalarda Pd yerine kullanılan ferromanyetik Fe, Ni, Co atomlarının alaşım içindeki miktarlarının düşük olması (~%15), bu alaşımların zayıf ferromagnetler olmasına neden oldu [14].

1967'lere gelindiğinde Duwez'in öğrencilerinden biri olan Lin, laboratuarda tabanca tekniği ile üretilen Fe-P alaşımları üzerine çalışırken, tabancanın grafit potasının içine yerleştirilen küçük alümina potayı koymayı unutarak, alaışımı grafit pota içinde eritti. Bu durumda bir miktar karbon da Fe-P alaışımının içinde çözünmüş oldu. Böylece tesadüfi olarak ilk defa

kuvvetli bir ferromagnet olan $\text{Fe}_{75}\text{P}_{15}\text{C}_{10}$ metalik camı üretilmiş oldu [14]. Bu orijinal Fe-P-C alaşımı bütün ferromanyetik metalik camların ilk prototipidir. Bu sayede amorf maddeler, yeni bir uygulama alanı daha bulmuştur. Bu alaşım 1970'lerden sonraki yıllarda kuvvetli amorf ferromagnet üretmek amacıyla değişik kompozisyonlar üzerinde yapılan çok yoğun çalışmalar için başlangıç noktası olmuştur [14,15-19].

Duwez'in tabanca (gun) tekniğini geliştirmesi ile beraber hızlı katılaştırma çalışmaları üzerine olan ilginin artması, değişik yeni tekniklerin geliştirilmesine basamak teşkil etti. 1963 yılında Pietrokovsky [20], genel anlamda ergimiş küçük bir metal damlacığının yüksek ısı iletkenliğe sahip iki yüzey arasında sıkıştırılarak soğutulması esasına dayanan çekiç ve örs metodunu geliştirdi. Bu metotlar esas itibariyle birbirine benzer olmakla birlikte, eritilmiş küçük eriyik damlası (1 g' dan az), ilkinde sabit örs ve hareketli piston, ikincisinde ise hareketli iki piston arasında sıkıştırılır. Ancak bu metot, elde edilen ürünün çok az olması ve sürekli üretim yapılamaması münasebetiyle çok fazla rağbet görmemiştir [21]. Devam eden yıllarda araştırmacılar birçok yeni yöntemler üzerinde çalışmalar yapmışlar, ancak bunların birçoğu sınırlı üretim kapasitelerinden dolayı laboratuvar kullanımının dışına çıkamamışlardır.

1965 yılında Duwez, MS metodunu modifiye ederek tabanca tekniğini geliştirmiştir [5,14]. Bu metotta ısıtıcı olarak şok dalgası kullanılmıştır. Böylece eriyik 1µm çapında tanecikler haline getirilerek saniyenin birkaç yüzde biri gibi bir zaman aralığında püskürtülmüştür. Bu tekniği, 1965'de ilk olarak Predecki [22] kullanmış ve şapırtı soğutması (splat cooling) olarak adlandırmıştır. 1969 yılında Harbur [23], piston ve örs veya iki piston olarak adlandırılan sistemi geliştirmiş. Bu sistemde ise birbirine simetrik duran iki piston arasına bırakılan eriyik, pistonların çok hızlı bir şekilde sıkıştırılmasıyla soğutulmaktadır. 1969 yılında Pond [24] metalik alaşımların hızlı katılaştırılmasında kullanılan MS metodunun geliştirilmesi üzerine çalışmalar yapmış ve ağızlık (orifiz) çapı, gaz basıncı, disk hızı gibi parametrelerin, şerit ölçülerine etkilerini incelemişlerdir. Bütün bu yöntemler de ortak nokta, eriyik haldeki sıvı metalin yüksek devir hızlarında dönen bir disk yüzeyinde katılaşmasıdır ve katılaşma için tecrübe edilen soğuma hızları 10^5 - 10^8 K/s arasında değişmektedir [25]. 1978 yılında Kavesh [26] MS şeritlerinin kalınlıkları ve genişlikleri için bir bağıntı geliştirmiştir. Kavesh, şerit oluşumu için iki şeye önem vermiştir. Bunlardan birincisi ısı akışının kontrolü ve ikincisi ise hız kontrolüdür. Yine 1978'de Honeycombe [27] toz atomizasyonu veya püskürtme (spray) metodunu bulmuştur. Bu sistemde çok küçük tanecik ve minimum yüzey oksitlenmesi

sağlanmıştır. 1978 yılında Lawley [28] tarafından geliştirilen gaz atomizasyonu yönteminde 10^2 - 10^3 K/s civarında soğuma hızı elde edilmiştir. Üretim kapasitelerinin yüksek olmasının yanı sıra oksidasyon etkisinin de daha az olduğu atomizasyon tekniklerinin tek dezavantajı soğuma oranının nispeten düşük olmasıdır. Bu sebeple, şerit döküm yöntemleri üzerinde daha çok çalışılmış ve yeni teknikler geliştirilmiştir. Bunlardan birisi de ilk defa 1980 yılında Narashimhan [29] tarafından geliştirilen düzlemsel akışlı döküm (planar flow casting: PFC) tekniğidir. Bu yöntem de esas itibarıyla MS tekniğine dayanmaktadır. 1981 ve 1984 yıllarında Ohnaka ve arkadaşları [30, 31] MS metodunun modifikasyonu üzerinde çalışmalar yaparak, ergimiş metal jetinin havaya, bir pompayla döndürülen suya veya su soğutmalı dönen iki diskin arasına püskürtülmesi ile elde edilen ürünlerde, yöntem değişikliklerinin şerit geometrisi ve mikroyapı üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Geliştirilen bir başka sıvı soğutma metodu ise püskürtülen eriyiğin su döndürmesiyle soğutulması tekniğidir[32]. Bu çalışmaların sonuncusu olarak sayabileceğimiz metot ise merkezkaçlı eriyik döndürme (centrifuge melt spinning (CMS)) metodudur [32-35]. Bu metotta eriyik dönen diskin iç yüzeyine dökülmekte veya püskürtülmektedir. Böylece hem püskürtme esnasındaki basınç yardımıyla hem de dönmeden meydana gelen merkezkaç kuvveti yardımıyla eriyik, yüzeyle çok iyi termal kontak kurmakta ve katılaşmaktadır.

Hızlı katılaştırılmış şeritlerin geometrisine etkiyen MS metot parametrelerini şöyle sıralayabiliriz: (1) katılaştırma yüzeyine temas açısı, (2) gaz basıncı, (3) ağızlık çapı, (4) disk hızı, (5) malzeme tipi ve yüzeyin durumu, (6) eriyik kompozisyonu ve eriyik ısı ve son olarak (7) katılaştırma ortamıdır. Yine, benzer şekilde hızlı katılaştırılmış alaşıma hızlı katılaştırmanın etkisini de şöyle sıralayabiliriz: (1) katı çözünürlük büyümesi, (2) tane boyutunun küçülmesi, (3) yarı-kararlı fazların oluşması ve (4) yüksek kusur konsantrasyonunun oluşmasıdır [7].

1984 yılında Shechtman ve arkadaşları [37], hızlı katılaştırılmış Al-Mn alaşımının Transmisyon elektron mikroskobu incelemeleri sırasında, alaşım içindeki bir metalik faza ait elektron kırınım deseninin, tek kristal fazlarda gözlenen, keskin noktalar kümesinden oluştuğunu gözlemişlerdir. Bununla beraber kristal durumun aksine bu noktaların bir uzun mesafe öteleme simetrisi göstermediği, ancak uzun mesafeli bir dönme simetrisi gösterdiğini bildirdiler. İşin daha da ilginç, belirtilen bu dönme simetrisinin yine kristal yapılarda gözlenenin aksine beş katlı bir dönme simetrisine sahip olduğunun belirtilmesi olmuştur.

Ancak o güne kadar gözlenmemiş bu yapıya bir isim de veremediler. Bu yeni faza yine aynı yıl içinde Levine ve Steinhardt [38] yeni bir isim önererek “kuazikristaller” (quasicrystals) demişlerdir. Böylece hızlı katılaştırmanın bir sonucu olarak yeni bir metalik faz ifadesi bilimsel terminolojiye girmiş oldu. Devam eden yıllarda, diğer bazı Al esaslı alaşımlarda da kuazikristal yapılar gözlenmiştir [39, 40].

1982’ ye kadar amorf alaşımlar üzerine çalışmalar devam etmiş fakat elde edilen amorf alaşımlar çok kırılğan ve geometrik yapısı ince şeritler halinde olduğu için yeterince uygulama alanı bulamamıştır. Daha sonraki yıllarda ilk defa 1985 yılında Gillen [41] Al-Ni-Si üçlü alaşımı amorf olarak elde etmiştir. Bu alaşımın plastiksi özellik göstermesi ve çok iyi mekaniksel özelliklere sahip olması bu konuya olan ilginin artmasına neden olmuştur. 1990 yıllarında ise birçok ikili, üçlü ve çoklu alaşım grupları amorf olarak elde edilmiştir. Amorf alaşımın kontrollü kristallenmesinin nanokristal yapının oluşumuna neden olduğu ve nanokristal metallerin özelliklerinin ise normal kristallere göre daha iyi olduğu rapor edilmiştir [42].

1.3. Alüminyum Alaşımları ve Teknolojideki Kullanım Alanları

Yüksek ısı iletkenliği, hafiflik ve ucuzluk denince hemen düşünebileceğimiz metal alüminyumdur. Alüminyum metal pazarında demir ve çelikten sonra ikinci sırada yer almaktadır. Alüminyum endüstrisinin çok çeşitli kullanım alanlarına sahip olması bu metalin üstün özelliklerinden kaynaklanmaktadır. İyi elektriksel ve ısı iletkenliği, kolay işlenebilirliği, yüksek korozyon direnci ve elastiklik özellikleri ile alüminyum, mimari uygulamalardan mutfaklara, otomotiv sektöründen havacılık endüstrisine kadar çok geniş bir kullanım alanına sahiptir [43-45]. Bu özellikler alüminyumu çok yönlü yapı ve mühendislik malzemelerinden biri yapmaktadır. Alüminyum özgül ağırlığı küçük olduğu için hafif metaller sınıfına girmektedir bu yüzden özellikle taşıt ve uçak sektöründe yaygın olarak kullanılır. Yüzeyinde meydana gelen sağlam oksit filmi nedeniyle, doğal ortamların çoğuna karşı iyi bir korozyon direnci gösterir. Mukavemetlendirme mekanizmalarına kolaylıkla tepki verir. Al, zehirli olmadığından yiyecek kutularında ve paketlemede yaygın olarak kullanılır. Çok yumuşak ve sünektir, fakat mekanik mukavemet değerleri Si, Fe, Ti, Cu, Ni, Zn ve Mg gibi farklı elementlerin katılımıyla artar. Saf haldeki Al’ un düşük dayanımına rağmen, alaşımlanarak dayanımı 1500 MPa’ a kadar çıkarılabilir. Elde edilen alaşımları yapı

çeliklerinden daha fazla mukavemetlendirilmiştir. Bu özellikler alüminyum çok yönlü yapı ve mühendislik malzemelerinden biri yapmaktadır. Elektriksel özelliklerinin çeşitli katkı elementleriyle değiştirilebilmesi alüminyumun elektrik sanayisinde de kullanımını oldukça yaygınlaştırmıştır. Alüminyum alaşım teknolojisi alüminyumun bu üstün özelliklerinden dolayı, 1970’li yılların ortasından sonra üç ana sınıfta geliştirilmiştir. Bunlar, (1) Yüksek mukavemet, korozyon dirençli alaşımlar, (2) düşük yoğunluklu alaşımlar ve (3) yüksek sıcaklıklara dayanıklı alaşımlardır [46-49]. Ancak, saf Al genellikle yorulma dayanımı sınırı sergilemez ve bu nedenle kopma oldukça düşük gerilmede oluşur. Ergime sıcaklığının düşük olmasından dolayı, Al’ un yüksek sıcaklıklardaki performansı yeterince iyi değildir. Ticari olarak kullanılan Al alaşımları ve bazı özellikleri Tablo 1.1’ de verilmektedir.

Tablo 1.1. Ticari alüminyum alaşım grupları [46].

1xxx	%99,00’u Al olup Fe ve Si, alaşım elementleridir. Yüksek dayanım için ek olarak %0,12 Cu katılır. 1100, bu grubun en önemli alaşımıdır ve çoğunlukla şekillendirilen sac olarak kullanılır.
2xxx	Ana alaşım elementi Cu olup çoğunda Mg bulunur. 2024, bu grubun en önemli alaşımıdır ve uçak parçaları yapımında kullanılır.
3xxx	Ana alaşım elementi Si olup, Mg ya da Cu içerir. Al’un dayanımı katı çözelti sertleştirilmesiyle artırılır. 3003, bu grubun en önemli alaşımıdır ve iyi şekillendirilebilmenin istendiği yerlerde kullanılır.
4xxx	Silisyum ilave edilmiş Cu ve/veya Mg alaşımlarıdır.
5xxx	Ana alaşım elementi Mg’dır. Çözelti sertleşmesi sağlamak için %5 oranında Mg katılır. 5052, grubun en önemli alaşımıdır ve sac halinde, otobüs, kamyon ve deniz taşıtlarında kullanılır.
6xxx	Ana alaşım elementi Mg ve Si’dur.
7xxx	Ana alaşım elementi Zn olup, genellikle Cu, Mg, Mn, Cr ya da bunların kombinasyonlarını içerir. 7075, grubun en önemli alaşımıdır ve yüksek dayanıma sahip olması sebebiyle uçak parçaları yapımında kullanılır.
8xxx	Ana alaşım elementi Sn’dur.
9xxx	Alaşım elementi olarak, diğer elementler kullanılır. Günümüzde ticari olarak kullanılmamaktadır.

Alüminyumun sertliğinin düşük olması yüzünden aşınma direnci zayıftır. Ancak araştırmacılar, alüminyuma ihtiyaca uygun özellikler kazandırarak kullanım alanını yaygınlaştırmak için çeşitli üretim teknikleri ve farklı elementlerle alaşımlama çalışmalarını sürdürmektedir.

İlk defa 1960'larda Duwez'in geliştirdiği tabanca tekniği ile metalik alaşımların hızlı katılaştırılması gündeme geldikten sonra günümüze değin pek çok alaşım sistemi üzerinde çalışılmıştır. Özellikle günümüzde yüksek performanslı malzemelere olan talebin artışı, ticari olarak kullanılan alaşımların mikroyapısal modifikasyonunu ve daha iyi özelliklere sahip olan yeni alaşımların üretimini zorunlu hale getirmiştir. Hızlı katılaştırılmış Al esaslı alaşımlar korozyon direnci, mukavemet, sertlik, yorulma direnci, kolay şekillenme, yeniden kullanım ve mekanik özellikler bakımından oldukça iyi özellikler göstermektedir [4-7, 50-52]. Bu nedenle, hızlı katılaştırılmış Al esaslı alaşımlar özellikle kara taşıtları, havacılık ve uzay sanayinde yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Al esaslı alaşımların kullanıldığı ticari taşıtların başında otomobiller, askeri taşıtların başında ise zırhlı personel taşıyıcıları gelir [53].

Özellikle uçak ve otomotiv üretim endüstrisinde ağırlıkla Al 2xxx, 6xxx ve 7xxx grubu alaşımlarından yoğun bir şekilde yararlanılmaktadır [54]. Al 6xxx alaşım grubu orta derecedeki sertliği, korozyona karşı dayanımı, kaynak yapımındaki uyumluluğu ve düşük maliyet değeri ile özellikle uçakların ana gövdelerinin üretiminde kullanılmaktadır. Başlıca katkı elementleri Mg, Si, ve Cu olan Al 2xxx ve 7xxx grubu alaşımları ise korozyona karşı çok yüksek direnci sebebiyle genellikle farklı kullanım alanlarına sahip uçak parçalarının üretiminde tercih edilmektedir [55]. Diğer taraftan Al 6xxx alaşım grubunun süperplastiklik özelliği olarak adlandırılan yüksek sıcaklıklara aşırı dayanımı ve buna bağlı olarak esneme özelliği, yine birçok uçak parçalarında bu alaşım grubunun yaygın olarak kullanım alanı bulmasına sebep olmuştur [56-57]. Özellikle son yıllarda otomobillerin yakıt tüketimini minimum seviyeye indirme isteği üreticileri daha hafif otomobiller üretmeye sevk etmiştir. Bu yüzden otomobil ana şaseleri hafif ve kullanışlı olan Al 6xxx ve 7xxx grubu alaşımlardan üretilmektedir ve bu alaşımlar otomobillerin dış yüzey kaportalarında da yaygın olarak kullanılmaktadır. Tüketicilerin otomobil motorlarından daha yüksek performans beklentisi motor teknolojisinin sürekli gelişmesini sağlamış ve buna paralel olarak da motor parçaları sürekli olarak geliştirilmiştir. Özellikle MS yöntemiyle üretilen Al-Zn, Al-Si, Al-Cu, Al-Fe ve Al-Mg alaşım grupları bu geliştirme çalışmalarında yaygın olarak kullanılmıştır. Bu alaşım

gruplarından Al-Si, Al-Ni, Al-Zn ve Al-Cu-Fe üzerine yapılan çalışmalarda üretilen hızlı katılaştırılmış alaşımların geleneksel yöntemle üretilen alaşımlara göre oldukça üstün nitelikler taşıdığı araştırmacılar tarafından gözlemlenmiştir [58,59]. Bu avantajlar kısaca aşağıdaki Tablo 1.2.' de özetlenmiştir.

Tablo 1.2. Hızlı katılaştırılmış alaşımların özellikleri [59].

<i>Hızlı Katılaştırılmış Alaşım Grubu</i>	<i>Sistem</i>	<i>Genel Özellik</i>
RSA-4XX	Al-Si-X	1. 400 °C'nin üzerindeki sıcaklıklara yüksek dayanma gücü. 2. Düşük termal genleşme (Al oranı %40 dan az) 3. Yüksek su direnci (Güçlü anodizasyonu kıyaslanabilir)
RSA-70X	Al-Zn-X	1. Oda sıcaklığında çok yüksek sertlik (serlik %30 Al 7xxx grubundan fazla)
RSA-90X	Al-Cu-Fe-X ve Al-Ni-X	1. Orta düzeyde dayanım gücü (Al 7xxx ile yaklaşık eşit) 2. Yüksek sertlik (serlik %25 Al 7xxx grubundan fazla) 3. Yüksek korozyon direnci (Al 6xxx ile yaklaşık eşit) 4. 200 °C'nin üzerindeki sıcaklıklara yüksek dayanma gücü.

Alaşımların tasarlanma ve geliştirilme sürecinin perde arkasında büyük bir pazar talebinin olması yanında büyük bir uygulama yelpazesinin bulunması oldukça itici bir güç olmuştur. Özellikle hızlı katılaştırılmış alaşımların üstün nitelikli dayanıklılığı ve Demir, Nikel gibi geçiş metallerinin bu alaşımlara katkısı hızlı katılaştırma ile üretilen alaşımlarda mekanik özellikleri iyileştirmiştir. Ayrıca bu geçiş metallerinin katkılanmasıyla üretilen hızlı katılaştırılmış alaşımların yüksek sıcaklıklarda sergilediği eşsiz özellikler ve hızlı katılaştırma mekanizmasının mikroyapılarındaki homojenliği artırması bu yöntemle üretilen alaşımları sanayinin bütün alanlarında vazgeçilmez hale getirmiştir. Mekanik özellikleri üstün olan

alaşımlar ve bu alaşımların kombinasyonları sadece hızlı katılaştırma teknikleriyle üretilmektedir [60].

Günümüzde RSA-4XX Al-Si-X hızlı katılaştırılmış alaşımlar yarış otomobillerinin motor (50, 125, 250 cm³'lük dört zamanlı motorlar) pistonlarında kullanılmaktadır. Bu alaşımlar piston ağırlıklarını geleneksel yöntemlerle üretilen alaşımlara oranla %20-30 oranında azaltarak motor performansını mükemmel derecede artırmaktadır. Özellikle son yıllarda yaygınlaşan yeni nesil dizel otomobillerin motorlarında bu alaşımlardan üretilmiş parçaların üstün performansları test edilmiştir. Yüksek yanma sıcaklıkları motor performansını (otomobillerin kataloglarında belirtilen maksimum beygir gücü, tork ve düşük emilasyon oranı) en üst seviyeye çıkarmak için gereklidir. Bu sınırlamalar motorda kullanılacak yeni nesil parçaların yüksek sıcaklıklara daha dayanıklı ve daha hafif olmaları gerektiğini test sonuçlarıyla göstermiştir. RSA-4XX alaşımları motorun hidrolik parçalarında baskı valfları, yağ pompaları, vites kutusu ve dişlilerinde de son yıllarda yaygın olarak kullanılmaktadır [61]. Ayrıca yeni nesil motorlar içerisinde oluşan basınç oldukça fazladır bu basınç motor parçalarında aşınma ve yıpranmalara sebep olmaktadır bu yüzden motor aksamında kullanılacak parçalar yüksek basınca ve buna bağlı olarak da aşınma ve yıpranmalara dayanıklı olmak zorundadır [61, 62]. Motor içerisindeki aşınmayı azaltma motorda kullanılacak yağların viskozitesinin yüksek olması ve motor içerisinde yer alacak parçaların aşınmaya karşı yüksek dirençli sert malzemeler olmasıyla sağlanır. Hızlı katılaştırılmış alaşımlar oldukça hafif olmaları ve yüksek sertlik değerleriyle motor içerisinde kullanılmaktadır [60, 63].

RSA-70X (Al-Zn) alaşımları oda sıcaklığında sergiledikleri üstün nitelikli sertlik özellikleriyle titanyum ve titanyum alaşımlarına iyi bir alternatif olarak kullanım alanı bulmaktadır. Bu alaşım grubunun titanyum alaşımlarına göre avantajları; başta düşük üretim maliyeti, düşük yoğunluğu, kolay işlenebilirliği ve çok çeşitli kombinasyonlarla dökümünün yapılabilmesidir [60, 62]. Bu alaşım grubunun korozyon direncinin titanyum alaşımları kadar iyi olmasının yanı sıra anodik kaplamalarda gösterdiği yüksek performans teknolojik uygulamaları bakımından titanyum alaşımlarına güçlü bir alternatif oluşturur. Korozyona karşı dayanımı ve anodik kaplama bakımından RSA-90X (Al-Cu-Fe) (hızlı katılaştırılmış kuazikristal alaşımlar) alaşımları mükemmel sonuçlar vermektedir. Bu özellikleriyle RSA-70X alaşımlarıyla birlikte spor amaçlı kullanılan eşyalar (golf sopası, tenis raketleri v.b. gibi)

ve yarış otomobillerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Günümüzde halen çok yoğun bir şekilde otomobil parçalarından, golf sopasına, uçak endüstrisinden, zırh çalışmalarına kadar birçok sektörde hızlı katılaştırma ile üretilen parçalar çelik, titanyum ve karbon kullanılarak üretilen parçalara güçlü alternatif olarak kullanılmaktadır. Alaşımları geliştirme çabası büyük bir gayretle devam etmektedir. Şekil 1.1. Hızlı katılaştırma ile üretilen bazı parçaları göstermektedir.



Şekil 1.1. (a) Süperplastik Al alaşımı, (b) Hızlı katılaştırılma ile üretilen araç çekme aparatı, (c) Araç motorlarında kullanılan hızlı katılaştırma ile üretilmiş parçalar [60, 61].

Günümüzde hızlı katılaştırma yöntemleri kullanılarak üretilen alaşımlar sadece uçak teknolojisi, otomobil teknolojisi veya kaplama teknolojisinde kullanılmayıp son yıllarda enerji talebindeki değişimlere bağlı olarak enerji teknolojisini geliştirme çalışmalarında da yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır. Hidrojen yakın gelecekte enerji teknolojisinde en çok tercih edilecek enerji kaynaklarından biri olacaktır [64]. Enerji dönüşüm teknolojisindeki yenilikler ve yakıt pillerindeki gelişmelerle birlikte hidrojen çevreye dost ve güçlü bir enerji kaynağı

olarak özellikle taşıma sektörünün enerji taleplerini karşılayacaktır [65]. Diğer taraftan günlük yaşamda insanlar tarafından sürekli kullanılan taşınabilir aygıtların (diz üstü bilgisayarlar, cep telefonları, navigasyon cihazları v.b. gibi) enerji kaynaklarının güvenli, hafif, küçük, taşınabilir ve uzun ömürlü olması gerekmektedir [66]. Bu özellikleri taşıyan ve teknolojinin ihtiyaçlarına cevap verebilen hidrojen pillerini geliştirme çabaları araştırmacıların yoğun ilgisini çekmiştir. Yapılan araştırmalar özellikle piller içerisinde kullanılan alaşımların hidrojen depolama kabiliyetini ve pillerin aktivasyonlarını geliştirme amacı taşımakta olup bunun için kullanılan alaşımlarda yüzey modifikasyonları [67], farklı elementlerle alaşımlama [68], aktif materyallerle bileşik oluşturma [69] ve alaşımı farklı metotlarla üretme [70] şeklinde özetlenebilecek materyal geliştirme çalışmaları yapılmaktadır. Son yıllarda Melt-spinning yöntemi ile üretilen özel alaşımlar hidrojen depolamadaki üstün özellikleriyle hidrojen pillerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Melt-spinning yöntemiyle üretilen amorf veya kısmi amorf alaşımlar oda sıcaklığında gerek aktivasyonlarıyla ve gerekse hidrojen depolama kapasiteleriyle diğer yöntemlere göre üretilmiş alaşımlara göre çok üstün özellikler göstermektedir [71].

1.4. Hızlı Katılaştırmada Al-Ni-Nd-Si Alaşımının Seçilme Nedeni

Saf metallere göre üstün performansı alaşımları; otomotiv, havacılık ve uzay sanayisinin vazgeçilmez malzemeleri haline getirmiştir. Teknolojideki gelişmelere paralel olarak artan yüksek performans talebi karşısında geleneksel olarak kullanılan alaşımların özelliklerinin nispeten sınırlı kalması, araştırmacıları çok çeşitli alaşım gruplarını araştırmaya yönlendirmiştir. Özellikle son yıllarda üçlü, dörtlü ve daha fazla bileşenli alaşımlar farklı teknolojik ihtiyaçlara bağlı olarak üretilmeye başlanmıştır. Bu tip alaşımların da istenilen bazı özelliklere sahip olamaması üzerine yeni konulara yönelen araştırmacılar, elde ettikleri alaşımları farklı fiziksel ve kimyasal işlemlere maruz bırakmışlardır.

Yapacağımız tez çalışmasında, Alüminyum, %8 Nikel, %5 Neodmiyum, % 4-8-12 (ağ.) Silisyum farklı oranlarda kullanılarak MS Yöntemiyle hızlı katılaştırılacak ve bu alaşımların fiziksel özellikleri incelenecektir. Alaşımlarda kullanılan malzemelerin özelliklerini ve kompozisyonlarının seçilme nedenleri şu şekilde açıklanabilir.

1. Alüminyum esaslı alaşımların seçilmesinin sebebi, daha önceki başlıkta belirtildiği gibi bu alaşımların korozyon direnci, kolay şekillenme, yeniden kullanım ve mekanik özellikler bakımından (mukavemet, sertlik ve yorulma direnci) oldukça iyi özellikler göstermesidir [43-46, 50-53]. Ayrıca Alüminyum endüstrisindeki hızlı büyüme de bu metalin yukarıda daha da ayrıntılı olarak bahsedilen üstün niteliklerinden kaynaklanmaktadır. Bu özellikler alüminyum çok kullanışlı bir yapı ve teknolojik uygulamalar bakımından üstün özellikler taşıyan mühendislik malzemelerinden biri haline getirmiştir.

2. Nikelin (Ni) alaşım üretiminde seçilme nedeni bu metalin üretilen alaşımın korozyon, ısı direnci, sertliği ve dayanıklılığını arttırmasıdır. Özellikle son yirmi yılda Al-Ni alaşımları üzerine yapılan çalışmalar birçok araştırmacının ilgisini çekmiştir. Parlak, gümüşümsü, sert bir ferromanyetik olan Nikel geçiş metalleri arasında yer almaktadır [47]. Nikelin ana kullanım alanı paslanmaz çelik adı verilen Demir-Nikel-Krom alaşımıdır, saf nikel kimyasal katalizör olarak elektrolitik kaplamada, alkali pillerde, pigmentler, madeni para, kaynak ürünleri, mıknatıslar, elektrotlarda, elektrik fişlerinde, makine parçaları ve tıbbi protezlerde yaygın olarak kullanılmaktadır [48,49]. Al-Ni alaşımlarının mekanik özellikleri çok güçlü bir şekilde üretilen alaşımın faz kimyası, parçacıkların mikro veya nano boyutu ve parçacık sayısı gibi alaşımın mikroyapı parametrelerine bağlıdır [72, 73]. Biz bu tez çalışmasında Nikel oranını % 8 olarak belirledik bunun sebebi; Alüminyuma ağırlıkça %4 ile %10 arasında katkılanan Nikel alaşımları kolaylıkla işlenebilme yeteneğine sahiptir ve yüksek değerlerde gerilme özelliği taşır [74], ayrıca yüksek sıcaklıklarda sertlik değeri, aşınma yeteneği ve korozyona karşı direnci oldukça yüksektir [72,74-76]. Diğer taraftan Al-Ni alaşımlarında Alüminyum ve Nikelin etkileşimi sonucu oluşan $AlNi$, Al_3Ni_2 , $AlNi_3$ ve Al_3Ni intermetalik fazları yapı materyalleri için yüksek sıcaklık uygulamalarında oldukça kullanışlıdır. Intermetalik sistemler yüksek erime sıcaklığına karşı düşük yoğunlukları, oksitlenmeye karşı direncinin iyi olması, kırılma dayanımının yüksek sertliğe bağlı olarak yüksek sıcaklıklarda artış göstermesi bakımından teknolojik uygulamalar açısından dikkat çekicidir [77-81]. Al-Ni alaşımlarının zayıf yönleri ise yüksek sıcaklıklarda kullanışlı olmalarına karşın oda sıcaklıklarında yumuşaklığı, çatlamaya karşı düşük dayanıklılığı ve kristal formlarının içerisinde yer alan tanecik sınırlarının gevrekliğidir [78]. Al-Ni alaşımlarının bu zayıf yönleri Al_3Ni intermetalik fazın alaşıma hâkim faz olmasıyla aşılabilmektedir [78, 80]. Yüksek performanslı mühendislik malzemelerine olan talebin gelişimine bağlı olarak üstün nitelikler taşıyan yeni materyaller geliştirilmiş ve bu talebe bağlı olarak Alüminyum esaslı amorf ve

nanokristal alaşımlar üretilmiştir. Al-Ni alaşımları sadece intermetalik fazlara sahip alaşımlar olmayıp çeşitli materyallerin katkılanmasıyla amorf veya nanokristal özellik kazanmaktadır. Al esaslı amorf veya nanokristal alaşımların mikroyapı karakteri Al-nanokristallerinin çok düzenli bir biçimde bir amorf matrisin içine gömülmesiyle elde edilir [82]. Nanokristal veya kısmi amorf alaşımlar kendilerine özgü çok yüksek dayanıma, sertliğe, korozyon direnci ve oksitlenmeye karşı dirence sahiptir [83]. Çok yüksek sertlik değerlerine ulaşmayı başaran (1000-1500 Mpa) Al esaslı amorf veya kısmi amorf alaşımlar bu yüksek sertlik değerleriyle otomotiv ve uçak sanayisinin ilgisini çekmiş ve bu sektörlerde temel yapı malzemeleri olarak kullanım alanı bulmuşlardır [84-87].

3. Üçüncü katkı elementi olarak Neodmiyum (Nd) seçilmesi ise şu şekilde açıklanabilir; Nd dünyada az bulunan nadir toprak metalleri (rare earth) sınıfında bulunmakla birlikte son yıllarda Nd kullanarak üretilen alaşımlar araştırmacıların yoğun ilgisini çekmiştir. Özellikle Nd-Fe-B alaşımı [88-90] güçlü magnetler olarak bilinmektedir ve bu manyetik alaşım sistemlerine farklı elementler katkılanarak özellikleri geliştirilmeye çalışılmaktadır. Neodmiyum üzerine yapılan hızlı katılaştırma deneyleri çok az olmakla birlikte yapılan çalışmalarda üretilen alaşımların amorf veya kısmi amorf özellik taşıdığı görülmektedir [90-93]. RE elementleri (Y, Ce, Nd, Gd, La, Pr v.b. gibi) özellikle alüminyum esaslı çoklu geçiş metalleri ile üretilen alaşımların kristallenme sürecinde oldukça etkilidir ve bu etki yapılan birçok araştırmada gözlenmiştir [90-94]. RE elementlerinin Al esaslı Al-Ni alaşımlarına katkılanmasıyla alaşımın mekanik özellikleri çok açık bir biçimde iyileşme gösterir ve buna ilaveten diğer RE elementleri La, Ce ve Pr' ye göre Nd elementinin katkılanması alaşımın dayanım gücünü çok daha belirgin bir biçimde iyileştirir [95]. Alaşıma ağırlıkça %5 civarlarında katkılanan Nd üretilen alaşımın yumuşaklığını azaltıp sertliğini ve gerilimini çok etkili bir biçimde artırır [96, 97].

4. Son ve en önemli katkı elementi olarak seçilen Silisyum (Si) doğada oksijenden sonra en çok bulunan ametaldir. Yer kabuğunun % 28'ini oluşturur. Saf kristalize Si koyu gri saydam olmayan, parlak çok sert bir maddedir. Silis, silikatlar gibi pek çok doğal bileşimin yapısında bulunur. Si alaşımları sürtünme ve mekanik özellikleri bakımından oldukça kullanışlıdır [98]. Si son yıllarda yarıiletken teknolojisi ve nanoteknolojide oldukça yaygın bir kullanım alanı bulmaktadır. Bu yüzden silisyum katkılanarak üretilen alaşımlar üzerine yapılan çalışmalarda büyük bir hızla devam etmektedir. Al-Si alaşımları kolay dökülebilirliği, özgül ağırlığının

düşüklüğü ($2,65.10^3 \text{ kg/m}^3$), ısı genleşmesinin düşüklüğü, yüksek ısı iletkenliği ve iyi mekanik özellikler gibi karakteristik özellikleriyle diğer alaşım gruplarından ayrılmaktadır [98-99]. Yüksek miktarda alaşımlama elementi olarak Si'un kullanıldığı alaşımlar, yüksek yorulma dirençleri ve düşük ısı genleşme katsayıları dolayısıyla otomotiv ve elektronik endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır [100]. Artan Si miktarı bu özellikleri geliştirmekle beraber, alaşımın şekil verilebilirliğini kısıtlamaktadır. Bu da mikroyapıdaki kaba Si partiküllerinden kaynaklanmaktadır [99]. Ancak geleneksel yöntemlerle üretilen Al-Si alaşımlarının en büyük dezavantajı, mikroyapıdaki kaba ve sert Si fazlarının alaşımın kırılma direncini artırmasıdır. Si tanelerinin yuvarlak ve homojen olarak dağılımının ise mekanik özellikleri büyük ölçüde geliştirdiği bilinmektedir. Hızlı katılaştırma teknikleriyle Si tanelerinin büyük ölçüde küçülmesi ve yuvarlak formlara dönüştürülmesi sağlanabilmektedir. Ayrıca, bu tekniklerle Si'un Al içindeki sınırlı çözünürlüğü büyük oranda aşılabilmektedir [98, 101]. Sıvı durumunda neredeyse mükemmel bir karışım göstermesine rağmen birçok elementin alüminyum içindeki dengeli katı çözünürlüğünün düşük (örneğin ötektik sıcaklıkta, silisyumun Al içindeki maksimum dengeli çözünürlüğü atomik olarak %1.58'dir) olması dolayısıyla, hızlı katılaştırma çalışmalarında kullanılacak pek çok metal arasında Al en büyük şansa sahiptir. Dolayısıyla Al esaslı alaşımlar, hızlı katılaştırma çalışmalarının ayrılmaz bir parçası olmuştur [98-102].

1.5. Hızlı Katılaştırılmış Al Esaslı Alaşımlar Üzerine Dikkate Değer Çalışmalar

Şimdiye kadar hızlı katılaştırma çalışmalarının tarihsel gelişimi, alüminyum alaşımlarının teknolojiye kullanım alanları, hızlı katılaştırma çalışmalarının bilimsel literatüre kazandırdığı bazı yeni kavramlar ve tezimizin konusu olan Al-Ni-Nd-Si dördümlü alaşımın seçilme nedenleri üzerinde duruldu. Bu aşamadan sonra tez konumuzla da ilgili olarak, Al esaslı alaşımlar üzerine yapılmış dikkate değer hızlı katılaştırma çalışmaları hakkında bilgi verilecektir.

Gögebakan ve arkadaşları [103] ağırlıkça %6.5 oranında seçtikleri Ni ile ürettikleri Al esaslı alaşımda mikroyapının, ingot ve MS metoduyla hızlı katılaştırılmış alaşımda oldukça farklı olduğunu, üretilen hızlı katılaştırılmış şeritlerin boyutlarının ve kalınlıklarının diskin hızına bağlı olarak disk hızı arttıkça küçüldüğünü bulmuşlardır. Üretilen şeritlerin mikrosertlik değerlerini Vickers çentik testiyle analiz etmişler ve hızlı katılaştırılmış şeritlerin mikrosertlik

değerlerinin geleneksek döküm yöntemleriyle üretilmiş ingot alaşıma göre daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir.

Gonzales ve arkadaşları [104] Al-4 at.%Ni alaşımını melt-spinning yöntemiyle üretmiş, üretilen alaşımın mikroyapısının intermetalik Al_9Ni_2 fazından oluştuğunu ve bu fazın Al-matrisinin içerisine gömülmüş boyutları 100 nm civarında küresel parçacıklardan oluştuğunu bulmuşlardır.

McKay ve arkadaşları [105] $Al_{70}-Ni_{13}-Si_{17}$ alaşımını metalik cam tekniği kullanarak üretmişler mikroyapıda yer alan heterojen çekirdekleri karakterize etmişler, alaşım içerisinde sistematik bir biçimde hexagonal dentritik bir kafes sistemine rastlanırken α -Al çekirdeklerine rastlamamışlardır. Si parçacıkların yapıda yer alan dentritlerin arasında yer aldığını ve Si oranının azaldığı yüzeye yakın bölgelerde şaşırtıcı bir biçimde Al_3Ti tabakasının yer aldığını bulmuşlardır.

Sahoo ve arkadaşları [106] farklı oranlarda ürettikleri Al-Ni₆La_x (x=4-7) alaşımında La katkılama oranını 4 ile 7 arasında kullanmışlar ve alaşımın amorf, kısmi amorf ve kararlı kristal fazlara sahip olmasının tamamıyla katkılanan La' ya bağlı olduğunu bulmuşlardır. Yapılan alaşımda mikroyapıda kabuk şeklinde α -Al fazı gözlenmiştir. Kristalizasyon sürecini ise iki aşamalı olarak bulmuşlar bunlardan birincisi fcc-Al faz ile yarıkararlı bcc fazlarının alaşımda gözlenmesi olup düşük La (%4-5) katkısında fcc-Al faz gözlenirken La oranı %6 olduğunda fcc-Al ile yarıkararlı bcc fazı ve La oranının %7 olduğu alaşımda ise yarıkararlı bcc fazı gözlemişlerdir. İkinci kristalizasyon aşamasında ise alaşımda yer alan diğer fazlar gözlemlenmiş %4-6 oranında La katkılı olduğunda amorf matris içerisinde $Al_{11}La_3$ ile Al_3Ni fazları bulunurken La oranı %7 iken yarıkararlı bcc faz ve fcc-Al, $Al_{11}La_3$, Al_3Ni fazlarını bulmuşlardır. Sertliğin mikroyapıdaki değişime bağlı olduğunu ve katkılanan La miktarına bağlı olarak değiştiğini belirtmişlerdir.

Kim ve arkadaşları [107] ısıtılma maruz bıraktıkları hızlı katılaştırılmış Al-Ni-Y alaşımının mikroyapısını incelemişler ve yapının amorf bir matris içerisine gömülmüş nanokristal Al parçacıklarından veya intermetalik fazlardan oluştuğunu bulmuşlardır. Alaşımın mikrosertlik değerinin ısıtılma işlem sonucunda alaşımın kompozisyonuna ve mikroyapıya bağlı olarak ortalama 1000 Mpa ile 1500 Mpa arasında değerler aldığını ifade etmişlerdir. Isıl işleme bağlı

olarak yapıda oluşan bu mikrosertlik mekanizmasını açıklamak için amorf matrisin, Al parçacıklarının temsil edildiği ve atomların hacim kesirlerine bağlı olarak çizilen karmaşık bir model geliştirmişlerdir. Ayrıca alaşımdaki çözünürlüğün artışının Al parçacıklarının hacim kesirlerindeki küçülme ile paralel olduğunu ifade etmişler ve sonuçlarını literatürdeki benzer çalışmalarla karşılaştırmışlardır.

Kim ve arkadaşları [108] hızlı katılaştırma yöntemiyle ürettikleri $Al_{86}-Ni_9-Mm_5$ (Mm =havada hemen tutuşan ve nadir toprak metallerin karışımı) alaşımını tavlama yaparak incelemişler. Tavlama süresine bağlı olarak kristalizasyon sürecini ve alaşımın sertliğindeki değişimi incelemişler ısıtılma işlemine tabi olmayan alaşımın amorf yapıda ısıtılma işlemine tabi tuttukları alaşımlarına $\alpha-Al$, Al_3Ni , $Al_{11}La_3$ ve $Al_{11}Ce_3$ fazlarına sahip olduğunu bulmuşlardır. Mekanik özelliklerin ve ölçülen sertlik değerinin parçacıkların boyutuyla ve özellikle nano boyutlu $\alpha-Al$ çekirdeklerine bağlı olduğunu ifade etmişlerdir. Üretilen alaşımın maksimum sertlik değeri $250\text{ }^{\circ}C$ sıcaklıkta tavlanan alaşım için 376 Hv olarak ölçülmüş ve bu ölçülen değerin mikroyapıyı oluşturan parçacıkların boyutları ile atomların hacim kesirlerine bağlı olduğunu maksimum sertlik için ise bu değerin sırasıyla 70 nm ve $\%9.2$ olarak değiştiğini bulmuşlardır.

Chang ve arkadaşları [109] yine $Al-Ni-Mm$ ile yaptıkları çalışmada hızlı katılaştırma yöntemiyle ürettikleri $Al-Ni_{29}-Mm_x$ ($x=3,4,5$) alaşımının katılaştırma hızına ve artan Mm/Ni oranına bağlı olarak tamamen amorf olma eğiliminde olduğunu belirtmiş alaşımın kristalizasyon davranışının üç ekzotermik reaksiyona bağlı olarak geliştiğini tespit etmişlerdir. Amorf olarak tanımlanan alaşımın üç farklı sıcaklık değerinde sergiledikleri fazları da (1) 473 K ' de $amorf \rightarrow amorf + Al$, (2) 558 K ' de $amorf + Al \rightarrow Al + Al_3Ni$ ve (3) 580 K ' de $Al + Al_3Ni \rightarrow Al + Al_3Ni + Al_{11}(Ce, La)_3$ ifade etmişlerdir.

Gich ve arkadaşları [110] yapmış olduğu çalışmada farklı oranlarda hızlı katılaştırılmış $Al-Ni-Sm$ alaşımını X-ışınları ve DSC analiz yöntemlerini kullanarak incelemişlerdir. Çok farklı kompozisyonlarda ürettikleri $Al-Ni-Sm$ alaşımlarının sadece üç kompozisyonunda ($Al-Ni_4-Sm_8$, $Al-Ni_6-Sm_6$ ve $Al-Ni_4-Sm_8$) amorf yapıya rastlamışlar, diğer kompozisyonlarda ise ($Al-Ni_6-Sm_4$, $Al-Ni_2-Sm_6$ ve $Al-Ni_{10}-Sm_2$) kısmi amorf yapıya rastlamışlardır. Önermiş oldukları üç köşeli kafes sistemine göre Al ' a yakın olan köşede amorf özelliğin daha baskın bir karakter olduğunu ifade etmişlerdir. Alaşımın termal karakteristiği ise DSC analizinin ayrıntılı

olarak yorumlanmasıyla açıklanmış katılaşmanın tamamen gerçekleşmediği çekirdeklerin amorf yapının gelişimine katkıda bulunduğunu ifade etmişlerdir. Katılaşmanın tam olarak gerçekleştiği hücrelerde ise hızlı katılaştırmanın etkili bir mekanizma olduğunu ve bu bölümlerde ise kristallere daha çok rastlandığını bulmuşlardır.

Zhong ve arkadaşları [111] kısmi amorf olan hızlı katılaştırılmış Al-Ni-Y alaşımını farklı bir üretim tekniği geliştirerek üretmişler ve elde edilen kristallerin 5-12 nm boyutunda olduğunu ifade etmişlerdir. Sertliğin tamamen amorf veya kısmi amorf alaşım için çözünürlüğe bağlı olduğunu, çözünürlükteki artışın amorf fazı güçlendirdiğini ve yapının sertliğini artırıcı bir etkisinin olduğunu ifade etmişlerdir.

Basu ve arkadaşları [112] Al-La alaşımına erken ve son geçiş metalleri (Al-Ti₁₀-Ni₁₅, Al-Fe₅-Ni₅-La₃, Al-Fe₃-Ni₃-La₆, Al-Fe₄-Ni₄-La₁₀, Al-Ti₁₀-Ni₁₀-La₅) ilave ederek 10, 20, 30 ve 40 m/s katılaştırma hızlarında şerit halinde üretmişlerdir. Hızlı katılaştırılmış Al-Fe₅-Ni₅-La₃ alaşımında örgü parametresi 12.5 Å olan α -Al ve bir FCC faza rastlanırken Al-Fe₃-Ni₃-La₆ alaşımında yapının nano boyutta ifade edilen α -Al nanokristallerinden oluştuğunu tespit etmişlerdir. Al-Fe₄-Ni₄-La₁₀ alaşımında ise düşük katılaştırma hızlarında α -Al fazına rastlanırken daha yüksek katılaştırma hızlarında yapı tamamen amorf olarak karakterize edilmiştir. Amorf haldeki Al-Fe₄-Ni₄-La₁₀ alaşımında camsı geçiş sıcaklığı 625 K olarak ölçülmüş bu sıcaklıktan sonrada üç adet farklı sıcaklık piki tespit edilmiştir. Gözlenen bu üç farklı kristalizasyon pikinin de α -Al tanecikleri ile birlikte yer alan Al₃La ve LaNi fazlarına ait olduğunu bulmuşlardır. Kristalizasyon sürecinin aktivasyon enerjisi ise Kissinger ve Ozawa metodlarıyla hesaplanmıştır [50]. Al-Ti₁₀-Ni₁₀-La₅ hızlı katılaştırılmış alaşımın kısmi amorf yapıda olduğu ifade edilip Al-Ti₁₀-Ni₁₅ alaşımında ise kesinlikle amorf bir yapıya rastlanmamıştır. Ayrıca bu iki alaşım grubunda Al₃Ti fazı oluşturulamamıştır. Alaşımında farklı mikroyapıların gözlenmesinin sebebi ise La oranının değişmesi olarak yorumlanmış La' nın alaşımın camsı özelliğini geliştirerek farklı kristalizasyon süreçlerinin gözlenmesinin sebebi olduğu belirtilmiştir.

Jacovkis ve arkadaşları [113] Al-Ni₇-Cu₃-Nd₃ şeritlerini hızlı katılaştırma yöntemiyle üretmişler üretilen alaşımın mikroyapısında yer alan nano parçacıkların farklı sıcaklıklardaki davranışlarını ısıtma işlemi sonucunda belirlemeye çalışmışlardır. Hızlı katılaştırılmış alaşımın mikro yapısında amorf ve küçük kristal kümelerine rastlamışlar. Kristalizasyon sürecini ise

sıcaklığa bağlı olarak birincil ve ikincil kristalizasyon süreci şeklinde ifade etmişlerdir. Alaşımın mikroyapısının difüzyon limitine bağlı olarak fcc-Al hücreli bir embriyo şeklinde gelişip düzenli hale geçerek yapıda yer alan nanokristalizasyon sürecini başlatmış ve bu mekanizma özellikle kristalizasyon sürecinin ilk basamağında yer alan nanokristallerin oluşumuna sebep olmuştur. Yapılan hesaplamalarla dengedeki fcc-Al atomlarının yoğunluğu yaklaşık 10^{17} cm^{-3} olarak bulunmuştur. Nanokristaller tamamen yok olmamakla birlikte ikinci kristalizasyon sürecinde (583 K) intermetalik fazlar gözlemlenmişler ve bu çalışmada yeni bir metot kullanarak kalorimetre değerlerinden aktivasyon enerjisini 105 kJ/mol olarak hesaplamışlardır.

Guo ve arkadaşları [92] püskürtme yöntemi ve hızlı katılaştırma yöntemiyle $\text{Al}_{85}\text{-Nd}_5\text{-Ni}_{10}$ alaşımlarını üreterek incelemişlerdir. Püskürtme yöntemiyle ürettikleri $\text{Al}_{85}\text{-Nd}_5\text{-Ni}_{10}$ parçacıklarının nanokristallerden oluştuğunu ve nanokristal $\alpha\text{-Al}$ parçacıklarının içerisinde birincil Al_6NdNi_2 fazına ve ikincil Al_3Ni , Al_6NdNi_2 fazlarının yer aldığını ifade etmişlerdir. Püskürtme yöntemiyle üretilen alaşımın %63' ünün amorf faza %37' sinin ise nanokristal faza sahip olduğunu belirtip amorf matris içerisinde birincil olarak Al_6NdNi_2 kristal fazın ve ikincil olarak da Al_3Ni , Al_6NdNi_2 kristal fazlarının yer aldığını bildirmişlerdir. Diğer taraftan melt-spinning yöntemiyle üretilen hızlı katılaştırılmış alaşım şeritlerinin $\alpha\text{-Al}$, Al_3Ni , $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$ ve Al_6NdNi_2 ikincil kristallerden oluştuğunu ve bu kristallerin boyutlarının yaklaşık olarak 200-300 nm arasında olduğunu bulmuşlardır. Her iki yöntemde de Al_6NdNi_2 kristallerine rastlanması alaşım içerisinde yer alan amorf faz ile nanokristal fazların bu fazdan etkilendiğini göstermektedir.

Kim ve arkadaşları [114] kısmi amorf olarak ifade ettikleri Al-10Ni-5Y alaşımına Sr ekleyerek farklı özelliklere sahip yeni bir amorf alaşım üretmişler. Sadece %1 oranında Sr katkısının bile kısmi amorf olan alaşımın yapısını oldukça değiştirdiğini belirtmişlerdir. Sr bakımından zengin hücrelerin amorf matrisin içerisine gömülerek Sr'un alaşımın camsı özelliğini arttırdığını ifade etmişlerdir. %1 Sr katkılı Al-10Ni-5Y hızlı katılaştırılmış alaşımın ilk kristalizasyon sıcaklığının 213 °C ile 278 °C arasında olduğunu belirtmişlerdir. Sr katkısı olmadan ölçülen aktivasyon enerji değerlerinin Al-10Ni-5Y alaşımı için yaklaşık 190 ve 191 kJ/mol civarında olduğunu Sr katkılı Al-10Ni-5Y-1Sr alaşımının aktivasyon enerjisinin ise 232.1 ve 235.6 kJ/mol civarında olduğunu bulmuşlardır. Ayrıca Sr katkısının sadece

mikroyapıya etkide bulunmayıp alaşımların termal özelliklerine de etkisinin olduğunu ifade etmişlerdir.

Vasiliev ve arkadaşları [115] Al-Ni-Y-Co-Fe alaşımını hızlı katılaştırma yöntemini kullanarak üretilen özelliklerini diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve transmisyon elektron mikroskobu (TEM) ile incelemişlerdir. Alaşım DSC analizinde üç farklı kristalizasyon piki gözlemlenmiş ve bu piklere karşılık gelen fazlar TEM analizinde de tespit edilmiştir. Bu üç farklı fazın birincisinin dentritlerden oluşan fcc-Al fazına ait olduğunu ifade etmişlerdir. İkinci kristalizasyon fazının amorf matrisin içerisinde yer alan kararlı Al_4Y fazıyla birlikte $Al_9(Ni,Co,Fe)_2$ dentritlerine ait olduğunu tespit etmişlerdir. Kristalizasyon sürecinin son basamağının da içerisinde Y'unda yer aldığı $Al_{19}(Ni,Co,Fe)_6Y_4$ ve $Al_{19}(Ni,Co,Fe)_5Y_3$ fazlarına ait olduğunu ve bu üç basamağında Fe'e bağlı olarak oldukça yüksek aktivasyon enerjisine sahip olduğunu ifade etmişlerdir.

Audebert ve arkadaşları [116] farklı elementler katkılayarak ürettikleri hızlı katılaştırılmış Al-Fe-X ve Al-Ni-X alaşımlarının üzerinde çalışmışlar, alaşımların yapılarını XRD ve TEM analizlerini kullanarak anlamaya çalışmışlardır. Alaşımlarda nanokristal ve kristal fazlara rastlamışlar alaşımların yumuşaklık ve kırılma davranışlarının metalik amorf fazların kimyasal kompozisyonlarına bağlı olarak değiştiğini ifade etmişlerdir. Ayrıca alaşımların sıvı haldeki etkileşimlerinin camsı özellik ve amorf fazların kısa mesafe düzen parametreleri için son derece önemli olduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca Fe ve Nb içeren alaşımların mikrosertlik değerlerinin oldukça yüksek olduğunu tespit etmişlerdir.

Jun ve arkadaşları [117] $(Al_{85}Ni_7Y_8)_{100-x}Be_x$ ($x=0-6$) amorf alaşımına camsı özelliğine Be' un etkisini incelemişlerdir. Üretilen %2 Be katkılı alaşımda süper soğutulmuş sıvı bölgelere ait sıcaklık değerleri ($\Delta T_x = T_x - T_g$, sırasıyla kristalizasyon ve camsı geçiş sıcaklık değerleri), camsı geçiş sıcaklıkları ($T_g = T_g/T_L$ burada T_L sıvı sıcaklığı) ve ilk kristalizasyon değeri için gözlenen aktivasyon enerjisinin (E_a) çok az bir artış gösterdiğini ifade etmişlerdir. Yapılan analizler neticesinde alaşıma eklenen Be' un alaşımların camsı özelliğini artırıcı herhangi bir etkisinin bulunmadığı ifade edilmiştir.

Rizzi ve arkadaşları [118] $Al_{87}Ni_7MM_6$ alaşımına çok az oranlarda Fe (1 gr), Zr (0.5 gr) ve Cu (0.5 gr) katarak $Al_{85}Ni_7MM_6Fe_1Zr_{0.5}Cu_{0.5}$ alaşımını hızlı katılaştırma yöntemiyle

üretmişlerdir. Üretilen $\text{Al}_{87}\text{Ni}_7\text{MM}_6$ alaşımasının bünyesinde yer alan nadir toprak metallerinin alaşımanın camsı özelliğini geliştirecek yönde herhangi bir katkıda bulunmadığını fakat alaşıma eklenen Fe, Zr ve Cu' ın alaşımanın kristalizasyon sıcaklığını arttırarak alaşımda yer alan intermetalik fazların daha da kararlı bir biçimde ortaya çıkmasına neden olduğunu bulmuşlardır. Alaşımanın mikrosertlik değerininse nadir toprak metallerinin katkısıyla daha da arttığını ifade etmişlerdir.

Luzgin ve arkadaşları [90] hızlı katılaştırma yöntemiyle üretmiş oldukları $\text{Al}_{85}\text{Y}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$, $\text{Al}_{85}\text{Gd}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$, $\text{Al}_{85}\text{Nd}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ ve $\text{Al}_{85}\text{Mm}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ alaşımlarının kristalizasyon sürecinin deformasyonunu incelemişlerdir. Üretilen alaşımların $\text{Al}_{85}\text{Y}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ ile $\text{Al}_{85}\text{Gd}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ alaşımlarını camsı alaşım diğer iki alaşımı da $\text{Al}_{85}\text{Nd}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ ve $\text{Al}_{85}\text{Mm}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ amorf ve kısmi amorf olarak nitelendirmişlerdir. Ayrıca üretilen alaşımları ısıtma işlemine maruz bırakmışlar ve bunun sonucunda $\text{Al}_{85}\text{Nd}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ ve $\text{Al}_{85}\text{Mm}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ alaşım sisteminde intermetalik fazlara rastlamayıp sadece nano boyutta α -Al parçacıklarına rastlamışlar diğer $\text{Al}_{85}\text{Y}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ ile $\text{Al}_{85}\text{Gd}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ alaşımlarında ise tamamen düzensiz yapılara rastlamışlardır. Alaşımda intermetalik fazların görülmemesi sebebinin hızlı katılaştırma etkisiyle alaşımda FCC yapıya sahip olan α -Al fazın baskın olması şeklinde açıklamışlardır. Isıtma işleminin yükselen sıcaklık etkisini atomlar arasındaki bağları koparan ve deformasyona sebep olan bir etki olarak ifade edip $\text{Al}_{85}\text{Y}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ alaşımına göre $\text{Al}_{85}\text{Nd}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ alaşımında kristal deformasyonunun daha fazla olduğunu tespit etmişlerdir.

Yang ve arkadaşları [119] geçiş metalleri (TM= Ni, Co, Fe ve Cu) ve nadir toprak metallerinin (RE=La, Ce, Pr ve Nd) Al-TM-RE olarak ifade edilen sistem üzerindeki etkilerini incelemişler ve sonuçta, amorf özelliği en iyi $\text{AlNi}_{10}\text{Ce}_5$, $\text{Al}_{89}\text{Co}_6\text{Ce}_5$, $\text{Al}_{90}\text{Fe}_5\text{Ce}_5$ ve $\text{Al}_{84}\text{Cu}_9\text{Ce}_7$ alaşımlarının taşıdığını rapor etmişlerdir. Al-TM-Ce sistem için mikroyapıdaki kritik boyutlar yaklaşık 90 μm ile 20 μm ölçülmüş ve boyutların büyüklükleri $\text{Ni} > \text{Co} > \text{Fe} > \text{Cu}$ şeklinde gözlenmiştir. Ayrıca RE elementlerinin amorf özelliğe katkısının TM elementleri civarında olduğu bulunmuş ve benzer termodinamik karakterler taşıdıkları karakterize edilmiştir.

Kim [120] tarafından yapılan bir başka çalışmada hızlı katılaştırılmış Al-Ni-Sr alaşımasının çözünürlüğe bağlı olarak amorf özelliği araştırılmış amorf özelliğin Ni ve Sr oranına bağlı olarak değiştiğini Ni oranının artmasıyla yapının amorf özellikten uzaklaşıp intermetalik

fazların gözlemlendiğini belirtmişlerdir. Ni oranının %5 olduğu $\text{Al}_{92}\text{Sr}_3\text{Ni}_5$ alaşımının amorf yapıya sahip olup mikroyapıdaki taneciklerin boyutunun yaklaşık 2 ila 5 nm arasında değiştiğini belirtişlerdir.

Song ve arkadaşları [121] yapmış oldukları çalışmada $\text{Al}_{89}\text{-Ni}_8\text{-Si}_3$ alaşımına Ce ve Mn katkısının mikroyapıya etkisini araştırmış özellikle $\text{Al}_{89-x}\text{Ni}_8\text{Ce}_x\text{Si}_3$ ve $\text{Al}_{89-x}\text{Ni}_8\text{Mn}_x\text{Si}_3$ alaşımının katılaştırma hızına bağlı olarak çözünürlüklerinin arttığını ifade etmişlerdir. $\text{Al}_{89}\text{-Ni}_8\text{-Si}_3$ başlangıç alaşımının tamamen kristal yapıya sahip olduğunu Ce ve Mn katkısının % 3 civarında olduğu durumlarda yapının kısmi amorf olduğunu, katkının % 6 civarında olduğu durumlarda ise yapının tamamen amorf olduğunu bulmuşlardır. Ayrıca Mn katkısının Ce katkısına göre alaşımın amorf özelliğini geliştirdiğini ifade etmişlerdir.

Al-Ni üzerine yapılan hızlı katılaştırma deneyleri incelendiğinde üretilen alaşımın şerit geometrisinin katılaştırma hızına, mikroyapısının ise disk hızına bağlı olarak değiştiği görülür [103]. Al-Ni alaşımına RE katkısı en fazla % 10 civarında yapılmaktadır [90, 106-112, 115-117]. Yapılan çalışmalar incelendiğinde RE katkısı % 1-5 oranlarında iken yapının kristal veya kısmi amorf özellik taşıdığı [90, 116, 121], katkı oranının % 5-7 olduğu durumlarda ise kısmi amorf veya amorf özelliğin daha baskın olduğu [91, 92, 106, 108, 110, 111, 114, 119, 121] ve katkı oranının % 7-10 olduğu durumlarda ise yapının tamamen amorf özellik taşıdığı görülür [112, 115-118, 120, 121]. Diğer taraftan Al-Ni- RE ile yapılan çalışmalarda mikrosertlik değerlerinin oldukça yüksek olduğu ifade edilmektedir [103, 107], bunun sebebinin de mikroyapılarda görülen amorf ve kısmi amorf fazlar olduğu belirtilmektedir [116]. Ayrıca yapılan RE katkısının alaşımlarda amorfliği arttırmaktan çok mikrosertliği iyileştirdiği de belirtilmektedir [118]. Al-Ni- RE alaşımları, özellikle intermetalik ikincil fazlara sahip olmaları bakımından büyük önem taşımaktadırlar [77-81]. Daha öncede belirtildiği gibi intermetalik faz alaşımların mekanik özelliğini geliştirmekte ve sertlik değerlerini de arttırmaktadır, özellikle Al-Ni alaşımları intermetalik fazlara sahip olmaları bakımından alaşım üretimi ve geliştirilmesi çalışmalarında büyük önem taşımaktadır [106-108, 118].

Silisyum, şekilli döküm sanayinin temelini oluşturan Al alaşım teknolojisinde en çok kullanılan alaşımlama elementidir. Alaşımlama elementi olarak kullanılan Si özellikle döküm sanayindeki başarılı uygulamaları, diğer alaşımlama elementleriyle çok çeşitli alaşım sistemlerinde üstün mekanik ve fiziksel özellikler göstermesi bakımından tercih edilmektedir

[122]. Al-Si alařımları Si miktarına baėlı olarak üç grupta toplanabilir. Aėrılıkça % 4-11 Si ieren tektikaltı alařımlar, aėrılıkça % 11-13 Si ieren tektik alařımlar ve aėrılıkça % 13-26 Si ieren tektikst alařımlar. Al-Si tektik ve tektikaltı alařımlar (% 4-12) yksek mekanik zellikleri ve kolay dklebilirliėi ile otomotiv endstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır [123]. Fakat Al-Si alařımlarının mekanik zellikleri katı haldeki Si fazın boyutları ve řekline baėlıdır [100].

tektikaltı Al-Si alařımlarının dkmlerinde gzlenen mikroyapı, tektik sıcaklıėına inilene kadar oluřan dentritik bymř α -Al fazı ile tektik sıcaklıėında oluřan tektik fazlarından meydana gelir. tektik bileřimdeki Al-Si alařımlarında, sadece tektik faz gzlenirken, tektikst Al-Si alařımlarında, birincil β -Si fazı ile tektik faz birlikte gzlenir. Birincil Si reaksiyonu ile oluřan β fazı dentritik tarzda bymez. nk β fazı alminyumun hibir sıcaklıkta silisyum iinde znrlk gstermemesi dolayısıyla bir katı eriyik deėildir. Buna karřılık tektikaltı alařımlarında oluřan α fazı, silisyumun alminyum iinde znmesi dolayısıyla bir katı eriyik olup dentritik tarzda byme gsterir [123, 124]. Yavař katılařan Al-Si alařımında tektik faz, Al matrisi iindeki plaka, yıldıř ya da ubuk řeklindeki silisyumlardan oluřan kaba bir mikroyapıya sahiptir. Si fazının kırılğan (gevrek) doėası nedeniyle de dřk sneklik gsterirler [125]. Dolayısıyla Al-Si alařımlarının ticari alanda kullanılabilmeleri tektik ve tektikst alařımlarda, kaba birincil Si fazının modifikasyonuna baėlıdır.

Al-Si alařımlarının modifikasyonu, ya kimyasal modifiye edici elementler ilavesi ya da hızlı katılařtırma teknikleri ile saėlanır. Kimyasal modifiye edici elementler arasında, Na, K, Rb, Cs, Ca, Sr, Ba, Sb ve La'nın % 0,1 ile % 0,5 arasında deėiřen oranlarda katılması ile kaba tektik Al-Si fazının modifiye edildiėi bilinmektedir. tektikst alařımlarda ise birincil Si fazının modifikasyonu, % 0,005 ile % 0,03 arasında deėiřen P ilavesi ile saėlanabilmektedir [123-126]. Hızlı katılařtırma tekniklerinde ise, tektikst alařımlarda zellikle birincil Si ekirdeklenmesinin bastırılmasının yanı sıra tane boyutu da klmektedir. Ayrıca, silisyumun Al iindeki znrlėnn artırılması sonucunda tektik morfolojiden dentritik morfolojiye geilerek kimyasal modifikasyona gre ok daha iyi sonulara ulařılmaktadır [25, 33, 98].

Öveçoğlu ve arkadaşları [127] Al-8Si-5.1Cu ile yaptıkları çalışmada hızlı katılaştırma için soğuma oranını 10^6 K/s ve 10^7 K/s civarında bulmuşlardır. XRD sonuçlarına göre hızlı katılaştırılmış alaşımda herhangi bir intermetalik faza rastlanmamış ve sadece ötektikaltı α -Al fazını gözlemişlerdir. Hızlı katılaştırmanın etkisiyle Si'un Al içerisinde çözündüğünü % 3.83 hesaplamışlardır. Dentritik kollardan yararlanarak ortalama soğuma oranını 1.14×10^7 K/s ölçmüşlerdir. Ayrıca alaşımın mikrosertlik değerini 201 kgf/mm^2 olarak hesaplamışlardır.

Ünlü ve arkadaşları [98] ötektikaltı Al-7.6Si-3.3Fe alaşımını 10^6 ve 10^7 K/s soğuma oranıyla üretmiş ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. DSC analizinde iki adet endotermik pikle karşılaşmışlar bu piklerden çok büyük olan birinci pikin üçlü ötektığe küçük olan diğer ikinci pikin eriyen birincil α -Al faza ait olduğunu ifade etmişlerdir. Ayrıca XRD analizinde sadece α -Al fazına rastlamışlardır ve Si' un çözünürlüğünü %1.75 olarak hesaplamışlardır. 390°C ' de ısıtılma işlemine tabi tuttıkları hızlı katılaştırılmış şeritte α -Al ve çok zayıf Si fazına rastlamışlardır, tavlama sıcaklığının 560 , 600 ve 632°C olduğu alaşımlarda ise bu fazlara ilaveten intermetalik fazlara da rastlamışlardır. TEM analizinde küresel mikroyapıya rastlamışlar ısıtılma işlemine maruz kalmayan alaşımın yaklaşık $50\text{-}80 \text{ nm}$ boyutunda olduğunu, daha yüksek sıcaklıklarda ise yaklaşık tanecik boyutunun $200\text{-}550 \text{ nm}$ civarında olduğunu bulmuşlardır. Ayrıca alaşımın mikrosertlik değerini 146 kgf/mm^2 olarak hesaplamışlar ve 310°C ' den sonra sertliğin azaldığını ifade etmişlerdir.

Uzun ve arkadaşları [128], eriyik eğirme yöntemiyle farklı disk devir hızlarında ürettikleri Al-12Si-0,5Sb alaşımlarında mikrosertlik analizleri yapmışlardır. Ölçülen sertlik değerlerinin yüke bağlı olarak değiştiğini ve $0,49 \text{ N}$ kritik değerinden sonra aniden düştüğünü gözlemlemişlerdir. Düşük yüklerde ölçülen yüksek sertlik değerlerinin, Şeritlerin disk yüzeylerindeki özelliiksiz (featureless) bölgeden kaynaklandığını bildirmişlerdir.

Yine Uzun ve arkadaşları [99], farklı Si konsantrasyonlarına sahip Al-Si alaşımlarını eriyik eğirme tekniğiyle üreterek, soğuma koşullarının mikroyapı ve mekanik özellikler üzerine etkilerini incelemişlerdir. Bütün şeritlerin tamamıyla homojen dağılmış α -Al ve ötektik Si fazlarından oluştuğu ve söz konusu şeritlerde birincil Si fazlarına rastlanmadığı gözlenmiştir. XRD analizleri, hızlı katılaştırmayla birlikte Si'un, α -Al matrisi içerisindeki çözünürlüğünün arttığını göstermiştir. Şeritlerin Vickers sertlik değerlerinin, geleneksel döküm alaşımlara göre yaklaşık olarak üç kat daha fazla olması ise şeritlerde aşırı doymuşluğa bağlı olarak katı

çözünürlük sertleşmesinin artmasıyla açıklanmıştır. Ayrıca farklı yükler uygulanarak ölçülen sertlik değerlerinin yüke bağlı olarak azaldığı (çentik boyutu etkisi) gözlenmiştir. Şeritlerin yükten bağımsız sertlik (gerçek sertlik) değerleri Hays-Kendall yaklaşımı kullanılarak Al-8Si için 694 MN m^{-2} , Al-12Si için 982.8 MN m^{-2} ve Al-16Si için 1186.8 MN m^{-2} olarak hesaplanmıştır.

Latuch ve arkadaşları [129], $\text{Al}_{91-x}\text{Si}_x\text{Ni}_7\text{Mm}_2$ ($x= 10, 11, 6, 13$) sisteminden nanokristal yapılı malzemeler üretmeyi amaçlamışlardır. Bunun için master olarak hazırlanan alaşımları önce eriyik eğirme daha sonra mekanik alaşımlama yöntemleriyle üretmişlerdir. XRD analizleri, alaşımlardaki Al fazının örgü parametresinin saf Al'unkine göre büyük olduğunu, dolayısıyla alaşımların aşırı doymuş katı çözelti yapısına sahip olduğunu göstermiştir. DSC ölçümlerinde gözlenen üst üste binmiş iki ekzotermik pik intermetalik bileşiklerin çökmesi olarak yorumlanmıştır. Alaşımların mikroyapılarında, boyutları 10-30 nm arasında değişen rastgele dağılmış Al nano parçacıklar gözlenmiştir. Ayrıca mikrosertlik ölçümlerinden elde edilen yaklaşık 320 HV'lik değer in ise literatürdeki benzer sistemlerde ölçülen değerler ile uyum içinde olduğunu rapor etmişlerdir.

El Sebaie ve arkadaşları [130] Sr ilave edilen Al-Si alaşımını Mm ilavesiyle modifiye etmişler sertliğe soğuma oranının ve ısıtılma işlemin etkisini incelemişlerdir. Sr ile modifiye edilmemiş alaşıma eklenen Mm ile mikrosertlik değerinin % 3-5 civarında arttığını Sr ile modifiye edilmiş alaşımın Mm ilavesiyle mikrosertlik değerinin % 2-4 civarında arttığını belirlemişlerdir. Ayrıca Mm ilavesiyle intermetalik fazların daha belirgin bir hal alarak alaşıma hakim fazlar olduğunu ifade etmişlerdir. Modifiye edilmemiş A319.1 alaşımında maksimum sertlik değeri % 2 Mm ilavesinde ölçülmüş, modifiye edilmiş alaşımda ise en yüksek sertlik değeri % 6 Mm ilavesinde ölçülmüştür.

Srivasta ve arkadaşları [131] Al-18Si-5Fe-1.5Cu alaşımını hızlı katılaştırma yöntemiyle üretmiş ve alaşımın mikroyapısını incelemişlerdir. Alaşım içerisinde Si, $\beta\text{-Al}_5\text{SiFe}$ ve $\delta\text{-Al}_4\text{Si}_2\text{Fe}$ fazlarına rastlamışlardır. Hızlı katılaştırılmış alaşımın parçacık boyutu 3 ila 10 μm arasında değişirken, ingot alaşımın parçacık boyutu 90-150 μm arasında ölçmüştür. Ayrıca intermetalik fazların şeklini ingot alaşım için kaba dikdörtgen şeklinde, hızlı katılaştırılmış alaşım için çubuk şeklinde gözlemlemişlerdir. Ayrıca bu fazları EDS analizinde de gözlemleyerek mikroyapıyı açıklamışlardır.

Dehghani ve arkadaşları [132] ingot ve nanoyapılı Al6061 şeridini hızlı katılaştırma ile 10^7 K/s soğutma hızıyla üretilen fiziksel ve mekanik özelliklerini incelemişler hızlı katılaştırılmış şeridin özelliklerinin ingot tarzda üretilen alaşıma göre çok daha üstün özellikler taşıdığını ifade etmişlerdir. Bu üstün özellikler arasında en önemlisinin hızlı katılaştırılmış şeridin mikroyapısındaki mükemmel homojenlik olarak belirtmişlerdir. İngot alaşımda soğuma oranı 10 K/s iken kaba dentritik yapı gözlenirken, hızlı katılaştırılmış şeritte 10^7 K/s soğutma oranında homojenliğe ilave olarak nano boyutta dentritik yapılar gözlemlenmiştir. Mikroyapı parametrelerini kullanarak hızlı katılaştırılmış alaşımın homojenizasyon süresinin ingot alaşıma göre 400 kat daha az olduğunu hesaplayarak endüstriyel ürün olarak hızlı katılaştırılmış alaşımın ürün maliyetinin ingot alaşıma göre daha düşük olacağını ifade etmişlerdir. Ayrıca hızlı katılaştırılmış alaşımın mikrosertlik değerlerinin ise geleneksel döküm alaşımına göre yaklaşık iki kat fazla olduğunu bulmuşlardır.

Rajabi ve arkadaşları [133] gaz atomizasyonu yöntemiyle ürettikleri hızlı katılaştırılmış Al-20Si-5Fe-2X (X = Cu, Ni, Cr) alaşımında ikincil intermetalik fazların parçacık boyutu ve alaşımlama elementine bağlı olarak değişimini incelemişlerdir. Mikroyapıda bulunan Si taneciklerinin boyutunun ortalama 0.5-2.7 μm civarında olduğunu bulmuşlardır. Alaşıma katılan Fe'in alaşımda intermetalik fazlara ilave olarak δ fazının gözlenmesine neden olduğunu belirtmişlerdir. Alaşıma katılan Ni ve Cu'nun da morfolojide ve intermetalik fazlarda herhangi bir değişiklik meydana getirmediğini buna karşın Cr ilavesinin kısmi olarak δ fazının içerisinde çözünüp alaşım morfolojisini değiştirdiğini ve parçacıkların boyutunun azaldığını ifade etmişlerdir. Ayrıca alaşıma eklenen dördüncü elementlerin mikrosertliği artırdığı ve diğer modifiye edici elementlere göre Ni' in alaşım sertliğini çok daha fazla artırdığını tespit etmişlerdir.

Birol [134] Al-12Si alaşımını hızlı katılaştırma yöntemiyle 10^6 K/s soğuma hızında üretmiş ve belli miktarda Si' un alaşım içerisinde çözünerek mikroyapının homojen hücresel bir yapı olduğunu tespit etmiştir. Hızlı katılaştırılmış alaşımları ısıtma tabii tutmuş 523 K sıcaklığına kadar aşırı doymuş Si'un tanecik büyümesini gözlemleyerek alaşımın ısıtma kararlılığını incelemiştir. Hızlı katılaştırılmış alaşımın mikrosertliğinin 523 K sıcaklığına kadar ingot alaşımın iki katı olduğunu bu sıcaklığın üzerindeki değerlerde ise mikrosertliğin azaldığını ifade etmiştir. Optik mikroskop gözlemlerinden, 350 K'e kadar yapılan ısıtma işlemin herhangi

bir yapısal değişikliğe sebep olmadığını belirtip, TEM analizlerinden Si tanelerinin ortalama boyutlarının ısıtılma işlem sıcaklığıyla birlikte arttığını bulmuştur. X-ışınları kırınım desenleri, Si' un çökmesinin 350 K'e kadar gerçekleşmediğini göstermiş ve bu durum DSC analizleriyle de doğrulanmıştır.

Al esaslı hızlı katılaştırılmış alaşımların karakterizasyonu çalışmaları genellikle morfolojik mikroyapı (SEM ve OM incelemeleri), kristal yapı, mekanik ve diğer fiziksel özelliklerin karşılaştırmalı olarak incelenmesi ile sınırlıdır [75-80, 82-94, 97-132]. Ancak esas itibariyle bir malzemenin mekanik özellikleri daha çok sertlik analiziyle belirlenebilir. Ayrıca morfolojik mikroyapı ile birlikte malzemenin mekanik özellikleri uyum içerisinde. Daha önce özetleri verilen çalışmalar arasında bu ilişkinin kurulduğu çalışmalar [75, 85, 97, 101, 133], büyük önem arz etmekte ve teknolojik yeniliklere öncülük etmektedir. Al esaslı alaşımların hızlı katılaştırılması çalışmalarının sağladığı en büyük avantaj katı çözünürlüğün çok yüksek oranda artırılması neticesinde yüksek oranda alaşımlama elementi içeren alaşımlar üretilmesine imkân vermesidir [127-128].

Geleneksel yöntemlerle üretilen aynı bileşimli ingot karışıtlarına göre çok farklı özelliklere sahip olan hızlı katılaştırılmış alaşımlar, tamamıyla ısının eriyikten çok hızlı alınmasının bir sonucudur. Dolayısıyla katılaştırma hızına bağlı olarak özellikler de değişecektir. Böyle olmasına rağmen, daha önce kısa özetleri verilen çalışmalarda, katılaştırma hızına bağlı olarak özelliklerin nasıl değişeceği ayrıntılı olarak incelenmemiştir. Sonuç olarak, teknolojik açıdan çok büyük öneme sahip Al esaslı alaşımlar üzerine birçok çalışma yapılmış olmasına rağmen, bu çalışmalar daha çok belli bir hızda katılaştırılmış alaşımların OM ve SEM ile yapılan morfolojik mikroyapı analizleri ile XRD, DSC ve sertlik incelemeleri gibi fiziksel özelliklerin sadece birkaçının birlikte incelendiği çalışmalardır. Malzemelerin tam bir mikroyapı analizi, yüzeye ait morfolojik incelemelerin yanında, teknolojik kullanım alanlarının tahmin edilebilmesi için sertlik ve elektriksel iletkenliklerinin farklı katılaştırma hızlarında üretilen malzemelerin incelenmesiyle mümkündür.

Tezdeki amacımız, değişik soğutma oranlarında hızlı katılaştırılmış amorf ya da hiç olmazsa kısmi amorf Al-Ni-Nd-Si alaşımlarının üretimi ve üretilen alaşımların OM ve SEM ile yapılan morfolojik mikroyapı analizlerinin yanında XRD, DSC, DTA, sertlik ve elektriksel direnç ölçüm sonuçları ile karşılaştırmalı olarak incelenmesidir. Yukarıda belirtilen özelliklerinden

dolayı Al, Ni, Nd ve Si elementleri seçilmiş olup Al esaslı ikili, üçlü ve dörtlü alaşımlar üzerine yukarıda belirtildiği gibi MS metodu kullanılarak çok fazla sayıda çalışma yapılmıştır. Ancak en iyi bilgilerimiz dâhilinde, Al esaslı ağırlıkça (ağ.) Al-%8Ni-%5Nd-%X Si (X=4, 8, 12) üzerine MS metoduyla çalışma yapılmamıştır. Biz bu tez çalışmamızda MS metodunu kullanarak Al esaslı dörtlü alaşım şeritlerini 10, 20, 25, 30 ve 35 m/s katılaştırma hızlarında elde edip, daha sonra bu elde ettiğimiz şeritlerin fiziksel ve mekaniksel özelliklerini inceleyeceğiz. Bu incelemeler kapsamında üretilen ingot alaşımın ve hızlı katılaştırılmış şeritlerin kristal yapısını, hızlı katılaştırılmış şeritlerin amorf olup olmadığını, ingot alaşımın ve hızlı katılaştırılmış şeritlerin sertliğini ve elektrik iletkenliğini araştıracağız. . Bu inceleme işlemlerini; XRD, sertlik testi, OM, SEM, enerji dağılımı spektroskopu (EDS), elektrik iletkenliği dört nokta probu yöntemi, faz kararlılıkları DSC ve eşzamanlı termogravimetrik analiz (DTA), kullanarak gerçekleştireceğiz.

Tezin bu giriş bölümünden sonra, ikinci bölümde konu hakkında bilinmesi gereken ve çalışmaların dayandığı temelleri içeren genel bilgiler verildi. Üçüncü bölümde ise normal katılaştırılma ve hızlı katılaştırmada kullanılan deney sistemleri tanıtılıp deneylerin her iki sistemde nasıl yapıldığı ayrıntılı olarak açıklandı, ayrıca test ve analiz sistemleri hakkında kapsamlı olarak bilgiler verildi. Dördüncü bölümde ise deneysel çalışmalar neticesinde elde edilen test ve analiz sonuçları verilerek, literatürle karşılaştırmalar yapıldı. Beşinci bölümde de test ve analiz sonuçları özetlenerek tartışıldı ve gelecekte yapılacak deneylerle ilgili çeşitli öneriler verildi.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. Giriş

Atomları ve molekülleri bir arada tutan aralarındaki bağ kuvvetleridir. Bağ kuvvetleri cismin mukavemetinin esasını oluşturur, elektriksel ve ısı özellikleri belirler. Atomların katı madde içindeki düzenlenişi farklı olabilmektedir hatta aynı maddenin değişik durumlarında düzenlenişi farklı olabilmektedir. Eğer katı malzemelerdeki kusurlar ihmal edilirse, düzensiz durum, kısa mesafe düzeni ve uzun mesafe düzeni olmak üzere, atomlar üç farklı düzenlenme gösterirler [135-139].

Gazlarda olduğu gibi atomların hiçbir düzene sahip olmadan, uzayı tamamıyla rastgele bir şekilde doldurması, düzensiz duruma bir örnektir. Ayrıca amorf malzemelerdeki atomlar da rastgele bir dizilişe sahiptir. Eğer sadece en yakın komşu atomlar arasında özel bir düzenlenme varsa, bu durum kısa mesafe düzenine tekabül eder. Örneğin su buharındaki her bir su molekülü, hidrojen ve oksijen atomları arasındaki kovalent bağlardan dolayı, bir kısa mesafe düzenine sahiptir. Ancak bu su molekülleri aralarında herhangi bir özel düzenlenmeye sahip olmadan uzayı tümüyle rastgele bir şekilde doldururlar ve bu da düzensiz duruma örnektir. Uzun mesafe düzeni ise bir katı içerisinde çok uzak mesafeler boyunca, tekrarlanabilen bir tarzda atomların düzenlenmesidir. Metaller, yarı iletkenler, birçok seramikler ve hatta bazı polimerler, tüm malzeme boyunca üç boyutta özel bir atomik düzenlenmenin hakim olduğu, bir uzun mesafe düzeni gösterirler ve kristal yapı malzemeler olarak adlandırılırlar [140-143].

2.2. Katılaştırma

Katılaştırma, sıvıdan katıya bir faz dönüşümü olayıdır. Katılaştırma olayında katılaştırılan malzemenin bileşimi, sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızı kontrol edilebilmektedir. Katılaştırmanın bu temel parametreleri arasında çeşitli düzenlemeler yapılarak malzemelerin sınır şartları değiştirilebilmektedir [144-147]. Metal döküm yöntemlerinin hemen hemen tümünde, eriyikten katılaştırma esas basamaktır. Daha kullanışlı formlara getirilmek üzere üretilen sürekli tel veya ingotlar, ayrıca direkt olarak da kullanılabilecek şekillendirilmiş

dökümlerin imali, bu yöntemlerin başlıcaları sayılabilir. Bütün bu yöntemlerde katılaştırma, eriyiğin denge sıcaklığının hemen altında başlar ve sistemdeki erime gizli ısı çevresi vasıtasıyla kaybedilerek, alaşımın en düşük serbest enerjili durumu olan kristal haline geçene kadar devam eder [148-150]. Katılaşma sırasında atomik düzenlenme, kısa mesafe düzeninden uzun mesafe düzenine, yani kristal yapıya dönüşür. Katılaştırma, çekirdeklenme ve büyüme gibi iki basamak gerektirir. Sıvı durumundan katılaşmaya bırakılan metaller veya alaşımlarda, eriyiği oluşturan bileşenlere ve bileşenlerin oranlarına göre değişen donma sıcaklığının altına inildiğinde ilk katı çekirdekleri oluşmaya başlar. Büyüme ise bu katı çekirdeklerin etrafında belli bir düzene göre atomların yerleşmesi ile oluşur. Büyümenin doğası, katılaştırma sırasında ısının sıvı-katı sisteminden nasıl salındığına bağlıdır. Bunlar, eriyiğin donma sıcaklığına soğutulurken salınan özgül ısı ve düzensiz sıvı yapıdan daha kararlı kristal yapıya dönüşürken yayılan enerjiyi temsil eden erime gizli ısıdır. Oluşan katı çekirdeğin büyümesi ve dolayısıyla sonuç mikroyapı, soğuma oranı veya ısının çevresi vasıtasıyla alınması oranına bağlıdır [151-154].

Metaller özellikle saf olanları, katı halde daha çok kristal yapıda bulunduklarından kristalleşme hiç de güç ve zaman alıcı değildir. Sıvıda dağınık olarak bulunan atomlar, sıcaklığın düşmesi ile en düşük enerji seviyesine denk gelen konfigürasyonlardaki yerlerini süratle alırlar. Bu olayı etkileyen faktörlerin başında sıcaklık gelir. Sıcaklık erime noktasının altına düştükçe yani aşırı soğuma arttıkça, kristal kafesi örecektir çekirdeklerin oluşumu hızlanır [141-143]. Sıcaklık düştükçe, aşırı soğumuş sıvının viskozitesi arttığından, atom hareketleri önemli ölçüde kısıtlanır. Özellikle hızlı katılaştırma teknikleriyle üretilen metal veya metal alaşımları normal katılaştırma sıcaklıklarında katılaşmaksızın, alaşımın dengeli durum faz diyagramındaki katılaşma sıcaklıklarının genellikle altındaki sıcaklıklarda (yüksek aşırı soğuma) katılaşabilmektedir [143,144]. Katılaştırma olayını iki başlık altında inceleyebiliriz.

2.2.1. Normal Katılaştırma

Gerçek kristaller, düşük sıcaklıktaki katıların en düşük serbest enerji durumundaki halidir. O halde alaşımlar da kristal yapıya sahipken, en düşük serbest enerji halindedirler. Alaşımların eritilerek normal katılaştırılması işleminde, eritilen alaşım bir pota içerisinde katılaşmaya bırakılır. Alaşımlarda katılaştırmanın tamamlanabilmesi için malzemenin büyüklüğüne bağlı olarak bir kaç dakikadan bir iki güne kadar süre gereklidir. Alaşım eritilirken, alaşıma

verilmiş olan ısı, pota vasıtasıyla kaybedilecek ve alaşım kristal hale geçecektir. Diğer bir deyişle alaşımın atomları en düşük enerji seviyelerine geçecektir. Normal katılaştırmada alaşımlar belli bir T_e (erime sıcaklığı) yerine daha düşük bir sıcaklık aralığında katılaşacaktır. Katılaştırma sırasında sıvı-katı ara yüzey direnci ve yüksek sıcaklığın bulunmaması durumunda katı kabuk meydana gelir [140-143].

Normal katılaştırma ile hızlı katılaştırma terimleri arasındaki temel fark, eriyikten ısının alınma hızı veya soğuma hızları arasındaki farklılıktan kaynaklanmaktadır. Kuma veya bir kalıba döküm gibi geleneksel katılaştırma yöntemlerinde, eriyiğin kendi haline bırakılarak katılaşması beklenir. Bu tür yöntemlerde, soğuma hızı 10 K/s civarlarındadır. Geleneksel yöntemler ile katılaşmanın tamamlanması, alaşımın bileşimine ve malzemenin büyüklüğüne bağlı olarak birkaç dakikadan bir iki güne kadar devam edebilir [155].

2.2.1.1. Kuma Döküm

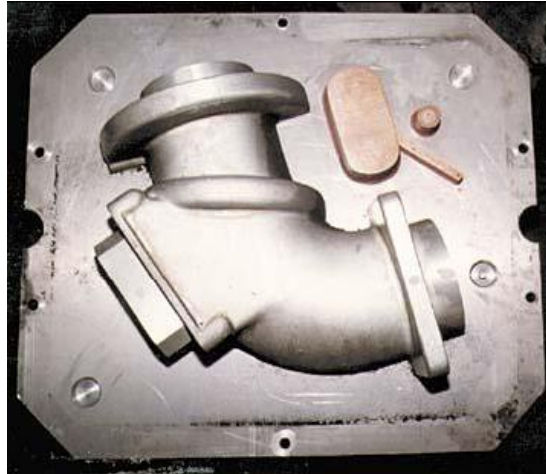
En basit ve popüler döküm tekniği olup yüzyıllardır kullanılmaktadır (Şekil 2.1). Ayrıca, alüminyum alaşımlarının döküm yöntemleri içinde de en yaygın olarak kullanılanıdır. Kum kalıba döküm genellikle az sayıdaki döküm parçalarının, karmaşık maçaları olan parçaların, büyük boyuttaki parçaların ve yapı elemanlarının dökümünde kullanılır [46]. Bu teknikle üretilen ürünlerin kalitesi metal-kalıp arasında meydana gelebilecek reaksiyonları önlemeye bağlıdır. Bunun için kum karışımına olası kimyasal reaksiyonları önleyen çeşitli elementler katılır.



Şekil 2.1. Kum kalıba döküm tekniğiyle üretilen parçalar [46].

2.2.1.2. Metal Kalıba Döküm Tekniği

Bu teknikte, erimiş alaşım, metal bir kalıba yerçekimi, düşük basınç veya merkezkaç kuvvet etkisiyle doldurulur (Şekil 2.2). Aynı alaşımın metal kalıba dökümünde, kum kalıba göre daha hızlı soğumanın etkisiyle daha ince bir tane yapısı ve daha yüksek mekanik mukavemet elde edilir. Metal kalıba dökülen parçalarda, kum kalıba dökülenlere göre büzülme ve gaz gözenekliği daha azdır [147]. Buna karşılık metal kalıplarda boyut sınırlaması vardır ve karmaşık parçaların bu yöntemle dökülmesi güç, hatta bazen imkânsızdır.



Şekil 2.2. Parça üretiminde kullanılan kalıcı metal kalıp örneği [46].

2.2.2. Hızlı Katılaştırma

Eriyiğin hızlı soğutulması ise iyi termal iletkenliğe sahip soğutulmuş bir yüzeye, eriyikten hızlıca ısı transfer edilmesi esasına dayanır. Bu ise katılaştırılacak sıvı metal hacim elemanının en az bir boyutunun küçük ($<150 \mu\text{m}$) seçilmesi gerektiğine işaret etmektedir. Pratikte bu şartlar, sıvı metalin dar bir nozülünden, ya akış kararlılığı korunarak ince bir film halinde (şerit döküm teknikleri), ya da kararlılık bozularak damlacık veya yassı parçacıklar halinde (atomizasyon teknikleri), ısı iletkenliği yüksek soğutulmuş bir yüzey üzerinde katılaştırılması ile sağlanır [156,157]. Alaşımların hızlı katılaştırılmasında pek çok metot olmasına rağmen bu metotların temel çalışma prensipleri, alaşımın eriyik halden çok kısa bir

zaman aralığında soğutularak katılaştırılması işlemine dayanmaktadır. Bu işlemlerde eriyik 10^6 K/s'lik bir hızla aniden sıvı halden katı hale geçer. Duwez [14] ve arkadaşları tarafından çalışılan modern anlamdaki ilk hızlı katılaştırma çalışmaları, sıcaklığın tam olarak tespit edilememesi ve sistemde gizli erime ısısının bulunamaması sebebiyle çok zor olmuştur. Hızlı katılaştırmada dentritik katılaştıran alaşımların mikroyapısı, soğuma hızının bir fonksiyonudur. Hızlı katılaştırma çalışmalarında genellikle ısı akışının hesaplanması temel olarak incelenmiştir [155, 157]. Aşırı soğuma parametreleri kontrol edilerek, yapı için yarı kararlı durumlar oluşturulabilir. Çünkü soğuma hızı (oranı) yapının yerleşim planını bozmaktadır. Yani, malzeme gerekli yerleşimi tamamlamadan katılaşma sağlandığı için kararlı yapıya ulaşamamaktadır. Örneğin gaz atomizasyonunda soğutma hızı 10^2 - 10^5 K/s iken, splat (çarpma) metodunda 10^5 - 10^8 K/s civarındadır [158, 159]. Alüminyum alaşımlarında ise 10^2 - 10^6 K/s'lik katılaşma hızları elde edilir [160]. Alüminyum alaşımlarının hızlı katılaşması ile mekanik özelliklerine iyi derecede etki eden tane boyutunda küçülme, genişlemiş eriyen element çözünürlüğü, intermetalik tanecik boyutunda küçülme ve kimyasal homojenlikte artış sağlar [141].

Bununla birlikte, hızlı katılaştırma sadece hızlı soğutma teknikleri ile sınırlandırılmaz. Eğer bir eriyik, dengeli durumdaki katılaşma sıcaklığının altına aşırı soğutulursa, onun aşırı soğuması ile orantılı olarak Gibbs serbest enerji farkından dolayı kristalizasyon için büyük bir sürücü kuvvet oluşur. Bu durumda, bir eriyik yavaş soğutulsa bile hızlı katılaştırılmış gibi düşünülür. Yüksek aşırı soğuma ile elde edilmiş katılaşma hızları, hızlı soğutma durumunda elde edilmiş katılaşma hızları civarında ya da ondan daha büyüktür [161].

2.3. Hızlı Katılaştırmanın Etkileri

Metalik eriyiklerin hızlı katılaştırılmaları sırasında ortaya çıkan yeni özellikler, sistemden sisteme değişmekle birlikte genel olarak beş ana başlık altında toplanabilir. Bu özellikler,

- 1) Tane boyutunun küçülmesi,
- 2) Kimyasal homojenliğin artışı,
- 3) Katı eriyik limitlerinin aşılması,
- 4) Yarıkararlı kristal fazların oluşumu,

5) Metalik camların oluşumu şeklinde sıralanabilir [162].

Katılaşma hızının artması sonucu tane boyutları önemli ölçüde düşer. Belli alaşım sistemleri için tane boyutunun $0,01 \mu\text{m}$ 'a kadar düştüğü görülmüştür [162]. Ancak hızlı katılaştırma çalışmalarında tane boyutu genel olarak $1-10\mu\text{m}$ arasındadır. Bu tane boyutları 10^4-10^6 K/s soğuma oranlarında elde edilir. Alaşımların yüksek sıcaklıklarda ısıtılma işlemine maruz bırakılmaları halinde taneler büyümekle beraber, aynı bileşimli ingot karışımlarından daha küçük boyutludurlar.

Kimyasal homojenliğin artışı aynı zamanda mikroyapıyla da ilişkilidir. Geleneksel dökümlerde tespit edilen süreksiz mikroyapı kimyasal homojenliği bozar. Hızlı katılaştırma sonucunda gelişen dendritik veya hücreli yapı daha sürekli ve homojen olduğundan, kimyasal homojenlik de artar. Tam bir kimyasal homojenlik ise amorf olma durumunda elde edilir.

Birçok alaşım sistemi dengeli durumda sınırlı katı çözünürlüğe sahiptir. Hızlı katılaştırma teknikleriyle bu katı çözünürlük limitleri aşılabılır. Katı çözünürlüğün artışı aynı zamanda kimyasal homojenliği de beraberinde getirir. Katı çözünürlük artışının en çarpıcı örnekleri Al esaslı alaşımlarda görülür. Örneğin silisyumun alüminyum içindeki dengeli katı çözünürlüğü oda sıcaklığında atomik olarak % 0,05 civarında iken hızlı katılaştırma çalışmaları sonucunda bu oran % 10-16 arasında değişmektedir [163-165].

Sıvı metalin kristal ya da amorf yapılardan hangisini seçeceğini belirleyen aşama, sıvıdan katıya dönüşümün olduğu aşamadır. Kristallenmenin önlenmesi için ısıtının sıvıdan süratle alınması gerekir. Eğer eriyik çekirdekleşme olmaksızın amorf geçiş sıcaklığına kadar aşırı soğutulabilirse, amorf yapı elde edilir. Yarıkararlı kristal fazlar ise eriyiğin amorf geçiş sıcaklığına kadar aşırı soğutulamadığı durumlarda ortaya çıkar. Bu durumda oluşan yapı kristal olmasına rağmen yarıkararlıdır. Yarıkararlı kristal fazlar daha çok katı çözünürlüğün artırılması ile eşleştirilir [161].

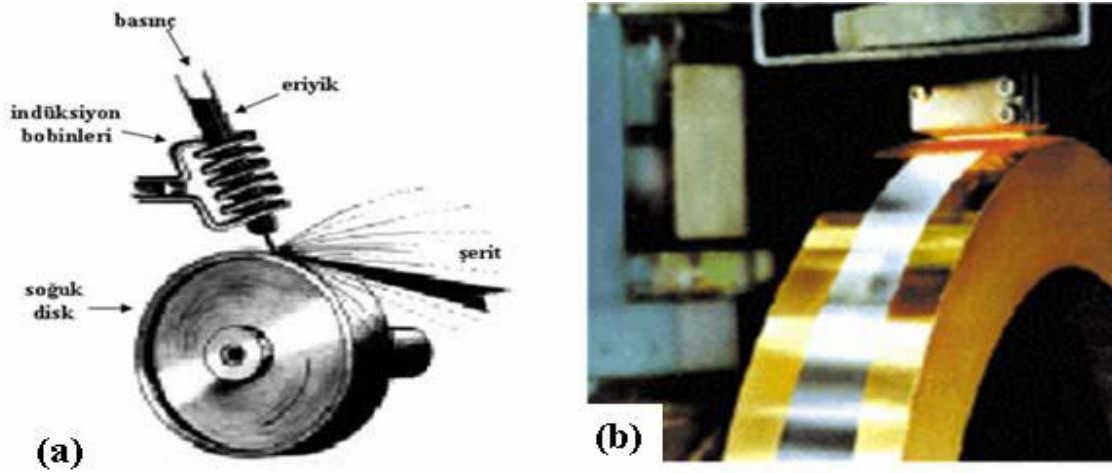
2.4. Hızlı Katılaştırma Teknikleri

Metalik alaşımların modern anlamda hızlı katılaştırılması ilk olarak Duwez tarafından geliştirilen tabanca tekniği kullanılarak yapılmıştır. Bu ilk çalışmadan günümüze kadar pek

çok teknik geliştirilmiştir. Bu tekniklerin geliştirilmesindeki amaç elde edilen ürünün özelliğinden kaynaklanmaktadır. Hızlı katılaştırma tekniklerinin hepsinin temel mantığı aynıdır. Sıvı haldeki eriyiği aniden soğutma işlemidir. Hızlı katılaştırma teknikleri üç ana kısımdan oluşmaktadır. İlk kısmı maddeyi eriyik haline getirmektir. İkinci kısmında oluşan eriyiği soğutma işlemidir. Üçüncüsü ise elde edilen ürünlerin teknolojiye uygulanmasıdır. Elde edilen ürünlerin geometrik yapısı, üretim tekniği ve üretim şartlarına bağlı olarak; küresel, sürekli veya süreksiz silindirik tel şerit ya da tabaka olabilir [166].

2.4.1. Melt-Spinning (MS) Tekniği

Şekil 2.3' de MS tekniği görülmektedir. Bu teknikte eritilmiş sıvı metal, bir potanın deliğinden asal gaz basıncı ile ısı iletim katsayısı yüksek olan bir malzemeden (genellikle Cu) yapılmış olan döner bir disk üzerine püskürtülür. Eriyik halindeki sıvı metal, dik olarak diskin dış yüzeyine çarpmasıyla ince, uzun metal şeritler üretilmektedir. MS tekniği kullanılarak genellikle $\sim 10^4$ – 10^7 K/s soğutma oranlarına erişilir. Tipik olarak üretilen şeritlerin kalınlığı, 20–60 μ m arasındadır. Bu teknikte üretilen şeritlerin yapısına ve geometrisine etki eden parametreler; uygulanan basınç, pota deliğinin genişliği, döner diskin hızıdır.

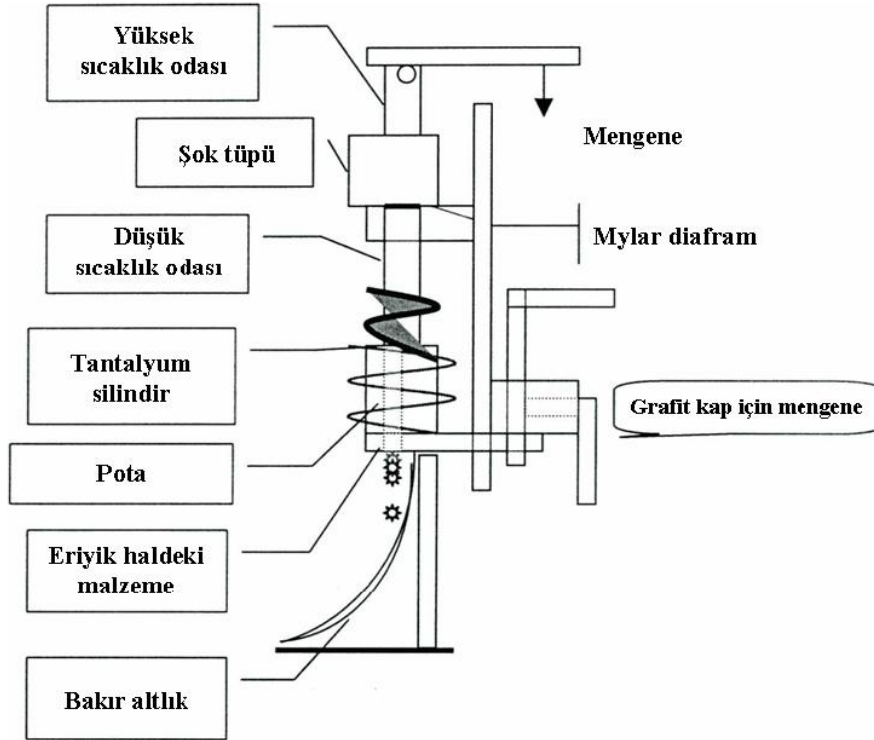


Şekil 2.3. (a) MS cihazı (b) Şerit üretilme esnasındaki görüntü.

MS tekniğinde soğutma oranı; disk hızının artırılmasıyla, atmosfer gazının değiştirilmesiyle, eriyik sıcaklığının düşürülmesiyle veya püskürme basıncının yükseltilmesiyle artırılabilir [167]. Daha yüksek bir soğutma oranı daha ince şeritler ve daha iyi mikroyapı üretebilmektedir[168]. MS tekniği daha çok laboratuvar çalışmalarında kullanılmaktadır.

2.4.2. Tabanca Tekniđi

Bu teknik, ilk defa Duwez ve arkadaşları tarafından 1959 yılında, amorf alaşım üretimi için geliştirildi. Bu teknik Şekil 2.4’de görüldüğü gibi tabanca mekanizmasına benzediğı için tabanca tekniđi adı verilmiştir. Diğer tekniklerde soğutma yüzeyinde farklı materyaller kullanılırken, bu teknikte sabit olan ve daire şeklinde bir bakır disk kullanılmaktadır. Yine alaşımlar fırın içinde eritilir ve eriyik haldeki alaşıma şok basınç uygulanır. Uygulanan bu şok basınç eriyiğı yaklaşık 1 μm çapında çok küçük damlacıklara ayırır. Bu şekilde hedefe çarptırılan damlacıklar, hedeften biraz öteye fırlatılır ve ani soğumayla katı hale geçerler.



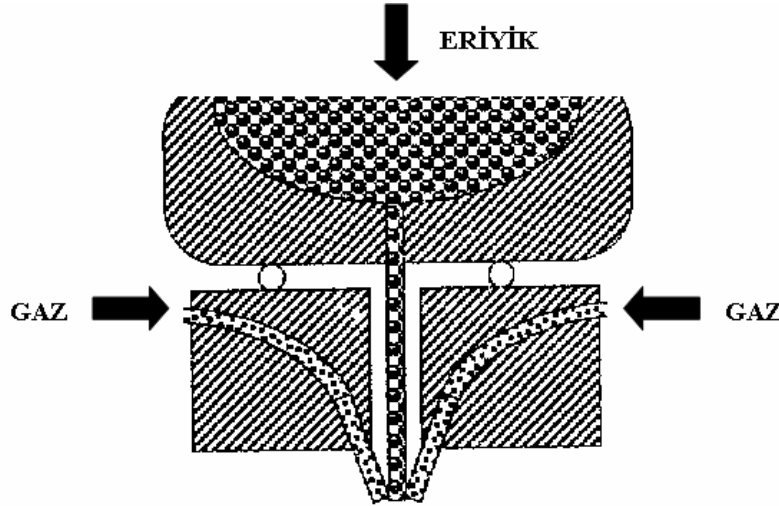
Şekil 2.4. Duwez tarafından geliştirilen tabanca (The Gun) tekniğinin şematik görünümü [169].

2.4.3. Püskürtme (Spray) Tekniđi

Bu teknikte eriyik alaşımların katılaştırılması genellikle doğrudan döndürme veya basınçlı gaz, buhar, su ya da başka bir akışkanın yüksek hızla püskürtülmesi sonucu doğrudan çarpma ile yapılmıştır. Bunlar kendi aralarında yapılarına göre üç ana kısımda incelenebilir. Bunların ilki, vakum altındaki eriyik üzerine doymuş gazın yüksek basınç ile püskürtülmesidir. İkincisi,

gazın çok hızlı bir şekilde eriyik üzerine püskürtülmesi ve eriyikte şok etkisi yaparak ince parçacıklar ortaya çıkarma işlemidir. Üçüncüsünde ise, çift pistonla düzenli eriyik akışı ince tabakalar haline dönüştürülür. Oluşan damlacıklar gaz soğutmasının bir sonucu olarak serbest düşme sırasında ani bir soğuma ile katılaşırlar [161].

Eriyik atomizasyon metotlarından en etkilisi ise püskürtme metodudur. Bu metotta, en düşük soğutma oranı 10^2 K/s'dir. Boşaltma ağızlığında veya daha öncesinde eriyik ve soğutma akışkanı çarpıştırılır, böylece eriyik katılaştırılır. Fakat bu metot, çabuk katılaşıp ve bu nedenle de boşaltma ağızlığında tıkanmalara sebep olan metaller için pratik değildir. Su veya buhar püskürtmeleri sadece, meydana gelen oksidin temizlenebildiği metaller için uygundur [160]. Ağızlıktaki katılaşmayı engellemek için şematik olarak Şekil 2.5' de gösterildiği gibi, çarpıştırma işlemi serbest düşme noktasından biraz uzakta gerçekleştirilir [160].



Şekil 2.5. Püskürtme (spray) tekniğinin şematik görünümü.

2.4.4. Kaynak (Weld) Tekniği

Kaynak tekniği, hızlı katılaştırma ile alaşım üretmede kullanılan en yeni tekniklerden birisidir. Bu teknikte, alaşım yüzeyi eritilerek hızlı katılaşması sağlanır. Böylece, lazer veya elektron demetleri kullanılarak hızlı katılaştırılması istenen alaşımın yüzeyinden çok ince bir tabaka eritilir. Eritme işleminden hemen sonra, lazer veya elektron demeti ya da malzeme çok hızlı bir şekilde hareket ettirilerek alaşımın hızlı katılaştırılması sağlanır. Sistemin teknolojik bakımdan pahalı olması ve belli sayıdaki alaşım sistemleri için uygulanabilir olması yüzünden çok yaygın bir kullanım alanı yoktur [160].

3. GEREÇ VE DENEYSEL YÖNTEM

3.1 Giriş

Bu çalışmada, farklı bileşimlere sahip Al-Ni-Nd-Si alaşımlarının ağırlıkça (ağ.) Al-%8Ni-%5Nd-%X Si (X= 4, 8, 12) hazırlanmasında kullanılmak üzere iki deney sistemi kullanılmıştır. Bunlardan birinci deney sistemi, Al-Ni-Nd-Si alaşımlarının ingot olarak hazırlanmasında kullanılan vakumlu eritme fırınıdır. Deney sistemlerinden ikincisi ise, hızlı katılaştırılmış Al-Ni-Nd-Si alaşım şeritlerinin elde edilmesi için tasarlanan bir sistem olup, temeli MS metoduna dayanmaktadır. Her iki deney sistemi de Erciyes Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik bölümü deneysel katıhal ve genel fizik gruplarının çalışmaları sonucu yapılmıştır. Bu bölümde deneylerde kullanılan sistemler tanıtılacak ve temel özellikleri hakkında bilgiler verilerek deneylerin nasıl yapıldığı açıklanacaktır.

3.2. Deneysel Sistemler

Bu tez çalışmasında; vakumlu eritme fırını, hızlı katılaştırma sistemi olmak üzere iki ayrı fırın kullanıldı. Bu kesimde, tezin gerçekleşmesinde kullanılan bu deneysel sistemler hakkında bilgi verildi.

3.2.1. Vakumlu Eritme Fırını

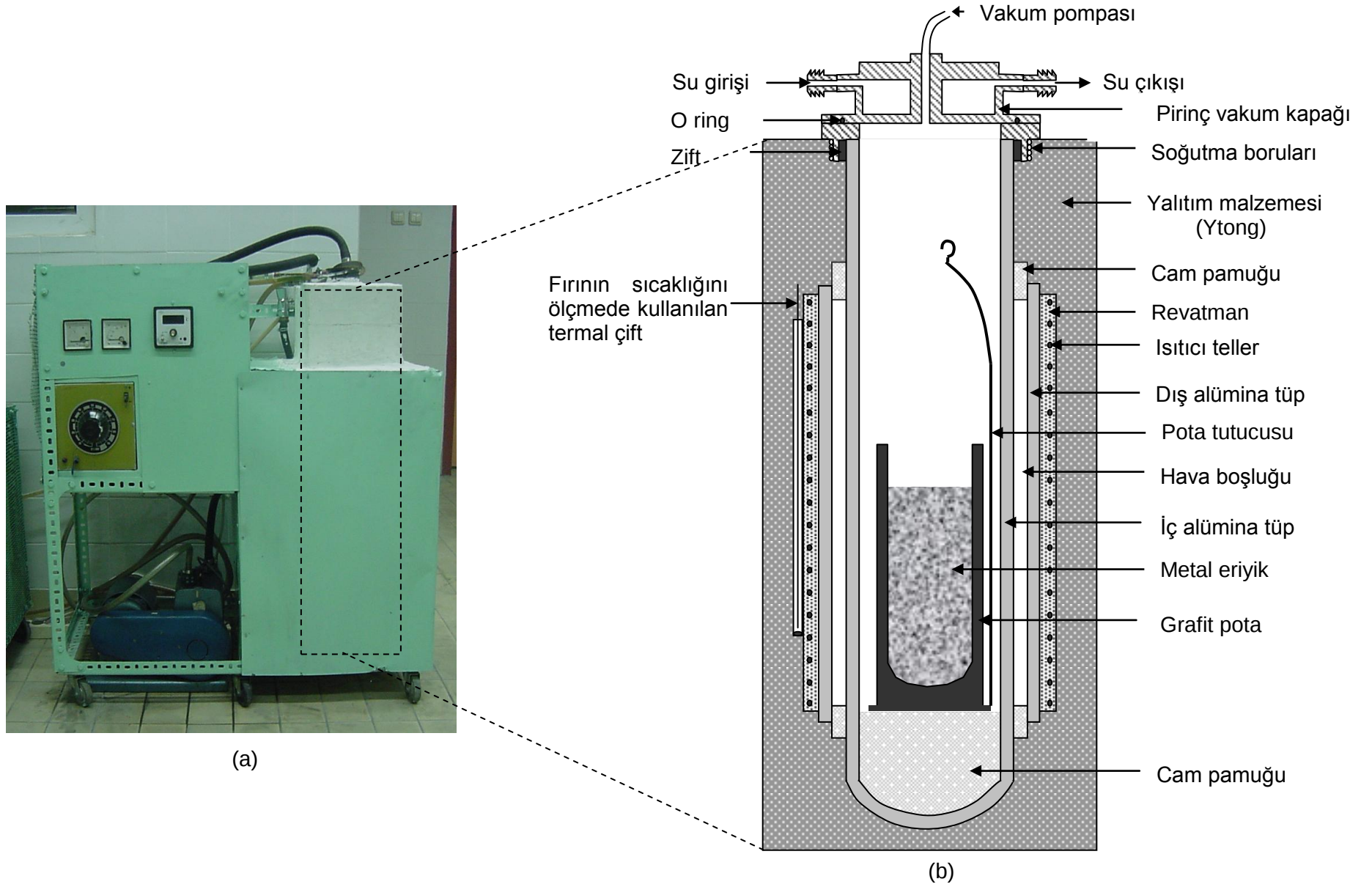
Vakumlu eritme fırını, alaşım yapılacak metallerin vakumlu ortamda oksitlenmeden eritilmesinde kullanılır. Şekil 3.1.(a)' da fotoğrafı ve Şekil 3.1.(b)' de şematik gösterimi verilen vakumlu eritme fırını, iç içe geçmiş iki alümina tüp, vakum pompası, sıcaklık kontrolcüsü, varyak (transformatör) ve soğutma sisteminden oluşur.

İçteki alümina tüpün iç çapı 50 mm, dış çapı 60 mm ve uzunluğu 700 mm olup bir ucu kapalıdır ve bu alümina tüpün içinde vakumlu ortam sağlanır. 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 yapılmıştır. Isıtıcı telin toplam direnci 28.1 Ω olarak ölçülmüştür. Isıtıcı

tellerin birbirine değmemesi için sarımların arasını dolduracak şekilde, tellerin etrafı revatman ile sıvanmıştır. Revatman ısındıkça sertleşen iyi bir yalıtım malzemesidir.

Fırının ısı kaybını önlemek için alümina tüplerin etrafına gaz beton (Ytong) tuğlası 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 ise soğutma sisteminden sürekli su dolandırılmıştır. Fırının sıcaklığı, sıcaklık kontrolcüsü ile kontrol edilmektedir. Vakumlu eritme fırını 1100 °C' ye kadar çıkabilmektedir ve sıcaklığı ± 2 °C hassaslıkta kontrol edebilmektedir. Eritme işlemi vakum pompası yardımıyla 10^{-3} mbar basınç altında yapılmaktadır.



Şekil 3.1. Vakumlu eritme fırınının a) Fotoğrafı b) Şematik gösterimi.

3.2.2. Hızlı Katılaştırma Sistemi

Genel yapısı şematik olarak Şekil 3.2’de gösterilen sistem, varyak, ampermetre, termostat, voltmetre, hız ayarlayıcısı, bilgisayar, sensör, motor, soğutma diskisi ve eritme fırınından oluşmaktadır. Sistem daha önce kurulmuş olup daha yüksek sıcaklıklara çıkılmak amacıyla yenilenmiştir. Bu yapılan yenileme işlemini kısaca şu şekilde özetleyebiliriz. Hızlı katılaştırma sisteminin fırınında ısıtıcı sistem (Şekil 3.3), 80 x 90 x 400 mm ebatlarında alümina tüpün etrafına 1.2 mm çapında Kanthal A2 teli sarılarak oluşturuldu. Isıtıcı tel, tüpün tam orta kısmında 30 cm’ lik homojen sıcak bir bölge elde edilecek şekilde ve sarımlar arası mesafelerin eşit olmasına dikkat edilerek sarıldı. Telin çok sıkı sarılmasına ve sarımların birbirlerine temas etmemesine özen gösterildi. Elektrik bağlantısı için hazırlanan dört kat akım kolunun her iki ucu katlanarak alüminaya sıkıca sabitlendi.

Isıtıcı tel elle sarılarak her sarımdan sonra tellerin birbirlerine temas edip etmediği kontrol edildi. Fırının orta noktasının sıcaklığını ölçmekte kullanılacak termal çifti yerleştirmek amacıyla hazırlanan bir ucu oksijen kaynağıyla kapatılan 1.2 mm çapındaki alümina boru kapalı ucu fırının tam orta noktasına gelecek şekilde revatmanla sabitlendi. Ayrıca alümina tüp etrafına sarılan ısıtıcı tellerin birbirlerine temas etmesini engellemek amacıyla üzerleri de revatmanla kaplandı.

Tüpün etrafına sarılan Kanthal A2 telinin kaç metre olacağı, kaç sarım elde edileceği ve sarımlar arası boşluğun ne kadar olacağı şu şekilde hesaplandı. Kullanacağımız telin direncinin 28 Ω civarında olması halinde fırının istenilen sıcaklığa rahatça çıkacağı ve 2.65 mm çapındaki Kanthal A1 telinin 1 metresinin direncinin $R_1=0.26 \Omega$ olduğu bilinmektedir. Isıtıcı olarak sarılan 1.2 mm çapındaki Kanthal A2 telinin 1 metresinin direnci (R_2) ise aşağıdaki orandan bulunur:

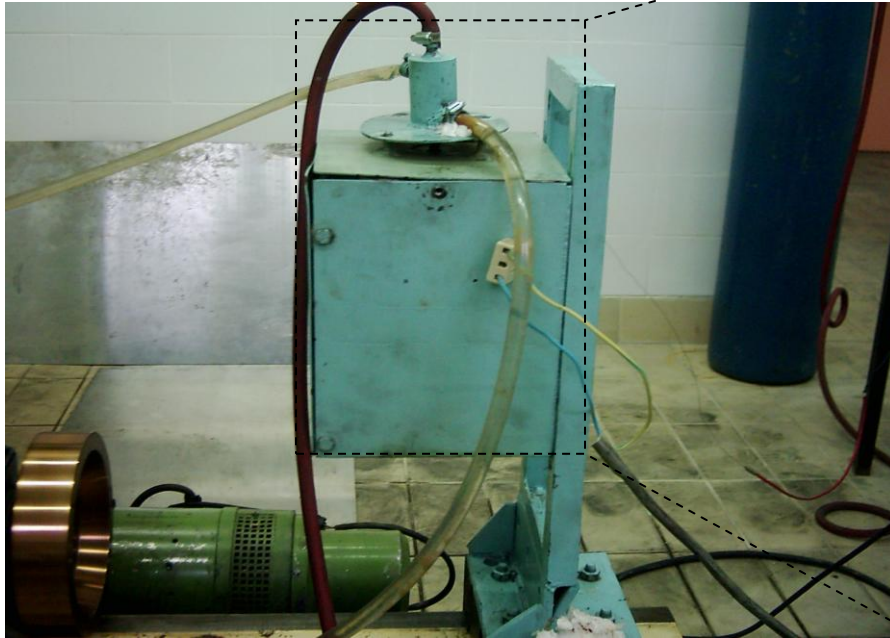
$$\frac{R_1}{R_2} = \frac{\rho \frac{\ell}{A_1}}{\rho \frac{\ell}{A_2}} \Rightarrow R_2 = 1.268 \Omega \quad (3.1)$$

Bir metresi 1.268 Ω olan telden toplam direnci 28 Ω olan ısıtıcı elde edebilmek için 22 m tel kullanılmalıdır. Alümina tüpün çapı net 90 mm olarak ölçüldüğüne göre, tüp

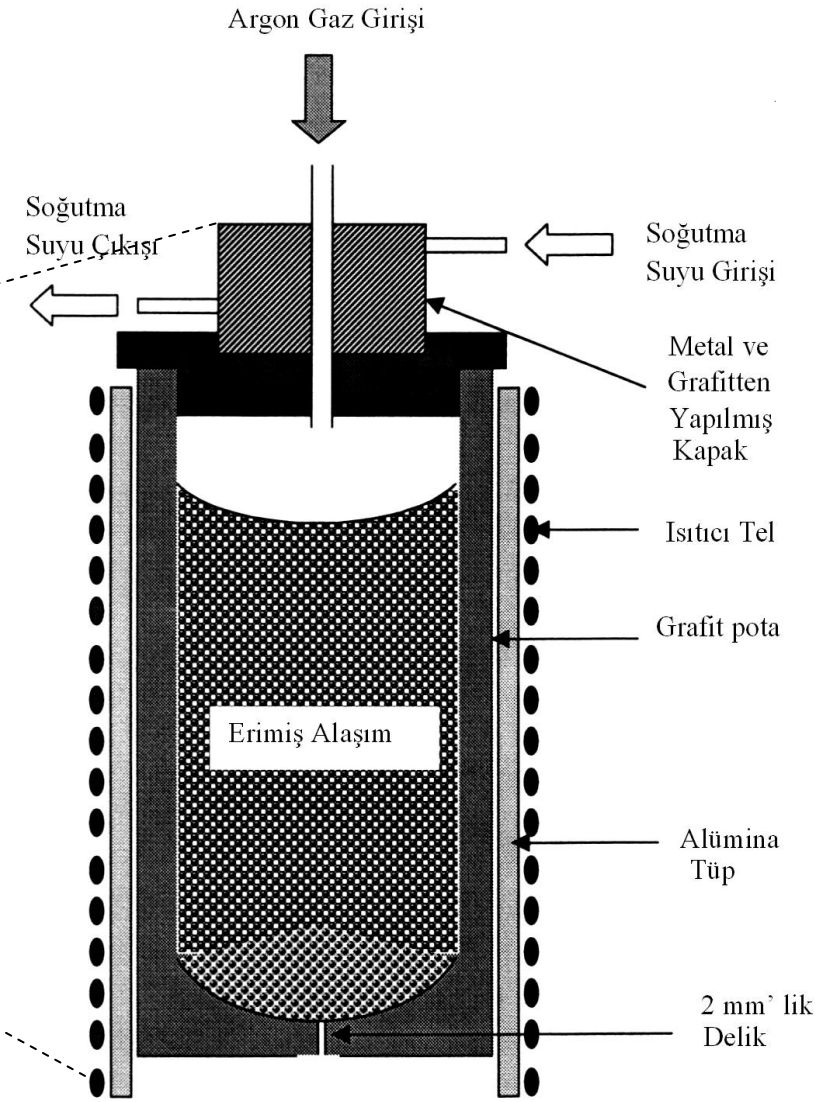
etrafına her bir sarımda 0.28 m tel kullanıldı. Bir sarım için 0.28 m tel gerektiğine göre 22 m tel kullanılarak yaklaşık 77 sarım yapılabildi. Bu 77 sarım hiç boşluk bırakılmadan sarılsa $77 \times 1.2 = 92$ mm yer kaplar. 30 cm'lik bölgede $30 - 9.2 = 20.8$ cm boşluk kalır. Böylece sarımlar arasında bırakılacak boşluklar yaklaşık 4 mm olarak bulundu. Sonuçta ısıtıcı sistem, 1.2 mm çapındaki Kanthal A2 teli kullanılarak sarımlar arası yaklaşık 4 mm olacak şekilde 77 sarımdan oluşmaktadır. Isıtıcı telin direnci teorik olarak 27.8Ω hesaplandı ve ohmmetre ile de 28.5Ω olarak ölçüldü. Akım kolları seramik klamens yardımıyla 3 cm çapındaki kabloyla kontrolcüye bağlı olan 3.5 kVA'lık varyağa bağlandı. Isıtıcının sıcaklığı 3.5 kVA'lık bir varyak ile kontrol edildi. Fırının içine, erimiş metali içinde bulunduracak olan grafit pota yerleştirildi. Ayrıca dışarı ile ısı yalıtımı sağlamak için de $(20 \times 20 \times 20 \text{ cm}^3)$ boyutlarındaki sac kutu içerisine etrafına 1.5 m^2 cam elyafı sarılarak yerleştirildi.



Şekil3.2. Hızlı katılaştırma sistemi.

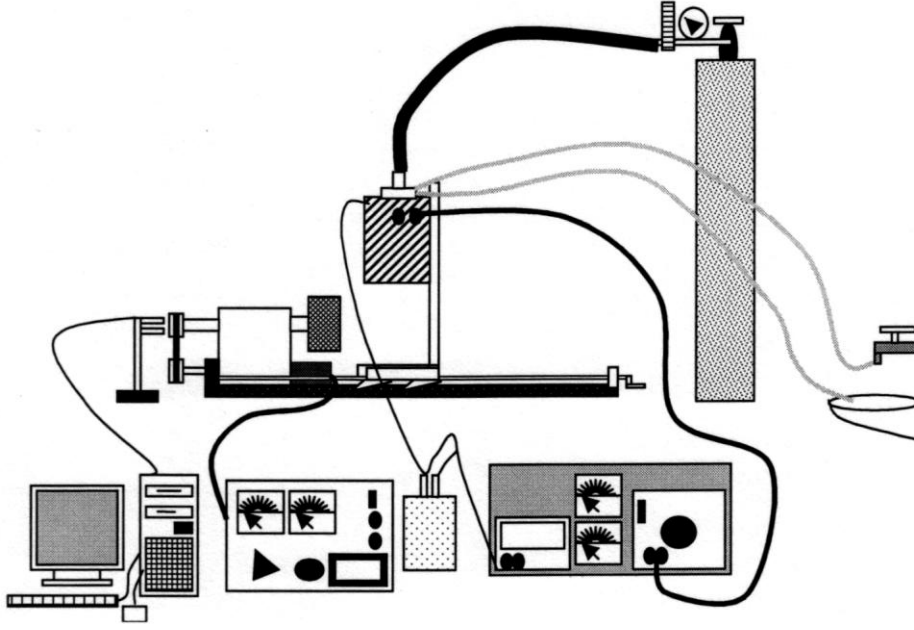


(a)



(b)

Şekil 3.3. Hızlı katılaştırma fırınının (a) fotoğrafı (b) şematik gösterimi.



Şekil 3.4. Hızlı katılaşırma sisteminin blok diyagramı.

Şekil 3.4’ de blok diyagramı verilen sistemin gövdesi Atrinon marka tornanın motoru çıkarılıp yerine 3000 dev/dak.’lık bir motor monte edilerek oluşturuldu. Motor ile disk arasındaki bağlantı kayış-kasnak sistemi ile oluşturuldu. Hareketli torna sehpa üzerine oturtulan ve aşağı-yukarı hareket mekanizmasına sahip sistemin ucuna da fırın tutturuldu. Motorun yüksek devir hızlarında hareket etmemesi için gövde yere sabitlendi. Sistemde kullanılan hız ayarlayıcısının okuma göstergesi olmasına rağmen motorla disk arasında kayış-kasnak sistemi olması dolayısıyla diskin hızı bir sensör vasıtasıyla ölçüldü. Bunun için diskin bağlı olduğu kasnağa bir sensör yerleştirildi. Sensör de bilgisayara bağlanarak diskin hızı hassas bir şekilde tespit edildi.

Fırının sıcaklığı, grafit potanın iç ve uç noktalarına yerleştirdiğimiz termal çift ile ölçüldü. Varyak ile ısıtma sistemine kontrollü akım verilerek potanın yavaş ve homojen bir şekilde ısıtılması sağlandı. Bunun yanı sıra eriyiğin belli bir basınçta püskürtülmesi amacıyla sisteme uygulayacağımız gaz basıncı için fırının üst kısmına metal bir kapak takıldı. Gazın bulunduğu tüp, kapağa bir hortumla bağlandı. Hortumun zarar görmemesi amacıyla kapağın içine kanal açılarak su bağlantısı yapıldı. Ayrıca döküm esnasında disk üzerine püskürtülen eriyiğin temizlenmesi ve diskin soğutulması, içinden su geçen bakır borunun üzerine yumuşak bir bez sarılarak disk yüzeyine temas ettirilmesi ile sağlandı.

4. ANALİZ VE BULGULAR

4.1. X-Işını Yapı Analizi

Normal katılaştırma yöntemiyle elde edilen ingot Al-%8Ni-%5Nd-%X Si (X= 4, 8, 12) (ağ.) alaşımları toz haline getirilerek, hızlı katılaştırmayla elde edilen şeritler ise olduğu gibi X-ışını difraksiyon işlemine tabi tutuldu. Böylece numune içindeki farklı fazların, parlatma ve dağlama işleminde kullanılan farklı kimyasal maddelerden etkilenecek orijinal hallerinin bozulma ihtimali engellendi. Numuneler cam bir lam üzerine konularak difraktometrenin tablasına yerleştirildi. Aletin jeneratör kısmı çalıştırılarak 40 kV ve 40 mA değerine ayarlandı, Ni filtre ile dalga boyu 1.5406 Å olan tek renkli $Cu_{K\alpha}$ ışınımı kullanıldı. Detektör minimum 5°'den başlayarak 90°'ye kadar ($5 \leq 2\theta \leq 90$) dakikada 5° artırılarak ve 0.002° örnekleme aralığı kullanılarak ölçümler yapıldı. Yapılan X-ışını difraksiyonu sonucunda elde edilen veriler daha sonra bilgisayarda değerlendirildi. X-Işını kırınımı analizlerinde karşılaşılan en önemli güçlüklerden birisi, incelenen numunenin örgü parametrelerinin en hassas şekilde nasıl tespit edileceğidir. Bu durum bilhassa katı çözeltilerle ilgilidir. Vergard kanununa göre, alaşımlarda katı çözeltili içindeki çözünen konsantrasyonundaki değişiklik, çözücü bileşenin örgü parametresinde değişiklik meydana getirir. Değişimin yönü (büyüme veya küçülme) ise çözücü ve çözünen atomların iyonik veya atomik hacim oranları ile ilişkilidir [118]. Dolayısıyla çözücü bileşenin örgü parametresindeki değişiklikler hesaplanarak, katı çözeltilerdeki çözünen miktarı tahmin edilebilir.

Bir cismin örgü parametresi a , herhangi özel bir örgü düzlemleri takımının d mesafesi ile,

$$a = d (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \quad (4.1)$$

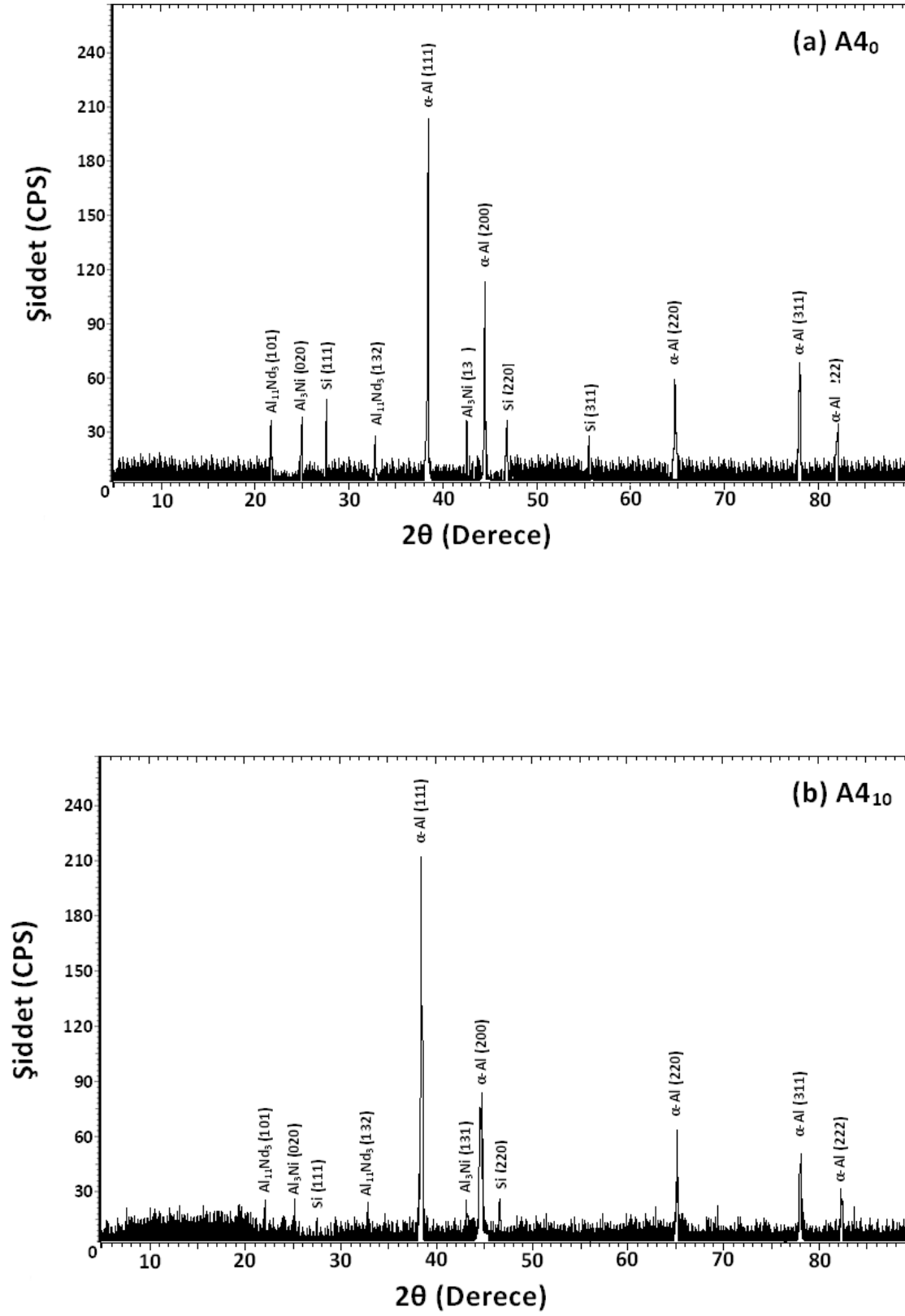
şeklinde doğru orantılıdır. Burada h , k ve l kırınımın olduğu düzlemleri tanımlayan miller indisleridir. Bir düzlem takımı için Bragg açısı ölçülürse d mesafesi,

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (2.2)$$

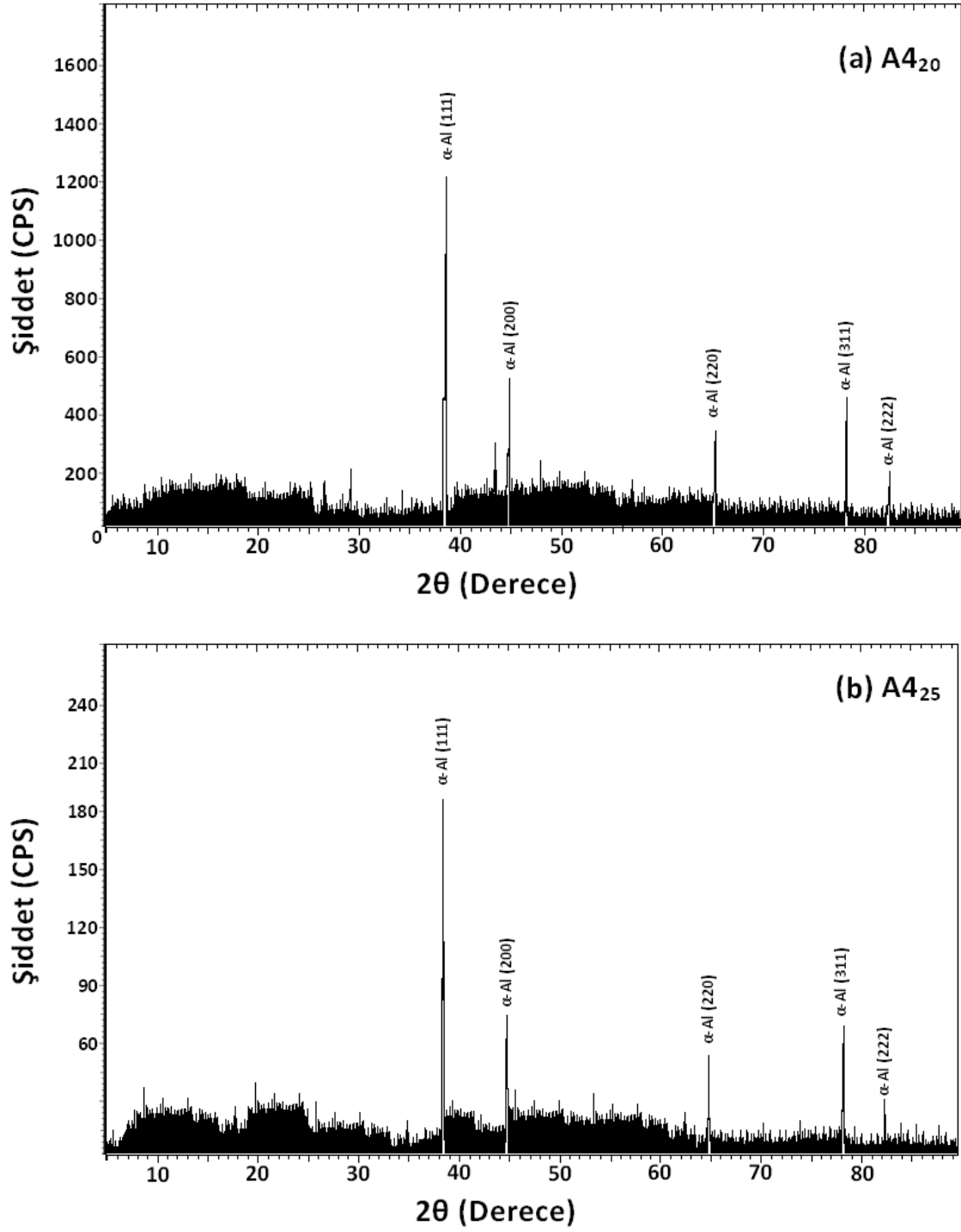
eşitliği ile hesaplanabilir. Örgü parametresi a , d 'ye bağlı olarak Eşitlik 4.1'e göre hesaplanır. Eşitlik 2.2'ye göre d 'deki (buna bağlı olarak a 'daki) hassasiyet ölçülmüş bir miktar olan θ 'ya değil $\sin \theta$ 'ya bağlıdır. Dolayısıyla büyük θ değerlerinden hesaplanan d ve buna bağlı olarak da a daha hassas olacaktır. Bu çalışmada $5 \leq 2\theta \leq 90$ aralığında yapılan analizler α -Al'a ait örgü parametresinin hesaplanmasında kullanılmıştır. Ayrıca hassasiyeti arttırmak için, tarama hızı faz analizi gözlemlerine göre çok daha düşük tutulmuştur. Sonuçlar Şekil 4.1 - 4.9 ve Tablo 4.1 - 4.19'da verilmektedir.

İngot ve hızlı katılaştırılmış alaşımların XRD analizlerinde, alaşımların bileşimine uygun olarak Şekil 4.1 - 4.9'da görüldüğü gibi sadece Al, Ni, Nd ve Si'a ait fazlar gözlenmektedir. Şekil 4.1 - 4.3, A4'e ait ingot ve farklı katılaştırma hızlarında üretilmiş şeritlerin XRD piklerini içermektedir. Şekil 4.1(a) A4₀ ingot numunesine ait olup güçlü α -Al, zayıf intermetalik Al₃Ni, Al₁₁Nd₃ ve FCC Si fazlarını içermektedir. Düşük katılaştırma hızı olan 10 m/s hızında (Şekil 4.1(b)) yine bu piklere ait yansımalar gözlenirken daha yüksek katılaştırma hızlarında 20, 25, 30 ve 35 m/s sadece α -Al' a ait pikler gözlemlenmektedir. Yüksek hızlarda intermetalik Al₃Ni, Al₁₁Nd₃ ve FCC Si fazlarına ait pikler gözlenmemekte ve temel seviyeye yakın değerlere düşmektedir. Şekil 4.4 - 4.6 ingot ve hızlı katılaştırılmış A8 numunesine ait pikler olup yine benzer şekilde A8₀ ingot ve A8₁₀ alaşımlarında α -Al, Al₃Ni, Al₁₁Nd₃ ve FCC Si fazları gözlenirken (Şekil 4.4(a)-(b)) yüksek katılaştırma hızlarında da sadece α -Al'a ait pikler yer almaktadır.

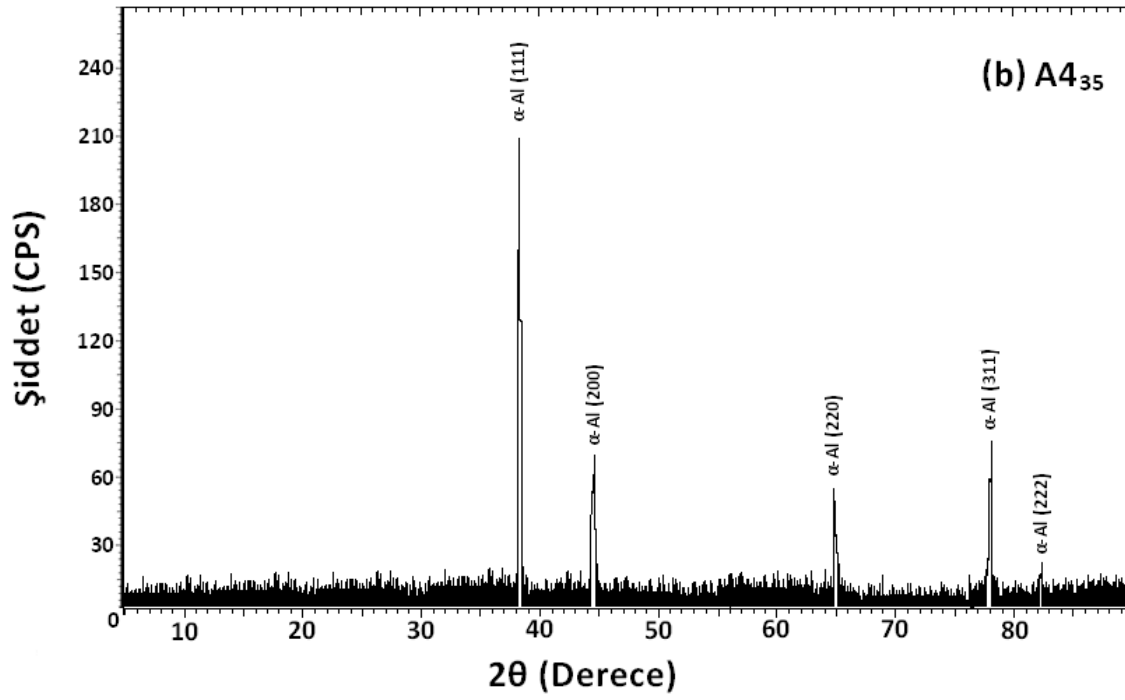
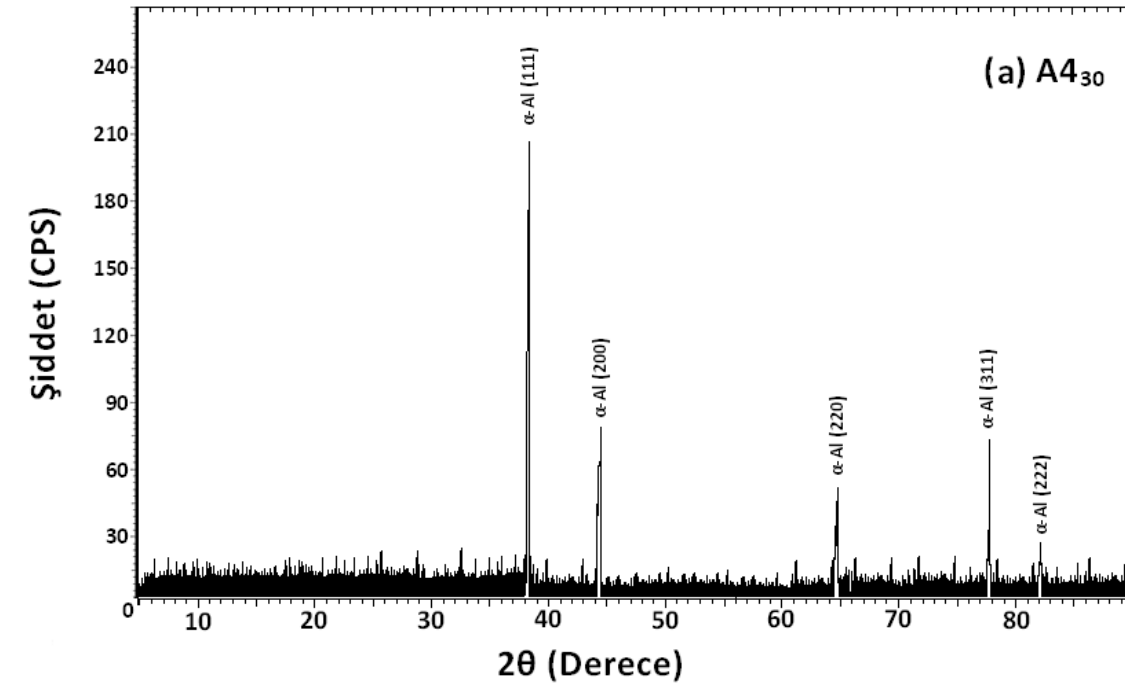
Şekil 4.1(b), 4.2, 4.3(a), Şekil 4.4(b), 4.5, 4.6'nın taban seviyelerinde kabalaşmış pikler gözlenmekte ve bu kabalaşmış piklerin tam olarak amorf olamayan ve yapısında kristaller bulunduran kısmi amorf yapıya ait olduğu düşünülmektedir. Daha önceki birçok çalışmada da gözlemlenen kısmi amorf yapı katılaşmanın yeterince hızlı olduğu ve yeterli alt soğuma sağlanabildiği alaşım sistemlerinde görülmektedir. Yapılan literatür incelemesinde yapı içerisindeki kısmi amorfluğu Nd' katkısının arttırdığı buna karşılık Si katkısının azalttığı ifade edilmektedir [84, 86, 87]. Smith [195] tarafından Al-Si alaşımlarının hızlı katılaştırılması üzerinde yapılan bir çalışmada artan Si oranının Al fazının çekirdeklenmesini teşvik ederek amorf olma eğilimli alaşımı kısmi amorf hale dönüştürdüğü belirtilmektedir. Bu çalışmada da Si miktarına bağlı olarak ortaya çıkan Si piklerinin Al fazının çekirdeklenmesini teşvik ederek kısmi amorf olan A4 ve A8 alaşımının tümüyle amorf olmasını engellediği düşünülmektedir.



Şekil 4.1. (a) A4₀ ve (b) A4₁₀ alaşımlarının X-Işınımı difraksiyon pikleri.



Şekil 4.2. (a) A4₂₀ ve (b) A4₂₅ alaşımlarının X-Işınımı difraksiyon pikleri.



Şekil 4.3. (a) A4₃₀ ve (b) A4₃₅ alaşımlarının X-Işınımı difraksiyon pikleri.

Tablo 4.1. A4₀ alařımının difraksiyon sonuçları

No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	22.634	3.8924	9.3	Al ₁₁ Nd ₃ (101)
2	24.172	3.6813	9.8	Al ₃ Ni (020)
3	28.463	3.1350	11.2	Si (111)
4	33.626	2.7134	6.4	Al ₁₁ Nd ₃ (132)
5	38.327	2.3379	100	Al (111)
6	43.682	2.0814	9.1	Al ₃ Ni (131)
7	44.633	2.0244	51.3	Al (200)
8	47.832	1.9204	9.3	Si (220)
9	56.124	1.6567	7.2	Si (311)
10	65.201	1.4295	19.7	Al (220)
11	78.223	1.2210	23.6	Al (311)
12	82.433	1.1679	7.5	Al (222)

Tablo 4.2. A4₁₀ alařımının difraksiyon sonuçları

No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	22.413	3.8925	7.2	Al ₁₁ Nd ₃ (101)
2	24.115	3.6813	6.9	Al ₃ Ni (020)
3	28.454	3.1390	5.1	Si (111)
4	33.512	2.7135	6.2	Al ₁₁ Nd ₃ (132)
5	38.318	2.3371	100	Al (111)
6	43.432	2.0811	8.3	Al ₃ Ni (131)
7	44.621	2.0236	43.6	Al (200)
8	47.811	1.9254	6.7	Si (220)
9	65.221	1.4201	24.5	Al (220)
10	78.211	1.2201	23.6	Al (311)
11	82.414	1.1658	7.5	Al (222)

Tablo 4.3. A4₂₀ alařımının difraksiyon sonuçları

No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.308	2.3362	100	Al (111)
2	44.609	2.0223	44.7	Al (200)
3	65.208	1.4198	32.3	Al (220)
4	78.220	1.2192	37.6	Al (311)
5	82.411	1.1656	9.5	Al (222)

Tablo 4.4. A4₂₅ alařımının difraksiyon sonuçları

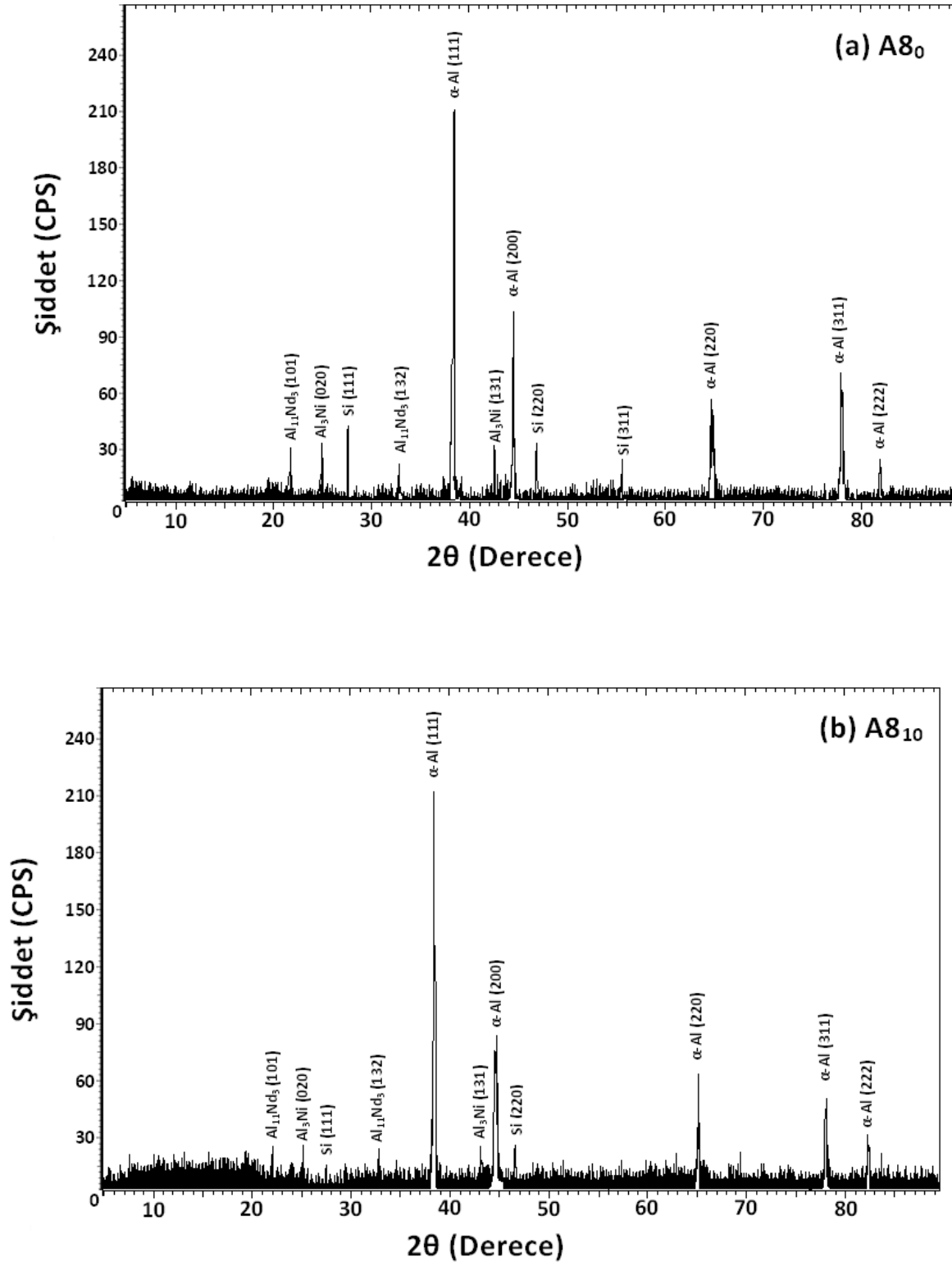
No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.291	2.3354	100	Al (111)
2	44.591	2.0213	43.3	Al (200)
3	65.196	1.4172	35.7	Al (220)
4	78.211	1.2181	40.3	Al (311)
5	82.402	1.1655	9.2	Al (222)

Tablo 4.5. A4₃₀ alařımının difraksiyon sonuçları

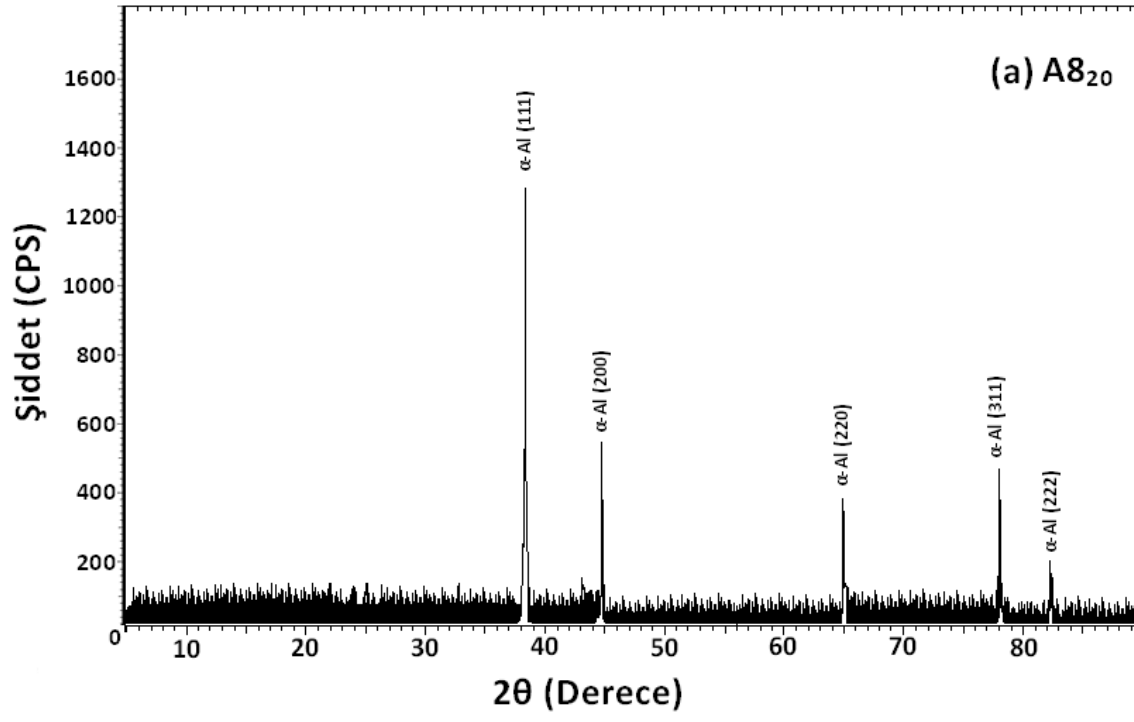
No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.280	2.3342	100	Al (111)
2	44.502	2.0198	45.2	Al (200)
3	65.182	1.4161	31.7	Al (220)
4	78.208	1.2178	39.9	Al (311)
5	82.397	1.1644	8.2	Al (222)

Tablo 4.6. A4₃₅ alařımının difraksiyon sonuçları

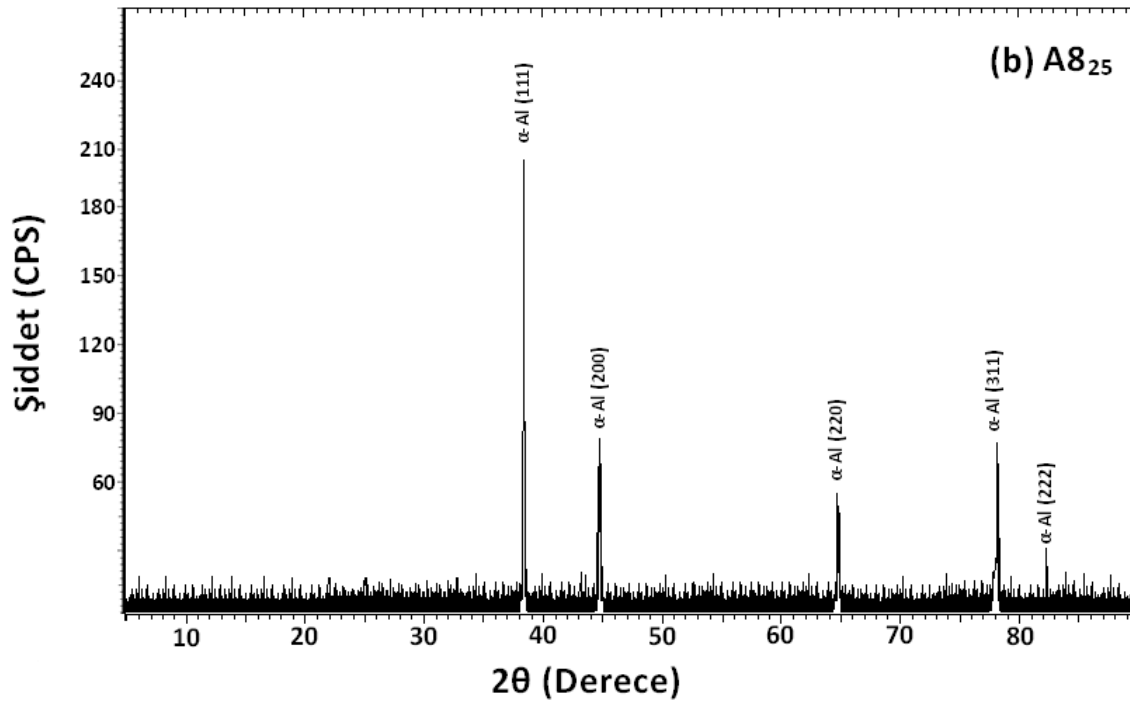
No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.270	2.3331	100	Al (111)
2	44.494	2.0181	37.6	Al (200)
3	65.170	1.4150	28.5	Al (220)
4	78.192	1.2161	33.5	Al (311)
5	82.373	1.1614	7.9	Al (222)



Şekil 4.4. (a) $A8_0$ ve (b) $A8_{10}$ alaşımlarının X-Işınımı difraksiyon pikleri.



Şekil 4.5. (a) A8₂₀ ve (b) A8₂₅ alaşımlarının X-Işınımı difraksiyon pikleri.



Şekil 4.6. (a) A8₃₀ ve (b) A8₃₅ alaşımlarının X-Işınımı difraksiyon pikleri.

Tablo 4.7. A8₀ alařımının difraksiyon sonuçları

No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	22.664	3.8982	9.7	Al ₁₁ Nd ₃ (101)
2	24.179	3.6821	9.9	Al ₃ Ni (020)
3	28.442	3.1336	12.4	Si (111)
4	33.646	2.7127	5.8	Al ₁₁ Nd ₃ (132)
5	38.357	2.3391	100	Al (111)
6	43.653	2.0842	8.9	Al ₃ Ni (131)
7	44.683	2.0281	35.2	Al (200)
8	47.854	1.9225	8.4	Si (220)
9	56.132	1.6581	6.2	Si (311)
10	65.227	1.4312	22.4	Al (220)
11	78.243	1.2219	28.8	Al (311)
12	82.431	1.1677	6.6	Al (222)

Tablo 4.8. A8₁₀ alařımının difraksiyon sonuçları

No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	22.672	3.8982	8.8	Al ₁₁ Nd ₃ (101)
2	24.181	3.6821	8.9	Al ₃ Ni (020)
3	28.453	3.1336	4.3	Si (111)
4	33.665	2.7127	8.1	Al ₁₁ Nd ₃ (132)
5	38.367	2.3343	100	Al (111)
6	43.636	2.0856	8.4	Al ₃ Ni (131)
7	44.706	2.0265	40.4	Al (200)
8	47.884	1.9204	8.2	Si (220)
9	65.235	1.4341	36.2	Al (220)
10	78.254	1.2216	29.5	Al (311)
11	82.443	1.1642	8.7	Al (222)

Tablo 4.9. A8₂₀ alařımının difraksiyon sonuçları

No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.402	2.3303	100	Al (111)
2	44. 741	2.0212	41.6	Al (200)
3	65.272	1.4311	34.3	Al (220)
4	78.278	1.2181	39.9	Al (311)
5	82.479	1.1598	10.2	Al (222)

Tablo 4.10. A8₂₅ alařımının difraksiyon sonuçları

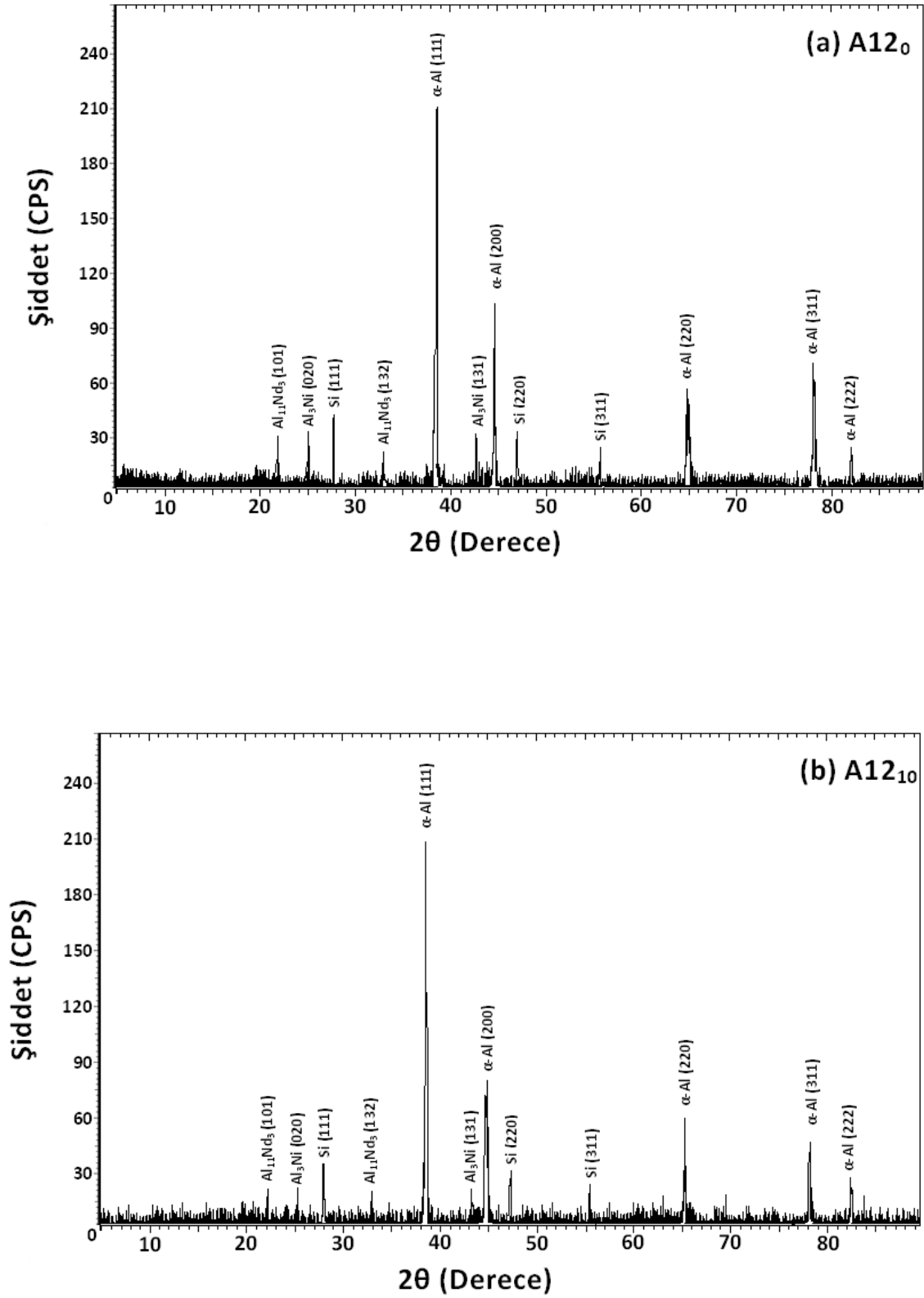
No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.447	2.3285	100	Al (111)
2	44. 763	2.0189	43.1	Al (200)
3	65.298	1.4183	31.8	Al (220)
4	78.276	1.2189	38.7	Al (311)
5	82.492	1.1568	11.5	Al (222)

Tablo 4.11. A8₃₀ alařımının difraksiyon sonuçları

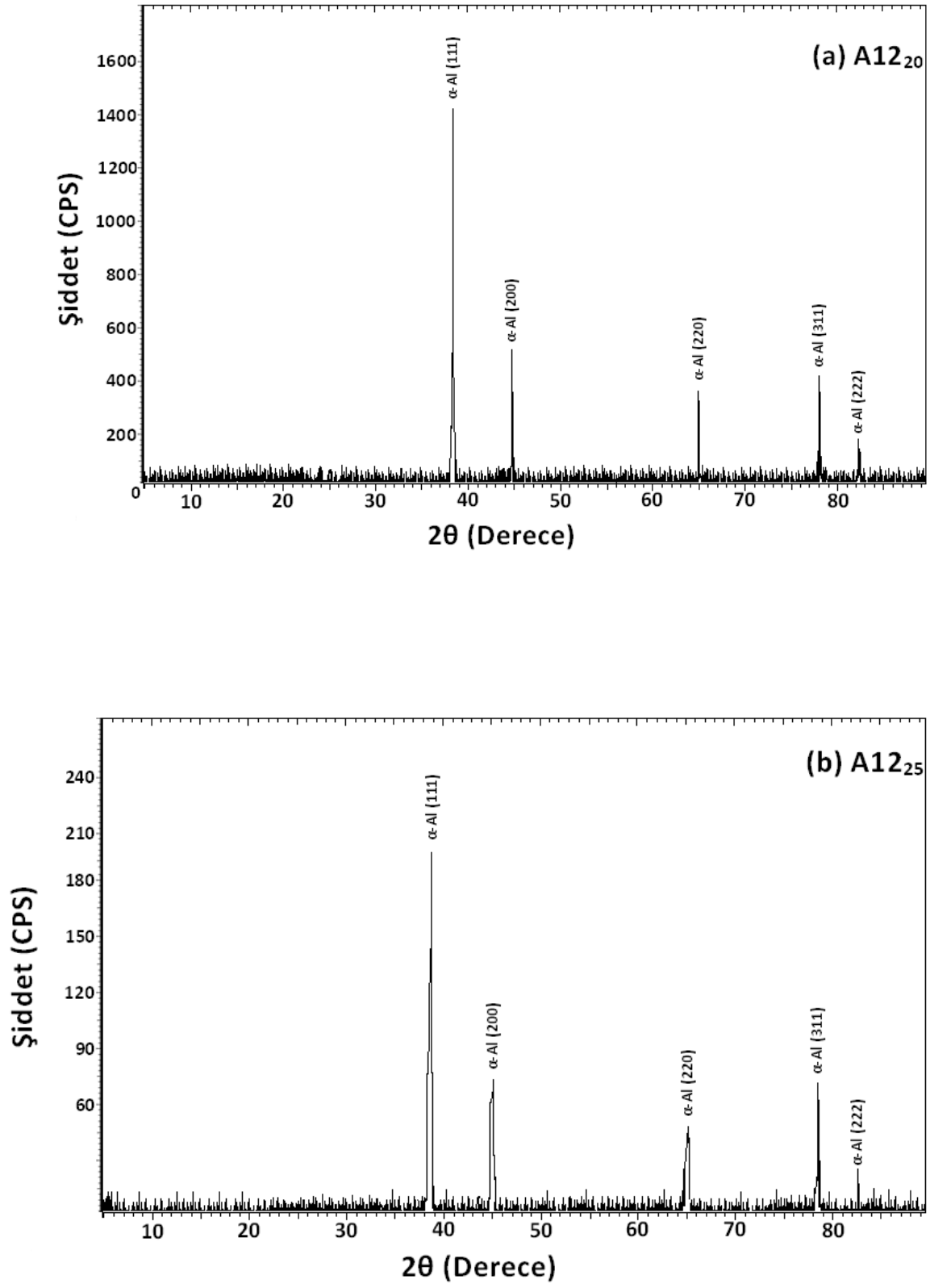
No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.461	2.3272	100	Al (111)
2	44. 772	2.0182	45.2	Al (200)
3	65.305	1.4178	31.7	Al (220)
4	78.282	1.2173	39.9	Al (311)
5	82.497	1.1556	8.2	Al (222)

Tablo 4.12. A8₃₅ alařımının difraksiyon sonuçları

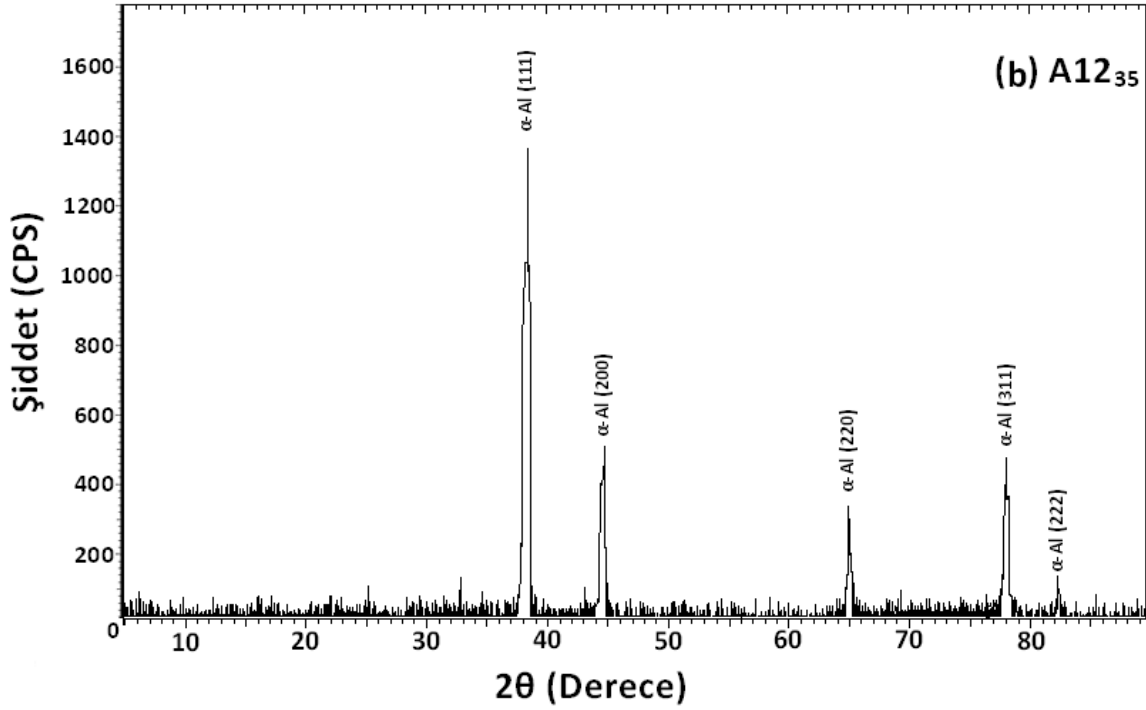
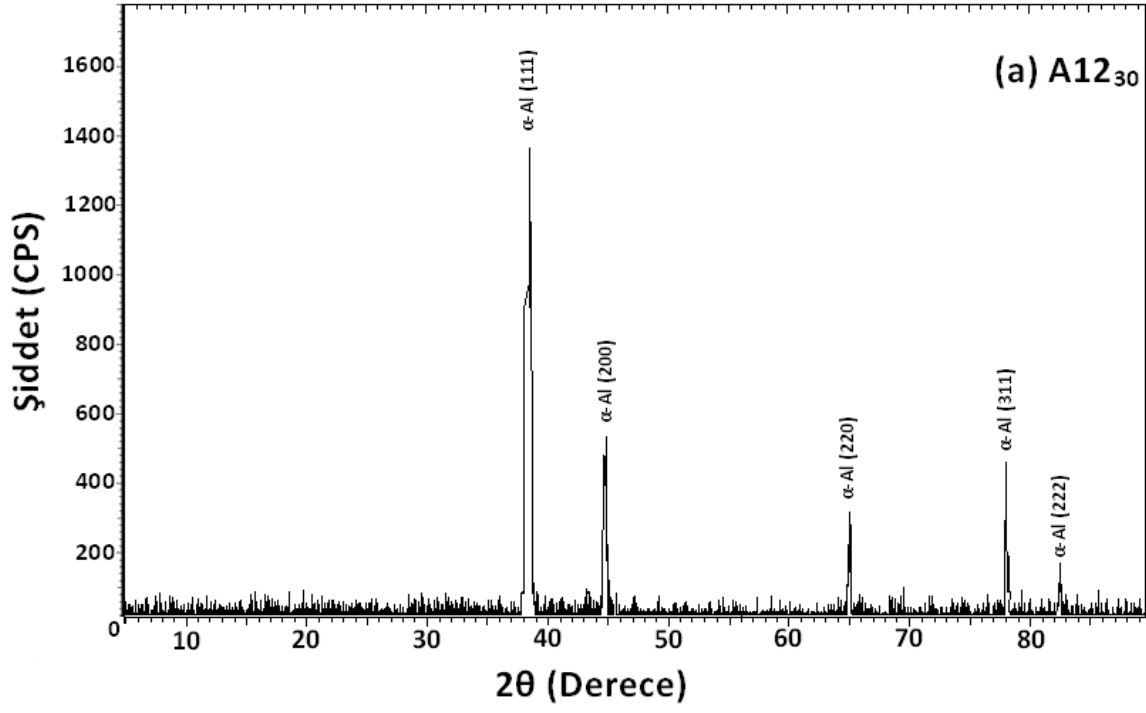
No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.486	2.3261	100	Al (111)
2	44. 797	2.0165	45.3	Al (200)
3	65.334	1.4154	32.1	Al (220)
4	78.287	1.2165	44.2	Al (311)
5	82.510	1.1546	7.2	Al (222)



Şekil 4.7. (a) A12₀ ve (b) A12₁₀ alaşımlarının X-Işınımı difraksiyon pikleri.



Şekil 4.8. (a) A12₂₀ ve (b) A12₂₅ alaşımlarının X-Işınımı difraksiyon pikleri.



Şekil 4.9. (a) A12₃₀ ve (b) A12₃₅ alaşımlarının X-Işınımı difraksiyon pikleri.

Tablo 4.13. Al₁₂0 alařımının difraksiyon sonuçları

No	2θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	22.642	3.8904	9.3	Al ₁₁ Nd ₃ (101)
2	24.176	3.6811	9.8	Al ₃ Ni (020)
3	28.486	3.1360	11.2	Si (111)
4	33.632	2.7141	6.4	Al ₁₁ Nd ₃ (132)
5	38.329	2.3376	100	Al (111)
6	43.673	2.0811	9.1	Al ₃ Ni (131)
7	44.629	2.0241	51.3	Al (200)
8	47.831	1.9203	9.3	Si (220)
9	56.128	1.6565	7.2	Si (311)
10	65.198	1.4292	19.7	Al (220)
11	78.218	1.2208	23.6	Al (311)
12	82.432	1.1677	7.5	Al (222)

Tablo 4.14. Al₁₂10 alařımının difraksiyon sonuçları

No	2θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	22.671	3.8865	9.2	Al ₁₁ Nd ₃ (101)
2	24.201	3.6759	10.1	Al ₃ Ni (020)
3	28.512	3.1342	14.3	Si (111)
4	33.665	2.7127	6.5	Al ₁₁ Nd ₃ (132)
5	38.353	2.3324	100	Al (111)
6	43.698	2.0786	8.2	Al ₃ Ni (131)
7	44.659	2.0228	50.6	Al (200)
8	47.874	1.9195	9.1	Si (220)
9	56.154	1.6532	7.5	Si (311)
10	65.207	1.4258	21.2	Al (220)
11	78.246	1.2179	33.7	Al (311)
12	82.416	1.1694	7.3	Al (222)

Tablo 4.15. A12₂₀ alařımının difraksiyon sonuçları

No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.384	2.3297	100	Al (111)
2	44.696	2.0198	41.7	Al (200)
3	65.241	1.4216	32.3	Al (220)
4	78.284	1.2121	37.6	Al (311)
5	82.447	1.1654	9.5	Al (222)

Tablo 4.16. A12₂₅ alařımının difraksiyon sonuçları

No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.398	2.3282	100	Al (111)
2	44.705	2.0186	43.3	Al (200)
3	65.258	1.4202	34.8	Al (220)
4	78.297	1.2113	41.2	Al (311)
5	82.454	1.1644	9.4	Al (222)

Tablo 4.17. A12₃₀ alařımının difraksiyon sonuçları

No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.407	2.3271	100	Al (111)
2	44.721	2.0169	39.4	Al (200)
3	65.269	1.4189	27.3	Al (220)
4	78.305	1.2101	38.6	Al (311)
5	82.472	1.1632	6.9	Al (222)

Tablo 4.18. A12₃₅ alařımının difraksiyon sonuçları

No	2 θ	d (Å)	I/I ₀	Faz (hkl)
1	38.426	2.3254	100	Al (111)
2	44.742	2.0149	39.5	Al (200)
3	65.289	1.4165	31.3	Al (220)
4	78.327	1.2186	37.3	Al (311)
5	82.494	1.1602	5.8	Al (222)

Şekil 4.7-4.9’ da A12 alaşımına ait ingot ve 10, 20, 25, 30 ve 35 m/s katılaştırma hızlarındaki şeritlerin XRD pikleri görülmektedir. A12₀ ingot numunesinde (Şekil 4.7(a)) α -Al, intermetalik Al₃Ni, Al₁₁Nd₃ ve FCC Si fazlarını içermekte yine benzer şekilde 10 m/s düşük hızda katılaştıran alaşımda da aynı pikler biraz zayıflayarak yer almaktadır (Şekil 4.7(b)) . Yüksek katılaştırma hızlarında ise (20, 25, 30 ve 35 m/s) sadece α -Al’ a ait pikler gözlenmektedir (Şekil 4.8 - 4.9). Hızlı katılaştırılmış A12 alaşım şeritlerinin taban seviyeleri incelendiğinde kabalaşmış piklere rastlanmamaktadır bunun sebebi ise artan Si oranıyla kristallenmenin artması şeklinde ifade edilebilir. Benzer şekilde yapılan çalışmalarda da Si oranının artmasının kristallenmeyi artırdığı ifade edilmektedir [99, 105, 121]. Her bir bileşime ait, gittikçe artan soğuma hızlarındaki kırınım desenleri incelendiğinde, soğuma hızı arttıkça Al₃Ni, Al₁₁Nd₃ ve Si fazlarına ait yansımaların relatif şiddetlerinin küçüldüğü gözlenmektedir (Bkz. Şekil 4.1-4.9). En yüksek soğuma hızlarında ise bu fazlara ait yansımaların dahi temel seviyeye düşüp kaybolduğu görülmektedir. Bu sonuç, önemli bir miktar alaşımın Al katı çözeltisi içinde çözünmesi şeklinde yorumlanmaktadır. Hızlı katılaştırılmış şeritlerin XRD analizlerinde gözlenen fazlara ait yansımaların relatif şiddetlerinin azalması, literatür çalışmalarında da tespit edilmiş bir durumdur [101-107, 122-133]. Şimdiye kadar yapılan Al esaslı çalışmalar incelendiğinde, hızlı katılaştırmanın etkisiyle önemli miktarda alaşımlama elementinin, Al katı çözeltisi içinde çözündüğü ortaya çıkmaktadır. Çözünen elementlerin miktarını belirlemek için her bir katılaşma hızında üretilmiş numunelerdeki α -Al fazına ait örgü parametresinden yararlanılabilir. Üretilmiş olduğumuz alaşımlardaki Al fazının örgü parametrelerini, JSPDS kartında Bragg şartının $2\theta=44.738^\circ$ de sağlandığı belirtilen (200) düzleminden olan yansımaları kullanarak hesaplayabiliriz. Hesaplama sonucunda elde edilen değerler Tablo 4.19’ da verilmektedir. Farklı katılaştırma hızlarında üretilmiş ingot ve şerit numuneler için hesaplanan ve Tablo 4.19’da verilen örgü parametreleri karşılaştırıldığında, katılaştırma hızı arttıkça örgü parametresinde belirgin bir düşüş olduğu gözlenmektedir. Literatürde verilen çalışmalarda da, hızlı katılaştırılmış şeritlerde α -Al fazının örgü parametresinin düştüğü bildirilmektedir [100-101, 132, 134, 127]. Normal katılaştırma ile üretilmiş ingot alaşımlardaki alaşımlama elementlerinin çözünürlüğünün ağırlıkça %0,01 civarında olduğu düşünüldüğünde ingot alaşımlarda ihmal edilecek kadar az bir alaşımlama elementinin Al katı çözeltisi içinde çözündüğü ortaya çıkar. Dolayısıyla ingot alaşımlardaki Al fazının örgü parametresinin, JCPDS kartlarında verilen saf alüminyumun örgü parametresi ($a_0=4.0494\text{\AA}$) civarında olması beklenir.

Tablo 4.19. İngot ve hızlı katılaştırılmış alaşımlarda Al fazına ait örgü parametresi analiz sonuçları.

Numune	2 θ	d (A°)	hkl	Hesaplanan örgü parametresi: a (A°)
A4 ₀	44.633	2.0244	200	a ₄₀ =4,0480
A4 ₁₀	44.621	2.0236	200	a ₄₁₀ =4,0472
A4 ₂₀	44.609	2.0223	200	a ₄₂₀ =4,0446
A4 ₂₅	44.591	2.0213	200	a ₄₂₅ =4,0426
A4 ₃₀	44.502	2.0198	200	a ₄₃₀ =4,0396
A4 ₃₅	44.494	2.0181	200	a ₄₃₅ =4,0362
A8 ₀	44,683	2,0281	200	a ₈₀ =4,0562
A8 ₁₀	44,706	2,0265	200	a ₈₁₀ =4,0530
A8 ₂₀	44,741	2,0212	200	a ₈₂₀ =4,0424
A8 ₂₅	44,763	2,0189	200	a ₈₂₅ =4,0378
A8 ₃₀	44,772	2,0182	200	a ₈₃₀ =4,0364
A8 ₃₅	44,797	2,0165	200	a ₈₃₅ =4,0330
A12 ₀	44.629	2.0241	200	a ₁₂₀ =4,0482
A12 ₁₀	44.659	2.0228	200	a ₁₂₁₀ =4,0456
A12 ₂₀	44.696	2.0198	200	a ₁₂₂₀ =4,0396
A12 ₂₅	44.705	2.0186	200	a ₁₂₂₅ =4,0372
A12 ₃₀	44.721	2.0169	200	a ₁₂₃₀ =4,0338
A12 ₃₅	44.742	2.0149	200	a ₁₂₃₅ =4,0298

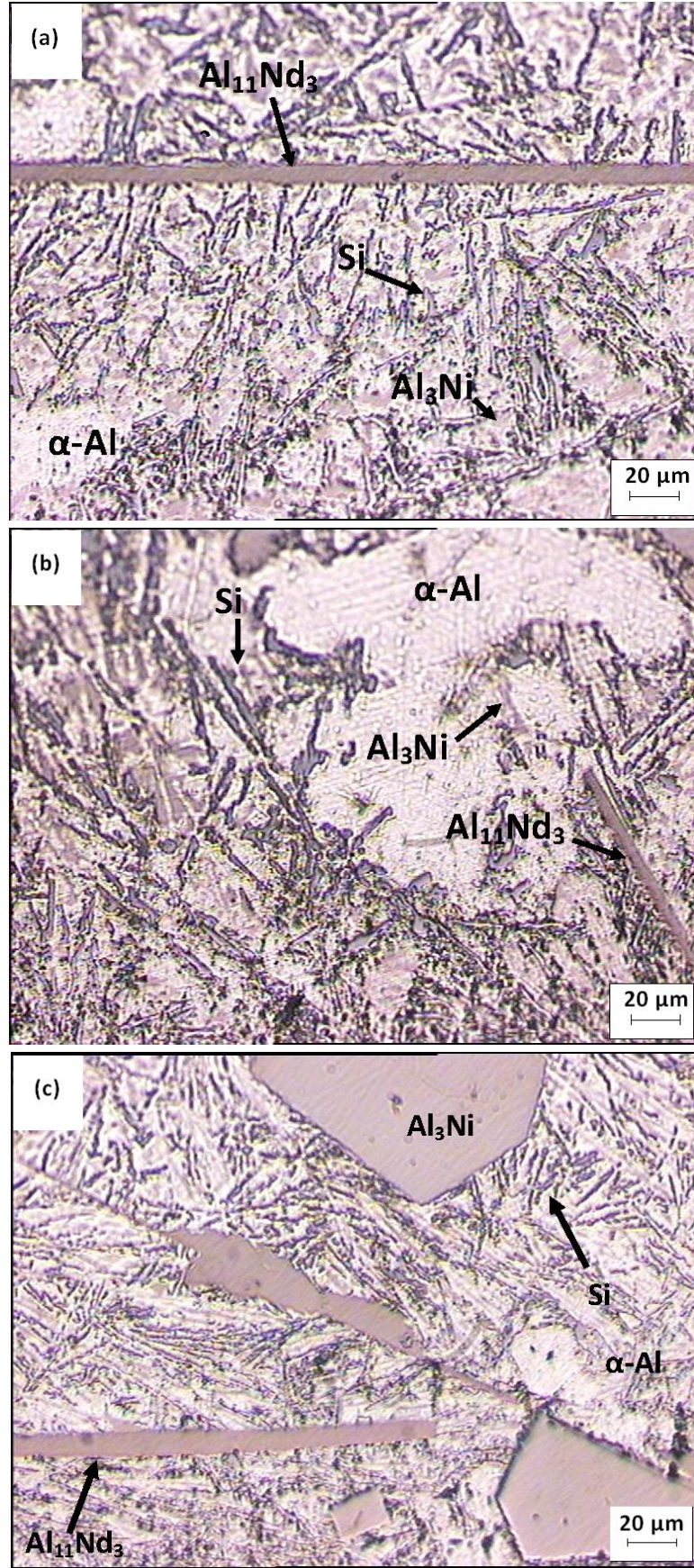
Çalışmamızda elde edilen sonuçlar incelendiğinde (Tablo 4.19), beklenilene yakın sonuçlar elde edildiği görülür. Buradan hareketle, hızlı katılaştırılmış şeritlerdeki Al fazı için hesaplanan örgü parametrelerinin, aynı bileşimli ingot alaşımlarda tespit edilen örgü parametrelerine göre değişimi, Vegard kanununa göre, Al içinde çözünmüş madde miktarı ile ilişkilidir. Yapılan literatür çalışmalarında, Al katı çözeltisi içinde çözünmüş her % 1 civarındaki element başına, örgü parametresinde, saf alüminyumun örgü parametresine kıyasla $\Delta a_1 = 3.7 \times 10^{-5} - 1.23 \times 10^{-3}$ nm' ye kadar değişen oranlarda değişiklik meydana geleceği öngörülmektedir [132-134, 196, 197]. Örgü parametresindeki değişimlerden yararlanarak, A4 alaşımı için Δa_1 ' deki değişim %18.24, A8 alaşımı için Δa_1 ' deki değişim %10.32 ve A12 alaşımı için Δa_1 ' deki değişim %6.14' e karşılık gelmektedir ve fazlar kabaca bu oranlarda alaşım içerisinde çözünmüştür. Ayrıca alaşımdaki fazların belirlenmesi amacıyla yapılan XRD

analizlerindeki Al_3Ni , $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$ ve Si fazından kaynaklanan yansımaların relatif şiddet oranlarındaki azalma bu sonucu desteklemektedir. Daha önce yapılan çalışmalar incelendiğinde; Öveçoğlu ve arkadaşları [127] çözünen element miktarını %3.83, Lopez ve arkadaşları [198] çözünen element miktarını 15.7, Rajabi ve arkadaşları [133] çözünen element miktarını %7.2 ve Birol [134] çözünen element miktarını %6.35 olarak hesaplamışlardır. Ayrıca Si, Ni ve Nd elementlerinin alaşım içerisinde tamamen çözündüğünü ifade etmek hata olur çünkü XRD analizinde tarama aralığı sınırlıdır taranan hacim %5 civarında olduğu için belli yansıma pikleri bu aralıkta ortaya çıkmaz ve hızlı katılaştırma mekanizması denge diyagramındaki katı çözünürlük limitlerini zorlayarak çok büyük miktarda artırır.

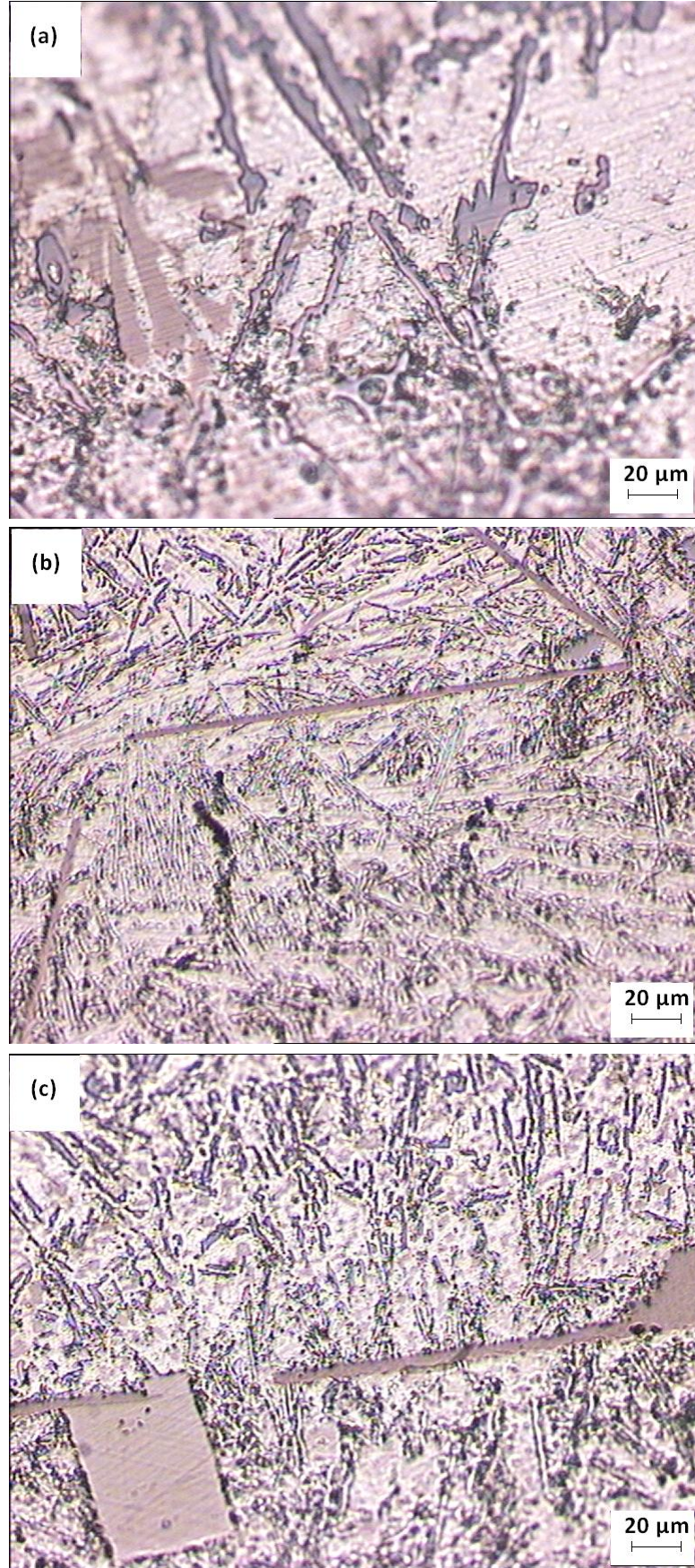
4.2. OM İle Mikroyapı Analizi

Yüzeyleri parlatılan ve dağlanan numuneler, Olympus BH2 marka metal mikroskopunda incelendi ve yüzey fotoğrafları çekildi. İngot alaşımlar üst orta ve alt kesitleri ile hızlı katılaştırılmış şeritlerin disk yüzeylerinin fotoğraf çekimleri yapıldı. Şekil 4.10-4.14' de optik mikroskopla çekilen ingot ve hızlı katılaştırılmış şeritlerin disk yüzey görüntüleri görülmektedir. Şekil 4.10. (a), (b) ve (c) sırasıyla ingot A4_0 , A8_0 ve A12_0 alaşımlarının enine kesitlerini göstermektedir. Fotoğraflarda A4_0 ve A8_0 ingot alaşımlarında mikroyapı birbirine benzemektedir her iki alaşımda da zemin gri renkli $\alpha\text{-Al}$ fazını, dentritik şekiller Si fazını, kaburga şeklinde gri bölgeler Al_3Ni intermetalik fazını ve uzun çubuklar da intermetalik $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$ fazını göstermektedir (Bkz. Şekil 4.10(a)-(b)). A12_0 ingot alaşımında mikroyapı A4_0 ve A8_0 ingot alaşımlarına benzemekle birlikte artan Si miktarına bağlı olarak farklılık taşımaktadır. Gözlemlenen en belirgin fark ise intermetalik Al_3Ni ve Si fazının kübik şekilde alaşım içerisinde yer almasıdır (Bkz. Şekil 4.10(c)).

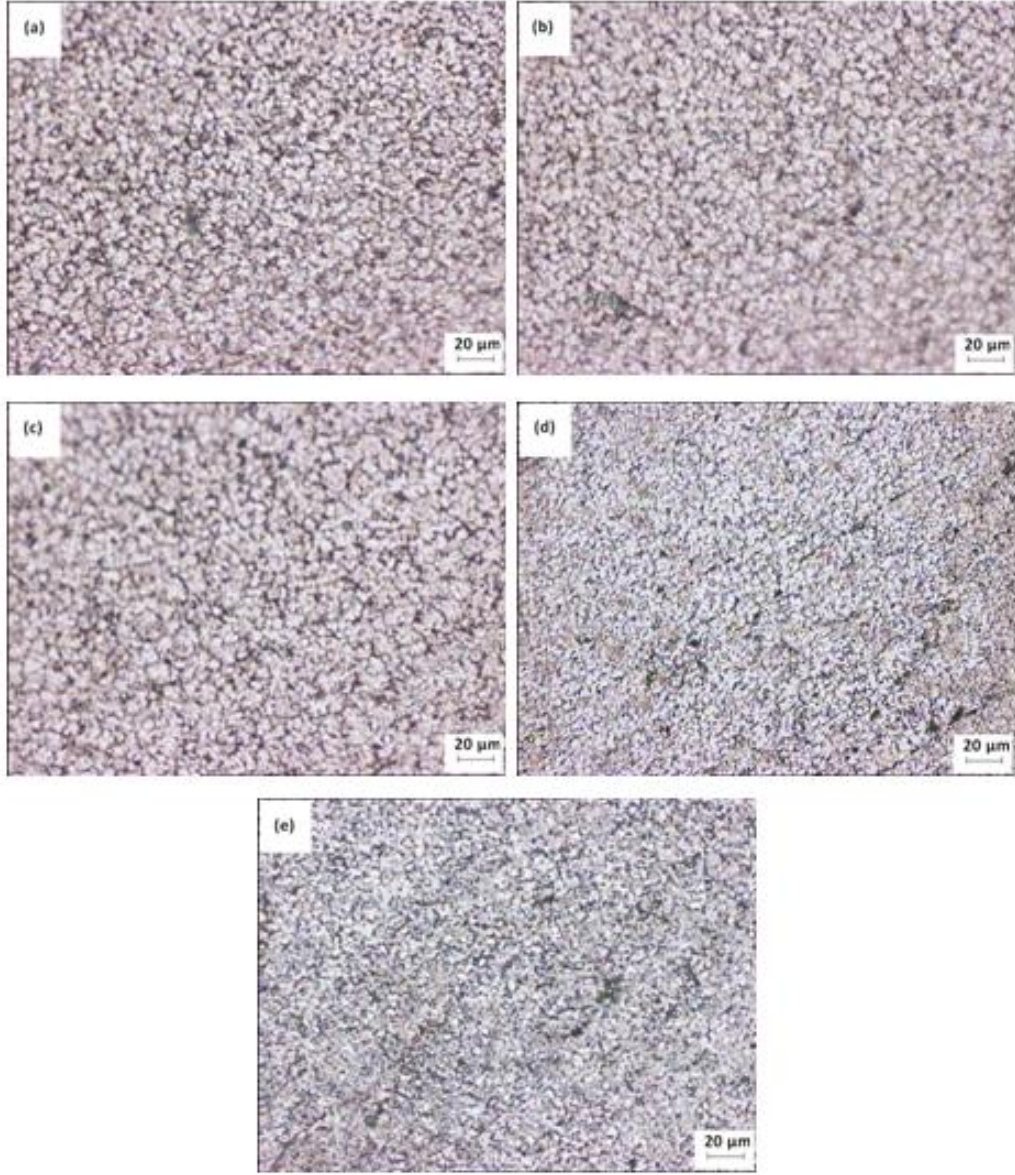
Şekil 4.11. (a), (b) ve (c) ise sırasıyla ingot A4_0 , A8_0 ve A12_0 alaşımlarının boyuna kesitlerini göstermektedir. Şekillerde yine fazlar birbirinden belirgin bir biçimde ayrılmakta ve boyuna kesitlerde gözlenen mikroyapı karakterlerini taşımaktadır. Şekillerdeki temel fark alaşımlama elementinin miktarına bağlı olarak farklılıklar gösteren mikroyapılardır. Alüminyum esaslı daha önce yapılan çalışmalar incelendiğinde ingot alaşımlarda genellikle Ni' in kaburga kollar şeklinde [103, 104], Si' un dentritler şeklinde [99, 100] ve Nd' nin büyük çubuklar şeklinde [93, 113] katılaştığı belirtilmektedir.



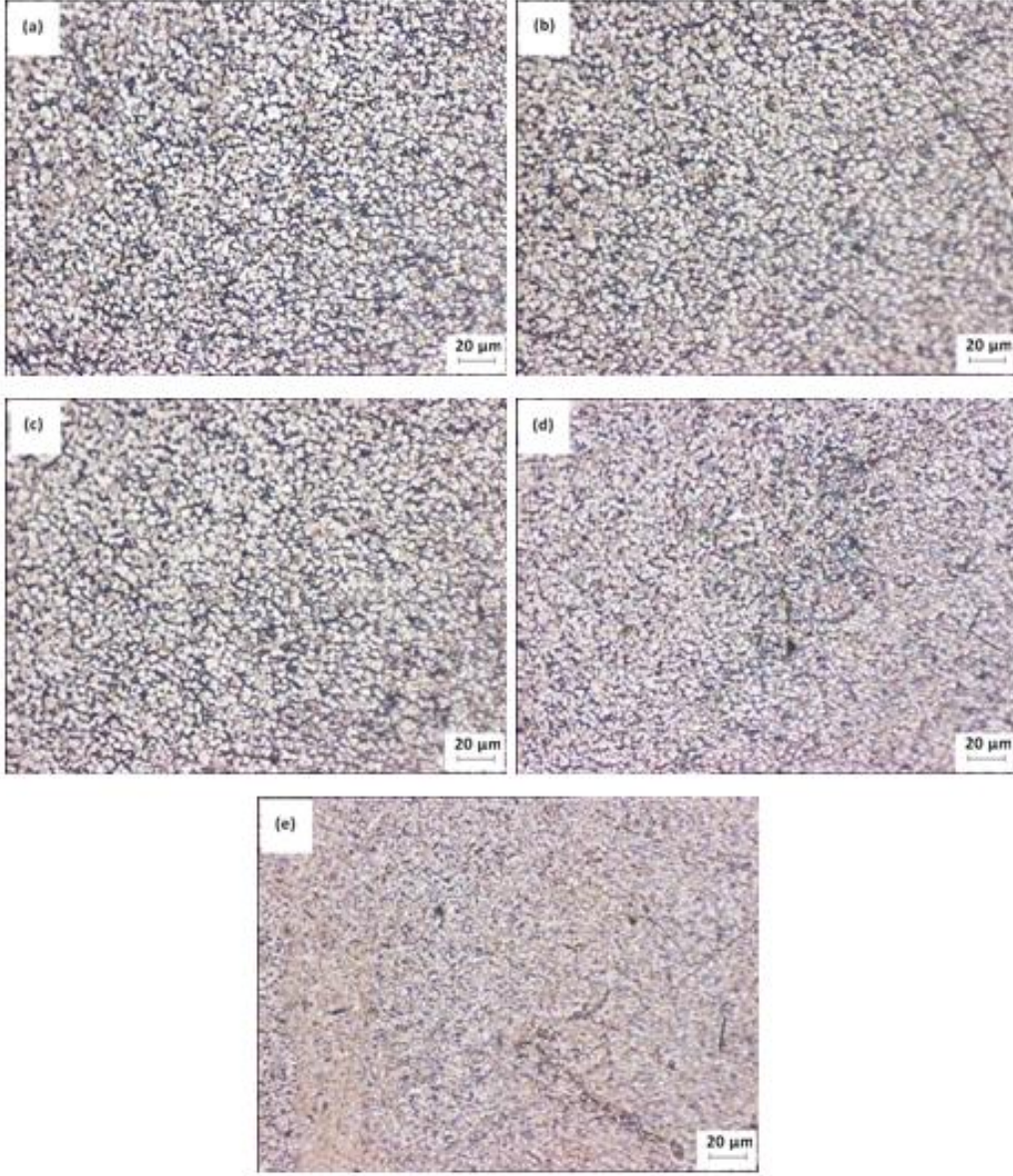
Şekil 4.10. (a) A4₀, (b) A8₀ ve (c) A12₀ ingot alaşımlarının enine OM fotoğrafları.



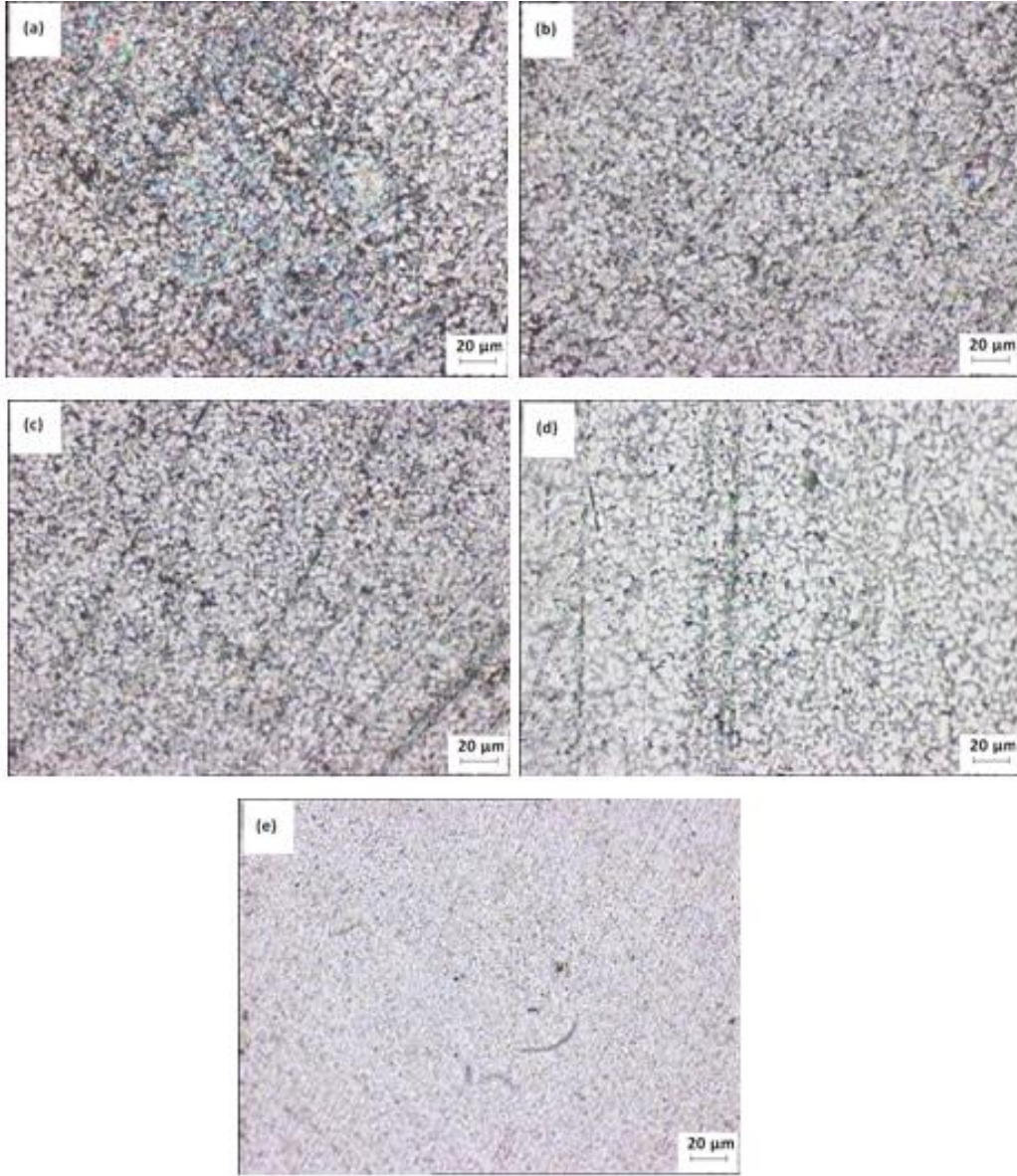
Şekil 4.11. (a) A4₀, (b) A8₀ ve (c) A12₀ ingot alaşımlarının boyuna OM fotoğrafları.



Şekil 4.12. (a) A4₁₀, (b) A4₂₀, (c) A4₂₅, (d) A4₃₀ ve (e) A4₃₅ hızlı katılaştırılmış alaşımlarının sırasıyla 10, 20, 25, 30 ve 35 m/s hızlarında üretilmiş OM fotoğrafları.



Şekil 4.13. (a) Al₈₁₀, (b) Al₈₂₀, (c) Al₈₂₅, (d) Al₈₃₀ ve (e) Al₈₃₅ hızlı katılaştırılmış alaşımlarının sırasıyla 10, 20, 25, 30 ve 35 m/s hızlarında üretilmiş OM fotoğrafları.



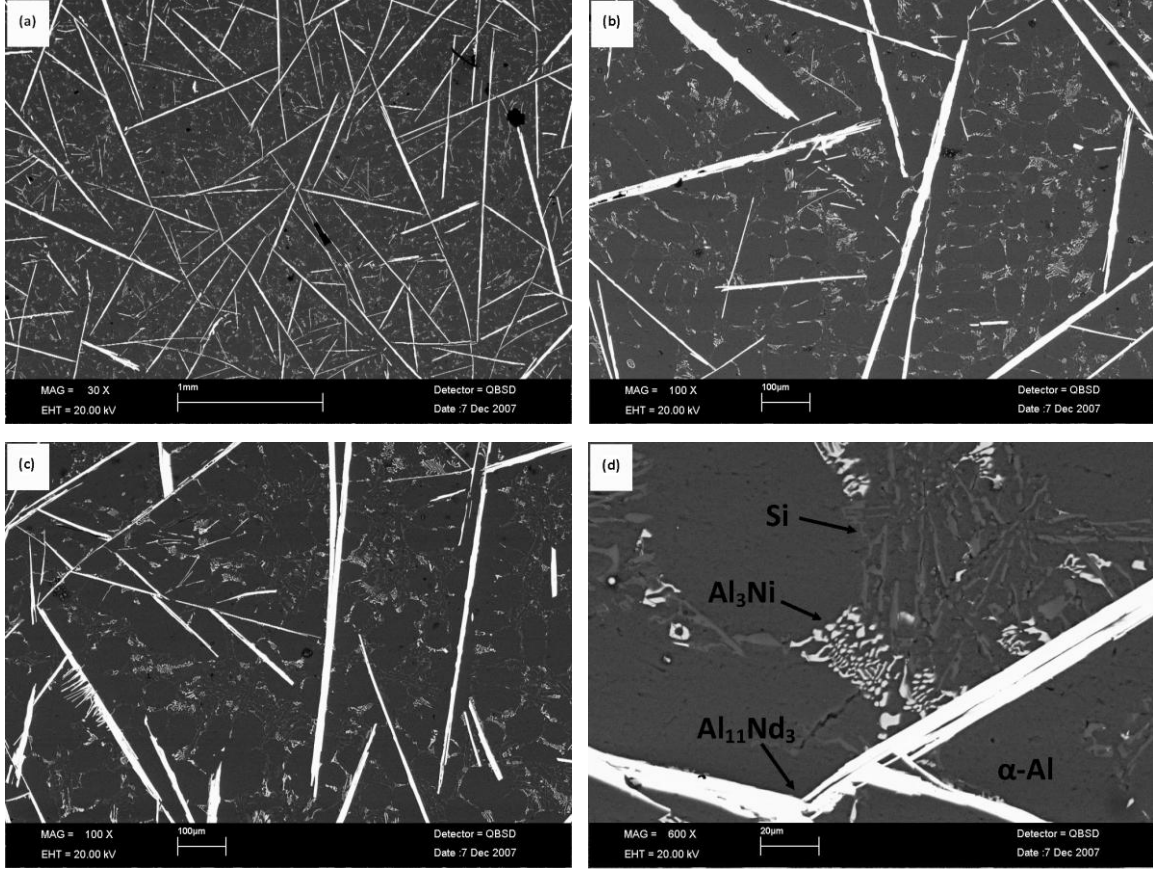
Şekil 4.14. (a) A12₁₀, (b) A12₂₀, (c) A12₂₅, (d) A12₃₀ ve (e) A12₃₅ hızlı katılaştırılmış alaşımlarının sırasıyla 10, 20, 25, 30 ve 35 m/s hızlarında üretilmiş OM fotoğrafları.

Şekil 4.12 - 4.14 farklı katılaştırma hızlarında üretilen A4, A8 ve A12 hızlı katılaştırılmış alaşımlarının mikroyapılarını göstermektedir. Hızlı katılaştırılmış şeritlerin katılma davranışlarının incelenmesi ve oluşan mikroyapılardaki farklılıklar OM ile yapılan analizlerle incelenebilir. Özellikle düşük katılma hızlarında 10, 20 ve 25 m/s A4, A8 ve A12 alaşımlarının disk yüzeylerine ait olan fotoğraflarda çok küçük ($\sim 1 \mu\text{m}$) yuvarlak partiküller gözlenmektedir. Bu partiküller OM'un çözünürlük gücüne bağlı olarak bize fazların ayrıntılı çözümünü vermemekle birlikte kabaca katılmanın disk yüzeyinden başladığını ve disk yüzeyine yakın bölümdaki çok ince taneli bölgede, atomların difüzyona fırsat bulmaksızın katılarak oluştuğunu göstermektedir.

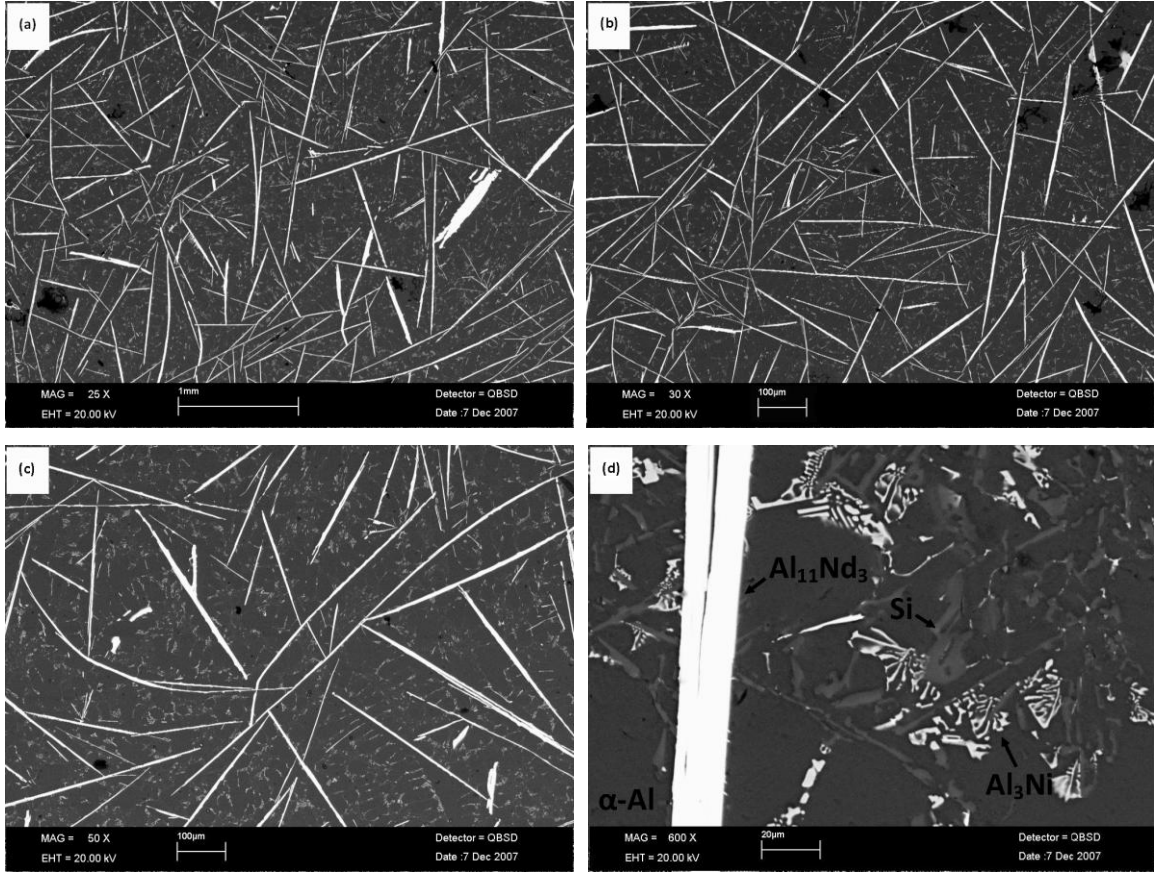
Hızlı katılaştırılmış A4, A8 ve A12 alaşımlarının şerit kesitlerinin incelendiği literatür çalışmalarında da benzer mikroyapılar gözlenmiştir [98-106]. 30 ve 35 m/s yüksek katılma hızlarında; A4, A8 ve A12 alaşımlarının disk yüzeylerine ait olan fotoğraflarında ise yüksek hıza bağlı olarak şeritlerin daha ince ve homojen bir mikroyapıya sahip olduğu gözlenmektedir. Katılma hızı arttıkça mikroyapıda belirgin bir incelmeye görülmektedir. Hızlı katılaştırılmış şeritlerin mikroyapısı ingot numunelere göre çok daha ince ve homojendir ayrıca bütün şeritler de $\alpha\text{-Al}$ dentritleri etrafında yer alan çok ince taneli tipik bir ötektikaltı katılma yapısı gözlenmektedir. Elde edilen bu homojen mikroyapılar literatürdeki çalışmalarla tamamıyla uyum içindedir [119-128]. Yapıda meydana gelen bu tanecik küçülmesi alaşımlama elementi olarak kullanılan Ni, Nd ve Si' un yapı içerisinde daha iyi dağılımına neden olmakta ve bu homojen dağılım neticesinde de mikrosertlik değerlerinde artışlar meydana getirmektedir.

4.3. SEM İle Mikroyapı Analizi

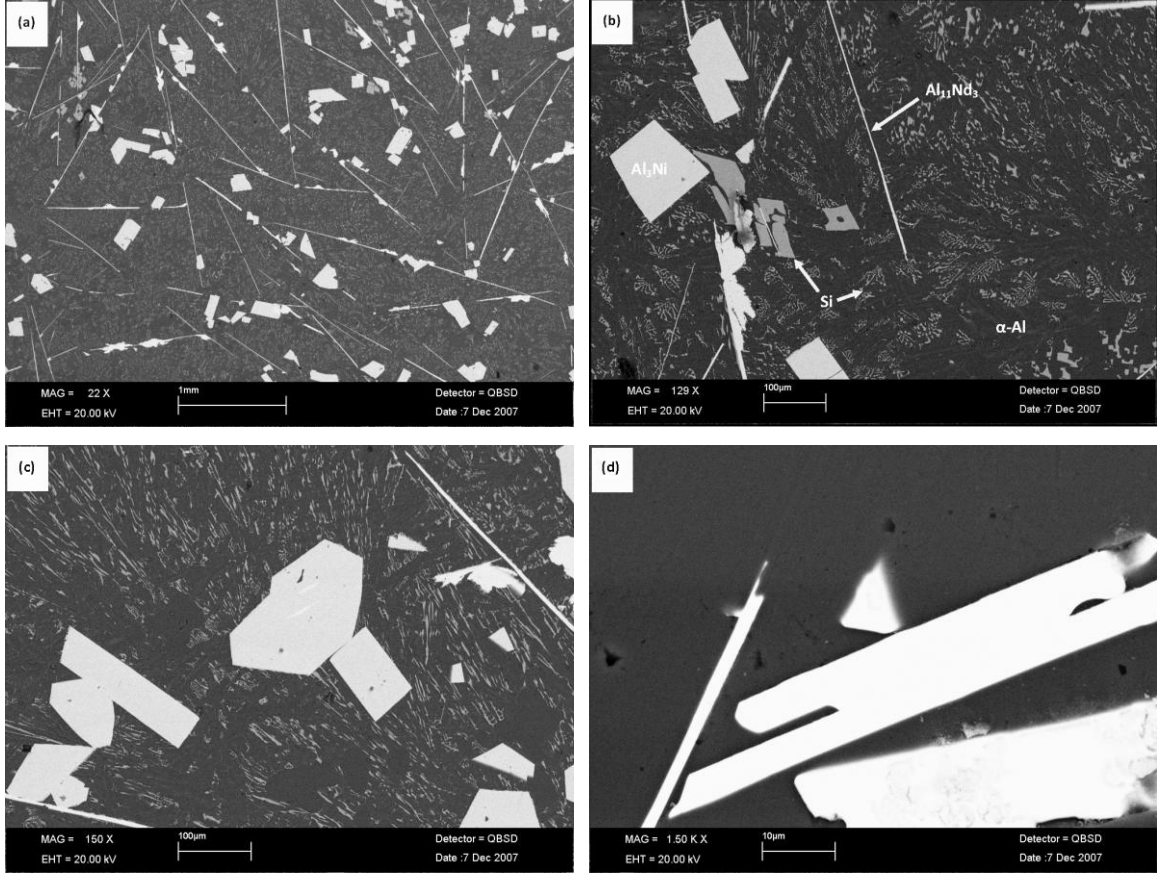
Normal ve hızlı katılaştırma yöntemiyle üretilen alaşımlara ait ayrıntılı mikroyapı analizi SEM ile farklı büyütme oranlarında çekilen fotoğraflarla gerçekleştirilmiştir. Analizler esnasında numuneler Elektron mikroskobunun tablasına yatay olarak yerleştirildi, vakum çalıştırılarak detektör ve numune bölümündeki hava boşaltıldı. Yapılan bütün analizlerde, elektron demeti ile numune yüzeyi arasındaki açı 90° olacak şekilde sabit tutuldu. Elektron tabancası çalıştırılarak numune elektron bombardımanına tutuldu. Numuneden gelen elektronlar detektörde toplanıp görüntüler dijital olarak elde edildi. SEM analizlerine ait fotoğraflar Şekil 4.15 - 4.20' de verilmiştir.



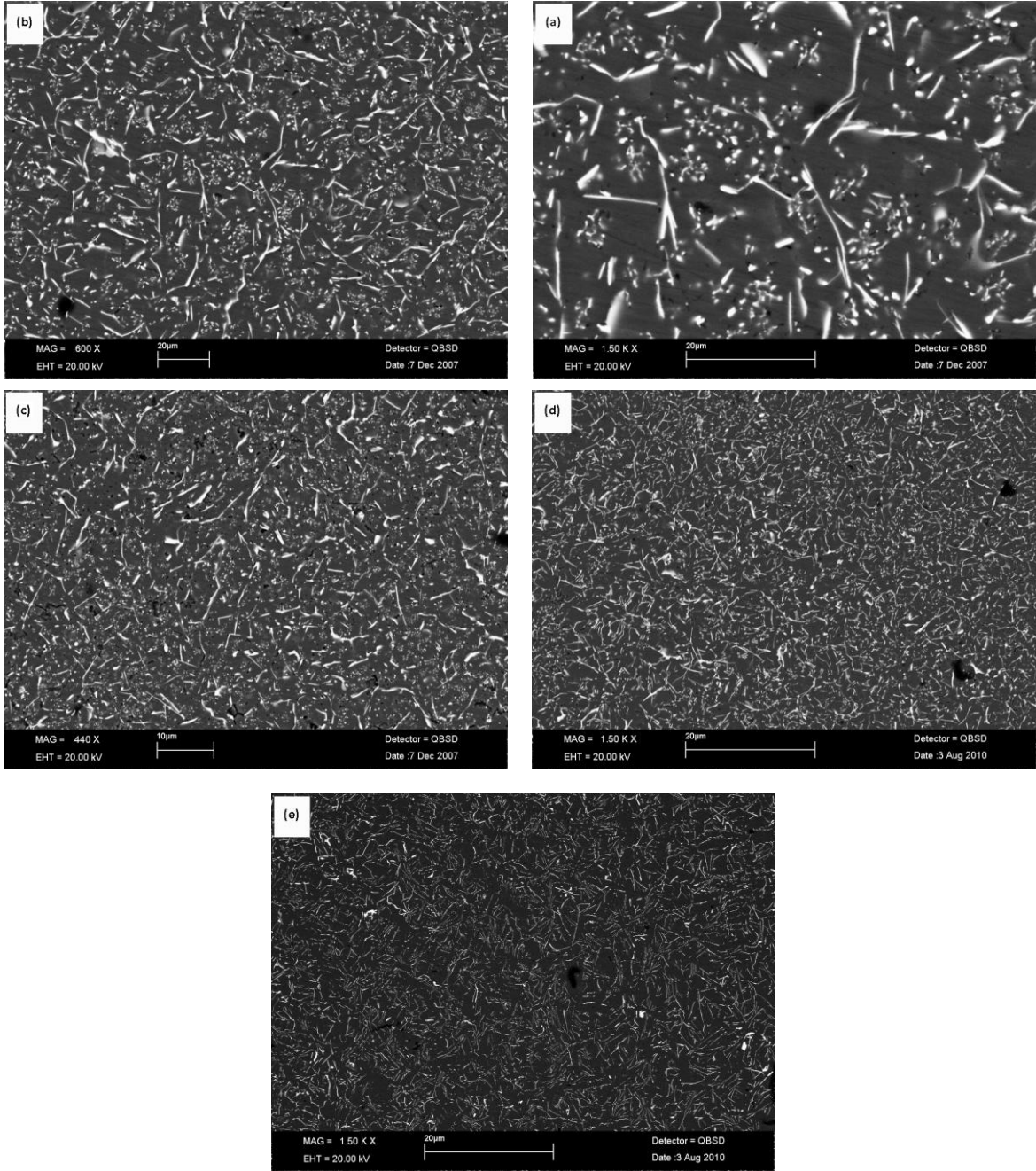
Şekil 4.15. A4₀ ingot alaşımına ait SEM fotoğrafları (a) 1mm ölçü genişliğinde çekilmiş görüntü, (b) 100µm ölçü genişliğinde çekilmiş boyuna kesit görüntü, (c) 100µm ölçü genişliğinde çekilmiş enine kesit görüntü, (d) 20µm ölçü genişliğinde çekilmiş boyuna kesit görüntü.



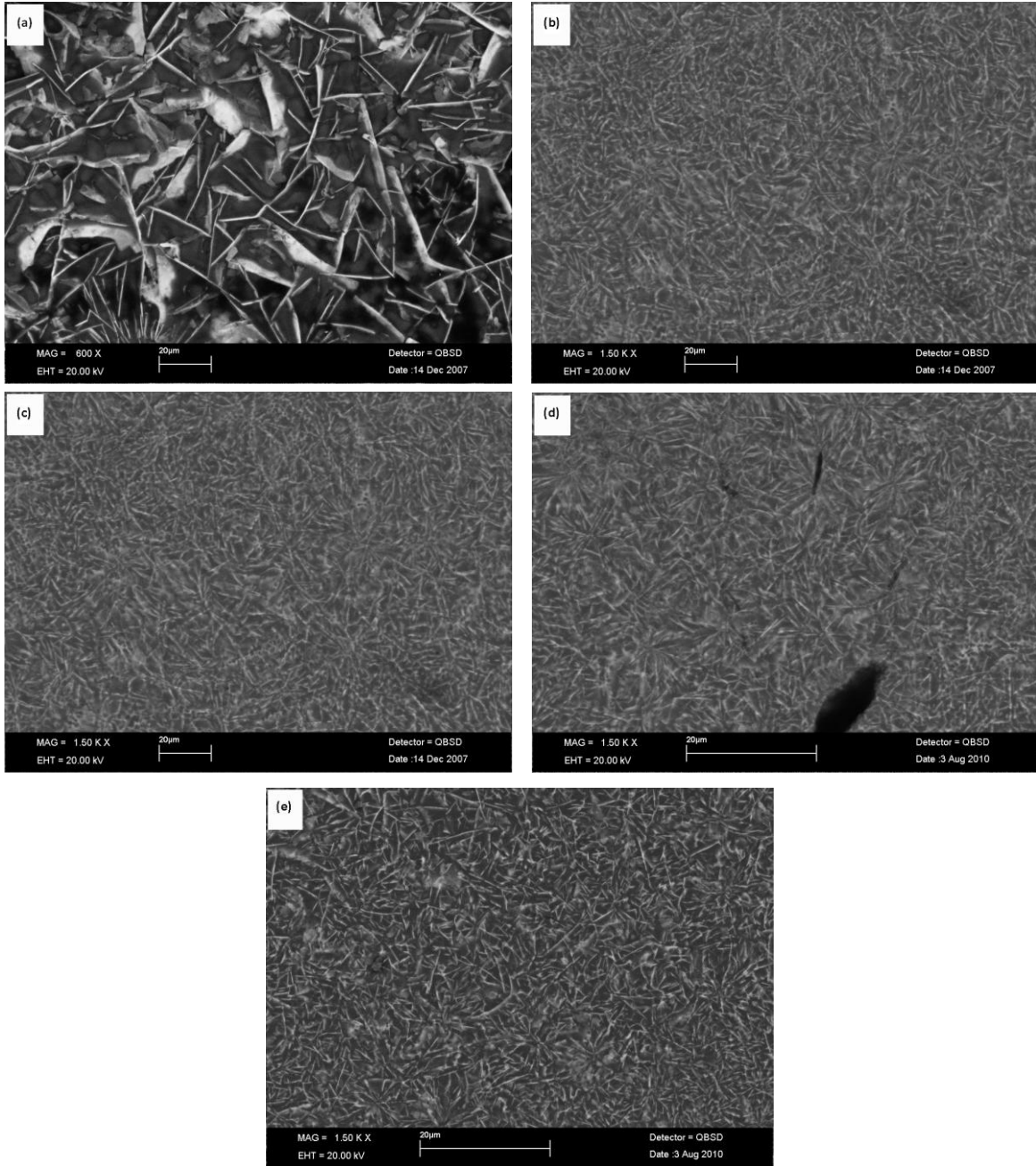
Şekil 4.16. A8₀ ingot alaşıma ait SEM fotoğrafları (a) 1mm ölçü genişliğinde çekilmiş görüntü, (b) 100µm ölçü genişliğinde çekilmiş boyuna kesit görüntü, (c) 100µm ölçü genişliğinde çekilmiş enine kesit görüntü, (d) 20µm ölçü genişliğinde çekilmiş boyuna kesit görüntü.



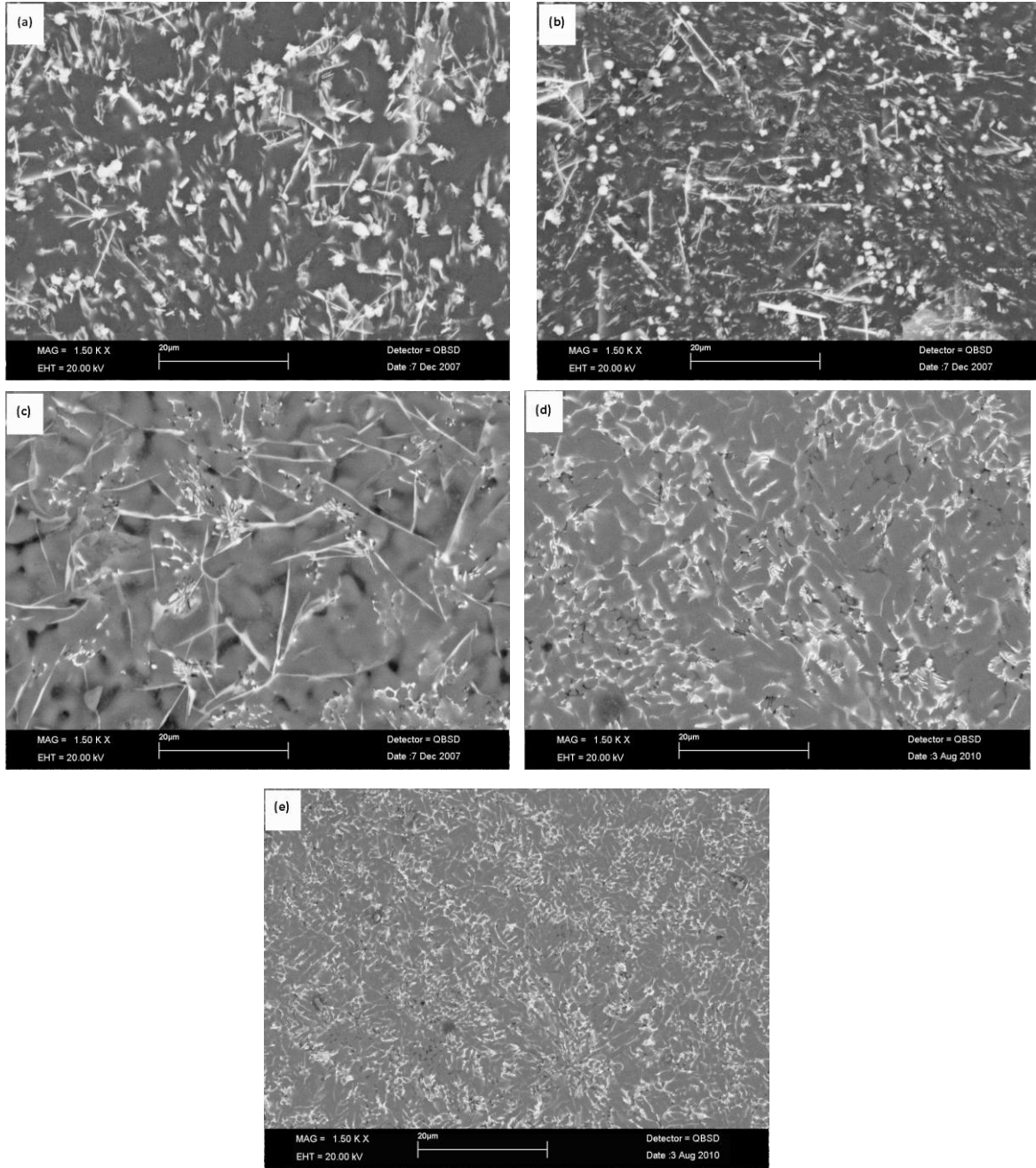
Şekil 4.17. Al_{20} ingot alaşımına ait SEM fotoğrafları (a) 1mm ölçü genişliğinde çekilmiş görüntü, (b) 100µm ölçü genişliğinde çekilmiş boyuna kesit görüntü, (c) 100µm ölçü genişliğinde çekilmiş enine kesit görüntü, (d) 20µm ölçü genişliğinde çekilmiş boyuna kesit görüntü.



Şekil 4.18. (a) A4₁₀, (b) A4₂₀, (c) A4₂₅, (d) A4₃₀ ve (e) A4₃₅ hızlı katılaştırılmış alaşımlarının sırasıyla 10, 20, 25, 30 ve 35 m/s hızlarında üretilmiş SEM fotoğrafları.



Şekil 4.19. (a) A8₁₀, (b) A8₂₀, (c) A8₂₅, (d) A8₃₀ ve (e) A8₃₅ hızlı katılaştırılmış alaşımlarının sırasıyla 10, 20, 25, 30 ve 35 m/s hızlarında üretilmiş SEM fotoğrafları.



Şekil 4.20. (a) A12₁₀, (b) A12₂₀, (c) A12₂₅, (d) A12₃₀ ve (e) A12₃₅ hızlı katılaştırılmış alaşımlarının sırasıyla 10, 20, 25, 30 ve 35 m/s hızlarında üretilmiş SEM fotoğrafları.

Mikroyapı araştırmalarında esas amaç fazları alaşım içerisinde tespit etmek ve alaşımları oluşturan fazların görünümünü ayrıntılı olarak analiz etmektir. İngot alaşımlarda OM fotoğraflarında gözlemlenen kaba tanecikler içeren mikroyapı, SEM analizlerinde daha ayrıntılı olarak gözlenmektedir. Şekil 4.15 - 4.17 sırasıyla A4₀, A8₀ ve A12₀ ingot alaşımının farklı büyütme oranlarıyla SEM görüntülerini göstermektedir. Şekil 4.15 (a)-(b)-(c) ve Şekil 4.16(a)-(b)-(c) A4₀ ve A8₀ ingot alaşımlarının SEM fotoğrafı olup her iki alaşımın faz yapısına ait şekiller birbirine oldukça benzemektedir. A4₀ ve A8₀ ingot alaşımlarının şekilleri arasındaki temel fark A4₀ ingot alaşımına göre A8₀ alaşımında artan Si oranına bağlı olarak tanecik sayısının artmasıdır. Şekil 4.15(d)-16(d) bize ingot alaşımların fazlarını daha da ayrıntılı olarak incelememizi sağlamaktadır. Alaşımımızın temelini oluşturan siyah renkli α -Al faz tabanı kaplamış olup alüminyum fazının üzerini gri renkli dentritik kollar şeklinde Silisyum, Silisyumun uçlarında da parlak gümüş renkli kaburga şeklinde intermetalik Al₃Ni ve çok belirgin parlak çubuklar şeklinde Al₁₁Nd₃ intermetalik fazı yer almaktadır (Bkz. Şekil 4.15(d) -16(d)). Şekil 4.17.(a)-(d) A12₀ ingot alaşımının farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri olup diğer A4₀ ve A8₀ numuneleriyle olan farkı yine artan Si oranına bağlı kaba kübik şekillerde Si ve Al₃Ni fazlarının gözlenmesidir. Literatürde Al-Ni ve Al-Si esaslı yapılan çalışmalarda da benzer mikroyapılar gözlenmiştir [103-104, 127-130].

Farklı soğuma oranının alaşımda meydana getirdiği mikroyapı değişikliğini Şekil 4.18-4.20' de görmemiz mümkündür. Şeritlerin yüzeylerinin SEM ile yapılan incelemelerinde, özellikle düşük disk devir hızlarında üretilmiş şeritlerin (10, 20 ve 25 m/s) Si, intermetalik Al₃Ni ve Al₁₁Nd₃ fazlarının belirli bölgelerdeki α -Al temel fazı etrafında toplanmasıyla oluşan daha süreksiz bir mikroyapıya sahip olduğu gözlenmektedir (Bkz. Şekil 4.18-20(a)-(b)-(c)). Özellikle en düşük devir hızı olan 10 m/s' de parçacıkların mikroyapılarındaki kabalık dikkat çekmektedir (Bkz. Şekil 4.18-20(a)). Bütün alaşım grupları için alaşıma eklenen Si miktarına bağlı olarak gözlenen mikroyapı farklılıkları oldukça dikkat çekicidir. A4 alaşımı için mikroyapı dentritik Si, Al₃Ni ve çubuk şeklindeki Al₁₁Nd₃ parçacıklarından oluşurken katılaştırma hızındaki artışa paralel olarak mikroyapıdaki homojenlik ve tanecik sayısındaki artış oldukça dikkat çekicidir (Bkz. Şekil 4.18(a)-(e)). A4 alaşımı diğer alaşım sistemlerine oranla daha düzenli faz dağılımına sahip olmakla birlikte kabaca ortalama tanecik boyutu 1-5 μm aralığında ölçülmüştür. Hızlı katılaştırılmış kısmi amorf Al₈₅Y₈Ni₅Co₂ alaşımlana ait yapılmış bir çalışmada [74], 1-2 μm tane boyutu için 2×10^6 K/s' lik bir soğuma oranı gerektiği bildirilmiştir. Buradan hareketle, bizim sistemimizde elde edilen soğuma oranının da 10^5 - 10^6

K/s civarlarında olduğu tahmin edilmektedir. Bu itibarla MS sistemlerinde beklenen 10^5 - 10^6 K/s arasındaki soğuma oranına ulaşıldığı anlaşılmaktadır. Şekil 4.19(a)-(e) farklı hızlarda katılaştırılmış A8 numunesine ait görüntüleri içermektedir. Şekil 4.19(a) en düşük soğuma hızı olan 10 m/s üretilen alaşım olup taneciklerin boyutu oldukça büyüktür ve tanecikler yeterince homojen dağılmamıştır. Şekil 4.19(b) incelendiğinde mikroyapıda sürekli ve büyük ölçüde homojen bir dağılım gözlenmektedir. Ancak bazı bölgelerde daha küçük boyutlu taneler de gözlenmektedir. Bu durumun bölgesel aşırı soğumalardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekil 4.19(c)-(e) ise sırasıyla 25, 30 ve 35 m/s hızlarında soğutulmuş alaşımlar olup mikroyapı daha sürekli ve büyük ölçüde homojen bir dağılım göstermektedir. A8 alaşımı için 20 m/s hızından sonra gözlemlenen bu daha küçük boyutlu tanelerin bölgesel aşırı soğumadan kaynaklandığı düşünülmektedir (Bkz. Şekil 4.19(c)-(e)). Özellikle A4 ve A8 hızlı katılaştırılmış şeritlerde tespit edilen mikroyapılar tanecik boyutlarıyla ve yapısal özellikleri bakımından literatürde yer alan kısmi amorf alaşımlara oldukça benzemektedir [91, 92, 107, 108]. XRD analizinde gözlenen kısmi amorf kırınım piklerinin Ni ve Nd' den kaynaklandığı ve ötektik altı oranlarda (%4-8) katkılanan Si' un alaşımın amorf olma davranışını bastırarak alaşımda kristal yapıların gözlenmesine sebep olduğu düşünülmektedir.

Şekil 4.20 ötektik nokta civarında (%12) Si katkılanan A12 hızlı katılaştırılmış alaşımın farklı katılaştırma hızlarındaki SEM fotoğrafını göstermektedir. A12 hızlı katılaştırılmış alaşımının mikroyapısında α -Al matrisin içerisinde hücrelerarası intermetalik fazlar dikkat çekmektedir. Özellikle en düşük katılaştırma hızı olan 10 ve 20 m/s' de mikroyapıda kaba dentritik Al_3Ni ve çubuk şeklindeki $Al_{11}Nd_3$ fazlar gözlenmektedir (Şekil 4.20(a)-(b)). Katılma hızı 25 m/s olduğunda ise mikroyapıda dikkate değer bir biçimde kabalaşma gözlenmekte (Şekil 4.20(c)). Daha yüksek katılaştırma hızı olan 30 m/s' de ise hızlı katılaştırılmış alaşımın mikroyapısı yaklaşık 2-3 μm çaplı homojen dağılmış hücresel taneciklerden oluşmaktadır (Şekil 4.20(d)). En yüksek katılaştırma hızı olan 35 m/s' de mikroyapı içerisindeki homojen dağılım bozulmamakla birlikte hücresel ve dentritik tanecikler birlikte yer almaktadır (Şekil 4.20(e)). Özellikle A12 alaşımında karşımıza çıkan hücresel tanecik yapısı bize alaşım içerisindeki bölgesel soğumaların yeterince sağlandığını ve hızlı katılaştırma sonucunda yüksek soğuma oranlarına ulaşıldığını belirtmektedir. Daha önce yapılan çalışmalarda da benzer sonuçlar gözlenmiştir [76, 199].

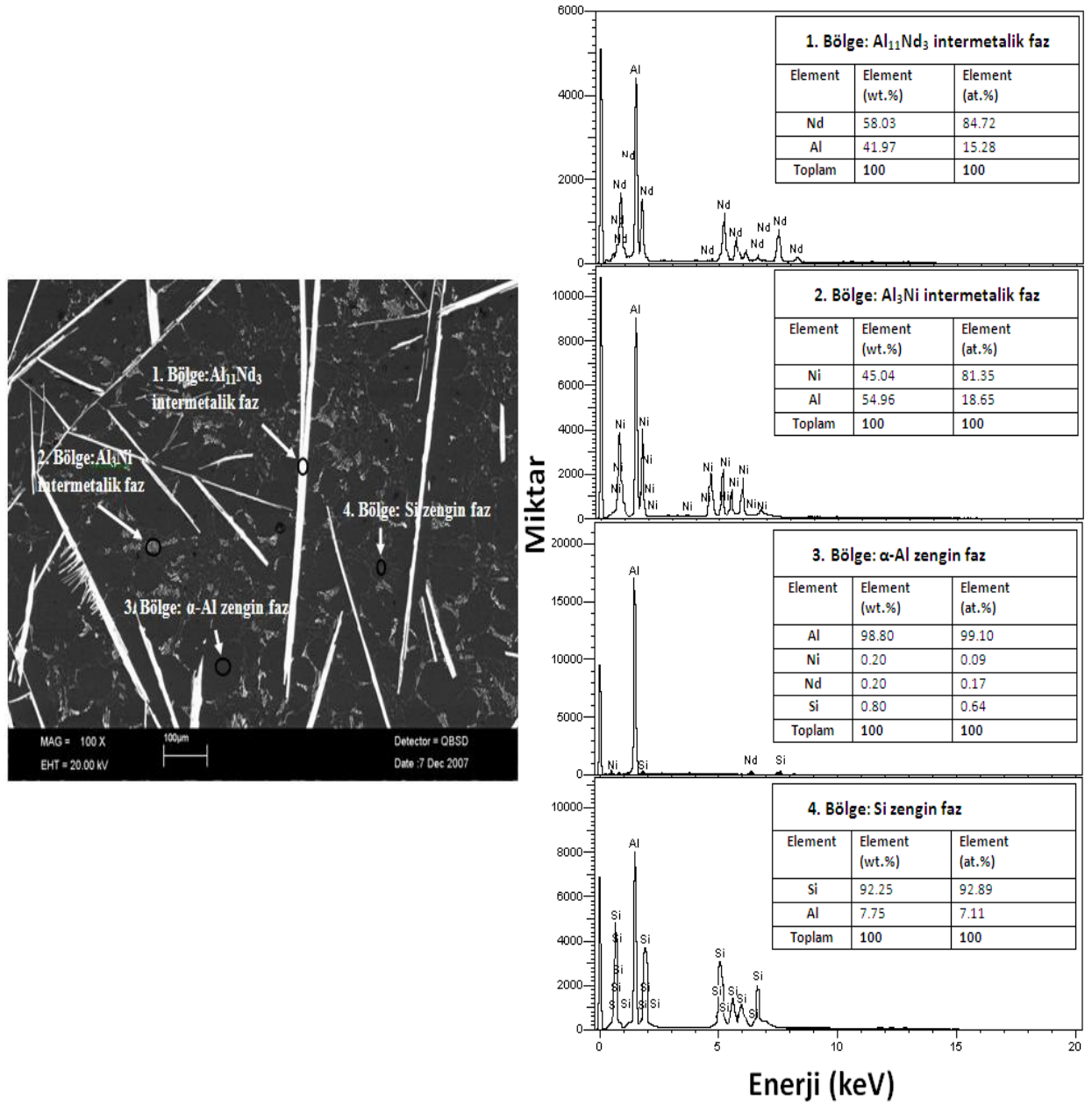
Şekil 4.10 - 4.14 ve Şekil 4.15 - 4.20 karşılaştırılınca SEM analiziyle bulunan sonuçlar, OM analizi ile bulunan sonuçları desteklemektedir. SEM fotoğrafları incelenen bu numunelerin lokal olarak EDS analizleri yapılacak olursa alaşımı oluşturan fazların alaşımlama kompozisyonları daha kolay gözükcektir. A4, A8 ve A12 hızlı katılaştırılmış alaşım şeritlerinin OM ve SEM fotoğraflarından ingot hallerine göre tanecik boyutundaki küçülmeler oldukça dikkat çekicidir. Bu küçülme katılaştırma hızıyla doğru orantılı olarak artmaktadır ve hızlı katılaştırılmış şeritlerden de görüleceği gibi katılaştırma hızı arttıkça mikroyapıdaki homojenlik de artmaktadır.

4.4. EDS Analizleri

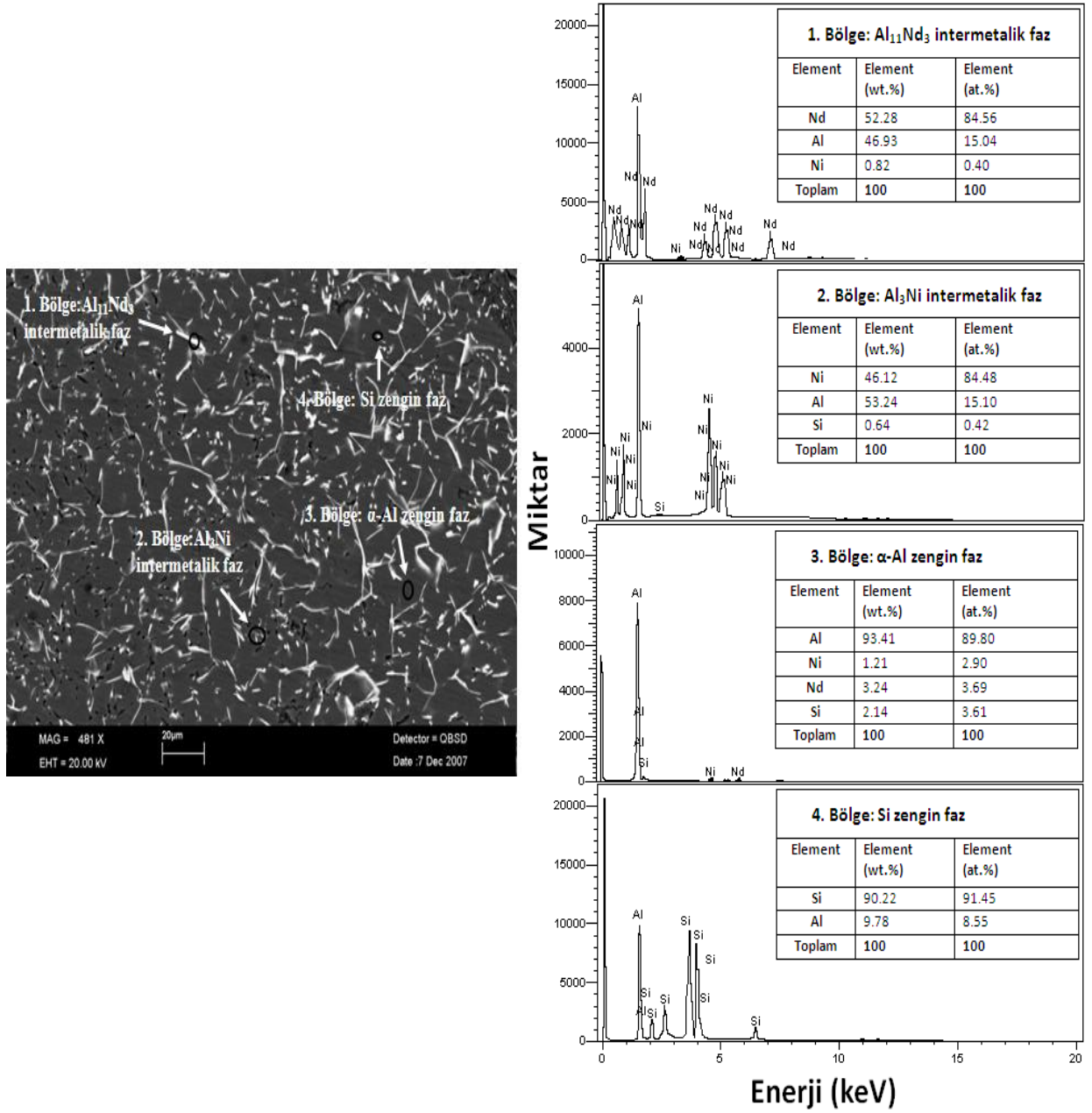
Numunelerin kantitatif ve kalitatif bileşim analizleri, LEO 440 SEM' e bağlanmış Voyager EDS ile yapılmıştır. EDS analizleri 1000 büyütmede, elektron demetinin 40° gelme açısı altında ve 20 kV hızlandırma voltajı altında yapıldı. EDS çalışmalarında elde edilen sonuçlar Tablo 4.20 ve Şekil 4.21 - 4.26' da ayrıntılı olarak verilmiştir.

Tablo 4.20. İngot ve hızlı katılaştırılmış A4, A8 ve A12 alaşımlarına ait genel EDS sonuçları.

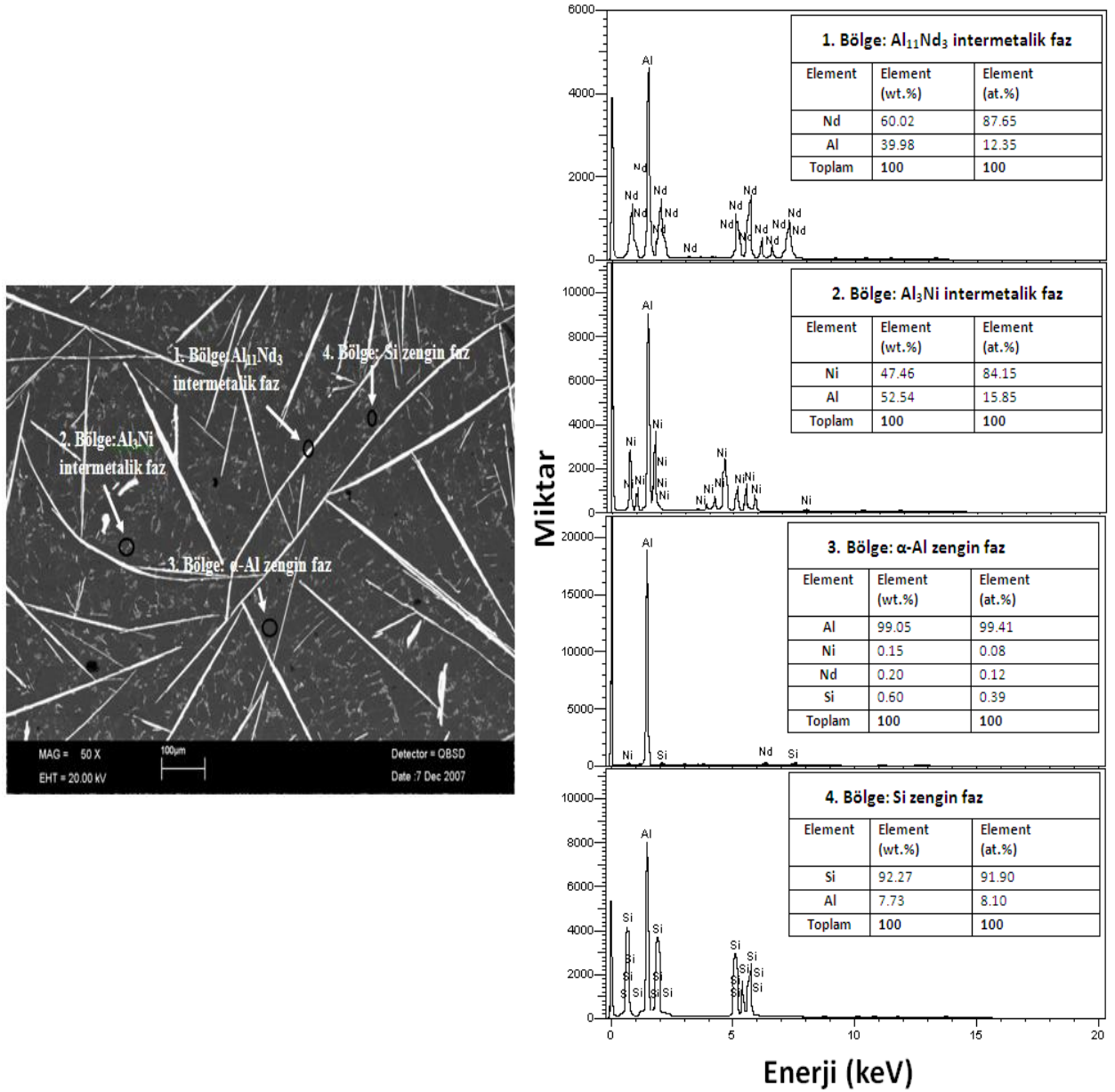
Malzeme	Al oranı (wt.%)	Ni oranı (wt.%)	Nd oranı (wt.%)	Si oranı (wt.%)
A4 ₀	91,21	3,52	3,21	2,06
A4 ₁₀	90,51	2,59	3,63	3,27
A4 ₂₀	90,72	2,78	3,89	2,61
A4 ₂₅	92,11	2,54	2,73	2,62
A4 ₃₀	91,67	2,76	2,87	2,70
A4 ₃₅	92,09	2,14	2,91	2,86
A8 ₀	90,07	2,29	3,01	4,63
A8 ₁₀	89,47	2,89	3,65	4,42
A8 ₂₀	91,06	3,37	2,43	3,14
A8 ₂₅	88,05	3,32	3,45	5,18
A8 ₃₀	90,73	3,01	2,64	3,62
A8 ₃₅	90,82	3,21	2,63	3,34
A12 ₀	86,45	3,26	2,86	7,43
A12 ₁₀	87,94	3,18	2,46	6,42
A12 ₂₀	87,44	2,97	2,54	7,05
A12 ₂₅	86,06	3,53	2,02	8,39
A12 ₃₀	89,60	2,07	1,09	7,24
A12 ₃₅	86,86	3,54	4,43	5,17



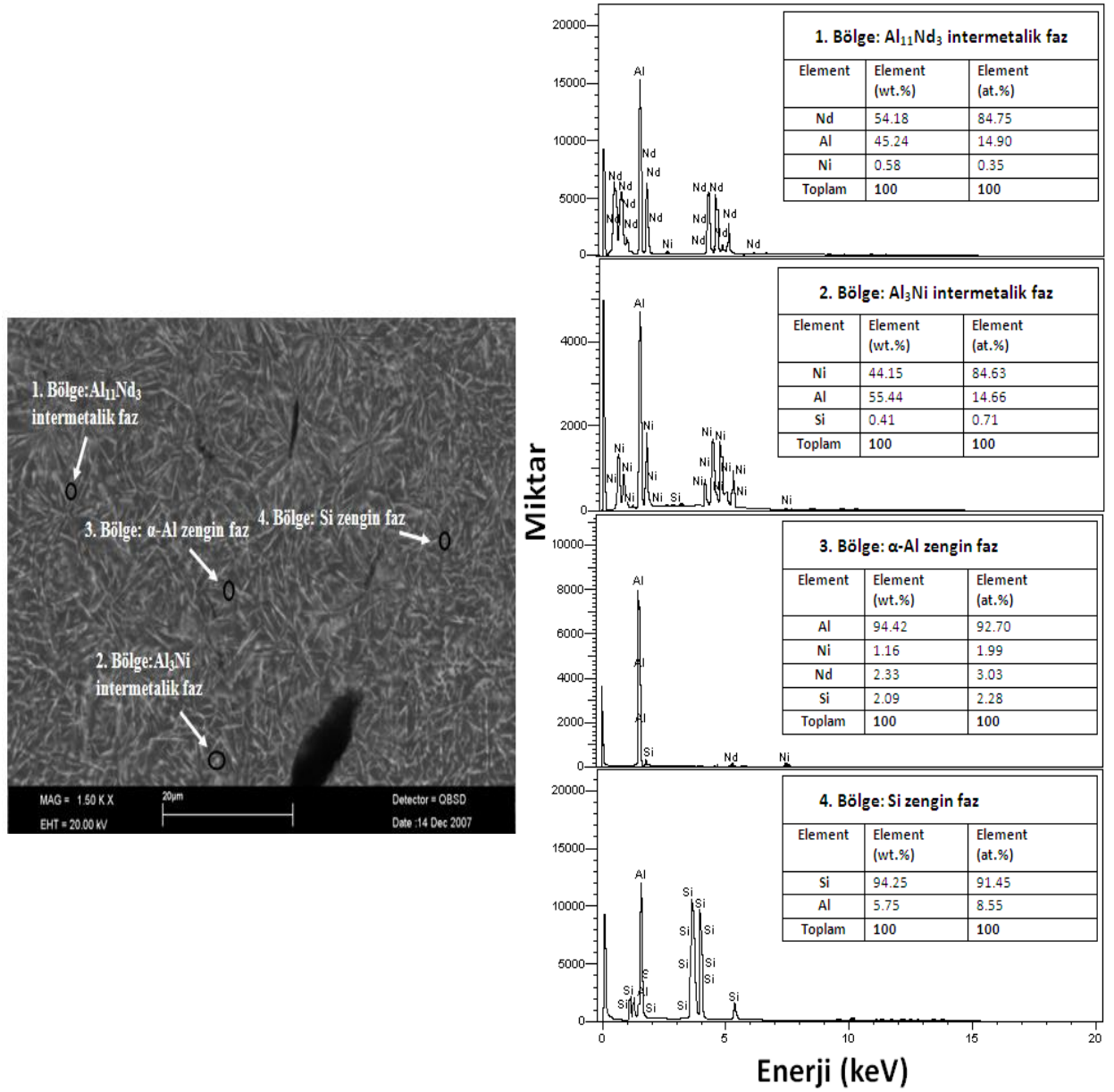
Şekil 4.21. A4₀ ingot alaşımına ait farklı bölgelerden alınan SEM' e bağlı EDS sonuçları.



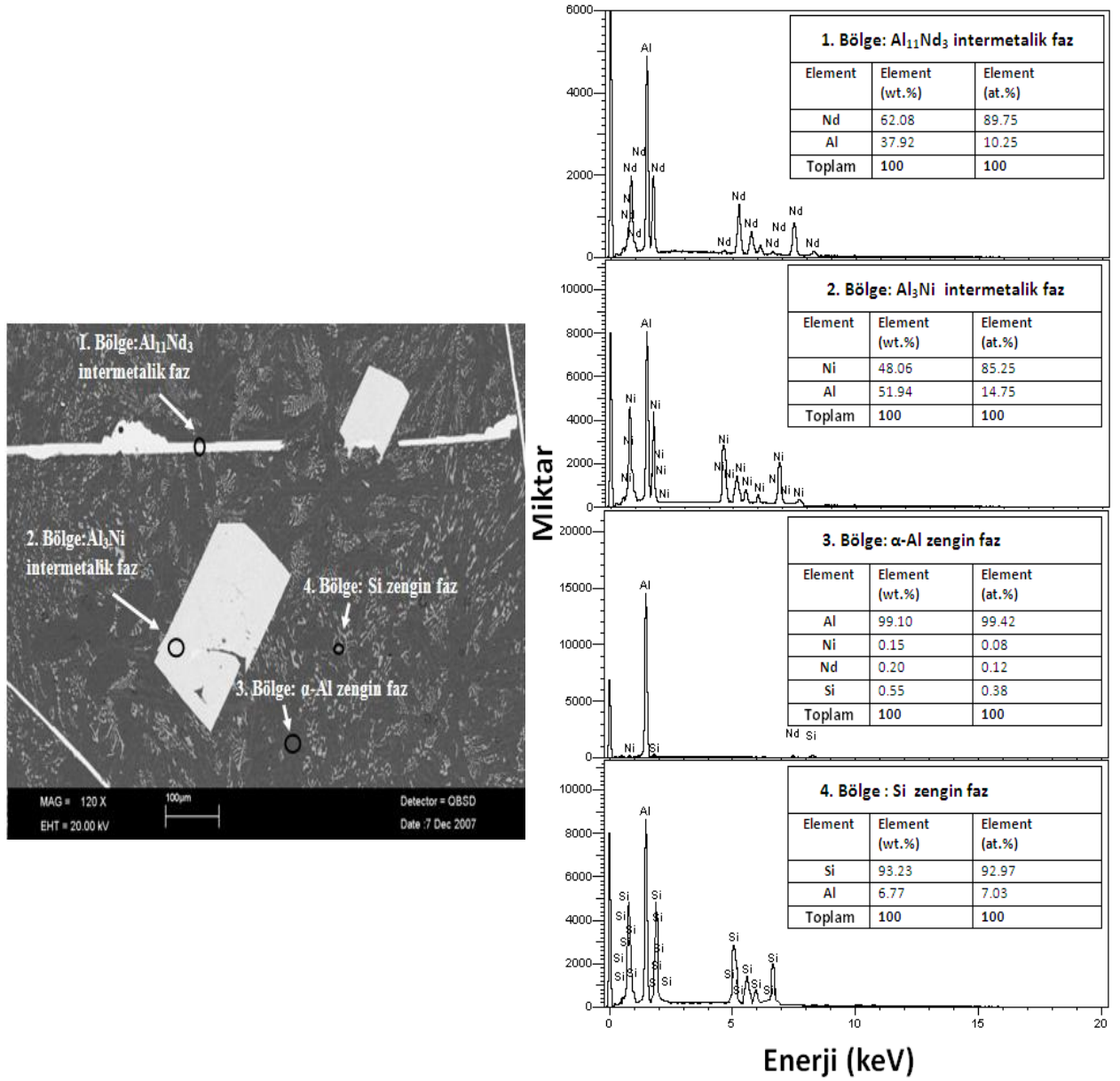
Şekil 4.22. A4_{20} hızlı katılaştırılmış alaşımına ait farklı bölgelerden alınan SEM' e bağlı EDS sonuçları.



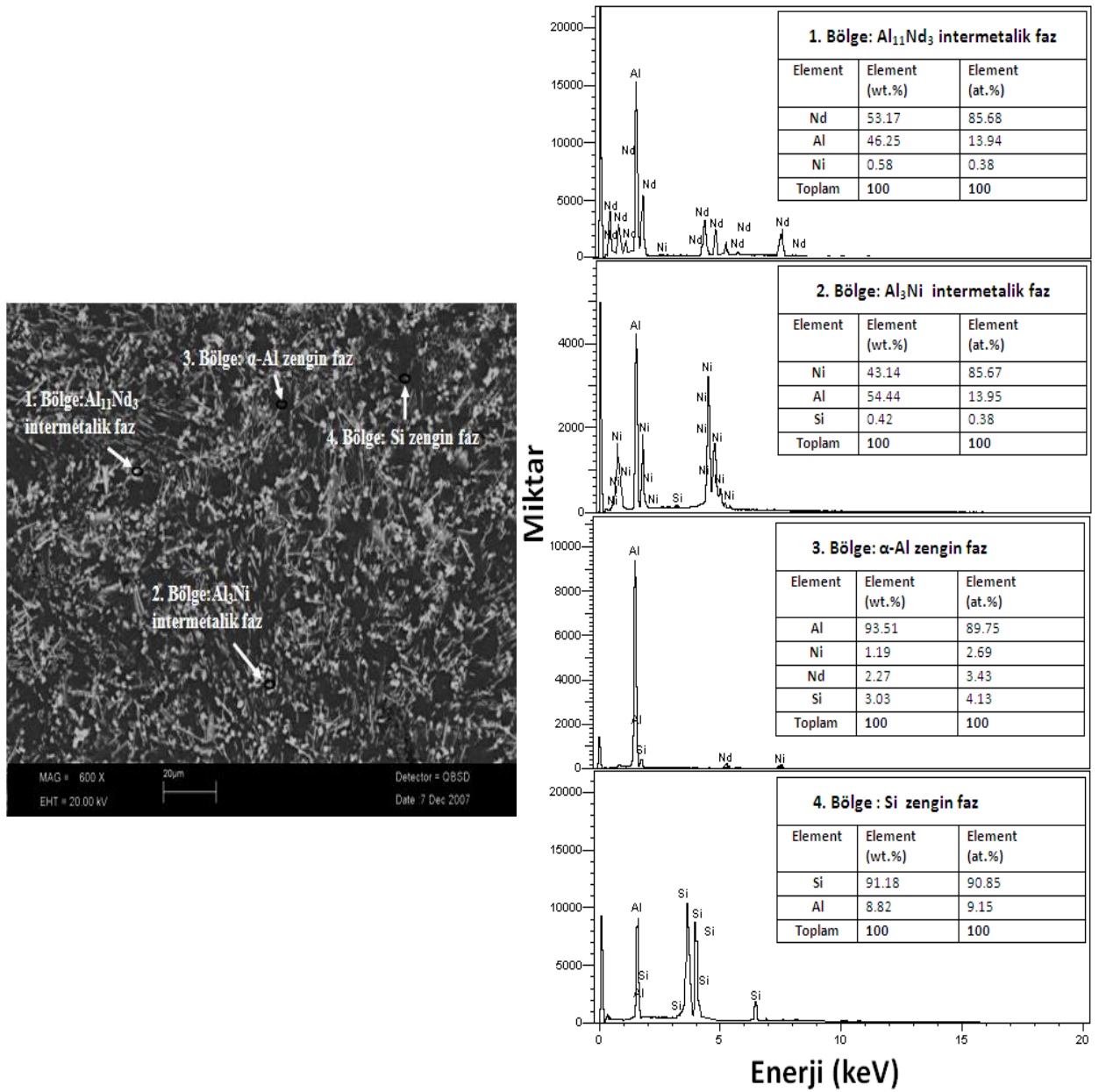
Şekil 4.23. A8₀ ingot alaşımına ait farklı bölgelerden alınan SEM' e bağlı EDS sonuçları.



Şekil 4.24. A8₂₀ hızlı katılaştırılmış alaşımına ait farklı bölgelerden alınan SEM' e bağlı EDS sonuçları.



Şekil 4.25. A120 ingot alaşımına ait farklı bölgelerden alınan SEM' e bağlı EDS sonuçları.



Şekil 4.26. Al_{120} hızlı katılaştırılmış alaşımına ait farklı bölgelerden alınan SEM' e bağlı EDS sonuçları.

Tablo 4.20 ve Şekil 4.21 - 4.26' daki EDS sonuçlarına göre kalitatif olarak alaşım içerisinde Al, Ni, Nd ve Si elementlerinin dördüne de rastlanmıştır. Ayrıca ingot numunedeki elementlerin bulunma oranı alaşıma katkılanan Si oranına bağlı olarak belirgin bir şekilde farklı olmasına rağmen hızlı katılaştırılmış şeritlerde bu oran birbirine daha yakındır bu ise OM ve SEM görüntülerini destekleyecek şekilde yapıdaki homojenliği bize göstermektedir. Fakat kantitatif olarak ingot alaşım içerisinde yapılan incelemede, A4, A8 ve A12 alaşımlarının genel EDS analizinde ölçülen değerleri başlangıçta belirtilen değerlerden düşük ölçülmüştür. Bunun sebebini ise şu şekilde izah edebiliriz;

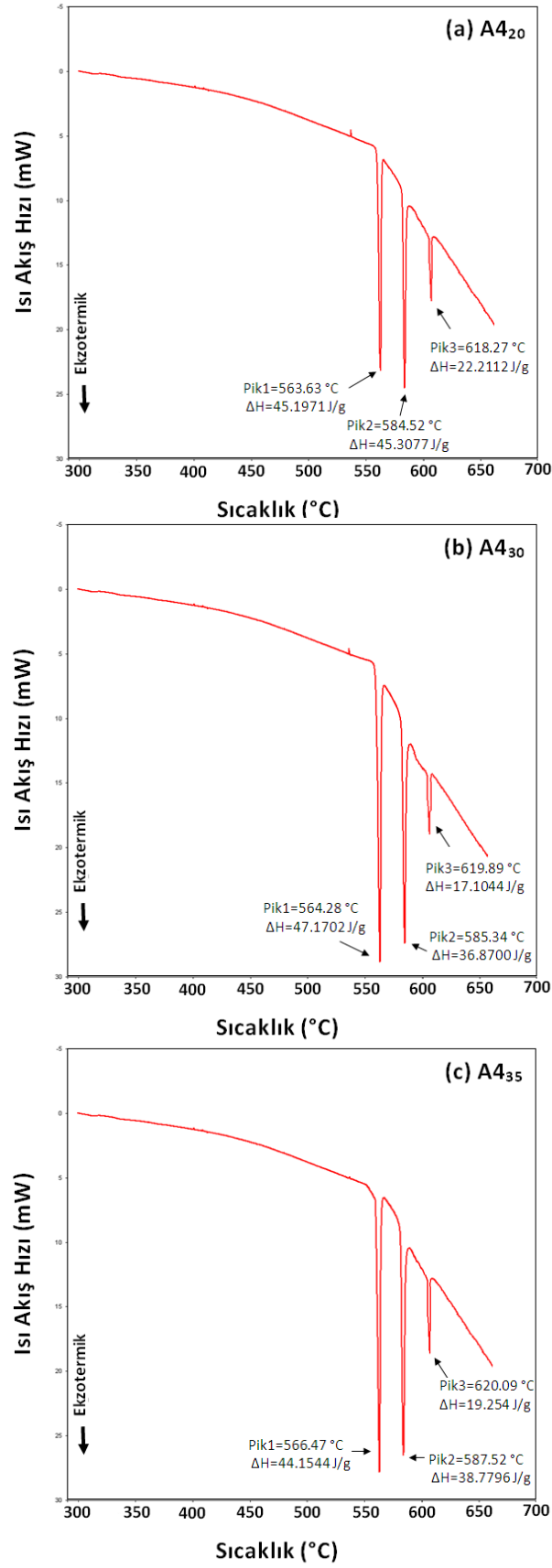
1- İngot numune sıvı haldeyken elementler yoğunluklarına bağlı olarak aşağıdan yukarıya doğru Ni, Nd, Al ve Si olacak şekilde bulunma eğiliminde olacaktır. Alaşımın homojen olması için alaşım sıvı haldeyken grafit numune karıştırıcısıyla karıştırılmaktadır fakat bu karıştırma işlemi yeterince yapılmamış olabilir.

2- İngot numune katılaştıktan sonra incelemeler en üst oksitli kısım ve taban kısmı haricinde kalan bölümlerde yapılmaktadır. Dolayısıyla bu bölümlerde daha yoğun bulunan elementler bu kaybın sebebi olabilir.

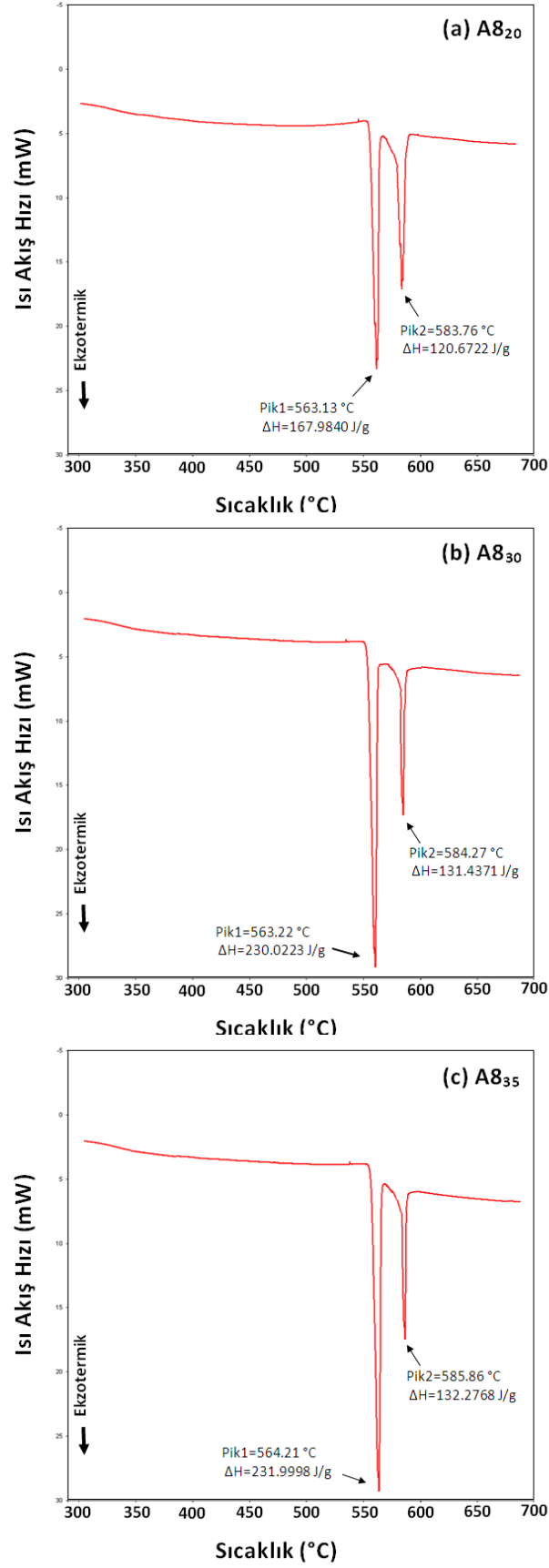
3- EDS analizlerinin kantitatif analizde yeterince hassas olabilmesi için, analizlerin geniş bir bölgeden alınması gerekmektedir. Çünkü aldığımız, bölgede Ni, Nd, Al ve Si numunelerinin homojen olarak dağılmaması sonucunda başlangıç değerlerinden eksik veya fazla sonuçlar elde edilebilmektedir. Çalışmaların geniş bir bölgeden alınması demek, incelenen numunenin yüzeyinin belli aralıklarla, boydan boya veya çaprazlama olarak taranmasıdır. Böylece elde edilen sonuçların ortalamasının alınıp madde miktarının tespiti daha hassas olabilecektir. Yapılan çalışmanın yeterince geniş bir bölgeden alınamaması, başlangıçta belirttiğimiz değerlerden daha az Ni, Nd ve Si bulunmasına neden olmaktadır.

4.5. DSC Analizleri

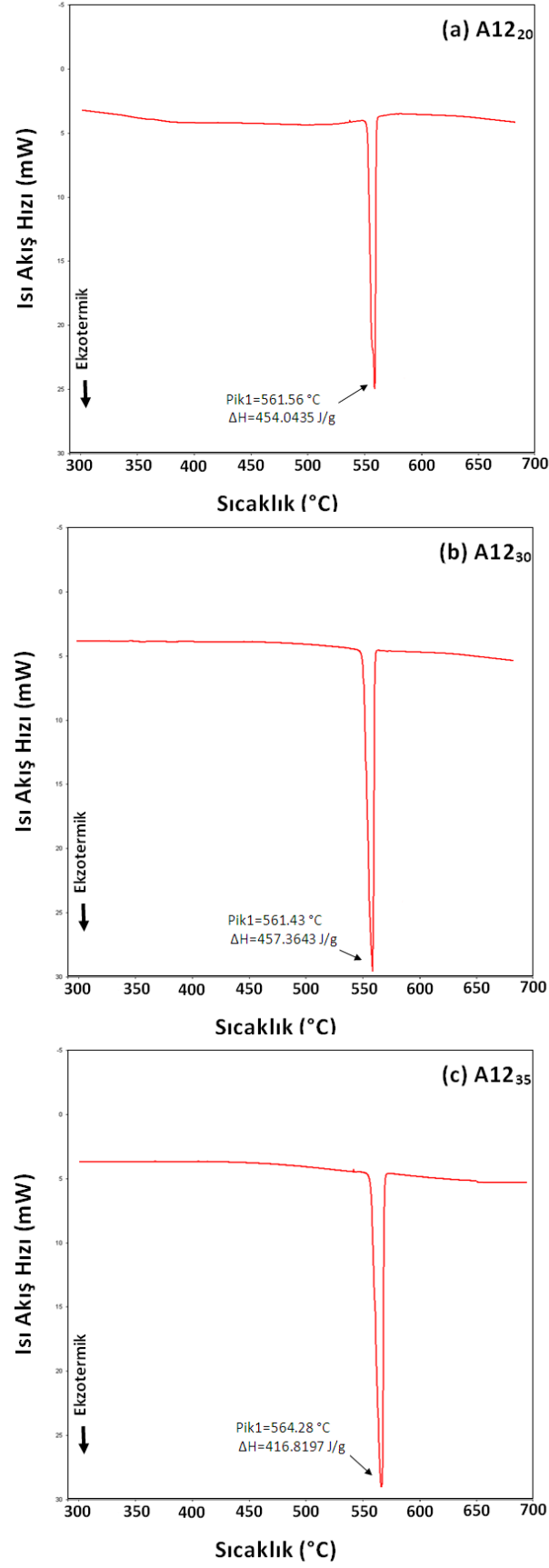
A4, A8 ve A12 hızlı katılaştırılmış alaşımların 20, 30 ve 35 m/s hızda katılaştırılmış şeritleri kullanılarak DSC analizleri yapıldı. Bu amaçla, şeritler öncelikle makasla kesilebilecek en küçük parçalara ayrılarak, her bir şeritten 20-25 mg hazırlandı. Hazırlanan numuneler Al kefeyle konularak cihazın haznesine yerleştirildi. Sıcaklık kontrol ünitesi 10°C/dak' ya ayarlanarak numuneler ısıtılmaya başlandı. Şekil 4.27- Şekil 4.29 sırasıyla A4, A8 ve A12 alaşımlarının 20, 30 ve 35 m/s hızlarında katılaştırılmış numunelerine ait DSC analiz sonuçlarını içermektedir.



Şekil 4.27. Hızlı katılaştırılmış A4 alaşımına ait DSC pikleri; (a) A4₂₀, (b) A4₃₀ ve (c) A4₃₅.



Şekil 4.28. Hızlı katılaştırılmış A8 alaşımına ait DSC pikleri; (a) A8₂₀, (b) A8₃₀ ve (c) A8₃₅.



Şekil 4.29. Hızlı katılaştırılmış A12 alaşımına ait DSC pikleri; (a) A12₂₀, (b) A12₃₀ ve (c) A12₃₅.

Ayrıca sıcaklıkla artacak olan oksitlenme etkisini azaltmak için, kefenin bulunduğu hazneye 10 lt/dak'lık sıvı azot akışı sağlanarak kontrollü atmosfer oluşturuldu. Şekil 4.27, A4 numunesine ait olup belirli sıcaklıklarda her üç katılaştırma hızında (20, 30 ve 35 m/s) üç ekzotermik reaksiyon gözlenmektedir, grafiklerdeki (bkz. Şekil 4.27(a)-(c)) birinci büyük ekzotermik reaksiyon 563-566 °C civarında olup Al içinde çözünmüş silisyum çökmesi olarak yorumlanmaktadır. İkinci ve üçüncü ekzotermik piklerde 584-587 °C ve 618-620 °C civarında gözlenmiş olup sırasıyla intermetalik Al_3Ni ve $Al_{11}Nd_3$ fazlarına aittir. Bu fazlar XRD analizleri ve metalografik çalışmalarda gözlenen fazlarla uyum içerisindedir. Hızlı katılaştırılmış kısmi amorf yapı içeren çalışmalarda da benzer şekilde birbirine yakın üç ekzotermik pik gözlenmektedir [84, 92, 200]. Şekil 4.28 ise A8 numunesinin 20, 30 ve 35 m/s hızlarında katılaştırılmış şeritlerine ait DSC pikleri olup 563-564 °C civarında ve 583-585 °C civarında iki adet ekzotermik pik içermektedir. Şekil 4.29' da A12 numunesine ait olup şekillerde sadece 561-564 °C civarında bir ekzotermik pik gözlenmektedir.

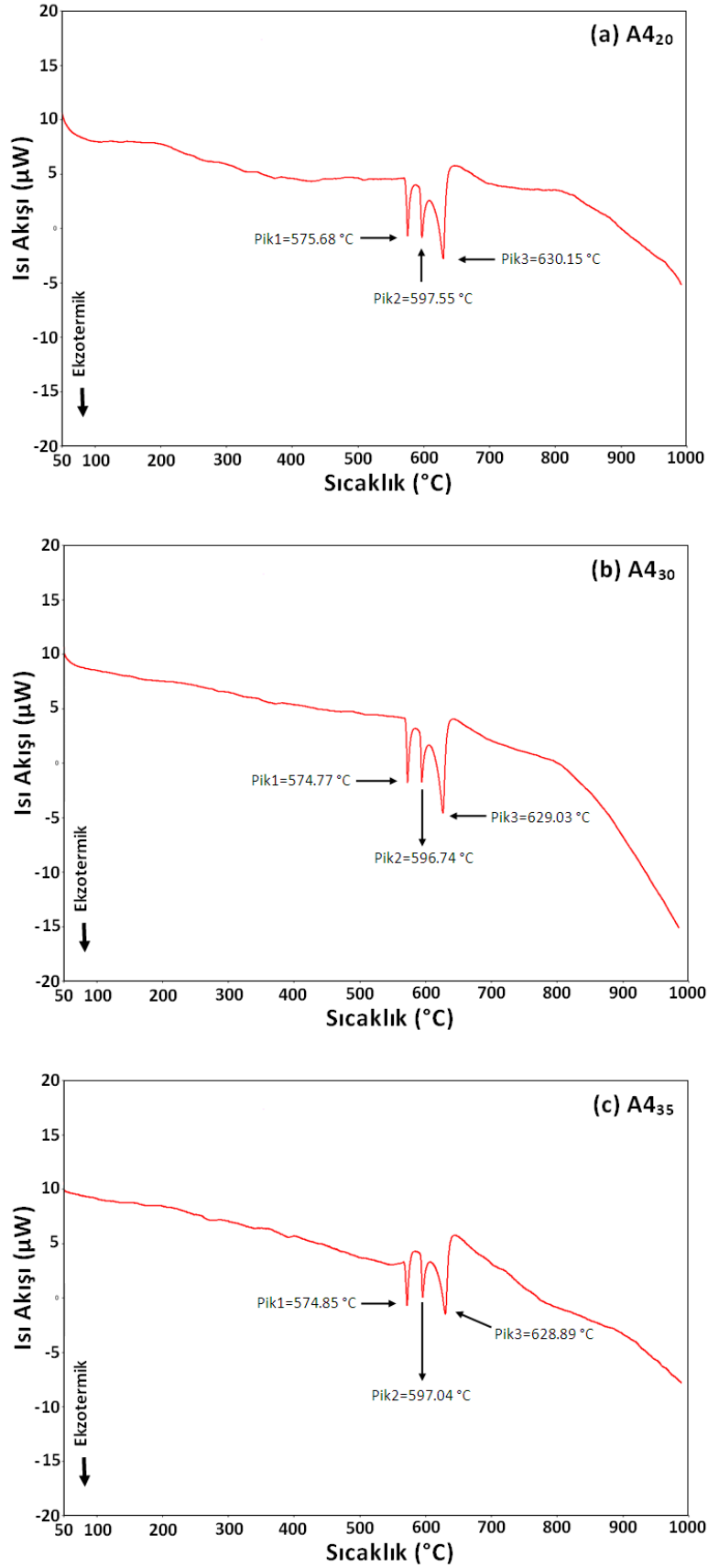
DSC analizlerinde A4 hızlı katılaştırılmış alaşımında üç, A8 hızlı katılaştırılmış alaşımında iki ve A12 hızlı katılaştırılmış alaşımında ise sadece bir ekzotermik pik gözlenmiştir. Bu durumun sebebi yapıdaki Si miktarının artmasıyla yapının kararsız kısmi amorf yapıdan daha kararlı kristal yapıya dönüşmesi şeklinde açıklanabilir bu durum XRD analizleriyle uyum içerisindedir. Ayrıca alaşımlardaki Si konsantrasyonunun artmasıyla ters orantılı olarak, ekzotermik pikler daha düşük sıcaklıklarda oluşmaktadır. Hızlı katılaştırılmış alaşımlara eklenen katkı elementleri hızlı katılaştırmanın özelliğinden dolayı alaşım içerisindeki çözünürlüğü artırmaktadır. A4 hızlı katılaştırılmış alaşımı içerisinde katkı elementlerinin oranı birbirine yakın olmakla birlikte Ni, Nd ve Si elementleri faz karakteri açısından birbirine üstünlük sağlayamamakta ve A4 alaşımında üç farklı faza ait üç ekzotermik pik gözlenmektedir. Bu durum serbest enerjide yükselmeye sebep olmakta ve bu yükselme Al kristallerinin kafes yapılarının daha fazla zorlanmasını sağlayarak yapıdaki kararlılığı azaltmaktadır. Si katkı oranının %8' e çıktığı A8 alaşımında ise iki ekzotermik pik gözlenmekte yapıdaki kararlılığı artırarak Si lehine kaymaktadır. Si katkı oranının %12 olduğu A12 hızlı katılaştırılmış alaşımında sadece bir ekzotermik pik gözlenmektedir ve A12 hızlı katılaştırılmış alaşımındaki bu yüksek Si katkı oranı yapıyı kararlı hale getirerek tamamen kristal hale dönüştürmektedir.

Bütün bunların yanı sıra, DSC analizlerinden çıkarılabilecek en açık sonuç ise ekzotermik reaksiyonla gözlenen yarıkararlılıktır. Yani hızlı katılaştırma ile elde edilen A4 ve A8 alaşım şeritleri, termodinamik olarak amorf ve kristal fazların bir arada bulunduğu yarıkararlı bir duruma sahipken A12 alaşım şeritleri tamamen kristal fazların bir arada bulunduğu kararlı duruma sahiptir. Bu durum XRD analiz sonuçlarıyla da uyum içersindedir. DSC analiz sonuçları çalışmamızda hedeflenen amaca ulaşıldığını başka bir yöntemle de doğrulamaktadır.

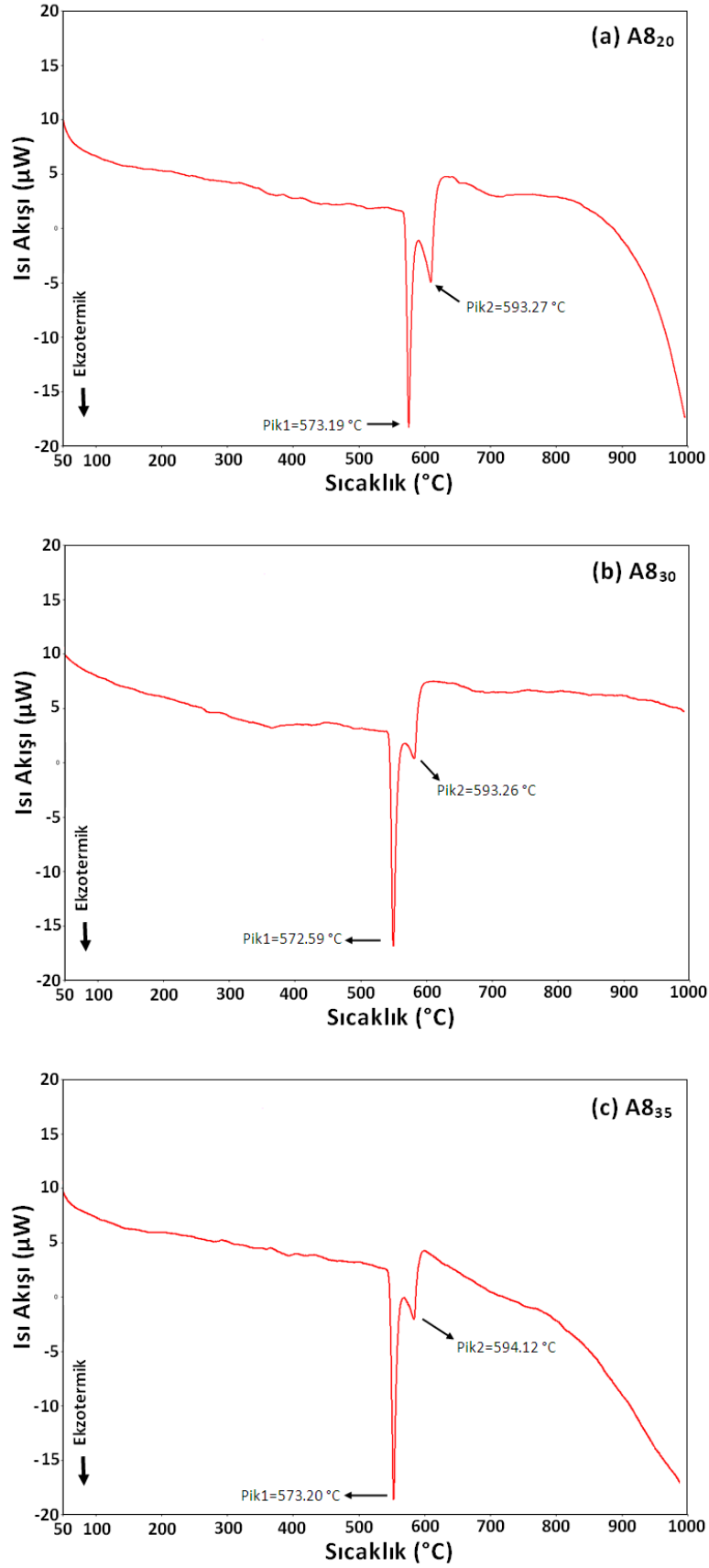
4.6. DTA Analizleri

DSC analizi oldukça hassas bir termal analiz yöntemi olmakla birlikte üretilen alaşımlar için yaklaşık 700 °C' ye kadar analizin yapılıyor olması bu sıcaklıktan daha yüksek sıcaklık değerlerinde oluşabilecek piklerin gözlenmesine imkân tanımamaktadır. Bu sorun daha yüksek sıcaklıklara ulaşabilen ve DSC analizinin doğruluğunu sınavan DTA analiziyle aşılabılır. Numunelerin ölçümünde örnek kabı olarak platin kroze ve referans madde olarak da Al_2O_3 kullanıldı. Ölçümler, 50-1000 °C arasında 20 °C/dak artış hızında ve 30-40 mg' lık numune miktarı ile yapıldı.

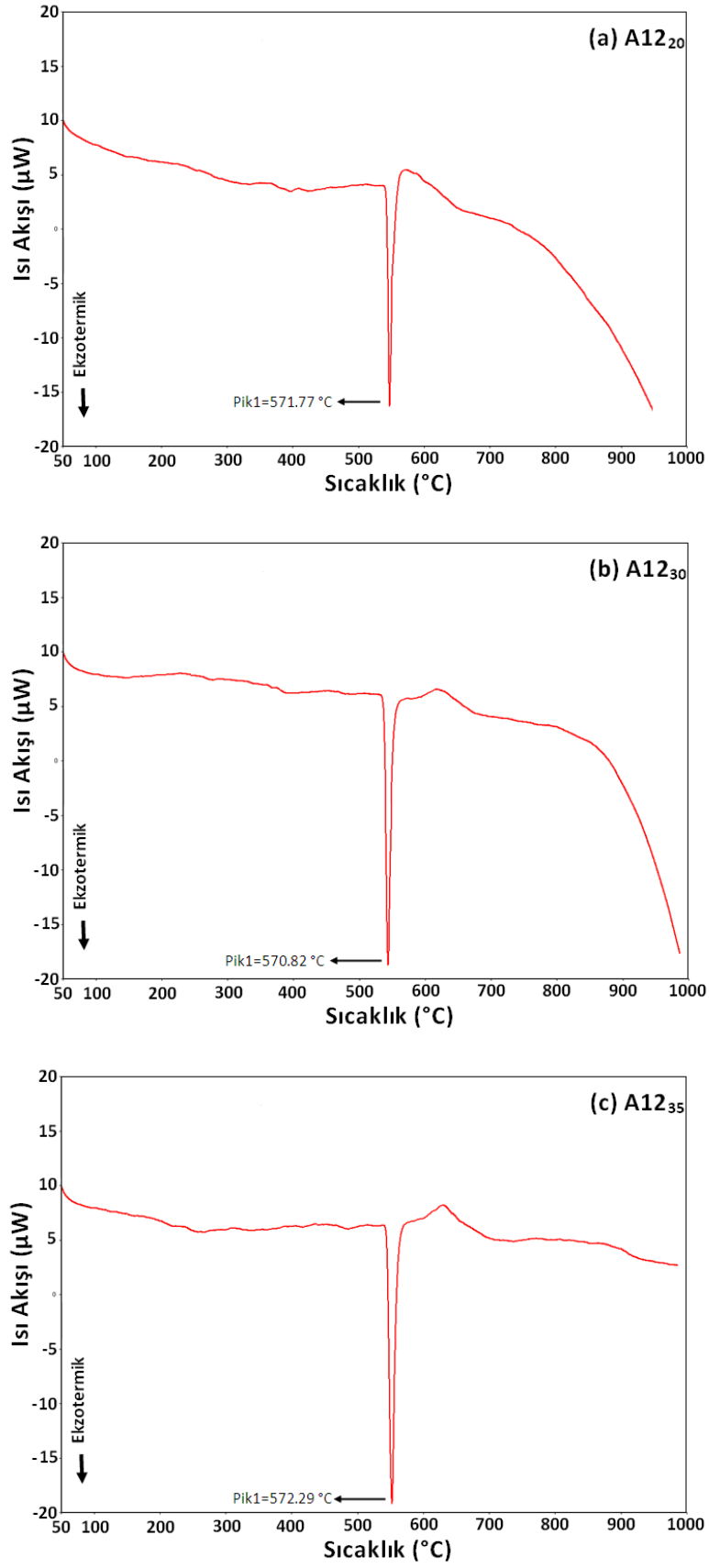
Yapılan çalışmalar sonucu elde edilen DTA çizimleri Şekil 4.30 - 4.32' de gösterilmiştir. Şekil 4.30, A4 hızlı katılaştırılmış alaşımın 20, 30 ve 35 m/s hızlarındaki DTA görüntüsü olup 574-575 °C, 596-597 °C ve 628-630 °C civarlarında üç farklı ekzotermik pik gözlenmiştir. Şekil 4.31 ise 20, 30 ve 35 m/s hızlarında katılaştırılmış A8 alaşımına ait DTA sonuçları olup 572-573 °C ve 593-594°C civarlarında iki adet ekzotermik pik içermektedir. Ayrıca Şekil 4.31' de A12 hızlı katılaştırılmış alaşımlarının DTA pikleri olup 570-572 °C sıcaklık değerlerinde sadece bir ekzotermik pik yer almaktadır.



Şekil 4.30. Hızlı katılaştırılmış A4 alaşımına ait DTA pikleri; (a) A4₂₀, (b) A4₃₀ ve (c) A4₃₅.



Şekil 4.31. Hızlı katılaştırılmış A8 alaşımına ait DTA pikleri; (a) A8₂₀, (b) A8₃₀ ve (c) A8₃₅.



Şekil 4.32. Hızlı katılaştırılmış A12 alaşımına ait DTA pikleri; (a) A12₂₀, (b) A12₃₀ ve (c) A12₃₅.

Hızlı katılaştırılmış Al esaslı alaşımların literatürde yayınlanmış DTA analizlerinde de çalışmamıza benzer biçimde ekzotermik piklerin gözlemlendiği rapor edilmiştir [74, 83, 92]. Çalışmamızda yer alan DTA piklerinin en belirgin özelliği DSC sonuçlarıyla tamamıyla uyum içerisinde olmasıdır. DTA ve DSC sonuçları arasında yaklaşık 10-12 °C sıcaklık farkı gözlemlenmiştir bu sıcaklık farkının sebebinin DSC ve DTA deney sistemlerinin tarama hızlarındaki 10 °C/dak'lık farktan kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca DTA analizinde çok az da olsa küçük dalgalanmalar gözlemlenmektedir.

4.7. İletkenlik Testi

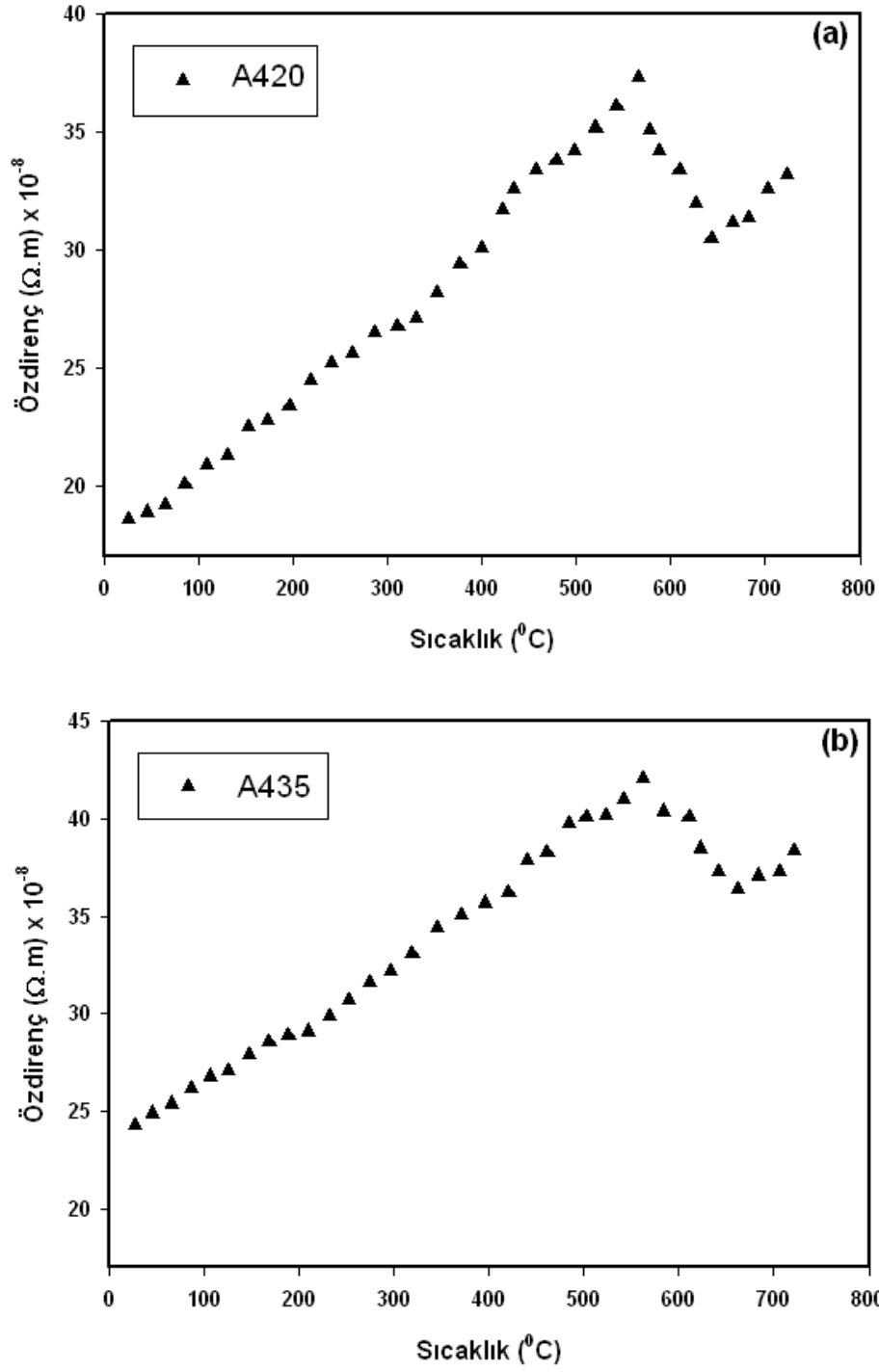
İletkenlik ve öz direnç (dirençlilik) bir malzemenin karakteristik özelliğidir. Bir numunenin elektriksel iletkenliğinin belirlenmesi için ölçülen voltaj ve akım şiddeti ile hesaplanan öz direnç değeri ile numunenin geometrik yapısı arasında bir ilişki vardır. Hızlı katılaştırılmış şeritler gibi ince film halindeki numunelerin öz direnç ölçümlerinde yaygın olarak dört nokta yöntemi kullanılır [63, 68, 171]. Bu yöntemde, numune üzerine yerleştirilen dört adet elektrodun iki ucu genellikle sabit DC geriliminin uygulandığı akım uçları, diğer ikisi de numune üzerindeki etkin potansiyelin okunduğu gerilim uçlarıdır. Ayrıca devreye genellikle akım sınırlayıcı olarak da büyük bir direnç seri olarak bağlanır. Hızlı katılaştırılmış şeritlerin öz dirençlerinin sıcaklıkla değişimi (yaklaşık 20°C-700°C arası) incelendi. Bu amaçla A4, A8 ve A12 hızlı katılaştırılmış alaşımlarından iki farklı katılma hızında üretilmiş (20 m/s ve 35 m/s) şeritlerden, ortalama 10 cm uzunluğunda ve 60 µm kalınlığında numuneler alındı. Ölçümlerde Kithley 2000 model dijital multimetreler kullanıldı. Multimetreler dijital olup offset ayarını otomatik olarak yapabilmekte ve DC 100 nV' ve 100 pA' e kadar ölçüm yapabilmektedirler. Bu şekilde hazırlanan numuneler ısıtma hızı 10°C/dak'ya ayarlanan fırına yerleştirildi. Numunelerin gerçek sıcaklığı ise, dört ucun dışına tespit edilen Ni-CrNi termalçift ile dışarıdan ayrıca kontrol edildi. Ölçümler sabit 30V DC gerilim altında gerçekleştirildi. Yaklaşık her 20°C' deki artan sıcaklık değerlerinde, devreden geçen akım ve numune üzerindeki etkin potansiyel tespit edildi. Hesaplamalarda, numune üzerindeki etkin potansiyel V_m , devreden geçen akım i ve numunenin kalınlığı d olmak üzere,

$$\rho = \left(\frac{\pi d}{\ln 2} \right) \frac{V_m}{I} \quad (4.2)$$

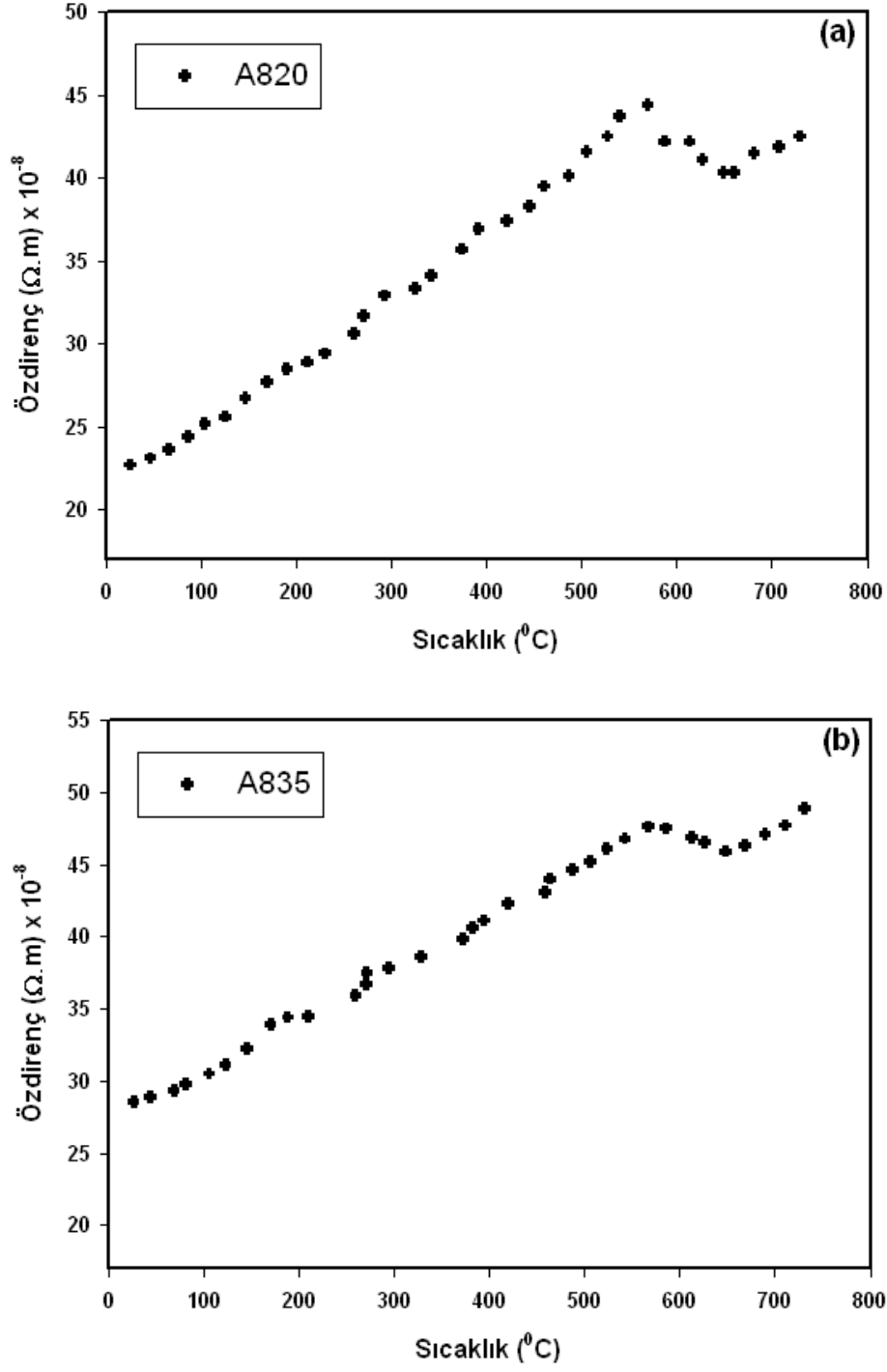
bağıntısı [174] kullanıldı. Elde edilen sonuçlar ve çizilen öz direnç-sıcaklık grafikleri sırasıyla Tablo 4.21 ve Şekil 4.33 - 4.35’ de verilmektedir. Yapılan elektriksel direnç ölçüm analizine göre hızlı katılaştırılmış alaşımların oda sıcaklığındaki dirençlerinin katılma hızına ve alaşımin bileşimindeki Si konsantrasyonuna göre arttığı gözlenmektedir. A4₂₀, A4₃₅, A8₂₀, A8₃₅, A12₂₀ ve A12₃₅ hızlı katılaştırılmış şeritler için oda sıcaklığındaki öz direnç değerleri sırasıyla, $18,6 \times 10^{-8}$, $24,3 \times 10^{-8}$, $22,7 \times 10^{-8}$, $28,5 \times 10^{-8}$, $26,5 \times 10^{-8}$ ve $34,8 \times 10^{-8}$ $\Omega.m$ olarak hesaplanmıştır. Literatürde yayınlanmış Al esaslı çalışmalardan, Al-Fe-Si alaşımı için öz direnç değerleri $29-34 \times 10^{-8}$ $\Omega.m$ arasında [201]. Benzer şekilde hızlı katılaştırılmış Al₅₅Si₇Cu_{25,5}Fe_{12,5} alaşımı için öz direnç değerleri $11-18 \times 10^{-8}$ $\Omega.m$ arasında [202] ve Al-Ni-Si alaşımı için de öz direnç $8-33 \times 10^{-8}$ $\Omega.m$ değerleri arasında ölçülmüştür [203]. Bizim ölçtüğümüz öz direnç değerleri benzer çalışmalarla uyum içersindedir. Yapılan iletkenlik testine göre, bütün şeritlerin iletkenlik-sıcaklık grafiklerinde iki sıcaklık değerinde sapmalar gözlenmiştir. Bu sapma noktalarına bakıldığında sapmaların 565-575 °C ile 590-620 °C arasında olduğu görülür. Bu iki sapma noktası DSC ve DTA sonuçlarında da görülen ekzotermik piklere karşılık gelmektedir. Ayrıca A4, A8 ve A12 hızlı katılaştırılmış alaşımlar için öz direnç ile sıcaklık değerleri arasında üç farklı durum gözlenmiştir. Birinci durum öz direncin kritik sıcaklık değerlerine kadar artmasıdır bu durum yaklaşık 560 °C civarına kadar gözlenmiştir. İkinci durum kritik sıcaklık değerlerinde gözlemlenen direncin sıcaklığa bağlı olarak azaldığı durumdur ve bu durum 565-620 °C sıcaklık değerleri arasında gözlenmiştir. Son durum ise 620 °C sıcaklığın üzerinde gözlemlenen öz direncin yeniden sıcaklığa bağlı olarak artmasıdır. Direncin artan sıcaklıkla azaldığı bölgenin başlangıcı, alaşımlardaki Si bileşimi arttıkça, daha düşük sıcaklık değerlerine kaymaktadır. Benzer bir ilişki, daha önce verilen DSC ve DTA eğrilerinde gözlenen ekzotermik reaksiyondaki ısı akış hızının en yüksek noktaya çıktığı sıcaklık değerleri arasında da gözlenmektedir. Direncin sıcaklıkla düşmesi ise, α -Al katı çözeltisi içinde çözünmüş Si ve intermetalik fazların çökmesi olarak yorumlanmaktadır. Bu sapmalar haricinde elektriksel direnç, sıcaklık ve Si bileşimindeki katkı oranıyla birlikte doğrusal olarak artmaktadır. Bu sonuçla da Si katkı oranındaki artış iletkenliğin azalmasına neden olmaktadır. Metaller için geçerli olan sıcaklık artışıyla iletkenlik azalması sonucu alaşımımız için uyum içinde olan bir neticedir.

Tablo 4.21. A4₂₀, A4₃₅, A8₂₀, A8₃₅, A12₂₀ ve A12₃₅ hızlı katılaştırılmış alaşımlarının sıcaklığa bağlı öz direnç değerleri.

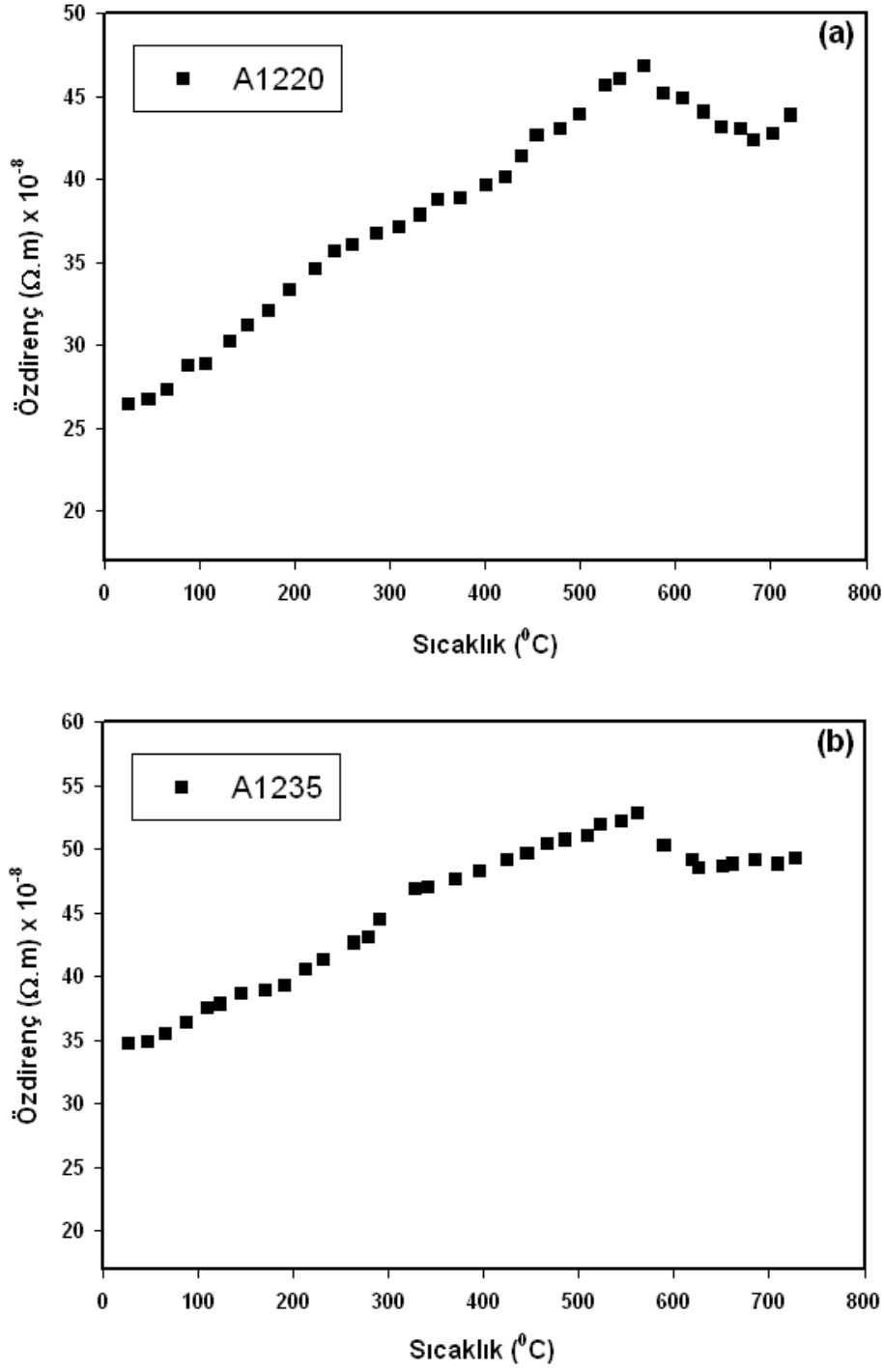
A4 ₂₀		A4 ₃₅		A8 ₂₀		A8 ₃₅		A12 ₂₀		A12 ₃₅	
T (°C)	$\rho \cdot 10^{-8}$ ($\Omega \cdot m$)	T (°C)	$\rho \cdot 10^{-8}$ ($\Omega \cdot m$)	T (°C)	$\rho \cdot 10^{-8}$ ($\Omega \cdot m$)	T (°C)	$\rho \cdot 10^{-8}$ ($\Omega \cdot m$)	T (°C)	$\rho \cdot 10^{-8}$ ($\Omega \cdot m$)	T (°C)	$\rho \cdot 10^{-8}$ ($\Omega \cdot m$)
25,2	18,6	26,3	24,3	25,0	22,7	26,1	28,5	24,6	26,5	26,0	34,8
46,3	18,9	45,2	24,9	46,3	23,1	44,2	28,9	45,5	26,8	46,1	34,9
64,2	19,2	66,1	25,4	65,2	23,6	68,6	29,3	65,1	27,4	64,5	35,6
85,1	20,1	86,3	26,2	85,6	24,4	81,3	29,8	86,7	28,8	87,4	36,5
107,6	20,9	105,8	26,8	103,7	25,2	105,5	30,5	105,8	28,9	108,3	37,6
130,3	21,3	125,2	27,1	124,5	25,6	122,7	31,1	131,1	30,3	121,8	37,9
152,1	22,5	147,3	27,9	146,2	26,7	144,8	32,2	150,2	31,2	144,6	38,7
172,3	22,8	168,2	28,6	169,3	27,7	170,1	33,9	171,4	32,1	170,2	39,0
195,6	23,4	188,4	28,9	189,9	28,5	188,3	34,4	194,2	33,4	190,4	39,4
218,7	24,5	210,3	29,1	211,4	28,9	210,1	34,5	220,6	34,6	212,3	40,6
240,6	24,2	231,3	29,9	230,2	29,4	259,4	35,9	241,4	35,7	231,3	41,4
261,3	25,6	252,5	30,7	260,4	30,6	270,2	36,7	260,2	36,1	262,7	42,7
286,4	26,5	273,8	31,6	270,9	31,7	271,2	37,5	285,7	36,8	278,1	43,1
310,3	26,8	295,4	32,2	292,5	32,9	294,3	37,8	308,4	37,2	290,4	44,5
330,2	27,1	318,8	33,1	325,4	33,3	327,8	38,6	331,4	37,9	326,9	46,9
351,5	28,2	345,6	34,4	341,9	34,1	371,7	39,8	350,1	38,8	340,4	47,1
376,4	29,4	370,3	35,1	373,6	35,7	382,3	40,6	373,7	38,9	370,4	47,7
398,7	30,1	396,3	35,7	391,5	36,9	394,8	41,1	399,5	39,7	395,2	48,3
421,3	31,7	420,5	36,2	421,4	37,4	420,1	42,3	420,2	40,2	423,5	49,2
432,8	32,6	440,4	37,9	444,7	38,3	459,2	43,1	437,9	41,4	445,2	49,7
457,6	33,4	461,1	38,3	460,4	39,5	463,4	44,0	453,6	42,7	466,2	50,5
478,3	33,8	483,5	39,8	486,8	40,1	487,9	44,6	477,9	43,1	485,3	50,8
498,2	34,2	502,1	40,1	505,4	41,6	506,3	45,2	499,1	44,0	509,2	51,1
520,4	35,2	523,5	40,2	527,5	42,5	523,7	46,1	526,3	45,7	522,6	52,0
542,3	36,1	541,6	41,0	540,2	43,7	542,5	46,8	540,2	46,1	543,6	52,3
565,6	37,3	562,3	42,1	569,5	44,4	566,9	47,6	566,4	46,9	561,5	52,9
587,4	35,2	584,5	40,4	587,6	42,2	586,0	47,5	586,2	45,2	589,2	50,4
608,7	33,4	610,6	40,1	613,7	42,2	612,6	46,9	606,4	44,9	618,1	49,2
627,3	33,6	622,7	38,5	627,3	41,1	626,5	46,5	629,1	44,1	625,2	48,6
642,5	30,6	642,3	37,3	649,3	40,3	648,4	45,9	646,9	43,2	650,6	48,7
665,8	31,2	661,8	36,4	660,4	40,3	669,2	46,3	667,6	43,1	661,6	48,9
682,4	31,4	683,5	37,1	681,5	41,5	689,9	47,1	681,3	42,4	685,3	49,2
703,2	32,6	705,6	37,3	708,1	41,9	710,5	47,7	702,1	42,8	709,2	48,9
723,5	33,2	721,6	38,4	729,4	42,5	731,5	48,9	720,9	43,9	727,8	49,3



Şekil 4.33. Hızlı katılaştırılmış A4 alaşımına ait özdirenç-sıcaklık grafiği; (a) A4₂₀, (b) A4₃₅.



Şekil 4.34. Hızlı katılaştırılmış A8 alaşımına ait özdirenç-sıcaklık grafiği; (a) A8₂₀, (b) A8₃₅.



Şekil 4.35. Hızlı katılaştırılmış A12 alaşımına ait özdirenç-sıcaklık grafiği; (a) A12₂₀, (b) A12₃₅.

4.8. Sertlik Testi

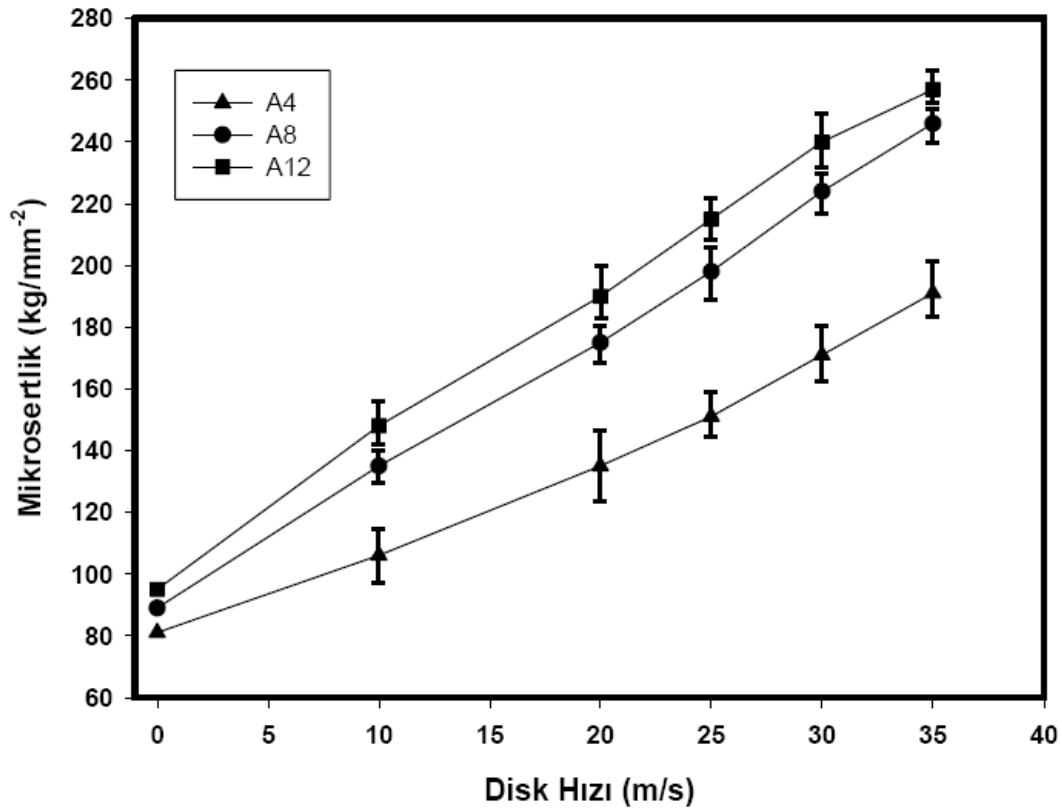
Bir malzemenin yüzeyine batırılan cisme karşı gösterdiği direnç sertlik olarak isimlendirilir. Bu çalışmada, genellikle ince malzemelerin sertlik ölçümlerinde kullanılan ve mikrosertlik olarak adlandırılan Vickers testi kullanıldı.

İngot numuneler 30 s süre ile 10 g' lık yük tatbik edilmek suretiyle, şerit numuneler ise 30 s süre ile 2,5 g' lık yük tatbik edilerek mikrosertlik testleri yapılmıştır. Her numune için en az beş ölçüm gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümlerde bulunan sonuçların ortalaması alınarak mikrosertlik sonuçları hesaplanmıştır. Sonuçlar ve hesaplarda bulunan standart sapma miktarları Tablo 4.22' de verilmiştir. Şekil 4.36' daki grafikte de mikrosertlik sonuçları ile disk hızı arasındaki bağıntı gösterilmiştir.

Tablo 4.22 ve Şekil 4.36 incelendiğinde, alaşımların sertlik değerleri katılaştırma hızına bağlı olarak artmaktadır. Ayrıca alaşımın bileşimindeki Si miktarı arttıkça ingot ve şeritlerin her ikisinde de mikrosertlik değerleri artmaktadır. A4, A8 ve A12 hızlı katılaştırılmış alaşımların en yüksek disk devir hızında ölçülen mikrosertlik değerleri sırasıyla 190.1, 246.7 ve 257.7 kg/mm⁻² olarak bulunmuştur. Ölçülen mikrosertlik değerleri daha önceki yapılan çalışmalarla uyum içinde olmakla birlikte 12Si katkılanan A12 alaşımı için ölçülen mikrosertlik değeri literatürdeki çalışmalardan daha yüksektir. Kısmi amorf olarak 42 m/s katılaştırma hızında üretilen Al-Ni₉-Mm₅ [108] alaşımı için oda sıcaklığında sertlik değeri 226 kg/mm⁻² olarak ölçülmüş, yine benzer şekilde 35 m/s hızda üretilmiş Al-Ni₁₀-Zr₁ [204] alaşımı için 200 kg/mm⁻², Al-Si₈-Cu_{5.1} alaşımı [127] için 201 kg/mm⁻², Al-Si₂₀-Fe₅-X₂ (X= Cu, Ni, Cr) [133] alaşımı için maksimum sertlik değeri 172 kg/mm⁻² olarak ölçülmüştür. Üretilen hızlı katılaştırılmış şeritlerin sertlik değerinin yüksek olmasının nedeni alaşım içerisinde yer alan intermetalik fazlardır ve alaşım içerisinde katkılanan Nd ve Ni intermetalik kristalleri alaşımın mikrosertlik değerini iyileştirici yönde etkilemişlerdir [110-114]. Tablo 4.22 incelendiğinde A4, A8 ve A12 alaşımlarının hızlı katılaştırılmış şeritlerinin mikrosertlik değerlerinin ingot hallerine göre sırasıyla 2.4, 2.8 ve 3.0 kat arttığı tespit edilmiştir. Daha önceki yapılan çalışmalarda da ingot alaşımlara göre hızlı katılaştırılmış alaşımların mikrosertlik değerlerinde artış olduğu belirtilmektedir [98, 100, 101, 103, 104, 108]. Mikrosertlik değerlerindeki bu artışın sebebi, hızlı katılaştırılmış şeritlerde, OM ve SEM analizlerinde de gözlemlenen mikroyapıdaki tanecik boyutunun küçülmene bağlı olarak mikroyapıdaki homojenliğin artmasıdır.

Tablo 4.22. A4, A8 ve A12 hızlı katılaştırılmış alaşımlarına ait mikrosertlik test sonuçları.

Numune	Mikrosertlik (kg/mm^2)
A4 ₀	81.1 $\pm$ 2.2
A4 ₁₀	121.1 $\pm$ 2.2
A4 ₂₀	132.2 $\pm$ 3.1
A4 ₂₅	156.3 $\pm$ 4.4
A4 ₃₀	171.6 $\pm$ 4.5
A4 ₃₅	190.1 $\pm$ 6.5
A8 ₀	89.7 $\pm$ 3.8
A8 ₁₀	161.8 $\pm$ 3.4
A8 ₂₀	175.4 $\pm$ 5.1
A8 ₂₅	298.5 $\pm$ 8.1
A8 ₃₀	228.2 $\pm$ 2.3
A8 ₃₅	246.7 $\pm$ 3.5
A12 ₀	91.2 $\pm$ 2.2
A12 ₁₀	175.4 $\pm$ 5.1
A12 ₂₀	190.2 $\pm$ 4.1
A12 ₂₅	218.8 $\pm$ 5.2
A12 ₃₀	250.7 $\pm$ 3.4
A12 ₃₅	257.7 $\pm$ 7.2



Şekil 4.36. A4, A8 ve A12 alaşımına ait mikrosertliğin disk hızına bağlı grafiği.

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Al esaslı hızlı katılaştırılmış alaşımların otomotiv, uçak, uzay teknolojisi, bilgisayar vb. gibi pek çok alanda yaygın bir şekilde kullanılması Al esaslı hızlı katılaştırılmış alaşımlar üzerinde son yıllarda birçok çalışma yapılmasına neden olmuştur. Giriş bölümünde de belirtildiği gibi tezin amacı, teknolojik bakımdan önemli bir yere sahip olan ve birçok endüstri kollarında kullanım alanı bulan hızlı katılaştırılmış Al esaslı Al-Ni-Nd alaşımına farklı oranlarda Si katkısının ve değişik disk devir hızlarının alaşımın yapı, fiziksel, mekanik ve elektrik özelliklerine etkisini incelemektir. Bu amaç doğrultusunda daha önceki çalışmalarda incelenmemiş Al-Ni-Nd-Si alaşımı Al-%8Ni-%5Nd-%XSi (X=4, 8, 12 (ağ.)) olacak şekilde üç farklı kompozisyonda ve iki farklı sistem kullanılarak üretildi. Birinci sistemde, vakum altında metaller eritilerek normal katılaştırılmış Al-%8Ni-%5Nd-%XSi (X=4, 8, 12 (ağ.)) alaşımları elde edildi. İkinci sistemde ise, MS sistemi kullanılarak sabit argon basıncı altında beş farklı (10, 20, 25, 30 ve 35 m/s) disk hızı için hızlı katılaştırılmış onbeş farklı şerit (A4₁₀, A4₂₀, A4₂₅, A4₃₀, A4₃₅, A8₁₀, A8₂₀, A8₂₅, A8₃₀, A8₃₅, A12₁₀, A12₂₀, A12₂₅, A12₃₀, A12₃₅) elde edildi. Grubumuzca kurulan ve kullanılmakta olan MS sistemi, dünyanın farklı yerlerinde kullanılmakta olan MS sistemleriyle karşılaştırıldığında diskin dönme hızı, argon gaz basıncı, pota ağzı bakımından diğer sistemlerle uyum içinde olduğu görülmüştür [1, 12, 14, 78]. Elde edilen şeritlerin geometrik yapıları (kalınlıkları, genişlikleri ve boyları) göz önüne alındığında, literatürlerde verilen değerlerle uyum içinde olduğu tespit edilmiştir [1, 12, 14, 41, 50, 54, 78]. Şerit kalınlıklarının diskin dönme hızının artmasıyla küçülmesi de yine literatür sonuçlarına uymaktadır [1, 12, 14, 41, 50, 54, 78].

Ingot ve hızlı katılaştırılmış şeritlerin $5 \leq 2\theta \leq 90$ aralığındaki XRD faz analizlerinde, Al, Ni, Nd ve Si' a ait fazlardan α -Al, intermetalik Al₃Ni, Al₁₁Nd₃ ve FCC Si' a ait fazlar ingot ve 10 m/s katılaştırılmış numunelerde gözlenirken, hızlı katılaştırılmış şeritlerde 20, 25, 30 ve 35 m/s hızlarında belirli düzlemlerden olan yansımaların gözlenmediği tespit edildi. Hızlı katılaştırılmış A4₁₀, A4₂₀, A4₂₅, A4₃₀, A8₁₀, A8₂₀, A8₂₅, A8₃₀, A8₃₅ alaşımlarının taban seviyelerinde kabalaşmış pikler gözlenmiş ve bu kabalaşmış piklerin tam olarak amorf olamayan ve yapısında kristaller bulunduran kısmi amorf yapıya ait olduğu tespit edilmiştir. Artan katılaştırma hızıyla ters orantılı olarak Ni, Nd ve Si fazına ait belli düzlemlerden olan yansımaların relatif şiddetlerinin azalarak gözden kaybolduğu belirlenmiştir. Bu sonuç, literatürdeki çalışmalarda da rapor edildiği gibi Ni, Nd ve Si' un α -Al katı çözeltisi içinde

çözünmesinin bir sonucudur [76, 98-100, 127, 133, 134, 198]. Ayrıca Ni, Nd ve Si fazlarına ait yansımaların relatif şiddetleri ile ilişkili olarak A4 alaşımı için %18.24; A8 alaşımı için %10.32 ve A12 alaşımı için %6.14 civarında Ni, Nd ve Si' un Al içinde çözündüğü tespit edilmiştir.

Elde edilen ingot ve hızlı katılaştırılmış şeritlerin OM ve SEM mikroyapı incelemelerinde literatürde elde edilen mikroyapılara benzer yapılar gözlenmiştir [32, 36, 73, 74]. Geleneksel yöntemle üretilmiş A4, A8 ve A12 alaşımının OM ve SEM ile mikroyapısı incelendiğinde, dentritik şekillerin Si fazına, kaburga şeklindeki yapıların Al_3Ni intermetalik fazına ve uzun çubuklar şeklindeki yapılarında $Al_{11}Nd_3$ fazına ait olduğu bulunmuştur. Farklı katılaştırma hızlarında üretilen hızlı katılaştırılmış şeritlerin yüzeylerinin OM ve SEM ile yapılan incelemelerinde, düşük disk devir hızlarında (10, 20 ve 25 m/s) mikroyapıda Si, intermetalik Al_3Ni ve $Al_{11}Nd_3$ fazları oluşturan yapıların küçülerek α -Al temel fazı etrafında toplandığı gözlemlenmiştir. Yüksek katılaştırma hızlarında (30 ve 35 m/s) mikroyapının daha homojen ve daha küçük olduğu bulunmuştur. Hızlı katılaştırılmış alaşımların yapısındaki bu küçülme mikrosertlik çalışmalarında, sertliğin yüksek çıkmasının temel nedenidir. Ayrıca, A4 ve A8 hızlı katılaştırılmış şeritlerde tespit edilen mikroyapılar tanecik boyutlarıyla ve yapısal özellikleri bakımından literatürde yer alan kısmi amorf alaşımlara oldukça benzemektedir [91, 92, 107, 108].

EDS çalışmaları sonuçlarında yapılan A4, A8 ve A12 alaşımlarında, Al, Ni, Nd, Si elementleri kalitatif olarak tespit edilmiştir. Standart madde kullanılmadan yapılan EDS çalışmalarında elde edilen kantitatif sonuçlar, Tablo 4.20' de verilmiştir. Kantitatif anlamda elde edilen sonuçlarda; katkılanan element miktarından daha düşük değerler tespit edilmiştir. Bu değerlerdeki düşüşün bir bölümü, analiz çalışmasının geniş bir alandan değil de küçük bir bölümden alınmasının neden olduğu söylenebilir. Analiz bölgesinin geniş tutulmaması, homojen olmayan yapılar için bulunması gereken miktardan az veya daha fazla değerlerin bulunmasına neden olmaktadır. Daha önce yapılan çalışmalarda da malzemelerde bu tür kayıplar olduğu belirtilmiştir [54].

A4, A8 ve A12 hızlı katılaştırılmış şeritlerin termal davranışlarının incelendiği DSC ve DTA analizlerinde, A4 şeridinde üç adet egzotermik reaksiyon gözlemlendi. Birinci keskin egzotermik pikin literatürdeki çalışmalarda da [74, 83, 84, 92, 200] belirtildiği gibi, Al içinde çözünmüş

silisyumun çökmesi olarak yorumlandı. İkinci ve üçüncü ekzotermik piklerde sırasıyla intermetalik Al_3Ni ve $Al_{11}Nd_3$ fazlarına ait olduğu tespit edildi. A8 numunesinde iki adet ekzotermik pik bulunurken, A12 numunesine sadece bir ekzotermik pikin bulunduğu gözlemlendi. Bu durumun sebebinin yapıdaki Si miktarının artmasıyla birlikte yapının kararsız kısmi amorf yapıdan daha kararlı kristal yapıya dönüşmesinin bir sonucu olduğu ifade edildi. Ayrıca DSC analizlerinde gözlenen ekzotermik reaksiyonların termodinamik olarak amorf ve kristal fazların birarada bulunduğu yarıkararlı bir duruma karşı geldiği ve XRD analizlerinden elde edilen sonuçlarla uyum içinde olduğu sonucuna varıldı.

Elektriksel iletkenlik incelemelerin de görülmüştür ki, artan Si katkı oranı ve katılaştırma hızı ile hızlı katılaştırılmış A4, A8 ve A12 alaşımlarının iletkenliği azalmaktadır. DSC ve DTA analizlerindeki birinci büyük ekzotermik pikin olduğu sıcaklık civarında ise öz direnç değerlerinde aniden bir düşme olduğu gözlemlendi. Böylece DSC ve DTA analizleri ile öz direnç analizlerinden elde edilen sonuçların birbirini desteklediği görüldü. Ayrıca, literatürde [201-203] benzer biçimde hızlı katılaştırılmış şeritlerde tespit edilen öz direnç değerleri ile bizim ölçtüğümüz öz direnç değerlerinin uyum içerisinde olduğu tespit edilmiştir.

Numunelerin mikrosertlik sonuçları, Tablo 4.22 ve Şekil 4.36' da verilmiştir. A4, A8 ve A12 alaşımlarının hızlı katılaştırılmış şeritlerinin mikrosertlik değerlerinin ingot hallerine göre sırasıyla 2.4, 2.8 ve 3.0 kat arttığı gözlemlendi. Ayrıca alaşımın bileşimindeki Si miktarı arttıkça ingot ve şeritlerin her ikisinde de mikrosertlik değerleri artmaktadır. A4, A8 ve A12 hızlı katılaştırılmış alaşımların en yüksek disk devir hızında ölçülen mikrosertlik değerleri sırasıyla 190.1, 246.7 ve 257.7 kg/mm^{-2} olarak bulunmuştur. Ölçülen mikrosertlik değerleri daha önceki yapılan çalışmalarla uyum içinde olmakla birlikte 12Si katkılanan A12 alaşımı için ölçülen mikrosertlik değeri literatürdeki çalışmalardan daha yüksektir. Ayrıca bu artış, diskin dönme hızındaki artma ile de doğru orantılı olarak değişmiştir [98, 100, 101, 103, 104, 108]. Bu sonuçtan da görüleceği gibi hızlı katılaştırılmış numunelerin mukavemetleri, normal katılaştırılan numunelere göre oldukça iyi neticelere ulaşmıştır. Mikrosertlik artmasına sebep ise, hızlı katılaştırılmış şeritlerdeki mikroyapıda tanecik küçülmesi ve homojen dağılımla birlikte alaşım içerisinde yer alan intermetalik fazlardır.

Son olarak, gelecekte tasarlanan veya yapılması önerilen çalışmalar için önemli noktaları şu şekilde özetleyebiliriz:

a) Kullandığımız sistemlerin modifiye edilmesi:

1. Hızlı katılaştırılmış şerit üretimi iki farklı fırın kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Vakumlu eritme fırını ve hızlı katılaştırma sisteminde kullanılan fırın 1100 ± 1 °C' kadar çıkabilmekte bu ise daha yüksek erime sıcaklığına sahip malzemeyi üretmeye imkân vermemektedir. Bu yüzden her iki fırının yenilenmesi veya modifiye edilmesi,
2. Sisteme monte edilecek termal kamera yardımıyla sistemde meydana gelen soğutma hızının tespit edilmesi çalışmalarının yapılması,
3. Hızlı katılaştırılmış şeritlerin SEM ve OM ile mikroyapı incelemelerinde, diske temas eden yüzeylerin daha fazla homojen ve parçacık boyutundaki küçülmenin daha iyi olduğu görülmüştür. Ayrıca X-Işını difraksiyon analizinde de yapının kristal çıkması daha iyi soğutma hızı olmasının gerektiğini göstermiştir. Bu nedenle MS sisteminde şeritlerin diske temas etme ve soğutma hızının artırılması için sistemin merkezkaçlı eriyik döndürme (CMS) olarak kullanılması ve şeritlerin diskin iç yüzeyine dökülerek hızlı katılaştırılmış şeritlerin üretilmesi, gerekmektedir.

b) Yeni çalışmalar:

1. Hızlı katılaştırma ile elde edilen şeritlerin mukavemet değerlerine ısıнын etkisini araştırmak amacıyla şeritlerin ısııl işleme tabi tutularak özelliklerinin incelenmesi,
2. Al-Ni kullanılarak üretilen alaşımları amorf olarak üretmede oldukça katkısı olduğu bilinen RE elementleri (Y, Ce, Nd, Gd, La, Pr v.b. gibi) ilaveli üçlü sistemler üzerinde özellikle son yıllarda çokça çalışıldığı halde, Cu, Mg ve Sb içeren dörütlü sistemler üzerinde pek çalışılmamıştır. Bu sebeple Al-Ni-Nd-Cu, Al-Ni-Nd-Mg ya da Al-Ni-Nd-Sb gibi dörütlü alaşımlar üzerinde çalışılarak bu sistemlerin manyetik özelliklerinin incelenmesi,
3. Mg katkısıyla üretilcek hızlı katılaştırılmış Al-Ni-Nd-Mg alaşımasının hidrojen depolama kapasitesi ölçülerek sanayide ki kullanım alanları araştırılmalıdır.

KAYNAKLAR

1. Jacobson, L. A. and McKittrick, J., Rapid Solidification Processing, Mat. Sci. Eng. R 11., 8, 355-387, 1994.
2. Strange, E. A. and Pim, C. H., U.S. Patent 905, 758, 1908.
3. Klement, W., Willens, R. H. and Duwez, P., Non crystalline structure in solidified gold-silicon alloys, Nature, 187, 869-879, 1960.
4. Anantharaman, T. R., Metallic glasses: An overview, Anantharaman, T.R., (Ed.), Metallic glasses: Production, properties and applications, Trans. Tech. Publications, 1-29, Switzerland, 1984.
5. Duwez, P. and Willens, R. H., Rapid quenching of liquid alloys, Transactions of The Metallurgical Soc. of AIME, 227, 362-365, 1963.
6. Johnson, W. and Williams, A. R., Structure and properties of transition metal-metalloid glasses based on refractory metals, Phys. Rev. B., 20, 4, 1640-1655, 1979.
7. Jones, H. and Suryanarayana, C., Rapid quenching from the melt: an An annotated bibliography 1958-1972, J. of Mat. Sci. 8, 705-753, 1973.
8. Cahn, R. W., Metallic glasses, Contempt. Phy., 21, 1, 43-75, 1980.
9. Cohen, M. H. and Turnbull, D., Composition Requirements of Glass Formation in Metallic and Ionic System, Nature, 189, 131-132, 1961.
10. Gilman, J. J., Metallic Glasses, Physics Today, 46-53, 1975.
11. Chen, H. S. and Turnbull, D., Evidence of a Glass-Liquid Transition in a Gold Germanium-Silicon alloy, Division of Engineering and Applied Physics, Harvard University, 2560-2571, (1967).
12. Chen, H. S. and Turnbull, D., Formation, stability and structure of Pd-Si based alloy glasses, Acta Metall., 17, 1021-1031, 1969.
13. Gubanov, I., Sov. Phys. Sol. Stat., 2, 2477-2480, 1960.
14. Duwez, P., Metallic glasses-historical background, Günterherodt, H. J. and Back, H. (ed.), Glassy Metals I, Springer-Verlag, 19-23, Berlin, 1981.
15. Cochrane, R. W., Harris, R., Ström-Olson, J. O. and Zuckermann, M. J., 1975, Structural manifestations in amorphous alloys: Resistance minima, Phys. Rev. Lett., 35, 10, 676-679.
16. Hatta, S. and Egami, T., Temperature dependence of magnetization of amorphous Fe-B-C alloys, J. Appl. Phys., 50,3, 1589-1591, 1979.

17. Hasegawa, R. and O'Handley, R. C., Soft magnetic properties of metallic glasses-Recent developments, *J. Appl. Phys.*, 50, 3, 1551-1 556, 1979.
18. Chien, C. L. and Chen, H. S., Effect of Mo on the magnetic properties of amorphous $(\text{Fe}_x\text{Mo}_{x-1}) \text{P}_{16} \text{B}_6 \text{Al}_3$, *J. Appl. Phys.*, 50, 3, 1574-1576, 1979.
19. Ahmad, I., Magnetic properties and structures of high coercivity melt spun NdFeB hard magnetic alloys, Ph.D. Thesis, The University of Sheffield, Sheffield, 1996.
20. Pietrokowsky, P., Novel mechanical device for producing rapidly cooled metals and alloys of uniform thickness, *Rev. Sci. Instrum.* 34, 445-446, 1963.
21. Cahn, R. W., Krishanand, K. D., Laridjani, M, Greenholtz, M. and Hill, R., Novel spiat quenching techniques and methods for assessing their performance, *Mat. Sci. Eng.*, 23, 83-86 1976.
22. Predecki, P., Mullendore, A. W. and Grant, N. J., A Study of the Splat Cooling Technique, *Trans. Met. Soc.*, 233, 1581-1586, 1965.
23. Harbur, D. R., Anderson, J. W. and Maramar, W. J., Rapid Quenching Drop Smashes, *Trans. Met. Soc.*, 245, 1055-1061, (1969).
24. Pond, R. B., Maringer, R. E. and Mobley, C. E., High rates continuous casting of metallic fibers and flamets, in new trends in materials fabrication, ASM Seminar Series, 128-164, 1976.
25. Sawage S. J. and Froes E. H., Production of rapidly solidified metals and alloys, *J. of Met.*, 20-33, 1984.
26. Kavesh, S., Principle of Fabrication, Metallic Glasses ASM, Metals Park, Ohio, 1978.
27. Honeycornbe, R. W. K., (Ed.Cantor), *Proc.3rd. Int. Conf Rapidly Quenched Metals*, Brighton, U.K. 1978.
28. Lawley, A., Preparation of metal powders, *Ann. Rey. Mater. Sci*, 8, 49-71, 1978.
29. Narashimhan, M. C., Continious casting method for metallic amorphous strip, Allied Chemical Corporation, New Jersey, U.S. Patent 4, 212, 343, 1980.
30. Masumoto, T., Ohnaka, I., Inoue, A. and Hagiwara, M., Production of Pd Cu-Si amorphous wires by melt spinning method using rotating water, *Scripta Mater.*, 15, 293-296, 1981.
31. Ohnaka, I., Melt spinning into a liquid cooling medium, *Int. J. of Rap. Sol.*, 1, 219-230, 1984.
32. Zhang, X. and Atrens, A., The Thermo Modeling of Substrate Rapid Solidification, *JOM*, 48-50, 1994.

33. Kubel, E. J., All eyes on metallic glasses, *Metal Progress*, 61-70, 1986.
34. Rosen, G., Avissar, J., Baram, J. and Gefen, Y., The effect of process variables on the characteristics of Al- 12 at % Ge alloy ribbons made by centrifuge melt-spinning, *Int. J. of Rap. Sol.*, 2, 67-82, 1986.
35. Rosen, G., Gefen, Y. and Baram, J., Multilayered Compact Ribbons Obtained By Centrifuge Melt-Spinning, *J. Mater. Sci. Lett. A*, 1258-1260, 1988.
36. Baram, J., Wetting Pattern Characterization of Rapidly Solidified Centrifuge Melt-Spun Metallic Ribbons, *J. Mater. Sci. Lett. A*, 23, 405-409, 1988.
37. Shectman, D., Blech, I., Gratias, D. and Cahn, R.W., Metallic Phase with long-range orientation order and no transitional symmetry, *Phy. Rev. Lett.*, 53, 1951-1956, 1984.
38. Levine, D. and Steinhardt, P. J., Microstructure of quasicrystals in rapidly solidified alloys, *Phys. Rev. Lett.*, 53, 2477-2484, 1984.
39. Pohla, C. and Ryder, P. L., Quasicrystals in Al-Ni alloys, *Mat. Sci. and Eng., A*, 134, 947-950, 1991.
40. Lidin, S., Quasicrystal: Local structure versus global structure, *Mat. Sci. and Eng., A* 134, 893-895, 1991.
41. Gillen, A. G., Rapid Solidification of Nickel-Aluminium Alloys by The Melt-Spinning Process Department of Metallurgy and Science of Materials, Ph.D. Thesis, Oxford University, UK, 1985.
42. Kim, W. T., Gogebakan, M. and Cantor, B., *Mater. Sci. Eng.*, A226 228, 178, 1997.
43. Davis, J. R., *ASM specialty handbook: Aluminium and aluminium alloys*, ASM international, 627-635, 1992.
44. Kurihara, Y., The role of aluminium in automotive weight reduction, *JOM*, 46, (4), 21-22, 1994.
45. Takuda, H., Yamazaki, N., Hatta, N. and Kikuchi, S., influence of cold rolling and annealing condition on formability of aluminium alloy sheet, *J. Mat. Sci.*, 30, 957-963, 1995.
46. Kınıkoğlu, N. G., *Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Literatür Yayıncılık*, 900 s, İstanbul, 2001.
47. Quist, W. E., and Lewis, R.E., The Need for Rapidly Solidified Powder Metallurgy Aluminum Alloys for Aerospace Application, *American Society for Testing and Materials*, 7-38, 1986.
48. Çınaroğlu, K., Dünyada ve Türkiye’ de Alüminyum, *Metalürji*, 92, 10-12, 1994.

49. Güleç, Ş., Malzeme Ders Notları, p.20-80, İ.T.Ü Makine Fak. Ofset atölyesi, İstanbul, 1980.
50. Gilman, J. J and Leamy H. J. (eds) *Metallic Glasses*, American Society for Materials International, Materials Park, Ohio, 1978.
51. Herman, H. (ed), *Ultra rapid quenching of liquid alloys*, Academic Press, New York 1981.
52. Ashbrook, R. L. (ed), *Rapid solidification technology: sourcebook*, American Society for Materials International, Metals Park, Ohio, 1983.
53. Flinn, J. E., *Rapid solidification technology for reduced consumption of strategic materials*, Noyes Publication, Park Ridge, New York, 1985.
54. Vasudevan, A. K., Deherty R. D. (Eds.), *Preface to Aluminum Alloys: Contemporary Research and Applications.*, *Treatise on Materials Science and Technology*, Vol. 31. Academic Press, New York, 1989.
55. Pilling, J., and Ridley, N., *Cavitations in aluminum alloys during superplastic flow*, in: Heikkinen, H. C., McNelly, T.R. (Eds.), *Superplasticity in Aerospace*, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA, pp. 183-198, 1988.
56. Troeger, L. P. and Starke Jr, E. A., *Microstructural and mechanical characterization of a superplastic 6xxx aluminum alloys*, *Mat.Sci. Eng.*, A277, 102-113, 2000.
57. ALCOA Aerospace Technical Fact Sheet: Alloy 6013 Sheet, Bettendorf, Iowa.
58. Matthys, E. F. (Ed.), *Meltspinning and Strip Casting, Research and Implementation*, TMS, Warrendale, 1993.
59. Matthys, E. F. and Truckner, W. G. (Ed.), *Meltspinning, Strip Casting and Slab Casting*, TMS, Warrendale, 1996.
60. Dosta, L. A. and Das, S. K., *Int. J. Rapid Solidification*, 8, 73-131, 1994.
61. Katgerman, L. and Dom, F., *Mat. Sci. and Eng.*, A 375-377, 1212-1216, 2004.
62. Birol, Y., and Birol, F., *Wear*, 265, 590-597, 2008.
63. Lavernia, E. J. and Srivatsan, T. S., *The rapid solidification processing of materials: science, principles, technology, advances, and applications J. Mater. Sci.*, 45, 287–325, 2010.
64. Züttel, A., *Materials for hydrogen storage, Mater Today*, 6, 24–33, 2003.
65. Ross, D. K., *Hydrogen storage: the major technological barrier to the development of hydrogen fuel cell cars, Vacuum* 80, 1084–1089, 2006.

66. Wirth, E., Milcius, D., Filiou, C. and Noreus, D., Exploring the hydrogen sorption capacity of Mg–Ni powders produced by the vapour deposition technique, *Int. J. Hydrogen Energy*, 33, 3122–3127, 2008.
67. Liu, F. J. and Suda, S., Properties and characteristics of fluorinated hydriding alloys, *J. Alloy. Compd.*, 231, 742–750, 1995.
68. Liu, Y. N. and Zhang, X. J., Effect of lanthanum additions on electrode properties of Mg₂Ni, *J. Alloy. Compd.* 267, 231–234, 1998.
69. Guo, Z. P., Huang, Z. G., Konstantinov, K., Liu, H. K. and Dou, S. X., Electrochemical hydrogen storage properties of nonstoichiometric amorphous MgNi_{1+x} carbon composites (x=0.05–0.3), *Int. J. Hydrogen Energy*, 31, 2032–2039, 2006.
70. Song, M. Y., Kwon, I. H. and Bae, J. S., Development of hydrogen-storage alloys of Mg–Fe₂O₃ system by reactive mechanical grinding, *Int. J. Hydrogen Energy*, 30, 1107–1111, 2005.
71. Zhang, Y., Li, B., Ren, H., Guo, S., Wu, Z. and Wang, X., Hydriding and dehydriding characteristics of nanocrystalline and amorphous Mg₂₀Ni_{10-x}Co_x (x=0–4) alloys prepared by melt-spinning, *Int. J. Hydrogen Energy*, 34, 2684–2691, 2009.
72. Sieber, H., Park, J.S., Weissmüller J. and Perepezko J. H., Structural evolution and phase formation in cold-rolled aluminium–nickel multilayers, *Acta Mater* 49, 1139–1151, 2001.
73. Karpe, N., Larsen, K. and Bottiger, J., Phase formation induced by ion irradiation and electrical resistivity of aluminium- 3d-transition-metals alloys, *Phys. Rev. B*, 46, 2686–2692, 1992.
74. Srivastava, V. C., Surreddi, K. B., Scudino, S., Schowalter, M., Uhlenwinkel, V., Schulz, A., Eckert, J., Rosenauer, A. and Zoch, H.-W., Microstructure and mechanical properties of partially amorphous Al₈₅Y₈Ni₅Co₂ plate produced by spray forming, *Mater. Sci. Eng. A*, 527, 2747–2758, 2010.
75. Li, H., Guo, J., Huai, K. and Ye, H., Microstructure characterization and room temperature deformation of rapidly solidified NiAl based eutectic alloy containing trace Dy, *J. of Crystal Grow.*, 290, 258–265, 2006.
76. Karaköse, E., and Keskin M., Morphological characteristic of the conventional and melt-spun Al-10Ni-5.6Cu (in wt. %) alloy, *Mater. Charact.*, 60, 1569–1577, 2009.
77. Pope, D. P. and Darolia, R., In: Westbrook J. H., editor, Applications of intermetallic compounds, *MRS Bulletin*, vol. 21, p26, 1996.

78. Colin, J., Serna, S., Campillo, B., Flores, O. and Juarez-Islas J., Microstructural and lattice parameter study of as-cast and rapidly solidified NiAl intermetallic alloys with Cu additions, *Intermetallics*, 16, 847–853, 2008.
79. Zeng, Q. and Baker, I., The effects of local versus bulk disorder on the magnetic behavior of stoichiometric Ni₃Al, *Intermetallics*, 15, 419-427, 2007.
80. Lee, H. Y., Jung, S. H., Lee, S. Y. and Ko, K. H., Fabrication of cold sprayed Al-intermetallic compounds by post annealing, *Mater. Sci. Eng. A* 433, 139-143 2006.
81. Lee, H. Y., Jung, S. H., Lee, S. Y. and Ko, K. H., Alloying of cold-sprayed Al-Ni composite coatings by post-annealing, *Appl. Surf. Sci.*, 253, 3496-3502, 2007.
82. Sahu, S., Chatterjee, S. and Sahoo, K. L., Mechanical properties and nanocrystallization behaviour of Al-Ni-La alloys, *Metal. and Mater. Trans. A*. 10, 1661-1168, 2010.
83. Sahoo, K. L., Sahu, R., Ghosh, M. and Chatterjee, S., Studies on crystallization behaviour and mechanical properties of Al-Ni-La alloys, *Bull. Mater. Sci.*, 31, 433-439, 2008.
84. Inoue, A., Ohtera, K. and Masumoto, T., Aluminum-based amorphous alloys with tensile strength above 980 MPa (100 kg/mm²), *Jpn. J. Appl. Phys.*, 27, 479-482, 1988.
85. Kim, H., Inoue, A. and Masumoto, T., Ultrahigh tensile strengths of Al₈₈Y₂-Ni₉M₁ (M = ¼ Mn or Fe) amorphous alloys containing finely dispersed fcc-Al particles, *Mater. Trans. JIM.*, 31, 747-749, 1990.
86. Masumoto, T., Recent progress in amorphous metallic materials in Japan, *Mater. Sci. Eng. A*, 179, 8-16, 1994.
87. Kawamura, Y., Mano, H. and Inoue, A., Nanocrystalline aluminum bulk alloys with a high strength of 1420 MPa produced by the consolidation of amorphous powders, *Scripta Mater.*, 144, 1599-1604, 2001.
88. Kato, H., Akiya, T., Sagawa, M., Koyama, K. and Miyazaki, T., Effect of high magnetic field on the coercivity in sintered Nd-Fe-B magnets, *J. Magn. Magn. Mater.*, 310, 2596-2598, 2007.
89. Marinescu, M. and Chiriac, H., Anomalous magnetic relaxation in rapidly quenched Nd-Fe-B ribbons, *J. Magn. Magn. Mater.*, 272–276 1943–1945, 2004.
90. Luzgin, D. V. L. and Inoue, A., Comparative study of effect of cold rolling on the structure of Al-RE-Ni-Co (RE= rare-earth metals) amorphous and glassy alloys, *J. of Non-Cry. Solids*. 352 (2006) 3903–3909.

91. Jacovkis, D., Rodrigues-Viejo, J. and Clavaguera-Mora, M. T., Isokinetic analysis of nanocrystallization in an Al-Nd-Ni amorphous alloy, *J. Phys-Condens. Mat.* 17, 4897-4910, 2005.
92. Ted Guo, M. L., Tsao, C. Y. A., Huang, J. C. and Jang, J. S. C., Microstructural evolution in spray-formed and melt-spun Al₈₅-Nd₅-Ni₁₀ bulk hybrid composites, *Intermetallics* 14, 1069-1074, 2006.
93. Karaköse, E., and Keskin M., Microhardness and Morphologic Characteristics of Rapidly Solidified Al-12Si-8Ni-5Nd Alloy, *Met. Mater. Int.* 16, 383-391, 2010.
94. Wang, S. H. and Bian, X. F., Effect of Si and Co on the crystallization of Al-Ni-RE amorphous alloys, *J. Alloy. Compd.*, 453, 139, 2008.
95. Luo, Z. P., Zhang, S. Q., Lu, L. Q. and Wei, G., Microstructure and strengthening mechanisms of Mg-6Al-6Nd alloy, *J. Rare Earths.*, 4, 296, 1994.
96. Inoue, A., Ochiai, T., Horio, Y. and Masumoto, T., Formation and mechanical properties of amorphous Al-Ni-Nd alloys, *Mater. Sci. Eng. A.*, 179, 649, 1994.
97. Hawksworth, A., Rainfort, W. M. and Jones, H., *J. of Cry.Grow.* 197, 286-296, 1999.
98. Ünlü, N., Genç, A., Öveçoğlu, M. L., Lavernia, E. J. and Froes, F. H., Microstructural evolution during annealing of the melt-spun ternary hypoeutectic Al-7.6Si-3.3Fe (in wt.%) alloy, *J. Alloy. Compd.* 343, 223-233, 2002.
99. Uzun, O., Karaaslan, T., Gögebakan, M. and Keskin, M., Hardness and microstructural characteristics of rapidly solidified Al-8-16 wt.%Si alloys, *J. Alloy. Compd.* 376, 149-157, 2004.
100. Karaköse, E. and Keskin, M., Effect of solidification rate on the microstructure and microstructure of melt-spun Al-8Si-1Sb alloy, *J. Alloy. Compd.* 479, 230-236, 2009.
101. Karaköse, E., Karaaslan, T., Uzun, O. and Keskin, M., Microstructural evolution and microhardness of melt-spun Al-6Ni-2Cu-1Si (in wt.%) alloy, *J. Mater. Process. Tech.* 195, 58-62, 2008.
102. Karaköse, E. and Keskin, M., Hardness and mechanical properties of Al based intermetallic alloys, *Mat. Chem. And Phy.*, incelemede.
103. Gögebakan, M., Uzun, O., Karaaslan, T. and Keskin, M., Rapidly solidified Al-6.5% Ni alloy, *J. Mater. Process. Tech.* 142, 87-92, 2003.
104. Gonzalez, G., Lara-Rodriguez, G. A., Sandoval-Jiménez, A., Saikaly, W., and Charai A., The influence of cooling rate on the microstructure of an Al-Ni hypereutectic alloy, *Mater. Charact.*, 59, 1607-1612, 2008.

105. McKay, B. J., Cizek, P., Schumacher, P., and Oreilly, K. A. Q., Heterogeneous nucleation in an Al-Ni-Si alloy studied using a metallic glass technique, *Mater. Sci. Eng.*, A304-306, 240-244, 2001.
106. Sahoo, K. L., Wollgarten, M., Haug, J. and Banhart, J., Effect of La on the crystallization behaviour amorphous $\text{Al}_{94-x}\text{Ni}_6\text{La}_x$ ($x=4-7$) alloys, *Acta Mater* 53, 3861-3870, 2005.
107. Kim, H. S., Warren, P. J., Cantor, B. and Lee, H. R., Mechanical properties of partially crystallized aluminium based amorphous alloys, *Nanostructured Mater.* 11, 241-247, 1999.
108. Kim, T. S., Hong, S. J and Lee, B. T., Hardness behaviour of the partially crystallized amorphous $\text{Al}_{86}\text{Ni}_9\text{Mm}_5$ alloys, *Mater. Sci. Eng.*, A363, 81-85, 2003.
109. Chang, I. T. H. and Botten, R. R, Heat treatment of rapidly solidified Al-Ni-Mm alloys, *Mater. Sci. Eng.*, A226-228, 183-186, 1997.
110. Gich, M., Gloriant, T., Surinach, S., Greer, A. L. and Baro, M. D., Glass forming ability and crystallisation processes within the Al-Ni-Sm, *J. of Non-Crystall. Solids*, 289, 214-220, 2001.
111. Zhong, Z. C., Jiang, X. Y. and Greer, A. L., Microstructure and hardening of Al-based nanophase composites, *Mater. Sci. Eng.*, A226-228, 531-535, 1997.
112. Basu, J. and Ranganathan, S., Crystallisation in Al-ETM-LTM-La metallic glasses, *Intermetallics*, 12, 1045-1050, 2004.
113. Jacovkis, D., Xiao, Y., Rodrigues-Viejo, J., Clavaguera-Mora, M. T. and Clavaguera, N., Mechanisms driving primary crystallization of Al-Ni₇-Cu₃-Nd₃ amorphous alloy, *Acta Mater* 52, 2819-2826, 2004.
114. Kim, T. S., Hong, S. J., Lee, J. H. and Kim, K. W., Structural change of the melt spun Al-10Ni-5Y by the addition of 1%Sr, *Mater. Sci. Eng.*, A311, 226-231, 2001.
115. Vasiliev, A. L., Aindow, M., Blackburn, M. J. and Watson, T. J., Phase formation during the devitrification of Al-rich melt-spun Al-8.5Ni-5.0Y-3.0(Co,Fe) alloys, *Scripta Mater.*, 52, 699-704, 2005.
116. Audebert, F., Mendive, C. and Vidal, A., Structure and mechanical behaviour of Al-Fe-X and Al-Ni-X rapidly solidified alloys, *Mater. Sci. Eng.*, A375-377, 1196-1200, 2004.
117. Jun, J. H., Kim, J. M., Kim, K. T. and Jung, W. J., Glass formability and thermal stability of Al-Ni-Y-Be amorphous alloys, *J. Alloy. Compd.* 434-435, 190–193, 2007.
118. Rizzi, P. and Battezzati, L., Microhardness and devitrification studies Al-TM-RE alloys, *J. Alloy. Compd.* 434-435, 36–39, 2007.

119. Yang, H., Wang, Q. J. and Li, Y., Influence of TM and RE elements on glass formation of the ternary Al-TM-RE systems, *J. of Non-Crystall. Solids*, 354, 3473-3479, 2008.
120. Kim, T. S., Effect of solute contents on the glass forming ability and thermal stability of Al-Ni-Sr alloy, *J. Alloy. Compd.* 465, 186–189, 2008.
121. Song, K., Bian, X., Guo, J., Wang, S., Sun, B., Li, X. and Wang, C., Effects of Ce and Mn additions on the glass forming ability of Al–Ni–Si metallic glass alloys, *J. Alloy. Compd.* 440, L8–L12, 2007.
122. Spinelli, J. E., Pers, M. D. and Garcia, A., Thermosolutal convective effects on dendritic array spacings in downward transient directional solidification of Al–Si alloys, *J. Alloy. Compd.* 403, 228–238, 2005.
123. Wang, G., Sun, Q., Feng, L., Hui, L. and Jing, C., Influence of Cu content on ageing behavior of AlSiMgCu cast alloys, *Mater. and Design* 28, 1001–1005, 2007.
124. Davis, J. R., *Aluminum and aluminum alloys*, ASM international, 534–541, 1992.
125. Fat-Halla, N., Structure, mechanical properties and fracture of aluminium alloy A-356 modified with Al-5Sr master alloy, *J. Mat. Sci.*, 22, 1013–1018, 1987.
126. Todeschini, P., Champier, G. and Samuel, F. H., Production of Al– (12-25)wt%Si alloys by rapid solidification, *J. Mat. Sci.*, 27, 3539–3551, 1992.
127. Öveçoğlu, M. L., Ünlü, N., Eruslu, and N., Genç, A., Characterization investigation of a melt-spun ternary Al-8Si-5.1Cu alloy, *Mater. Lett.*, 4328, 1-6, 2003.
128. Uzun, O., Karaaslan, T., and Keskin, M., Hardness evaluation of Al-12Si-0.5Sb melt-spun ribbons, *J. Alloy. Compd.* 358, 104–111, 2003.
129. Latuch, J., Cieslak, G. and Kulik, T., Fabrication and structure of bulk nanocrystalline Al–Si–Ni-metal alloys. *J. Alloy Compd.*, 434–435, 272–274, 2007.
130. El Sebaie, O., Samuel, A. M., Samuel, F. H. and Doty, H. W., The effects of mischmetal, cooling rate and heat treatment on the hardness of A319.1, A356.2 and A413.1 Al–Si casting alloys, *Mater. Sci. Eng.*, A486, 241-252, 2008.
131. Sirivasta, V. C., Ghosal, P. and Ojha, S. N., Microstructure and phase formation in spray-deposited Al-18Si-5Fe-1.5Cu alloy, *Mater. Lett.* 56, 797-802, 2002.
132. Dehghani, K., Salehi, M., Salehi, M. and Aboutalebi, H., Comparing the melt-spun nanostructured aluminium 6061 foils with conventional direct chill ingot, *J. Alloy Compd.*, 489, 245–252, 2008.

133. Rajabi, M., Simchi, A. and Davami, P., Microstructure and mechanical properties of Al–20Si–5Fe–2X (X = Cu, Ni, Cr) alloys produced by melt-spinning, *Mater. Sci. Eng.*, A492, 443-449, 2008.
134. Birol, Y., Microstructural evolution during annealing of a rapidly solidified Al-12Si alloy, *J. Alloy Comp.*, 439, 81–86, 2007.
135. Turnbull, D. J., Formation of Crystal Nuclei in Liquid Metals, *J. Appl. Physics*, 21, 1022-1029, 1950.
136. Adamson, A. W., *Phys. Chem. of Surf.*, Interscience Publishers, New York, 1967.
137. Askeland, D. R., *The Science and Engineering of Materials*, Chapman and Hall, 218-233, London, 1990.
138. Porter, D. A. and Easterling, K. E., *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 1-16, Van Nostrand Reinhold Co. Ltd., UK, 1991.
139. Abbaschian, R., *Phys. Metal. Prin.*, PWS-Kent Publishing Camp.. 300-307, Boston, 1992.
140. Volmer., M. and Weber, A., Keimbildung in Übersättigten Gebilden, *Z. Phys. Chem.*, 119, 227, 1926.
141. Turnbull, D. J., Isothermal Rate of Solidification of Small Droplets of Mercury and Tin, *Journal of Chemical Physics*, 18, 768-775, 1950.
142. Turnbull, D., J. Kinetics of Solidification of Supercooled Liquid Mercury Droplets, *J. Chem. Phys.*, 20, 411-424, 1952.
143. Flemings, M. C., *Döküm ve Katılaştırma Tekniği*, Tercüme: M. Başaran, 322-331, İTÜ Matbaası, İstanbul, 1976.
144. Turnbull, D. and Fisher, J. C., Rate of Nucleation in Condensed System, *J. Chem. Phys.*, 17, 71, 1949.
145. Udin, H., Shaler A. J., and Wulff, J., *Trans. AIME*, 185-186, 1949.
146. Becker, R. and Döring, W., Kinetics Behandlung der Keimbildung inübersöttingte Dömpfen, *Ann. Phys.*, 24, 719, 1953.
147. Miyazawa, Y. and Pound, G. M., Homogeneous Nucleation of Crystalline Gallium from Liquid Gallium, *J. of Crystal Growth.*, 23, 45, 1974.
148. Stowell, M. J., The Solid-Liquid Interfacial Free Energy of Lead form Supercooling Data, *Phil. Mag.*, 22, 1-6, 1970.

149. Jones, D. R. H., Review The Free Energies of Solid-Liquid Interfaces, J. Metals Sci., 9, 1-17, 1974.
150. Skripov, V. P., Homogeneous Nucleation in Metals and Amorphous Films, in Crystal Growth and Materials, (Ed. E. Kaldis and H. Schell) 327, North Holland, Amsterdam, 1977.
151. Gündüz, M., Measurement of Solid-Liquid Surface Energies, Ph. D. Thesis, Oxford University, UK, 1984.
152. Maraşlı, N., The Measurement of Solid-Liquid Surface Energy, Ph.D. Thesis, Oxford University, UK, 1994.
153. Maraşlı, N. and Hunt, J. D., Solid-Liquid Surface Energies in the Al-CuAl₂, Al-NiAl₃ and Al-Ti systems, Acta Mat., 44, 1085-1096, 1996.
154. Maraşlı, N. and Hunt, J. D., The Use of Measured Values of Surface Energies to Test Heterogeneous Nucleation Theory, J. of Crystal Growth, 191, 558-562, 1998.
155. Das, S., Yegneswaran. A. H. and Rohatgi, P. K., Characterization of rapidly solidified Al-Si alloy, J. Mat. Sci., 22, 3173-3177, 1987.
156. Mehrabian., R., Rapid solidification, Int. Metals Reviews, 27, (4), 185-251, 1982.
157. Zhang, X. and Atrens, A., Rapid solidification characteristic in melt spinning, Mat.Sci. Eng., A159, 243-251, 1992.
158. Beck, H. and Güntherodt, H. J., Topics in Applied Physics Glassy Metal 1, Vol 46, p. 1-4, Springer-Verlah, NewYork, 1981.
159. Bozbıyık, A. and Eruslu, M. N., MS Yöntemiyle Katılaştırılmış Al-Mn Şeritlerin Üretimi, S. 337-35 1, Metalurji Kongresi ve Sergisi, 1988.
160. Jones, H., Rapid Solidification of Metal and Alloys, Vol 1, p. 1-7, The Institution of Metallurgist, London, 1982.
161. Herlach, D. M., Non-equilibrium Solidification of Under cooled Metallic Melts, Mat. Sci., R12, 177-255, 1994.
162. Koch, C. C., Rapid solidification of Intermetallic compounds, Int. Mat. Rev., 33, 4, 201-218, 1988.
163. Massalski, T. B., Murray, J. L., Bennet, L. H. and Baker, H., 1986, Binary alloy phase diagrams, American Soc. for Met., 164-172, Ohio.
164. Froes, E. H., Kim, Y. W. and Hehman, E., Rapid solidification of Al, Mg and Ti, Jour. of Metals, 14-20, 1987.

165. Bunk, W. G. J., Aluminium RS metallurgy, Mat. Sci. Eng., A134, 1087-1097, 1991.
166. Cohen, M., Kear B. H. and Mehrabian R., Rapid solidification processing: principles and technologies II. Claitor Publishing Division, London, 1989.
167. Tkach, V. I., Limanovskii, A. I., Denisenko, S. N. and Rassolov, S. G. Mater. Sci. Eng. A323, 91–96, 2002.
168. Humphreys, E. S., Warren, P. J. and Cerezo, A., Mater. Sci. Eng. A250, 158–163, 1998.
169. Liu, Y., Amorphisation and Characterisation of Multicomponent Fe-Co-Ni-Zr-B Alloys During Mechanical Alloying, Ph.D. Thesis, Birmingham University, UK, 2000.
170. Jacobson, L. A. and McKittrick, J., Rapid solidification processing, Mat. Sci. and Eng., 8, 211, 335-408, 1994.
171. Uzun, O., Değişik Soğutma Hızlarında Melt Spinning Metodu İle Hızlı Katılaştırılmış Al-% (8, 12, 16) Si Alaşımlarının Üretimi ve Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, 1998.
172. Mullins, W. W. and Sekerka, R. F., Calculation of the Crystal Melt Interfacial Free Energy from Experimental Radial Distribution Function Data, J. of Appl. Phys., 36, 323, 1963.
173. Burden, M. H. and Hunt, J. D., Cellular and Dendritic Growth II, J. of Crystal Growth., 22, 109-116, 1974.
174. Durlu, T. N., Katıhal Fiziğine Giriş, Set Ofset Ltd., 5-10, Ankara, 1996.
175. Kittel, C., Katıhal Fiziğine Giriş, (Çev. Karaoğlu, B.), Bilgi Tek Yayıncılık, 1-15, İstanbul, 1996.
176. Cutlity, B. D., 1978, Elements of X-Ray diffraction, Addison-Wesley Publishing Comp., 87, London.
177. Karaaslan, T., Hızlı Katılaştırılmış Al-Mg Alaşımlarının Yapı, Mekanik ve Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kayseri, 1998.
178. Woolfson, M. M., An introduction to X-Ray crystallography, Cambridge University Press, 167-172, London, 1970.
179. Clark, G. L, The Encyclopedia of X-Ray, Reinhold Pub. Corp., 728-732, New York., 1963.
180. Cullity, B. D., Elements of X-Ray diffraction, Addison-Wesley Publis. Comp., 287-310, London, 1978. 23.
181. Bhatti, A. R., Effect of Heat Treatment on Metallic Glasses, Ph. D. Thesis, Oxford University, UK, 1989.

182. Göğebakan, M., Amorphous and Nanocrystalline Al-based Alloys, Ph. D. Thesis, Oxford University, UK, 1998.
183. Kim, K. B., Kim, S. H., Kim, W. T., Kim, D. H. and Hong, K. T., Structural evolutions during heat treatment of mechanically alloyed Al-Cu-Fe-(Si) alloys. Mater. Sci. Eng. A 304-306, p. 822-29, 2001.
184. Erdoğan, M., Malzeme Bilimi ve Mühendislik Malzemeleri. Nobel Yayın Dağıtım, 364 s, Ankara, 1998.
185. Geçkinli, A. E., Metalografi, TÜ Matbaası, 53-70, İstanbul, 1989.
186. Skoog, A. D., Holler F. J. and Nieman T. A.; Enstürümental Analiz İlkeleri, 548, 549, 272- 296, Bilim Yayıncılık, Özkan Matbaacılık, 1997.
187. Bruker AXS GmbH, Diffracplus PDF Maint Powder Diffraction Database Manage Software, Printed in the Federal Republic of Germany, 2000.
188. Brown, M. E., Introduction to Thermal Analysis Techniques, Applications G.B. at The University Press, Cambridge, 1988.
189. Karmazin, E., Barhoumi, R., Satre, P., Use of Microwaves in, Thermal Analysis' J: Thermal. Anal., 30, 43,29,1269, 1985.
190. Karmazin, E., Barhoumi, R., Satre, P., Microwaves , Thermodilatometry Thermochim. Acta, 85, 291, 1985.
191. Arora, N., Deo, G., Wachs, I. E. and Hirt, A. M., Surfaces Aspects of Bismuth Metal Oxide Catalysts, Journal of Catalysis, 159, 1-13, 1996.
192. Weissbach, W., Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Çev.: Anık, S., Anık, E., Vural, M., Birsan Kitapevi, İstanbul, 1993.
193. Colling, D. A., Industrial Materials, Metals and Alloys, Prentice-Hall Inc.,Ohio, 88, 1995..
194. Knoop, F., Peters, C. G. and Emerson, W. B., A Sensitive Pyramidal-Diamond Tool for Indentation Measurements, Journal of Research of the National Bureau of Standards, 23, 39-61, 1939.
195. Apaydin, N. and Smith, R., Microstructural characterization of rapidly solidified Al-Si alloy, Mater. Sci. Eng. A 98, 149-152, 1988.
196. Timmermans, G. and Froyen, L., Calculation Of The Effect Of Alloy Characteristics On The Permanent Expansion Of Cold Compacted Hypereutectic Al-Si-Fe-X Powder After Thermal Treatment, Scripta Mater., 40, 743–750, 1999.

197. Todeschini, P., Champier, G. and Samuel, E. H., Production of Al-(12-25)wt%Si alloys by rapid solidification, *J. Mat. Sci.*, 27, 3539-3551, 1992.
198. Lopez, I. A., Zepeda, C. M., Reytez, J. G. G., Flores, A. M., Rodriguez, J. S. and Gomez, L., TEM microstructural characterization of melt-spun aged Al-6Si-3Cu-xMg alloys, *Mater. Charact.* 417, 275-280, 2006.
199. Isheim, D., Seidman, D. N., Perepezo, J. H. and Olson, G.B., Nanometer-scale solute clustering in aluminum-nickel-ytterbium metallic glasses, *J. Mat. Sci.*, A00, 1-6, 2003.
200. Squire, P. J. and Chang, I. T. H., Development of rapidly solidified Al-Y-Ni-based alloys, *Mater. Sci. Eng. A* 449-451, 1009-1012, 2007.
201. Birol, Y., Effect of homogenization on recrystallization in a twin-roll cast Al-Fe-Si alloy, *J. Mater. Sci.*, 43, 4652-4657, 2008.
202. Stadnik, Z. M., Takeuchi, T., Tanaka, N., and Mizutani, U., Structural, Mossbauer, and transport studies of the icosahedral quasicrystals $\text{Al}_{55}\text{Si}_7\text{Cu}_{25.5}\text{Fe}_{12.5}$, $\text{Al}_{62.5}\text{Cu}_{24.5}\text{Fe}_{13}$ and the crystalline 1/1 approximant $\text{Al}_{55}\text{Si}_7\text{Cu}_{25.5}\text{Fe}_{12.5}$, *J. Phys-Condens. Mat.*, 15, 6365-6380, 2003.
203. Gögebakan, M. and Okumuş M., Structure and crystallization kinetics of amorphous Al-Ni-Si alloy, *Mater. Sci.-Pol.*, 27, 79-87, 2009.
204. Srinivasan, D. and Chattopadhyay, K., Formation and coarsening of a nanodispersed microstructure in melt spun Al-Ni-Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A* 255, 107-116, 1998.