Yüksek Lisans Tezi Tezi Hazırlayanın Adı Soyadı Alper Tuğra ALTINCI Anabilim Dalı Fizik 2012



T.C.
ERCİYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

ÜÇLÜ METALİK Sn-Sb-Zn ALAŞIM SİSTEMİNDE ELEKTRİK, MEKANİK VE KRİSTAL YAPI ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Hazırlayan
Alper Tuğra ALTINCI

Danışman
Doç. Dr. Buket SAATÇİ

Yüksek Lisans Tezi

Haziran 2012

T.C.
ERCİYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

ÜÇLÜ METALİK Sn-Sb-Zn ALAŞIM SİSTEMİNDE ELEKTRİK, MEKANİK VE KRİSTAL YAPI ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

(Yüksek Lisans Tezi)

Hazırlayan
Alper Tuğra ALTINCI

Danışman
Doç. Dr. Buket SAATÇİ

Bu çalışma, Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından FBY-10-3066 kodlu proje ile desteklenmiştir.

Haziran 2012
KAYSERİ

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

Alper Tuğra ALTINCI

İmza :



Üçlü Metalik Sn-Sb-Zn Alaşım Sisteminde Elektrik, Mekanik ve Kristal Yapı Özelliklerinin Araştırılması adlı Yüksek Lisans tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi'ne uygun olarak hazırlanmıştır.

Tezi Hazırlayan

Alper Tuğra ALTINCI

Danışman

Doç. Dr. Buket SAATÇİ

Fizik ABD Başkanı

Prof. Dr. Mehmet AKKURT

Doç. Dr. Buket SAATÇİ danışmanlığında **Alper Tuğra ALTINCI** tarafından hazırlanan **"Üçlü Metalik Sn-Sb-Zn Alaşım Sisteminde Elektrik, Mekanik ve Kristal Yapı Özelliklerinin Araştırılması"** adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

07 /06 /2012

JÜRİ:

Danışman	: Doç. Dr. Buket SAATÇİ
Üye	: Doç. Dr. Mehmet ARI
Üye	: Yrd. Doç. Dr. Eyyup GERÇEKÇİOĞLU

ONAY:
Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun 12/06/2012 tarih ve 2012/25-18 sayılı kararı ile onaylanmıştır.

12/06/2012

Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI

Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Deneysel çalışmalarda bana bizzat yardım eden, yol gösteren, beni aydınlatan, bilimsel konularda yardımını hiç esirgemeyen ve benim akademik olarak bu seviyeye gelmemde büyük emeği olan Sayın hocam Doç. Dr. Buket SAATÇİ' ye teşekkürü bir borç bilirim.

Deneysel çalışmalarda baştan sona kadar yardım eden ve yanımda bulunan, bilimsel konularda bana danışmanlık yapan ve karşılaştığım sorunlarda benden yardımlarını esirgemeyen Sayın Arş. Gör. Canan ALPER BİLLUR'a ayrıca teşekkür ederim. Mekanik özellikler konusunda da derin bilgilerinden faydalandığım, tecrübeleriyle bana yol gösteren, deneysel çalışmalarda emeğini hiçbir zaman esirgemeyen, Sayın hocam Yrd. Doç. Dr. Eyyup GERÇEKÇİOĞLU' na teşekkürü bir borç bilirim. Elektriksel iletkenlik deneylerinde de geniş bilgi birikiminden faydalandığım ve deneysel aşamalarda her zaman yardımlarını esirgemeyen Sayın hocam Doç. Dr. Mehmet ARI' ya teşekkürü bir borç bilirim. Elektriksel iletkenlik deneysel ölçümlerinde tüm numunelerimin elektriksel ölçümlerini almamda yardımcı olan ve zamanını hiçbir zaman esirgemeyen Sayın Dr. Semra DURMUŞ'a teşekkür ederim. Tüm numunelerimin Mikrosertlik ölçümlerini yapmamda bana yardımcı olan ve zamanını hiçbir zaman esirgemeyen Sayın Arş. Gör. Esen DAĞAŞAN' a da ayrıca teşekkür ederim. Bölümümüz öğretim üyelerinden Sayın Prof. Dr. Mehmet Akkurt'a da çalışmamın x-ışınları kısmında verdiği öğretici fikirlerden ve yönlendirmesinden dolayı da ayrıca teşekkür ederim. Son olarak Eğitim-Öğretim hayatım boyunca bana her zaman destek olan, maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen ve benim başarılı olmamı hedef gören Sayın Anne ve Babama da sonsuz teşekkürlerimi sunarım. İyi ki varsınız.

İÇİNDEKİLER

ÜÇLÜ METALİK Sn-Sb-Zn ALAŞIM SİSTEMİNDE ELEKTRİK, MEKANİK VE KRİSTAL YAPI ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Sayfa

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK SAYFASI ii
YÖNERGEYE UYGUNLUK SAYFASI iii
KABUL VE ONAY SAYFASI iv
ÖNSÖZ v
ÖZET vi
ABSTRACT vii
İÇİNDEKİLER viii
TABLOLAR LİSTESİ xii
ŞEKİLLER LİSTESİ xiii

GİRİŞ 1

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER ve LİTERATÜR ÇALIŞMASI

1.1. Giriş 2
1.2. Bu Tez Çalışmasında Kullanılan Malzemeler ve Özellikleri 3
1.2.1. Kalay (Sn) 3
1.2.2. Antimon (Sb) 4
1.2.3. Çinko (Zn) 5
1.2.4. Sn-Zn Alaşımları 6
1.2.5. Sn-Sb Alaşımları 7
1.2.6. Zn-Sb Alaşımları 7

1.2.7. Sn-Sb-Zn Üçlü Metalik Alaşımları 8
1.3. Elektriksel İletkenlik 8
1.3.1. Elektriksel İletkenliğin Tanımı 8
1.3.2. İletkenlik ve Özdirencin Ölçülmesi 9
1.4. Mekaniksel Özellikler 14
1.4.1 Çekme Deneylerinden Elde Edilen Mekanik Özellikleri, Verileri ve Mühendislik Gerilme-Şekil Değiştirme Eğrileri 15
1.4.2. Elastiklik Modülü 16
1.4.3 Akma Dayanımı 17
1.4.4. En Yüksek Çekme Dayanımı 17
1.4.5. Yüzde Uzama 18
1.4.6. Yüzde Kesit Daralması 19
1.5. Sertlik 20
1.5.1. Sertlik Değerlerini Etkileyen Faktörler 21
1.5.2. Vickers Sertliği 22
1.5.3. Brinell Sertliği 23
1.5.4. Rockwell Sertliği 25
1.5.5. Knoop Sertliği 26
1.5.6. Berkovich Sertliği 27
1.6. X-Işınları Difraksiyon Metodu (XRD) 27
1.6.1. Kristal Yapı Analizi 29
1.6.2. Difraksiyon Desenlerinin Yorumu 30
1.7. Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM) Ölçümleri 31
1.7.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) 31

2. BÖLÜM
YÖNTEM VE MATERYAL

2.1. Giriş 37
2.2. Dört Nokta D.C. Elektriksel İletkenlik Ölçüm Metodunda Kullanılan Cihazlar ve Uygulanışı 37
2.3. Mekanik Özellikler Deneylerinde Kullanılan Aletler ve Uygulanışı 39

2.3.1. Çekme Deneyi 39
2.3.2. Mikrosertlik Deneyi ve STRUERS Duramin–5 Cihazı 40
2.4. X Işınları Toz Difraksiyon Çalışmalarında Kullanılan Aletler ve Uygulanışı 41
2.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Ölçümleri 43
2.6. Numune Hazırlanması ve Kullanılan Fırınlar 44
2.6.1. Vakumlu Eritme Fırını 44
2.7. Numunenin Hazırlanması 45
2.7.1. Alaşımın Hazırlanması 46
2.8. Metalografik İşlemler 47
2.8.1. Numunenin Kesilmesi 47
2.8.2. Numunenin Zımparalanması 48
2.8.3. Numunenin Parlatılması 49

3. BÖLÜM
BULGULAR

3.1. Giriş 50
3.2. Elektriksel İletkenlik ve Özdirenç Ölçüm Sonuçları 50
3.3. Termal İletkenlik Ölçüm Sonuçları 51
3.4. Termal ve Elektriksel Sıcaklık Katsayısının Hesaplanması 52
3.5. Mekanik ve Mikrosertlik Özelliklerin Belirlenmesi 54
3.6. SEM ve EDX Analiz Sonuçları 60
3.7. XRD Ölçüm Sonuçları 62

4. BÖLÜM
TARTIŞMA-SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1. Tartışma 67
4.2. Sonuç ve Öneriler 67

KAYNAKLAR 72
ÖZGEÇMİŞ 75

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 1.1. İletkenliğin sınıflandırılması…….. 9
Tablo 1.2. Saf malzemelerin Brinell Sertlik değerleri……25
Tablo 2.1. Bazı zımpara kağıtları ve tane büyüklükleri [39] 48
Tablo 3.1. Numunelerin elektriksel özdirenç ve termal iletkenlik sıcaklık katsayıları..53
Tablo 3.2. Mikrosertlik deneyi ölçüm sonuçları … 56
Tablo 3.3. % 50 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 45 wt. Zn faz bölgelerinin analizi. 63
Tablo 3.4. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn faz bölgelerinin analizi 64

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. İki nokta elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği 11
Şekil 1.2. Dört nokta prob ölçme sisteminin esası 13
Şekil 1.3. Çekme deneyi cihazın şematik resmi..... 16
Şekil 1.4. (a) Vickers çentiçi (b) İzin diagonal boyu..... 23
Şekil 1.5. (a) Brinell çentiçi (b) İzin çapı. 24
Şekil 1.6. Rockwell çentiçinin şematik gösterimi[26]. 25
Şekil 1.7. Knoop çenticinin şematik gösterimi..... 26
Şekil 1.8. Berkovich çenticinin şematik gösterimi. 27
Şekil 1.9. X-Işınları toz difraktometresinin bileşenleri.. 28
Şekil 1.10. X-Işınlarının bir kristal tarafından difraksiyonu... 30
Şekil 1.11. Taramalı elektron mikroskobunun blok diyagramı..... 33
Şekil 2.1. İletkenlik ölçüm kiti [12].. 38
Şekil 2.2 . Dört nokta D.C. elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği çalışma prensibi.. 38
Şekil 2.3. Shimadzu AG-Xplus çekme testi deneyi cihazı..... 40
Şekil 2.4. STRUERS Duramin-5 mikrosertlik deneyi cihazı [36]..... 41
Şekil 2.5. X-Işınları toz difraksiyon ölçümleri (XRD) için kullanılan Bruker AXS D8 advance tipi difraktometre. 42
Şekil 2.6. Goniometre ünitesi..... 43
Şekil 2.7. Grain sınırlarının görüntülenmesinde ve EDX ölçümlerinde kullanılan SEM Sistemi..... 43
Şekil 2.8. Vakumlu eritme fırınının fotoğrafı.. 45
Şekil 2.9. Pota ve huninin fotoğrafı 45
Şekil 2.10. Grafitlerin işlenmesinde kullanılan torna..... 46
Şekil 2.11. Alaşım metallerinin tartılmasında kullanılan hassas terazi..... 46
Şekil 2.12. Struers Minitom numune kesme cihazı..... 47
Şekil 3.1. Elektriksel iletkenlik- sıcaklık değişim grafiği. 50
Şekil 3.2. Elektriksel özdirenç-sıcaklık değişim grafiği..... 51
Şekil 3.3. Wiedemann-Franz eşitliği kullanılarak elde edilen termal iletkenlik-sıcaklık grafiği 52
Şekil 3.4. Gerilme- % uzama grafiği..... 54

Şekil 3.5. %91.1 wt. Sn- % 3.9 wt. Sb- % 5 wt. Zn alaşımına ait kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri 57
Şekil 3.6. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn alaşımına ait kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri 59
Şekil 3.7. Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımının SEM görüntüleri 61
Şekil 3.8. % 50 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 45 wt. Zn ayrıntılı SEM ve EDX analizi 63
Şekil 3.9. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn ayrıntılı SEM ve EDX analizi 64
Şekil 3.10. Sn-Sb-Zn Üçlü metalik alaşımının indislenen XRD pikleri 66

ÜÇLÜ METALİK Sn-Sb-Zn ALAŞIM SİSTEMİNDE ELEKTRİK, MEKANİK VE KRİSTAL YAPI ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Alper Tuğra ALTINCI

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi, Haziran 2012

Danışman: Doç. Dr. Buket SAATÇİ

ÖZET

Bu tez çalışmasında ilk kez Sn- Sb-Zn üçlü metalik alaşım sisteminin elektriksel iletkenlik ve elektriksel özdirenç ölçümleri dört nokta prob yöntemi kullanılarak elde edildi. Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımında elektriksel iletkenlik ve elektriksel özdirenç ölçümleri kullanılarak elde edilen Lorentz sayıları, Wiedemann-Franz yasası kullanılarak aynı alaşım sistemi için termal iletkenliğin sıcaklıkla değişimi elde edilmiştir. Elektriksel iletkenlik-sıcaklık değişim grafiğinden yararlanılarak bu alaşım için elektriksel iletkenlik sıcaklık katsayısı, Wiedemann- Franz yasasından elde edilen termal iletkenlik-sıcaklık grafiğinden yararlanılarak da termal iletkenlik sıcaklık katsayısı elde edilmiştir. Ayrıca bu alaşımın ilk kez mekanik özelikleri incelenmiştir. Numunelerin çekme deneyleri 10mm/min hızı kullanılarak elde edilmiştir. Alaşımın Mikrosertlik deneyleri ise 10 gr yük altında gerçekleştirilmiştir. X-ışınları toz difraksiyon desenleri incelenip kristal sistemi, birim hücre parametreleri (a,b,c), Miller indisleri (h,k,l) ve düzlemler arası uzaklık (d) değerleri elde edilmiştir. Alaşımların ilk defa mikro yapı özellikleri ve mikroprob analizleri elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşım; Elektriksel iletkenlik; Termal ve elektriksel iletkenlik sıcaklık katsayısı; Mekanik özellikler; Mikrosertlik;

IN TERNARY METALLIC Sn-Sb-Zn ALLOYS SYSTEM, INVESTIGATION OF THE ELECTRIC, MECHANICAL AND CRYSTAL STRUCTURE PROPERTIES

Alper Tuğra ALTINCI
Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences
M. Sc. Thesis, June 2012
Thesis Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Buket SAATÇİ

ABSTRACT

In this present work, firstly electrical conductivity and electrical resistivity measurements of Sn- Sb- Zn ternary alloy was obtained by using four point probe method. Lorentz numbers, which was obtained by using electrical conductivity and electrical resistivity measurements in Sn- Sb- Zn ternary metallic alloy system, had been obtained the variation with temperature of thermal conductivity for the same alloy system by using Wiedemann- Franz Law. By using graph of the temperature variation of electrical conductivity was obtained the temperature coefficient of electrical conductivity for this alloy; by using temperature graph of thermal conductivity attained Wiedemann- Franz Law was also obtained temperature coefficient of thermal conductivity. In addition, this alloy was considered mechanical properties firstly. Tensile tests of samples were obtained by using 10mm/min speed. Micro hardness tests of the alloy were also carried out under 10 gr load. Values of the crystal system, the unit cell parameters (a, b, c), the Miller indices (h, k, l) and the distance between the planes (d) were obtained by examining X-ray powder diffraction patterns. Firstly micro- structural properties of alloys and microprobe analyzes were obtained.

Keywords: Sn- Sb- Zn ternary metallic alloy, electrical conductivity, temperature coefficient of thermal and electrical conductivity, mechanic properties, micro hardness.

GİRİŞ

Bu tez çalışmasında ilk kez Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşım sisteminin beş farklı kompozisyonda elektriksel iletkenlik ve elektriksel özdirenç ölçümleri dört nokta prob yöntemi kullanılarak elde edildi. Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımında beş farklı bileşim için elektriksel iletkenlik değerleri kullanılarak ve Wiedemann-Franz yasasından yararlanılarak aynı alaşım sistemi için termal iletkenliğin sıcaklıkla değişimi teorik olarak elde edilmiştir. Elektriksel iletkenlik-sıcaklık değişim grafiğinden yararlanılarak bu alaşımın beş farklı bileşimi için elektriksel iletkenlik sıcaklık katsayısı, Wiedemann-Franz yasasından elde edilen termal iletkenlik-sıcaklık grafiğinden yararlanılarak da termal iletkenlik sıcaklık katsayısı elde edilmiştir. Ayrıca bu alaşımın seçilen bileşimleri için ilk kez mekanik özelikleri incelenmiştir. Numunelerin çekme deneyleri 10mm/min hızı kullanılarak elde edilmiştir. Alaşımın Mikrosertlik deneyleri ise 10 gr yük altında gerçekleştirilmiştir. Ayrıca alaşıma ait X-ışınları toz difraksiyon desenleri incelenip kristal sistemi, birim hücre parametreleri (a,b,c) de ilk olarak elde edilmiştir. Buna ilaveten Sn-Sb-Zn alaşımının seçilen beş farklı bileşimi için ilk defa mikro yapı özellikleri ve mikroprob analizleri elde edilmiştir. Bu alaşımda elde edilen ölçüm sonuçları ile malzemenin karakteristik özellikleri hakkında bilgi toplanmaya çalışılmıştır

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER ve LİTERATÜR ÇALIŞMASI

1.1.Giriş

Katılaştırma, sıvıdan katıya bir faz dönüşümüdür. Bir başka deyişle katılaşma ve erime, metal veya alaşımların kristal yapı (katı) ile kristal olmayan yapı (sıvı) arasındaki dönüşümüdür.

Genellikle, katılar erime sıcaklığının üstünde bir sıcaklıkta ısıtılırsa, kristal olmayan yapı olan sıvıya dönüşürler. Aynı şekilde bir sıvı katılaşma sıcaklığının altında soğutulursa katılaşma meydana gelir. Yani sıvı kristal yapıya dönüşür. Katılaştırma olayında katılaştırılan malzemenin bileşimi, sıcaklık gradyenti (ΔT) ve katılaştırma hızı kontrol edilebilmektedir. Katılaştırmanın bu temel parametreleri arasında çeşitli düzenlemeler yapılarak malzemelerin mikro yapısı kristal yapısı ve fiziksel özellikleri değiştirilebilmektedir.

Katılaştırma genellikle metal döküm yöntemleri ile yapılır ve metal döküm yöntemlerinin hemen hemen tümünde, katılaştırılacak malzeme önce eritilir. Yani bu yöntemde eriyikten katılaştırma esas basamaktadır. Bu teknik basitten; külçe dökme, sürekli dökme, yarı iletkenlerde tek kristal büyütme, doğrudan katılaştırılmış bileşik alaşımlar ve çok hızlı katılaştırılmış amorf, nanokristal ve kuazikristal alaşımlar gibi teknolojik tekniklere kadar sıralayabiliriz. Bu durumda katılaşma mekanizmasının anlaşılmasında sıcaklık, soğutma hızı ve alaşımı oluşturan elementlerin mikroyapısı oluşuma etkisinin bilinmesi elde edilen alaşımın özelliklerinin anlaşılmasında önemlidir [1]. Malzemenin elektriksel ve mekanik özellikleri, kullanım alanları hakkında geniş bilgiler elde edilmesi ve uygulanan alanlardaki dezavantajları bize bu alaşım hakkında bilgiler vermektedir. Kristal yapı analizi yöntemi ile süper iletkenler,

seramikler, metaller, alaşımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karışımlar, korozif maddeler, çelik kaplama malzemeleri, maden analizlerinde, toprak analizlerinde, safsızlık katkılanmış yarıiletkenlerde, böbrek ve mesane taşlarında, bileşim analizlerinde, bazı adli konularda, bazı boyar maddelerde, pigmentlerde, çimentolarda, doğal veya yapay minerallerde, herhangi bir malzemenin içerdiği bileşik veya elementlerin, inorganik polimerlerde, faz diyagramlarının ve faz dönüşümlerinin araştırılması, bazı kristalin veya amorf kompleks bileşiklerinin incelenmesinde olduğu gibi bir çok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir [30,31].

Malzemenin gerilme ve gerinme çizgeleri, esneklik modülü, yüzde 0.2 kalıcı gerinmede akma dayanımı, çekme dayanımı (kopma dayanımı), kopmada yüzde uzama, kopmada yüzde alan daralması gibi mekanik özellikler mühendislik tasarımlarında yararlanılır [18].

Bu tez çalışmasında Üçlü Metalik Sn-Sb-Zn Alaşım Sisteminde Elektrik, Mekanik ve Kristal Yapı Özelliklerinin Araştırılması konusu araştırılmıştır.

1.2. Bu Tez Çalışmasında Kullanılan Malzemeler ve Özellikleri

Tez çalışmasının bu bölümünde Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımlarını oluşturan elementler ve bu metalik alaşımın Sn-Zn Sn-Sb ve Zn-Sb olmak üzere ayrı ayrı ikili alaşım sistemlerinin teknolojik ve bilimsel özelliklerini değerlendireceğiz.

1.2.1. Kalay (Sn)

Kalay, gümüş beyazlığında ve havada parıldayan bir metal olup yoğunluğu 7.28 gr/cm^3 tür. Kalayın ergime sıcaklığı 232 °C' dir. 1200^{0}C sıcaklıkta fazla miktarda buharlaşmaya başlar, ortam sıcaklığı ile 162 ^{o}C sıcaklıklar arasında tetragonal fazlı olan içyapı yumuşaktır ve kolayca deforme olabilir. Bu nedenle ortam sıcaklığında, ince folyo haline kadar haddelenebilir (*Haddeleme; mühendislikte sıcak yahut soğuk haldeki metal malzemeye basit biçimler vermekte kullanılan işlem.*). Çünkü rekristalizasyon (*Rekristalizasyon; plastik şekil değiştirme neticesinde meydana gelen değişmeler şekil değiştirme derecesine göre belirli bir sıcaklıkta kaybolmaya ve cismin yapısında*

yeniden kristal teşekkül etmeye başlar bu olaya yeniden kristalleşme veya rekristalizasyon adı verilir.) sıcaklığı ortam sıcaklığının altındadır. Kalay ortam sıcaklığında hava, su ve zayıf asitler ile bazlara karşı dayanıklıdır. Kalay, ayrıca lehim alaşımı, bronz, kızıl döküm ve beyaz metal (yatak) alaşımlarının imalinde kullanılır [2].

Aşağıda kalay metalinin en önemli özellikleri verilmiştir [3].

- Düşük erime noktası
- Düşük sertlik
- Malzemelerin yumuşaklık özelliği
- Yabancı parçacıkların etkileyici birleşimi
- Malzemenin gıda maddeleri ile uyumu

1.2.2.Antimon (Sb)

İlk olarak 16. yüzyıldaki simyacılar tarafından bulunan antimon periyodik cetvelin VA grubunda yer alan, mavimsi gümüş beyazı renkte metal bir elementtir. Antimonun simgesi (Sb), atom sayısı 51, atom ağırlığı da 121,75 gr/mol'dür. Saf Antimony için Rhombohedral yapıda $a=4,307A^0$ ve $c=11,273A^0$dır. Doğada serbest hâlde, gümüş ve arsenikle birlikte rastlanan antimon daha çok antimon sülfür (Sb_2S_3) ve bunun havada oksitlenmesi ile Sb_2O_3 (beyaz parlak çubuklar) biçiminde bulunur. Kırılgandır, kimyasal özellikleri arseniğe benzer, ısı ve elektriği ondan daha iyi iletir. Havadan etkilenmez, ancak yüksek sıcaklıkta Sb_2O_3'e dönüşür. Antimon sülfürün ısıtılıp demirle ya da kavrulup oksidinin odun kömürüyle indirgenmesiyle üretilir. Yemek tuzu ile birlikte ergitilerek % 99.9 saflıkta antimon metali elde edilir.

Antimon, gümüş beyazı renginde ve rhombohedral kafes sistemine sahiptir. Hidroklorik asitte çözünmez, altın suyunda çözünür. Derişik sülfürik ve nitrik asitle tepkimeye girer. Çok sert değildir. Fakat çok gevrek olduğundan kolaylıkla toz haline getirilebilir. Yoğunluğu 6,7 gr/cm^3, ergime noktası 630°C ve kaynama noktası 1635°C'dir. Antimon daha çok, ana metalin sertleştirilmesinde, yalnız alaşım maddesi olarak da boya, kibrit, maytap, ateşe dayanıklı malzeme ve ilâç yapımında kullanılır. Elastisite modülü $E=56000\ N/mm^2$, Çekme dayanımı $_{ç}=90\ N/mm^2$'dir.

Alaşımsız yumuşak kurşun içerisine antimon katkısıyla, 4 HB 5/62.5/120 (5 mm bilye çapı, 62.5 kg yük, 120 sn yüklenme süresi) olan yumuşak kurşunun sertliği % 12-16 Sb ile alaşımlandırılarak 15HB 5/62.5/120'ye kadar arttırılabilir. Ayrıca küçük miktarda Sb ve sertleşmeyi artıran As ile alaşımlandırılan malzemenin sertliği 9 HB 5/62.5/120'den 13 HB 5/62.5/120'ye kadar arttırılabilir.

Antimon ile alaşımlandırılan malzeme, eritildiğinde akıcı olur ve dolayısıyla döküm işlemleri kolaylaşır. % 5 Antimon ile alaşımlandırılan sert kurşun, aşırı sarsıntıya uğrayan, kablo mantoları için kullanılır, % 1 Sb-% 0.05 As ile alaşımlandırıldığında ise, içme suyu boruları için kullanılır. % 1.5 Sb'lu alaşımlar kimyasal aletler için, % 9 Sb'lu alaşım depoların imalinde, % 10 Sb'lu alaşım ise kromlama banyolarının anodu ve % 12-16 Sb'lu alaşım ise bu çalışmanın araştırma konusu olan, kaymalı yatak alaşımları imalinde kullanılır [2].

1.2.3.Çinko (Zn)

Saflık dereceleri % 97,5 ile %99,995 arasında değişen çinko türleri DIN 1706'da standartlaştırılmıştır. Katkı miktarının azalması ile korozyon direnci artabilir, dayanım ise biraz düşer. Yüksek saflıkta çinko $(\geq 99,99)$ en başta basınçlı dökümlü alaşımlarının temel bileşenleri olarak kullanılır. Çinko tek kristalinin elastik modülü ve ısıl genleşme katsayısı doğrultuya aşırı bağımlılık gösterir. Haddeleme (***Haddeleme; mühendislikte sıcak yahut soğuk haldeki metal malzemeye basit biçimler vermekte kullanılan işlem.***) veya çekme dokuları içeren yarı mamuller ile iri taneli döküm parçalarda da anizotropluk (***Anizotrop; belirli fiziksel doğrultulara göre özelliği değişen cisimler.***) belirgindir. Erimiş çinkonun çok kaba taneli olarak katılaşması yanında, kristal kafesinin değişik doğrultularında büzülme farklarından ötürü, döküm parçalarda büyük iç gerilmelerin meydana gelmesi mekanik özellikleri olumsuz yönde etkiler. Ancak bu özellikler sıcak haddeleme veya presleme sonucu önemli ölçüde iyileşir. Öte yandan şekil değişiminin öncelikle yüzey/hacim oranı küçük parçalarda yol açtığı ısınma nedeniyle, çinkonun saflık derecesine göre 50^0-180^0 arasında değişen yeniden kristalleşme sıcaklığının üzerine kolayca çıkabilir. Dolayısıyla oda sıcaklığında yüksek şekillendirme oranlarına ulaşılması mümkün olur. Nemli havanın veya doğal koşullardaki suyun etkisiyle, yüzeyindeki hidroksit ve karbonat karışımı koruyucu

tabaka oluşur. Korozyon hızını azaltan bu olgudan yararlanmak üzere, çelik ve dökme demirler çinkoyla kaplanabilir. Ancak yumuşak sularda söz konusu reaksiyon gerçekleşmez. Böylece yalnız asit ve kuvvetli alkali çözeltilerde değil, damıtık veya yoğuşmuş su ile su buharı gibi ortamlarda da çinkonun korozyona uğrama tehlikesi vardır. Gıda maddeleri tüzüğü yiyecek ve içeceklerin hazırlanması ve saklanmasında çinko kapların kullanılmasını yasaklamıştır [6]. Çinko, diğer metallerle çok sayıda alaşımın yapısına katılır. Otomotiv, elektrik ve donanım endüstrilerinde kullanılan döküm kalıplarının yapımında da çinko yer alır. Demir ve benzeri metallerin, korozyona karşı önlem amacıyla galvanizlenmesinde de kullanılır. Çinko oksit; boya, yazıcı mürekkepleri, sabun, tekstil ürünleri, elektronik aletler, kauçuk yan ürünleri, yer kaplamaları, plastik ve kozmetik ürünler gibi günlük yaşamımızın çeşitli tamamlayıcılarında karşımıza çıkmaktadır. Çinko sülfit floresan özelliğe sahiptir ve parlak kadranların, floresan lambaların, X-ışını ve televizyon ekranlarının yapımında kullanılır. İnsanların ve hayvanların beslenmesinde de önemli bir yer tutmaktadır. Özellikle çinko eksikliği çocuklarda büyüme ve zeka geriliğine yol açmaktadır [4].

Çinko, sadece oda sıcaklığı üzerinde kristalize olmayan ve düşük sürünme direncine sahiptir. Böylece sadece uygun malzemeler ile alaşım yapar. Örneğin; Al, Mg, Sn, Ti v.s Çinko alaşımlarının özelliklerinden geniş bir aralıkta hekzagonal yapıda olduğu belirlendi (c/a oranı 1.856) [3].

Endüstriyel çinko alaşımları metalin uygun özellikleri ile uygulama özelliklerini uygun bir şekilde birleştirir [3].

1.2.4.Sn-Zn Alaşımları

Sn-Zn alaşımları uzun zamanlar boyunca çok çeşitli uygulamalarda kullanıldı. Sn ve Zn gibi metal grubu alaşım elementleri genellikle yüzey korozyon koruyucu kaplaması ve malzemeleri ekme işlemi için kullanıldı. Sn ve Zn'nin erime noktaları düşük olmasından dolayı, Sn-Zn alaşımları, lehimleme işlemleri için kullanıldı. Genellikle Pb (Kurşun) içerikli lehimler yaygın olarak kullanılıyordu. Endüstride Pb kullanımı kuvvetle önerilmesine rağmen, zehirli özelliklerinden dolayı endüstriyel uygulamaları

için yasaklanmıştır. 1 Temmuz 2006'dan beri hem Avrupa Birliği hem de Birleşik Devletler Çevre Koruma Derneği kurşun içeren elektronik ürünleri yasakladı [9]. Pb tabanlı lehim malzemelerin yerine Sn-Zn alaşımlarının lehimleme için daha uygundur. Yeni lehimler, düşük erime sıcaklığı, maliyet, termofiziksel ve işlem özellikleri gibi ihtiyaçları karşılamalıdır [5].

1.2.5.Sn-Sb Alaşımları

Sn-Sb alaşımları yüksek sıcaklıktaki lehimlerdir. Lehimleme elektronik sanayiinde önemli bir teknolojidir [8]. Kalay-Antimon alaşımları çevre problemleri yüzünden sınırlandırılan uygulama olan kurşun içeren lehimler için uygun adaylar olarak düşünülür. Lehim eklemeleriyle bağlanan bileşikler arasındaki termal genleşme katsayısında farklılıkla sonuçlanan düşük devir dayanıklılığını kaybetme, elektronik sanayisinde ekleme başarısızlığının baş nedenidir. Ayrıca, bu dayanıklılığı kaybetme sürecinde yavaş yavaş ilerleyen mekanizmalar yüksek saflık ısısı içerdiğinden dolayı önemli bir rol oynar. Üstelik optik olarak birbirine bağlanan bazı cihazlar gibi uygulamalarda yoğun olarak sabit lehimlere ihtiyaç duyulur; çünkü yavaş ilerleyen bozulma cihaz başarısızlığıyla sonuçlanabilir. Böylelikle yavaş ilerleyen kalay-antimon alaşımları çok dikkat çekmiştir. Genel sonuç, çözümdeki antimon atomları yavaşça ilerleyen dayanırlıkta küçük bir etkiye sahip iken; daha yüksek antimon odaklanmalarıyla alaşımlar küboidleri (*özellikle* $100^{o}C$ *nin altındaki sıcaklıklarda yavaşça ilerleyen materyal oranını azaltan önemli bir bileşimi güçlendirme etkisini sağlayan visker tipi SnSb meteorları*) içerir [8].

1.2.6.Zn-Sb Alaşımları

Zn-Sb alaşımları yarıiletken malzemeler olarak bilinir [4]. Zn_4Sb_3 ve ZnSb gibi çinko antimonlar termoelektrik malzemeler olarak bilinir. Termoelektrik çiftlerin p tipi kısmı olarak yüksek bir potansiyele sahiptirler. 300 K–700 K ısı oranında elektrik gücü üretmek için kullanırlar. ZnSb'nin termoelektrik güç faktörü onu faydalı termoelektrik malzeme yapmak için yeterince yüksektir. Fakat nispeten ZnSb'nin yüksek termal iletkenliğinin termoelektrik dönüşüm geliştirmek için azaltılması gerekir [10].

1.2.7.Sn-Sb-Zn Üçlü Metalik Alaşımları

Bu metalik alaşımı üçlü olarak literatürde çalışılmamış olup fiziksel olarak yeni parametreler elde edilmeye çalışılacaktır. Şu an için kullanım alanları henüz bilinmemektedir. Sn-Zn, Sb-Sn ve Zn-Sb olarak ikili alaşım sistemleri genellikle lehimlemede, elektronik sanayi, entegre devrelerde, otomotiv sanayi de kullanıldığı için üçlü metalik alaşım sistemin de yeni parametreler bulunarak bu sistemlerin yanındaki avantaj ve dezavantajları araştırılacaktır [7]. Ayrıca kullanım alanı öngörüsü özellikler belirlendikten sonra yapılacaktır.

1.3.Elektriksel İletkenlik

Çoğu uygulamalarda, maddenin elektriksel özelliği mekanik özelliklerinden daha önemlidir. Çok uzun mesafelere akım iletmek için kullanılan metal telin yüksek bir elektriksel iletkenliğe sahip olması gerekir. Elektriksel ve elektroniksel uygulamalar için gerekli maddeleri seçmek ve kullanmak amacıyla elektriksel iletkenlik gibi özelliklerin nasıl oluşturulduğunu ve kontrol edildiğini iyi anlamamız gerekir. Aynı zamanda, elektriksel özelliklerin *“ maddenin ortaya çıkarıldığı çevreden, işlenişinden ve yapısından ”* etkilendiğini de belirtmeliyiz [11].

1.3.1. Elektriksel İletkenliğin Tanımı

Elektrik yüklü taneciklerin herhangi bir etki ile (genelde potansiyel etki) bir maddesel ortamdaki hareketlilik derecesi basitçe *“ elektriksel iletkenlik ”* olarak tanımlanır [12]. Metallerin elektriksel iletkenliğinin iyi olması valans elektronlarının serbestçe hareket edebilmesinden ileri gelir. Ancak bu elektronların bir atomun etki alanını terk edip, bir diğerinin etki alanına ulaşabilmeleri için enerji durumlarını değiştirmeleri gerekir. Elektriksel gerilim uygulamasıyla bir atomun etki alanını terk edip, bir diğerinin etki alanına giren elektronlar yeni konumlarına ulaşıncaya kadar atom ile boyutlara kıyasla çok daha fazla yol kat ederler. Kristal kafes yapısındaki kusurlar elektronun alabileceği bu serbest yol uzunluğunun azalmasına yol açar. Dolayısıyla dislokasyon yoğunluğunun yüksek olduğu soğuk şekil değiştirmiş metaller ile, safsız veya alaşım elemanı olarak

yabancı atomlar içeren metallerde iletkenlik daha düşük olur. Ayrıca artan sıcaklıkla elektriksel direncin artması da serbest yol uzunluğunun kısalmasından ileri gelir. Yüksek sıcaklıklarda atomların titreşim genliklerinin büyümesi, hareket eden elektronlarla atomların çarpışma olasılığını artırır [13]. Katı metallerde metalik bağda elektronlar belirli bir atoma bağlı olmayıp birçok atom tarafından paylaşıldığından metalik bağda değerlik elektronları serbestçe hareket eder [14]. Elektriksel iletkenlik hareketli tanecik cinsine göre sınıflandırılır. Bu sınıflandırmada hareketli tanecikler elektronlar ise elektronik iletkenlik, iyonlar ise iyonik iletkenlik, her iki tanecik türününde hareketli olduğu iletkenlik türüne karma iletkenlik olarak tanımlanır [15].

Tablo 1.1. İletkenliğin sınıflandırılması.

ELEKTRİKSEL İLETKENLİK		
Elektronik İletkenlik	**İyonik İletkenlik** (Yük taşıyıcılar iyonlar O^{2-}, Li^{+})	**Karma İletkenlik** (Yük taşıyıcılar
1.Metelik İletkenlik (Au, Cu)	1.Katı Elektrolitler (Zirkonyum tabanlı katı	£-Bi_2O_3 Fazı
2.Yarıiletkenlik (Si, Ge)	2.Süper İyonik İletkenlik (SrF_2)	
3.Süper İletkenlik (Hg, Al, MgB_2)	3.Hızlı İyon İletkenliği ($Tl_3Cu_2Cl_5$)	

1.3.2. İletkenlik ve Özdirencin Ölçülmesi

İletkenlik ve özdirenç (dirençlilik) bir malzemenin karakteristik özelliğidir. Bir numunenin elektriksel iletkenliğinin belirlenmesi için ölçülen voltaj ve akım şiddeti ölçülmesi gerekir. Özdirenç değeri iletkenliğin tersi olarak tanımlanır ve numunenin geometrik yapısı ile bir ilişki vardır [16]. Özdirencin hesaplanmasında kullanılan Ohm kanunu:

$$V = \frac{I}{R} \tag{1.1}$$

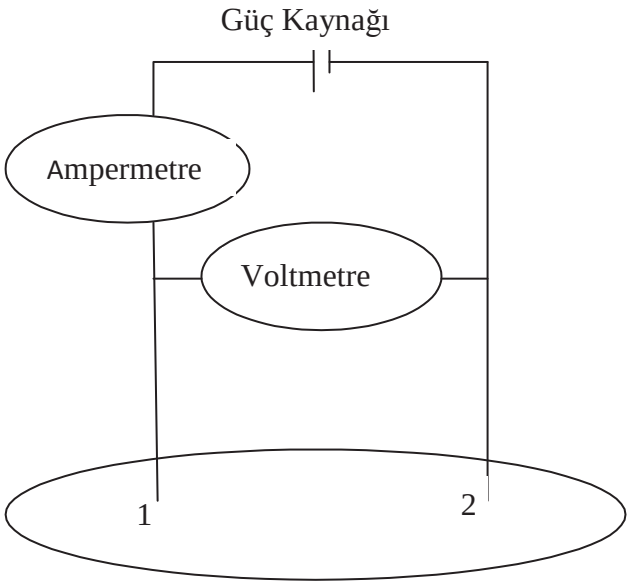
eşitliğine geometrik yapıya bağlı olan bir düzeltme faktörü (Resistivity Correction Factor) değeri ilave edilerek özdirenç hesaplanır. Bu düzeltme katsayısı numunenin kalınlığına ve kalınlık geometrik yapısına, yüzey büyüklüğüne, numune kenar sınırlarının yapısına, kontakların numune üzerinde bulunduğu konuma ve kontakların düzenine bağlı olarak değişir [16].

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

$$R = \frac{V}{I} \tag{1.2}$$

İnce metal filmlerin ve yarıiletken malzemelerin elektriksel özelliklerinin ölçülmesinde; genellikle iki nokta kontak ve dört nokta kontak metotları kullanılmaktadır. Ölçülecek örnek üzerinden akım geçerken, belirli bir bölgesinde elektriksel potansiyel farkı ölçümü bu yöntemlerin temeli olup daha hassas ölçme yapabilen dört nokta prob yöntemi daha yaygın kullanılmaktadır.

İki metal iletken kontak tel ile yapılan bu ölçüm yöntemi, iki nokta elektriksel iletkenlik ölçümü olarak adlandırılır (Şekil 1.1). Burada direncin belirlenebilmesi için V ve I değerinin doğrudan belirlenmesi yeterlidir. Bu yöntemle yapılan direnç belirleme ölçümünde elde edilen R değeri ileride de belirteceğimiz şartlara bağlı olarak en azından kontakların direncini de içerir. Bu durumda elde edeceğimiz R direnci ve buna bağlı elde edilen ρ özdirenç değeri sadece numuneye ait olmayacaktır [16].



Şekil 1.1.İki nokta elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği.

Direncin elde edilmesi numunenin özdirencini belirlenmesini sağlar. Homojen bir numunenin özdirenci belirlenmek istendiğinde malzemenin geometrik özelliklerini de içerir. Özdirenç ifadesi aşağıdaki şekilde verilebilir [16].

$$= \frac{V}{I} G \tag{1.3}$$

Burada G gösterimi numunenin boyutlarını yani yüzey geometrik sınırları ve kalınlığını, elektriksel kontakların numune üzerindeki konumunu ve diziliş düzenini içeren bir katsayıdır ve *"Geometrik Düzeltme Katsayısı/Faktörü"* (Resistivity Correction Factor, RCF) olarak tanımlanır [16].

2-nokta ölçümü (two point probe) ile elde edilen R_{toplam} direnç değeri numunenin direncinin dışında başka ek dirençleri de içerir. Bu ek dirençler iletken telin (R_{tel}), numuneye akımı aktaran iğne uçların (probe, pin) (R_{prob}), gerekirse probları numuneye tutturan iletken lehimin (R_{pasta}), kontak ucu ve numune temas ara yüzeyinin dirençlerinin (R_{kontak}) toplamıdır. Bu nedenle numunenin hesaplanan ρ özdirenci olması gerekenden daha yüksektir. Numuneye kontak olarak kullanılan iletken teller genel olarak iki parçalıdır ve bu da iki farklı dirençli kontak kullanmak demektir. Bu kontakların bir kısmı ölçüm cihazlarına bağlı olan iletken tel kablolar ve

diğer kısmı da bu kabloların numuneye temas eden uç kısımları olan problardır. Problar genelde ihtiyaca uygun farklı metalden yapılır. Bunun nedeni numunenin cinsine göre numuneye sert ve sağlam temasın sağlanması ya da yüksek sıcaklığa dayanıklı olan metal başlar kullanmaktır. Bu durum özellikle kontak direnci numune direncine oranla yüksek olan iyi iletkenlerin ve yarıiletkenlerin özdirencinin belirlenmesinde ortaya çıkar [16].

Bu gibi durumlardan dolayı sadece numunenin direncini belirleyen bir direnç ölçme tekniği daha uygun olacaktır. Dört nokta d.c. (four point probe) elektriksel iletkenlik ölçme tekniğinde kullanılan kontakların dirençleri ölçümde hesaba girmez ve hesaplanan değer sadece numunenin özdirencidir. Bu sebeple ölçümlerde dört nokta d.c. elektriksel iletkenlik ölçme tekniği kullanılmıştır [16].

Dört nokta prob yöntemi ilk kez 1916 yılında Wenner tarafından toprak özdirencinin ölçülmesi amacıyla geliştirilmiştir [17]. Bu yöntemle toprağa çakılan iki paslanmaz metal-çelik elektrot aracılığıyla yer içine elektrik akımı gönderilir. Yeryüzündeki diğer iki noktada yerleştirilen iki elektrot yardımı ile de oluşan gerilim farkı ölçülür. Elde edilen Akım (I) ve Gerilim (V) değerinden özdirenç hesaplanır. Bu yöntem jeofizikte Wenner metodu olarak bilinir. Yeraltının sismik araştırmalarında kullanılmaktadır. 1954 yılında Valdes yarıiletkenlerin özdirençlerinin ölçülmesi amacıyla bu metodu kullanmıştır [17].

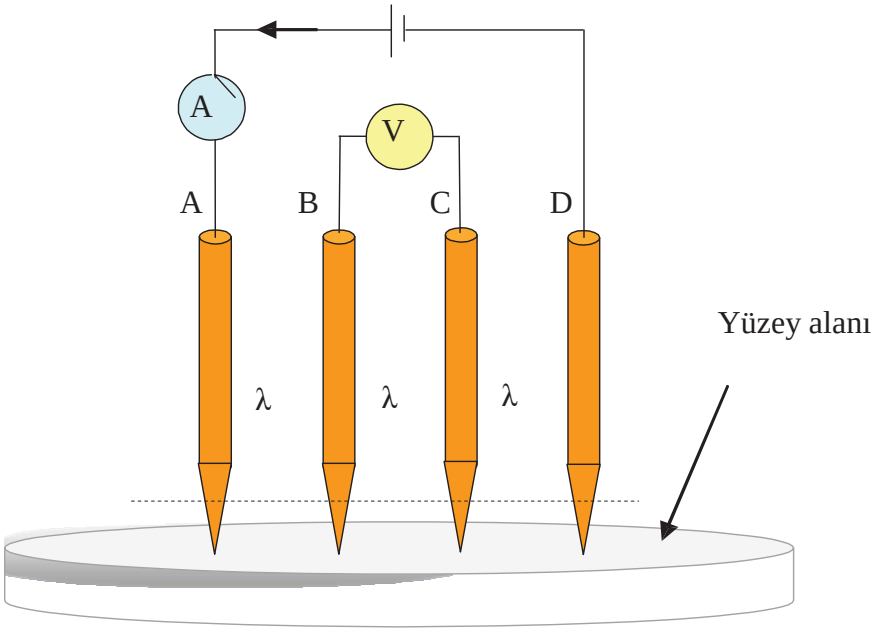
İki nokta prob metodunda kontak dirençleri etkisi yok edilmemekte ancak dört nokta prob metoduyla bu etki en az düzeye indirilebilmekte ve hassas ölçüm yapılabilmektedir [17].

Dört nokta prob tekniği; Yarıiletken endüstrisinde, elektronik devrelerin üretimi sırasında çeşitli adımlarda devre kontrollerinde ve test ölçümlerinde, fizik, kimya ve biyoloji alanlarında yüzey dirençlerinin bulunmasında kullanılmaktadır. Ayrıca nano ve mikro boyutlu malzemelerin elektriksel ölçümü yapılabilmektedir.

Dört nokta prob metodu, genellikle ince film malzemelerinin veya yarıiletken maddelerin iletkenlik ve özdirençlerinin ölçülmesinde kullanılmakla birlikte her türlü malzemelerin elektriksel özelliklerini belirlemede kullanılabilmektedir. En az bir yüzeyi düzlemsel olmalı ve bu yüzeyin geometrik boyutları, kontak boyutlarından daha

büyük olmalıdır.

Dört nokta prob metodu ile özdirenç ölçme de ölçmenin doğruluğu, numunenin şekline ve boyutuna bağlıdır. Ölçümü yapılacak malzemenin boyutları mümkün olduğu kadar düzgün geometrik şekiller (kare, dikdörtgen ve daire) halinde hazırlanmalıdır. Böylece yapılacak ölçmenin doğruluğu arttırılır.



Şekil 1.2.Dört nokta prob ölçme sisteminin esası.

Dört nokta prob metodunda, Şekil 1.2’ de görülen ölçme sisteminde olduğu gibi dıştaki iki proba (A ve D) akım kaynağı bağlanır. İçteki iki uçtan (B ve C) potansiyel fark ölçülür. Ölçülen akım, gerilim (I ve V) değerleri ile Denklem 1.4’ deki formül yardımıyla elektriksel özdirenç değeri hesaplanarak bulunur. Kontaklar aynı düzlem üzerinde eşit aralıklarda olmalıdır [17]. Birbirinden eşit uzaklıkta ( ) yerleşen dört kontak sistemi kullanıldığına, örneğin özdirenci,

$$= G\frac{V}{I} \qquad (1.4)$$

ile bulunur. Birimi Ωm'dir. Burada, I, A ve D isimli kontaklardan geçen akımı, V; B ve C isimli kontaklar (prob) arasında oluşan gerilimi verir. G ise düzeltme faktörüdür. Düzeltme faktörü numunenin boyutlarını ve kontakların durumunu içeren bir denklem topluluğudur ve geometrik direnç düzeltme katsayısı olarak tanımlanır. Bu düzeltme faktörü numunenin kalınlığına ve geometrik yapısına, yüzey büyüklüğüne, numune kenar sınırlarının yapısına, bağlantı uçlarının numune üzerinde bulunduğu konuma ve diziliş düzenine bağlı olarak değişir. Ölçme sırasında Problar ölçülen şeklin tam ortasına temas ediyorsa düzeltme faktörü hesaba katılmaz. Ortasında değil ise geometrik faktör bulunarak hesaplamaya dahil edilir [17].

1.4.Mekaniksel Özellikler

Bir malzemenin uygulanan kuvvetlere karşı gösterdiği tepki mekanik davranış olarak tanımlanır. Bu davranış, değişik tür zorlanmalar altında oluşan gerilme ve şekil değiştirmelerini ölçerek ve gözleyerek saptanır [18].

Cisimler artan dış zorlamalar altında önce şekil değiştirir, sonra dayanımını yitirerek kırılır. Düşük gerilmeler altında şekil değiştirmeler elastik yani tersinirdir. Gerilme elastik sınırı aşarsa kalıcı yani plastik şekil değiştirme oluşur. Elastik şekil değiştirmeye karşı direnç veya katılık malzemenin elastisite modülü ile belirlenir. Malzemelerin içyapısında kalıcı değişim veya kırılma oluşturan herhangi bir gerilme sınırı mukavemet olarak tanımlanır. Bazı mekanik özellikler içyapıya ve deney koşullarına bağlı değildir. Elastisite modülü bu tür bir özellik olup atomlar arası bağlar tarafından belirlenir ve içyapıya duyarlı değildir. Diğer taraftan malzemenin plastik şekil değiştirme yeteneğini temsil eden süneklik, mukavemet ve sertlik gibi sınır gerilmelerle ilgili özellikler içyapıya ve deney koşullarına büyük ölçüde bağlıdır [18].

Mekanik özelliklerin kaynağı atomlar arası bağ kuvvetleri olmakla beraber içyapıya ve çevre koşullarına büyük ölçüde bağlı olduklarından aralarında doğrudan bir bağ kurmak olanaksızdır. Atomsal teoriler birçok olayları niteliksel yönden açıklamada yararlı olmakla beraber nicelik yönünden yetersizdir. Örneğin, bir çeliğin bileşimi aynı kaldığı halde ısıl işlemle sertlik ve mukavemeti 2–3 kat arttırılabilir. Aradaki bu büyük farkı, atomlar arası bağlara dayalı teoriler açıklayamaz, bunun için içyapı

değişimlerini göz önüne almak gereklidir [18].

Şekil değiştirme sürecinde atomların nasıl davrandıklarını ve içyapıda ne gibi değişikliklerin oluştuğunu bilmek gerekir. İçyapıyı değiştiren etkenler özellikleri de değiştirir. Bu etkenler ve uygulama yöntemleri iyi bilinirse içyapıda gerekli değişikler yapılarak özellikler uygulama amacına uygun hale getirilebilir. Ancak bu değişiklikler doğal olarak sınırlıdır ve uygulayıcıların bu sınırları bilmesi gerekir [18].

Cisimlerin mekanik özellikleri iki aşamada incelenebilir. Birinci aşamada bunların birer sürekli ortam olduğu varsayılır. Bu sürekli ortamların uygulanan dış kuvvetlere karşı tepkisi, uygula-gözle yöntemi ile deneysel olarak saptanır. Bu aşamada atomların nasıl davrandıkları ve içyapıda ne gibi değişiklerin oluştuğu göz önüne alınmaksızın uygulanan gerilmeye karşı oluşan şekil değiştirmeler ölçülür. Böylece belirli koşullar altında elde edilen gerilme-şekil değiştirme bağıntıları malzemelerin mekanik davranışları ile ilgili çok yararlı bilgiler sağlar. İkinci aşamada ise, atomların nasıl davrandığı ve içyapıda meydana gelen değişiklikler, diğer bir deyimle şekil değiştirme ve kırılmanın mekanizmaları ele alınır [18].

Gerçekte birinci aşamada mekanik davranışlar incelenirken malzemenin içyapısını bilmeye gerek yoktur. Burada mekanik davranışla ilgili temel bilgiler ele alınır, şekil değiştirme ve gerilmelerin tanımları yapılır, sertlik, mukavemet ve süneklik gibi temel kavramlar tanıtılır ve bunların deneysel olarak nasıl saptandığı açıklanır. Örneğin kristal yapılı malzemeler de tane büyüklüğü artarsa sertlik ve mukavemet yükselir, süneklik azalır. Burada kullanılan süneklik gibi terimleri tanıtmadan içyapı ile ilgili şekil değiştirme mekanizmalarını ele almak ve bunların mekanik özellikler ile ilişkisini açıklamak zordur [18].

1.4.1.Çekme Deneylerinden Elde Edilen Mekanik Özellikleri, Verileri ve Mühendislik Gerilme-Şekil Değiştirme Eğrileri

Çekme Deneyi, malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi ve mekanik davranışlara göre sınıflandırması amacıyla yapılır.

Mühendislikte önemli olan metal ve alaşımların, çekme deneylerinden elde edilebilecek, mühendislik tasarımlarında yararlanılan mekanik özellikleri şunlardır [14]:

1.Elastiklik Modülü

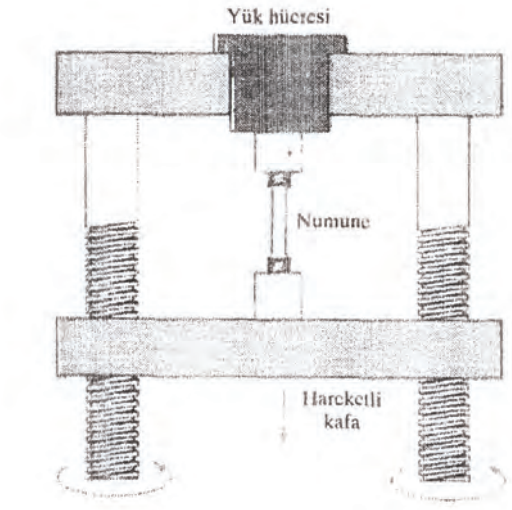
2.% 0.2 Kalıcı Şekil Değişimindeki Akma Dayanımı

3.Çekme Dayanımı

4.Kopmada Yüzde Uzama

5.Kopmada Yüzde Kesit Daralması

Çekme deneylerinde kullanılan cihazın şematik resmi aşağıda Şekil 1.3'de verilmiştir.



Şekil 1.3.Çekme deneyi cihazın şematik resmi.

1.4.2. Elastiklik Modülü

Çekme deneyinin ilk kısmında metal esnek olarak şekil değiştirir. Yani, numune üzerindeki yük kaldırıldığında numune başlangıç uzunluğuna döner. Metallerde en büyük sünek şekil değiştirme çoğunlukla % 0,5' ten azdır. Metal ve alaşımlar, genel olarak, mühendislik gerilme- birim şekil değiştirme eğrilerinin elastik bölgesinde, gerilme ile birim şekil değiştirme arasında Hooke yasası ile tanımlanan doğrusal bir bağıntıya uyar [14]:

$$(gerilme) = E \ \ (birimşekildeğiştirme)$$

veya (1.5)

$$E = \frac{(gerilme)}{(birimşekildeğiştirme)}(Pa)$$

Eşitlikte E, elastiklik veya Young modülüdür.

Metal ve Alaşımlarda elastiklik modülünün değeri atomlar arası bağ kuvvetine bağlıdır. Yüksek elastiklik modüllüne sahip metaller nispeten eğilmezdir. Örneğin, çelikler $207GPa$[6] civarında bir elastiklik modülüne sahipken, alüminyum alaşımlarının elastiklik modülü $69GPa - 76GPa$ arasındadır. Dikkat edilirse, modül, gerilme-birim şekil değiştirme eğrisinin elastiklik bölgesindeki gerilmenin artmasıyla değişmemektedir [14].

1.4.3. Akma Dayanımı

Akma dayanımı, metallerin ve alaşımların belirli bir miktarda plastik şekil değiştirdikleri dayanım olarak mühendislik tasarımları için önemli bir değerdir. Gerilme-birim şekil değiştirme sünek şekil değişiminin bitip kalıcı şekil değiştirmeye başladığı kesin bir nokta olmadığından, akma sınırı belirli bir miktarda kalıcı şekil değiştirmenin meydana geldiği nokta olarak kabul edilir [14].

1.4.4. En Yüksek Çekme Dayanımı

Çekme dayanımı mühendislik gerilme-birim şekil değiştirme eğrisi üzerinde ulaşılan en yüksek noktadır. Mühendislik gerilmesi numunenin başlangıçtaki kesitini temel aldığından eğer numune kesitinde bölgesel bir daralma olursa (yaygın olarak boyun verme denir) , kopmaya kadar, şekil değişimi artıkça mühendislik gerilmesi küçülecektir. Daha sünek malzemeler kırılmadan önce daha fazla boyun verecek,

dolayısıyla gerilme-şekil değiştirme eğrisinde gerilme en yüksek gerilmeden daha fazla bir düşüş gösterecektir [14].

Mühendislik gerilme-şekil değiştirme eğrilerinde önemli bir nokta, metal ve alaşımlarda gerilmenin kopmaya kadar gittikçe artmakta olmasıdır. Biz mühendislik gerilmesini belirlemek için başlangıçtaki kesit alanını kullandığımızdan, mühendislik gerilme-şekil değiştirme eğrisinde mühendislik gerilmesi deneyin sonuna doğru düşmektedir. Bir metalin çekme dayanımı, gerilme-şekil değiştirme eğrisinin en yüksek noktasından bir yatay çizgi çizilerek bulunur. Bu çizginin gerilme eksenini kestiği nokta ***max. çekme dayanımı*** veya kısaca ***çekme dayanımı*** olarak adlandırılır [14].

Ulaşılmadan önce çok fazla kalıcı şekil değiştirme gösterdiğinden, en yüksek çekme dayanımı sünek alaşımların mühendislik tasarımlarında çok kullanılmaz. Fakat max. çekme dayanımı malzemede bulunan kusurlar hakkında bilgi verebilir. Eğer metal gözenek ve kalıntılar içeriyorsa bu kusurlar metalin max. çekme dayanımının olması gerekenden düşük çıkmasına neden olabilir [14].

1.4.5. Yüzde Uzama

Bir çekme numunesinin deney sırasında uzadığı miktar, metalin sünekliği hakkında bilgi verir. Metallerin sünekliğin en yaygın ifade şekli çoğunlukla 50mm'lik bir ölçüm boyunun uzama miktarıdır. Genellikle süneklik artıkça (metal daha fazla biçim değiştirir oldukça) yüzde uzama artar. Örneğin, ticari saflıkta alüminyumdan (1100-0 alaşımı) 1.6 mm kalınlığındaki bir şerit yumuşak haldeyken % 35 uzama gösterirken, yüksek dayanımlı 7075-T6 alüminyum alaşımının tam sertleştirilmiş durumda uzaması sadece % 11'dir [14].

Daha öncede söz edildiği gibi, çekme deneyi sırasında deneydeki numunelerin uzaması (veya şekil değişimi) bir uzama ölçerle(ekstensometre) sürekli olarak ölçülür. Kırılmadan sonraki % uzama ise kırılan numune parçaları bir araya getirilerek kumpasla ölçülür. % uzama aşağıdaki eşitlikten hesaplanır [14]:

$$\%uzama = \frac{sonuzunluk - başlangıçuzunluğu}{başlangıçuzunluğu} \times \%100$$

$$\% \quad = \frac{\ell - \ell_0}{\ell_0} \times \%100 \tag{1.6}$$

Kırılmadaki % uzama, sadece sünekliğin belirlenmesi için değil, metalin kalitesinin bir göstergesi olduğu için de önemlidir. Eğer metalde gözeneklilik ve kalıntılar varsa metalin aşırı ısıtılması metali bozmuşsa, deney parçasının % uzaması normalde olması gereken değerlerden düşük olacaktır [14].

1.4.6. Yüzde Kesit Daralması

Metalin sünekliği aynı zamanda kesitin % daralma miktarıyla da ifade edilebilir. Bu miktar çoğunlukla 12.7 mm'lik bir deney numunesi kullanılarak çekme deneyinden elde edilir. Deneyden sonra, daralan kesitin kırılma yerindeki çapı ölçülür. Başlangıç ve son çaplar ölçülerek % kesit daralması aşağıdaki eşitlikten hesaplanır [14]:

$$\%kesitdaralması = \frac{başlangıçkesit - sonkesit}{başlangıçkesit} \times \%100 \tag{1.7}$$

$$\% \quad = \frac{A_0 - A_S}{A_0} \times \%100$$

Kesitteki % daralma, % uzama gibi, metalin sünekliğinin ve kalitesinin bir ölçüsüdür. % kesit daralması numunede kalıntı, gözeneklilik gibi kusurların bulunması durumunda azalabilmektedir [14].

1.5.Sertlik

Sertlik, malzemenin diğer bir sert cisimle çizilmesine veya yüzeyine baskı yapılmasına karşı malzemenin gösterdiği direnç olarak tanımlanır. Malzemeye yapılan etkiye, malzemenin tepkisi büyük oranda onun kimyasal bileşimi ve kristal yapısı ile ilgilidir. Malzemenin temel yapısının istenen hale getirilmesi malzemeye uygulanan ısıl işleme, uygulanan kuvvetin yönü ve büyüklüğüne bağlıdır. Örneğin çekme yüküne maruz bırakılan bir malzemeye yük yavaş yavaş uygulandığı takdirde, aniden uygulanan yüke göre dayanım değerinin daha yüksek olduğu gözlenir. Benzer şekilde, yumuşak bir çeliğe az bir yükleme yapıldığında elastik özellik gösterirken, daha büyük yükleme yapıldığında plastik şekil değişimi gözlenir. Yine dökme demir gibi karışık yapıda malzeme, basma kuvvetine maruz bırakıldığında yüksek dayanım gösterirken aynı miktarda çekme kuvvetinde düşük bir dayanım gösterir [6].

Sertlik ölçümlerinin belirgin bir özelliği malzemelerin diğer deformasyon özelliklerinin tayin edilmesinde kullanılan yöntemlere göre basit ve ucuz olmasıdır. Ancak yine de sertliğin basit ve rutin olarak kullanılan bir yöntem olduğu anlaşılmamalıdır. İlk zamanlarda malzemelerin birbirlerine sürtülmesiyle ölçülen sertlik, günümüzde belirli koşullar altında malzemenin yüzeyine uygulanan kuvvet (yük) ile oluşturulan plastik izin büyüklüğünün değerlendirilmesine dayanan bir yöntem yaygın olarak kullanılmaktadır [19]. Gong ve Arkadaşları Bückle tarafından sertlik, uygulanan kuvvet 200 gr.'dan küçük ise mikro-sertlik, 200 gr ile 2 kg arasındaki yük uygulamalarında düşük sertlik, 2 kg'dan büyük yük uygulanmalarında ortaya çıkan sertlik ise normal sertlik olarak isimlendirilmiştir [20].

Dolayısıyla malzemelerin sertlikleri bu yöntemle ölçülmüş ve tablolar halinde kullanıcılara sunulmuştur. Ancak kristal kusurlarının, malzemelerin mekanik özelliklerindeki öneminin anlaşılmasından sonra sertlik, malzemelerin içyapılarının ve zaman içinde davranışlarının önceden tayin edilmesinde önemli bir yöntem olarak karşımıza çıkmaktadır [20]. Balta-Calleja tarafından mikro-sertlik ile akma dayanımı ve elastiklik modülü arasındaki ilişki incelenmiştir [21]. Sayan ve Ulrich tarafından çalışmalarda mikro-sertlik değerlerinin kristal içinde yer alan kirliliklerden ve kirliliklerin tiplerinden etkilendikleri ortaya çıkarılmıştır [22]. Diğer taraftan Johnson, Ptratap NaCl ve KCl kristali üzerinde yapılan çalışmada değişik kristal kirliliklerinin

mikro sertliği önemli derecede değiştirmesi yanında ikincil çekirdekleşmenin de sertlik ve de sertlik ve diğer deformasyon parametreleri üzerinde etkili olduğu vurgulanmıştır [22]. Bunun yanı sıra sertleşme ve sertleşme ile ortaya çıkan olaylar incelenmiştir [25]. O'Neill tarafından malzemeye uygulanan bir kuvvet sınırlanması tarafından elastik toparlanma ortaya çıkmıştır [26]. Ghosh ve arkadaşları tarafından malzeme yüzeyi ile batırılan uç arasında ortaya çıkan sürtünme incelenmiştir [24]. Bull ve arkadaşları tarafından malzemenin elastik ve plastik deformasyona karşı tepkisi incelenmiştir [25].

Çalışmalar göstermektedir ki; mikro-sertlik malzemelerin rutin olarak mekanik özelliklerinin ölçülmesinde değil aynı zamanda malzemelerin mikro yapıya ve kristal kusurlarına hassas olarak bağlı olan akma dayanımı, maksimum dayanımı, elastiklik modülü ve faz dönüşümleri gibi özelliklerinin belirlenmesinde de yoğun olarak kullanılmaktadır. Malzemelerin yapıya hassas özelliklerinden dolayı bu konu birçok araştırmacının dikkatini çekmiştir [19] .

Yapılan literatür çalışmaları, sertliğin alaşımlarda daha yoğun bir şekilde uygulama alanı bulduğunu göstermektedir.

Sertlik ölçümünde aşağıda verilen temel yöntemlerden biri seçilebilir:

- Parça yüzeyinin çizilmesi
- Parçaya bir cismin statik yükle batırılması
- Parçaya bir cismin darbeli yükle batırılması
- Parça yüzeyine düşürülen bir cismin geriye sıçraması

Malzemelerin çekme dayanımı ile aşınma davranışı hakkında fikir veren sertlik deneyi, ayrıca hızlı yapılabildiği ve ölçüm izlerinden dolayı iş parçası yüzeyindeki hasar çok az olduğu için, örneğin endüstriyel üretimde ısıl işlemlerden sonra kalite kontrolü amacıyla da kullanılır [13].

1.5.1.Sertlik Değerlerini Etkileyen Faktörler

Deney süresi, yani statik yükün uygulama süresi ölçülen sertlik değerlerini etkiler. Özellikle sürünme eğilimi gösteren yumuşak malzemelerde bu süre en az 30 saniye, diğer hallerde 10 veya 15 saniye seçilir [13].

Deney sıcaklığının etkisi statik ve dinamik dayanım büyüklüklerinde olduğu gibidir. Artan sıcaklık sertlik değerlerinin düşmesine neden olur [13].

Parçanın büyüklük ve boyutunun sertlik değerine etkisi, ancak deney yükü nedeniyle parçanın eğilmesi, ize göre ölçüm yüzeyinin ve parça kalınlığının yeterli olmaması gibi durumlarda görülür [13].

Aşağıda tanıtılacak olan endüstriyel sertlik ölçme yöntemleri malzeme üzerinde standart bir uçla belirli koşullar atında oluşturulan plastik izin büyüklüğüne dayanır. Kullanılan standart batıcı ucun biçimine, uygulanan yüke ve oluşan izin değerlendirme yöntemine göre geliştirilen değişik sertlik yöntemleri vardır. Bunlar; Vickers, Brinell, Rockwell, Knoop ve Berkovich sertlikleridir. Sertlik değerleri deney koşullarına çok bağlı olduğundan ancak aynı koşullar altında elde edilen sonuçlar birbirleri ile karşılaştırılmalıdır [18].

1.5.2. Vickers Sertliği

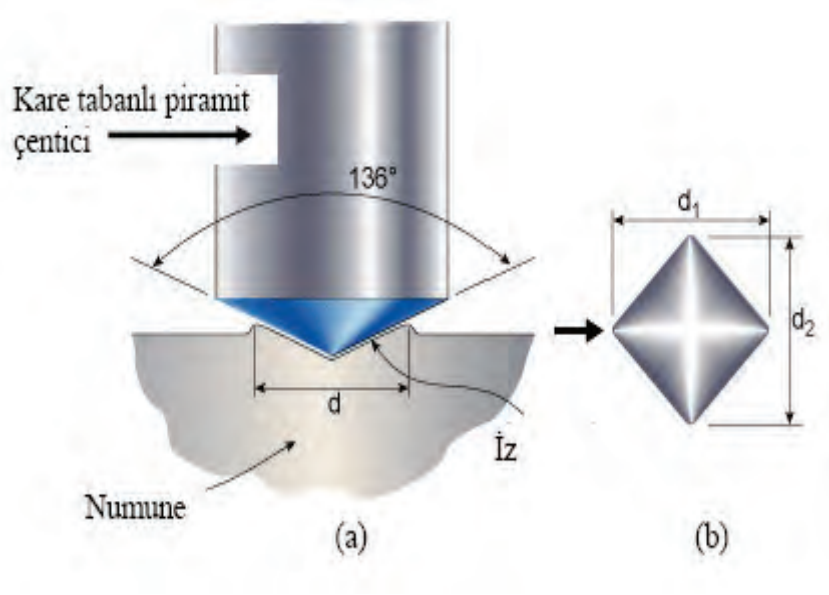
Bu yöntemde batıcı uç piramit biçiminde olup elmastan yapılmıştır. Piramidin tepe açısı 136° dir. Vickers sertlik deneyi; söz konusu batıcı ucun malzemenin yüzeyine, malzeme cinsine göre seçilen bir yük altında, belirli bir süre batırılması ile oluşan izin köşegen uzunluklarının ölçülmesinden ibarettir. Belirli bir yükle malzeme yüzeyine batırılan uç Şekil 1.4. b' de görüldüğü gibi bir dikdörtgen iz oluşturur. Vickers sertlik değeri [26];

$$H_V = 1.8544 \frac{F}{d^2} \left(kgf / mm^2 \right) \tag{1.8}$$

bağıntısı ile elde edilir. Burada; F uygulanan yük olup, d ($d=(d_1+d_2)/2$) izin ortalama köşegen uzunluğudur [26].

Vickers sertliği ölçme yöntemi daha uzun zaman almakla beraber en duyarlı sertlik ölçme yöntemlerinden biridir, özellikle araştırma amacı ile mikro ve nano boyuttaki

sertlikleri ölçmeye elverişlidir.[26]



Şekil 1.4. (a) Vickers çentiçi (b) İzin diagonal boyu

1.5.3. Brinell Sertliği

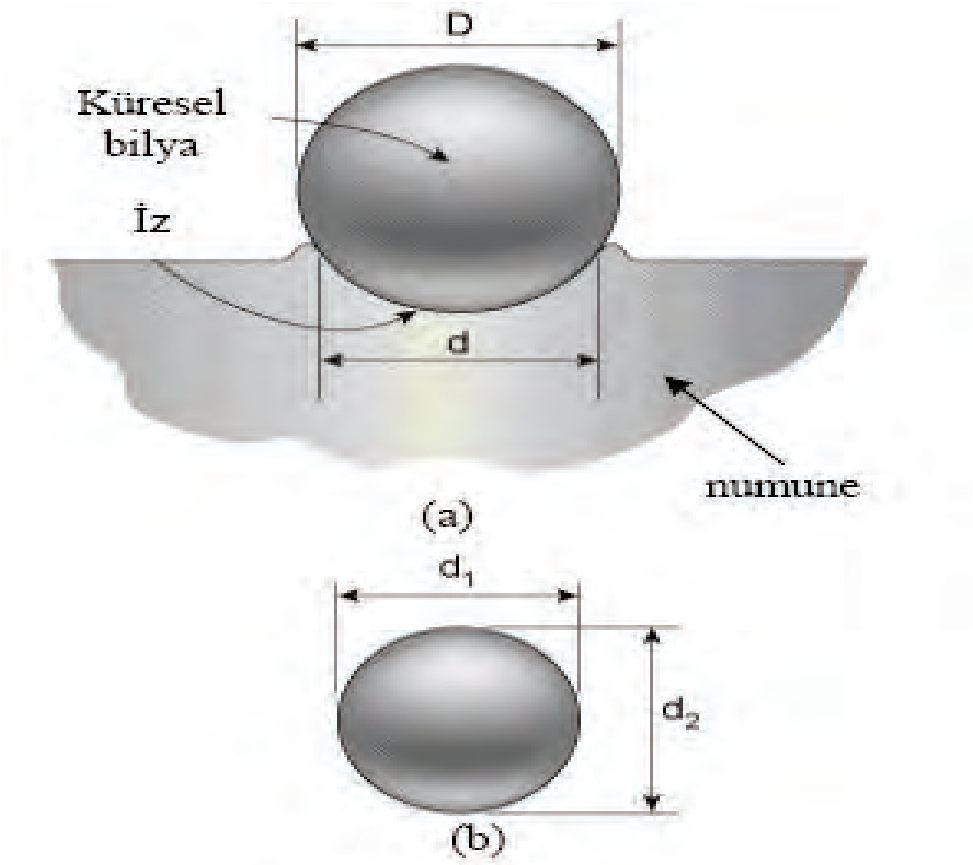
Standart bir bilya, *F* yükü ile malzeme yüzeyine batırılır, oluşan kalıcı izin çapı (*d*) ölçülür, *F* yükü, oluşan izin *S* yüzey alanına bölünerek, Brinell sertlik değeri elde edilir. Şekil 1.5 'de görüldüğü gibi genellikle Standard Brinell sertliği ölçümünde 10 mm çaplı, bilya, 3000 kg yükle 30 saniye süre ile bastırılır. Kuvvetin küresel yüzey alanına bölünmesiyle elde edilen (H_B) Brinell sertliğinin (Denklem 1.9) birimi kgf/mm^2 dir.

$$H_B = \frac{2F}{D\left(D-\sqrt{D^2-d^2}\right)} \tag{1.9}$$

Burada uygulanan yük (F), malzeme yüzeyinde oluşan küresel yüzey alanına (A) bölünerek Brinell sertlik değeri bulunur. Malzeme yüzeyinde oluşan küresel izin yüzey

alanı $(A) = D\left(D - \sqrt{D^2 - d^2}\right)\Big/2$ formülü ile belirlenir. Burada D bilya çapını, d ise izin çapını gösterir [26].

Endüstride mevcut metallerin sertliği geniş bir bölgede değiştiğinden bir tek deney koşulu yeterli duyarlık sağlayamaz. Bilya çapı malzeme cinsi ve kalınlığına görede seçilmektedir. Önemli bir husus ise sertlik ölçüm izleri arasında belirli mesafelerin olması gerekir. Uygun biçimde iz oluşturacak şekilde hem yük, hem de bilye çapı değiştirilir. Bulunan sertlik değeri verilirken deney koşulları belirtmek gerekir [26].



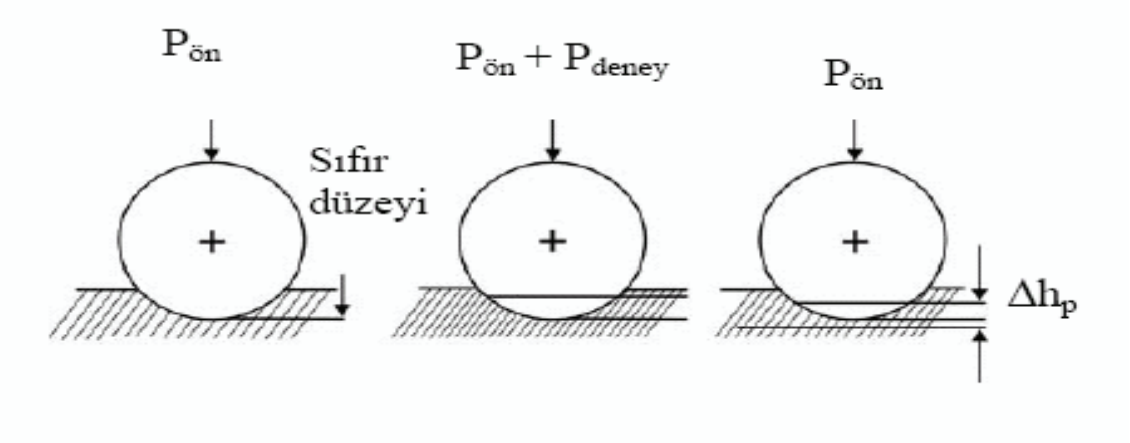
Şekil 1.5. (a) Brinell çentiçi (b) İzin çapı.

Tablo 1.2. Saf malzemelerin brinell sertlik değerleri.

Saf Malzeme	**Brinell Sertlik Değeri**
Zn (Çinko)	412 MPa [27]
Sb (Antimon)	294 MPa [28]
Sn (Kalay)	51 MPa [29]

1.5.4. Rockwell Sertliği

Burada çelik bilya veya tepe açısı 120^0 olan koni şeklinde elmas uç kullanılır. Uç belirli bir yük altında malzeme yüzeyine batırılır ve oluşan plastik izin derinliği ölçülerek Rockwell sertlik değeri saptanır. Ancak, bu yöntemde batma derinliği ölçüleceği için yüzey pürüzlülüğü sonuçları etkileyebilir. Bu sakıncayı gidermek için önce ön yük uygulayarak alet sıfır düzeyine ayarlanır.



Şekil 1.6. Rockwell çentiçinin şematik gösterimi[26].

Şekil 1.6'da görüldüğü gibi daha sonra deney yükü belirli bir hızla uygulanıp kaldırılır. Deney yükünün oluşturduğu plastik batma derinliği ölçülür. Ancak uygulamada Rockwell sertlik değeri belirli koşullarda elde edilen batma derinliği yerine ona karşı gelen boyutsuz bir sayı ile belirtilir. Değişik deney koşullarında elde edilen farklı düzeylerdeki sertlik değerleri R_A, R_B, ve R_C gibi simgelere verilir. Bu sayılar 0 ile 100 arasında bir değer alır. R_A için 60 kg'lık, R_B için 100 kg'lık, R_C için

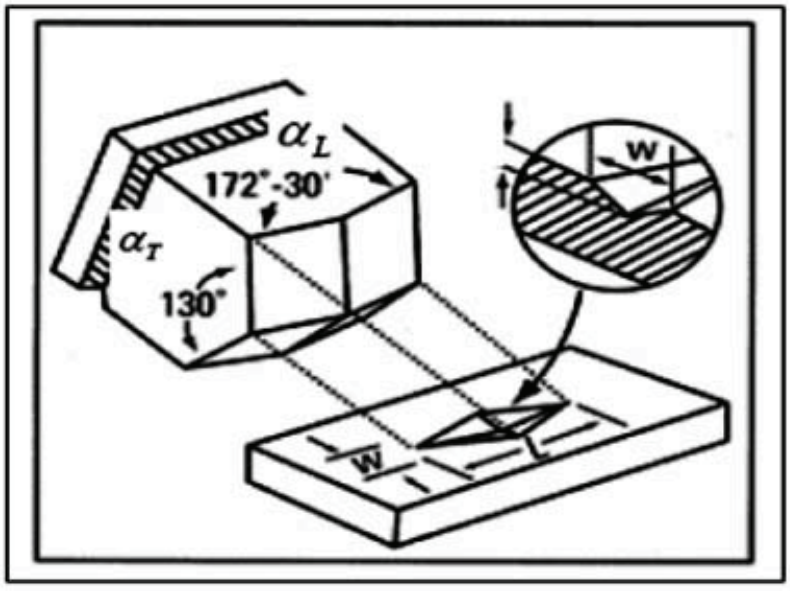
150 kg'lık yükler kullanılır. Bu sertlik metodunun avantajı kullanıcıya direk sertlik ölçüm değerini vermesidir. Pratik olması nedeni ile Rockwell sertlik ölçme yöntemi endüstride çok yaygın olarak uygulanır [18].

1.5.5. Knoop Sertliği

Özellikle çok ince malzemeler için Vickers sertlik testine alternatif olarak kullanılan Knoop sertlik testi (Knoop et al. 1939) ,Vickers sertlik testinden hem batıcı ucun geometrisi hemde sertlik tanımının özelliğinden dolayı farklıdır (Şekil 1.7). Knoop batma ucu eşkenar dörtgen tabanlı piramit şeklindedir ve batıcı ucun zıt yüzeylerinin iki çifti arasındaki açılar eşit değildir. Büyük açı 172°30' ve küçük açı 130° dir [18]. Buradada batıcı uc malzemesi elmastır.

Knoop sertliği uygulanan yükün kalıcı izin temas yüzey alanına oranı olarak hesaplanır.

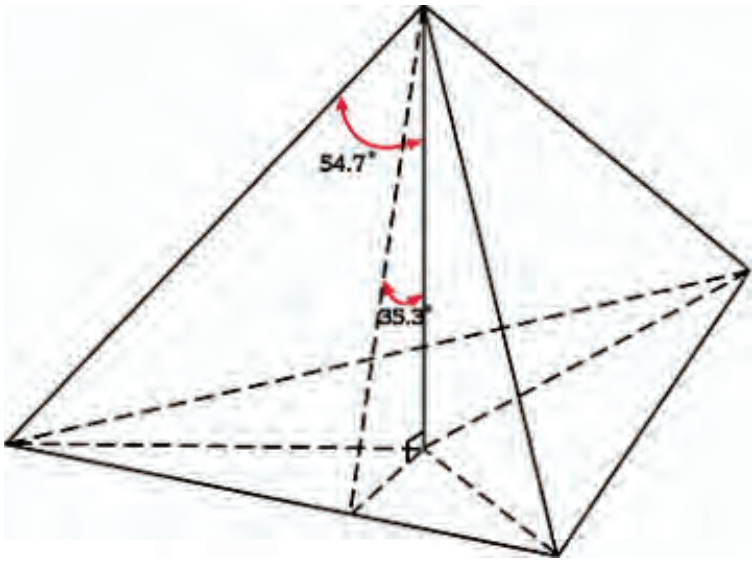
$$H_K = \frac{F}{\frac{1}{2}L\Omega} = \frac{2F}{L^2 \cot\left(L/2\right)\tan\left(L/2\right)} = 14.229\frac{F}{L^2} \tag{1.10}$$



Şekil 1.7. Knoop çenticinin şematik gösterimi.

1.5.6. Berkovich Sertliği

Berkovich çentiçi üç köşe tabanlı piramittir ve ideal derinlik kesit oranı Vickers sertlik testi ile benzerdir. Bu uç küçük boyutlarda ideal şekle çok yakın olduğu için mikro ve nanoçentme deneylerinde kullanılır (Şekil 1.8) [18].

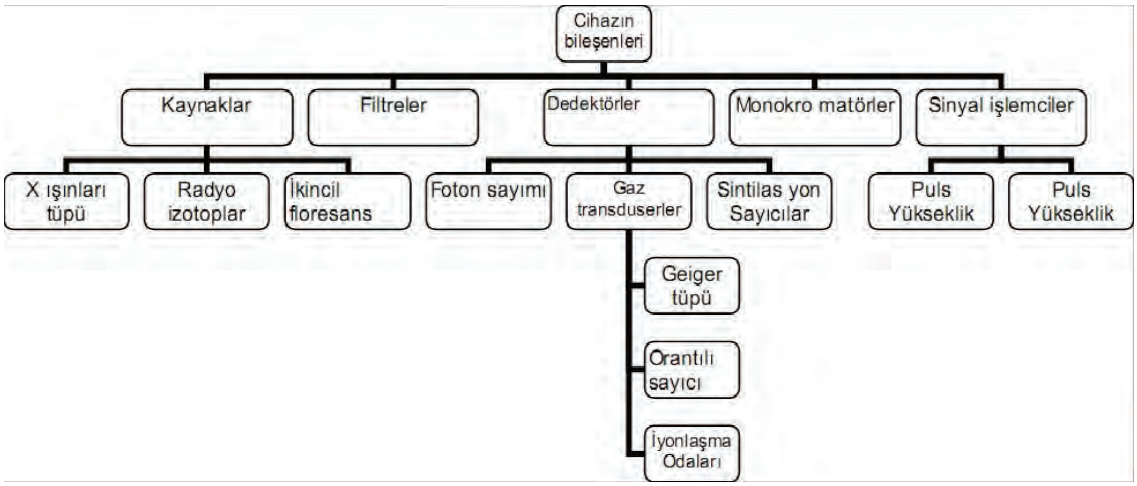


Şekil 1.8. Berkovich çenticinin şematik gösterimi.

1.6. X-Işınları Difraksiyon Metodu (XRD)

1912 yılında Von Laue tarafından keşfedildikten sonra, x-ışınları difraksiyonu analiz yöntemi bugüne kadar endüstri ve bilime çok önemli bilgi akışı sağlamıştır. Örneğin; kristal malzemelerin atomlarının geometrik düzeni (örgü yapısı) ve aralarındaki mesafe hakkındaki bilgilerin çoğu doğrudan difraksiyon çalışmalarıyla tayin edilmiştir. XRD sistemi çoğunlukla ağır elementlerden oluşan, katı anorganik ve kristalin maddelerin araştırılmasına uygun bir aletsel yöntemdir. XRD ölçümleri için kullanılan cihazlar basit olarak Şekil 1.9'daki blok diyagramına sahiptir [30]. Yöntem, süperiletkenler, seramikler, metaller, alaşımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karışımlar, korozif maddeler, çelik kaplama malzemeleri, maden analizlerinde, toprak analizlerinde, safsızlık katkılanmış yarı iletkenlerde, böbrek ve mesane taşlarında, bileşim analizlerinde, bazı adli konularda, bazı boyar maddelerde, pigmentlerde,

çimentolarda, doğal veya yapay minerallerde, herhangi bir malzemenin içerdiği bileşik veya elementlerin tayininde, inorganik polimerlerde, faz diyagramlarının ve faz dönüşümlerinin araştırılmasında; bazı kristal veya amorf kompleks bileşiklerinin incelenmesinde olduğu gibi bir çok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir. Yaygın olmamakla birlikte bazı katı organik bileşiklerin, katı organik polimerlerin, plastikle rin, organik boyar maddelerin v.s. analizlerinde de kullanılmaktadır [30,31].



Şekil 1.9. X-Işınları toz difraktometresinin bileşenleri.

Ayrıca XRD çalışmaları, metallerin, polimerik malzemelerin ve diğer katıların fiziksel özelliklerinin çok daha iyi anlaşılmasına katkıda bulunmuştur. X-ışınları difraksiyonu son zamanlarda stereoidler, vitaminler ve antibiyotikler gibi karmaşık maddelerin yapılarının aydınlatılmasında da yaygın olarak kullanılmaktadır [30].

X-ışınları difraksiyonu kristallin bileşiklerinin kalitatif (hangi element veya bileşiklerden meydana geldiğini bulmaya yarayan analiz dalıdır) olarak tanınmasında pratik ve uygun bir yöntemdir. X-ışınları toz difraksiyon yöntemi ise, katı bir numunedeki bulunan bileşikler hakkında kalitatif ve kantitatif (bileşenlerden her birinin ne yüzdede olduğunu bulmaya yarayan analiz dalıdır) bilgi sağlayabilen tek analitik yöntemdir. Örneğin, toz yöntem ile bir katı numunedeki KBr ve NaCl yüzdeleri tayin edilebilirken diğer analitik yöntemlerle sadece numunedeki K^+, Na^+, Br^- ve Cl^- iyon yüzdeleri tayin edilebilmektedir [30].

X-ışınları toz yöntemleri her bir kristal madde için x-ışını difraksiyon modelinin sadece o kristale özgü olması temeline dayanır. Böylece eğer numunenin difraksiyon deseni literatürde karşılaştırıldığı maddenin literatürdeki difraksiyon deseni ile tam uyarsa (difraksiyon açıları aynı olursa), numunenin kimyasal yapısı bulunabilir [30,31].

1.6.1. Kristal Yapı Analizi

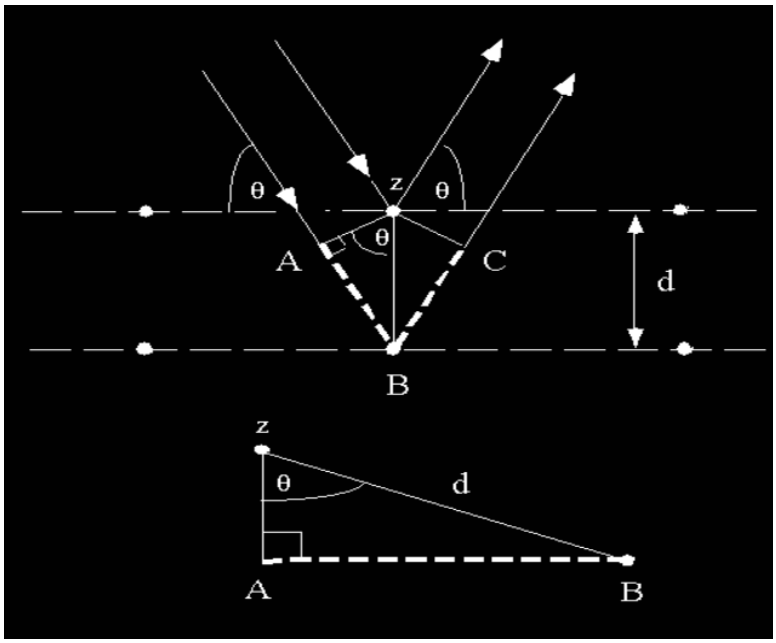
Toz difraksiyon yönteminde, analitik difraksiyon çalışmaları için kristal numune, homojen durumda olur, çok sayıda küçük kristal tanecikleri bütün mümkün yönlerde yönlenirler; böylece bir x-ışını demetinin malzeme içinden geçerken çok sayıda taneciğin bütün mümkün düzlemler arası boşluklarda yansıması için Bragg şartını (1.11) yerine getirecek şekilde yönlenmiş olması beklenir [30].

Bir kristalin yapısı, atomla etkileşen dalgaların difraksiyon desenleri incelenerek tayin edilir. Difraksiyon doğrultuları ve şiddetleri ölçülerek, difraksiyondan sorumlu kristal yapı ile ilgili bilgi elde edilir. Paralel, mono kromatik ve dalga boyu λ olan x-ışınlarının bu kristal yapı üzerine, kristal düzlemiyle θ açısı yaparak geldiğini farz edelim. X-ışını demeti kristale geldiğinde düzlemlerden (düzlemin d aralıkla sıralandığı varsayılır) farklı doğrultularda yansıma yaparlar ve belli şartların sağlandığı durum haricinde birbirlerinin etkilerini azaltırlar [30].

Kristali tanıtacak olan difraksiyon deseninin olması için Şekil 1.10'da da görüldüğü gibi yansıma ışınlarının yapıcı girişim yapmaları gerekir. Şekil 1.10'da örgü yüzeyinin bir parçası gösterilmiştir [30].

Her bir yüzeyden yansıyan dalgalar arasındaki yol farkı $\overline{AB} + \overline{BC} = 2d\sin$ ile ifade edilir. Yapıcı girişim olması için bu ifadenin dalga boyunun tam katlarına, n ,eşit olması gerekir. Bunun için gerekli şart, komşu iki düzlemden yansıyan ışınlar arasındaki yol farkı $2d\sin$ olmalı ve yol farkı dalga boyunun tam katı olmalıdır. Bragg kanunu olarak bilinen bu ifade aşağıdaki matematiksel eşitlikte verilmiştir [30,31].

$$2.d.\sin = n. \qquad (1.11)$$



Şekil 1.10. X-Işınlarının bir kristal tarafından difraksiyonu.

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

Difraksiyon desenleri, genellikle otomatik cihazlarla elde edilir. Burada kaynak, uygun filtreleri bulunan bir x-ışını tüpüdür. Yüzeyi parlatılmış metal örnek numune tutucuya yerleştirilir. Kristallerin yönlenmesindeki gelişigüzelliği artırmak için numune tutucu döndürülür. Emisyon veya absorpsiyon spektrumunun elde edilmesinin benzeri bir şekilde otomatik olarak taranmak suretiyle difraksiyon desenleri elde edilir. Bu tür cihazların avantajı şiddet ölçümleri için yüksek kesinlik, otomatik veri ayıklama ve rapor sunmasıdır [30].

1.6.2. Difraksiyon Desenlerinin Yorumu

Bilinmeyen bir malzemenin toz difraksiyon desenlerinden yararlanarak tanımlanması, sinyallerin veya 2 cinsinden pozisyonlarına ve bağıl şiddetlerinin elde edilmesi temeline dayanır. Difraksiyon açısı 2 belli bir grup düzlemler arası açıklık

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

Eğer numune iki veya daha fazla kristal bileşiği içeriyorsa, bunların tanımlanması daha karmaşık olmaktadır. Bu durumda denemeler sonucu bir uygunluk sağlanana kadar daha şiddetli çizgilerin çeşitli kombinasyonları kullanılır. Difraksiyon çizgilerinin şiddetleri ölçülerek ve standartlarla karşılaştırılarak kristal karışımlarının kantitatif analizini yapmak mümkündür [30].

1.7. Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM) Ölçümleri

1.7.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Malzeme biliminin, jeoloji ve biyolojinin birçok çalışma alanında katı yüzeylerin fiziksel niteliği hakkında ayrıntılı bilgi sağlamak büyük bir önem taşır. Bu tür bilgiyi sağlamanın klasik yöntemi yüzey karakterizasyonunda hala önemli bir teknik olarak kullanılan optik mikroskoptur, ancak optik mikroskobunun sınırlı bir değeri vardır. Çalışılan numunelerde bulunan kristallerin çoğu bu mikroskobun ayırma gücünün

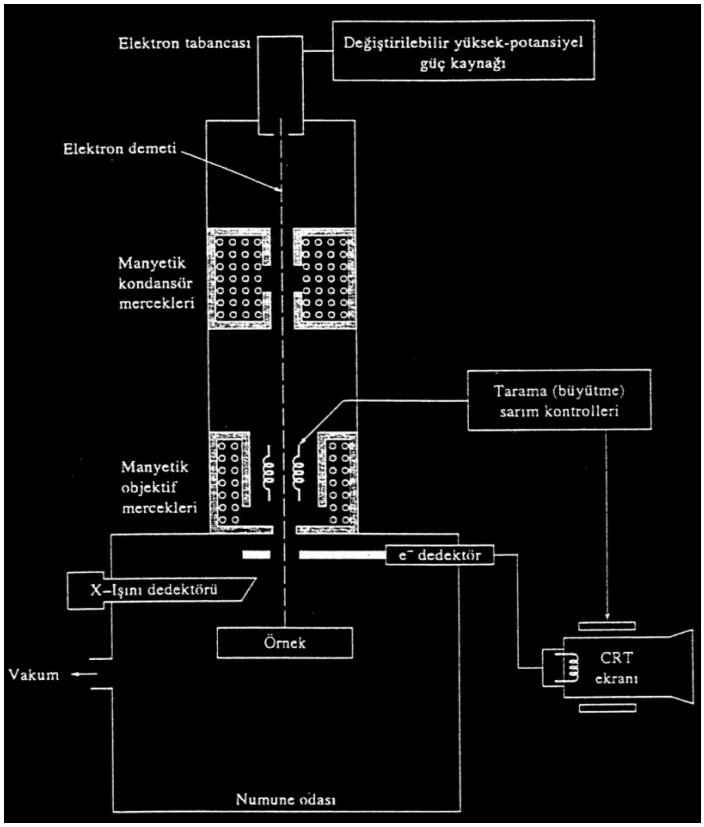
üzerindedir. Bundan ötürü yüksek çözme gücüne sahip elektron mikroskobuna ihtiyaç vardır. Bu mikroskoplar yüksek büyütmelerde (200000) ilginç yapısal özelliklerin incelenmesin imkan sağlar. Son zamanlarda çok daha yüksek ayırıcılığa sahip üç teknik kullanılarak yüzeyler hakkında bilgi sağlanmaktadır. Bu teknikler taramalı elektron mikroskobu(SEM), taramalı tünelleme mikroskobu (STM) ve atomik kuvvet mikroskobu(AFM)'dir. Son iki yöntem bazen taramalı prop mikroskobu (SPM) şeklinde ortak bir isimle adlandırılır [33].

Bu tekniklerin her biri ile bir görüntü elde etmek için katı numunenin yüzeyi, hassas bir şekilde odaklanan elektron demetiyle (1) yüzey boyunca düz bir doğru üzerinde (x yönünde) tarama yapılır, (2) demet başlangıç pozisyonuna döner ve (3) aşağı doğru (y yönünde) standart belirlenmiş bir miktar kadar kaydırılır. Bu işlem söz konusu yüzey alanı tamamen taranana kadar tekrarlanır. Bu tarama işlemi sırasında yüzey üstünde (z yönü) bir sinyal alınır ve görüntüye dönüştürüleceği bir bilgisayarda toplanır [31].

Taramalı elektron mikroskobunda, katı numune yüzeyi yüksek enerjili bir elektron demetiyle taranır. Bu teknikte yüzeyden çeşitli tür sinyaller oluşturulur. Bunlar geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlar, Auger elektronları, X-ışını floresans fotonları ve değişik enerjili diğer fotonlardır. Bütün bu sinyaller yüzey çalışmalarında kullanılmış olmakla beraber, bunların içinde en yaygın olan iki tanesi (1) taramalı elektron mikroskobunun temelini oluşturan geri saçılmış ve ikincil elektronlar ve (2) elektron mikroprob analizde kullanılan x- ışını emisyonudur [31].

Şekil 1.11'de görülen manyetik kondensör ve objektif mercek sistemi, görüntüyü 5 ile 200 nm'lik numune üzerindeki son nokta boyutuna indirgeme görevi görürler. Bir veya daha çok sayıda mercekten oluşan kondensör mercek sistemi, elektron demetinin objektif merceklere ulaştırılmak üzere yönlendirilmesini sağlar, objektif mercekler ise numune yüzeyine çarpan elektron demetinin boyutlarından sorumludur. Mercekler genel olarak simetrik silindirik olup, 10 – 15 cm yüksekliğindedir. SEM ile tarama, objektif merceklerin arasında yerleştirilmiş iki çift elektromanyetik sarım ile sağlanır. Sarım çiftlerinden biri, demeti numune boyunca x yönünde kaydırırken, diğer çift y yönünde saptırır. Taramanın yapılabilmesi için tarama sarımlarından birine elektrik sinyali uygulanır ve elektron demeti mercek sisteminin merkez ekseninin bir

yönünden numuneye çarpar.



Şekil 1.11. Taramalı elektron mikroskobunun blok diyagramı.

Bu sarım çiftine (yani x sarımlarına) uygulanan elektrik sinyalinin zamanının bir fonksiyonu olarak değiştirmek suretiyle elektron demetinin numune boyunca düz bir doğru üzerinde hareket ettirilmesi ve daha sonra tekrar başlangıç (orijin) pozisyonuna dönmesi sağlanır. Çizgi taraması tamamlandıktan sonra diğer sarım grubu (y sarımları) kullanılarak demet y yönünde biraz kaydırılır ve x sarımlarını kullanarak x yönünde demet kaydırması tekrarlanır. Demetin bu şekilde hızla hareket ettirilmesiyle tüm numune yüzeyi elektron demetiyle ışınlanabilir. Tarama sarımlarına uygulanan sinyaller ya analog ya dijitaldir. Dijital taramanın üstünlüğü, elektron demetinin hareketinin ve incelenecek bölgeyi bulmasının çok iyi bir şekilde tekrarlanabilir olmasıdır. Numuneden alınan sinyal kodlanır ve demetin x ve y pozisyonlarını dijital olarak temsil eden formda hafızaya alınır [31].

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

$$M = W/w \tag{1.12}$$

(1.12) denklemi ile verilir. Burada W, CRT ekranın genişliği, w ise numune boyunca tek bir tarama çizgisinin genişliğidir. W bir sabit olduğundan w'yi azaltarak büyütme (M) arttırılabilir. Büyütme faktörü ile numune boyunca tarama genişliği arasındaki ters orantı nedeniyle sonsuz küçük bir noktaya odaklanan elektron demetiyle sonsuz bir büyütme sağlanabilir. Ancak diğer pek çok faktör, ulaşabilecek büyütme oranını 10 kat ile (10 x) 100 000 kat (100 000 x) arasında sınırlar [31].

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

Numune tutucular veya raflar, çoğu cihazda bir kenarı birkaç cm'den fazla numuneleri tutabilecek özelliktedir. Ayrıca numune tutucular x,y ve z yönlerinde hareket ettirilebilir ve her bir eksen etrafından döndürülebilir. Sonuç olarak çoğu numunelerin yüzeyleri hemen hemen her yönden gözlenebilir [31].

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

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

Taramalı elektron mikroskoplarda elektron için en yaygın transduser (elektriksel olmayan büyüklükleri elektriksel hale getiren eleman) tipi X-ışınları sintilasyon (parıldama) transduserlerine benzer fonksiyona sahip simülasyon düzenekleridir. Bunlarda katkılanmış bir cam veya plastik hedef üzerine bir elektron çarptığında görünür bölgede aşırı miktarda foton yayınlanır. Fotonlar, cihazın yüksek vakum bölgesi dışında yer alan bir fotoçoğaltıcı tüpe bir ışık borusu vasıtasıyla iletilir. Sintilasyon transduserlerinde ortalama 10^5 ile 10^6 katlık bir çoğaltma sağlanır [31].

SEM ve EDX (enerji dispersif x ışınları analizi) ölçümleri yapılan numuneler için Scherrer -Warren eşitliği (1.11) kullanılarak, yapıyı karakterize edecek şekilde seçilen, en şiddetli piklerin pik profilleri hesaplandı.

$$D = 0.9 \ \lambda / (B \cos \theta_B) \tag{1.12}$$

Scherrer -Warren eşitliğinde D ortalama kristal boyutu, λ ölçümde kullanılan x-ışınının dalga boyu, θ_B Bragg difraksiyon açısı ve B ise pik yarı yüksekliğinin genişliğidir. B ise pik yarı yüksekliğinin genişliğidir. B değerini hesaplamak için (1.13) eşitliği kullanılır.

$$B^2 = B_m^2 - B_s^2 \tag{1.13}$$

(1.13) eşitliğindeki B_m ölçülen ve hesaplanan pik yarı genişliklerinin

doğrulamasından elde edilen değer ve B_s yapı için iç yansımalarının elde edilen pik yarı genişliğidir [32].

2. BÖLÜM

YÖNTEM VE MATERYAL

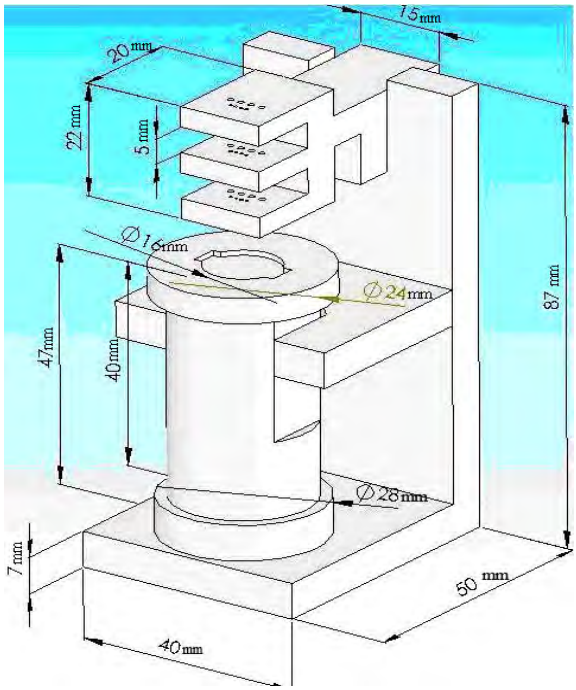
2.1. Giriş

Bu tez çalışmasında elektriksel iletkenlik ölçümü için dört nokta (Four-probe) DC elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği, Mekanik özelliklerin tayini ile Çekme deneyi için Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde (TEKMER) bulunan SHIMADZU marka AGX Plus Series model cihazı, Mikrosertlik deneyi için STRUERS marka DURAMİN 5 model Vickers Mikrosertlik ölçüm cihazı, X-ışınları toz difraksiyon desenleri için Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde (TEKMER) bulunan Bruker AXS D8 Advance tipi difraktometre, alaşımların mikro yapı özellikleri ve mikroprob analizleri için TEKMER' de bulunan LEO 440 marka taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Bu bölümde, kullanılan deneysel sistem, deneyin yapılış aşaması ile her çalışma sırasıyla anlatılacaktır.

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

Sn- Sb- Zn Üçlü metalik alaşım sisteminin farklı kompozisyonlardaki numunelerin elektriksel iletkenleri dört nokta DC iletkenlik ölçüm tekniği ile ölçüldü. Bütün ölçüm DAQ (Data Acquisition) kontrol sistemi ile yapıldı. Bu sistem PC, IEEE–488,2 Bus, Interface kart, scanner kartlı multimetre, programlanabilir güç kaynağı (sourcemetre) ve bu amaç için yazılmış bilgisayar programlardan oluşmaktadır. Bütün cihazlar GPIB protokolünü destekleyen uygun portlara sahiptir. Kontaklar, 0,5 mm çaplı gümüş teller, numune üzerine temas edecek şekilde yerleştirildi. Bu yöntem temas noktasındaki direnci olabilecek en aza indirmeyi sağlayan ve literatürde karşılaşılan en iyi yöntemdir [33].

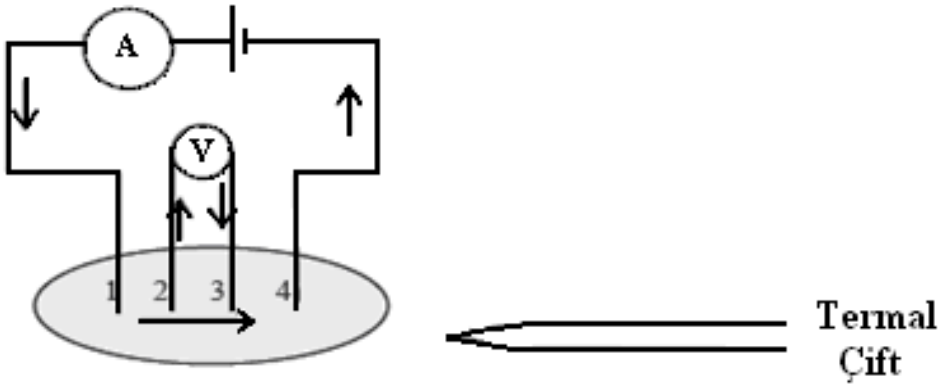
Numuneler daha sonra iletkenlik ölçümü için özel olarak tasarladığımız Şekil 2.1'de gösterilen yüksek ısıya dayanıklı (1500^{o}C) ve yüksek sıcaklıkta iletkenlik göstermeyen alüminadan yapılmış iletkenlik ölçüm kitine yerleştirilerek iletkenlikleri ölçüldü [33].



Şekil 2.1. İletkenlik ölçüm kiti [12].

Güç kaynağı olarak Keithley 2400, data eldesi için de Keithley 7700 Scanner kart içeren Keithley 2700 multimetre, dataların bilgisayara aktarılması ve cihazların kontrolü için ise Keithley 488.2 Interface kart kullanıldı [9].

Dört nokta d.c. elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği çalışma prensibi Şekil 2.2'de gösterilmektedir.



Şekil 2.2. Dört nokta D.C. elektriksel iletkenlik ölçüm tekniği çalışma prensibi.

Burada I akımı ve V voltajı multimetreden okunur. Termal çift ise o anki

numunenin sıcaklığı belirler. I akışı, her durumda numune üzerinde 1. kontaktan 4. kontağa doğrudur. Akım geçişi esnasındaki numune üzerine düşen gerilim 2. ve 3. kontaklardan okunur. Burada elektriksel iletkenlik aşağıdaki denklem ile hesaplanmıştır [34].

$$_T = \frac{I}{V} . \frac{1}{G} \qquad (2.1)$$

Burada I; Numuneden Geçen Akım(A),

V; Numune Üzerinde Gözlenen Potansiyel Fark(V),

G; Geometrik Düzeltme Faktörü (cm),

Kullanılan multimetrenin iç direncinin sonsuza yakın olması numune direncinden de büyük olmasını gerektirir. Multimetrenin bu özelliği sayesinde akım multimetre devredeyken numunenin üzerinden geçmek durumunda kalacaktır [34].

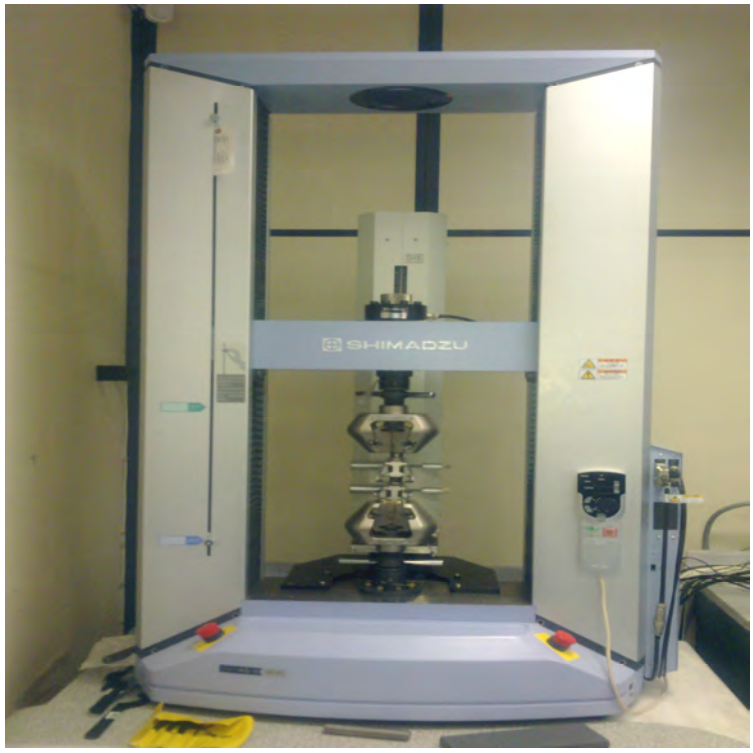
2.3. Mekanik Özellikler Deneylerinde Kullanılan Aletler ve Uygulanışı

2.3.1 Çekme Deneyi

Shimadzu AG-Xplus SC baskılı devre kartları, talaş çekme testi, IC kesme testleri, elektronik komponent çekme testleri, PC kartı takma ve çıkarma testler, vs testleri eğilme, soyma testleri de dahil olmak üzere statik testleri çeşitli şekilde yürütmeyi sağlar [35].

Özellikleri

- Yüksek sertlik ve kompakt çerçeve
- Yaklaşımlar örnekleme yüksek hız ile gerçek değerler
- Yüksek kaliteli ürün. (JSCC onaylı)
- Test kuvvet doğruluk 1 / 1000 yük ile 1 / 100 ±% 0,5 içinde hücre kapasitesi garanti
- Test hızları geniş bir yelpazede çeşitli malzeme testleri için ideal [35].



Şekil 2.3. Shimadzu AG-Xplus çekme testi deneyi cihazı.

2.3.2. Mikrosertlik Deneyi ve STRUERS Duramin–5 Cihazı

Teknik Özellikler

Kullanım kolaylığı sağlayan ‘geniş gövde’ aynı zamanda olası vibrasyonları en az seviyede tutar [36].
Otomatik turret (maks. 2 objektif ve 1 elmas uç)
Elektronik 0.01µm çözünürlükte ölçme ünitesi
Parametrelerin LCD panel vasıtası ile girişi ve ölçüm sonuçlarının görüntülenebilmesi mümkündür.
10 adede kadar test şartları kaydedilebilir
Patentli "elektronik yük değiştirme" sistemine sahiptir.
Uygulanabilen yük aralığı 10-2000gf dir.
x-y düzleminde kesin pozisyon ayarı yapabilmek için ölçüm tablası mikrometreli ve yüksek hassasiyete sahiptir.
İstenildiğinde cihazın kullanımı yarı veya tam otomatik kullanıma dönüştürülebilir.

Standard ve "Kolay-Ölçüm" modunda kullanım olanağı bulunmaktadır.
İntegre edilmiş 'Case-Depth' özelliği bulunmaktadır.
Tek bir ölçüm veya ölçüm serisi seçme olanağı mevcuttur.
Sertlik skalaları arasında dönüşüm yapabilme özelliği mevcuttur. (HR, HB, Mpa, etc.)
İstatistik değerler hesaplanabilir. (min, max, ortalama ve standart sapma gibi.)
Değerlerin grafik halinde gösterilebilmesi mümkündür. (x-y veya histogram)
RS 232C yazıcı çıkışı bulunmaktadır.
Diğer sertlik değerlerine integreli dönüşüm imkanı sağlar.
İstatistik bilgi değerlendirilmesi
Besleme gücü ve cihaz boyutları
Cihaz Şekil 2.4'de gösterilmektedir.



Şekil 2.4.STRUERS Duramin-5 Mikrosertlik Deneyi Cihazı [36].

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

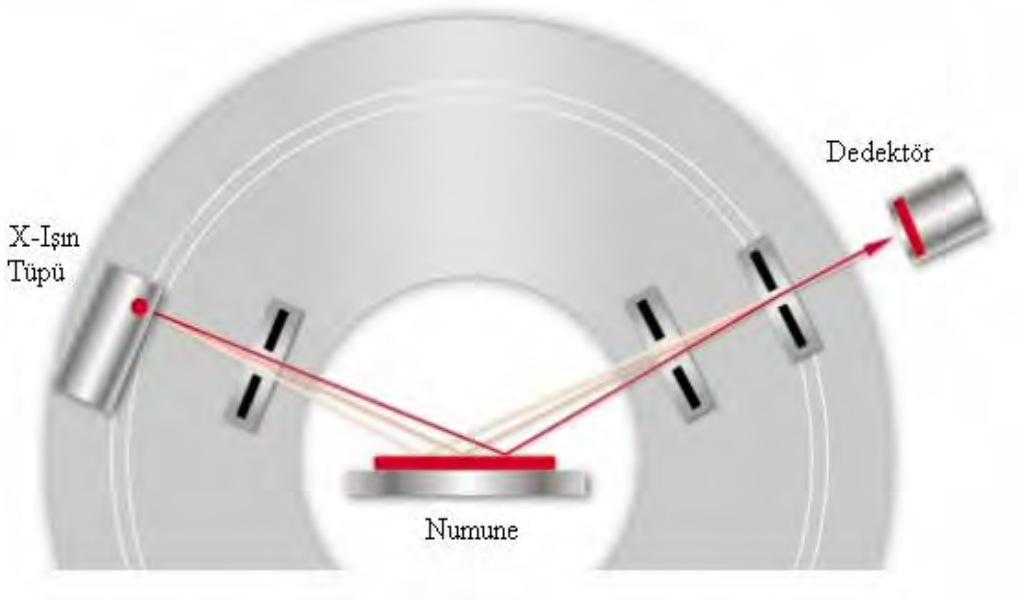
Daha öncede belirtildiği gibi; X-ışınları toz difraksiyon desenleri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde (TEKMER) bulunan Bruker AXS D8 Advance tipi difraktometre ile yapıldı.(Şekil 2.5)



Şekil 2.5. X-Işınları toz difraksiyon ölçümleri (XRD) İçin kullanılan Bruker AXS D8 Advance tipi difraktometre.

Şekil 2.5'de blok şeması verilen sistem Bragg Brentano geometrisine göre çalışan bir sistem olup, ölçümlerde 40 kV ve 40 mA'de elde edilen Cu Kα ışınları kullanıldı. Sistemde monokromatize X-ışını elde etmek için grafit monokromatör veya filtreler kullanılmaktadır. Ölçümler $10^o \leq 2\theta \leq 90^o$ aralığında 0.002 ^{o} (2θ)'lık açı tarama miktarı ile yapıldı. Sistem seramik X-ışını demetiyle donatılmış olup, 1.54 A^o dalga boylarında X-ışını üretimi için Cu seramik tüp kullanılmaktadır. X-ışını demetinin kalınlığını uygun hale getirmek için difraktometre girişine 1 mm'lik ve çıkışına da 0.1 mm'lik filtre bulunmaktadır. Numuneden difrakte olan X- ışınları NaI (Tl) tipi sintilasyon dedektörü ile toplanmakta ve sisteme bağlı bulunan bilgisayar ünitesi yardımıyla değerlendirilmektedir. Şekil 2.6 'da görülen sinyal işleyici ünitesi, sayıcıdan gelen elektronik pulslardan istenmeyen pulsları ayırmak, difraksiyon piklerinin genliğini arttırmak, pulsların şiddetlerini sayısal değerlere çevirmek, bunları voltaj akım değerlerinde bilgisayara göndermek için kullanılmaktadır.(Şekil 2.6) Ölçülen x-ışınları toz desenlerindeki zemin ışınlarını elimine etmek ve ön değerlendirme işlemleri yapmak için Diffrac Plus Eva paket programı kullanıldı [37]. Toz desenlerindeki difraksiyon piklerinin indekslenmesi için Diffrac Plus Win-

Index Professional Powder Indexing hazır paket programı kullanıldı [37]. Ayrıca saf Zn, saf Sb ve saf Sn birim hücre parametreleri incelendi. XRD toz desenlerinin hangi birim hücre tipine karşılık geldiği, XRD verilerinin literatür verileri ile karşılaştırılması yapılarak bulundu [6].



Şekil 2.6 Goniometre ünitesi.

2.5. Taramalı Elektron Mikroskobu(SEM)Ölçümleri

Daha öncede belirtildiği gibi, alaşımların mikro yapı özellikleri ve mikroprob analizleri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde bulunan Şekil 2.7' deki LEO 440 marka taramalı elektron mikroskobu ile yapıldı.



Şekil 2.7. Grain sınırlarının görüntülenmesinde ve EDX ölçümlerinde kullanılan SEM sistemi.

Yüzeyi ince parlatılmış ve dağlanmış metal alaşımları 4 torr vakumlanmış sistemde çeşitli büyütme (magnification) oranlarında görüntülenmiş ve yapıyı en iyi ortaya çıkaran büyüklüklerde SEM fotoğrafları çekilmiştir.

2.6. Numune Hazırlanması ve Kullanılan Fırınlar

Bu aşamada iki ayrı fırın (vakumlu eritme fırını ve sıcak döküm fırını) kullanılmıştır. Kullanılan bu fırınlar sırasıyla anlatılacaktır.

2.6.1.Vakumlu Eritme Fırını

Bu fırın alaşım yapılacak metallerin vakumlu ortamda oksitlenmeden eritilmesinde kullanılır. Vakumlu eritme fırını; iç içe geçmiş iki alümina tüp, vakum pompası, sıcaklık kontrolcüsü, sabit bir güç vermekte kullanılan varyak ve su soğutma sisteminden oluşmaktadır [38].

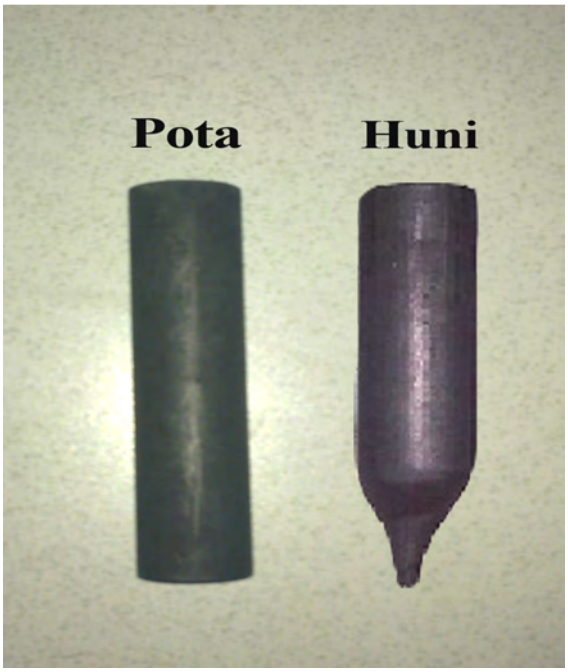
Vakumlu ortamda eritilerek alaşım oluşturacak metaller önce hassas terazi ile tartılır. Erime sıcaklığı düşük olan metal alta gelecek şekilde malzemeler grafit potaya yerleştirilir. Grafit pota uygun bir çengelli tel asansör yardımıyla fırına indirilir. Vakum pompası çalıştırılır ve fırın vakumlanır. Ziftin erimemesi için, fırın çalıştırılmadan önce pirinç kapaktan su geçirilerek soğutma yapılır. Varyağa güç verilerek istenilen sıcaklığa çıkması sağlanır. Fırın bu sıcaklığa ulaştığında içerisine asansör yardımıyla özel tasarlanmış numune potası konulur ve içine numune yerleştirilir, bir süre beklenir. Metaller tamamen eridikten sonra vakum kapağı açılır ve grafit karıştırıcı çubuk yardımıyla eriyik karıştırılır. Kapak tekrar kapatılır ve 30-40 dakika sonra tekrar karıştırılır. Karıştırma işlemi 4-5 defa tekrarlanarak eriyik halde metalik ikili alaşım hazırlanmış olur. Bu alaşımın doğrusal olarak katılaştırılması ise döküm fırınında yapılır [38].Vakumlu eritme fırınının fotoğrafı Şekil 2.8 ’de gösterilmiştir.



Şekil 2.8. Vakumlu eritme fırınının fotoğrafı.

2.7. Numunenin Hazırlanması

Deneylerde kullanılacak olan alaşımların dökümü yapılabilmesi için yüksek sıcaklığa dayanıklı BYC 100 tipi özel grafitten hazırlanan numune kalıbının şematik gösterimi Şekil 2.9’ da verilmiştir.



Şekil 2.9. Pota ve huninin fotoğrafı.

Numune kalıbı 40 mm çapındaki grafit çubukların Şekil 2.10'daki torna tezgahında işlenmesi ile yapıldı. Numune kalıbı olarak grafit kullanmamızın sebebi ise ısı iletkenliğinin metallerinkine yakın olması, çoğu metal ile etkileşmeye girmemesi ve kolay işlenilebilir bir malzeme olmasıdır.



Şekil 2.10. Grafitlerin işlenmesinde kullanılan torna.

2.7.1. Alaşımın Hazırlanması

Alaşımın yapımı için yeterli saflıkta verilen %99,99 Çinko, %99,99 Antimon ve %99,99 Kalay metalleri ve her bir bileşen, uygun oranlarda 0.1 mg'a duyarlı ***AND GX-600*** tipi hassas terazi ile tartılmıştır (Şekil 2.11).



Şekil 2.11. Alaşım metallerinin tartılmasında kullanılan hassas terazi.

Alaşımı hazırlamak için kullanılacak metallerin miktarları hassas terazi ile tartıldıktan sonra erime sıcaklığı düşük olan metal altta kalacak şekilde metal malzemeler grafitten yapılan erime potasına yerleştirilerek grafit pota uygun bir çengelli tel pota tutucusu yardımıyla vakum fırınına indirilir (Şekil 2.9).

Metaller tamamen eridikten sonra vakum kapağı açılarak grafit karıştırıcı çubuk yardımıyla metal eriyik karıştırılır. Bu işlem 20-25 dakika arayla 4-5 defa tekrarlanır. Böylece eriyik halde metalik alaşım hazırlanmış olur. Daha sonra numune vakum fırınından çıkarılarak bu iş için özel hazırlanmış grafit pota içerisine dökülür.

2.8. Metalografik İşlemler

2.8.1. Numunenin Kesilmesi

Elde edilen numune Minitom yardımıyla ve testere vasıtasıyla kesilir. Bazı durumlarda bunların her ikisi de birlikte kullanılabilir. Burada dikkat edilmesi gereken husus kesme sırasında oluşabilecek yapı değişiminden kaçınmaktır. Burada prensip olarak, numune yapısında minimum yapı değişimi yapan ve en az ısı oluşturan kesme tekniğinin kullanılması gerekmektedir [40]. Dökümü yapılan numune enine 0,5 cm'lik dilimler halinde, numunedeki tane yapısına zarar vermeden ve en az ısı oluşturacağı düşünülen el testeresi ile yavaş yavaş kesildi, ayrıca Şekil 2.12'deki Struers Minitom kesme cihazı ile Kesitleri alınan numune, zımparalamaya hazır hale gelmiş oldu.



Şekil 2.12. Struers Minitom numune kesme cihazı.

2.8.2 Numunenin Zımparalanması

Numuneler, minitom kesme cihazı ile kesildikten sonra 80 gridlik zımpara kâğıdından başlayarak 2400 gride kadar, kabadan inceye doğru kademeli olarak zımparalandı. Her bir numune kaba zımparalarla 5-10 dakika, ince zımparalarla ise 10-15 dakika süreyle zımparalandı.

Numunelerin zımparalanması silisyum karbür (SiC) taneleri ve magnetit tozu içeren zımpara kâğıtlarıyla yapılmaktadır. Kullanılan zımpara kâğıtları ve tane büyüklükleri Tablo 2.1' de verilmektedir. Zımpara kâğıtlarında birim alana düşen tane sayısı (grid) arttıkça mikron cinsinden tane boyutu azalmaktadır. 80-600 gridler kaba, 800-2500 gridler ise ince zımpara olarak sınıflandırılmaktadır.

Zımparalama sırasında numunenin her bölgesine dengeli ve eşit bir bastırma kuvveti uygulanarak yüzeydeki pürüzler giderildi. Yüzeyin kirli olduğu durumlarda 1-3 dakika süreyle ultrasonik temizleme yapıldı. Zımparalamanın düzgün ve itinalı yapılması fotoğraf çekmede odaklama kolaylığı sağlamaktadır. Numunelerin zımparalanması esnasında ısınmayı önlemek amacıyla sürekli su soğutması yapıldı. Her bir zımparalama işleminde numune zaman zaman 90 ^{o} döndürülerek yüzeyin mümkün olduğu kadar düz olmasına ve çiziklerin oluşmamasına dikkat edildi.

Tablo 2.1. Bazı zımpara kağıtları ve tane büyüklükleri [39].

Zımpara Tane No (Grid)	**Tane Boyutu (µm)**
80	210-177
150	105-88
180	88-74
240	53-45
320	37-31
400	31-27
600	22-18
800	15-11

2.8.3.Numunenin Parlatılması

Zımparalama işlemi sonucunda numuneler ultrasonik temizlemeyle temizlenerek parlatma işlemine tabi tutulur. Dönüş hızı ayarlanabilen mekanik parlatma aletinin disklerine parlatılacak numuneye uygun parlatma kumaşları yapıştırıldı. Kaba ve ince parlatma için farklı tane büyüklüğüne sahip topol marka elmas macun veya elmas süspansiyon ve uygun lubricant (kaydırıcı) kullanıldı.

Parlatma işleminde kullanılan elmas süspansiyon veya elmas macunlar sırasıyla 6 tane büyüklüğüne sahip topol marka macun, 3 ve 0.25 tane büyüklüğüne sahip Struers marka elmas çözeltilerdir.

Parlatma sırasında her bir elmas süspansiyon için ayrı diskler üzerine yapıştırılmış parlatma kumaşları kullanıldı. Numune ile parlatma kumaşı arasında yumuşak bir temas sağlamak ve nem miktarını ayarlamak amacıyla parlatıcı ile birlikte Struers Depif lubrikant (yağlayıcı) kullanıldı. Parlatma sırasında disk dönerken nem azaldıkça, numune yüzeyine parlatıcı çözeltiler yapışabilir ve yüzeyde leke oluşturabilir.

3. BÖLÜM

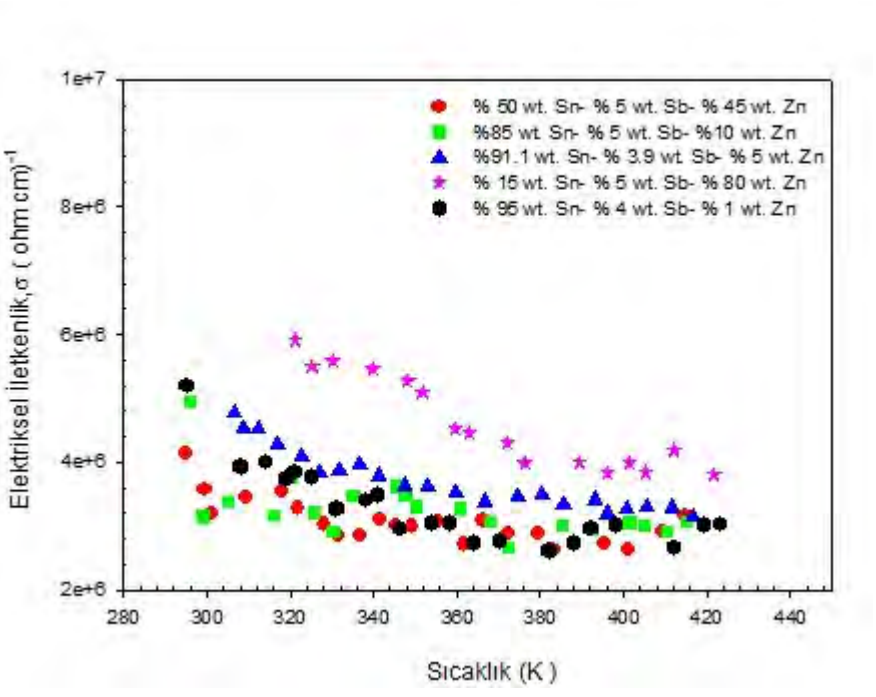
BULGULAR

3.1. Giriş

Bu çalışmada Sn-Sb-Zn Üçlü metalik alaşım sisteminin karakteristik özelliklerini belirlenmek için, farklı kompozisyonlarda; elektriksel iletkenikleri, mekaniksel özellikleri, mikrosertlik özellikleri, XRD, SEM ve EDX analizleri yapılmıştır. Bu işlemlere ait bulgular sırasıyla anlatılacaktır.

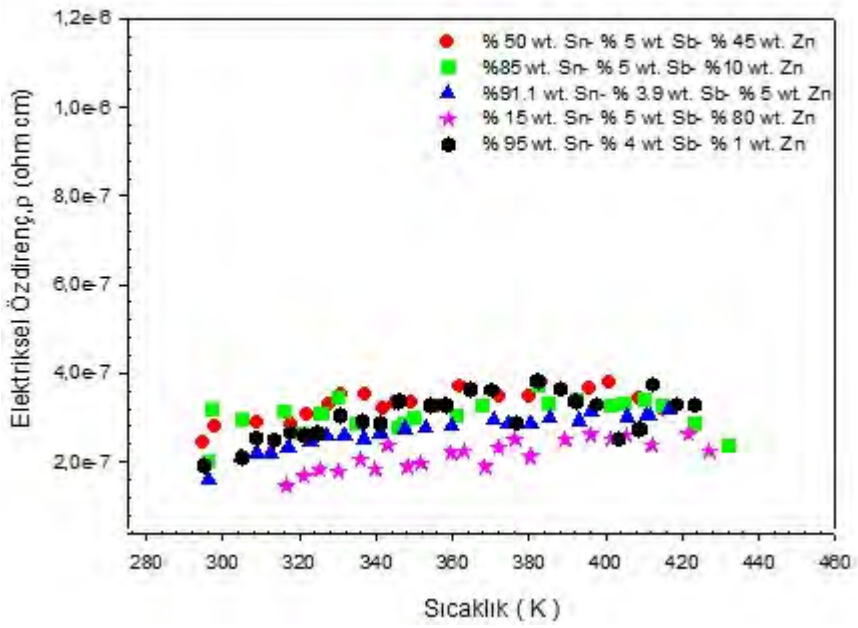
3.2. Elektriksel İletkenlik ve Özdirenç Ölçüm Sonuçları

Sn-Sb-Zn Üçlü metalik alaşımlarının farklı komposizyonlardaki tüm örneklerinin, dört nokta d.c elektriksel ölçüm metodu ile yapıldı. Gözlenen elektriksel iletkenlik değerleri sıcaklığa bağlı olarak grafiğe aktarıldı.Bu grafikler aşağıda gösterilmektedir.



Şekil 3.1. Elektriksel iletkenlik- sıcaklık değişim grafiği.

Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşım sisteminde $300\boldsymbol{K} - 430\boldsymbol{K}$ aralığında elektriksel iletkenlik değerleri sıcaklığa bağlı olarak belli belirsiz azalmaktadır. Bu durum Şekil 3.1'de görülmektedir. Dolayısıyla elektriksel özdirenç aynı malzeme ile sıcaklığa bağlı olarak az bir farkla artmaktadır.(Şekil 3.2) Bu sonuçlar metalik karekteristiğin tipik göstergesidir.



Şekil 3.2 Elektriksel özdirenç-sıcaklık değişim grafiği.

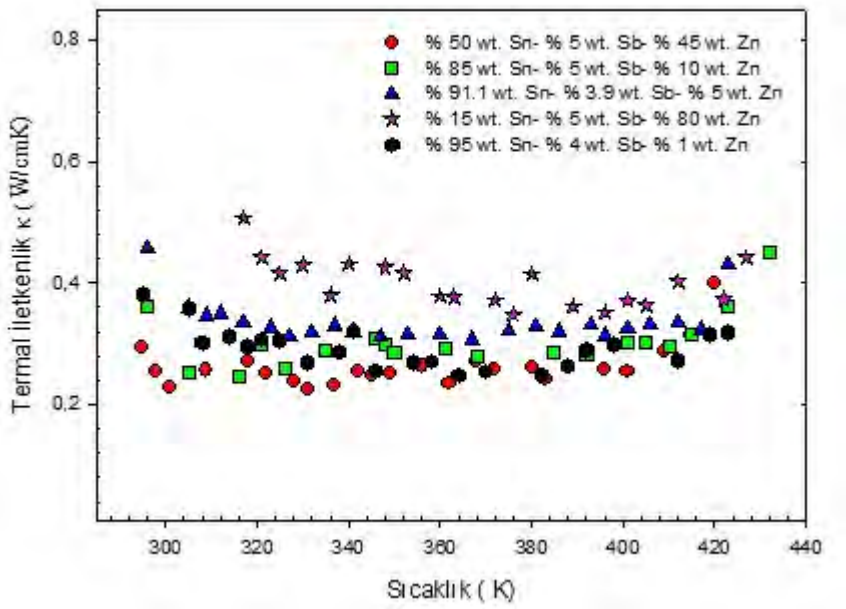
3.3. Termal İletkenlik Ölçüm Sonuçları

Alaşımların termal ve elektriksel iletkenliği arasındaki ilişki Wiedemann-Franz eşitliği ile oluşturulur. Hem elektriksel iletkenliğin hem de ısı iletkenliklerinin metallerdeki serbest elektronlardan dolayı olması gerçeğine dayanan Wiedemann-Franz eşitliği aşağıdaki gibidir.

$$— = \boldsymbol{LT} \tag{3.1}$$

Burada , termal iletkenlik katsayısı , elektriksel iletkenlik ve L ise orantı sabitidir. Burada L Lorentz sayısı olarak bilinmektedir. Saf malzeme için L'nin bu değeri ise $2.45\boldsymbol{x}10^{-8}\,\boldsymbol{W\Omega/K^2}$ dir [40].

Dört nokta d.c iletkenlik ölçüm metodunu kullanarak Wiedemann-Franz eşitliğinden faydalanarak hesaplanan termal iletkenlik sonuçları sonuçlar aşağıdaki gibidir.



Şekil 3.3. Wiedemann-Franz eşitliği kullanılarak elde edilen termal iletkenlik-sıcaklık grafiği.

Şekil 3.3' den görüldüğü gibi termal iletkenlik değerleri artan Sn metalinin katkısı ile çok az olarak artarken artan Zn metaliğinin katkısı ile çok az olarak azalmaktadır.

3.4. Termal ve Elektriksel Sıcaklık Katsayısının Hesaplanması

Elektriksel özdirenç sıcaklık sabiti (TCR); , 300 K- 430 K sıcaklıkları arasında aşağıdaki eşitlik kullanarak belirlendi.

$$= \left(\frac{1}{{}_1}\right)\left(\frac{\boldsymbol{d}}{\boldsymbol{dT}}\right) = \left(\frac{1}{{}_1}\right)\left(\frac{\Delta}{\Delta \boldsymbol{T}}\right) \qquad (3.2)$$

Bu eşitlikte ,elektriksel özdirenç sabitidir.

Termal iletkenlik sıcaklık sabiti (TCT), $_{\boldsymbol{K}}$, 300 K- 430 K sıcaklıkları arasında aşağıdaki eşitlik kullanılarak elde edildi [5].

$$= \frac{- \ _0}{_0\left(\boldsymbol{T}-\boldsymbol{T}_0\right)} = \frac{\Delta}{_0\Delta\boldsymbol{T}} \tag{3.3}$$

Burada , T sıcaklığında termal iletkenlik katsayısıdır. $_0$, $\boldsymbol{T}_0$ sıcaklığındaki termal iletkenlik katsayısıdır [5]. Aşağıdaki Tablo 3.1'de bu sonuçlar gösterilmektedir.

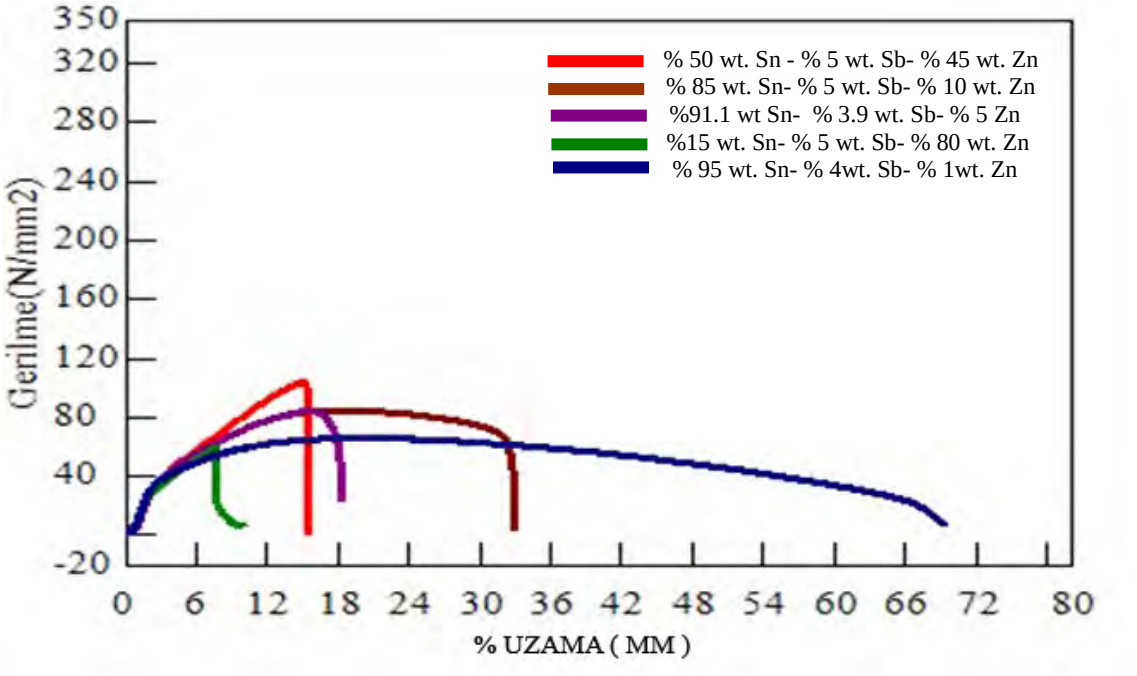
Tablo 3.1. Numunelerin elektriksel özdirenç ve termal iletkenlik sıcaklık katsayıları.

Numune	**Elektriksel Özdirenç Sıcaklık Katsayısı,** $_p$ $\left(10^{-3}\boldsymbol{K}^{-1}\right)$ $300\boldsymbol{K}-430\boldsymbol{K}$	**Termal Özdirenç Sıcaklık Katsayısı,** $\left(10^{-3}\boldsymbol{K}^{-1}\right)$ $300\boldsymbol{K}-430\boldsymbol{K}$
% 50 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 45 wt. Zn	0,34	3,05
%85 wt. Sn- % 5 wt. Sb- %10 wt. Zn	3,50	0,04
%91.1 wt. Sn- % 3.9 wt. Sb- % 5 wt. Zn	4,30	-0,49
% 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn	12,14	-2,97
% 95 wt. Sn- % 4 wt. Sb- % 1 wt. Zn	5,94	-1,35

Tablo 3.1'deki % 15 wt. Sn - % 5 wt. Sb. - %80 wt. Zn bileşimi için elektriksel özdirenç sıcaklık katsayısı değeri $12{,}14\boldsymbol{x}10^{-3}\boldsymbol{K}^{-1}$ olarak elde edilmiştir.Bu en yüksek değerdir. Bu değerin büyük olmasının çalışmada kullanılan Zn oranının (%80 wt.) en yüksek olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Sn oranı azaldıkça elektriksel özdirenç sıcaklık değeri küçülmektedir. Termal özdirenç sıcaklık katsayı değeri ise; Zn oranının en fazla olduğu % 15 wt. Sn - % 5 wt. Sb. - %80 wt. Zn bileşimi için en düşük değer

olmakla birlikte yine Sn oranın artmasına karşılık pozitif değerlerden negatif değere doğru bir azalma göstermektedir.

3.5. Mekanik ve Mikrosertlik Özelliklerin Belirlenmesi



Şekil 3.4. Gerilme- % uzama grafiği.

Çalışmada Şekil 3.4'deki Gerilme- % uzama grafiğine bakacak olursak % 50 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 45 wt. Zn bileşiminde ani bir iniş görülmektedir sert malzemelerde ve malzemede boşluk olduğundan dolayı bu sonuç doğaldır. Şekil 3.5'de de boşlukların olduğu durumlar gözlenmektedir. Gerçekte malzemelerin sertlik değeri ile gerilme değerleri birbiri ile doğru orantılı olarak artarken bu her iki değerde %ε değeri ile ters orantılı bir değişim gösterirler %91.1 wt. Sn- % 3.9 wt. Sb- % 5 wt. Zn alaşımındaki %ε değeri düşük çıkmıştır. Bunun sebebi ; Sn-Sb-Zn alaşımına ait numunelerdeki Sb değerlerinin yaklaşık olarak birbirlerine yakın olması nedeniyle sadece Zn alaşımları göz önüne alındığında %ε değerinin bu alaşım miktarına yüksek çıkması gerekirken düşük çıktığı tespit edilmiştir. Çekme testleri sonrasında kırılma yüzeyleri incelendiğinde elde edilen alaşım numuneleri polikristal bir yapı sergilediğinden dolayı mikroyapı içerisinde çok miktarda iç boşlukların ve aynı zamanda da iri tanelerin varlığına rastlanmıştır. Çünkü iri taneli yapının da malzemenin gerilme değerleri

üzerinde önemli etkileri bulunmaktadır. Tane yapısı ve iç boşluklarla ilgili görüntüler Şekil 3.5.a , Şekil 3.5.b, Şekil 3.5.c, Şekil 3.5.d, Şekil 3.5.e, Şekil 3.5.f , Şekil 3.5.g ve Şekil 3.5.h'de gösterilmektedir.

%91.1 wt. Sn- % 3.9 wt. Sb- % 5 wt. Zn alaşımında %ε değerinin düşük çıkmasında bu iç boşlukların ve iri tanelerin büyük etkisi olduğu alaşılmaktadır. Çatlama ve kırılma başlangıç noktaları genellikle iç boşlukların ya da iri tanelerin olduğu yerden başlamaktadır. Şekil 3.5.d ve Şekil 3.5.g'de de görüldüğü gibi belirgin şekilde iç boşluklar görülmektedir. Aynı taneler (Şekil 3.5.d) daha farklı büyütmelerde incelendiğinde iri tane içlerinde de kırılmalar meydana gelmiştir. Şekil 3.5.e, Şekil 3.5.f ve Şekil 3.5.h 'da ise katmanlar şeklinde kırılma yüzeyleri ortaya çıkmıştır. Şekil 3.5.c'de malzemenin şekil değiştirmesi esnasında (toprak kaymasına benzer) katmanlar halinde kırılmaların olduğu görülmektedir. Bu da malzemenin sünek bir yapıda olduğunu göstermektedir.

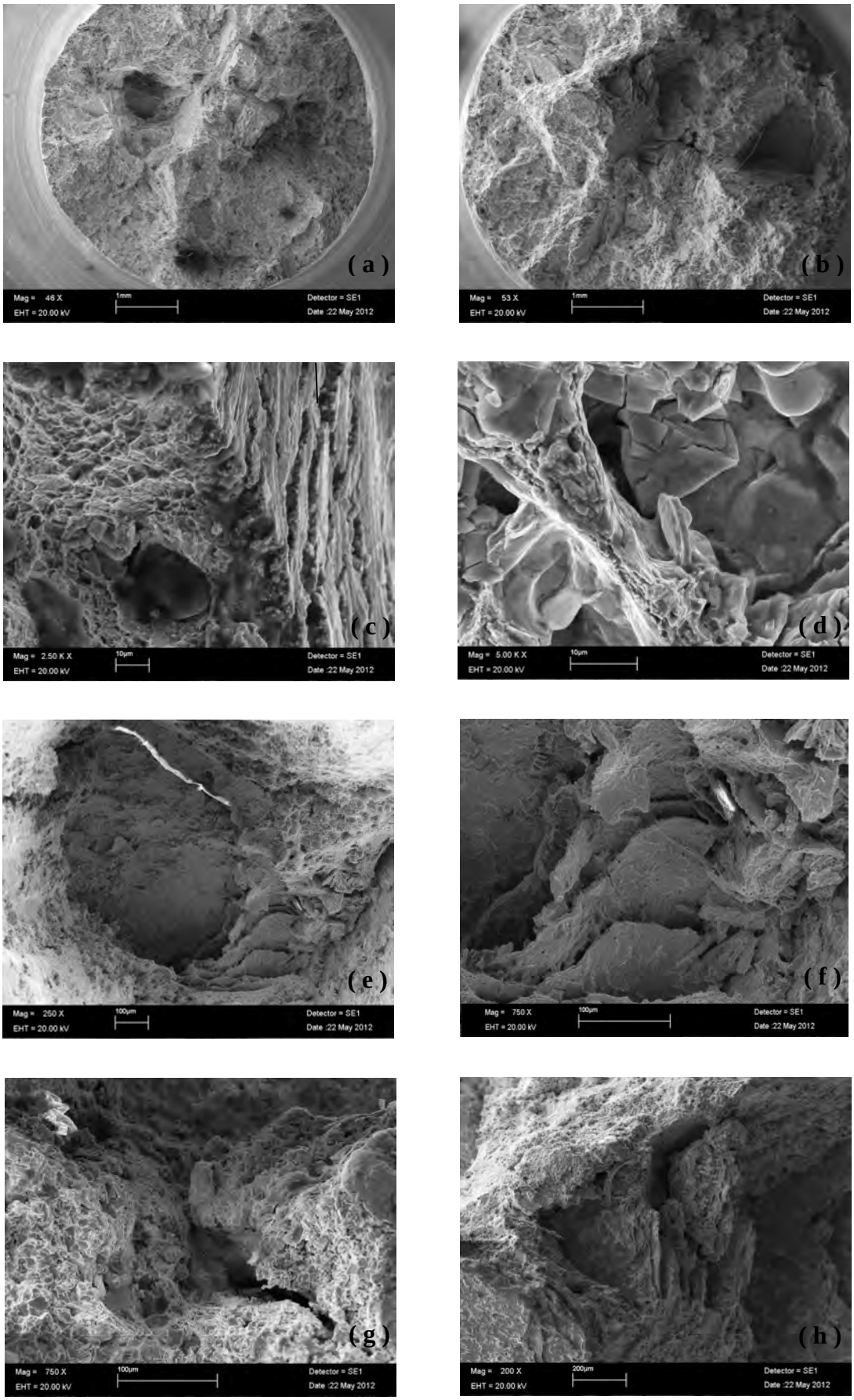
Malzemelerde sertlik ve gerilme değerleri birbiri ile doğru orantılı fakat şekil değişimi ile ters orantılıdır. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn numunede sertlik değeri ile çekme testi sonrasında ölçülen gerilme değeri birbiri ile orantılı çıkmamıştır. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn alaşımının σ değeri düşük çıkmıştır. Aslında bu değer diğer alaşımlı numunelere göre yüksek çıkması gerekiyordu.

Şekil 3.6.a, Şekil 3.6.b ve Şekil 3.6.c'de çekme testi sonrasında aynı numuneye ait parçalar olup, test sonrasında üç parçaya bölünmüştür. Söz konusu resimlerdeki mikroyapı görüntüsü malzemenin hem gevrek bir yapıya ve hem de çok iri (çoğunlukla lamel ve çok az miktarda da çok kenarlı) taneler şeklinde katılaştığı görülmektedir. Kırılma yüzeyleri incelendiğinde uzamanın olmadığı ve kırılan yüzeylerin oldukça parlak olduğu tespit edilmiştir. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn için gerçekte gerilme değerinin de sertlik gibi yüksek çıkması gerekirdi. Ancak mikroyapının iri taneli yapıya sahip olması, aynı zamanda da lameller şeklindeki tanelerin arasındaki diğer farklı fazların daha sünek özellik göstermesi (Şekil 3.6.d, Şekil 3.6.e ve Şekil 3.6.f) sonucunda kırılmıştır. Aynı zamanda Şekil 3.6.a, Şekil 3.6.d, Şekil 3.6.e, Şekil 3.6.g, Şekil 3.6.h ve Şekil 3.6.i'da görüldüğü gibi mikroyapı içerisinde farklı büyüklüklerde iç boşluklar mevcuttur. Yine Şekil 3.6.d ve Şekil 3.6.g'de çok önemli hasarlar görülmektedir. Şekil 3.6.d'de daha gevrek tane yapısı ile daha sünek tane arasında çekme testi esnasındaki ayrılma daha keskin şekilde ortaya çıkmıştır. Şekil 3.6.i, Şekil 3.6.j ve Şekil 3.6.m' de ise tek bir mikroyapı tanesine aittir ve tıpkı balık

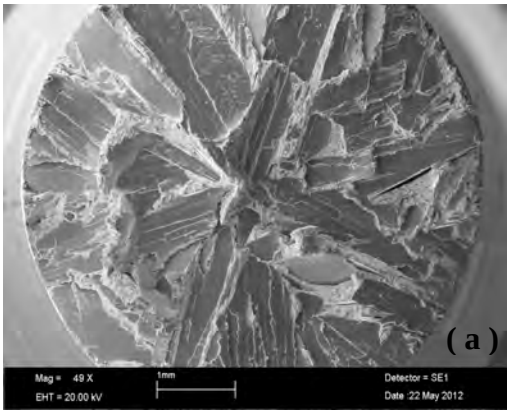
kılçıklarının şekline benzemektedir. Burada ayrı bir faz olduğu görülmektedir. Aynı tane yapısı daha farklı büyütmelerde incelendiğinde ise ortaya çok daha farklı bir tane yapısı (Şekil 3.6.h, Şekil 3.6.i ve Şekil 3.6.k) vardır. Şekil 3.6.h, Şekil 3.6.i ve Şekil 3.6.k'da görüldüğü gibi tek bir tane şeklinde görünen yapının gerçekte çok katmanlı halde olduğu ve katmanlar arasında ise farklı faz yapılarının olduğu görülmektedir. Şekil 3.6.k'da da daha detaylı incelendiğinde katmanlar arasındaki farklı faz yapısının da malzemenin erken kırılmasında etkin rol oynadığı açıktır. Şekil 3.6.k'da görüldüğü gibi bu farklı fazlardan dolayı hissedilir derecede katmanlar boşlukların mevcut bulunmaktadır. Şekil 3.6.g'de benzer bir yapı aynı numunenin farklı bir bölgesine ait kırılma yüzeyinde de (Şekil 3.6.l) tespit edilmiştir. Ayrıca buradaki tane yapıları arasında fark faz yapısına ait tane yapının olduğu bölgelerden itibaren farklı yönlere doğru çatlaklar meydana gelmiştir. Şekil 3.6.l ve Şekil 3.6.m'de söz konusu mikroyapının daha farklı büyütmelerdeki farklı faz yapılarının durumu gösterilmektedir. Mikrosertlik ölçümleri Tablo 3.2'den de görüldüğü gibi STRUERS marka DURAMİN 5 model Vickers Mikrosertlik ölçüm cihazı ile 10 gr yük altında gerçekleştirilmiştir. Buna göre artan Zn oranıyla sertlik değerlerinin artığı görülmektedir. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn numunesinin sertlik değeri en yüksek değeri almıştır. Zn'nin sertlik değerinin yanında Sb'de Mikrosertliği desteklemiştir. Sn malzemesi yumuşak bir malzeme olduğundan dolayı artan Sn değerleri mikrosertliği düşürmüştür. % 95 wt. Sn- % 4 wt. Sb- % 1 wt. Zn numunesi en düşük mikrosertik değerine sahiptir.

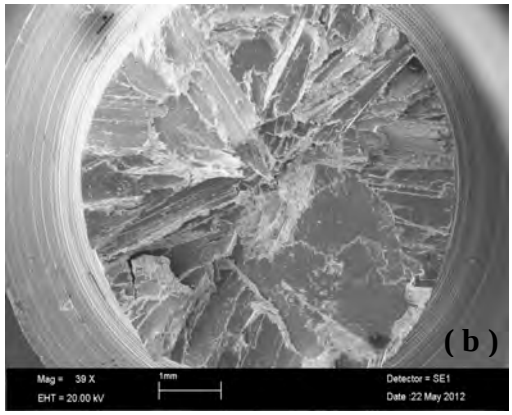
Tablo 3.2. Mikrosertlik deneyi ölçüm sonuçları.

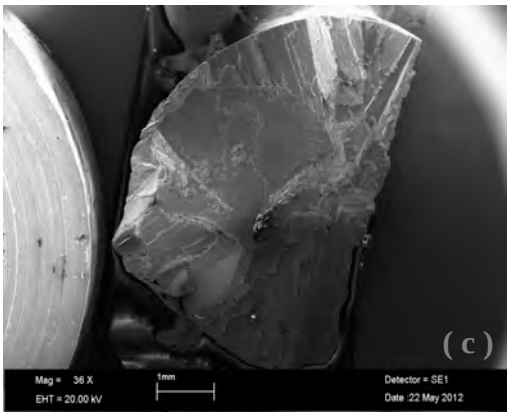
Numune	**Sertlik (H_V 0.01)***
% 50 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 45 wt. Zn	24,95
%85 wt. Sn- % 5 wt. Sb- %10 wt. Zn	19,65
%91.1 wt. Sn- % 3.9 wt. Sb- % 5 wt. Zn	18,93
% 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn	73,20
% 95 wt. Sn- % 4 wt. Sb- % 1 wt. Zn	18,65



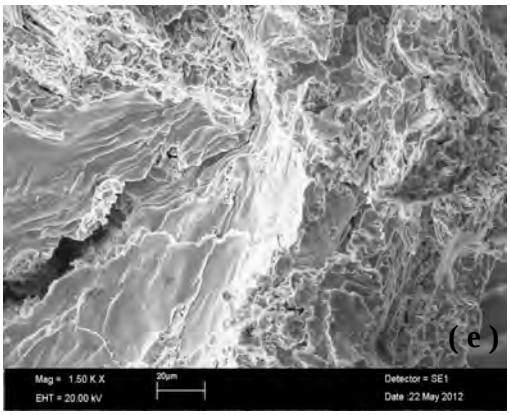
Şekil 3.5. %91.1 wt. Sn- % 3.9 wt. Sb- % 5 wt. Zn alaşımına ait kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri.

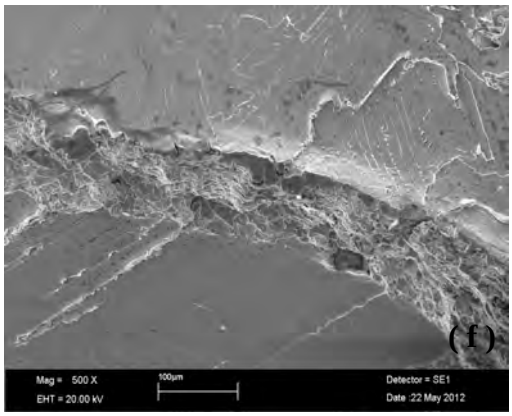

(a)
Mag = 49 X
EHT = 20.00 kV
1mm
Detector = SE1
Date :22 May 2012

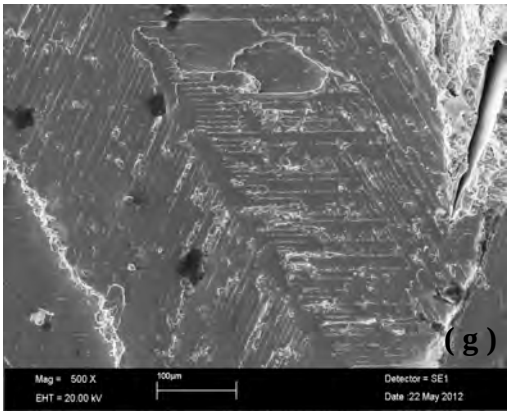

(b)
Mag = 39 X
EHT = 20.00 kV
1mm
Detector = SE1
Date :22 May 2012

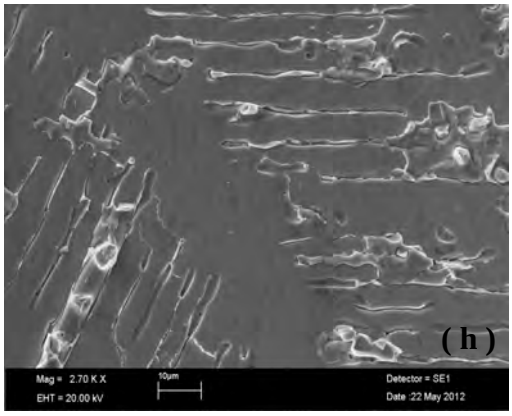

(c)
Mag = 36 X
EHT = 20.00 kV
1mm
Detector = SE1
Date :22 May 2012

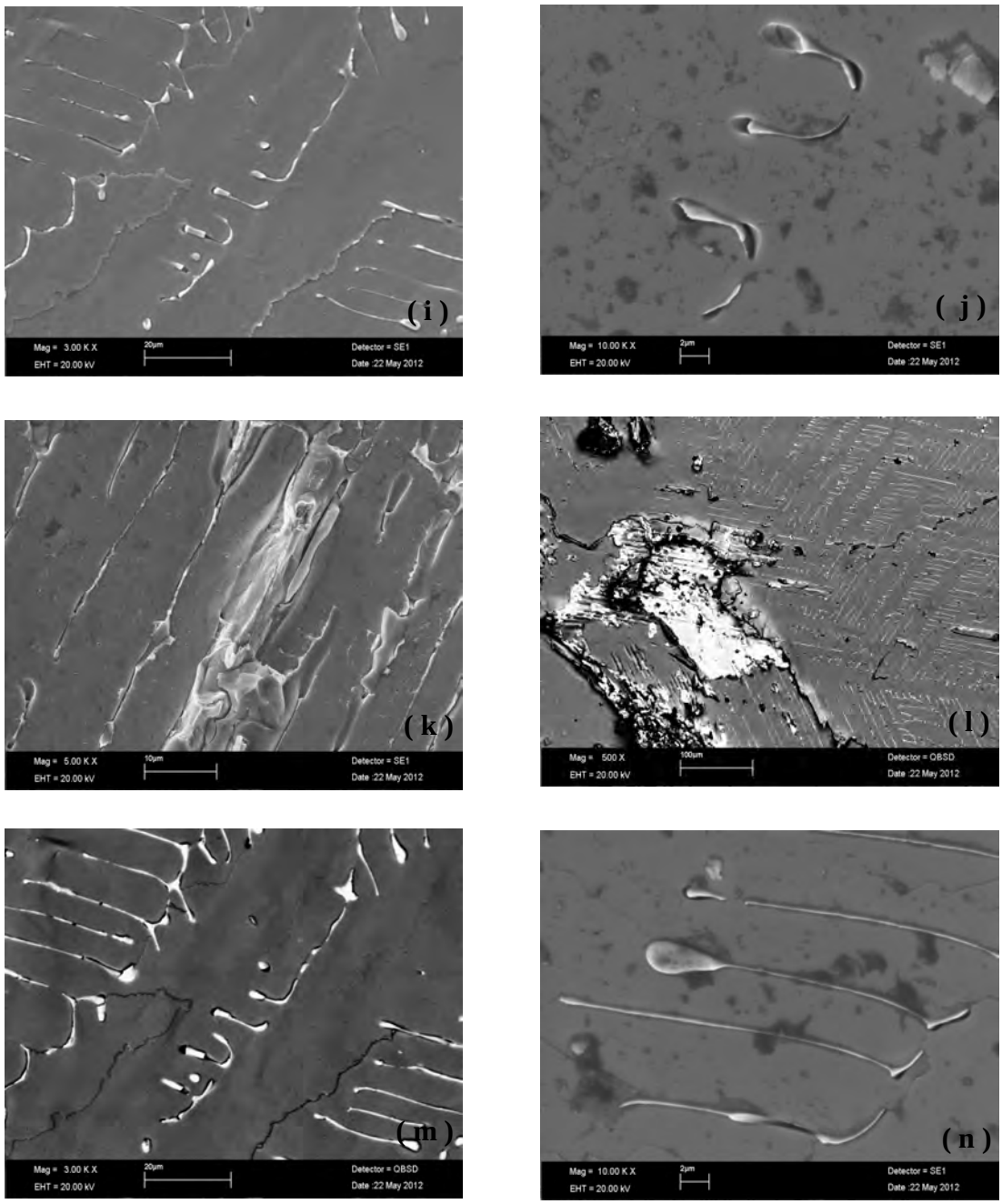

(d)
Mag = 919 X
EHT = 20.00 kV
20µm
Detector = SE1
Date :22 May 2012


(e)
Mag = 1.50 K X
EHT = 20.00 kV
20µm
Detector = SE1
Date :22 May 2012


(f)
Mag = 500 X
EHT = 20.00 kV
100µm
Detector = SE1
Date :22 May 2012

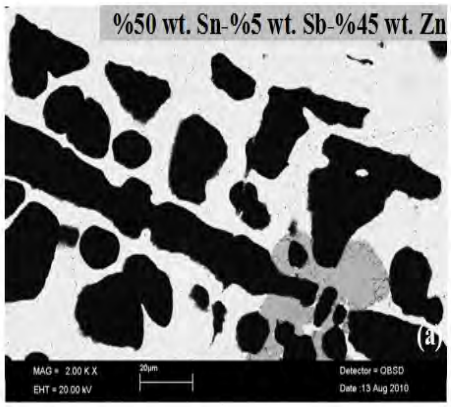

(g)
Mag = 500 X
EHT = 20.00 kV
100µm
Detector = SE1
Date :22 May 2012

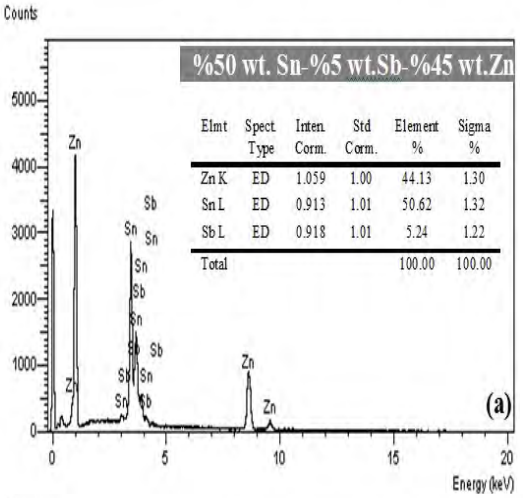

(h)
Mag = 2.70 K X
EHT = 20.00 kV
10µm
Detector = SE1
Date :22 May 2012

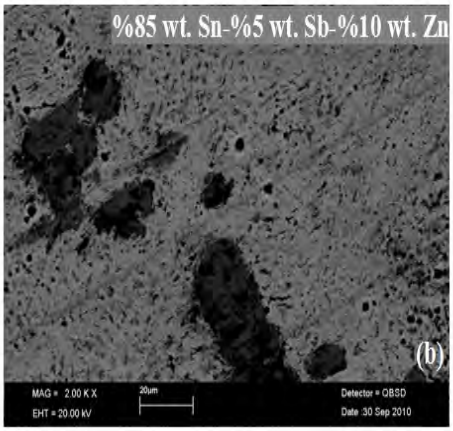


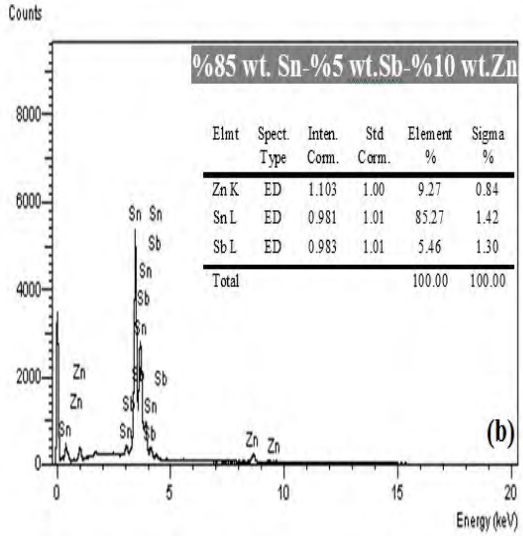
Şekil 3.6. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn alaşımına ait kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri.

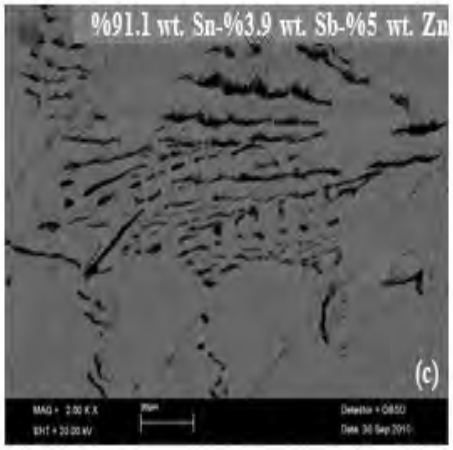
3.6.SEM veEDX Analiz Sonuçları

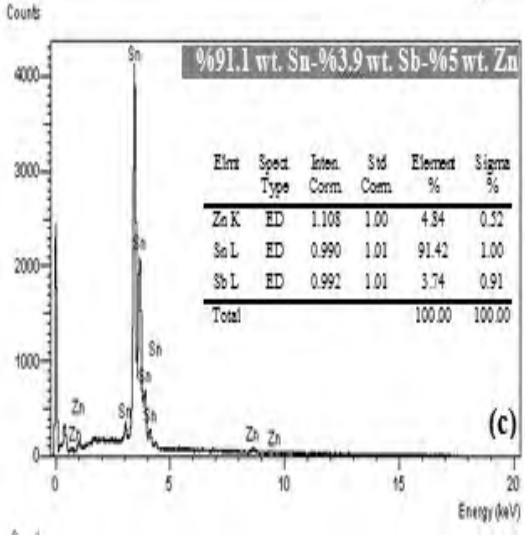


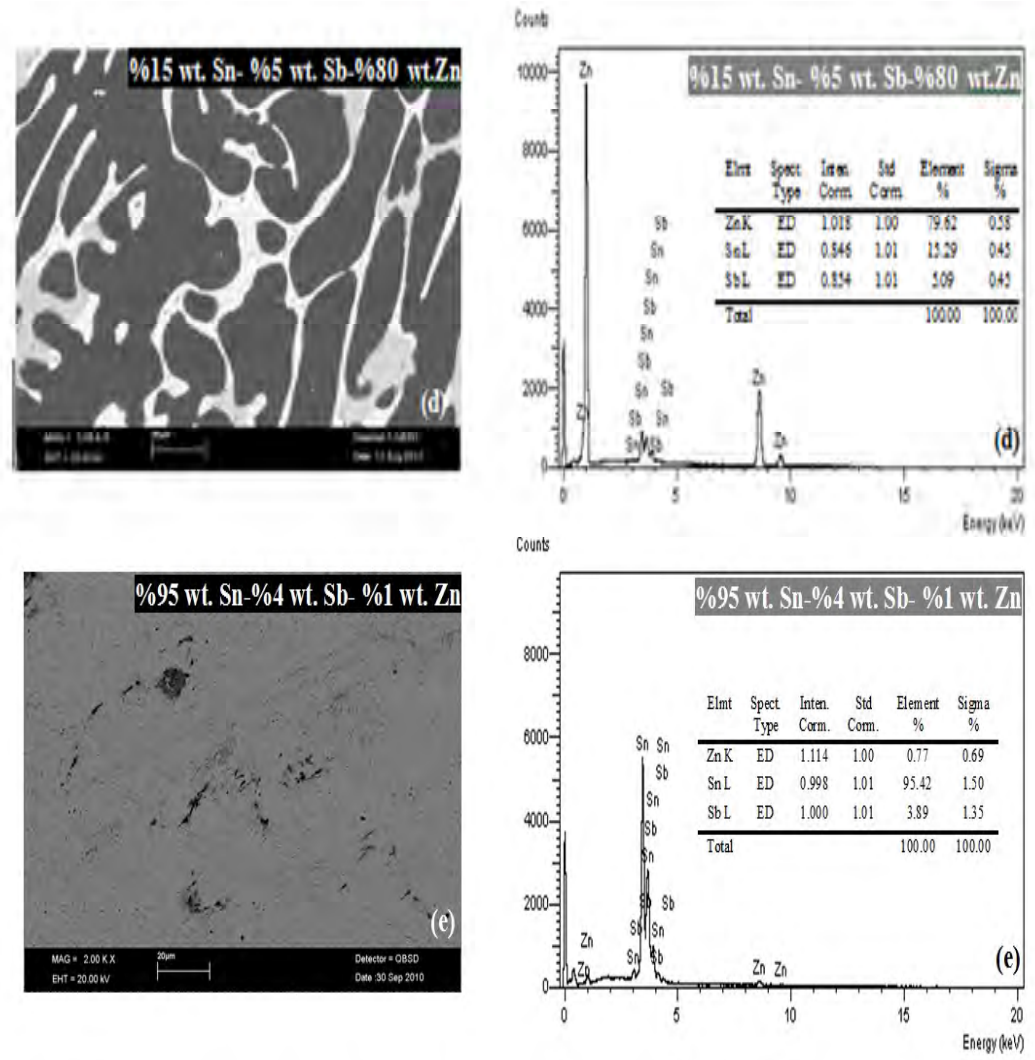












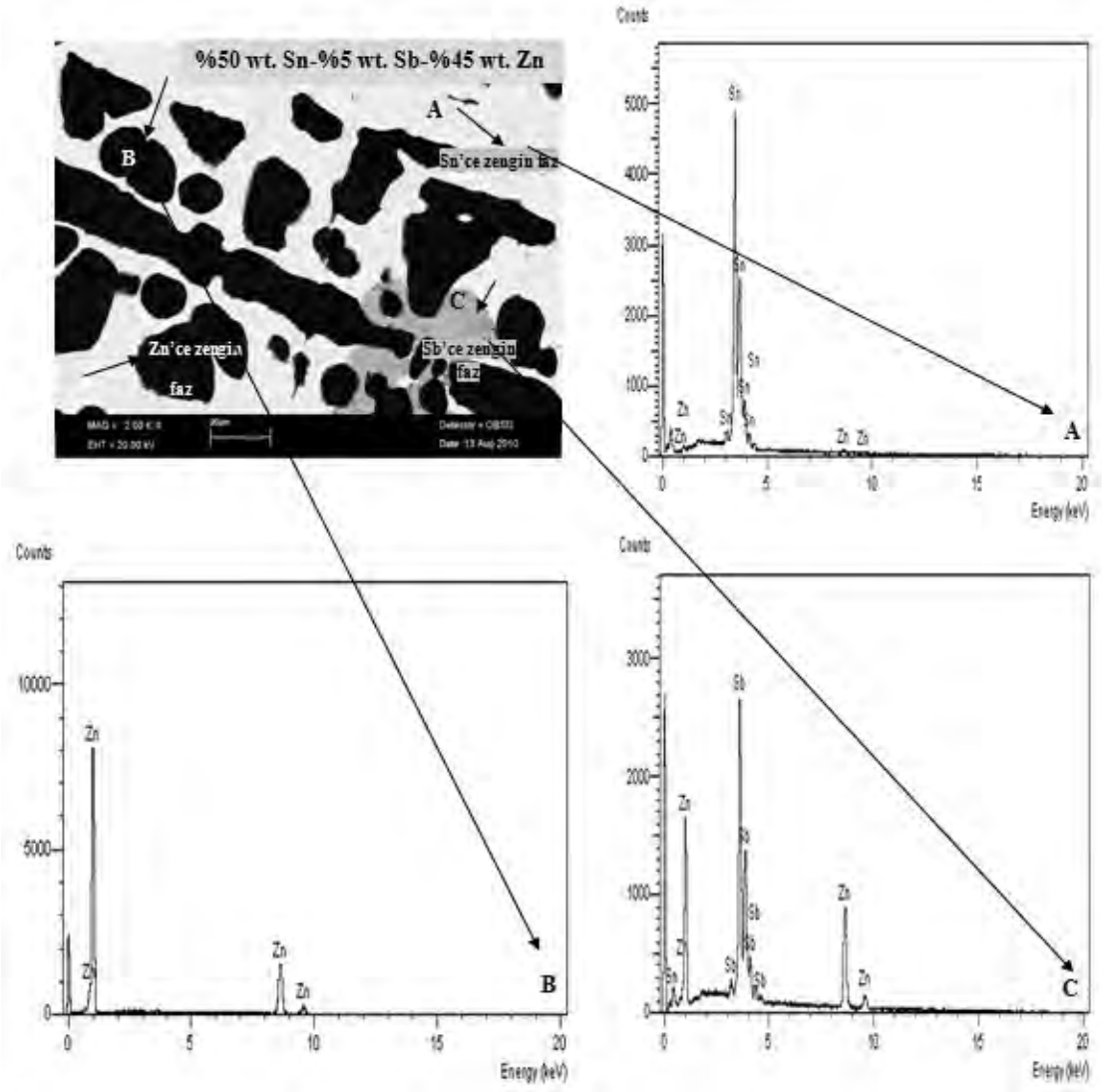
Şekil 3.7. Sn-Sb-Zn Üçlü metalik alaşımının SEM görüntüleri.

Bu çalışmada Literatürden bildiğimiz kadarıyla Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımın seçilen bileşimleri için SEM mikroyapı görüntüleri ilk defa elde edilmiş ve bu Şekil 3.7'de verilmiştir. Elde edilen bu görüntülerde backscatter dedektör kullanılmıştır. Alaşımın yapısı, daha öncede belirtildiği gibi polikristal yapıdadır ve homojendir. SEM görüntülerine dikkatli bakılacak olursa herhangi bir kirlilik, çatlak, kırık ve boşluk yapısı gözlenmemiştir. Ancak Şekil 3.7.b ve 3.7.e'de dağlamadan kaynaklanan az miktarda bir kirlilik söz konusudur Bu kirlilik numune elde edilme aşamasında değil, SEM görüntülerinin çekilmesi için numune hazırlanması aşamasında oluşmuştur. Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımının mikroyapısı Sn'ce, Sb'ce ve Zn'ce zengin fazlardan oluşmaktadır.Bu Şekil 3.7'de görülmektedir. Şekil 3.7.a' da % 50 wt. Sn- % 5 wt. Sb- %45 wt. Zn ve Şekil 3.7.d' de %15 wt. Sn- %5 wt Sb- % 80 wt. Zn bileşimleri için üç

ayrı faz gözle görülür bir şekilde birbiriden ayrılmıştır. Yüzeylerin karekteristik morfolojileri ve tane yapıları ve benzerlik göstermekte ve her üç faz kontrast bakımından birbirinden ayırt edilmektedir. Şekil 3.8 ve Şekil 3.9'da üç fazın alaşımda bulunma miktarı EDX analizi ile Tablo 3.3 ve Tablo 3.4'de bölge tarama metoduyla ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir. Oysa Şekil 3.7.b % 85 wt. Sn- % 5 wt. Sb- %10 wt. Zn, Şekil 3.7.d'de %91,1 wt Sn- % 3,9 wt. Sb- %5 wt. Zn ve Şekil 3.6.e'de %95 wt. Sn- % 4 wt. Sb- %1 wt. Zn bileşimli numunelerde her üç faz net bir şekilde görsel olarak görülmemiştir. Bununla birlikte Şekil 3.7.b , Şekil 3.7.c ve Şekil 3.7.e mikroyapı itabariyle birbirine yakın fazlar görülmüştür. Çünkü elde edilen üç numunede Sn ağırlıklı ve bileşim oranı birbirine yakın olarak seçilmiştir. Oysa bu üç fotografa ait bileşimlerin EDX analizlerinde her üç fazın da bulunduğu doğrulanmaktadır.Yine bu üç bileşimler için yüzey karakteristikleri morfolojileri ve tane yapıları benzerlik göstermiştir. Artan Sn yapısına bağlı olarak yüzeyde hakim olan Sn fazı daha öne çıkmış durumdadır.

3.7. XRD Ölçüm Sonuçları

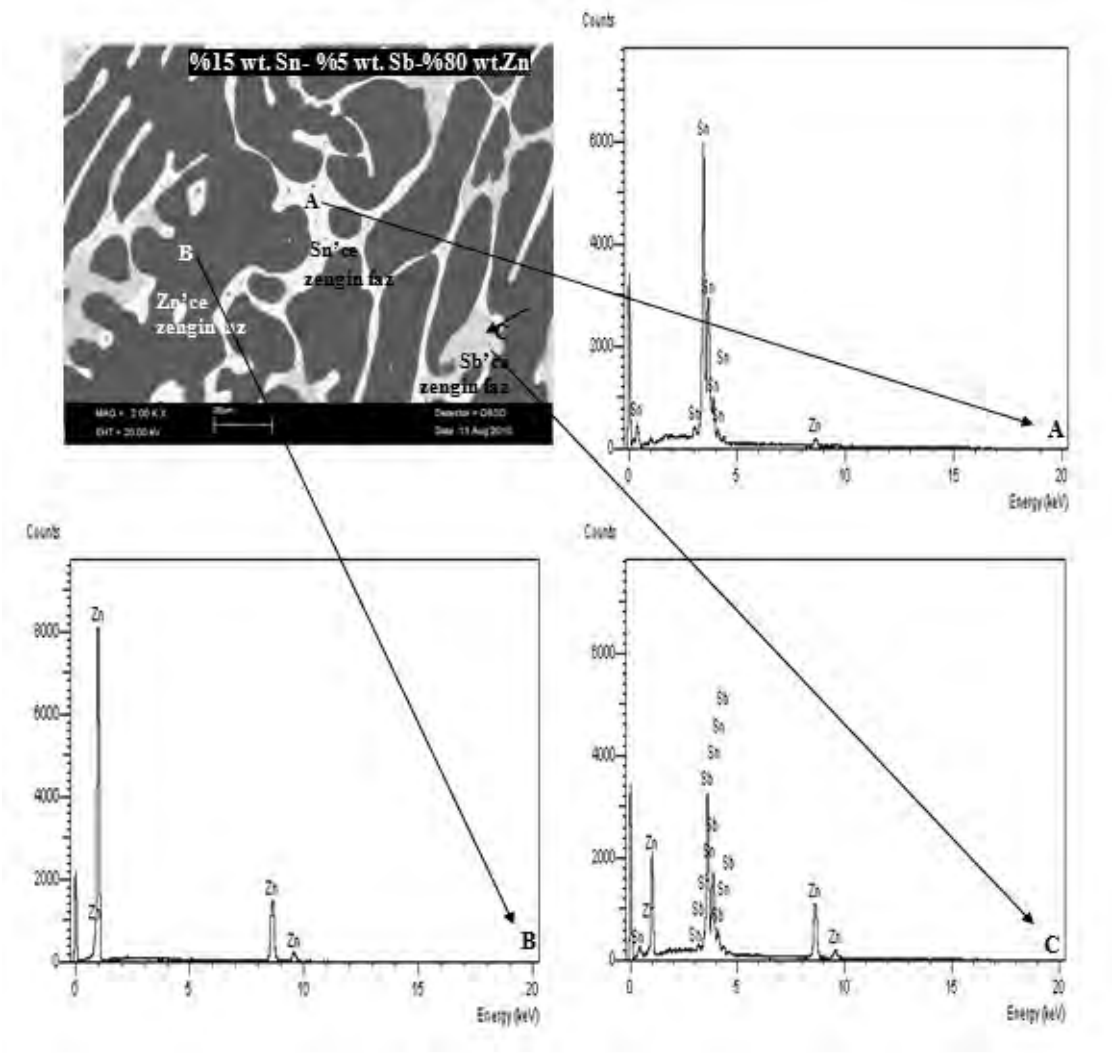
Bu çalışmada, Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşım sisteminin farklı komposizyonlardaki $2\ = 10^0 - 90^0$ tarama açısıyla $0,002^0/\boldsymbol{dak}$. adım aralığında Bruker AXS D8 Advance Tipi Difraktrometre kullanılarak toz desenleri alındı. XRD Evaluation paket programıyla karışımlara ait her toz deseni incelenip, kristal sistemi, birim hücre parametreleri (a,b,c) belirlenmeye çalışıldı. Literatürden bildiğimiz kadarıyla yine seçilen Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımının kristal simetrisi ve hücre parametresi de ilk defa belirlendi. % 99,99 saflıkta Sn, Sb ve Zn metalleri kullanılarak elde edilen Sn- Sb- Zn üçlü metalik alaşımında XRD toz desenleri Şekil 3.9'da görüldüğü gibidir. Burada % 50 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 45 wt. Zn, %85 wt. Sn- % 5 wt. Sb- %10 wt. Zn, %91.1 wt. Sn- % 3.9 wt. Sb- % 5 wt. Zn, % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn, % 95 wt. Sn- % 4 wt. Sb- % 1 wt. Zn bileşimlerin XRD desenleri birbirine yakın bir yapı sergilemiştir. Bileşimdeki ağırlıkça Sn miktarı arttıkça kristal sistemi tetragonal yapı göstermiştir.



Şekil 3.8. % 50 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 45 wt. Zn ayrıntılı SEM ve EDX analizi.

Tablo 3.3. % 50 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 45 wt. Zn faz bölgelerinin analizi.

Elements	A		B		C	
	wt,%	at,%	wt,%	at,%	wt,%	at,%
Zn	1.33	2.38	100.00	100.00	39.57	54.92
Sn	98.67	97.62	-	-	2.68	2.05
Sb	-	-	-	-	57.75	43.03

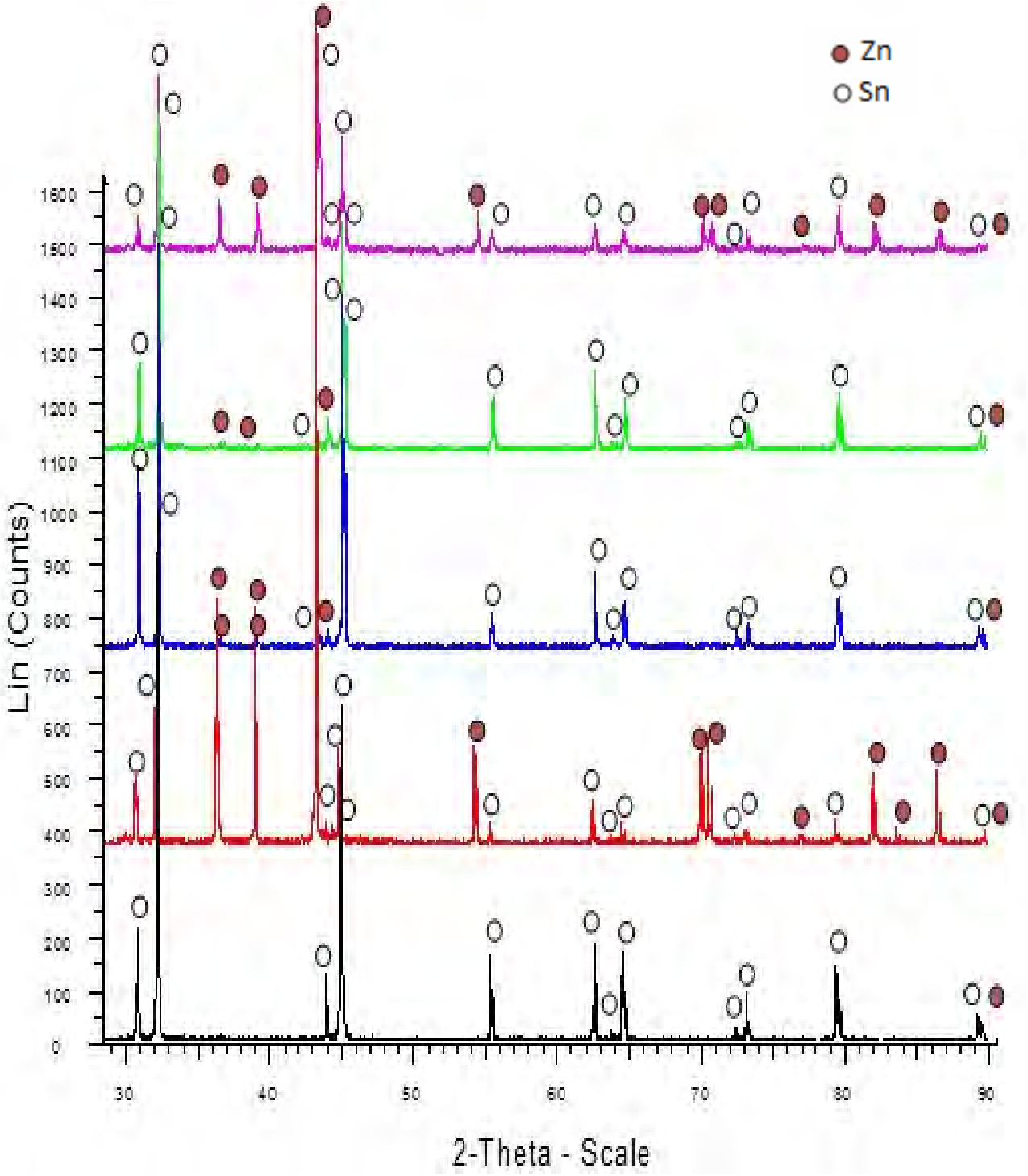


Şekil 3.9. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn ayrıntılı SEM ve EDX analizi.

Tablo 3.4. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn faz bölgelerinin analizi.

Elements	A		B		C	
	wt,%	at,%	wt,%	at,%	wt,%	at,%
Zn	5.45	9.48	100.00	100.00	40.39	55.74
Sn	94.55	90.52	-	-	5.07	3.85
Sb	-	-	-	-	54.54	40.41

Bunun tersine Sn miktarı ağırlıkça azaldığında yapı tetragonaldan monokliniğe doğru geçiş yapmıştır. Burada yapılar polikristal özellik göstermektedir. Kristal örgü parametresi a=5,8257-5,8481 $\overset{0}{A}$, c= 3,1719-3,1803 $\overset{0}{A}$ ve hacim=107,42-108,30 $\overset{0}{A}^3$ arasında değişim göstermiştir. Saf Sn malzemesi için literatür değerlerine bakılacak olursa bu değer a= 5,8310 $\overset{0}{A}$ c=3,1820 hacim= 108,19 $\overset{0}{A}^3$ bknz. (Pattern 4-686). Şekil 3.7.a'da ve Şekil 3.7.d'de her üç fazın net bir şekilde görüldüğü numunelerin XRD desenleri çekildiğinde ve bu numunelerin kristal yapı parametreleri incelendiğinde Saf Sn, Sb ve Zn için atomik yarıçaplar sırasıyla $1,72\overset{0}{A}$, $1,53\overset{0}{A}$, $1,53\overset{0}{A}$ değerindedir. Dolayısıyla büyük yarıçaplı Sn örgüsünün içerisine atomik yarıçapı küçük olan Sb ve Zn metalinin girmesi daha kolaydır. Burada baskın olan malzeme Sn olduğundan dolayı Sn'nin kristal yapısıyla benzerlikler elde edilmiştir. Bu nedenle Literatür değeri ile karşılaştırıldığında birim hücre parametrelerinde çok küçük değişimler gözlenmiştir. Bu ise beklenen bir durumdur. Buna karşılık Zn ağırlıklı çalışıldığında yapı kristal simetrisi Hexagonal yapı göstermiştir. a=2,6643-2,6666 $\overset{0}{A}$ ve b =4,9446-4,9472 $\overset{0}{A}$ ve hacim=30,36-30,47 $\overset{0}{A}^3$ arasında değişim göstermiştir. Saf Zn malzemesi için literatür değerine bakılacak olursa bu değer a= 2,6650 $\overset{0}{A}$ ve c= 4,9470 $\overset{0}{A}$ ve hacim= 30,43 $\overset{0}{A}^3$ bknz. (Pattern 4-831) arasında değişim göstermiştir. Aynı şekilde Zn ağırlıklı bileşimlerin XRD piklerine bakıldığında saf Zn pikleri ile çok benzerlik göstermiştir. Çalışmada Sb miktarı ağırlıkça % 3,9 ile % 5 arasında seçilmiştir. Bu nedenle XRD toz deseni piklerine bakıldığında Sb'ye ait şiddetli pikler oldukça zayıf elde edilmiş ve background'un altında gözlemlenmiştir. Bu nedenle bu zayıf Sb piklerini indislemek mümkün olmamıştır ve Şekil 3.10' da Sb pikleri yer almamaktadır. Ancak Sb miktarı en yüksek seçilen % 5 wt. İçeren numunenin her parlatma aşamasından sonra XRD desenleri alınmış olsaydı bir aşamada Sb pikleri ayırt edilebilirdi.



Şekil 3.10. Sn-Sb-Zn Üçlü metalik alaşımının indislenen XRD pikleri.

4. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1 Tartışma

Bu proje kapsamında yapılan tez çalışmasında seçilen alaşım ilk defa çalışılmıştır. Çalışmada Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımının elektrik, mekanik ve kristal yapısı ile ilgili elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde verilmektedir:

4.2. Sonuç ve Öneriler

1) Daha önce de belirtildiği gibi Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımında % 50 wt. Sn-% 5 wt. Sb-% 45 wt. Zn, % 85 wt. Sn-% 5 wt. Sb-% 10 wt. Zn, % 91.1 wt. Sn-% 3.9 wt. Sb-% 5 wt. Zn, % 15 wt. Sn-% 5 wt. Sb-% 80 wt. Zn bileşimlerinin elektriksel iletkenlik değerleri Şekil 3.1' deki gibidir. Elektriksel iletkenliğin-sıcaklıkla değişim (σ-T) grafiğinden elde edilen elektriksel iletkenlik değerleri $2{,}62x10^{6}$ -$5{,}92x10^{6}$ ohm.cm^{-1} arasında değişim göstermektedir. Elde edilen sonuçlara göre Sn-Sb-Zn üçlü meatilk alaşımındaki elektriksel iletkenlik değerleri metalik karakter göstermektedir.
2) Aynı şekilde Şekil 3.2 'deki elektriksel iletkenlik-sıcaklık değişim (ρ-T) grafiğinden elde edilen Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşım örneklerinin elektriksel özdirenç değerleri $1{,}45x10^{-7}$-$3{,}82x10^{-7}$ ohm.cm arasında değişim göstermektedir. Elde edilen sonuçlara göre Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımındaki elektriksel özdirenç değerleri metalik karakter göstermektedir.
3) Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımında örneklerinin elektriksel iletkenlik değerleri ve Wiedemann-Franz eşitliği kullanılarak teorik termal iletkenlik değerleri elde edilmiştir. Elde edilen termal iletkenlik değerleri 0.23-0.51 W/cm. K değerleri arasındadır. Literatürdeki saf kalaya ait termal iletkenlik değeri 0.67 W/W/cm

‘dir. Bu çalışmada kalay oranı en fazla % 91.1 wt. olarak seçildi. Her iki sonuç karşılaştırılırsa bu değerden sapmanın nedeni Sb ve Zn katkılarından kaynaklanmaktadır.

4) Yine seçilen Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımın örnekleri için elektriksel özdirenç sıcaklık katsayısı $_{p}$ ve termal özdirenç sıcaklık katsayısı, katsayıları hesaplanmıştır ve Tablo 3.1 ‘de verilmiştir. Elde edilen sonuçlarda % 15 wt. Sn - % 5 wt. Sb. - %80 wt. Zn bileşimi için elektriksel özdirenç sıcaklık katsayısı değeri $12{,}14\boldsymbol{x}10^{-3}\boldsymbol{K}^{-1}$ olarak en yüksek değer olarak bulunmuştur. Bu değerin büyük olmasının çalışmada kullanılan Zn oranının (%80 wt.) en yüksek olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Sn oranı azaldıkça elektriksel özdirenç sıcaklık değeri küçülmektedir. Termal özdirenç sıcaklık katsayı değeri ise; Zn oranının en fazla olduğu % 15 wt. Sn - % 5 wt. Sb. - %80 wt. Zn bileşimi için en düşük değer olmakla birlikte yine Sn oranın artmasına karşılık pozitif değerlerden negatif değere doğru bir azalma göstermektedir.

5) Bu proje kapsamında yapılan çalışmada Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımın örneklerinin gerilme- % uzama değerleri elde edilmiştir ve Şekil 3.4 ‘de verişmiştir. Çalışmada gerilme- % uzama grafiğine bakacak olursak % 50 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 45 wt. Zn bileşiminde ani bir iniş görülmektedir. Sert malzemelerde ve malzemede boşluk olduğundan dolayı bu sonuç doğaldır. Şekil 3.5’de de boşlukların olduğu durumlar gözlenmektedir. Malzemelerin sertlik değeri ile gerilme değerleri birbiri ile doğru orantılı olarak artarken bu her iki değerde %ε değeri ile ters orantılı bir değişim gösterirler. %91.1 wt. Sn- % 3.9 wt. Sb- % 5 wt. Zn alaşımındaki %ε değeri düşük çıkmıştır. Nedeni; Sn-Sb-Zn alaşımına ait numunelerdeki Sb değerlerinin yaklaşık olarak birbirlerine yakın olması nedeniyle sadece Zn alaşımları göz önüne alındığında %ε değerinin bu alaşım miktarına yüksek çıkması gerekirken düşük çıktığı tespit edilmiştir. Çekme testleri sonrasında kırılma yüzeyleri incelendiğinde elde edilen alaşım numuneleri polikristal bir yapı sergilediğinden dolayı mikroyapı içerisinde çok miktarda iç boşlukların ve aynı zamanda da iri tanelerin varlığına rastlanmıştır. Çünkü iri taneli yapının da malzemenin gerilme değerleri üzerinde önemli etkileri bulunmaktadır. %91.1 wt. Sn- % 3.9 wt. Sb- % 5 wt. Zn alaşımında %ε değerinin düşük çıkmasında bu iç boşlukların ve iri tanelerin büyük etkisi olduğu anlaşılmaktadır. Çatlama ve kırılma başlangıç noktaları genellikle iç

boşlukların ya da iri tanelerin olduğu yerden başlamaktadır. Aynı taneler daha farklı büyütmelerde incelendiğinde iri tane içlerinde de kırılmalar meydana gelmiş ve katmanlar şeklinde kırılma yüzeyleri ortaya çıkmıştır. Malzemenin şekil değiştirmesi esnasında katmanlar halinde kırılmaların olduğu görülmektedir. Bu da malzemenin sünek bir yapıda olduğunu göstermektedir.

6) Çalışmada elde edilen diğer bir sonuç ise malzemelerde sertlik ve gerilme değerleri birbiri ile doğru orantılı fakat şekil değişimi ile ters orantılı olduğudur. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn numunede sertlik değeri ile çekme testi sonrasında ölçülen gerilme değeri birbiri ile orantılı çıkmamıştır. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn alaşımının σ değeri düşük çıkmıştır. Aslında bu değer diğer alaşımlı numunelere göre yüksek çıkması gerekiyordu. Söz konusu malzemenin hem gevrek bir yapıya ve hem de çok iri taneler şeklinde katılaştığı görülmektedir. Kırılma yüzeyleri incelendiğinde uzamanın olmadığı ve kırılan yüzeylerin oldukça parlak olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn için gerçekte gerilme değerinin de sertlik gibi yüksek çıkması gerekirdi. Ancak mikroyapının iri taneli yapıya sahip olması, aynı zamanda da lameller şeklindeki tanelerin arasındaki diğer farklı fazların daha sünek özellik göstermesi sonucunda kırılmıştır. Aynı zamanda mikroyapı içerisinde farklı büyüklüklerde iç boşluklar mevcuttur.
7) Bu proje kapsamında yapılan çalışmada Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımın örneklerinin mikrosertlik ölçümleri 10 gr yük altında gerçekleştirilmiştir. Buna göre artan Zn oranıyla sertlik değerlerinin artığı görülmektedir. % 15 wt. Sn- % 5 wt. Sb- % 80 wt. Zn numunesinin sertlik değeri en yüksek değeri almıştır. Zn'nin sertlik değerinin yanında Sb'de mikrosertliği desteklemiştir. Sn malzemesi yumuşak bir malzeme olduğundan dolayı artan Sn değerleri mikrosertliği düşürmüştür. % 95 wt. Sn- % 4 wt. Sb- % 1 wt. Zn numunesi en düşük mikrosertik değerine sahiptir.
8) Çalışmada Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımın seçilen bileşimleri için SEM mikroyapı görüntüleri de elde edilmiş ve bu Şekil 3.7'de verilmiştir. Alaşımın yapısı, daha öncede belirtildiği gibi polikristal yapıdadır ve homojendir Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımının mikroyapısı Sn'ce, Sb'ce ve Zn'ce zengin fazlardan oluşmaktadır. Şekil 3.7.a' da % 50 wt. Sn- % 5 wt. Sb- %45 wt. Zn ve Şekil 3.7.d' de %15 wt. Sn- %5 wt Sb- % 80 wt. Zn bileşimleri için üç ayrı faz gözle

görülür bir şekilde birbiriden ayrılmıştır. Yüzeylerin karakteristik morfolojileri ve tane yapıları ve benzerlik göstermekte ve her üç faz kontrast bakımından birbirinden ayırt edilmektedir. Şekil 3.8 ve Şekil 3.9'da üç fazın alaşımda bulunma miktarı EDX analizi ile bölge tarama metoduyla ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir. Oysa Şekil 3.7.b % 85 wt. Sn- % 5 wt. Sb- %10 wt. Zn, Şekil 3.7.d'de %91,1 wt Sn- % 3,9 wt. Sb- %5 wt. Zn ve Şekil 3.6.e'de %95 wt. Sn- % 4 wt. Sb- %1 wt. Zn bileşimli numunelerde her üç faz net bir şekilde görsel olarak görülmemiştir. Buna karşılık inter metalik faz görüntülenmiştir. Şekil 3.7.b, Şekil 3.7.c ve Şekil 3.7.e 'de mikroyapı itibariyle birbirine yakın fazlar görülmüştür. Çünkü elde edilen üç numunede Sn ağırlıklı ve bileşim oranı birbirine yakın olarak seçilmiştir. Şekil 3.7 'deki fotoğraflara bakılacak olursa yüzeyde hakim olan Sn fazı daha öne çıkmış durumdadır.

9) Son olarak çalışmada, Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşım sisteminin farklı kompozisyonlardaki beş bileşim için (% 50 wt. Sn-% 5 wt. Sb-% 45 wt. Zn, % 85 wt. Sn-% 5 wt. Sb-% 10 wt. Zn, % 91.1 wt. Sn-% 3.9 wt. Sb-% 5 wt. Zn, % 15 wt. Sn-% 5 wt. Sb-% 80 wt. Zn) $2\ =10^0-90^0$ tarama açısıyla $0,002^0/\boldsymbol{dak}$. adım aralığında toz desenleri alındı. XRD Evaluation paket programıyla karışımlara ait her toz deseni incelenip, kristal sistemi, birim hücre parametreleri (a,b,c) belirlendi. Burada alaşım örneklerinin XRD desenleri birbirine yakın bir yapı sergilemiştir. Bileşimdeki ağırlıkça Sn miktarı arttıkça kristal sistemi tetragonal yapı göstermiştir. Bunun tersine Sn miktarı ağırlıkça azaldığında yapı tetragonaldan monokliniğe doğru geçiş yapmıştır. Burada yapılar polikristal özellik göstermektedir. Kristal örgü parametresi a=5,8257-5,8481 $\overset{0}{\boldsymbol{A}}$, c= 3,1719-3,1803 $\overset{0}{\boldsymbol{A}}$ ve hacim=107,42-108,30 $\overset{0\ 3}{\boldsymbol{A}}$ arasında değişim göstermiştir. Saf Sn malzemesi için literatür değerlerine bakılacak olursa bu değer a= 5,8310 $\overset{0}{\boldsymbol{A}}$ c=3,1820 hacim= 108,19 $\overset{0\ 3}{\boldsymbol{A}}$ bknz. (Pattern 4-686). Burada baskın olan malzeme Sn olduğundan dolayı Sn'nin kristal yapısıyla benzerlikler elde edilmiştir. Bu nedenle Literatür değeri ile karşılaştırıldığında birim hücre parametrelerinde çok küçük değişimler gözlenmiştir. Bu ise beklenen bir durumdur. Buna karşılık Zn ağırlıklı çalışıldığında yapı kristal simetrisi Hexagonal yapı göstermiştir. a=2,6643-2,6666 $\overset{0}{\boldsymbol{A}}$ ve b =4,9446-4,9472 $\overset{0}{\boldsymbol{A}}$ ve

hacim=30,36-30,47 $\mathring{A}^3$ arasında değişim göstermiştir. Saf Zn malzemesi için literatür değerine bakılacak olursa bu değer a= 2,6650 $\mathring{A}$ ve c= 4,9470 $\mathring{A}$ ve hacim= 30,43 $\mathring{A}^3$ bknz. (Pattern 4-831) arasında değişim göstermiştir. Aynı şekilde Zn ağırlıklı bileşimlerin XRD piklerine bakıldığında saf Zn pikleri ile çok benzerlik göstermiştir. Çalışmada Sb miktarı ağırlıkça % 3,9 ile % 5 arasında seçilmiştir. Bu nedenle XRD toz deseni piklerine bakıldığında Sb'ye ait şiddetli pikler oldukça zayıf elde edilmiş ve background'un altında gözlemlenmiştir. Bu nedenle bu zayıf Sb piklerini indislemek mümkün olmamıştır.

Bundan sonraki aşamada Sn-Sb-Zn üçlü metalik alaşımında bileşim oranları değiştirilerek % 50 wt. Sn-% 5 wt. Sb-% 45 wt. Zn, % 85 wt. Sn-% 5 wt. Sb-% 10 wt. Zn, % 91.1 wt. Sn-% 3.9 wt. Sb-% 5 wt. Zn, % 15 wt. Sn-% 5 wt. Sb-% 80 wt. Zn bileşimlerinin deneysel ısı iletkenlik değerleri, arayüzey enerjileri ve katılaşmada önem arz eden katılaşma parametreleri ve yapı parametreleri gibi parametreler hedeflenmektedir.

KAYNAKLAR

1. Gündeş, A., 2002. Al-Ni-Si Alaşımlarının Hızlı Katılaştırma ile Üretilmesi ve Fiziksel, Yapısal Özelliklerin İncelenmesi. Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş, 59 s.
2. Kartal, M., 2006. Pb-Sn-Cu Alaşımının Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerine Mo, Sb, B ve B2O3 İlavelerinin Etkilerinin İncelenmesi. Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Elazığ, 66 s.
3. Habashi, F., 1998. Alloys. Wiley-Vch., Canada, 314 pp.
4. Özata,M., 2012. Çinkoeksikliği. (Websayfası: **http://www.guatrcenter.com/Tr/content3.asp?m1=1&m2=11&m3=76**, (Erişim tarihi Ocak 2012).
5. Ari, M., Saatçi, B., Gündüz, M., Payveren, M., Durmuş, S., 2008. Thermo-electrical characterization of Sn–Zn alloys. **Materials Characterization, 59**: 757 – 763
6. Aran,A.,Güleç,Ş., 1993.Malzeme Bilgisi Cilt II. İtü Makine Fakültesi Ofset Atölyesi, İstanbul, 174 pp.
7. Islam, R. A., Chan, Y.C., Jillek, W., Islam, S., 2006. Comparative study of wetting behavior and mechanical properties (microhardness) of Sn–Zn and Sn–Pb solders. **Microelectronics Journal, 37** , 705–713.
8. Chen, S.W, Chen, C.C, Gierlotka, W., Zı, A.R., Chen, P.Y., Wu, H.J, 2008. Phase equilibria of the Sn-Sb binary system, , **Journal of Electronic Materials, Vol. 37**, No. 7.
9. Saatci, B., Ari, M., Gunduz, M., Meydaneri, F., Bozoklu, M. , Durmus¸ S., 2006. Thermal and electrical conductivities of Cd–Zn alloys. **J. Phys: Condens. Matter, 18**, 10643–10653.
10. Jang, K.W.,Oh, H.J.,Kim, I.K.,Kim, II.H.,Lee, J.II., 2010. Thermoelectric properties of $(ZnSb)_{1-x}-(MSb)_x$ binary systems. **Electronic Materials Letters, Vol.6**, **No.4**, 193–199.
11. Askeland R. D., 1946. The Science and Engineering of Materials. Pws_Kent Pub., Boston, 812 pp.
12. Bozoklu, M., 2007. Holmiyum Trioksit Katkılanmış Bizmut Trioksit Polimorflarının Sentezlenmesi, Karakterizasyonu ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi.

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kayseri, 118 s.

13.Aran, A., Güleç, Ş., 1993. Malzeme Bilgisi Cilt I. İtü Makine Fakültesi Ofset Atölyesi, İstanbul, 190 pp.

14.Kınıkoğlu, N., 2001. Malzeme Bilimi ve Mühendisliği. Literatür Yayınları, İstanbul, 900 s.

15. Kane, P.F., Larrabee, G.B., 1970. Characterization of Semiconductor Materials. McGraw Hilll Book Co., U.S.A., 351 pp.

16. Yamashita, M., 1987. Resistivity Correction Factor for the Four-Probe Method. **J.Phys. E: Sci. Instrum., 20** , 1454-1456.

17. Topsoe, H., 1968. Geometric factor in four point resistivity measurement. **Semiconductor Division 472-13, Vedbaek**, 38-40.

18. Onaran, K., 1995.Malzeme Bilimi,5. Baskı. Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul, 383 s.

19. Bektes M., 2004. Fe-Mn Alaşımlarının Mikrosertik Ölçümleri. Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Isparta, 53 s.

20. Gong, J., Wu, J., Guan Z., 1999. Examination of the indentation size effect in low-load vickers hardness testing of ceramics. **Journal of European Ceramic Society 19**, 2625–2631.

21. Zamfirova, G., Lorenzo, V., Benavente, R., Perena, J., M., 2003. **On the relationship between modulus of elasticity and microhardness. Journal of Applied Polymer Science, 88**, 1794–1798.

22. Sayan, P., Ulrich, J., 2001. Effect of arious impurities on the hardness of NaCl. **Cryst. Res. Technol., 36**, 1253-1262.

23. O'Neill, H., 1934. The Hardness of Metals and Its Measurement. Chapmann & Hall, ltd., Cleveland, 292 pp.

24. Ghosh, A., Li, H., Han, Y.H., Bradt, R.C., 1993. The fractional component of the indentation size effect in low load microhardness testing**. Materials Res. 8**, 1068–1078.

25. Bull, J.S., Page, T.F., Yoffe, E.G., 1989. An explanation for the indentation size effect in ceramics. **Phil. Mag. Lett. 59**, 281–288.

26. Savaşkan, T., 2000.Malzeme Bilgisi ve Muayenesi. Eser Ofset, Trabzon, 284 s.

27. **http://en.wikipedia.org/wiki/Zinc**

28. **http://en.wikipedia.org/wiki/Antimony**

29. **http://en.wikipedia.org/wiki/Tin**

30. Cullity, B., Çeviri; Sümer, A., 1966. X-Işınlarının Difraksiyonu. İstanbul Teknik Üniversitesi Matbaası, İstanbul, 519 s.

31. Skoog, A.D. , Holler, F.J. , Nieman,T.A., 1997. Principles of Instrumental Analysis. Philadelphia, U.S.A, 1056 pp.

32. Turkoğlu O., Arı M., Yılmaz S., Belenli I.,2005. Synthesis and crystallographic properties of the tetragonal type Bi(III)2-2xHo(II)2xO3-xVox solid solution, pp. 70, The 10th European Conference on Solid State Chemistry, 29 August-1 September 2005, Sheffield, U.K.

33. Kohlrausch, F., 1874. On Thermoelectricity, Heat and Electricity Conduction. Göttingen Nachr., Feb. 7, 1874.

34. de Sénarmont, H. 1848, Memoir on the conductivity of crystalline substances for heat, **Ann. Chem. Phys., 3, 22**, 179-211.

35. **http://www.shimadzu.com/products/test/universal/oh80jt00000050bz.html**

36. **http://www.als.com.tr/s_duramin2.htm**

37. Bruker AXS GmbH, 2000.Diffracplus PDF Maint Powder Diffraction Database Manage Software, Printed in the Federal Republic of Germany

38. Saatçi, B., 2000.İkili Metalik Alaşımların Katı-Sıvı Arayüzey Enerjisinin Ölçümü. Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Ensitüsü, Doktora Tezi, Kayseri, 197 s.

39. Salman S., Gülsoy Ö. H., 2004. Metalografi Bilimi (1. Kısım), 1.Baskı.Nobel Yayın Dağıtım, Ankara, 150 s.

40. Karaoğlu, B., 1996. Katıhal Fiziğine Giriş. Güven Kitap Yayın Dağıtım, İstanbul, 434 s.

ÖZGEÇMİŞ

29.05.1985 tarihinde Adana'nın Ceyhan ilçesinde doğdu. İlköğrenimini Ceyhan Yaltır Kardeşler İlköğretim okulunda tamamladı. Ortaöğrenimini Ceyhan Lisesi (Y.D.A) 'nde tamamladı. Yükseköğrenimini Niğde Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesinde 2004-2009 Ocak arasında tamamladı. 2011–2012 öğrenim yılında Erciyes Üniversitesi Pedagojik Formasyon Programını tamamladı.2009 yılının Ocak ayında Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim dalında Yüksek Lisans öğrenimine başladı. Halen bu bölümde öğrenimine devam etmektedir.

Adres: Cumhuriyet Mah. Tayyar Büyükçiçek Sok. No:36
Ceyhan / ADANA

Tel: 0 505 739 40 03

Email: alperaltinci@hotmail.com