



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

**MELT SPINNING YÖNTEMİYLE Al-4,5Mn-X Be (X=0, 1, 3, 5)
KUAZİKRİSTAL ALAŞIMLARIN ÜRETİLMESİ VE ÜRETİLEN
NUMUNELERİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Hazırlayan
Turan ÖZ**

**Danışman
Prof. Dr. Mustafa KESKİN**

Yüksek Lisans Tezi

**Nisan 2014
KAYSERİ**

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

**MELT SPINNING YÖNTEMİYLE Al-4,5Mn-X Be (X=0, 1, 3, 5)
KUAZİKRİSTAL ALAŞIMLARIN ÜRETİLMESİ VE ÜRETİLEN
NUMUNELERİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Hazırlayan
Turan ÖZ**

**Danışman
Prof. Dr. Mustafa KESKİN**

Yüksek Lisans Tezi

**Bu çalışma; Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından
FBY-11-3669 kodlu proje ile desteklenmiştir.**

**Nisan 2014
KAYSERİ**

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

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



Turan ÖZ

YÖNERGEYE UYGUNLUK

Melt Spinning Yöntemiyle Al-4,5Mn-X Be (X=0, 1, 3, 5) Kuazikristal Alaşımların Üretilmesi ve Üretilen Numunelerin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi adlı Yüksek Lisans / ~~Doktora~~ tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi'ne uygun olarak hazırlanmıştır.

Tezi Hazırlayan



Turan ÖZ

Danışman



Prof. Dr. Mustafa KEŞKİN



Fizik ABD Başkanı

Prof. Dr. Ayhan GÜLDESTE

Prof. Dr. Mustafa KESKİN danışmanlığında **Turan ÖZ** tarafından hazırlanan “**Melt Spinning Yöntemiyle AL-4,5MN-X BE (X=0, 1, 3, 5) Kuazikristal Alaşımların Üretilmesi ve Üretilen Numunelerin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi**” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

07 /05 / 2014

JÜRİ:

Danışman	:Prof. Dr. Mustafa KESKİN
Üye	:Prof. Dr. Buket SAATÇI
Üye	:Doç. Dr. Tuncay KARAASLAN.

M. Keskın
Buket
Tuncay

ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun 27/05/2014 tarih ve 2014/24-02 sayılı kararı ile onaylanmıştır.

[Signature]
...27/05/2014

Prof. Dr. Kâzım KEŞLİOĞLU

Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ / TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca farklı bakış açıları ve bilimsel katkılarıyla beni aydınlatan, yakın ilgi ve yardımlarını esirgemeyen ve bu günlere gelmemde en büyük katkı sahibinden biri olan sayın hocam Prof. Dr. Mustafa KESKİN'e teşekkürü bir borç bilirim.

Deneyisel çalışmalarım sırasında karşılaştığım zorlukları aşmamda özverili yardımlarından dolayı Doç. Dr. Ercan KARAKÖSEYE'ye teşekkür ederim.

Bu tez çalışmasına maddi destek veren Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne (Proje No: FBY-11-3669) teşekkür ederim.

Ayrıca; çalışmalarım süresince sabır göstererek beni daima destekleyen aileme en içten teşekkürlerimi sunarım.

Turan ÖZ

Kayseri, Nisan 2014

Melt Spinning Yöntemiyle Al-4,5Mn-X Be (X=0, 1, 3, 5) Kuazikristal Alaşımların Üretilmesi ve Üretilen Numunelerin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi

Turan ÖZ

**Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü
Yüksek Lisans Tezi, Nisan 2014
Tez Danışmanı: Prof. Dr. Mustafa KESKİN**

ÖZET

Be eklenmesinin Al-4,5Mn-xBe (x=0, 1, 3, 5) alaşımlarının kuazikristal oluşturma, termal ve mekanik özellikleri ve etkisi incelendi. Kuazikristal Al-Mn-Be alaşımları geleneksel döküm (CS) ve melt-spinning (MS) yöntemiyle elde edildi. Numunelerin mikroyapıları, taramalı elektron mikroskobu ve faz karakterizasyonları X-ışını difraksiyonu ile tespit edildi. Katılaşma süresince faz geçişleri Ar basıncı altında diferansiyel termal analiz ve diferansiyel taramalı kalorimetre ile belirlendi. CS ve MS yöntemleriyle üretilen numunelerin mekanik özellikleri Vickers mikrosertlik cihazı ve çekme kuvveti testleri ile ölçüldü. Al-4.5Mn alaşımı bir α -Al matrisi tarafından çevrilmiş küçük dendritli ikozahedral kuazikristal (IQC) faz çökeltisine ve hegzagonal yapıya sahiptir. Al-4.5Mn alaşımının içine Be eklenince hegzagonal fazın azalması ile intermetalik Be₄AlMn ve IQC fazları oluşur. Be miktarı arttıkça IQC'in miktarıda sürekli artar. Mikrosertlik ve çekme gerilimi değerlerinin artmasına, kompozisyon içine farklı yüzdelerde Be eklenmesin sebep olduğu gözlemlendi.

Anahtar Kelimeler: Hızlı katılaştırma; kuazikristal; Be etkisi; Termal özellik; Mekanik test.

Production of Al-4.5Mn–XBe (X = 0, 1, 3, 5) Quasicrystal Alloys by Melt-spin Method and Investigation of Physical Properties of Samples Produced

Turan ÖZ

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

M.SC Thesis, April 2014

Thesis Supervisor: Prof. Dr. Mustafa KESKİN

ABSTRACT

The effect of beryllium (Be) addition on forming the quasicrystal, thermal and mechanical properties of Al-4.5wt.%Mn–xwt.%Be ($x = 0, 1, 3, 5$) alloys was investigated. Quasicrystalline Al-Mn-Be alloys were obtained by the conventionally solidified (CS) and melt spinning (MS) techniques. The microstructures of the samples were characterized by the scanning electron microscopy and the phase composition was identified by X-ray diffractometry. The phase transition during the solidification process was determined by differential scanning calorimetry and the differential thermal analysis under an Ar atmosphere. The mechanical properties of the conventionally solidified (CS) and melt-spin (MS) samples were measured by a Vickers micro-hardness indenter and tensile-strength tests. The Al-4.5wt.%Mn alloy has a hexagonal structure and minor dendritic icosahedral quasicrystalline phase (IQC) precipitates surrounded by an α -Al matrix. Addition of Be into the Al-4.5wt.%Mn alloy generates intermetallic Be_4AlMn and IQC phases with the extinction of the hexagonal phase, and the fraction of IQC increases continuously with the increase in Be content. A considerable improvement in microhardness and tensile strength values was observed due to the addition of Be in different percentages into the composition.

Keywords: Rapid solidification; Quasicrystal; Be effect; Thermal Properties; Mechanical testing.

İÇİNDEKİLER

MELT SPİNNİNG YÖNTEMİYLE AL-4,5MN-X BE (X=0, 1, 3, 5) KUAZİKRİSTAL ALAŞIMLARIN ÜRETİLMESİ VE ÜRETİLEN NUMUNELERİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

	<u>Sayfa</u>
BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK SAYFASI	ii
YÖNERGEYE UYGUNLUK SAYFASI	iii
KABUL VE ONAY SAYFASI	iv
ÖNSÖZ/TEŞEKKÜR	v
ÖZET	vi
ABSTRACT	vii
İÇİNDEKİLER	viii
TABLolar LİSTESİ	xii
ŞEKİLLER LİSTESİ	xiii
KISALTMALAR VE SİMGELER	xvii
GİRİŞ	1

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş	6
1.2. Kristaller	6
1.3. Amorf Alaşımlar	10
1.4. Kuazikristaller	12
1.4.1 Tek (Bir) Boyutlu Kuazikristaller	16
1.4.2 İki Boyutlu Kuazikristaller	17
1.4.3 Üç Boyutlu Kuazikristaller	18

1.5. Kuazikristallerin Özellikleri	19
1.6. Kuazikristallerin Mümkün Uygulamaları.....	20
1.7. Kuazikristalleri Üretme Teknikleri.....	21
1.8. Katılaştırma	21
1.8.1 Normal Katılaştırma	22
1.8.2 Hızlı Katılaştırma	23
1.8.2.1 Hızlı Katılaştırma Teknikleri	24
1.8.2.1.1 Melt-Spinning (MS) Tekniği.....	24
1.9. Çekirdeklenme	25
1.9.1 Homojen çekirdeklenme.....	25
1.9.2 Heterojen çekirdeklenme	27
1.10. Aşırı Soğuma	28
1.11. Yapı Analizi	28
1.11.1 X-Işınları ile Yapı Analizi.....	28
1.11.2 Difraksiyon Desenlerinin Yorumu	31
1.12. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle Mikroyapı Analizi	32
1.13. Termal Analiz Yöntemleri	35
1.13.1 Diferansiyel Termal Analiz (DTA)	35
1.13.2 Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC).....	36
1.14. Sertlik	36
1.14.1 Brinell Sertlik Ölçme Yöntemi.....	37
1.14.2 Rockwell Sertlik Ölçme Yöntemi.....	38
1.14.3 Knoop Sertlik Ölçme Yöntemi.....	39
1.14.4 Vickers Sertliği	39
1.15. Metalografi	40
1.15.1 Parlatma ve Parlatma Araçları	41
1.15.1.1 Aşındırıcılar	41
1.15.1.1.1 Kaba ve İnce Parlatmada Kullanılan Aşındırıcılar.....	41
1.15.1.1.2 Kaba ve Nihai Parlatmada Kullanılan Aşındırıcılar...	42
1.15. Dağlama	41

2. BÖLÜM

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Deney Sisteminin Hazırlanması	44
2.1.1 Hızlı Katılaştırma Sistemi	44
2.2. Alaşımların Hazırlanması	46
2.3. Hızlı Katılaştırılmış Şerit Üretimi	48
2.4. Metalografik Çalışmalar	49
2.4.1 Numunelerin Kesilmesi.....	49
2.4.2 Numunelerin Kalıplanması	49
2.4.3 Numunelerin Zımparalanması.....	49
2.4.4 Numunelerin Parlatılması	50
2.4.5 Numunelerin Dağlanması.....	51
2.5. Mikroyapıların Gözlenmesi	52
2.6. X-Işınları Toz Difraktometresi	53
2.7. Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC).....	54
2.8. Mikrosertlik Değerlerinin Ölçülmesi	55

3. BÖLÜM

BULGULAR

3.1 X-Işını Yapı Analizi	56
3.2. SEM İle Mikroyapı Analizi	61
3.3. EDS Analizleri	66
3.2. DSC Analizleri.....	66
3.2. DTA Analizleri	70
3.2. Mekanik Özellikleri	74

4. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ ve ÖNERİLER

4.1. Tartışma-Sonuç	79
4.2 Öneriler	81

KAYNAKLAR	82
ÖZGEÇMİŞ.....	90

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 1.1. Üç boyutta 14 örgü tipi.....	8
Tablo 1.2. Kuazikristaller ve simetrisi.	14
Tablo 1.3. Normal bir kristal, kuazikristal ve amorf yapı arasındaki fark.	14
Tablo 1.4. Kuazikristal olarak elde edilebilen bazı alaşım türlerinde görülen ikozahedral, oktagonal, dekahedral ve dodekahedral simetrisi kuazikristal yapılar	15
Tablo 1.5. Tek boyutlu kuazikristal sistemleri.....	16
Tablo 1.6. İki boyutta oktagonal fazında elde edilen sistemler.....	17
Tablo 1.7. İki boyutta dekahedral fazında elde edilen sistemler.	18
Tablo 1.8. İki boyutta dodekahedral fazında elde edilen sistemler.....	18
Tablo 1.9. Üç boyutta ikozahedral fazında elde edilen sistemler.	18
Tablo 1.10. X-Işınlari tüplerinde kullanılan hedef ve filtreler.....	29
Tablo 1.11. Deneyisel kırınım yöntemleri.	30
Tablo 1.12. Termal Analiz Yöntemleri.....	35
Tablo 1.13. Zımpara kağıtlarının tasnifi	41
Tablo 2.1. Malzemelerin miktarı.....	47
Tablo 2.2. Bazı zımpara kâğıtları ve tane büyüklükleri	50
Tablo 2.3. Parlatmada kullanılan çözelti ve kumaşlar.	51
Tablo 2.4. Al-4,5Mn-X Be (X=0, 1, 3, 5) alaşım sistemlerine uygulanan dağıtıcılar.....	52
Tablo 3.1. İngot ve hızlı katılaştırılmış Al-4.5Mn-xBe (x=0, 1, 3, 5) alaşımlarına ait genel EDS sonuçları.	66
Tablo 3.2. CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-xBe (x = 0, 1, 3, 5) numuneleri için oda sıcaklığındaki gerilim özellikleri.	76
Tablo 3.3. CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-XBe (X = 0, 1, 3, 5) numuneleri için sertlik özellikleri.....	78

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1.	(a) Kristal kafes, (b) Birim hücre.....	7
Şekil 1.2.	Bravais örgüleri	9
Şekil 1.3.	Bütün düzenli çokgenlerden sadece, hem dönme hem de öteleme simetrisini gösteren üçgen, kare ve altıgen yapılar sıkı paket düzeninde yerleşebilirler	10
Şekil 1.4.	Sırasıyla; (a) Tek kristal, (b) Polikristal ve (c) Amorf yapı	11
Şekil 1.5.	Sırasıyla; (a) Tek Kristal Fe (BCC) ince film-[001], (b) Polikristal, ince film Pd ₂ Si, (c) Amorf, ince film Pd ₂ Si. Yayılmış ışık halkası, amorf bir malzemeden yansıyan en belirleyici görüntüdür	11
Şekil 1.6.	Al ₈₆ Mn ₁₄ alaşımının difraksiyon desenleri. (soldan sağa doğru) iki- katlı, üçkatlı ve beş- katlı simetri eksenleri boyunca yönelmiştir	12
Şekil 1.7.	A' daki şekil normal bir kristalden gelen, B' deki şekil de bir kuazikristalden gelen difraksiyon desenini göstermektedir	13
Şekil 1.8.	Soldan sağa doğru sırasıyla; tipik bir amorf, kuazikristal ve normal bir kristal yapının X- ışını kırınım deseni	14
Şekil 1.9.	Kuazikristal numuneler; (a) i-Ho-Mg-Zn (Fisher ve ark., 2000). (b) dekağonal Al-Cu-Co numunesi	15
Şekil 1.10.	(a) Açıları 72° ve 36° olan rombuslar. (b) İki boyutta bir Penrose örgüsü [68].	17
Şekil 1.11.	Bir ikozahedron yapının genel görünüşü.	19
Şekil 1.12.	Al-Cu-Fe ve Al-Cu-Ru kuazikristal fazlarının elektriksel direnç ρ ' nun sıcaklığa bağlılığı	20
Şekil 1.13.	(a) MS cihazı (b) Şerit üretilme esnasındaki görüntü.	25
Şekil 1.14.	Çekirdeklenmeye karşı serbest enerji engelinin şematik gösterimi	27
Şekil 1.15.	X-Işınlarının bir kristal tarafından kırınımı.	30
Şekil 1.16.	Taramalı Elektron Mikroskop Blok Diyagramı.	33
Şekil 1.17.	DTA Eğrisi.	36
Şekil 1.18.	Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi.	38
Şekil 1.19.	(a) Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi, (b) Batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı	40
Şekil 2.1.	Hızlı katılaştırma deney sistemi	45
Şekil 2.2.	Hızlı katılaştırma deney sisteminin şematik olarak gösterimi.	45

Şekil 2.3.	Hızlı katılaştırma sisteminin fırın içi yapısı.....	46
Şekil 2.4.	Alaşım hazırlamada kullanılan grafit pota.....	47
Şekil 2.5.	ingot numuneden metalografik çalışmalar için numune alınması	48
Şekil 2.6.	Numune kesme cihazı ile kesilmiş numunedeki yüzey durumu (A, B, C tabakaları zımparalama işlemiyle oluşan şekil değişikliklerini D ise orijinal iç yapıyı göstermektedir)	50
Şekil 2.7.	Perkin Elmer - Sapphire DSC ve Diamond TG/DTA cihazları.....	54
Şekil 2.8.	Mikrosertlik ölçüm cihazının şematik gösterimi.	55
Şekil 3.1.	Geleneksel döküm (CS) yöntemi ile üretilen Al-4.5Mn-xBe ($x = 0, 1, 3, 5$) ingotlarının XRD desenleri	58
Şekil 3.2.	Melt-spinning (MS) yöntemi 10 m/s disk dönme hızı ile üretilen Al-4.5Mn-xBe ($x = 0, 1, 3, 5$) alaşımlarının X-Işını difraksiyon pikleri..	59
Şekil 3.3.	Melt-spinning (MS) yöntemi 35 m/s disk dönme hızı ile üretilen Al-4.5Mn-xBe ($x = 0, 1, 3, 5$) alaşımlarının X-Işını difraksiyon pikleri	60
Şekil 3.4.	CS yöntemi ile üretilen (a)-(b)Al-4.5Mn, (c)-(d) Al-4.5Mn-1Be, (e)-(f) Al-4.5Mn-3Be, (g)-(h) Al-4.5Mn-5Be ingotlarının taramalı electron mikroskobu (SEM) görüntüleri.	63
Şekil 3.5.	MS yöntemi ile 10 m/s hızda üretilen (a)-(b)Al-4.5Mn, (c)-(d) Al-4.5Mn-1Be, (e)-(f) Al-4.5Mn-3Be, (g)-(h) Al-4.5Mn-5Be şeritlerinin hava ve disk yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri.	64
Şekil 3.6.	Melt-Spinning (MS) yöntemi ile 35 m/s hızda üretilen (a)-(b)Al-4.5Mn, (c)-(d) Al-4.5Mn-1Be, (e)-(f) Al-4.5Mn-3Be, (g)-(h) Al-4.5Mn-5Be şeritlerinin hava ve disk yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri.	65
Şekil 3.7.	Geleneksel döküm (CS) yöntemi ile üretilen Al-4.5Mn (CS0), Al-4.5Mn-1Be (CS1), Al-4.5Mn-3Be (CS3), Al-4.5Mn-5Be (CS5) ingotlarına ait DSC pikleri.	67
Şekil 3.8.	Melt-Spinning (MS) yöntemi ile 10 m/s hızda üretilen Al-4.5Mn (MS0), Al-4.5Mn-1Be (MS1), Al-4.5Mn-3Be (MS3), Al-4.5Mn-5Be (MS5) şeritlerinin DSC pikleri.	68

- Şekil 3.9. Melt-Spinning (MS) yöntemi ile 35 m/s hızda üretilen Al-4.5Mn (MS0), Al-4.5Mn-1Be (MS1), Al-4.5Mn-3Be (MS3), Al-4.5Mn-5Be (MS5) şeritlerinin DSC pikleri.69
- Şekil 3.10. Geleneksel döküm (CS) yöntemi ile üretilen Al-4.5Mn (CS0), Al-4.5Mn-1Be (CS1), Al-4.5Mn-3Be (CS3), Al-4.5Mn-5Be (CS5) ingotlarına ait DTA pikleri.71
- Şekil 3.11. Melt-Spinning (MS) yöntemi ile 10 m/s hızda üretilen Al-4.5Mn (MS0), Al-4.5Mn-1Be (MS1), Al-4.5Mn-3Be (MS3), Al-4.5Mn-5Be (MS5) şeritlerinin DTA pikleri.72
- Şekil 3.12. Melt-Spinning (MS) yöntemi ile 35 m/s hızda üretilen Al-4.5Mn (MS0), Al-4.5Mn-1Be (MS1), Al-4.5Mn-3Be (MS3), Al-4.5Mn-5Be (MS5) şeritlerinin DTA pikleri.73
- Şekil 3.13. CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-xBe (x = 0, 1, 3, 5) numunelerinin mekanik özellikleri; (a)-(b) CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn, (c)-(d) CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-1Be, (e)-(f) CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-3Be, (g)-(h) CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-5Be.77

KISALTMALAR VE SİMGELER

<u>Sembol</u>	<u>Anlamı</u>	<u>Birimi</u>
Ag	Gümüş	--
ağ.	Ağırlık olarak	--
Al	Alüminyum	--
Ar	Argon	--
Au	Altın	--
Be	Berilyum	--
C	Karbon	--
Ca	Kalsiyum	--
Cd	Kadmiyum	--
Co	Kobalt	--
Cr	Krom	--
Cu	Bakır	--
Fe	Demir	--
G	Gibbs serbest enerjisi	(J)
Ga	Galyum	--
Ho	Holmiyum	--
Li	Lityum	--
Mg	Magnezyum	--
Mn	Manganez	--
Ni	Nikel	--
Os	Osmiyum	--
Pd	Palladyum	--
Pt	Platin	--
Re	Renyum	--
Ru	Rutenyum	--
Si	Silisyum	--
Ta	Tantal	--
Te	Tellür	--
Ti	Titanyum	--

V	Vanadyum	--
Yb	İterbiyum	--
Zn	Çinko	--
Zr	Zirkonyum	--

Kısaltmalar**Anlamı**

CBMS	Soğuk bloklu eriyik döndürme
CMS	Merkezkaçlı eriyik döndürme
CS	Geleneksel döküm
DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetre
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
EDS	Enerji dağınım spektroskopu
HV	Vickers sertliği
MS	Melt-Spinning
QC	Kuazikristal
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
TEM	Geçirimli elektron mikroskobu
XRD	X-ışını difraksiyonu
CS0	Al-%4.5Mn (ağ.) kompozisyonunda hazırlanan ingot alaşım
CS1	Al-%4.5Mn-%1Be (ağ.) kompozisyonunda hazırlanan ingot alaşım
CS3	Al-%4.5Mn-%3Be (ağ.) kompozisyonunda hazırlanan ingot alaşım
CS5	Al-%4.5Mn-%5Be (ağ.) kompozisyonunda hazırlanan ingot alaşım
MS0	MS metoduyla üretilmiş Al-%4.5Mn (ağ.) alaşımı
MS1	MS metoduyla üretilmiş Al-%4.5Mn-%1Be (ağ.) alaşımı
MS3	MS metoduyla üretilmiş Al-%4.5Mn-%3Be (ağ.) alaşımı
MS5	MS metoduyla üretilmiş Al-%4.5Mn-%5Be (ağ.) alaşımı

GİRİŞ

Tarih boyunca insanoğlu her zaman daha iyi özelliklere sahip ve daha ekonomik malzeme üretmeye çalışmıştır. Bu sebeple malzemelerin geliştirilmesinde üretilen malzemelerin üretim maliyetinin düşürülmesi, yüksek sıcaklık direnci, yoğunluk ve sertlik gibi özelliklerin geliştirilmesi büyük önem taşımaktadır [1].

Eski çağlarda insanoğlu kullandığı malzemeleri ağaç ve taşlara şekil vererek yaparken, ateş ve madenlerin keşfedilmesiyle birlikte malzemelerini metallere yapmaya başlamıştır. Böylece daha önce kullandığı malzemelerden hem daha dayanıklı hem de daha düzgün şekilli aletler yapabilmıştır. Dayanıklı olan maddenin sert olması ve şekil vermenin güç olması veya kolay şekil verilebilen maddelerinde dayanıklı olmaması nedeniyle yeni arayışlara giren insanoğlu, metalleri birbirleriyle belli oranlarda karıştırarak alaşımlar elde etmiştir. Böylece daha dayanıklı ve aynı zamanda da kolayca şekillenebilen yani istenilen özelliklere sahip malzemeler yapmışlardır. Malzeme özelliklerinin gelişmesi ise ekonomik, yakıt tasarrufu, uzun ömür, dayanıklılık vb. gibi bazı niceliklerin gelişmesine yol açabilir [1].

Bu gelişmelerde ise Al esaslı alaşımların üretilmesi ve üretim yöntemleri önemli rol oynamaktadır [2]. Doğada en fazla bulunan, hafif, yumuşak, ısı iletkenliği ve ucuz olarak akla ilk gelen metal Al' dir. Al' nin endüstride çok çeşitli kullanım alanlarına sahip olması bu metalin üstün özelliklerinden kaynaklanmaktadır. İyi elektriksel ve ısı iletkenliği, kolay işlenebilirliği, yüksek korozyon direnci ve elastiklik özellikleri ile Al, mimari uygulamalardan mutfaklara, otomotiv sektöründen havacılık endüstrisine kadar çok geniş bir kullanım alanına sahiptir [3-5]. Bu özellikler alüminyum çok yönlü yapı ve mühendislik malzemelerinden biri yapmaktadır. Alüminyum özgül ağırlığı küçük olduğu için hafif metaller sınıfına girmektedir bu yüzden özellikle taşıt ve uçak sektöründe yaygın olarak kullanılır. Al, zehirli olmadığından yiyecek kutularında ve paketlemede yaygın olarak kullanılır. Bu özelliklerinden dolayı Al alaşımları oldukça ilgi çekmektedir. Al yumuşak olmasından dolayı dayanıklı malzeme üretmek zordur. Bu

nedenle, Al' dan daha sert; örneğin Mn ve Be gibi elementlerle alaşımlar yapılarak çok daha iyi özelliklere sahip alaşım üretmek mümkündür. Bu yolla birçok Al-esaslı alaşım üretilmekte ve sanayinin birçok kesiminde başarı ile kullanıldığından bu alaşımlar sanayide vazgeçilmez bir malzeme olmuştur ve olmaya da devam etmektedir.

Metalik alaşım üretme yöntemlerinden dikkat çekici yöntemlerden biri olan hızlı katılaştırma yöntemi malzemelerin özelliklerini geliştirmek için kullanılmaktadır [6]. Hızlı katılaştırma yüksek sıcaklıkta bir eriyiğin aşırı soğuma ile oda sıcaklığında katı malzeme oluşturmaktır. Aşırı soğuma katı malzemenin erime sıcaklığının çok altında bir sıcaklığa maruz bırakılarak katılaşmasıdır. Hızlı katılaştırmada dikkat edilmesi gereken soğuma hızının 10^4 K/s' den daha büyük olması gerekir. Katılama ortamının seçimi, katılama hızı ve mikroyapının gelişmesinde büyük bir etkisi vardır. Bunun yanı sıra hızlı katılaştırma bazı avantajlar sunmaktadır. Bu avantajlardan bazıları:

- Kompozisyonun esneklik özelliği değişir,
- Kristal fazın dışında amorf ve kuazikristal (QC) fazlar oluşur,
- Mikroyapı değişir [7].

Duwez ve arkadaşları geliştirdikleri yöntemle hızlı katılaştırılmış malzeme ürettiler ve üretilen numunelerin özelliklerini incelediler [7]. Hızlı katılaştırma yöntemiyle üretilen malzemelerin yapısal ve mikroyapı etkilerini tanımlayarak fizik metalürjisinde yeni dönem başlatmış oldular [8-9]. 1970 yılında hızlı katılaştırma tekniklerinin ortaya çıkması ile istenilen uzunlukta şeritler elde edildi ve hızlı katılaştırma alanındaki çalışmalar hız kazandı. 1980' ler de hızlı katılaştırma tekniklerinin gelişmesi ile alaşımların fiziksel ve mekanik özellikleri geliştiği gözlenmiştir. 1970' den günümüze hızlı katılaştırma teknikleri sürekli geliştirildi ve bu çalışmalar günümüzde de devam etmektedir [7].

Hızlı katılaştırmada en çok kullanılan sistem şerit üretme yöntemidir. Bu yöntemde sıvı metal yüksek devir hızlarında dönen bir disk yüzeyine gönderilerek normalden daha kısa bir sürede katılaşmaktadır. Ancak sıvının disk yüzeyine dökülme şekli ve buna bağlı olarak pota (nozül) tasarımı yönünden bazı farklılıklar göstermektedir. Melt-spinning (MS) temelli bu yöntemlerle üretilen hızlı katılaştırılmış şeritlerin geometrisine etkileyen MS metot parametrelerini şöyle sıralayabiliriz: 1- Katılaştırma yüzeyinin temas

açısı, 2- Gaz basıncı, 3- Ağızlık çapı, 4- Disk hızı, 5- Malzeme tipi ve yüzeyin durumu, 6- Eriyik kompozisyonu ve eriyik ısı ve 7- Katılaştırma ortamıdır. Yine benzer şekilde hızlı katılaştırılmış alaşıma hızlı katılaştırmanın etkisini de şöyle sayabiliriz: 1- Katı çözünür büyümesi, 2- Tane yapısının küçülmesi ve 3- Yarı- karalı faz oluşmasıdır [10-11].

Diğer taraftan metal eriyiğin hızlı katılaştırma sisteminde 10^4 K/s' yi aşan soğuma oranında katılaşmasıyla amorf ve QC alaşımlar üretmek mümkündür [12-13]. Shechtman ve arkadaşları [14] tarafından hızlı katılaştırma sisteminde üretilen Al-Mn alaşımında ikozahedral kuazikristal (IQC) fazı keşfetmelerinden sonra, QC faz içeren yüksek dayanıklılığa sahip Al alaşımları üretmek için çok sayıda çalışma yapılmıştır [15, 16]. QC' lerin en önemli özelliği uzun mesafe kuaziperiyodik öteleme simetrisine sahip olmalarıdır ve bu özelliklerinden dolayı metalik alaşımlardan farklı fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikler göstermektedirler [17,18].

İlk kuazikristal alaşımının hızlı katılaştırma yöntemiyle üretilmesinden sonra, birçok araştırmacı tarafından değişik formlarda kuazikristal elde edilmiştir. Kuazikristallerin birkaç farklı sınıfı vardır [19]. Bunlardan bazıları: Al esaslı geçiş metali içeren alaşımları (AlMn, AlMnSi, AlCuFe ve AlPdMn), tetrahedral kapalı-paket yapıya sahip geçiş metali olmayan element içeren alaşımlar (Al-Cu-Li, Zn-Mg-Re) ve kararlı ikili alaşımlar ($Cd_{5.7}Yb$ ve $Cd_{17}Ca_3$) [20]. Kuazikristal malzemeler üzerine çok sayıda çalışma yapılmış ve makale yayınlanmıştır. Bu çalışmalardan bazıları şöyledir: AlMn, AlFe, AlCuCo ve AlCoNi alaşımlarında on- katlı dönme simetrisine sahip dekağonal faz [21], CrNiSi ve VNİSi alaşımlarında sekiz- yüzlü kuazikristal faz [22], TaTe alaşımında ise oniki- yüzlü kuazikristal faz [23], NiCr alaşımının yapısında oniki- yüzlü kuazikristal faz [24], AlCuLi alaşımının yapısında ikozahedral faz [25], $Al_{72}Pd_{19}Mn_9$ ve $Zn_{60}Mg_{30}Ho_{10}$ yapısında yirmi- yüzlü kuazikristal faz [26] gözlemlenmiştir. Dubois, 2000 yılında yazmış olduğu makalede teknolojik açıdan kuazikristal alaşımların potansiyel uygulamalarını vurgulamıştır [27].

Şimdiye kadar, yüzlerce alaşımda QC fazın olduğu gözlenmiştir; Bununla birlikte, sadece birkaç alaşım sisteminde QC fazın olduğu gözlenmiştir ve bunların çoğunluğu Al-esaslı alaşımlardan oluşmaktadır. Bunlar arasında Al-Mn-Be alaşımları büyük önem taşımaktadır. Çünkü düşük kritik soğutma oranında katılaştıran Al-Mn-Be üçlü alaşımı IQC bir yapıya sahiptir, bununla birlikte Al-Mn alaşımına Be ilavesi QC oluşturma

yeteneğini artırdığı bulunmuştur [28-30]. Al-Mn alaşımına Be eklenmesinin etkileri üzerine bir dizi çalışma yapılmıştır. Bazı araştırmacılar tarafından Al-Mn alaşımına Be katkılanmasının mikroyapı ve mikrosertlik özelliklerine etkisi üzerine çalışmalar yapılmıştır [28,30]. MS yöntemiyle üretilen Al-Mn-Be alaşımında IQC fazın oluştuğu rapor edilmiştir. Be ilavesinin QC oluşumunu önemli ölçüde kolaylaştırdığı gözlemlendi. Bununla birlikte, bu alaşımlarda QC parçacıklara ek olarak zengin Al katı çözeltisi içerisinde bir hekzagonal fazın mevcut olduğu gözlenmiştir. Al-Mn alaşımına Be katkılanmasının alaşımın mikroyapısına etkisi Zupanec ve arkadaşları tarafından incelenmiştir [30,32]. Onlar MS yöntemiyle üretilen $Al_{92}Mn_3Be_5$ ve $Al_{89}Mn_6Be_5$ alaşım şeritlerinde QC fazın oluştuğunu buldular. Buna ek olarak, $Al_{89}Mn_6Be_5$ alaşım şeritlerinin disk yüzeyinde yüksek tanecik yoğunluğu ve çok küçük boyutlu QC parçacıklar elde ettiler ve üretilen alaşım şeritlerinin mikrosertlik değerlerinin yüksek olduğunu ölçtüler [32]. Ayrıca CS ve MS yöntemleri ile çok sayıda Al-Mn QC alaşımı üretilmiş ve üretilen üçlü ve dörtlü QC alaşımların üzerinde QC oluşturma yeteneği ve Vickers mikrosertlik özellikleri üzerine çalışmalar yapılmıştır [35,36]. Bu çalışmalarda, Al-4.5Mn alaşımının mikroyapısı ve mekanik özelliklerine farklı miktarlarda Be eklenmesinin etkisi ile hekzagonal ve QC faz içeren alaşımlar üretilmesi rapor edilmiştir.

Bu tez çalışmasında, Al-%4.5Mn-%xBe ($x = 0, 1, 3, 5$) alaşımlarında Be ilavesinin termal ve mekanik özellikleri, QC oluşturma yeteneği üzerindeki etkileri incelenmiştir. Alaşım kompozisyonu belirlememizdeki etkenleri şöyle sıralayabiliriz:

- i) QC fazın çoğunlukla Al esaslı alaşımlarda oluşmasıdır.
- ii) Yaklaşık %5 oranında Mn içeren Al-Mn alaşımlarının IQC fazı oluşturduğu bilinmesidir [33]. Ayrıca erime sıcaklığını düşürmek ve kararlı IQC faz oluşturma potansiyelini arttırmak Mn miktarının %5 civarında olmasına bağlıdır.
- iii) Al esaslı alaşımlarda %1-5 aralığında Be ilavesi en yaygın kullanılan bir kompozisyon olması ve QC oluşturma yeteneğinin kanıtlanması.
- iv) Ayrıca bizim bildiğimiz kadarıyla, CS ve MS yöntemlerinde üretilen Al-4.5Mn- xBe ($x = 0, 1, 3, 5$) alaşımlarının çekme gerilim testleri ile Vickers

mikrosertlik özellikleri, mikroyapı ve mekanik özellikleri üzerine Be ilavesinin etkisini araştıran herhangi bir çalışma olmamasıdır.

Dolayısıyla, bu tez çalışmasında Al-4.5Mn alaşımına Be eklenmesinin etkisiyle birlikte yüksek soğutma hızının mikroyapı ve mekanik özellikler üzerine etkilerini araştırdık.

Bu tez beş bölümden oluşmaktadır. Giriş bölümünü, giriş ve konuyla ilgili daha önceki yapılan çalışmalara genel bir bakış oluşturmaktadır. Birinci bölümde, konuyla ilgili temel bilgiler verilmiştir. İkinci bölümde, Al-%4.5Mn-%XBe (X=0, 1, 3, 5) alaşımının ingot ve şerit şeklinde elde edilmesi anlatılacaktır. Üçüncü bölümde, elde edilen ingot ve şeritlerin mikroyapıları, taramalı elektron mikroskobu (SEM) tarafından ve faz karakterizasyonları X-ışını difraksiyonu (XRD) ile, katılaşma süresince faz geçişleri ise diferansiyel termal analiz (DTA) ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile belirlenmiştir. İngot ve şeritlerin mekanik özellikleri Vickers mikrosertlik cihazı ve çekme kuvveti testleri ile ölçülmüştür. Son bölümde ise, sonuçlar değerlendirilmiş olup karşılaştırmalar ve literatür uyumluluğu verildi ve aynı zamanda eksikler belirtilip gelecekte yapılacak çalışmalar tartışıldı.

BÖLÜM 1

GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Malzemelerin özellikleri yapılarına bağlıdır. Malzemelerin yapıları ise içerdikleri atomların dizilişine göre değişir. Katı malzemelerde atomların malzeme içerisindeki dizilişine göre malzemeler üçe ayrılır. Bu üç farklı malzeme grubu kısaca açıklanacak ve üretim teknikleri özetlenecektir.

1.2. Kristaller

Kristal yapı, birbirinin aynı olan atomik veya moleküler yapı taşlarının uzayda periyodik ve düzenli sıralanması ile meydana gelen yapıdır. Bu tanıma tamamen uyan kristale ideal (mükemmel) kristal denir. Doğada mükemmel kristal yoktur. Metallerin tümü, seramiklerin önemli bir kısmı ve bazı polimerler kısmen kristal yapılıdır. Doğada bulunan ve laboratuarlarda üretilen kristallerin hiçbiri ideal kristal yapıda değildir. Ancak fiziksel özellik bakımından bazı hallerde kristalleri ideal olarak kabul etmek mümkün olabilir. İdeal kristal yapısı ancak laboratuvar şartlarında elde edilebilir ve bunun için büyük çaba harcanması gerekmektedir [34].

İdeal bir kristal, özdeş yapı birimlerinin uzayda sonsuz tekrarlanmasıyla oluşur. Al, Mn, Be vb. gibi kristallerde yapı birimi tek bir atomdur. Ancak birçok durumda da (örneğin inorganik kristallerde) yapı birimi birden fazla atomdan oluşabilir. Yapısı ne olursa olsun her kristal bir örgüyle tarif edilebilir. Örgü, atomları olduğu gibi kaldırıp onların yerine birer geometrik nokta (kütle merkezi) konularak elde edilen geometrik yapıdır. Örgünün her noktasına bir atom grubu bağlanırsa bu atom grubuna temel denir. Uzayda, temelin tekrarlanmasından kristal yapı oluşur. Yani, bu yapı özetle;

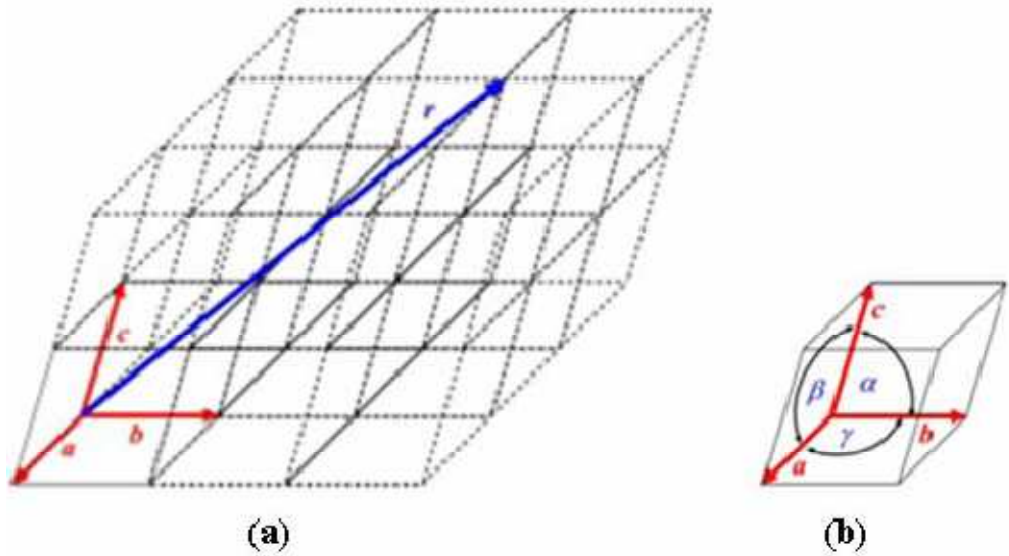
$$\text{Kristal yapı} = \text{örgü} + \text{temel} \quad (1.1)$$

şeklinde tanımlanabilir. Kristal yapıda hemen dikkati çeken özellik simetri dir. Bir kristalin hem dış görünüşünde hem de atomların iç yerleşiminde çok açık bir simetri özelliği vardır. Gazlarda kesinlikle bu simetri özelliği yoktur. Çünkü bulunduğu kabın şekline göre şekillenen gazların içerisindeki atom ve moleküllerin dağılımı tamamen rastgeledir. Aynı şekilde sıvılar da, gazlar gibi bulundukları kabın şekline göre şekil alırlar. Örneğin su, bulunduğu kabın şeklini alır. Bu tür maddelerde atomlar periyodik özelliği göstermez. Katı maddelerin de bazılarında sıvılar ve gazlardaki gibi atomları periyodiklik özelliği göstermeyebilir. Atomların periyodiklik özellik göstermediği katı maddelere amorf maddeler denir. Kristallerde gözlenen simetriklik amorf maddelerde gözlenmez [35].

İdeal bir kristali, $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ gibi aynı düzlemde olmayan üç temel öteleme vektörü tarafından belirlenen bir örgü yardımıyla tanımlayabiliriz. İdeal bir kristal için, kristal kafes ve birim hücre Şekil 1. 1' de görülmektedir. Bu örgünün herhangi bir noktasından örgü noktasının konumlarına bakıldığında görülen şekil,

$$\vec{r}' = \vec{r} + n_1\vec{a} + n_2\vec{b} + n_3\vec{c}, \quad (1.2)$$

ile tanımlanan başka bir noktadan görülen şeklin aynı olmalıdır. Burada n_1, n_2, n_3 keyfi olarak seçilen tamsayılardır.



Şekil 1. 1. (a) Kristal kafes, (b) Birim hücre.

$\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ öteleme vektörlerine, Örgü Vektörleri veya örgünün belirlediği Kristal Eksenleri denir. Bir kristali kendisine paralel olarak,

$$\vec{T} = n_1\vec{a} + n_2\vec{b} + n_3\vec{c}, \quad (1.3)$$

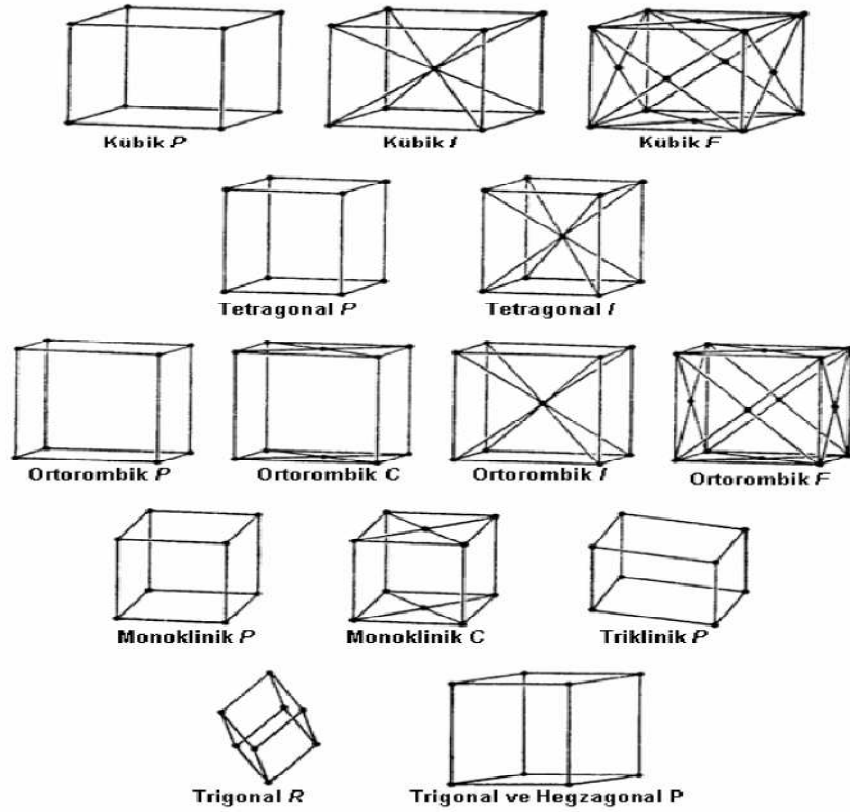
kadar kaydırmaya öteleme (translasyon) işlemi adı verilir. n_1, n_2, n_3 'ün alabileceği değerlerin tümüne Kristalin Öteleme Grubu denir.

Şekil 1. 1. (b)' de görüldüğü gibi, kristalin eksenlerini oluşturan $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ vektörleri birbirlerine dik olabilecekleri gibi aralarında farklı açılarda bulunabilir. Bu vektörlerin uzunlukları ile aralarındaki açılar belirli bir kristalin özelliklerini ortaya koyar. Vektörlerin uzunlukları ile daha doğrusu birbirlerine eşit olup olmama durumları ile aralarındaki açılar durumları, birbirinden farklı 14 değişik örgü çeşidi ortaya koyar. Şekil 1. 2' de bu 14 Bravais örgüsü gösterilmiştir. Kristallerdeki örgü kavramını belirleyen ilk gösterim Bravais tarafından ortaya çıkarıldığı için bu 14 değişik örgü çeşidine Bravais örgüleri adı verilmiştir [36]. En simetrik kristal a, b, c, uzunlukları birbirine eşit ve aralarındaki açılarda 90° olan kübik sistemdeki kristaldir.

Doğadaki kristaller, eksenleri arasındaki uzaklıklara ve açılara göre sınıflandırılacak olursa toplam olarak 7 tane kristal sistemi olduğu görülür. Bu kristal sistemi Tablo 1. 1' de verilmiştir [37].

Tablo 1. 1. Üç boyutta 14 örgü tipi.

Sistem	Örgü Sayısı	Örgü Sembolü	Eksenler	Açılar	Örnekler
Triklirik	1	P	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	K_2CrO_7
Monoklinik	2	P,C	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$	$CaSO_4$
Ortorombik	4	P,C,I,F	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Ga
Tetragonal	2	P,I	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	TiO_2
Kübik	3	P veya SC I veya BCC F veya FCC	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Fe, Cu NaCl Au
Hekzagonal	1	P	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$	Zn, Cd
Trigonal	1	R	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	As, Bi

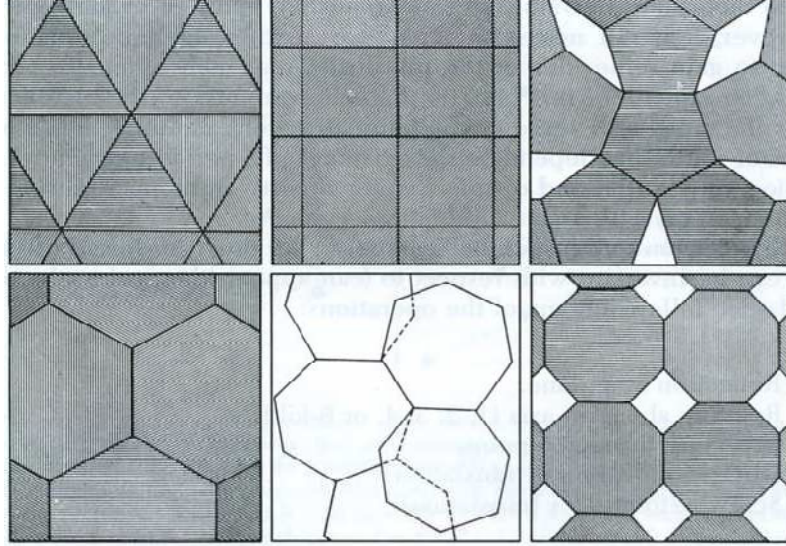


Şekil 1. 2. Brawais örgüleri [38].

Bir kristal yapıyı daha iyi inceleyebilmek için gerçekte atomların kendi dizilişleri değil de onların yerine kristallerin simetri özelliğini taşıyan noktalar dizisi göz önüne alınır. Nokta Grubu, örgünün bir noktasında uygulanabilen simetri işlemlerinin tümüne verilen isimdir. Simetri işlemlerinin uygulanması kristalin birim takımını değişmez bırakmalıdır. Simetri işlemleri bir nokta etrafında, n tamsayı olmak üzere $2\pi/n$ açısıyla dönme, yansıma ve bunların birleşiminden meydana gelen işlemlerdir [34].

Bir örgü bir eksene dik bir düzlem üzerinde $2\pi/n$ ' lik açı kadar döndürülürse örgü noktaları yine kendisi ile çakışır ise, bu örgünün o dönme noktasına (eksenine) göre n - katlı dönme (rotasyonal) simetrisi vardır denir. $n = 1, 2, 3, 4, 6$ değerlerini alabilir. 5, 7, 8 gibi dönme simetri elemanları yoktur, yani kristal $360/5 = 72^\circ$ lik dönmeler altında bütün uzayı boşluk kalmayacak şekilde dolduramaz. Bu durum, Şekil 1. 3' ün çeşitli kısımlarında görülebilir. Tüm uzayı 180° , 120° , 90° ve 60° derecelik dönme açıları ile doldurabiliriz; fakat bu dönme açıları dışındaki dönme simetrileriyle tüm

uzayı dolduramayız, bunu yapmaya çalıştığımızda ya çokgenler üst üste gelir ya da boşluklar oluşur [39].

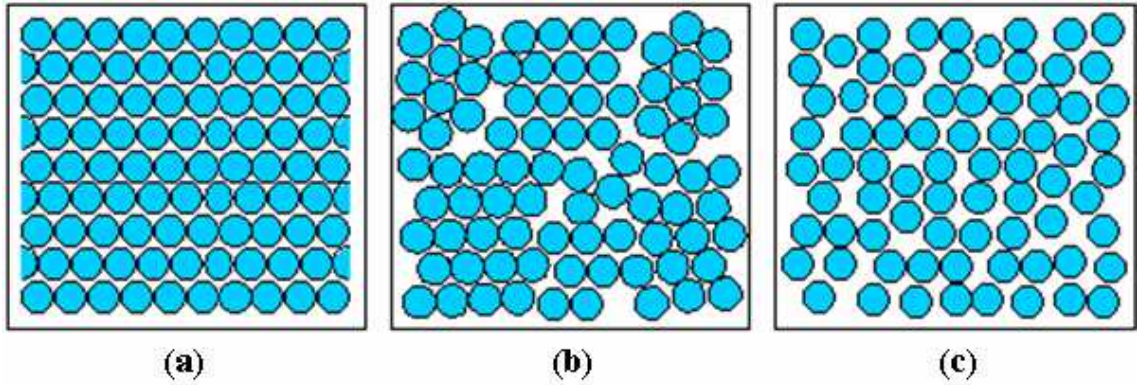


Şekil 1. 3. Bütün düzenli çokgenlerden sadece, hem dönme hem de öteleme simetrisini gösteren üçgen, kare ve altıgen yapılar sıkı paket düzeninde yerleşebilirler [38].

Genel olarak, bir cisim bir eksen etrafında döndürüldüğü zaman 1- katlı dönme simetrisi bir anlam ifade etmez. Bunun yanında bir cisim en fazla 6- katlı dönme simetrisine sahip olabilir ve 6- kattan daha yüksek derecede olamaz.

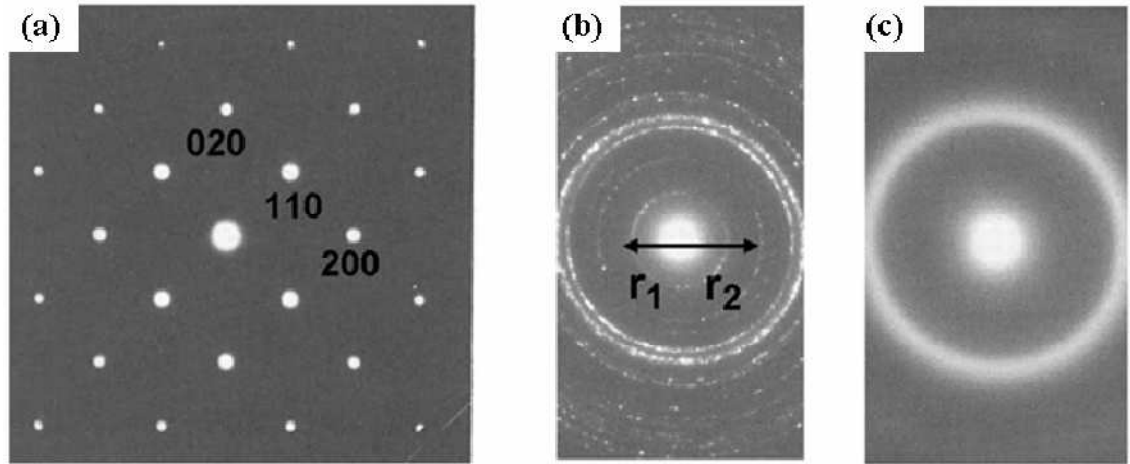
1.3. Amorf Alaşımlar

Amorf, kelime anlamı olarak “şekilsiz” demektir. Amorf alaşımlar aynı zamanda camsı metaller (metallic glasses) veya kristal olmayan alaşımlar (non-crystalline alloys) olarak da isimlendirilir. Amorf alaşımlar kristal yapıya sahip değildir, yani alaşımı oluşturan atomlarda bir periyodiklik yoktur, yani düzensiz ve rastgele dağılmıştır. Ayrıca uzun- mesafe atomik düzene yani öteleme simetrisine sahip değildirler. Katı yapının diğer bir şekli de, polikristallerdir. Polikristaller, bölgesel olarak kristal yapıya sahiptirler ama bir bütün olarak bakıldığında tek kristal özelliği göstermezler. Birçok polikristal katı yapısında, komşu kristal bölgecikler (grains) arasında herhangi bir periyodiklik yoktur. Şekil 1. 4’ de tek kristal, polikristal ve amorf yapılar arasındaki bu farklılık görülmektedir [39].



Şekil 1. 4. Sırasıyla; (a) Tek kristal, (b) Polikristal ve (c) Amorf yapı.

Şekil 1. 5' de tek kristal, polikristal ve amorf numunelerin geçirimli elektron mikroskopundan (TEM) alınan SAED (Selected Area Electron Diffraction) desenlerinden aralarındaki yapısal farklılık açık bir şekilde gösterilmektedir. Amorf katılar, kristaller gibi uzun- mesafe öteleme simetrisi (periyodiklik) göstermediğinden difraksiyon spektrumları da keskin pikler göstermez.



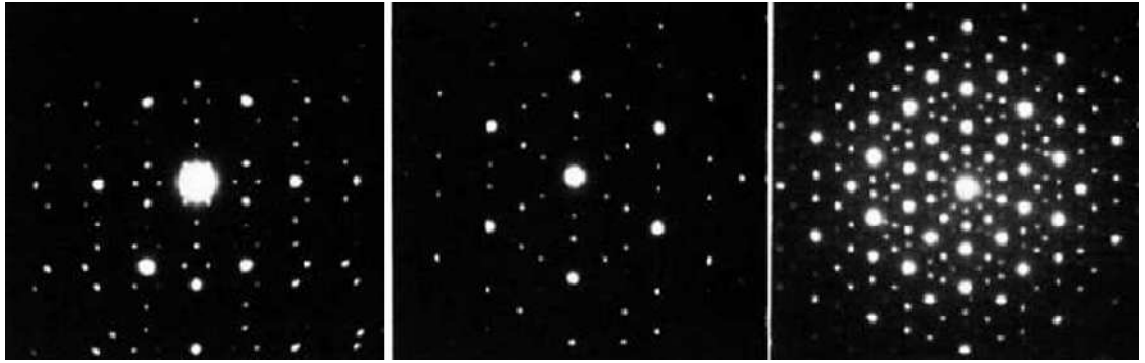
Şekil 1. 5. Sırasıyla; (a) Tek Kristal Fe (BCC) ince film-[001], (b) Polikristal, ince film Pd_2Si , (c) Amorf, ince film Pd_2Si . Yayılmış ışık halkası, amorf bir malzemedan yansıyan en belirleyici görüntüdür [40].

Amorf alaşımların birçok özellikleri, kristal yapıdaki alaşımlardan çok daha iyidir. Yüksek mukavemet, korozyona karşı dirençleri ve hafif olmaları bakımından otomotiv ve uçak sanayinde, iletkenlik, ısı kaybının az olması ve yüksek manyetik özellikleri bakımından elektrik ve elektronik sanayinde kullanılmaktadır. Amorf alaşımlar; özellikle manyetik özelliği bakımından, başta güç dağıtım trafoları olmak

üzere teyp, video ve kayıt sistemlerinin manyetik okuyucu yapımında kullanılmasıyla teknolojinin birçok alanında bu malzemeye ihtiyaç olmuştur [41,42].

1.4. Kuazikristaller

Kuazikristaller ilk kez 1984 yılında Shechtman ve arkadaşları tarafından, hızlı katılaştırılmış Al-Mn alaşımının TEM’ de incelemesi sırasında keşfedilmiştir. $\text{Al}_{86}\text{Mn}_{14}$ alaşımın difraksiyon deseni Şekil 1. 6’ da görüldüğü gibi iki-, üç-, ve beş-katlı dönme simetrisi özelliği gösteren keskin Bragg piklerinden oluşmaktadır. Al-Mn alaşımı 12 adet 5- katlı, 20 adet 3- katlı eksenlerle birlikte bir ikozahedral simetrisine sahipti. Bu yüzden alaşım, ikozahedral Al-Mn olarak adlandırıldı (kısaca, i-AlMn).

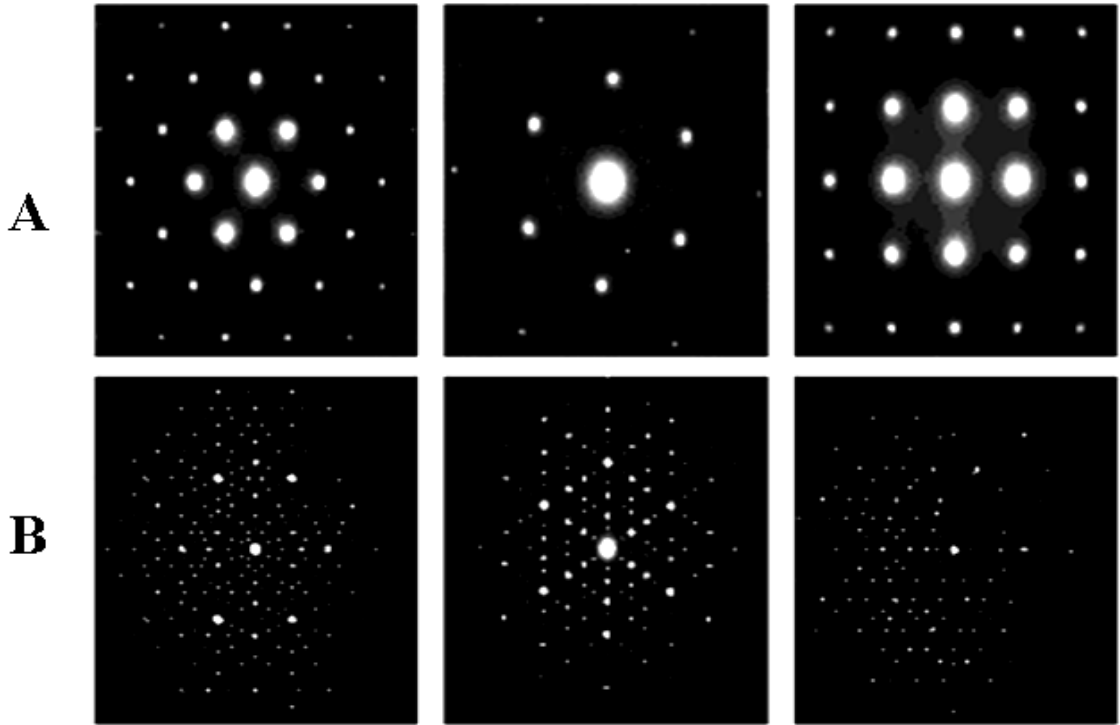


Şekil 1. 6. $\text{Al}_{86}\text{Mn}_{14}$ alaşımının difraksiyon desenleri. (soldan sağa doğru) iki- katlı, üçkatlı ve beş- katlı simetri eksenleri boyunca yönelmiştir [14].

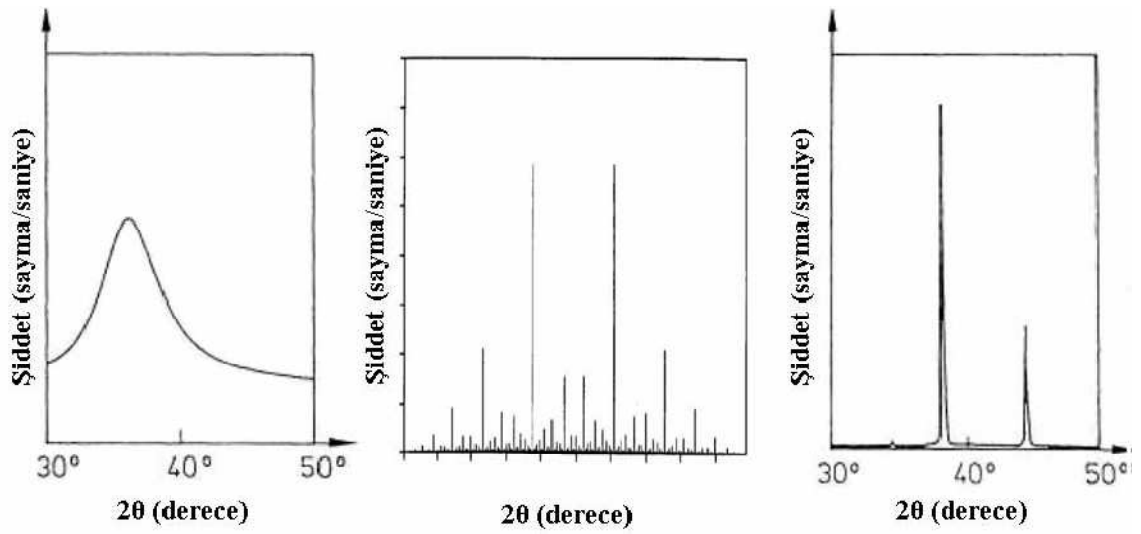
Elde edilen bu yapının keskin Bragg pikleri uzun- mesafe düzenliliği gösteriyordu. Ancak bu düzenlilik (periyodiklik), bir kristal düzenliliğinden farklıdır. Çünkü kristal yapılarıdaki bilinen 2-, 3-, 4-, ve 6- katlı simetrilerin dışında bir ikozahedral yani 5-katlı simetri gösteriyordu. Bundan sonraki çalışmalarda bu konuya olan ilgi hızla artmış ve bilinen kristal modellerin haricindeki bu yeni yapı araştırılmaya başlanmıştır [43]. Bu konuda yapılan çalışmalar, hızlı katılma ile üretilen birçok ikili ve üçlü alaşım gruplarında, beş-katlı ($2\pi/5$) (ikozahedral), sekiz-katlı ($2\pi/8$) (oktagon), on-katlı ($2\pi/10$) (dekagon) ve on iki-katlı ($2\pi/12$) (dodekagon) simetri özelliği gösteren yeni bir kristal yapının ortaya çıkmasına neden oldu. Kuazikristaller ve simetrileri Tablo 1. 2’ de verilmiştir. Bu yeni malzeme grubu kuazikristal (kristalimsi, sanki kristal) olarak adlandırıldı. Kuazikristal kelimesi, ilk olarak Levine ve Steinhardt tarafından kullanıldı. Böylece kuazikristaller, klasik

kristaller (bilinen kristaller, normal kristaller) ve amorf malzemelerden sonra katı malzemelerin üçüncü grubu (türü) olarak bilinir. Şekil 1. 7' de normal bir kristal ile bir kuazikristalin difraksiyon desenleri arasındaki fark açıkça görülmektedir.

Kuazikristaller denilen bu katı malzemeler, kendilerine özgü mükemmel uzun-mesafe düzenliliği (kuaziperiyodiklik) gösterirken, normal kristallerde görülen dönme (rotasyonel) simetrisi özelliklerini göstermezler. Uzun- mesafe periyodikliğinin varlığı, bu maddelerin bir bakıma kristal özelliklere sahip olduğunu, diğer taraftan dönme simetrisinin olmayışı ise bir bakıma amorf özellikler gösterdiğini ifade eder. Bu nedenle, kuazikristallere kristal ve amorf maddelerin bir karışımı ya da iki yapı içinde de yer alan maddelerdir denilebilir. Şekil 1. 8' den tipik bir amorf, Kuazikristal ve kristal yapının X- ışını difraksiyonu arasındaki fark açıkça görülmektedir. Tablo 1. 3' de de normal bir kristal, kuazikristal ve amorf yapının arasındaki bazı farklar verilmiştir.



Şekil 1. 7. A' daki şekil normal bir kristalden gelen, B' deki şekil de bir kuazikristalden gelen difraksiyon desenini göstermektedir [44].



Şekil 1. 8. Soldan sağa doğru sırasıyla; tipik bir amorf, kuazikristal ve normal bir kristal yapının X- ışını kırınım deseni [45].

Tablo 1. 2. Kuazikristaller ve simetrileri.

Kuazikristal	n-katlı simetri	Kübik örgüler (Cubichyperlattices)
ikozahedral	5	basit, cisim merkezli, yüzey merkezli
oktagonal	8	basit, cisim merkezli
dekagonal	10	basit
dodekagonal	12	basit

Tablo 1. 3. Normal bir kristal, kuazikristal ve amorf yapı arasındaki fark.

	Kristal	Kuazikristal	Amorf
Dönme simetrisi	2-, 3-, 4-, 6- katlı eksen	5-, 8-, 10-, 12-katlı eksen	yok
Birim hücre	var	yok	yok
Uzun-mesafe düzen	var	var	yok
Öteleme düzeni	periyodik	kuaziperiyodik	yok

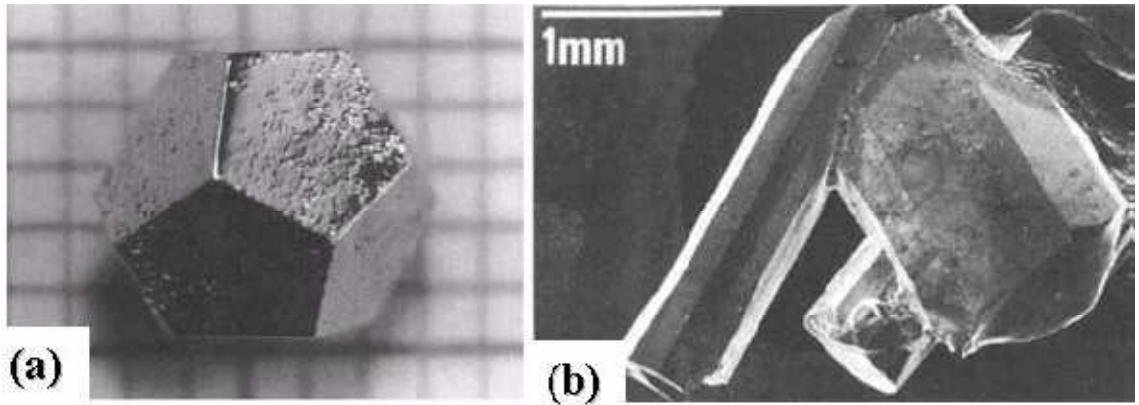
Kuazikristal malzemelerden sadece 5- katlı dönme simetrisine sahip kuazikristaller (ikozahedral), üç boyutta bütün doğrultularda kuaziperiyodiklik gösterir. Diğer Kuazikristal çeşitleri yani 8- katlı (oktagonal), 10- katlı (dekagonal) ve 12- katlı (dodekagonal) dönme simetrisine sahip kuazikristaller tek boyutta ve iki boyutta kuaziperiyodiklik gösterirler [46]. Kuazikristal olarak elde edilebilen bazı alaşımlar ve yapıları Tablo 1. 4' de verilmiştir [47]. Ayrıca, dekagonal yapıları Al-Cu-Co

numunesi Şekil 1. 9. (b)' de ve ikozahedral yapılı Ho-Mg-Zn numunesi Şekil 1. 9. (a)'da gösterilmiştir.

Bilinen kristallerdeki periyodiklik, bir atomik düzenin ötelenmesi veya genel olarak birim hücrenin tekrarlanması ile elde edilir. Ancak, kuazikristallerdeki periyodiklik (kuaziperiyodiklik), birbirinden bağımsız farklı düzenlilikte tekrarlanan desenlerin yeni tipleriyle elde edilir [48]. En yaygın olarak bilinen kuazikristal tipleri; tek boyutta Fibonacci Zinciri, iki boyutta Penrose Örgüsü ve üç boyutta ikozahedral fazdır [39].

Tablo 1. 4. Kuazikristal olarak elde edilebilen bazı alaşım türlerinde görülen ikozahedral, oktagonal, dekagonal ve dodekagonal simetrideli kuazikristal yapılar [47].

Kuazikristal Yapı	Alaşımlar
İkozahedral	Al-Cu-Fe, Al-Mn, Al-Mn-Si, Al-Mn-Cu, Al Mn-Zn, Al-Cu-Ru, Al-Cu-Os, Al-Cr, Al-V-Si, Al-Pd-Ru, Al-Pd-Mn, Al-Pd-Re, Al-Pd-Mg, Al-Li-Cu, Al-Mg-Zn, Al-Rh-Si, Ti-Fe-Si, Ti-Zr-Ni, Mg-Li-Al, Mg-Zn-Y, Mg-Zn-Ho, Cd-Mg-Tb
Oktagonal	Ni-Cr-Si, Ni-V-Si, Mn-Si
Dekagonal	Al-Mn, Al-Fe, Al-Pd, Al-Pd-Fe, Al-Pd-Ru, Al-Pd-Os, Al-Os, Al-Co-Ni, Al-Cu-Co, Al-Cu-Fe-Co, Al-Cu-Co-Si, Al-Co-Fe-Cr-O, Al-Cr-Si, Al-Ni-Fe, Al-Ni-Fe, Al-Ni-Rh, Al-Cu-Rh, Zn-Mg-Y, Zn-Mg-Sm, Zn-Mg-Ho
Dodekagonal	Ni-Cr, Ni-V-Si, Ta-Te, Co-Cu, Al-Co-Fe-Cr
Yeni tip ikozahedra	Cd-Yb



Şekil 1. 9. Kuazikristal numuneler; (a) i-Ho-Mg-Zn (Fisher ve ark., 2000). (b) dekagonal Al-Cu-Co numunesi [49].

1.4.1. Tek (Bir) Boyutlu Kuazikristaller

Fibonacci dizisinin kuaziperiyodikliği, dekahedral (on katlı) ve ikozahedral (beş katlı) kuazikristallere çok benzer olduğundan, Fibonacci zincirine tek (bir) boyutlu Kuazikristal denir. Tablo 1. 5.' de bir boyutlu kuazikristallere örnek olarak bazı alaşım sistemleri verilmiştir. Bu zincir; bir uzun (L), bir kısa (S) halkadan oluşmaktadır. Takip eden her adımda L yerine LS, S yerine de L koyulur. Yani;

S

LS

LSL

LSLLS

LSLLSLSL

LSLLSLSLLS

LSLLSLSLLSLSLSLSLSL

...

Tablo 1. 5. Tek boyutlu kuazikristal sistemleri.

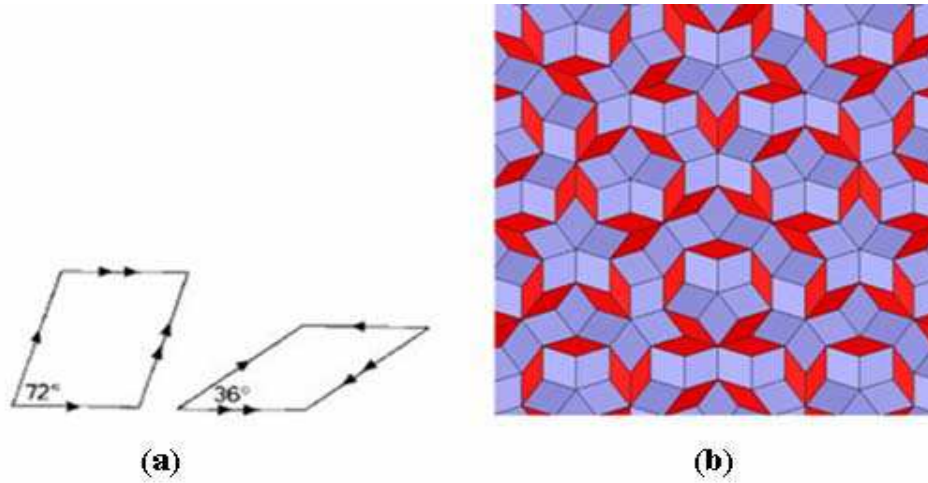
Malzeme	Referans
GaAs-AlAs	Todd ark, 1986
Mo-V	Karkut ve ark, 1986
Al-Pd	Chattopadhyay ve ark, 1987
Al ₈₀ Ni ₁₄ Si ₆	He ve ark, 1988a
Al ₆₅ Cu ₂₀ Mn ₁₅	He ve ark, 1988a
Al ₆₅ Cu ₂₀ Co ₁₅	He ve ark, 1988a

Eğer L / S oranı irrasyonelse, zincir periyodik değildir. Fibonacci zincirinde ve kuazikristallerde, altın oran (golden ratio) denilen bu irrasyonel oran, $\tau = 2\cos(\pi/5) = (1+5/2) = 1,618034$ olarak bilinmektedir. Bu altın oran, ikozahedral simetriler için de

ilginçtir. Çünkü düzgün bir beşgende köşeden merkeze olan mesafenin kenardan merkeze olan mesafeye oranı $\tau/2$ 'ye eşittir [39].

1.4.2. İki Boyutlu Kuazikristaller

En yaygın olarak bilinen iki boyutlu Kuazikristal örgü, Penrose örgüsüdür [50]. Şekil 1. 10.' da verilen desen, Penrose örgüsü (Penro setiling) olarak bilinen yapıdır. Penrose kaplaması, iki boyutlu kristal örgünün oluşumunu sağlayan özdeş paralel kenar istiflenmesinin aksine iki tür yapı bloğunu kullanarak bütün uzayı kaplar. Bu şekiller, açıları 72° ve 36° olan baklava dilimi şeklindeki “rombus”lardır. Aynı yönlü oklarla gösterilen kenarların bitleştirilmesiyle yapı birimleri sadece birbirine dokunacak şekilde birleştirilmesi ile iki boyutta bir kuazikristal örgü olarak Penrose deseni oluşturulur [39].



Şekil 1. 10. (a) Açıları 72° ve 36° olan rombuslar. (b) İki boyutta bir Penrose örgüsü [51].

İki boyutta oktagonal, dekağonal ve dodekağonal simetriye sahip Kuazikristal sistemlerden bazıları Tablo 1. 6, Tablo 1. 7. ve Tablo 1. 8.' de listelenmiştir.

Tablo 1. 6. İki boyutta oktagonal fazında elde edilen sistemler.

Malzeme	Referans
$V_{15}Ni_{10}Si$	Wang ve ark, 1987
$Cr_{15}Ni_3Si_2$	Wang ve ark, 1987
Mn_4Si	Cao ve ark, 1988
$Mn_{82}Si_{15}Al_3$	Wang ve ark, 1988
Mn-Fe-Si	Wang ve Kuo, 1988

Tablo 1. 7. İki boyutta dekahonal fazında elde edilen sistemler.

Malzeme	Referans
Al ₅ Os	Kuo, 1987
Al ₅ Ru	Bancel ve Heiney, 1986
Al ₅ Rh	Wang ve Kuo, 1988
Al ₄ Mn	Bandersky, 1985
Al ₄ Fe	Fung ve ark, 1986
V-Ni-Si	Fung ve ark, 1986
Al ₆₅ Cu ₂₀ Mn ₁₅ , Al ₆₅ Cu ₂₀ Fe ₁₅ ve Al ₆₅ Cu ₂₀ Co ₁₅	He ve ark, 1988b
Al ₇₅ Cu ₁₀ Ni ₁₅	Zhang ve Kuo, 1989

Tablo 1. 8. İki boyutta dodekahonal fazında elde edilen sistemler.

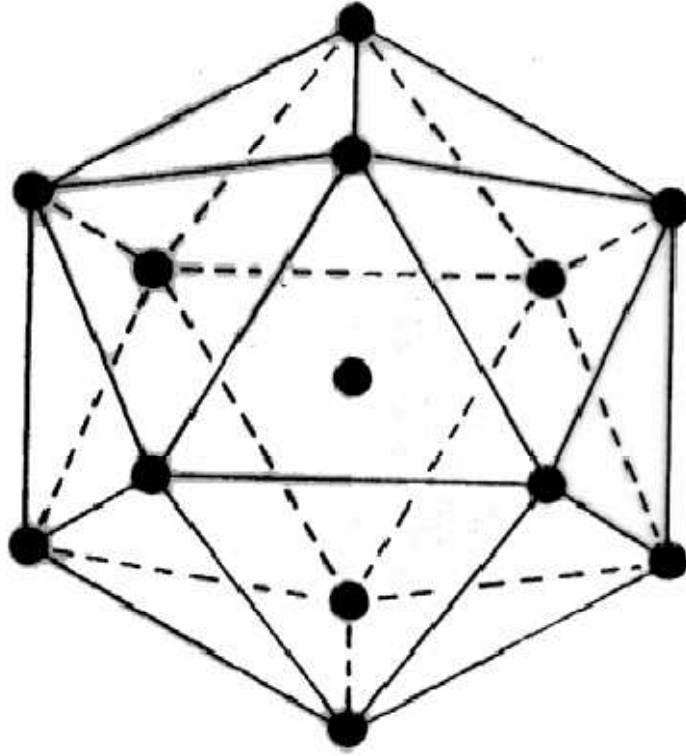
Malzeme	Referans
Cr _{70,6} Ni _{29,4} Si	Ishimasa ve ark, 1985
V ₃ Ni ₂ ve V ₁₅ Ni ₁₀ Si	Chen ve ark, 1988

1.4.3. Üç Boyutlu Kuazikristaller

Üç boyutta kuazikristal yapı için ise Şekil 1. 11.' de gösterildiği gibi 20 yüzlü bir yapı düşünülür. Bu yapı ikozahedral kuazikristal ya da ikozahedron olarak adlandırılır. Bu yapı, her biri eşkenar üçgen olan 20 kenara ve 2- katlı 15 adet, 3- katlı 10 adet ve 5- katlı 6 adet dönme simetrilerine sahiptir. Nasıl ki beşgenlerle iki boyutlu uzay doldurulamazsa, 20 yüzlü bu ikozahedron yapıyla da üç boyutlu uzay tamamen doldurulamaz. Tablo 1. 9' da ikozahedral simetriye sahip üç boyutlu kuazikristal sistemlerden bazıları örnek olarak listelenmiştir [39].

Tablo 1. 9. Üç boyutta ikozahedral fazında elde edilen sistemler.

Malzeme	Referans
Al ₈₆ Mn ₁₄	Shechtman ve ark, 1984
Al ₇₃ Mn ₂₁ Si ₆	Gratias ve ark, 1988
Al ₆₅ Cu ₂₀ Fe ₁₅	Tsai ve ark, 1988
Al ₆ CuLi ₃	Mai ve ark, 1987
Al ₇₀ Pd ₂₀ Mn ₁₀	Tsai ve ark, 1990
Ti ₂ Fe	Dong ve ark, 1986
Ti ₂ Mn	Kelton ve ark, 1988
Ti ₂ Co	Kelton ve ark, 1988
Ti ₂ Ni	Zhang ve ark, 1985
Nb-Fe	Kuo, 1987
V ₄₁ Ni ₃₆ Si ₂₃	Kuo ve ark, 1987
Pd _{58,8} U _{20,6} Si _{20,6}	Poon ve ark, 1985



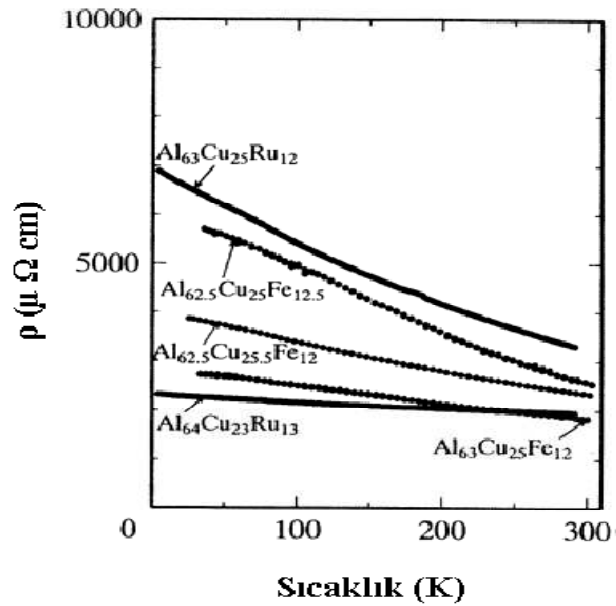
Şekil 1. 11. Bir ikozahedron yapının genel görünüşü.

1.5. Kuazikristallerin Özellikleri

Kuazikristaller, kristal malzemelere göre daha üstün özellikler sergilemektedir. Bu özelliklerden bazıları; yüksek sertlik, düşük elektrik ve ısı iletkenliği, düşük yüzey enerjisi, düşük kırılma dayanıklılığı, düşük sürtünme katsayısı, iyi oksidasyon ve korozyon direncidir. Kuazikristallerin bu özellikleri teknolojiye uygulamaları açısından çok yararlıdır.

Kuazikristaller, normal kristallere göre tamamen zıt özellikler taşımaktadır. Normal kristallerde elektriksel direnç, kusurlar ve safsızlık arttıkça artar. Kuazikristallerde ise tam tersine elektriksel direnç, yapısal düzenlilik (kusursuzluk) arttıkça artar. Kuazikristaller, yüksek dirence sahiptirler. Benzer bileşenli amorf alaşımlar bile, kuazikristal sistemlerden daha düşük dirence sahiptirler. Kuazikristalleri bilinen kristallerden ayıran bir başka özellikte; sıcaklığın artmasıyla iletkenliğin de artmasıdır. Ayrıca, düşük sıcaklıklarda çok yüksek dirence sahip oldukları görülür. Bu durum Şekil 1. 12.' de görülmektedir. Örneğin; ikozahedral Al-Cu-Fe, Al-Pd-Mn ve Al-Pd-Re fazları, 0° C' de yalıtkan durumuna geçer [52].

Ayrıca, kuazikristaller düşük ısı iletkenliğine sahiptir. Bir kuazikristalin yapısındaki uzun- mesafe yapısal uyum ve büyük birim hücreler, düşük ısı iletkenliği için arzu edilen yapılardır ki bu durum, kuazikristallerin termoelektrik kullanımı için elverişlidir. Çünkü ağır atomlar fonon dağılımını yükseltir, ısı iletkenliğini iyice düşürür. Kuazikristaller fonon geçişi açısından bakıldığında amorf, elektron geçişi açısından bakıldığında kristal olarak kabul edilirler. Ancak, kuazikristallerin elektronik yapıları üzerine yapılmış deneylerde, elektronların nerede olduğu ve nasıl hareket ettikleri henüz tam olarak anlaşılmış değildir [14].



Şekil 1. 12. Al-Cu-Fe ve Al-Cu-Ru kuazikristal fazlarının elektriksel direnç ρ ' nun sıcaklığa bağlılığı [47].

1.6. Kuazikristallerin Mümkün Uygulamaları

Kuazikristallerin, uzun ömürlülük, sağlamlık, düşük yapışkanlık, yüksek yoğunlukta hidrojen depolama yeteneği gibi çok yararlı fiziksel özelliklere sahip olmaları bu maddelerin termoelektrik kullanım, kaplama maddesi, metal matriks parçalar, hidrojen depolama materyalleri, termal bariyerler ve kızıl ötesi algılayıcılar gibi teknolojik uygulamalarda gelecek vaat ettiğini göstermektedir [39].

Günümüzde kuazikristallerin Al alaşımları, mutfak malzemeleri, yapışmaz tavalar, filtre edilmemiş Al cerrahi aletler, elektrikli tıraş makineleri gibi bazı teknolojik uygulamaları kullanılmaktadır. Bununla birlikte kuazikristallerin anlaşılmasının hala çok karmaşık olduğu söylenebilir [14].

1.7. Kuazikristalleri Üretme Teknikleri

İlk kuazikristalin 1984 yılında üretilmesinden sonra, kuazikristal yapıya sahip alaşımları üretebilmek için birçok çalışma yapılmıştır. Bu alaşımlar, genellikle normal katılaştırma ve eriyik döndürme (melt-spining) gibi hızlı katılaştırma tekniğiyle elde edilmeye çalışılmıştır. Ayrıca; mekanikse öğütme (mechanical alloying), gaz atomizasyonu, gaz buharlaştırma, yüzeye lazer veya elektron ışıını katkılarına teknikleri de kullanılmaktadır. Kuazikristal malzemeleri doğrudan üretebilmek için bu tekniklere ek olarak amorf fazların düşük sıcaklıktaki ısısal işlemi, intermetalik kristal fazların yüksek sıcaklıktaki ısısal işlemi, hatta saf element tabakalarının kümelenmesi bile, kuazikristal fazları elde etmekte kullanılabilir [47].

Kuazikristalleri üretmek için birçok teknik geliştirilmiştir. Bu tekniklerden en çok kullanılanlar; Normal Katılaştırma ve Hızlı Katılaştırma tekniğidir. Aşağıda bu tekniklerden kısaca bahsedilecektir.

1.8. Katılaştırma

Katılaştırma, malzemenin sıvı fazdan katı faza dönüşmesi olayıdır. Katılaştırma olayında katılaştırılan malzemenin kompozisyonu, sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızı kontrol edilebilmektedir. [53,54].

Katılama sırasında atomik düzenlenme, kısa mesafe düzeninden uzun mesafe düzenine, yani kristal yapıya dönüşür. Katılaştırma, çekirdeklenme ve büyüme gibi iki basamak gerektirir. Sıvı durumundan katılaşmaya bırakılan metaller veya alaşımlarda, eriyiği oluşturan bileşenlere ve bileşenlerin oranlarına göre değişen donma sıcaklığının altına inildiğinde ilk katı çekirdekleri oluşmaya başlar. Büyüme ise bu katı çekirdeklerin etrafında belli bir düzene göre atomların yerleşmesi ile oluşur. Büyümenin doğası, katılaştırma sırasında ısının sıvı-katı sisteminden nasıl salındığına bağlıdır. Bunlar, eriyiğin donma sıcaklığına soğutulurken salınan özgül ısı ve düzensiz sıvı yapıdan daha kararlı kristal yapıya dönüşürken yayılan enerjiyi temsil eden erime gizli ısıdır. Oluşan katı çekirdeğin büyümesiyle oluşan mikroyapı, soğuma oranı veya ısının çevresi vasıtasıyla alınması oranına bağlıdır [55,56].

Metaller özellikle saf olanları, katı halde daha çok kristal yapıda bulunduklarından kristalleşme hiç de güç ve zaman alıcı değildir. Sıvıda dağınık olarak bulunan atomlar, sıcaklığın düşmesi ile en düşük enerji seviyesine denk gelen konfigürasyonlardaki yerlerini süratle alırlar. Bu olayı etkileyen faktörlerin başında sıcaklık gelir. Sıcaklık erime noktasının altına düştükçe yani aşırı soğuma arttıkça, kristal kafesi örececek çekirdeklerin oluşumu hızlanır [57,58]. Sıcaklık düştükçe, aşırı soğumuş sıvının viskozitesi arttığından, atom hareketleri önemli ölçüde kısıtlanır. Özellikle hızlı katılaştırma teknikleriyle üretilen metal veya metal alaşımları normal katılaştırma sıcaklıklarında katılaşmaksızın, alaşımın dengeli durum faz diyagramındaki katılaşma sıcaklıklarının genellikle altındaki sıcaklıklarda (yüksek aşırı soğuma) katılaşabilmektedir [53,58]. Katılaştırma olayını iki başlık altında inceleyebiliriz.

1.8.1. Normal Katılaştırma

Metalik parçaların pek çoğu son ürün haline döküm işlemi sonucunda getirilirler. Bu bakımdan metal ve alaşımların katılaşması üretim süreçlerinin önemli bir aşamasıdır. Katılaşma saf metalin ve alaşımların katılaşması olmak üzere iki aşamada incelenir. Saf metaller sabit bir sıcaklıkta katılaşırken, alaşımlar ise belirli bir sıcaklık aralığında katılaşırlar. Katılaşma sıcaklığının altında, katı fazın serbest enerjisi sıvı fazın serbest enerjisinden daha düşüktür. Alaşımlar kristal yapıya sahip iken en düşük serbest enerjili durumdadırlar. Katılaşma esnasında eriyikteki ısı dışarı salınarak, alaşım kristal hale, yani en düşük enerjili duruma geçmektedir. Katılaşma, çekirdeklenme ve çekirdeklerin büyümesi mekanizmaları ile olur [1, 34, 59].

Alaşımların kompozisyonu, ısısal koşullar, eriyik içerisindeki bağımsız çekirdeklenmeler ve büyüme koşulları gibi etkenler katılaşma şeklini ve katılaşma sonucu oluşan yapıyı belirlerler. Bunlardan alaşım kompozisyonu, kristalleşme şeklini etkileyerek, nasıl bir yapının oluşacağını belirler. Isısal koşullar ise başlangıçtaki sıcaklık koşulları, soğuma hızı, eriyiğin içerisindeki sıcaklık dağılımı ve metalin ısısal özellikleri şeklinde ifade edilebilir. Çekirdeklenme ve mümkün büyüme şartları, eriyik içindeki safsızlık elementleri veya yabancı parçacıkların kasıtlı (örneğin modifiye edici ajan) veya kasıtsız olarak bulunmalarından ciddi şekilde etkilenir [34].

1.8.2. Hızlı Katılaştırma

Eriyiğin hızlı katılaşması ise yüksek sıcaklıkta bir eriyiğin aşırı soğuma ile oda sıcaklığında katı malzemeye dönüşmesidir. Bu hızlı soğuma ise iyi termal iletkenliğe sahip soğutulmuş bir yüzeye, eriyikten hızlıca ısı transfer edilmesi esasına dayanır. Bu ise katılaştırılacak sıvı metal hacim elemanının en az bir boyutunun küçük ($<150 \mu\text{m}$) seçilmesi gerektiğine işaret etmektedir. Pratikte bu şartlar, sıvı metalin dar bir nozülde, ya akış kararlılığı korunarak ince bir film halinde (şerit döküm teknikleri), ya da kararlılık bozularak damlacık veya yassı parçacıklar halinde (atomizasyon teknikleri), ısı iletkenliği yüksek soğutulmuş bir yüzey üzerinde katılaştırılması ile sağlanır [60,61].

Bütün hızlı katılaştırılma sistemlerinde amaç, alaşımın eriyik halden çok kısa bir zaman aralığında soğutularak katılaştırılması işlemine dayanmaktadır. Bu işlemlerde eriyik 10^4 - 10^7 K/s'lik bir hızla aniden sıvı halden katı hale geçer. Duwez [62] ve arkadaşları tarafından çalışılan modern anlamdaki ilk hızlı katılaştırma çalışmaları, sıcaklığın tam olarak tespit edilememesi ve sistemde gizli erime ısısının bulunamaması sebebiyle çok zor olmuştur. Hızlı katılaştırmada dentritik katılaştıran alaşımların mikroyapısı, soğuma hızının bir fonksiyonudur. Hızlı katılaştırma çalışmalarında genellikle ısı akışının hesaplanması temel olarak incelenmiştir [61, 63]. Aşırı soğuma parametreleri kontrol edilerek, yapı için yarı kararlı durumlar oluşturulabilir. Çünkü soğuma hızı (oranı) yapının yerleşim planını bozmaktadır. Yani, malzeme gerekli yerleşimi tamamlamadan katılaşma sağlandığı için kararlı yapıya ulaşamamaktadır. Örneğin gaz atomizasyonunda soğutma hızı 10^2 - 10^5 K/s iken, splat (çarpma) metodunda 10^5 - 10^8 K/s civarındadır [1,64,65]. Alüminyum alaşımlarında ise 10^2 - 10^6 K/s' lik katılaşma hızları elde edilir [1,66]. Alüminyum alaşımlarının hızlı katılaşması ile mekanik özelliklerine iyi derecede etki eden tane boyutunda küçülme, genişlemiş eriyen element çözünürlüğü, intermetalik tanecik boyutunda küçülme ve kimyasal homojenlikte artış sağlar [1,57].

Bununla birlikte, hızlı katılaştırma sadece hızlı soğutma teknikleri ile sınırlandırılmaz. Eğer bir eriyik, dengeli durumdaki katılaşma sıcaklığının altına aşırı soğutulursa, onun aşırı soğuması ile orantılı olarak Gibbs serbest enerji farkından dolayı kristalizasyon için büyük bir sürücü kuvvet oluşur. Bu durumda, bir

eriyik yavaş soğutulsa bile hızlı katılaştırılmış gibi düşünülür. Yüksek aşırı soğuma ile elde edilmiş katılaşma hızları, hızlı soğutma durumunda elde edilmiş katılaşma hızları civarında ya da ondan daha büyüktür [67].

1.8.2.1 Hızlı Katılaştırma Teknikleri

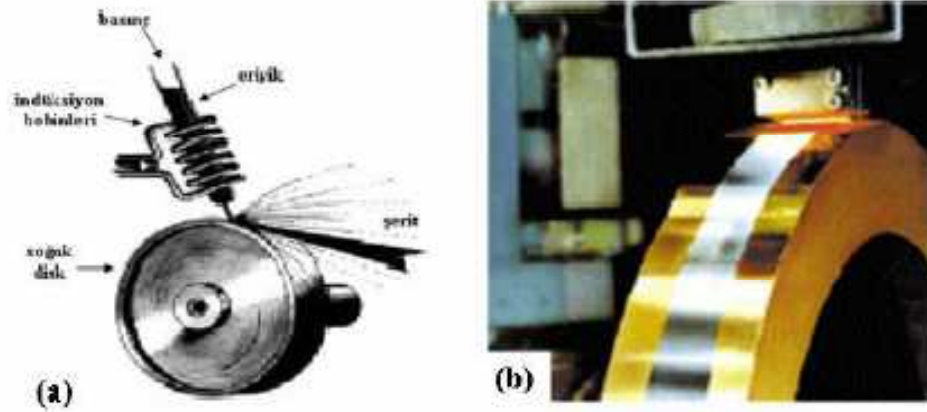
İlk hızlı katılaştırılma sistemi Duwez tarafından geliştirilmiştir. Bu ilk çalışmadan günümüze kadar pek çok teknik geliştirilmiştir. Bu tekniklerin geliştirilmesindeki amaç elde edilen ürünün özelliğinden kaynaklanmaktadır. Hızlı katılaştırma tekniklerinin hepsinin temel mantığı aynıdır. Sıvı haldeki eriyiği aniden soğutma işlemidir. [68].

1.8.2.1.1. Melt-Spinning (MS) Tekniği

Bu yöntem, yüksek soğuma hızlarına ulaşılabilmesinden, endüstriyel amaçlı olarak büyük miktarlarda amorf malzeme üretilmesine imkan tanınması dolayısıyla en meşhur hızlı katılaştırma yöntemidir. Söz konusu teknikte, bir nozulden gaz basıncı uygulanarak tek bir kaynak şeklinde püskürtülen metal eriyiğinin dönen bir bakır disk yüzeyi ile temas ettirilmesi sonucunda film veya şerit şeklinde katılaşması sağlanır [69].

Şekil 1. 13.' de tez kapsamında kullanılan ve bir çeşit MS sistemi şematik olarak gösterilmektedir. Bu teknikle $10^5 - 10^8$ K/s soğuma hızlarına ulaşılabilir.

MS sisteminde soğuma hızını ve dolayısıyla da üretilen malzemenin mikroyapısını etkileyen pek çok parametre vardır. Bunlardan ilk akla gelen disk devir hızıdır. Disk devir hızı arttıkça elde edilen soğuma hızı da artmakta ve bunun sonucunda daha ince mikroyapılar elde edilmektedir. Yine üretilen şeritlerin bakır disk ile temas eden yüzeylerinde gözlenen mikroyapılar ile hava yüzeylerinde gözlenen mikroyapılar arasında da farklılıklar gözlenebilmektedir. Bu durum, diske temas eden yüzeydeki daha yüksek soğuma hızından kaynaklanmaktadır. Hatta pek çok durumda, MS yöntemi ile üretilen şeritlerin disk yüzeylerinde, yüksek soğuma hızından dolayı özelliksiz bölge (featureless zone) diye isimlendirilen özel bir mikroyapı oluşumu görülebilir. Metal eriyiğinin sıcaklığı, nozulun döner bakır disk ile yaptığı açı, metal eriyiği disk üzerine enjekte etmekte kullanılan gazın basıncı v.b de sonuca etkisi olan parametreler olarak ele alınabilir [68-73].



Şekil 1. 13. (a) MS cihazı (b) Şerit üretilme esnasındaki görüntü. görünümü.

1.9. Çekirdeklenme

Metallerin katılaşması genel olarak, i) eriyik içerisinde çekirdeklerin oluşması ve ii) oluşan çekirdeklerin kristaller haline büyüyerek tane yapısının oluşması şeklinde meydana gelir. Çekirdeklenme olayı Homojen ve Heterojen olmak üzere iki tiptir [1,59].

1.9.1. Homojen çekirdeklenme

Homojen çekirdeklenme, çekirdeklenmenin en basit durumudur. Çekirdeklenme için hiçbir yabancı maddenin yardımına ihtiyaç yoktur. Saf metal eriyik katılaşma sıcaklığının yeteri kadar altına soğutulduğunda, yavaşlayan atomların bir birine bağlanması ile homojen çekirdekler oluşur. Yani, çekirdek oluşumu için gerekli Gibbs serbest enerjisi, bütün örgü noktalarında aynı büyüklükte ise, örgüdeki bu noktalarda çekirdeklenme yapısı aynı olur yani homojen çekirdeklenme meydana gelir. Saf malzemelerde çok küçük taneciklerin toplam Gibbs serbest enerjisine (ΔG), yüzey enerjisi katkısının çok büyük olması sebebiyle bu şekildeki bir çekirdeklenme büyük bir sürücü kuvvet gerektirir. Bu sebeple, homojen çekirdeklenme için bazen birkaç yüz derece santigrat dereceye kadar varan büyük bir aşırı soğuma gerekir. Bir çekirdeğin kristal olarak büyüyecek kararlılıkta olabilmesi için kritik boyuta ulaşmış olması gerekir. Kritik boyutun altındaki bir atom öbeğine çekirdekçik denilir. Çekirdekçikler kararsız oldukları için atomların eriyik içerisindeki hareketleri sırasında sürekli olarak oluşur ve kaybolurlar [1,59].

Katılaşma sırasında iki tür enerji dikkate alınmalıdır. Bunlar, i) sıvının katıya dönüşmesi sırasında açığa çıkan hacim serbest enerjisi ve ii) katılaştıran parçacığın sıvı ile bir arayüzey oluşturabilmesi için ihtiyaç duyulan yüzey enerjisidir [59].

Çekirdeklenmenin oluşması katının oluşması demek, bu da sıvıdan dışarıya enerji vermek demektir ve bu enerji negatif işaretlidir. Saf bir metal katılaşma denge sıcaklığının altına soğutulduğunda, sıvıdan katıya dönüşüm için dışarı salınması gereken enerji (ΔG_h), sıvı fazın hacim serbest enerjisi ile katı fazın hacim serbest enerjisi arasındaki fark kadardır. (ΔG_h) birim metal hacminin sıvı ve katı durumları arasındaki enerji farkı olduğundan, r yarıçapındaki küresel bir çekirdek için serbest enerji değişimi de $\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_h$ olur. Şekil 1. 14.' de çekirdekçiğin ve çekirdeğin yarıçaplarına bağlı olarak hacim serbest enerjisindeki değişim (grafikteki en altta bulunan eğri) gösterilmektedir [45].

Diğer taraftan katının oluşması için, sıvı ile katı faz arasında bir yüzeyin oluşması gereklidir. Ara yüzey oluşturmak için dışarıdan bir enerjiye ihtiyaç vardır ve bu enerji pozitif işaretlidir. Bu enerji küresel katı parçacıklara bir yüzey oluşturmak için gerekli olan ΔG_y yüzey enerjisidir. ΔG_y , küresel parçacığın özgül yüzey serbest enerjisi (γ) ile kürenin yüzeyinin çarpımına ($\Delta G_y = 4\pi r^2 \gamma$) eşittir. Katı parçacıkların oluşumunu engellemeye çalışan bu enerji Şekil 1. 14.' de en üstte bulunan eğri ile temsil edilmektedir. Çekirdeklerin yarıçapları belirli bir değerden küçük ise, bunları yeniden erimeleri sistemin enerjisini azaltır. Yarıçaplar belirli bir değerden büyük olduklarında ise, çekirdeğin büyümesi sistemin enerjisini azaltacağından büyüme kararlı hale gelir ve katılaşma oluşur. Bu durum Şekil 1. 14.' de ortadaki eğri ile temsil edilmektedir [59].

Katılaşma esnasında sistemde meydana gelen toplam serbest enerji değişimi ΔG_T olsun. Bu durumda, ΔG_T

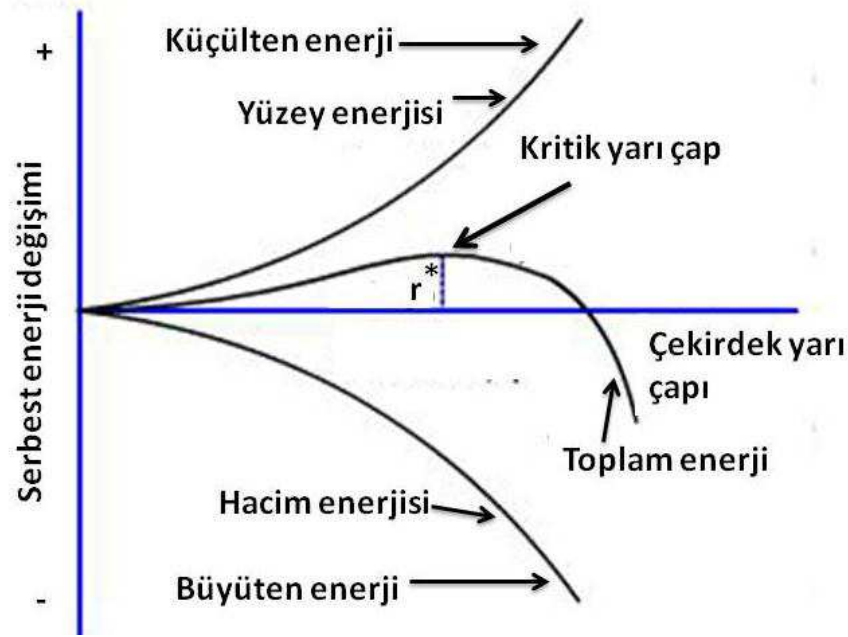
$$\Delta G_T = \frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_h + 4\pi r^2 \gamma, \quad (1.4)$$

denklemleri verilir. Kritik yarıçap Eşitlik 1. 4 in r ye göre türevi alınarak elde edilir. Bu durumda

$$\frac{d(\Delta G_T)}{dr} = \frac{d}{dr} \left(\frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_h + 4 \pi r^2 \gamma \right), \quad (1.5)$$

$$= 4 \pi r^2 \Delta G_h + 8 \pi r \gamma = 0, \quad (1.6)$$

$$r^* = \frac{2\gamma}{\Delta G_h}. \quad (1.7)$$



Şekil 1. 14. Çekirdeklenmeye karşı serbest enerji engelini şematik gösterimi [34, 59].

1.9.2 Heterojen Çekirdeklenme

Bir sıvının içinde herhangi bir yabancı maddenin yüzeyinde çekirdeklenerek katılaşması sırasında meydana gelen çekirdeklenme heterojen çekirdeklenmedir. Heterojen çekirdeklenme için gereken aşırı soğuma homojen çekirdeklenmeden daha azdır. Yani, heterojen çekirdeklenme için gereken sürücü kuvvet ve enerji engeli daha düşüktür. Heterojen çekirdeklenmenin meydana gelmesi için çekirdekleyici maddenin (safsızlıklar veya kap) sıvı metalle ıslanması gerekir [69].

1.10. Aşırı Soğuma

Sıvının katılaşması için, eriyiğin denge kristalleşme sıcaklığının altında bir sıcaklık değerine kadar soğuması gerekir. Çünkü çekirdeklenmenin başlayabilmesi için aşılması gereken bir enerji engeli vardır ve eriyiğin erime sıcaklığının altına soğutulması katılaşma için gereken yeterli enerjinin elde edilmesini sağlar. Sıvının

katılaşmadan soğuduğu erime sıcaklığının altındaki bu sıcaklık değerine aşırı soğuma seviyesi (undercooling) denir. Soğuma hızının aşırı soğumuşluk seviyesi üzerinde önemli etkileri vardır. Herhangi bir ısı soğurucusu vasıtası ile eriyikten hızlı bir şekilde ısı çıkışı olursa, hetorejen çekirdeklenme gecikir ve bunun bir sonucu olarak aşırı soğuma artar ve yeniden ısınma (recalescence) azalır. Aşırı soğuma, çözünen aşırı soğuması, eğrilik aşırı soğuması, kinetik aşırı soğuma, yapısal aşırı soğuma şeklinde dört grup altında incelenebilir. Bunlardan birincisi (çözünen aşırı soğuması), malzemedeki çözünen maddelerin gradyentine bağlıdır. Eğrilik aşırı soğuması, Gibbs – Thomson etkisi olarakta bilinir ve ilk oluşan çekirdekciğin eğrilik yarıçapından dolayıdır. Kinetik aşırı soğuma ise sıvı/katı arayüzeyinden dolayı mevcut olan bir aşırı soğumadır. Son olarak yapısal aşırı soğumayı tanımlamak gerekirse, eriyiğin bileşimindeki değişimlerden ötürü meydana gelen aşırı soğumadır. Yapısal aşırı soğuma çözünen aşırı soğumasına benzemekle birlikte ondan farklı olarak, negatif sıcaklık gradyentlerinde ve yüksek katılaştırma hızlarında bileşim farklılığından ötürü meydana gelir [1, 69].

1.11. Yapı Analizi

Bir kristalin yapısı ve özellikleri X-ışınlarıyla araştırılır. X-ışınları, çekirdek etrafındaki elektronlar tarafından belirli oranlarda saçılmaya uğratılırlar. Çok elektronlu ağır atomların tespitinde oldukça etkili olmalarına rağmen, hidrojen gibi hafif atomların tespitinde pek etkili sayılmazlar. Elektronlar yüklü tanecikler olduklarından atomlardaki elektronlarla şiddetli bir şekilde etkileşirler. Taramalı elektron mikroskoplarında (SEM) oluşan görüntüler bu esasa dayanırlar.

1.11.1. X-ışınları ile Yapı Analizi

Kristal yapı, üç boyutlu uzayda düzgün tekrarlanan bir deseni temel alan bir atomik yapıya sahiptir. Bu nedenle, katıların kristal yapısı, yapıda bulunan atom gruplarının ya da moleküllerin katıya özgü olacak şekilde geometrik düzende bir araya gelmesi ile oluşur. İlk kez Max van Laue tarafından kristal yapı ve yapı içerisindeki atomların dizilişleri X-ışını kırınım desenleri kullanılarak incelenmiştir.

Bir malzemenin atomik yapısını görüntülemek, yüksek çözünürlüğe sahip çeşitli elektron mikroskopları kullanılarak mümkündür. Fakat bilinmeyen yapıları belirtmek veya yapısal parametreleri tayin etmek için kırınım tekniklerini kullanmak gerekir.

Katıların kristal yapılarını incelemek için en çok kullanılan kırınım tekniği X-ışını kırınımıdır. Bu tekniğin ince film analizi için uygun olması, temelde iki nedenden dolayıdır; 1. X-ışınlarının dalga boyları, yoğunlaştırılmış maddedeki (condensed matter) atomik mesafeler ölçüsündedir ve bu özellik, yapısal araştırmalarda kullanılmalarını sağlar. 2. X-ışını saçılım teknikleri, yıkıcı değildir ve incelenen numuneyi değiştirmez.

X-ışınları yüksek enerjili elektronların hızının aniden yavaşlatılması sonucu oluşur. Bir X-ışınları tüpüne 30-40 kV uygulanarak hızlandırılan elektronlar Cu veya Mo hedeflere çarparak X-ışınları çıkarırlar. Hedeften çıkan ışınlar farklı dalga boylarında oluşur. Bunları tek renkli hale getirmek için ince metal filtreleri kullanılır. Tablo 1. 10.' da, X-ışınları tüplerinde kullanılan bazı hedefler ve uygun filtreleri gösterilmiştir.

Tablo 1. 10. X-ışınları tüplerinde kullanılan hedef ve filtreler.

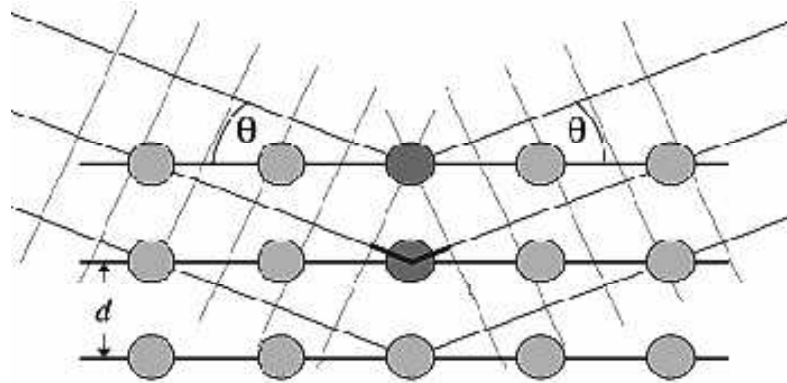
Hedef	Dalga Boyu (Å ⁰)	Filtre
Cr	2,29	V
Cu	1,54	Ni
Mo	0,71	Zr
Ni	1,66	Co

Bir kristal üzerine düşen tek renkli X-ışını demetinin kırınımı esas itibariyle çok sayıda atomun iştirak ettiği bir saçılma olayıdır. Atomlar kristal örgüde periyodik olarak yerleşmiş olduğundan, bunlardan saçılan ışınlar arasında belirli faz bağıntıları vardır. Bu bağıntılara göre, saçılma doğrultularının çoğunda bozucu girişim olurken çok azında da yapıcı girişim olur. Kırınım demetleri bu yapıcı girişimlerin bir sonucudur.

Bir kristalde ardışık paralel düzlemlerden yansıyan ışınlar arasındaki yol farkı, gelen ışının dalga boyunun (λ) tam katları olması halinde yapıcı girişim olacağı 1913 yılında Bragg tarafından bulunmuştur. Şekil 1. 15.' de görüldüğü üzere, yansıyan ışınlar arasındaki yol farkı $2d\sin\theta$ ' dir. Buna göre kırınım,

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (1.8)$$

olması durumunda gerçekleşir. Bu bağıntı Bragg şartı olarak bilinir. Eşitlik 1. 8' da d , ardışık düzlemler arasındaki uzaklık, θ , gelen ve yansıyan ışın demetlerinin paralel düzlemlerle yaptığı açı ve n ise yansımanın mertebesini gösterir [43, 59]. Eşitlik 1. 8, verilen herhangi bir kristal için çok sınırlayıcı şartlar koyar. Yani bir kristal üzerine düşen her tek renkli ışın için Bragg kanunu gerçekleşmez. Bu şartın gerçekleşmesi için deney süresince θ veya λ sürekli olarak değiştirilmelidir. Tablo 1. 11.' de verildiği gibi θ veya λ ' nın değiştirilme tarzına göre üç farklı deneysel kırınım yöntemi mevcuttur.



Şekil 1. 15. X-Işınlarının bir kristal tarafından kırınımı.

Tablo 1. 11. Deneysel kırınım yöntemleri.

Kırınım Yöntemi	λ	θ
Laue	Değişken	Sabit
Döner Kristal	Sabit	Değişken
Toz	Sabit	Değişken

Bu yöntemlerin üçünde de kırınım demetinin şiddeti, bir fotoğraf filmi üzerinde meydana getirdiği siyahlanma miktarı ile ölçülür. Son yıllarda ise daha çok X-ışını difraktometreleri (XRD) kullanılmaktadır. Bu cihazlarda dönebilen bir tabla üzerine (θ değişken) tek renkli bir X-ışını demeti (λ sabit) gönderilir. Diğerlerinden farklı olarak ise kristal düzlemlerinden yansıyan ışınlar bir dedektör veya sayıcı ile kaydedilir [74, 75]. XRD analizlerinden elde edilen sonuçlar, analiz edilen malzemenin mikroyapısı hakkında da ipuçları verir. Örneğin çok ince taneli bir malzemenin analizinde kırınım çizgilerinin genişliği artar. Yani tane boyutu

küçüldükçe kırınım çizgileri kabalaşır ve bu kabalaşmanın ise kırınım çizgisinin yarı maksimum genişliği şeklinde ölçülmesi alışkanlık olmuştur [76, 77].

1.11.2. Difraksiyon Desenlerinin Yorumu

Kristallerde X-ışını kırınımı ve diğer teknikleri ile sağlanan bilgiler şunlardır:

- Kristalin yapısını belirleme
- Kristalin mükemmelliği veya fazın saflığını belirleme
- Kristalin doğrultularını belirleme
- Kristalin örgü sabitlerini belirleme

Bilinmeyen bir malzemenin toz difraksiyon desenlerinden yararlanarak tanımlanması, sinyallerin θ veya 2θ cinsinden pozisyonlarına ve bağıl şiddetlerinin elde edilmesi temeline dayanır. Difraksiyon açısı 2θ belli bir grup düzlemler arası açıklık tarafından belirlenir. Bragg eşitliği yardımıyla bu düzlemler arası uzaklık (d) mesafesi kaynağın bilinen dalga boyundan ve ölçümün yapıldığı açıdan hesaplanır. Çizgi şiddetleri her bir düzlem kümesindeki atomik yansıtma merkezlerinin türüne ve sayısına bağlıdır. Uluslararası Difraksiyon Verileri Merkezi (International Centre For Diffraction Data, Swarthmore, PA) tarafından toz difraksiyon verileri dosyasına ulaşılabilir. 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 maddenin en şiddetli d mesafelerine bir pikometrenin yüzde bir ikisi kadar yaklaşan d değerleri alınır. Muhtemel bileşikler ayrıldıktan sonra aralarında tekrar bir eleme için ikinci daha sonra üçüncü vb. en şiddetli çizgilerin d değerlerine göre elemeler yapılarak bilinmeyene yaklaşılr. Çoğunlukla üç veya dört d değeri bileşiğin kuşku götürmez bir şekilde teşhis edilmesi için yeterlidir. Günümüzde artık bilgisayar tarama programlarıyla bu zor işlem kolaylaştırılmıştır.

Eğer numune iki veya daha fazla kristal bileşiği içeriyorsa, bunların tanımlanması daha karmaşık olmaktadır. Bu durumda denemeler sonucu bir uygunluk sağlanana

kadar daha şiddetli çizgilerin çeşitli kombinasyonları kullanılır. Difraksiyon çizgilerinin şiddetleri ölçülerek ve standartlarla karşılaştırılarak kristal karışımlarının kantitatif analizini yapmak mümkündür [77].

1.12. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle Mikroyapı Analizi

SEM yüksek çözünürlüklü resim oluşturmak için vakum ortamında oluşturulan ve aynı ortamda elektromagnetik lenslerle inceltiren elektron demeti ile incelenecek malzemeyi analiz etme imkanı sunar.

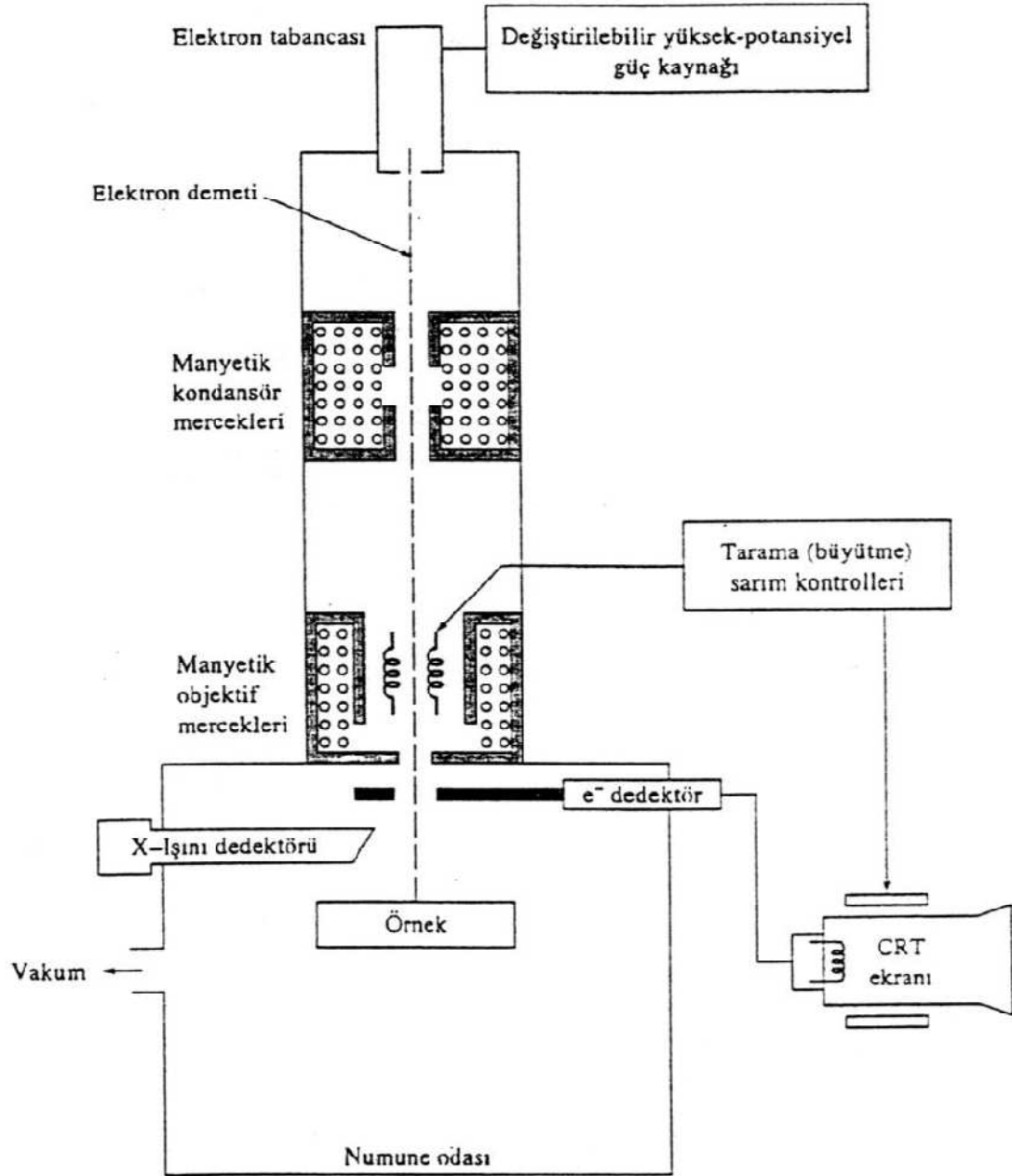
Taramalı elektron mikroskopta, katı numune yüzeyi yüksek enerjili bir elektron demetiyle taranır. Bu teknikte yüzeyden çeşitli tür sinyaller oluşturulur. Bunlar geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlar, Auger elektronları, X-ışını floresans fotonları ve değişik enerjili diğer fotonlardır. Bütün bu sinyaller yüzey çalışmalarında kullanılmış olmakla beraber, bunların içinde en yaygın olan iki tanesi (1) taramalı elektron mikroskobisinin temelini oluşturan geri saçılmış ve ikincil elektronlar ve (2) elektron mikroprob analizde kullanılan X-ışını emisyonudur [78,79].

Şekil 1. 16.' da görülen manyetik kondensör ve objektif mercek sistemi, 5-200 μm 'lik boyutlardaki mikroyapıların ayrıntılı görüntülenmesini sağlar. Bir veya daha çok sayıda mercekten oluşan kondensör mercek sistemi, elektron demetinin objektif merceklerle ulaştırılmak üzere yönlendirilmesini sağlar, objektif mercekler ise numune yüzeyine çarpan elektron demetinin boyutlarından sorumludur. Mercekler genel olarak silindirik simetrik olup, 10 – 15 cm yüksekliğindedir.

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

Taramanın yapılabilmesi için tarama sarımlarından birine elektrik sinyali uygulanır ve elektron demeti mercek sisteminin merkez ekseninin bir yönünden numuneye çarpar. Bu sarım çiftine (yani x sarımlarına) uygulanan elektrik sinyalini 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) kullanarak demet y yönünde biraz kaydırılır ve x sarımlarını kullanarak x yönünde demet kaydırması tekrarlanır [80].



Şekil 1. 16. Taramalı Elektron Mikroskop Blok Diyagramı [80].

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

sinial kodlanır ve demetin x ve y pozisyonlarını dijital olarak temsil eden formda hafızaya alınır [78].

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 [80].

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 [78].

Çalışması en kolay olan numuneler elektriği iletenlerdir. Çünkü engellenmemiş veya yavaşlatılmamış bir şekilde toprağa akan elektronlar, yük birikimi nedeniyle oluşan gerçek olmayan yapay verileri en aza indirir. Ayrıca, elektrikçe iyi iletken numuneler genellikle ısıyı iyi iletiklerinden ısısal bozunma olasılığı en azdır. Ancak, ne yazık ki çoğu biyolojik ve mineralojik numuneler iletken değildir [80].

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 [80].

Taramalı elektron mikroskoplarda elektron için en yaygın transduser tipi X-ışınları sintilasyon transduserlerine benzer fonksiyona sahip simülasyon düzenekleridir. Bunlarda katkılanmış bir cam veya plastik hedef üzerine bir elektron çarptığında görünür bölgede aşırı miktarda foton yayınlanır. Fotonlar, cihazın yüksek vakum bölgesi dışında yer alan bir foto çoğaltıcı tüpe bir ışık borusu vasıtasıyla iletilir. Sintilasyon transduserlerinde ortalama 105 ile 106 katlık bir çoğaltma sağlanır [78].

1.13. Termal Analiz Yöntemleri

Termal Analiz Yöntemi, kontrollü bir sıcaklık değişimine tabi tutulan madde de meydana gelen fiziksel ve kimyasal değişimlerin ölçülmesidir. Bilinen termal analiz yöntemleri Tablo 1. 12.' de bir arada görülmektedir.

Tablo 1. 12 Termal Analiz Yöntemleri.

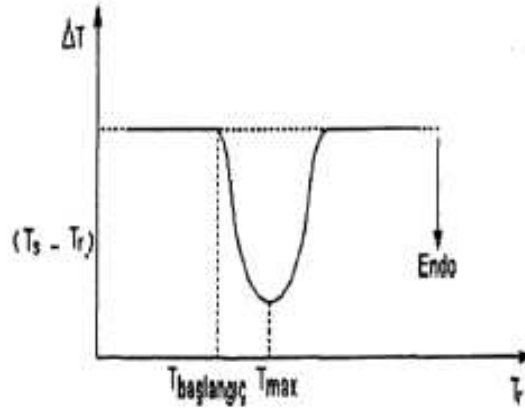
Özellik	Yöntem	Kısaltması
Sıcaklık	Diferansiyel Termal Analiz	DTA
Entalpi	Diferansiyel Taramalı Kalorimetri	DSC

Bahsedilen bu yöntemlerle ilgili araçlar “Yayılan Gaz Analiz Aletine (Evolved Gas Analyser. EGA) bağlanarak aynı anda örnek maddenin birkaç özelliği birden incelenebilmektedir [81, 82].

1.13.1. Diferansiyel Termal Analiz (DTA)

DTA en basit ve en yaygın kullanılan termal analiz yöntemidir. Referans ve örnek maddeler arasındaki sıcaklık farkı (ΔT), belirtilen maddelerin aynı sıcaklıkta ısıtılması sırasında kaydedilir.

Termal olaylar boyunca sıcaklık sinyalleri farkından emin olabilmek için düşük iletkenliğe sahip kaplar seçilir. Erime gibi ΔH ' ın pozitif olduğu endotermik termal olaylarda, örneğin T_s sıcaklığı, T_r referans sıcaklığından geri kalır. Termal çiftlerden alınan çıktılar $\Delta T (T_s - T_r)$ olarak grafiğe geçirilir ($T_r \cong T_f$) (Şekil 1. 17). Eğer ΔH negatif ise, oksidasyon olaylarında olduğu gibi, reaksiyon ekzotermiktir. ΔT değeri, $T_s - T_r$ veya $T_r - T_s$ olarak seçilebilir. ΔT değerinin $T_s - T_r$ olarak seçilmesi halinde, endotermik pikler aşağıya yönelir ve bu pikler “Endoterm” olarak adlandırılır. Ekzotermik piklerin yönelimi ise yukarı doğrudur. Pik genliğinin maksimum noktasının sıcaklığına T_{max} denir. T_{max} , çoğu zaman, ısıtma hızı ϕ 'ye, termal çiftlerin pozisyonuna ve örnek miktarına bağlıdır. Endotermik ya da ekzotermik pik altındaki alan, entalpi değişiminin değeri ile ilgilidir [83, 84].



Şekil 1. 17. DTA Eğrisi.

DTA ölçümlerinde örnek ve referans maddeler silindirik platin, teflon veya silika kaplara koyulur. Mikrodalga için absorpsiyon katsayısı ve örnek türü sıcaklıkla değişir. Bu nedenle uygun referans maddesini bulmak zordur. Klasik DTA çalışmalarında Al_2O_3 veya TiO_2 gibi saf, yüksek absorpsiyon katsayısına sahip maddeler kullanılır, referans maddesi örnek içerisine karıştırılarak da analiz yapılabilir.

1.13.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC)

DSC, numune ısıtılırken, soğutulurken ya da sabit sıcaklıkta tutulurken alınan ya da verilen ısı miktarını ölçen bir tekniktir. Bu teknik, referans ile numuneden gelen ısı farkını zamana veya sıcaklığa bağlı olarak gösterir. Numunenin sıcaklığa göre verdiği tepkiler o numunenin yapısı, kalitesi, saflığı ve dayanıklılığı gibi birçok özelliği hakkında bilgi verir. DSC ile DTA aynı ölçüm prensiplerine göre çalışır. DSC’ de numune sıcaklığı ile referans sıcaklığı aynı tutulur. Ne zaman ikisinin arasında bir sıcaklık farkı saptanırsa o zaman sıcaklığı aynı tutabilmek için numuneye verilen ısı miktarı değişir. Bu değişim sayısal veri olarak bilgisayara aktarılır ve numunedeki faz değişimi sırasındaki ısı akışı belirlenir.

1.14. Sertlik

Bir malzemenin, kendisinden daha sert başka bir malzemenin batmasına, çizmesine (kalıcı şekil değiştirmesine vb) karşı gösterdiği dirence sertlik denir. Sertlik deneyi, bir malzemenin yüzeyine batırılmak istenen bir uca veya kesici takıma karşı gösterdiği direnci ölçer. Batırılan uç, genellikle sertleştirilmiş çelik, sinterlenmiş

tungsten karbür veya elmas gibi sertliği ölçülecek malzemeninkinden daha yüksek olan bir malzemedan yapılmış bilye, piramit veya konidir. Standart deneylerin çoğunda yük batıcı ucu, sertliği ölçülecek cismin yüzeyine dik doğrultuda, belirli bir süre yavaş yavaş bastırarak şekilde uygulanır. Mikrosertlik ölçümleri çok küçük yüklerle yapılır. Sertlik değeri doğal olarak deney koşullarına bağlıdır. Sertlik deneyi, malzeme ve imal edilmiş parçaların çabuk ve önemli bir tahribat oluşturmada kontrolünü sağladığı, aşınma ve dayanımıyla ilgili olarak yaklaşık da olsa bilgi verdiği için yaygın olarak kullanılır [1]. Malzemelerin sertliğinin ölçülmesi endüstride büyük önem taşır. Sertlik, dayanım ve aşınma direncine bağlı bir özelliktir. Bir malzeme ne kadar sert ise dayanımı o kadar yüksek ve aşınma direnci o kadar fazladır. Makine elemanlarında kullanılan malzemelerin ömrü, sertlikleriyle yakından ilişkilidir. Ayrıca, sert malzemelerin içyapıları düzensiz ve stresli olduğundan, elektriksel iletkenlikleri de genellikle düşüktür. Bu bakımdan malzemelerin sertlikleri ile elektriksel iletkenlikleri arasında yakın bir ilişki vardır. Günümüzde yaygın olarak kullanılan dört çeşit sertlik ölçme yöntemi vardır. Bunlar,

- a) Brinell sertlik ölçme yöntemi,
- b) Rockwell sertlik ölçme yöntemi,
- c) Knoop sertlik ölçme yöntemi,
- d) Vickers sertlik ölçme yöntemidir.

1.14.1. Brinell Sertlik Ölçme Yöntemi

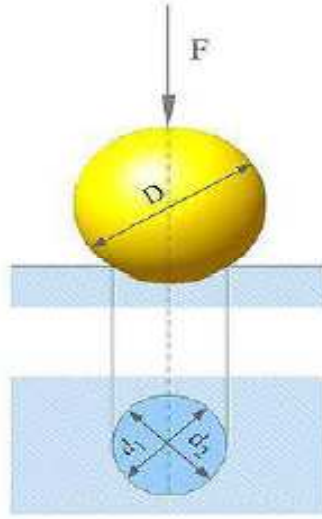
Bu yöntemde batıcı uç olarak sertleştirilmiş çelik küre veya tungsten karbür kullanılmaktadır. Kullanılacak kürenin çapı numune kalınlığına ve malzemenin şekline göre seçilir. Yükün uygulanma süresi 10-15 saniyedir.

Sertliği ölçülecek numune üzerine batırılan çelik küre, hacmi nedeni ile numune üzerine küresel iz bırakır. Şekil 1. 18.' de Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi verilmiştir.

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

$$H_B = \frac{\text{Uygulanan Yk (kgf)}}{\text{İz Yzeyi (mm}^2\text{)}} = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \text{ kgf/mm}^2, \quad (1.9)$$

bağıntısı ile bulunur [74]. Burada F; numuneye uygulanan yk, D; baskı kresinin apı, d; numune zerinde oluřan izin apıdır.



řekil 1. 18. Brinell sertlik lm metodunun řematik gsterimi.

1.14.2. Rockwell Sertlik lme Yntemi

Rockwell sertlik lme ynteminde, standart cihaz ve yzeysel cihaz olmak zere iki tip sertlik lme cihazı kullanılmaktadır. Standart cihazda, 60, 100, 150 kg'lık ktleler kullanılır. Batıcı u olarak, sert malzemeler iin u kısmında tepe aısı 120° olan, 0.2 mm apında yuvarlaklařtırılmıř elmas koni kullanılırken, yumuřak malzemeler iinde 1/16 in (~1.588 mm) apında sertleřtirilmiř elik bilye kullanılmaktadır. Yzeysel cihazlar ok ince ve yumuřak malzemeler iin kullanılmakla beraber, sertlik lmnde 15, 30, 45 g'lık ktleler kullanılır. U olarak standart cihazlarda kullanılan elik bilyeler ve elmas koni yzeysel cihazlarda da kullanılmaktadır. Rockwell ynteminde sertlik, numuneye batan ucun meydana getirdiđi derinlik esas alınarak bulunmaktadırdır. Sertlik lme cihazının hassasiyeti kontrol edildikten sonra sertliđini lmek istediđimiz malzemeye uygun ađırlık ve u seilir. U, malzemeye nce 10 kg'lık bir ktle ile yk uygular. n ykleme ile ncelikle malzemeye temas sađlanır. Bylelikle sertlik lmnde n ykleme ile bir bařlangı noktası tespit edilmiř olur. 10 kg'lık yklemeden sonra cihazın ibresi sıfıra ayarlanarak kalan ađırlıklar yklenir. Bu durumda ucun, sertliđi llen numuneye

batması beklenir. Bir süre sonra son yüklenen ağırlık kaldırılarak sertlik değeri göstergeden okunur. Sertlik ölçümünde uç, numuneye ne kadar derin batarsa numunenin o kadar yumuşak olduğu anlamına gelir [85, 86].

1.14.3. Knoop Sertlik Ölçme Yöntemi

Mekaniksel sertlik ölçme yöntemlerinden biri olan Knoop sertlik ölçme yöntemi, özellikle çok ince ve kırılgan malzemelerin mikrosertlik değerlerinin ölçülmesinde kullanılır. Bu yöntemde amaç, sertliği ölçülecek numune üzerinde sadece küçük bir iz bırakılmasıdır. Bir piramit elmas uç, belirli bir kuvvet ve süre kadar uygulanır. Sonuçta numune üzerinde ancak mikroskopla okunabilecek bir iz oluşur. Knoop sertliği H_K veya K_{HN} ile gösterilir ve aşağıdaki formülle ifade edilir;

$$H_K = \frac{\text{Uygulanan Yük (kgf)}}{\text{İz Yüzeyi (mm}^2\text{)}} = \frac{P}{C_p L^2} \text{ kgf/mm}^2, \quad (1.10)$$

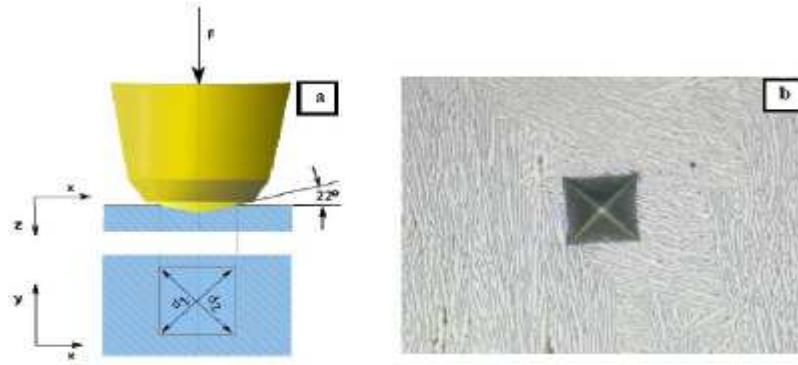
Burada L ; numune üzerindeki izin eksenel uzunluğu, C_p ; düzeltme faktörü (izin şekline bağlıdır ve genellikle 0.070279 değeri kullanılır) ve P ; uygulanan yük miktarıdır. H_K genellikle 100'den 1000'e kadar değişen sertlik değerlerini alır. Bu metotla çok küçük boyutlu malzemelerin bile mikrosertlik değerleri ölçülebilmektedir. Bununla beraber numune üzerinde oluşturulan izin boyutu ölçülürken mikroskobun kullanılmasının zor olması, numuneyi hazırlama ve iz uygulama işlemlerinin zaman alması bu metodun zorluklarındandır [87].

1.14.4. Vickers Sertliği

Vickers sertlik ölçümünde kullanılan uç, yüzeyleri arasında 136° açı bulunan bir elmas piramittir. Darbelere karşı daha hassas olduğundan en sert malzemeler bile bu metotla ölçülebilir. Uygulanan yük 10 ile 1000 g arasında değişmektedir. Uç, numuneye belli bir kuvveti 5-30 saniye kadar uygulayarak, numune üzerinde kare şeklinde iz oluşturur. İzin köşegen boyutları (d), cihaz mikroskobundan okunarak belirlenir. Şekil 1. 19.' da Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi ve batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı verilmiştir.

$$H_V = \frac{2F \sin(\theta/2)}{g.d^2} = \frac{1.854F}{d} \text{ kgf/mm}^2, \quad (1.11)$$

ile verilir. Vickers sertliği yüke bağlı değildir. Vickers metodu çok küçük bölge veya çok ince tabakaların sertliğinin ölçülmesinde avantaj sağlamaktadır. Vickers sertliği (H_v), Brinell sertliğine benzer şekilde, uygulanan kuvvetin iz alanına bölünmesi ile belirlenir. Burada, F ; uygulanan yük, g ; yer çekim ivmesi, d ($d^2 = d_1 \cdot d_2$); izin alanıdır. Vickers sertliği ile çok ince bölge veya tabakaların bile sertliği hassas bir şekilde ölçülebildiğinden, bu metotla ölçülen sertlik değerleri, mikrosertlik olarak da bilinir [85, 86]. Biz tezimizde yer alan mikrosertlik ölçümlerini diğer yöntemlere göre çok daha sağlıklı ve yaygın olarak kullanılan Vickers sertlik analiz yöntemini kullanarak gerçekleştireceğiz.



Şekil 1. 19. (a) Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi, (b) Batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı [86].

1.15. Metalografi

Malzemelerde atomik mertebenin üzerinde homojen sınıflarla ayrılmış ve özellikleri farklı olan bölgelere faz denir. Saf metaller doğal olarak tek fazlıdır. Alaşımlar ise genellikle çok fazlı veya bazı durumlarda da tek fazlı olabilmektedir. Fazların miktarı ve dağılımı malzeme özelliklerini büyük ölçüde etkiler.

Metal malzemelerin faz yapılarını incelemek için kullanılan yöntemler metalografi adı altında toplanır. Metalografik deneylerde malzemedan alınan parça, ışığı yansıtacak düzgün bir yüzey elde etmek amacıyla kabadan inceye doğru gitmek üzere zımparalanıp, çok defa Al_2O_3 gibi sert tozlarla parlatıldıktan sonra bir kimyasal aşındırıcı ile dağlanır. Ortaya çıkan yapı fazları, çıplak göz veya (en fazla 1×10) büyütmeyle görülebiliyorsa makroskobik veya çoğunlukla olduğu gibi mikroskopla seçilebiliyorsa mikroskobiklik söz konusudur. İkinci haldeki faz yapısına mikroyapı

da denir. Şimdi sırasıyla metalografide kullanılan parlatma ve dağlama hakkında bilgi verelim [1].

1.15.1. Parlatma ve Parlatma Araçları

Numuneler kesildikten sonra ve kalıplandıktan sonra, mikroskopik inceleme için parlatılmaları gerekir. Parlatma işlemleri, çeşitli parlatma kademeleri içerir. Her kademedede, bir önceki kademedede kullanılan aşındırıcıdan daha ince aşındırıcı kullanılır ve böylece her kademenin numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon ve çizik en aza indirgenir. Numunelerin parlatılmasındaki başarı, parlatılacak malzemeye uygun yöntem ve aşındırıcının seçimine bağlıdır [1].

1.15.1.1. Aşındırıcılar

1.15.1.1.1. Kaba ve İnce Parlatmada Kullanılan Aşındırıcılar

Aşındırıcıların tane büyüklüğü mehs (aşındırıcı yakalama özelliği) veya mikron cinsinden belirtilir. Zımparalar ise genellikle zımpara numarasıyla ifade edilir. Silisyum Karbür (SiC); sentetik aşındırıcı olup kum ve koktan elde edilir. Mehs sertliği 9.5’ dir ve hegzagonal yapıdadır. SiC taneleri hem toz hem de kağıt veya kumaş üzerine bir bağlayıcı tespit edilerek zımpara şeklinde kullanılır. Zımpara kağıdı; zımparalar yukarıda belirtildiği gibi SiC taneleri veya genellikle tabii %55-75 Al_2O_3 (korindon) ve magnetik tozu ihtiva ederler. Bazen korindon yerine boksitin elektrik fırınında işleme tabi tutulmasıyla elde edilen alüminada (Al_2O_3) kullanılır. Zımpara kağıtları tablo 1. 13.’ de gösterildiği gibi tasnif edilir. Zımpara numarası arttıkça tane boyutunun küçüldüğü tablodan görülmektedir [1, 88].

Tablo 1. 13. Zımpara kağıtlarının tasnifi [1]

Zımpara No’su	Uzun Yazılışı	Kısa Yazılışı	Tane Boyutu (Mikron)
80	4	-	210-177
150	3	-	105-88
180	2	-	88-74
240	1	-	53-45
320	0	1/0	37-31
400	00	2/0	31-27
600	000	3/0	22-18
800	0000	4/0	15-11
1000	00000	5/0	10-7
1200	000000	6/0	6-3
2500	0000000	7/0	3-1

1.15.1.1.2. Kaba ve Nihai Parlatmada Kullanılan Aşındırıcılar

Kaba ve nihai parlatma için genellikle Al_2O_3 , Cr_2O_3 , MgO , Fe_2O_3 veya elmas tozu gibi aşındırıcılar kullanılır. Bunlardan elmas tozu, macun veya sprey şeklinde, diğerleri ise toz veya damıtık su ile süspansiyon halinde kullanılır. Parlatılan numune eğer sudan etkileniyorsa bu durumda etilen, glikol, alkol, kerosen veya gliserin kullanılır. Al, Cu, Ni, Si alaşımlarının parlatılmasında nihai parlatma kademesinde MgO tavsiye edilir. Nihai parlatmada kullanılacak MgO ' in içerisinde suda çözünen diğer alkaliler bulunmamalıdır.

Aksi halde bu tür alkaliler numune yüzeyine leke bırakır ve numune ile kimyasal reaksiyona girerler. Diğer taraftan MgO , yavaşça su ile reaksiyona girerek zamanla magnezyum hidroksil oluşur. Bu da havadaki veya musluk suyundaki CO ile birleşerek karbonat haline dönüşür ve parlatma çarkının üzerinde tortulaşır. Bu durumda parlatma kumaşı ya tamamen değiştirilmeli veya %2 HCl solüsyonunda iyice yıkanmalıdır [1, 88].

1.15.2. Dağlama

Parlatılmış fakat henüz dağlanmamış yüzeylerden istisnai durumlar dışında mikroskop altında görüntü almak neredeyse imkansızdır. Fakat parlatmadan sonra, metal olmayan kalıntılar, porozite, çatlak, yüzeydeki diğer benzer kusurlar kolaylıkla görülebilir. Numunelere çok iyi parlatma işlemi yapılması durumunda dağlama işlemi yapılmadan da mikroyapı görüntüleri alınabilir. Ancak bu durum çok nadir gerçekleşir. Parlatma sonrasında numune yüzeyi oldukça düzdür ve yüzeye düşen ışık demetleri eşit şekilde yansydıklarından, numunelerden bu haliyle görüntü alınamaz. Bu nedenle yapıda kontrast oluşturulması gerekir. Bunun için uygulanması gereken yöntem genel olarak Dağlama (Etching) denilmektedir. Dağlama işlemi uygulanış biçimine göre fiziksel veya kimyasal dağlama olarak iki kısımda değerlendirilir. Fiziksel dağlamada belirli bir enerji uygulanarak (ısı veya yüksek voltaj) yüzeyden atom tabakaları atılır. Kimyasal dağlamada, numune kimyasal maddelerle reaksiyona sokulur ve yüzeyde kontrast oluşturulur. Bu işleme “kimyasal dağlama” veya kısaca “dağlama” denir. Dağlama ile parlatma sonucu görülmeyen mikroyapı karakteristiği açığa çıkmaktadır. Dağlama ayrıca fazların cinsini tayin

etmede, dislokasyonların yerlerini belirlemede ve yönlenme etüdlerinde kullanılır [1].

BÖLÜM 2

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Deney Sisteminin Hazırlanması

Bu çalışmada hızlı katılaştırma metoduyla farklı bileşimlere sahip Al-4,5Mn-X Be (X=0, 1, 3, 5) kuazikristal alaşımları üretilmiştir. Bunun için önce şekil 2. 1’de gösterilen hızlı katılaştırma sisteminin fırınında Al-4,5Mn-X Be (X=0, 1, 3, 5) alaşımları CS yöntemiyle ingot halinde üretilmiş, sonra üretilen bu numuneler hızlı katılma sistemindeki fırında eritilerek şeritler halinde elde edilmiştir. Deney sistemi Erciyes Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik bölümü hızlı katılaştırma grubu tarafından dizayn edilmiştir.

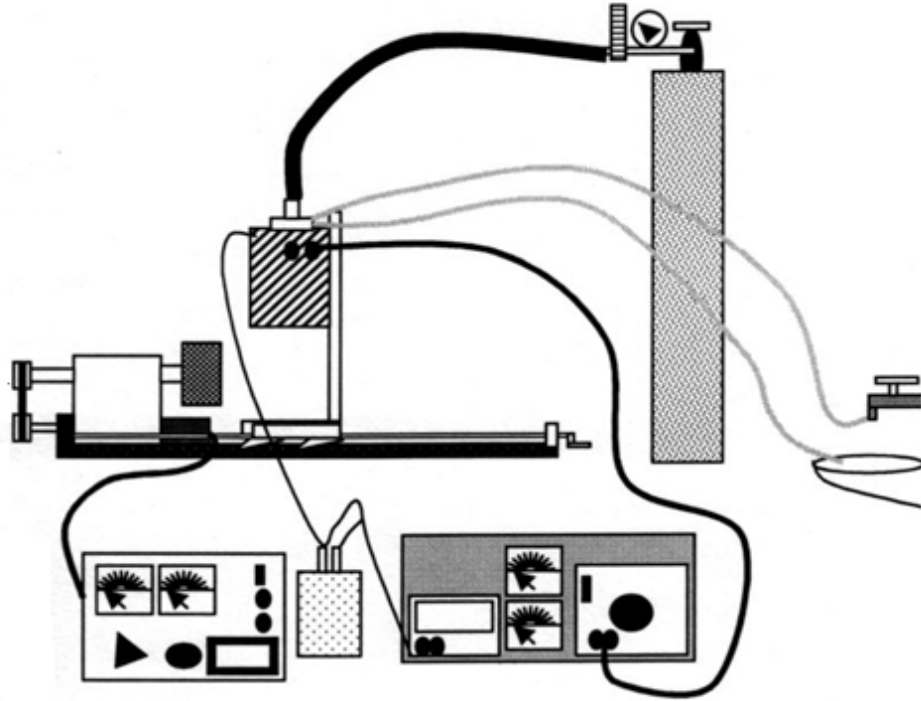
2.1.1. Hızlı Katılaştırma Sistemi

Genel yapısı şematik olarak Şekil 2. 2’ de gösterilen sistem, varyak, ampermetre, termostat, voltmetre, hız ayarlayıcısı, motor, soğutma diskisi ve eritme fırınından oluşmaktadır.

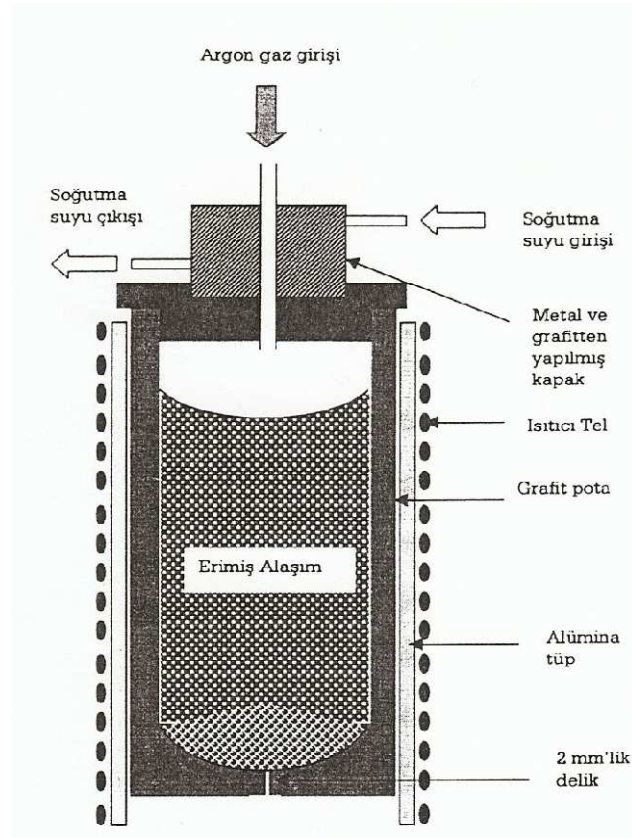
Sistem daha önce kurulmuş olup bu tez aşamasında yeni bir alümina tüp takılarak yenilenmiştir. Seramik bir boru üzerine 0.62 Ω m dirence sahip kantal tel ile 2mm ile 4mm aralıkta 76 sarım yapılarak toplam 18 Ω direnci sağlayacak kadar direnç telleriyle sarılarak fırının ısıtma sistemi oluşturuldu. İçine, erimiş metali içinde bulunduracak olan grafit pota yerleştirildi (Şekil.2. 3). Ayrıca dışarı ile ısı yalıtımını sağlamak için de (20×20×40 cm³) boyutlarındaki sac kutu içerisine etrafına cam elyafı sarılarak yerleştirildi.



Şekil 2. 1. Hızlı katılaştırma deney sistemi.



Şekil 2. 2. Hızlı katılaştırma deney sisteminin şematik olarak gösterimi [1].



Şekil 2. 3. Hızlı katılaştırma sisteminin fırın içi yapısı [1].

Sistemin gövdesi Atinon marka tornanın motoru çıkarılıp yerine 3000 dev/dak.'lık bir motor monte edilerek oluşturuldu. Motor ile disk arasındaki bağlantı kayış-kasnak sistemi ile oluşturuldu. Sağa-sola hareket edebilen torna sehpasının üzerine fırın oluşturuldu. Motorun yüksek devir hızlarında hareket etmemesi için gövde yere monte edildi. Fırının sıcaklığı, grafit potanın iç ve uç noktalarına yerleştirdiğimiz termal çift ile ölçüldü. Varyak ile ısıtma sistemine kontrollü akım verilerek potanın yavaş ve homojen bir şekilde ısıtılması sağlandı. Bunun yanı sıra eriyiğin belli bir basınçta püskürtülmesi amacıyla sisteme uygulayacağımız gaz basıncı için fırının üst kısmına metal bir kapak takıldı. Gazın bulunduğu tüp, kapağa bir hortumla bağlandı. Hortumun zarar görmemesi amacıyla kapağın içine kanal açılarak su bağlantısı yapıldı. Ayrıca döküm esnasında disk üzerine püskürtülen eriyiğin temizlenmesi ve diskin soğutulması, içinden su geçen bakır borunun üzerinde yumuşak bir bez sarılarak yüzeyine temas ettirilmesi ile sağlandı.

2.2. Alaşımların Hazırlanması

Çalışmamızda ağırlıkça %95.5 Al-%4.5 Mn, %94.5 Al-%4.5 Mn-%1 Be, %92.5 Al-%4.5 Mn-%3 Be ve %90.5 Al-%4.5 Mn-%5 Be hazırlamak için Al, Mn, Be

numunelerinden 0.1g hassasiyetli elektronik terazi kullanılarak toplam 100 g olacak şekilde numuneleri tablo 2. 1' deki gibi hazırladık.

Tablo 2. 1. Malzemelerin miktarı

Alaşım	Al Miktarı	Mn Miktarı	Be Miktarı	Toplam Miktarı
%95.5 Al-%4.5 Mn	95.5g	4.5g	-	100g
%94.5 Al-%4.5 Mn-%1 Be	94.5g	4.5g	1g	100g
%92.5 Al-%4.5 Mn-%3 Be	92.5g	4.5g	3g	100g
%90.5 Al-%4.5 Mn-%5 Be	90.5g	4.5g	5g	100g

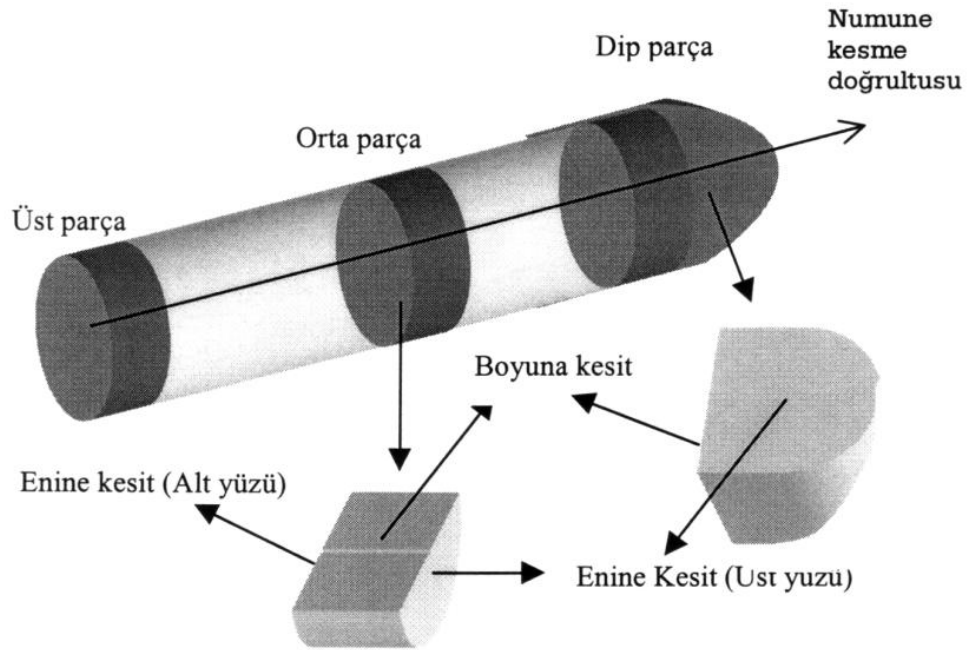
Deney sisteminin hazırlanmasında ayrıntılı olarak anlatılan hızlı katılaştırma sistemi eritme fırını, 800⁰C'ye ayarlandıktan sonra grafit pota (Şekil 2. 4) içerisine alüminyum koyarak fırının içerisine yerleştirdik ve fırın ısınmaya bırakıldı. Sıcaklık istenilen değere ulaştığında Manganez parçalar halinde Al eriyiğinin içine ilave ettik. Mn' nin tamamını ilave ettikten sonra pota içerisindeki Al eriyiği karıştırma çubuğu ile karıştırıldı. Bu işlemler sırasında 30 dakika ara ile fırın açılıp, eriyiğin homojen olarak dağılması için grafit karıştırma çubuğu ile karıştırıldı. Bu işlem en az dört kere tekrarlandı. Sonuçta alaşımı oluşturan numunelerin iyice karıştığına emin olduktan sonra, eriyik haldeki karışım fırından çıkarılıp pota içerisinde açık havada katılaşmaya bırakıldı. Böylece ağırlıkça %95.5 Al-%4.5 Mn içeren ingot alaşımı hazırlanmış oldu. Aynı işlem diğer kompozisyonlarda da tekrarlanarak ingot alaşımlar üretildi.



Şekil 2. 4. Alaşım hazırlamada kullanılan grafit pota

Elde edilen alaşımlardan Şekil 2. 5'de gösterildiği gibi iki uç ve orta noktasından alınan numuneler metalografik çalışmalarda kullanılmak üzere saklandı. Geri kalan kısım ise 20-50 g'lık parçalar halinde kesilerek hızlı katılaşma çalışmalarında kullanıldı. Alaşımın iki uç ve ortasından numune alınmasının sebebi, karışımın homojen olup olmadığı ve

dolayısıyla farklı bölgelerde farklı katılaştırma yapısının gözlenip gözlenmediğinin tespiti içindir.



Şekil 2. 5. İngot numuneden metalografik çalışmalar için numune alınması [1]

2.3. Hızlı Katılaştırılmış Şerit Üretimi

Hızlı katılaştırma sistemi eritme fırınında elde edilen %95.5 Al-%4.5 Mn, %94.5 Al-%4.5 Mn-%1 Be, %92.5 Al-%4.5 Mn-%3 Be ve %90.5 Al-%4.5 Mn-%5 Be alaşım numuneleri yaklaşık 20-50 g' lık parçalara ayrıldı. Normal katılaştırılmış ingot alaşımlarının en üst ve en dip kısımları, kirlilik olabileceği düşüncesi ile hızlı katılaştırma çalışmalarında kullanılmadı. Sistemde fırın-disk yüzeyi arasındaki mesafe 5 mm' ye ayarlandı. Fırına bağlı varyağın gerilim değeri 5 dakika ara ile %10 artırılarak fırın sıcaklığı kontrollü bir şekilde artırıldı. Yaklaşık fırının sıcaklığı 300⁰C'ye ulaştığında, ingot alaşımdan hazırlanmış küçük parçalardan 30 g civarındaki alaşım grafit potaya konulup fırına yerleştirilerek argon gazı uygulanacak kapak kapatıldı. Bağlantı hortumunun sıcaktan etkilenmemesi için kapaktan su geçişi sağlandı. Diskin dönme hızı 10 m/s' ye ayarlanıp sabitlendi. Daha sonra fırın yatay doğrultuda hareket ettirilerek disk üzerine getirildi. Fırının sıcaklığı 850⁰C'ye ulaştığında, argon (Ar) gazı açılarak, 80 kg/cm² lik bir basınçla eriyik haldeki alaşım 2 mm çaplı delikten hızla dönen diskin üzerine püskürtüldü. Eriyik disk yüzeyinde ince bir şerit halinde çok hızlı bir şekilde katılaşarak yatay atış hareketi ile yere düştü ve şeritler elde edildi. Bu

işlemler numunenin farklı yerlerinden alınan her bir parça için diskin değişik hızları (10m/s ve 35m/s) için tekrarlandı ve hızlı katılaşmış şeritler elde edildi.

2.4. Metalografik Çalışmalar

2.4.1. Numunelerin Kesilmesi

Üretilen ingot metal numuneleri istenilen boyutlarda kesmek için Metacut-M 250 kesme aleti ve 250 mm çaplı, 1.5 mm kalınlığında Dimos-M elmas kesici kullanıldı. Burada dikkat edilmesi gereken husus, kesme esnasında numunede herhangi bir yapı değişiminin oluşmasına engel olmaktır. Örneğin düşük erime sıcaklığına sahip bir malzeme kesim esnasında ısınabilir ve eriyebilir. Keski kullanarak yapılan kesme işlemlerinde ise yapıda bozulmalar olabilir. Prensip olarak, numune yapısında minimum yapı değişimi yapan ve en az ısı oluşturan kesme tekniğinin kullanılması gerekir. Ingot alaşım numunesinin kumpas ile boyu ölçülür ve numune enine 2.5 cm' lik dilimler halinde, numunedeki tane yapısına zarar vermeden ve en az ısı oluşturacağı düşünülen Metacut-M 250 kesme aleti ile yavaş yavaş kesilir. Aynı yöntemle enine kesilen parçaların bazıları da boyuna kesilir. Enine ve boyuna kesitleri alınan numune, kalıplama ve zımparalamaya hazır hale gelmiş olur.

2.4.2. Numunelerin Kalıplanması

Hazırladığımız ingotların uç orta kısımlarından kesilerek alınan parçalar daha önce hazırlanan plastikten yapılmış kalıp kutularına enine ve boyuna kesitler incelenecek şekilde yerleştirildi. Şeritler ise kesitlerinin net incelenebilmesi için kalıp kutularına yerleştirildi.

Kalıplamada soğuk kalıp tekniği kullanıldı. Epoxi-Resin ve Hardener 15:2 oranında kullanılarak hazırlanan karışım, kalıplanacak numunenin konulduğu kutulara dolduruldu. Kutular düz bir satıhta katılaşmaya bırakıldı (yaklaşık olarak 48 saat). Böylece istenilen kalıplar elde edilmiş oldu.

2.4.3. Numunelerin Zımparalanması

Zımparalama işlemleri Fen Fakültesi Fizik Bölümü katıhal laboratuvarında bulunan cihazlar kullanılarak yapıldı. Zımparalama esnasında cihazın su bağlantısı açılarak numunelerin su ile zımparalanması sağlandı. Böylelikle numunenin hem ısınması engellendi, hem de homojen bir temas sağlandı. Zımparalamanın düzgün ve itinalı

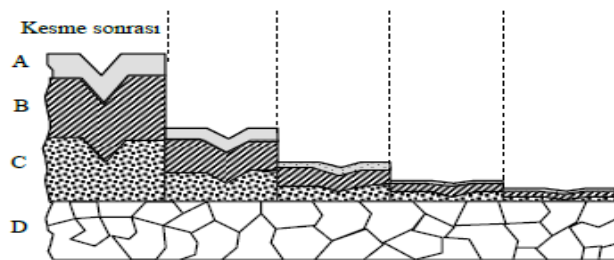
yapılması fotoğraf çekmede odaklama kolaylığı sağlamaktadır. Her bir zımparalama kademesinden sonra numune yüzeyinin düz olmasına ve derin çiziklerin giderilmiş olmasına dikkat edildi. Numunelerin zımparalanması Silisyum Karbür (SiC) taneleri ve magnetit tozu içeren zımpara kâğıtlarıyla yapıldı. Kullanılan zımpara kâğıtları ve tane büyüklükleri Tablo 2. 2’de verildi.

Ayrıca numune yüzeyinde zımparalama işlemiyle oluşan şekil değişikliğinin şematik gösterimi Şekil 2. 8’de verildi.

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 sınıflandırılır. Numuneler, 100 gridlik zımpara kâğıdından başlayarak 2500 gride kadar, kabadan inceye doğru kademeli olarak zımparalanır. Her bir numune kaba zımparalarla 10-15 dakika, ince zımparalarla ise 20-25 dakika süreyle zımparalandı.

Tablo 2. 2. Bazı zımpara kâğıtları ve tane büyüklükleri [88].

Zımpara Tane No (Grid)	Tane Boyutu (μm)
600	22-18
800	15-11
1000	10-7
1200	6-3
2400	3-1



Şekil 2. 6. Numune kesme cihazı ile kesilmiş numunedeki yüzey durumu (A, B, C tabakaları zımparalama işlemiyle oluşan şekil değişikliklerini D ise orijinal iç yapıyı göstermektedir) [89].

2.4.4. Numunelerin Parlatılması

Parlatma işlemleri bölümümüz katihal laboratuvarında bulunan cihazlar kullanılarak yapıldı. Dönüş hızı ayarlanabilen parlatma cihazına parlatılacak numuneye uygun parlatma kumaşları takıldı. Kaba ve ince parlatma için farklı tane büyüklüğüne sahip elmas süspansiyonlar kullanıldı. Parlatma işleminde kullanılan elmas süspansiyonlar

sırasıyla 6 ve 3 μm tane büyüklüğüne sahip elmas çözeltilerdir. Parlatma sırasında her bir elmas süspansiyon için ayrı metal diskler üzerine yapıştırılmış parlatma kumaşları kullanıldı. Numune ile parlatma kumaşı arasında yumuşak bir temas sağlamak ve nem miktarını ayarlamak amacıyla elmas süspansiyon ile birlikte Struers Depif yağlayıcı (lübrikant) kullanıldı. Parlatma sırasında disk dönerken ıslaklık azaldıkça, numune yüzeyine parlaticı çözeltiler yapışabilmekte ve yüzeyde leke oluşturabilmektedir. Disk üzerindeki kumaşın kurumaması için zaman zaman çözelti veya yağlayıcı ilavesi yapıldı. 6 ve 3 μm ' lik parlatma çözeltileri kullanıldı. Numuneler her bir çözelti ile ortalama 5-10 dakika parlatıldı. Parlatma sırasında elmas çözeltinin disk üzerinde homojen dağılmasına dikkat edildi. Her aşama sonunda numune bol damıtık su ile yıkandı ve ultrasonik temizleme işlemine tabi tutuldu. Her bir parlatma kademesi değişiminde 5-10 dakika süreyle ultrasonik temizleme yapılarak numunenin yüzeyinde biriken kirlilikler temizlendi. Numunelerin ultrasonik temizlenmesinde Struers Metason 120 tipi ultrasonik temizleme cihazı kullanıldı. Ultrasonik temizleme cihazının haznesine su dolduruldu. Haznedeki su içine yerleştirilen behere saf su konuldu. Numune bu behere cımbız yardımıyla yerleştirildi. Numune yüzeyi 5-10 dakika süreyle ultrasonik sistemle temizlendi. Artık numune yüzeyi dağlanmaya hazır duruma geldi. Tablo 2. 3' de bu tez çalışmasında kullanılan çözelti ve kumaşların özellikleri verildi.

Tablo 2. 3. Parlatmada kullanılan çözelti ve kumaşlar.

Çözeltinin Tane Büyüklüğü	Çözeltinin Özelliği	Parlatma Kumaşı	Kullanılan Yağlayıcı
6 μm	Struers Elmas Çözelti Monokristal, Samex	Struers Polifloc3 200 mm çapında	Struers Depif Mavi renkli
3 μm	Struers Elmas Çözelti Monokristal, Samte	Struers Polifloc3 200 mm çapında	Struers Depif Mavi renkli

2.4.5. Numunelerin Dağlanması

Her ne kadar parlatma sonucunda numunenin yüzeyi düzgün, pürüzsüz ve ayna gibi parlak olsa da numune yüzeyinde renk farklılığı (kontrast) oluşturmada mikroskopta inceleme yapmak mümkün değildir. Mikroyapı analizi için numunenin dağlanması gerekmektedir. Dağlama sonucunda mikroyapı karakteristikleri ortaya çıkarılır. Metalografide elektrolitik dağlama ve kimyasal dağlama olmak üzere iki çeşit dağlama vardır. Elektrolitik dağlama ile yüzeyden atom tabakaları atılır. Bunun için belirli bir enerjiye ihtiyaç vardır. Bu enerji, ısı veya yüksek voltaj uygulanarak sağlanabilir [90].

Kimyasal dağlama işlemi, yüzeyi istenen kalitede temizlenmiş ve pürüzsüz hale getirilmiş numunenin, dağlama çözeltisine uygun sürelerde daldırılmasıyla yapılmaktadır. Dağlama işleminde en önemli nokta metalik malzeme için uygun dağlama çözeltisini seçmektir. Dağlama işlemi sonunda parlatılmış yüzey, çözeltinin etkisiyle renk değiştirir ve donuklaşır. Dağlamanın yeterli olup olmadığına mikroskopla numuneye bakılarak karar verilir. Dağlama, tane sınırlarının açığa çıkarılması, fazların tayin edilmesi ve dislokasyonların belirlenmesi gibi durumlarda yapılmaktadır [75]. Bu tez çalışmasında, numunelerin tane sınırlarını ve mikroyapı özelliklerini ortaya çıkarmak için numune yüzeyine uygun bir reaktif tespit edilerek kimyasal dağlama tekniği uygulandı. Al-4,5Mn-X Be (X=0, 1, 3, 5) (ağ.) alaşım sistemleri için literatürlerden faydalanarak uygun dağlayıcı çözeltileri hazırlandı. Çözelti bileşenlerinin oranları değiştirilerek mikro yapıyı en iyi ortaya çıkaran dağlayıcılar tespit edildi. Çalışılan alaşım sistemleri ve bu alaşım sistemlerine uygun dağlama çözeltileri ve dağlama süreleri Tablo 2. 4' de verildi.

Tablo 2. 4. Al-4,5Mn-XBe (X=0, 1, 3, 5) alaşım sistemlerine uygulanan dağlayıcılar.

Alaşım Sistemi	Dağlama Çözeltisi	Dağlamanın Uygulanması
Al-4,5Mn-XBe (X=0, 1, 3, 5)	1,25 ml Nitrik asit 0,75 ml Hidroklorik asit 0,25 ml Hidroflorik asit 47,75 ml Su	Oda sıcaklığında ve çözeltiye daldırarak. Dağlama süresi:30-60 s

2.5. Mikroyapıların Gözlenmesi

Üretilen her bir numunenin uygun bölgelerinden kesitler alınıp soğuk kalıplama yöntemiyle kalıplandıktan sonra metalografik işlemlere tabi tutuldu ve uygun dağlayıcılarla dağlandı. Üretilen her bir numunenin mikroyapı fotoğrafları SEM ile çekildi.

Numunelerin SEM fotoğraflarının çekimleri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde (TAUM) bulunan LEO 440 marka bilgisayar kontrollü dijital SEM ile yapıldı Bu mikroskop, 40 kV hızlandırma voltajlı ve ikincil ve geri yansımali elektron detektörüne sahip $\times(5-300.000)$ kat büyütme kapasitelidir. Ayrıca farklı fazların tane yönelimini tespit edebilme özelliği bulunmaktadır. SEM ile fotoğraf çekimine geçmeden önce, parlatılmış ve dağlanmış olan numuneler, kaplama ünitesine

yerleştirildi ve yüzeyleri yaklaşık 10-40 nm kalınlığında gümüş tabaka ile kaplanarak vakum altına alındı. Burada elektron demetinin yüzeyden daha iyi saçılması ve görüntünün daha iyi kontrast ve netliğe sahip olması amaçlanmıştır. Bu işlemten sonra gümüş tabaka ile kaplanmış numuneler, SEM'in vakum haznesi içindeki numune tablası kısmına yerleştirilerek numunelerin uygun bölümlerinden farklı büyütmelerde fotoğrafları çekildi çekilen SEM fotoğraflarının tamamında back-scatter dedektör kullanılmıştır.

2.6. X-Işınları Toz Difraktometresi

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

Bragg Brentano geometrisine göre çalışan bir sistem olup, ölçümlerde 40 kV ve 40 mA' de elde edilen Cu K α ışınları kullanıldı. Sistemde monokromatize X-ışını elde etmek için grafit monokromatör veya filtreler kullanılmaktadır. Ölçümler $10^{\circ} \leq 2\theta \leq 90^{\circ}$ aralığında 0.002° (2θ)' lık açı tarama miktarı ile yapıldı. X-ışını demetinin kalınlığını uygun hale getirmek için difraktometre girişine 1 mm' lik ve çıkışına da 0.1 mm' lik filtreler yerleştirildi. Numuneden difrakte olan X-ışınları NaI (Tl) tipi sintilasyon dedektörü ile toplanmakta ve sisteme bağlı bulunan bilgisayar ünitesi yardımıyla değerlendirilmektedir [80]. 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.

2.7. Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Üretilen Al-Mn-Be alaşımlarının Faz dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek için Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde bulunan Şekil 2. 9' deki DIAMOND PERKIN ELMER Marka TG-DTA ve PERKIN ELMER SAPPHIRE marka DSC kullanıldı.

DSC, numune ısıtılırken, soğutulurken ya da sabit sıcaklıkta tutulurken alınan ya da verilen ısı (enerji) miktarını ölçen bir cihazdır. Bu cihaz, referans ile numuneden gelen

(ya da uzaklaşan) ısı farkını zamana veya sıcaklığa bağlı olarak gösterir. Numunenin sıcaklığa göre verdiği tepkiler o numunenin yapısı, kalitesi, saflığı ve dayanıklılığı gibi birçok özelliği hakkında bilgi verir.



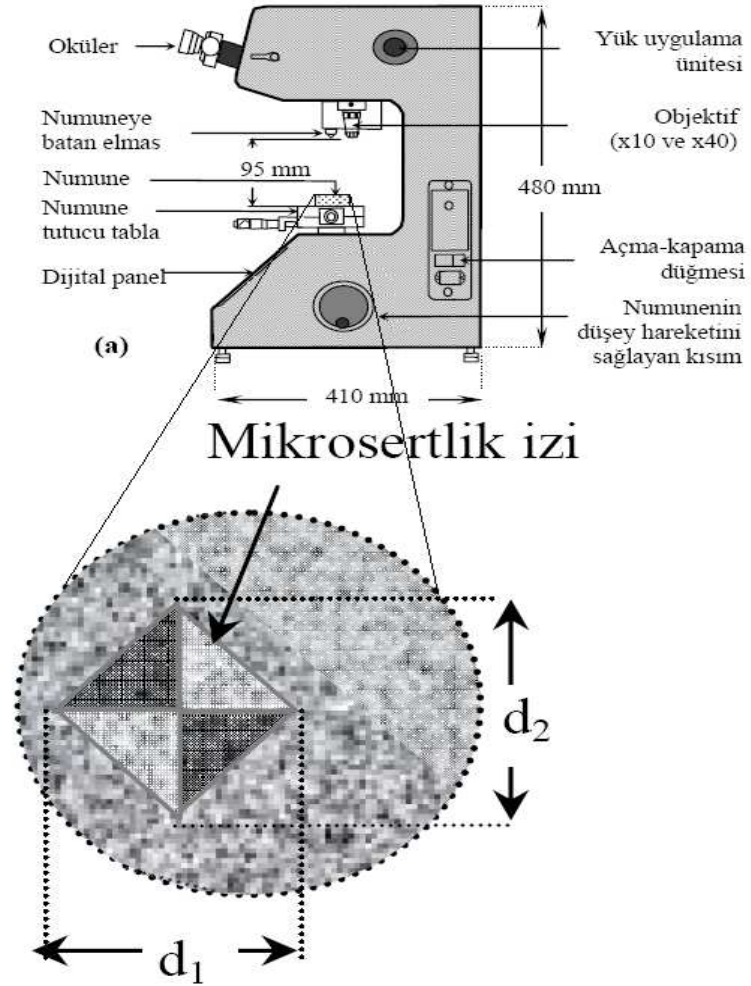
Şekil 2. 7. Perkin Elmer - Sapphire DSC ve Diamond TG/DTA cihazları.

DSC ile DTA aynı ölçüm prensiplerine göre çalışır. DSC’ de referans numunesi ile sıcaklık farkı saptanırsa o zaman sıcaklığı aynı tutabilmek için numuneye verilen ısı (enerji) miktarı değişir. Bu değişim sayısal veri olarak bilgisayara aktarılır ve numunedeki faz değişimi sırasındaki ısı akışı belirlenir. Buradaki deneylerde numunelerdeki faz geçişleri, kararlı ve yarı kararlı fazları belirlemek için DSC ve DTA cihazları kullanıldı. DSC ölçümleri; yaklaşık 20-25 mg ağırlığında numuneler kullanılarak 30–700 °C arasında 10 °C/dak artış hızında sürekli devam eden azot atmosferi altında yapıldı. Ayrıca, referans ve numune kabı olarak 6 mm çapında bakır kaplar kullanıldı. Benzer şekilde DTA ölçümleri; yaklaşık 30-40 mg ağırlığında 50-1000 °C arasında 20 °C/dak artış hızında sürekli devam eden azot atmosferi altında yapıldı.

2.8. Mikrosertlik Değerlerinin Ölçülmesi

Numunelerin mikroyapı fotoğrafları SEM ile çekildikten sonra mikrosertlik ölçümleri Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Fakültesinde bulunan sertlik cihazı kullanılarak ölçüldü. Mikrosertlik ölçümlerinde, şematik yapısı Şekil 2. 10’de verilen Future Tech FM-700 model dijital mikrosertlik ölçüm cihazı kullanılmıştır. Bu cihaz 10, 25, 50, 100, 200, 300, 500 ve 1000 g’ lık yük uygulayabilen, %5 hassasiyette ölçüm alabilen ve elektronik olarak sertlik değerini kendisi hesaplayabilen bir cihazdır. Kendi üzerinde

fotoğraf çekme ünitesi olup $\times 200$, $\times 500$ ve $\times 1000$ büyütme değerlerindeki objektiflerle fotoğraf çekebilme özelliklerine sahiptir.



Şekil 2. 8. Mikrosertlik ölçüm cihazının şematik gösterimi.

BÖLÜM 3

BULGULAR

3.1. X-Işını Yapı Analizi

Normal katılaştırma yöntemiyle elde edilen ingot Al-%5Mn-%X Be (X= 0, 1, 3, 5) (ağ.) alaşımları toz haline getirilerek, hızlı katılaştırmayla elde edilen şeritler ise olduğu gibi X-ışını difraksiyon işlemine tabi tutuldu. Böylece numune içindeki farklı fazların, parlatma ve dağlama işleminde kullanılan farklı kimyasal maddelerden etkilenerek orijinal hallerinin bozulma ihtimali engellendi. Numuneler cam bir lam üzerine konularak difraktometrenin tablasına yerleştirildi. Aletin jeneratör kısmı çalıştırılarak 40 kV ve 40 mA değerine ayarlandı, Ni filtre ile dalga boyu 1.5406 Å olan tek renkli Cu K α ışınımı kullanıldı. Detektör minimum 5°'den başlayarak 90°'ye kadar ($5 \leq 2\theta \leq 90$) dakikada 5° artırılarak ve 0.002° örnekleme aralığı kullanılarak ölçümler yapıldı. Yapılan X-ışını difraksiyonu sonucunda elde edilen veriler daha sonra bilgisayarda değerlendirildi. X-Işını kırınımı analizlerinde karşılaşılan en önemli güçlüklerden birisi, incelenen numunenin örgü parametrelerinin en hassas şekilde nasıl tespit edileceğidir. Bu durum bilhassa katı çözeltilerle ilgilidir.

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

$$a = d(h^2 + k^2 + l^2) \quad (3.1)$$

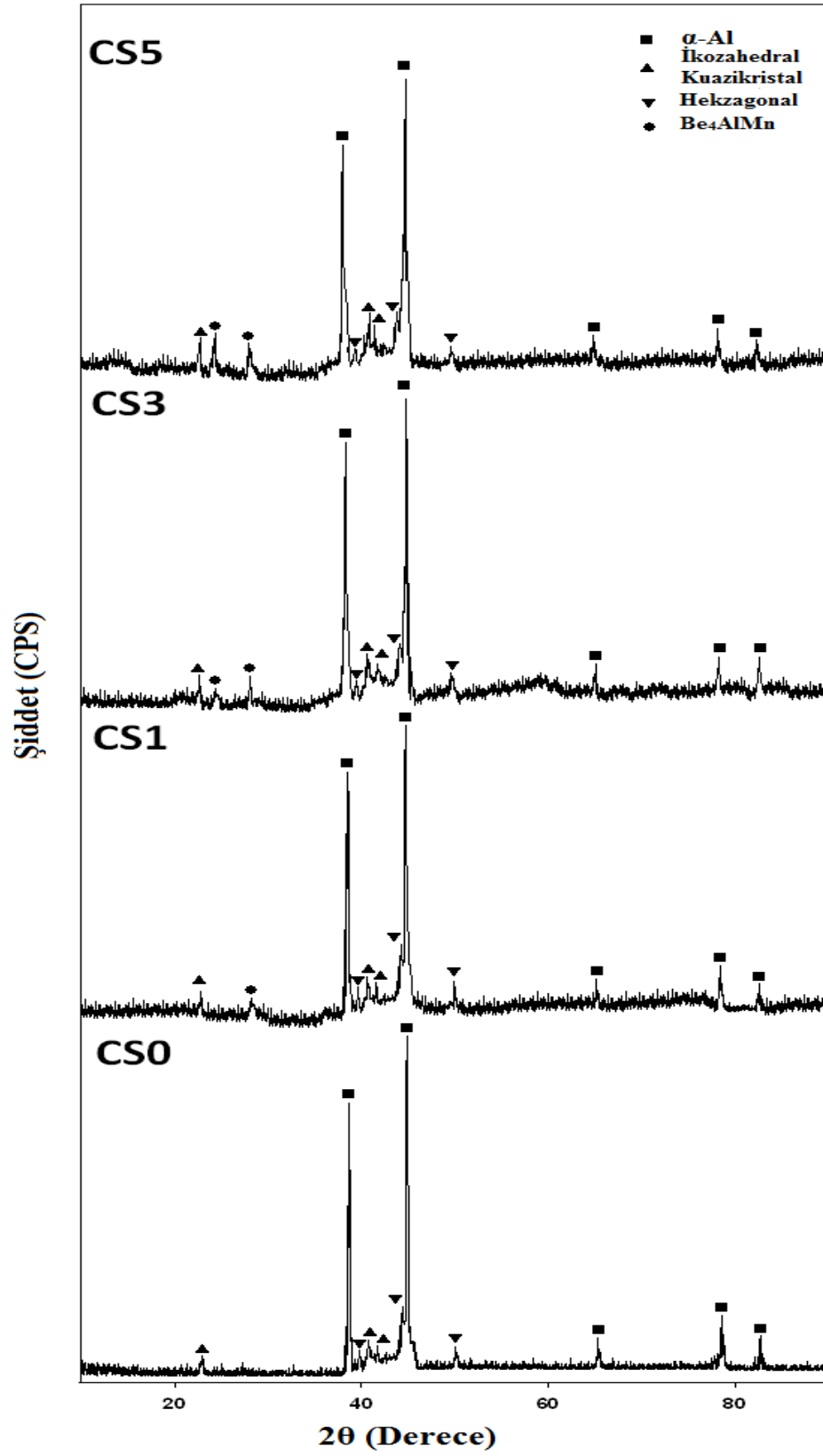
şeklinde doğru orantılıdır. Burada h, k ve l kırınımın olduğu düzlemleri tanımlayan miller indisleridir. Bir düzlem takımı için Bragg açısı ölçülürse d mesafesi,

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3.2)$$

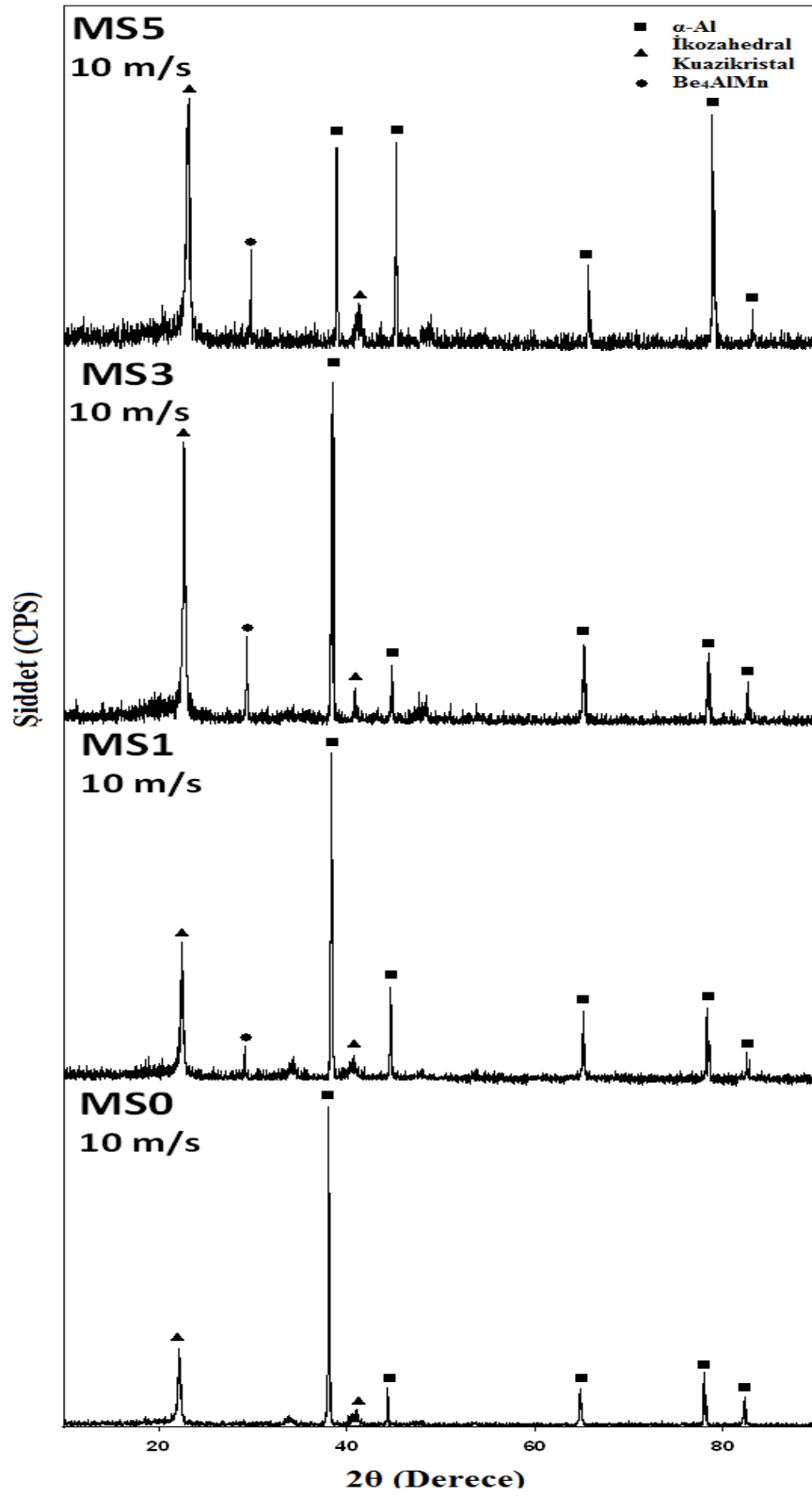
eşitliği ile hesaplanabilir. Örgü parametresi a, d' ye bağlı olarak Eşitlik 3.1' e göre hesaplanır. Eşitlik 3.2' ye göre d' deki (buna bağlı olarak a' da ki) hassasiyet ölçülmüş bir miktar olan θ ya değil $\sin\theta$ ya bağlıdır. Dolayısıyla büyük θ değerlerinden

hesaplanan d ve buna bağılı olarak da a daha hassas olacaktır. Bu çalışmada $5 \leq 2\theta \leq 90$ aralığında yapılan analizler α -Al' a ait örgü parametresinin hesaplanmasında kullanılmıştır. Ayrıca hassasiyeti arttırmak için, tarama hızı faz analizi gözlemlerine göre çok daha düşük tutulmuştur. Sonuçlar Şekil 3. 1 - 3. 3'de verilmektedir.

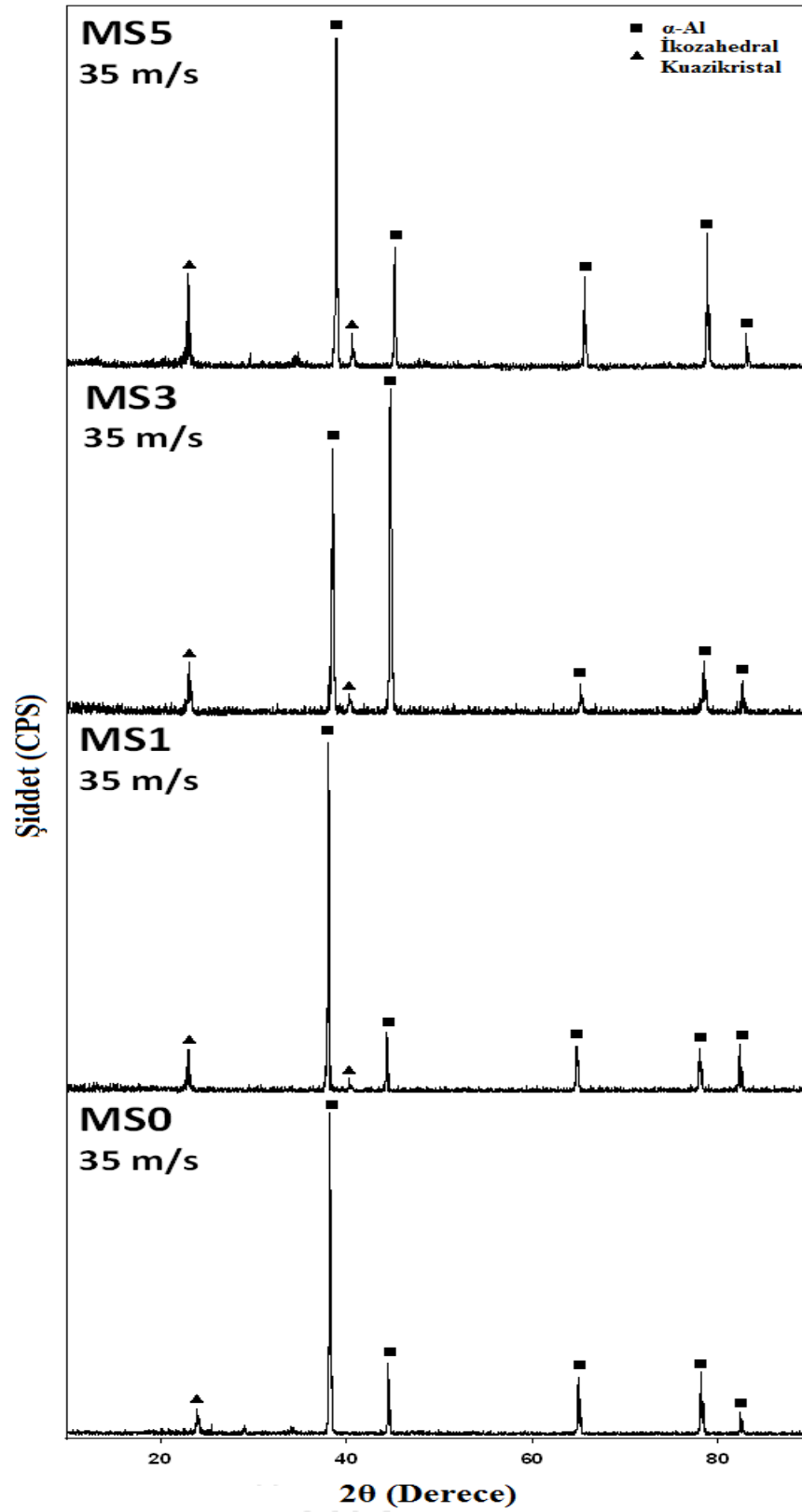
Şekil 3. 1 – 3. 3'de CS yöntemiyle katılaştırılmış ingot ve MS yöntemiyle 10 ve 35 m/s katılma hızlarında katılaştırılmış Al-%5Mn-%X Be ($X = 0, 1, 3, 5$) alaşımlarına ait XRD pikleri görülmektedir. Şekil 3. 1 geleneksel yöntemle katılaştırılmış CS0, CS1, CS3 ve CS5 alaşımlarına ait difraksiyon piklerine ait olup; CS0 alaşımında Al-Mn faz diyagramından da [93] beklendiği gibi IQC ($a=0.46$ nm), hekzagonal ($a = 1.22736$ ve $c = 2.45396$ nm) ve α -Al ($a=0.4040$ nm) katı çözelti fazları karşımıza çıkmaktadır. Hexagonal ($a = 1.22736$ ve $c = 2.45396$ nm) faza ait pikler de beklendiği gibi 41° ve 51° de gözlenmektedir. CS1, CS3 ve CS5 alaşımlarında ise Be miktarı sırasıyla %1, 3 ve 5 oranında katılanmış olup IQC, hekzagonal ve α -Al fazlarına ilave olarak intermetalik Be_4AlMn fazı gözlemlenmiştir. Artan Be oranıyla birlikte de bu fazlara ait piklerin şiddeti artmaktadır. Şekil 3. 2. MS metoduyla 10 m/s hızda katılaştırılmış MS0, MS1, MS3 ve MS5 alaşımına ait pikleri içermekte olup MS0 numunesinde IQC ve α -Al ($a=0.4039$ nm) fazları bulunmaktadır. MS1, MS3 ve MS5 numunelerinde ise IQC, intermetalik Be_4AlMn ve α -Al fazları yer almakta olup artan Be miktarıyla da bu fazların şiddetleri artmaktadır. Şekil 3. 3 en yüksek katılaştırma hızı olan 35 m/s hızla katılaştırılmış alaşımlara ait olup bu hızda katılma hızlarında sadece IQC ve α -Al ($a=0.4037$ nm) fazları yer almaktadır. En yüksek katılma hızı olan 35 m/s' de α -Al fazı içerisinde Mn ve Be çözünmektedir. Hızlı katılma olayının doğasında çözünürlük artışı yer almakla birlikte bu çözünürlük artışını da üç farklı sebeple açıklayabiliriz; i) Alüminyuma ait pikler incelenirse katılma hızı arttıkça α -Al'a ait pik açılarının saf alüminyuma göre arttığı gözlenmektedir, bu artış kafes içerisinde alüminyum haricinde farklı atomların yer aldığını ve çözünme olayının gerçekleştiğini bizlere göstermektedir. ii) Diğer taraftan α -Al' a ait kafes parametresinin (kübik fcc) $a=0.4040$ nm' den (kübik fcc) $a=0.4037$ nm' ye katılma hızının artmasıyla birlikte düştüğü ve bu değerlerinde saf alüminyuma ait (kübik fcc) $a=0.4049$ nm [92] değerinden daha düşük olduğu XRD analizinden anlaşılmaktadır, bu ise çözünürlüğün artmasının bir işaretidir. Son olarak çözen elementin atom yarıçapının Al (0.143 nm), çözünen elementlerin atom yarıçapla-



Şekil 3. 1. Geleneksel döküm (CS) yöntemi ile üretilen Al-4.5Mn-XBe (X = 0, 1, 3, 5) ingotlarının XRD desenleri.



Şekil 3. 2 Melt-spinning (MS) yöntemi 10 m/s disk dönme hızı ile üretilen Al-4.5Mn-XBe (X = 0, 1, 3, 5) alaşımlarının XRD desenleri.



Şekil 3. 3 Melt-spinning (MS) yöntemi 35 m/s disk dönme hızı ile üretilen Al-4.5Mn-XBe (X = 0, 1, 3, 5) alaşımlarının XRD desenleri.

rına Mn (0.126nm) ve Be (0.146 nm) yakın olması bu çözünürlük artışına katkıda bulunmuştur. Ayrıca artan Be miktarı hexagonal fazın azalarak intermetalik Be₄AlMn ve IQC fazın güçlenmesine sebep olmuştur. Yüksek katılma hızlarında da çözünürlüğün artmasıyla birlikte çekirdeklenme esnasında birincil IQC fazı ile α -Al temel fazı aynı yönde büyümüştür. Bu sebeple α -Al yönünde büyüyen faz yapısı çoğalıp 35 m/s katılma hızında üretilen alaşım şeritleri daha homojen ve daha düzenli faz karakteristiğine sahip olup bu hızda karşımıza α -Al temel matrisiyle birlikte α -Al+IQC fazı çıkmaktadır.

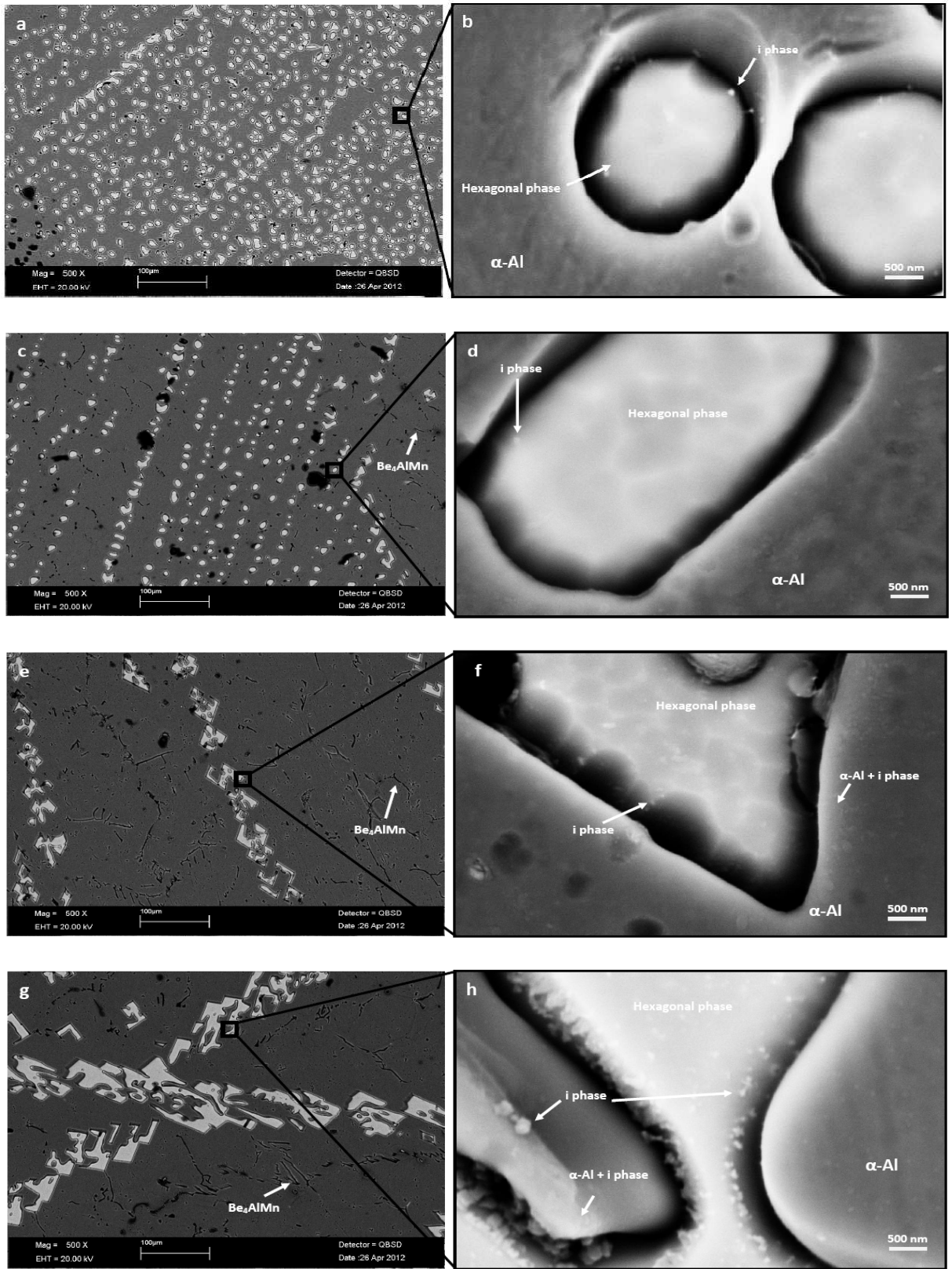
3.2. SEM ile Mikroyapı Analizi

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

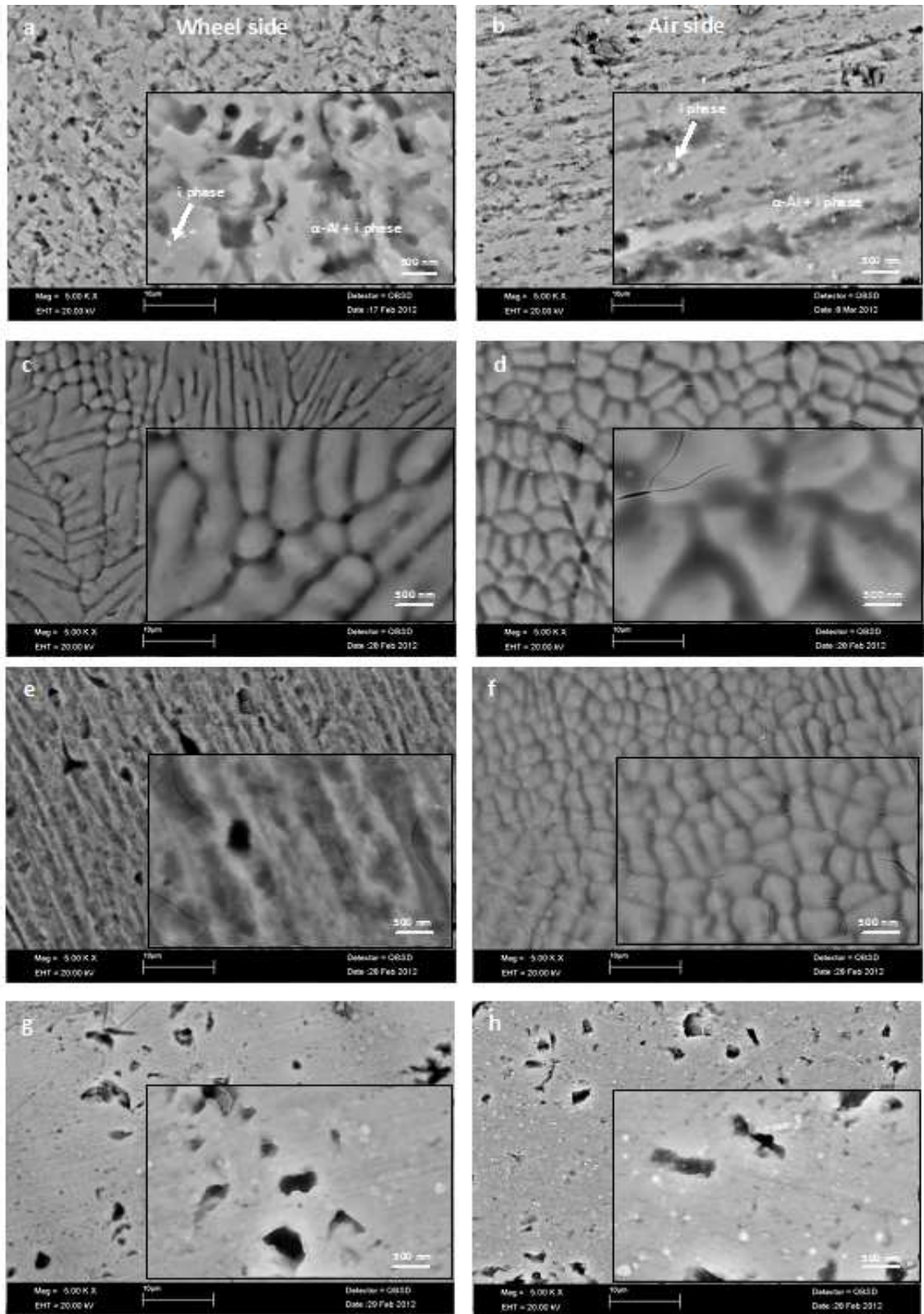
Mikroyapı araştırmalarında esas amaç, fazları alaşım içerisinde tespit etmek ve alaşımları oluşturan fazların görünümünü ayrıntılı olarak analiz etmektir. CS ve MS yöntemiyle elde edilen numunelerin SEM incelemeleri morfolojik özelliklerini tespit etmek için yapılmıştır. Şekil 3. 4 - 3. 6 CS ve MS yöntemiyle üretilmiş farklı miktarda Be içeren alaşım numunelerinin mikro yapılarını göstermektedir. Şekil 3. 4a CS0 alaşımına ait olup mikroyapı kaba nokta şeklindeki dairelerden oluşmaktadır. Bu noktaların büyüklüğü yaklaşık 7-8 μ m'dir. Şekil 3. 3b ise aynı numunenin yüksek büyütme oranındaki fotoğrafı olup kaba noktaların içerisindeki hücrel hegzagonal ve dentirik IQC fazını ayrıntılı olarak göstermektedir. Şekil 3. 4 c-h CS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn alaşımına sırasıyla %1, 3 ve 5 oranında Be ilave edilerek üretilen alaşımların mikroyapısını göstermektedir. CS1 numunesinin mikroyapısı CS0 numunesinin mikroyapısına benzemekle birlikte Şekil 3. 4 d' de yüksek büyütme oranında hegzagonal faz ve IQC fazına ilaveten iğne biçiminde Be₄AlMn fazı görülmektedir. %3 Be ilavesinde ise mikroyapı tamamen değişmektedir. Kaba nokta şeklindeki mikroyapıdaki görünüm dörtgen biçimli tetragonal yapıya dönüşmektedir.

Mikroyapıdaki tetragonlar ortalama 10-15 μm büyüklüğündedir. %5Be ilavesinde ise yapıda görülen IQC fazı, hekzagonal faz ve iğne biçimli Be_4AlMn fazı oldukça büyümektedir ve i fazı dendrit ve nokta şeklinde iki farklı formda karşımıza çıkmaktadır (Şekil 3. 4 h). Daha önce yapılan çalışmaları incelediğimizde Al-4,5Mn alaşımında mikroyapıyı etkileyen Be katkı miktarının %0.68 ile %4 aralığında katkılanan Be miktarına bağlı olarak değiştiği bilinmektedir [94-105]. Bizim çalışmamızda Be'un mikroyapıyı etkileyen kritik katkı miktarı %3 olup bu katkı miktarının üzerinde mikroyapı değişmektedir.

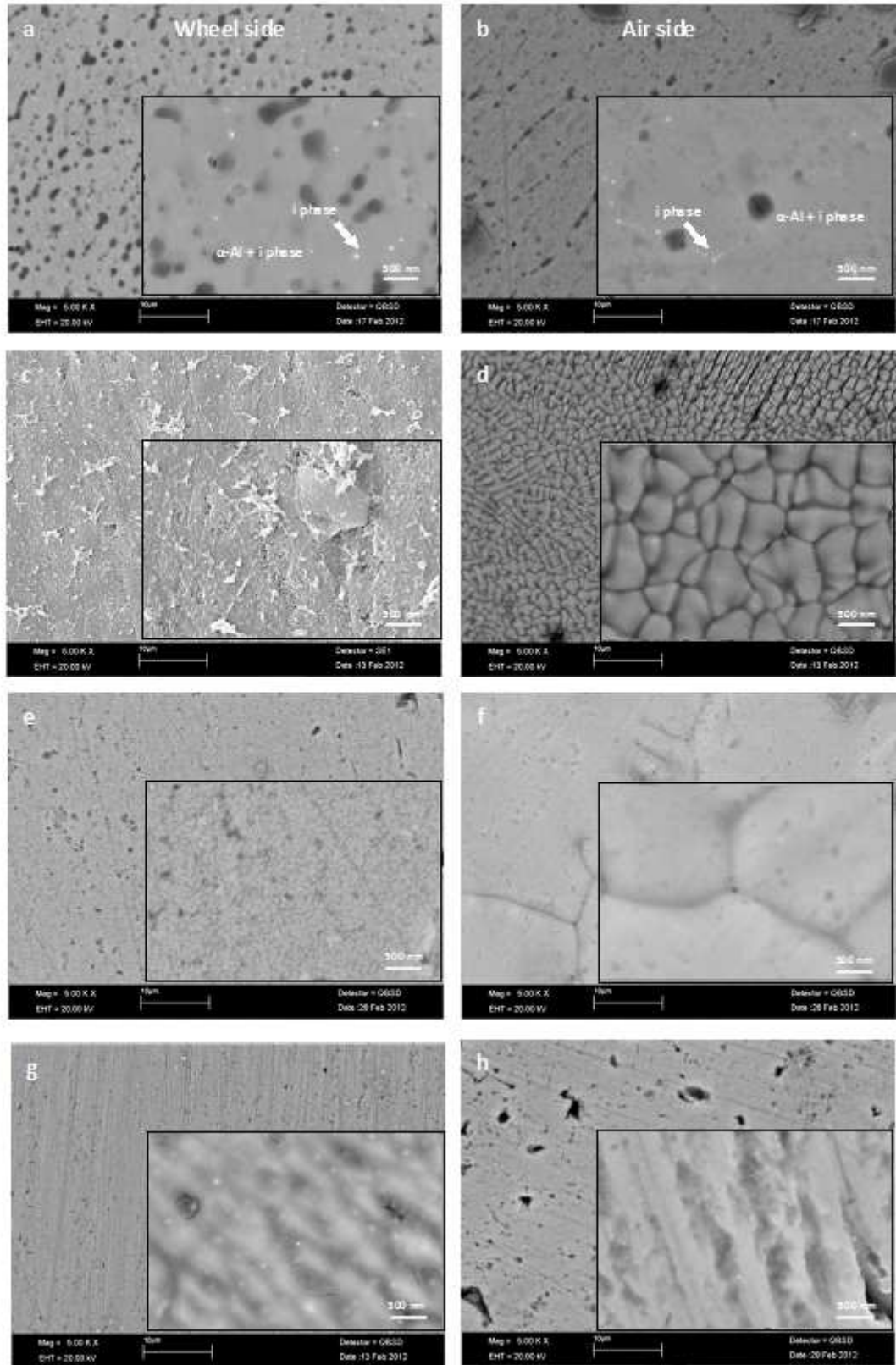
Şekil 3. 5 ve 3. 6 sırasıyla MS yöntemiyle 10 ve 35 m/s hızda katılaştırılmış Al- 4.5 %Mn-X%Be (X= 0, 1, 3, 5) alaşım şeritlerinin disk ve hava yüzeylerine ait SEM fotoğraflarını göstermektedir. Şekil 3. 5 a ve b 10 m/s hızda katılaştırılmış MS0 numunesine ait olup ötektik yapının içerisine yerleşmiş dendritik kuazikristal fazlardan oluştuğu görülmektedir. Şekil 3. 5 c - f sırasıyla %1 ve %3 Be katkılı MS1 ve MS3 numunelerinin disk ve hava yüzeylerine ait SEM görüntülerini içermektedir. α -Al dendritleri ile IQC parçacıkları homojen dağılımlı α -Al hücreleri ile düzensiz Be_4AlMn parçacıklarından oluşmaktadır. MS5 numunesinde ise MS0 numunesine ait mikroyapıya benzemekle birlikte IQC parçacıkları mikro yapı içerisinde daha ince bir görünüm göstermektedir. Şekil 3. 6 ise en yüksek katılma hızı olan 35m/s hızda katılaştırılmış Al- 4.5 %Mn-X%Be (X= 0, 1, 3, 5) numunelerinin disk ve hava yüzeylerine ait SEM fotoğraflarını göstermektedir. Şekil 3. 6 a ve b MS0 numunesinin disk ve hava yüzeylerinin mikroyapılarını göstermekte olup, mikroyapı aynı numunenin 10 m/s de üretilmiş MS0 numunesine göre daha düzenli ve küçük boyutlu IQC parçacıklarından oluşmaktadır. Şekil 3. 6 c - d MS1 numunesinin disk ve hava yüzeyine ait olup disk yüzeyi α -Al dendritleri ve IQC parçacıklarından oluşmaktadır. Aynı numunenin hava yüzeyinde ise mikroyapı tamamen değişip iyi dağılmış hücrel formu dönüşmüştür. Şekil 3. 6 e - h MS3 ve MS5 numunelerine ait olup MS3 numunesi koyu gri küresel ötektik morfoloji ile birlikte lamelsel mikroyapı sergilemektedir. Bu lamelsel yapının içerisinde hücrel morfolojide gözlenmektedir. %5 Be katkılı MS5 numunesinde ise mikroyapı ötektik küresel hücre formuna dönüşmüş olup yapı daha homojendir. Ötektik hücrelerin mikroyapısı tamamen Be miktarına bağlı olup artan Be oranıyla mikroyapı daha düzenli bir yapıya dönüşmektedir. Disk yüzeyinin mikroyapısının hava yüzeyi



Şekil 3. 4 CS yöntemi ile üretilen (a)-(b)Al-4.5Mn, (c)-(d) Al-4.5Mn-1Be, (e)-(f) Al-4.5Mn-3Be, (g)-(h) Al-4.5Mn-5Be ingotlarının taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri



Şekil 3. 5 MS yöntemi ile 10 m/s hızda üretilen (a)-(b) Al-4.5Mn, (c)-(d) Al-4.5Mn-1Be, (e)-(f) Al-4.5Mn-3Be, (g)-(h) Al-4.5Mn-5Be şeritlerinin hava ve disk yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri



Şekil 3. 6 Melt-Spinning (MS) yöntemi ile 35 m/s hızda üretilen (a)-(b)Al-4.5Mn, (c)-(d) Al-4.5Mn-1Be, (e)-(f) Al-4.5Mn-3Be, (g)-(h) Al-4.5Mn-5Be şeritlerinin hava ve disk yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri

mikroyapısından daha homojen olduğu şekillerde görülmektedir. Diğer taraftan 10 m/s hızda katılaştırılmış alaşımlara göre 35 m/s hızda katılaştırılmış alaşımların çok daha homojen mikroyapıya sahip olduğu ve Be ilavesinde mikroyapıyı tamamen değiştirdiği şekillerden gözlenmektedir.

3.3. EDS Analizleri

Numunelerin kantitatif ve kalitatif bileşim analizleri, LEO 440 SEM' e bağlanmış Voyager EDS ile yapılmıştır. EDS analizleri 1000 büyütmede, elektron demetinin 40° gelme açısı altında ve 20 kV hızlandırma voltajı altında analiz edilmiştir. Bu analiz esnasında karşılaşılan güçlük Be' un dedekte edilmesi olmuştur; Çünkü EDS analizinde kullanılan cihazın filtresi Be' dan yapıldığı için numunemiz içerisindeki Be miktarı bu analiz yöntemiyle tespit edilememiştir. Bu sebeple numunelerin kalitatif ve kantitatif analizleri ICP-AES ile yapılmıştır ve sonuçlar Tablo 3. 1' de verilmiştir.

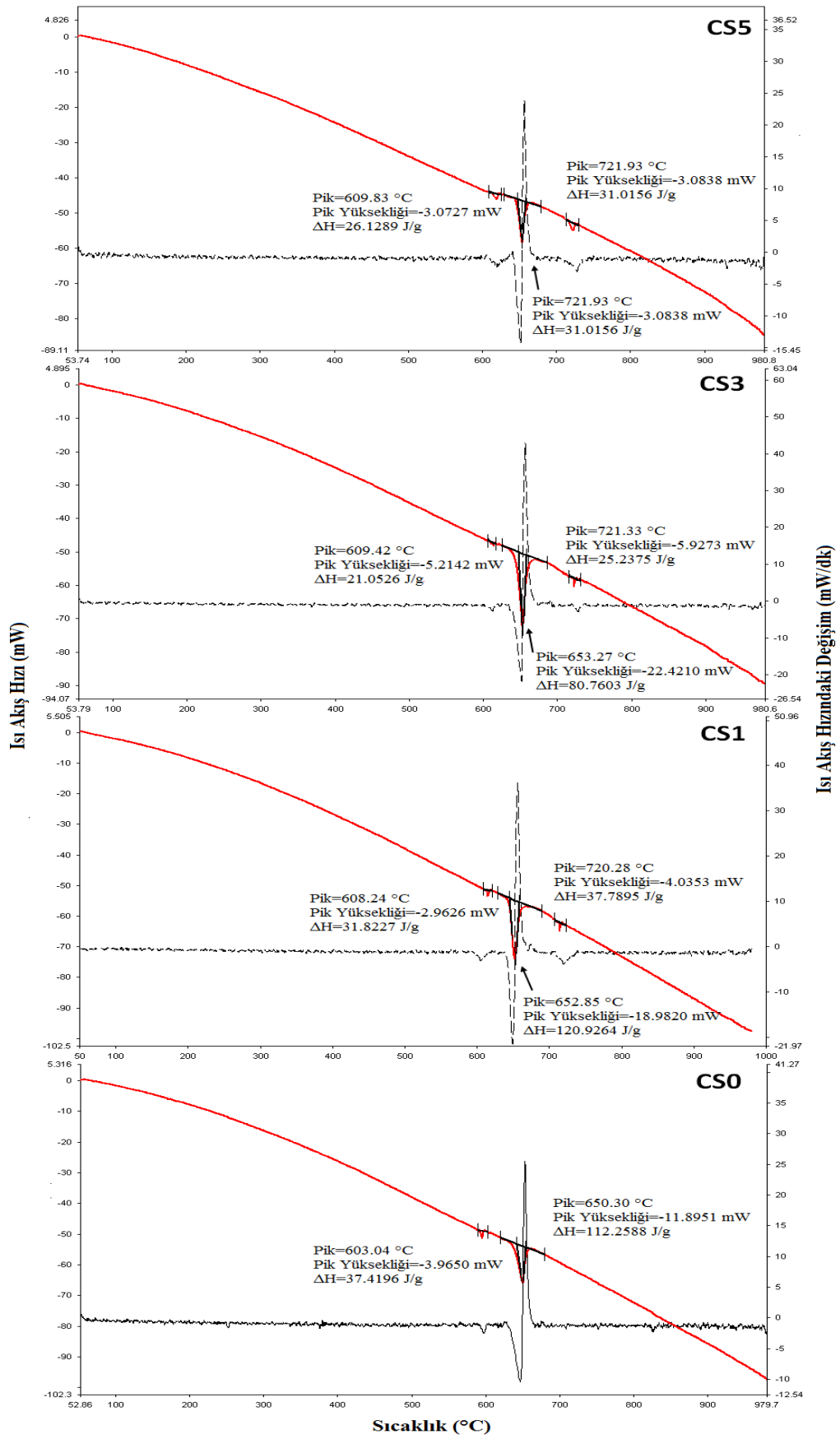
Tablo 3. 1. İngot ve hızlı katılaştırılmış Al-4.5Mn-XBe (X=0, 1, 3, 5) alaşımlarına ait genel EDS sonuçları.

Malzeme	Al oranı (ağ. %)	Mn oranı (ağ.)	Be oranı (ağ.)
Al-4.5Mn	95.88	4.12	0
Al-4.5Mn-1Be	94.92	4.30	0.78
Al-4.5Mn-3Be	93.18	3.99	2.83
Al-4.5Mn-5Be	91.17	4.27	4.56

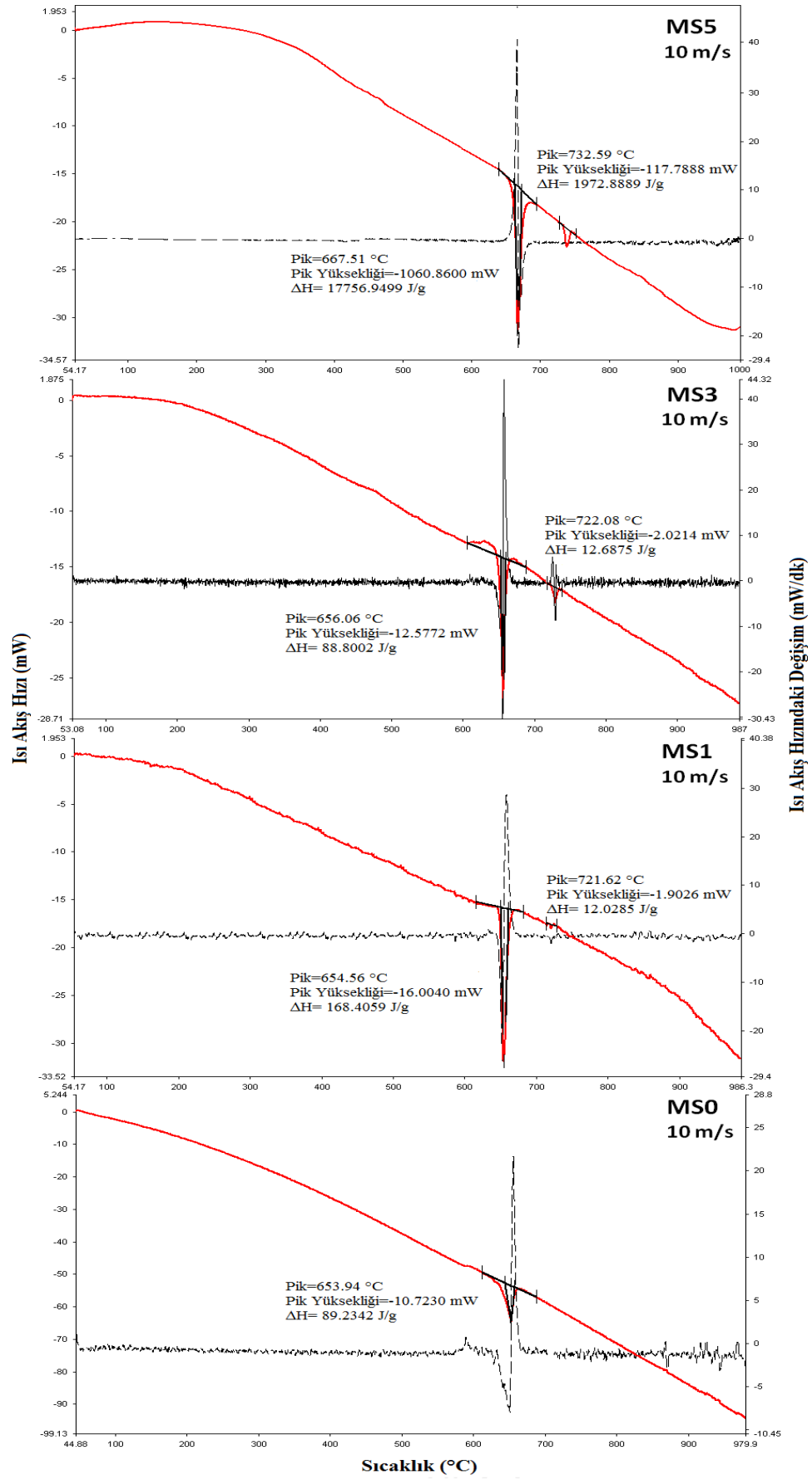
3.4. DSC Analizleri

Şekil 3. 7 – 3. 9 CS ve MS yöntemleriyle üretilmiş Al-4.5Mn-XBe (X=0, 1, 3, 5) numunelerinin 50-1000 °C tarama sıcaklığında DSC analizleri yapıldı. Bu amaçla, şeritler öncelikle makasla kesilebilecek en küçük parçalara ayrılarak, her bir şerit ve ingottan 20-25 mg' lık küçük parçalar kesilerek hazırlandı. Hazırlanan numuneler Al kefeye konularak cihazın haznesine yerleştirildi. Sıcaklık kontrol ünitesi 10°C/dak' ya ayarlanarak numuneler ısıtılmaya başlandı. Ayrıca sıcaklıkla artacak olan oksitlenme etkisini azaltmak için, kefenin bulunduğu hazneye 10 lt/dak' lık sıvı azot akışı sağlanarak kontrollü atmosfer oluşturuldu.

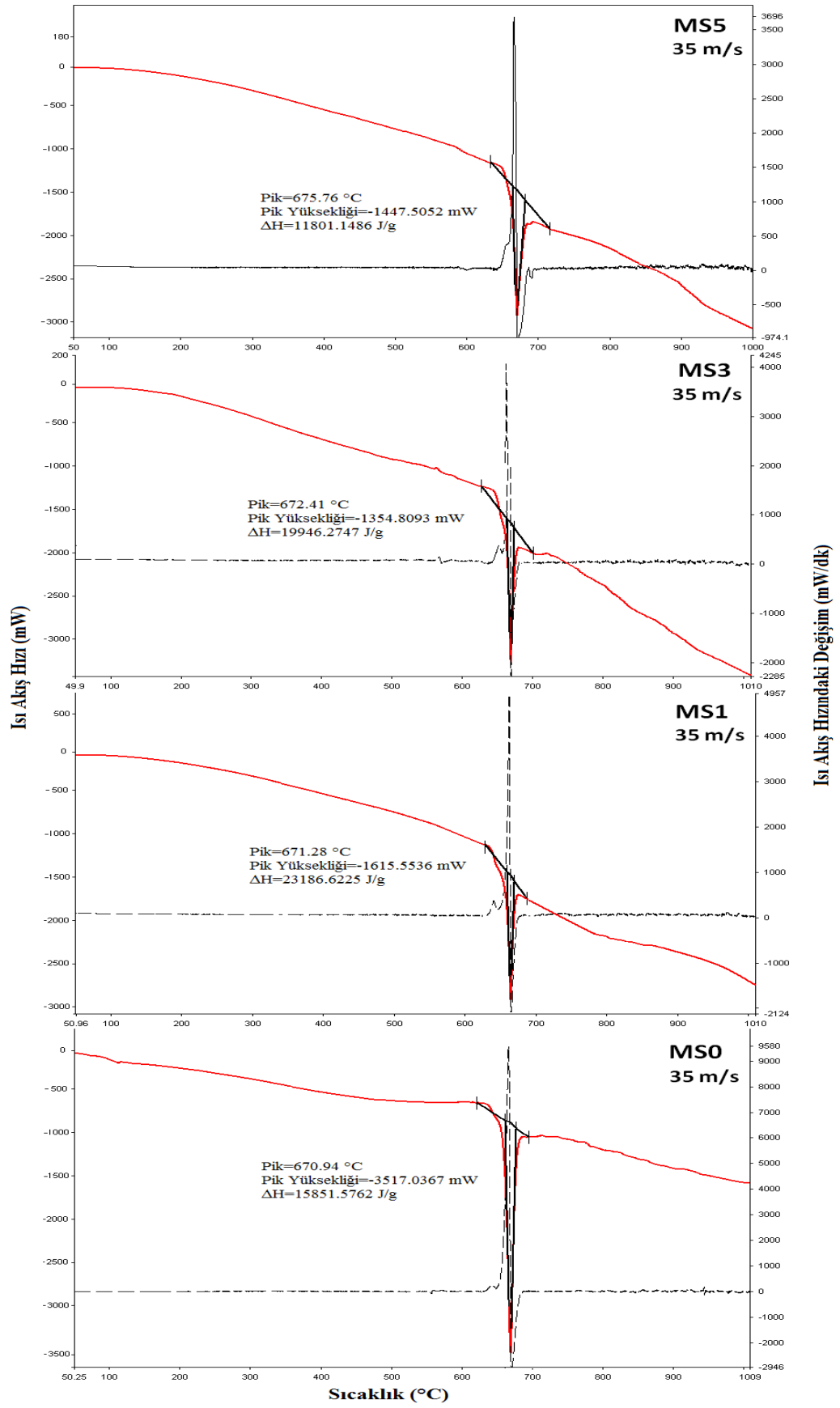
Şekil 3. 7 CS yöntemiyle üretilmiş numunelere ait olup CS0 numunesinde 600 ve 660 °C de iki endotermik pik gözlenmektedir; bu pikler α -Al ve QC i fazına aittir. CS1, CS3 ve CS5 numunelerinde ise 605-725 °C de üç farklı endotermik reaksiyon piki



Şekil 3. 7 Geleneksel döküm (CS) yöntemi ile üretilen Al-4.5Mn (CS0), Al-4.5Mn-1Be (CS1), Al-4.5Mn-3Be (CS3), Al-4.5Mn-5Be (CS5) ingotlarına ait DSC pikleri



Şekil 3. 8 Melt-Spinning (MS) yöntemi ile 10 m/s hızda üretilen Al-4.5Mn (MS0), Al-4.5Mn-1Be (MS1), Al-4.5Mn-3Be (MS3), Al-4.5Mn-5Be (MS5) şeritlerinin DSC pikleri



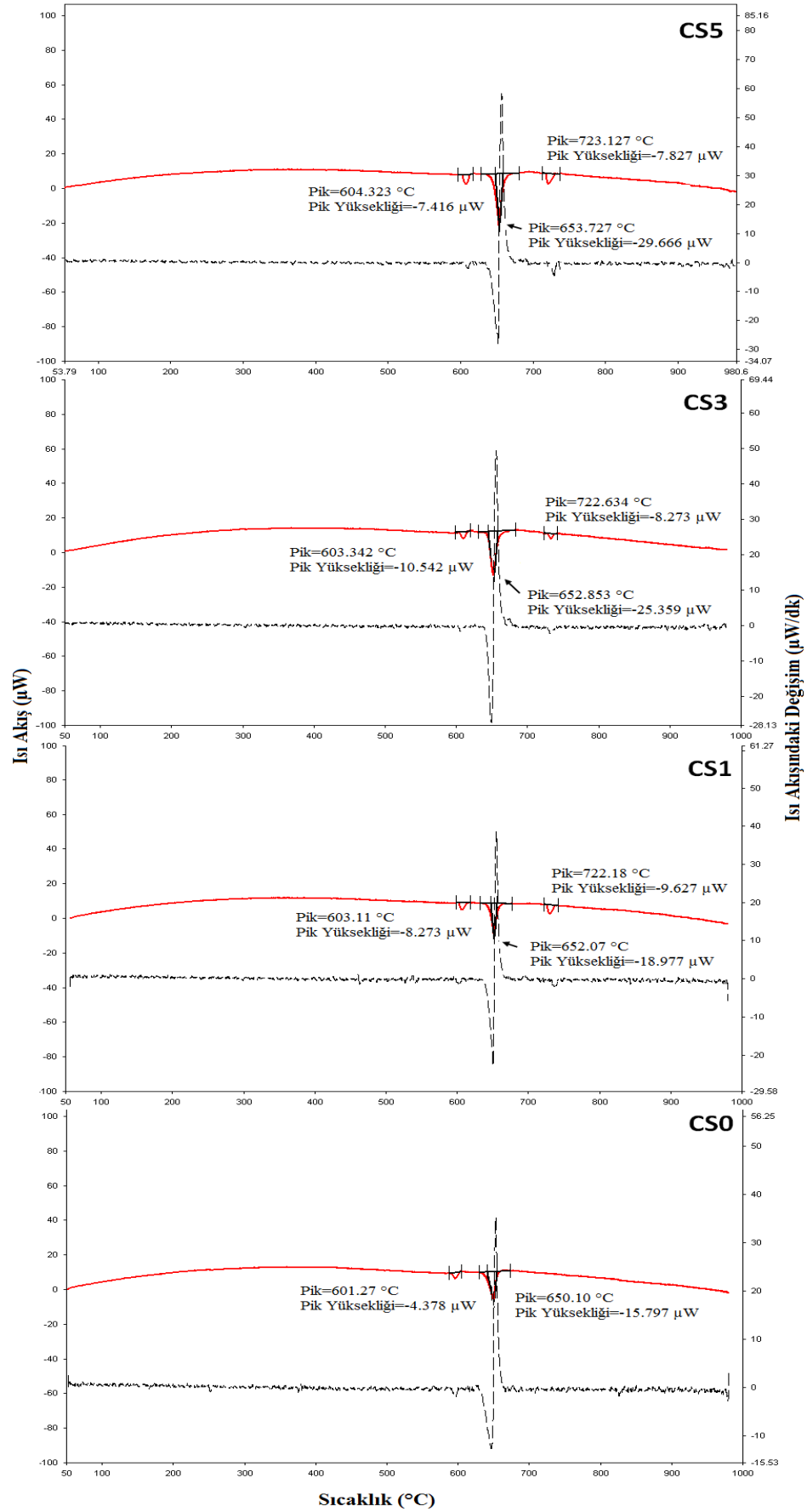
Şekil 3. 9 Melt-Spinning (MS) yöntemi ile 35 m/s hızda üretilen Al-4.5Mn (MS0), Al-4.5Mn-1Be (MS1), Al-4.5Mn-3Be (MS3), Al-4.5Mn-5Be (MS5) şeritlerinin DSC pikleri

bulunmaktadır; bu pikler sırasıyla α -Al, IQC ve Be_4AlMn fazlarına aittir. Şekil 3. 8 MS yöntemiyle 10 m/s de üretilmiş alaşım numunelerine ait DSC piklerini içermektedir. Bu katılaşma hızında MS0 numunesine ait endotermik pik 650 °C görülüp α -Al katı çözeltisi ile IQC fazını göstermektedir. %1, 3 ve 5 Be katkılı alaşımlarda ise iki farklı endotermik pik ısınma süresince gözlenmektedir. Bu pikler erimiş α -Al, IQC ve intermetalik Be_4AlMn fazlarına aittir. Şekil 3. 9 ise en yüksek katılaşma hızı olan 35 m/s üretilmiş MS numunelerine ait olup; 670 °C civarında keskin bir endotermik pik vermektedir. Bu keskin pik α -Al katı çözeltisi ile IQC fazına aittir. Artan Be miktarı ile birlikte DSC piklerinde gözlenen sıcaklıklar bir miktar artmaktadır. Bu önemsiz artış kristallenmeye karşı intermetalik Be_4AlMn , IQC ve kristalin fazları ile katı Al çözeltisinin çözünen konsantrasyon değişikliği ile ilişkilidir.

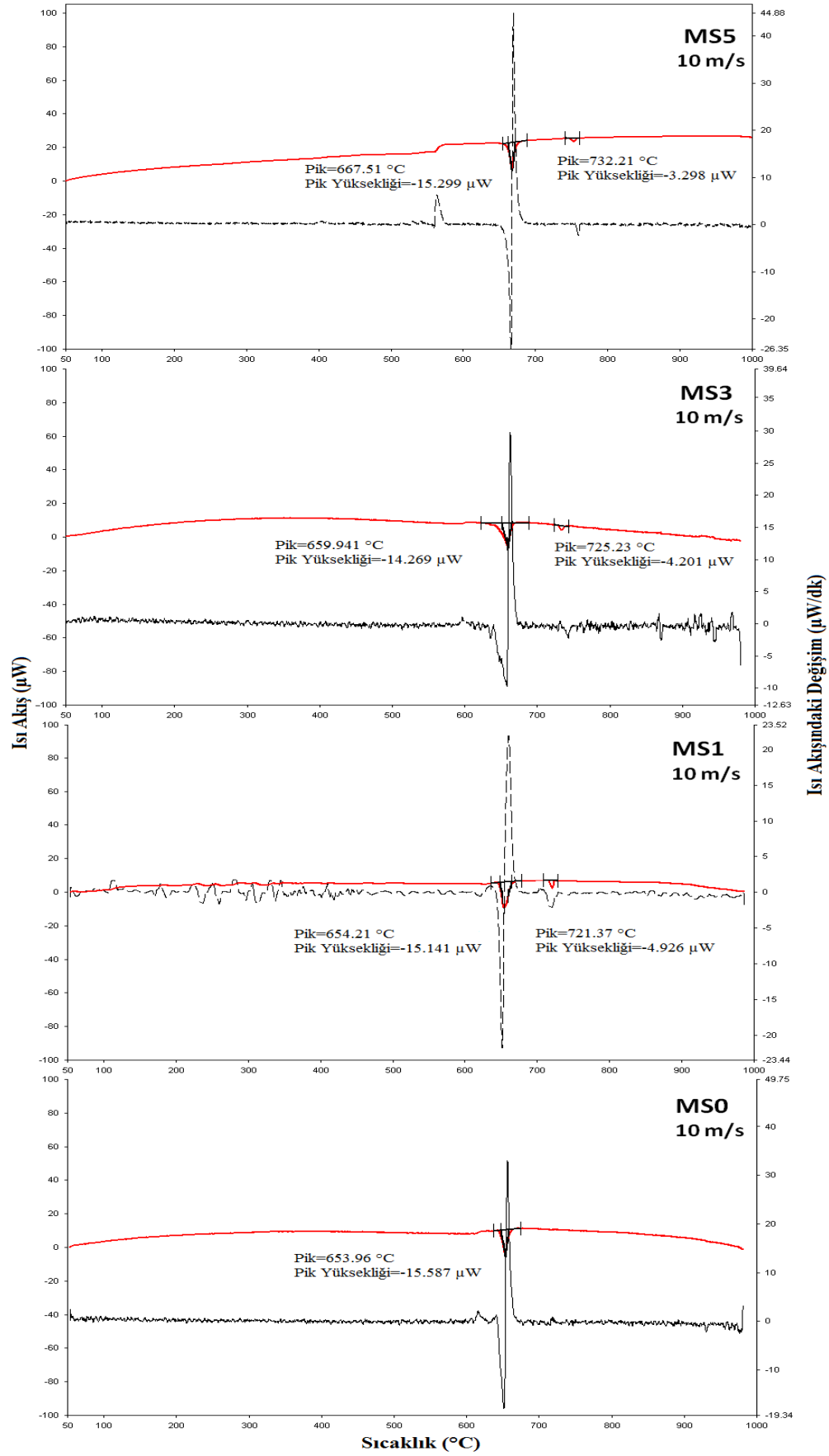
3.5. DTA Analizleri

DSC analizi oldukça hassas bir termal analiz yöntemi olmakla birlikte üretilen alaşımlar için yaklaşık 700 °C' ye kadar analizin yapılıyor olması bu sıcaklıktan daha yüksek sıcaklık değerlerinde oluşabilecek piklerin gözlenmesine imkân tanımamaktadır. Bu sorun daha yüksek sıcaklıklara ulaşabilen ve DSC analizinin doğruluğunu sınavan DTA analiziyle aşılabılır. Numunelerin ölçümünde örnek kabı olarak platin kroze ve referans madde olarak da Al_2O_3 kullanıldı. Ölçümler, 50-1000 °C arasında 20 °C/dak artış hızında ve 30-40 mg' lık numune miktarı ile yapıldı. Yapılan çalışmalar sonucu elde edilen DTA çizimleri Şekil 3. 10 - 3. 12' de gösterilmiştir.

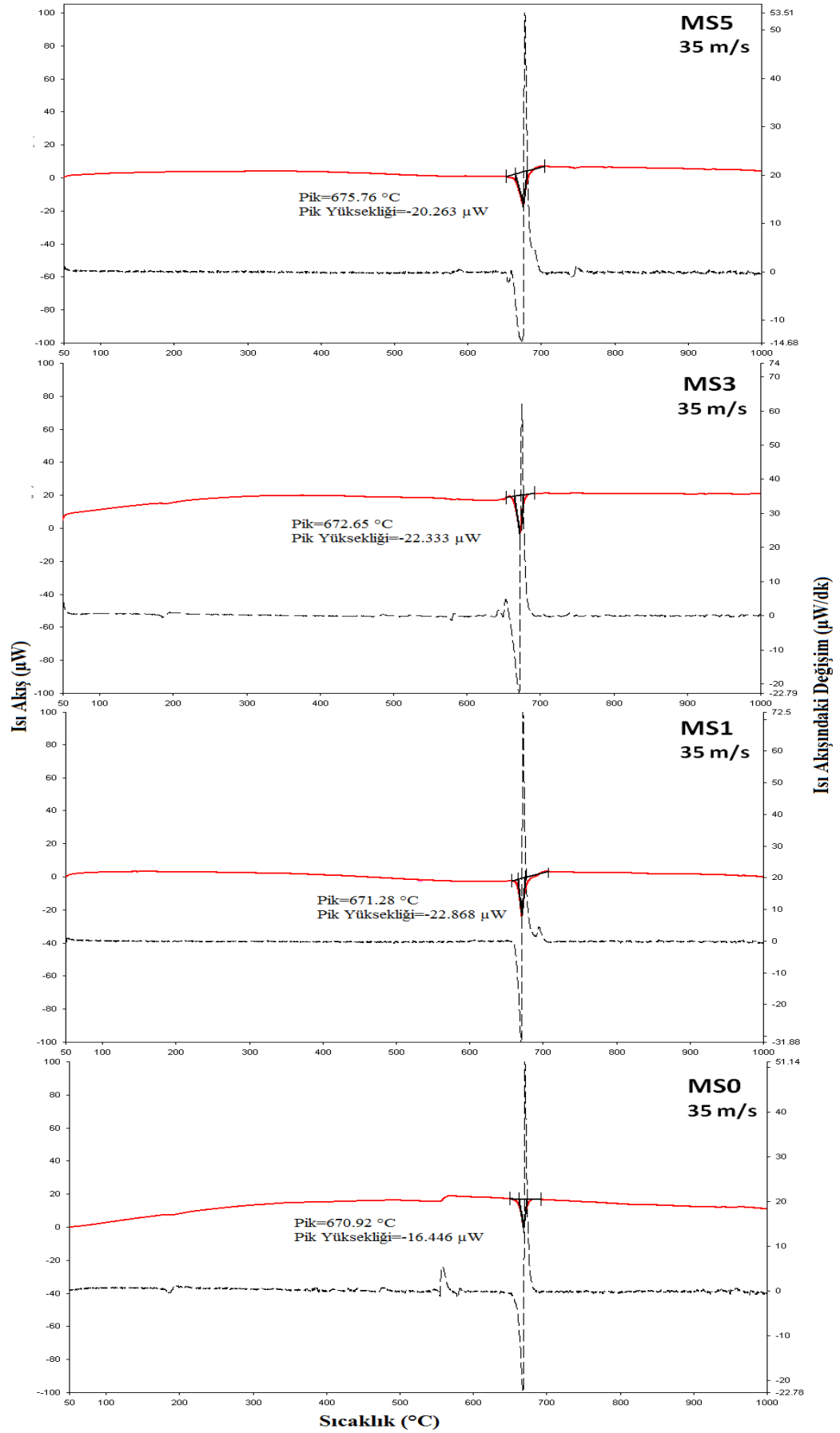
DTA analizleri CS ve MS yöntemiyle üretilen $\text{Al}-4.5\%\text{Mn}-X\%\text{Be}$ ($X= 0, 1, 3, 5$) numunelerinin erime sıcaklığını ve termal dengelerini incelemek için yapılmış ve Şekil 3. 10 - 3. 12 gösterilmiştir. CS yöntemiyle üretilen CS0 alaşımında iki pik gözlenmekte olup bu pikler; IQC faz ve katı Al çözeltisine ait olup Şekil 3. 10'da görüldüğü gibi 601,28 °C ve 650,10 °C sıcaklığında tespit edilmiştir. Ağırlıkça %1, 3, ve 5 Be eklendikten sonra CS yöntemiyle üretilen numunelerde üç endotermik pik gözlenmiştir ve bu piklerin erime sıcaklıkları sırasıyla; CS1 numunesi için 603.11, 652.07 ve 722.18 °C, CS3 numunesi için 603.342, 652.853 ve 722.634 °C, CS5 numunesi için 604.323, 653.727 ve 723.127 °C' tır. CS1, CS3 ve CS5 alaşımlarında 722 °C' de tespit edilen üçüncü pik ise intermetalik Be_4AlMn fazına karşılık gelir. MS yöntemiyle 10 m/s katılaşma hızında üretilen numuneler için DTA eğrileri Şekil 3. 11'de görülmektedir. MS0 numunesi için 653,96 °C sıcaklıkta sadece bir pik gözlenmektedir ve bu pik IQC



Şekil 3. 10 Geleneksel döküm (CS) yöntemi ile üretilen Al-4.5Mn (CS0), Al-4.5Mn-1Be (CS1), Al-4.5Mn-3Be (CS3), Al-4.5Mn-5Be (CS5) ingotlarına ait DTA pikleri



Şekil 3. 11 Melt-Spinning (MS) yöntemi ile 10 m/s hızda üretilen Al-4.5Mn (MS0), Al-4.5Mn-1Be (MS1), Al-4.5Mn-3Be (MS3), Al-4.5Mn-5Be (MS5) şeritlerinin DTA pikleri



Şekil 3. 12 Melt-Spinning (MS) yöntemi ile 35 m/s hızda üretilen Al-4.5Mn (MS0), Al-4.5Mn-1Be (MS1), Al-4.5Mn-3Be (MS3), Al-4.5Mn-5Be (MS5) şeritlerinin DTA pikleri

fazı ile katı α -Al çözeltilisinin erime ya da bozunma sıcaklığına karşılık gelir. Ağırlıkça %1, 3, ve 5 Be eklendikten sonra MS yöntemiyle üretilen numunelerin erime sıcaklığıysa MS1 numunesi için 654,21 ve 721,37 °C, MS3 numunesi için 659,94 ve 725,23 °C, MS5 numunesi için 667,51 ve 732,21 °C sıcaklıklarda iki endotermik pik görülmektedir; bunlar sırasıyla intermetalik Be_4AlMn faz (yaklaşık 721 ve 732 °C) ve IQC faz ile birlikte katı α -Al çözeltilisinin (yaklaşık 653 ve 667 °C) erime ya da bozunmasına karşılık gelir. Diğer taraftan şekil 3. 12 MS yöntemiyle 35 m/s hızla katılaştıran Al-4.5%Mn-X%Be (X= 0, 1, 3, 5) numunelerine ait erime piklerini göstermektedir. Bütün numunelerde sadece keskin bir endotermik erime piki gözlenmekte olup; MS0, MS1, MS3 ve MS5 numuneleri için sırasıyla 670.92, 671.28, 672.65 ve 675.76 °C' de erime sıcaklığı vermektedir. Bu pik IQC faz ile katı α -Al çözeltilisinin erime sıcaklığıdır. CS ve MS numuneleri 690 °C üzerinde tamamen erir. Termal analiz sonucunda bulunan erime sıcaklıklarına karşılık gelen fazlar şekil 3. 1 - 3. 2' de gösterilen XRD pikleri ile uyumludur. Ayrıca DTA analizinde ortaya çıkan bu sonuçlar daha önceki çalışmalarla da uyumludur [93, 105].

DSC ve DTA analizlerinde IQC fazının erime sıcaklıkları birbirine çok yakın olmakla birlikte tamamen aynı değerde çıkmamaktadır. Bunun sebebi katılan Be miktarının farklı olması ve deneysel hatalardan kaynaklanmaktadır.

3.6. Mekanik Özellikleri

CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-%4.5Mn-%XBe (X= 0, 1, 3, 5) alaşımlarının oda sıcaklığındaki mikrosertlik (Hv), akma mukavemeti (YS), kopma mukavemeti (UTS) ve boyca uzama oranı Şekil 3. 13, Tablo 3. 2 ve Tablo 3. 3' de gösterilmektedir. Şekil 3. 13, Tablo 3. 2 ve Tablo 3. 3' den; CS0 alaşımının maksimum Hv değeri 50 kgf/mm², UTS değeri 203 ve YS değeri 112 MPa'dır. %1 Be katkılı CS1 numunesinin maksimum Hv değeri 50 kgf/mm², UTS değeri 203 ve YS değeri 112 MPa ölçülmüştür. CS3 (Al-%4.5Mn-%3Be) numunelerinin maksimum Hv, UTS ve YS değerleri sırasıyla 65 kgf/mm², 272 MPa ve 223 MPa'dır. Al-%4.5Mn-%5Be alaşım numuneleri için maksimum HV, UTS ve YS değerleri sırasıyla 75 kgf/mm², 281 MPa ve 240 MPa değerlerine arttığı görülmektedir. Diğer taraftan alaşım içindeki Be miktarı arttıkça uzama miktarı sırasıyla %3.7, 2.7, 2.3 ve 2 olduğu ve Be miktarı arttıkça uzama miktarının azaldığı yine Tablo 3. 2' de görülmektedir.

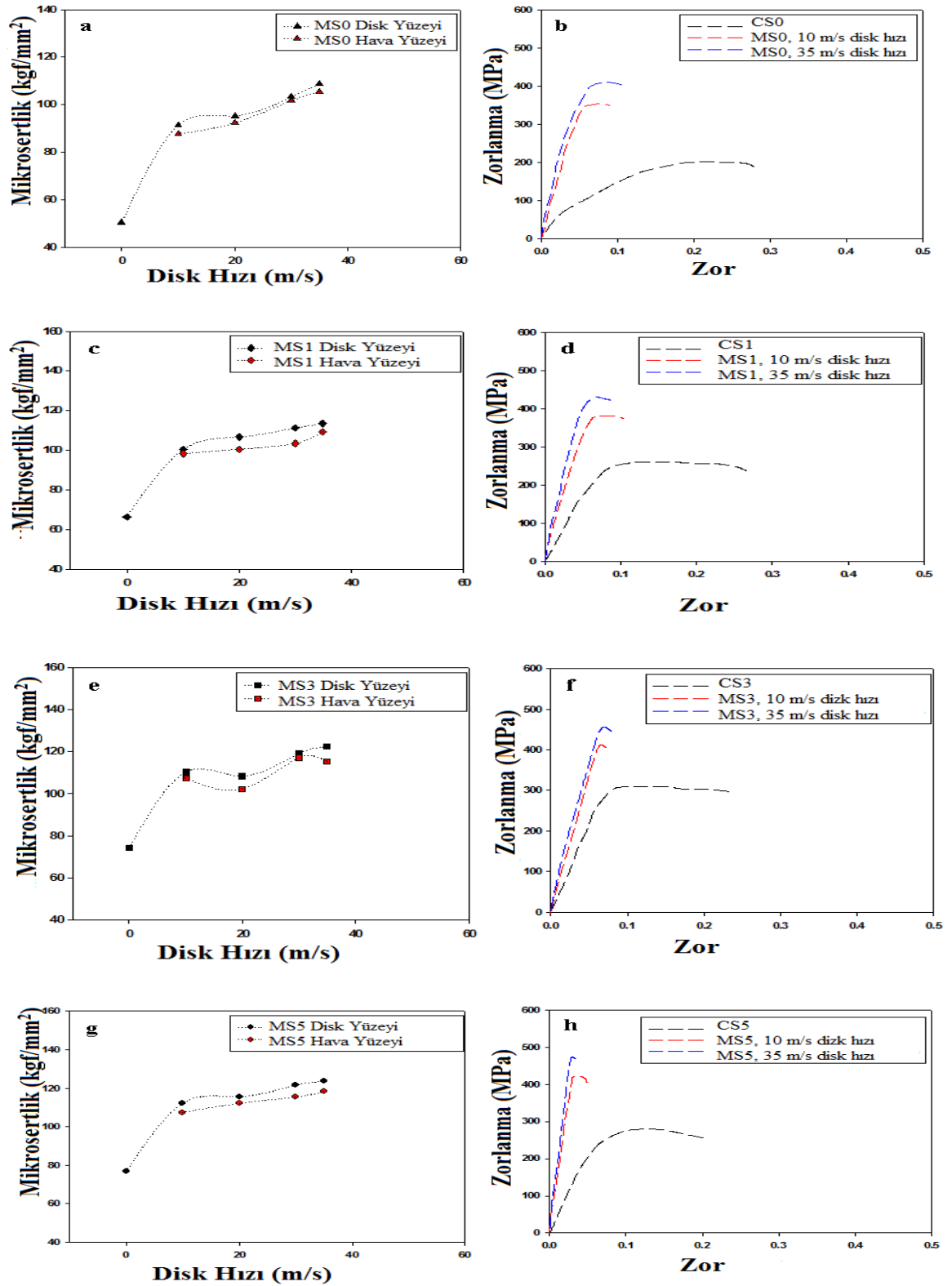
Yine Şekil 3. 13 a ve b 'de görülen MS yöntemiyle 10 m/s katılma hızı ile üretilen MS0 numunesinin maksimum Hv, UTS ve YS değerleri sırasıyla 90 kgf/mm², 349 MPa ve 307 MPa'dır. Al-4.5Mn alaşımına %1 Be katkılanarak üretilen MS1 numunesinin Hv (100 kgf/mm²), UTS (380MPa) ve YS (353 MPa) değerlerinin kademeli olarak arttığı Şekil 3. 13 c ve d' de görülmektedir. Al-%4.5Mn-%3Be alaşımı için maksimum Hv, akma ve kopma mukavemet değerleri sırasıyla 107 kgf/mm², 407 MPa ve 395 MPa olarak bulunmuştur (Şekil 3. 13 e ve f). Al-%4.5Mn-%5Be alaşımı için maksimum Hv, akma ve kopma mukavemet değerleri 117 kgf/mm², 418 MPa ve 410 MPa olarak ölçülmüştür (Şekil 3. 13 g ve h). Diğer taraftan Be miktarı arttıkça uzama miktarının da sırasıyla %1, 1.3, 0.9 ve 0.7 olduğu Tablo 3. 2' de görülmektedir.

35 m/s katılma hızı ile üretilen MS0 numunesinin maksimum Hv, UTS ve YS değerleri sırasıyla 107 kgf/mm², 406 MPa ve 355 MPa'dır. Al-4.5Mn alaşımına %1 Be ekleyerek MS yöntemiyle 35 m/s disk dönme hızı ile üretilen numunelerin sertlik (112 kgf/mm²), kopma gerilimi (389MPa) ve akma mukavemeti değerlerinin kademeli olarak arttığı Şekil 3. 13 c ve d' de gözlenmektedir. Al-%4.5Mn-%3Be alaşımı için maksimum Hv, UTS ve YS değerleri sırasıyla 112 kgf/mm², 451 MPa ve 433 MPa olarak bulunmuştur (Şekil 3. 13 e ve f). Al-%4.5Mn-%5Be alaşımı için maksimum Hv, UTS ve YS değerleri 124 kgf/mm², 458 MPa ve 449 MPa gözlemlenmiştir (Şekil 3. 13 g ve h). 35 m/s'lik katılma hızı ile üretilen numunelerin uzama miktar değerleri ise sırasıyla %1.5, 1.1, 0.8 ve 0.5 olduğu Tablo 3.2' de görülmektedir.

Hem CS yöntemiyle üretilen alaşımlarda, hem de MS yöntemiyle üretilen hızlı katılaştırılmış alaşım şeritlerinde sertlik, akma ve kopma gerilim değerlerinin artan Be miktarı ve artan katılma hızıyla arttığı Şekil 3. 13, Tablo 3. 2 ve Tablo 3. 3' den açıkça görülmektedir. Bu değerlerdeki artışın iki sebebi vardır; i) artan Be miktarı ile hekzagonal faz azalıp IQC fazın çoğalması, ii) katılma hızının artmasıyla mikroyapının daha homojen hale gelmesi ve taneciklerin boyutunun küçülmesidir. Mekanik özelliklerde gözlenen bu iyileşme SEM ve XRD sonuçları ile uyum içersindedir.

Tablo 3. 2 CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-XBe
(X = 0, 1, 3, 5) numuneleri için oda sıcaklığındaki
gerilim özellikleri

Alaşım	UTS (Mpa)	YS (Mpa)	Uzama (%)
CS Al-4.5Mn	203	112	3,7
MS Al-4.5Mn, 10m/s	349	307	1,0
MS Al-4.5Mn, 35m/s	406	355	1,5
CS Al-4.5Mn-1Be	247	171	2,7
MS Al-4.5Mn-1Be, 10m/s	380	353	1,3
MS Al-4.5Mn-1Be, 35m/s	426	389	1,1
CS Al-4.5Mn-3Be	272	223	2,3
MS Al-4.5Mn-3Be, 10m/s	407	395	0,9
MS Al-4.5Mn-3Be, 35m/s	451	433	0,8
CS Al-4.5Mn-5Be	281	240	2,0
MS Al-4.5Mn-5Be, 10m/s	418	410	0,7
MS Al-4.5Mn-5Be, 35m/s	458	449	0,5



Şekil 3. 13 CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-xBe ($x = 0, 1, 3, 5$) numunelerinin mekanik özellikleri; (a)-(b) CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn, (c)-(d) CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-1Be, (e)-(f) CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-3Be, (g)-(h) CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-5Be

Tablo 3. 3 CS ve MS yöntemiyle üretilen Al-4.5Mn-XBe
(X = 0, 1, 3, 5) numuneleri için sertlik özellikleri

Alaşım	Hv (kgf/mm ²)	
	Disk Yüzeyi	Hava Yüzeyi
CS Al-4.5Mn	50.3	
MS Al-4.5Mn, 10m/s	91.3	87.7
MS Al-4.5Mn, 20m/s	95.2	92.3
MS Al-4.5Mn, 30m/s	103.3	101.6
MS Al-4.5Mn, 35m/s	108.7	105.3
CS Al-4.5Mn-1Be	66.2	
MS Al-4.5Mn-1Be, 10m/s	100.3	98.2
MS Al-4.5Mn-1Be, 20m/s	106.7	100.5
MS Al-4.5Mn-1Be, 30m/s	111.3	103.4
MS Al-4.5Mn-1Be, 35m/s	113.5	109.2
CS Al-4.5Mn-3Be	74.4	
MS Al-4.5Mn-3Be, 10m/s	110.4	107.4
MS Al-4.5Mn-3Be, 20m/s	108.3	102.3
MS Al-4.5Mn-3Be, 30m/s	119.3	117.1
MS Al-4.5Mn-3Be, 35m/s	122.4	115.3
CS Al-4.5Mn-5Be	76.7	
MS Al-4.5Mn-5Be, 10m/s	112.3	107.4
MS Al-4.5Mn-5Be, 20m/s	115.6	112.1
MS Al-4.5Mn-5Be, 30m/s	121.7	115.4
MS Al-4.5Mn-5Be, 35m/s	123.8	118.2

BÖLÜM 4

TARTIŞMA-SONUÇ ve ÖNERİLER

4.1. Tartışma-Sonuç

Katı malzemelerin üçüncü grubunu oluşturan kuazikristal malzemeler, farklı kristal yapıya sahip oldukları için; mekanik ve termal özellikleri bakımından diğer malzemelerden çok farklıdır. Bu farklılık tamamen malzemenin mikroyapısıyla ilgilidir. Bu tez çalışmamızda, QC Al-%4.5Mn alaşımına farklı oranlarda %1, 3, 5 Be ilave edilerek, farklı yöntemlerle (CS ve MS yöntemleri) kuazikristal yapıda normal ve hızlı katılaştırılmış alaşımlar üretildi. Üretilen alaşımların mikroyapıları Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), faz karakteristikleri X ışını difraksiyonu (XRD), termal özellikleri ise diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve diferansiyel termal analiz (DTA) ile incelendi. Mekanik özellikler ise Vickers mikrosertlik yöntemi ve kopma-çekme testiyle belirlendi. Yapılan bu çalışmalardan elde edilen sonuçları aşağıdaki gibi özetleyebiliriz;

Bu çalışmada, Melt-spinning (MS) ve geleneksel döküm (CS) yöntemleriyle elde edilen Al-%4.5Mn– %XBe (X= 0, 1, 3, 5) alaşımlarının kuazikristal oluşum yeteneği üzerine berilyum miktarının etkisi araştırılmıştır. Özellikle elde edilen alaşımların mikroyapı, termal ve mekanik özelliklerinden bahsedilmiştir.

CS yöntemiyle üretilmiş CS0, CS1, CS3 ve CS5 alaşımlarının SEM ile mikroyapısı incelendiğinde, CS0 numunesinde hücresel hekzagonal ve dendritik IQC fazları bulunmuştur. CS1 numunesinde hekzagonal faz, IQC fazı ve iğne biçiminde intermetalik Be_4AlMn fazı görülmektedir. CS3 numunesinde ise mikroyapıda kaba nokta biçimindeki yapılar tetragonal yapıya dönüşmektedir. CS5 numunesinde dendrit ve nokta şeklinde iki farklı şekilde IQC fazı, hekzagonal faz ve iğne biçimli intermetalik Be_4AlMn fazı gözlemlenmiştir. Be miktarı arttıkça IQC fazının

yoğunluğunu artırırken hekzagonal fazın yoğunluğunu azalttığı gözlenmiştir. Farklı katılaştırma hızlarında (10 ve 35 m/s) MS yöntemiyle üretilen hızlı katılaştırılmış şeritlerin yüzeylerinin SEM ile yapılan mikroyapı incelemelerinde; yüksek katılaştırma hızında (35 m/s) mikroyapının düşük katılma hızındaki (10 m/s) mikroyapıdan daha homojen olduğu bulunmuştur. MS0 numunesinin dendritik kuazikristal fazlardan oluştuğu görülmektedir. MS1 ve MS3 numunelerinde ise α -Al dendritleri ile IQC parçacıkları homojen dağılımlı α -Al hücreleri ile düzensiz Be_4AlMn parçacıklarından oluşmaktadır. MS5 numunesi MS0 numunesine benzemekle birlikte IQC parçacıklarının mikroyapı içerisinde çok daha ince bir dağılım gösterdiği görülmüştür.

CS yöntemiyle üretilen ingotların ve MS yöntemiyle üretilen hızlı katılaştırılmış şeritlerin $5 \leq 2\theta \leq 90$ aralığındaki XRD faz analizlerinde, Al, Mn ve Be' ye ait fazlar IQC, hekzagonal, α -Al ve intermetalik Be_4AlMn hem ingot hemde 10 m/s katılma hızı ile üretilen numelerde gözlemlenmiştir. En yüksek katılma hızı olan 35 m/s katılma hızında ise sadece IQC ve α -Al fazları yer almaktadır.

CS yöntemiyle üretilmiş ingot alaşımların termal davranışlarının incelendiği DSC ve DTA analizlerinde; CS0 numunesinde iki endotermik pik gözlenmektedir. Bu pikler α -Al ve IQC fazına aittir. CS1, CS3 ve CS5 numunelerinde ise üç farklı endotermik reaksiyon piki bulunmaktadır. Bu pikler sırasıyla α -Al, IQC ve Be_4AlMn fazlarına aittir. 10 m/s katılma hızında üretilen hızlı katılaştırılmış alaşım şeritlerinin termal özelliklerinin incelendiği DSC ve DTA analizlerinde, MS0 numunesine ait tek bir endotermik pik görülür. Bu pik α -Al katı çözeltisi ile IQC fazını göstermektedir. MS1, MS3 ve MS5 alaşımlarında ise iki farklı endotermik pik gözlenmektedir. Bu pikler erimiş α -Al, IQC ve intermetalik Be_4AlMn fazlarına aittir. En yüksek katılma hızında ise bütün numunelerde keskin bir endotermik pik gözlenmektedir. Bu keskin pik α -Al katı çözeltisi ile IQC fazına aittir. Ayrıca, DSC ve DTA eğrilerinden IQC fazının erime noktasının Be kompozisyonuna bağlı olarak 652- 675 °C arasında olduğu tespit edildi.

Numunelerin mikrosertlik değerleri Şekil 3.13' de, akma ve kopma gerilim değerleri de Tablo 3.2, Tablo 3.2 ve Şekil 3.13' da verilmiştir. MS0, MS1, MS3 ve MS5 hızlı katılaştırılmış alaşımların mikrosertlik, akma ve kopma gerilim değerlerinin ingot

hallerine göre arttığı gözlenmiştir. Ayrıca alaşımın bileşimindeki Be miktarı arttıkça ingot ve şeritlerin her ikisinde de mikrosertlik, akma ve kopma gerilim değerleri artmaktadır. Bu artış, diskin dönme hızıyla doğru orantılıdır.

MS yöntemiyle üretilen hızlı katılaştırılmış numunelerin mikrosertlik, akma ve kopma gerilim değerleri, normal katılaştırılan numunelere göre oldukça iyi neticelere ulaşmıştır. Bu değerlerin artmasının sebebi ise; hızlı katılaştırılmış şeritlerdeki mikroyapıda gözlenen tanecik küçülmesi ve homojen dağılımla birlikte alaşım içerisinde yer alan intermetalik fazlardır.

4.2 Öneriler

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

a) Kullandığımız sistemlerin modifiye edilmesi:

1. Hızlı katılaştırılmış şerit üretimi kullanılan fırın 1100 ± 1 °C' kadar çıkabilmekte bu ise daha yüksek erime sıcaklığına sahip malzemeyi üretmeye imkân vermemektedir. Bu yüzden fırının yenilenmesi veya modifiye edilmesi gerekmektedir.

b) Öneriler

1. Al-Mn-Be üçlü alaşımına B gibi dördüncü elementlerin eklenmesi ile QC yapının oluşup oluşmaması ve bu elementlerin etkileri incelenmelidir.

2. Al-Mn-Be alaşımının elektrik ve manyetik özellikleri araştırılmalıdır ve bu özelliklere hızlı katılaştırmanın etkisi belirlenmelidir.

KAYNAKLAR

1. Karaaslan T., 1998. Hızlı Katılaştırılmış Al-(2,5-5-7,5) Mg Alaşımlarının Üretilmesi ve Üretilen Numunelerinin Yapı, Fiziksel, Elektriksel ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, T.C. Erciyes Üniversitesi, Doktora Tezi, Kayseri, 114 s.
2. Katgerman, L., Dom, F., 2004. Rapidly Solidified Aluminium Alloys by Melt Spinning. **Materials Science and Engineering: A**, **375–377**: 1212–1216.
3. Davis, J. R., 1992. ASM Specialty Handbook: Aluminium and Aluminium Alloys, ASM International, Ohio, 778 pp.
4. Kurihara, Y., 1994. The Role of Aluminium in Automotive Weight Reduction, **The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)**, **46**: 12 - 13.
5. Takuda, H., Yamazaki, N., Hatta, N. and Kikuchi, S., 1995. Influence of Cold Rolling and Annealing Condition on Formability of Aluminium Alloy Sheet, **Journal of Materials Science**, **30**: 957-963.
6. Lavernia, E.J., Ayers, J.D., Srivatsan, T.S., 1992. Rapid Solidification Processing With Specific Application to Aluminum Alloys. **International Materials Reviews**, **37**: 1 - 44.
7. Lavernia, E. J., Srivatsan, T. S., 2010. The Rapid Solidification Processing of Materials: Science, Principles, Technology, Advances, and Applications Jacobson, **Journal of Materials Science**, **45**: 287 - 325.
8. Duwez, P., Willens, R.H., Klement, W., 1960. Continuous Series of Metastable Solid Solutions in Silver - Copper Alloys, **Journal of Applied Physics**, **31**: 1136.
9. Klement, W., Willens, R.H., Duwez, P., 1960. Non-crystalline Structure in Solidified Gold - Silicon Alloys, **Nature**, **187**: 869-870.
10. Dwivedi, R.K., Johar, S., Gibbon, M. And Holingshead, R., 1984. Effect of Process Parameters on The Properties of Rapidly Solidified Aluminium Alloy 2024 Prepared By Melt Spinning, 411 - 425, *Ferrous and Nonferrous Materials Proceedings of 1984 international P.M. Conference*, AQUA, E.N. (Ed.), Toronto.
11. Akhtar, D., Köster, U. And Hawig, R., 1992. Effect of Melt-Spinning Parameters On The Texture of Nd-Fe-B, **Scripta Materialia** **26**: 953 - 956.
12. Uzun, O., Karaaslan, T., Gogebakan, M., Keskin, M., 2004. Hardness and Microstructural Characteristics of Rapidly Solidified Al-8–16 wt%Si Alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, **376**: 149–157.

13. Kalay, Y.E., Chumbley, L.S., Anderson, I.E., 2007. Napolitano RE. Characterization of Hypereutectic Al–Si Powders Solidified Far-from Equilibrium Conditions. **Metallurgical and Materials Transactions A**, **38**: 1452 - 1457.
14. Shechtman, D., Blech, I., Gratias, D., Chan, J.W., 1984. Metallic Phase With Long-Range Orientational Order and No Translational Symmetry. **Physical Review Letters**, **53**: 1951 - 1953.
15. Chang, H.J., Fleury, E., Song, G.S., Kim, W.T., Kim, D.H., 2004. Formation of Quasicrystalline Phases in Al-rich Al–Mn–Be Alloys. **Journal of Non-Crystalline Solids**, **334(335)**: 12 - 16.
16. Park, E.S., Kim, D.H., 2005. Design of Bulk Metallic Glasses With High Glass Forming Ability and Enhancement of Plasticity in Metallic Glass Matrix Composites: a Review. **Metals and Materials International**, **11**: 19–27.
17. Huttunen-Saarivirta, E., Turunen, E., Kallio, M., 2003. Microstructural Characterisation of Thermally Sprayed Quasicrystalline Al-Co-Fe-Cr Coatings. **Journal of Alloys and Compounds**, **354**: 269 - 280.
18. Trebin, H.R., 2003. Local Properties of Quasicrystals: Statics and Dynamics, 359 - 382, Quasicrystals. Wiley-VCH, Weinheim 2003.
19. Tsai, A. P., 1999. Physical Properties of Quasicrystals, Springer, 257 pp.
20. Tsai, A. P., Guo, J. Q., Abe, E., Takakura, H., and Sato, T. J., 2000. Alloys: A stable Binary Quasicrystal, **Nature**, **408**: 537 - 538.
21. Bendersky, L., 1985. Quasicrystal with One-Dimensional Translational Symmetry and a Tenfold Rotation Axis, **Physical Review Letters**, **55**: 1461 - 1463.
22. Wang N., Chen H. and Kuo K. H., 1987. Two-dimensional Quasicrystal With Eightfold Rotational Symmetry, **Physical Review Letters**, **59**: 1010 - 1013.
23. Ishimasa, T., Nissen, H-U., Fukano, Y. 1985. New Ordered State Between Crystalline and Amorphous in Ni-Cr Particles. **Physical Review Letters**, **55**: 511 - 513.
24. Dubost, B., Lang, J.M., Tanaka, M., Sainford, P., Audier, M., 1986. Large AlCuLi Single Quasicrystals with Triacanthedral Solidification Morphology. **Nature** **324**: 48 - 50.
25. Tsai, A.P., Sato, T.J., Guo, Q., Hirano, T. 1999, Growing Perfect Quasicrystals. **Elsevier Science Journal of Non-crystalline Solids**, **250 - 252**: 833 - 838.

26. Jean-Marie Dubois, 2000. New Prospects From Potential Applications of Quasicrystalline Materials, **Materials Science and Engineering: A**, **294 - 296**: 4 - 9.
27. Song, G.S., Fleury, E., Kim, S.H., Kim, W.T., Kim, D.H., 2002. Enhancement of The Quasicrystal Forming Ability in Al-based Alloys by Be-addition. **Journal of Alloys and Compounds**, **342**: 251 - 255.
28. Song, G.S., Fleury, E., Kim, S.H., Kim, W.T., Kim, D.H., 2002. Formation and Stability of Quasicrystalline and Hexagonal Approximant Phases in an Al-Mn-Be Alloy. **Journal of Materials Research**, **17**: 1671–1677.
29. Zupanic, F., Boncina, T., Krizman, A., Grogger, W., Gspan, C., Markoli, B., et al., 2008. Quasicrystalline Phase in Melt-spun Al-Mn-Be ribbons. **Journal of Alloys and Compounds**, **452**: 343 - 347.
30. Lojen, G., Boncina, T., Zupanic, T., 2012. Thermal Stability of Al-Mn-Be Melt-spun Ribbons. **Materials Technology**, **46**: 329 - 333.
31. Kim, S.H., Song, G.S., Fleury, E., Chattopadhyay, K., Kim, W.T., Kim, D.H., 2002. Icosahedral Quasicrystalline and Hexagonal Approximant Phases in The Al-Mn-Be Alloyssystem. **Philosophical Magazine A**, **82**: 1495 - 1508.
32. Zupanic, F., Boncina, T., Sustarsic, B., Anzel, I., Markoli, B., 2008. Microstructure of Al–Mn– Be Melt-spun Ribbons. **Materials Characterization**, **59**: 1245 - 1451.
33. Saksl, K., Vojtech, D., Franz, H., 2007. Quasicrystal-crystal Structural Transformation in Al–5 wt% Mn Alloy. **Journal of Materials Science**, **42**: 7198 - 7201.
34. Atalay, T. 1996. Katıhal Fiziği. ZKÜ, Devrek Fen-Edebiyat Fakültesi, Zonguldak, 220 s.
35. Christman, J.R., 1988. Fundamental of Solid State Physics. Newyork, 32 - 37 pp.
36. Durlu, T.N., 1992. Katıhal Fiziğine Giriş. Ankara Üniversitesi, Fen Fakültesi, 1 - 35 s.
37. Froes, F.H. ve Carbonara, R., 1988. Applications of Rapid Solidification. **Journal of Metals**. **450**: 20 - 27.
38. Blakemore, J.S., 1985. Solid State Physics. 2nd ed. Cambridge University Press, Cambridge, England.
39. Avar, B., 2007. Al-Cu-Fe Kuazikristal Alaşımların Mekaniksel Öğütme (Mechanical Alloying), Normal Katılaştırma (Conventional Solidification) ve Hızlı

Katılaştırma (Rapid Solidification) ile Üretilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi, T.C. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş, 108 s.

40. Moeck, P., 2007. Topic 3D-TEM. Ders Notu, Department of Physics, Portland State University, Portland, (yayınlanmamış).
41. Bhatti, A. R., 1989. Effect of Heat Treatment on Metallic Glasses. Oxford Üniversitesi, Doktora Tezi, England.
42. Gögebakan, M. 1998. Amorphous and Nanocrystalline Al-based Alloys. Oxford Üniversitesi, Doktora Tezi, England, 164s.
43. Pauling, L., 1985. Apparent Icosahedral Symmetry is Due to Directed Multiple Twinning of Cubic Crystals. **Nature**, **317**: 512-514.
44. Shon, Y-Ho., 2007. Imperfection and Microscopy. Ders Notu, EGN 3365 Structures and Properties of Materials, University of Central Florida (yayınlanmamış).
45. Eckert, J. 2007. Metastabile Phasen Für Neue Hochleistungswerkstoffe, FG Physicalische Metallkunde, Darmstadt Teknik Üniversitesi, Darmstadt (yayınlanmamış).
46. Hafner, J., 1999. Electronic Structure of Quasicrystals, **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, **4**: 289 - 294.
47. Saarıvırt, E.H., 2004. Microstructure, Fabrication and Properties of Quasicrystalline Al-Cu-Fe Alloys: a review, **Journal Alloys Compounds**, **363**: 150 - 174.
48. Yıldız, A., 1995. A New Technique to Calculate The Electronic Structure of Disordered and Quasicrystals Systems in Two Dimensions. Doktora Tezi. Leicester Üniversitesi, Leicester, England.
49. Wittmann, R., 1993. Elektronenmikroskopische, Metallurgische und Mechanische Untersuchungen der Dekagonalen Phase im System Al-Co-Cu (-Si). Doktora Tezi, KFA Jülich, Germany.
50. Penrose, R., 1974. The Bulletin of The Institute of Mathematics and Its Applications, 10.
51. Brujin, N.G.de. 1981. Mathematics Proceedings, A84.
52. Berger, C., Delahaye, J., Grenet, T., Schaub, T., Ourcaudat, G., Brison, J.P., Prejan, J.J., 2000. Breakdown of Metallic Conductivity in Quasicrystals. **Physica B**, **280**: 262-263.
53. Turnbull, D. and Fisher, J. C., 1949. Rate of Nucleation in Condensed System, **The Journal of Chemical Physics**, **17**: 71.

54. Miyazawa, Y. and Pound, G.M., 1974. Homogeneous Nucleation of Crystalline Gallium from Liquid Gallium, **Journal of Crystal Growth**, **23**: 45.
55. Gündüz, M., 1984. Measurement of Solid-Liquid Surface Energies, Ph. D. Thesis, Oxford University, UK.
56. Maraşlı, N. and Hunt, J. D., 1998. The Use of Measured Values of Surface Energies to Test Heterogeneous Nucleation Theory, **Journal of Crystal Growth**, **191**: 558 - 562.
57. Turnbull, D. J., 1950. Isothermal Rate of Solidification of Small Droplets of Mercury and Tin, **Journal of Chemical Physics**, **18**: 768 - 775.
58. Flemings, M. C., 1976. Döküm ve Katılaştırma Tekniği, Tercüme: M. Başaran, 322 - 331, İTÜ Matbaası, İstanbul.
59. Kınıkoğlu, N.G., 2001. Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Literatür Yayıncılık, İstanbul, 900 s.
60. Mehrabian, R., 1982. Rapid Solidification, **International Materials Reviews**, **27**: 185 - 251.
61. Zhang, X. and Atrens, A., 1992. Rapid Solidification Characteristic in Melt Spinning, **Materials Science Engineering: A**, **159**: 243 - 251.
62. Duwez, P., 1981. Metallic Glasses-historical Background, **Springer**, **46**:19 - 23.
63. Das, S., Yegneswaran, A. H. and Rohatgi, P. K., 1987. Characterization of Rapidly Solidified Al-Si Alloy, **Journal of Materials Science**, **22**: 3173 - 3177.
64. Beck, H. and Güntherodt, H. J., 1981. Topics in Applied Physics Glassy Metal 1, **Springer**, **46**: 1 - 4.
65. Bozbıyık, A. and Eruslu, M. N., 1988. MS Yöntemiyle Katılaşmış Al-Mn Şeritlerin Üretimi, S. 337-351, *Metallurji Kongresi ve Sergisi*.
66. Jones, H., 1982. Rapid Solidification of Metal and Alloys, The Institution of Metallurgist, Institution of Metallurgists, London 83 pp.
67. Herlach, D. M., 1994. Non-equilibrium Solidification of Under cooled Metallic Melts, **Materials Science and Engineering: R: Reports**, **12**: 177 - 255.
68. Cohen, M., Kear B. H. and Mehrabian R., 1989. Rapid Solidification Processing: Principles and Technologies, II. Claitor Publishing Division, London.
69. Kılıçaslan, M. F., 2012. Yüksek Silisyum İçerikli Al-Si-Fe Alaşımlarının Mikroyapı Özellikleri Üzerinde Hızlı Katılaştırma ve Kobalt'ın Etkileri, Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Tokat, Doktora Tezi, Tokat, 167 s.

70. Yan, M., Zhu, W.Z., Cantor, B., 2000. The Microstructure of as Melt-spun Al–7%Si–0.3%Mg Alloy and Its Variation in Continuous Heat Treatment, **Materials Science and Engineering: A**, **284**: 77 - 83.
71. Nagashio, K., Kuribayashi, K., 2006. Experimental Verification of Ribbon Formation Process in Chill-block Melt Spinning, **Acta Materialia** **54**: 2353 - 2360.
72. Rivlin, Z., Jiang, H.G., Gibson, M.A., Froumin, N., Baram, J., 1996. Evaluation of The Contact Angle in Rapid Solidification by Melt Spinning, **Materials Science and Engineering: A**, **211**: 82 - 86.
73. Öveçoğlu, M. L., Ünlü, N., Eruslu, N., Genc, A., 2003. Characterization Investigations of a Melt-spun Ternary Al–8Si–5.1Cu (in wt.%) Alloy, **Materials Letters**, **57**: 3296 - 3301.
74. Cutlity, B.D., 1978, Elements of X-Ray Diffraction, Addison-Wesley Publishing Company, London, 509 pp.
75. Woolfson, M.M., 1970. An Introduction to X-Ray Crystallography, Cambridge University Press, London, 416 pp.
76. Clark, G.L., 1963. The Encyclopedia of X-Ray, Reinhold Publishing Corporation, New York, 728 - 732.
77. Cullity, B.D., 1978. Elements of X-Ray Diffraction, Addison-Wesley Publis. Company, London, 287 - 310.
78. Skoog, A.D., Holler F.J. and Nieman T.A., 1997. Enstürümental Analiz İlkeleri, Bilim Yayıncılık, Özkan Matbaacılık, 849 s.
79. Bruker AXS GmbH, 2000. Diffracplus PDF Maint Powder Diffraction Database Manage Software, Printed in the Federal Republic of Germany.
80. Karaköse E., 2010. Al Esaslı Ağırlıkça %8Ni, %5Nd, %XSi (X=4, 8, 12) İçeren Alaşımların Melt Spinning Yöntemiyle Üretimi ve Karakterizasyonu, T.C. Erciyes Üniversitesi, Doktora Tezi, Kayseri, 166 s.
81. Brown, M.E., 1988. Introduction to Thermal Analysis Techniques, Applications G.B. at The University Press, Cambridge.
82. Karmazin, E., Barhoumi, R., Satre, P., Gaillard, F., 1985. Use of Microwaves in Thermal Analysis, **Journal of Thermal Analysis**, **30**: 43 - 47.
83. Karmazin, E., Barhoumi, R., Satre, P., 1985. Microwaves and Thermodilatometry, **Thermochimica Acta**, **85**: 291.

84. Arora, N., Deo, G., Wachs, I.E. and Hirt, A.M., 1996. Surfaces Aspects of Bismuth Metal Oxide Catalysts, **Journal of Catalysis**, **159**: 1 - 13.
85. Weissbach, W., 1993. Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Çev.: Anık, S., Anık, E., Vural, M., Birsen Kitapevi, İstanbul.
86. Colling, D.A., 1995. Industrial Materials, Metals and Alloys, Prentice-Hall Inc., Ohio, 88 pp.
87. Knoop, F., Peters, C.G. and Emerson, W.B., 1939. A Sensitive Pyramidal-Diamond Tool for Indentation Measurements, **Journal of Research of the National Bureau of Standards**, **23**: 39 - 61.
88. Geçkinli, A. E., 1989. Metalografi, İstanbul Teknik Üniversitesi Matbaası, 53-70, İstanbul.
89. Zeng, Q. and Baker, I., 2007. The Effects of Local Versus Bulk Disorder on The Magnetic Behavior of Stoichiometric Ni₃Al, **Intermetallics**, **15**: 419 - 427.
90. Song, M.Y., Kwon, I.H. and Bae, J.S., 2005. Development of Hydrogen-storage Alloys of Mg-Fe₂O₃ System by Reactive Mechanical Grinding, **International Journal of Hydrogen Energy**, **30**: 1107 - 1111.
91. Okamoto, H., 2000. Phase Diagrams for Binary Alloys. ASM International and USA, 1741/36.
92. Powder Diffraction Files-2 (ICDD PDF-2, Release 2000).
93. Anantharaman, T.R., Suryanarayana, C., 1987. Rapidly Solidified Metals, Trans Teach Publications, Switzerland, 272 s.
94. Markoli, B., Boncina, T., Zupanic, F., 2010. The Solidification Path of The Complex Metallic Al-Mn-Be Alloy, **Croat Chemica Acta**, **83**: 49 - 54.
95. Song, GS., Fleury, E., Kim, SH., Kim, WT., Kim, DH., 2002. Enhancement of The Quasicrystal Forming Ability in Al-based Alloys by Be-addition, **Journal of Alloys and Compounds**, **342**: 251 - 255.
96. Song, GS., Fleury, E., Kim, SH., Kim, WT., Kim, DH., 2002. Formation and Stability of Quasicrystalline and Hexagonal Approximant Phases in an Al-Mn-Be Alloy, **Journal of Materials Research**, **17**: 1671 - 1677.
97. Lojen, G., Boncina, T., Zupanic, T., 2012. Thermal Stability of Al-Mn-Be Melt-spun Ribbons, **Materials Technology**, **46**: 329 - 333.
98. Kim, SH., Song, GS., Fleury, E., Chattopadhyay, K., Kim, WT., Kim, DH., 2002. Icosahedral Quasicrystalline and Hexagonal Approximant Pases in The Al-Mn-Be Alloy System, **Philosophical Magazine: A**, **82**: 1495 - 1508.

99. Zupanic, F., Boncina, T., Sustarsic, B., Anzel, I., Markoli, B., 2008. Microstructure of Al-Mn-Be Melt-spun Ribbons, **Materials Characterization**, **59**: 1245 - 1251.
100. Saksl, K., Vojtech, D., Franz, H., 2007. Quasicrystal-crystal Structural Transformation in Al-5 wt% Mn Alloy, **Journal of Materials Science**, 7198 - 7201.
101. Xu, F., Wang, G., Xia, C., 2012. Stepped Superplasticity Deformation-induced Plastic Enhancement of Ti-6Al-1.5Cr-2.5Mo-0.5Fe-0.3Si Alloy, **Materials & Design**, **36**: 136 - 140.
102. Oliver, WC., Pharr, GM., 1992. An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments, **Journal of Materials Research**, **7**: 1564 - 1580.
103. Zupanic, F., Boncina, T., Rozman, N., Anzel, I., Grogger, W., Gspan, C., et al., 2008. Development of an Al-Mn-Be-Cu Alloy With Improved Quasicrystalline Forming Ability, **Zeitschrift für Kristallographie**, **223**: 735 - 738.
104. Zupanic, F., Boncina, T., Krizmana, A., Grogger, W., Gspan, C., Markoli, B., Spaic, S., 2008. Quasicrystalline Phase in Melt-spun Al-Mn-Be Ribbons, **Journal of Alloys and Compounds**, **452**: 343 - 347.
105. Song, G.S., Fleury, E., Lee, S.M., Kim, W.T., Kim, D.H., 2003. Quasicrystal-Forming Ability of The Icosahedral Phase in Al-Cu-Fe-Be Alloys. **Materials Science and Engineering: A**, **346**: 42 - 49.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı : Turan
Soyadı : ÖZ
T.C Kimlik Numarası : 39502939426
Doğum yeri : KAYSERİ
Doğum Tarihi : 06 /03/1987
Uyruğu : TC
Adres : 19 Mayıs Mah. 3024. Sok. Kısmet Apt. No:17/23
 38070 Melikgazi/KAYSERİ
Telefon : Ev: 0-352 326 35 43
 Cep: 0-544 252 16 36
E-Posta : turanoz.eu@gmail.com

Eğitim Bilgileri

İlkokul : Şehit Aziz Özkan İlköğretim Okulu (2001)
Lise : Şeker Lisesi (2004)
Lisans : Erciyes Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü (2010)

Uluslararası Hakemli Dergilerde Yayımlanan Makaleler

Öz T., Karaköse E., Keskin M., "Impact Of Beryllium Additions On Thermal And Mechanical Properties Of Conventionally Solidified And Melt-Spun Al-4.5 Wt.%Mn-X Wt.%Be (X = 0, 1, 3, 5) Alloys", MATERIALS & DESIGN, vol.50, pp.399-412, 2013

Verdiği Bildiri ve Sunumlar

Impact Of Beryllium Additions On Thermal And Mechanical Properties Of Conventionally Solidified And Melt-Spun Al-4.5 Wt.%Mn-X Wt.%Be (X = 0, 1, 3, 5) Alloys, 20. İSTATİKSEL FİZİK GÜNLERİ 27 – 29 HAZİRAN 2013 ERCİYES ÜNİVERSİTESİ, KAYSERİ.