

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJESİ**

**Bi-Sn-Ag ÜÇLÜ ÖTEKTİK METALİK ALAŞIMININ KONTROLLÜ
KATILAŞTIRILMASI VE FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

PROJE NO: EUBAP- FBA-10-3376

Proje Yöneticisi: Doç. Dr. Hasan KAYA

**Araştırmacılar: Yrd. Doç. Dr. Uğur BÖYÜK
Prof. Dr. Emin ÇADIRLI
Sevda ENGİN**

**Temmuz 2012
KAYSERİ**

ONAY

Bu projenin kabulü Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonunun
..... tarih ve sayılı kararı ile onaylanmıştır.

..... /..... / 2012

EÜBAP Komisyonu Başkanı

Mühür ve İmza

TEŞEKKÜR

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

Bi-Sn-Ag ÜÇLÜ ÖTEKTİK METALİK ALAŞIMININ KONTROLLÜ KATILAŞTIRILMASI VE FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Bu çalışmada, Bi-Sn-Ag (Bi-ağ.%47Sn-ağ.%0.68Ag) ötektik alaşımının hazırlanmasında ve numune kalıplarına doldurulmasında vakumlu eritme fırını ve döküm fırını kullanıldı. Alaşımla doldurulan numune kalıpları daha sonra Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını yardımıyla Argon ortamında aşağıdan yukarı doğru, sabit katılaştırma hızı farklı sıcaklık gradyentlerinde ve sabit sıcaklık gradyenti farklı katılaştırma hızlarında olmak üzere iki farklı durumda katılaştırıldı.

Kontrollü doğrusal katılaştırılan numunelerin mikroyapı fotoğrafları, optik mikroskobu ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) yardımıyla çekildi. Çekilen bu fotoğraflardan lamelsel olarak tanımlanan ötektik mesafeler ölçüldü. Farklı katılaştırma parametrelerinde üretilen herbir numunenin mikrosertlik değerlerinin ölçümünde Vickers türü sertlik ölçme cihazı kullanıldı. Katılaştırma hızı (V) ve sıcaklık gradyentinin (G), ötektik mesafeler (λ) ve mikrosertlik (HV) ve çekme dayanımı (σ) değerleriyle ilişkisi lineer regrasyon analizi yöntemi kullanılarak belirlendi. Ayrıca katılaştırma parametrelerine (G, V) bağlı olarak numunelerin elektriksel öz direnci (ρ) ölçülmüş ve artan G ve V değerlerine bağlı olarak ρ 'nun azaldığı tespit edilmiştir.

Bu sonuçlara göre, G ve V değerlerinin artmasıyla λ değerlerinin azaldığı, buna karşın HV ve σ değerlerinin arttığı tespit edildi. Elde edilen deneysel sonuçlar teorik modellerle ve literatürde bulunan benzer deneysel çalışmalarla karşılaştırıldı.

Anahtar Kelimeler: Bi-Sn-Ag, Üçlü ötektik, Doğrusal katılaştırma, Mikroyapı,, Mikrosertlik, Çekme gerilimi, Elektriksel iletkenlik, Entalpi, Öz ısı

DIRECTIONAL SOLIDIFICATION OF Bi-Sn-Ag TERNARY EUTECTIC ALLOY AND INVESTIGATION OF PHYSICAL PROPERTIES

ABSTRACT

In this study, the samples of Bi-Sn-Ag (Bi-wt. 47%Sn- wt. 0.68%Ag) eutectic alloy has been prepared by using a vacuum melting furnace and casting furnace. Then samples have been directionally solidified upwards under argon atmosphere under the two conditions; with different temperature gradients at a constant growth rate and with different growth rates at a constant temperature gradient in a Bridgman type directional solidification furnace.

The microstructures of the controlled directionally solidified samples were photographed by using an optical light microscopy and scanning electron microscopy (*SEM*) and the eutectic spacings such as lamellar spacings have been measured from the photographs of samples. The microhardness (*HV*) of each samples which produced under the different solidification conditions has also been measured by the Vickers type hardness tester. The dependence of characteristic eutectic spacings (λ) and the microhardness (*HV*) and strain stress (σ) on the velocity of crystal growth and the temperature gradient were determined by using linear regression analysis method. Also, dependence of electrical resistivity (ρ) on G and V were measured and it has been found that the value of ρ decreases with the increasing the values of G and V .

According to these results, it has been found that the value of λ decreases with the increasing the values of G and V , whereas, the value of *HV* and σ increases with the increasing value of G and V . The experimental results obtained in this work have been compared with the theoretical models and previous similar experimental results in the literature.

Keywords: Bi-Sn-Ag, Ternary Eutectic alloys, Directional solidification, Microstructure, Microhardness, Resistivity, Enthalpy, Specific heat.

İÇİNDEKİLER

ONAY	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT	v
TABLolar LİSTESİ	viii
ŞEKİLLER LİSTESİ	ix

1. BÖLÜM TEMEL BİLGİLER

1.1. GİRİŞ	1
1.1.1. Faz Dönüşümlerinde Denge.....	2
1.1.2. Katılaşmada Sürücü Kuvvet.....	3
1.1.3. Aşırı Soğumalar	4
1.1.4. Katılaştırma	4
1.1.5. Doğrusal Katılaştırma	5
1.1.5.1. Saf metallerin katılaştırılması	8
1.1.5.2. Alaşımların katılaştırılması	9
1.1.6. Alaşımların Ötektik Katılaştırılması	11
1.1.7. Ötektik Katılaştırma İçin Teorik Modeller	13
1.1.7.1. Jackson-Hunt (J-H) modeli	13
1.1.7.2. Trivedi-Magnin-Kurz (TMK) modeli	15
1.1.8. Sertlik	16
1.1.8.1. Brinell sertlik ölçme yöntemi.....	16
1.1.8.2. Rockwell sertlik ölçme yöntemi	17
1.1.8.3. Knoop sertlik ölçme yöntemi	18
1.1.8.4. Vickers sertlik ölçme yöntemi	18
1.1.9. Çekme Deneyi.....	20
1.1.10. Elektriksel Özdirenç ve İletkenlik Ölçümleri	21

2. BÖLÜM LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

2.1.ÖTEKTİK KATILAŞTIRMA ÜZERİNE YAPILAN DENEYSEL ÇALIŞMALAR ..	29
2.2. $\lambda_E^2 V = Sabit$ Tipindeki Bağıntılar.....	29

2.3. $\lambda = kV^{-n}$ ve $\lambda = kG^{-m}$ Tipindeki Bağıntılar	32
2.4. $H_V = kV^m$ ve $H_V = k\lambda^{-n}$ Tipindeki Bağıntılar	33
2.5. Ekeltriksel İletkenlik ile ilgili denysel çalışmalar	39
3. BÖLÜM YÖNTEM VE DENEYSEL ÇALIŞMALAR	42
3.1. GİRİŞ	42
3.2. DOĞRUSAL KATILAŞTIRMA İÇİN DENEYSEL SİSTEM	42
3.2.1. Vakumlu Erime Fırını	42
3.2.2. Döküm Fırını	43
3.2.3. Kontrollü (Doğrusal) Katılaştırma Fırını	44
3.3. DOĞRUSAL KATILAŞTIRMA İÇİN BİR DENEYİN YAPILIŞI	46
3.3.1. Numunenin Hazırlanması	46
3.3.1.1. Numune kalıbının yapılması	46
3.3.1.2. Numune potasının yapılması	47
3.3.1.3. Alaşımın hazırlanması	49
3.3.1.4. Dökümünün yapılması	49
3.3.2. Kontrollü Katılaştırma	50
3.3.3. Metalografik İşlemler	51
3.3.3.1. Numunelerin kesilmesi	51
3.3.3.2. Numunelerin zımparalanması	53
3.3.3.3. Numunelerin parlatılması	54
3.3.3.4. Numunelerin dağlanması	55
3.3.4. Mikroyapıların Gözlenmesi	56
4. BÖLÜM DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA	59
4.1 Doğrusal Katılaştırma Deneyleri	59
4.2 Microsertlik Ölçümleri	62
4.3 Çekme Gerilimi Ölçümleri	65
4.4 Elektriksel Öz direnç Ölçümleri	66
4.4 Termal Ölçümleri	70
KAYNAKLAR	72

TABLÖLER LİSTESİ

Tablo 1.1. Elektriksel iletkenliğin sınıflandırılması.....	22
Tablo 1.2. Malzemelerin elektriksel iletkenlik değer aralıkları	23
Tablo 1.3. Alaşımlarda kullanılan bazı malzemelerin oda sıcaklığında elektriksel iletkenlik değerleri.....	24
Tablo 2.1. Farklı bileşimdeki Pb-Sn ve Al-CuAl ₂ alaşımları için $\lambda_E^2 V$ bağıntıları.....	29
Tablo 2.2. Sn-Zn, Pb-Cd, Al-Si, Bi-Cd ötektik alaşımlarında sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında bulunan $\lambda = kV^{-n}$ bağıntıları.....	32
Tablo 2.3. Zn-Mg alaşımının λ_E ve H_V değerleri	34
Tablo 2.4. Al-ağ.% 12.6 Si alaşımında katılaştırma parametreleri ile mikrosertlik değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar	36
Tablo 2.5. Pb-Cd, Sn-Zn ve Bi-Cd ötektik alaşımında katılaştırma parametreleri ile mikrosertlik değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar	37
Tablo 2.6. Sn-Ag-Cu ötektik alaşımında farklı sıcaklıklarda mikrosertlik değerleri	37
Tablo 2.7. Sn-Ag-Cu ötektik alaşımında doğrusal katılaştırma deneyleri sonucunda oluşan her bir fazın mikrosertlik değerleri.....	38
Tablo 2.8. Tel şeklinde hazırlanmış bazı önemli alaşımların 293 K'deki elektriksel özdirenç değerleri	41
Tablo 3.1. Parlatmada kullanılan çözelti ve kumaşlar.....	55
Tablo 4.1. Bi-Sn-Ag alaşım sistemine ait deneysel ölçüm sonuçları	61
Tablo 4.2. Bi-Sn-Ag alaşım sistemine ait deneysel ölçüm sonuçları.....	70
Tablo 4.3. Bi-Sn-Ag ötektik alalım için ölçülmüş bazı termal parametreler.	72

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. Atomların dağılımına göre Gibbs serbest enerjisinin değişimi	2
Şekil 1.2. Katı ve sıvı fazların serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişimi.....	5
Şekil 1.3. Doğrusal katılaştırma.....	6
Şekil 1.4. V hızı G sıcaklık gradyentine maruz kalan başlangıç C_0 çözünen konsantrasyon undaki eriyiğin doğrusal katılaştırma şekli	6
Şekil 1.5. Saf metalin sıvı-katı fazlarının sıcaklık ile serbest enerji değişimleri.....	8
Şekil 1.6. Eş eksenli dendritik tane yapısı	9
Şekil 1.7. Değişik malzemelerde gözlenen mikroyapılar	10
Şekil 1.8. Birbirini sınırlı oranda eriten ikili sistemlerde denge faz diyagramı.....	11
Şekil 1.9. İki bileşenli ötektik sisteme ait faz diyagramı ve mikroyapı oluşumu	12
Şekil 1.10. İki fazlı katılaşmış ötektik yapının şematik görünümü	14
Şekil 1.11. Sabit hızda ötektik mesafe ile ortalama arayüzey aşırı soğumasının ilişkisi ve kararlı-kararsız bölgeler.....	15
Şekil 1.12. Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi.....	17
Şekil 1.13. (a) Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi (b) Batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı	19
Şekil 1.14. Çekme deneyi düzeneği.....	21
Şekil 1.15. Dört nokta (d.c.) elektriksel iletkenlik ölçüm sistemi	27
Şekil 3.1. (a) Vakumlu eritme fırını (b) Sıcak döküm fırını	43
Şekil 3.2. Doğrusal katılaştırma deney sisteminin su tesisat şeması	45
Şekil 3.3. Grafit numune kalıbı (a) Üst enine kesiti, (b) Alt enine kesiti (c) Yandan görünüşü	47
Şekil 3.4. Numune potası ve alt-üst desteklerin şematik gösterimi.....	48
Şekil 3.5. Alaşım metallerinin tartılmasında kullanılan hassas terazi	49
Şekil 3.6. Numune kalıbının oluşturulmasından epoksi-resin ile kalıplanmasına kadar olan sürecin gösterimi	52
Şekil 3.7. Otomatik zımparalama ve parlatma ünitesi	54
Şekil 3.8. Optik mikroskop ve CCD kameradan oluşan görüntü analiz sistemi.....	57
Şekil 3.9. Taramalı elektron mikroskopunun (SEM).....	58
Şekil 4.1. Ötektik mesafelerin enine ve boyuna kesitler üzerinden ölçümü	60

Şekil 4.2. Farklı katılaştırma parametrelerinde kontrollü katılaştırılan Bi-Sn-Ag alaşımasının mikroyapı görünüşleri. (a ₁) G=2.33 K/mm, V=13.25 µm/s, (a ₁) G=2.33 K/mm, V=132.83 µm/s	60
Şekil 4.3. Bi-Sn-Ag ötektik alaşımı için mikroyapı parametrelerinin sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızına göre değişimi (a) λ-G grafiği (b) λ-V grafikleri	61
Şekil 4.4 (a) Mikrosertlik ölçüm cihazının şematik gösterimi. (b) Numune üzerinde cihazın bıraktığı izin detayları	62
Şekil 4.5 Kontrollü katılaştırılmış Bi-Sn-Ag alaşımı için mikrosertliğin (a) sıcaklık gradyentine (b) katılaştırma hızına göre değişimi	63
Şekil 4.6. Kontrollü katılaştırılmış Bi-Sn-Ag alaşımı için ötektik mesafelelerin mikrosertliğe etkisi	64
Şekil 4.7. Kontrollü katılaştırılmış Bi-Sn-Ag alaşımı için ötektik mesafelelerin çekme gerimine etkisi	65
Şekil 4.8. Kontrollü katılaştırılmış Bi-Sn-Ag alaşımı için ötektik mesafelelerin mikrosertliğe etkisi	66
Şekil 4.9. Sıcaklığa bağlı elektriksel özdirenç ve iletkenlik değerlerinin ölçümde kullanılan (a) Güç kaynağı ve multimetreler, (b) Kül fırını	67
Şekil 4.10. Kontrollü katılaştırılmış Bi-Sn-Ag ötektik alaşımı için (a) Sıcaklık gradyenti- Elektriksel özdirenç değişimi (b) Katılaştırma hızı-elektriksel özdirenç değişimi (c) Ötektik mesafeler-elektriksel özdirenç değişimi	68
Şekil 4.11. (a) Sıcaklık -elektriksel özdirenç değişimi (b) Sıcaklık -elektriksel iletkenlik değişimi	69
Şekil 4.12. Perkin Elmer Pyris Diamond DSC	71
Şekil 4.13. Ötektik kompozisyonlardaki Bi-Sn-Ag alaşımları için elde edilmiş DSC eğrisi	72

1.1. GİRİŞ

Saf metal veya eriyik kristallerin çekirdeklenme ve büyümeleri üzerinde yürütülen çalışmalar, dökümlerle elde edilen malzemelerin yapı ve özelliklerinin anlaşılmasında yeni boyutlar kazandırmıştır. Sıvı fazdan katı faza geçiş ve katı-sıvı arayüzey yapısı üzerine son elli yıldır fizikçiler, malzeme bilimcileri ve özellikle son yıllarda uygulamalı matematikçiler yoğun bir şekilde çalışmaktadırlar. Çok fazlı alaşımlar üzerinde yapılan çalışmalar güncelliğini korumakta, yeni teori ve bulgularla çalışmalar sürdürülmektedir. Özellikle ötektik, peritektik ve dendritik formda katılaşma yapısı sergileyen metalik ve kompozit malzemelerin üretimi üzerine çalışmalar hızla devam etmektedir [1-3].

Alaşım sistemlerinin kontrollü olarak doğrusal katılaştırılması, pratikte tek kristallerin büyütülmesinde, malzemelerin saflaştırılmasında (bölgesel arıtma) ve malzemede homojen bileşim elde edilmesinde kullanılmaktadır. Bu tür katılaştırmaların bazı ticari uygulamaları; yarı iletken kristallerin büyütülmesi, oksit lazer sistemleri, ısıya ve zora dayanıklı savunma sistemleri ve optik uygulamalar için kristallerin büyütülmesidir.

Katılaştırma olayında, katılaştırılan malzemenin bileşimi (C_o), sıcaklık gradyenti (G) ve katılaştırma hızı (V) birbirinden bağımsız olarak kontrol edilebilmektedir. C_o , G ve V parametreleri "*katılaştırma parametreleri*" olarak bilinir. Katılaştırma parametrelerine bağlı olarak, kontrollü katılaştırılan malzemenin mikroyapı parametreleri (λ_E , λ_1 , λ_2 , R ve d) (ötektik mesafe, birincil kollar arası mesafe, ikincil kollar arası mesafe, dendritik veya hücrel uç yarıçapı ve yumuşak bölge derinliği) ve buna bağlı olarak malzemelerin mekanik özellikleri değişmektedir.

Bu bölümde katılaştırma olayının daha iyi anlaşılabilmesi için faz dönüşümlerinde denge durumu, sürücü kuvvet, aşırı soğumalar (altsoğuma) ve çekirdeklenme olayı anlatılacaktır. Daha sonra saf metal ve alaşımların doğrusal katılaştırılmasına geçilecektir.

1.1.1. Faz Dönüşümlerinde Denge

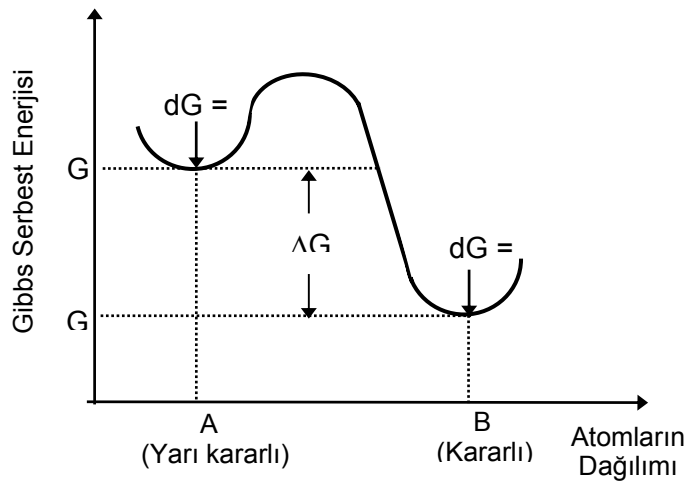
Bir sistemin dengede olması, mekanik, termal ve kimyasal olarak dengede olması demektir. Katı-sıvı arayüzeyi hareket etmediği zaman sistem mekanik olarak dengededir. Arayüzey sabit bir sıcaklıkta tutulduğu zaman ise termal dengededir. Kimyasal denge durumunda ise fazların kimyasal potansiyelleri eşit olmalıdır, yani kütle akışı olmamalıdır.

Sıvı fazın entropisinin büyük olmasından dolayı sıvının Gibbs serbest enerjisi katının Gibbs serbest enerjisinden daha hızlı azalmaktadır. Erime sıcaklığına (T_E) kadar katı fazın serbest enerjisi sıvı fazın serbest enerjisinden daha küçüktür. Bu yüzden katı faz kararlı denge durumundadır. T_E sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda ise sıvının serbest enerjisi katının serbest enerjisinden daha küçüktür. Dolayısıyla erime sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda sıvı faz kararlı denge durumundadır. T_E sıcaklığında ise her iki fazın Gibbs serbest enerjileri birbirlerine eşittir. Böylece erime sıcaklığında katı ve sıvı faz birlikte dengede bulunurlar.

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

$$(dG)_{T,P} = 0 \quad (1.1)$$

şeklinde ifade edilir. Şekil 1,1’de atomların dağılımına göre Gibbs serbest enerjileri verilmektedir.



Şekil 1.1. Atomların dağılımına göre Gibbs serbest enerjisinin değişimi [1]

Şekil 1.1'deki B durumunda sistemin Gibbs serbest enerjisi mümkün olabilecek en küçük değere sahip olduğundan sistem *kararlı denge* durumundadır denir. A durumunda da Gibbs serbest enerjisindeki değişim sıfırdır fakat mümkün olabilecek minimum değerden büyüktür. Bu durumu kararlı denge durumundan ayırt etmek için A noktasına *yarı kararlı denge* durumu denir. Kararlı denge durumu ile yarı kararlı denge durumu arasındaki geçiş durumlarına ise *kararsız denge* durumları denir [1].

1.1.2. Katılaşmada Sürücü Kuvvet

Bir sıvı erime sıcaklığının altındaki bir sıcaklığa kadar soğutulursa Gibbs serbest enerjisinde $G = G_l - G_s$ kadar değişme olacaktır (Şekil 1.1). Gibbs serbest enerjisindeki bu azalma katılaşma için gerekli olan sürücü kuvveti sağlar [1]. Katılaşma için gerekli olan serbest enerji değişim miktarı aşağıdaki şekilde elde edilebilir;

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

$$G_k = H_k - T S_k \text{ ve } G_s = H_s - T S_s \quad (1.2)$$

olur. Bu durumda,

$$\Delta G = G_k - G_s = H_k - H_s - T(S_k - S_s) = \Delta H - T\Delta S \quad (1.3)$$

şeklinde elde edilir. Burada k ve s indisleri sırasıyla katı ve sıvı fazları göstermektedir. Saf bir maddenin faz dönüşüm sıcaklığında (yani T_E 'de), $G_k = G_s$ olacağından $\Delta G = 0$ olur. Buna göre denklem (1.3)'den,

$$\Delta S = \frac{\Delta H}{T_E} \quad (1.4)$$

yazılabilir. Burada ΔS erime entropisidir. Sonuç olarak herhangi bir T sıcaklığında Gibbs serbest enerjisindeki değişim (1.3) ve (1.4) denklemlerinden,

$$\Delta G \cong \Delta H - \frac{\Delta H T}{T_E} = \frac{\Delta H (T_E - T)}{T_E} = \frac{\Delta H \Delta T}{T_E} = \Delta T \Delta S \quad (1.5)$$

olarak elde edilir. Denklem (1.5)'a sıvı fazdan katı faza dönüşüm için hacimsel serbest enerji değişimi veya *sürücü kuvvet* denir [1]. Saf maddeler için erime sıcaklığındaki entalpi değişimi erime gizli ısısına eşittir, yani $\Delta H = L$ dir.

1.1.3. Aşırı Soğumalar

Sıvıdan katıya dönüşüm için, bir metalin sıcaklığı dengedeki erime sıcaklığı (T_m)'nin altındaki herhangi bir T sıcaklığına kadar indirmek gerekir. Bu esnada sistemin toplam aşırı soğuması ΔT ile gösterilir ve ifade olarak

$$\Delta T = T_m - T \quad (1.6)$$

yazmak mümkündür. Alaşımlarda ΔT 'nin değeri arayüzey eğriliğine, sıvının bileşimine ve sıvıdan katıya geçen atomların enerji engeline bağlıdır. Yani ΔT bu etkilerden gelen aşırı soğumaların toplamına eşittir. İfade olarak yazarsak,

$$\Delta T = T_m - T = \Delta T_s + \Delta T_c + \Delta T_k \quad (1.7)$$

Burada; ΔT_s sıvıdaki çözünen yayınımdan ileri gelen aşırı soğuma, ΔT_c sıvı-katı arayüzeyinin eğriliğinden ileri gelen aşırı soğuma ve ΔT_k kinetik aşırı soğumadır. Bu aşırı soğumaları şimdi sırayla görelim.

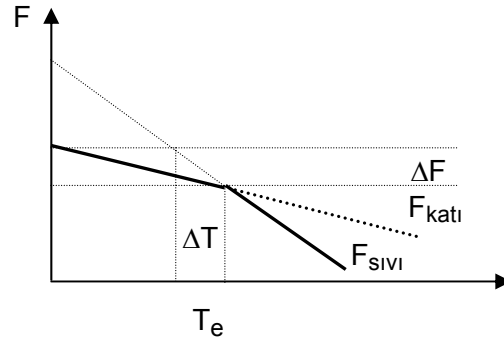
1.1.4. Katılaştırma

Bir fazın başka bir faza göre kararlı olup olmadığı mol başına düşen serbest enerji ile belirlenir ve bu serbest enerji Helmholtz serbest enerjisi olarak ifade edilir.

$$F = E - TS \quad (1.8)$$

Burada E , fazın iç enerjisidir. Enerjinin miktarına göre atomlar faz değiştirebilirler. Atomlar arasındaki kohesif (yapııcı) kuvvetler büyüktür ve iç enerji negatiftir. Denklem (1.8)' de ikinci terim sıcaklık (T) ve entropidir (S). Entropi tanım olarak herhangi bir fazdaki atomların sıralanmasındaki düzensizlik ölçüsüdür. Katı bir kristalde atomların termal titreşimlerinden dolayı entropi artışı gösterir. Sıvıda ise yapısal düzensizlik ve termal titreşimin her ikisinden dolayı entropi yüksek olup düzensiz atomik yapı oluşmaktadır.

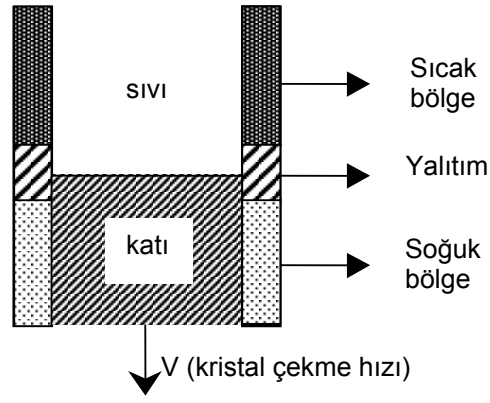
Şekil 1.2' de sıcaklık ile bir metalin katı ve sıvı fazlarının serbest enerjilerinin değişimi şematik olarak gösterilmektedir. $T=0\text{ K}$ ' de $F=E$ ve katı atomlar arası kohezyon kuvveti büyük olduğundan dolayı iç enerji küçük olup, bu nedenden dolayı serbest enerjide küçük olacaktır. Sıcaklık artışıyla TS terimi nispeten önemli olmaya başlar ve $S>0$ olduğundan dolayı serbest enerji azalır. Ancak sıvının entropisi katının entropisinden daha büyüktür ve sıvı fazın serbest enerjisindeki azalış artan sıcaklıkla katı fazındakinden daha hızlıdır. Bu nedenden dolayı iki fazın serbest enerji eğrileri denge erime sıcaklığında kesişir. Yüksek sıcaklıklarda ise katı faz, sıvı fazdan daha düşük enerjiye sahip olduğundan katı faz kararlı durumdadır. Eğer sistem dengede ise, sıvı ve katının serbest enerjileri birbirine eşittir[12].



Şekil 1.2. Katı ve sıvı fazların serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişimi [11]

1.1.5. Doğrusal Katılaştırma

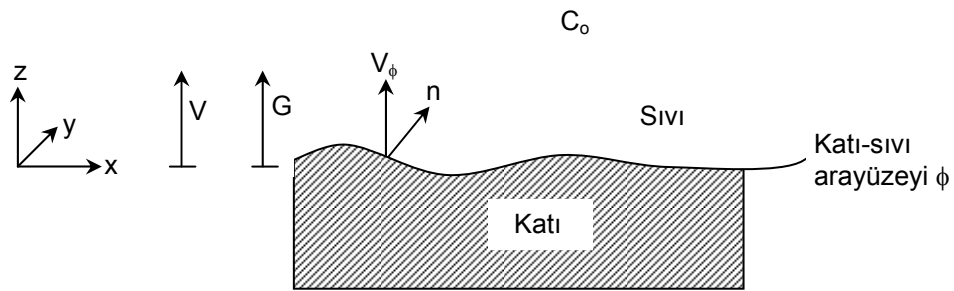
Bir alaşımın doğrusal katılaştırılmasında, numune sabit sıcaklıktaki sıcak ve soğuk bölgelerle temasa maruz kalarak oluşan sabit sıcaklık gradyentinde yerleştirilir (Şekil 1.3). Numune, sabit hızla soğuk bölgeye çekilerek yada termal düzeneğin hareketi ile katılaştırılır. Katılaştırılan malzemenin özelliklerini etkileyen mikroyapı parametrelerinin kontrolü, doğrusal katılaştırma yönteminde mümkündür[14]. Bu nedenle doğrusal katılaştırma teknolojisinde önemli bir yere sahiptir. Şimdi ikili alaşımların doğrusal



Şekil 1.3. Doğrusal katılaştırma [14].

katılaştırılmasındaki temel bağıntıları ve bu bağıntılar elde edilirken yapılan kabulleri inceleyelim.

Katı ve eriyik, katılaşmanın gerçekleştiği katı-sıvı arayüzeyi ile ayrılır (Şekil 1.4). Bu durumda, katı ve sıvı fazı için çözünme ve ısı korunumu denklemlerinin ve faz sınırı için yüzey dengesinin ve katılaştırma yüzeyinin ilerleme şeklinin tanımlanması gerekmektedir. Bu tanımlar yapılırken arayüzeyin matematiksel olarak keskin, katı ve sıvı fazlarının eşit yoğunlukta olduğu, katı içerisinde çözünme difüzyonunun ihmal edildiği ve arayüzeyde sıcaklığın sürekli olduğu kabulleri yapılır. Ayrıca tüm fiziko kimyasal katsayıların sabit nicelik olduğu ve katıdaki elastik ve plastik etkilerin ihmal edilebilir derecede olduğu varsayılır. Daha etkili varsayım ise, gerçek deneysel ortamlarda uygulanabilirliği kısıtlı olan, sıvı fazda konveksiyonun olmadığı kabulüdür.



Şekil 1.4. V hızı G sıcaklık gradyentine maruz kalan başlangıç C_0 çözünme konsantrasyonundaki eriyiğin doğrusal katılaştırma şekli [14]

Sabit V hızı ile ilerleyen katılaştırma yüzeyine ilişkin referans sisteminde korunum denklemleri şöyledir;

(a) Katı (k) ve sıvı (s) fazında ısı dengesi:

$$\frac{\partial T_i}{\partial t} = D_{th}^i \nabla^2 T_i + V \frac{\partial T_i}{\partial z}, \quad (1.9)$$

burada i=k yada s olabilir, T_i ve D_{th}^i sırasıyla i fazındaki sıcaklık ve difüzyon gücüdür.

(b) Sıvıdaki çözünen dengesi:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \nabla^2 C + V \frac{\partial C}{\partial z}, \quad (1.10)$$

burada C ve D sıvıdaki çözünen konsantrasyonu ve difüzyon sabitidir.

(c) Arayüzeyde termal akı dengesi:

Katılaştırma yüzeyinde; ısı korunum denklemi, sıvı ve katıdaki normal sıcaklık gradyentleri ile bölgesel erime gizli ısının oluşumu ile ilgilidir;

$$\left[K_k \vec{\nabla} T_k - K_s \vec{\nabla} T_s \right]_{\phi} \cdot \hat{n} = L \vec{V}_{\phi} \cdot \hat{n}, \quad (1.11)$$

burada L birim hacimdeki erime gizli ısı, $\vec{V}_{\phi}$ ve $\hat{n}$ faz sınırından sıvıya yönelmiş büyüme hızı ve yüzey normali, K_k ve K_s ise sırasıyla katı ve sıvının termal iletkenliğidir. İlgili niceliklerin katılaştırma yüzeyinde değerlendirilmesi gerektiğinden ϕ indisi kullanılmıştır.

(d) Arayüzeyde çözünen akı dengesi:

Çözünen korunumu, katılaştırmada eriyiğe serbest bırakılan çözünen ($k < 1$) yada çözücü ($k > 1$) difüzyonla sıvıya taşınmasını gerektirir,

$$\left[C_k - C \right]_{\phi} \vec{V}_{\phi} \cdot \hat{n} = D \left[\vec{\nabla} C \right]_{\phi} \cdot \hat{n}, \quad (1.12)$$

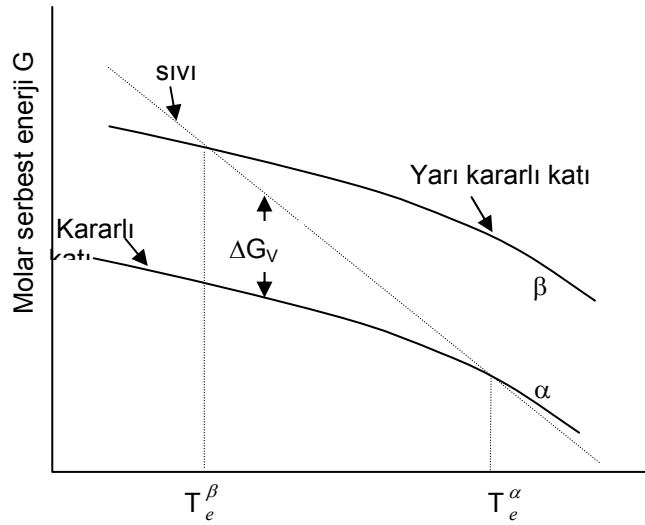
burada C_k katıdaki çözünen konsantrasyonudur.

1.1.5.1.Saf metallerin katılaştırılması

İlk olarak dengedeki saf metali ele alalım. Bir saf metalin sıvı-katı fazlarının sıcaklık ile serbest enerji değişimleri şekil 1.5’ de gösterilmektedir. Düşük serbest enerjiye sahip fazda belirli sıcaklık bölgesinde (katının sıcaklığı $< T_e$ ve sıvının sıcaklığı $> T_e$) katı ve sıvı faz bir arada dengede ise serbest enerjileri eşit olup bu iki fazın sıcaklıkları dengesel erime sıcaklığı (T_e)’ dir. Bu dengesel erime sıcaklığı (T_e)’ nin basınca göre değişimini veren bağıntıya “Clapeyron eşitliği” adı verilir.

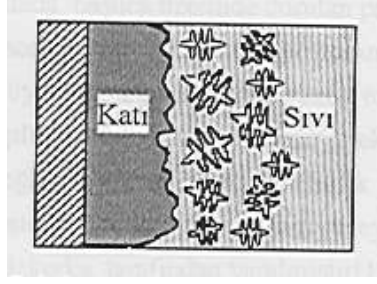
$$\frac{\Delta T_e}{\Delta P} = T_e \frac{\Delta V}{\Delta H} \quad (1.13)$$

Burada, ΔP basınçtaki değişimi, ΔH , entalpideki değişimi, ΔT_e , basınç değişiminden ileri gelen sıcaklık değişimi, ΔV ise, sıvı ve katı fazları arasındaki molar hacim farkıdır[15]. Eriyik metalin çok yavaş soğutulması durumunda, bütün metalde sıcaklık üniform şeklinde ise, katılaşma bölgesinin tam ortasındaki bir noktada katılaşma başlar ve çekirdekler sıvı içine dağılır. Her bir çekirdek tercihi bütün yönlerde büyüyerek irileşir ve sonuçta eşeksenli dendritik tane yapısını oluşturur.



Şekil 1.5. Saf metalin sıvı-katı fazlarının sıcaklık ile serbest enerji değişimleri[8]

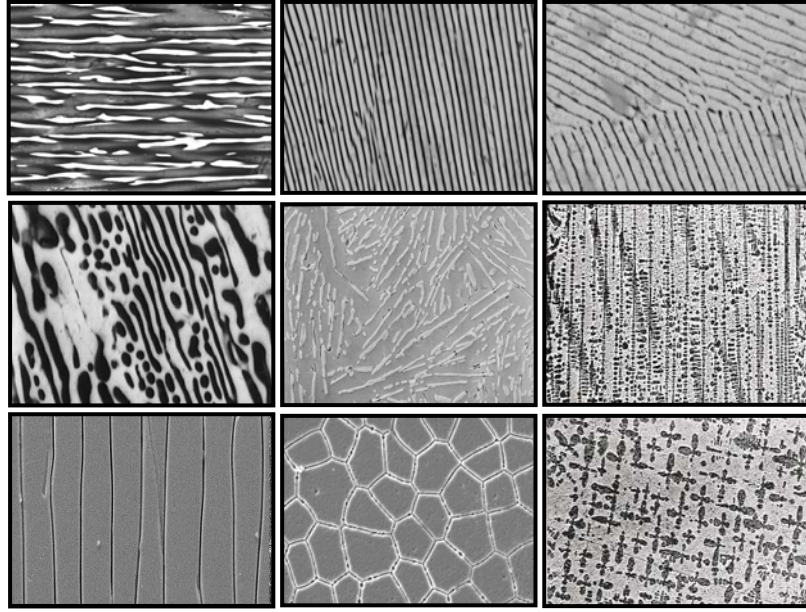
Eğer sıvı tamamen üniform şeklinde hızlı bir şekilde soğutulursa, aşırı soğuma büyük olacak ve eriyikte çok daha fazla çekirdek oluşacaktır. Şekil 1.6’ de bu durumdaki eşeksenli dendritik tane yapısı şematik olarak gösterilmiştir. Saf metallerin katılaştırılmasında olduğu gibi değişik bileşimdeki alaşım sistemlerinde doğrusal olarak katılaştırılabilmektedir.



Şekil 1.6. Eş eksenli dendritik tane yapısı

1.1.5.2. Alaşımların katılaştırılması

Metaller ve metalik alaşımlar daha fazla işlenebilirlik (ısıtılma işlemi, haddelenme, dövülme vs.) iyi ısıtıl ve elektriksel iletim özelliğine sahiptir. Mühendislik uygulamalarında en çok kullanılan ve üzerinde durulan malzemeler alaşım sistemleridir. Malzemelerin mikroyapılarındaki değişiklikler (tanecik büyüklüklerinin) malzemenin fiziksel özelliklerini (başta mikrosertlik özelliklerini, H_V) ve diğer özelliklerini etkilediği bilinmektedir. Malzemenin mikroyapı parametreleri (λ_E , λ_1 , λ_2 , R ve d) bu malzemelerin katılaştırılması esnasındaki katılaştırma parametrelerine yani sıcaklık gradyenti G , katılaştırma hızı V ve alaşımın bileşimi C_o 'a bağlıdır. Katılaştırma parametreleri G , V ve C_o birbirinden bağımsız kontrol edilerek malzemelerin tanecik boyutundaki mikroyapılarına ve mekanik özelliklerine (mikrosertlik) etki etmek kontrollü (doğrusal) katılaştırma yöntemi ile mümkündür. Bu yöntem ile değişik malzemelerden elde edilen farklı mikroyapı şekilleri şekil 1.7'de verilmiştir.

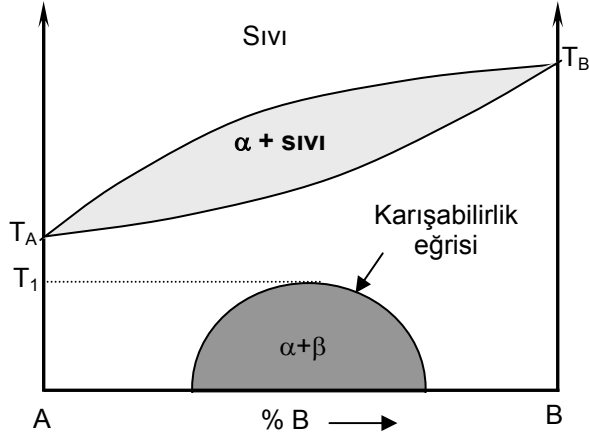


Şekil 1.7. Değişik malzemelerde gözlenen mikroyapılar

Bir alaşım sistemi, iki veya daha fazla elementin belirli bir sıcaklık, basınç ve bileşimde eritilmesiyle elde edilen yeni bir katı çözüldür. Alaşım, alaşım tipine bağlı olarak kendisini oluşturan elementlerin özelliklerini taşıyabileceği gibi, bu elementlerin özelliklerinden başka yeni özellikler de taşıyabilirler. Örneğin saf bir metale alaşım elementi ilave edilerek, onun mekanik özellikleri büyük ölçüde geliştirilebilmektedir [9]. Alaşım, kendisini oluşturan elementlerin birbiri içerisindeki karışımına göre tek fazlı ve çok fazlı olmak üzere ikiye ayrılırlar. Heterojen bir sistemin fiziksel sınırlarla ayrılmış olan kısmına *faz* denir. Birbiri içerisinde her oranda homojen olarak karışabilen alaşım, tek fazlı alaşımlardır. Böyle bir alaşım sistemindeki, alaşım elementlerinin örgü sistemlerinde bir değişiklik olur ve alaşım elementinden birinin atomları diğerinin kristal örgüsüne yerleşir. Yeni örgüde farklı özelliklere sahip atomların bulunmasından dolayı farklılıklar oluşur ve yeni bir malzeme ortaya çıkar. Çok fazlı alaşımlarda, alaşımı oluşturan elementlerin baskın özellikleri görülür ve örgü yapılarında bir değişiklik olmaz [10,11].

Endüstride kullanılan metalik sistemler, yüksek sıcaklıklarda birbirini her oranda eritebilmelerine rağmen, düşük sıcaklıklarda sınırlı oranda eritebilmektedirler. Şekil 1.8'de ikili bir alaşım sistemine ait faz diyagramı verilmektedir. Faz diyagramından da görüldüğü gibi alaşım sistemi, sıvı halden soğutulmaya başlatıldığında, önce katı çökelti oluşmasıyla α

fazı meydana gelmektedir. Daha sonra sıcaklık T_1 'e düşürüldüğünde α fazı B atomlarınca zenginleşmekte ve bu sıcaklığın altında B atomlarının fazlası β fazı şeklinde çökerek, α ve β fazlarını oluşturmaktadır.



Şekil 1.8. Birbirini sınırlı oranda eriten ikili sistemlerde denge faz diyagramı [11]

Katılaştırma yapılarına göre alaşımların (organik, metalik, kompozit vs.) katılaşmasını

(a) Düzlemsel cephede katılaştırma (b) Hücresel katılaştırma (c) Dendritik katılaştırma

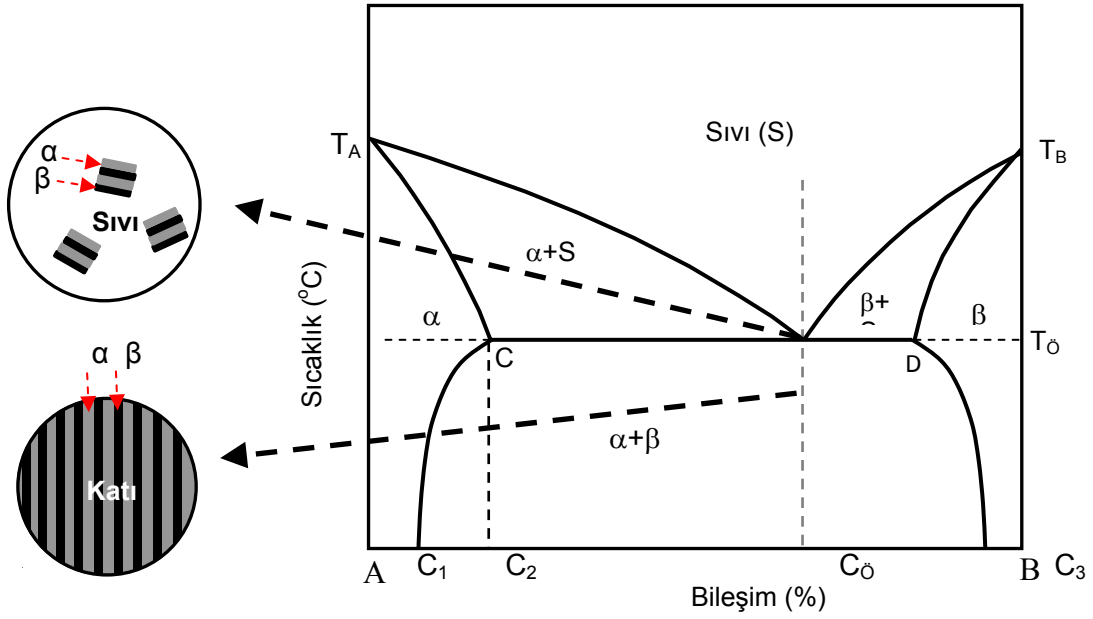
üç kısımda inceleyebiliriz. Ancak malzemenin fazına ve bileşimine bağlı olarak ötektik ve peritektik katılaştırma yapıları da oluşmaktadır.

1.1.6. Alaşımların Ötektik Katılaşdırılması

“Ötektik” kelimesi, Yunancada kolay eriyen anlamına gelmektedir. Ötektik bölge, bir alaşım sisteminde α , β ve γ gibi katı fazlar ile sıvı fazın dengede olduğu üçlü bölgedir. Şekil 1.20’deki ikili faz diyagramında ötektik bölge gösterilmektedir. Bu noktadaki sıcaklığa *ötektik sıcaklık*, bileşime de *ötektik bileşim* denir. Ötektik alaşımı oluşturan iki bileşenli sistemlerde, bileşenler birbirinin erime sıcaklıklarını düşürür ve ötektik reaksiyon sonucu sıvı faz aynı anda iki farklı katı faza dönüşür. Dolayısıyla ötektik reaksiyon,



şeklinde ifade edilir [11]. Bu tür reaksiyona sahip sistemlerde *ötektik sistemler* denir. Bu reaksiyon esnasında iki katı faz yan yana gelerek şekillenir ve ötektik yapı oluşur [16]. Ötektik yapının oluşumu, katılaşma hızı, sıcaklık gradyenti ve alaşımın bileşimine göre değişim gösterir. Şekil 1.9’de iki bileşenli bir ötektik sisteme ait faz diyagramı ve katılaşma yapısı görülmektedir.



Şekil 1.9. İki bileşenli ötektik sisteme ait faz diyagramı ve mikroyapı oluşumu [16]

Şekil 1.9’da verilen faz diyagramındaki sembollerden C_0 ; ötektik bileşim, T_0 ; ötektik sıcaklık, T_A ve T_B ; A ve B bileşenlerin saf haldeki erime sıcaklıkları, C_1 ; oda sıcaklığında B metalinin α fazındaki erime sınırı, C_2 ; B metalinin α fazındaki en yüksek erime sınırı, C_3 ; A metalinin β fazındaki en yüksek erime sınırı anlamına gelmektedir. Faz diyagramında gösterilen C_E ötektik bileşimindeki alaşım sistemi, sıvı halden soğuyarak, T_E ötektik sıcaklığa geldiğinde, ötektik reaksiyon sonucu α ve β fazları oluşur. Bu dönüşüm sırasında α ve β kristalleri yan yana, sık ve ince tabakalar halinde büyür ve katılaştırma şartlarına bağlı olarak ötektik yapı oluşur [13].

1.1.7. Ötektik Katılaştırma İçin Teorik Modeller

İkili ötektik alaşımlarda mikroyapı parametresinin tespiti üzerine Jackson-Hunt (J-H) ve Trivedi-Magnin-Kurz (TMK) tarafından geliştirilmiş iki adet teorik model bulunmaktadır. Bu modeller aşağıda ayrıntılı olarak verilmektedir.

1.1.7.1. Jackson-Hunt (J-H) modeli

Ötektik mesafelerin tespiti üzerine ilk kapsamlı model, Jackson-Hunt [21] tarafından, lamelsel ve çubuksal ötektikler için geliştirilmiştir. İleri sürülen bu modelde, lamelsel veya çubuk (rod) biçimindeki ötektiklerin kararlılığı için gerekli şartlar, aşırı soğuma (ΔT), katılaştırma hızı (V) ve ötektik mesafe (λ_E) arasındaki ilişkileri oldukça iyi açıklanmaktadır. Aşırı soğuma (ΔT) için bulunan bağıntı,

$$\Delta T = K_1 \lambda_E V + K_2 / \lambda_E \quad (1.14)$$

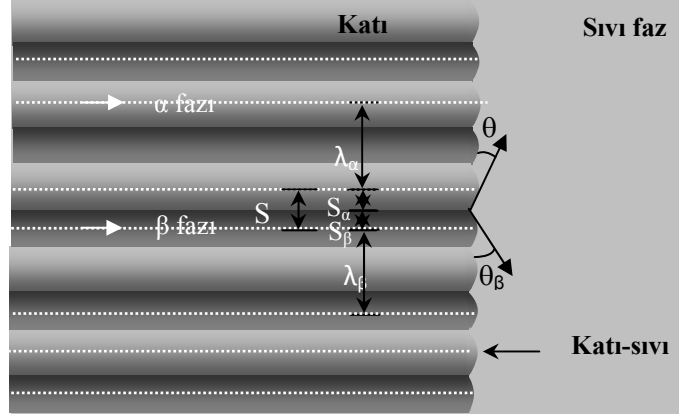
şeklindedir. Burada K_1 ve K_2 sistemin fiziksel parametreleridir ve değerleri,

$$K_1 = m P C_o / f_\alpha f_\beta D \text{ ve } K_2 = 2 m \delta \sum_i \Gamma_i \sin \theta_i / m_i f_i \quad i = \alpha, \beta \quad (1.15)$$

şeklinde verilmektedir [31]. Burada $m = m_\alpha m_\beta / (m_\alpha + m_\beta)$ 'dır. m_α ve m_β sırasıyla, ötektik sıcaklıktaki α ve β sıvılaşma eğrilerinin eğimlerinin büyüklükleridir. C_o , α ve β fazlarının bileşim farkıdır. f_α ve f_β sırasıyla α ve β fazlarının hacim kesirleridir. Γ_i Gibbs-Thomson katsayılarıdır. θ_i açıları ($i = \alpha, \beta$) ise Şekil 1.11'te gösterilmektedir. δ parametresi lamelsel büyütme için 1'e, çubuksal büyütme için $2\sqrt{f_\alpha}$ 'ya eşittir [25]. Denklem (2.6)'daki P ise, Peclet sayısı olarak bilir ve aşağıdaki gibi tanımlanır;

$$P = \begin{cases} 0,3383 (f_\alpha f_\beta)^{1,661} & \text{Lamelsel ötektikler için} \\ 0,167 (f_\alpha f_\beta)^{1,25} & 0 \leq f_\alpha \leq 0,3 \text{ Çubuksal ötektikler için} \end{cases} \quad (1.16)$$

Şekil 1.10’te ikili ötektikler için oluşmuş şematik görünüm verilmiştir. Burada S_α ve S_β sırasıyla α ve β fazlarına ait yarı lamelsel genişliklerdir. θ_α ve θ_β ise ilgili fazlara ait ıslatma (temas) açılarıdır.



Şekil 1.10. İki fazlı katılaşmış ötektik yapının şematik görünümü

J-H ötektik mesafelerin hangi şartlarda kararlı olacağını analizini de yaparak, kararlı ötektik mesafe aralığının Şekil 1.11’de gösterildiği gibi, $\lambda_m < \lambda_E < \lambda_M$ şeklinde olduğunu ifade etmişlerdir. Burada λ_E ; ötektik mesafe, λ_m ; minimum ötektik mesafe, λ_M ise maksimum ötektik mesafedir. Jackson-Hunt λ_m ve λ_M ’un hız ile değişimlerini hesaplayarak minimum kararlı mesafe (λ_m) için aşağıdaki bağıntıları çıkarmışlardır.

$$V\lambda_m^2 = \frac{K_2}{K_1} \quad (1.17)$$

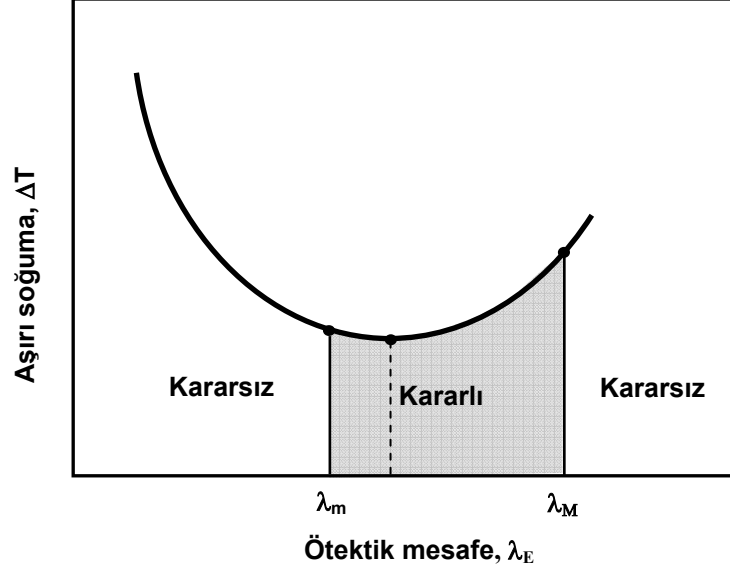
$$\Delta T = \left[2\sqrt{K_1 K_2} \right] V^{1/2} \quad (1.18)$$

Bu modelin iki önemli sonucu vardır. Bunlar,

1- Verilen bir hız için eğer ötektik mesafe λ_m ve λ_M ile gösterilen alt ve üst limitler arasında ise, bu ötektik mesafe kararlıdır.

2- Eğer ötektik mesafe kararlı ise yani λ_m ile λ_M arasında ise aşağıdaki genel ifade yazılır.

$$V\lambda_{Ej}^2 = \text{sabit} \quad j = m \text{ veya } M \quad (1.19)$$



Şekil 1.11. Sabit hızda ötektik mesafe ile ortalama arayüzey aşırı soğumasının ilişkisi ve kararlı-kararsız bölgeler [21]

Birçok deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen bağıntılar J-H modelinin öngördüğü temel bağıntıları desteklemektedir. Bu yüzden J-H modeli oldukça geniş kabul görmüş bir modeldir.

1.1.7.2. Trivedi-Magnin-Kurz (TMK) modeli

Jackson-Hunt [21] tarafından ötektik büyütme geniş bir şekilde analiz edilip geliştirilmiştir. J-H modeli düşük hız bölgeleri için geliştirildiği için yüksek hız bölgeleri için deneysel sonuçlarla uyum sağlamamaktadır. Trivedi, Magnin ve Kurz (TMK) [26] yüksek hız bölgeleri için J-H modelini genişletmişlerdir. Birçok ötektik sistem yüksek hızlarda (hızlı katılaştırma) büyütülebilmektedir. Bu nedenle dengesel olmayan etkenler, arayüzey üzerinde önemli etkiler oluşturmaktadır. TMK modeline göre hacimsel büyütme oranı;

$$\lambda_E^2 V = \phi^2 K_2 / K_1 \quad (1.20)$$

dır. Burada ϕ ; ötektik mesafenin, extremum mesafeye oranı olarak $(\lambda_E / \lambda_{ext})$ tanımlanmıştır ve;

$$\Delta T / \sqrt{V} = \left(\phi + \frac{I}{\phi} \right) \sqrt{K_1 K_2} \quad (1.21)$$

$$\lambda_E \Delta T = (\phi^2 + I) K_2 \quad (1.22)$$

olarak ifade edilmiştir. Burada K_1 ve K_2 sabitleri daha önce J-H modelinde tanımlanmıştır. Bu sabitlerin denklem (1.46)'da yerine yazılmasıyla elde edilen bağıntı,

$$\lambda_E = \phi \left[\frac{2D}{P \Delta C_o V} \sum_i \left(\frac{\Gamma_i \sin \theta_i}{m_i f_i} \right) \right]^{0.5} \quad i = \alpha, \beta \quad (1.23)$$

şeklinde verilir [26]. Burada ΔC_o arayüzeydeki α ve β fazları arasındaki bileşim farkıdır. Denklem (1.23) TMK modelinin öngördüğü lamelsel mesafelerin değerini vermektedir.

1.1.8. Sertlik

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

Bir malzeme ne kadar sert ise dayanımı o kadar yüksek ve aşınma direnci o kadar fazladır. Makine elemanlarında kullanılan malzemelerin ömrü, sertlikleriyle yakından ilişkilidir. Ayrıca, sert malzemelerin içyapıları düzensiz ve stresli olduğundan, elektriksel iletkenlikleri de düşüktür. Bu bakımdan malzemelerin sertlikleri ile elektriksel iletkenlikleri arasında yakın bir ilişki vardır. Günümüzde yaygın olarak kullanılan dört çeşit sertlik ölçme yöntemi vardır [27]. Bunlar,

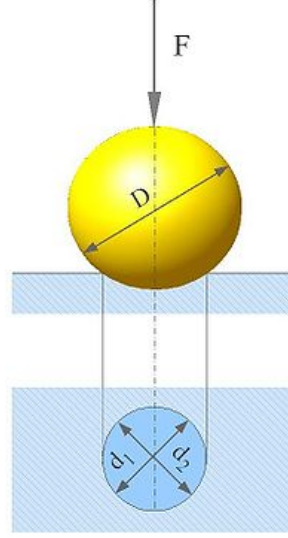
- (a) Brinell sertlik ölçme yöntemi,
- (b) Rockwell sertlik ölçme yöntemi,
- (c) Knoop sertlik ölçme yöntemi,
- (d) Vickers sertlik ölçme yöntemidir.

1.1.8.1. 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 1.12’de Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi verilmiştir.

Şekil 1.12. Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi



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

$$H_B = \frac{\text{Uygulanan yük (kgf)}}{\text{İz yüzeyi (mm}^2\text{)}} \quad (1.24)$$

$$H_B = \frac{2F}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (\text{kgf} / \text{mm}^2) \quad (1.25)$$

bağıntısı ile bulunur [34]. Burada F ; numuneye uygulanan yük, D ; baskı küresinin yarıçapı, d ; numune üzerinde oluşan izin çapıdır.

1.1.8.2. Rockwell sertlik ölçme yöntemi

Rockwell sertlik ölçme yönteminde, *standart cihaz* ve *yüzeysel cihaz* olmak üzere iki tip sertlik ölçme cihazı kullanılmaktadır. Standart cihazda, 60, 100, 150 kg’lık kütleler kullanılır. Batıcı uç olarak, sert malzemeler için uç kısmında tepe açısı 120° olan, 0.2 mm çapında yuvarlaklaştırılmış elmas koni kullanılırken, yumuşak malzemeler içinde $1/16"$ (~ 1.59 mm) çapında sertleştirilmiş çelik bilye kullanılmaktadır. Yüzeysel cihazlar çok ince ve yumuşak malzemeler için kullanılmakla beraber, sertlik ölçümünde 15, 30, 45 g’lık kütleler kullanılır. Uç olarak standart cihazlarda kullanılan çelik bilyeler ve elmas koni yüzeysel cihazlarda da kullanılmaktadır. Rockwell yönteminde sertlik, numuneye batan ucun meydana getirdiği derinlik esas alınarak bulunmaktadır.

Sertlik ölçme cihazının hassasiyeti kontrol edildikten sonra sertliğini ölçmek istediğimiz malzemeye uygun ağırlık ve uç seçilir. Uç, malzemeye önce 10 kg'lık bir kütle ile yük uygulanır. Ön yükleme ile öncelikle malzemeye temas sağlanır. Böylelikle sertlik ölçümünde ön yükleme ile bir başlangıç noktası tespit edilmiş olur. 10 kg'lık yüklemenden sonra cihazın ibresi sıfıra ayarlanarak kalan ağırlıklar yüklenir. Bu durumda ucun, sertliği ölçülen 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 [27].

1.1.8.3. 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 KHN ile gösterilir ve aşağıdaki formülle ifade edilir;

$$H_K = \frac{\text{Uygulanan Yük}}{\text{İz Alanı}} = \frac{P}{C_p L^2} \quad (kgf / mm^2) \quad (1.26)$$

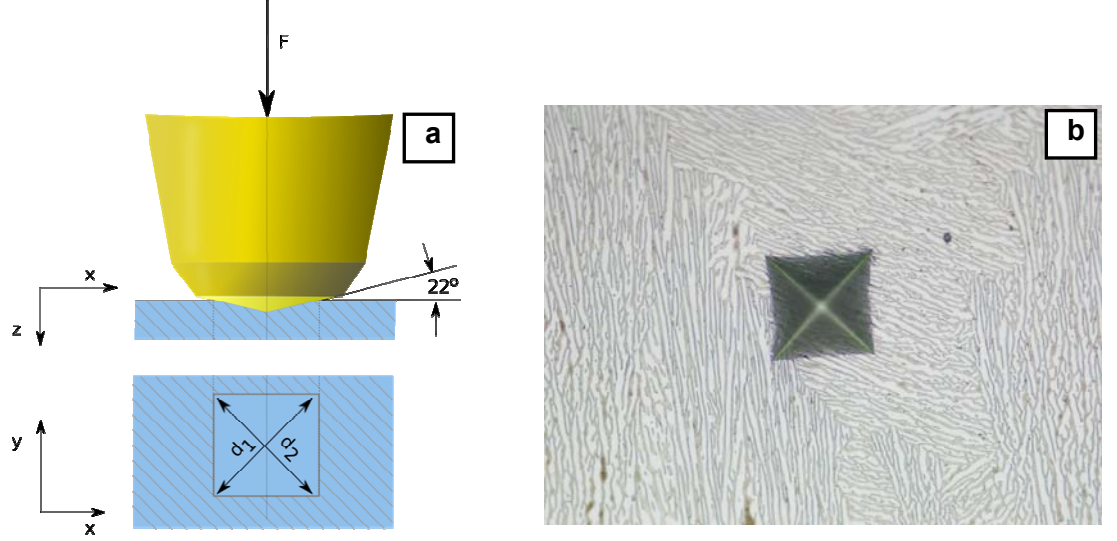
Burada L ; numune üzerindeki izin eksenel uzunluğu, C_p ; düzeltme faktörü (izin şekline bağlıdır ve genellikle 0.070279 değeri kullanılır) ve P ; uygulanan yük miktarıdır.

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 [27].

1.1.8.4. Vickers sertlik ölçme yöntemi

Vickers sertlik ölçümünde kullanılan uç, yüzeyleri arasında 136° açı bulunan bir elmas piramittir. Darbelere karşı daha hassas olduğundan en sert malzemeler bile bu metotla ölçülebilir. Uygulanan yük 10 g ile 1000 g arasında değişmektedir. Uç, numuneye belli

bir kuvveti 5-30 saniye kadar uygulayarak, numune üzerinde kare şeklinde iz oluşturur. İzin köşegen boyutları (d), cihaz mikroskobundan okunarak belirlenir. Şekil 1.13’de Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi ve batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı verilmiştir.



Şekil 1.13. (a) Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi, (b) Batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı

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

$$H_V = \frac{2F \sin(\theta / 2)}{g \cdot d^2} \quad (\text{kgf} / \text{mm}^2) \quad (1.27)$$

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 [24]. Bazı araştırmacılar [24] ötektik sistemler üzerine yaptıkları çalışmalarda, malzemenin sertlik değeri (H_V) ile mikroyapı parametresi (λ_E) ve katılaştırma hızı (V) arasındaki ilişkileri incelemiş ve aşağıdaki gibi bağıntılar elde etmişlerdir;

$$H_V = H_o + k V^m \quad (1.28)$$

$$H_V = H_o + k \lambda_E^{-n} \quad (1.29)$$

Burada λ (mm); lameller arası mesafe, V (mm/s); katılma hızı, k ; bileşime bağlı sabit, H_o (kg/mm²); malzemenin ilk sertlik değeri ve H_V (kg/mm²); kontrollü olarak katılaştırılan malzemenin sertlik değeridir.

1.1.9. Çekme Deneyi

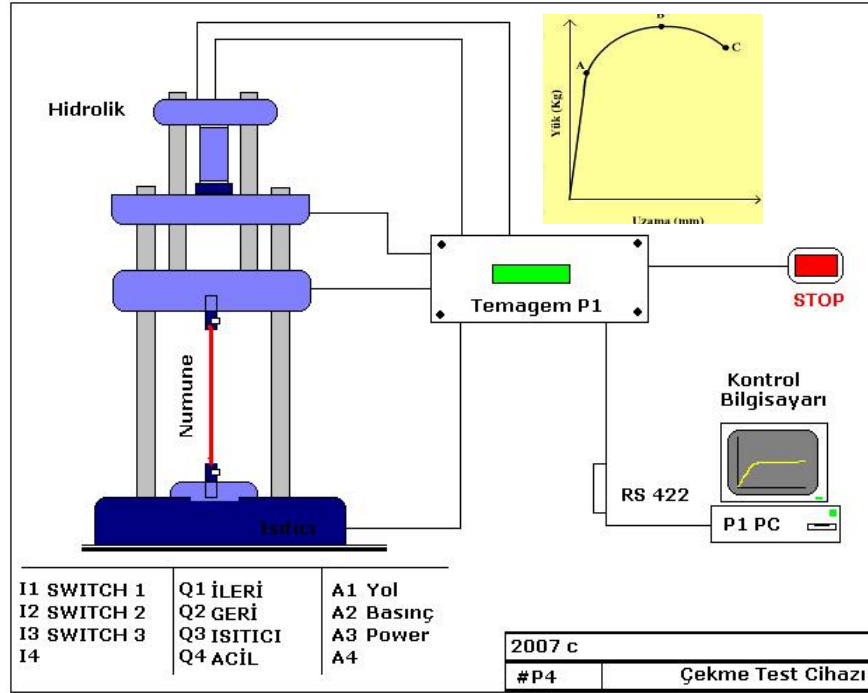
Çekme deneyi, malzemelerin statik yük altındaki mekanik özelliklerini belirlemek ve malzemelerin özelliklerine göre sınıflandırılmasını sağlamak amacıyla uygulanan, mühendislik açısından çok önemli bir mekanik deneydir. Deney, mekanik özellikleri belirlemek amacıyla bir deney parçasının, genellikle kopuncaya kadar, gerilmesini kapsar. Belirlenecek mekanik özellikler:

- a) Elastisite katsayısı
- b) Elastiklik sınırı
- c) Rezilyans
- d) Akma gerilmesi
- e) Çekme dayanımı (Maksimum gerilme)
- f) Uzama (%)
- g) Kesit daralması (%)

Elastisite katsayısı (E): Gerilme (σ) ile birim şekil değişimi (ϵ) arasındaki ilişkiyi belirleyen malzemenin temel özelliği olan sabit.

$$\sigma = E\epsilon$$

Elastiklik sınırı: Elastik şekil değişiminin görüldüğü en yüksek gerilme değerine denir. Rezilyans (u_r): Elastik şekil değişimi esnasında numunenin depoladığı enerji anlamına gelir. Bu enerji, gerilme-birim şekil değişimi eğrisinin altında kalan alana eşittir. Deney numunenin kırılması ile sonuçlanırsa bu enerji geri verilir.



Şekil 1.14. Çekme deneyi düzeneği

Çekme deneyine tabi tutulan numunenin yukarıda belirtilen özelliklerin sıhhatli bir şekilde ortaya çıkarılabilmesi için, alındığı malzemeyi tam olarak temsil edebilmesi gereir.

1.1.10. Elektriksel Özdirenç ve İletkenlik Ölçümleri

Elektriksel yüklerin herhangi bir etki ile bir yönde veya her iki yöndeki hareketi elektriksel iletkenlik olarak tanımlanır. Elektriksel iletkenlik hareketli taneciklere göre sınıflandırılır. Bu sınıflandırmada hareketli tanecikler elektronlar ise elektronik iletkenlik, iyonlar ise iyonik iletkenlik, her iki tanecik türününse hareketli olduğu iletkenlik türü karma iletkenlik olarak tanımlanmıştır. Bu durumda iletkenlik üçe ayrılır ve Tablo 1.1’de verilen şekilde gruplandırılır;

Tablo 1.1. Elektriksel iletkenliğin sınıflandırılması.

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

Bir malzemenin elektrik iletimi iyonik ya da elektronik mekanizmalardan biri ile olur [28]. İyonik ve elektronik iletkenliğe sahip malzemelerin iletkenlik aralıkları Tablo 1.2’de verilmiştir. Yarıiletkenlik, süperiletkenlik ve metalik iletkenliği içine alan elektronik iletkenliğin dışında diğer bir iletkenlik türü iyonların hareketine bağlı olan iyonik iletkenliktir. İyonik iletkenlik özellikle O^{2-} , N^{3-} , Cl^- , B^{2-} gibi anyonlar veya H^+ , Na^+ , Li^+ gibi katyonların hareketleri ile görülür [28]. İyonların (katyon veya anyon) kristal örgüde hareket etmeleri (göç etmeleri) ile gerçekleşen iletkenliğe *iyonik iletkenlik*, bu tür iletkenliğe sahip katılarda ise *katı elektrolit* denir.

Yalnızca yüksek sıcaklıkta atomların termal enerjilerinin yüksek olduğu ve örgü kusuru konsantrasyonunun çok yüksek sayılara ulaştığı yerlerde bu tür iletkenlik fark edilebilir. NaCl, MgO gibi çoğu kristal malzemeler düşük iyonik iletkenliğe sahiptir. Çünkü atomlar termal titreşimlerine rağmen örgü noktalarından ayrılamazlar. Bunun tersi olarak, çoğu katı elektrolit malzemeler yüksek iyonik iletkenliğinden dolayı hızlı iyonik elektrolit ya da süper iyonik elektrolit olarak sınıflandırılırlar.

Tablo 1.2. Malzemelerin elektriksel iletkenlik değ er aralıkları.

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

Genel olarak kristal içinde iyonik iletkenliğin ortaya çıkması için ş u şartlar gereklidir; *i*) Tek tip iyonların çoğ u hareketli olmalıdır, *ii*) Hareketli iyonların atlayabilmesi için çok sayıda boş  rg  noktalara olmalıdır, *iii*) İki komş   rg  noktası arasında atlamanın olabilmesi için d ş k bir aktivasyon enerji engeline sahip  rg  olmalıdır.

Bazı iyonik katılar yapılarında, bir elektrik alan içinde iyonların g   etmesine izin veren noktasal  rg  kusurları içerirler. Bu  rg  kusurları y k taşıyıcılar olarak g rev alırlar.  rg deki kusurlardan iyonun hareketi ile iyonik iletkenlik ger ekleşir. İyonik iletkenlik için iyonların bir ya da daha fazla tipinin malzeme boyunca iletilmesi gerekir. D ş k sıcaklıklarda, bir iyonun  rg  içinde hareket etmesi için k   k bir alan vardır. Bu alan sadece atomların, bulundukları nokta civarında titreşimi için yeterlidir. İyonların  rg  içindeki hareketine  rg   eşitli kısıtlamalar getirir ve hareket rastgele olmaz. Ancak sıfırdan farklı bir sıcaklıkta  rg de kusur meydana getirilirse iyonlar hareket edebileceklerdir. Sıfır sıcaklıkta sistemin serbest enerjisi potansiyel enerji tarafından baskılanır. Sıcaklık artırıldık a sistemin d zensizliğinin derecesi olan entropinin artmasından dolayı sistemin serbest enerji dağılımı olduk a belirginleşir. Tablo 1.3'te alşımlarda sık a kullanılan bazı metalik malzemelerin oda sıcaklığında elektriksel iletkenlik değ erleri azalan sıralanış a g re verilmiştir.

Tablo 1.3. Alaşımlarda kullanılan bazı malzemelerin oda sıcaklığında elektriksel iletkenlik değerleri [29].

Malzeme	Sembolü	Elektriksel İletkenlik ($\times 10^7 (\Omega \text{ m})^{-1}$)
Gümüş	Ag	6.3
Bakır	Cu	5.96
Altın	Au	4.52
Alüminyum	Al	3.77
Magnezyum	Mg	2.26
Tungsten	W	1.89
Molibdenyum	Mo	1.87
Kobalt	Co	1.72
Çinko	Zn	1.66
Nikel	Ni	1.43
İndiyum	In	1.16
Lityum	Li	1.08
Demir	Fe	0.993
Platin	Pt	0.966
Kalay	Sn	0.917
Krom	Cr	0.774
Kurşun	Pb	0.481
Uranyum	U	0.38
Antimon	Sb	0.288
Titanyum	Ti	0.234
Neodyum	Nd	0.157
Cıva	Hg	0.104
Bizmut	Bi	0.0867
Plutonyum	Pu	0.0666
Karbon	C	0.0061
Germanyum	Ge	1.45×10^{-7}
Silikon	Si	2.52×10^{-11}
Selenyum	Se	1.0×10^{-11}
Bor	B	1.0×10^{-11}

Sistem artan serbest enerjiyi en aza indirmek ve kararlılığını artırmak için en düşük düzeyde örgü boşluklarına sahip olmalıdır. Bu durum hareketli taneciklerin sürekli örgü kusurlarından hareketi ile gerçekleştirilir [29]. Taneciklerin bu hareketi bir elektrik alan ile yönlendirilerek iletkenlik meydana getirilir. Katı haldeki malzemenin iletkenliği, yük taşıyıcıların konsantrasyonu, kristalin sıcaklığı, iyonun örgü içinde hareket edebilirliği, kristal içindeki kusurun miktarı gibi özelliklerden etkilenir. Örgüde boşluk kusurları

normalde iki metotla meydana getirilir. Bunlardan biri kristalin ısıtılması sonucunda meydana gelen örgü kusurlarıdır. Bir diğer yolu ise safsızlık katkılanmasıdır. Sıcaklık ve safsızlık iyonik iletkenliği büyük oranda etkiler. Safsızlık katkılanmış bileşiklerde yüksek sıcaklıkta bu iki etki de iletkenlikte rol oynar. Düşük sıcaklıklarda, elektriksel iletkenlik oldukça azdır. Bu durumda safsızlık etkisi ile meydana gelen kusurlar daha baskındır. Ancak yüksek sıcaklıklara çıktıkça sıcaklık etkisiyle oluşan kusurlar artacağından katı, karışık tip örgü kusur içermeye başlar. Bu durumda gözlenen iletkenlik türü karışık tip iletkenliktir. Elektriksel iletkenliğin artmasının ana nedeni kristal örgüde oluşan örgü kusurlarıdır [29].

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

$$\frac{V}{I} = R \quad (1.30)$$

eşitliğine, geometrik yapıya bağlı olan bir düzeltme faktörü (resistivity correction factor) değeri ilave edilerek öz direnç hesaplanır. Bu düzeltme katsayısı numunenin kalınlığına ve geometrik yapısına, yüzey büyüklüğüne, numune kenar sınırlarının yapısına, kontakların numune üzerinde bulunduğu konuma ve kontakların düzenine bağlı olarak değişir [30].

Malzemelerin öz dirençlerinin belirlenebilmesi için numune içinde elektrik alan oluşturacak bir akım kaynağına, bu elektrik alan nedeniyle numune içinde meydana gelen I elektrik akımının şiddeti ve keyfi seçilen herhangi iki nokta arasında meydana gelen V potansiyel düşmesinin belirlenmesine ihtiyaç vardır. Bir maddenin elektriksel öz direnci, maddenin üzerinden geçen I akımı ve bunun meydana getirdiği V geriliminin oranı ile bulunur [31].

İki iletken kontak tel ile yapılan elektriksel iletkenlik ölçüm yöntemine *iki nokta (d.c.) elektriksel iletkenlik ölçümü* denir. Burada direncin belirlenebilmesi için V ve I değerinin doğrudan ölçülmesi yeterlidir. Bu yöntemle yapılan direnç belirleme ölçümünde elde edilen R değeri ileride de belirteceğimiz şartlara bağlı olarak

kontakların direncini de içerir. Bu durumda elde edeceğimiz R direnci ve buna bağlı elde edilen ρ elektriksel öz direnç değeri sadece numuneye ait olmayacaktır [32,33].

Direncin elde edilmesi numunenin öz direncinin belirlenmesini sağlar. Homojen bir numunenin elektriksel öz direnci belirlenmek istendiğinde malzemenin geometrik özelliklerinin bilinmesi gereklidir. Elektriksel öz direnç ifadesi aşağıdaki şekilde verilebilir [30].

$$\rho = \frac{V}{I} G \quad (1.31)$$

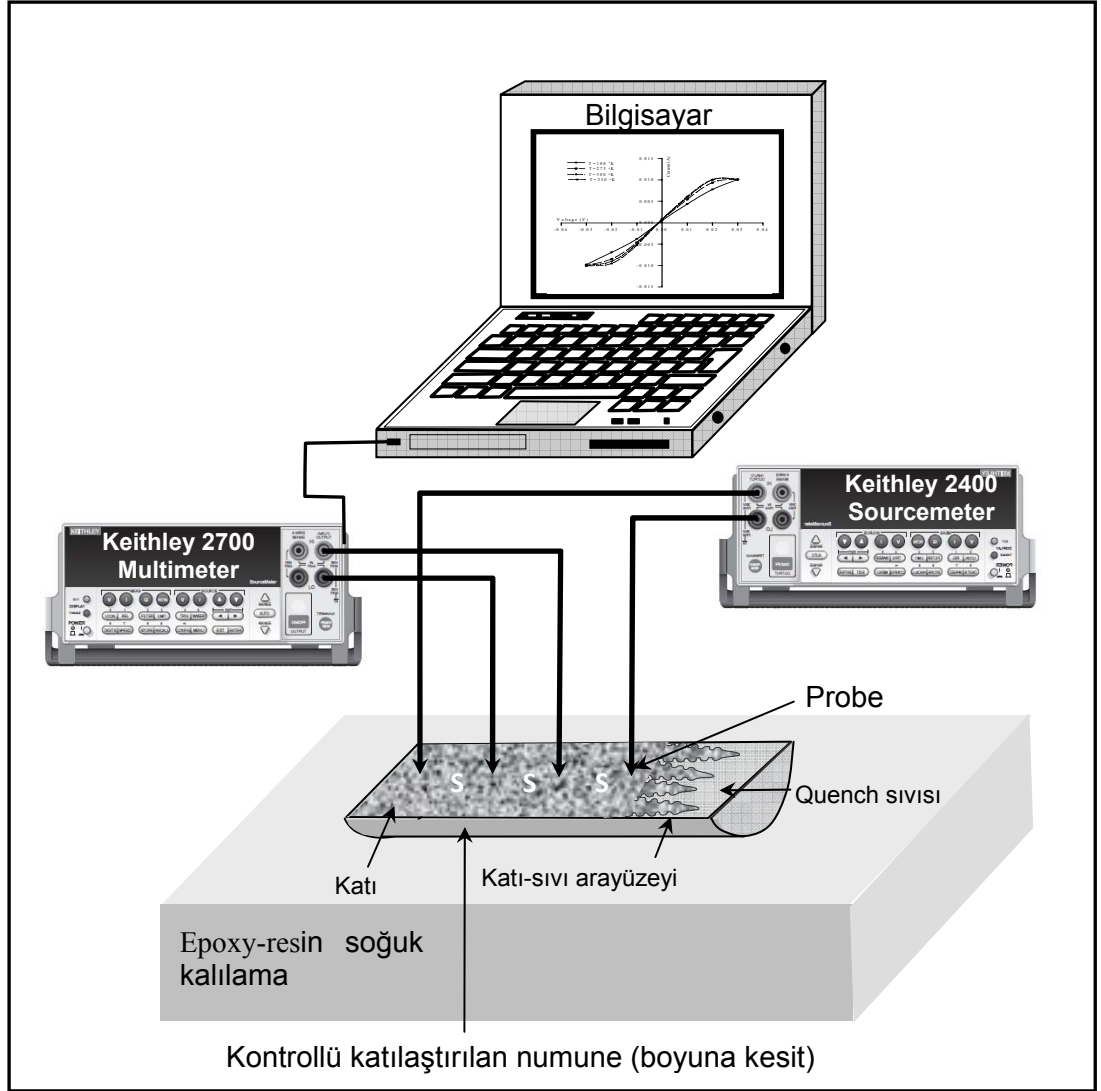
Burada G ; numunenin yüzey geometrik sınırlarını ve kalınlığını, elektriksel kontakların numune üzerindeki konumlarını, kontakların diziliş düzenlerini içeren bir katsayıdır ve “*Geometrik Düzeltme Katsayısı / Faktörü*” (Resistivity Correction Factor, RCF) olarak tanımlanır.

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

Numuneye kontak olarak kullanılan iletken teller genel olarak iki parçalıdır ve bu da iki farklı dirençli kontak kullanmak demektir. Bu kontakların bir kısmı, ölçüm cihazlarına bağlı olan iletken tel kablolar ve diğer kısmı da bu kabloların numuneye temas eden uç kısımları olan problemlerdir. Problemler genelde ihtiyaca uygun farklı metallerden yapılır. Bunun nedeni numunenin cinsine göre numuneye sert ve sağlam temasın sağlanmasıdır. Bu gibi durumlardan dolayı sadece numunenin direncini belirleyen bir direnç ölçme tekniği daha uygun olacaktır. Bu durum özellikle kontak direnci numune direncine oranla yüksek olan iyi iletkenlerin ve yarıiletkenlerin öz direncinin belirlenmesinde ortaya çıkar.

Elektriksel iletkenliğin ölçümünde kullanılan diğer bir yöntem olan *dört nokta (d.c.) elektriksel iletkenlik* ölçme tekniğinde, kullanılan kontakların dirençleri ölçümde hesaba girmez ve hesaplanan değer sadece numunenin öz direncidir. Bu amaçla kurulan düzenekte kontaklardan ikisi numune üzerinden akan akımı ölçmek için, diğer ikisi ise herhangi iki nokta arasındaki potansiyel farkı ölçmek için kullanılır. Şekil 1.15’de

görüldüğü gibi 1.ve 4. problardan akım, 2. ve 3. problardan ise potansiyel fark ayrı ayrı ölçüldüğü için iki nokta iletkenlik ölçüm tekniğindeki gibi kontak dirençleri, ölçüme doğrudan dahil olmaz. Yine bu sistemde de kontak direnci söz konusudur ama ölçümün sonucunu çok az etkileyeceğinden ihmal edilebilir. Kontakların aynı doğrultuda dizilmeleri en avantajlı ölçüm şekli olacaktır. Bu durumda G faktörünün belirlenmesi ve hesabı daha kolaydır. Burada s ardışık kontaklar arası mesafedir (Şekil 1.15). Böyle bir ölçüm düzeneğinde yukarıda yer alan ρ öz direnç denklemindeki G katsayısı numune



Şekil 1.15. Dört nokta (d.c.) elektriksel iletkenlik ölçüm sistemi geometrisine, kontakların numune üzerindeki konumuna ve kontaklar arası s mesafesine bağlıdır.

$$\rho = \frac{V_{23}}{I_{14}} G \quad (1.32)$$

Uygulamada genel olarak yapılan kontak diziliŖi $s_{12} = s_{23} = s_{34} = s$ olan eŖit aralıklı d zendir. Bu  l  m tekniğinde elektriksel  zdiren  denklemleri yukarıda verilenden farklı olmamakla beraber yukarıdaki Ŗekildedir

2. B L M

L TERAT R ARAŖTIRMASI

2.1. ÖTEKTİK KATILAŞTIRMA ÜZERİNE YAPILAN DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Ötektik katılaşma olayını açıklayabilmek, mikroyapı parametresi (λ_E) ile katılaştırma parametreleri (G , V) arasındaki ilişkileri bulabilmek için, araştırmacılar tarafından teorik modeller geliştirilmiş ve birçok deneysel yapılmıştır. Önceki kesimde ötektik katılaştırma konusunda geliştirilen modeller üzerinde durulmuştu. Bu kesimde ise bazı ikili ve üçlü ötektik alaşımlar üzerine yapılan katılaştırma çalışmaları, katılaştırma parametreleri ile mikroyapı parametresi ve mikrosertlik değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar verilmiştir.

2.2. $\lambda_E^2 V = \text{Sabit}$ Tipindeki Bağıntılar

Jordan ve Hunt [34] değişik bileşimde hazırladıkları Pb-Sn ve Al-CuAl₂ alaşımlarını 2 mm çapında alümina tüplere doldurarak, bu numuneleri su soğutmalı Bridgman tipi katılaştırma fırınında senkronize bir motorla sıcak bölgeden soğuk bölgeye doğru çekerek katılaştırmışlar ve ani soğutma (quench) yapmışlardır. Araştırmacılar deneylerini 1.1-25 $\mu\text{m/s}$ katılaştırma hızı aralığında Pb-Sn için 100-150 °C/cm, Al-CuAl₂ için ise 185-260 °C/cm sıcaklık gradyenti aralığında yapmışlardır. Buldukları deneysel sonuçlar Tablo 2.1’de verilmektedir.

Tablo 2.1. Farklı bileşimdeki Pb-Sn ve Al-CuAl₂ alaşımları için $\lambda_E^2 V$ bağıntıları [34].

Al - CuAl ₂		Pb - Sn	
Bileşim Cu (ağ. %)	$\lambda_E^2 V$ ($\mu\text{m}^3/\text{s}$)	Bileşim Pb (ağ. %)	$\lambda_E^2 V$ ($\mu\text{m}^3/\text{s}$)
28.0	3.5	32.0	3.44
30.4	9.9	34.0	3.38
33.0	8.5	36.0	3.32
34.0	5.2	38.0	3.26

Bu deneysel sonuçlar Jackson-Hunt [21] modeli ile uyumlu çıkmıştır. Aynı alaşım sistemi üzerine bazı araştırmacılar da [24] bu sonuçlara yakın değerler elde etmişlerdir.

Clark ve Elliott [35] değişik bileşimdeki Cd-Sn alaşımlarını hazırlayarak 2 mm iç çapına sahip pyrex tüplere doldurmuşlardır. Argon atmosferinde, 120 °C/cm sabit sıcaklık gradyentinde ve 3-14 $\mu\text{m/s}$ hız aralığında ötektik yapılar elde etmişlerdir.

Düşük katılaştırma hızlarında $\lambda_E^2 V = \text{sabit}$ bağıntısından sapma olduğunu gözlemlenmiş ve lamelsel-çubuksal geçişi ispatlamışlardır.

Ordjini-Liu ve Elliott [36] tarafından yapılan çalışmada Al-CuAl₂ ötektik alaşımı araştırılmıştır. Bu alaşım sisteminde lamelsel mesafelerin tespiti için sabit hızda kararlı bir büyütme yapılarak tek bir lamelsel mesafe ölçümü yerine mesafe aralıkları incelenmiştir. Jackson ve Hunt modeli tarafından öngörülen maksimum ve minimum mesafe değerleri gözlenmiştir. Bununla beraber gözlenen maksimum mesafe, teori tarafından öngörülen maksimum mesafeden daha küçük çıkmıştır.

Bu araştırmacılar %99.999 saflıktaki Al ve Cu metallerini ötektik bileşimde hazırlayarak Bridgman tipi katılaştırma fırınında 4 mm iç çapında 200 mm uzunluğundaki alümina tüplere doldurarak kontrollü katılaştırmışlardır. Deney süresince sabit 76 °C/cm sıcaklık gradyenti kullanmışlar ve sonuçta katılaştırma hızlarına göre lamelsel mesafeleri tespit etmişlerdir.

Ordjini ve ark. [36] Al-CuAl₂ ötektik alaşımı için $\lambda_m^2 V = 9.55 \mu\text{m}^3/\text{s}$, $\lambda_M^2 V = 18.1 \mu\text{m}^3/\text{s}$, $\lambda_{ort}^2 V = 16.4 \mu\text{m}^3/\text{s}$ şeklinde bağıntılar elde etmişlerdir.

Liu ve Elliott [37] Pb-Sn ötektik sisteminde 0.5-50 $\mu\text{m}/\text{s}$ katılaştırma hız aralığında yaptığı deneyler sonucunda $\lambda_m^2 V = 1.58 \mu\text{m}^3/\text{s}$, $\lambda_M^2 V = 4.8 \mu\text{m}^3/\text{s}$ şeklinde bağıntılar elde etmişlerdir. J-H modelinden [30] bu alaşım sistemi için hesaplanan değer ise $\lambda_{ext}^2 V = 1.46 \mu\text{m}^3/\text{s}$ 'dir.

Çadırlı and Gündüz [38] Pb-Sn ötektik alaşımını (Sn-ağ.% 38.1Pb), % 99.9 saflıktaki Pb ve Sn metallerini grafit bir kalıp içerisinde vakumlu eritme fırınında eriterek hazırlamışlardır. Elde ettikleri numuneleri argon ortamında Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınında, sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında katılaştırdıktan sonra hızlıca su havuzuna çekerek ani soğutma yapmışlardır.

Çadırlı ve ark.[39] %99.9 saflıktaki Al ve Cu metallerini (Al-ağ.% 33Cu (grafit bir pota içerisinde vakumlu eritme fırınında eriterek, elde ettikleri Al-Cu ötektik alaşımını, 4

mm iç çapında, 6.4 mm dış çapında ve 200 mm uzunluğunda grafit numune kalıplarına doldurmuşlardır. Elde ettikleri numuneleri Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınında argon atmosferi altında, sabit sıcaklık gradyenti (58.4 °C/cm) ve farklı katılaştırma hızlarında 9.5-483.2 µm/s, 10-12 cm kadar kararlı şartlarda katılaştırarak ani soğutma yapmışlardır.

Son yıllarda katılaştırma çalışmaları üç veya daha fazla bileşenli sistemler üzerine yoğunlaşmaya başlamıştır [39,40]. Snugovsky ve ark.[39] Bi-Cd-In üçlü sisteminde farklı sıcaklıklara sahip iki ayrı ötektik noktada çalışmışlardır. Ötektik noktalarda yaptıkları kontrollü katılaştırma deneyleri sonucunda 77.5 °C'de $L \rightarrow \text{BiIn} + \text{BiIn}_2 + \text{Cd}$ ve 61.5 °C'de $L \rightarrow \text{BiIn}_2 + \epsilon + \text{Cd}$ fazlarını elde ettiler. 61.5 °C'de yaptıkları deney sonucunda tüm fazlar düzenli oluşurken, 77.5 °C'de yaptıkları deneyler sonucunda BiIn (düzenli), BiIn₂ (düzensiz) ve Cd (düzenli) yapılar oluştuğunu tespit ettiler. Her iki ötektik katılaştırma çalışmasında da katılaştırma hızıyla mikroyapı parametresi arasında $\lambda_E^2 V = \text{sabit}$ eşitliğini bulmuşlardır.

Wilde ve ark. [41] Al-Cu-Ag alaşım sisteminde iki farklı noktada yaptıkları katılaştırma deneyleri neticesinde düzlemsel ötektik yapıya sahip mikroyapılar oluştuğunu tespit etmişlerdir. Al-%25.6Cu-%15.2Ag(ağ.) ve Al-%24.8Cu-%24.5Ag (ağ.) bileşimlerinde yapılan katılaştırma deneyleri sonucunda $L \rightarrow \alpha(\text{Al}) + \theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ şeklinde iki ayrı intermetalik faz elde ettiler. Her iki ötektik katılaştırma çalışmasında da katılaştırma hızıyla mikroyapı parametresi arasında $\lambda_E^2 V = \text{sabit}$ eşitliğinin sağlandığını bulmuşlardır.

Witusiewicz ve ark. [40] In-Bi-Sn alaşım sistemini düşük hızlarda tek yönlü katılaştırarak düzlemsel ötektik yapıya sahip mikroyapılar oluştuğunu tespit ettiler. In-%32.2Bi-%15.6Sn (ağ.) ve In-%33.1Bi-%15.6Sn (ağ.) bileşimlerinde 59°C'de yapılan katılaştırma deneyleri sonucunda $L \rightarrow \text{BiIn}_2 + \gamma\text{-Sn} + \beta\text{-In}$ şeklinde üç ayrı faz elde ettiler. Araştırmacılar her iki alaşım sisteminde de yapılan katılaştırma çalışmaları sonucunda $\lambda_E^2 V = \text{sabit}$ eşitliğini buldular.

2.3. $\lambda = kV^{-n}$ ve $\lambda = kG^{-m}$ Tipindeki Bağıntılar

Piatti ve Pellegrini [42] yaptıkları çalışmada %99.99 saflıktaki Al ve %99.98 saflıktaki Pt metallerini Al-%4-10Pt (ağ.) bileşimlerinde, argon ortamında eriterek grafit kalıplara

doldurmuşlardır. Elde ettikleri numuneleri 100 °C/cm sıcaklık gradyentinde ve 2.8-123 µm/s katılaştırma hızlarında Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınında katılaştırarak ani soğutma yapmışlardır. Elde ettikleri deneysel sonuçlarla, $\lambda = kV^{0.45}$ ($k = 2.5 \mu m^{1.45} s^{-0.45}$) şeklinde bağıntı bulmuşlardır [42].

Kaya [24] yaptığı çalışmada Pb-Cd, Sn-Zn, Bi-Cd ve Al-Si ötektik alaşımları için mikroyapı parametresi olan λ_E 'nin sabit sıcaklık gradyenti, farklı katılaştırma hızlarında ve sabit katılaştırma hızı, farklı sıcaklık gradyentlerinde değişimini incelemiştir. Yüksek saflıktaki (>%99) metallere ötektik alaşımlar hazırlamak için ağırlıkça oranları ayarladıktan sonra vakumlu eritme fırınında, grafit pota içerisinde eritilmiştir. Daha sonra, eriyik haldeki alaşımı önceden sıcak döküm fırınına yerleştirilen grafit kalıplara (200 mm uzunluğunda 4 mm iç çapında ve 6.35 dış çapında) dökmüş ve katılaştırmıştır. Sıcak döküm fırınından çıkartılan numunelerin her birini sırasıyla Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınına yerleştirdikten sonra, doğrusal olarak katılaştırmıştır. Her bir ötektik alaşım sistemi için, numuneleri sabit sıcaklık gradyenti, farklı katılaştırma hızlarında ve sabit katılaştırma hızı, farklı sıcaklık gradyentlerinde katılaştırmıştır. Bu işlemlerden sonra, numunelerin mikroyapı fotoğraflarını, ışık mikroskobu ve taramalı elektron mikroskobuyla (SEM) çekmiştir. Bu fotoğraflar üzerinden doğrusal kesişim metodunu kullanarak λ_E değerlerini bulmuştur. Elde ettiği deneysel sonuçlar Tablo 2.2.a ve b'de verilmektedir.

Tablo 2.2.a. Sn-Zn, Pb-Cd, Al-Si, Bi-Cd ötektik alaşımlarında sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında bulunan $\lambda = kV^{-n}$ bağıntıları [24].

Alařım	V (μm/s)	G (°C/cm)	$\lambda = k V^{-n}$
Sn-Zn	8.33 - 165.19	65.2	$\lambda = k V^{-0.50}$ ($k = 5.32 \mu\text{m}^{1.50} \text{s}^{-0.50}$)
Pb-Cd	8.27 - 163.55	64.1	$\lambda = k V^{-0.43}$ ($k = 3.66 \mu\text{m}^{1.43} \text{s}^{-0.43}$)
Al-Si	8.30 - 498.70	78.0	$\lambda = k V^{-0.46}$ ($k = 23.44 \mu\text{m}^{1.46} \text{s}^{-0.46}$)
Bi-Cd	8.33 - 167.32	47.4	$\lambda = k V^{-0.49}$ ($k = 5.03 \mu\text{m}^{1.49} \text{s}^{-0.49}$)

Tablo 2.2.b. Sn-Zn, Pb-Cd, Al-Si, Bi-Cd ötektik alařımlarında sabit katılařtırma hızında, farklı sıcaklık gradyentlerinde bulunan $\lambda = k G^{-m}$ bağıntıları [24].

Alařım	V (μm/s)	G (°C/cm)	$\lambda = k G^{-m}$
Sn-Zn	8.30	18.6 - 65.2	$\lambda = k G^{-0.28}$ ($k = 0.52 \mu\text{m}^{0.72} \text{K}^{0.28}$)
Pb-Cd	8.31	16.4 - 64.1	$\lambda = k G^{-0.37}$ ($k = 0.22 \mu\text{m}^{0.63} \text{K}^{0.37}$)
Al-Si	8.30	2.0 - 78.0	$\lambda = k G^{-0.37}$ ($k = 1.50 \mu\text{m}^{0.63} \text{K}^{0.37}$)
Bi-Cd	8.33	19.3 - 47.4	$\lambda = k G^{-0.47}$ ($k = 0.09 \mu\text{m}^{0.53} \text{K}^{0.47}$)

2.4. $H_V = k V^m$ ve $H_V = k \lambda^n$ Tipindeki Bağıntılar

Ötektik alařımlarda mikrosertlik ölçümleri üzerine bazı arařtırmacılar [24] katılařtırma parametreleri ile mikroyapı parametresi ve mikrosertlik deęerinin nasıl bir deęiřim gösterdięini arařtırmıř ve bazı bağıntılar elde etmiřlerdir. Bu çalışmaların bazıları özetlenmiřtir. Yılmaz ve Elliott [84] yaptıkları çalışmada %99.999 saflıktaki Al ve Si metallerini (Al-aę.% 14-17Si) argon ortamında eriterek hazırladıkları Al-Si alařımlarını, 6 mm dıř çapında ve 30 cm uzunluęundaki alümina tüplere doldurmuřlardır. Elde ettikleri numuneleri Bridgman tipi kontrollü katılařtırma fırınında, 125 °C/cm sıcaklık gradyenti ve 1-1500 μm/s katılařtırma hızlarında katılařtırarak ani soęutma yapmıřlardır. Farklı katılařtırma řartlarında elde ettikler numunelerde gözlemlenen farklı mikroyapıların (fleyk, lifli ve karıřık düzenli) mikrosertlik ölçümlerini yapmıřlardır.

Yılmaz ve Elliott [24] deneysel sonuçlarını kullanarak mikrosertlik (H_V) ile katılařtırma hızı (V) arasında, $H_V = H_o + k V^m$, ($m = 0.04$) tipinde bağıntı elde etmiřlerdir. Aynı çalışmada mikrosertlik ile yapı parametresi (λ_E) arasında ise $H_V = H_o + k \lambda_E^{-n}$ (köřeli silisyum yapı için $n = 0.50$, lifli, fleyk ve karıřık düzenli yapı için $n = 0.08$) tipinde bağıntılar elde etmiřlerdir.

Liu ve ark. [24] %99.995 saflıktaki Zn, %99.99 saflıktaki Al ve Mg metalllerinden hazırladıkları Zn-Mg (300 °C) ve Zn-Al (350 °C) alaşımlarını argon ortamında, 0-10 saat tutarak 150 °C/cm sıcaklık gradyentinde ve 0.01-0.1 cm/s katılaştırma hızlarında, Bridgman tipi fırında katılaştırarak ani soğutma yapmışlardır. Elde ettikler numunelerin boyuna ve enine kesitlerini hem optik hem de taramalı elektron mikroskopunda (*SEM*) incelemişlerdir. Farklı katılaştırma şartlarında ürettikleri numunelerin mikrosertlik ölçümlerinde 100 g'lık kütleler kullanmışlardır. Çalışmalarında 300 °C'de Zn-Mg (Zn-ağ.% 3.1Mg) ve 350 °C'de Zn-Al (Zn-ağ.% 5 Al) alaşımları için lamelsel mesafe ile mikrosertlik değerlerinin incelemişlerdir. Buldukları deneysel sonuçlar Tablo 2.3. a ve b. 'de verilmektedir.

Tablo 2.3.a. Zn-Mg alaşımının (300 °C) λ_E ve H_V değerleri [24]

Tavlama Zamanı (saat)	V= 0.05 cm/s		V= 0.1 cm/s	
	H_V (kg/mm ²)	λ_E (μm)	H_V (kg/mm ²)	λ_E (μm)
0	222	0.49	253	0.30
0.17	207	0.75	208	0.66
0.5	199	1.31	200	1.58
1	195	1.58	198	1.80
2	183	2.09	189	2.24
5	175	2.89	173	2.77
10	160	3.78	165	3.78

Tablo 2.3.b. Zn-Al alaşımının (350 °C) λ_E ve H_V değerleri [24]

Tavlama Zamanı (saat)	V= 0.01 cm/s		V= 0.1 cm/s	
	H_V (kg/mm ²)	λ_E (μm)	H_V (kg/mm ²)	λ_E (μm)
0	81.5	0.76	86.5	0.24
0.5	80.0	0.9	83.2	0.4
1	77.1	1.0	80.7	0.8
2	75.9	1.2	79.2	1.0
5	71.5	1.7	66.6	1.5
10	68.6	2.8	65.2	2.4

Liu ve ark. [85] buldukları deneysel sonuçları kullanarak, $Zn(\alpha)\text{-}Mg_2Zn_{11}$ için $H_V = H_0 + k\lambda_E^{-0.5}$, ($H_0 = 141 \text{ kg.mm}^{-2}$, $k = 1.9 \text{ kg.mm}^{-3/2}$), $Zn(\alpha)\text{-}Al(\beta)$ için, $H_V = H_0 + k\lambda_E^{-0.5}$, ($H_0 = 61 \text{ kg.mm}^{-2}$, $k = 0.46 \text{ kg.mm}^{-3/2}$) şeklinde bağıntılar elde etmişlerdir.

Khan ve ark. [86] yaptıkları çalışmada %99.999 saflıktaki Al ve Si metallerini Al-ağ.% 12 Si ve Al-ağ.% 14.6 Si bileşimlerinde argon ortamında eriterek 200 mm uzunluğunda 7 mm dış çapındaki alümina tüplere doldurmuşlardır. Hazırladıkları numuneleri 0.10-1080 $\mu\text{m/s}$ katılaştırma hızlarında Bridgman fırınında doğrusal olarak katılaştırarak ürettikleri numunelerin boyuna ve enine kesitlerinden optik mikroskop yardımıyla mikroyapı parametresini ölçmüşlerdir. Aynı numunelerin sertliklerini enine kesitler üzerinden, Vickers sertlik ölçme yöntemi ile ölçmüşlerdir.

Elde ettikleri deneysel sonuçları kullanarak, $H_V = H_o + kV^m$, (fleyk silisyum yapı için $m = 0.12$) tipinde bağıntı elde etmişlerdir. Burada H_o alaşımın başlangıçtaki (doğrusal olarak katılaştırılmadan önceki) sertlik değeridir. Khan ve ark. [24] mikrosertlik değeri ile mikroyapı parametresi arasındaki ilişkiyi ise, $H_V = H_o + k\lambda_E^{-n}$ bağıntısı ile ifade etmişlerdir. Bu deneyde köşeli silisyum yapı için $n = 0.50$, fleyk silisyum yapı için $n = 0.22$ ve lifli silisyum yapı için $n = 0.10$ şeklinde sonuçlar bulmuşlardır.

Kaya ve ark. [43] yüksek saflıkta (%99.99) alüminyum ve silisyumu vakum altında eriterek Al-Si ötektik alaşımını (Al-ağ.% 12.6 Si) hazırladılar. Bu alaşımı sabit sıcaklık gradyenti ($G=7.8$ K/mm), farklı katılaştırma hızlarında ($V=8.3-498.7$ $\mu\text{m/s}$) ve sabit katılaştırma hızı ($V=8.3$ $\mu\text{m/s}$) farklı sıcaklık gradyentlerinde ($G=2.0-7.8$ K/mm) Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınına kullanarak katılaştırdılar. Katılaştırma sonucunda ürettikleri malzemelerin hem enine hemde boyuna kesitleri üzerinden mikrosertlik değerlerini ölçtüler. Bu ölçümler neticesinde katılaştırma parametreleri ile mikroyapı parametreleri ve mikrosertlik değerleri arasındaki ilişki ve bağıntıları tespit ettiler. Bu araştırmacılar tarafından elde edilen deneysel sonuçlar Tablo 2.4'te verilmektedir.

Tablo 2.4. Al-ağ.% 12.6 Si alaşımında katılaştırma parametreleri ile mikrosertlik değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar [44].

Katılaştırma Parametreleri		Mikrosertlik Değerleri		Bağıntılar	Korelasyon Katsayısı (k)
G (K/mm)	V ($\mu\text{m/s}$)	H _{V(B)} (kg/mm ²)	H _{V(E)} (kg/mm ²)		
2.0	8.3	52.6	53.2	$H_{V(E)}=k_1 G^{0.08}$	$k_1=49.28 (K^{-0.17} \cdot \text{kg} \cdot \text{mm}^{-1.83})$
3.2	8.3	54.3	55.1	$H_{V(B)}=k_2 G^{0.09}$	$k_2=49.54 (K^{-0.19} \cdot \text{kg} \cdot \text{mm}^{-1.81})$
4.4	8.3	55.9	56.3	$H_{V(E)}=k_3 \lambda_E^{-0.11}$	$k_3=27.54 (\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2.11} \cdot \text{s}^{0.11})$
5.7	8.3	57.0	58.7	$H_{V(E)}=k_4 \lambda_B^{-0.17}$	$k_4=27.54 (\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2.12} \cdot \text{s}^{0.12})$
7.8	8.3	59.1	60.0	$H_{V(E)}=k_5 V^{0.09}$	$k_5=84.92 (\text{kg} \cdot \text{mm}^{-1.72})$
7.8	16.4	62.5	62.0	$H_{V(B)}=k_6 V^{0.11}$	$k_6=82.79 (\text{kg} \cdot \text{mm}^{-1.75})$
7.8	41.0	65.5	65.0	$H_{V(E)}=k_7 \lambda_E^{-0.16}$	$k_7=25.35 (\text{kg} \cdot \text{mm}^{-1.76})$
7.8	82.4	69.1	69.0	$H_{V(E)}=k_8 \lambda_B^{-0.18}$	$k_8=27.54 (\text{kg} \cdot \text{mm}^{-1.78})$
7.8	165.2	74.2	75.4		
7.8	498.7	81.4	79.5		

$\lambda_B, H_{V(B)}$: Numunenin boyuna kesitinden ölçülen lamelsel mesafeler ve mikrosertlik değeri, $\lambda_E, H_{V(E)}$: Numunenin enine kesitinden ölçülen lamelsel mesafeler ve mikrosertlik değeri.

Kaya ve ark. [44] yüksek saflıkta (%99.99) Pb-Cd, Sn-Zn ve Bi-Cd ötektik alaşımlarını hazırladılar. Her bir ötektik alaşım sistemini farklı katılaştırma parametrelerinde Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınına kullanarak katılaştırdılar. Daha sonra farklı katılaştırma parametrelerinde ürettikleri her bir numunenin enine kesitleri üzerinden mikrosertlik değerlerini ölçtüler. Elde ettikleri sonuçları kullanarak katılaştırma parametreleri ile mikroyapı parametreleri ve mikrosertlik değerleri arasındaki ilişki ve bağıntıları tespit ettiler. Bu araştırmacılar tarafından elde edilen deneysel sonuçlar Tablo 2.5'te verilmektedir.

Tablo 2.5. Pb-Cd, Sn-Zn ve Bi-Cd ötektik alaşımında katılaştırma parametreleri ile mikrosertlik değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar [44].

Sistem	G (K/mm)	V (μm/s)	H _V (kg/mm ²)	Bağıntılar	Korelasyon Katsayısı (k)
Pb-Cd	6.41	8.27	14.28	$H_V = k_1 V^{0.11}$ $H_V = k_2 \lambda^{-0.20}$	$k_1 = 22.91 \text{ (kg. mm}^{-2.10} \cdot \text{s}^{0.10})$ $k_2 = 2.78 \text{ (kg. mm}^{-1.80})$
		16.55	14.95		
		40.18	16.18		
		83.33	17.85		
		163.55	19.55		
Sn-Zn	6.52	8.33	15.42	$H_V = k_3 V^{0.08}$ $H_V = k_4 \lambda^{-0.21}$	$k_3 = 22.80 \text{ (kg. mm}^{-2.08} \cdot \text{s}^{0.08})$ $k_4 = 4.36 \text{ (kg. mm}^{-1.79})$
		16.32	16.28		
		41.48	17.40		
		81.96	18.20		
		165.13	20.01		
Bi-Cd	4.73	8.27	16.66	$H_V = k_5 V^{0.10}$ $H_V = k_6 \lambda^{-0.22}$	$k_5 = 23.51 \text{ (kg. mm}^{-2.10} \cdot \text{s}^{0.10})$ $k_6 = 4.35 \text{ (kg. mm}^{-1.78})$
		16.52	17.28		
		40.99	18.35		
		81.66	20.10		
		167.32	22.05		

Son zamanlarda mikrosertlik ölçüm çalışmaları üç bileşenli sistemler üzerine yoğunlaşmaya başlamıştır [45-47]. Sun ve ark. [45] Sn-%3.8 Ag-%0.7Cu (ağ.) ötektik alaşımını tek yönlü katılaştırarak ani soğutma yapmışlardır. Elde ettikler numunelerin boyuna ve enine kesitlerindeki mikroyapıları ve mikrosertlik değerlerini ölçmüşlerdir. Sonuçlar Tablo 2.6’da verilmektedir. Bu çalışma sonucunda Sun ve ark. [45] sıcaklık arttıkça malzemelerin mikrosertlik değerlerinin azaldığını tespit etmişlerdir.

Tablo 2.6. Sn-Ag-Cu ötektik alaşımında farklı sıcaklıklarda mikrosertlik değerleri [45].

Sıcaklık (°C)	β-Sn	Ötektik Alaşım
	H _V (kg/mm ²)	H _V (kg/mm ²)
25	11.69	16.17
45	8.87	13.69
65	8.10	11.88
85	7.34	10.51

Aynı alaşım sistemi (Sn-%3.8Ag-%0.7Cu) Knag ve ark. [46] tarafından da çalışılmıştır. Doğrusal katılaştırma yöntemiyle ürettikleri numuneler üzerinde oluşan farklı yapıların mikrosertlik değerlerini ölçmüşlerdir. Ölçüm sonuçları Tablo 2.7’de verilmektedir.

Tablo 2.7. Sn-Ag-Cu ötektik alaşımda doğrusal katılaştırma deneyleri sonucunda oluşan her bir fazın mikrosertlik değerleri [46].

Yapılar	Mikrosertlik Değerleri H_V (kg/mm ²)
Numunenin Tamamı	21.9
Isıl İşlem (1500 °C, 500 saat)	17.3
Büyük Ag ₃ Sn Levhaları	126.5
β-Sn Dendritleri	15.2
İnce β-Sn Dendritleri	26.5
Kalın β-Sn Dendritleri	21.5

Çeşitli araştırmacılar tarafından yapılan deneysel çalışmalar neticesinde katılaştırma hızı ile mikroyapı parametresi ve mikrosertlik değerleri arasında farklı bağıntılar elde edildiği görülmektedir. Yapılan bu deneysel çalışmaların tamamında mikroyapı parametresinin katılaştırma parametrelerine göre üstel olarak azaldığı görülmektedir. Genellikle elde edilen bağıntılar birbirleriyle uyum içerisinde olup, üstel değerlerde katılaştırma şartlarına ve malzemenin yapısına bağlı olarak küçük farklılıklar görülmektedir. Bu sonuçlar katılaştırma parametreleri ile mikroyapı parametresi arasında belirgin bir ilişkinin olduğunu göstermektedir. Bu çalışmaların çoğunda metalik malzemelerin katılaştırılmasında “Bridgman tipi” kontrollü katılaştırma fırını kullanılmış ve numuneler düşey doğrultuda katılaştırılmıştır.

Ayrıca mikrosertlik değerleri ile katılaştırma parametreleri ve mikroyapı parametresi arasında da bir ilişkinin olduğu araştırmacıların çalışmalarından anlaşılmaktadır. Çalışmalardan, katılaştırma hızı arttıkça mikrosertlik değerinin de artmakta olduğu görülmektedir. Yani malzemelerin artan katılaştırma parametrelerinden dolayı yapı parametresinde meydana gelen küçülme, mikrosertlik değerlerini artırmaktadır. Mikrosertlik ölçüm deneyleri neticesinde elde edilen üstel değerlerin tam bir tutarlılık gösterdiğini söylemek zordur. Yapılan mikrosertlik ölçüm çalışmalarında farklı katılaştırma şartlarında farklı üstel değerler elde edilmiştir.

Bir sonraki bölümde üçlü metalik alaşımların kontrollü doğrusal katılaştırılmasında kullanılan deneysel sistem üzerinde durularak bir kontrollü katılaştırma deneyinin her bir aşaması kapsamlı bir şekilde anlatılacaktır.

2.5. Elekttriksel İletkenlik ile ilgili Yapılan Deneysel Çalışmalar

Metallerin ve alaşımların termofiziksel özelliklerinin (viskozite, elektriksel özdirenç ve iletkenlik, yoğunluk, termal iletlik gibi) bilinmesi özellikle amaca uygun malzeme üretimi için yapılan çalışmalarda oldukça önemlidir. Malzemeler için önemli termofiziksel özelliklerden biri olan elektriksel özdirenç ve iletkenlik değerleri özellikle metalurjik çalışmalarda (örneğin elektromanyetik uygulama alanlarında) sıklıkla kullanılır. Bu nedenle metallerin ve özellikle son yıllarda alaşımların elektriksel özdirenç (veya iletkenlik) değerlerinin ölçülmesiyle ilgili birçok çalışma yapılmıştır [31-33].

Sıcaklığın değişmesi malzemenin elektriksel özdirenç değerini doğrudan etkilediği için araştırmalar sıcaklığa bağlı elektriksel özdirenç değişimlerinin belirlenmesi üzerine yoğunlaşmaya başlamıştır. Elektriksel özdirenç ölçümlerinde genellikle iki farklı ölçüm tekniği kullanılır. Bu teknikler; kontak uçları kullanarak doğrudan direnç ölçülmesi ve kontaklız indüksiyon ölçümleridir. Katı malzemeler için özdirenç ölçümlerinde genellikle Ohm kanununun bir uygulaması olan ve kontak uçları kullanılarak yapılan 4 nokta d.c tekniği kullanılır. Bu teknik erime noktasının altındaki sıcaklıklardaki numuneler üzerine voltaj uygulanarak oluşan akım değeri ölçümüne dayanmaktadır. Elektriksel özdirenç ölçümünde kullanılan ikinci teknik ise numunenin bir manyetik alanda dönderilmesi veya bir manyetik alanın numune etrafında dönderilmesine dayanan indükleme tekniğidir ve kontaklızdır. Kontaklız olması nedeniyle 4 nokta d.c. ölçümden farklı olarak uçlarla (prob) numune arasında bir reaksiyon oluşumu meydana gelmez. Bu nedenle bu teknik eriyik malzemeler üzerinde geniş bir kullanım alanı bulmuştur.

Bu çalışmada elektriksel özdirenç ölçümleri katı numuneler üzerinde 4 nokta d.c. ölçümüyle yapılmıştır. Bu ölçüm tekniğiyle yapılmış literatürdeki elektriksel özdirenç çalışmalarının bazıları aşağıda özetlenmiştir.

Brandt ve Neuer [46] saf Sn, Zn ve Al metallerinin elektriksel özdirençlerini hem erime sıcaklığının altında hemde erime sıcaklığının üstünde ölçmüşlerdir. Ölçümlerini hem ısınma esnasında hemde soğama esnasında kaydederek elektriksel özdirenç eğilimlerini incelemişlerdir. Ölçüm sonuçlarından Sn metali için elektriksel özdirenç 25-220 °C (katı faz) sıcaklık aralığında 11.3-21.6 $\mu\Omega$ cm arasında ve 220-250 °C (sıvı faz) sıcaklık

aralığında 21.6-46.9 $\mu\Omega$ cm arasında değiştiğini, Zn metali için elektriksel öz direncin 20.7-421.4 °C (katı faz) sıcaklık aralığında 5.96-16.67 $\mu\Omega$ cm arasında ve 421-445 °C (sıvı faz) sıcaklık aralığında 16.67-36.08 $\mu\Omega$ cm arasında değiştiğini, Al metali için elektriksel öz direncin 27.91-661.26 °C (katı faz) sıcaklık aralığında 2.96-10.65 $\mu\Omega$ cm arasında ve 661.25-674.11 °C (sıvı faz) sıcaklık aralığında 10.65-25.02 $\mu\Omega$ cm arasında değiştiğini tespit etmişlerdir.

Ayrıca farklı oranlarda Si katkılayarak oluşturdukları Al-Si alaşımlarının elektriksel öz dirençlerini ve bu alaşımlara ekledikleri üçüncü bir bileşenin elektriksel öz dirence etkisini araştırmışlardır.

He ve ark. [32] NbCo₂Al₈ alaşımını 5-300 K arasında sıcaklığa bağlı elektriksel iletkenlik değerlerini ölçmüş ve 8 K’de meydana gelen anormallik dışında bu alaşımın elektriksel açıdan metalik özellik gösterdiğini tespit etmişlerdir. Yaptıkları ölçüm sonucunda NbCo₂Al₈ alaşımının 5-300 K sıcaklık aralığında elektriksel öz direnç değerinin 20.5-180.2 $\mu\Omega$ cm arasında değişen değerler aldığını tespit etmişlerdir.

Cook ve ark. [33] tel şeklinde hazırladıkları Sn-Ag, Sn-Ag-Cu ve Sn-Ag-Cu-X (burada X; Co, Fe ve Bi) alaşımların elektriksel öz dirençlerini mikroyapıların bir fonksiyonu olarak 4 nokta (d.c.) ölçüm tekniği ile tespit etmişlerdir. Elde ettikleri sonuçlar Tablo 2.8’de verilmektedir.

Tablo 2.8 Tel şeklinde hazırlanmış bazı önemli alaşımların 293 K'deki elektriksel özdirenç değerleri. [33]

Numuneler ve Bileşim Oranları % (ağ.)	Elektriksel Özdirenç ρ , ($\mu\Omega$ cm) (293 K)
Pirinç	10.2
Kurşun	20.9
Altın	2.4
Grafit	1.7
Sn-40Pb	16.54
Sn-3.6Ag-1.0Cu	12.99
Sn-3.5Ag	12.30
Sn-3.6Ag-1.0Cu-0.15Co	12.89
Sn-3.5Ag-1.0Cu-1.0Bi	12.61
Sn-3.7Ag-0.7Cu-0.2Co	112.10
Sn-3.7Ag-0.9Cu	12.05
Sn-3.7Ag-0.7Cu-0.2Fe	12.14
Sn-3.7Ag-0.9Cu-1.0Bi	13.02
Sn-3.0Ag-0.5Cu	12.34
Sn-3.7Ag-0.6Cu-0.3Co	12.55
Sn-4.0Ag-0.5Cu	12.42
Sn-3.6Ag-1.0Cu-0.45	12.9

Çadırılı ve ark. [24] Cd-Sn, Bi-Cd ve Al-Si ötektik ve Al-%3Si (ağ) ötektik üstü alaşımlarını vakum ortamında %99.99 saflıkta metaller kullanarak hazırlamışlardır. Ürettikleri alaşımların 100-475 K sıcaklık aralığında akım-voltaj karakteristiklerini, elektriksel özdirenç değerlerini ve sıcaklık katsayılarını incelemişlerdir. Her bir alaşım için sıcaklık arttıkça elektriksel özdirenç değerlerinin arttığını, elektriksel özdirenç artışları 350 K'e kadar kararlı, bu sıcaklığın üstünde çok hızlı bir artış olduğunu tespit etmişlerdir.

Sıcaklığın artmasıyla Cd-Sn ötektik alaşımının elektriksel iletkenliğinin 14.5'den 18.6 $\mu\Omega$ cm kadar arttığını, Bi-Sn ötektik alaşımı için 37.6'dan 42.6 $\mu\Omega$ cm kadar arttığını, Al-Si ötektik alaşımı için 2.8'den 3.8 $\mu\Omega$ cm kadar arttığını ve Al-Si ötektik üstü alaşımı için 2.5'ten 3.8 $\mu\Omega$ cm kadar arttığını ölçmüşlerdir.

3. BÖLÜM YÖNTEM VE DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. GİRİŞ

Bu çalışmada Al-ağ.%5.7 Ni ötektik alaşım sistemi, Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınında tek yönlü katılaştırılarak, mikroyapıları, mekanik özellikleri, elektriksel özellikleri ve termal özellikleri araştırılacak, katılaştırma parametreleri ile mikroyapı parametreleri ve mikrosertlik değerleri arasındaki bağıntılar tespit edilecektir.

3.2. DOĞRUSAL KATILAŞTIRMA İÇİN DENEYSEL SİSTEM

Bu proje çalışmasında üç ayrı fırın (vakumlu eritme fırını, döküm fırını ve kontrollü katılaştırma fırını) kullanılmıştır. Bu kesimde, deneylerde kullanılan bu fırınlar ayrıntılı olarak anlatılacaktır.

3.2.1 Vakumlu Erime Fırını

Vakumlu eritme fırını alaşım yapılacak metallerin vakumlu ortamda oksitlenmeden eritilmesinde kullanılır. Vakumlu eritme fırını; iç içe geçmiş iki alümina tüp, vakum pompası, sıcaklık kontrolcüsü, sabit güç vermekte kullanılan varyak ve soğutma sisteminden oluşmaktadır. İçteki alümina tüpün iç çapı 50 mm, dış çapı 60 mm ve uzunluğu 700 mm olup bir ucu kapalıdır. Bu alümina tüpün içinde vakumlu ortam sağlanır. Dış alümina tüpün ebatları ise 80 mm × 90 mm × 500 mm olup her iki ucu da açıktır. Dış alümina tüpün etrafına 1.2 mm kalınlığındaki *Kanthal Al* telinden (FeCrAl alaşımından yapılmış tel) 80 sarım sarılmıştır. Isıtıcı telin toplam direnci 28.1 Ω olarak ölçülmüştür. Isıtıcı tellerin birbirine değmemesi için sarımların arasını dolduracak şekilde, tellerin etrafı revatman ile sıvanmıştır. Vakumlu ortam oluşturabilmek için bir ucu kapalı alümina tüpün açık ucuna vakum pompasını bağlayacak şekilde pirinçten bir soğutma sistemi yapılmıştır. Vakumlama esnasında hava sızmamaları için iç alümina tüp ile pirinç soğutma sisteminin arası zift ile yalıtılmıştır. Fırın ısıtıldığında ziftin erimemesi için ise soğutma sisteminden sürekli su dolandırılmaktadır. Fırının sıcaklığı sıcaklık kontrolcüsü ile kontrol edilmektedir. Vakumlu eritme fırını 1100 °C'ye kadar

(± 2 °C hassaslıkta) çıkabilmektedir. Eritme işlemi vakum pompası yardımıyla 10^{-3} mbar basınç altında yapılmaktadır.

3.2.2. Döküm Fırını

Döküm fırını; iki ucu açık alümina, alt ısıtıcı, üst ısıtıcı ve soğutma kazanından oluşmaktadır. İç çapı 50 mm, dış çapı 60 mm ve uzunluğu 750 mm olan alümina tüpün etrafındaki farklı iki bölgeye ısıtıcı teller sarılarak birbirinden bağımsız iki ısıtıcı bölge oluşturulmuştur. Isıtıcı tel olarak 1.2 mm kalınlığında *Kanthal A1* teli kullanılmıştır. Alt ve üst ısıtıcıların dirençleri sırasıyla 16.675 Ω ve 9.725 Ω olarak ölçülmüştür. Isıtıcı tellerin birbirine değmemesi için sarımların arasını dolduracak şekilde tellerin etrafı revatman ile sıvanmıştır. Alt ve üst ısıtıcıların sıcaklıklarını ölçmek için ısıtıcıya yakın mesafelere iki adet yalıtılmış *K*-tipi termal çift yerleştirilmiştir. Alümina tüpün alt tarafına 40 mm çapında ve 160 mm uzunluğunda silindirik bir su kazanı yerleştirilmiştir. Alümina tüpün etrafı ise ısı yalıtımı amacıyla gaz beton (Ytong) tuğlası ile kaplanmıştır. Döküm fırını 1100 °C'ye kadar (± 2 °C hassaslıkta) çıkabilmektedir. akumlu eritme ve döküm fırınları şekil 3.1'de görülmektedir.



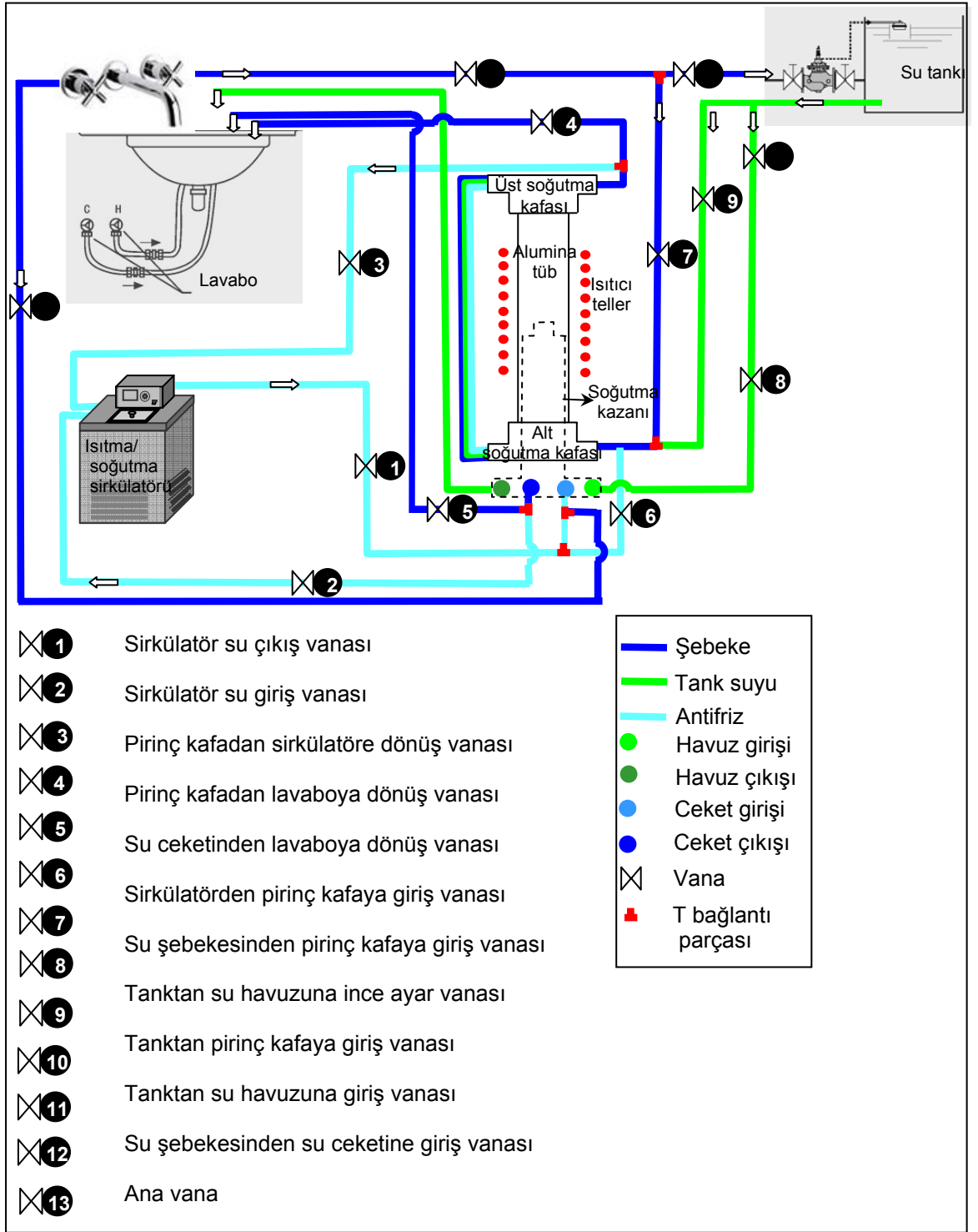
Şekil 3.1. (a) Vakumlu eritme fırını (b) Sıcak döküm fırını

3.2.3. Kontrollü (Doğrusal) Katılaştırma Fırını

Kristal büyütme çalışmalarının yaklaşık % 40'ı Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını ile yapılmaktadır. Özellikle mühendislik alanında gerilime dayanıklı malzeme üretiminde bu fırınlardan yaygın olarak yararlanılmaktadır [24]. Sıcak döküm fırınında elde edilen numunelerin, değişik sıcaklık gradyenti ve hızlarda katılaştırılması, kontrollü katılaştırma fırını yardımıyla yapılmaktadır.

Şekil 3.2' de şematik olarak gösterilen kontrollü katılaştırma fırınında, değişik katılma hızları elde etmek için kullanılan motor bağlantılı bir sürücü sistem, farklı sıcaklık gradyenti oluşturmak için kullanılan ısıtıcı ve soğutucu sistemler bulunmaktadır. Bu fırında numune tutucusuna yerleştirilen numuneler, sürücü sistem vasıtasıyla sıcak bölgeden soğuk bölgeye çekilirken, kalıp içerisindeki sıvı alaşım, en alt kısımdan başlayarak katılaşmakta ve katı-sıvı arayüzeyi yukarı yönde ilerlemektedir. Kontrollü katılaştırma fırını 1100 °C sıcaklığa kadar çıkılabilmektedir. Ayrıca bu fırına takılan numune içerisinde 10 ile 100 °C/cm arasında bir sıcaklık gradyenti elde edilebilmektedir. Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını başlıca *ısıtıcı sistem*, *soğutucu sistem* ve *sürücü sistem* olmak üzere üç kısımdan oluşmaktadır.

Bridgman-tipi kontrollü katılaştırma sistemi, gerekli ekipmanlar ve donanımlar kullanılarak yapılmış ve kullanıma hazır hale getirilmiştir.



Şekil 3.2. Doğrusal katılaşırma deney sisteminin su tesisat şeması

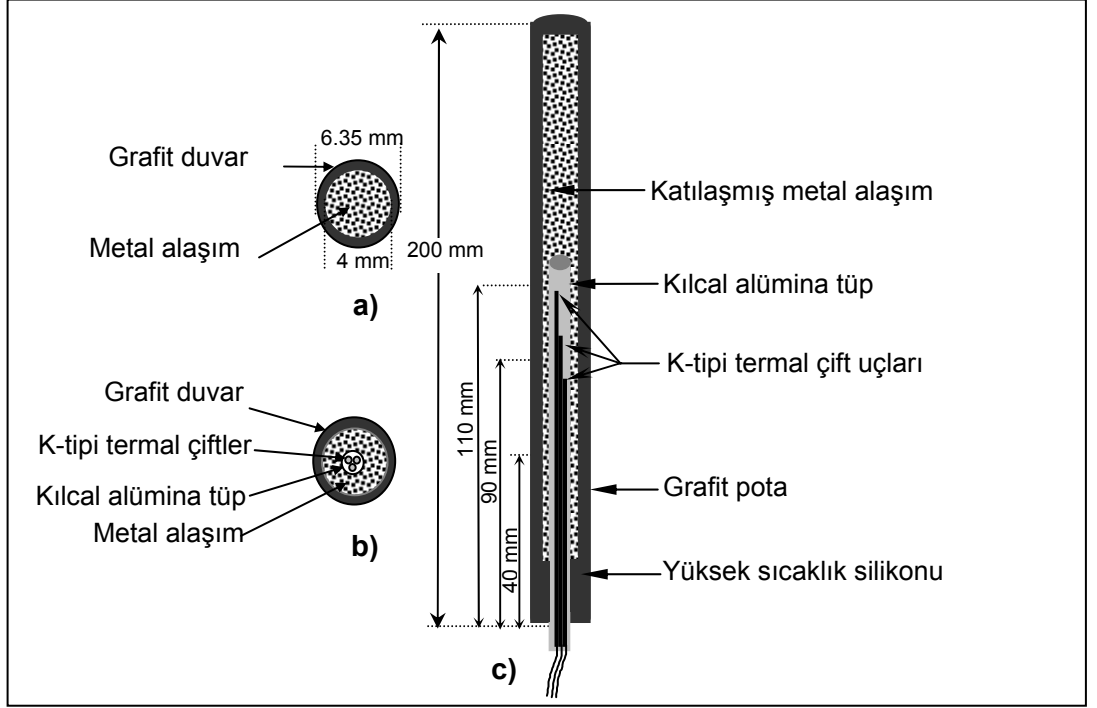
3.3. DOĞRUSAL KATILAŞTIRMA İÇİN BİR DENEYİN YAPILIŞI

Bir kontrollü katılaştırma deneyi; numunenin hazırlanması, katılaştırma fırınında doğrusal olarak katılaştırılması, metalografik işlemler ve ortaya çıkan mikroyapıların gözlenmesi basamaklarından oluşmaktadır. Şimdi bu basamakların her birini ayrıntılı bir şekilde inceleyelim.

3.3.1. Numunenin Hazırlanması

3.3.1.1. Numune kalıbının yapılması

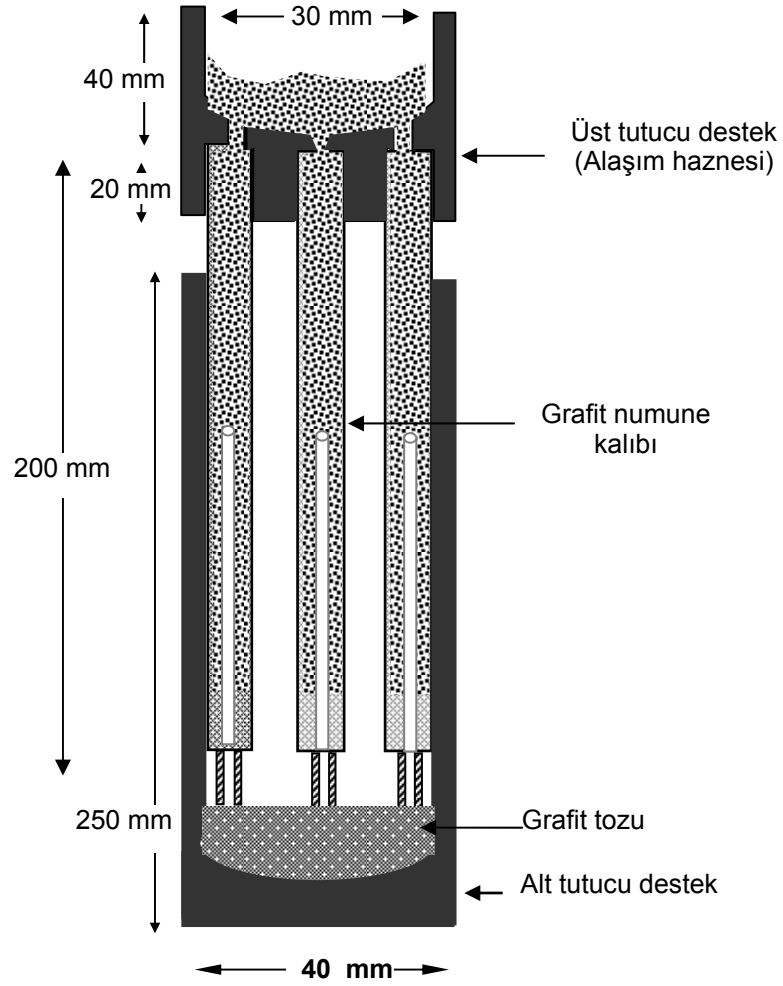
Numune pota ve kalıplarının hazırlanmasında iyi bir ısı iletkenliğine ve kolay işlenebilme özelliklerine sahip olması, metalik alaşımlarla reaksiyona girmemesi nedeniyle grafit tercih edilmiştir. Bu amaçla deneysel çalışmalarda kolay işlenebilen, yüksek ısı iletkenliğe sahip, korozyona karşı dayanımı yüksek ve erime sıcaklığı 400 °C ile 1400 °C arasında olan metaller için kullanılabilen **Morgan** marka grafitler kullanılmıştır. Deneylerde numune kalıbı olarak 200 mm uzunluğunda ve 6.35 mm çapında grafit çubuklar kullanılmıştır. Bu grafit çubuklar delinme esnasında kolayca kırılabilirdikleri için, pirinçten yapılmış kalıbın içine yerleştirilerek 4 mm çapında 220 mm uzunluğunda özel matkap uçları ile tornada delinmiş ve böylelikle içi boş grafit kalıplar elde edilmiştir. Her bir alaşım sistemi için 13 grafit kalıbından 7'si termal çiftsiz, 6'sı ise termal çiftli olacak şekilde hazırlanmıştır. Termal çiftsiz olarak hazırlanan numune kalıplarının bir ucu, içerisinde sıvı halde bulunan metal alaşımın sızmasını engellemek için bir uçtan başlayan delme işlemi diğer ucun sonuna kadar getirilmiş ve grafitin diğer ucu kapalı bırakılmıştır. Termal çiftli numune kalıplarının hazırlanmasında ise 1.2 mm dış çapında 0.8 mm iç çapında kılcal alümina tüp kullanılmıştır. Şekil 3.3' de görüldüğü gibi, alümina tüp iki ucu delik olan numune kalıbının bir ucundan geçirilip diğer ucu merkezde olacak şekilde yerleştirilerek sızıntı olmaması için etrafı sıkı bir şekilde cam pamuğu ve silikonla desteklenmiştir.



Şekil 3.3. Grafit numune kalıbı (a) Üst enine kesiti, (b) Alt enine kesiti (c) Yandan görünüşü

3.3.1.2. Numune potasının yapılması

Aynı anda, aynı bileşime sahip alaşımı numune kalıplarına doldurmak amacıyla numune pota kalıbının hazırlanmasına ihtiyaç duyulmuştur. Şekil 3.4’de verildiği gibi, hazırlanan numune kalıplarından 13 adet numune elde edilebilmektedir. Numune potası, alt ve üst olmak üzere 2 adet grafit destekten oluşmaktadır. Alt destek 40 mm çapında, 250 mm uzunluğunda silindirik biçimli grafit parçadan yapılmış ve içerisine 30 mm çaplı 200 mm uzunluğunda bir ucu kapalı kalacak şekilde delik açılmıştır.



řekil 3.4. Numune potası ve alt-üst desteklerin řematik gösterimi

Üst destek yapımı için 60 mm uzunluęunda, 40 mm apında bir grafit para kullanılmıřtır. Grafit paranın bir ucu 30 mm apında matkap ucu kullanılarak 40 mm uzunluęunda delinmiřtir. Dięer ucuna ise 3 mm apında 20 mm uzunluęunda 13 adet delik aılmıřtır. Bu delikler 6.35 mm apındaki matkap ucuyla 15 mm uzunluęunda geniřletilmiřtir. Önceden hazırlanmıř olan numune kalıplarının aık uçları üst destekteki deliklerden geçirilmiřtir. Birleřme noktaları 1200 °C'ye dayanıklı karbon katkılı silikon yapıřtırıcı ile tutturulmuřtur.

3.3.1.3. Alařımın hazırlanması

İncelenecek olan alařımların bileřim oranları her birinin faz diyagramları yardımıyla tespit edildi. Alařım yapımında kullanılan malzemelerin yüksek saflıkta olmasına özellikle dikkat edildi. Yeterince saf olmayan malzemelerle alařım hazırlandığında safsızlıklar arayüzeyde birikmekte ve deneysel süreçte arayüzeyde oluřan yapı řekillerini olumsuz etkilemektedir. Alařım üretimi için %99.99 saflıkta alüminyum ve %99.99 saflıkta nikel metalleri kullanıldı. Her bir bileřen, uygun oranlarda 0.1 mg'a duyarlı **AND GX-600** tipi hassas terazi ile tartıldı (řekil 3.5).



řekil 3.5. Alařım metallerinin tartılmasında kullanılan hassas terazi

3.3.1.4. Dökümünün yapılması

Alařım hazırlamada kullanılacak metallerin miktarları hassas terazi ile tartıldıktan sonra alařımın hazırlanması ve hazırlanan alařımın numune kalıplarına doldurulması ařamalarına geçildi. Erime sıcaklıęı düşük olan metal altta gelecek řekilde metal malzemeler grafit potaya yerleřtirildi. Grafit pota uygun bir řengelli tel pota tutucusu yardımıyla vakum fırınına indirildi. Vakum pompası çalıştırılarak fırın vakumlandı. Fırın ısıtılmaya başlamadan önce fırının kapaklarında bulunan ziftin sıcaklıęın etkisiyle erimemesi için kapak içlerinden su geçirilerek soęutma yapıldı. Varyak en düşük güç durumunda çalıştırıldı ve yaklaşık her 5 dakikada varyaęın deęeri %5 artırıldı. Varyaęın deęerinin artırılmasına fırın istenilen sıcaklıęa çıkıncaya kadar devam edildi. Metaller tamamen eridikten sonra vakum kapaęı açılarak grafit karıřtırıcı çubuk yardımıyla metal eriyik karıřtırıldı. Bu iřlem 20-25 dakika arayla 4-5 defa tekrarlandı. Böylece eriyik halde alařım hazırlanmıř oldu. Vakumlu eritme fırınında alařım hazırlama iřlemleri devam ederken dięer taraftan döküm fırınında dökümün yapılması ve önceden yapılan numune kalıplarına alařımın doldurulması hazırlıklarına bařlandı. Numune

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

3.3.2. Kontrollü Katılaştırma

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

Dökümü yapılan numunelerden biri kontrollü katılaştırma fırınının numune tutucusuna yerleştirildi. Termal çift çıkışları 5 terminali bulunan selektöre bağlandı. Fırının bağlantı uçları, içerisinde etil alkolün bulunduğu cam tüp borular içerisine konularak içerisinde 0 °C'de antifrizli su bulunan analog dolanım sisteminin tankının içerisine yerleştirildi. (Burada amaç referans sıcaklığını 0 °C yapmaktır)

Bu işlemten sonra soğutma havuzu giriş ve çıkış hortumlarının bağlantıları ve istenilen hızdaki senkronize motor bağlantıları yapılarak deney düzeneği kuruldu. Soğutma havuzundaki akışkanın sıcaklığı istenen düzeye geldikten sonra sisteme argon gazı verildi. Burada argon gazı, sıvı haldeki alaşımın katılaşma sürecinde herhangi bir oksidasyona maruz kalmaması amacıyla kullanılmıştır. Bu aşamadan sonra kontrollü katılaştırma fırını istenilen sıcaklığa ayarlandı. Fırının istenilen sıcaklığa gelişi, sıcaklık kaydedici ve bilgisayar bağlantısı yardımıyla kontrol edildi. Numune üzerindeki sıcaklık akışının kararlı hale gelmesi için yaklaşık 2 saat kadar beklenildi. Daha sonra

sürücü motor çalıştırılarak deney başlatıldı. Numune yaklaşık 8-10 cm katılaştıktan sonra ani soğutma (quench) yapılarak katılaştırma durduruldu. Ani soğutma işlemi numunenin kontrollü katılaştırılma işlemi devam ederken, hızla soğuk su havuzuna çekilerek o anki haliyle katılaştırılmasıdır.

Bu noktada numuneyi havuza çekme işleminin hızının yüksek olması ve havuzdaki suyun sıcaklığının numune üzerinde denge durumunu bozabilecek bir osilasyon oluşturmaması gereklidir. Bu nedenle ani soğutmanın etkin olabilmesi için çekme işlemi çok hızlı yapıldı ve iç havuzun sıcaklığı hassas bir şekilde kontrol edildi. İç havuzdaki suyun sıcaklık değeri, kontrollü katılaştırma deneyi yapılan alaşımın erime sıcaklığına bağlı olarak farklı sıcaklıklara ayarlandı. Bu işlem sabit katılaştırma hızında, 5 farklı sıcaklık gradyentinde ve sabit sıcaklık gradyentinde 6 farklı katılma hızında olmak üzere her bir alaşım bileşimi için 11 defa tekrarlandı.

3.3.3. Metalografik İşlemler

Katı-sıvı arayüzeyinde oluşan mikroyapıyı gözlemleyebilmek için numune metalografik işlemlere tabi tutulmalıdır. Bunun için ani soğutulmuş numune kontrollü katılaştırma fırınından çıkarıldı. Numunelerin kesilmesi, zımparalanması, kalıplanması, parlatılması, ultrasonik temizlenmesi ve dağlanması gibi metalografik işlemler sonunda, açığa çıkan mikroyapıların fotoğrafları görüntü sistemiyle (optik mikroskobu + CCD kamera + bilgisayar) çekildi. Bu süreçler aşağıda ayrıntılı olarak anlatılmıştır.

3.3.3.1. Numunelerin kesilmesi

Metal numuneleri istenilen boyutlara kesmede **Struers Minitom** kesme cihazı ve 127 mm çaplı, 0.4 mm kalınlığında **Struers** elmas kesici kullanılmıştır. Numunenin boyuna kesitleri arayüzeyi içine alacak şekilde, enine kesitleri ise arayüzeye olabilecek en yakın mesafeden alınmıştır. Burada dikkat edilmesi gereken husus kesme esnasında numunede herhangi bir yapı değişiminin oluşmasını engellemektir. 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 gerekmektedir.

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

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

Şekil 3.6'de Bridgman kontrollü katılaştırma fırınından çıkarılan numunenin grafit kalıptan çıkarılması, arayüzeyin belirlenmesi, arayüzeyden boyuna ve enine kesitlerin alınması ve epoksi-resin ile kalıplanması sürecinin fotoğrafı verilmiştir. Hem boyuna hem de enine kesilen ve epoksi-resin ile kalıplanan her bir alaşım sistemin fotoğrafı Şekil 3.7'de verilmektedir.



Şekil 3.6. Numune kalıbının oluşturulmasından epoksi-resin ile kalıplanmasına kadar olan sürecin gösterimi

3.3.3.2. Numunelerin zımparalanması

Numunelerin zımparalanması silisyum karbür (SiC) taneleri veya %55-75 Al_2O_3 (korindon) ve magnetit tozu içeren zımpara kâğıtlarıyla yapıldı. Kullanılan zımpara kâğıtları ve tane büyüklükleri Tablo 3.1’de verilmektedir. Zımpara kâğıtlarında birim alana düşen tane sayısı (grid) arttıkça mikron cinsinden tane boyutu azalmaktadır. 80-600 gridler kaba, 800-2500 gridler ise ince zımpara olarak sınıflandırılmaktadır.

Tablo 3.1. Bazı zımpara kâğıtları ve tane büyüklükleri [24].

Zımpara Tane No (Grid)	Tane Boyutu (μm)
80	210-177
150	105-88
180	88-74
240	53-45
320	37-31
400	31-27
600	22-18
800	15-11
1000	
1200	
2500	

Numuneler, 80 gridlik zımpara kâğıdından başlayarak 2500 gride kadar, kabadan inceye doğru kademeli olarak zımparalandı.

3.3.3.3. Numunelerin parlatılması

Zımparalama ve parlatma işlemleri **Struers LaboPol-5** tipi otomatik parlatma robotu ile yapıldı. Otomatik parlatma robotunun fotoğrafı şekil 3.7’da verilmiştir. Öncelikle parlatma robotun disklerine farklı tane büyüklüklerine sahip zımparalar takıldı. Cihazın su modu açılarak numunelere sulu zımparalama yapması sağlandı. Böylelikle numunenin hem ısınması engellendi hem de homojen bir temas sağlandı.

Zımparalamanın düzgün ve itinalı yapılması fotoğraf çekmede odaklama kolaylığı sağlamaktadır. Her bir zımparalama kademesinden sonra numune yüzeyinin düz olmasına ve derin çiziklerin giderilmiş olmasına dikkat edildi. Daha sonra dönüş hızı ve baskı basınç değeri ayarlanabilen otomatik parlatma robotunun disklerine, parlatılacak numuneye uygun parlatma kumaşları takıldı. Kaba ve ince parlatma için farklı tane büyüklüğüne sahip elmas süspansiyonlar kullanıldı.

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



Şekil 3.7. Otomatik zımparalama ve parlatma ünitesi

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

Her bir parlatma kademesi değişimde 5-10 dakika süreyle ultrasonik temizleme yapılarak numune yüzeyde biriken kirlilikler temizlendi. Bazı durumlarda parlatma kademesi değişimde numune yüzeyi bol suyla yıkansa bile yüzeyde bulunan kalıntılar tam olarak temizlenememektedir. Böyle durumlarda numunelere ultrasonik temizleme uygulanır.

Tablo 3.1'de bu çalışmada kullanılan çözelti ve kumaşların özellikleri verilmektedir.

Tablo 3.1. Parlatmada kullanılan çözelti ve kumaşlar

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

3.3.3.4. Numunelerin dağlanması

Her ne kadar parlatma sonucunda numunenin yüzeyi düzgün, pürüzsüz ve ayna gibi parlak olsa da numune yüzeyinde kontrast oluşturmada inceleme yapmak mümkün değildir. Mikroyapı analizi için numunenin dağlanması gerekmektedir. Dağlama sonucunda mikroyapı karakteristikleri ortaya çıkarılır. Metalografide iki çeşit dağlama vardır: elektrolitik dağlama ve kimyasal dağlama. Elektrolitik dağlama ile yüzeyden

atom tabakaları atılır. Bunun için belirli bir enerjiye ihtiyaç vardır. Bu enerji, ısı veya yüksek voltaj uygulanarak sağlanabilir [47]. Kimyasal dağlama ise numunenin yüzeyine uygun bir çözelti uygulanarak yapılmaktadır. Dağlama işleminde en önemli nokta metalik malzeme için uygun dağlama çözeltisini seçmektir.

Bu çalışmada, numunelerin tane sınırlarını ve mikroyapı özelliklerini ortaya çıkarmak için numune yüzeyine uygun bir reaktif tespit edilerek kimyasal dağlama tekniği uygulandı. Kimyasal dağlama işlemi; yüzeyi istenen kalitede temizlenmiş ve pürüzsüz hale getirilmiş numunenin, dağlama çözeltisine uygun sürelerde daldırılmasıyla yapılmaktadır. Dağlama işlemi sonunda parlatılmış yüzey çözeltinin etkisiyle renk değiştirir ve donuklaşır. Dağlamanın yeterli olup olmadığına mikroskopla numuneye bakılarak karar verilir. Dağlama neticesinde katı bölge matlaşırken sıvı bölge sedefsi bir renge dönüşür. Dağlama, tane sınırlarının açığa çıkarılması, fazların tayin edilmesi ve dislokasyonların belirlenmesi gibi durumlarda yapılmaktadır [47].

Bu çalışmada Sn-Bi-Ag alaşım sistemleri için metalografi kitaplarından faydalanarak uygun dağlayıcı çözeltileri hazırlandı. Çözelti bileşenlerinin oranları değiştirilerek mikroyapıyı en iyi ortaya çıkaran dağlayıcılar tespit edildi.

3.3.4. 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 öncelikle optik görüntü sistemiyle daha sonra taramalı elektron mikroskobuyla (*SEM*) çekildi.

İlk olarak bütün numunelerin yüzeyi incelenerek oluşan ötektik mikroyapıların fotoğrafları optik mikroskopla farklı büyüklükteki objektiflerle ($\times 2.5$, $\times 5$, $\times 10$, $\times 20$, $\times 50$ ve $\times 100$) çok sayıda (enine ve boyuna kesitten) çekildi. Mikroyapı mesafelerinin doğru bir şekilde tayin edilebilmesi için optik mikroskobun büyütme ölçeğinin bilinmesine dolayısıyla da büyütme faktörünün bilinmesine ihtiyaç vardır. Büyütme faktörünü hesaplayabilmek için 1 mm'lik bir mikrometre (gratikula) kullanıldı. Mikrometrenin fotoğrafı, mikroyapı fotoğraflarının çekilmiş olduğu objektif ile çekildi. Mikrometrenin ve mikroyapı fotoğrafları **DELL Dizüstü** bilgisayar bağlantılı **Olympus DP12** tipi

dijital kamera monte edilmiş **Olympus BX51** tipi optik ışık mikroskobundan oluşan görüntü analiz sistemi vasıtasıyla çekildi. Görüntü analiz sisteminin fotoğrafı şekil 3.8’de verilmiştir.

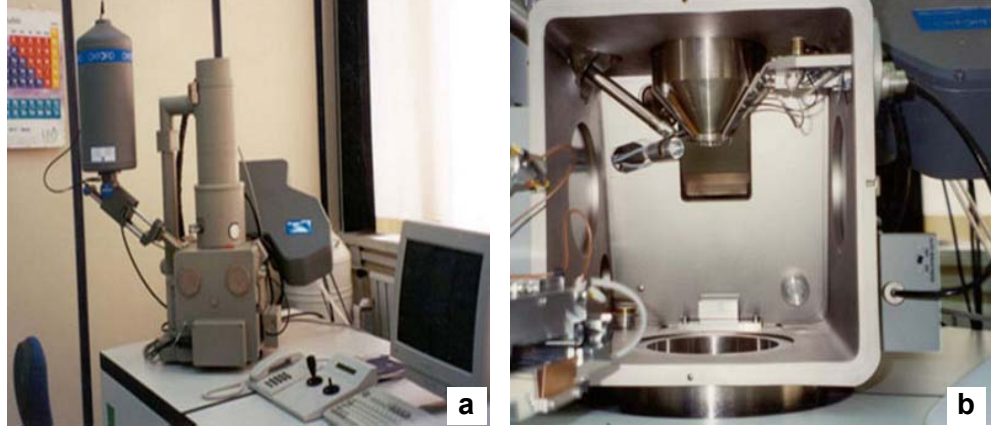
Herbir numune için mikroyapı fotoğraflarının çekildiği objektifle gratikula fotoğraflarında çekildi. Örneğin Sn-Cu ötektik sisteminde mikroyapı fotoğrafları $\times 20$ ’lik objektif ile çekildiği için gratikulanın fotoğrafları da $\times 20$ ’lik objektif ile çekildi. Görüntü sisteminde kullanılan CCD kameranın x ve y yönündeki çözünürlükleri aynı oranda olduğu için gratikulanın sadece x veya y yönünde fotoğrafları çekilerek herbir objektif için tek bir büyütme faktörü hesaplandı. Bu amaçla gratikulanın $\times 20$ ’lik objektif ile çekilen fotoğrafı **Adobe Photoshop CS2** programında açıldı. Bu fotoğraf üzerinde gerçekte 100 mm olan mesafenin 100 μm geldiği ölçüldü. Basit bir orantı kurularak büyütme faktörü 0.0001 olarak hesaplandı. Büyütme faktörü bilgisayarda okunan ötektik mesafe değeri ile çarpıldığında gerçek değer μm cinsinden çıkmalıdır. Bu yüzden orantı, fotoğraf üzerinde 100 mm mesafe gerçekte 100 μm olursa 1 mm kaç μm olur şeklinde kurulmuştur.



Şekil 3.8. Optik mikroskop ve CCD kameradan oluşan görüntü analiz sistemi

Bazı alaşımların mikroyapılarının optik mikroskopuyla çekilen fotoğraflarında numune üzerinde oluşan her bir fazın gözlenemediği fark edildi. Genellikle yüksek hızlarında yapılan katılaştırma deneyleri neticesinde çok küçük mikroyapılar oluşmakta ve oluşan bu yapıları optik mikroskopuyla gözlemek zorlaşmaktadır. Bu nedenle numunelerin fotoğrafları öncelikle optik mikroskopuyla daha sonra çok daha büyük büyütmelere sahip **SEM** mikroskopuyla çekildi.

Numunelerin *SEM* fotoğraflarının çekilmesinde **LEO 440** marka bilgisayar kontrollü dijital taramalı elektron mikroskobu (*SEM*) kullanıldı. Bu mikroskop, 40 kV hızlandırma voltajlı ve Secondary - Backscattered elektron detektörüne sahip $\times(5-300\ 000)$ kat büyütme kapasitelidir. Ayrıca farklı fazların tane yönelimini tespit edebilme özelliği bulunmaktadır. Şekil 3.10'de kullanılan *SEM* mikroskobunun fotoğrafı verilmektedir.



Şekil 3.9. Taramalı elektron mikroskobunun (*SEM*)

SEM ile fotoğraf çekimine geçmeden önce, parlatılmış ve dağlanmış olan numuneler, kaplama ünitesine yerleştirildi ve yüzeyleri yaklaşık 10-40 nm inceliğinde 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.

4. BÖLÜM

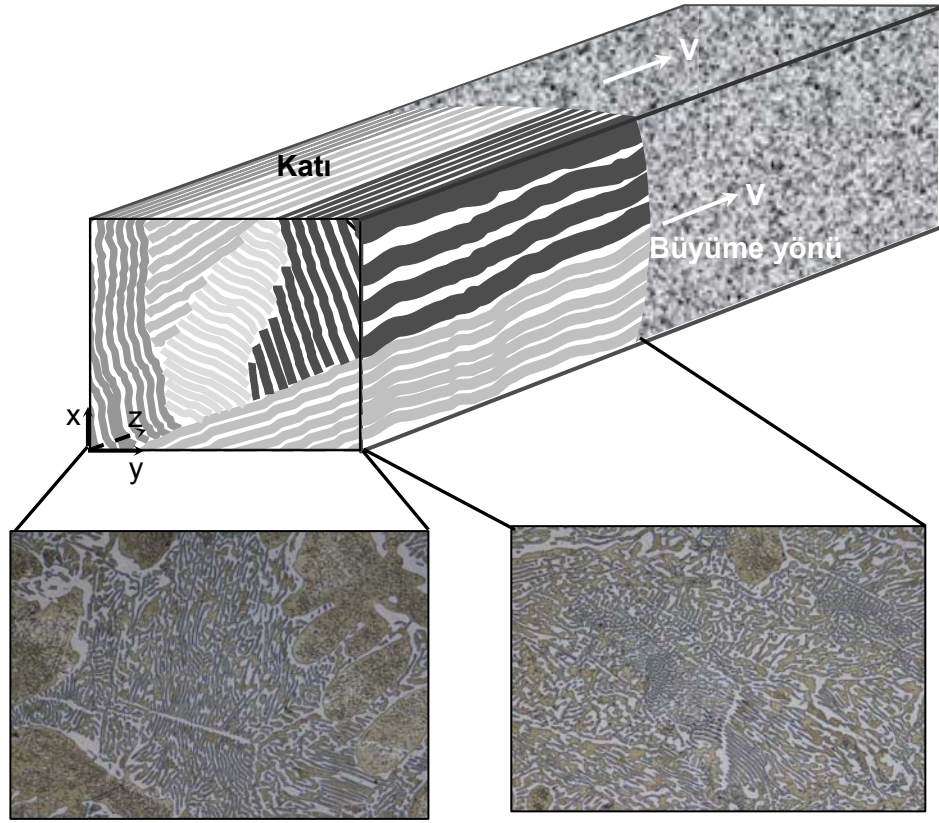
DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu bölümde öncelikle Bi-Sn-Ag ötektik alaşım sistemi için yapılan kontrollü katılaştırma deneylerinden elde edilen mikroyapı parametrelerinin katılaştırma parametreleri olan sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızına göre değişimleri incelenmiş, mevcut teori ve modellerle karşılaştırılmıştır. Sonuçlar tablo ve grafiklerle verilmiştir. Daha sonra yapılan testler ve kantitatif analizler sonucu elde edilen bu alaşımlara ait mekanik (mikrosertlik), elektrik (elektriksel öz direnç ve iletkenlik) ve termal özellikler (entalpi ve öz ısı) verilmiştir.

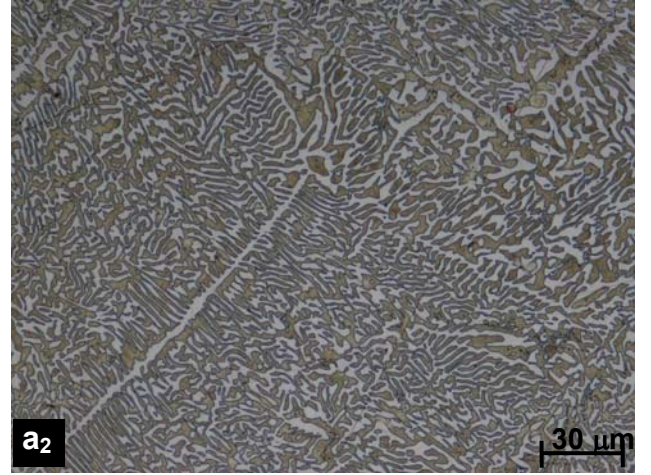
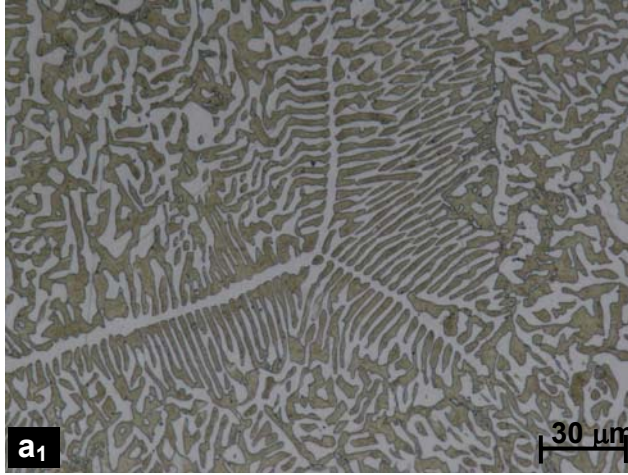
4.1 Doğrusal Katılaştırma Deneyleri

Bi-Sn-Ag ötektik alaşım sisteminin mikroyapısı çubuksal formda elde edilmiştir. Şekil 4.1'de görüldüğü gibi çubuksal mesafelerin ölçümü hem enine hem de boyuna kesit üzerinden yapılmıştır. Ölçümler yapılırken üç metot kullanılmıştır. Bu metotlar sırasıyla *kesişim metodu*, *üçgen metodu* ve *alan sayım metodu*' dur. Boyuna kesit üzerinden ölçümde ara yüzeye paralel ve çubukları dik olarak kesen bir çizgi çizilir ve bu çizgi boyunca kaç tane çubuk kestiği sayılarak hesaplama yapılır. Bu ölçüm metodu *kesişim metodu* olarak adlandırılır. Enine kesit üzerinden ölçüm ise *üçgen metodu* ve *alan sayım metodu* ile yapılmıştır. Enine kesit üzerinde yapılan ölçümler daha güvenilir, çünkü boyuna kesit ölçümleri parlatma düzlemine göre değişmektedir. *Kesişim metodu*nda çubuklara dik olarak bir çizgi çizilerek bu çizgi içine kaç tane çubuk girdiği sayılarak hesaplamalar yapılmıştır. *Üçgen metodu*nda noktalar bir üçgen oluşturacak şekilde birleştirilerek noktalar arası mesafeler ölçülmüş ve büyütme faktörüne bölünerek gerçek ölçekteki mesafeler tayin edilmiştir. *Alan sayım metodu*nda ise belli büyüklükte alan seçilmiş ve bu alan içerisine giren noktalar sayılarak verilen formül yardımıyla mesafeler hesaplanmıştır. Bu formülde M büyütme faktörü, A , alan, N ise alan içerisine giren noktaların sayısıdır.

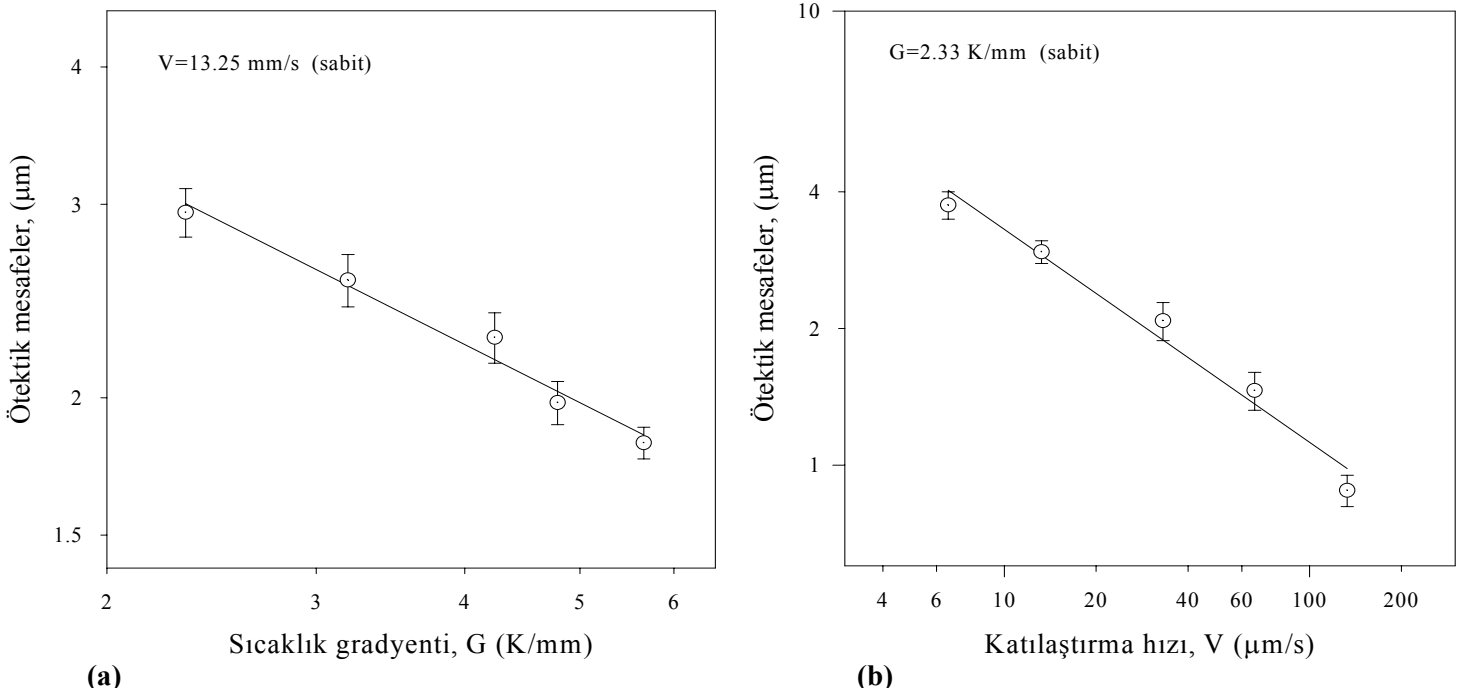
Boyuna kesitten ölçülen ötektik mesafeler kimi yerde maksimum kimi yerde ise minimum olmaktadır. Bunun sebebi pozitif ve negatif sonlanmalardır. Pozitif sonlanma α lamelinin çatallanarak ikiye ayrılması ve iki çatal arasında yeni bir β fazının oluşmasıdır. Negatif sonlanma mekanizması ise komşu iki β fazının α fazından daha hızlı büyüyerek birleşmesi ve bir β fazının yok olmasıdır.



Şekil 4.1 Ötektik mesafelerin enine ve boyuna kesitler üzerinden



Şekil 4.2 Farklı katılaştırma parametrelerinde kontrollü katılaştırılan Bi-Sn-Ag alaşımının mikroyapı görünümleri. (a₁) $G=2.33$ K/mm, $V=13.25$ $\mu\text{m/s}$, (a₂) $G=2.33$ K/mm, $V=132.83$ $\mu\text{m/s}$.



Şekil 4.3. Bi-Sn-Ag ötektik alaşımı için mikroyapı parametrelerinin sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızına göre değişimi (a) λ -G grafiği (b) λ -V grafikleri.

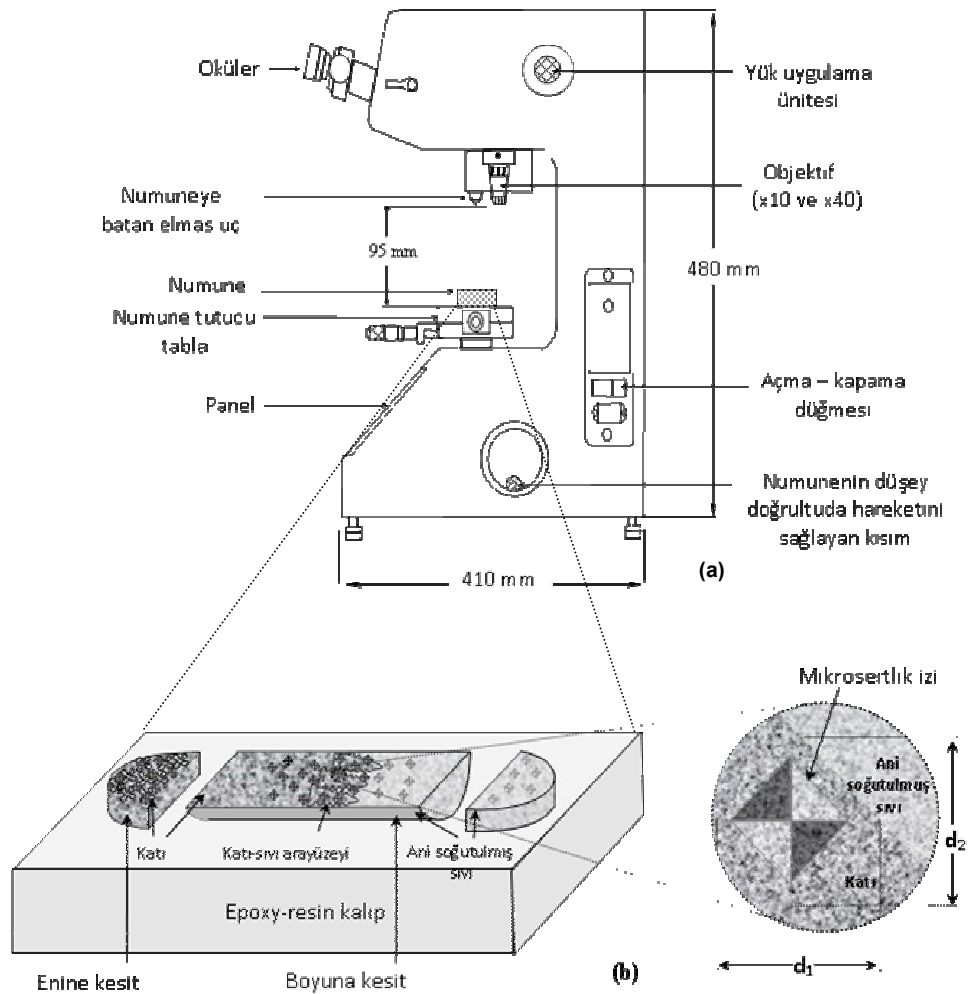
Mikroyapı fotoğrafları ve grafiklerden de görüldüğü gibi artan sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızlarında mikroyapı daha ince bir tane yapısına sahiptir. Yani Sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızı arttıkça ötektik mesafeler küçülmektedir. Tablo 4.1’ de bu alaşım sistemi için ölçülmüş parametreler ve elde edilmiş bağıntılar verilmiştir.

Tablo 4.1. Bi-Sn-Ag alaşım sistemine ait deneysel ölçüm sonuçları

Set Sıcaklık	Katılaştırma Parametreleri	G (K/mm)	V ($\mu\text{m/s}$)	λ (μm)	Deneysel Sonuçlar
300 C	Sabit V	2.33	13.25	2,95±0,15	Bağıntı $\lambda=k_1 G^{-0.46}$ $\lambda=k_7 V^{-0.32}$ Sabit (k) $k_1=10.715 (\mu\text{m}^{0.54} \text{K}^{0.46})$ $k_2=338.84 (\mu\text{m}^{1.32} \text{s}^{-0.32})$
350 C		3.19	13.25	2,56±0,14	
400 C		4.24	13.25	2,27±0,12	
450 C		4.79	13.25	1,98±0,09	
500 C		5.66	13.25	1,82±0,06	
1rpm	Sabit G	2.33	6.55	3,74±0,26	Korelasyon katsayısı (r) $r_1 = -0.983$ $r_2 = -0.993$
2rpm		2.33	13.25	2,95±0,15	
5rpm		2.33	33.08	2,08±0,20	
10rpm		2.33	66.11	1,46±0,14	
20rpm		2.33	132.83	0,88±0,07	

4.2 Mikrosertlik Ölçümleri

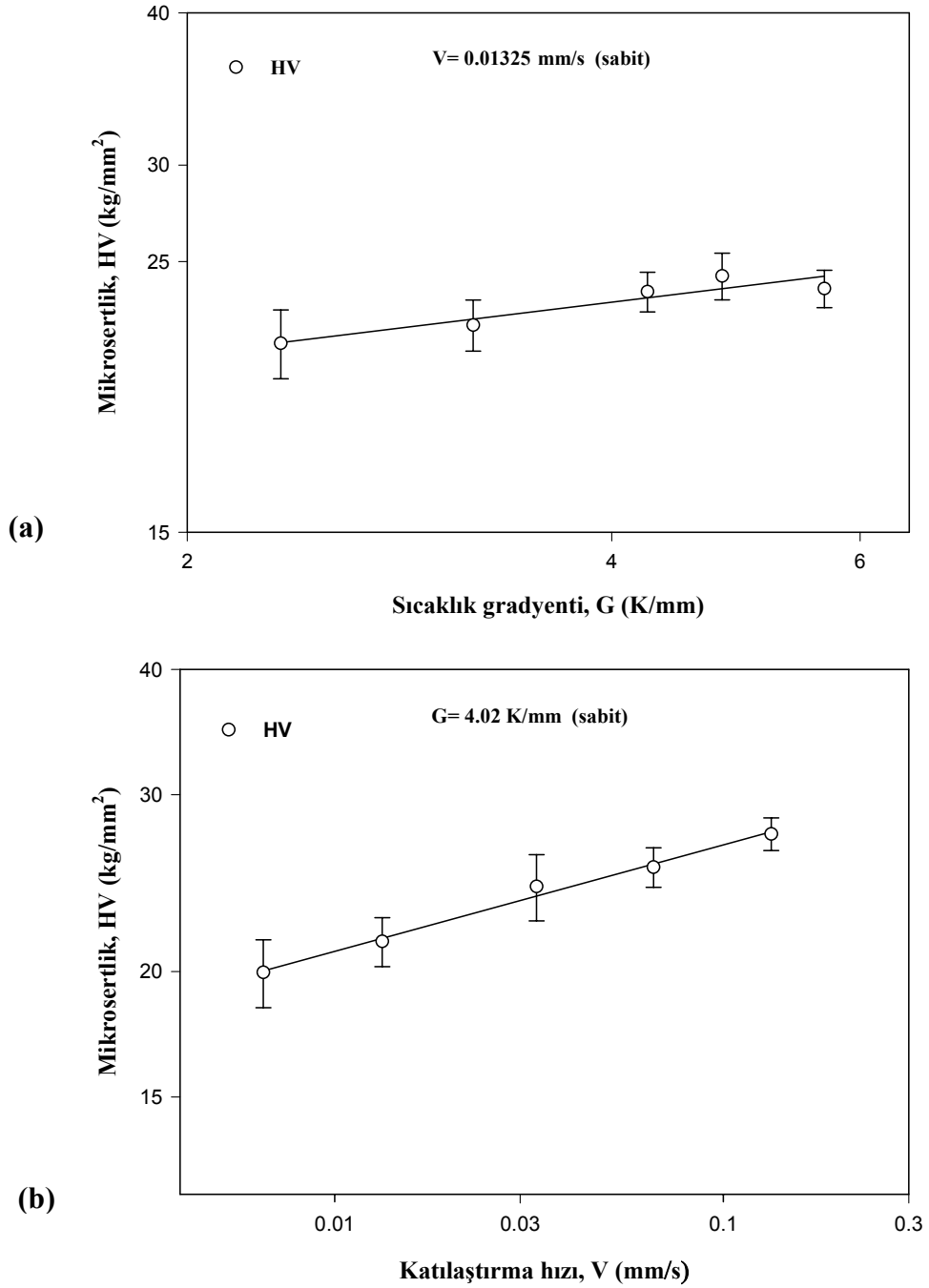
Mikrosertlik ölçümlerinde, şematik yapısı Şekil 4.4 da görülen *Future Tech FM-700* model dijital mikrosertlik test cihazı kullanılmıştır. Bu cihaz, 10 g, 25 g, 50 g, 100 g, 200 g, 300 g, 500 g ve 1000 g'lık yük uygulayabilen %5 hassasiyette ölçüm alabilen ve elektronik olarak sertlik değerini kendisi hesaplayabilen bir cihazdır. Kendi üzerinde fotoğraf çekme ünitesi olup $\times 10$, $\times 40$ büyütme değerlerindeki objektiflerle fotoğraf çekebilme özelliklerine sahiptir.



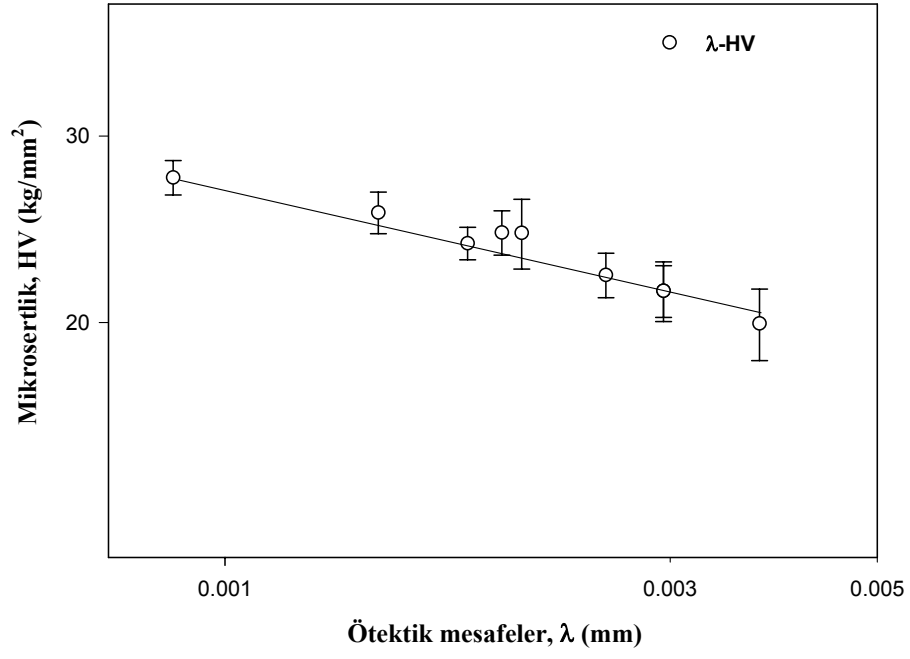
Şekil 4.4 (a) Mikrosertlik ölçüm cihazının şematik gösterimi.
(b) Numune üzerinde cihazın bıraktığı izin detayları

Numuneler sırasıyla test cihazına bağlanarak, her bir numunenin enine kesitinden (HV_E) ve boyuna kesitinin katı-sıvı arayüzeyine yakın katı kesitinden (HV_B) 10-12 adet ölçüm alınmıştır daha sonra ortalaması ve standart sapması hesaplanmıştır. Ölçülen

mikrosertlik değerleri kullanılarak, katılaştırma parametreleri (G , V , Co) ve mikroyapı parametreleri (λ_E) değerleri ile mikrosertlik (H_V) değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar elde edilmiştir. Elde edilen ölçüm sonuçları tablo ve grafiklerle verilmiştir.

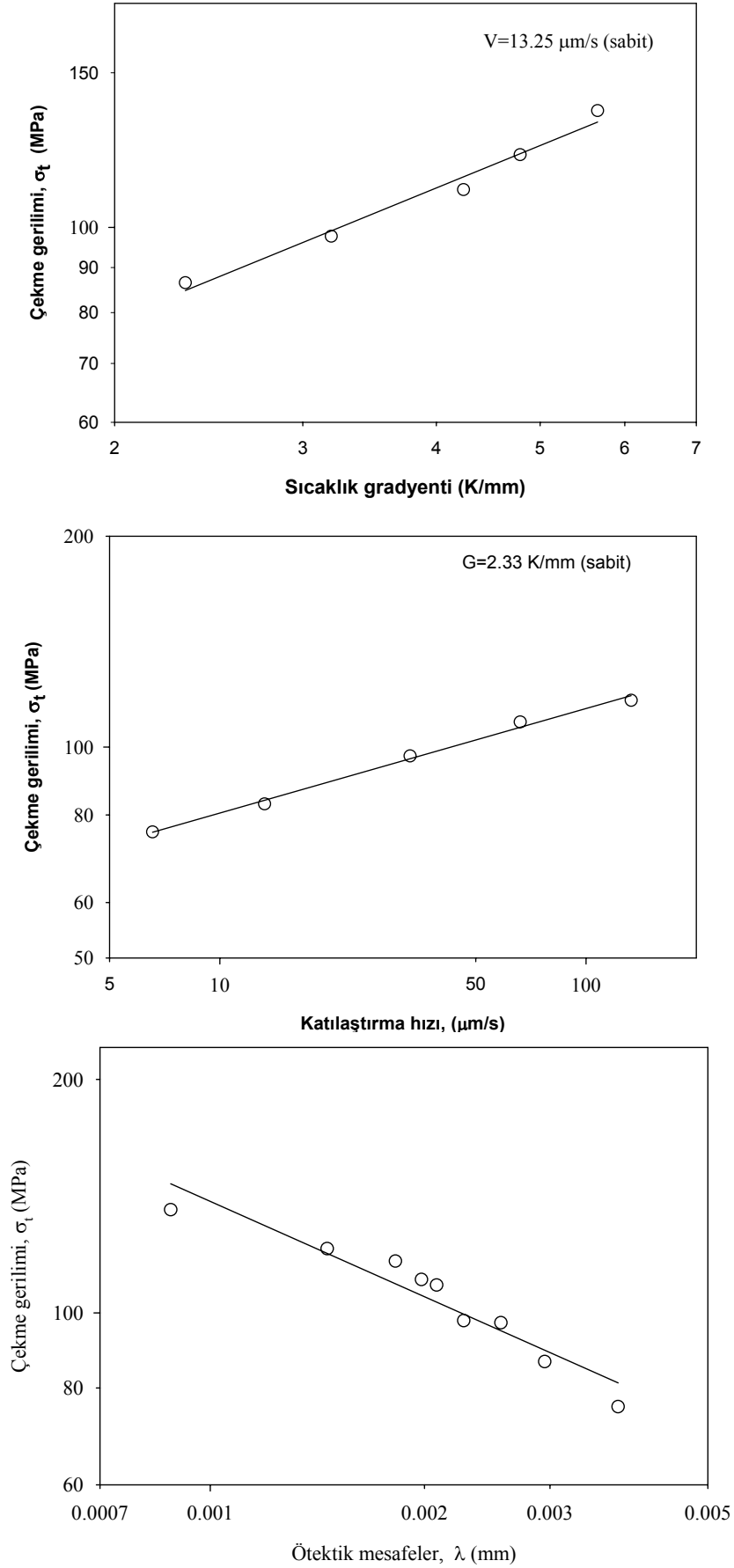


Şekil 4.5 Kontrollü katılaştırılmış Bi-Sn-Ag alaşımı için mikrosertliğin (a) sıcaklık gradyentine (b) katılaştırma hızına göre değişimi.

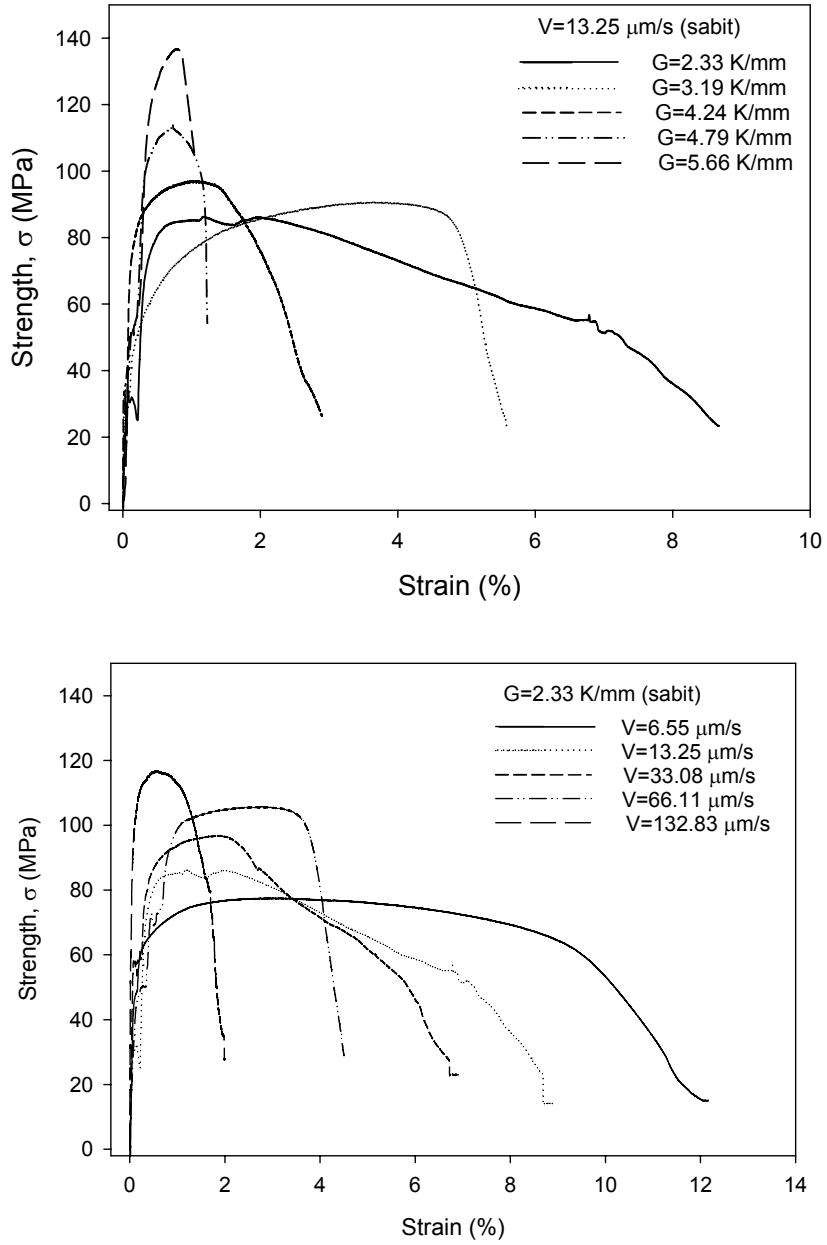


Şekil 4.6 Kontrollü katılaştırılmış Bi-Sn-Ag alaşımı için ötektik mesafelelerin mikrosertliğe etkisi.

4.3 Çekme Gerilimi Ölçümleri



Şekil 4.7 Kontrollü katılaştırılmış Bi-Sn-Ag alaşımı için ötektik mesafelelerin çekme gerimine etkisi.



Şekil 4.8 Kontrollü katılaştırılmış Bi-Sn-Ag alaşımı için ötektik mesafelelerin mikrosertliğe etkisi.

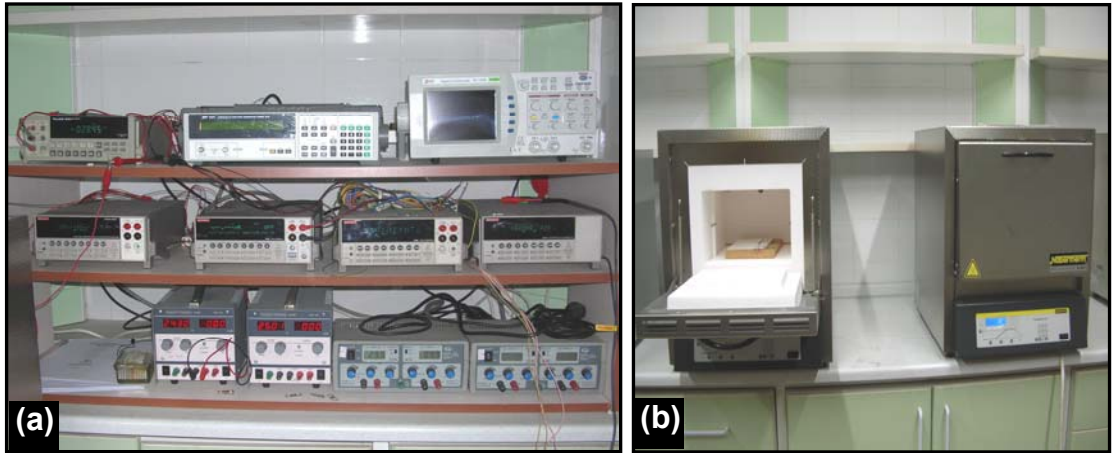
4.4 Elektriksel Özdirenç Ölçümleri

Malzemelerin elektriksel özellikleri belirlemek için dört nokta (four probe) yöntemi çok yaygın olarak kullanılmaktadır. Numune yüzeyinde dört noktadan kontak yapılır. Kontaklardan ikisi akım kaynağında diğer ikisi de voltaj ölçümünde kullanılır. Dört nokta yönteminin kullanılmasıyla metal prob ve malzeme arasındaki kontak direnci ve diğer prob ve yayılma direnci gibi dirençler elimine edilir. Voltaj düşmesi ve akım ölçülerek elektriksel özdirenç ve iletkenlik sırasıyla ($\rho=2\pi s(V/I)$) ve ($\sigma=1/\rho$)

bağıntılarıyla hesaplanır. Burada ρ özdirenç, σ iletkenlik katsayısı, V voltaj düşmesi, I akım ve s içteki iki prob çifti arasındaki mesafedir.

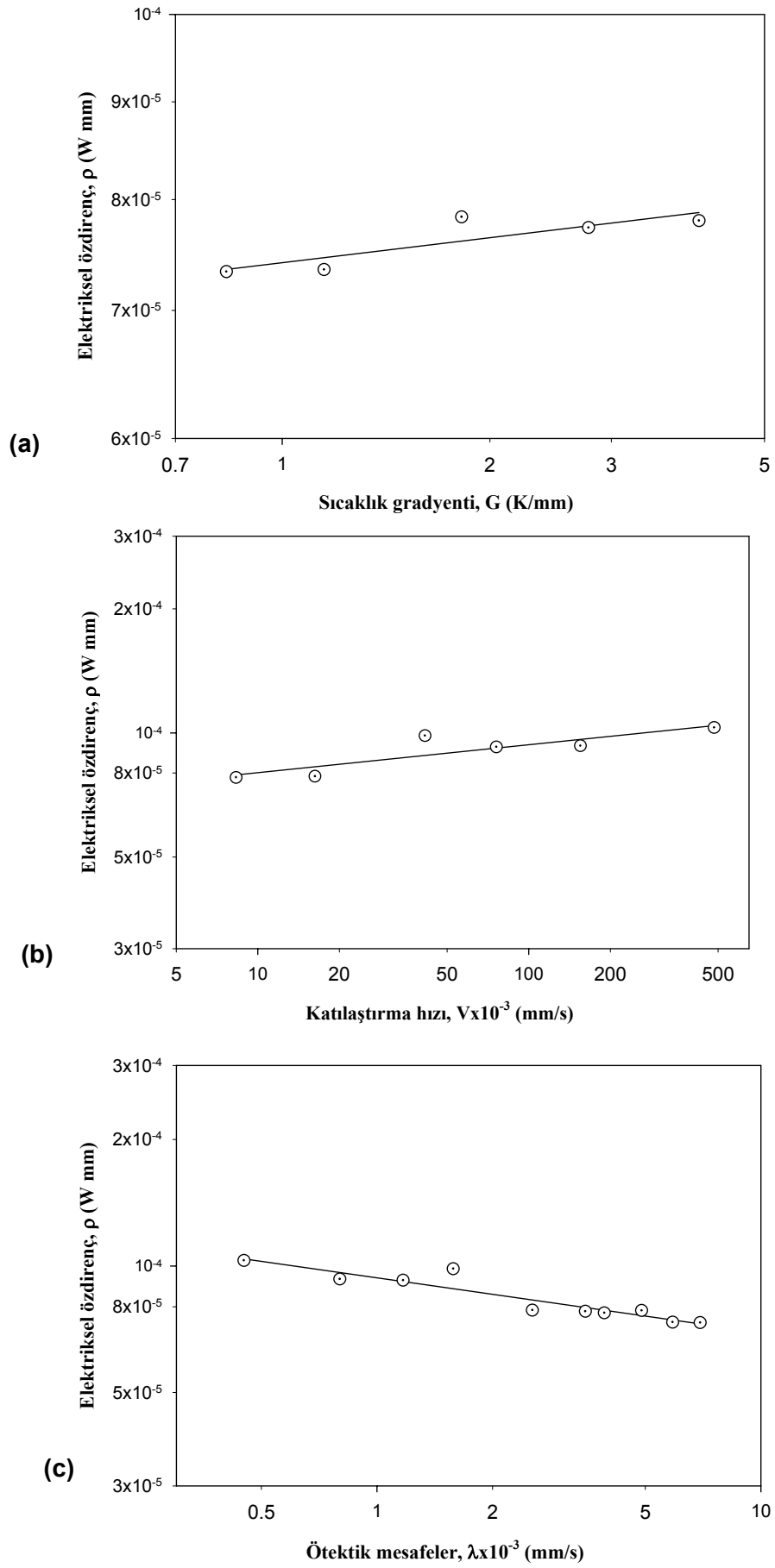
Bu projenin kapsamında, kontrollü katılaştırılmış Bi-Sn-Ag ötektik alaşımının elektriksel özdirenç ve iletkenlik katsayılarının ölçümü yapılmıştır (oda sıcaklığında). Ayrıca döküm fazındaki Bi-Sn-Ag ötektik alaşımının sıcaklığa bağlı olarak elektriksel özdirenç ve iletkenlik katsayılarının ölçümü yapılmıştır. Direncin sıcaklık katsayısı olan α , $\alpha = (1/\rho_1)(\Delta\rho/\Delta T)$ bağıntısı ile hesaplanarak bileşime göre nasıl bir değişim sergilediği tespit edilmiştir. Burada $\Delta\rho = \rho_2 - \rho_1$, $\Delta T = T_2 - T_1$, ρ_1 , T_1 sıcaklığındaki özdirenç, ρ_2 ise T_2 sıcaklığındaki özdirençtir. Sıcaklığa bağlı olarak elektriksel özdirenç ve iletkenlik değerlerinin ölçümünde

yukarda kısaca bahsedilen dört nokta iletkenlik ölçüm metodu kullanılmıştır. Ölçümler için **Keithley 2400** marka programlanabilir güç kaynağı, **Keithley 2700** marka multimetre ve **Norterm** marka kül fırınından faydalanılmıştır (Şekil 4.9).



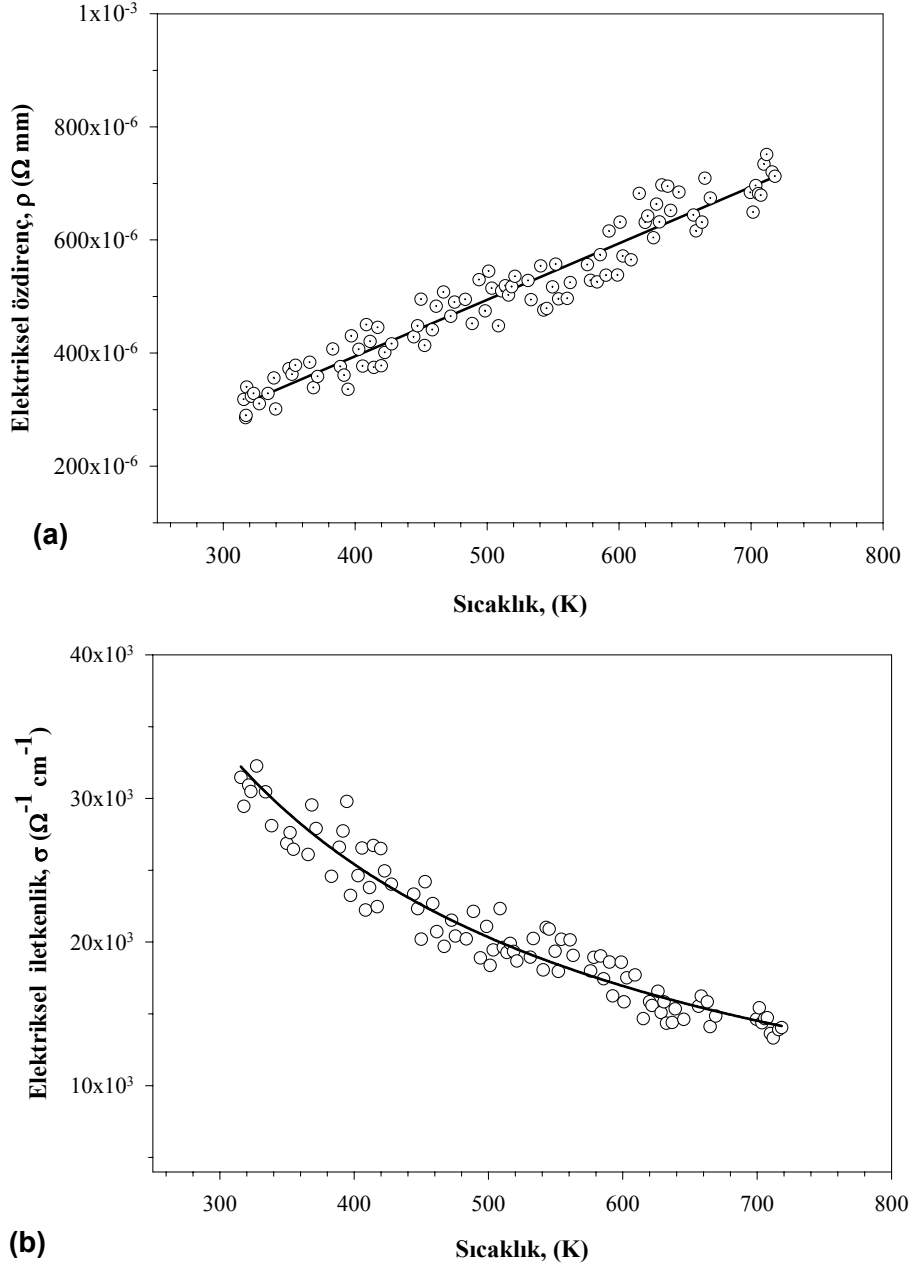
Şekil 4.9. Sıcaklığa bağlı elektriksel özdirenç ve iletkenlik değerlerinin ölçümde kullanılan (a) Güç kaynağı ve multimetreler, (b) Kül fırını

Kontrollü katılaştırılan Bi-Sn-Ag ötektik alaşımına ait numunelerin elektriksel özdirenç değerleri ölçülmüştür. Ölçüm sonuçları Tablo 4.2 de verilmiştir. Özdirençin (ρ) sıcaklık gradyenti, katılaştırma hızı ve ötektik mesafelere göre değişimi Şekil 4.10 ve 10 da verilmiştir.



Şekil 4.10. Kontrollü katılaştırılmış Bi-Sn-Agötektik alaşımı için
 (a) Sıcaklık gradyenti- Elektriksel öz direnç değişimi
 (b) Katılaştırma hızı-elektriksel öz direnç değişimi
 (c) Ötektik mesafeler-elektriksel öz direnç değişimi

Ayrıca döküm fazındaki Bi-Sn-Ag ötektik alaşım sisteminin öz direnci, aratan sıcaklığa bağlı olarak değişimi gözlenmiştir. Bu ölçüm, 300-500 K sıcaklık aralığında belli bir sıcaklık artış hızında yapılmış, elde edilen sonuçlar Şekil 4.10’de verilmiştir. Şekil 11 den de görüldüğü gibi, artan sıcaklıklar elektriksel öz direnç artmakta, fakat elektriksel iletkenlik azalmaktadır.



Şekil 4.11. (a) Sıcaklık -elektriksel öz direnç değişimi
(b) Sıcaklık -elektriksel iletkenlik değişimi

Tablo 4.2a. Bi-Sn-Ag alařım sistemine ait deneysel lım sonuları

Katılařtırma Parametreleri	G (K/mm)	V (μm/s)	HV (kg/mm ²)	σ (MPa)	ρ (Ω.m)
Sabit V	2.33	13.25	21,43±1,4	86,50	
	3.19	13.25	22,18±1,1	97,70	
	4.24	13.25	23,62± 0,9	110,40	
	4.79	13.25	24,33±1,2	121,00	
	5.66	13.25	23,76±0,8	135,80	
Sabit G	2.33	6.55	19,96±1,6	75,65	
	2.33	13.25	21,43±1,2	86,50	
	2.33	33.08	24,31±1,8	97,10	
	2.33	66.11	25,41±1,2	108,60	
	2.33	132.83	27,42±1,0	116,58	

Tablo 4.2b. Bi-Sn-Ag alařım sistemine ait deneysel bağıntılar

Bağıntı	Sabit (k)	Korelasyon katsayısı (r)
$HV=k_3G^{0.13}$	$k_3=18.6 \text{ (kg K}^{-0.13} \text{ mm}^{-1.87}\text{)}$	$r_3= 0.980$
$HV=k_4V^{0.08}$	$k_4=30.2 \text{ (kg mm}^{-2.08} \text{ s}^{0.08}\text{)}$	$r_4= 0.996$
$HV=k_5\lambda_1^{-0.27}$	$k_5=13.5 \text{ (kg mm}^{-1.73}\text{)}$	$r_5=-0.982$
$\sigma=k_6G^{0.50}$	$k_6=55.59 \text{ (MPa mm}^{0.50} \text{ K}^{-0.50}\text{)}$	$r_6=0.989$
$\sigma=k_7V^{0.22}$	$k_6=67.6 \text{ (MPa mm}^{-0.22} \text{ s}^{0.22}\text{)}$	$r_6=0.993$
$\sigma=k_8\lambda^{-0.59}$	$k_7=9.7 \text{ (MPa mm}^{0.59}\text{)}$	$r_7=-0.966$

4.4 Termal limleri

Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) cihazı malzemelerin termofiziksel karakterizasyonunda kullanılmaktadır. zellikle erime, kristallenme, faz geiři, camsı geiři gibi zellikler dođrudan lılmekte , entalpi (Enthalpy, ΔH) ve z ısı (Specific heat, Cp) ise elde edilen eđrilerden hesaplanmaktadır. Entalpi ve z ısı sırasıyla denklem (4.1) ve (4.2) ile hesaplanmaktadır.

$$\Delta H = \text{Area (mJ)} / \text{Ktle (mg)} \quad (4.1)$$

Denklem (4.1)'den grldđđ gibi entalpi, birim ktlenin erimesi iin gerekli enerjidir. Burada Area (alan) oluřan pikin sınırladıđđ alandır birimi mJ ve ktle ise mg

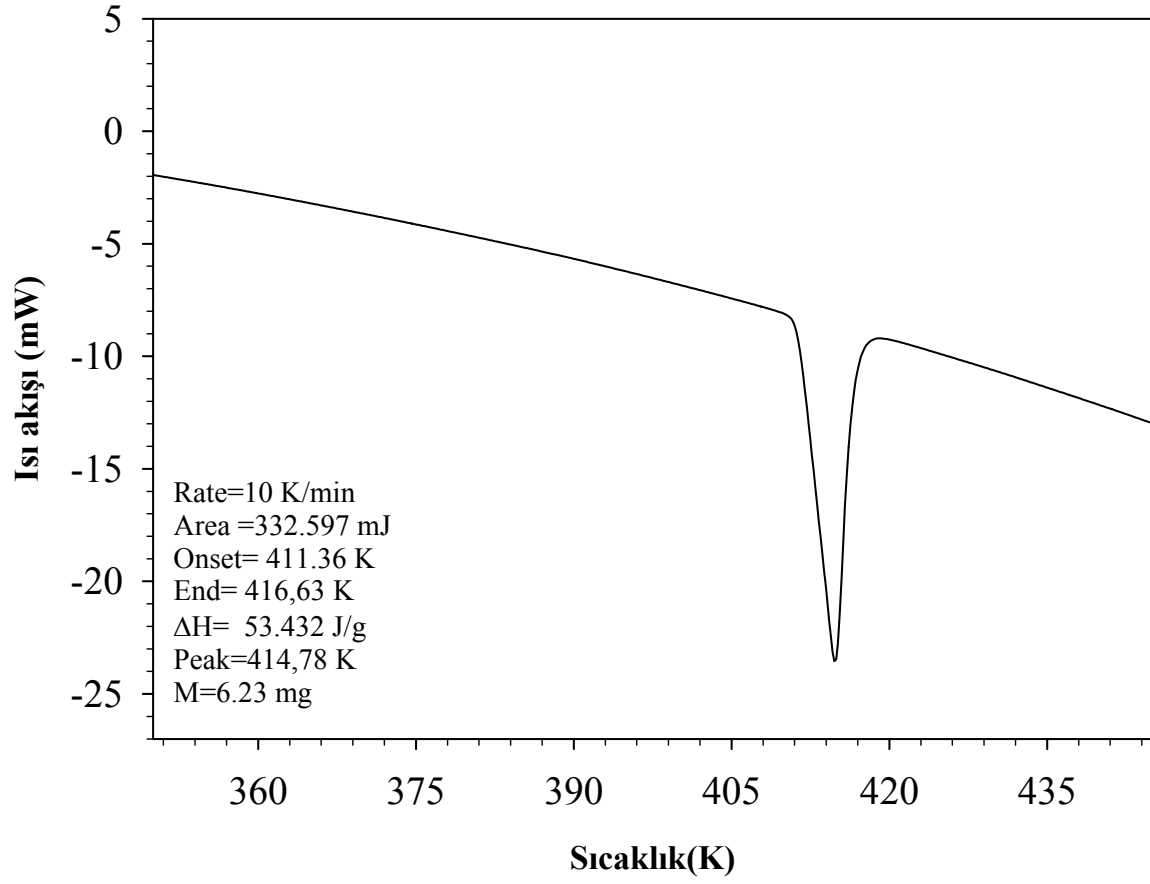
mertebesinde cihazın içine yerleştirilen örneğin kütlesidir. Öz ısı ise denklem (4.2) ile hesaplanır.

$$C_p = \frac{dQ}{dt} \frac{1}{m \beta_o} = \frac{dH}{dT} = \frac{\Delta H}{T_{peak}} \quad (4.2)$$

Burada, $\beta_o = \frac{dT}{dt} = 10 \text{ K/dakika}$ (ısıtma hızı), $dQ/dt = \text{heat flow}$ (ısı akışı) (J/s veya watt), $m = \text{kütle}$ (Değişik miktarlarda) ve $\text{Area} = \text{Üçgenin alanı} = 0.5 \text{ taban} \times \text{yükseklik} = 0.5 \text{ zaman} \times \text{Güç}$ (Numunenin erimesi için gerekli enerji) dür. Şekil.4.12’de bu termal analizde kullanılan Perkin Elmer Pyris Diamond DSC görülmektedir.

Şekil 4.12. Perkin Elmer Pyris Diamond DSC





Şekil 4.13 ötektik kompozisyonlardaki Bi-Sn-Ag alaşımları için elde edilmiş DSC eğrisi verilmiştir.

Tablo 4. 3. Bi-Sn-Ag ötektik alalımını için ölçülmüş bazı termal parametreler.

Kompozisyon	Area(mJ)	M(mg)	ΔT_{Peak} (K)	$\Delta H(J/g)$	$C_p(J/g K)$
Bi-Sn-Ag	332.597	6.23	417.78	53. 432	0.236
Bi				396,96	0.123
Sn				297.83	0.210
Ag					0.233

KAYNAKLAR

- 1-PORTER D.A., Easterling K.E., *Phase Transformation in Metals and Alloys*, Van Nostrand and Reinhold, New York (1984) 217-223.
- 2-GÜNDÜZ M., *The Measurement of The Solid-Liquid Energy*, Ph. D Thesis, Oxford University, Oxford, (1984).
- 3-DAVIES G.J., *Solidification And Casting*, John Wiley and Sons, New York., (1973).
- 4-RUTTER J.W., Chalmers B., Prismatic Substructure Formed During Solidification Metals, *Canadian Journal of Physics*, 31,15-39, (1953).
- 5-MULLINS W.W., Sekerka R.F., Morphological Stability of a Particle Growing by Diffusion or Heat Flow , *Journal of Applied Physics*, 34, 323-329, (1963).
- 6-FLEMINGS M.C., *Döküm ve Katılaştırma Tekniği*, Çev.: M. Başaran, İTÜ Matbaası, İstanbul, (1976).
- 7-VOLMER M., Weber A., Keimbildung in Übersöttingten Gebilden, *Journal of Physical Chemistry*, 119, 227, (1926).
- 8-BECKER R., Döring W., Kinetics Behandlung der Keimbildung in Übersöttingte Dömpfen, *Annual Physics*, 24, 719, (1953).
- 9-TURNBULL D., Fisher J.C., Rate of Nucleation in Condensed System, *Journal of Chemical Physics*, 17, 71-73, (1949).
- 10-TURNBULL D., Kinetics of Heterogeneous Nucleation, *Journal of Chemical Physics*, 18, 198-203, (1950).
- 11-MIYAZAWA Y., Pound G.M., Homogeneous Nucleation of Crystalline Gallium from Liquid Gallium, *Journal of Crystal Growth*, 23, 45, (1974).
- 12-ROBERT M.B., Robert, B.G., Arthur, P., *Structure and Properties of Alloys*, Mc Graw- Hill, New York, (1965), 68-73.
- 14-BILLIA, B., Trivedi R., *Pattern Formation in Crystal Growth*, Ed.D.T.J. Hurle, Handbook of Crystal Growth, Elsevier Science Publishers B.V.,Amsterdam, Netherlands, (1993) 901-1026.
- 15-EDWARDS L., Endean M., *Manufacturing with Materials* , The Open University Press, (1990) 86-87.
- 16-MASON J.T., Verhoeven J.D., Trivedi R., Primary Dendrite Spacing: I Experimental Studies, *Journal of Crystal Growth*, 59, 516-524, (1982).
- 17-TRIVEDI R., Kurz W., Dendritic Growth, *International Material Review*, 39, 49-74, (1994).
- 18-ÇADIRLI E., Karaca I., Kaya H., Maraşlı N., Effect of Growth Rate and Composition on The Primary Spacing, The Dendrite Tip Radius And Mushy Zone Depth in The Directionally Solidified Succinonitrile-Salol Alloys, *Journal of Crystal Growth*, 255, 190-203, (2003).
- 19-SCHEIL E., On Eutectic Crystallization, *Geisserei Tech. Wiss.* 24, 1313, (1959).
- 20-CHADWICK G.A., Decanted Interfaces and Growth Forms, *Acta Metall.*, 10,1-12, (1962).
- 21-HUNT J.D, Jackson K.A., Binary Eutectic Solidification, *Transactions of the Metallurgical Society, AIME*, 236, 843-852, (1966).
- 22-CROKER M.N., Baragar D., Smith R.W., Anomalous Eutectic Growth II, *Journal of Crystal Growth*, 30, 198-212, (1975).

- 23-ELLIOTT R., Eutectic Solidification, *International Metals Reviews*, 219,161-186, (1977).
- 24-KAYA H., *İkili Ötektik Alaşımların Doğrusal Katılaştırılması ve Mekaniksel Özelliklerinin İncelenmesi*, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara, (2001).
- 25-STEFANESCU D.M., Abbaschian G.J., Bayuzick R.J., *Solidification Processing of Eutectic Alloys*, The Metallurgical Society, Inc., Ohio, (1988).
- 26-TRIVEDI R., Magnin P., Kurz W., Theory of Eutectic Growth under Rapid Solidification Conditions, *Acta Metall.*, 35, 971-980, (1987).
- 27-COLLING D.A., *Industrial materials, Metals and Alloys*, Prentice - Hall Inc., Ohio, (1995).
- 28-P.F.Kane, G.B.Larrabee, , “Characterization of Semiconductor Materials”, McGraw Hill Book Co., U.S.A., 4, 1970.
- 29-Kenneth Barbalace <http://klbprouctions.com/>. Periodic Table of Elements - Sorted by Electrical Conductivity. EnvironmentalChemistry.com. 1995-2009. Accessed on line: 8/3/2009
- 30-Caignan A.G., Holt E.M.; New 1,4-dihydropyridine Derivates with Hetero, Saturated B Rings, *Journal of Chemical Crystallography* 32 (2002) 315-323
- 31-Yamashita, M., “Resistivity Correction Factor for the Four-Probe Method”, *J.Phys. E: Sci. Instrum.*, 20 (1987) 1454-1456.
- 32-S. Dutta, V. Shubha, T.G. Ramesh, Florita D’Sa, Thermal and electronic properties of Bi_{1-x}Sb_x alloys ,*Journal of Alloys and Compounds* 467 (2009) 305–309
- 33-J. Liang, S. Downes, N. Dariavach, D. Shangguan, and S.M. Heinrich: *J. Electron. Mater.*, 2004, vol. 33, pp. 1507–15.
- 34-JORDAN R. M. and Hunt J. D., The Growth of Lamellar Eutectic Structure in the Pb-Sn and Al-CuAl System, *Metallurgical and Materials Transactions*, 2, 3401-3410, (1971).
- 35-CLARK J.N., Elliott R., Lamellar Spacings in The Tin-Cadmium Eutectic, *Journal of Crystal Growth*, 33,169-173, (1976).
- 36-OURDJINI A., Liu J., Elliott R., Eutectic Spacing Selection in The Al-Cu System, *Materials Science and Technology*, 10, 312-318, (1994).
- 37-LIU J., Elliott R., Eutectic Spacing Selection in The Lead-Tin Eutectic System, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 26, 471-476, (1995).
- 38-ÇADIRLI E., Gündüz M., The Dependence of Lamellar Spacing on Growth Rate and Temperature Gradient in The Lead-Tin Eutectic Alloy, *Journal of Materials Processing Tecnology*, 97, 74-81, (2000).
- 39-ÇADIRLI E., Ülgen A., Gündüz M., Directional Solidification of the Aluminium-Copper Eutectic Alloy, *Materials Transaction, JIM*, 40, 989-996, (1999).
- 40-WITUSIEWICZ V.T., Hecht U., Rex S., Apel M., In Situ Observation of Microstructure Evolution in Low-Melting Bi-In-Sn Alloys by Light Microscopy, *Acta Materialia*, 53, 3663-3669, (2005).
- 41-DE WILDE J, Froyen L, Witusiewicz V.T., Hecht U., Two-Phase Planar and Regular Lamellar Coupled Growth Along The Univariant Eutectic Reaction in Ternary Alloys: An Analytical Approach and Application to The Al-Cu-Ag System, *Journal of Applied Physics*, 97, 113515-113524, (2005).
- 42-PIATTI G., Pellegrini G., The Structure of The Unidirectionally Solidified Al-Al₂₁Pt₅ Eutectic Alloys, *Journal of Material Science*, 15, 2403-2408, (1980).

- 43-KAYA H., Çadırılı E., Gündüz M., Ülgen A., Effect of The Temperature Gradient, Growth Rate, and The Interflake Spacing on The Microhardness in The Directionally Solidified Al-Si Eutectic Alloy, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 12, 544-551, (2003).
- 44-KAYA H., Gündüz M., Çadırılı E., Uzun O., Effect of Growth Rate and Lamellar Spacing on Microhardness in The Directionally Solidified Pb-Cd, Sn-Zn And Bi-Cd Eutectic Alloys, *Journal of Materials Science*, 39, 6571-6576, (2004).
- 45-SUN Y., Liang J., Xu Z.-H., Wang G., Li X., Nanoindentation for Measuring Individual Phase Mechanical Properties of Lead Free Solder Alloy, *Journal of Material Science: Material Electron*, 19, 514-521, (2008).
- 46-KANG S.K., Choi W.K., Shih D.Y., Henderson D.W., Gosselin T., Sarkhel A., Goldsmith C., Puttlitz K.J., Ag₃Sn Plate Formation in the Solidification of Near-Ternary Eutectic Sn-Ag-Cu, *JOM-Journal of the Minerals Metals and Materials Society*, 55, 61-65, (2003).
- 47-PETZOW G., Metallographic Etching (2nd Edition), ASM International, Materials Park, Ohio, (2000).