

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

**DOĞRUSAL KATILAŞTIRILMIŞ Pb-Bi
ALAŞIMLARINDA MİKROYAPI VE MİKROSERTLİĞİN
KATILAŞTIRMA PARAMETRELERİNE BAĞLILIĞI
(Yüksek Lisans Tezi)**

**Hazırlayan
Yusuf KOÇAK**

**Danışman
Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI**

**Bu çalışma; Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi
tarafından FBY-10-3292 kodlu proje ile desteklenmiştir.**

**Ocak 2012
KAYSERİ**


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

Adı-Soyadı: Yusuf KOÇAK

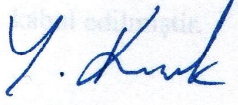
İmza : K




Doçent
Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI


Fizik Bölümü ABD Başkanı
Prof. Dr. Mehmet AKKURT

“Doğrusal Katılaştırılmış Pb-Bi Alaşımlarında Mikroyapı ve Mikrosertliğin Katılaştırma Parametrelerine Bağlılığı” adlı Yüksek Lisans tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi’ne uygun olarak hazırlanmıştır.



Tezi Hazırlayan

Yusuf KOÇAK



Danışman

Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI

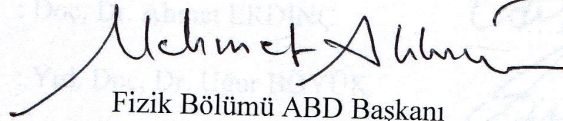
İfriti:

Danışman

Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI

Diy

Diy



Fizik Bölümü ABD Başkanı

Prof. Dr. Mehmet AKKURT

ONAY

Bu tezin kabülü Enstitü Yürütme Kurulunun 31.05.2012/07-20
sayılı kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI

Facultü Müdürü

Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI danışmanlığında **Yusuf KOÇAK** tarafından hazırlanan “**Doğrusal Katılaştırılmış Pb-Bi Alaşımlarında Mikroyapı ve Mikrosertliğin Katılaştırma Parametrelerine Bağlılığı**” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

Danışmanlığınız sırasında karşılaştığım zorlukları aşmada yardımcı olmanız dolayısıyla Yrd. Doç. Dr. Uğur BÖYÜK ve Sevdâ ENGİN'e teşekkür ederim. 26 / 01 / 2012

JÜRİ:

Danışman : Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI

Üye : Doç. Dr. Ahmet ERDİNÇ

Üye : Yrd. Doç. Dr. Uğur BÖYÜK

(Handwritten signatures of the jury members)

ONAY :

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun 31/01/2012 tarihi ve 2012/07-27 sayılı kararı ile onaylanmıştır.

(Official stamp of the Institute of Sciences, Erciyes University, dated 31/01/2012)

(Handwritten signature of Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI)
Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI
Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca farklı bakış açıları ve bilimsel katkılarıyla beni aydınlatan, yakın ilgi ve yardımlarını esirgemeyen ve bu günlere gelmemde en büyük katkı sahibi sayın hocam Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI'ya teşekkürü bir borç bilirim.

Deneysel çalışmalarım sırasında karşılaştığım zorlukları aşmamda yardımlarından dolayı Yrd. Doç. Dr. Uğur BÖYÜK ve Sevda ENGİN'e ve aynı laboratuvarı paylaştığımız çalışma arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Bu tez çalışmasına maddi destek veren Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne (Proje No: FBY-10-3292) teşekkür ederim.

Ayrıca; çalışmalarım süresince sabır göstererek beni daima destekleyen aileme ve sevgili nişanlım Ayşe KAPLAN'a en içten teşekkürlerimi sunarım.

Yusuf KOÇAK
Kayseri, Ocak 2012

DOĞRUSAL KATILAŞTIRILMIŞ Pb-Bi ALAŞIMLARINDA MİKROYAPI VE MİKROSERTLİĞİN KATILAŞTIRMA PARAMETRELERİNE BAĞLILIĞI

Yusuf KOÇAK

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi, Ocak 2012

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI

ÖZET

Bu çalışmada, Pb-%[x]Bi (ağ.) ($x=45, 55.2, 65, 75$ ve 85) alaşımlarının hazırlanmasında ve numune kalıplarına doldurulmasında vakumlu eritme fırını ve döküm fırını kullanıldı. Alaşım ile doldurulan numune kalıpları daha sonra Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını yardımıyla argon ortamında aşağıdan yukarı doğru, sabit sıcaklık gradyenti ($G=2.18K/mm$), sabit bileşim (ötektik bileşim), farklı katılaştırma hızlarında ($V=7.05-113.09 \mu m/s$) kontrollü katılaştırılması ve sabit katılaştırma hızı ($V=14.2 \mu m/s$), sabit sıcaklık gradyenti ($G=2.18K/mm$), farklı bileşimlerde (ağırlıkça Bi oranı değiştirilen Pb-Bi bileşimi) kontrollü katılaştırılması olmak üzere iki farklı durumda katılaştırıldı.

Kontrollü doğrusal katılaştırılan numunelerin mikroyapı fotoğrafları, optik mikroskopu yardımıyla çekildi. Çekilen bu fotoğraflardan lamelsel olarak tanımlanan ötektik mesafeler ölçüldü. Farklı katılaştırma parametrelerinde üretilen her bir numunenin mikrosertlik (HV) değerleri Vickers türü sertlik ölçme cihazı kullanılarak ölçüldü.

Katılaştırma hızının lamelsel mesafelerle (λ) olan ilişkisi lineer regrasyon analizi yöntemi kullanılarak belirlenmesine rağmen, Pb-Bi alaşımının farklı bileşimlerinde yapılan deney sonuçlarında Bi bileşiminin mikroyapıya etkisi net olarak gözlemlenememiştir. İkili Pb-Bi alaşımındaki Bi kompozisyonunun mikrosertliğe (HV) bağlılığı lineer regrasyon analizi yöntemi kullanılarak belirlendi.

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

karşılaştırıldı. Elde edilen deneysel sonuçların teorik modellerle ve literatürdeki daha önce yapılan benzer ikili alaşımların deneysel sonuçlarıyla uyum içinde olduğu tespit edildi.

Anahtar Kelimeler: İkili ötektik alaşım, Doğrusal katılaştırma, Mikroyapı, Mikrosertlik.

**DEPENDENCY OF MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS ON
SOLIDIFICATION PROCESSING PARAMETERS FOR DIRECTIONAL
SOLIDIFIED Pb-Bi ALLOYS**

Yusuf KOÇAK

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

M. Sc. Thesis, January 2012

Thesis Supervisor: Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI

ABSTRACT

In this study, the samples of Pb-[x] wt.% Bi ($x= 45, 55.2, 65, 75$ and 85) alloys have 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 growth rates ($V=7.05-113.09 \mu\text{m/s}$) at a constant temperature gradient ($G=2.18\text{K/mm}$) and near the eutectic composition (Pb-55.2 wt.% Bi) and with different compositions of Bi in the Pb-Bi alloys at a constant temperature gradient ($G=2.18\text{K/mm}$) and a constant growth rate ($V= 14.2 \mu\text{m/s}$) in a Bridgman type directional solidification furnace.

The microstructures of the directionally solidified samples were photographed by using an optical light microscopy. The microstructure spacing has been measured from the photographs of samples. The microhardness (HV) of each sample which produced under the different solidification conditions has also been measured by the Vickers type hardness tester.

The dependence of microstructure spacing (λ) on growth rate was determined by using linear regression analysis method but the dependence of structure spacing (λ) on composition of Bi in the Pb-Bi alloys would not be obtained. The dependence of microhardnesses (HV) on composition of Bi in the Pb-Bi binary alloys was also determined using linear regression analysis method.

According to these results, it has been found that the value of λ decreases with the increasing the values of V , whereas, the value of H_V increases with the increasing the values of V and the composition of Bi. The experimental results obtained in this work

have been compared with the theoretical models and previous similar experimental results in the literature. It was seen that the results obtained in present work are in a good agreement with the present theoretical models and the previous similar experimental results obtained for binary alloys.

Keywords: Binary eutectic alloys, Directional solidification, Microstructure, Microhardness

KISALTMALAR VE SİMGELER

<u>Sembol</u>	<u>Anlamı</u>	<u>Birimi</u>
C_o	Alaşımın başlangıç bileşimi	(% ağı.)
C_s	Alaşımın sıvı bileşimi	(% ağı.)
C_k	Alaşımın katı bileşimi	(% ağı.)
G	Sıcaklık gradyenti	(K/m)
G_s	Sıvının sıcaklık gradyenti	(K/m)
G_k	Katının sıcaklık gradyenti	(K/m)
V	Katılaştırma hızı	(m/s ²)
λ	Lamelsel mesafe (enine kesit)	(m)
λ^*	Lamelsel mesafe (boyuna kesit)	(m)
λ_E	Lamelsel ötektik mesafe	(m)
λ_{ext}	Ekstremum ötektik mesafe	(m)
λ_m	Minimum ötektik mesafe	(m)
λ_M	Maksimum ötektik mesafe	(m)
λ_1	Birincil kollar arası mesafe	(m)
λ_2	İkincil kollar arası mesafe	(m)
R	Dendrit uç yarıçapı	(m)
d	Yumuşak bölge derinliği	(m)
Γ	Gibbs-Thomson katsayısı	(K.m)
$ağ.$	Ağırlık olarak	--
$at.$	Atomik olarak	--
T	Sıcaklık	(K)
T_0	Ötektik sıcaklık	(K)
G	Gibbs serbest enerjisi	(J)
ΔG	Gibbs serbest enerjisi değişimi	(J)
ΔG_D	Difüzyon için gerekli aktivasyon enerjisi	(J)
ΔG_v	Birim hacim başına düşen serbest enerji	(J)
g	Molar Gibbs serbest enerjisi	(J/mol)
G_s	Sıvının Gibbs-serbest enerjisi	(J)
G_k	Katının Gibbs-serbest enerjisi	(J)
E	Sistemin iç enerjisi	(J)

<u>Sembol</u>	<u>Anlamı</u>	<u>Birimi</u>
H	Entalpi	(J)
H_k	Katının entalpisi	(J)
H_s	Sıvının entalpisi	(J)
L	Erime gizli ısısı	(J)
ΔT	Alt soğuma	(K)
ΔT_k	Kinetik alt soğuması	(K)
ΔT_s	Çözünürlük alt soğuması	(K)
ΔT_r	Eğrilik alt soğuması	(K)
k	Dağılım katsayısı	--
δ	Lamelsel yapı için boyutsuz parametre	--
m_s	Sıvılık eğrisinin eğimi	(K / % at)
m_α	Ötektik sıcaklıktaki α fazının sıvılık eğimi	(K / % at)
m_β	Ötektik sıcaklıktaki β fazının sıvılık eğimi	(K / % at)
N_L	Toplam lamel sayısı	--
X	Lamellerin toplam genişliği	(m)
P	Peclet sayısı	--
r	Korelasyon katsayıları	--
r	Eğrilik yarıçapı	(m)
r^*	Kritik yarıçap	(m)
σ_{ks}	Katı-sıvı arayüzey enerjisi	(J/m ²)
σ_{ka}	Katı-alt cisim arayüzey enerjisi	(J/m ²)
σ_{sa}	Alt cisim-sıvı arayüzey enerjisi	(J/m ²)
A_{ks}	Katı-sıvı arayüzey alanı	(m ²)
n	Atom sayısı	--
N_a	Avagadro sayısı	(6.02×10 ²³ mol ⁻¹)
k	Boltzmann sabiti	(1.38×10 ⁻²³ J / K)
h	Planck sabiti	(6.63×10 ⁻³⁴ J.s)
R	Gaz sabiti	(8.31 J /mol K)
S	Entropi	(J/K)
ΔS	Birim hacim başına düşen entropi değişimi	(J/m ³ K)

<u>Sembol</u>	<u>Anlamı</u>	<u>Birimi</u>
D_s	Sıvı içindeki çözünenin dağılım katsayısı	--
f_α	α fazının hacim kesri	--
f_β	β fazının hacim kesri	--
K	Sistem parametresi	--
F	Kuvvet	(N)
P	Basınç	(N/m ²)
V	Hacim	(m ³)
V_k	Katının molar hacmi	(m ³)
V_s	Sıvının molar hacmi	(m ³)
V_F	Düzlemlili fazın hacim oranı	(m ³)
V_{NF}	Düzlemsiz fazın hacim oranı	(m ³)
γ	Yüzey gerilimi	(N/m)
θ	Temas açısı	(°)
λ	Hücre genişliği	(m)
α	A bileşenince zengin faz	--
β	B bileşenince zengin faz	--
ρ_k	Katının yoğunluğu	(kg/m ³)
ρ_s	Sıvının yoğunluğu	(kg/m ³)
I_{hom}	Homojen çekirdeklenme hızı	(atom/s)
I_{het}	Heterojen çekirdeklenme hızı	(atom/s)
H_B	Brinell sertliği	(kgf/mm ²)
H_R	Rockwell sertliği	(kgf/mm ²)
H_K	Knoop sertliği	(kgf/mm ²)
H_V	Vickers sertliği	(kgf/mm ²)
D	Baskı küresinin yarıçapı	(m)
d	İzin çapı	(m)
L	İzin eksenel uzunluğu	(m)
C_p	Düzeltilme faktörü	--
g	Yer çekim ivmesi	(m/s ²)
H_o	Malzemenin ilk sertlik değeri	(kg/m ²)

İÇİNDEKİLER

DOĞRUSAL KATILAŞTIRILMIŞ Pb-Bi ALAŞIMLARINDA MİKROYAPI VE MİKROSERTLİĞİN KATILAŞTIRMA PARAMETRELERİNE BAĞLILIĞI

	<u>Sayfa</u>
BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK	i
YÖNERGEYE UYGUNLUK	ii
KABUL ve ONAY	iii
TEŞEKKÜR	iv
ÖZET	v
ABSTRACT	vii
KISALTMALAR VE SİMGELER	ix
TABLolar LİSTESİ	xvi
ŞEKİLLER LİSTESİ	xviii
GİRİŞ	1

1. BÖLÜM

KATI-SIVI FAZ DÖNÜŞÜMLERİ İÇİN TEMEL KAVRAMLAR

1.1. Gibbs Serbest Enerjisi	4
1.2. Faz Dönüşümlerinde Denge	6
1.3. Katılaşmada Sürücü Kuvvet	7
1.4. Alt Soğumalar	8
1.4.1. Kinetik Alt Soğuması (ΔT_k)	11
1.4.2. Çözünürlük Alt Soğuması (ΔT_s)	11
1.4.3. Eğrilik Alt Soğuması (ΔT_r)	12
1.5. Çekirdeklenme	13
1.5.1. Homojen Çekirdeklenme	13
1.5.2. Heterojen Çekirdeklenme	17

2. BÖLÜM

ÖTEKTİK KATILAŞTIRMA VE MİKROSERTLİK

2.1. Alaşımın Katılaştırılması	20
2.1.1. Alaşımın Düzlemsel Cephe Katılaştırılması.....	21
2.1.2. Alaşımın Hücresel Katılaştırılması	23
2.1.3. Alaşımın Dendritik Katılaştırılması	24
2.1.4. Alaşımın Ötektik Katılaştırılması	26
2.2. Ötektik Yapılar ve Ötektik Yapıların Sınıflandırılması.....	30
2.2.1. Normal Ötektikler	31
2.2.2. Anormal Ötektikler	33
2.3. Ötektik Katılaştırma için Teorik Modeller	35
2.3.1. Jackson-Hunt (J-H) Modeli.....	35
2.3.2. Trivedi-Magnin-Kurz (TMK) Modeli.....	38
2.3.3. Wilde-Froyen-Witusiewicz-Hecht (WFWH) Modeli.....	39
2.4. Sertlik	40
2.4.1. Brinell Sertlik Ölçme Yöntemi.....	41
2.4.2. Rockwell Sertlik Ölçme Yöntemi	41
2.4.3. Knoop Sertlik Ölçme Yöntemi	42
2.4.4. Vickers Sertlik Ölçme Yöntemi.....	43
2.5. Ötektik Katılaştırma Üzerine Yapılan Deneysel Çalışmalar.....	44
2.5.1. $\lambda_E^2 V = \text{Sabit}$ Tipindeki Bağlıntılar	44
2.5.2. $\lambda = kV^{-n}$ ve $\lambda = kG^{-m}$ Tipindeki Bağlıntılar.....	47
2.5.3. $H_V = kV^m$ ve $H_V = k\lambda^{-n}$ Tipindeki Bağlıntılar.....	48

3. BÖLÜM

DENEYSEL SİSTEM VE BİR DENEYİN YAPILIŞI

3.1. Deneysel Sistem	55
3.1.1. Vakumlu Eritme Fırını.....	55
3.1.2. Döküm Fırını	57
3.1.3. Kontrollü Katılaştırma Fırını.....	57
3.1.3.1. Isıtıcı Sistem.....	59
3.1.3.2. Soğutucu Sistem	60

3.1.3.3. Sürücü Sistem.....	60
3.2. Bir Deneyin Yapılışı	62
3.2.1. Numunenin Hazırlanması	62
3.2.1.1. Numune Kalıbının Yapılması	62
3.2.1.2. Numune Potasının Yapılması.....	64
3.2.1.3. Alaşımın Hazırlanması.....	65
3.2.1.4. Dökümünün Yapılması	67
3.2.1.5. Termal Çift Seçimi ve Sıcaklık Ölçümleri.....	69
3.2.2. Kontrollü Katılaştırma	71
3.2.2.1. Sıcaklık Gradyentinin Ölçülmesi.....	74
3.2.2.2. Katılaştırma Hızının Ölçülmesi	74
3.2.3. Metalografik İşlemler	75
3.2.3.1. Numunelerin Kesilmesi	76
3.2.3.2. Numunelerin Zımparalanması	77
3.2.3.3. Numunelerin Parlatılması.....	78
3.2.3.4. Numunelerin Dağlanması	81
3.2.4. Mikroyapıların Gözlenmesi.....	82
3.2.5. Büyütme Çarpanı	84
3.3. Mikrosertlik Değerlerinin Ölçülmesi	85

4. BÖLÜM

DENEYSEL BULGULAR

4.1. Gözlenen Mikroyapılar	87
4.2. Ötektik Pb-Bi Alaşımının Mikroyapısı	91
4.2.1. Pb-Bi Ötektik Alaşımında Mikroyapıların Ölçümü.....	92
4.3. Doğrusal Katılaştırılan Pb-Bi Alaşımının Mikrosertlik Değerlerinin Ölçülmesi	96
4.4. Katılaştırma parametresi olan ΔT 'nin Elde Edilmesi ve Katılaştırma Parametrelerine (ΔT , V) Bağlı Olarak Ötektik Mikroyapıların ve Mikrosertlik Değerlerinin İncelenmesi.....	96
4.5. Pb-Bi Alaşım Bileşiminin Değişmesiyle Elde edilen Mikroyapı ve Mikrosertlik Değerlerinin incelenmesi	101

5. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ VE ÖNERİLER

5.1. Pb-Bi Ötektik Alaşımının Mikroyapısı	102
5.1.1. Ötektik Pb-Bi Alaşımının Mikroyapı Ölçüm Sonuçlarının Literatürle Karşılaştırılması	103
5.1.2. Ötektik Pb-Bi Alaşımının Mikrosertlik Ölçüm Sonuçları	105
5.2. Sonuç ve Öneriler	106
KAYNAKLAR.....	108
EKLER.....	118
ÖZGEÇMİŞ	

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1.	Farklı bileşimdeki Pb-Sn ve Al-CuAl ₂ alaşımları için $\lambda_E^2 V$ bağıntıları [88]	45
Tablo 2.2.	Farklı bileşimdeki Cd-Sn alaşımları için elde edilen $\lambda_E^2 V$ bağıntıları [89]	46
Tablo 2.3.	Al-CuAl ₂ alaşımında sabit bileşimde deneysel λ_E ile teorik λ_E değerlerinin karşılaştırılması [90]	46
Tablo 2.4.	Bi-Cd ötektik alaşımında sabit sıcaklık gradyenti, farklı katılaştırma hızlarında bulunan λ_E ve $\lambda_E^2 V$ değerleri [92]	47
Tablo 2.5.	Al-Cu ötektik alaşımında sabit sıcaklık gradyenti, farklı katılaştırma hızlarında bulunan λ_E ve $\lambda_E^2 V$ değerleri [93]	47
Tablo 2.6.	Sn-Zn, Pb-Cd, Al-Si, Bi-Cd ötektik alaşımlarında sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında bulunan $\lambda = kV^{-n}$ bağıntıları [13]	48
Tablo 2.7.	Al-Si alaşım sistemi için farklı mikroyapılara ait mikrosertlik değerleri [85]	49
Tablo 2.8.a.	Zn-Mg alaşımının (300 °C) λ_E ve H_V değerleri [86]	50
Tablo 2.8.b.	Zn-Al alaşımının (350 °C) λ_E ve H_V değerleri [86]	50
Tablo 2.9.	Al-%12.6Si (ağ.) alaşımında katılaştırma parametreleri ile mikrosertlik değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar [96]	51
Tablo 2.10.	Pb-Cd, Sn-Zn ve Bi-Cd ötektik alaşımında katılaştırma parametreleri ile mikrosertlik değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar [96]	52
Tablo 2.11.	Sn-Ag-Cu ötektik alaşımında farklı sıcaklıklarda mikrosertlik değerleri [97]	53
Tablo 2.12.	Sn-Ag-Cu ötektik alaşımında doğrusal katılaştırma deneyleri sonucunda oluşan her bir fazın mikrosertlik değerleri [98]	53
Tablo 3.1.	Bazı zımpara kağıtları ve tane büyüklükleri [108]	77
Tablo 3.2.	Parlatmada kullanılan çözelti ve kumaşlar	81

Tablo 4.1.	Pb-Bi ötektik alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti (G), farklı katılaştırma hızlarında (V) ve farklı alt soğumalarda (ΔT) elde edilen, ötektik mesafeler ve mikrosertlik değerleri	97
Tablo 5.1.	Pb-Bi ötektik alaşımının sabit sıcaklık gradyentinde ölçülen hacimsel büyütme oranı ($\lambda^2 V$) ve katılaştırma hızına göre altsoğuma değeri (ΔT), lamelsel mesafe (λ), mikrosertlik (HV) değerlerinin üstel değişimleri ve literatürdeki bazı çalışmalar.....	104

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1.	Katı ve sıvı fazların Gibbs serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişimi	5
Şekil 1.2.	Atomların dağılımına göre Gibbs serbest enerjisinin değişimi.....	7
Şekil 1.3.	Zamana bağlı sıcaklık değişimi ve alt soğuma.....	8
Şekil 1.4.	Alaşımın katılaştırılmasında yapısal alt soğuma (a) Katı-sıvı arayüzeyi, (b) Katı-sıvı arayüzey önündeki çözünence zengin bölge, (c) Yapısal olarak alt soğuma.....	9
Şekil 1.5.	Çözünürlük alt soğumasına neden olan faktörlerin şematik gösterimi... 12	
Şekil 1.6.	Homojen çekirdeklenmede embriyonun serbest enerjisinin embriyo yarıçapına bağlılığı	14
Şekil 1.7.	Heterojen çekirdeklenmenin şematik gösterimi	17
Şekil 1.8.	Aktivasyon enerjisinin ve çekirdeklenme hızının alt soğumaya göre değişimi	19
Şekil 2.1.	Değişik malzemelerde gözlenen mikroyapılar [39].....	20
Şekil 2.2.	Birbirini sınırlı oranda eriten ikili sistemlerde denge faz diyagramı [11]	21
Şekil 2.3.	Düzlemsel cephede katılaşmanın şematik gösterimi	22
Şekil 2.4.	Düzlemsel katılaşmadan dendritik katılaşmaya geçiş [54]	23
Şekil 2.5.	Hücrel katılaşmanın yapısı ve mikroyapı parametrelerinin şematik gösterimi	24
Şekil 2.6.	(a) Katı ve sıvı fazlar arasında malzemenin katılaşma morfolojisi ve yumuşak bölge derinliği, (b) Al-Cu alaşımında oluşan dendritlerin fotoğrafı [57].....	25
Şekil 2.7.	Dendritik katılaşmanın yapısı ve mikroyapı parametrelerinin şematik gösterimi	26
Şekil 2.8.	İki bileşenli ötektik sisteme ait faz diyagramı ve mikroyapı oluşumu [16]	27
Şekil 2.9.	Lamelsel ötektik büyümenin şematik gösterimi (a) Lamelsel büyümede katı-sıvı arayüzey şekli, (b) Katı-sıvı arayüzeyinde A ve B atomlarının bileşimi, (c) Lamelsel ötektiklerde mesafeler [17]	29

Şekil 2.10.	Doğrusal katılaştırılmış ötektik alaşımlara ait farklı yapılar, (a) Düzlemsiz/Düzlemsiz (Nf/Nf), düzlemsel arayüzey, (b) Düzlemsiz/Düzlemsiz (Nf/Nf), eğrisel arayüzey, (c) Düzlemsiz/Düzlemlili (Nf/F), düzlemsel arayüzey, (d) Düzlemsiz/Düzlemlili (Nf/F), eğrisel arayüzey, (e) Düzlemlili/Düzlemlili (F/F), düzlemsel arayüzey, (f) Düzlemlili/Düzlemlili (F/F), eğrisel Arayüzey.....	32
Şekil 2.11.	Temas açıları ve ötektik yapının şematik gösterimi	36
Şekil 2.12.	Jackson-Hunt modelinin öngördüğü alt soğuma ile lamelsel mesafeler arasındaki ilişkinin şematik gösterimi (a) Eğriliğin ve çözünürlüğün etkisi, (b) Farklı hızlarda alt soğumaya karşı lamelsel mesafelerin değişimi.....	37
Şekil 2.13.	Sabit hızda ötektik mesafe ile ortalama arayüzey alt soğumasının ilişkisi ve kararlı-kararsız bölgeler [30].....	38
Şekil 2.14.	Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi.....	41
Şekil 2.15.	(a) Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi, (b) Batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı [39]	43
Şekil 3.1.	Vakumlu eritme fırınının (a) Fotoğrafı (b) Şematik gösterimi [105]	56
Şekil 3.2.	Döküm fırınının (a) fotoğrafı (b) şematik gösterimi	58
Şekil 3.3.	Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını [12]	61
Şekil 3.4.	Grafit numune kalıbı (a) Üst enine kesiti, (b) Alt enine kesiti, (c) Yandan görünüşü	63
Şekil 3.5.	Grafitlerin işlenmesinde kullanılan, (a) Büyük torna, (b) Küçük torna ve (c) Yönlü matkap	63
Şekil 3.6.	Numune potası, alt ve üst desteklerin şematik gösterimi	64
Şekil 3.7.	(a) Grafit numune kalıplarının yapımında kullanılan pirinç destek ve değişik ebatlarda matkap uçları, (b) Üst destek ile numune kalıplarının silikon yapıştırıcı yardımıyla birleştirilmesi.....	65
Şekil 3.8.	Alaşım metallerinin tartılmasında kullanılan hassas terazi.....	66
Şekil 3.9.	(a) Bi (Bizmut) [106] ve (b) Pb (kurşun) [107] fotoğrafları.....	66
Şekil 3.10.	Grafitten yapılmış (a) Pota ve (b) Huninin şematik gösterimi.....	68
Şekil 3.11.	Numunelerin sıcaklıklarının ölçümünde kullanılan K-tipi termal çiftler	69
Şekil 3.12.	Sıcaklık değişimlerinin kaydedilmesinde kullanılan Pico TC-08 model sıcaklık kaydedicisi	70

Şekil 3.13.	Deney sistemi (a) Sistemin otoğrafi ve (b) Şematik gösterimi	72
Şekil 3.14.	Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınının içyapısı, (a) Fırının sıcak ve soğuk bölgeleri, (b) Numune kalıbı	73
Şekil 3.15.	Numunelerin farklı hızlarda katılaştırılmasını sağlayan senkronize hız motorları.....	75
Şekil 3.16.	Numune kalıbının oluşturulmasından epoksi-resin ile kalıplanması sürecine kadar ki her bir aşamanın gösterimi.....	77
Şekil 3.17.	Numuneleri zımparalamada kullanılan bazı zımpara kağıtları.....	78
Şekil 3.18.	Kesme robotu ile kesilmiş numunedeki yüzey durumu [106].....	78
Şekil 3.19.	Otomatik parlatma robotu	79
Şekil 3.20.	Numunelerin parlatılmasında kullanılan (a) Kumaşlar ve (b) Süspansiyonlar	80
Şekil 3.21.	Numunelerin dağlanmasında kullanılan bazı dağlama malzemeleri.....	82
Şekil 3.22.	Optik mikroskop ve CCD kameradan oluşan görüntü sistemi.....	83
Şekil 3.23	Büyütme çarpanlarının hesaplanmasında kullanılan mikrometre fotoğrafı.....	84
Şekil 3.24.	(a) Mikrosertlik ölçüm cihazının şematik gösterimi, (b) Numune üzerinde cihazın bıraktığı izin detayları [39].....	86
Şekil 4.1.	Doğrusal katılaştırılmış Pb-Bi ötektik alaşımı (Bi-%44.8Pb) için farklı hızlarda, sabit sıcaklık gradyentinde ($G=2.18K/mm$) oluşan mikroyapıların bazı optik fotoğrafları (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit ($V=7.05\mu m/s$), (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit ($V=14.2\mu m/s$), (e) Boyuna kesit (f) Enine kesit ($V=35.84\mu m/s$), (g) Boyuna kesit (h) Enine kesit ($V=72.46\mu m/s$), (i) Boyuna kesit (j) Enine kesit ($V=113.09\mu m/s$)	88
Şekil 4.2.	Doğrusal katılaştırılmış Pb-Bi alaşımı için sabit katılaştırma hızı ve sıcaklık gradyentinde ($V=14.20\mu m/s$, $G=2.18K/mm$), farklı bileşimlerde oluşan mikroyapıların bazı optik fotoğrafları, (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit (Pb-%45Bi ağ), (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit (Pb-%55.2Bi ağ.) (e) Boyuna kesit (f) Enine kesit (Pb-%65Bi ağ.), (g) Boyuna kesit (h) Enine kesit (Pb-%75Bi ağ.), (i) Boyuna kesit (j) Enine kesit (Pb-%85Bi ağ.).....	89

Şekil 4.3.	Pb-Bi alaşımının ötektik faz diyagramı [109] ve bileşimin kompozisyonunun değiştirilmesiyle üretilen alaşımların mikroyapı fotoğrafları (enine kesitler).....	90
Şekil 4.4.	Ötektik Pb-Bi alaşımının sabit sıcaklık gradyenti ($G=2.18$ K/mm) ve $V=14.2\mu\text{m/s}$ hızla kontrollü katılaştırılması sonucu oluşan mikroyapısının fotoğrafı (boyuna kesit).....	91
Şekil 4.5.	Ötektik Pb-Bi alaşımının fazları (boyuna kesit)	92
Şekil 4.6.	Ötektik mikroyapılar arası mesafelerin gösterimi (boyuna kesit).....	93
Şekil 4.7.	Düzenli ötektiklerde lamelsel mesafelerin ölçümü (a) Geniş bölge görüntüsü (enine kesit), (b) Dar bölge görüntüsü (enine kesit).....	93
Şekil 4.8.	Sabit hızda ötektik mesafe ile ortalama arayüzey alt soğumasının ilişkisi ve kararlı-kararsız bölgeler	94
Şekil 4.9.	Pb-Bi alaşımı için ötektik mikroyapıların şematik gösterimi (a) Pozitif sonlanma, (b) Negatif sonlanma	94
Şekil 4.10.	Ötektik Pb-Bi alaşımı mikroyapısı; (a) Alaşımının enine kesitinden bir fotoğraf, (b) Fotoğrafın bir bölümünün büyültülmüş hali, (c) Ötektik mikroyapının şematik gösterimi. Burada γ ve β fazları ötektik Bi-Pb alaşımındaki fazlardır	95
Şekil 4.11.	Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşımının sabit sıcaklık gradyentinde ($G=2.18$ K/mm) lameller arası mesafeyle (λ) alt soğumanın (ΔT) değişimi.....	97
Şekil 4.12.	Doğrusal katılaştırılmış Pb-Bi ötektik alaşımı için sabit sıcaklık gradyentinde ($G=2.18$ K/mm), ötektik mesafelerin katılaştırma hızıyla değişimi ve $\lambda^2 V$ hacimsel büyütme oranı.....	98
Şekil 4.13.	Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşımının, (a) Katılaştırma hızıyla mikrosertliğin değişimi, (b) Ötektik mesafelerle mikrosertliğin değişimi	99
Şekil 4.14.	Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşımının katılaştırma hızıyla (V) alt soğuma (ΔT) değerlerinin değişimi.....	100
Şekil 4.15.	Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşımının alt soğumayla (ΔT) lamelsel mesafesinin (λ) değişimi	100
Şekil 4.16.	Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi alaşımının sabit sıcaklık gradyentinde ($G=2.18$ K/mm) kompozisyonla (C_0) mikrosertliğinin değişimi.....	101

Şekil 5.1. Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi alaşımının sabit sıcaklık gradyentinde (G=2.18 K/mm) kompozisyonla (C_0) mikrosertliğinin değişimi..... 105

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 katılaştırma, ötektik yapı ile ana faz ilişkisi ve çok fazlı kompozit malzeme üretimi üzerine çalışmalar hızla devam etmektedir [1-39].

Alaşım sistemlerinin kontrollü olarak 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.

Katılaştırılan malzemenin bileşimi (C_0), sıcaklık gradyenti (G), alt soğuma (ΔT) ve katılaştırma hızı (V) parametreleri "*katılaştırma parametreleri*" olarak bilinir. Katılaştırma olayında, C_0 , G ve V birbirinden bağımsız olarak kontrol edilebilmektedir. Katılaştırma parametrelerine bağlı olarak kontrollü katılaştırılan malzemenin, ötektik bileşimde ve farklı bileşimde oluşturulan elementlerin bileşim oranı, mikroyapı parametreleri ve buna bağlı olarak malzemelerin fiziksel ve mekanik özelliklerini değiştirmektedir.

1. Bölüm'de katılaştırma olayının daha iyi anlaşılabilmesi için katı-sıvı faz dönüşümleri ve bu dönüşümlere etki eden parametreler ayrıntılı olarak anlatılacaktır. Ayrıca Gibbs

serbest enerjisi, faz dönüşümlerinde denge durumu, sürücü kuvvet ve alt soğumalardan bahsedildikten sonra ikili ötektik faz diyagramı üzerinde kısaca durulacaktır.

Bu çalışmada, Pb-%XBi (kurşun-bizmut; X=45, 55,2(ötektik), 65, 75, 85 (ağ.)) ikili alaşım sistemleri, sabit sıcaklık gradyentinde; ötektik bileşimde, farklı katılaştırma hızlarında ve sabit katılaştırma hızında ($V=14.2 \mu\text{m/s}$), farklı bileşimlerde Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınında doğrusal katılaştırılarak, mikroyapı ve mikrosertlik özellikleri araştırılmıştır. Bu alaşım sistemi tıp, nükleer ve endüstriyel uygulamalar gibi birçok alanda geniş kullanıma sahiptir [40]. Bu nedenle bu malzemelerden üretilen değişik bileşimdeki alaşım sistemlerinin mikroyapı ve mikrosertlik özellikleri oldukça önem kazanmaktadır. Pb-Bi alaşım sisteminde ötektik bileşimde katılma yapısı ötektik formda oluşurken, farklı bileşimlerindeki Pb-Bi alaşımı için bizmutun (Bi) ağırlıkça fazla olduğu yapılarda ise genelde bizmut bir araya toplanıp blok halinde keskin yapılar oluşturmaktadır. Bu çalışmada yukarıda belirtilen Pb-Bi alaşım sisteminin ötektik ve farklı bileşimdeki katılaştırılması inceleneceğinden 2. Bölüm'de katılaştırma türleri hakkında bilgiler verildikten sonra literatürde yapılan bazı ikili bileşime sahip katılaştırma çalışmaları özetlenecektir. Ayrıca mikrosertlik ölçümleri hakkında bilgiler verildikten sonra literatürde yer alan bazı ikili alaşımların mikrosertlik ölçümleri özetlenecektir.

Günümüze kadar, ötektik alaşım sistemlerinde ötektik mesafenin tespiti üzerine birçok deneysel çalışma yapılmıştır. Yapılan bu çalışmalarda mikroyapı parametresi ile sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızı arasındaki bağıntılar da tespit edilmiştir. 3. Bölüm'de katılaştırma çalışmalarının gerçekleştirilmesinde kullanılan deney sistemi ve bir kontrollü katılaştırma deneyinin yapılışının tüm aşamaları ayrıntılı olarak anlatılacaktır.

4. Bölüm'de ise sıcaklık gradyenti sabit tutularak ötektik Pb-%55.2Bi alaşım sistemi için yapılan kontrollü katılaştırma deneylerinden elde edilen mikroyapılardan ötektik mesafe ölçümleri yapılarak bu sonuçlarla katılaştırma parametrelerinden biri olan katılaştırma hızına göre değişimleri incelenmiş, sonuçlar tablo ve grafiklerle verilmiştir.

Ayrıca bu bölümde kontrollü olarak katılaştırılan her bir numunenin mikrosertlik ölçümleri yapılarak, bu ölçümlerin ötektik bileşimde, katılaştırma hızı ve ötektik mesafelere göre değişimleri tablo ve grafiklerle verilmiştir. Farklı bileşimde (Pb-%XBi

X=45, 65, 75, 85 (ađ.) bileşimdeki bizmutun artmasıyla deęişen mikrosertlik deęerleri grafiklerle gösterilmiştir. Son olarak 5. Bölüm’de ise deneysel çalışmalar neticesinde elde edilen sonuçlar tartışılmış ve bu sonuçlar, literatürdeki benzer deneysel çalışmalar ve teorik modellerin öngördüğü sonuçlarla kıyaslanmıştır.

1. BÖLÜM

KATI-SIVI FAZ DÖNÜŞÜMLERİ İÇİN TEMEL KAVRAMLAR

1.1. Gibbs Serbest Enerjisi

Katı-sıvı faz dönüşümleri sabit sıcaklık ve sabit basınçta oluşan bir faz dönüşümü olup Gibbs serbest enerjisiyle izah edilir. Gibbs serbest enerjisi,

$$G = H - TS \quad (1.1)$$

olarak ifade edilir [1]. Burada T mutlak sıcaklık, S entropi (sistemin düzensizliğinin ölçüsü) ve H ise entalpi (sistemin ısı kapasitesinin ölçüsü)'dir. Entalpi,

$$H = E + PV \quad (1.2)$$

olarak ifade edilir. Burada E sistemin iç enerjisi, P basıncı ve V hacmidir. Sistemin iç enerjisi atomların kinetik ve potansiyel enerjilerinin toplamıdır. Kinetik enerji, katıdaki atomların titreşim enerjisinden ve sıvıdaki atomların titreşim, öteleme ve dönme enerjilerinden ileri gelir. Potansiyel enerji ise atomların bağ enerjilerinden ve birbirleri ile olan etkileşim enerjilerinden oluşur. Katı-sıvı faz dönüşümlerinde PV terimi E ile mukayese edildiğinde çok küçük olduğundan sistemin entalpisi yaklaşık olarak sistemin iç enerjisine eşittir. Yani $H \cong E$ olur.

Sabit kütleli ve sabit bileşimli yani kapalı bir sistem için Gibbs serbest enerjisinin sıcaklıkla değişimi klasik termodinamiğe göre,

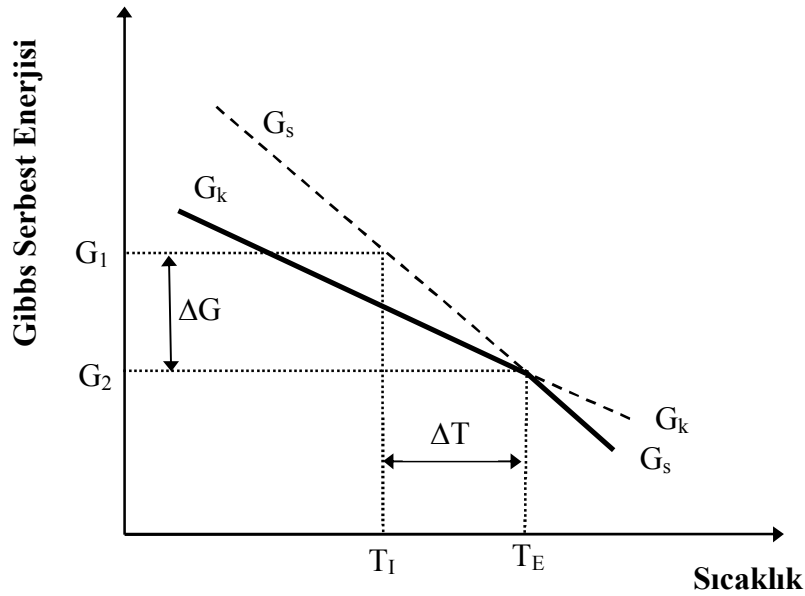
$$dG = -SdT + VdP \quad (1.3)$$

olarak elde edilir.

Sabit basınçta $dP = 0$ olduğundan,

$$\left(\frac{\partial G}{\partial T}\right)_P = -S \quad (1.4)$$

olur. Bu ifadeden sıcaklığın artmasıyla Gibbs serbest enerjisinin azaldığı anlaşılmaktadır. Katı ve sıvı fazların Gibbs serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişimi Şekil 1.1’de gösterilmektedir.



Şekil 1.1. Katı ve sıvı fazların Gibbs serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişimi [1].

Eğer bir sıvı erime sıcaklığı, T_E 'nin altındaki bir T_I sıcaklığına kadar soğutulursa sıvının T_E sıcaklığında aniden katıya dönüşeceği beklenebilir. Oysa bu her zaman mümkün değildir. Örneğin, uygun şartlar altında saf metaller sıvı fazdan katı faza geçerken soğutma hızına bağlı olarak erime sıcaklığının birkaç derece altında katılaşabildikleri gibi yüksek aşırı soğuma nedeniyle erime sıcaklığının 300 °C altında bile katılaşabilirler [35-36]. Bunun sebebi, ilk katı oluşurken yeni bir katı-sıvı arayüzeyinin oluşumu için büyük miktarda bir enerjiye ihtiyaç duyulmasıdır. Sıvı fazdaki atomların katı faza geçmeleri için $\Delta T = T_E - T_I$ kadar bir sıcaklık değişimine ihtiyaç vardır. Bu sıcaklık düşmesi sırasında sıvıdaki atom veya moleküller katıya benzer bir yapıya sahip olan atom gruplarını (embriyo) oluşturmak için bir araya gelirler. Şekil 1.1’de gösterildiği

gibi sıvı-katı faz dönüşümünün olabilmesi için Gibbs serbest enerjisi azalmalıdır. Gibbs serbest enerjisindeki bu azalma katılarda sürücü kuvveti meydana getirir. Bir sistemde faz dönüşümünün olabilmesi için son durumun Gibbs serbest enerjisi G_2 'nin ilk durumun Gibbs serbest enerjisi G_1 'den küçük olması gerekir. Yani $\Delta G = G_2 - G_1 < 0$ olmalıdır. Sistem kararlı denge durumuna ulaşabilmek için yüksek enerjili durumdan (G_1) düşük enerjili duruma (G_2) geçmek isteyecektir.

1.2. Faz Dönüşümlerinde Denge

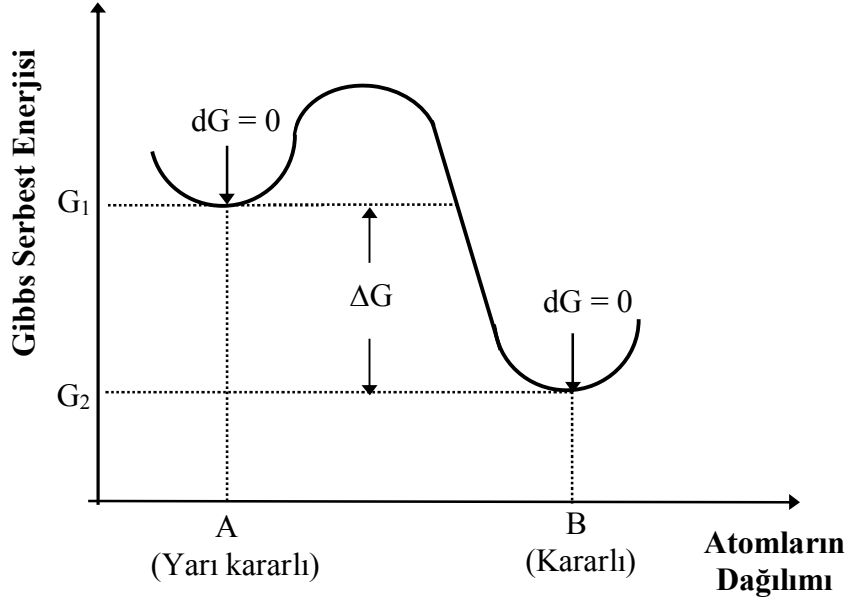
Bir sistemin dengede olması, mekanik, termal ve kimyasal olarak dengede olması demektir. Katı-sıvı arayüzeyi hareket etmediği zaman sistem mekanik olarak dengededir. Arayüzey sabit bir sıcaklıkta tutulduğu zaman ise termal dengededir. Kimyasal denge durumunda ise fazların kimyasal potansiyelleri eşittir,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

Sıvı fazın entropisinin büyük olmasından dolayı sıvının Gibbs serbest enerjisi katının Gibbs serbest enerjisinden daha hızlı azalmaktadır (Şekil 1.1). Erime sıcaklığından (T_E) küçük sıcaklıklarda 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 değerinde ise bu sistemin dengede olduğu söylenir. Yani yalıtılmış bir sistemin denge durumu için Gibbs serbest enerjisi matematiksel olarak,

$$(dG)_{T,P} = 0 \quad (1.5)$$

şeklinde ifade edilir. Şekil 1.2'de atomların dağılımına göre Gibbs serbest enerjileri verilmektedir.



Şekil 1.2. Atomların dağılımına göre Gibbs serbest enerjisinin değişimi [1].

Şekil 1.2’de görüldüğü gibi (1.5) denklemini *A* (yarı kararlı) ve *B* (kararlı) durumları sağlamaktadır. *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].

1.3. Katılaşmada Sürücü Kuvvet

Bir sıvı erime sıcaklığının altındaki bir sıcaklığa kadar soğutulursa Gibbs serbest enerjisinde $\Delta G = G_l - G_s$ 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,

$$G_k = H_k - T S_k \text{ ve } G_s = H_s - T S_s \quad (1.6)$$

olur. Bu durumda,

$$\Delta G = G_k - G_s = H_k - H_s - T(S_k - S_s) = \Delta H - T\Delta S \quad (1.7)$$

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 (1.7)'den,

$$\Delta S = \frac{\Delta H}{T_E} \quad (1.8)$$

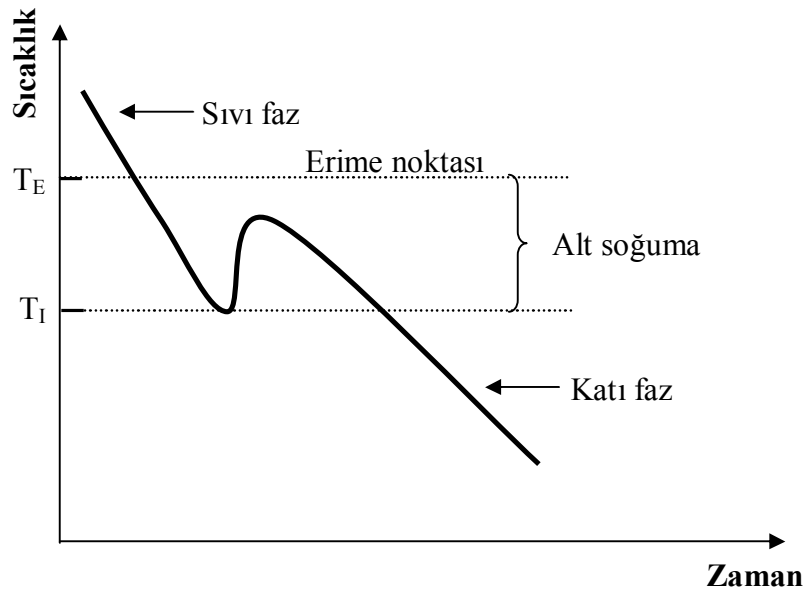
yazılabilir. Burada ΔS entropi değişimidir. Sonuç olarak herhangi bir T sıcaklığında Gibbs serbest enerjisindeki değişim (1.7) ve (1.8) denklemlerinden,

$$\Delta G \cong \Delta H - \frac{\Delta H T}{T_E} = \frac{\Delta H (T_E - T)}{T_E} = \frac{\Delta H \Delta T}{T_E} = \Delta T \Delta S \quad (1.9)$$

olarak elde edilir. Denklem (1.9)'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.

1.4. Alt Soğumalar

Herhangi bir maddenin katılaşması T_E erime sıcaklığında olmayıp erime sıcaklığının altındaki bir T_I sıcaklığında gerçekleşebilir. Maddelerin erime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta katılaşmasının sebebi, çekirdeklenme olayının olması için büyük miktarda enerjiye ihtiyaç duyulmasındandır (Şekil 1.3).



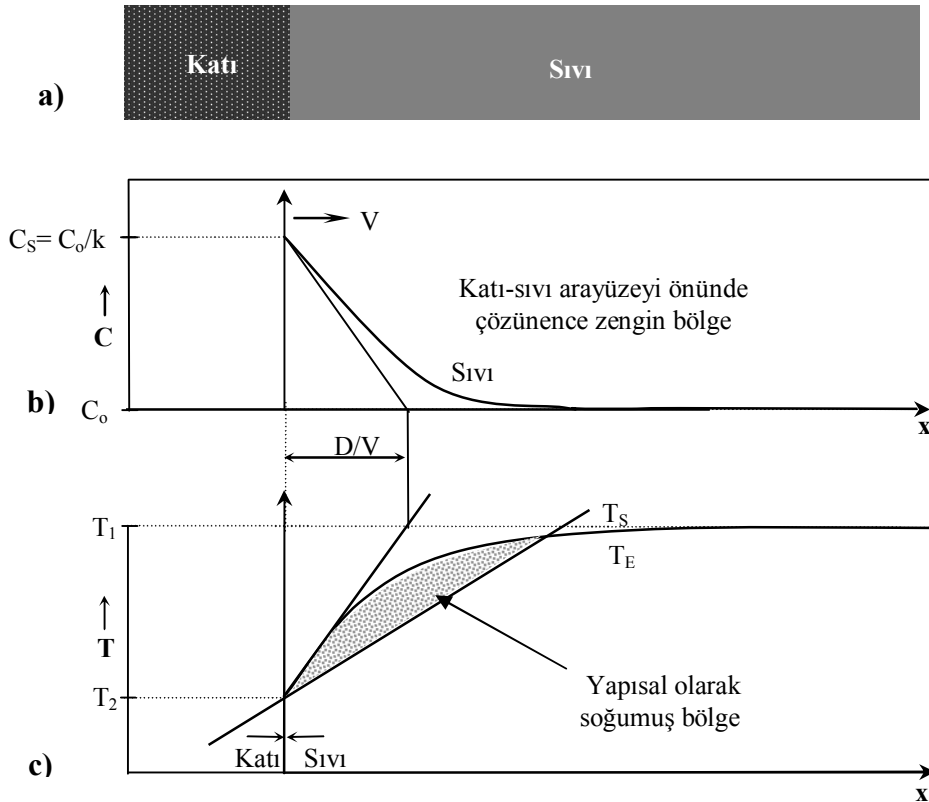
Şekil 1.3. Zamana bağlı sıcaklık değişimi ve alt soğuma.

Bu enerji, ΔT sıcaklık farkından sağlanmakta olup bu farka *alt soğuma* denir [37]. Alt soğuma arayüzey eğriliğine, sıvının bileşimine ve atomların sıvıdan katıya geçmesi için gerekli olan enerji miktarına bağlıdır. Katılaşma için gerekli olan toplam alt soğuma,

$$\Delta T = T_E - T_I = \Delta T_k + \Delta T_s + \Delta T_r \quad (1.10)$$

olarak ifade edilir. Buradaki ΔT_k kinetik alt soğuması, ΔT_s çözünürlük alt soğuması ve ΔT_r ise eğrilik alt soğumasıdır.

Arayüzeydeki düzlemsel cepheyi kararsız yapan sıcaklık değişiminin nasıl olduğu Şekil 1.4'te görülmektedir. Şekil 1.4.b'de gösterilen sıvı bileşimi C_s , arayüzeyde maksimum iken, arayüzeyden uzaklaştıkça azalır ve çözünence zengin bir sıvı tabakası oluşturur. Çözünen miktarı azaldıkça sıvı sıcaklığı artacağından, dengesel sıvılaşma (likudus) sıcaklığı arayüzeyden uzaklaştıkça artar. Şekil 1.4.c'de arayüzey sıcaklığı, dengesel sıvılaşma sıcaklığının üstündedir. Bu durum düzlemsel cepheye kararlı bir katılaştırma için gerekli olan şartı göstermektedir.



Şekil 1.4. Alaşımların katılaştırılmasında yapısal alt soğuma (a) Katı-sıvı arayüzeyi, (b) Katı-sıvı arayüzey önündeki çözünence zengin bölge, (c) Yapısal olarak alt soğuma. [3]

Eğer bir kararsızlık başlangıçta, düz bir arayüzeyde, bir çıkıntı oluşturursa bu çıkıntı aşırı ısıtılmış ortam içerisinde bulunacak ve tekrar eriyecektir. Şekil 1.4.c'de kararsız durum gösterilmektedir. Burada arayüzeyin hemen önündeki sıvının gerçek sıcaklığı, sıvılaşma sıcaklığının altındadır. Bu durumda arayüzeyde oluşan bir çıkıntı, aşırı soğumuş ortam içinde bulunacak ve katılaşma devam edecektir. Sıvılaşma sıcaklığının altında bulunan bu sıvı aşırı soğumuş durumdadır. Bu olaya, Rutter ve Chalmers [4] *yapısal alt soğuma* demişlerdir.

Yapısal ifadesi, bileşimdeki değişimden kaynaklandığını göstermektedir. Yapısal alt soğuma teorisine göre, arayüzeyde oluşan bir çıkıntı, kendisini aşırı soğumuş bir sıvı içerisinde bularak düzlemsel cephede bir kararsızlık meydana getirecektir. Arayüzeyde sıvı içerisinde çözünen bileşim gradyenti,

$$\left(\frac{dC_s}{dx}\right)_{x=0} = -\frac{V}{D_s} C_s (1-k) \quad (1.11)$$

eşitliği ile verilir [3]. Burada V , katı-sıvı arayüzeyinin ilerleme hızıdır. D_s , sıvı maddenin difüzyon katsayısı, C_s sıvı maddenin bileşimi, k ise dağılım katsayısıdır.

Düzlemsel arayüzeyin dengede olduğu kabul edilirse,

$$\left(\frac{dT_s}{dx}\right)_{x=0} = m_s \left(\frac{dC_s}{dx}\right)_{x=0} \quad (1.12)$$

eşitliği yazılabilir. Arayüzeydeki sıvı içerisinde sıcaklık gradyenti,

$$G \geq \left(\frac{dT_s}{dx}\right)_{x=0} \quad (1.13)$$

değerine eşit veya bu değerden daha büyük ise yapısal alt soğuma yoktur [3].

$C_k = kC_s$ durumunda,

$$\frac{G_s}{V} \geq -\frac{m_s C_k (1-k)}{kD_s} \quad (1.14)$$

yapısal alt soğuma ifadesi elde edilir. Burada m_s sıvılaşma eğimi, C_k katı fazın bileşimidir. Bu durumda düzlemsel cephe kararlıdır [3]. Alt soğuma olayında Gibbs

serbest enerjisi, aşırı soğutulmuş bir sıvıda kararlı veya yarı kararlı fazlardan hangisinin oluşabileceğini belirler. Alt soğuma olayının anlaşılmasında, bir sıvının katılaşmasında başlangıç olan çekirdeklenme olayının da bilinmesi gerekmektedir.

1.4.1. Kinetik Alt Soğuması (ΔT_k)

Bütün maddelerde atomların katıdan sıvıya veya sıvıdan katıya geçişlerini engelleyen bir enerji engeli vardır. Eğer bir madde erime sıcaklığının altındaki bir sıcaklığa kadar soğutulursa sıvıdan katıya geçen atomların sayısı katıdan sıvıya geçen atomların sayısından fazla olur. Bu durumda katı faz büyür, yani katılaştırma olur. Bu durumun aksine katıdan sıvıya geçen atomların sayısı sıvıdan katıya geçen atomların sayısından daha fazla olursa sıvı faz büyür, yani erime olur. Atomların geçişlerini sürdürmeleri için gerekli olan bu alt soğumaya *kinetik alt soğuma* denir.

Bir katı-sıvı arayüzeyinde katı fazdan sıvı faza geçen atomların sayısı, sıvı fazdan katı faza geçen atomların sayısına eşit ise katı-sıvı arayüzeyi dengededir. Dengedeki bir sistem ister saf olsun isterse çok bileşenli bir sistem olsun kinetik alt soğuma, $\Delta T_k = 0$ olur.

1.4.2. Çözünürlük Alt Soğuması (ΔT_s)

Çözünürlük alt soğuması, katı-sıvı arayüzeyindeki sıvının bileşimi ile sıvı içerisindeki herhangi bir noktanın bileşim farklılığından kaynaklanır. Çözünürlük alt soğuması (Şekil 1.5) [15];

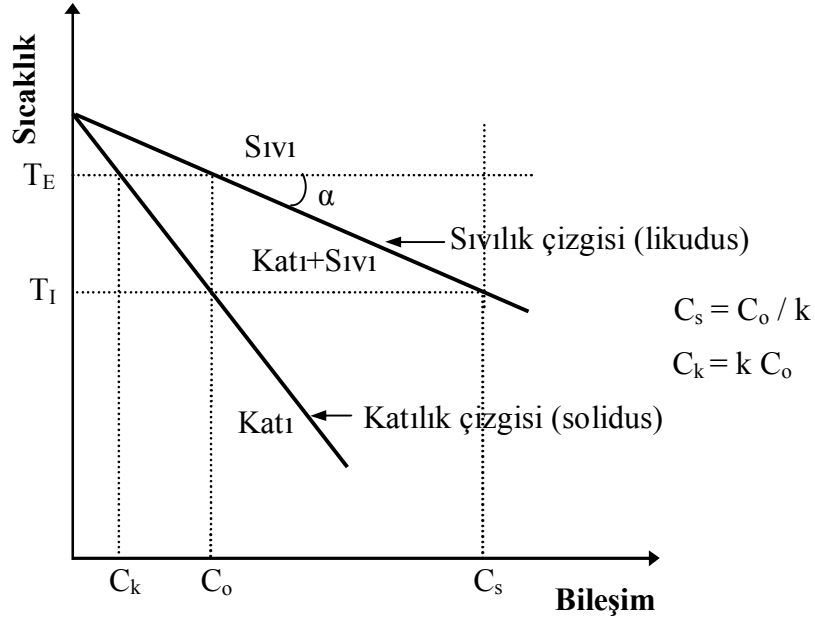
$$\Delta T_s = T_E - T_I = m_s (C_o - C_s) = m_s C_o \left(\frac{k-1}{k} \right) \quad (1.15)$$

olarak verilir. Burada,

$$m_s = \tan \alpha = \frac{\Delta T}{\Delta C} = \frac{T_E - T_I}{C_s - C_o} \quad (1.16)$$

olarak verilir. Burada T_E erime sıcaklığı, T_I arayüzey sıcaklığı, C_s sıvı içerisindeki herhangi bir noktanın bileşimi, C_o eğrili arayüzeydeki katının bileşimi, m_s sıvılaşma eğrisinin eğimi ve k dağılım katsayısıdır. Tek bileşenli sistemler için yani tek kristal

büyütme durumunda $C_o=C_s$ olduğundan $k=1$ 'dir. Bu yüzden saf malzemeler için çözünürlük alt soğuması $\Delta T_s=0$ olur.



Şekil 1.5. Çözünürlük alt soğumasına neden olan faktörlerin şematik gösterimi [15].

Ayrıca katı-sıvı arayüzeyi dengede olduğu durumda, sistem ister iki bileşenli isterse daha fazla bileşenli olsun sıvı içerisinde bileşim gradyenti olmadığı için $\Delta T_s=0$ olur [37]. Sonuç olarak; katı-sıvı arayüzeyinin denge durumunda toplam alt soğuma sadece eğrilik alt soğumasına eşittir, yani $\Delta T = \Delta T_r$ olur.

1.4.3. Eğrilik Alt Soğuması (ΔT_r)

Eğrilik alt soğuması genellikle Gibbs-Thomson alt soğuması olarak da adlandırılır. Bu alt soğuma katı-sıvı arayüzey eğriliğinden meydana gelmektedir. Eğrisel bir arayüzeyin kimyasal ve mekaniksel dengesi göz önüne alınarak, eğrilik alt soğuması ΔT_r ,

$$\Delta T_r = \Gamma \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad (1.17)$$

olarak verilir [37].

Burada Γ Gibbs-Thomson katsayısı, r_1 ve r_2 ise arayüzeyin eğrilik yarıçaplarıdır. Küresel bir katı-sıvı arayüzeyinin eğrilik yarıçapları $r_1=r_2=r$ olduğundan (1.17) denklemi,

$$\Delta T_r = \frac{2\Gamma}{r} \quad (1.18)$$

şeklini alır. Silindirik katı-sıvı arayüzeyi için $r_1=r$ ve $r_2=\infty$ olduğundan (1.17) denklemi,

$$\Delta T_r = \frac{\Gamma}{r} \quad (1.19)$$

olur.

1.5. Çekirdeklenme

Katılaşmak üzere soğumaya bırakılan herhangi bir sıvı, erime sıcaklığına düşünce hemen katılaşmaz. Soğuma hızına bağlı olarak erime sıcaklığının altında bir sıcaklıkta katılaşır. Sıvı içerisinde, önce aynı moleküllerin bir araya gelerek oluşturduğu katıya benzer bir yapı oluşur. Bu yapıya *embriyo* (çekirdekçik) denir. Embriyonun etrafında büyüme meydana gelir ve katılaşma başlar. Bu olaya *çekirdeklenme* denir. İki çeşit çekirdeklenme vardır; homojen ve heterojen çekirdeklenme.

1.5.1. Homojen Çekirdeklenme

Homojen çekirdeklenme, içerisinde hiçbir yabancı madde katkısı olmaksızın uygun laboratuvar şartlarında çok yüksek aşırı soğumalarda nadiren gerçekleşen bir çekirdeklenmedir. Aşırı soğutulmuş sıvı ile katı arasındaki serbest enerji farkına *sürücü kuvvet* denir ve homojen çekirdeklenme için büyük bir sürücü kuvvete ihtiyaç duyulur [38]. Homojen çekirdeklenme için gerekli olan enerji yani sürücü kuvvet hacimsel serbest enerjideki azalma ve yüzey enerjisindeki artmanın toplamı olarak ifade edilir, yani,

$$\Delta G = -V_k \Delta G_V + A_{ks} \sigma_{ks} \quad (1.20)$$

şeklinde yazılır.

Burada, V_k oluşan katının molar hacmi, ΔG_v katının birim hacim başına düşen hacimsel serbest enerjisindeki değişim, A_{ks} katı-sıvı arayüzey alanı ve σ_{ks} katı-sıvı arayüzey enerjisidir. Hacimsel serbest enerjideki değişim ise,

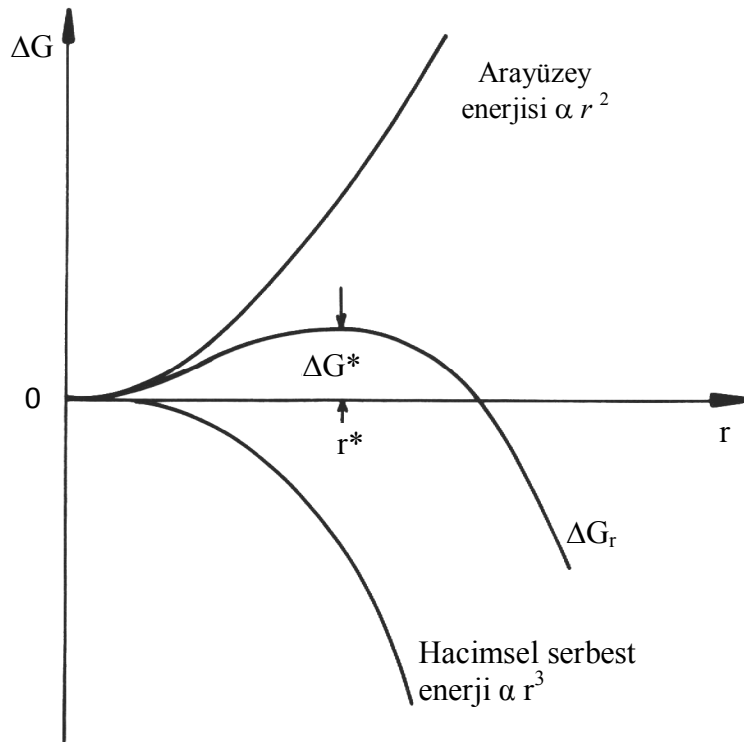
$$\Delta G_v = \frac{\Delta H \Delta T}{T_E} \quad (1.21)$$

şeklindedir. Burada ΔH erime entalpisi, ΔT alt soğuma, T_E ise erime sıcaklığıdır.

Homojen çekirdeklenmede başlangıçta oluşan embriyonun r yarıçaplı bir küre olduğu kabul edilerek, embriyonun serbest enerjisindeki değişim (1.20) denkleminde,

$$\Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_v + 4\pi r^2 \sigma_{ks} \quad (1.22)$$

olarak ifade edilir. ΔG 'nin r 'ye göre değişimi Şekil 1.6'da verilmiştir [1].



Şekil 1.6. Homojen çekirdeklenmede embriyonun serbest enerjisinin embriyo yarıçapına bağlılığı [1].

r 'nin küçük değerlerinde ΔG kritik bir değere kadar artar ve kritik değerde maksimum olduktan sonra tekrar azalır. ΔG 'nin maksimum olduğu andaki r değerine kritik yarıçap denir ve r^* ile gösterilir. Kritik yarıçapa karşılık gelen serbest enerji ise ΔG^* ile gösterilir ve aktivasyon enerjisi olarak adlandırılır ve homojen çekirdeklenmenin oluşması için gerekli olan enerjidir. Çekirdeklenme kritik yarıçapta başladığı için embriyonun yarıçapı r^* olur. ΔG 'nin eğiminin kritik yarıçaptaki değeri sıfır olacağından, $\frac{d\Delta G}{dr} = 0$ şartı denklem (1.22)'de uygulandığında kritik yarıçap,

$$r^* = \frac{2\sigma_{ks}}{\Delta G_V} \quad (1.23.a)$$

şeklinde elde edilir. Denklem (1.21), denklem (1.23.a)'da yerine yazılarak embriyonun yarıçapı,

$$r^* = \frac{2\sigma_{ks} T_E}{L\Delta T} \quad (1.23.b)$$

olarak bulunur. Şekil 1.6'dan da görüldüğü gibi r 'nin küçük değerleri için ΔG artar fakat kritik bir yarıçap değerinden sonra azalma gösterir. Homojen çekirdeklenme için kritik yarıçapa karşılık gelen aktivasyon serbest enerjisi, denklem (1.23.b)'yi, denklem (1.22)'de yerine yazarak şu şekilde bulunur:

$$\Delta G_{\text{hom}}^* = \frac{16\pi\sigma_{ks}^3}{3(\Delta G_V)^2} = \frac{4}{3}\pi r^{*2} \sigma_{ks} \quad (1.24)$$

Denklem (1.23.b)'den σ_{ks} 'nin artmasıyla veya ΔT 'nin azalmasıyla kritik yarıçap değerinin artacağı anlaşılmaktadır.

Klasik çekirdeklenme teorisinin temelleri Volmer-Weber [39] ve Becker-Döring [41] tarafından atılmıştır. Bu araştırmacılar yoğunlaştırılmış buhar ile oluşturdukları sıvı damlacıklarının çekirdeklenme kinetiğini incelemişlerdir. Turnbull'da [42-45] yaptığı çalışmalarla çekirdeklenme teorisinin temellerinin oluşmasına önemli katkılar sağlamıştır.

Daha sonra Turnbull ve Fisher [46], Becker ve Döring yaklaşımını kullanarak bir sıvı içerisinde katının çekirdeklenme hızının belirlenmesi için yeni bir teori geliştirmişlerdir. Bu teori çekirdeklenme kinetiğini tasvir etmek için ve arayüzey enerjisini tahmin etmek için kullanılmıştır. Turnbull [42-46] homojen çekirdeklenme hızını (I_{hom}) alt soğumanın bir fonksiyonu olarak ölçmüştür.

Erime sıcaklığının altındaki herhangi bir T sıcaklığında, sıvının birim hacimdeki homojen çekirdeklenme hızı,

$$I_{\text{hom}} = N_V \frac{kT}{h} \exp\left(-\frac{\Delta G_D}{kT}\right) \exp\left(-\frac{16\pi\sigma_{ks}^3}{3(\Delta G_V)^2 kT}\right) \quad (1.25)$$

şeklinde verilmiştir. Burada N_V birim hacimdeki sıvı atom sayısı, k Boltzmann sabiti, h Planck sabiti, ΔG_D difüzyon için gerekli olan aktivasyon enerjisi ve ΔG_V ise hacimsel serbest enerji değişimidir.

Çekirdeklenme sırasında çözünmeyen parçacıkları ortadan kaldırmak için sıvı damlacıkların çapları bir mikron ile yüz mikron arasında çok küçük damlacıklara ayrılır. Böylece bu damlacıklardan bazıları heterojen çekirdekçik oluşturamayacak ve gerçek homojen çekirdeklenme meydana gelecektir. İlk homojen çekirdeklenme deneylerinde çekirdeklenme hızı ve sıcaklığı, dilatometre ile ölçülmüştür [47-49]. Daha sonraki deneyler ise numunelerin katılaşma sıcaklığının değişimi mikroskop altında gözlemlenerek gerçekleştirilmiştir [50-51]. Homojen çekirdeklenme teorisinin eksiklikleri şunlardır:

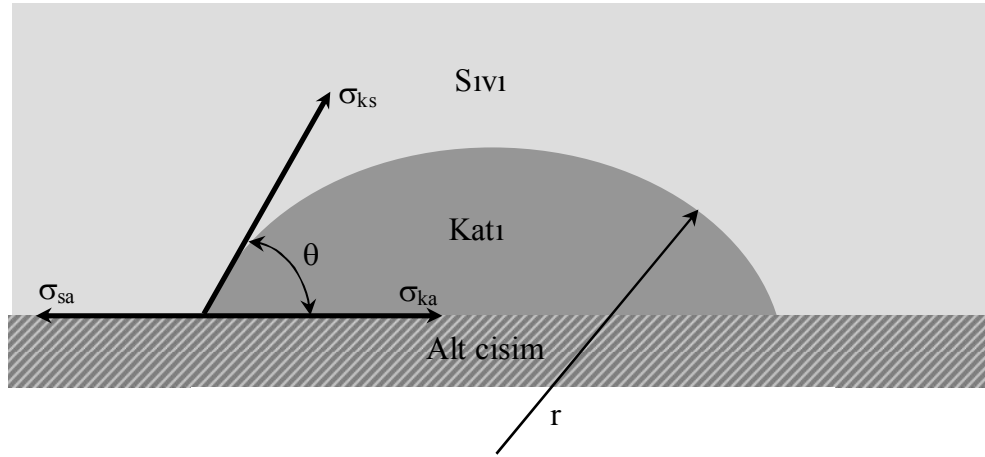
- Katı-sıvı arayüzey enerjisi erime sıcaklığının altında ($0.81T_E$) ölçülmektedir.
- Yüzey entropisinin bilinmesi gerektiği halde bu teoride arayüzey enerjisi tayin edilirken yüzey entropisi genellikle bilinmemektedir.
- Katı-sıvı arayüzey enerjisi çekirdek içerisindeki bütün yönelimlerin ortalaması alınarak hesaplanmaktadır.
- Homojen çekirdeklenme şartlarını sağlamak oldukça zordur.

- Sıvı damlacıklarının boyutları azaltıldığında yüksek miktarda alt soğuma gerekmektedir.

Sonuç olarak, homojen çekirdeklenme ancak yüksek alt soğuma ve vakum şartları sağlanarak yarı kararlı (metastable) durumda oluşturulabilmektedir [52].

1.5.2. Heterojen Çekirdeklenme

Sıvı içerisinde bulunan yabancı maddeler üzerinde, şapka şeklinde çekirdekçiklerin oluşmasıyla heterojen çekirdeklenme başlar. Heterojen çekirdeklenme, homojen çekirdeklenmeye göre çok daha sık rastlanılan ve çekirdeklenme hızının büyük olduğu bir çekirdeklenme türüdür. Şematik olarak Şekil 1.7’de görülen heterojen çekirdeklenmede, bir alt cisim üzerinde oluşan çekirdeğin küresel bir yapıda olduğu kabul edilir.



Şekil 1.7. Heterojen çekirdeklenmenin şematik gösterimi [1].

Heterojen çekirdeklenmede alt cisim, yeni oluşan katı çekirdek ve sıvı arasındaki arayüzey enerjilerinin mekanik denge şartı,

$$\sigma_{sa} = \sigma_{ka} + \sigma_{ks} \cos \theta \quad (1.26)$$

olarak yazılır. Burada σ_{sa} sıvı ile alt cisim arasında birim uzunluktaki arayüzey enerjisini, σ_{ka} katı çekirdek ile alt cisim arasında birim uzunluktaki arayüzey enerjisini, σ_{ks} katı çekirdek ile sıvı arasında birim uzunluktaki arayüzey enerjisini, θ açısı ise iletme (temas) açısını ifade etmektedir.

Heterojen çekirdeklenme teorisi için serbest enerji ifadesi,

$$\Delta G_{het} = \left(-\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_V + 4\pi r^2 \sigma_{ks} \right) \frac{1}{4} (2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta) \quad (1.27)$$

olarak verilir. Kritik yarıçapta $\frac{d\Delta G}{dr} = 0$ şartı denklem (1.27)'ye uygulanarak kritik yarıçap,

$$r_{het}^* = \frac{2\sigma_{ks}}{\Delta G_V} \quad (1.28)$$

olarak bulunur ve bu ifade denklem (1.27)'de yerine yazılırsa,

$$\Delta G_{het}^* = \frac{16\pi\sigma_{ks}^3}{3\Delta G_V^2} f(\theta) \quad (1.29)$$

elde edilir.

Burada $f(\theta) = \frac{1}{4}(2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta)$ olup, ıslatma (temas) açısı faktörü olarak adlandırılır. Denklem (1.24) ve (1.29) birbirine eşitlenirse,

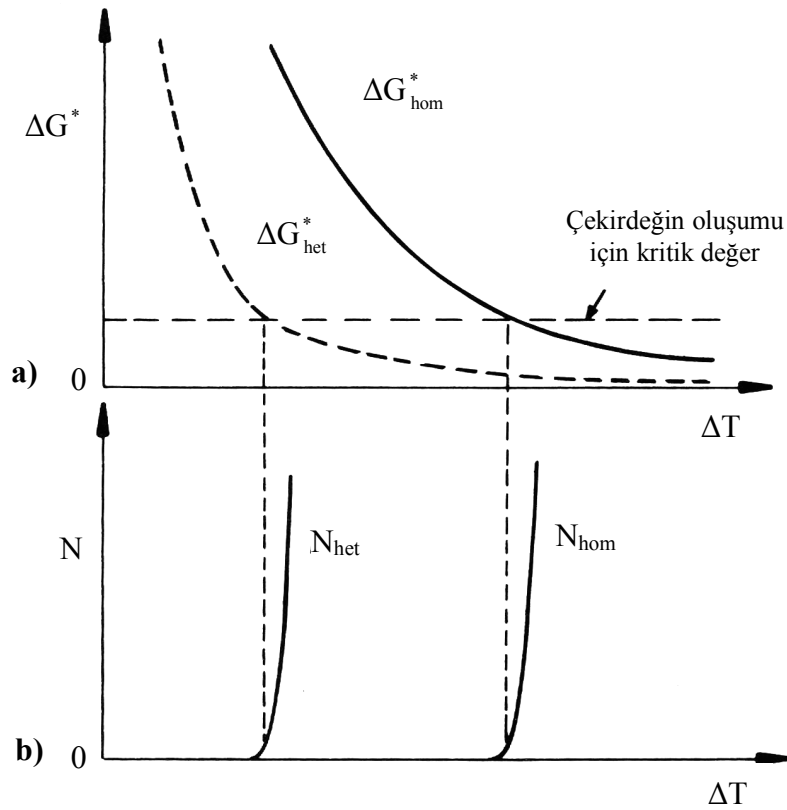
$$\Delta G_{het}^* = \Delta G_{hom}^* f(\theta) \quad (1.30)$$

elde edilir [1]. Buradan da anlaşılacağı gibi heterojen çekirdeklenmedeki aktivasyon enerji engeli homojen çekirdeklenmedeki enerji engelinden $f(\theta)$ faktörü kadar daha küçük olduğu görülmektedir.

Enerji engelini küçük olması, heterojen çekirdeklenmede çekirdeklenme hızının büyük olmasını sağlamaktadır. İslatma açısının küçük olması, heterojen çekirdeklenmedeki enerji engelini azaltmaktadır. $\theta = 0$ olduğunda $\Delta G_{het}^* = 0$ olur ki bu durumda çekirdeklenme yok demektir. $\theta = 180^\circ$ olduğunda $\Delta G_{het}^* = \Delta G_{hom}^*$ olur, bu durumda ise çekirdeklenme homojendir ve çekirdekçiğin alt cisimle hiçbir teması yoktur. Turnbull ve Fisher [46] heterojen çekirdeklenme hızını,

$$I_{het} = N_s \frac{kT}{h} \exp\left(-\frac{\Delta G_D}{kT}\right) \exp\left(-\frac{16\pi\sigma_{ks}^3}{3(\Delta G_V)^2 kT} f(\theta)\right) \quad (1.31)$$

olarak elde etmişlerdir. Burada N_s alt cisimle temas halinde bulunan birim yüzeydeki atom sayısı, ΔG_D katı-sıvı arayüzeyini geçmek için gerekli olan difüzyon enerjisi, ΔG_V ise birim hacimdeki enerji değişimidir. Şekil 1.8'de aktivasyon enerjisinin ve çekirdeklenme hızının alt soğumaya göre değişimi verilmektedir.



Şekil 1.8. Aktivasyon enerjisinin ve çekirdeklenme hızının alt soğumaya göre değişimi [1].

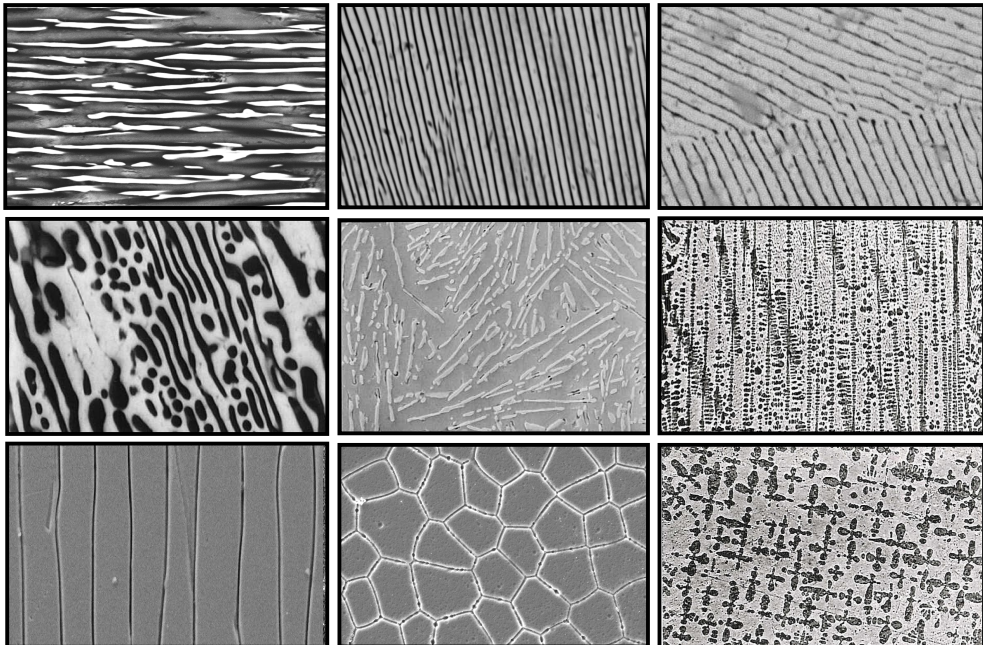
Bir sonraki bölümde bu bölümde verilen temel kavramlar ve nicelikler üzerine kurulmuş olan katılaştırma çalışmaları ve özellikle ötektik katılaştırma üzerinde durulacaktır. Ayrıca katılaştırma parametrelerinin mikroyapı ve mekanik özelliklerden mikrosertlik üzerine etkisi izah edilerek literatürde bu konuyla ilgili mevcut bazı çalışmalar özetlenecektir.

2. BÖLÜM

ÖTEKTİK KATILAŞTIRMA VE MİKROSERTLİK

2.1. Alaşımların Katılaştırılması

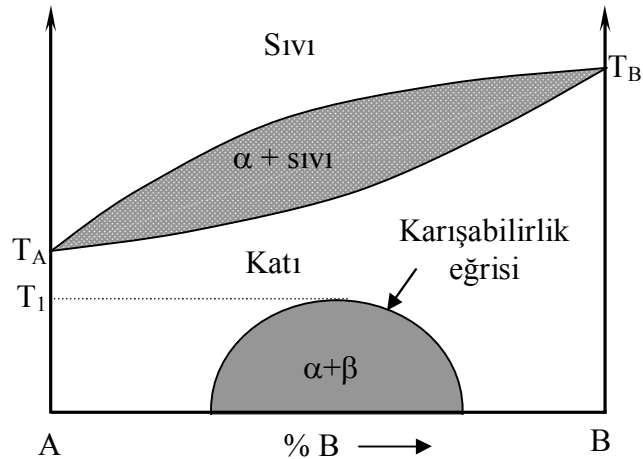
Malzemelerin mikroyapılarındaki değişiklikler (tanecik büyüklükleri) mekanik özelliklerini (mikrosertlik, stres gibi) ve diğer özelliklerini (elektriksel iletkenlik, korozyon gibi) etkilediği bilinmektedir. Malzemelerde düzenli mikroyapıların oluşması ve tanecik boyutları (λ), bu malzemelerin katılaştırılması esnasındaki katılaştırma parametrelerine bağlıdır. Yani, 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 2.1’de verilmiştir.



Şekil 2.1. Değişik malzemelerde gözlenen mikroyapılar [39]

Bir alařım sistemi, iki veya daha fazla elementin belirli bir sıcaklık, basınç ve bileřimde eritilmesiyle elde edilen yeni bir katı çözeltilidir. Alařımlar, alařım tipine baėlı olarak kendisini oluřturan elementlerin özelliklerini taşıyabileceėi gibi, bu elementlerin özelliklerinden bařka yeni özellikler de taşıyabilirler. Örneėin saf bir metale alařım elementi ilave edilerek, onun mekanik özellikleri büyük ölçüde geliştirilebilmektedir [9]. Alařımlar, kendisini oluřturan elementlerin birbiri içerisindeki karışımına göre tek fazlı ve çok fazlı olmak üzere ikiye ayrılırlar. Heterojen bir sistemden mekanik yolla ayrılabilen, kimyasal ve fiziksel bakımdan homojen olan maddeye *faz* denir. Birbiri içerisinde her oranda homojen olarak karışabilen alařımlar, tek fazlı alařımlardır. Böyle bir alařım sistemindeki, alařım elementlerinin örgü sistemlerinde bir deėişiklik olur ve alařım elementinden birinin atomları diėerinin kristal örgüsüne yerleřir. Yeni örgüde farklı özelliklere sahip atomların bulunmasından dolayı farklılıklar oluřur ve yeni bir malzeme ortaya çıkar. Çok fazlı alařımlarda, alařımı oluřturan elementlerin baskın özellikleri görülür ve örgü yapılarında bir deėişiklik olmaz [10,11].

Endüstride kullanılan metalik sistemler, yüksek sıcaklıklarda birbirini her oranda eritebilmelerine raėmen, düşük sıcaklıklarda sınırlı oranda eritebilmektedirler. Őekil 2.2’de ikili bir alařım sistemine ait faz diyagramı verilmektedir. Faz diyagramından da görüldüėu gibi alařım sistemi, sıvı halden soėutulmaya bařlatıldıėında, önce katı çökelti oluřmasıyla α fazı meydana gelmektedir. Daha sonra sıcaklık T_1 ’e düşürüldüėünde α fazı B atomlarınca zenginleřmekte ve bu sıcaklıėın altında B atomlarının fazlası β fazı şeklinde çökelerek, α ve β fazlarını oluřturmaktadır.

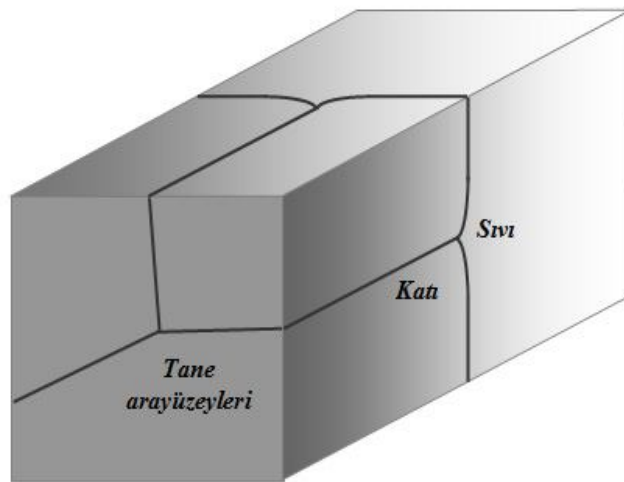


Őekil 2.2. Birbirini her oranda eriten ikili sistemlerde denge faz diyagramı [11].

2.1.1. Alaşımların Düzlemsel Cephede Katılaştırılması

Alaşımların düzlemsel cephede kontrollü olarak katılaştırılması pratikte tek kristallerin büyütülmesinde, malzemeleri saflaştırmada (örneğin bölgesel arıtma) ve kontrollü büyütülen malzemede homojen bileşim elde etmede kullanılır. Bu tür katılaştırmanın en önemli ticari uygulaması, yarıiletken kristallerin büyütülmesidir. Diğer önemli bir uygulama ise, oksit lazer sistemleri ve optik uygulamalar için büyütülmesidir. Örneğin alüminyum oksitler, tantal oksitler, niyobyum oksitler gibi.

Şekil 2.3'te düzlemsel cephede katılma yapısının şematik gösterimi verilmiştir. Metal-metal alaşımların düzlemsel cephede katılaştırılmış kristallerini inceleme, araştırmalarda çok geniş yer tutmaktadır. Birçok metalin ve metal olmayan inorganik eriyiklerinin katılaştırılması esnasında arayüzeyin dengede olduğunun kabul edilmesi iyi bir yaklaşıktır. Yani katılma esnasında, katı-sıvı arayüzeyinin önünde büyük bileşim gradyentleri meydana gelebilir, fakat arayüzeyden geçişte atomların aktarılmasına karşı sadece ihmal edilebilir bir direnç mevcuttur. Yapısal aşırı soğuma teorisi, başlangıçta düzlemsel cephede, arayüzeyin önünde katı ve sıvının hangisinin termodinamik olarak kararlı olduğu sorusu ile ilgilenir. Kararlı olan sıvı ise arayüzeyin düzlemsel kaldığı, kararlı olan katı ise arayüzeyin bozulduğu kabul edilir.



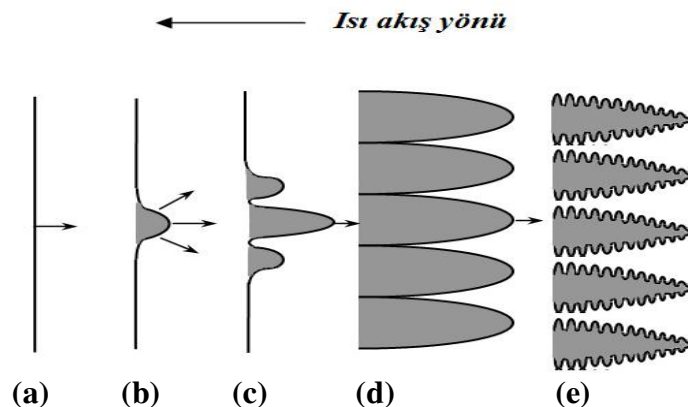
Şekil 2.3. Düzlemsel cephede katılmanın şematik gösterimi.

2.1.2. Alaşımların Hücrel Katılaştırılması

Arayüzey yapısının bozularak hücrel biçime, daha sonra da dendritik biçime nasıl dönüştüğü Şekil 2.4'te gösterilmiştir. Düzlemsel cephede katılan bir alaşım sisteminde ilk katılan kısmın bileşimi, ortalama C_0 bileşiminin altında oluşur. Dolayısıyla bir kısım çözünen madde sıvı içine itilir. Katılma ilerledikçe sıvı içine itilmiş çözünen madde miktarı arayüzeyde artar ve çözünen zenginleşen arayüzeyde sıcaklık azalır [53].

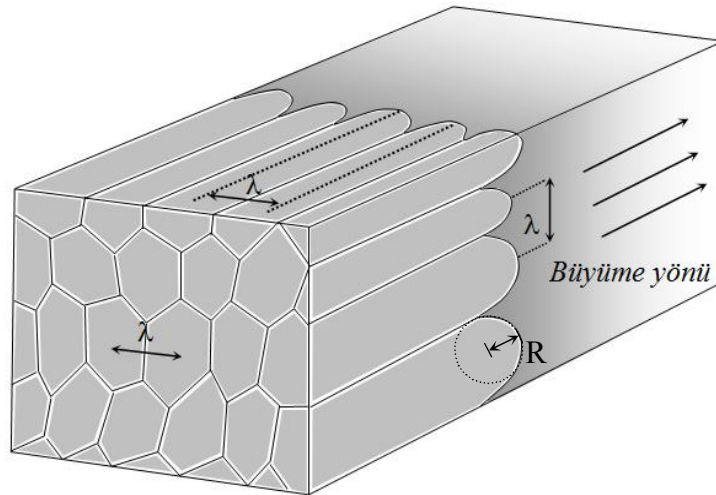
Eğer arayüzeyin önündeki sıcaklık gradyenti kritik sıcaklık gradyentinden daha büyük ise arayüzey sıcaklığı normal sıcaklığın üstünde olacak ve katılan kısım tekrar erimeye başlayacaktır. Eğer düzlemsel arayüzeyin önündeki sıcaklık gradyenti yavaşça kritik sıcaklığın altına düşürülürse düzlemsel arayüzeydeki ilk çıkıntılar Şekil 2.4.b'deki gibi oluşur. Çıkıntılardan sıvı içerisine itilen çözünen madde, çıkıntının ön ve yanlarında toplanarak bu bölgeleri çözünen zenginleştirir ve arayüzey sıcaklığını sıvı denge sıcaklığının altına düşürür. Bu nedenle, katı-sıvı arayüzeyi kararsız hale gelir ve arayüzey sıcaklığının en düşük olduğu yerlerde yeni çıkıntılar oluşur.

Bu çıkıntılar tarafından itilen çözünen maddeler çıkıntılar arasında toplanırlar ve çözünen maddelerce zenginleşen bu bölgeler sıvı halde iken Şekil 2.4.d'de görüldüğü gibi, çıkıntılar sıvının içine doğru hücreler halinde ilerler ki böyle bir katılaştırma olayına *hücrel katılaştırma* denir. Hücrenin uçlarındaki sıcaklık, hücrenin gerisindeki sıcaklıktan daha yüksek olduğundan, hücrenin gerisi ön kısmına göre çözünen madde yönünden daha zengindir. Katılaştırma hızı yeterince yüksek değere ulaşıncaya Şekil 2.4.e'de görülen çam ağacına benzer bir yapı oluşur ki bu yapı dendritik yapı olarak bilinir.



Şekil 2.4. Düzlemsel katılardan dendritik katılmaya geçiş [54].

Metalik alaşımlarda hücrel ve dendritik yapıları incelemek için en iyi yol, katılaştırma aniden soğutma (quench) ile durdurmaktır. Bu metot, ağırlıkça % 1'den daha fazla çözünen içeren alaşımlarda oldukça iyi sonuçlar vermektedir [55]. Şekil 2.5'te hücrel katılma yapısı ve mikroyapı parametrelerinin şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.5. Hücrel katılmanın yapısı ve mikroyapı parametrelerinin şematik gösterimi.

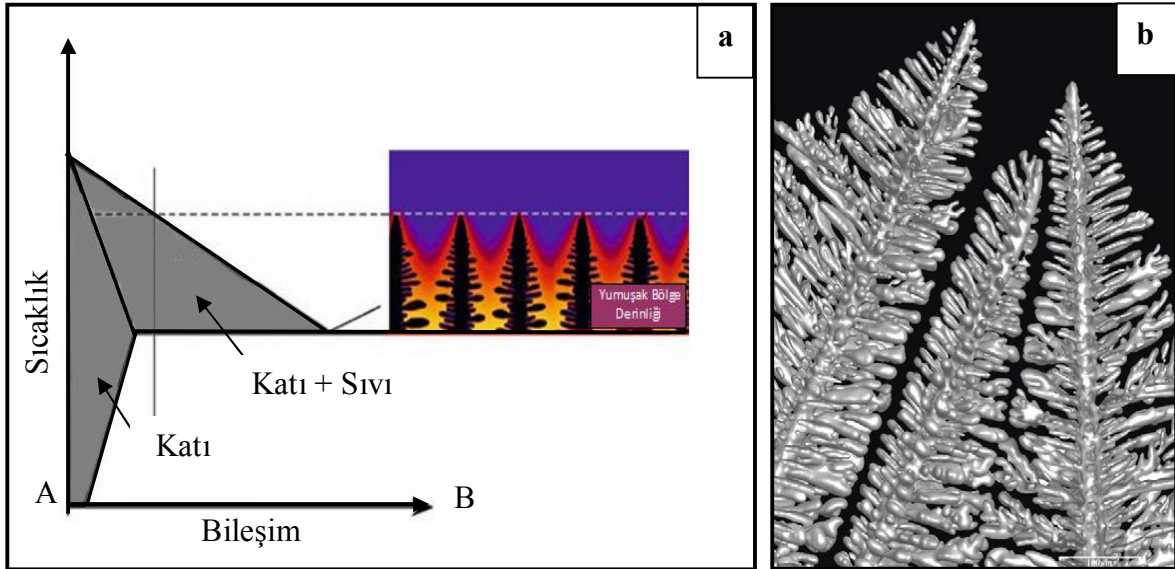
2.1.3. Alaşımların Dendritik Katılaştırılması

Alaşımların katılaştırılmasında dendritik büyüme çok yaygın görülmektedir. Dendritik katılaştırma, hücrel katılaştırmanın bir sonraki aşamasıdır. Çözelti içindeki bileşim gradyentleri yapısal aşırı soğumaya neden olur. Bu ise arayüzeyin bozularak hücrel hale geçmesine neden olur. Bu durum da çözünen miktarının yanlara doğru itilmesine sebep olduğu için yapısal aşırı soğumayı daha da artırır. Sonuçta birincil (ana) kollara dik ikincil kollar oluşur ve büyür. Bu çam ağacına benzer yapı "*dendritik katılma yapısı*" olarak bilinir.

Dendritik katılma yapısında birincil kollardan çok daha fazla sayıda ikincil kollar mevcuttur (Şekil 2.6). Eğer katılaştırma tamamlanmışsa bütün dendritler bir çekirdekten tek bir tane biçiminde örülerek dendritik yapıyı oluşturur. Katılma yapısı bölgesel katılaştırma hızına ve sıcaklık gradyentine göre değişmektedir. Bunun anlamı şudur; eğer uygulanan katılaştırma hızı yeterince düşükse çözünen madde zamanla

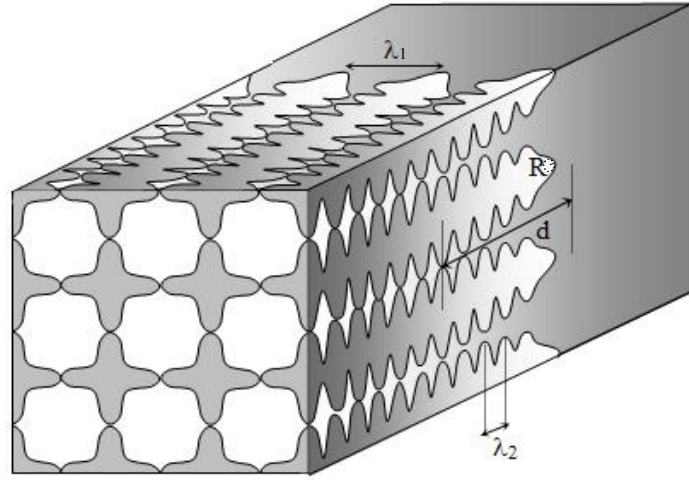
arayüzeyden sıvı içine itilir, bunun neticesinde arayüzey düzlemselleşeceği için katılaştırma düzlemsel olur.

Diğer taraftan yüksek katılma hızlarında çözünen madde arayüzeyde birikir. Bu ise yapısal aşırı soğuma için potansiyel oluşturur ki bu durumda yapısal aşırı soğuma şiddetine bağlı olarak oluşan yapı, hücresel veya dendritik biçimde olur. Eğer uygulanan katılaştırma hızı yüksek ise ince dendritik yapı elde edilir, tane yapısı küçülür. Bu nedenle malzemenin sertliği ve mukavemeti artar [56]. Dolayısıyla malzemelerin mekaniksel özellikleri ile dendrit kolları arası mesafe oldukça ilişkilidir [56].



Şekil 2.6. (a) Katı ve sıvı fazlar arasında malzemenin katılma morfolojisi ve yumuşak bölge derinliği, (b) Al-Cu alaşımında oluşan dendritlerin fotoğrafı [57].

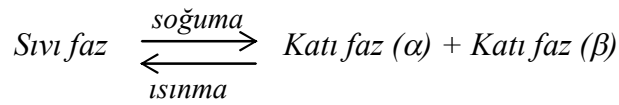
Doğrusal katılaşmada dendritik yapı; birincil kollar arası mesafe λ_1 , ikincil kollar arası mesafe λ_2 , dendrit uç yarıçapı R ve yumuşak bölge derinliği d , alaşımın bileşimine, katılaştırma hızına ve sıcaklık gradyentine bağlı olarak değişmektedir. Bu özellik malzemeye yeni kullanım alanları kazandırmaktadır. Bu sebeplerden dolayı son yıllarda dendritik katılaştırma konusu önem kazanmış ve bu konuda pek çok çalışma yapılmıştır [57-82]. Şekil 2.7’de dendritik katılmanın yapısı ve mikroyapı mesafeleri şematik olarak verilmiştir.



Şekil 2.7. Dendritik katılaşmanın yapısı ve mikroyapı parametrelerinin şematik gösterimi.

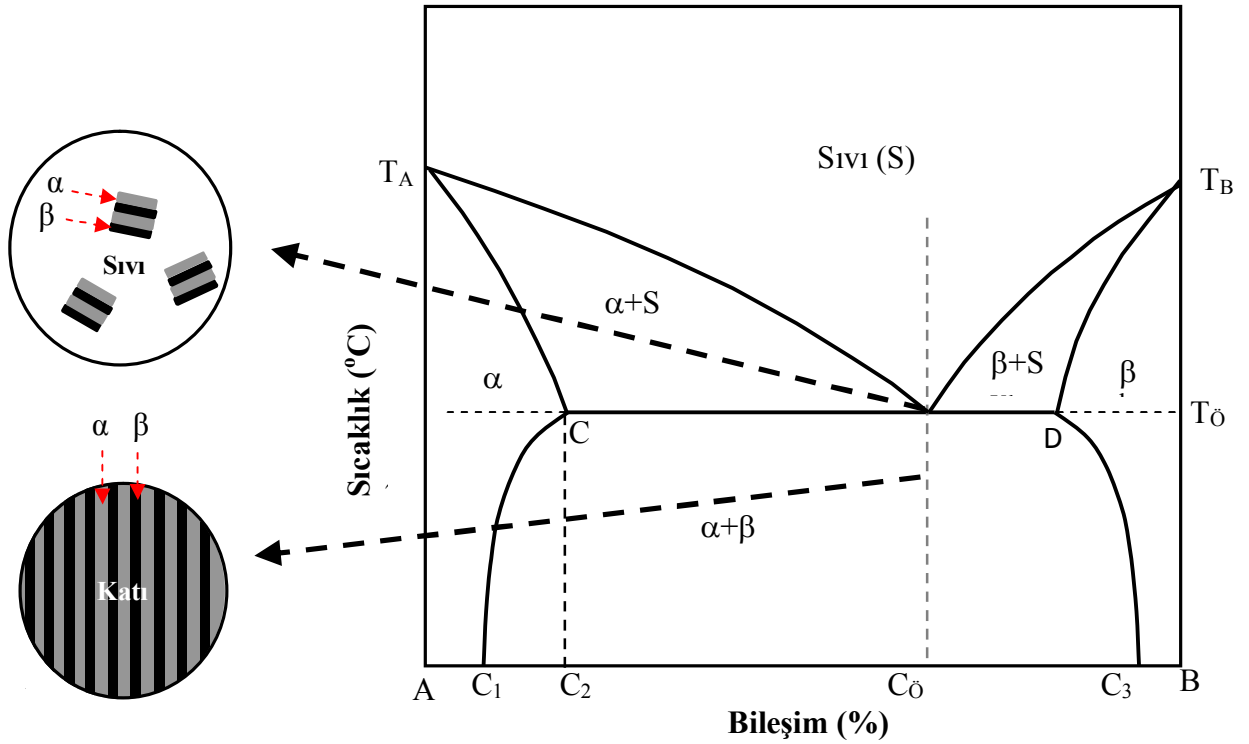
2.1.4. Alaşımların Ötektik Katılaşırılması

“Ötektik” kelimesi, Yunancada kolay eriyen anlamına gelmektedir. Ötektik bölge, bir alaşım sisteminde α ve β gibi katı fazlar ile sıvı fazın dengede olduğu üçlü bölgedir. 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 ince tabakalar halinde şekillenir ve ötektik yapı oluşur [16]. Ötektik yapının oluşumu; katılaşma hızı, sıcaklık gradyenti ve alaşımın bileşimine göre değişim gösterir. Şekil 2.8’de iki bileşenli bir ötektik sisteme ait faz diyagramı ve katılaşma yapısı verilmektedir.



Şekil 2.8. İki bileşenli ötektik sisteme ait faz diyagramı ve mikroyapı oluşumu [16].

Şekil 2.8’de 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 ; B metalinin α fazındaki çözünme sınırı, C_2 ; B metalinin α fazındaki en yüksek çözünme sınırı, C_3 ; A metalinin β fazındaki çözünme sınırı anlamına gelmektedir.

Faz diyagramında gösterilen C_0 ötektik bileşimindeki alaşım sistemi, sıvı halden soğuyarak, T_0 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].

Şekil 2.9’da arayüzey çözünen konsantrasyonuna ve aşırı soğumaya bağlı olarak α ve β lamellerinin oluşumu görülmektedir.

Şekil 2.9.a’da A bileşenince zengin olan α fazı katılırken, B atomları sıvı içerisine hareket ederek B bileşenince zengin olan β fazını oluşturmasının şematik gösterimi verilmiştir. Benzer şekilde β fazının önüne A atomları itilerek α fazı oluşur. Şekil 2.9.b’de ise B atomları α lamelleri önünde hafifçe artarken β lamellerinin önünde azalır.

Katı-sıvı arayüzeyindeki A ve B atomlarının kısa mesafe difüzyonu ile α ve β katı fazlarının oluşturduğu lamelsel yapılar ise Şekil 2.9.c'de verilmektedir. Bu lamelsel ötektiklerin genişliği büyüme hızı ve difüzyon hızına (α fazı önündeki B atomlarının β fazına geçiş hızı ve β fazı önündeki A atomlarının α fazına geçiş hızı) bağlıdır. Buna göre, katılaşma ne kadar hızlı gerçekleştirilirse, ötektik tane yapısı o oranda küçük olur [13].

$\alpha - \beta$ arayüzeyine ait yüzey geriliminin ($\gamma_{\alpha\beta}$) belirlenmesi ile de λ bulunabilir. Örneğin, bir mol sıvının katılaştırılmasıyla oluşan serbest enerji değişimi,

$$\Delta G(\lambda) = -\Delta G(\infty) + \frac{2\gamma_{\alpha\beta}V_m}{\lambda} \quad (2.1)$$

eşitliği ile verilir [13]. Burada $\Delta G(\lambda)$, ötektik mesafeye bağlı serbest enerji değişimi, $\Delta G(\infty)$, λ 'nın çok büyük değerleri için azalan serbest enerji değişimi ve V_m ötektik malzemenin molar hacmidir. $\Delta G(\lambda) > 0$ ise katılaşma olmaz. $\Delta G(\infty)$, arayüzey enerjisini dengelemek için yeterince büyük olmalıdır. Yani ötektik katı-sıvı arayüzeyi, ötektik denge sıcaklığı altında aşırı soğutulmalıdır. Eğer toplam alt soğuma ΔT_o ile tanımlanırsa, $\Delta G(\infty)$ yaklaşık olarak,

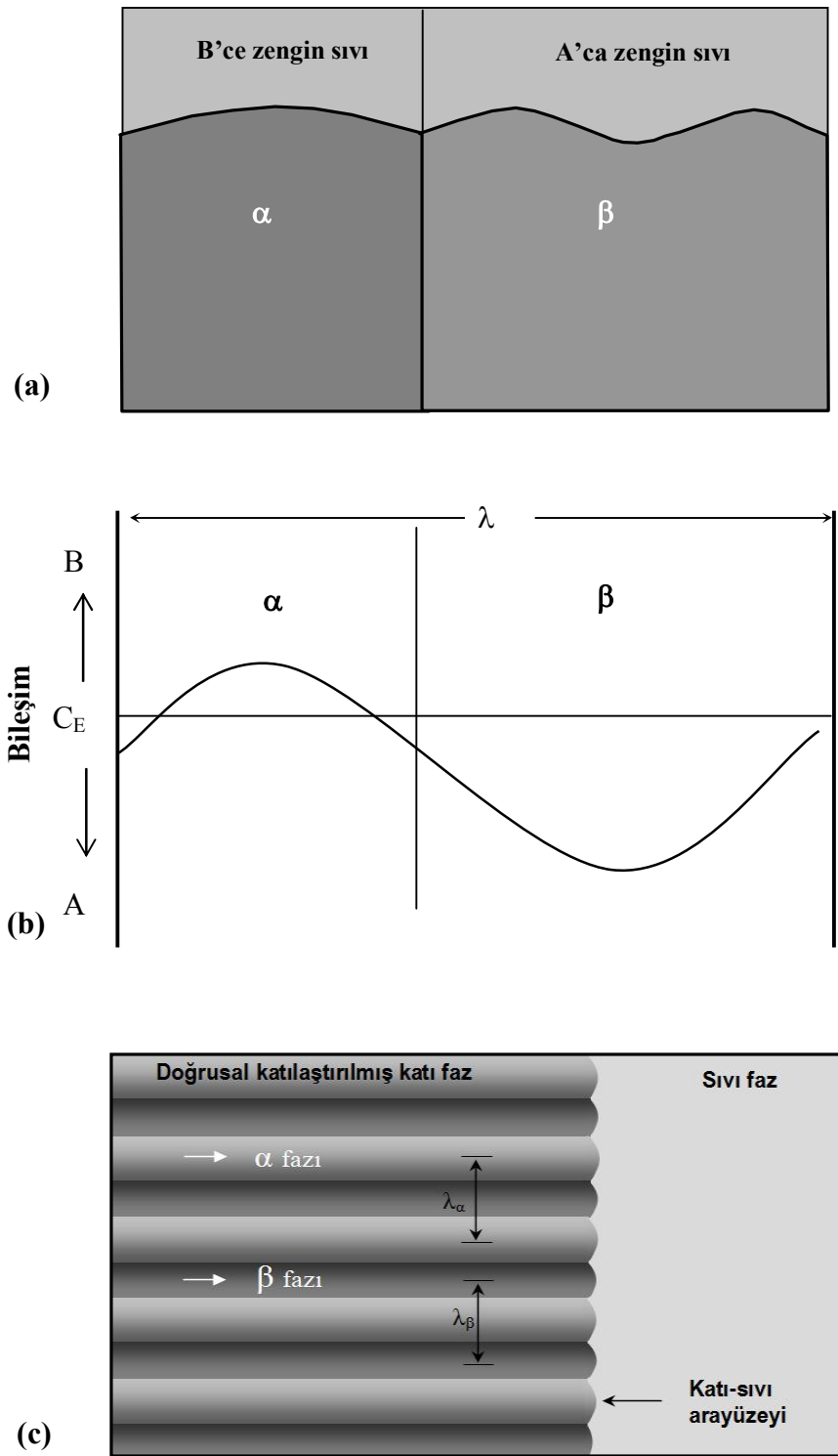
$$\Delta G(\infty) = \frac{\Delta H \Delta T_o}{T_E} \quad (2.2)$$

şeklinde ifade edilir. Burada ΔH , entalpi değişimidir. Lamelsel mesafenin alabileceği en küçük değer (λ^*) için, $\Delta G(\lambda^*) = 0$ olduğu göz önüne alınır,

$$\Delta G(\infty) = \frac{2\gamma_{\alpha\beta}V_m}{\lambda^*} \quad (2.3)$$

$$\lambda^* = \frac{2\gamma_{\alpha\beta}V_m}{\Delta G(\infty)} = \frac{2\gamma_{\alpha\beta}V_m T_E}{\Delta H \Delta T_o} \quad (2.4)$$

eşitliği bulunur [13].



Şekil 2.9. Lamelsel ötektik büyümenin şematik gösterimi [17]
 (a) Lamelsel büyümede katı-sıvı arayüzey şekli,
 (b) Katı-sıvı arayüzeyinde A ve B atomlarının bileşimi,
 (c) Lamelsel ötektik mesafeler.

2.2. Ötektik Yapılar ve Ötektik Yapıların Sınıflandırılması

Ötektik alaşımların kontrollü katılaştırılması ile oluşan mikroyapıların sınıflandırılması konusunda değişik görüşler ileri sürülmüştür [17-25]. Bu sınıflandırmalar çoğunlukla mikroyapıların morfolojik görünümüne bağlı olarak yapılmıştır.

Schiel [19] ötektik mikroyapıları normal ve anormal olmak üzere iki ana grupta incelemiştir. Bu sınıflandırmada, ötektik yapıdaki fazların dağılımında birbirlerine göre düzenlilik derecesi dikkate alınmıştır. Normal mikroyapılar sürekli bir ana faz (matrix) içerisine gömülmüş birbirine paralel lamelsel, çubuksal ve küresel kristallerden meydana gelmiştir. Anormal mikroyapılarda ise ötektik mikroyapıyı oluşturan fazların aynı hızda ve sıcaklıkta büyümediği ve fazların gelişigüzel yöneldiği yapılardan meydana gelmiştir.

Chadwick [20] ise ötektik yapıyı sürekli, süreksiz ve spiral olmak üzere üçe ayırmıştır. Sürekli yapılar, lamelsel ve çubuksal yapılardan meydana gelirken, süreksiz yapı bir ana faz içerisinde gelişigüzel dağılmış taneciklerden meydana gelmiştir. Spiral katılma şeklini gösteren ötektik yapılar ise aynı isimle anılmıştır. Bu sınıflandırma, optik mikroskopta incelenen numunelerin yüzeylerindeki yapıların şekilsel görünüşlerine göre yapılmıştır.

Hunt ve Jackson [17] tarafından geliştirilen ve ötektik mikroyapıyı oluşturan fazların erime entropilerine dayanan sınıflandırma, ikili ötektik alaşımların katılmasıyla ortaya çıkan mikroyapıları üç gruba ayırmıştır. Bu yapılan sınıflandırmaya ait mikroyapı oluşumları Şekil 2.10'da şematik olarak gösterilmektedir. Bunlar,

a) Düzlemsiz-Düzlemsiz (Nonefaceted-Nonefaceted) Ötektikler; Her iki elementin erime entropisi düşüktür ve sadece düzenli lamelsel (regular lamellar) veya fiber şeklinde mikroyapılar oluşur. Metal-metal ötektik alaşımlarda gözlenir (Sn-Pb, Al-Zn).

b) Düzlemsiz-Düzlemlili (Nonefaceted-Faceted) Ötektikler; Elementlerden birisi düşük diğeri ise yüksek erime entropisine sahiptir. Bu tür alaşımlarda düzensiz veya kompleks düzenli mikroyapılar görülür. Metal-ametal ötektik alaşımlarda gözlenir (Al-Si, Fe-C).

c) Düzlemlili-Düzlemlili (Faceted-Faceted) Ötektikler; Bu tür ötektiklerde hiçbir düzenli yapı oluşmaz. Bu tür mikroyapı, sadece organik ötektiklerde (Azobenzen-Benzil),

bazı yarı metallerde (Bi, Si, Ge) veya erime entropisi yüksek intermetalik bileşiklerde görülür.

Crocker ve ark. [21,22], Hunt ve Jackson'un [17] ortaya attıkları modeli geliştirerek ötektik yapıları daha anlamlı bir şekilde sınıflandırmışlardır. Buna göre ötektik fazların düzlemlili olup olmaması, ötektik sıcaklıktaki dönüşüm entropisine bağlıdır. Katı-sıvı dönüşüm entropisi $\Delta S_\alpha \geq 23 \text{ J.mol}^{-1}\text{K}^{-1}$ olduğu durumda, faz düzlemlidir ve normal ötektikle anormal ötektik birbirinden ayrılır.

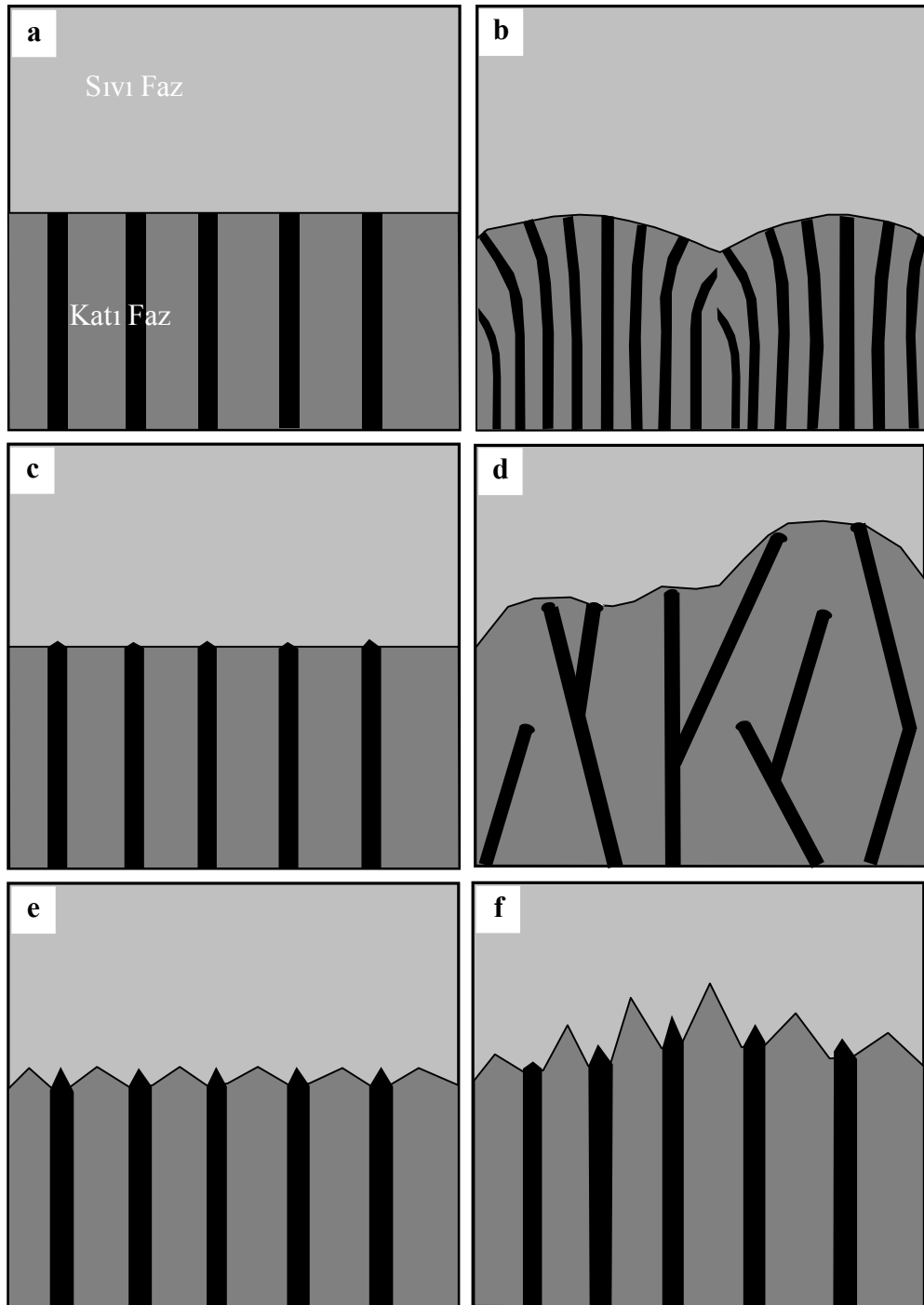
Normal ve özellikle anormal ötektiklerde yapılar, düzlemlili fazın hacim oranı V_F , katılma hızı, sıcaklık gradyenti ve bileşime bağlı olarak değişir. Crocker ve ark. [21,22] ötektikleri aşağıda ayrıntıları verilen *normal* ve *anormal* olmak üzere iki ana grupta incelemişlerdir.

2.2.1. Normal Ötektikler

Normal ötektiklerde, her faz düşük bir dönüşüm entropisine sahip olup, çekirdeklenmeden sonra pürüzlü bir katı-sıvı arayüzeyi boyunca büyüme görülür. Çok az bir alt soğuma ile α ve β lamelleri veya ana faza çökelmiş çubuksal yapılar oluşur. Bu yapılar normal ötektiklerin en genel özelliğidir. Denge şartlarında, sıvıda bir bileşim gradyenti vardır. Bu bileşim gradyenti katı-sıvı arayüzeyinden yayılan A ve B atomlarınca oluşturulur. Bu yüzden lamelsel veya çubuksal kristaller arası mesafe (λ_E) korunur [23]. Normal ötektik mikroyapılar kendi içerisinde ikiye ayrılır [21,22]. Bunlar;

a) Lamelsel; Uzun mesafeler boyunca uzanan düzenli fakat kristal hatalarıyla kesilen birbirine paralel lameller şeklindeki kristallerden oluşan mikroyapıdır.

b) Çubuksal; Uzun mesafeler boyunca uzanan ve katılma yönü doğrultusunda birbirine paralel olarak yönelmiş düzenli fiber şeklindeki kristallerden oluşan levhasal mikroyapıdır. Yapı düzenlidir fakat ana faz içerisinde dik kesiti çok köşeli ve çubuksaldır.



Şekil 2.10. Doğrusal katılaştırılmış ötektik alaşımlara ait farklı yapılar

- (a) Düzlemsiz/Düzlemsiz (Nf/Nf), düzlemsel arayüzey,
- (b) Düzlemsiz/Düzlemsiz (Nf/Nf), eğrisel arayüzey,
- (c) Düzlemsiz/Düzlemlı (Nf/F), düzlemsel arayüzey,
- (d) Düzlemsiz/Düzlemlı (Nf/F), eğrisel arayüzey,
- (e) Düzlemlı/Düzlemlı (F/F), düzlemsel arayüzey,
- (f) Düzlemlı/Düzlemlı (F/F), eğrisel arayüzey.

2.2.2. Anormal Ötektikler

Anormal ötektik yapı, ticari bakımdan çok önemli olan Al-Si ve C-Fe alaşımlarında görülür. Fazlardan biri düzlemlile karaktere sahip olduğundan, normal ötektiğe göre çok farklı ve karmaşık mikroyapısal özellik gösterir. Düzlemlile fazlarda kinetik alt soğuma ΔT_k büyük olduğundan ötektik büyüme yavaş olur. Dolayısıyla sıcaklık dalgalanmaları dengelenemez. Kinetik engelin aşılmasındaki zorluklardan dolayı düzensiz ve farklı yapılar oluşur. Düzlemlile fazın büyümesi için katı-sıvı arayüzeyinde büyüme tabakalarının oluşması gerekir. Bu tabakalar ve iki boyutlu çekirdeklenme, yüzeyde oluşan düzensizliklerden kaynaklanır. Bu düzensizliklerin oluşumu ise büyük ölçüde alt soğumaya bağlıdır. Düzlemlile fazın farklı kristal büyüme özelliği, anizotropik karakteri, diğer faz ile eş-zamanlı büyümemesi, anormal ötektiklerin çok farklı yapılara sahip olmasına neden olur [23].

Eğer düzlemlile-düzlemsiz ötektik bir sistemde, düzlemlile fazın hacim oranı V_F , düzlemsiz fazın hacim oranı V_{NF} 'den küçük ise kesikli lamelsel (broken lamellar) yapılar oluşur. Bu oluşumun nedeni, düzlemlile olmayan fazın, düzlemlile olan fazın büyümesini nispeten veya tamamen engellemesinden kaynaklanır. Düzlemlile fazın hacim oranı, biraz daha artırılırsa düzlemlile olmayan faz, düzlemlile fazı büyüme esnasında sık sık kuşatır ve sıvı ile temasını kısmen keser. Bu engellemeyi aşmak için düzlemlile faz, dallanmalar ve farklı yönelimler gösterir. Eğer V_F artırılırsa, düzlemlile faz atomları katı-sıvı arayüzeyinde birikim gösterir. Bu arayüzey birikimi, yapısal alt soğumaya sebep olur ve karmaşık düzenli yapı meydana gelir. V_F , matris yani ana faz oluşturacak kadar çoksa, mikroyapı düzlemlile olmayan fazın yarı düzenli dağılımından oluşur. Katılaştırma hızı ve sıvı sıcaklık gradyenti bu oluşumda önemli rol oynar. Yüksek G/V şartlarında katılaştırma, düzlemlile fazın çevrenmesini önler ve izotermal katı-sıvı arayüzeyi oluşur. Eğer arayüzey büyüme hızı (V) artarsa (düşük G/V şartında) izotermal arayüzey bozulur, bu ise düzlemsel fazın diğer faz tarafından çevrenmesine ve düzensiz yapı oluşumuna yol açar [23]. Anormal ötektik mikroyapılar kendi içerisinde altıya ayrılır [21,22]. Bunlar;

a) Fleyk (Flake) Yapı; Uzun mesafeler boyunca düzenli olmayan, dallanmış veya dallanmamış levhasalardan oluşan kuru yaprak veya 'mısır gevreği' şeklindeki kristallerden oluşan mikroyapılardır.

b) Kesikli Lamelsel (Broken Lamellar) Yapı; Kesikli levhaların oluşturduğu düzenli sayılabilecek mikroyapılardır.

c) Lifli (Fibrous) Yapı; Uzun mesafeler boyunca düzensiz olarak uzanan ve birbiri ile bağlantılı çok ince fiberlerden oluşan mikroyapılardır.

d) Karmaşık Düzenli (Complex Regular) Yapı; Çok küçük bir hacim içerisinde ve genellikle spiral biçimli birbirine paralel düzenli levhalardan oluşan mikroyapılardır.

e) Çin Yazısı (Chinese Script) Yapı; Birbirinden ayrı, küçük ve ince bir şekilde dallanmış mikrodüzlemlerle levhalardan oluşan mikroyapılardır.

f) Yarı Düzenli (Quasi Regular) Yapı; Erime entropisi yüksek bir ana faz içindeki düzlemsiz fazın levha veya fiber şeklindeki kristallerinden oluşmuş mikroyapılardır. Bu yapı, üçüncü bileşen ilavesi ile veya özel katılaştırma şartlarında elde edilebilir.

Ötektik alaşımların özelliklerinden en iyi şekilde yararlanabilmek için, alaşımlar sabit katılaştırma hızı farklı sıcaklık gradyentlerinde ve sabit sıcaklık gradyenti farklı katılaştırma hızlarında tek yönlü olarak katılaştırılırlar. Ötektik alaşımların tek yönlü katılaştırılması, mekanik ve elektronik özelliklere sahip mikron düzeyinde yapılar oluşmasına sebep olduğu için makina parçasından, elektronik elemanlara kadar teknolojinin birçok alanda uygulanmaktadır [24]. Kraft and Albright [24] tek yönlü katılaştırılmış ötektiklerin mikroyapısal özelliklerini incelemişler ve bazı ötektiklerin, iyi ısıl kararlılık sağladığını ifade etmişlerdir. Graham and Kraft [25] katılma boyunca gelişen lamelsel kusurları tespit etmişler ve bu kusurların mikroyapılar üzerinde kabalaşma, direncini azaltma gibi etkilerinin olduğunu göstermişlerdir.

Bu ve benzeri çalışmalarla kararlı durumdaki ötektik katılaştırmanın deneysel ve teorik incelemeleri hız kazanmıştır. Bu alanda yapılan çalışmalar ve araştırmalar sonucunda bileşim (C), sıcaklık gradyenti (G) ve katılaştırma hızının (V), yapısal kusursuzluk, faz kararlılığı ve lamelsel mesafeler üzerine oldukça önemli etkilerinin olduğu ortaya konulmuştur. Bu nedenle ötektik sistemler için (C_E sabit) G ve V katılma parametreleri değiştirilerek λ_E 'nin değişimini incelemek önem kazanmıştır. Son yıllarda ötektik katılma üzerine yapılan deneysel ve teorik çalışmalar üç veya daha çok bileşenli sistemler üzerinde yoğunlaşmaya başlamıştır.

2.3. Ötektik Katılaştırma için 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. Ayrıca son zamanlarda Wilde-Froyen-Witusiewicz-Hecht (WFWH) tarafından üçlü ötektik alaşımlardan iki faz büyümesi durumunda mikroyapı parametresinin tespiti üzerine bir teorik model geliştirilmiştir. Bu modeller aşağıda ayrıntılı olarak verilmektedir.

2.3.1. Jackson-Hunt (J-H) Modeli

Ötektik mesafelerin tespiti üzerine ilk kapsamlı model, Jackson-Hunt [30] tarafından, lamelsel ve çubuksal ötektikler için geliştirilmiştir. İleri sürülen bu modelde, lamelsel veya çubuk (rod) biçimindeki ötektiklerin kararlılığı için gerekli şartlar, alt soğuma (ΔT), katılaştırma hızı (V) ve ötektik mesafe (λ_E) arasındaki ilişkileri oldukça iyi açıklanmaktadır. Alt soğuma (ΔT) için bulunan bağıntı,

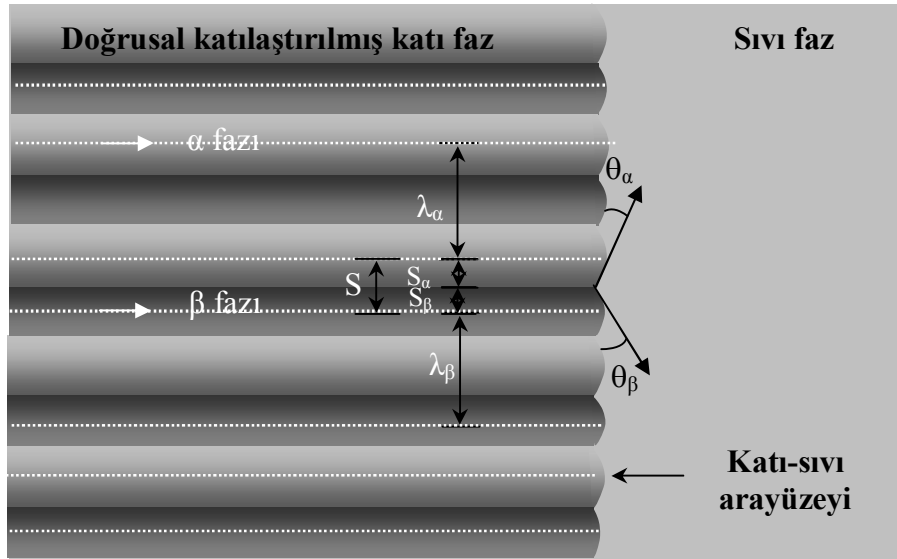
$$\Delta T = K_1 \lambda_E V + K_2 / \lambda_E \quad (2.5)$$

şeklindedir. Burada K_1 ve K_2 sistemin fiziksel parametreleridir ve

$$K_1 = m P C_o / f_\alpha f_\beta D \quad \text{ve} \quad K_2 = 2m\delta \sum_i \Gamma_i \sin \theta_i / m_i f_i \quad i = \alpha, \beta \quad (2.6)$$

şeklinde ifade edilmektedir [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 2.14'te gösterilmektedir. δ parametresi lamelsel büyütme için 1'e, çubuksal büyütme için $2\sqrt{f_\alpha}$ 'ya eşittir [31]. Denklem (2.6)'daki P ise, Peclet sayısı olarak bilinir ve aşağıdaki gibi tanımlanır;

$$P = \left\{ \begin{array}{ll} 0,3383 (f_\alpha f_\beta)^{1,661} & \text{Lamelsel ötektikler için} \\ 0,167 (f_\alpha f_\beta)^{1,25} & 0 \leq f_\alpha \leq 0,3 \text{ Çubuksal ötektikler için} \end{array} \right\} \quad (2.7)$$



Şekil 2.11. Temas açıları ve ötektik yapının şematik gösterimi.

J-H ötektik mesafelerin hangi şartlarda kararlı olacağını analizini de yaparak, kararlı ötektik mesafe aralığının Şekil 2.12’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 için aşağıdaki bağıntıları çıkarmışlardır.

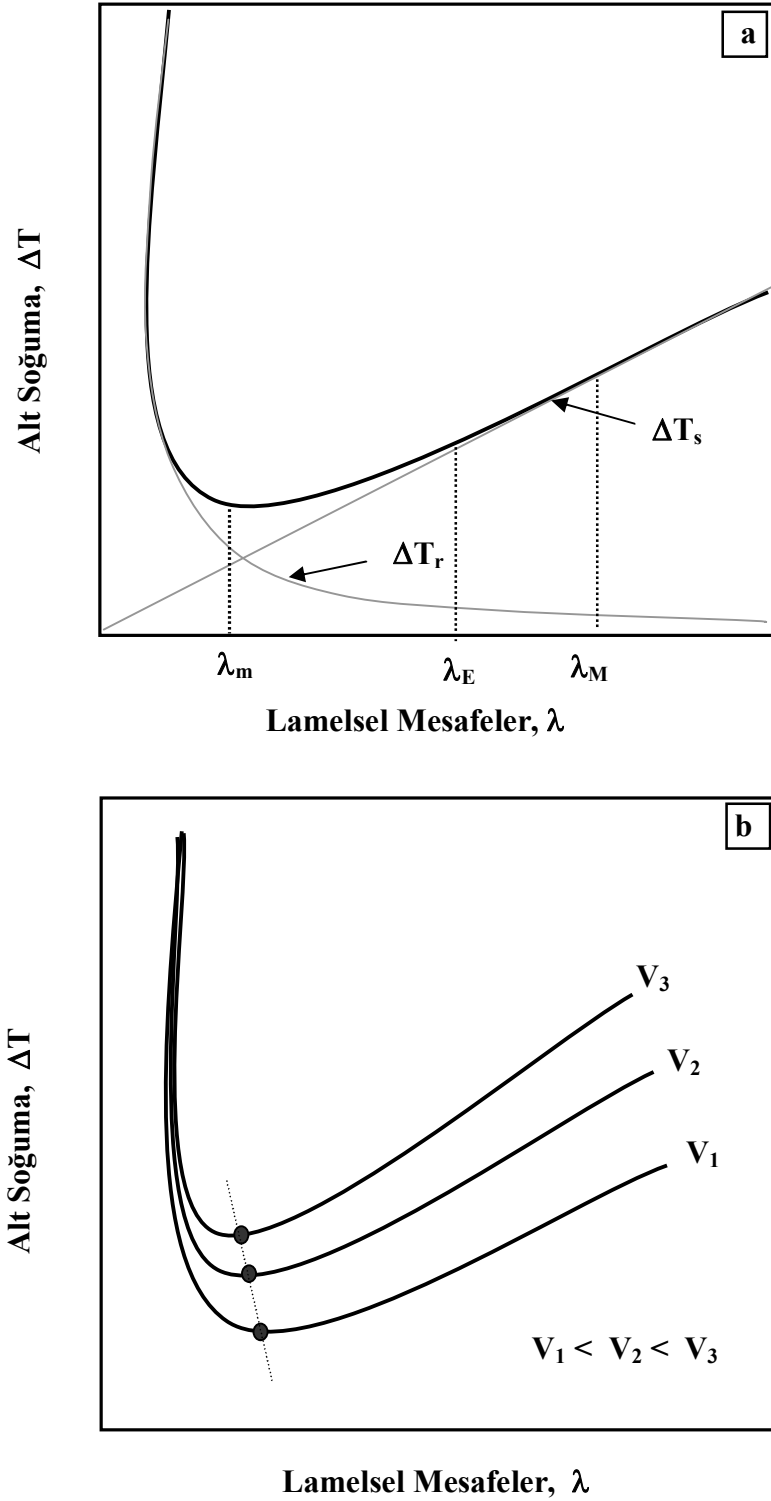
$$V\lambda_m^2 = \frac{K_2}{K_1} \quad (2.8)$$

$$\Delta T = [2\sqrt{K_1 K_2}]V^{1/2} \quad (2.9)$$

Bu modelin iki önemli sonucu vardır. Bunlar,

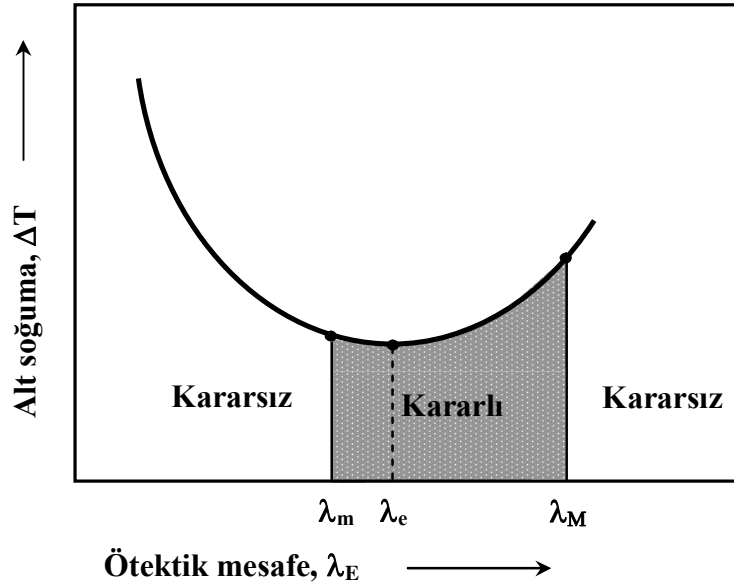
- 1- Verilen bir hız için eğer ötektik mesafe λ_m ve λ_M ile gösterilen alt ve üst limitler arasında ise, bu ötektik mesafe karardır (Şekil 2.13).
- 2- Eğer ötektik mesafe karardır ise yani λ_m ile λ_M arasında ise aşağıdaki genel ifade yazılır.

$$V\lambda_{E_j}^2 = \text{sabit} \quad j = m \text{ veya } M \quad (2.10)$$



Şekil 2.12. Jackson-Hunt modelinin öngördüğü alt soğuma ile lamelsel mesafeler arasındaki ilişkinin şematik gösterimi (a) Eğriliğin ve çözünürlüğün etkisi, (b) Farklı hızlarda alt soğumaya karşı lamelsel mesafelerin değişimi.

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.



Şekil 2.13. Sabit hızda ötektik mesafe ile ortalama arayüzey alt soğumasının ilişkisi ve kararlı-kararsız bölgeler [30].

2.3.2. Trivedi-Magnin-Kurz (TMK) Modeli

Jackson-Hunt [30] tarafından ötektik katılaşırma 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) [32] yüksek hız bölgeleri için J-H modelini genişletmişlerdir. Bir çok ötektik sistem yüksek hızlarda (hızlı katılaşırma) büyütülebilmektedir. Bu nedenle dengesel olmayan etkenler, arayüzey üzerinde önemli etkiler oluşturmaktadır. TMK modeline göre hacimsel büyütme oranı;

$$\lambda_E^2 V = \phi^2 K_2 / K_1 \quad (2.11)$$

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

$$\Delta T / \sqrt{V} = \left(\phi + \frac{1}{\phi} \right) \sqrt{K_1 K_2} \quad (2.12)$$

$$\lambda_E \Delta T = (\phi^2 + I) K_2 \quad (2.13)$$

olarak ifade edilmiştir. Burada K_1 ve K_2 sabitleri daha önce J-H modelinde tanımlanmıştır. Bu sabitlerin denklem (2.11)'de yerine yazılmasıyla elde edilen bağıntı,

$$\lambda_E = \phi \left[\frac{2D}{P \Delta C_o V} \sum_i \left(\frac{\Gamma_i \sin \theta_i}{m_i f_i} \right) \right]^{0.5} \quad i = \alpha, \beta \quad (2.14)$$

şeklinde verilir [32]. Burada ΔC_o arayüzeydeki α ve β fazları arasındaki bileşim farkıdır. Denklem (2.14) TMK modelinin öngördüğü lamelsel mesafelerin değerini vermektedir.

2.3.3. Wilde-Froyen-Witusiewicz-Hecht (WFWH) Modeli

Jackson-Hunt modeli ikili alaşım sistemlerinde ötektik büyütme durumunda mikroyapı parametresinin belirlenmesinde oldukça başarılı ve kabul görmüş bir modeldir. İkili ötektik alaşımlar için geliştirilen bu model Wilde-Froyen-Witusiewicz-Hecht (WFWH) tarafından üçlü alaşımlardan tek yönlü katılaştırma neticesinde iki ötektik fazın lamelsel ve düzenli büyümesi durumunda mikroyapı parametresinin belirlenmesi için genişletmiştir [83]. WFWH modeline göre üçlü alaşımdan iki faz büyümesi durumunda

$\lambda_E^2 V$ değeri;

$$\lambda_E^2 V = \frac{I}{\sum_{i=1}^{\infty} \frac{\sin^2(i\pi f_\alpha)}{i^3 \pi^3}} \left[\frac{\Gamma_\alpha \sin \theta_\alpha}{\frac{|m_B^\alpha|}{D_B} |C_B^\alpha + C_B^\beta| + \frac{|m_C^\alpha|}{D_C} |C_C^\alpha + C_C^\beta|} + \frac{\Gamma_\beta \sin \theta_\beta}{\frac{|m_A^\beta|}{D_B} |C_B^\alpha + C_B^\beta| + \frac{C_C^\alpha + C_C^\beta}{D_C} + \frac{|m_C^\beta|}{D_C} |C_C^\alpha + C_C^\beta|} \right] \quad (2.15)$$

şeklinde ifade edilmektedir. Burada A , B , C alaşımı oluşturan farklı bileşenleri, α ve β ise katılaştırma neticesinde ortaya çıkan fazları temsil etmektedir. WFWH elde ettikleri bu değeri test etmek amacıyla Al-Cu-Ag alaşımını farklı hızlarda tek yönlü katılaştırarak $L \rightarrow \alpha(Al) + \theta(Al_2Cu)$ fazlarının ikili ötektik büyümesini elde ettiler. Bu deneysel çalışmadan elde ettikleri ötektik mesafe değerlerinin teorik olarak geliştirdikleri modelden hesaplanan ötektik mesafe değerlerine oldukça yakın olduğunu tespit ettiler [83]. Ayrıca bu araştırmacılar kararlı durum için J-H modelinin öngördüğü $\lambda_E^2 V = \text{sabit}$ eşitliğinin üçlü alaşımlardan iki faz büyümesi durumu için de başarılı sonuç verdiğini, bu eşitlikteki *sabit* değerinin sadece seçilen alaşımın fiziksel sabitlerine bağlı olduğunu tespit etmiştir [83].

Üçlü ötektik alaşımlarda üç ayrı fazın büyümesi durumunda ötektik mesafe değerlerini öngören herhangi teorik model henüz geliştirilememiştir.

2.4. Sertlik

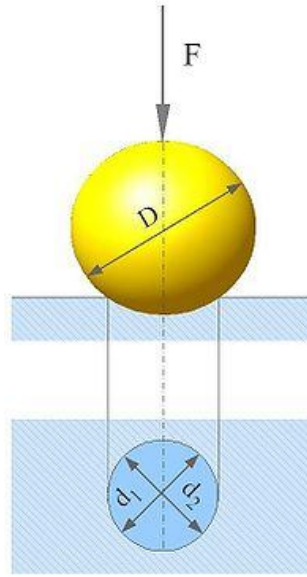
Malzemelerin sertliğinin ölçülmesi endüstride büyük önem taşır. Sertlik, dayanım ve aşınma direncine bağlı bir özelliktir. Bir malzemenin yüzeyine batırılan bir cisme, malzemenin gösterdiği dirence o malzemenin *sertliği* veya *mikrosertliği* denir.

Bir malzeme ne kadar sert ise dayanımı o kadar yüksektir 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. Bunlar,

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

2.4.1. 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 2.14'te Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.14. Brinell sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi.

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

$$H_B = \frac{\text{Uygulanan yük (kgf)}}{\text{İz yüzeyi (mm}^2\text{)}} \quad (2.16)$$

$$H_B = \frac{2F}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (\text{kgf / mm}^2) \quad (2.17)$$

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

2.4.2. 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 uygular. 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 [33,34].

2.4.3. Knoop Sertlik Ölçme Yöntemi

Mekaniksel sertlik ölçme yöntemlerinden biri olan Knoop sertlik ölçme yöntemi, özellikle çok ince ve kırılğan 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;

$$H_K = \frac{\text{Uygulanan Yük}}{\text{İz Alanı}} = \frac{P}{C_p L^2} \quad (\text{kgf} / \text{mm}^2) \quad (2.18)$$

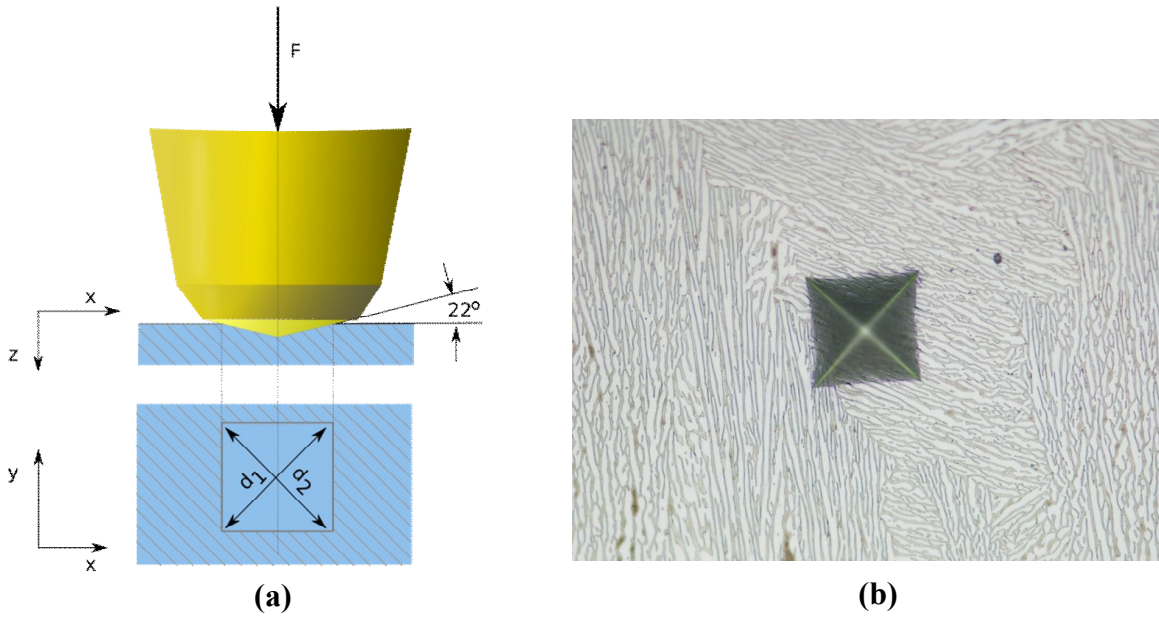
Burada L ; numune üzerindeki izin aksel uzunluğu, C_p ; düzeltme faktörü (izin şekline bağlıdır ve genellikle 0.070279 değeri kullanılır) ve P ; uygulanan yük miktarıdır.

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 [84].

2.4.4. 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 2.15'da Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi ve batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı verilmiştir.



Şekil 2.15. (a) Vickers sertlik ölçüm metodunun şematik gösterimi,
(b) Batıcı ucun numune yüzeyinde bıraktığı izin fotoğrafı [39].

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

$$H_V = \frac{2F \sin(\theta / 2)}{g \cdot d^2} \quad (\text{kgf} / \text{mm}^2) \quad (2.19)$$

Burada, F ; uygulanan yük, g ; yer çekim ivmesi, d ($d^2=d_1.d_2$); 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 [16,33-34].

Bazı araştırmacılar [85-87] 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;

$$H_V = H_o + k V^m \quad (2.20)$$

$$H_V = H_o + k \lambda_E^{-n} \quad (2.21)$$

Burada λ (mm); lameller arası mesafe, V (mm/s); katılma hızı, k ; bileşime bağlı sabit, H_o (kg/mm^2); malzemenin ilk sertlik değeri ve H_V (kg/mm^2); kontrollü olarak katılaştırılan malzemenin sertlik değeridir.

2.5. Ötektik Katılma Üzerine Yapılan Deneysel Çalışmalar

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

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

Jordan ve Hunt [88] değişik bileşimde hazırladıkları Pb-Sn ve Al-CuAl₂ alaşımlarını 2 mm çapında alümina tüplere doldurarak, bu numuneleri su soğutmalı Bridgman tipi katılma fırınında senkronize bir motorla sıcak bölgeden soğuk bölgeye doğru çekerek katılaşmışlar ve ani soğutma (quench) yapmışlardır. Araştırmacılar deneylerini 1.1-25 $\mu\text{m/s}$ katılma 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 [88].

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 [30] modeli ile uyumlu çıkmıştır. Aynı alaşım sistemi üzerine bazı araştırmacılar da [89,90] bu sonuçlara yakın değerler elde etmişlerdir.

Clark ve Elliott [89] 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 $\mu\text{m}/\text{s}$ hız aralığında ötektik yapılar elde etmişlerdir. Düşük katılaştırma hızlarında $\lambda_E^2 V = \text{sabit}$ bağıntısından sapma olduğunu gözlemlenmiş ve lamelsel-çubuksal geçişi ispatlamışlardır. Yapılan bu çalışmada elde edilen deneysel bağıntılar Tablo 2.2’de verilmektedir.

Ordjini-Liu ve Elliott [90] 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.

Ordjini-Liu ve Elliott [90] %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. Bu ölçülen değerler ile J-H modelinin öngördüğü değerler Tablo 2.3’de verilmektedir.

Tablo 2.2. Farklı bileşimdeki Cd-Sn alaşımları için elde edilen $\lambda_E^2 V$ bağıntıları [89].

Bileşim Sn (ağ. %)	$\lambda_E^2 V$ ($\mu\text{m}^3/\text{s}$)
63.5	3.03
65.2	3.05
66.5	3.10
67.7	3.46
70.0	3.29

Tablo 2.3. Al-CuAl₂ alaşımında sabit bileşimde deneysel λ_E ile teorik λ_E değerlerinin karşılaştırılması [90].

Katılaştırma Hızı ($\mu\text{m}/\text{s}$)	Deneysel Değerler (μm)			Teorik Değerler (J-H) (μm)		
	λ_m	λ_{ort}	λ_M	λ_{ext}	λ_{msc}	λ_M
21.6	20.5	24.0	27.3	22.0	32.0	48.0
108	9.6	11.2	12.6	10.0	14.6	21.5
300	5.8	7.0	8.2	6.0	8.8	12.9
432	4.6	5.6	6.6	5.0	7.3	10.7
600	4.2	4.8	5.6	4.2	6.2	9.1

Ordjini ve ark. [90] 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 [91] 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.

M. Gündüz ve ark. [92] Bi-Cd ötektik alaşımını, %99.9 saflıktaki Bi ve Cd 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. Tespit ettikleri deneysel sonuçlar Tablo 2.4’de verilmektedir.

Tablo 2.4. Bi-Cd ötektik alaşımında sabit sıcaklık gradyenti, farklı katılaştırma hızlarında bulunan λ_E ve $\lambda_E^2 V$ değerleri [92].

Alaşım	G (K/mm)	V ($\mu\text{m/s}$)	λ_E (μm)	$\lambda_E^2 V$ ($\mu\text{m}^3/\text{s}$)	Ref.
Bi-Cd	4.74	8.33 – 167.32	0.50 – 1.89	39.059	[YK5]

Çadırılı ve ark. [96] %99.9 saflıktaki Al ve Cu metallerini (Al-%33Cu (ağ.)) 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 $\mu\text{m/s}$, 10-12 cm kadar katılaştırarak ani soğutma yapmışlardır. Elde ettikleri deneysel sonuçlar Tablo 2.5’de verilmektedir.

Tablo 2.5 Al-Cu ötektik alaşımında sabit sıcaklık gradyenti, farklı katılaştırma hızlarında bulunan λ_E ve $\lambda^2 V$ değerleri [93].

Katılaştırma Zamanı (s)	G (°C/cm)	V ($\mu\text{m/s}$)	ΔT (°C)	λ_E (μm)	$\lambda_E^2 V$ ($\mu\text{m}^3/\text{s}$)
250-10609	58.4	9.5- 483.2	0.06-2.82	0.78-5.26	156.0

2.5.2. $\lambda = kV^{-n}$ ve $\lambda = kG^{-m}$ Tipindeki Bağlılar

Piatti ve Pellegrini [94] 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 $\mu\text{m/s}$ katılaştırma hızlarında Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınında katılaştırarak ani soğutma yapmışlardır. Elde ettikleri deneysel sonuçlarla, $\lambda = kV^{-0.45}$ ($k = 2.5 \mu\text{m}^{1.45} \text{s}^{-0.45}$) şeklinde bağıntı bulmuşlardır [194].

Kaya [13] 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

hızlarındaki 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) dökümüş 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 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 2.6'da verilmektedir.

Tablo 2.6. Sn-Zn, Pb-Cd, Al-Si, Bi-Cd ötektik alaşımlarında sabit sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında bulunan $\lambda = kV^{-n}$ bağıntıları [13].

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

2.5.3. $H_V = kV^m$ ve $H_V = k\lambda^{-n}$ Tipindeki Bağıntılar

Ötektik alaşımlarda mikrosertlik ölçümleri üzerine bazı araştırmacılar [85-87] katılaştırma parametreleri ile mikroyapı parametresi ve mikrosertlik değerinin nasıl bir değişim gösterdiğini araştırmış ve bazı bağıntılar elde etmişlerdir. Bu kesimde bu çalışmaların bazıları özetlenmiştir.

Yılmaz ve Elliott [85] yaptıkları çalışmada %99.999 saflıktaki Al ve Si metalleri (Al-%14-17Si (ağ.)) argon ortamında eriterek hazırladıkları Al-Si alaşımlarını, 6 mm iç çapında ve 30 cm uzunluğundaki alümina tüplere doldurmuşlardır. Elde ettikleri numuneleri Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınında, 125 $^{\circ}\text{C/cm}$ sıcaklık gradyenti ve 1-1500 $\mu\text{m/s}$ katılaştırma hızlarında katılaştırarak ani soğutma yapmışlardır. Farklı

katılaştırma şartlarında elde ettikler numunelerde gözlemlenen farklı mikroyapıların (fleyk, lifli ve karışık düzenli) mikrosertlik ölçümlerini yapmışlardır. Buldukları deneysel sonuçlar Tablo 2.7’de verilmektedir.

Tablo 2.7. Al-Si alaşım sistemi için farklı mikroyapılara ait mikrosertlik değerleri [85].

Çekme Hızı V (µm/s)	Karmaşık Düzenli H _V (kg/mm ²)	Lifli Yapı H _V (kg/mm ²)	Fleyk Yapı H _V (kg/mm ²)
1.1		50, 63	
1.4		50	
1.5		60	
3.8			55, 60, 69
9.1		55	65
9.5		76	
10	87, 95		
11		60	
12.6	87		58, 66
18.2			55, 63, 73
22.9			58
30.2		68	
36.3		60	55
38	93		
45.9		56	
47.8		63	
72.4			60
83			65
87			58
99			63, 71
120		60	
288			58, 73
363			58
524			73
575		73	62
645			
912			72
1096		74	
1174		85	62
1318		79	

Yılmaz ve Elliott [85] Tablo 2.10’deki deneysel sonuçları kullanarak mikrosertlik (H_V) ile katılaştırma hızı (V) arasında, $H_V = H_o + kV^m$, ($m = 0.04$) tipinde bağıntı elde etmişlerdir. Aynı çalışmada mikrosertlik ile yapı parametresi (λ_E) arasında ise $H_V = H_o + k\lambda_E^{-n}$ (köşeli silisyum yapı için $n = 0.50$, lifli, fleyk ve karışık düzenli yapı için $n = 0.08$) tipinde bağıntılar elde etmişlerdir [85].

Liu ve ark. [86] %99.995 saflıktaki Zn, %99.99 saflıktaki Al ve Mg metallere 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 katılaştırma fırınında kontrollü katılaştırarak ani soğutma yapmışlardır. Elde ettikleri numunelerin boyuna ve enine kesitlerini hem optik hem de taramalı elektron mikroskopunda (*SEM*) incelemiştirler. Farklı katılaştırma şartlarında ürettikleri numunelerin mikrosertlik ölçümlerinde 100 g'lık kütleler kullanmışlardır. Çalışmalarında 300 °C'de Zn-Mg (Zn-%3.1Mg (ağ.)) ve 350 °C'de Zn-Al (Zn-%5Al (ağ.)) alaşımları için lamelsel mesafe ile mikrosertlik değerlerinin incelemiştirler. Buldukları deneysel sonuçlar Tablo 2.8'de verilmektedir.

Tablo 2.8.a. Zn-Mg alaışımının (300 °C) λ_E ve H_V değerleri [86].

Tavlama Zamanı (saat)	V= 0.05 cm/s		V= 0.1 cm/s	
	H_V (kg/mm ²)	λ_E (μ m)	H_V (kg/mm ²)	λ_E (μ m)
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 2.8.b. Zn-Al alaışımının (350 °C) λ_E ve H_V değerleri [86].

Tavlama Zamanı (saat)	V= 0.01 cm/s		V= 0.1 cm/s	
	H_V (kg/mm ²)	λ_E (μ m)	H_V (kg/mm ²)	λ_E (μ m)
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. [86] buldukları deneysel sonuçları kullanarak, $Zn(\alpha)$ - Mg_2Zn_{11} için $H_V = H_o + k \lambda_E^{-0.5}$, ($H_o = 141 \text{ kg.mm}^{-2}$, $k = 1.9 \text{ kg.mm}^{-3/2}$), $Zn(\alpha)$ - $Al(\beta)$ için, $H_V = H_o + k \lambda_E^{-0.5}$, ($H_o = 61 \text{ kg.mm}^{-2}$, $k = 0.46 \text{ kg.mm}^{-3/2}$) şeklinde bağıntılar elde etmişlerdir [86].

Khan ve ark. [87] yaptıkları çalışmada %99.999 saflıktaki Al ve Si metalleri Al-%12Si (ağ.) ve Al-%14.6Si (ağ.) bileşimlerinde argon ortamında eriterek 200 mm uzunluğunda 7 mm iç 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. [91] 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. [95] yüksek saflıkta (%99.99) alüminyum ve silisyumu vakum altında eriterek Al-Si ötektik alaşımını (Al-%12.6Si (ağ.)) hazırladılar. Bu alaşımı sabit sıcaklık gradyenti ($G=7.8 \text{ K/mm}$), 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 ($G=2.0-7.8 \text{ K/mm}$) Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını 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. Elde ettikleri sonuçlar Tablo 2.9'da verilmektedir.

Kaya ve ark. [96] yüksek saflıkta (%99.99) Pb-Cd, Sn-Zn ve Bi-Cd ötektik alaşımını hazırladılar. Her bir ötektik alaşım sistemini farklı katılaştırma parametrelerinde Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını 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 2.10’te verilmektedir.

Tablo 2.9. Al-%12.6Si (ağ.) alaşımında katılaştırma parametreleri ile mikrosertlik değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar [96].

Katılaştırma Parametreleri		Mikrosertlik Değerleri		Bağıntılar	Korelasyon Katsayısı (k)
G (K/mm)	V (µm/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.

Tablo 2.10. Pb-Cd, Sn-Zn ve Bi-Cd ötektik alaşımında katılaştırma parametreleri ile mikrosertlik değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar [96].

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

Son zamanlarda mikrosertlik ölçüm çalışmaları üç bileşenli sistemler üzerine yoğunlaşmaya başlamıştır [97-104]. Sun ve ark. [97] Sn-%3.8Ag-%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 2.11’de verilmektedir. Bu çalışma sonucunda Sun ve ark. [97] sıcaklık arttıkça malzemelerin mikrosertlik değerlerinin azaldığını tespit etmişlerdir.

Tablo 2.11. Sn-Ag-Cu ötektik alaşımında farklı sıcaklıklarda mikrosertlik değerleri [97].

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. [98] tarafından da çalışılmıştır. Doğrusal katılaştırma yöntemiyle ürettikleri numuneler üzerinde oluşan farklı yapıların mikrosertlik değerlerini ölçmüşlerdir. Ölçüm sonuçları Tablo 2.12’de verilmektedir.

Tablo 2.12. Sn-Ag-Cu ötektik alaşımında doğrusal katılaştırma deneyleri sonucunda oluşan her bir fazın mikrosertlik değerleri [98].

Yapılar	Mikrosertlik Değerleri H_v (kg/mm ²)
Numunenin Tamamı	21.9
1500 °C’de 500 saat Isıl İşlemden Sonra	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 (G, V) 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 (0.04-0.3) elde edilmiştir.

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

3. BÖLÜM

DENEYSEL SİSTEM VE BİR DENEYİN YAPILIŞI

3.1. Deneysel Sistem

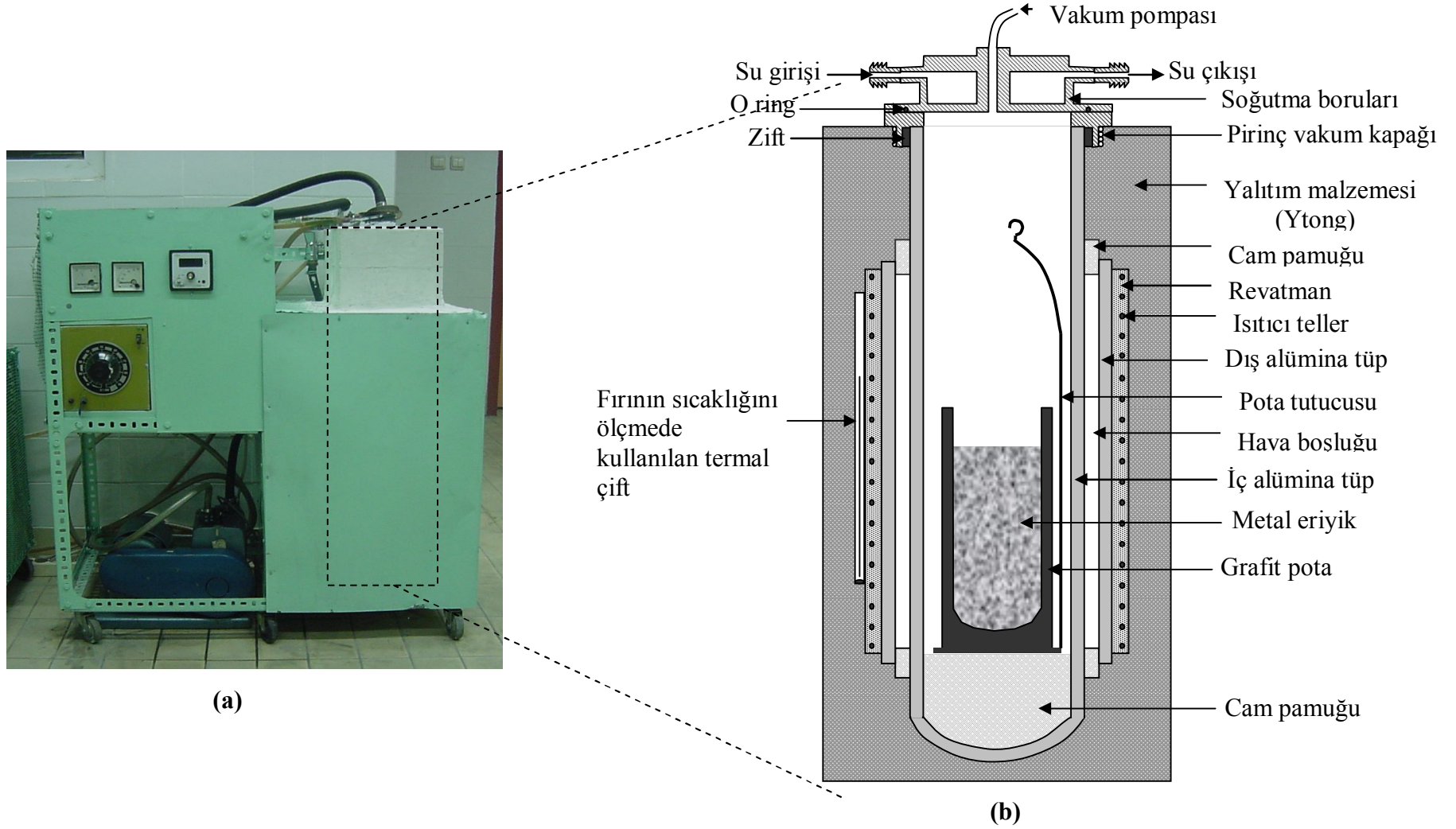
Günümüze kadar, ötektik alaşım sistemlerinde lamelsel mesafenin tespiti üzerine birçok deneysel çalışma yapılmıştır. Yapılan bu çalışmalarda mikroyapı parametresi ile sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızı arasındaki bağıntılar da tespit edilmiştir. Bu bölümde katılaştırma çalışmalarının gerçekleştirilmesinde kullanılan deney sistemi ve bir kontrollü katılaştırma deneyinin yapılışının tüm aşamaları ayrıntılı olarak anlatılacaktır.

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

3.1.1. Vakumlu Eritme Fırını

Bu fırın, alaşımı oluşturulacak metallerin vakumlu ortamda oksitlenmeden eritilmesinde kullanılır. Vakumlu eritme fırınının fotoğrafı ve şematik gösterimi Şekil 3.1'de verilmiştir. Vakumlu eritme fırını, iç içe geçmiş iki alümina tüp, vakum pompası, sıcaklık kontrolcüsü, sabit güç vermekte kullanılan varyak ve soğutma sisteminden oluşmaktadır [105]. 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.



Şekil 3.1. Vakumlu eritme fırınının (a) Fotoğrafi (b) Şematik gösterimi [105].

Revatman ısındıkça sertleşen iyi bir yalıtım malzemesidir. Fırının ısı kaybını önlemek için alümina tüplerin etrafına gaz beton (Ytong) tuğlası yerleştirilmiştir. Vakumlu ortam oluşturabilmek için bir ucu kapalı alümina tüpün açık ucuna vakum pompasını bağlayacak şekilde pirinçten bir soğutma sistemi yapılmıştır. Vakumlama esnasında hava sızması için iç alümina tüp ile pirinç soğutma sisteminin arası zift ile yalıtılmıştır. Fırın ısıtıldığında ziftin erimemesi için ise soğutma sisteminden sürekli su 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.

3.1.2. Döküm Fırını

Döküm fırını, eriyik haldeki alaşımın özel numune kalıbı içerisine dökümünün yapılması ve alaşımın kalıp içerisinde tek yönlü (doğrusal) olarak katılaştırılması için kullanılmaktadır. Dökümü yapılan numuneler içerisinde hava boşluğunun kalmaması ve numunelerin tamamen dolması için tek yönlü katılaştırma amacıyla kullanılan döküm fırınının fotoğrafı ve şematik gösterimi Şekil 3.2'te verilmiştir.

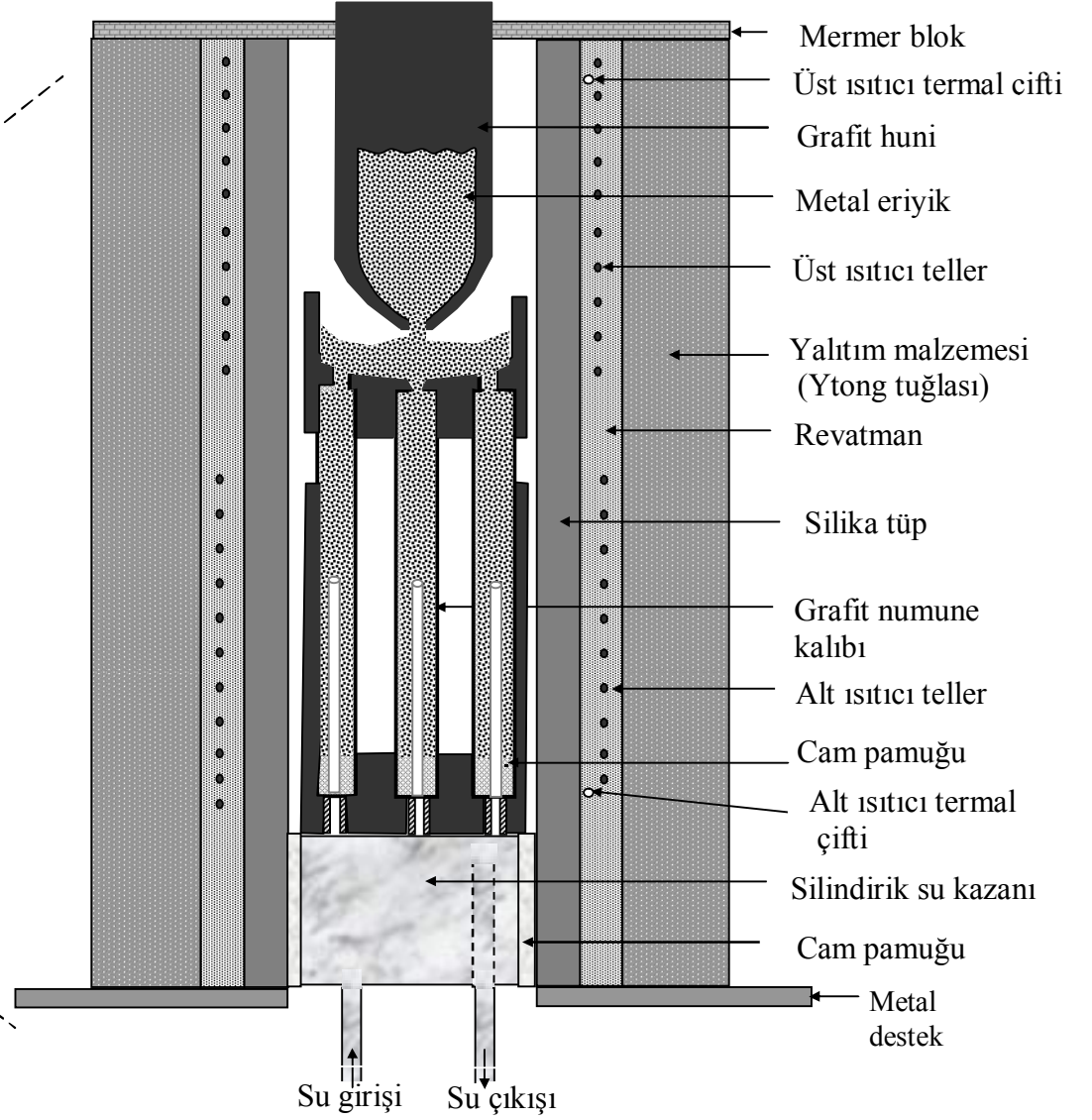
Döküm fırını; iki ucu açık alümina, alt ısıtıcı, üst ısıtıcı ve soğutma kazanından oluşmaktadır. İç çapı 50 mm, dış çapı 60 mm ve uzunluğu 750 mm olan alümina tüpün etrafındaki farklı iki bölgeye ısıtıcı teller sarılarak birbirinden bağımsız iki ısıtıcı bölge oluşturulmuştur. Isıtıcı tel olarak 1.2 mm 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.

3.1.3. Kontrollü Katılaştırma Fırını

Kristal büyütme çalışmalarının yaklaşık % 40'ı Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını ile yapılmaktadır.



(a)



(b)

Şekil 3.2 Döküm fırınının (a) fotoğrafı (b) şematik gösterimi.

Özellikle mühendislik alanında gerilime dayanıklı malzeme üretiminde bu fırınlardan yaygın olarak yararlanılmaktadır [13]. Sıcak döküm fırınında elde edilen numunelerin, değişik sıcaklık gradyenti ve hızlarda katılaştırılması, kontrollü katılaştırma fırını yardımıyla yapılmaktadır.

Şekil 3.3'te 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. Şimdi bu kısımları detaylı bir şekilde inceleyelim.

3.1.3.1. Isıtıcı Sistem

Isıtıcı sistem, yüksek sıcaklıklara dayanıklı iç çapı 50 mm, dış çapı 60 mm, uzunluğu 800 mm olan iki ucu açık alümina tüp etrafına 1 mm çapında, toplam direnci 25 Ω olan Cr-Ni tel 300 mm sarılarak yapılmıştır. Alümina tüpün iki ucuna pirinçten yapılmış dairesel kesitli kaideler geçirilmiştir. Alümina tüp ile pirinç kaideler arasındaki boşluk 180 °C'ye dayanıklı zift (black wax) ile doldurulmuş ve böylece numunenin argon atmosferinde kalması sağlanmıştır. Dolgu ziftinin aşırı ısınmasını önlemek ve pirinç kaideyi soğuk tutmak için kaidelerin içerisinde sürekli su dolanımı yapılmıştır. Fırının sıcaklığını kontrol etmek için 0.5 mm çapında yalıtılmış, metal kaplı *K*-tipi termal çift sıcak bölgenin tam ortasına yerleştirilmiştir. Ayrıca üst bölgede pirinç kapak ile pirinç kaide arasından hava sızmamaması için lastik halka (O'ring) yerleştirilmiştir. Kontrollü katılaştırma fırınının ısıtıcı sistemi ± 0.1 °C hassasiyetinde **2604S Eurotherm** sıcaklık kontrolcüsü ile kontrol edilmiştir.

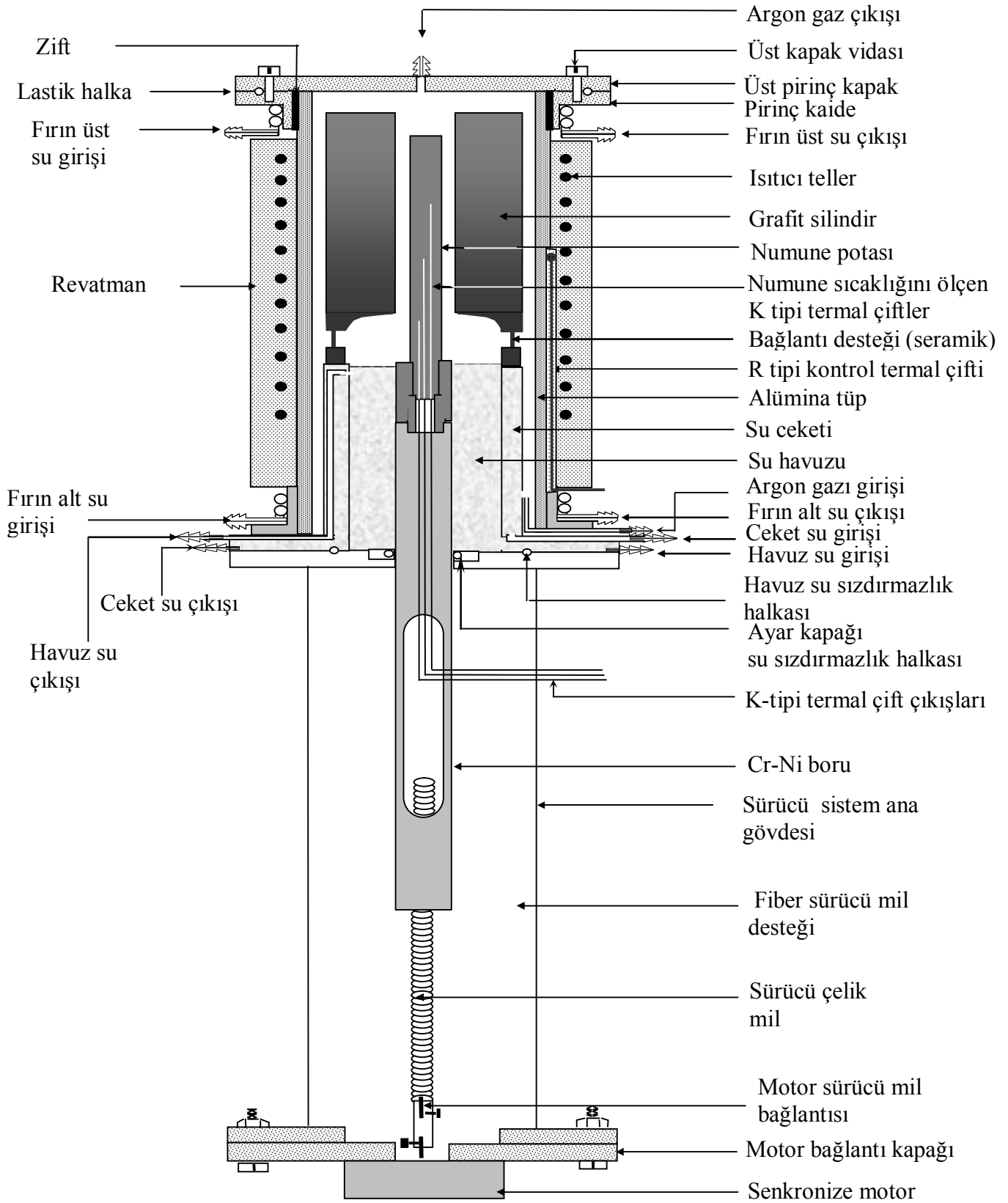
3.1.3.2. Soğutucu Sistem

Soğutma sistemi, fırın içerisinde sıcaklık gradyenti oluşturmak amacıyla tasarlanmıştır. Yeterli uzunlukta katılaştırılan numune, aniden soğutma bölgesine (iç su havuzuna) çekilerek ani soğutma (quench) sağlanmaktadır. Soğutucu sistem, 300 mm uzunluğunda 23 ve 33 mm çaplara sahip iç içe geçmiş iki pirinç borudan oluşmaktadır. Pirinç boruların alt kısmı yaklaşık 10 mm kalınlığında, 100 mm çapında dairesel pirinç parçaya kaynatılmıştır. Dolayısıyla soğutucu sistem iç içe geçmiş iki silindirin (iç ve dış silindir) oluşturduğu bir havuzdan yapılmıştır. Numune doğrudan havuza çekilmektedir.

Havuzlardaki suyun sıcaklığı, ± 0.01 °C hassasiyetinde -40 °C ile 200 °C sıcaklık aralığında çalışabilen *PolyScience* dijital kontrollü ısıtmalı/soğutmali akışkan dolanım sistemi ile kontrol edilmektedir. Dolanım sisteminden gelen akışkan (antifrizli su) ilk olarak havuzun taban kısmından girmekte, havuzda belli bir seviyeye kadar birikmekte ve sonrada fırını terk ederek dolanım sistemine geri dönmektedir. Böylece havuz ve içerisindeki akışkanın sürekli soğuk kalması sağlanabilmektedir. Dolanım sisteminin akışkan tankı 13 L hacminindedir ve bu tank içerisindeki akışkan belli bir sıcaklık aralığında (-40 °C ile 200 °C) hem ısıtılıp hem de soğutulabilmektedir. Ayrıca dolanım sisteminin tankında bulunan akışkanın, fırın içerisinde istenilen hızda dolanımı sağlanabilmekte yani dolanım sisteminin akışkanı pompalama hızı ayarlanabilmektedir.

3.1.3.3. Sürücü Sistem

Farklı katılaştırma hızları elde etmek amacı ile kullanılan sürücü sistem, 540 mm boyunda ve 40 mm çapında pirinç gövde içerisinde bulunan, dış çapı 12 mm, iç çapı 10 mm, uzunluğu 650 mm olan Cr-Ni borudan oluşmaktadır. Üzerinde cetvel ölçeği bulunan sürücü sistemin alt kısmında, değişik katılaştırma hızları sağlayan sürücü mile bağlı senkronize motor bulunmaktadır. Pirinç gövde içerisindeki Cr-Ni boru, alt ucundan fiberglastan yapılmış mil yuvasına, üst ucundan da numune tutucusuna sabitleştirilmiştir. Cr-Ni borunun kenarlarından su sızıntılarını önlemek amacıyla lastik halkalar kullanılmıştır. Pirinç gövde içerisine yerleştirilmiş fiberglas, 65 mm uzunluğundadır. Fiberglas'ın bir ucu 12 mm çapındaki Cr-Ni boruya sıkı bir şekilde geçebilmesi için delinmiştir. Diğer ucuna ise sürücü milin içinde hareket edebilmesi için 20 mm çapında 30 mm uzunluğunda pirinç blok yerleştirilmiştir.



Şekil 3.3. Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırını [12].

Bu parçanın merkezine 3 mm çapında metrik diş açılmıştır. Sürücü mil çelikten yapılmış olup buna da 3 mm'lik metrik diş açılmıştır. Numune bu çelik mil vasıtasıyla motor devir hızına bağlı olarak, soğuk bölgeye doğru çekilip, düşey doğrultuda kontrollü olarak katılaşması sağlanmaktadır.

3.2. Bir Deneyin Yapılışı

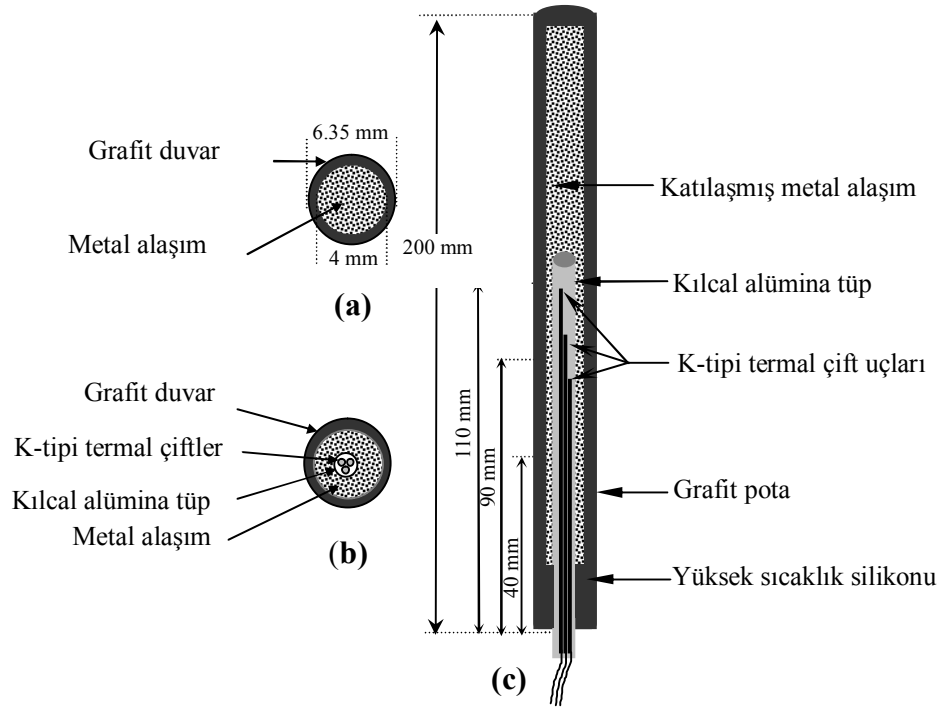
Bir kontrollü katılaştırma deneyi; numunenin hazırlanması, katılaştırma fırınında kontrollü katılaştırılması, metalografik işlemler ve ortaya çıkan mikroyapıların gözlenmesi basamaklarından oluşmaktadır. Şimdi bu basamakların her birini ayrıntılı bir şekilde inceleyelim.

3.2.1. Numunenin Hazırlanması

3.2.1.1. 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 1400 °C'ye kadar olan metaller için kullanılabilen *Morgan* marka grafitler kullanılmıştır.

Deneysel 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. Pb-Bi alaşım sisteminin her bir bileşimi için her birinin içine termal çift girecek şekilde farklı grafit kalıpları hazırlanmıştır. Termal çiftli numune kalıplarının hazırlanmasında 1.2 mm dış çapında 0.8 mm iç çapında kılcal alümina tüp kullanılmıştır. Şekil 3.4'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. Bu grafitleri işlemede kullanılan cihazların fotoğrafları Şekil 3.5'te verilmektedir.



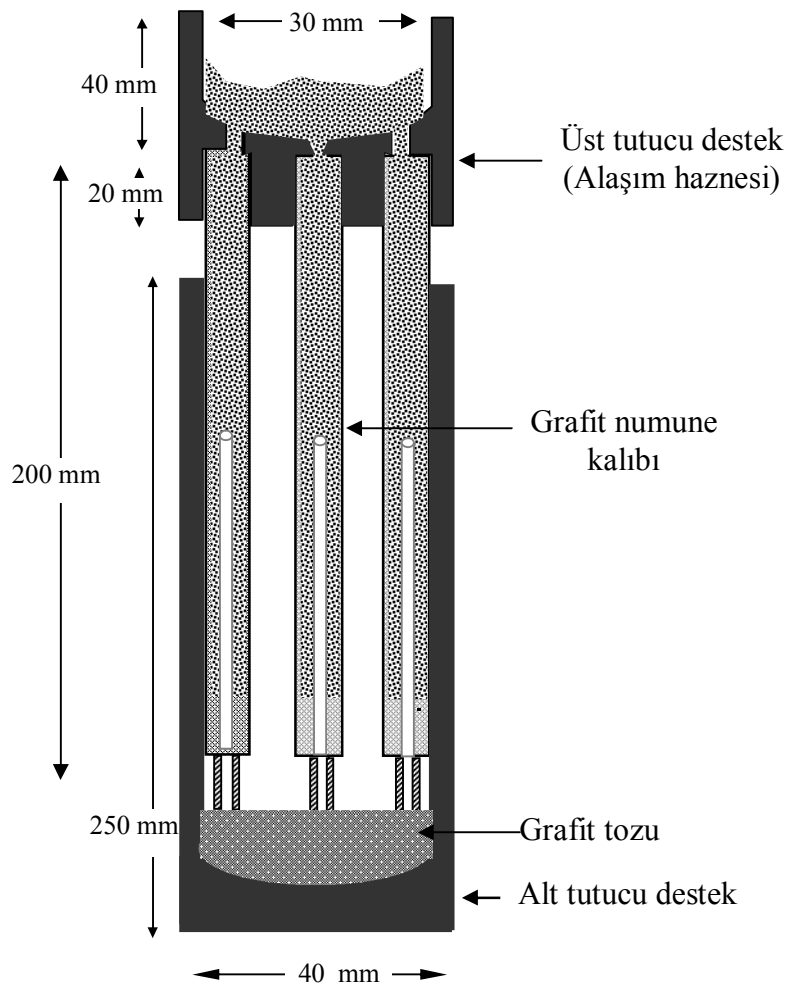
Şekil 3.4. Grafit numune kalıbı (a) Üst enine kesiti, (b) Alt enine kesiti, (c) Yandan görünüşü.



Şekil 3.5. Grafitlerin işlenmesinde kullanılan (a) Büyük torna, (b) Küçük torna ve (c) Yönlü matkap.

3.2.1.2. Numune Potasının Yapılması

Aynı anda, aynı bileşime sahip alaşımı numune kalıplarına doldurmak amacıyla numune pota kalıbının hazırlanmasına ihtiyaç duyulmuştur. Şekil 3.6'da verildiği gibi, hazırlanan numune kalıplarından birden çok numune elde edilebilmektedir. Numune potası, alt ve üst olmak üzere 2 adet grafit destekten oluşmaktadır. Alt destek 40 mm çapında, 250 mm uzunluğunda silindir biçimli grafit parçadan yapılmış ve içerisine 30 mm çaplı 200 mm uzunluğunda bir ucu kapalı kalacak şekilde delik açılmıştır.



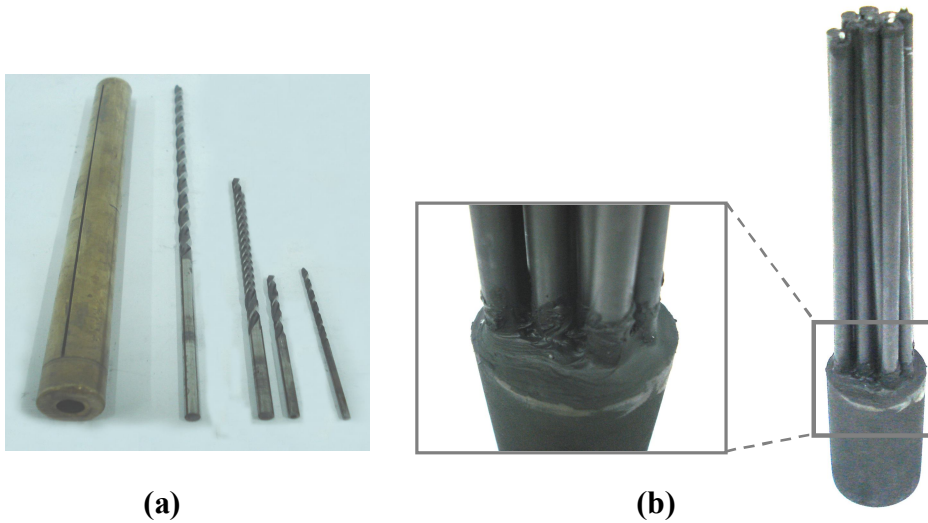
Şekil 3.6. Numune potası ve alt-üst desteklerin şematik gösterimi.

Üst destek yapımı için 60 mm uzunluğunda, 40 mm çapında bir grafit parça kullanılmıştır. Grafit parçanın bir ucu 30 mm çapında matkap ucu kullanılarak 40 mm uzunluğunda delinmiştir. Diğer ucuna ise 3 mm çapında 20 mm uzunluğunda 5 adet delik açılmıştır. Bu delikler 6.35 mm çapındaki matkap ucuyla 15 mm uzunluğunda

genişletilmiştir. Önceden hazırlanmış olan numune kalıplarının açık uçları üst destekteki deliklerden geçirilmiştir. Birleşme noktaları 1200 °C'ye dayanıklı karbon katkı silikon yapıştırıcı ile tutturulmuştur.

Şekil 3.7'de grafit numune kalıplarının hazırlanmasında kullanılan pirinç blok, matkap uçları (Şekil 3.7.a) ve üst destek ile numune kalıplarının silikon yapıştırıcı yardımıyla birleştirilmesi (Şekil 3.7.b) verilmektedir. Üst destek ile numune kalıpları arasına sürülen silikonların kuruması için yaklaşık bir gün süreyle beklenmiştir.

Daha sonra önceden hazırlanan alt destek yardımıyla kılavuzlama yapılmıştır. Hazırlanan kalıp döküm fırınına teller yardımıyla indirilmiş böylece kalıp hazırlama işlemleri tamamlanarak alaşım hazırlama basamağına geçilmiştir.



Şekil 3.7. (a) Grafit numune kalıplarının yapımında kullanılan pirinç destek ve değişik ebatlarda matkap uçları,
(b) Üst destek ile numune kalıplarının silikon yapıştırıcı yardımıyla birleştirilmesi.

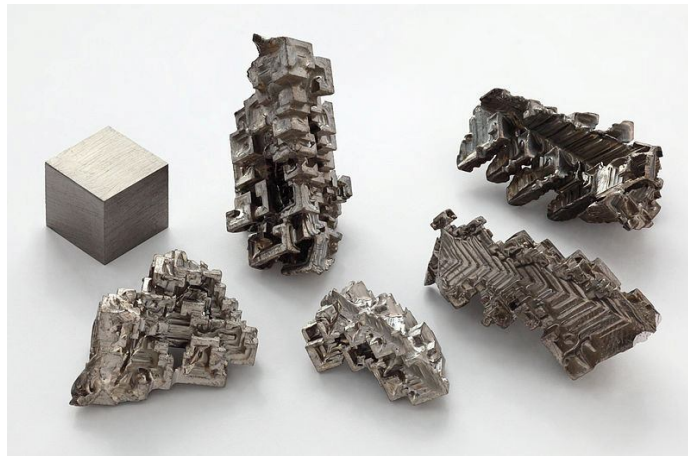
3.2.1.3. Alaşımın Hazırlanması

İncelenecek olan Pb-Bi alaşımının ötektik ve ötektik dışı noktadaki bileşim oranları her birinin faz diyagramları yardımıyla tespit edildi (EK. 1). Alaşım yapımında kullanılan malzemelerin yüksek saflıkta olmasına özellikle dikkat edildi. Yeterince saf olmayan malzemelerle alaşım hazırlandığında safsızlıklar arayüzeyde birikmekte ve

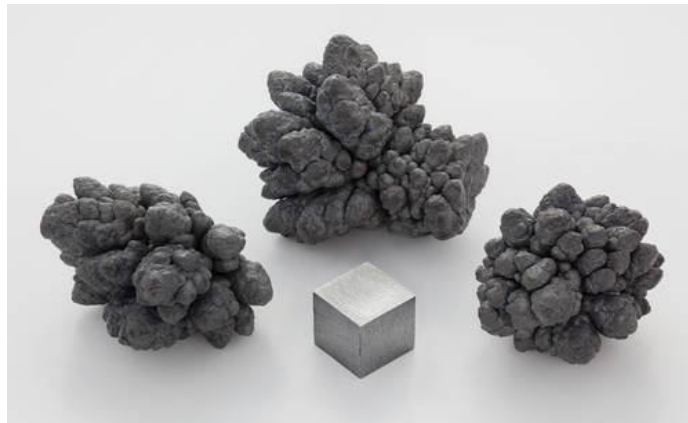
deneysel süreçte arayüzeyde oluşan yapı şekillerini olumsuz etkilemektedir. Alaşım yapımı için %99.99 saflıkta bizmut, %99.99 saflıkta kurşun kullanıldı. Her bir bileşen, uygun oranlarda 0.1 mg'a duyarlı *AND GX-600* tipi hassas terazi ile tartıldı (Şekil 3.8). Şekil 3.9'da alaşım yapımında kullanılan malzemelerin bir fotoğrafı gösterilmektedir.



Şekil 3.8. Alaşım metallerinin tartılmasında kullanılan hassas terazi.



(a)



(b)

Şekil 3.9. (a) Bi (Bizmut) [106] ve (b) Pb (kurşun) [107] fotoğrafları.

3.2.1.4. Dökümünün Yapılması

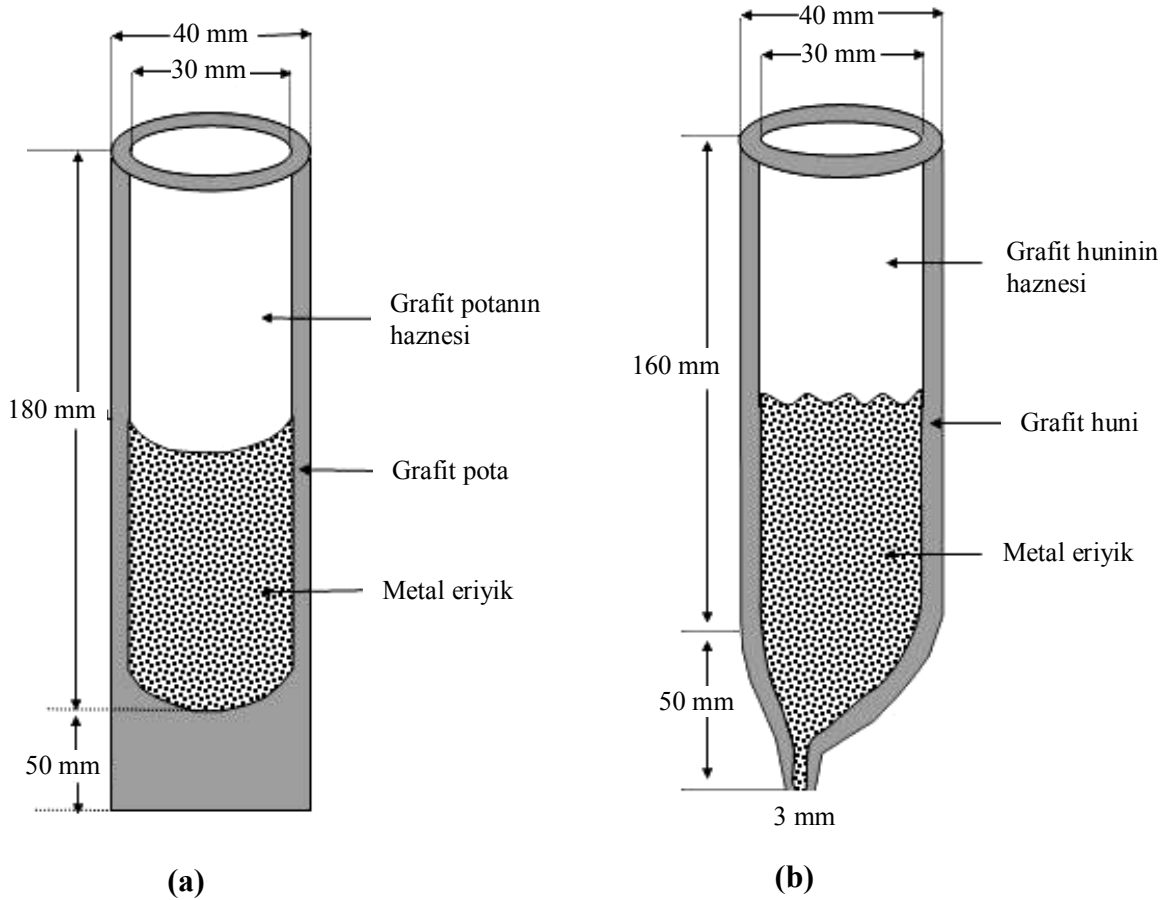
Alaşım hazırlamada kullanılacak metallerin miktarları hassas terazi ile tartıldıktan sonra alaşımın hazırlanması ve hazırlanan alaşımın numune kalıplarına doldurulması aşamalarına geçildi. Erime sıcaklığı düşük olan metal altta kalacak şekilde metal malzemeler grafit potaya yerleştirildi. Grafit pota uygun bir çengelli tel pota tutucusu yardımıyla vakum fırınına indirildi. Vakum pompası çalıştırılarak fırın vakumlandı. Fırın ısıtılmaya başlamadan önce fırının kapaklarında bulunan ziftin sıcaklığın etkisiyle erimemesi için kapak içlerinden su geçirilerek soğutma yapıldı. Varyak en düşük güç durumunda çalıştırıldı ve yaklaşık her 5 dakikada varyağın değeri %5 artırıldı. Varyağın değerinin artırılmasına fırın istenilen sıcaklığa çıkıncaya kadar devam edildi. Metaller tamamen eridikten sonra vakum kapağı açılarak grafit karıştırıcı çubuk yardımıyla metal eriyik karıştırıldı. Bu işlem 20-25 dakika arayla 4-5 defa tekrarlandı. Böylece eriyik halde metalik üçlü alaşım hazırlanmış oldu.

Vakumlu eritme fırınında alaşım hazırlama işlemleri devam ederken diğer taraftan döküm fırınında dökümün yapılması ve önceden yapılan numune kalıplarına alaşımın doldurulması hazırlıklarına başlandı. 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 beklendi. 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.

Vakumlu eritme fırınında hazırlanan ve yeterli miktarda karıştırılarak alaşım olduğuna kanaat getirilen eriyik, maşayla sıkıca kavrandı ve vakit geçirilmeden huni yardımıyla numune kalıplarına döküldü. Şekil 3.10.a'da vakumlu eritme fırınında alaşımı oluşturacak metalleri içerisinde eritmede kullanılan grafit pota ve Şekil 3.10.b'de

döküm fırınında döküm yapmak amacıyla kullanılan grafit huninin şematik gösterimi verilmiştir.

Grafit numune potası üzerine yerleştirilen huni çıkarıldı ve ince bir grafit çubuk ucuna bağlanan alümina tüp ile sıvı alaşım tekrar tekrar karıştırılarak numune kalıpları içerisinde bulunabilecek hava kabarcıklarının dışarıya çıkması sağlandı. Döküm fırınının alt ısıtıcısı kapatıldı, üst ısıtıcı çalışır haldeyken numune kalıbının altında bulunan soğutma kazanından su geçirilerek tek yönlü katılaştırma başlatıldı. Tek yönlü katılaştırmanın amacı numune kalıbının içerisinde hava boşluğu kalmaksızın tamamen doldurulmasıdır. Katılama tamamlandıktan sonra üst ısıtıcı da kapatılarak fırının soğuması beklendi. Fırın tamamen soğuduktan sonra, dökümü yapılan grafit numune kalıpları fırından çıkarıldı. Üst ve alt destek kısımları numune kalıplarından ayırt edildi. Böylece her bir numune kalıbının aynı anda aynı tür malzemeyle dolması sağlanarak, numuneler kontrollü katılaştırma fırına yerleştirilecek hale getirildi.



Şekil 3.10. Grafiten yapılmış (a) Pota ve (b) Huninin şematik gösterimi.

3.2.1.5. Termal Çift Seçimi ve Sıcaklık Ölçümleri

Termal çiftler, fırınlarda ısıtılan numunelerin sıcaklığını ölçmek ve kontrol etmek amacıyla kullanılmaktadır. Deneysel çalışmalarda yaygın olarak Kromel-Alumel (*K*-tipi) ve Platin-%13 Platin-Rodyum (*R*-tipi) olmak üzere iki tür termal çift kullanılmaktadır. Deneysel çalışmalara geçmeden önce, deneylerde kullanılacak termal çiftlerin seçimi ve testi yapıldı. Deneyler esnasında sıcaklık ölçümlerini yapabilmek için 0.25 mm çapında 100 cm uzunluğunda, $-270\text{ }^{\circ}\text{C}$ ile $1370\text{ }^{\circ}\text{C}$ aralığında ölçüm yapabilen, *K*-tipi termal çiftler kullanıldı (Şekil 3.11).



Şekil 3.11. Numunelerin sıcaklıklarının ölçümünde kullanılan *K*-tipi termal çiftler.

Deneylerde kullanılan termal çiftlerin, çapları 0.25 mm olması, deneysel çalışmalarda kolaylık sağlamak ve hassasiyeti artırmaktadır. Bu termal çiftlerin iç tarafındaki kontak noktası seramik tozla yalıtılmış ve yüzeyi metalle kaplanmış olduğu için ayrıca bir yalıtıma ihtiyaç duyulmamaktadır. Kontak uç, sıcaklığı ölçülecek bölgeye yerleştirilirken, diğer uçlar referans sıcaklığında ($0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de antifrizli su) tutulmaktadır. Bu amaçla **PolyScience** analog kontrollü ısıtmalı/soğutmalı akışkan dolanım sisteminin akışkan tankı kullanılmıştır.

Referans noktasını sabitlemede kullanılan analog dolanım sistemi, tankı içerisinde bulunan akışkanı $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ile $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklık aralığında $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ hassasiyetle kontrol edebilme özelliğine sahip olup 6 L hacindedir. Dolayısıyla sıcaklık ölçümünde kullanılan termal çiftlerin bir uçları sıcaklığı ölçülecek bölgeye yerleştirildikten sonra, diğer uçları içerisinde etil alkol bulunan bir cam tüp içerisine yerleştirilerek dolanım

sisteminin tankı içerisine sabitlendi. Cam şişe içlerinde etil alkolün kullanılmasının nedeni, ısı iletkenliğinin havanın ısı iletkenliğinden daha yüksek olması ve tank içerisindeki ısıyı termal çift uçlarına daha iyi iletmesindedir. Dolanım sisteminin tankına ise antifrizli su (etilen glikol çözeltisi) doldurularak referans sıcaklığı olan 0 °C’de akışkanın donması engellendi. Sistemde sıcak bölge ile soğuk bölge arasında bir e.m.k. oluşmakta ve bu oluşan e.m.k. μV mertebesinde hassas ölçüm yapan sıcaklık kaydedicisi yardımıyla okunarak °C birimine dönüştürmektedir. Böylece fırın içerisindeki numune sıcaklığı belirlenmektedir. Kullanılan termal çiftlerin (-270 °C ile 1370 °C) ölçüm aralıkları, deneysel çalışmalardaki ölçüm aralıkları ile uyumlu olduğundan dolayı hassas ve duyarlı bir şekilde ölçümler alınabilmektedir.

Alaşımın erime sıcaklığının tayininde (kalibrasyon), katılaştırma süreci devam ederken numune içerisinde oluşan sıcaklık gradyentinin ölçümünde ve ani soğutma anında ölçüm termal çiftlerinin sıcaklık değişimlerinin kaydedilmesinde sıcaklık kaydedicisi (data logger) kullanılmıştır. Faz diyagramı EK 1’de verilen Pb-Bi (Bizmut-Kurşun) alaşımının kontrollü katılaştırma deneylerinde ölçüm termal çiftlerinin sıcaklık değişimlerinin kaydında **Pico TC-08** model sıcaklık kaydedicisi kullanılmış ve veriler bilgisayar ortamına kaydedilmiştir. Kullanılan sıcaklık kaydedicisinin fotoğrafı Şekil 3.12’de verilmiştir.



Şekil 3.12. Sıcaklık değişimlerinin kaydedilmesinde kullanılan Pico TC-08 model sıcaklık kaydedicisi.

3.2.2. Kontrollü Katılaştırma

Kontrollü katılaştırma deney düzeneği; yukarıda ayrıntılı özellikleri anlatılan alaşımınla 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.

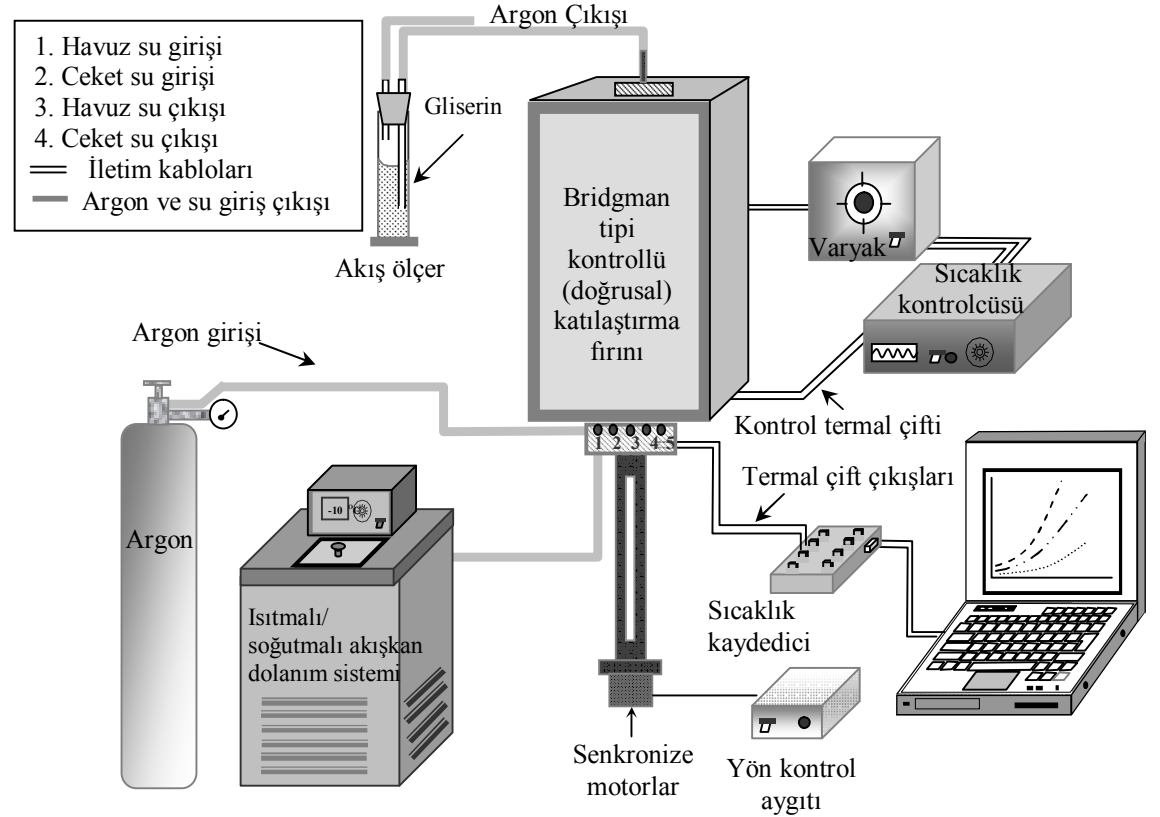
Dökümü yapılan numunelerden biri kontrollü katılaştırma fırınının numune tutucusuna yerleştirildi. Termal çift çıkışları 5 terminali bulunan selektöre bağlandı. Fırının bağlantı uçları, içerisinde etil alkolün bulunduğu cam tüp borular içerisinde konularak içerisinde 0 °C'de antifrizli su bulunan analog dolanım sisteminin tankının içerisinde yerleştirildi. (Burada amaç referans sıcaklığını 0 °C yapmaktır). Şekil 3.13'te bir bütün olarak deney sisteminin fotoğrafı ve şematik görünümü verilmiştir.

Bu işlemden 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 katılma 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 beklendi. Daha sonra sürücü motor çalıştırılarak deney başlatıldı. Numune yaklaşık 13-15 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 her bir deneyde sabit kaldı.



(a)



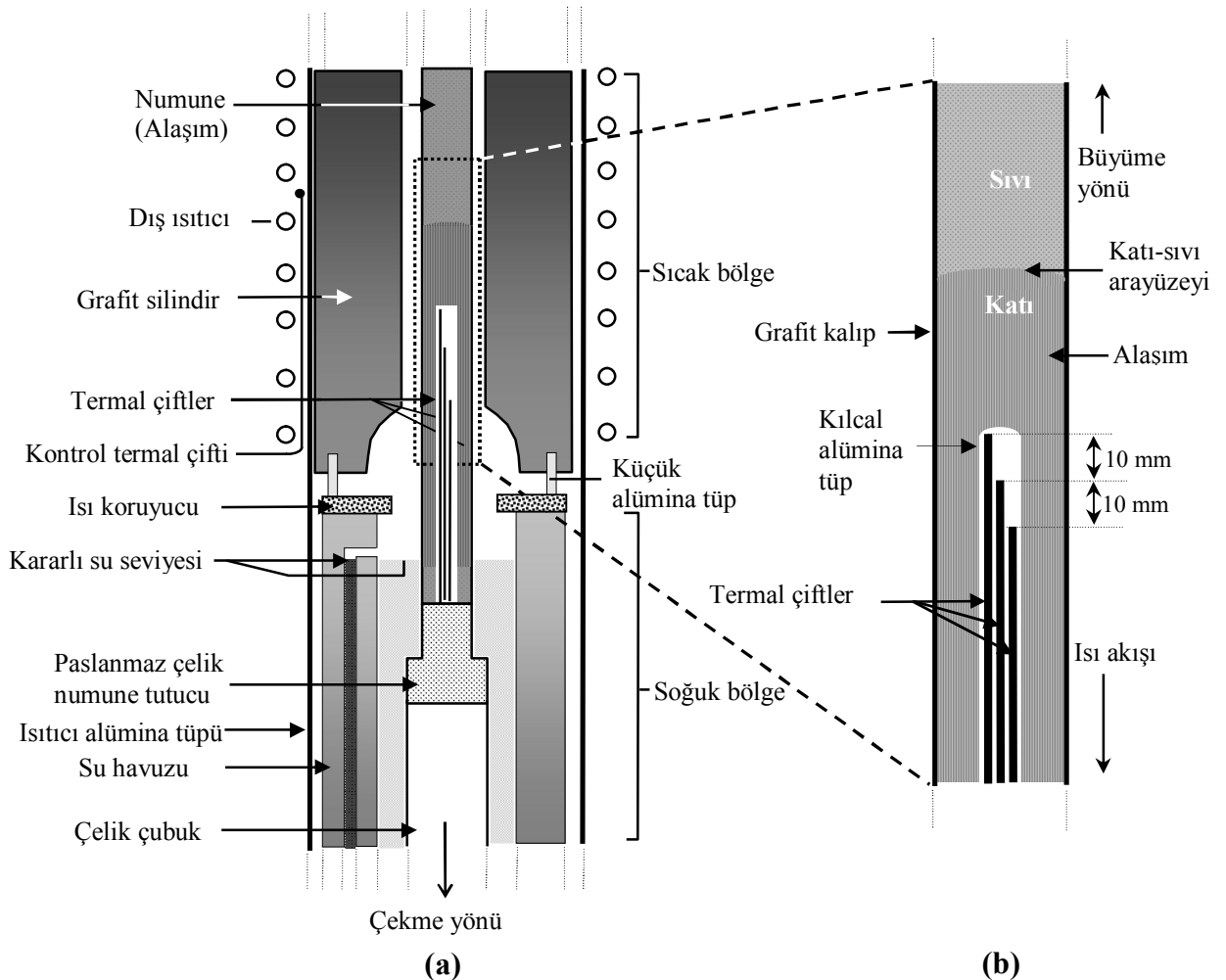
(b)

Şekil 3.13. Deneysel sistemi (a) Sistemin fotoğrafı ve (b) Şematik gösterimi.

Bu işlem sabit bileşimde (Pb-Bi ötektik), sabit sıcaklık gradyentinde ve farklı katılma hızlarında yapıldı. Ayrıca yine Pb-Bi alaşımı için sabit hızda, sabit sıcaklık gradyentinde, farklı bileşimlerde olmak üzere işlemler tekrarlandı. Kontrollü katılaştırma fırınının iç yapısını ve içine yerleştirilen numunenin ayrıntıları Şekil 3.14'de verilmiştir.

Kararlı mikroyapıların oluşabilmesi için bileşim değerine karşılık gelen oranların doğru olarak hesaplanması, tartılması ve deney esnasında katılaştırma şartlarının kararlı olması (yani katılaştırma esnasında konveksiyon etkisinin minimum ve numune üzerinde sıcaklık değişiminin ± 0.1 °C'den büyük olmaması) gerekmektedir.

Ayrıca deney esnasında numunenin katılaştırma hızının ve sıcaklık gradyentinin hassas bir şekilde ölçülmesi ve deney sonucunda oluşan mikroyapı mesafelerinin hassas okunması deneysel hata oranını minimize etmektedir.



Şekil 3.14. Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınının iç yapısı
(a) Fırının sıcak ve soğuk bölgeleri, (b) Numune kalıbı.

3.2.2.1. Sıcaklık Gradyentinin Ölçülmesi

Kontrollü katılaştırma deneylerinde kontrol parametrelerden birisi sıcaklık gradyentidir. Sıcaklık gradyentinin ölçümü aşağıda özetlenmiştir; Kontrollü katılaştırma fırınına yerleştirilen numune içerisindeki sıcaklık akışı kararlı hale geldikten sonra sürücü motor çalıştırılarak katılaştırma başlatıldı. Deney sisteminde kullanılan Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını düşey olarak tasarlandığından içerisindeki numune aşağıdan yukarıya doğru katılaşmaktadır. Numune içerisindeki kılcal alümina tüpün içine yerleştirilen üç *K*-tipi termal çift ve sıcaklık kaydedicisi yardımıyla numunenin sıcaklığı tespit edildi. Numune katılaştırılırken, birinci termal çift katı-sıvı arayüzeyine geldiğinde ikinci ve üçüncü termal çiftlerin sıcaklıkları ölçüldü. Buradan;

$$G_{12} = \frac{\Delta T}{\Delta X} = \frac{T_2 - T_1}{X_2 - X_1}, G_{23} = \frac{\Delta T}{\Delta X} = \frac{T_3 - T_2}{X_3 - X_2} \text{ veya } G_{13} = \frac{\Delta T}{\Delta X} = \frac{T_3 - T_1}{X_3 - X_1} \quad (3.1)$$

denklemleri yardımıyla sıvı içerisindeki sıcaklık gradyenti G_s , üç farklı noktadan ölçüldü. T_1 , T_2 ve T_3 sırasıyla 1., 2. ve 3. termal çiftlerin ölçtüğü sıcaklık, X_1 , X_2 ve X_3 ise sırasıyla 1., 2. ve 3. termal çiftlerin numune tabanına olan uzaklıklarıdır.

Deney esnasında termal çiftler arasındaki mesafelerin değişmemesi ve sıcaklık gradyenti ölçümünün daha hassas olabilmesi için kalıp içerisine yerleştirilen termal çiftler numune kalıbı hazırlama sürecinde birbirlerine yapıştırılmış ve yüksek sıcaklık silikonu yardımıyla kalıbın alt kısmına sabitlenmiştir. Deneyler yapılmadan önce ve deneyler tamamlandıktan sonra birbirine tutturulmuş termal çiftler arasındaki mesafelerin fotoğrafları çekilerek *Adobe Photoshop CS2* programı yardımıyla hassas bir şekilde ölçüldü. Termal çiftler arasındaki mesafelerin böyle hassas bir şekilde ölçülmesi sıcaklık gradyenti hesaplamalarında güvenilirliği artırmaktadır.

3.2.2.2. Katılaştırma Hızının Ölçülmesi

Kontrollü katılaştırma deneylerinde kontrol parametrelerinden bir diğeri ise katılaştırma hızıdır. Katılma hızı, sürücü motor vasıtasıyla elde edilen çekme hızından farklıdır. Çekme hızı numunenin soğutucu sisteme doğru çekilme hızı yani motorun çekme hızıdır. Katılma hızı ise numune içerisinde oluşan katı-sıvı arayüzeyinin ilerleme hızıdır. Çekme hızı arttıkça katılma hızı artmakta çekme hızı azaldıkça katılma hızı

da azalmaktadır. Farklı sıcaklık gradyentleri için katılaştırma hızını, çekme hızına eşit olarak almak yeterince hassas değildir.

Deneyleerde hem çekme hızı hem de katılaştırma hızı hassas bir şekilde ölçülmüş fakat hesaplamalarda sadece katılaştırma hızı kullanılmıştır. Şekil 3.15'te bazı senkronize hız motorlarının fotoğrafı verilmektedir.



Şekil 3.15. Numunelerin farklı hızlarda katılaştırılmasını sağlayan senkronize hız motorları.

Katılma hızı şu şekilde ölçülmüştür; Katılaştırma süreci devam ederken sıcaklık kaydedici tarafından sıcaklık-zaman değişimini sürekli olarak kaydedilmektedir. Katılaştırma işlemi bittiğinde sıcaklık kaydedicinin topladığı veriler yardımıyla ikinci termal çiftin alaşımın erime sıcaklığına geldiğindeki süre (t_2) ve üçüncü termal çiftin alaşımın erime sıcaklığına geldiğindeki süre (t_3) saniye cinsinden ölçüldü. İkinci ve üçüncü termal çift arasındaki mesafe önceden bilindiğinden,

$$V = \frac{\Delta X}{\Delta t} = \frac{X_3 - X_2}{t_3 - t_2} \quad (\mu m / s) \quad (3.2)$$

denklemleri yardımıyla katılaştırma hızı hesaplandı.

3.2.3. 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 dađlanması gibi metalografik işlemler sonunda, açığa çıkan mikroyapıların fotoğrafları görüntü sistemi (optik mikroskobu + CCD kamera + bilgisayar) çekildi. Bu süreçler aşağıda ayrıntılı olarak anlatılmıştır.

3.2.3.1. Numunelerin Kesilmesi

Metal numuneleri istenilen boyutlara kesmede *Struers Minitom* kesme aleti 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 deđişiminin oluşmasını engellemektir. Örneđin 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 deđişimi yapan ve en az ısı oluşturan kesme tekniđinin kullanılması gerekmektedir.

Bridgman tipi 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 robotu 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 sođuk 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 3.16'da 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.



Şekil 3.16. Numune kalıbının oluşturulmasından epoksi-resin ile kalıplanması sürecine kadar ki herbir aşamanın gösterimi.

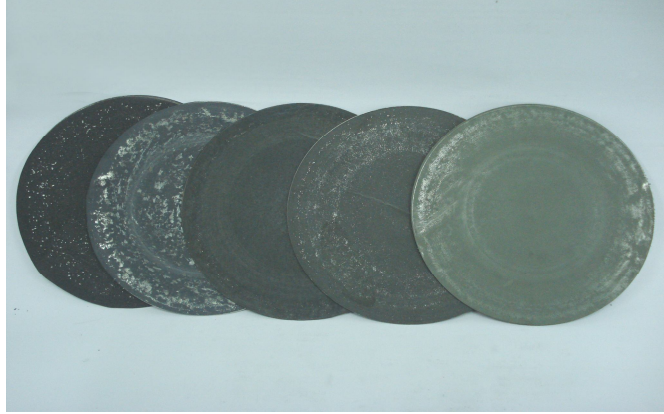
3.2.3.2. Numunelerin Zımparalanması

Numunelerin zımparalanması silisyum karbür (SiC) taneleri 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 [108].

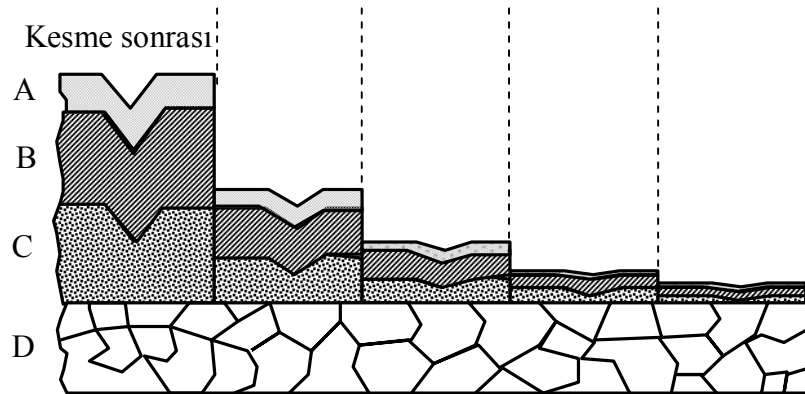
Zımpara Tane No (Grid)	Tane Boyutu (μm)
80	210-177
150	105-88
180	88-74
240	53-45
320	37-31
400	31-27
600	22-18
800	15-11
1000	
1200	
2500	

Numuneler, 80 gridlik zımpara kâğıdından başlayarak 2500 gride kadar, kabadan inceye doğru kademeli olarak zımparalandı. Numunelerin zımparalanmasında kullanılan bazı zımpara kâğıtlarının fotoğrafı Şekil 3.17’de verilmektedir.



Şekil 3.17. Numuneleri zımparalamada kullanılan bazı zımpara kâğıtları.

Her bir numune kaba zımparalarla 10-15 dakika, ince zımparalarla ise 20-25 dakika süreyle zımparalandı. Numune yüzeyinde zımparalama işlemiyle oluşan şekil değişikliğinin şematik gösterimi Şekil 3.18’de verilmektedir.



Şekil 3.18. Kesme robotu ile kesilmiş numunedeki yüzey durumu (A, B, C tabakaları zımparalama işlemiyle oluşan şekil değişikliklerini D ise orijinal iç yapıyı göstermektedir) [106].

3.2.3.3. Numunelerin Parlatılması

Zımparalama ve parlatma işlemleri *Struers TegraPol-15* tipi otomatik parlatma robotu ile yapıldı. Otomatik parlatma robotunun fotoğrafı Şekil 3.19’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.

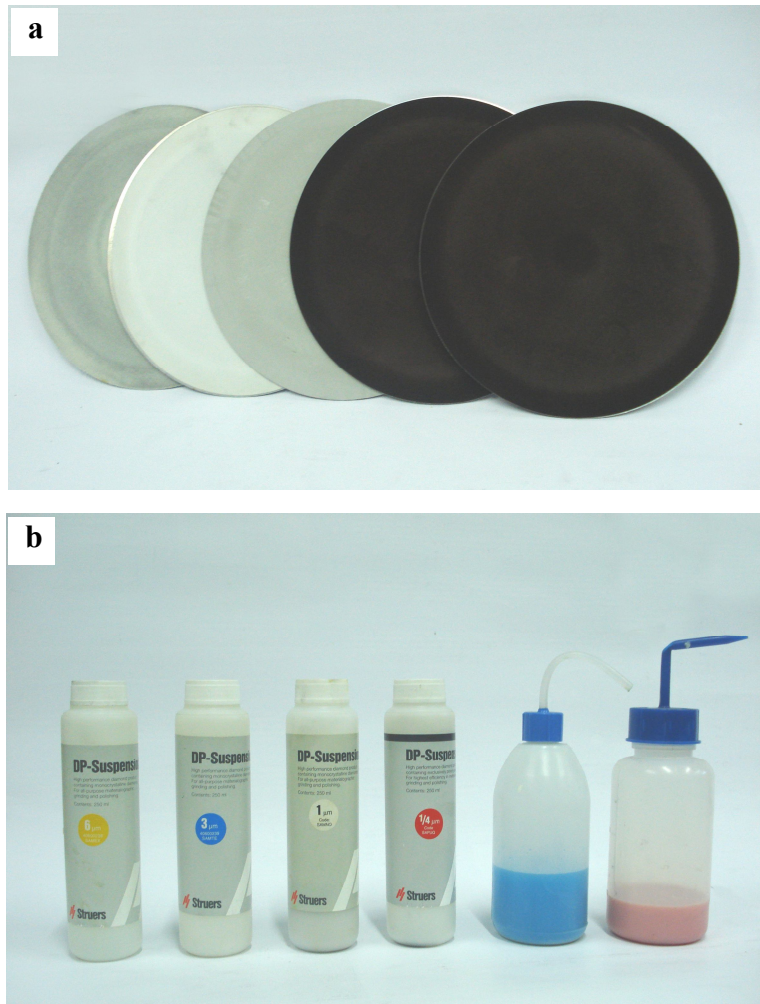
Parlatma işleminde kullanılan elmas süspansiyonlar sırasıyla 6 μm , 3 μm , 1 μm , 0.25 μm ve 0.05 μm tane büyüklüğüne sahip elmas çözeltilerdir. Parlatma sırasında herbir elmas süspansiyon için ayrı metal diskler üzerine yapıştırılmış parlatma kumaşları kullanıldı. Numune ile parlatma kumaşı arasında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



Şekil 3.19. Otomatik parlatma robotu.

6 μm , 3 μm ve 1 μm 'lik parlatma çözeltileri kullanılırken numune üzerine kuvvet (20-50 N) uygulandı. 0.25 μm ve 0.05 μm 'lik parlatma çözeltileri kullanılırken uygulanan kuvvetin büyüklüğü azaltıldı. Numuneler herbir 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. Numunelerin parlatılmasında kullanılan parlatma kumaşları ve parlatma süspansiyonları Şekil 3.20'de verilmektedir.

0.05 μm 'lik çözelti ile yapılan parlatma kademesinin sonunda disk üzerine saf su sıkılarak numune iyice temizlendi. Artık numune yüzeyi dağlanmaya hazır duruma gelmiştir. Tablo 3.2'de bu çalışmada kullanılan çözelti ve kumaşların özellikleri verilmektedir.



Şekil 3.20. Numunelerin parlatılmasında kullanılan (a) Kumaşlar ve (b) Süspansiyonlar.

Her malzemenin parlatılması birbirinden farklılıklar gösterebilmektedir. Örneğin Bi- Pb alaşımının parlatılması sürecinde yumuşak bir malzeme olan kurşun taneleri parlatılan yüzeye yapışarak yapıyı kapatmaktadır. Dolayısıyla her bir parlatma kademesinde yüzeyde oluşan kurşun tabakasının temizlenmesi gerekmektedir.

Tablo 3.2. 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

3.2.3.4. Numunelerin Dağlanması

Her ne kadar parlatma sonucunda numunenin yüzeyi düzgün, pürüzsüz ve ayna gibi parlak olsa da numune yüzeyinde kontrast oluşturmadan 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 [108]. 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 [108]. Şekil 3.21’de farklı katılma şartlarında üretilen numunelerin dağlanmasında kullanılan bazı kimyasal dağlama malzemelerinin fotoğrafları verilmiştir.



Şekil 3.21. Numunelerin dağlanmasında kullanılan bazı dağlama malzemeleri.

Bu çalışmada Pb-Bi alaşım sistemi için metalografi kitaplarından faydalanarak uygun dağlayıcı çözeltileri hazırlandı. Çözelti bileşenlerinin oranları değiştirilerek mikroyapıyı en iyi ortaya çıkaran dağlayıcılar tespit edildi. Bu çalışmada Pb-Bi alaşım sistemi için %5 Hidroflorik asit (ml) ve %95 Etanol (ml) çözeltisi kullanılmıştır ve numune 10-15 sn boyunca oda sıcaklığında çözelti içinde bekletmek suretiyle dağlanmıştır.

3.2.4. 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 optik görüntü sistemiyle çekildi.

İlk olarak bütün numunelerin yüzeyi incelenerek oluşan ötektik mikroyapıların fotoğrafları optik mikroskopla farklı büyüklükteki objektiflerle ($\times 2.5$, $\times 5$, $\times 10$, $\times 20$, $\times 50$, $\times 100$ ve $\times 200$) çok sayıda (enine ve boyuna kesitten) çekildi. Mikroyapı mesafelerinin doğru bir şekilde tayin edilebilmesi için optik mikroskopun büyütme ölçeğinin bilinmesine dolayısıyla da düzeltme çarpanının bilinmesine ihtiyaç vardır. Düzeltme çarpanını hesaplayabilmek için 1 mm'lik ($10\mu\text{m}$) bir mikrometre (gratikula) kullanıldı. Mikrometrenin fotoğrafı, mikroyapı fotoğraflarının çekilmiş olduğu objektif ile çekildi. Mikrometrenin ve mikroyapının fotoğrafları *ASUS Dizüstü* bilgisayar bağlantılı *Olympus DP12* tipi dijital kamera monte edilmiş *Olympus BX51* tipi optik ışık mikroskopundan oluşan görüntü sistemi vasıtasıyla çekildi. Görüntü sisteminin fotoğrafı Şekil 3.22'de verilmiştir.



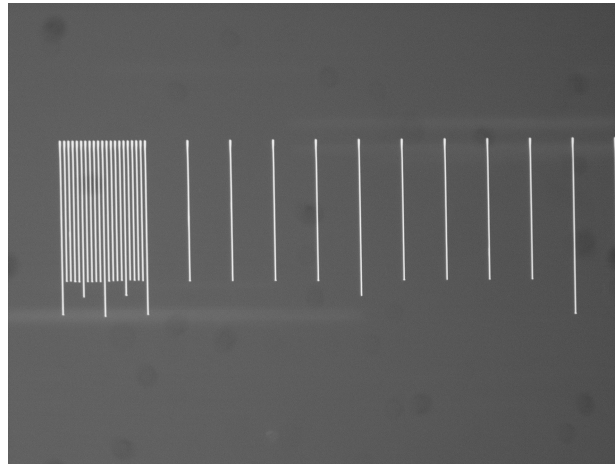
Şekil 3.22. Optik mikroskop ve CCD kameradan oluşan görüntü sistemi.

Herbir numune için mikroyapı fotoğraflarının çekildiği objektifle gratikula fotoğraflarıda çekildi.

3.2.5. Büyütme Çarpanı

Görüntü analiz sistemi yardımıyla çekilen mikroyapı fotoğraflarının gerçek boyutlarının bulunması için büyütme miktarının belirlenmesi gerekir. Büyütme çarpanı, $10\ \mu\text{m}$ 'lik eşit dilimlere bölünmüş toplam uzunluğu 1 mm olan mikrometrenin (gratikula) fotoğrafı yardımıyla hesaplanır.

Görüntü analiz sistemindeki Olympus DP12 model dijital kamera kare pikseli olduğundan yani x ve y yönlerindeki çözünürlükleri aynı olduğundan çekilen fotoğrafların x ve y doğrultularındaki büyütme aynıdır. (x,y) doğrultularında hesaplanan büyütme miktarları ölçülen koordinatlar ile çarpılır. Burada dikkat edilmesi gereken en önemli nokta, ölçüm yapılacak fotoğraf hangi objektif ile çekilmiş ise gratikula, fotoğrafının da aynı objektif ile çekilmesidir. Gratikulanın fotoğrafı Şekil 3.23'te gösterildi. Oluk fotoğrafında belirlenen x,y koordinatları büyütme faktörü ile çarpıldı ve gerçek koordinatlar elde edildi.



Şekil 3.23. Büyütme çarpanlarının hesaplanmasında kullanılan mikrometre fotoğrafı.

Örneğin Pb-Bi 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 düzeltme

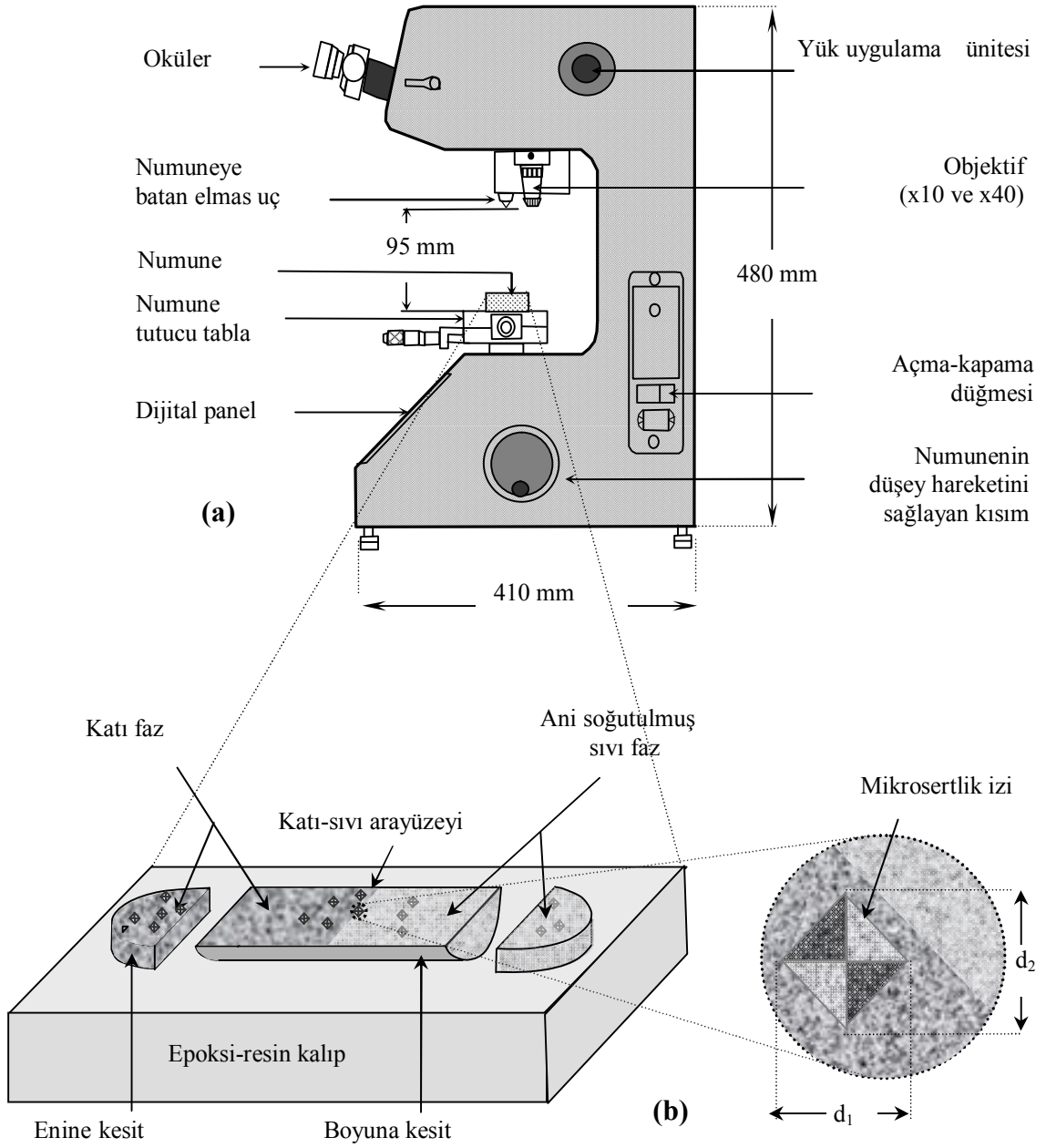
çarpını hesaplandı. Bu amaçla gratikülanın $\times 20$ 'lik objektif ile çekilen fotoğrafı *Adobe Photoshop CS2* programında açıldı. Bu fotoğraf üzerinde gerçekte 100 μm olan mesafenin 100 mm geldiği ölçüldü. Basit bir orantı kurularak düzeltme çarpını 0.0001 olarak hesaplandı. Düzeltme çarpını bilgisayarda 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.

3.3. Mikrosertlik Değerlerinin Ölçülmesi

Numunelerin mikroyapı fotoğrafları optik görüntü sistemi ile çekildikten sonra mikrosertlik ölçümlerine geçildi. Mikrosertlik ölçümlerinde, şematik yapısı Şekil 3.24'de verilen *Future Tech FM-700* model dijital mikrosertlik ölçüm 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 $\times 200$, $\times 500$ ve $\times 1000$ büyütme değerlerindeki objektiflerle fotoğraf çekebilme özelliklerine sahiptir.

Farklı katılaştırma parametrelerinde kontrollü katılaştırılan numuneler sırasıyla ölçüm cihazına bağlanarak, herbir numunenin enine kesitinden ve boyuna kesitinin katı-sıvı arayüzeyine yakın katı kesitinden 8-12 adet mikrosertlik ölçümleri alınmıştır. Ölçülen mikrosertlik değerleri kullanılarak, katılaştırma parametrelerinden (V) ve mikroyapı parametresi (λ) değerleri ile mikrosertlik (H_V) değerleri arasındaki ilişki ve bağıntılar elde edilmiştir. Elde edilen ölçüm sonuçları tablo ve grafiklerle 4. Bölüm'de verilecektir. Bu bölümde deneysel sistem ve ekipmanları tanıtıldıktan sonra bir deneyin yapılış aşamaları ve numune üzerinde yapılan metalografik işlemler anlatıldı.



Şekil 3.24. (a) Mikrosertlik ölçüm cihazının şematik gösterimi, (b) Numune üzerinde cihazın bıraktığı izin detayları [39].

4. BÖLÜM

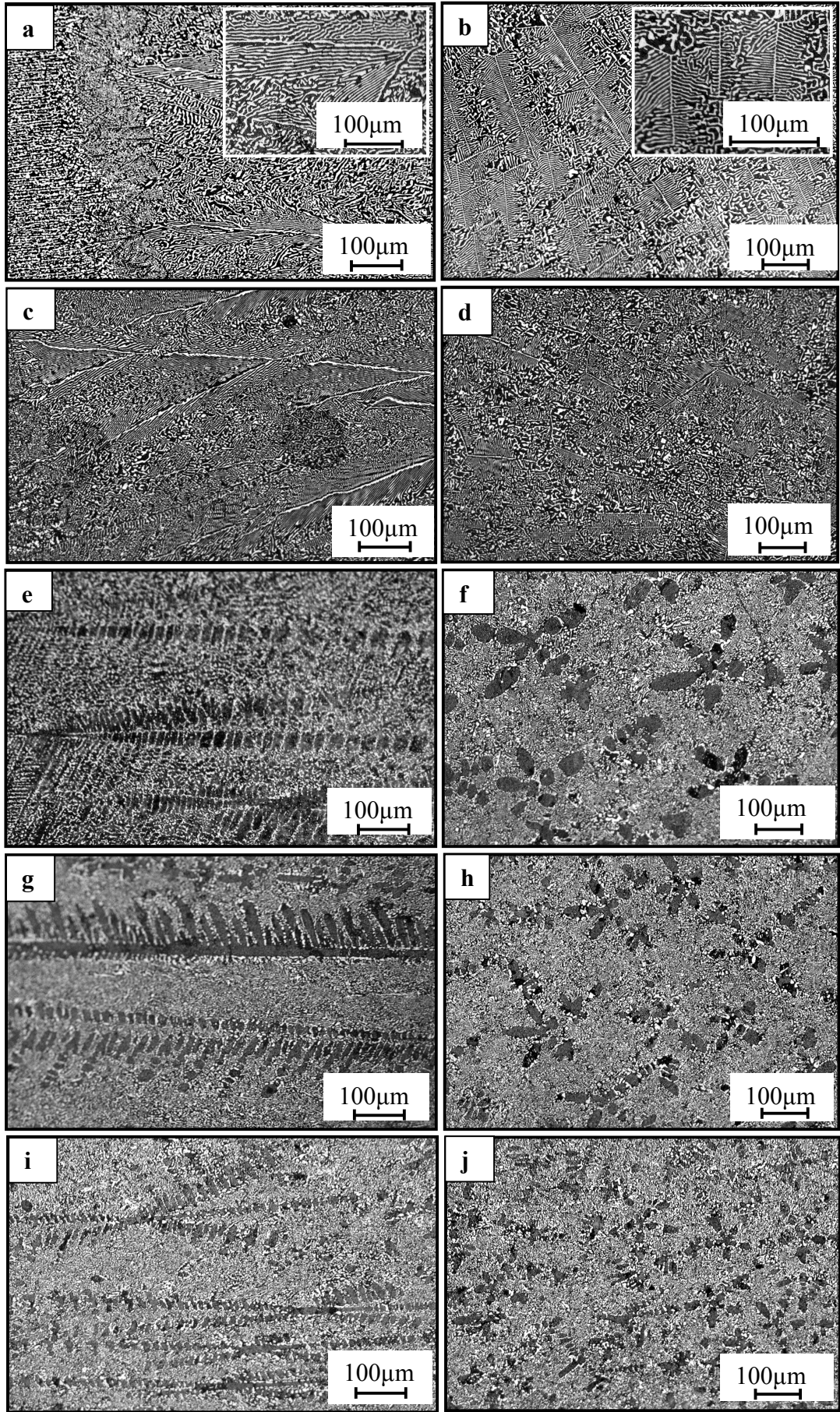
DENEYSEL BULGULAR

Bu bölümde Pb-%[x]Bi (kurşun-bizmut; x=45, 55,2(ötektik), 65, 75, 85 (ağ.)) ikili alaşım sistemleri, sabit sıcaklık gradyentinde; ötektik bileşimde, farklı katılaştırma hızlarında ve sabit katılaştırma hızında ($V=14.2 \mu\text{m/s}$), farklı bileşimlerde Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınında doğrusal katılaştırılmıştır. Yapılan kontrollü katılaştırma deneylerinden elde edilen mikroyapılardan ötektik mesafe (lameller arası mesafeler) ölçümleri yapılarak bu sonuçların katılaştırma parametrelerinden olan katılaştırma hızına (V) ve altoğumaya (ΔT) göre değişimleri incelenmiş, sonuçlar tablo ve grafiklerle verilmiştir.

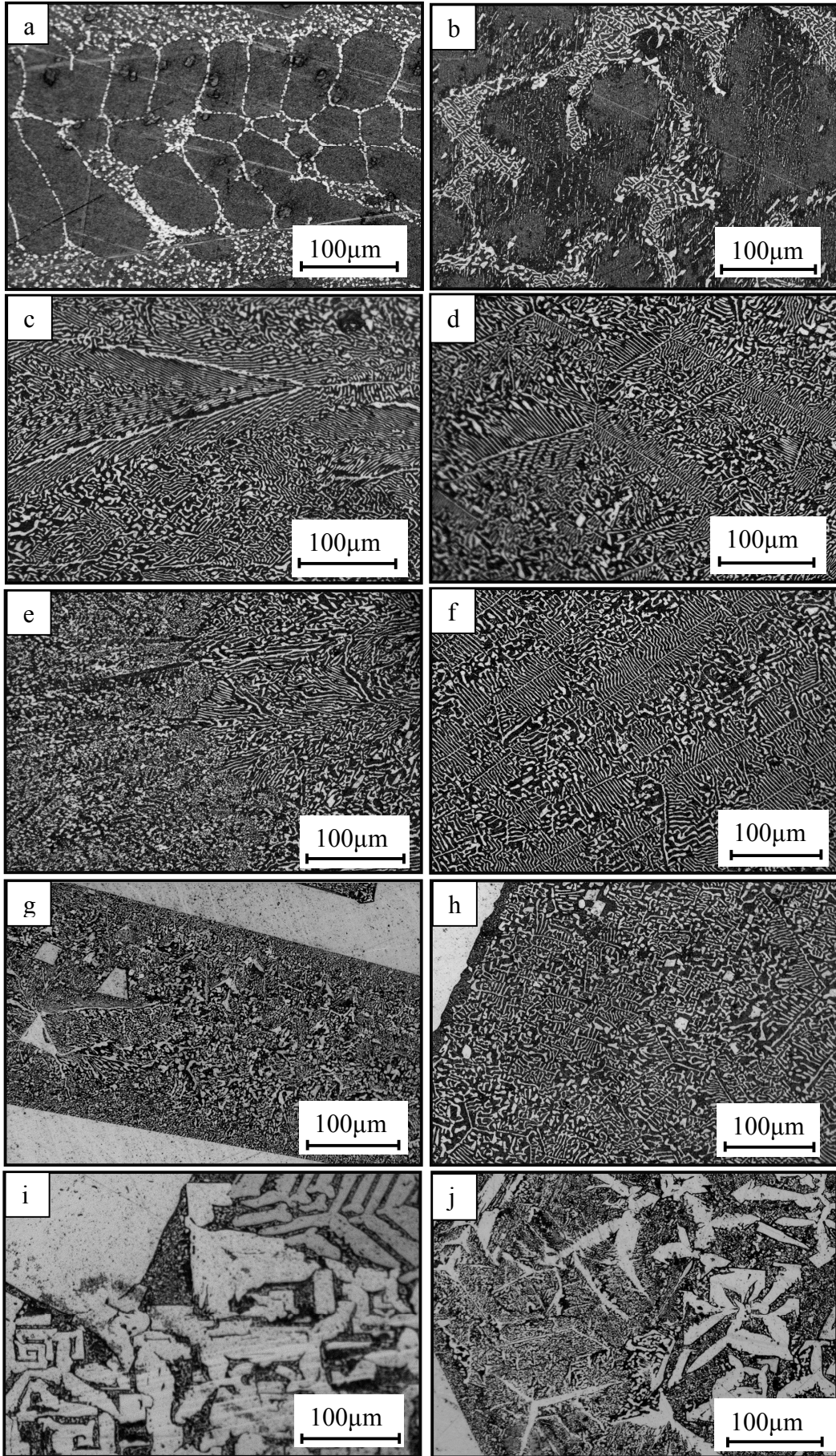
Ayrıca bu bölümde kontrollü olarak katılaştırılan her bir kompozisyonun mikrosertlik ölçümleri yapılarak, bu ölçümlerin katılaştırma hızı ve ötektik mesafelere göre değişimleri tablo ve grafiklerle verilmiştir.

4.1. Gözlenen Mikroyapılar

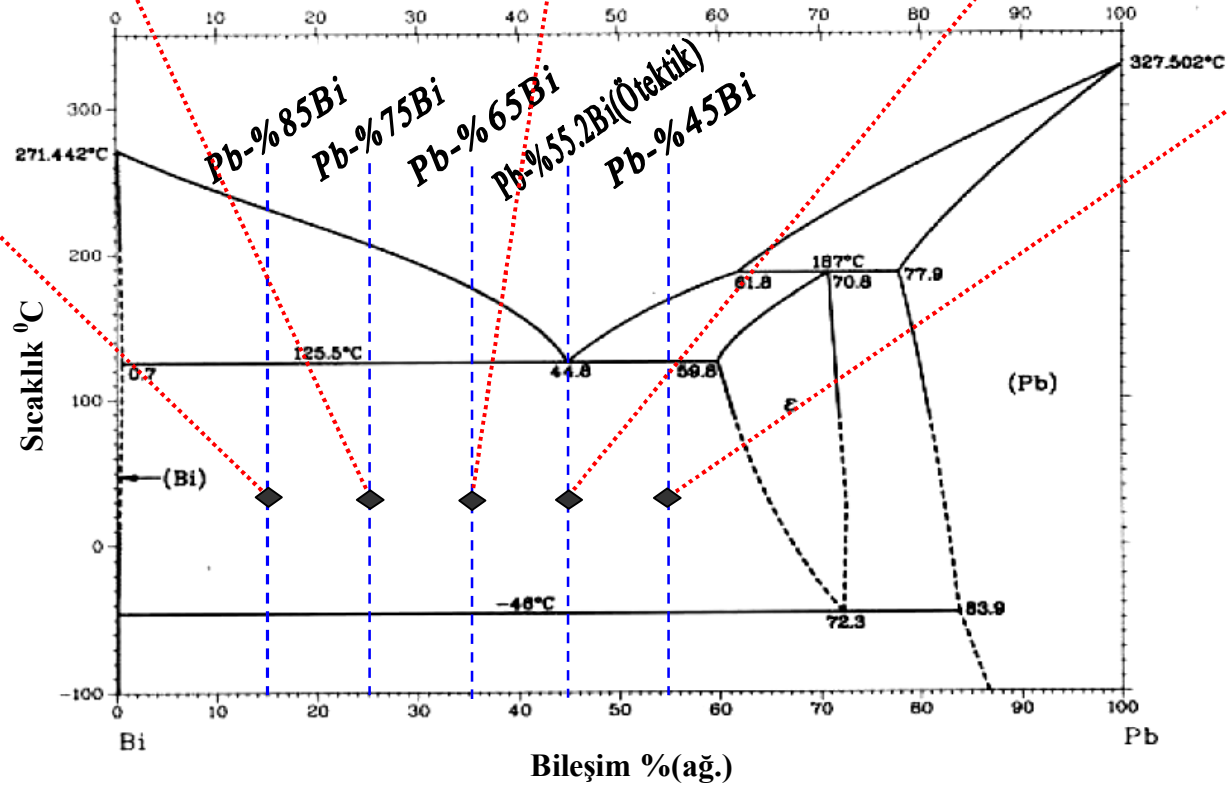
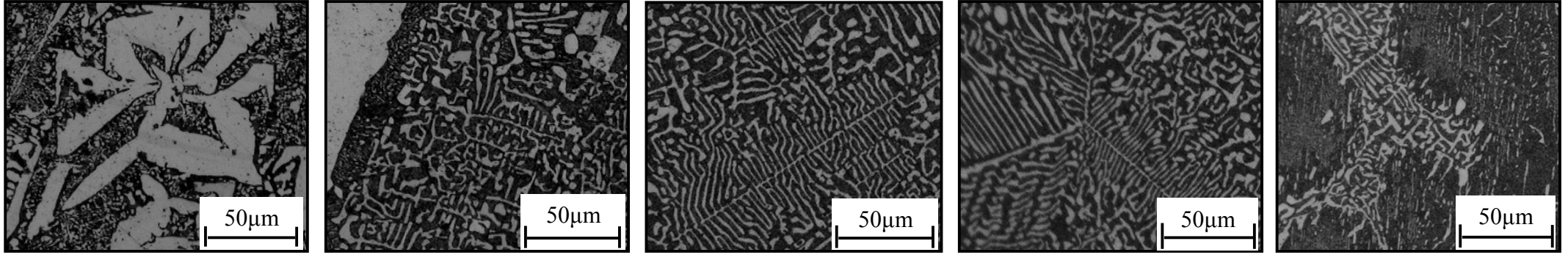
Katılaştırma deneyleri neticesinde alaşımların mikroyapılarının fotoğraflarının çekilmesinde optik mikroskop kullanılmıştır. Kontrollü katılaştırma fırınında farklı katılaştırma parametrelerinde üretilen her bir numunenin farklı büyütmelemlerde çok sayıda optik fotoğrafı çekilmiştir. Bu kapsamda; Pb-Bi alaşımı, sabit sıcaklık gradyenti ($G=2.18\text{K/mm}$), sabit bileşim (ötektik bileşim), farklı katılaştırma hızlarında ($V=7.05-113.09 \mu\text{m/s}$) kontrollü katılaştırılan ve sabit katılaştırma hızı ($V=14.2 \mu\text{m/s}$), sabit sıcaklık gradyenti ($G=2.18\text{K/mm}$), farklı bileşimlerde (ağırlıkça oranı değiştirilen Pb-Bi bileşimi) kontrollü katılaştırılan alaşımlarının optik mikroskopla çekilen mikroyapı fotoğraflarından bazıları Şekil 4.1-3'te verilmiştir.



Şekil 4.1. Doğrusal katılaştırılmış Pb-Bi ötektik alaşımı (Pb-%55.2Bi) için farklı hızlarda, sabit sıcaklık gradyentinde ($G=2.18\text{K/mm}$) oluşan mikroyapıların bazı optik fotoğrafları (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit ($V=7.05\mu\text{m/s}$), (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit ($V=14.2\mu\text{m/s}$), (e) Boyuna kesit (f) Enine kesit ($V=35.84\mu\text{m/s}$), (g) Boyuna kesit (h) Enine kesit ($V=72.46\mu\text{m/s}$), (i) Boyuna kesit (j) Enine kesit ($V=113.09\mu\text{m/s}$).



Şekil. 4.2. Doğrusal katılaştırılmış Bi-Pb alaşımı için sabit katılaştırma hızı ve sıcaklık gradyentinde ($V=14.20\mu\text{m/s}$, $G=2.18\text{K/mm}$), farklı bileşimlerde oluşan mikroyapıların bazı optik fotoğrafları, (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit kesit (Pb-%45Bi ağ), (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit (Pb-%55.2Bi ağ.) (e) Boyuna kesit (f) Enine kesit (Pb-%65Bi ağ.), (g) Boyuna kesit (h) Enine kesit (Pb-%75Bi ağ.), (i) Boyuna kesit (j) Enine kesit (Pb-%85Bi ağ.).



Şekil. 4.3. Pb-Bi alaşımının faz diyagramı [109] ve bileşimin kompozisyonunun değiştirilmesiyle üretilen alaşımların mikroyapı fotoğrafları (enine kesitler).

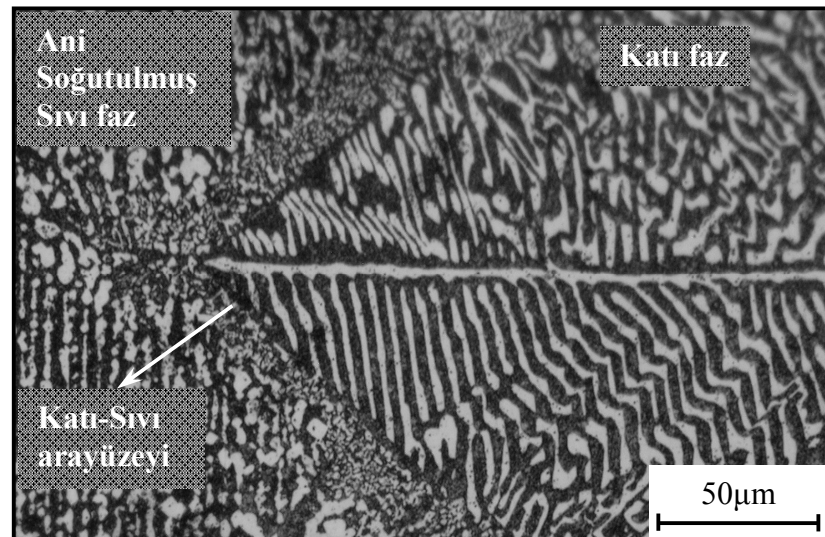
4.2. Ötektik Pb-Bi Alaşımının Mikroyapısı

Pb-Bi ötektik alaşımı kontrollü katılaştırıldığında, düşük hızlarda ($V=7.05-14.2 \mu\text{m/s}$) ve sabit sıcaklık gradyentinde ($G=2.18 \text{ K/mm}$), numunenin enine kesiti incelendiğinde bizmutça zengin faz olan γ fazının balık-kılçığı şeklinde büyüdüğü görülmektedir (Şekil 4.1.b).

Pb-Bi ötektik alaşımı iki faz şeklinde kompleks-düzenli olarak büyür [110]. Jackson ve Hunt [17] düzenli lamelsel ötektiklerin büyümesi için şu yorumu yapmışlardır;

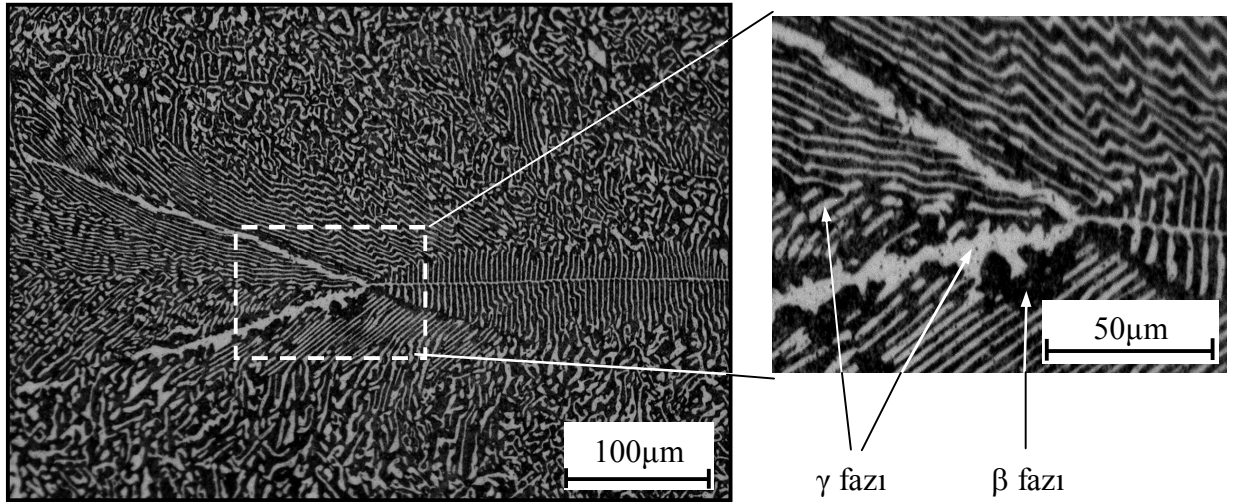
1. Bir lamelsel ötektik mesafe değişimi ile büyütme hızındaki bölgesel dalgalanmaların uygun halde olması,
2. Lamelsel mesafedeki hızlı değişimle bileşim (kompozisyon)'in dalgalanmaları uygun bir şekilde olması gerekir.

Bu iki süreç, düzlemlî-düzlemsiz (faceted-nonfaceted) ötektikler için kolayca uygulanamaz. Bu nedenle düzlemsel bir sınır tabakası oluşur [110]. Düzlemlî-düzlemsiz bir ötektik alaşım olan Pb-Bi alaşımındaki sınır tabakasının düzlemlî olduğu Şekil 4.4'te görülmektedir.



Şekil 4.4. Ötektik Bi-Pb alaşımının sabit sıcaklık gradyenti ($G=2.18 \text{ K/mm}$) ve $V=14.2 \mu\text{m/s}$ hızla kontrollü katılaştırılması sonucu oluşan mikroyapısının fotoğrafı (boyuna kesit).

Baragar ve ark. Pb-Bi ötektik alaşımı doğrusal katılaştırılmasıyla %40(ağ) civarında bizmut içeren intermetalik bir bileşik olan β (Pb_2Bi) fazı ve çok az miktarda kurşun içeren, %99 (ağ.) civarında bizmut bulunduran γ fazı olmak üzere iki fazın lamelsel (ötektik) formda büyüdüğünü gözlemişlerdir [110, 111]. Şekil 4.5'te ötektik Pb-Bi alaşımının fazları gösterilmiştir.

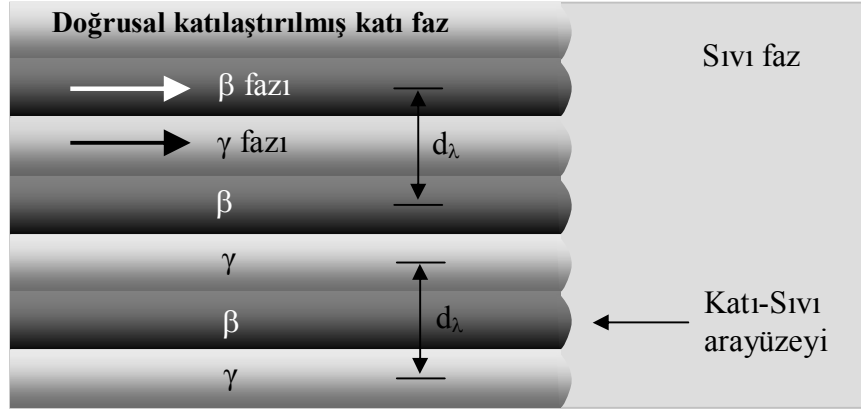


Şekil 4.5. Ötektik Pb-Bi alaşımının fazları (boyuna kesit).

4.2.1. Pb-Bi Ötektik Alaşımında Mikroyapıların Ölçümü

Bu tezde çalışılan Pb-Bi ikili alaşımının ötektik mikroyapıları γ ve β fazlarından oluşmaktadır [111]. Ötektik mesafeler, Şekil 4.6'da verildiği gibi en yakın $\gamma - \gamma$ veya $\beta - \beta$ fazlarının merkezleri arasındaki uzaklıktır. Başka bir deyişle ötektik mesafe γ ve β fazlarının toplam genişliğidir. Ötektik mesafe ölçümlerinin daha hassas yapılabilmesi amacıyla ötektik sistemlere ait mikroyapıların fotoğrafları mikroskopta büyük objektiflerle çekildi. Numunelerin mikroyapılarının çekildiği objektifler numune ebatlarını farklı oranlarda büyütürken görüntülediği için, 3. bölüm 2. kesim'de anlatıldığı gibi her bir objektifin düzeltme çarpanı hesaplandı ve *Adobe Photoshop CS2* programı yardımıyla ölçülen mikroyapı değerleri ile çarpılarak gerçek ötektik mikroyapı değerleri tespit edildi. Ötektik mesafe ölçümlerinde her bir numunenin enine ve boyuna kesitlerinden ayrı ayrı ölçümler alındı. Sonuçların güvenilirliğini artırmak amacıyla farklı katılaştırma parametrelerinde üretilen her bir numune üzerinden çok sayıda (her bir numune için yaklaşık 30) ölçüm alınarak ortalama değerler hesaplandı. Ötektik

mesafelerin ölçümünde Şekil 4.7’de gösterildiği gibi kesişim (intercept) metodu [90] kullanıldı.

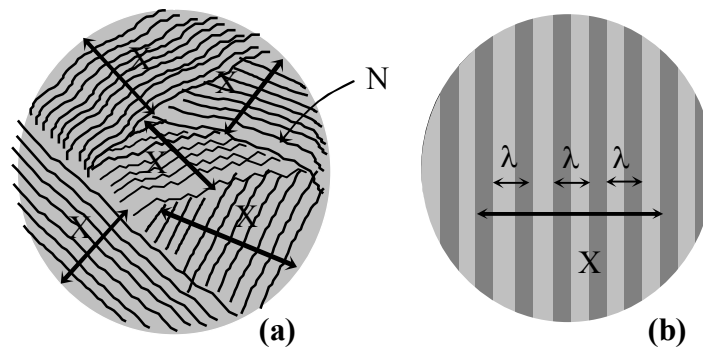


Şekil 4.6. Ötektik mikroyapılar arası mesafelerin gösterimi (boyuna kesit).

Ötektik mesafeler,

$$\lambda = \frac{X}{N_L - 1} \quad (4.1)$$

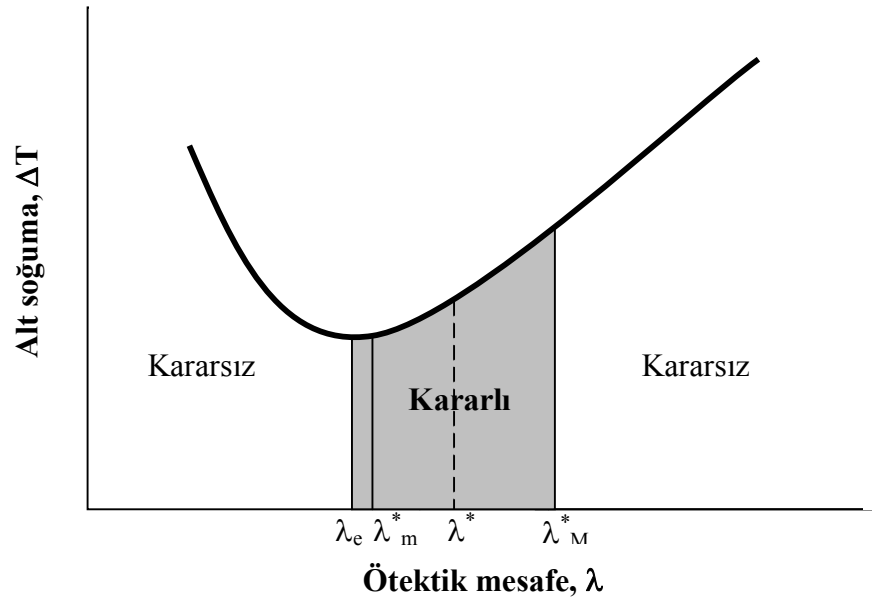
ifadesi ile hesaplandı. Burada X , lamellerin toplam genişliği, N_L ise toplam lamel sayısıdır.



Şekil 4.7. Düzenli ötektiklerde lamelsel mesafelerin ölçümü
(a) Geniş bölge görüntüsü (enine kesit),
(b) Dar bölge görüntüsü (enine kesit).

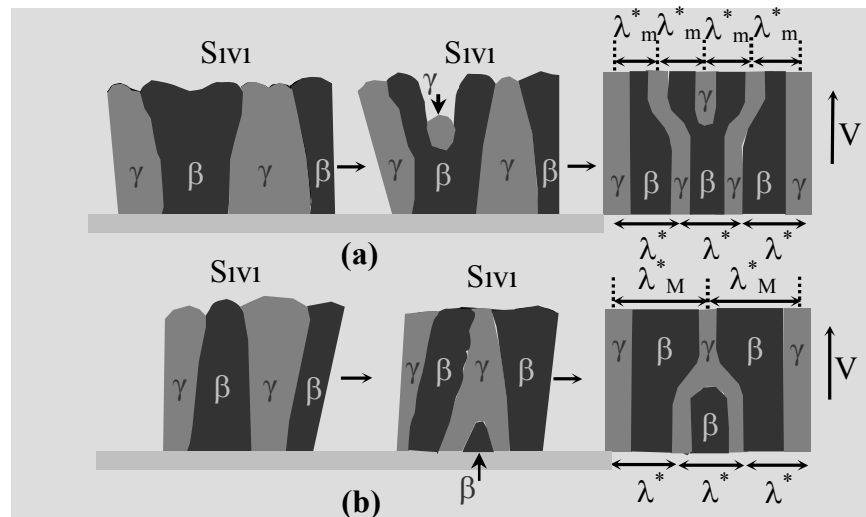
Bu tip büyümelere özellikle boyuna kesitteki ötektik mesafe (λ^*), parlatma düzlemine bağlı olarak kararlı olmayıp yer yer minimum veya maksimum olmaktadır. Bu karlı-kararsız durum Şekil 4.8’de görülmektedir (şekildeki λ_e , minimum altsoğumanın

karşılık geldiği ötektik mesafenin ekstremum değeridir). Bunun için her bir numunede boyuna kesitten minimum ötektik mesafe (λ_m^*) ölçümleri, maksimum ötektik mesafe (λ_M^*) ölçümleri, ortalama ötektik mesafe (λ^*) ölçümleri alındı. Şekil 4.8’de bu durumun şematik gösterimi verilmiştir. Şekil 4.9’da görüldüğü gibi boyuna kesitten ölçülen ötektik mesafeler kimi yerde maksimum kimi yerde ise minimum olmaktadır.



Şekil 4.8. Sabit hızda ötektik mesafe ile ortalama arayüzey altsoğumasının ilişkisi ve kararlı-kararsız bölgeler.

Bunun sebebi pozitif ve negatif sonlanmalardır. Pozitif sonlanma β lamelinin çatallanarak ikiye ayrılması ve iki çatal arasında yeni bir γ fazının oluşmasıdır.

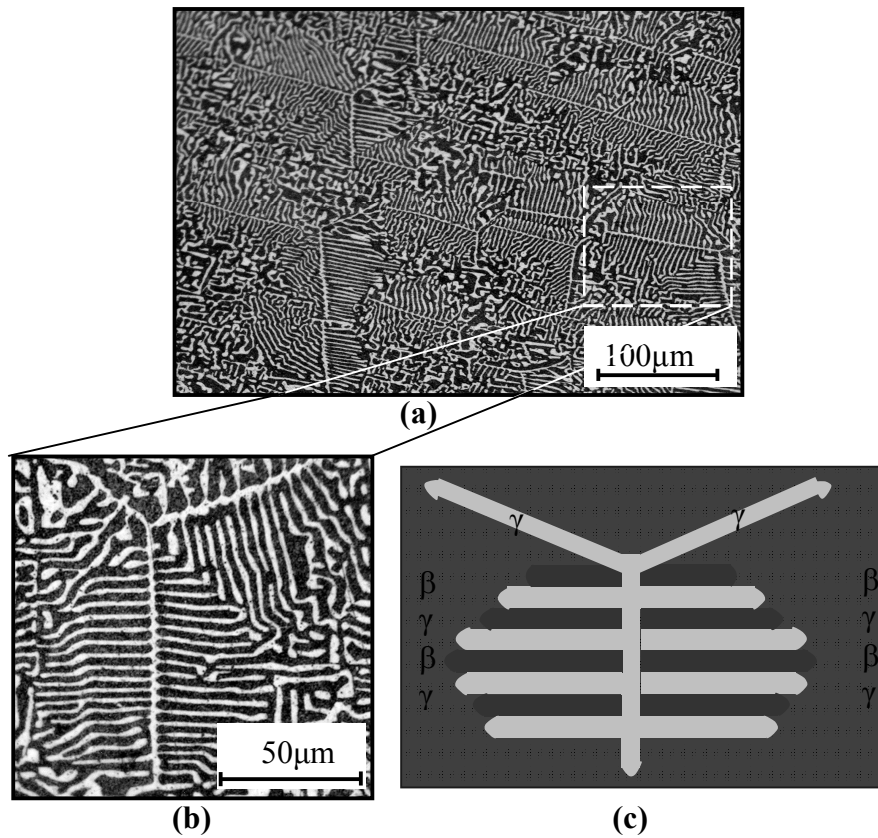


Şekil 4.9. Pb-Bi alaşımı için ötektik mikroyapıların şematik gösterimi (a) Pozitif sonlanma, (b) Negatif sonlanma.

Negatif sonlanma mekanizması ise komşu iki γ fazının β fazından daha hızlı büyüyerek birleşmesi ve bir γ fazının yok olmasıdır. Baicchi ve ark. [111] yaptıkları çalışmada, Bi-Pb ötektik alaşımı için γ ve β faz simgeleri kullanılması nedeniyle bu bölümdeki resim ve şematik gösterimlerde bu faz simgeleri kullanılmıştır.

Bugüne kadar yapılan çalışmalara göre; enine kesitten alınan lamelsel mesafe ölçümleri, boyuna kesitten alınan ölçümlere göre daha güvenilir olduğu ve standartlara uyduğu gözlenmiştir [93, 112]. Boyuna kesitteki mikroyapıların bu farklılığı, yapılanmaların metalografik işlemler esnasında yüzeyin belirli bir θ açısıyla gridlenmesi ve parlatılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Pb-Bi ötektik alaşımının doğrusal katılaştırılması incelendiğinde Jackson-Hunt (J-H) modeline uygun olarak iki lamelin birlikte büyüdüğü gözlenmiştir. Elde edilen mikroyapılar incelendiğinde hem boyuna kesitteki hem de enine kesitteki mikroyapılar arasında periyodik yapılanmalar olduğu gözlemlendi (Şekil 4.10).



Şekil 4.10. Ötektik Pb-Bi alaşımı mikroyapısı; (a) Alaşımın enine kesitinden bir fotoğraf, (b) Fotoğrafın bir bölümünün büyütülmüş hali, (c) Ötektik mikroyapının şematik gösterimi. Burada γ ve β fazları ötektik Bi-Pb alaşımındaki fazlardır.

Enine kesitten, optik mikroskopla çekilen bu mikroyapı fotoğraflarından lamelsel mesafe değerleri ölçüldü.

4.3. Doğrusal Katılaştırılan Ötektik Pb-Bi Alaşımının Mikrosertlik Değerlerinin Ölçülmesi

Kontrollü olarak doğrusal katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşımının mikroyapı ölçümleri yapıldıktan sonra, 3. bölüm 4. kesim’de anlatıldığı gibi Vickers sertlik ölçme yöntemi ile mikrosertlik değerlerinin ölçümüne geçildi. Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşımı, mikrosertlik test cihazına takılarak, 10 ve 25 g’lık kütlelerle, katılaştırılan bölgenin enine kesitinden mikrosertlik değerleri, kg/mm^2 cinsinden ölçülmüştür. Ölçülen mikrosertlik değerleri değişen katılaştırma hızı ve ötektik mesafe değerlerine göre ayrı ayrı incelenmiştir. İstatistiksel güvenirliliği artırmak için her bir kesit üzerinde en az 30 ölçüm alınarak ortalamaları hesaplanmıştır.

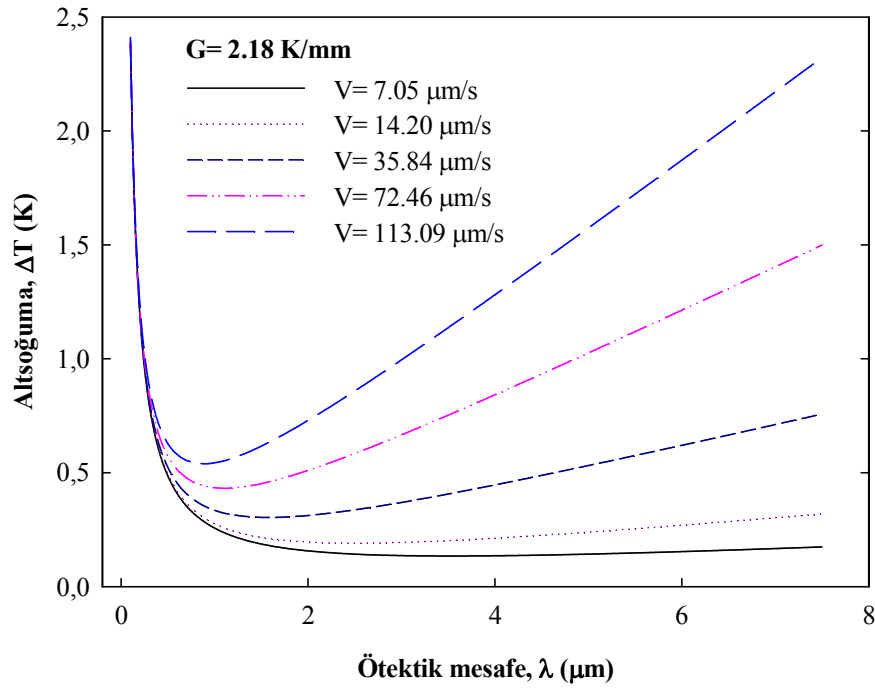
4.4. Katılaştırma Parametresi olan ΔT ’nin Elde Edilmesi ve Katılaştırma Parametrelerine (ΔT , V) Bağlı Olarak Ötektik Mikroyapıların ve Mikrosertlik Değerlerinin İncelenmesi

Daha önce 2. bölüm 3. kesim’de anlatıldığı gibi anlatıldığı gibi Jackson-Hunt λ_m ve λ_M ’un hız ile değişimlerini hesaplayarak minimum kararlı mesafede altoğuma (ΔT) için Denklem 2.9’u elde etmişlerdi;

$$\Delta T = \left[2\sqrt{K_1 K_2} \right] V^{1/2} \quad (\text{Denklem 2.9})$$

Bu denklemi kullanarak, ötektik bileşimde (Pb-%55.2Bi) her bir hız için altoğuma değerleri elde edildi. Daha sonra, ölçülen ötektik mesafe ve altoğuma arasındaki ilişkinin grafiği, her bir katılaştırma hızı için çizdirildi (Şekil 4.11). Farklı hızlara göre çizdirilen bu grafikten minimum altoğumalar hesaplandı. Hesaplanan altoğumalar Tablo 4.1’de verilmiştir.

Tablo 4.1’de ayrıca sabit sıcaklık gradyenti ($G=2.18\text{K/mm}$) ve farklı hızlarda katılaştırılmış Pb-Bi ötektik alaşımının katılaştırma parametrelerine (ΔT , V) bağlı ötektik mesafeleri (λ_m , λ_M , λ) ve mikrosertlik değerleri verilmiştir.



Şekil 4.11. Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşımının sabit sıcaklık gradyentinde ($G=2.18$ K/mm) lameller arası mesafeyle (λ) alt soğumanın (ΔT) değişimi.

Tablo 4.1. Pb-Bi ötektik alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti, farklı katılaştırma hızlarında ve farklı alt soğumalarda elde edilen, ötektik mesafeler ve mikrosertlik değerleri.

Katılaştırma Parametreleri			Ötektik Mesafeler			Mikrosertlik Değerleri
G (K/mm)	V ($\mu\text{m/s}$)	ΔT (K)	λ (μm)	λ_m^* (μm)	λ_M^* (μm)	HV (kg/mm^2)
2.18	7.05	0.13	3.83	3.37	4.57	14.93
	14.20	0.19	2.70	2.52	3.91	15.70
	35.84	0.30	1.64	1.39	2.14	16.08
	72.46	0.43	1.21	1.02	1.65	16.38
	113.09	0.53	1.00	0.87	1.19	16.75

λ : Numunelerin enine kesitinden ölçülen ötektik mesafeler

λ_m^* : Numunelerin enine kesitinden ölçülen minimum ötektik mesafeler

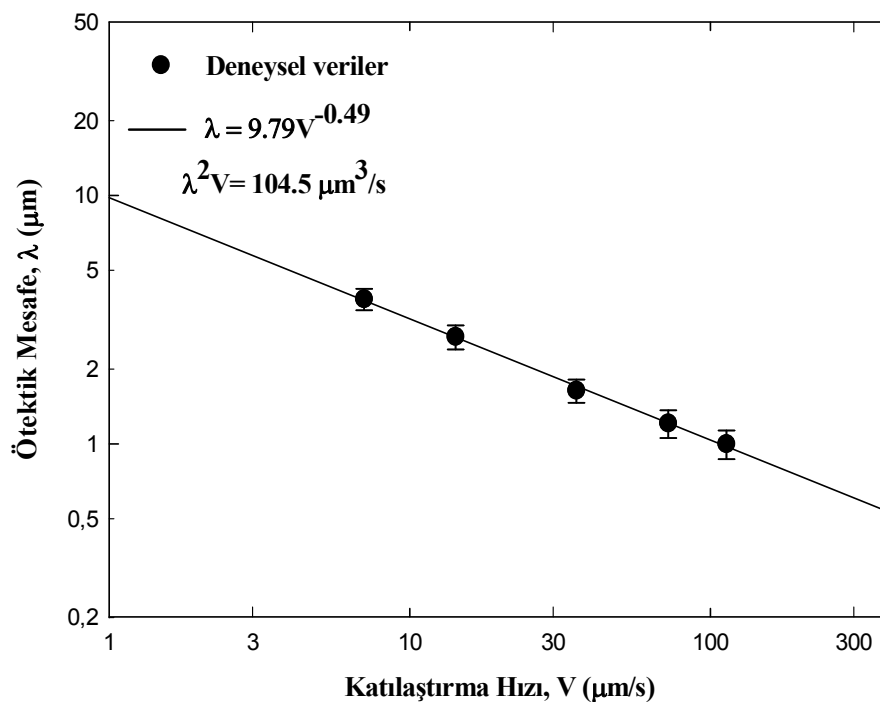
λ_M^* : Numunelerin enine kesitinden ölçülen maksimum ötektik mesafeler

HV : Numunelerin enine kesitinden ölçülen mikrosertlik değerleri

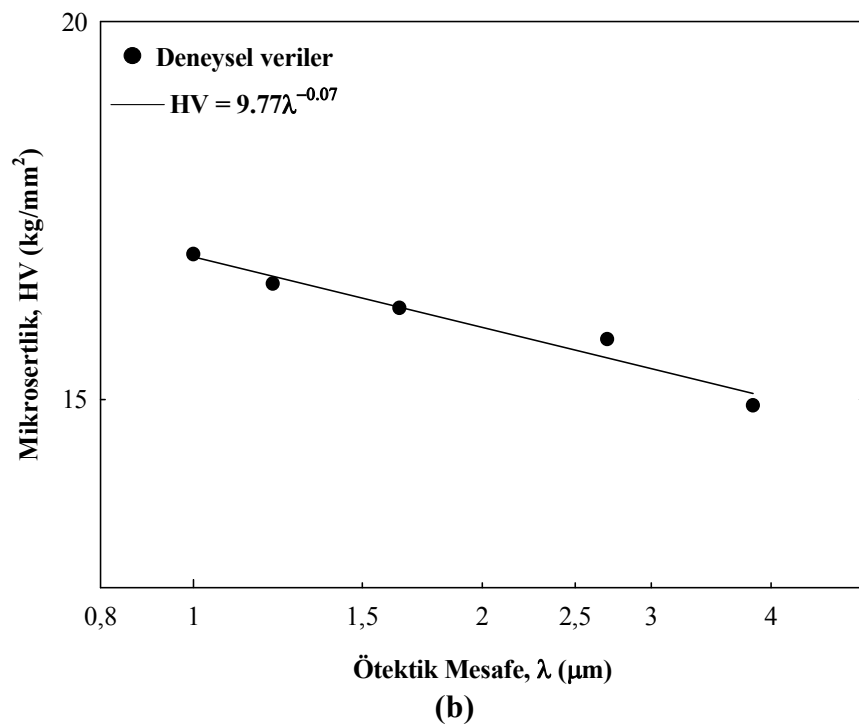
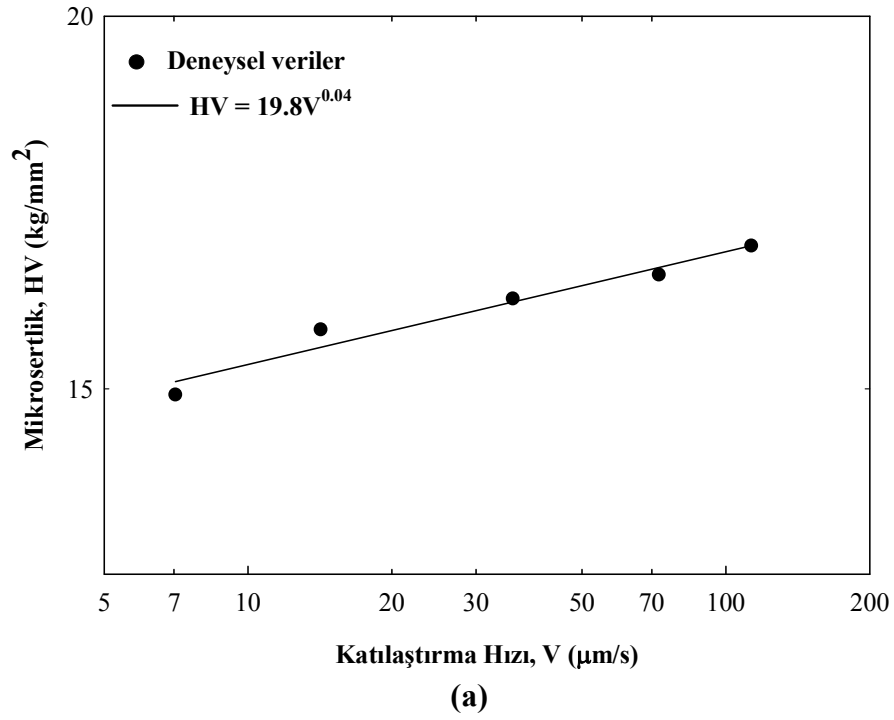
Ayrıca katılaştırma parametrelerine (V ve ΔT) bağılı olarak ötektik mesafelerin ve mikrosertlik değerlerinin değişimlerinin logaritmik grafikleri verilmiştir. Bu deneysel verilerden yararlanarak elde edilen sonuçlar yorumlanmış ve aralarındaki bağıntılar, lineer regresyon analizi (EK 2) ile tespit edilmiştir.

Bu kapsamda Pb-Bi ötektik alaşımı için Şekil 4.12’de ötektik mesafelerle katılaştırma hızı arasındaki ilişki, Şekil 4.13’te de mikrosertlik değerleriyle katılaştırma hızı arasındaki ilişki ve mikrosertlik değerleriyle ötektik mesafeler arasındaki ilişki verilmiştir.

Şekil 4.12 ve Şekil 4.13 incelendiğinde katılaştırma hızı arttıkça ötektik mesafe değerinin azaldığı ve mikrosertlik değerinin arttığı görülmektedir. Şekil 4.12’de görüldüğü gibi enine kesitten alınan ölçümler incelendiğinde sabit sıcaklık gradyentinde katılaştırma hızı arttıkça λ ’nın, 0.49 üstel değeri ile azaldığı görülmektedir.

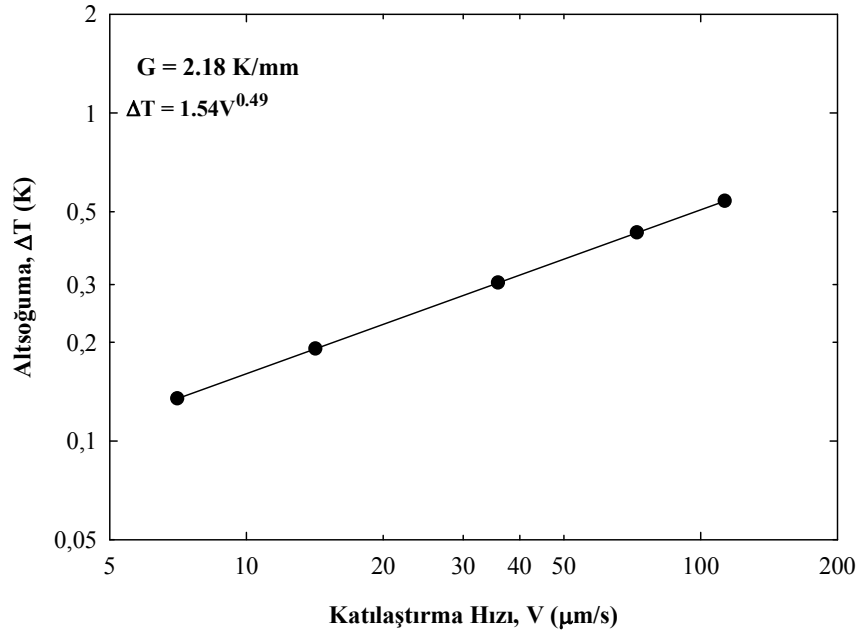


Şekil 4.12. Doğrusal katılaştırılmış Pb-Bi ötektik alaşımı için sabit sıcaklık gradyentinde ($G=2.18$ K/mm), ötektik mesafelerin katılaştırma hızıyla değişimi ve λ^2V hacimsel büyütme oranı.

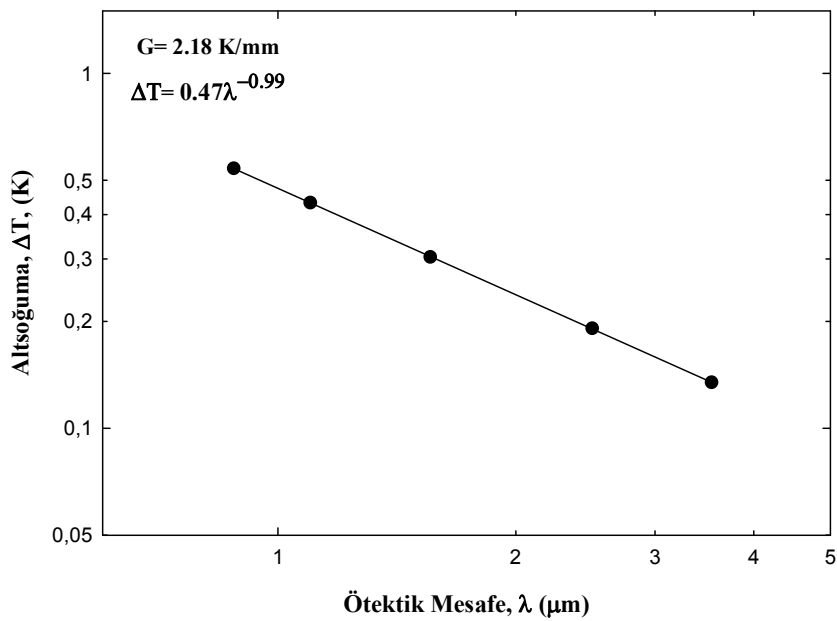


Şekil 4.13. Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşımının (a) Katılaştırma hızıyla mikrosertliğin değişimi, (b) Ötektik mesafelerle mikrosertliğin değişimi.

Ötektik Pb-Bi alaşımının sabit sıcaklık gradyentinde ve değişen katılaştırma hızlarında ölçülen lamelsel mesafe ve altoğuma değerleri Tablo 4.1’de verilmiştir. Bu kapsamda Pb-Bi ötektik alaşımı için Şekil 4.14’te katılaştırma hızıyla altoğuma arasındaki ilişki, Şekil 4.15’te ötektik mesafelerle altoğuma arasındaki ilişki verilmiştir.



Şekil 4.14. Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşımının katılaştırma hızıyla (V) altoğuma (ΔT) değerlerinin değişimi.



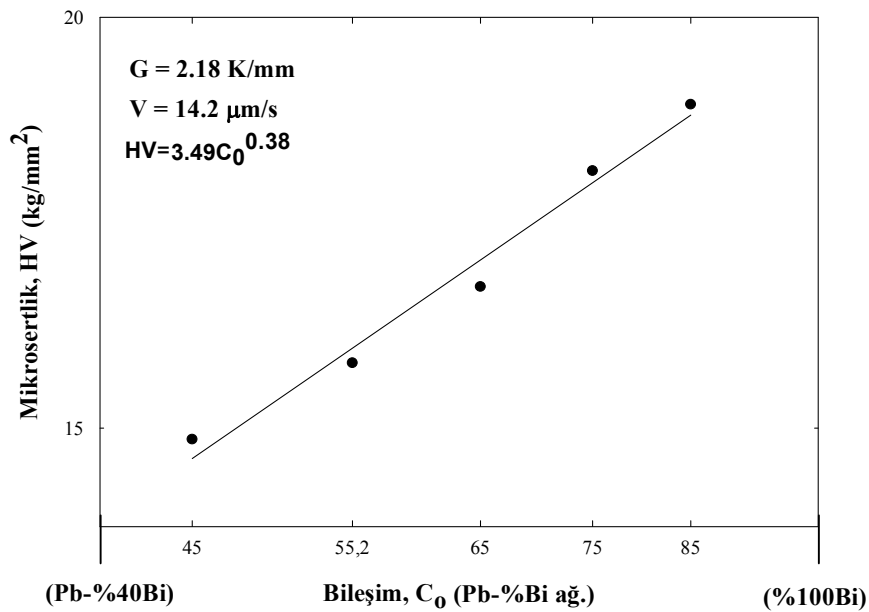
Şekil 4.15. Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşımının altoğumayla ötektik mesafenin değişimi.

4.5. Pb-Bi Alaşım Sisteminde Bileşiminin Değişmesiyle Elde edilen Mikroyapı ve Mikrosertlik Değerlerinin incelenmesi

Pb-Bi alaşımının sabit katılaştırma hızında ($V=14.2 \mu\text{m/s}$), sabit sıcaklık gradyentinde ($G=2.18 \text{ K/mm}$) ve farklı bileşimlerindeki (Pb-%45Bi, Pb-%65Bi, Pb-%75Bi ve Pb-%85Bi (ağ.)) mikroyapı fotoğrafları incelendiğinde (Şekil 4.2 ve Şekil 4.3), alaşımdaki bizmut miktarı arttıkça γ fazının genişlediği ve β fazının ise incelendiği görülmektedir. Yine Şekil 4.2 incelendiğinde Pb-Bi'nin farklı bileşimlerinde de bölgesel olarak lamellerin büyüdüğü görülmektedir. Ayrıca alaşımdaki bizmut miktarı arttıkça üretilen numunelerdeki mikroyapılarda, γ fazının daha belirgin şekilde keskin köşeli bloklar halinde büyüdüğü gözlenmiştir (Şekil 4.2 ve 4.3).

Pb-Bi alaşımı düşük sabit hız ($V=14.2 \mu\text{m/s}$) ve düşük sabit sıcaklık gradyentinde ($G=2.18 \text{ K/mm}$) farklı bileşimde doğrusal katılaştırılması yapıldı. Bileşim değişiminin yapı parametrelerine etkisi gözlenmek istendi. Fakat bu etki net olarak gözlenemedi. Bunun nedeni Pb-Bi yapısının çok karmaşık olmasından ve yapıdaki farklılıkların net gözlenememesinden kaynaklanmaktadır.

Pb-Bi alaşımının katılma parametrelerinden olan bileşim (C_0) değişimiyle mikrosertliğinin ilişkisi Şekil 4.16'da gösterilmiştir. Görüldüğü gibi alaşımdaki bizmut miktarı arttıkça alaşımın mikrosertliği katılaştırma hızının üstel değeriyle artmaktadır.



Şekil 4.16. Doğrusal katılaştırılan Pb-Bi alaşımının sabit sıcaklık radyentinde ($G=2.18 \text{ K/mm}$) kompozisyonla (C_0) mikrosertliğinin değişimi.

5. BÖLÜM

TARTIŞMA, SONUÇ VE ÖNERİLER

5.1. Pb-Bi Ötektik Alaşımının Mikroyapısı

Ötektik Pb-Bi alaşımı katılaşma esnasında kompleks-düzenli bir yapı formu oluşturur [110]. Croker ve ark. [21] yaptıkları çalışmada kompleks-düzenli olan hücrenin şeklinin, düzlemlili bizmut fazı tarafından belirlendiği ve sonuç olarak da alaşımın katılaştırma hızları değiştikçe hücrenin şeklinin değiştiğini ifade etmişlerdir. Daha sonra da, herhangi özel bir büyüme şartı altındaki bizmut fazının baskın yöneliminin, bizmutun ısıl anizotropik olması nedeniyle *ısı akışı* ve katı-sıvı arayüzeyindeki *yapısal altsoğumanın* büyüklüğü tarafından belirlendiği sonucuna ulaşmışlardır. Bu kapsamda bu tez çalışmasında incelediğimiz Pb-Bi ötektik alaşımı sabit sıcaklık gradyenti altında ($G=2.18$ K/mm) Şekil 4.1, 4.3 ve 4.8'de görüldüğü gibi bizmutça zengin olan γ fazında yönelimler olmuştur. Büyüyen ötektik Pb-Bi alaşımının oluşumunda, γ fazının etkili olduğu Şekil 4.1 ve 4.4'te görülmektedir ve teorik olarak Croker ve ark. [21]'nin ve deneysel olarak ise Baragar ve ark. [109] yaptığı çalışmalarla uyumlu olduğu görülmüştür. Yine Baragar ve ark. [110] yaptığı çalışmaya göre, belli bir katılaştırma hızında ($V=4,5 \cdot 10^{-4}$ cm/s) ve yüksek sıcaklık gradyentinde ($G=140$ °C/cm), Pb-Bi ötektik alaşımı balık-kılçığı şeklinde büyümüştür. Bu tez çalışmasındaki belli büyüme şartları altında ($G=2.18$ K/mm, $V=7.05-14.2$ μ m/s) katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşımının büyüme şeklinin balık-kılçığı olduğu numunelerin enine kesitlerinden görülmektedir ve literatürle uyum sağlamaktadır (Şekil 4.1.(b) ve Şekil 4.10).

5.1.1. Pb-Bi Alaşımının Mikroyapı Ölçüm Sonuçlarının Literatürle Karşılaştırılması

"Ötektik teori" ilk defa Jackson-Hunt (J-H) [30] tarafından ileri sürülmüş, daha sonra yüksek hızlar için Trivedi-Magnin-Kurz (TMK) [32] tarafından genişletilmiştir.

Bu tez çalışmasında Jackson-Hunt tarafından ötektik katılaştırmalar için öngörülen $\lambda^2V = \text{sabit}$ bağıntısı Pb-Bi ötektik alaşım sistemi için test edilmiştir. Bu kesimde, elde edilen deneysel sonuçların, J-H modelinin öngördüğü $\lambda^2V = \text{sabit}$ değeri ve diğer çalışmalardan elde edilen sonuçlarla Tablo 5.1'de verilmiştir.

Bu kapsamda deneysel olarak Pb-Bi ötektik alaşımı için sabit sıcaklık gradyentinde ölçülen hacimsel büyütme oranı (λ^2V) ve katılaştırma hızına göre altoğuma değeri, ötektik mesafe, mikrosertlik değerlerinin üstel değişimleri Tablo 5.1'de verilmiştir. Tablo 5.1'de görüldüğü gibi Pb-Bi ötektik sistem için deneysel ve teorik olarak tespit edilen bu değerler yapılan çalışmaların çoğuyla tutarlıdır. Yani bu çalışmada ötektik Bi-Pb sistemi için elde edilen deneysel sonuçlar J-H ötektik teorisini desteklemektedir.

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde kontrollü katılaştırma deneylerinin çoğunlukla sabit sıcaklık gradyenti farklı katılaştırma hızlarında yapıldığı görülmektedir. Dolayısıyla Pb-Bi ötektik alaşımından elde edilen ötektik mesafe, altoğuma, hacimsel büyütme oranı ve mikrosertlik değerleri literatürdeki özellikle sabit sıcaklık gradyenti, farklı katılaştırma hızlarında üretilen numune çalışmalarından elde edilen değerlerle kıyaslanmıştır (Tablo 5.1).

Bu çalışmada yapılan Pb-Bi ötektik alaşımının mikroyapı değerlerinin diğer çalışmalarla uyumu Tablo 5.1'de görülmektedir. Tablo 5.1'de verilen çalışmalar numunelerin enine kesitinden ölçülen deneysel ve teorik değerlerdir. Literatürde Bi-Pb ötektik alaşımının daha önce mikroyapı ve mikroyapıya bağlı parametrelerinin (λ , ΔT , H_v , λ^2V) özelliklerinin incelenmesiyle ilgili bir çalışma bulunmadığı için Tablo 5.1'de verilememiştir.

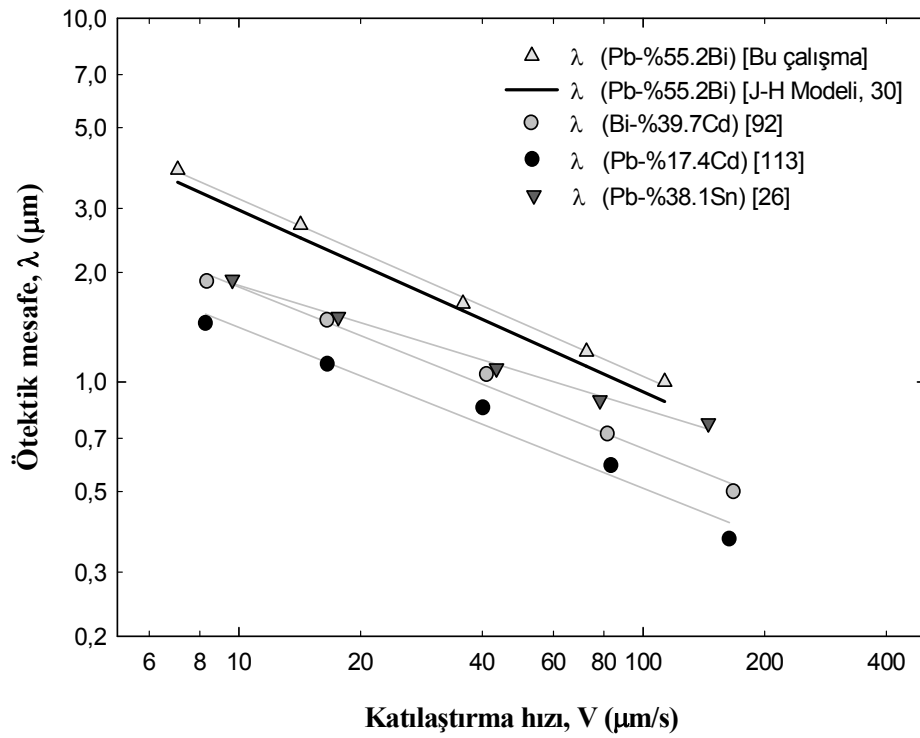
Pb-Bi ötektik alaşımında ötektik mesafelere bağlı hız değerleri için tespit edilen üstel değer 0.49 olarak hesaplanmıştır.

Tablo 5.1. Pb-Bi ötektik alaşımının sabit sıcaklık gradyentinde ölçülen hacimsel büyütme oranı ve katılaştırma hızına göre altsoğuma değeri, ötektik mesafe, mikrosertlik değerlerinin üstel değişimleri ve literatürdeki bazı çalışmalar.

Alaşım Sistemleri	$\lambda^2 V$ ($\mu\text{m}^3/\text{s}$)		$\frac{\Delta T}{(\mu\text{m}^{-0.50} \text{s}^{0.50})}$	λ (μm)	HV (kg/mm^2)	Kaynak
	Deneysel	Teorik				
Pb-Bi	104.5	88.21	$1.54V^{0.49}$	$9.80V^{-0.49}$	$16.3V^{0.04}$	Bu çalışma
Al-Cu	88.4			$9.3776V^{-0.498}$		[125]
Cd-Sn	44.02	38.01	$0.444V^{0.50}$	$6.60V^{-0.50}$		[112]
Al-Ni	101.80	104.88	$0.092V^{-0.50}$	$k_7V^{-0.50}$		[118]
Pb-Cd	23.7	19.4	$0.252V^{0.48}$	$k_3V^{-0.43}$		[116]
Bi-Cd	39.059	29.75	$0.042V^{0.56}$	$k_9V^{-0.46}$		[92]
Zn-Al	69.05	72.39	$0.0245V^{0.53}$	$9.21V^{-0.53}$	$115.64V^{0.13}$	[126]
Sn-Cu	61.43	70.12	$0.0162V^{0.50}$	$k_1V^{-0.50}$		[117]
Pb-Sn	35.1	33.1		$k_2V^{-0.39}$		[26]
Al-Si					$kV^{0.04}$	[85]
Al-Si					$kV^{0.034}$	[119]
Sn-Pb		111.6				[127]

Bu çalışmada elde edilen üstel değer, J-H ötektik [30] teorisinin öngördüğü üstel değer olan 0.50 ile oldukça uyumludur. Ayrıca bu tez çalışmasında Pb-Bi ötektik faz için elde edilen üstel değerler (0.49) bazı araştırmacılar tarafından yapılan çeşitli ötektik sistemler [88, 93, 112–117] için elde edilen değerlere oldukça yakındır. Pb-Bi ötektik alaşımı için elde edilen ötektik mesafe değerlerinin kıyaslanması Şekil 5.1’de verilmiştir.

Şekil 5.1’de koyu siyah çizgi şeklinde gösterilen değerler J-H modelinden hesaplanan teorik λ değerlerini, diğer simgesel gösterimler deneysel λ değerlerini, gri çizgi ise deneysel değerlerin ortalama eğimlerini göstermektedir.



Şekil. 5.1. Pb-Bi ötektik alaşımı için elde edilen ötektik mesafe değerlerinin benzer çalışmalarla karşılaştırılması.

Ayrıca bu çalışmada Pb-Bi ötektik alaşımı için hacimsel büyütme oranı $\lambda^2 V = 104.5 \mu\text{m}^3/\text{s}$ (deneysel), $\lambda^2 V = 88.21 \mu\text{m}^3/\text{s}$ (teorik) olarak hesaplanmıştır. Bu çalışmada ölçülen büyütme oranları Tablo 5.1’de verilen hacimsel büyütme oranlarının çoğuna oldukça yakındır.

Yine bu çalışmadaki katılaştırma hızına bağlı altoğuma değerleri için tespit edilen üstel değer 0.49 olarak hesaplanmıştır. Tablo 5.1’den görülebileceği gibi yapılan çalışmaların çoğuyla uyumludur [112, 116-118].

Bu çalışmada düşük sıcaklık gradyenti ($G=2.18\text{K}/\text{mm}$) ve düşük büyüme hızında ($V=14.2 \mu\text{m}/\text{s}$), farklı Bi (bizmut) bileşimlerinde yapılan doğrusal katılaştırma deneylerinden, Bi bileşiminin mikroyapıya etkisi net olarak gözlemlenememiştir. Bi miktarı arttıkça Bi çözelti fazı olan γ fazının büyük adacıklar halinde büyüdüğü ve β (Pb_2Bi) fazı ile beraber ötektik yapıların büyümesini engellediği gözlenmiştir.

5.1.2. Ötektik Pb-Bi Alaşımının Mikrosertlik Ölçüm Sonuçları

Bu kesimde kontrollü katılaştırılmış Pb-Bi ötektik alaşımının mikrosertlik değerleri ile katılaştırma hızı arasındaki değişim bağıntıları lineer regrasyon ile ortaya konulmuş,

elde edilen üstel değerler, benzer alaşım sistemleri için diğer araştırmacılar tarafından ölçülen üstel değerler ile karşılaştırılmıştır.

Pb-Bi ötektik alaşımının farklı hızlarda katılaştırılması neticesinde enine ve boyuna kesitinden alınan mikrosertlik ölçüm sonuçlarının katılaştırma hızının artmasıyla arttığı gözlenmiştir. Pb-Bi ötektik alaşımının mikrosertlik değerine bakılacak olursa katılaştırma hızına bağlı mikrosertlik değerleri için tespit edilen üstel değer 0.04 olarak hesaplanmıştır. Bu tez çalışmasında elde edilen değerler, Yılmaz ve Elliott [85] tarafından Al-Si ötektik alaşımı için elde edilen 0.04 ve Yılmaz [119] tarafından Al-Si ötektik alaşımı için elde edilen 0.034 değerlerine çok daha yakın olduğu tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra Al-Si ötektik alaşımı için, Khan ve ark [87] tarafından elde edilen 0.12, Vnuk ve ark. [120] tarafından elde edilen 0.07, Telli ve Kısakürek [121] tarafından elde edilen 0.08, Kaya ve ark. [122] tarafından elde edilen 0.11, Ti-Al-Si alaşımı için Lapin ve ark. [123] tarafından elde edilen 0.14 ve Sn-Zn ötektik alaşımı için Vnuk ve ark. [124] tarafından elde edilen 0.10 üstel değerlerinden daha küçük olduğu tespit edilmiştir.

Yine bu çalışmada düşük sıcaklık gradyenti ve düşük hızlarda fakat farklı bileşimde olan Pb-Bi alaşımı doğrusal katılaştırıldığında, Bi bileşimi ile mikrosertlik arasındaki ilişki lineer regresyon analizi ile ortaya kondu. Mikrosertliğin Bi bileşimine bağlılığı $HV=3.49C_0^{0.38}$ olarak belirlendi. Bu konu üzerine literatürde yapılmış bir çalışma olmadığı için mukayesesi yapılamadı.

5.2. Sonuç ve Öneriler

Bu çalışmada Pb-%XBİ [X=45, 55,2(ötektik), 65, 75, 85 (ağ.)] ötektik bileşim ve farklı bileşimde, ikili alaşım sistemi Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırını yardımıyla, değişik katılaştırma hızlarında doğrusal olarak katılaştırılmış, katılaştırma parametrelerine bağlı olarak mikroyapı parametresi ve mikrosertlik değerlerinin nasıl değiştiği incelenmiştir. Yapılan araştırmalardan aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- 1- Pb-Bi ötektik alaşımı için, katılaştırma parametrelerinden ΔT ve V 'nin artan değerlerine göre λ 'nın değerleri azalmaktadır. Yani numune ne kadar hızlı katılaştırılırsa veya numune üzerindeki altsoğuma ne kadar büyükse mikroyapısı da aynı oranda küçülmektedir.

- 2- Pb-Bi ötektik alaşımının kontrollü katılaştırılması neticesinde iki fazın (γ fazı ve intermetalik β (Pb_2Bi) fazı) lamelsel büyüdüğü gözlenmiştir. Bizmutca zengin olan γ fazının, büyüme yönüne paralel olarak “V” şeklinde büyüdüğü görüldü. Bu şekilde büyüme sebebinin, bizmutun ısıl olarak anizotropik olmasına bağlanabilir. Ayrıca enine kesit incelendiğinde balık-kılçığı şeklinde büyüdüğü görülmektedir.
- 3- Bu çalışmada Pb-Bi ötektik alaşımı için katılaştırma hızına bağlı olarak elde edilen mikroyapı parametrelerinin daha önce çalışılmış benzer ötektik alaşım sistemleri için elde edilen deneysel sonuçlarla uyumlu olduğu tespit edilmiştir.
- 4- Pb-Bi ötektik alaşım sistemi için elde edilen $\lambda_E^2 V$ değerleri ve üstel değerler Jackson-Hunt [30] modelinin öngörülerıyla oldukça iyi uyum içindedir.
- 5- Kontrollü katılaştırılan Pb-Bi ötektik alaşım sisteminin mekanik özelliklerinden mikrosertliği, katılaştırma şartlarına bağlı olarak değişim göstermektedir. Yani artan katılaştırma parametreleri ile ötektik mesafeler küçülmekte, alaşım sistemine ait HV değerleri ise artmaktadır.
- 6- Kontrollü katılaştırılan farklı bileşimdeki Pb-Bi alaşım sisteminde, bileşimdeki bizmut miktarının artmasıyla alaşımın mikrosertliğinin arttığı ve mikrosertliğin Bi bileşimine bağlılığının üstel olduğu tespit edilmiştir.

Sonuç olarak bu tez çalışmasında; Pb-Bi ötektik alaşımı farklı hızlarda katılaştırıldığında mikroyapı ve mikrosertliğinin değiştiği, katılaştırma parametrelerinin artmasıyla tane yapısının küçüldüğü gözlenmiştir. Tane yapısındaki küçülme ise malzemenin mekaniksel özelliklerini etkileyerek mikrosertliğini artırdığı tespit edilmiştir.

Gelecekte çok bileşenli alaşımların, farklı katılaştırma hızları ve sıcaklık gradyentlerinde üretilen her bir numunenin mikroyapı parametreleri ve mikrosertlik değerlerinin ölçülmesinin yanında elektriksel özellik (elektriksel iletkenlik), termal özellik (ısı iletkenlik, entalpi ve entropi), gerilme direnci ve korozyon gibi fiziksel ve kimyasal özellikleri de ölçülebilir. Ayrıca farklı katılaştırma şartlarında kontrollü katılaştırılmış her bir numuneden ölçülen bu parametreler arasındaki ilişki ve bağıntıları da ortaya çıkarılabilir.

KAYNAKLAR

1. Porter, D.A., Easterling, K.E., 1984, Phase Transformation in Metals and Alloys, Van Nostrand and Reinhold, New York, 1-17, 217-223.
2. Gündüz, M., 1984, The Measurement of The Solid-Liquid Energy, Ph. Oxford University, D Thesis, Oxford.
3. Davies, G.J., 1973, Solidification And Casting, John Wiley and Sons, New York.
4. Rutter, J.W., Chalmers B., 1953, Prismatic substructure formed during solidification metals, **Canadian Journal of Physics**, **31**, 15-39.
5. Jones, H., Kurz, W., 1981, Relation of interphase spacing and growth temperature to growth velocity in Fe-C-(Fe-Fe₃C) eutectic alloys, **Z. Metallkunde**, **4**, 792-797.
6. Verhoeven, D.J., 1975, Fundamentals of Physical Metallurgy, New York.
7. Woodruff, D.P., 1973, The Solid- Liquid Interface, Cambridge Solid State Science series, London.
8. Elliot, R., 1983, Eutectic Solidification Processing Crystal Crystalline and Glassy Alloys, Butterworths, London.
9. Thornton, P.A, 1985, Fundamentals of Engineering Materials, Prentice-Hall Inc. Englewood Cliffs, 171-173.
10. Clark, D.S., 1959, Engineering Metals and Process, Ph. Ohio University, D. Thesis, , Ohio.
11. Onaran, K., 1986, Malzeme Bilimi, Çağlayan Basımevi, İstanbul.
12. Çadırılı, E., 1997, İkili Metalik Alaşımlarda Doğrusal Katılaştırma, Erciyes Üniversitesi, Doktora Tezi, Kayseri.
13. Kaya, H., 2001 İkili Ötektik Alaşımların Doğrusal Katılaştırılması ve Mekaniksel Özelliklerinin İncelenmesi, Gazi Üniversitesi, Doktora Tezi, Ankara.
14. Eshelman, M.A., Seetharaman, V., Trivedi, R., 1988, Cellular spacings-I. steady state growth, **Acta Metallurgica**, **36**, 1165-1174.
15. Flemings, M.C., 1974, Solidification Processing, Mc Graw Hill, New York.
16. Askeland, D.R., 1990, The Science and Engineering of Materials, Chapman and Hall, London.

17. Hunt, J.D, Jackson, K.A., 1966, Binary eutectic solidification, **Transactions of the Metallurgical Society**, **236**, 843-852.
18. Easterling, K., 1990, Tomorrow's Materials, Ins. Metals Monograph, London.
19. Scheil, E., 1959, On Eutectic Crystallization, Geisserei Tech. Wiss. 24, 1313.
20. Chadwick, G.A., 1962, Decanted interfaces and growth forms, **Acta Metallurgica**, **10**, 1-12.
21. Croker, M.N., Fidler, R.S., Smith, R.W., 1971, The cellular growth of Bi-Pb₂Bi eutectic, **Journal of Crystal Growth**, **11**, 121-131.
22. Croker, M.N., Baragar, D., Smith, R.W., 1975, Anomalous eutectic growth II, **Journal of Crystal Growth**, **30**, 198-212.
23. Eliot, R., 1977, Eutectic solidification, **International Metals Reviews**, **219**, 161-186.
24. Kraft, R.W., Albright, D.L.A., 1961, Microstructure of unidirectionally solidified Al-CuAl₂ eutectic, **Transactions of the Metallurgical Society**, **221**, 95-102.
25. Graham, L.D., Kraft, R.W., 1966, Coarsening at of eutectic micro structure at elevated temperatures, **Transactions**, **236**, 94-102.
26. Çadırılı, E., Gündüz, M., 2000, 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.
27. McLean, M., 1983, Directionally Solidified Materials for High Temperature Service, The Metals Society, Britain,.
28. Haasen, P., 1974, Physical Metallurgy, Cambridge University Press, Cambridge.
29. Yılmaz, F., 1985, Alaşımlar, **İ.T.Ü. Sakarya Mühendislik Fakültesi**, **54**, 43-111.
30. Jackson, K.A., Hunt, J.D., 1966, Lamellar and eutectic growth, **Transactions of the Metallurgical Society**, **236**, 1129-1142,.
31. Stefanescu, D.M., Abbaschian, G.J., Bayuzick, R.J., 1988, Solidification Processing of Eutectic Alloys, The Metallurgical Society, Inc., Ohio.
32. Trivedi, R., Magnin, P., Kurz, W., 1987, Theory of eutectic growth under rapid solidification conditions, **Acta Metallurgica**, **35**, 971-980.
33. Colling, D.A., 1995, Industrial Materials, Metals and Alloys, Prentice - Hall Inc., Ohio.

34. Weissbach, W., 1993, Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Çev.: Anık, S., Anık, E., Vural, M., Birsen Kitapevi, İstanbul.
35. Turnbull, D., 1950, Formation of crystal nuclei in liquid metals, **Journal of Applied Physics**, **21**, 1022-1029,.
36. Turnbull, D., 1950, Isothermal rate of solidification of small droplets of mercury and tin, **Journal of Chemical Physics**, **18**, 768-775.
37. Burden, M.H., Hunt, J.D., 1974, Cellular and dendritic growth II, **Journal of Crystal Growth**, **22**, 109-116.
38. Flemings, M.C., 1976, Döküm ve Katılaştırma Tekniği, Çev.: Başaran, M., İTÜ Matbaası, İstanbul.
39. Büyük, U., 2009, Üçlü Metalik Alaşımların Kontrollü Doğrusal Katılaştırılması ve Mikrosertliğinin İncelenmesi, Erciyes Üniversitesi, Doktora Tezi, Kayseri.
40. Glasgow, G. P., 1991, The safety of low melting point bismuth/lead alloys: a review, **Medical Dosim**, **16**, 13.
41. Becker, R., Döring, W., 1953, Kinetics behandlung der keimbildung in übersöttingte dömpfen, **Annual Physics**, **24**, 719.
42. Turnbull, D., Cech, R.E., 1950, Microscopic observation of the solidification of small metal droplets, **Journal of Applied Physics**, **21**, 804-810.
43. Turnbull, D., 1950, The supercooling of aggregates of small metal particles, **Journal of Metals**, **188**, 1144-1148.
44. Turnbull, D., 1949, The subcooling of liquid metals, **Journal of Applied Physics**, **20**, 817.
45. Turnbull, D., 1950, Kinetics of heterogeneous nucleation, **Journal of Chemical Physics**, **18**, 198-203.
46. Turnbull, D., Fisher, J.C., 1949, Rate of nucleation in condensed system, **Journal of Chemical Physics**, **17**, 71-73.
47. Turnbull, D., 1952, Kinetics of solidification of supercooled liquid mercury Droplets, **Journal of Chemical Physics**, **20**, 411-424.
48. Turnbull, D., 1952, Nucleation catalysis, **Industrial and Engineering Chemistry**, **44**, 1292.
49. Miyazawa, Y., Pound, G.M., 1974, Homogeneous nucleation of crystalline gallium from liquid gallium, **Journal of Crystal Growth**, **23**, 45.

50. Skripov, V.P., 1977, Homogeneous nucleation in metals and amorphous films, 327, in *Crystal Growth and Materials*, (Ed. E. Kaldis and H. Schell), North Holland, Amsterdam,.
51. Stowell, M.J., 1970, The solid-liquid interfacial free energy of lead from supercooling data, ***Philosophical Magazine***, **22**, 1-6.
52. Herlach, D.M., 1994, Non-equilibrium solidification of undercooled metallic metals, ***Materials Science and Engineering: R: Reports***, **12**, 177-272.
53. Mullins, W.W., Sekerka, R.F., 1963, Morphological stability of a particle growing by diffusion or heat flow, ***Journal Applied Physics***, **34**, 323-329.
54. Jackson, K.A., Hunt, J.D., 1965, Transparent compounds that freeze like metals, ***Acta Metallurgica***, **13**, 1212-1215.
55. Trivedi, R., 1980, Theory of dendritic growth during the directional solidification of binary alloys, ***Journal of Crystal Growth***, **49**, 219-232.
56. Edwards, L., Edean, M., 1990, *Manufacturing with Materials*, The Open University Press, Hong Kong.
57. Voorhees, P.W., 2006, *Utilization of Space*, AIAA , Springer.
58. Sharp, R.M., Hellawell, A., 1971, Solute distributions at non planar solid-liquid growth fronts II, ***Journal of Crystal Growth***, **11**, 77-91.
59. Miyata, Y., Suzuki, T., Uno, I.J., 1985, Cellular and dendritic growth. I. experiment, ***Metallurgical Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science***, **16A**, 1799-1805.
60. Taha, M.A., 1979, Some observations on the dendritic morphology and dendrite arm spacings, ***Metall Science***, **9**, 9-12.
61. Klaren, C.M., Verhoeven, J.D., Trivedi, R., 1980, Primary dendrite spacing of lead dendrites in Pb-Sn and Pb-Au alloys, ***Metallurgical and Materials Transactions***, **11A**, 1853-1861.
62. Mason, J.T., Verhoeven, J.D., Trivedi, R., 1982 Primary dendrite spacing: I experimental studies, ***Journal of Crystal Growth***, **59**, 516-524.
63. Spittle, A., Lloyd, D.M., 1979, *Solidification and Casting of Metals*, The Metals Society, London.
64. Mc.Cartney, D.G., Hunt, J.D., 1981, Measurement of cell and primary dendrite arm spacings in directionally solidified aluminium alloys, ***Acta Metallurgica***, **29A**, 1851-1863.

65. Glicksman, M.E., Koss, M.B., 1994, Dendritic growth velocities in microgravity, **Physical Review Letters**, **73(4)**, 573-576.
66. Koss, M.B., Lacombe, J.C., Tennenhouse, L.A., Glicksman, M.E., Winsa, E.A., 1999, Dendritic growth tip velocities and radii of curvature in microgravity, **Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science**, **30(12)**, 3177-3190.
67. Trivedi, R., Kurz, W., 1994, Dendritic growth, **International Material Review**, **39**, 49-74.
68. Mullins, W.W., Sekerka, R.F., 1964, Stability of a planar interface during solidification of a dilute binary alloy, **Journal of Applied Physics**, **35**, 444-451.
69. Han, S.H., Trivedi, R., 1994, Primary spacing in directionally solidified alloys, **Acta Metallurgica**, **42**:25-41.
70. Pan, Q.Y., Huang, W.D., Lin, X., Zhou, Y. H., 1997, Primary spacing selection of Cu-Mn alloy under laser rapid solidification condition, **Journal of Crystal Growth**, **181**, 109-116.
71. Weidong, H., Xingguo, G., Yaohe, Z., 1993, Primary spacing selection of constrained dendritic growth, **Journal of Crystal Growth**, **134**, 105-115.
72. Ding, G.L., Huang, W.D., Huang, X., Lin, X., Zhou, Y.H., 1996, On primary dendritic spacing during unidirectional solidification, **Acta Metallurgica**, **44**, 3705-3709.
73. Ding, G.L., Huang, W., Lin, X., Zhou, Y., 1997, Prediction of average spacing for constrained cellular/dendritic growth, **Journal of Crystal Growth**, **177**, 281-288.
74. Lu, S.Z., Hunt, J.D., 1992, A numerical analysis of dendritic and cellular array growth: The spacing adjustment mechanisms, **Journal of Crystal Growth**, **123**, 17-34.
75. Warren, J.A., Langer, J.S., 1993, Prediction of dendritic spacings in a directional solidification experiment, **Physical Review: E**, **47**, 2702-2712.
76. Makkonen, L., 2000, Spacing in solidification of dendritic arrays, **Journal of Crystal Growth**, **208**, 772-778.
77. Walker, D.J., Mullis, A.M., 2001, A mechanism for the equalisation of primary spacing during cellular and dendritic growth, **Journal of Material Science**, **36**, 865-869.

78. Çadırılı, E., Karaca, I., Kaya, H., Maraşlı, N., 2003, 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.
79. Çadırılı, E., Maraşlı, N., Bayender, B., Gündüz, M., 1999, Investigation of the structure parameters according to the solidification parameters for pivalic acid, **Journal of Material Science**, **34**, 5533-5541.
80. Çadırılı, E., Maraşlı, N., Bayender, B., Gündüz, M., 2000, Dependency of the microstructure parameters on the solidification parameters for camphene, **Materials Research Bulletin**, **35**(6), 985- 995.
81. Çadırılı, E., Gündüz, M., 2000, The directional solidification of Pb-Sn alloys, **Journal of Materials Science**, **35**, 3837-3848.
82. Gündüz, M., Çadırılı, E., 2002, Directional solidification of aluminium-copper alloys, **Materials Science and Engineering A**, **327**, 167-185.
83. De Wilde, J, Froyen, L, Witusiewicz, V.T., Hecht, U., 2005, 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.
84. Knoop, F., Peters, C.G., Emerson, W.B., 1939, A sensitive pyramidal-diamond tool for indentation measurements, **Journal of Research of the National Bureau of Standards**, **23**, 39-61.
85. Yılmaz F., Elliot R., 1989, The microstructure and mechanical properties of unidirectionally solidified Al-Si alloys, **Journal of Material Science**, **24**:2065-2070.
86. Liu, H.Y., Li, Y., Jones, H., 1998, Thermal stability of the γ -Zn-Mg₂Zn₁₁ and α -Zn- β -Al eutectics obtained by bridgman growth, **Journal of Materials Science**, **33**, 1159-1164.
87. Khan, S., Ourdjini, A., Hamed, Q.S., Alam Najafabadi, M.A., Eliot, R., 1993, Hardness and mechanical property relationship in directionally solidified aluminium-silicon eutectic alloys with different silicon morphologies, **Journal of Materials Science**, **28**, 5957-5962.

88. Jordan, R.M., Hunt, J.D., 1971, The growth of lamellar eutectic structures in the Pb-Sn and Al-Cu Al₂ systems, **Metallurgical and Materials Transactions**, **2**, 3401-3410.
89. Clark, J.N., Elliot, R., 1976, Lamellar spacings in the tin-cadmium eutectic, **Journal of Crystal Growth**, **33**, 169-173.
90. Ourdjini, A., Liu, J., Elliot, R., 1994, Eutectic spacing selection in the Al-Cu system, **Materials Science and Technology**, **10**, 312-318.
91. Liu, J., Elliot, R., 1995, Eutectic spacing selection in the lead-tin eutectic system, **Materials Transaction**, **26A**, 471-476.
92. Kaya, H., Çadırlı, E., Gündüz, M., 2007, Eutectic growth of unidirectionally solidified bismuth-cadmium alloy, **Journal of Material Processing Technology**, **183**, 310-320.
93. Çadırlı, E., Ülgen, A., Gündüz, M., 1999, Directional solidification of the aluminium-copper eutectic alloy, **Materials Transaction, JIM**, **40**, 989-996.
94. Piatti, G., Pellegrini, G., 1980, The structure of the unidirectionally solidified Al-Al₂₁Pt₅ eutectic alloys, **Journal of Material Science**, **15**, 2403-2408.
95. Kaya, H., Çadırlı, E., Gündüz, M., Ülgen, A., 2003, 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.
96. Kaya, H., Gündüz, M., Çadırlı, E., Uzun, O., 2004, 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.
97. Sun, Y., Liang, J., Xu, Z.H., Wang, G., Li, X., 2008, Nanoindentation for measuring individual phase mechanical properties of lead free solder alloy, **Journal of Material Science: Material Electron**, **19**, 514-521.
98. Kang, S.K., Choi, W.K., Shih, D.Y., Henderson, D.W., Gosselin, T., Sarkhel, A., Goldsmith, C., Puttlitz, K.J., 2003, 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.
99. Prasad, R.R., Azad, S., Singh, A.K., Mandal, R.K., 2008, Surface hardness behaviour of Ti-Al-Mo alloys, **Bulletin of Materials Science**, **31**, 687-691.

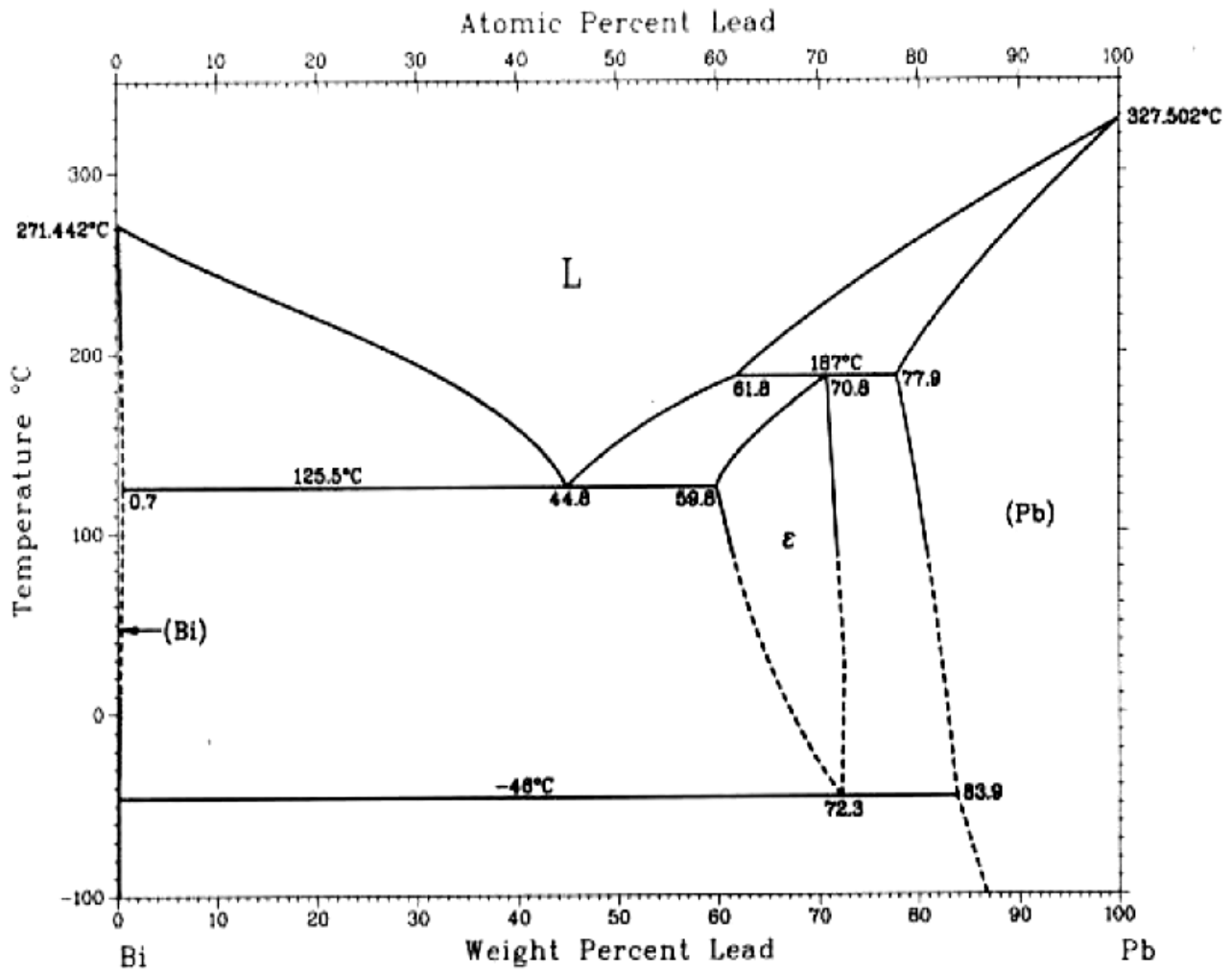
100. Kamal, M, Mikhail, M.S., Bediwi, A.B., Gouda, E.S., 2006, Decomposition behavior and properties of Sn-9Zn-1Bi lead-free solder alloy with copper content, **Radiation Effects and Defects in Solids**, **161**, 715-721.
101. Kowalczyk, M., Latuch, J., Kulik, T., 2005, Amorphous bulk alloys from Al-Mn-Ni system produced by hot compaction, **Bulk and Graded Nanometals**, **101**, 273-276.
102. Kamal, M., Meikhal, M.S., El-Bediwi, A.B., Kashita, E., 2005, Structure, electrical, mechanical and wettability of quenched lead-free solder alloys, **Radiation Effects and Defects in Solids**, **160**, 37-44.
103. Rios, C.T., Milenkovic, S., Gama, S., Caram, R., 2002, Influence of the growth rate on the microstructure of a Nb-Al-Ni ternary eutectic, **Journal of Crystal Growth**, **237**, 90-94.
104. Adhikari, T., Basu, S., 1996, Microhardness as a function of Mn concentration in Ga_{1-x}Mn_xSb, a novel III-V semimagnetic semiconductor, **Materials Science and Engineering B-Solid State Materials for Advanced Technology**, **38**, 147-149.
105. Keşlioğlu, K., 2002, Katı-Sıvı Arayüzey Enerjisinin Ölçümü, Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, , Kayseri.
106. <http://pzgrubsza.blogspot.com/2011/01/bizmut.html>.
107. <http://chemistry.about.com/od/metalsalloysig/Metal-Crystals-Photo-GalleryLead-Crystal.htm>.
108. Geçkinli, A.E., 1989, Metalografi, I. Kısım, İTÜ Kütüphanesi.
109. BAKER, H., (Editor), Asm handbook, Alloy Phase Diagrams, Volume 3.
110. Baragar, D., Sahoo, M., Smith, R. W., 1979, Complex-regular growth in the bismuth-lead eutectic, **Solidification and Casting of Metals**.
111. Agostini, P., Baicchi, E., Zucchini, A., Benamati, G., (2004), **Journal of Nuclear Materials** **335**, 275–279.
112. Cadırlı, E., Kaya, H., Gündüz, M., 2007, Directional solidification and characterization of the Cd–Sn eutectic alloy, **Journal of Alloys and Compounds**, **431**, 171–179.
113. Tassa, M., Hunt, J.D., 1976, The measurement of Al-Cu dendrite tip and eutectic interface temperatures and their use for predicting the extent of the eutectic range, **Journal of Crystal Growth**, **34**, 38-48.

114. Ferrandini, P.L., Araujo, F.L.G.U., Batista, W.W, Caram, R., 2005, Growth and characterization of the NiAl-NiAlNb eutectic structure, **Journal of Crystal Growth**, **275**, e147–e152.
115. Mota, M.A., Coelho, A.A., Bejarano, J.M.Z., Gama, S., Caram, R., 2005, Fe–Al–Nb Phase diagram investigation and directional growth of the $(\text{Fe, Al})_2\text{Nb}-(\text{Fe, Al, Nb})_{\text{ss}}$ **Eutectic System**, **Journal of Alloys and Compounds**, **399**, 196-201.
116. Cadırlı, E., Kaya, H., Gündüz, M., 2003, Effect of growth rates and temperature gradients on the lamellar spacing and the undercooling in the directionally solidified Pb–Cd eutectic alloy, **Materials Research Bulletin**, **38**, 1457–1476.
117. Cadırlı, E., Boyuk, U., Engin, S., Kaya, H., Maraşlı, N., Ülgen, A., 2009, Experimental investigation of the effect of solidification processing parameters on the rod spacings in the Sn–1.2 wt.% Cu alloy, **Journal of Alloys and Compounds** **486**, 199–206.
118. Kaya, H., Büyük, U., Çadırlı, E., Maraşlı N., 2010, Unidirectional solidification of aluminium-nickel eutectic alloy, **Kovove Mater.** **48** 291–300.
119. Yılmaz, F., 1990, Structure and properties of directionally solidified Al-Si hypereutectic alloys, **Materials Science and Engineering: A**, **124**, L1-L5.
120. Vnuk, F., Sahoo, M., Van De Merwe, R., Smith, R.W., 1979, The hardness of Al-Si eutectic alloys, **Journal of Materials Science**, **14**, 975-982.
121. Telli, A.I., Kısakürek, S.E., 1988, Effect of antimony additions on hardness and tensile properties of directionally solidified Al-Si eutectic alloy, **Materials Science and Technology**, **4**, 153-156.
122. Kaya, H., Çadırlı, E., Gündüz, M., Ülgen, A., 2003, 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.
123. Lapin, J., Ondrus, L., Nazmy, M., 2002, Directional solidification of intermetallic Ti-46Al-2W-0.5Si alloy in alumina moulds, **Intermetallics**, **10**, 1019-1031.
124. Vnuk, F., Sahoo, M., Baragor, D., Smith, R.W., 1980, Mechanical properties of the Sn-Zn eutectic alloys, **Journal of Materials Science**, **15**, 2573–2583.
125. Ma, D., Jie, W.Q., Xu, W., Li, Y., Liu, S., 1998, Unidirectional solidification of Al-Cu eutectic with the accelerated crucible rotation technique, **Journal of Crystal Growth** **194** 398-405.

126. Engin, S., Büyük, U., Kaya, H., Maraşlı, N., 2011, Directionally solidification and measurements of the physical properties of the zinc-aluminum eutectic alloy, **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, **18**, Pages 659-664.
127. Zhang, W., Fu, H., Yang, Y., Hu, Z., 1998, A numerical model for spacing selection of lamellar eutectics grown from flowing liquids, **Journal of Crystal Growth**, **194**, 263-271.

EKLER

EK 1. Bi-Pb Alaşımının Faz Diyagramı [1].



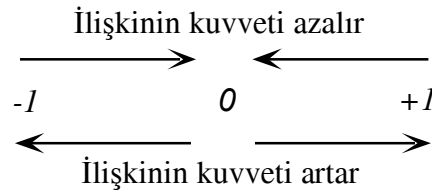
[1]. BAKER, H., (Editor), Asm handbook, Alloy Phase Diagrams, Volume 3.

EK 2. Regrasyon Analizi [1]

İki değişken arasındaki, değişim ilişkisini gösteren ölçü korelasyon katsayısıdır ve r harfi ile gösterilir. Korelasyon katsayısı;

$$r = \frac{\sum xy - \frac{(\sum x)(\sum y)}{n}}{\sqrt{\left(\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}\right)\left(\sum y^2 - \frac{(\sum y)^2}{n}\right)}}$$

ile ifade edilir. Değişkenler arasındaki ilişki pozitif ise işareti artı, negatif ise eksi olur. Korelasyon katsayısı -1 ile +1 arasında herhangi bir değer alabilir ($-1 \leq r \leq +1$). Her iki yönde de 0'dan ± 1 'e yaklaştıkça ilişkinin kuvveti artar. -1 veya +1'den 0'a yaklaştıkça ilişkinin kuvveti azalır, sıfır değerini aldığı anda kaybolur.



İki değişken arasında belirgin bir ilişki olduğunda bu ilişki, dağılım grafiğindeki noktalar arasından geçen uygun bir doğru ile tanımlanabilir. Bu doğruya regrasyon doğrusu denir ve matematiksel bir denklem ile gösterilebilir. Bu denklemede regrasyon denklemi denir. Regrasyon katsayısı;

$$Re\ grasyon\ Katsayısı = \frac{\sum xy - \frac{\sum x \sum y}{n}}{\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}}$$

ile ifade edilir. Regrasyon doğrusunu çizmeden önce doğrusallıktan sapma değerinin kontrolünün yapılması gerekir. Eğer doğrusallıktan sapma önemli ise iki değişken arasında ilişki doğrusal değildir. Başka bir ifadeyle ilişki $y=a+bx$ doğrusal denklemi ile ifade edilemez. Bu nedenle regrasyon doğrusu çizilemez. Burada x ; bağımsız değişken, y ; bağımlı değişken, a ; doğrunun y eksenini kestiği nokta, b ise regrasyon katsayısıdır (eğim).

[1] Sümbüloğlu K., Sümbüloğlu V., 1987, Biyoistatistik, Haliboğlu Yayınevi, İstanbul.

Ek 3. Bi-Pb Alaşımının

Bi-Pb ötektik alaşımının fiziksel parametreleri.

Symbol	Unit	Value	References
T_E	K	398	[1]
m_α	K (% wt.) ⁻¹	-5.01	[2]
m_β	K (% wt.) ⁻¹	-2.17	[2]
C_E	% wt.	44,8	[1]
C_O	% wt.	16.1	[1]
f_α	-	0.755	[1]
f_β	-	0.245	[1]
Γ_α	K.µm	0.13	[2]
Γ_β	K.µm	0.13	[2]
θ_α	°	22.02	[3]
θ_β	°	15.5	[4]
D	µm ² /s	1000	[2]
P		0.0205105	
K_1	K s/µm ²	0.002703	Fiziksel parametrelerden hesaplandı
K_2	µm K	0.238442	
$\lambda^2 V = \frac{K_2}{K_1}$	µm ³ /s	88.210	

- [1]. BAKER, H., (Editor), Asm hanbook, Alloy Phase Diagrams, Volume 3
- [2]. X.W. Hu, S.M. Li, W.J. Chen, S.F. Gao, L. Liu, H.Z. Fu. Primary dendrite arm spacing during unidirectional solidification of Pb–Bi peritectic alloys Journal of Alloys and Compounds 484 (2009) 631–636
- [3]. M.Erol , Bi-Cd ve Zn-Mg Ötektik alaşımlarında Katı-sıvı arayüzey enerjileri doktora tezi Kayseri
- [4]. M. Gündüz and J.D. Hunt. The measurement of solid-liquid surface energies in the Al-Cu, Al-Si and Pb-Sn systems acta Metall, 33 (1985) 1651-1672

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı, Soyadı : Yusuf KOÇAK
Uyruğu : Türkiye (TC)
Doğum Tarihi ve Yeri : 25 Mart 1984, Aksaray
Medeni Durumu : Bekar
Tel : 0544 553 87 09
Email : yusuffizik@hotmail.com.
Yazışma Adresi : Dumlupınar Mh. Özsahra Sk. Maliyeciler St. A1 Blok 1. Giriş
Kat 2 No 6 Selçuklu/KONYA

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Lisans	SÜ Fizik	2008
Lise	Mehmet Akif Ersoy Lisesi, Konya	2001

YABANCI DİL

İngilizce