

T.C.
NİĞDE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANA BİLİM DALI

BSCCO SÜPERİLETKENLER İÇİN ISIL İŞLEM SÜRESİNİN VICKERS SERTLİK
DEĞERİ ÜZERİNDE ETKİSİ

MEHMET ALİ GÜZEL

Haziran 2013

T.C.
NİĞDE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANA BİLİM DALI

BSCCO SÜPERİLETKENLER İÇİN ISIL İŞLEM SÜRESİNİN VICKERS
SERTLİK DEĞERİ ÜZERİNDE ETKİSİ

MEHMET ALİ GÜZEL

Yüksek Lisans Tezi

Danışman

Yrd. Doç. Dr. İbrahim KARACA

Haziran 2013

Mehmet Ali GÜZEL tarafından **Yrd. Doç. Dr. İbrahim KARACA** danışmanlığında hazırlanan “**BSCCO Süperiletkenler İçin Isıl İşlem Süresinin Vickers Sertlik Değeri Üzerinde Etkisi**” adlı bu çalışma jürimiz tarafından Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Fizik** Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.



Başkan: Doç. Dr. Ercan TÜRKKAN -Necmettin Erbakan Üniversitesi. Ahmet

Keleşoğlu Eğitim Fakültesi Ortaöğretim Fen ve Matematik Alanları Eğitimi



Üye : Yrd.Doç.Dr. İbrahim KARACA-Niğde Üniversitesi



Üye : Yrd.Doç.Dr. Mevlüt ŞAHİN-Niğde Üniversitesi. Teknik Bilimler MYO

ONAY:

Bu tez, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca belirlenmiş olan yukarıdaki jüri üyeleri tarafından/....../20.... tarihinde uygun görülmüş ve Enstitü Yönetim Kurulu'nun/....../20.... tarih ve sayılı kararıyla kabul edilmiştir.

...../...../20...

Doç. Dr. Osman SİVRİKAYA

MÜDÜR

ÖZET

BSCCO SÜPERİLETKENLER İÇİN ISIL İŞLEM SÜRESİNİN VICKERS SERTLİK DEĞERİ ÜZERİNDE ETKİSİ

GÜZEL, Mehmet Ali

Niğde Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. İbrahim KARACA

Haziran 2013, 69 sayfa

Bu çalışmada BSCCO numunelerde Vicker's sertlik ölçümleri yardımıyla ısıtılma işlem süresinin etkileri araştırıldı. İz boyutu etkisini tanımlamak için çeşitli modeller kullanıldı. Ölçüm sonuçları analizlerinden en uygun modelin geliştirilmiş PSR modeli olduğu bulundu. Isıl işlem süresi ile geliştirilmiş PSR modeline göre gerçek sertlik değerleri arasındaki ilişki 15 – 85 saatler arasında olan artan ısıtılma işlem süresi ile gerçek sertlik değerlerinin de arttığını göstermektedir. 85 saatlik süreden daha uzun ısıtılma işlem süresinin gerçek sertlik değeri üzerinde olumsuz etki yaptığı gözlemlendi. Bu olumsuzluğa yapı içerisinde 85 saatten daha uzun ısıtılma işlem süresi uygulandığında tane büyüklüklerinin azaldığını gösterir.

Anahtar Kelimeler: Vicker's sertliği, İz boyutu etkisi (İBE), Isıl işlem süresi etkisi, BSCCO Süperiletken.

SUMMARY

THE EFFECT OF HEAT TREATMENT TIME ON THE VICKERS HARDNESS VALUE FOR BSCCO SUPERCONDUCTORS

GÜZEL, Mehmet Ali

Nigde University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physic

Supervisor: Assistant Professor Dr. İbrahim KARACA

June 2013, 69 pages

The effects of the sintering time on the measured Vickers hardness of BSCCO samples are investigated in this study. The experimental results are used to describe the indentation size effect (ISE) by different models. It is found that the modified PSR model is convenient to analyzing the measured results. Calculated values of the true hardness according to modified PSR model are related with the long sintering time and they show the increasing hardness range of sintering time 15h to 85h is positively affected the hardness. But the longer sintering time than the 85 h is damagingly affected on the true hardness value. This attributes that the grain size must be decrease for the longer sintering time than the 85 h in the matrix.

Keywords: Vickers hardness, ISE, Sintering time, BSCCO Superconductor.

ÖN SÖZ

Bu çalışmada ısıt işleml süresinin BSCCO süperiletkenlerinin mekanik özelliklerinden sertlik değerine etkisi Vickers Sertlik ölçüm yöntemiyle araştırılmıştır. Süperiletkenlerin teknolojik uygulama alanlarında kullanılabilmesi bir anlamda bu ve benzeri özelliklerinin belirlenmesine bağlıdır.

Tez çalışma konumu veren ve çalışmalarım süresince destek ve yardımlarını esirgemeyen Tez danışmanım Yrd. Doç. Dr. İbrahim KARACA'ya ve tüm fizik bölümü çalışanlarına teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışması süresince yardımlarını esirgemeyen ve sabırlı bir şekilde her türlü desteğini veren aileme teşekkür ederim.

Bu çalışmaya FEB2011/16 numaralı proje ile finansal destek sağlayan Niğde Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimine ve çalışanlarına katkılarından dolayı teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	iv
SUMMARY	v
ÖN SÖZ	vi
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
FOTOĞRAF VB. MALZEMELER DİZİNİ	xi
SİMGE VE KISALTMALAR	xii
1.1 Tavlama ve Sıcak Şekil Değiştirme.....	1
1.1.1 Toparlanma	1
1.1.2 Yeniden kristalleşme.....	2
1.1.3 Tane büyümesi.....	6
1.2 Sertlik Testi.....	9
1.2.1 Meyer sertlik	10
1.2.2 Vickers sertliği.....	11
1.2.3 Hays–Kendall yaklaşımı	14
1.2.4 Orantılı numune direnç (OND) modeli.....	15
1.2.5 Geliştirilmiş orantılı numune direnç (GOND) modeli.....	15
BÖLÜM II	19
LİTERATÜR	19
2.1 İz Analizinin Gelişim Süreci.....	19
2.2 Literatürde Mikrosertlik.....	21
BÖLÜM III	24
MATERYAL VE METOT	24
3.1 Malzemelerin Üretimi.....	24
3.2 Kalsinasyon İşlemi.....	24

3.3 Sinterleme İşlemi	25
3.4 Mekanik Özellikler Ölçüm Sistemi	26
BÖLÜM IV	28
ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMALAR	28
4.1 Metalografik Fotoğraf İncelemeleri	28
4.2 İz Boyutu Etkisi (IBE) İncelemeleri	33
4.3 Meyer Yasası İncelemesi	34
4.4 Hays–Kendall Yaklaşımı İncelemesi	37
4.5 Orantılı Numune Direnç (OND) Modeline Göre Analiz	40
4.6 Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnç (GOND) Modeline Göre Analiz	44
4.7 GOND Modeline Göre Gerçek Sertlik Değerinin Isıl İşlem Süresine Bağımlılığı ..	46
BÖLÜM IV SONUÇLAR	47
BÖLÜM VII ÖNERİLER	48
KAYNAKLAR	49

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1 Bazı Metal ve Alaşımların Yeniden Kristalleşme Sıcaklıkları.....	5
Çizelge 3.1. Başlangıç tozlarının özellikleri.....	24
Çizelge 3.2. (BiPb)SrCaCuO Süperiletken üretim aşamalarının şematik gösterimi.....	25
Çizelge 4.1. Meyer yasasına göre inceleme sonuçları.....	36
Çizelge 4.2. Hays-Kendall yaklaşımına göre malzemelerin W, a_1, b , ile R^2 değerleri...	40
Çizelge 4.3. OND modeline göre malzemelerin hesaplanan gerçek sertlik değerleri.....	43
Çizelge 4.4. GOND modeline göre malzemelerin gerçek sertlik değerleri.....	46

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Soğuk deformasyon sırasında malzemede oluşan kalıntı gerilmelerin farklı sıcaklıklardaki tavlama süresine göre değişimini gösteren eğriler	1
Şekil 1.2. Sabit bir sıcaklıkta elde edilen yeniden kristalleşme (rekristalizasyon) eğrisi	2
Şekil 1.3. Yeniden kristalleşmenin şematik olarak gösterimi	3
Şekil 1.4. Saf bakır için yeniden kristalleşme sıcaklığının şekil değiştirme ile değişimi	7
Şekil 1.5. Deformasyon oranının, soğuk deforme edildikten sonra 950°C sıcaklıkta yumuşatma tavına tabi tutulan düşük karbonlu çeliğin tane büyüklüğüne etkisi	7
Şekil 1.6. Sıcaklığın yeniden kristalleşme ile oluşan tanelerin büyüklüğüne etkisini gösteren eğri	8
Şekil 1.7. Soğuk şekil değiştirme ve ardından uygulanan tavlama işleminin malzemenin özelliklerine etkisi	9
Şekil 1.8. Vicker's sertlik ölçme yöntemi	12
Şekil 1.9. İBE karakteristiğinin şematik gösterimi	14
Şekil 1.10. Test malzemeleri için iz büyüklüğünün uygulanan yük ile değişimi	18
Şekil 2.1. Yaygın kullanılan sertlik testleri ve ilgili bataç şekillerinin tarihsel süreci ..	21
Şekil 3.1. Mikrosertlik test cihazı	26
Şekil 4.6. Meyer Yasasına göre malzemelerin $\ln P$ ile $\ln d$ değişimi	36
Şekil 4.7. Meyer Yasasına göre T4 malzemesinin $\ln P$ ile $\ln d$ değişimi	37
Şekil 4.8. Hays-Kendall yaklaşımına göre malzemelerin P ile d^2 değişimi	38
Şekil 4.9. Hays-Kendall yaklaşımına göre T4 malzemesinin P ile d^2 değişimi	39
Şekil 4.10. Hays-Kendall yaklaşımına göre malzemelerin a_1 ile W değişimi	40
Şekil 4.11. OND modeline göre malzemelerin için Pd ile d değişim grafiği	42
Şekil 4.12. OND modeline göre malzemelerin gerçek sertlik değerlerinin değişim grafiği	42
Şekil 4.13. OND modeline göre malzemelerin regresyon grafikleri	43
Şekil 4.14. GOND modeline göre malzemelerin için P ile d değişim grafiği	45
Şekil 4.15. GOND modeline göre malzemelerin regresyon grafikleri	45
Şekil 4.16. Süperiletken numunelerin gerçek sertlik değerinin artan ısı işlem süresiyle değişimi	46

FOTOĞRAFLAR DİZİNİ

Fotğraf 1.1. Yük (5.9 <i>N</i>) uygulanmasında BSCCO numunesi için iz görünümü.....	12
Fotoğraf 4.1. 50, 100, 300, 500 ve 1000 <i>gr</i> yük uygulanması ve <i>x5</i> , <i>x10</i> , <i>x20</i> , <i>x50</i> , <i>x100</i> büyütmesinde çekilen T1 numunesi ait metalografik fotoğraflar.....	29
Fotoğraf 4.2. 50, 100, 300, 500 ve 1000 <i>gr</i> yük uygulanması ve <i>x5</i> , <i>x10</i> , <i>x20</i> , <i>x50</i> , <i>x100</i> büyütmesinde çekilen T2 numunesi ait metalografik fotoğraflar.....	30
Fotoğraf 4.3. 50, 100, 300, 500 ve 1000 <i>gr</i> yük uygulanması ve <i>x5</i> , <i>x10</i> , <i>x20</i> , <i>x50</i> , <i>x100</i> büyütmesinde çekilen T3 numunesi ait metalografik fotoğraflar.....	31
Fotoğraf 4.4. 50, 100, 300, 500 ve 1000 <i>gr</i> yük uygulanması ve <i>x5</i> , <i>x10</i> , <i>x20</i> , <i>x50</i> , <i>x100</i> büyütmesinde çekilen T4 numunesi ait metalografik fotoğraflar.....	32

KISALTMA VE SİMGELER

KISALTMA/SİMGE

d	Köşegensel ortalama uzunluk, mm
θ	Elmasın ters yüzü arasındaki açı
HRC	Rockwell sertlik değeri
σ	Gerilme
ε	Birim şekil değişimi
E	Young katsayısı,
F	Cisme uygulanan kuvvet
A_0	Kuvvetin uygulandığı birim alan
L_0	Cismin başlangıç uzunluğu
BHN	Brinel sertlik sayısı
P	Uygulanan yük
D	Bilyenin çapı
k	Girmeye karşı metal direncini gösteren sabit
σ_0	Zorlanmanın bitiş 0.2 yüzdesi
VHN	Vicker sertlik sayısı
A_c	Kontak alanı
P_{mak}	Maksimum yük,
h_{mak}	Maksimum yerdeğiştirme,
h_k	Temas yerdeğiştirmesi
E_{eff}	Efektif elastik modül
W	Plastik deformasyonun başlaması için gerekli minimum test yükü
OND	Orantılı Numune Direnci (Proportional Specimen Resistance)
GOND	Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnci (Modified PSR)
İBE	İz Büyüklüğü Etkisi

BÖLÜM I

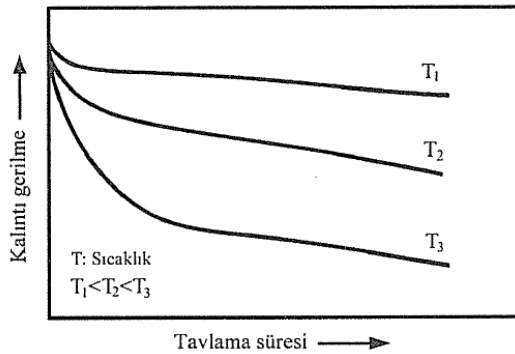
GİRİŞ

1.1 Tavlama ve Sıcak Şekil Değiştirme

Tavlama, soğuk şekil değiştirme işlemine tabi tutulan malzemelerin kafes veya tane yapısını gerilmesi durumuna döndürmek için uygulanan bir ısıtma işlemidir. Bu işlemde, malzeme tavlama sıcaklığına kadar ısıtılır ve fırın içerisinde yavaşça soğutulur. Tavlama işlemi toparlanma, yeniden kristalleşme (rekristalizasyon) ve tane büyümesi olmak üzere üç devre ya da aşamayı içerir. Bu aşamalar, aşağıda sırasıyla anlatılmaktadır (Savaşkan, 1999).

1.1.1 Toparlanma

Toparlanma, soğuk deforme edilen malzemelerde yeniden kristalleşme sıcaklığından daha düşük sıcaklıklardaki tavlama sırasında meydana gelir. Bu işlem sırasında malzemenin iç yapısında önemli bir değişim meydana gelmeden bazı özellikleri değişebilir. Toparlanma aşamasında, soğuk deforme edilen malzeme içerisindeki kalıntı gerilmeler büyük ölçüde giderilir. Söz konusu kalıntı gerilmeler toparlanmanın başlangıç aşamasında hızlı bir şekilde azalır, ancak bu azalma ilerleyen zaman içerisinde azalan bir hızla devam eder. Kalıntı gerilmelerin tavlama süresine göre değişimini gösteren eğriler Şekil 1.1’de verilmiştir.



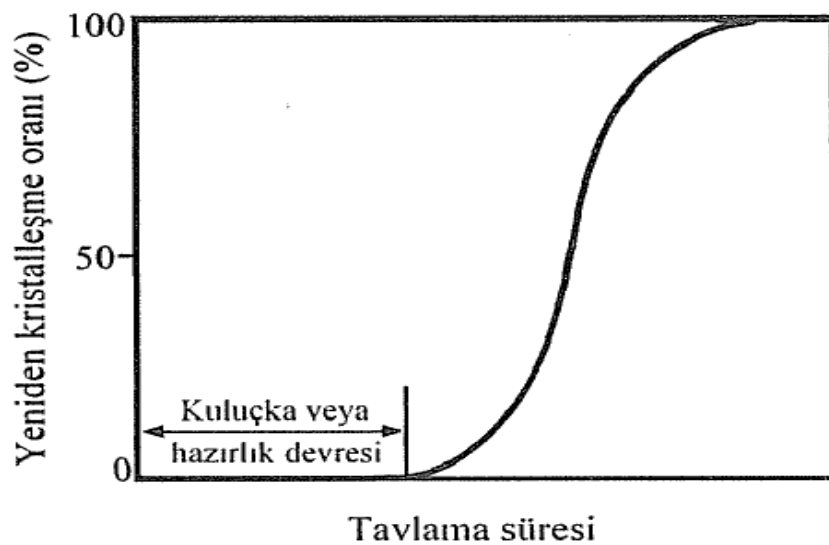
Şekil 1.1. Soğuk deformasyon sırasında malzemede oluşan kalıntı gerilmelerin farklı sıcaklıklardaki tavlama süresine göre değişimini gösteren eğriler (Savaşkan, 1999).

Toparlanma, malzemedeki dislokasyon sayısının azalmasından çok, dislokasyonların yeniden düzenlenmelerinden kaynaklanır. Dislokasyonların yeniden düzenlenmesi sonucunda oluşan alt tanelerin içerisinde dislokasyonsuz bölgeler meydana gelir. Bu bölgeler sayesinde elektron hareketi kolaylaşarak malzemenin elektrik iletkenliği eski değerine yaklaşabilir. Bu nedenle, toparlanma aşamasında malzemenin elektriksel iletkenliği önemli ölçüde artar.

Bu devrede malzemenin mekanik özellikleri pek değişmez, ancak kalıntı gerilmeler büyük ölçüde giderilir. Böylece kalıntı gerilmelerin oluşturduğu çarpılma en aza iner ve gerilmeli korozyon çatlaması önlenabilir. Tavlama işleminin ilk aşaması olan toparlanma, piyasada gerilme giderme tavı olarak da bilinir (Savaşkan, 1999).

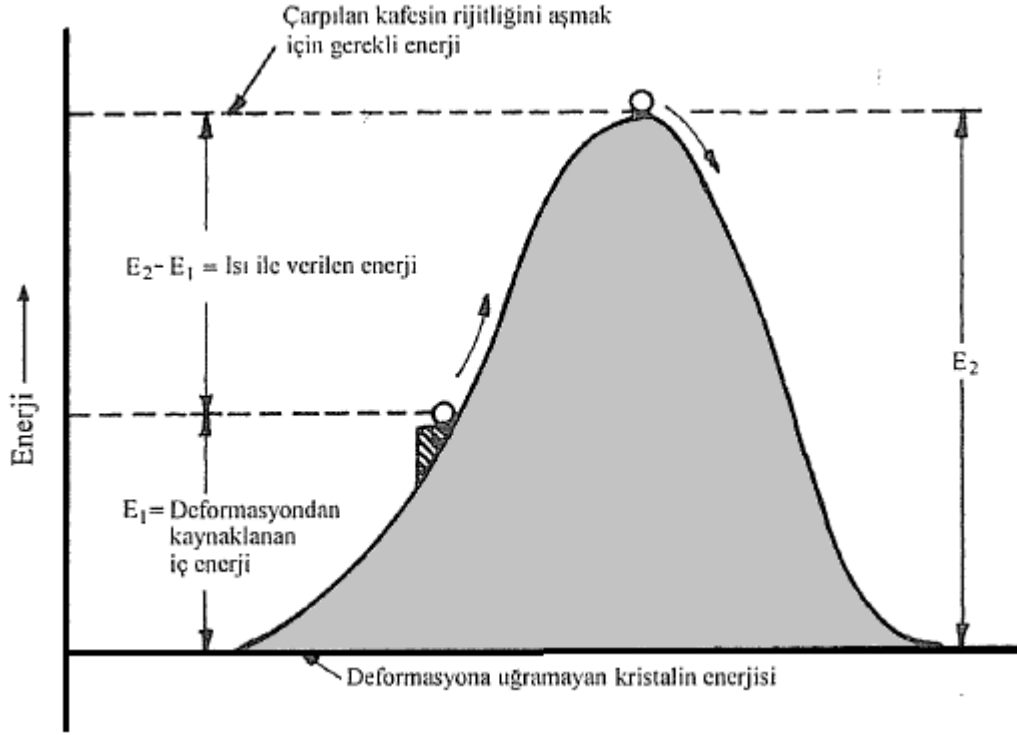
1.1.2 Yeniden kristalleşme

Toparlanma sıcaklık aralığının üst sınırına erişildiğinde içyapıda yeni kristaller veya taneler oluşur. Bu taneler, genelde orijinal tanelerin en fazla deformasyona uğrayan bölgelerinde yani tane sınırları ve kayma düzlemlerinde meydana gelir. Yeni taneler, deformasyona uğrayan orijinal tanelerle aynı kimyasal bileşim ve kafes yapısına sahiptirler. Yeniden kristalleşme çekirdekleşme ve büyüme mekanizmaları ile meydana gelir. Şekil 1.2’de tipik bir yeniden kristalleşme eğrisi görülmektedir (Savaşkan, 1999).



Şekil 1.2. Sabit bir sıcaklıkta elde edilen yeniden kristalleşme (rekristalizasyon) eğrisi (Savaşkan, 1999)

Kuluçka dönemi denilen hazırlık devresinde yeniden kristalleşmenin başlaması için gerekli enerji depo edilir. Kritik embriyon boyutunun üzerine çıkılınca yeniden kristalleşme başlar. Kuluçka dönemi, embriyonlardaki tersinir olmayan büyüme süresine karşılık gelir. Yeniden kristalleşmenin şematik gösterimi Şekil 1.3’de verilmiştir.



Şekil 1.3. Yeniden kristalleşmenin şematik olarak gösterimi (Savaşkan, 1999)

E_2 enerji değerini verecek sıcaklığa erişildiğinde, tane sınırı ve kayma düzlemi gibi yerel bölgeler enerjilerinin bir kısmını yeniden kristalleşme ısısı şeklinde vererek gerilmesiz tanelerin çekirdeklerinin oluşmasını sağlar. Yeniden kristalleşme ısısının bir kısmı komşu atomlar tarafından soğutulur ve böylece kafesin rijitliğini aşmaya yetecek büyüklükte enerjiye sahip olan atomlar, gerilmesiz tanelerin kristal kafesi tarafından çekilirler. Yeniden kristalleşme için gerekli enerji, büyük ölçüde deformasyon oranına bağlıdır.

Yeniden kristalleşme sonucunda, malzeme şekil değişimine uğramadan önceki özelliklerini tekrar kazandığı gibi, malzeme şekil değişimine uğramadan önceki özelliklerini tekrar kazandığı gibi, yapısı da genellikle daha ince taneli olur. Yeniden kristalleşme belirli bir sıcaklık veya sıcaklık aralığında meydana gelir. Yeniden kristalleşme sıcaklığı (YKS), soğuk şekil değişimine uğrayan bir malzemede yeniden

kristalleşmenin bir saatlik süre içerisinde tamamlanması için gerekli sıcaklık olarak tanımlanır. Bu sıcaklık artan şekil değiştirme oranı ile azalır. Bu nedenle yeniden kristalleşme sıcaklığı belirli bir sıcaklığı değil, yaklaşık bir sıcaklık veya sıcaklık aralığını gösterir. Örneğin alaşımsız çeliklerin yeniden kristalleşme sıcaklığı 600 – 700°C arasındadır. Bununla birlikte yeniden kristalleşme sıcaklığı, $YKS (K) \cong T_e (K)/3$ bağıntısı yardımıyla belirlenebilir. Burada T_e malzemenin Kelvin (K) cinsinden ergime sıcaklığıdır.

Yeniden kristalleşme sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda meydana gelen plastik deformasyona sıcak şekil değiştirme, altındaki sıcaklıklarda meydana gelen deformasyona da soğuk şekil değiştirme denir. Sıcak şekil değiştirme sırasında yapısı bozulan malzemelerde hemen yeniden kristalleşme başlar. Soğuk şekil değiştirmede ise kristal veya tane yapısı sürekli olarak bozulur ve bunun sonucunda da malzemenin sertlik ve mukavemeti artarken süneklik ve elektrik iletkenliği azalır. Soğuk şekil verme işlemi, sıcak şekil vermeye göre daha küçük tolerans ve daha iyi yüzey kalitesi sağladığı için son işlem olarak uygulanabilir. Mukavemet ve sertlik artışı isteniyorsa ve süneklikteki azalmanın bir sakıncası yoksa malzemeye yeniden kristalleştirme tavı uygulanmaz. Aksi halde, soğuk şekil verme işlemleri arasında veya bu işlemlerin sonunda yeniden kristalleşme tavı (YKT) uygulamak gerekir. Tavlama sıcaklığının aşırı yüksek, tavlama süresinin de aşırı uzun olması veya soğuk şekil değiştirme oranının kritik bir değerden küçük olması durumunda tane irileşmesi görülür. Bu durum malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz etkilediği için genelde istenmez.

Çinko, kalay ve kurşunun yeniden kristalleşme sıcaklıkları oda sıcaklığının altındadır. Bu durum söz konusu metallerin oda sıcaklığında soğuk şekil değişimine uğramadıklarını göstermektedir. Çünkü oda sıcaklığındaki şekil değişimi sırasında bu metaller yeniden kristalleşerek gerilmesiz kafes yapısı oluştururlar. Tavlama süresini artırmak suretiyle malzemelerin yeniden kristalleşme sıcaklıkları düşürülebilir. Ancak yeniden kristalleşme zamandan çok, sıcaklığa duyarlıdır. Bazı metallerin yeniden kristalleşme sıcaklıklarının yaklaşık değerleri Çizelge 1.1’de verilmiştir (Savaşkan, 1999).

Çizelge 1.1 Bazı Metal ve Alaşımların Yeniden Kristalleşme Sıcaklıkları (Savaşkan, 1999)

Malzeme	Yeniden Kristalleşme Sıcaklığı (°C)
Bakır	120
Cu-%5 Zn	315
CuAl5	290
Alüminyum (%99.999)	80
Alüminyum (%99)	290
Alüminyum alaşımları	315
Nikel	370
Demir	400
Düşük karbonlu çelik	540
Magnezyum	65
Çinko	10
Kalay	−4
Kurşun	−4

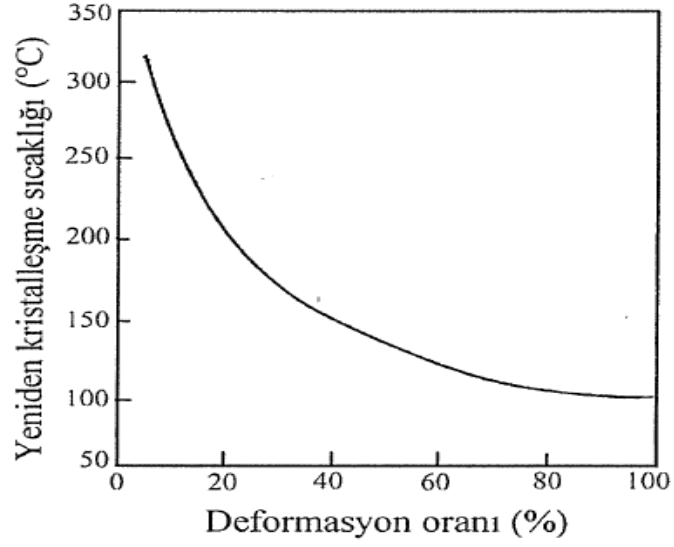
Aynı orandaki şekil değişimi sonucunda ince taneli metallerde, iri taneli metallere göre daha fazla deformasyon sertleşmesi veya pekleşme meydana gelir. Bu nedenle tane büyüklüğü azaldıkça metallerin yeniden kristalleşme sıcaklığı düşer. Sonuç olarak, soğuk şekil değiştirme sıcaklığı düştükçe pekleşme ya da iç gerilme miktarı artar ve yeniden kristalleşme sıcaklığı düşer. Yeniden kristalleşme sıcaklığı deformasyon oranına bağlıdır. Bu sıcaklığın deformasyon oranına göre değişimini gösteren eğri Şekil 1.4’de verilmiştir. Yeniden kristalleşmenin meydana gelmesi için malzemelerin belirli bir değerden (%2 – 8) daha yüksek oranlarda soğuk şekil değişimine maruz kalmaları gerekir. Yeniden kristalleşme için gerekli olan en düşük deformasyon oranına kritik deformasyon oranı denir. Örneğin Şekil 1.5’de verilen eğri tavanmış durumdaki düşük karbonlu bir çeliğin tane büyüklüğünde herhangi bir değişimin olabilmesi için yaklaşık %7 oranında soğuk deformasyona maruz kalması gerektiğini göstermektedir. Kritik deformasyonun altındaki oranlarda meydana gelen şekil değişimlerinde yeniden kristalleşme için gerekli sayıda çekirdek oluşmaz.

1.1.3 Tane büyümesi

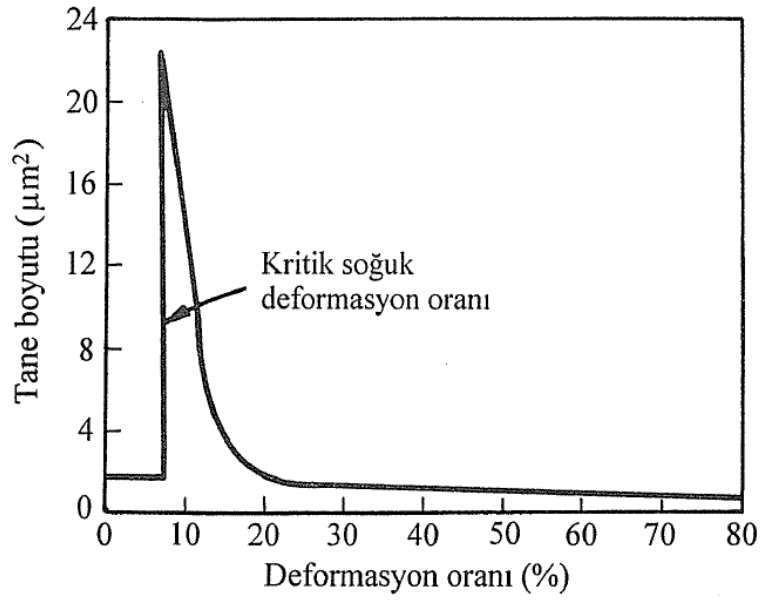
Malzemelerdeki iri taneler, ince tanelerden daha düşük serbest enerjiye sahiptir. Bu durum, çok kristalli malzemelerde tane sınırı miktarındaki azalmadan kaynaklanmaktadır. Bu nedenle bir metal tek kristal halinde bulunması durumunda en düşük serbest enerjiye sahip olur. İri ve ince tanelerin serbest enerjileri arasındaki fark, tane büyümesi için gerekli itici gücü veya sürücü kuvveti oluşturur ve kafesin rijitliği (atomlar arasındaki bağ kuvveti) bu kuvvete karşı koyar. Sıcaklık arttıkça kafesin rijitliği azalır ve tane büyüme hızı artar. Belirli bir sıcaklıkta, sürücü kuvvetle kafes rijitliğinin dengede olduğu noktada tane büyüklüğü en yüksek değerine ulaşır. Sıcaklığın, yeniden kristalleşme ile oluşan tanelerin büyüklüğüne etkisi Şekil 1.6’da görülmektedir.

Tavlama sıcaklığı ile yeniden kristalleşme sıcaklığı arasındaki fark arttıkça, oluşan tanelerin boyutu da artar. Diğer taraftan tavlama sıcaklığına kadar ısıtma ve tutma süreleri ne kadar kısa olursa taneler de o ölçüde ince olur. Malzeme yavaş ısıtılırsa birkaç tane çekirdek oluşur ve büyüme hızı artarak iri taneli bir yapı elde edilir.

Tavlama işleminin soğuk deforme edilen malzemenin özelliklerine etkisi Şekil 1.7’de gösterilmiştir. Bu şekilde görüldüğü gibi, soğuk deformasyon nedeniyle malzeme özelliklerinde meydana gelen değişimler tavlama işlemi sonucunda tamamen giderilmekte ve malzeme orijinal özelliklerini yeniden kazanmaktadır. Bu nedenle tavlama sırasında malzemenin sertlik ve mukavemeti azalırken, süneklik ve elektriksel iletkenliği artar (Savaşkan, 1999).

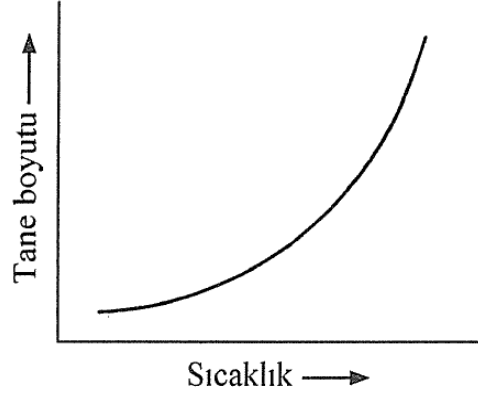


Şekil 1.4. Saf bakır için yeniden kristalleşme sıcaklığının şekil değiştirme ile değişimi (Savaşkan, 1999)



Şekil 1.5. Deformasyon oranının, soğuk deforme edildikten sonra 950°C sıcaklıkta yumuşatma tavına tabi tutulan düşük karbonlu çeliğin tane büyüklüğüne etkisi (Savaşkan, 1999)

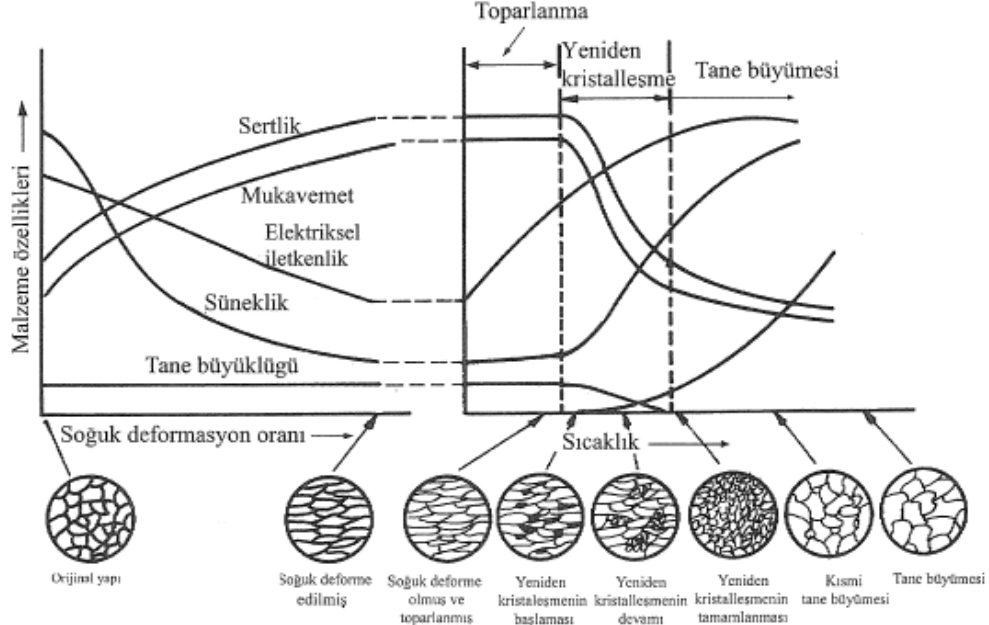
Plastik şekil değişikliğine uğrayan bir malzemenin sertliği genelde artar, ancak deformasyon sertleşmesi hızı artan sıcaklıkla azalır. Yüksek sıcaklıkta plastik şekil değişimine uğrayan bir malzemede, aynı zamanda birbirine ters iki olay meydana gelir.



Şekil 1.6. Sıcaklığın yeniden kristalleşme ile oluşan tanelerin büyüklüğüne etkisini gösteren eğri (Savaşkan, 1999)

Bunlardan biri plastik şekil değişimi nedeniyle meydana gelen sertleşme, diğeri de yeniden kristalleşme ile ortaya çıkan yumuşamadır. Belirli bir şekil değiştirme hızı için sertleşme ve yumuşama etkilerinin birbirini dengelediği bir sıcaklık vardır. Bu sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda gerçekleşen şekil değişimine sıcak şekil değiştirme, altındaki sıcaklıklarda meydana gelen deformasyona da soğuk şekil değiştirme denilir. Sıcak ve soğuk şekil değiştirme kavramları malzemeye bağlıdır. Şöyle ki, yeniden kristalleşme sıcaklığı oda sıcaklığından daha düşük olan kurşun, kalay ve çinko oda sıcaklığında sıcak deformasyona uğrarken, yeniden kristalleşme sıcaklığı yüksek olan çeliğe 540°C sıcaklıkta uygulanan biçimlendirme işlemine soğuk şekil verme işlemi denilir.

Metal külçelerden levha, sac, bant, köşebent, profil, boru ve çubuk gibi ürünlerin elde edilmesi için uygulanan en ekonomik yöntem sıcak şekil verme işlemidir. Ancak sıcak şekil verme sırasında çelik malzeme oksijenle reaksiyona girer ve oda sıcaklığına soğutulduğunda yüzeyinde tufal adı verilen siyah bir oksit tabakası oluşur. Bu tabaka hem talaşlı hem de talaşsız işlemler sırasında bazı zorluklara neden olabilir. Ayrıca sıcak şekil verme işlemleriyle biçimlendirilen bir malzemede istenilen boyutları tam olarak elde etmek mümkün değildir. Çünkü sıcak şekillendirilen malzemede soğuma sırasında boyutsal değişimler meydana gelir. Diğer taraftan soğuk şekil verme işlemi ile istenilen ölçülere yakın boyutlar elde edilebilir ve bu işlem sırasında malzeme yüzeyinde tufal oluşmaz. Ancak şekil değişimi için daha fazla kuvvet uygulamak ve dolayısıyla fazla enerji harcamak gerekir. Bu nedenle soğuk şekil verme işlemi daha pahalı bir yöntemdir. Metal endüstrisinde her iki işlemin üstünlüklerinden yararlanmak için malzeme önce sıcak şekil verme işlemine tabi tutulur ve ardından soğuk şekil verme işlemi uygulanır.



Şekil 1.7. Soğuk şekil değiştirme ve ardından uygulanan tavlama işleminin malzemenin özelliklerine etkisi (Savaşkan, 1999)

1.2 Sertlik Testi

Genel olarak sertlik deformasyona karşı gösterilen direnci ifade eder ve metallerin gösterdiği direncin ölçüsüdür. Malzemelerin mekanik testleriyle ilgilenen birisi için, sertlik genellikle bataca (indenter) karşı gösterilen direnç anlamındadır. Test sistemi ölçüm yapısına bağlı olarak sertlik ölçümleri genelde *Kazıma sertliği*, *iz sertliği* ve *dinamik Sertlik* olmak üzere üç tiptir (Dieter, 1961). Bunlardan iz sertliği pek çok mühendis için önem taşımaktadır. Kazıma sertliği minerologların bilgi sahasına girer. Bu sertlik ölçümü mineral ve diğer malzemeler hakkında bilgi edinilmesini sağlar. Bu sertlik ölçümü mineralin ve diğer materyalin birinin diğeri üzerinde kazımayla oluşturduğu iz bırakabilmesinin bir ölçüsüdür. Kazıma sertliği Mohs ölçeğine göre ölçülür. Kazıma özelliğine bağlı olarak bu 10 standart minerali içermektedir. Yumuşak mineraller bu ölçeğinde talktır (Kazıma sertliği 1), elmas ise 10 sertliğine sahiptir. Bir ayak tırnağının sertliği 2, tavllanmış bakırın sertliği 3 ve martensitin sertliği 7'dir. Mohs ölçeği metaller için yüksek sertlik basamaklarında geniş aralığa sahip olmadığından iyi sonuçlar vermektedir. Pek çok sert metalin Mohs sertlik ölçek aralığı 4 – 8'dir. Bergsman (1945) tarafından tanımlanan diğer sertlik tipi: belirli bir yük altında yüzey üzerinde elmas batacın yüzey üzerinde bıraktığı kazımanın genişliği veya derinliğinin ölçüsüdür. Mikro oluşuma sahip yapıların göreceli sertliğinin ölçülmesinde oldukça kullanışlıdır.

1.2.1 Meyer sertlik

Meyer (1908), Brinell'in yüzey etki alanının görünümü üzerine dayalı önerisinden farklı olarak sertlik önerdi. İz yüzeyi ile iz arasındaki ortalama basıncın anlamı, yükün iz alanının görünümüne bölünmesiyle elde edilir.

$$p_m = \frac{P}{\pi r^2} \quad (1.1)$$

Meyer ortalama basıncın sertliğin ölçüsü olarak alınabileceğini önerdi. Böylece Meyer sertliği;

$$Meyer\ Sertlik = \frac{4P}{\pi d^2} \quad (1.2)$$

Brinell sertliğine benzer şekilde Meyer sertliğinin birimi mm^2 başına kg 'dır. Meyer sertlik testi, Brinell sertliğine göre uygulanan yüke duyarlıdır. Soğuk üretilmiş maddeler için Meyer testi temel bir sabit olup yükten bağımsızdır. Halbuki Brinell sertliği artan yüklerle azalır. Tavlanmış metaller için Meyer sertliği sürekli uygulanan yük ile artar. Çünkü iz tarafından oluşturulan gerilme sertliğin bir ölçüsüdür. Bununla birlikte Brinell sertliği yüklerle orantılıdır ve oldukça yüksek yük uygulamalarında azalır. Meyer sertliği, iz ölçümlerinde temel yapıyı oluşturur. Ancak, pratik sertlik ölçümlerinde nadiren kullanılır. Meyer, iz genişliği ve yük arasında deneysel bir ilişki önerir. Bu ilişki genellikle **Meyer kanunu** olarak adlandırılır.

$$P = ad^n \quad (1.3)$$

burada P ; uygulanan yük (kg), d ; iz yarıçapı (mm), n ; metalin zorlanma sertliği ile ilgili sabit veya Meyer sayısıdır ki İBE'in bir ölçüsüdür, a ; girmeye karşı metal direncini gösteren sabittir. Eğer $n = 2$ değerini alacak olursa o zaman geliştirilmiş Meyer kanunu Kick kanuna (Mott, 1956) dönüşür,

$$P = a_0 d^n \quad (1.4)$$

burada a_0 izin geometrisine ve test malzemesinin özelliğine bağlı bir sabittir.

Meyer kanunundaki üstel ifade yaklaşık olarak pozitif 2 değerine eşittir. Tavlanmış metaller için n yaklaşık değeri 2.5 ve zorlanmayla sertleştirilmiş metallerde ise 2 değerini almaktadır.

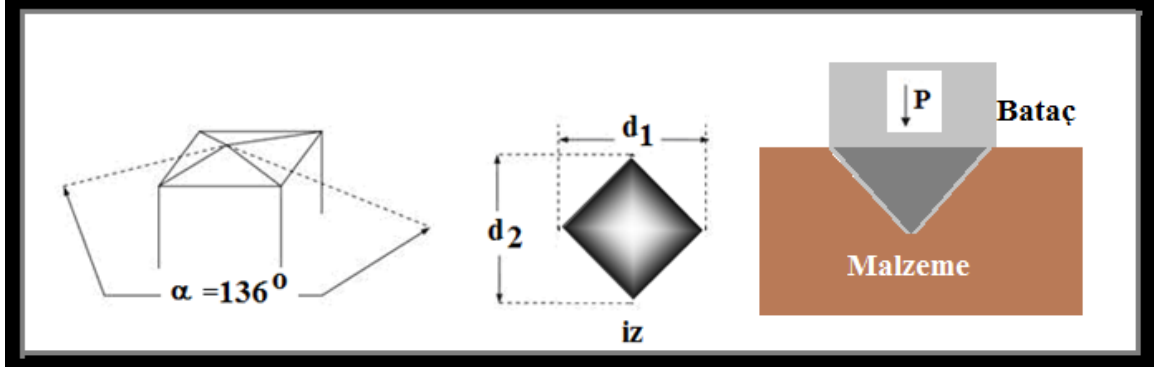
Meyer kanunu, yük uygulamasında bir düşük yük limitine sahiptir. Eğer yük çok düşük olursa iz etrafındaki deformasyon tamamen plastik şekilde gerçekleşmeyeceğinden Eşitlik 3'e uymaz. Bu düşük yük limit malzemenin sertliğine bağlıdır. 10 mm çaplı top şekilli bataç ile bakır malzemeye 50 kg yük uygulanırsa BSS değeri 100'ü ve çelik malzeme için 1500 kg yük uygulandığında BSS değeri 400'ü aşmaktadır. Farklı yarıçaplardaki top şekilli bataçlar için kritik yük değeri batacın yarıçapının karesiyle orantılıdır (Dieter, 1961).

1.2.2 Vickers sertliği

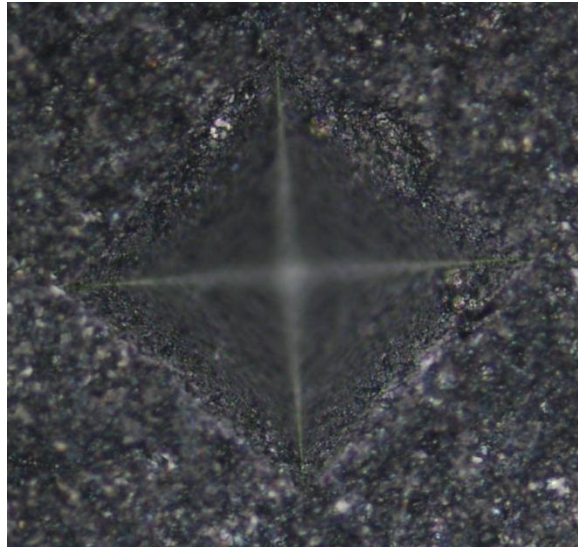
Vicker's sertliğinde batac olarak kare şekilli elmas pramit kullanılır. Pramidin ters yüzleri arasındaki açı 136°'dir. Bu açının, Brinell sertlik testinde iz çapının top çapına oranının alınması oldukça uygun bir yaklaşım olacaktır. Batacın şekli genellikle elmas-pramid olarak kullanılmasından dolayı *Elmas-Pramid Sertlik* sayısı (EPS) veya *Vicker's Sertlik Sayısı* (VSS veya VPS); uygulanan yük değerinin izin sınırladığı alana bölümü olarak tanımlanır. Pratikte bu alan mikroskop altında yükün malzeme yüzeyinde oluşturduğu izin köşegensel uzunluğunun ölçülmesiyle hesaplanır. VSS aşağıdaki eşitlikle hesaplanır;

$$VSS = \frac{2P \sin(\theta/2)}{d^2} = \frac{1.854P}{d^2} \quad (1.5)$$

burada P ; uygulanan yük, d ; köşegensel ortalama uzunluk, θ , elmasın ters yüzü arasındaki açı ($= 136^\circ$)'dır (Dieter, 1961). Vickers sertliğine ait şematik gösterim Şekil 1.8 ve metal mikroskobu kullanılarak çekilmiş hali Fotoğraf 1.1'da görülmektedir.



Şekil 1.8. Vicker' s sertlik ölçme yöntemi (Shaw ve DeSalvo, 1970)



Fotğraf 1.1. Yük (5.9 N) uygulanmasında BSCCO numunesi için iz görünümü
(T1X500GR – 2X50)

Vicker's sertlik testinin araştırmacılar tarafından yaygın olarak kullanılmasının sebebi pek çok yumuşak metal için verilen bir yük için VSS değeri 5 ile oldukça sert malzemeler için VSS değeri 1500 aralığında sürekli bir sertlik skalası vermesindendir. Brinell sertlik testi genellikle sertlik skalasındaki aynı noktada yükün veya batacın değiştirilmesini gerektirir, bu yüzden skalanın ekstrem (uç) noktalarında alınan veriler karşılaştırmada kullanılmaz. Çünkü pramid şekilli batacın oluşturduğu etki, onların büyüklüğü ile ilişkili olmayan benzer bir geometriye sahiptir. Burada VSS yükten bağımsızdır. Bu durum hafif yüklerin dışında genel olarak bulunabilir. Test edilecek metalin sertliğine bağlı olarak uygulanacak yük genellikle 1 kg ile 120 kg aralığındadır. Bu avantajlarına rağmen Vicker's sertlik testi statik ölçümlerde henüz yaygın olarak kullanılan rutin bir test değildir çünkü numune yüzeyinin dikkatli hazırlanmasını gerektirir ve köşegensel ölçümü

yapan kişinin oldukça dikkatli ölçümler yapması gerekir. Vicker's sertlik testi *E92 – 72 ASTM* standartlarında tanımlanır (Dieter, 1961).

Süperiletken malzemelerin endüstriyel uygulamalarında sertlik, elastik modül gibi pek çok mekanik özellikler oldukça önem taşıyan parametrelerdir (Yılmazlar vd., 2007). Süperiletken malzemelerin mekanik özelliklerini araştırma açısından iz metodları kullanılarak yapılan mikro sertlik ölçümleri oldukça uygun yöntemdir. Yaygın olarak bilindiği üzere bir polikristal malzemenin sertliği uygulanan test yükünün iz boyutu alanına oranı olarak tanımlanır (Mott, 1956; Bückle vd., 1973; Sargent ve Page, 1978). Eğer sertlik değeri artan yük ile azalıyorsa yani artan bir iz boyutu varsa bu özellik iz boyutu etkisi (IBE) (Indentation Size Effect-ISE) olarak adlandırılır. İz boyutu etkisini araştırmak için pek çok denklem teorik olarak çalışılmıştır. Örneğin; Meyer kanunu (Mott, 1956; Bückle vd., 1973), Hays-Kendall yaklaşımı (Bull vd., 1989), elastik toparlama modeli (Kodru vd., 1989), enerji-ayar yaklaşımı (Guille ve Sieskind, 1991; Page vd., 1992), orantılı numune direnci (Li ve Bradt, 1993) ve geliştirilmiş orantılı numune direnci (MPSR) (Gong vd., 1999), bu modellerin hepsi de uygulanan test yükü ile iz boyutu değişimini tanımlamaktadır. Meyer kanunu dışındaki yöntemler gerçek sertlik değeri olarak adlandırılan hesaplamaları da içeren metotlardır. Bu eşitlikler yaygın olarak iz tanımlamasında kullanılmış ve pek çok farklı malzeme üzerinde çalışılmıştır (Li ve Bradt, 1993; Gong vd., 1999; Li vd., 1994; Jain vd., 1994; Ma ve Clarke, 1995). Yaygın olarak iz boyutu etkisi Meyer kanunu ile; yük (P) ve iz boyutu (d) arasındaki ilişkiye bağlı olarak

$$P = ad^n \quad (1.6)$$

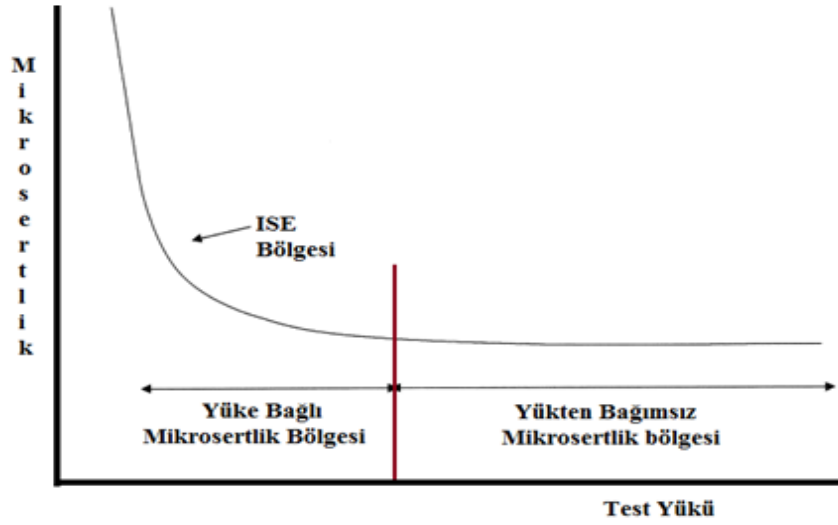
şeklinde tanımlanır. Burada üstel ifadedeki n Meyer sayısı ve a bir sabit olmak üzere verilir. Eğer $n < 2$ ise sertlik üzerinde bir iz boyutu etkisi vardır ve $n = 2$ olması durumunda sertlik yükten bağımsızdır (Csehova vd. 2010).

Sertlik malzemenin tersinmez deformasyonunun direncini ölçmek için kullanılır. Sertlik iz testi, malzemenin küçük bir kısmında mekanik özellikleri araştırmak anlamına gelir. Geometrisine bağlı olarak farklı bataçlar, örneğin Vicker's batacı yaygın olarak

kullanılmaktadır. Elmas pramid şekilli bataç ile oluşan **Vicker's sertlik değeri(H)**; **uygulanan yükün (P)**, **pramid biçimli temas alanı(A_c = A_T)'na oranı** olarak tanımlanır;

$$HV = 0.0378 \frac{P}{d^2} \quad (1.7)$$

Eşitlik 4 ile verilmekte olan sertlik değeri hesaplamaları ilgili araştırmalar, **İz Boyutu Etkisi (İBE)** bakımından yük bağımlılığı Şekil 1.10'da gösterilmektedir. Literatürde İBE davranışını tanımlamak için uygulan iz test yükü *P* ile girme derinliği *d* arasındaki ilişkinin araştırıldığı görülmektedir.



Şekil 1.9. İBE karakteristiğinin şematik gösterimi (Ashcroft ve Spinks, 1996)

1.2.3 Hays–Kendall yaklaşımı

Hays–Kendall Yaklaşımı, deformasyona karşı direnç etkisini malzemenin gösterdiği bir Newtoniyan direnç basıncı olarak düşünür (Hays ve Kendall, 1973).

$$P_{\text{effektif}} = P - W = a_1 d^2 \quad (1.8)$$

burada **a₁** yükten bağımsız bir sabit ve **W** plastik deformasyonun başlaması için gerekli minimum test yüküdür ki bunun aşağılarında elastik deformasyon oluşur. (**P – W**) ise efektif iz yükü. Eşitlik 4'da **P** ile (**P – W**)'yi yer değiştirerek yükten bağımsız (gerçek) sertlik değeri hesaplanabilir,

$$H_{HK} = 0.0378 \frac{(P-W)}{d^2} = 0.0378a_1 \quad (1.9)$$

1.2.4 Orantılı numune direnç (OND) modeli

OND modeli Li vd. (1994) tarafından önerildi. P uygulanan test yükü ve d temas derinliği olmak üzere:

$$P = a_1d + a_2d^2 \quad (1.10)$$

burada a_1 ve a_2 malzemeye ait sabitler. Li ve Bradt'ın analizlerine göre a_1 elastik özellikler ve a_2 plastik özelliklerle ilişkilendirilebilir. Özellikle a_2 'nin gerçek sertlik (true hardness) H_{OND} olarak adlandırılabilirliğini önerdiler. Vicker's mikroiz testi için H_{OND} değeri doğrudan a_2 cinsinden aşağıdaki ifade ile belirtilir.

$$H_{OND} = \frac{P-a_1d}{26.43d^2} = \frac{a_2}{26.43} \quad (1.11)$$

Diğer bir ifadeyle, Eşitlik 7'ü P/d 'nin d ile değişim grafiğinden a_1 ve a_2 yi hesaplamak için Eşitlik 8 olarak yeniden düzenlenebilir:

$$\frac{P}{d} = a_1 + a_2d \quad (1.12)$$

İBE incelemelerinde OND modeline bir uygulaması olarak gerçek sertlik değeri iki farklı

şekilde $H_{OND1} = \frac{P-a_1d}{26.43d^2}$ ve $H_{OND2} = \frac{a_2}{26.43}$ olarak hesaplanabilir.

1.2.5 Geliştirilmiş orantılı numune direnç (GOND) modeli

Deneysel sonuçlardan OND modeline göre P/d ile d arasındaki ilişkiden yapılacak açıklamalar, kalıcı deformasyona karşı test malzemesinin direncinin tanımlanması bu modele göre hatalı olacaktır (Lee, 1994). Belirtmek gerekir ki, Eşitlik 6'de yapılan tanımlamaya göre $d = 0$ değeri için test malzemesinin direnci sıfır değerini alacaktır

($W = a_1 d = 0$). İncelenen malzeme için minimum yük uygulaması bir plastik iz oluşturmamasını sıfır yapacaktır. Bu kabul edilebilir olarak görünmektedir. Gerçekte aynı zamanda Li ve Bradt (1993) da, Gane ve Bowder tarafından rapor edilen yük seviyesinde altın numunenin yüzeyine ani olarak bataç girmesinde karşılaştıkları deneysel özelliği belirtmektedirler. Kırılgan seramikler için, minimum yük aşağısında izin oluşmaması sebebiyle kalıcı deformasyonda sıfır olamayan durumlar için pek çok sonuç vardır. Yani, sıfır olmayan minimum yük bu çalışmalarda kullanılan yük seviyeleriyle karşılaştırıldığında oldukça küçük olabilir ve test-numunesi direncinin iz bağlı hesaplamalarında ihmal edilebilir.

Seramiklerin yapımı ve parlatılması işlemlerinin tamamı test-numunesi direncini etkileyecek önemli bir faktördür. Bu işlemler boyut kontrolü ve yüzey kalite kontrolü bir seramik parçalarını ve boyutlarının iyi seçilmesini gerektirir. Yüzeysel işlemler ve parlatma işlemi malzeme yüzeyi yakınlarında plastik deformasyonlar ve çatlaklar oluşturabilir (Samuel, 1960-1989). Lawn ve önceki araştırmacılar (Lawn ve Wilshaw, 1975; Lawn ve Marshall, 1978), bir keskin bataç malzemenin küçük bir hacminde plastik deformasyon oluşturduğunu belirttiler. Çünkü plastik olarak elementlerin hacimsal deformasyonu her bir yiv ufalmasının diğerini örtmesine eşlik eder, bir baskı yapma işleminde yüzeyin tamamı plastik olarak deforme olur (Samuel, 1960-1989). Buna rağmen, sertlik ölçümlerinde yüzeyin plastik deformasyonu ile alakalı etkilerin ilişkilendirildiği nicel analizler hala yetersizdir. Bu durumda plastik olarak yüzeyi deforme edilmiş malzemenin direnci bir yayın elastik direncine benzer olarak düşünülebilir. Burada yay, ize maruz kalmadan önceki durumda gerilimden uzak olmasından ziyade sıkıştırılmış olmalıdır. Li ve Bradt (1993), OND modeline göre test numunesinin direnciyle ilgili olarak $W = a_1 d$ şeklindeki önerileri yeniden düzenlenirse

$$W = a_0 + a_1 d \quad (1.13)$$

burada a_0 , test numunesinde artık yüzey gerilmesiyle alakalıdır. Eşitlik 10'yi Eşitlik 5'de yerine yazılarak:

$$P = a_0 + a_1 d + a_2 d^2 \quad (1.14)$$

Eşitlik 11, OND modelinin düzenlenmiş hali olarak alınır. Böylece Eşitlik 11’de ki a_1 ve a_2 parametrelerinin fiziksel anlamı Eşitlik 7’da ki ile benzer olduğu ortaya çıkar. OND modele benzer şekilde, Geliştirilmiş OND modeli Eşitlik 12a-b’de verildiği gibi gerçek sertlik değerini hesaplamanın iki farklı yolu

$$H_{GOND1} = \frac{P - a_0 - a_1 d}{26.43d} \quad (1.15)$$

$$H_{GOND2} = \frac{a_2}{26.43} \quad (1.16)$$

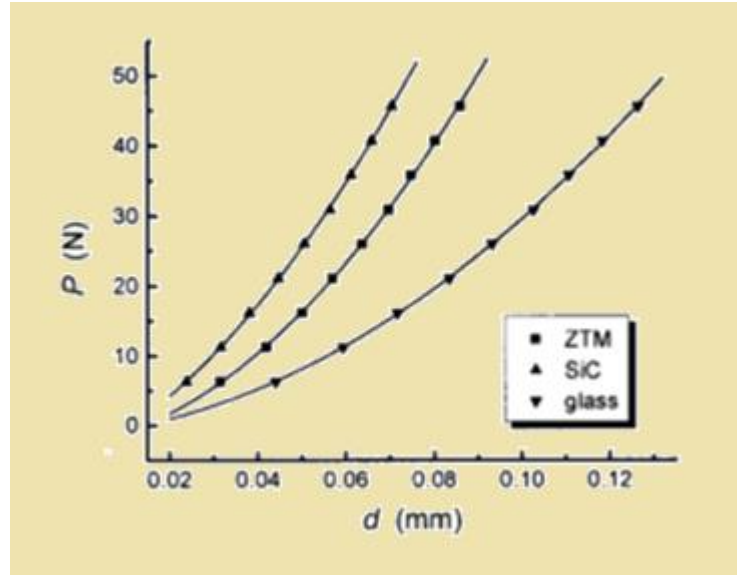
vardır.

Li ve Bradt (1993)’a göre sırasıyla a_1 ve a_2 parametreleri malzemenin elastik ve plastik özellikleriyle ilişkilendirilebilir. İBE sonuçlarına göre test malzemesinin iz-büyükliği ile orantılı direnci a_1 tarafından tanımlamakta ve a_2 terimi de doğrudan yükten bağımsız sertlik ile ilişkilidir. Test malzemesi ile bataç yüzeyleri arasındaki sürtünmenin etkisi ve test malzemesinin elastik direnci, orantılı malzeme direncine katkı sağlayan faktörlerdir. Malzemenin E/H parametresi plastik ve elastik matrisin çevrelediği bölgenin eğriliğinin sonucu olan izin artık gerilmesinin büyüklüğünün ölçüsüdür. Benzer olarak, a_1/a_2 değeri, yapım ve parlatma sebebiyle oluşan artık gerilimin yaklaşık ölçüsü olarak alınabilir.

Eşitlik 10 ile verilen Li ve Bradt (1993) tarafından önerilen OND modeli, ve Geliştirilmiş OND modelleri, Bückle tarafından önerilen İBE’de yük uygulamasıyla oluşan ize ait bir polinom serisi şeklinde kullanımı ile aynı formdadır. Eşitlik 11, a_0 terimi ile Eşitlik 7’den farklı bir görünümündedir. Pek çok malzemede görüldüğü gibi İBE’de Bückle eşitliği kullanıldığı zaman Li ve Bradt gibi pek çok araştırmacı (Lawn ve Marshall, 1978; Frohlich vd., 1977) da a_0 terimini sıfır almaktadır.

Orantılı Numune Direnci (OND) modeli aslında Li ve Bradt (1993) tarafından ortaya kondu. Onlar uygulanan test yükünün minimum seviyesinin varlığını fikrini kabul ettiler ve onu test malzemesinin direnci ($W = a_1 d$) olarak adlandırdılar. Minimum seviyenin aşagılarında, izin oluşturduğu kalıcı deformasyon başlamaz ancak sadece elastik deformasyon oluşur.

Gong vd. (1999) nin önerdiği OND modeline göre malzeme yüzeyi gerilimsiz olamaz, malzemenin yapım ve parlatılması esnasında benzer gerilimlerden daha fazla etkilenmiştir. Bu gerilimler malzemenin direnç parametresini ($W = a_0 + a_1 d$)'ye değiştirir, burada a_0 , küçük bir negatif değerle artık yüzey gerilmeleriyle alakalı ve a_1 ise kalıcı deformasyona karşı malzeme direnci ile alakalı pozitif bir değere sahiptir. Vicker's sertliği verileri için benzer bir incelemede regrasyon analizinde korelasyon sabiti 0.9984 ve 1 arasında olduğu görülür.



Şekil 1.10. Test malzemeleri için iz büyüklüğünün uygulanan yük ile değişimi (Samuel, 1960-1989)

BÖLÜM II

LİTERATÜR

2.1 İz Analizinin Gelişim Süreci

19. yüz yılın sonlarında malzeme bilimciler tarafından, metalar ve alaşımlar gibi katı malzemelerin başarılı bir şekilde üretilmesi ve özelliklerinin incelenmesine yönelik açılımlara yol açan önemli teknolojik bilgiler bilinmekteydi. İsveçli metalorjist *Brinell*, demir ve çelik üzerindeki yoğun çalışmaları sonucunda *sertlik testini* geliştirdi. Test ile ilgili makalesi (Chanya vd., 2009) 1900 yılında yayınlandı. Bu test, 10 mm çapında sertleştirilmiş çelik bilyanın malzeme içerisine 3000 kg lık yükün 30 sn etki ettirilmesi sonrasında sonuç izinin yüzey alanının ölçümü yapılarak metal ve alaşımların göreceli sertliğinin ölçümünü mümkün kılmaktadır. Yıllar boyunca bu metodun geliştirilmesine rağmen kâşifinin ismi ile anılacak olan ***Brinell Sertlik Testi*** olarak adlandırılmaktadır (Dieter, 1961).

1919 yılında, *Rockwell* iz gelişiminde ileri bir adım attı. *Rockwell*, bir başlangıç ön-yük ve ilave test yükü olmak üzere iki sabit yükün malzeme içerisine bataç kullanılarak girdiği yeni sertlik testini geliştirdi. İki yük arasındaki girme derinliği farkı sertlik ölçüsünü vermektedir. Sertlik aralığı farklı olan pek çok Rockwell ölçeği vardır (Crow ve Hinsley 1946). Bunlardan en yaygın olanları çelik bilya bataç ile oluşmuş B ölçeği, koni şekilli elmas bataç ile oluşmuş C ölçeğidir. Bu ölçeklerden hiçbiri malzemelerin tam bir sertlik aralığını kapsamaz ve Brinell sertlik sayılarıyla da orantılı değildir.

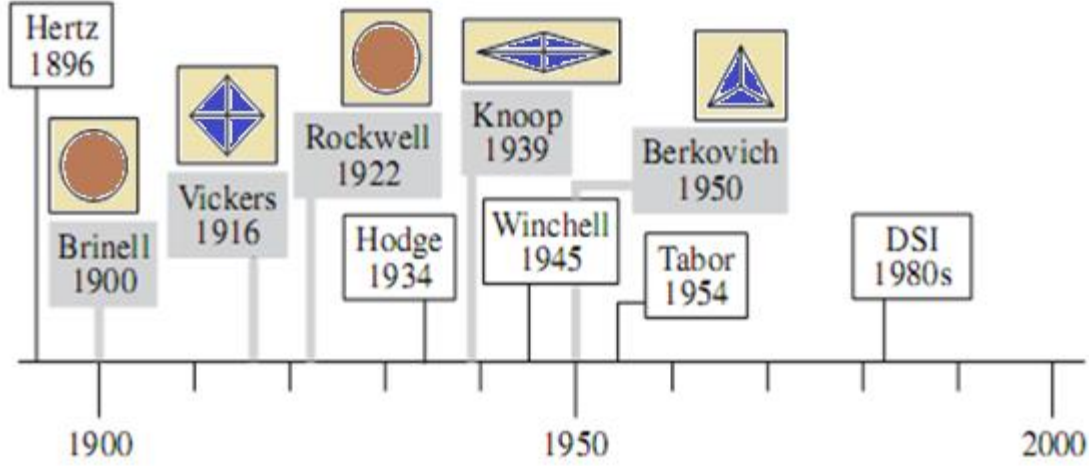
1925 yılında, *Smith* ve *Sandland* Vicker's testi olarak adlandırdıkları, Brinell testiyle sertlikleri tahmin edilemeyecek kadar sert olan metaller için yeni bir iz test geliştirdiler. 136°'lik açığa sahip yüzeyi olan kare şekilli elmas piramidin bataç olarak kullanıldığı düzeneği geliştirdiler. Geometriyi öyle seçtiler ki, ölçülen sertlik sayıları Brinell sayılarına oldukça yakın ve malzemede kullanılan bataç tüm malzemeler için sürekli olacak bir ölçek oluşturmaya izin vermektedir. Bu akıllıca bir seçim, Vicker's sertlik testinin kolayca kabul görmesini sağladı. Daha önceki testlere göre Vicker's testi, oldukça

küçük ölçekli iz ölçümlerinin yapabilmesini mümkün kılmıştır. Brinell testinde olduğu gibi Vicker's sertlik sayıları, uygulanan yük geri çekildikten sonra elastik toparlanmanın olmadığını kabul ederek yansıtılmış alandan ziyade, izin yüzey alanının hesaplanması prensibine dayanmaktadır. Bununla birlikte gerçekte, elastik toparlanma oluşur ve pek çok durumda etkisi büyüktür.

1939 yılında Knoop ve arkadaşları, Vicker's testine alternatif olarak, rombohedral şekilli elmas bataç ile düşük yük iz testini geliştirdiler. Diğerlerine göre bu batacın köşegensel uzunluğu 7.114 defa küçüktür. Böyle bir bataç geometrisiyle elastik toparlanmanın minimum olacağına inanılmaktadır. Bazı araştırmacıların Knoop izlerinin elastik toparlanmaya sahip olmadığını söylese de bu doğru değil, çünkü uzundan kısaya köşegen oranını tahmin etmek genelde ideal 7.114 değerinden farklı düşünülebilecek sonuçlarla açıklanır. Birkaç yıl sonra, Tabor ve yardımcıları, farklı geometrik şekilli bataçlar için yük geri çekildikten sonra malzemelerin elastik olarak gevşeyeceklerini ifade ettiler (Dieter, 1961).

20. yüzyılın ortalarında, iz teknikleri büyük bir ilgi çekti ve malzeme bilimcileri arasında popüleritesi arttı. Bu bilimciler bu teknikler yardımıyla çeşitli katılar için deformasyon özelliklerini araştırmada yeni gelişmelere yol açtılar [33]. İz tekniği kolay uygulanmasından oldukça cazip hale geldi. Çünkü oldukça küçük ve ince malzemelere uygulanacak bir alan ortaya koymaktadır. Bu geniş inceleme alanı mikrosertlik testi olarak bilinmektedir (Bückle, 1975; Tarasov ve Thibault 1947). Bu teste piramit bataç kullanılarak oldukça küçük malzemelerin özellikleri başarılı şekilde araştırılabilmektedir. Böylece mikrosertlik, elverişli cihazlar ile olabildiği kadarıyla katıların kırılma özelliklerinin araştırılmasına imkân sağlamaktadır (Carter ve Norton 2007). 1970'li yıllarda gelindiğinde, iz oluşumunun kısmi aşamalarında elastik özellik baskın ise bir tek iz testinden hem malzemenin sertliği hem de elastik modülü araştırıla bilinmektedir (Brinell, 1900). Elastik etkiyi araştırmak için, gerekli olduğu kadar malzemede batacın iz oluşturmalarının sağlandığı sırada yüklerin bataç üzerine uygulanmasının ve batacın yer değiştirmesinin görüntülenmesi gerekmektedir. İz oluşumunun görüntülenmesi malzeme içinde batacın oluşturduğu temas alanının tahmin edilmesi ve bir artık alanın optik olarak ölçülmesini de sağlar (Dieter, 1961). 1980'lerde bu alanda oluşan araştırma dalgası pek çok farklı test metodunun ortaya çıkmasını sağladı. Bu günlerde oldukça yaygın olarak kullanılan ve kabul görmüş metot Oliver ve Pharr (1992) tarafından önerilmiştir. Bu

metot Loubet vd. (1984) ile Doerner ve Nix (1986) tarafından geliştirilmiş fikirlere dayanan ve genellikle **nanoiz (nanoindentation) testi** olarak veya yük ve Derinliğe Duyarlı İz (DDİ) olarak adlandırılmaktadır.



Şekil 2.1. Yaygın kullanılan sertlik testleri ve ilgili bataç şekillerinin tarihsel süreci (Carter ve Norton 2007)

2.2 Literatürde Mikrosertlik

Yaptığı çalışmada Yamak (2007), MgB_2 süperiletken numunesi kullanılarak, malzemenin dinamik mikrosertlik verileri farklı modellerle analiz etmiştir. Yapılan teorik modeller ile analizlerinde yüksek korelasyon sabiti göz önünde bulundurulduğunda, geliştirilmiş OND modeliyle hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerlerinin, diğer modellerden elde edilen sertlik değerlerinden daha uygun olduğunu söylemenin mümkün olduğunu belirtti ve geliştirilmiş OND modelinin kalıcı deformasyonu oluşturmak için gerekli olan minimum eşik yükü (a_0) değerini belirlemede yetersiz olduğunu ortaya koydu.

Khalil (2001), geleneksel katıhal tepkime yöntemi ile $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_y$ ($x = 0.0, 0.18, 0.22, 0.25, 0.3, 0.35, \text{ ve } 0.5$) süperiletkeni üretmişlerdir. Pb miktarındaki artma ile birlikte, Young modülü, akma mukavemeti ve sertlikte kademeli bir artışın olduğunu bildirmişlerdir. Bütün bu parametrelerin yüksek değerlerinin $x = 0.3$ katkısında gerçekleştiğini belirtmişlerdir. Bu sonuçları, taneler arası bağların mukavemeti ve malzemenin daha homojen bir yapıya sahip olmasıyla ilişkilendirmişlerdir. $x = 0.3$ 'den

sonraki katkılardaki azalmanın İBE taneler arası zayıf bağlardan ileri geldiğini rapor etmişlerdir.

Uzun vd. (2008), MgB_2 süperiletkenlerinde 300'den 1500 mN 'a kadar değişen aralıktaki yükleri uygulayarak oda sıcaklığında Vicker's mikroiz testlerini yaptılar. Yük-girme derinliği eğrileri ve enerji dataları mekanik özelliklerini belirlemede kullandılar. Sertlik ve elastik modül değerleri Oliver-Pharr modeli ile oldukça uyum içerisinde olduğunu rapor ettiler.

Seki vd. (2010), $YBa_2Cu_3O_y$ yapıyı elde etmek için Y_2BaCuO_5 tozları ve polivinil alkolü su ortamında bir tutkal olarak karıştırdılar. Polivinil alkol karışımı $YBa_2Cu_3O_y$ yapının sertliğinin saf olandan fazla olduğunu rapor ettiler.

Aydın vd. (2009) , $Bi_{1.8}Pb_{0.35}Sr_{1.9}Ca_{2.1}Cu_3Gd_xO_y$ süperiletken numunelere $x = 0.0, 0.1, 0.3$ ve 0.5 olamk üzere Gd katkısı yaparak özelliklerini inceledi. Gd katkısının süperiletken özellikleri özellikle kritik geçiş sıcaklığı ve akım yoğunluğunu düşürdüğünü, ayrıca H_V sertliğinin yüke bağımlı olduğunu rapor etti. Yükten bağımsız (gerçek) mikrosertlik değerlerini Kick's kanunu, OND modeli, GOND modeli ve Hays-Kendall yaklaşımıyla inceledi ve sonuçlarını karşılaştırdı. Sonuç olarak Gd katkısının süperiletkenlik ve mekanik özellikleri kötüleştirdiğini rapor etti.

Arda vd. (2013), Zn, Mg, Ni, Co, Mn ve Cr'un alkookside kullanarak sol-jel tekniğiyle $Zn_{0.94}Mg_{0.01}TM_{0.05}$ (TM=Ni, Co, Mn ve Cr) solüsyonunu sentezlediler. Geçiş metallerinin katkılanması ve ısıtılma sıcaklığının yapısal ve mekanik özelliklerini ZnMgO nano parçacıklarını kullanarak araştırdılar. Mikrosertlik değerlerini dijital Vicker's mikrosertlik test cihazı ile ölçtüler. Elde ettikleri deneysel sonuçları Kick's kanunu, orantılı numune direnci (OND), elastik/plastik deformasyon modelleri ve Hays-Kendall yaklaşımı ile analiz ettiler. ZnMgO nano parçacığına Ni, Co, Mn ve Cr katkısı mikrosertlik değerini kademeli olarak azaltmaktadır. İz boyutu etkisi davranışını gözlemlediler.

Lopes vd. (2011), titanyum alaşımlarında ısıtılma işlemle yaşlandırmayı mekanik özelliklerini optimize etmede kullandılar. Elastik modül ve Vicker's sertlik değeri $Ti - 30 Nb$ alaşımı için uygulanan ısıtılma işlemine duyarlı mikro yapıda değişimlerin olduğunu rapor ettiler. Ti-

Nb alaşımları için Vicker's sertliğini 206.5 ± 6 olarak ve elastik modülünü 80 GPa olarak bulunduğunu belirttiler.

Sedky ve Al-Battat (2013), $0.00 \leq x \leq 0.50$ aralığındaki değerler için $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Y}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ süperiletkenleri üzerinde yapmış oldukları mekanik incelemeyi Vicker's sertlik testiyle yapmışlardır. Kritik geçiş sıcaklığında gözledikleri artışın bir benzerini de gerçek sertlik değerlerinde bulduklarını belirtmişlerdir. Süperiletken yapıya katılan yitrium (Y) miktarı Bi2212 süperiletken sisteminde kalsiyumlu bölgeye yerleştiğini belirttiler.

Karaca vd. (2009), BSCCO süperiletkenlerine Zn ilavesinin etkilerini mikrosertlik ölçüm yöntemi ile mekanik özellikler üzerindeki etkisini araştırdılar. Mikrosertlik ölçümlerinin deneysel sonuçlarını Oliver-Pharr modeli ile incelediler. Yapılan inceleme sonucunda Zn ilavesinin artış miktarına bağlı olarak iz boyutu etkisini gösterdiğini rapor ettiler.

Terzioğlu vd. (2009), MgB_2 süperiletken numuneler üzerinde tavlama sıcaklığının mekanik özellikler üzerinde yapmış oldukları araştırmada malzemelerin Vicker's mikrosertliklerinin tavlama sıcaklığına ve uygulanan yüke bağlı olduğunu buldular. Elde ettikleri sonuçları farklı modeller kullanarak numunelerin mekanik özelliklerinin yük bağımlılığını araştırdılar.

BÖLÜM III

MATERYAL VE METOT

3.1 Malzemelerin Üretimi

Süperiletken malzemelerin hazırlanması genelleştirilmiş $(\text{BiPb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ sistemi içinde $n = 3$ sistemine benzer şekilde seçilen, $\text{Bi}_{1.76}\text{Pb}_{0.24}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{2n+4}$ (Yurchenko, 2006) kompozisyona uygun olarak yapıldı. Deney işlemlerinde kullanılmış olan başlangıç tozlarının saflık dereceleri ve molekül ağırlıkları Çizelge 3.1’de verilmektedir.

Çizelge 3.1. Başlangıç tozlarının özellikleri

Bileşik	Saflık derecesi (%)	Molekül ağırlığı (gr)
Bi_2O_3	99.9	465.96
PbO	99.9	223.19
SrCO_3	98	147.63
CaO	99.95	56.08
CuO	98	79.54

Seçilen başlangıç kompozisyonun üretiminde Eşitlik 3.1 kullanıldı.

$$(0.88).(\text{Bi}_2\text{O}_3) + (0.24).(\text{PbO}) + (2).(\text{SrCO}_3) + (2).(\text{CaO}) + (3).(\text{CuO}) \rightarrow \text{Bi}_{1.76}\text{Pb}_{0.24}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{2n+4} \quad (3.1)$$

Katı hal tepkime yöntemlerinden birisi olan ıslak yöntemi kalsinasyon öncesi homojen yapı elde etmek için kullanıldı.

3.2 Kalsinasyon İşlemi

Kalsinasyon işlemi, karışım halindeki tozların erime noktalarına yakın bir (DTA incelemesi sonucunda elde edilen) sıcaklıkta ısı uygulanarak termal yol ile ayrıştırılmasıdır. Bu ısı işlem sonucunda başlangıçta A_2O_3 , BCO_3 , CO yapıdaki tozların yapısı içerisindeki CO_3 gibi Oksit ve Karbonatlı yapı bozularak A_2B_3 ve $\text{A}_2(\text{BC})_3$ gibi

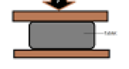
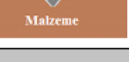
ikili ve üçlü fazlar oluşur. Kalsinasyon işlemi sırasında toz malzeme içerisinde olması muhtemel gazların dışarı atılmasını kolaylaştırmak amacıyla malzeme tablet haline getirilmez (Vo vd., 1998).

Deneyisel çalışmada kullanılacak süperiletken malzemeye ait kalsinasyon işlemleri ise 700, 700, 750 ve 780 °C de 10, 30, 180 ve 1200 dakika süreyle hava ortamında sırasıyla yapıldı.

3.3 Sinterleme İşlemi

Kalsinasyon işlemi sonrasında tablet haline getirilmiş malzeme erime sıcaklığının hemen altındaki bir sıcaklıkta belirli bir süre ısıtılma işlemi tabi tutularak ana faz yapısının oluşturulması aşaması yani sinterleme işlemi gerçekleştirilir (Vo vd., 1998). Bu aşamada malzeme tablet haline getirilerek ısıtma sırasında malzeme kaybı en aza indirilmektedir. Sinterlemenin bir başka amacı malzemenin daha yoğun hale gelmesini sağlamaktır. Deneyisel çalışmada kullanılacak T1, T2, T3 ve T4 malzemeleri için sırasıyla 15, 60, 85 ve 130 saat sürelerdeki sinterleme işlemlerine tabi tutularak süperiletken üretimi gerçekleştirildi. Süperiletkenlerin üretim aşamaları şematik olarak tablo halinde Çizelge 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.2. (BiPb)SrCaCuO Süperiletken üretim aşamalarının şematik gösterimi

Şematik Gösterim	İşlem Açıklaması
	Başlangıç tozlarını karıştırma ve öğütme
	Kalsinasyon
	Ara öğütme
	Tablet yapımı
	Tablet
	Sinterleme
	Süperiletken tablet
	Mekanik Özelliklerin İncelenmesi -Vickers Sertlik Ölçümleri

3.4 Mekanik Özellikler Ölçüm Sistemi

Vicker's sertlik ölçümünde kullanılan batıcı uç (indenter), yüzeyleri arasında 136° açı bulunan bir elmas piramittir. Darbelere karşı daha hassas olduğundan en sert malzemeler bile bu metotla ölçülebilir. Uygulanan yük 1 *gr* ile 1000 *gr* arasında değişmektedir.

Bu çalışmada sinterleme süreleri 15, 60, 85 ve 130 saat alındı ve T1, T2, T3 ve T4 olarak isimlendirilen BSCCO numuneleri üzerinde araştırmalar yapıldı. Sertlik ölçümleri oda sıcaklığında *Future – Tech FM – 700* Vicker's hardness test cihazı (Şekil 3.1) ile yapıldı.



Şekil 3.1. Mikrosertlik test cihazı (Şahin, 2012)

Bataç yüzey üzerinde tüm ölçümlerde kontak sonrası 10 *sn* bekletildi. Ayrıca her bir numune için numunenin farklı beş noktasından beş ayrı ölçüm alınarak sertlik değerlerinin hesaplanmasında bu beş ölçümün ortalaması kullanıldı. Malzeme üzerindeki iz oluşumunun birbirinden etkilenmemesi ve oluşabilecek olumsuz sonuçları engellemek için köşegensel uzunluğun beş katından daha uzun bir boşluk bırakıldıktan sonra diğer iz

ölçümü yapıldı. Fotoğraflar iz oluşumundan hemen 30 – 60 sn ye sonra *Olympus BH2* optik mikroskobu kullanılarak $\times 5$, $\times 10$, $\times 20$, $\times 50$ ve $\times 100$ objektifleri yardımıyla çekildi. Çekilen bu fotoğraflar üzerinden izlere ait köşegen boyutları (d), belirlendi.

Vicker's sertliği (H_V)' de, Brinell sertliğine benzer şekilde, uygulanan kuvvetin iz alanına bölünmesi ile belirlenir ve aşağıdaki gibi verilir.

$$H_V = \frac{2F \sin(\theta/2)}{gd^2} \text{ (kg/mm}^2\text{)} \quad (3.2)$$

Burada, F ; uygulanan yük, g ; yer çekim ivmesi, d^2 izin alanıdır. Vicker's sertliği ile çok ince bölge veya tabakaların bile sertliği hassas bir şekilde ölçülebildiğinden, mikrosertlik olarak da bilinir.

Batıcı uç numuneye 5 – 30 sn zarfında uygulanarak, numunede kare şeklinde iz oluşturulmaktadır. İz oluşumundan 30 – 60 sn sonrasında hızlı bir şekilde metalografik mikroskop yardımıyla izlere ait fotoğraflar çekildi.

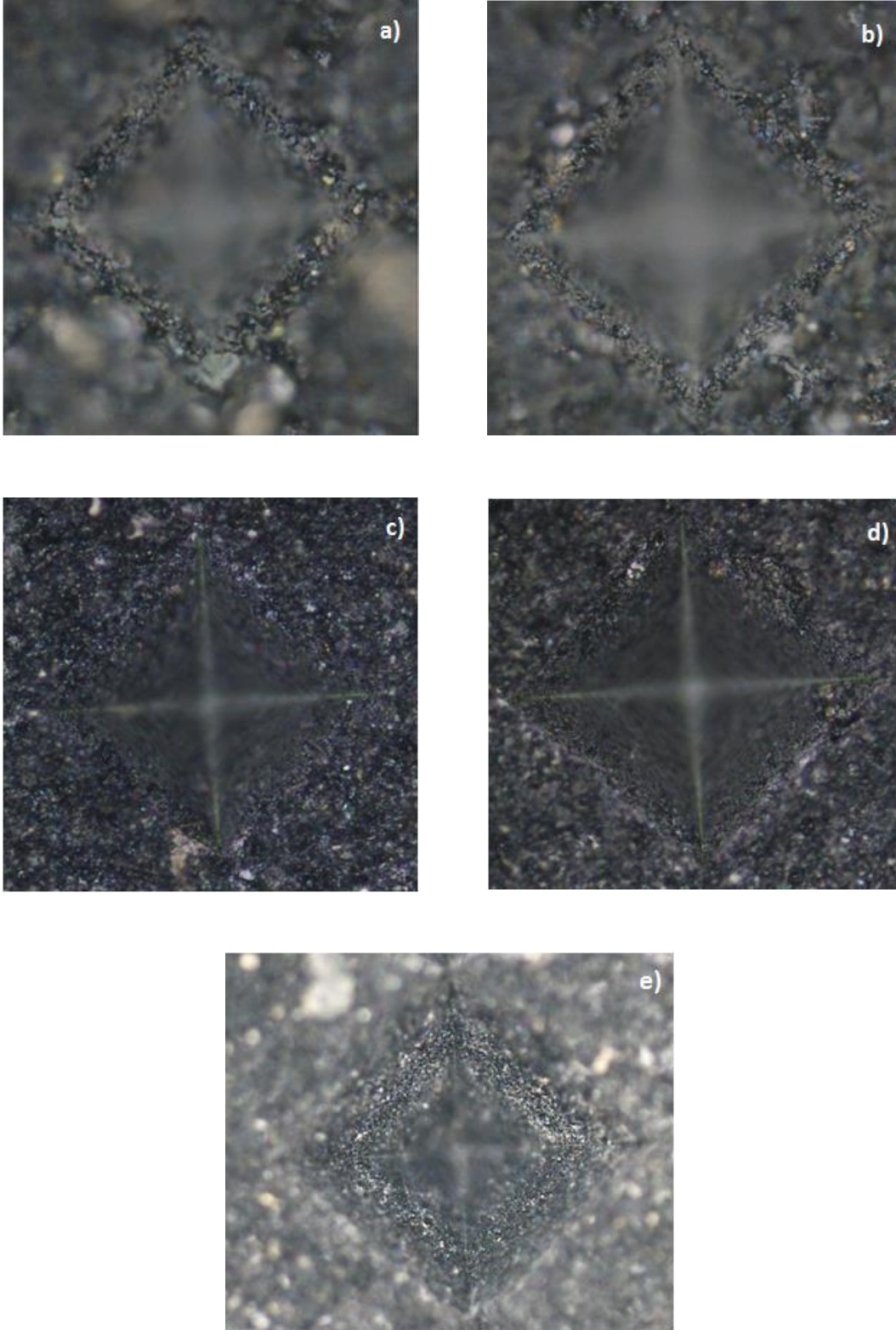
BÖLÜM IV

ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMALAR

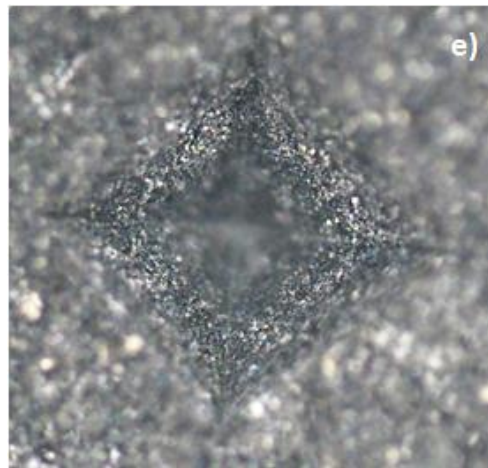
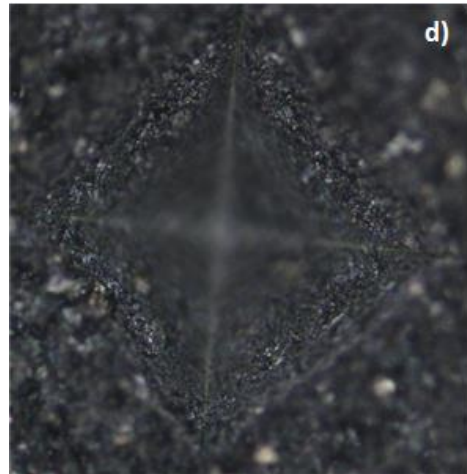
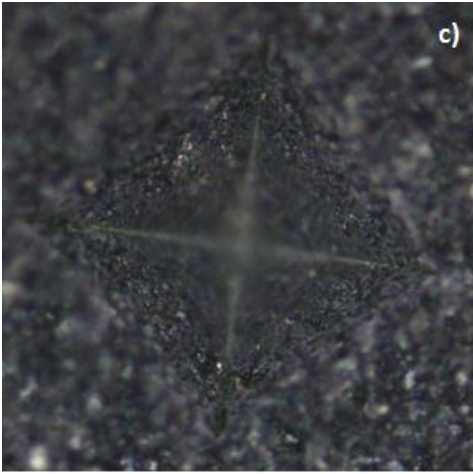
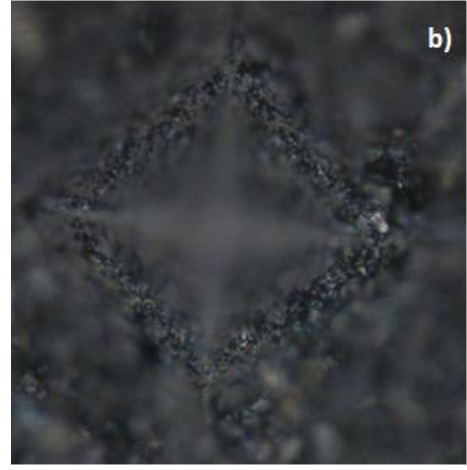
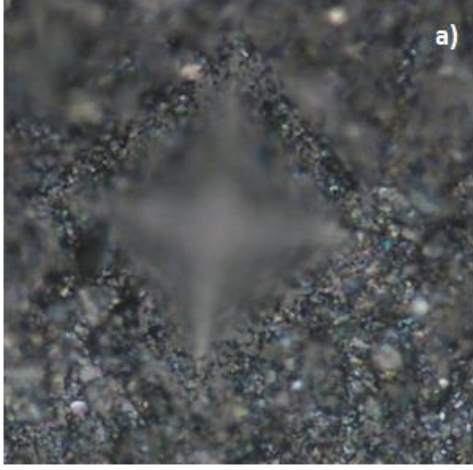
Bu çalışmada, katı hal tepkime yöntemiyle üretilmiş BSCCO numunelerin ısıtma işlem süresine bağlı olarak sertlik değerlerindeki değişim, Vicker's sertlik ölçümleri yapılarak sonuçlar farklı teorik modeller kullanılarak incelenmiş ve gerçek sertlik değerinin ısıtma işlem değişimi hesaplanmıştır.

4.1 Metalografik Fotoğraf İncelemeleri

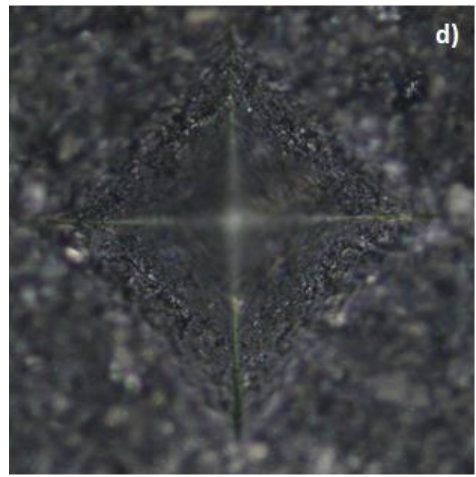
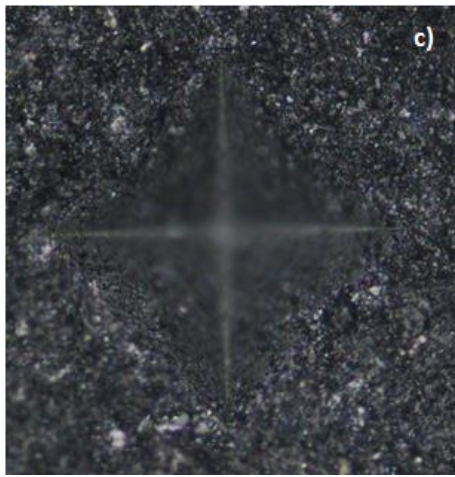
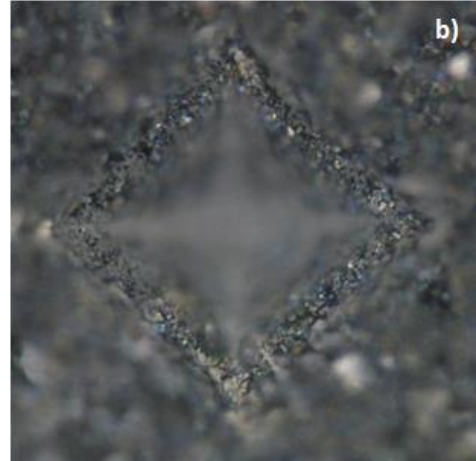
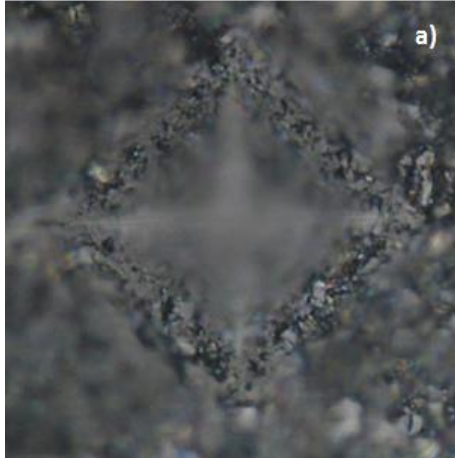
Üretim aşaması BSCCO süperiletkenlerinin ısıtma işlem sonrasında Vicker's sertlik deney sisteminde yapılan ölçümlerin hemen sonrasında *Olympus BH2* marka metalografik fotoğraf çekme ünitesi kullanılarak $\times 5$, $\times 10$, $\times 20$, $\times 50$ ve $\times 100$ büyütme özelliğine sahip objektifler yardımıyla batacın malzeme üzerinde oluşturduğu köşegensel iz fotoğrafları çekilmiştir. Çekilen bu fotoğraflarda 50, 100, 300, 500 ve 1000 *gr* yük altında T1, T2, T3 ve T4 numunelerine ait birer tanesi Fotoğraf 4.1-4'de verilmektedir. Fotoğraf 4.1-4'den görüleceği gibi köşegensel iz yapısı incelendiğinde her numune için belirgin bir şekilde iz yapısının olduğu görülmektedir. Köşegensel iz yapısı bakımından T3 numunesindeki iz şeklinin daha belirgin, daha net ve daha düzgün bir şekilde olduğu gözlenmektedir.



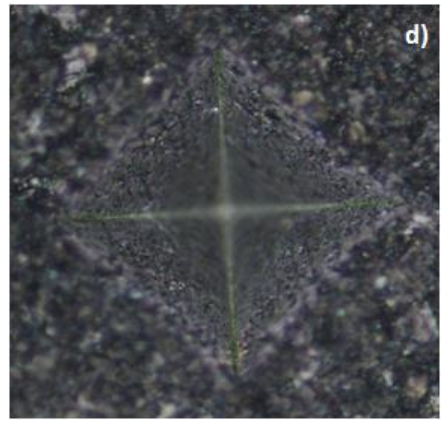
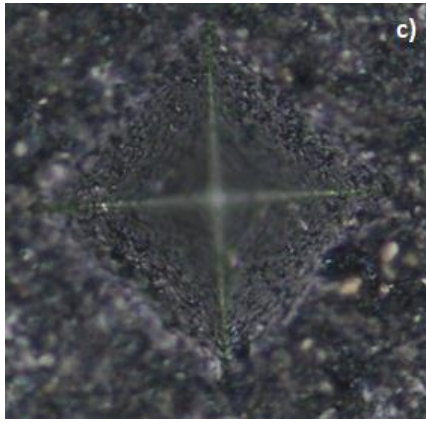
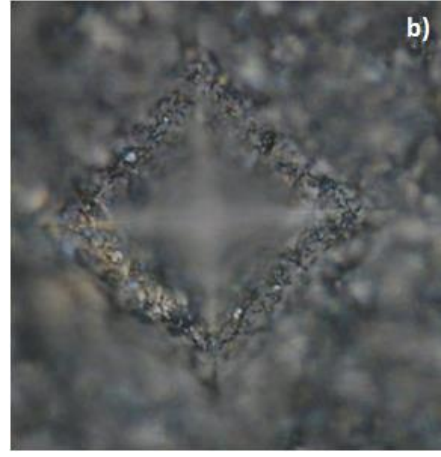
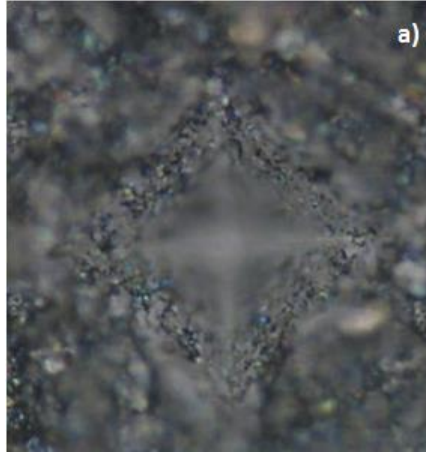
Fotoğraf 4.1. 50, 100, 300, 500 ve 1000 *gr* yük uygulanması ve $\times 5$, $\times 10$, $\times 20$, $\times 50$, $\times 100$ büyütmesinde çekilen T1 numunesi ait metalografik fotoğraflar



Fotoğraf 4.2. 50, 100, 300, 500 ve 1000 *gr* yük uygulanması ve $x5$, $x10$, $x20$, $x50$, $x100$ büyütmesinde çekilen T2 numunesi ait metalografik fotoğraflar



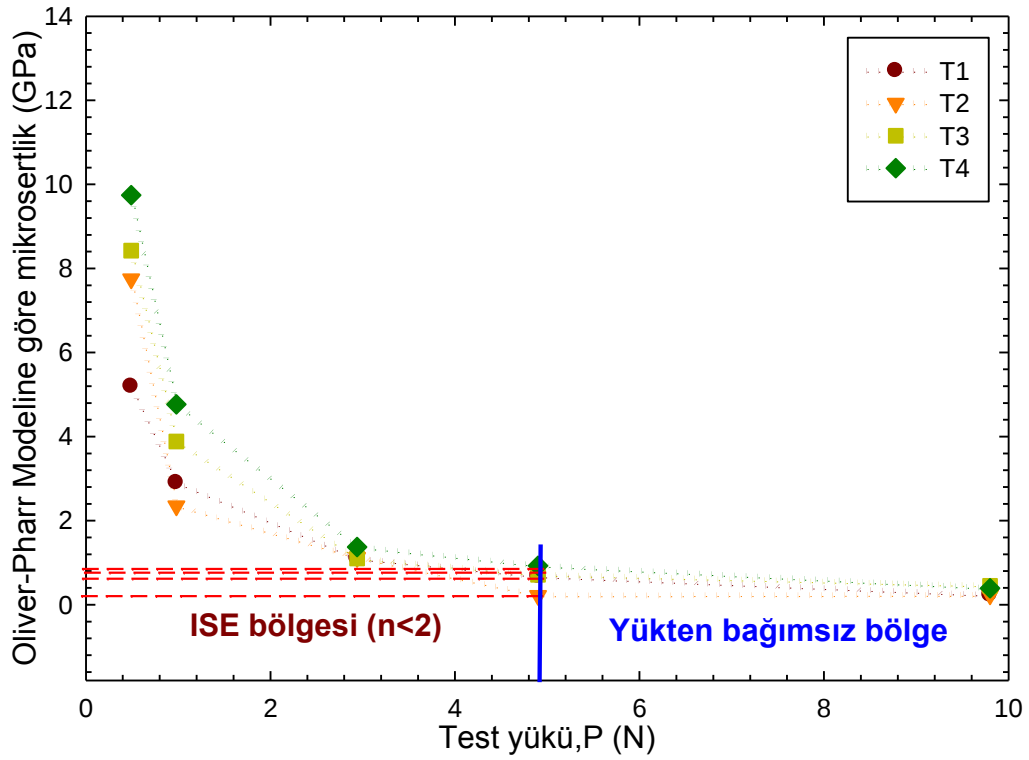
Fotoğraf 4.3. 50, 100, 300, 500 ve 1000 *gr* yük uygulanması ve $\times 5$, $\times 10$, $\times 20$, $\times 50$, $\times 100$ büyütmesinde çekilen T3 numunesi ait metalografik fotoğraflar



Fotoğraf 4.4. 50, 100, 300, 500 ve 1000 *gr* yük uygulanması ve $\times 5$, $\times 10$, $\times 20$, $\times 50$, $\times 100$ büyütmesinde çekilen T4 numunesi ait metalografik fotoğraflar

4.2 İz Boyutu Etkisi (IBE) İncelemeleri

Aşağıda, farklı numuneler için (T1, T2, T3 ve T4) farklı yükler (50, 100, 300, 500 ve 1000 *mN*) altında yük-yerdeğiştirme eğrileri elde edilmiş ve elde edilen eğriler Şekil 4.5’de verilmiştir. Şekilden de açık bir şekilde görüldüğü gibi, farklı yükleri altında yükleme eğrilerinin belirli bir yük değerinden itibaren bir plato (düzlük) biçimini aldığı görülmektedir. Ayrıca, numuneler mekanik özellik bakımından elasto-plastik bir davranış göstermektedir.



Şekil 4.5. Oliver-Pharr yöntemine göre mikrosertlik değerlerinin uygulanan yüke göre değişimi

Vicker's sertliğindeki batac geometrisi sertlik testlerinde yaygın olarak kullanılabilir geometridir. Li ve Bradt (1996) Vicker's izinin köşegensel uzunluğunu mikrometre cinsinden alarak cıgapaskal (GPa) cinsinden sertlik değeri H_V 'nin Eşitlik 10'daki (Sangwal, 2000) ifade kullanılarak hesaplanabileceğini önerdiler. Bu çalışmada Şekil 4.5'deki incelemeler sonucunda malzemelerin tipik iz boyutu etkisi sergilediği görüldü. Bu durum literatürle de uyum içerisindedir (Sangwal, 1974; Keh, 1960; Aerts vd., 1959;

Mendelson, 1962; Urusovskaya vd., 1963; Yu vd., 1979; Mott, 1956; Bückle, 1973; Sargent vd., 1978; Bull vd., 1989; Kotru vd., 1989; Şahin, 2006; Page vd., 1992; Li ve Bradt, 1993; Liv d., 1994; Jain vd., 1994; Ma ve Clarke, 1995). Şekil 4.5 incelendiğinde artan yük miktarı ile mikrosertlik değerlerinin Oliver-Pharr modeline göre farklı değerler aldığı görülmektedir. Fakat 4.9 N'dan sonraki artan değerlerde hemen hemen tüm malzemelerde düz bir platoya ulaşıldığı ve bundan sonraki değerler de yaklaşık olarak artan yük miktarına karşın aynı sertlik değerlerini aldığı görülmektedir. Şekil 4.5'de görüldüğü gibi bu durum karşımıza iki farklı bölgeyi çıkarmaktadır. Bunlardan birincisi 4.9 N'dan daha yüksek yüklerin uygulandığı durumda karşımıza çıkan ve sertlik değerinin neredeyse sabit kaldığı düzlük bölgesidir ki bu bölge **yükten bağımsız bölge** olarak adlandırılır. İkinci durum 4.9 N'dan daha küçük değerlerdeki yüklerin uygulandığı bölgede artan yük miktarına karşılık mikrosertlik değerlerinin farklılaştığı yani sertlik değerinin artan yük miktarı ile azaldığı bölgedir. Bu bölge **yüke bağımlı bölge** veya **iz boyutu etkisi bölgesi** ($n < 2$) olarak adlandırılır. *İz boyutu etkisi bölgesinde* karşımıza çıkan yük-yerdeğiştirme eğrileri de Şekil 4.5'dekine benzer şekilde karşımıza çıkmaktadır. Bu bölgede yapılmış olan sertlik hesaplamaları aynı zamanda elastik toparlama sonrasında oluşan iz ölçümü olarak da düşünülebilir. Benzer durumlar Bull vd. (1951) tarafından da rapor edildi. Bu olay genelde literatürde çok iyi bilinen *İz Boyut Etkisi*; İBE davranışına karşılık gelmektedir (Kölemen, 2006; Yılmazlar vd., 2007).

Ayrıca, literatürde bu davranışı açıklamak ve üzerinde çalışılan malzemelerin gerçek sertlik değerlerini belirlemek üzere bir çok model (*Meyer yasası, Hays-Kendall yasası, Orantılı Numune Direnci; OND modeli ve Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnci; GOND modeli*) ortaya konulmuştur. Bu çalışmamızda literatürde karşılaştırılmalı olarak verilen bu modelleri bizim numunelerimizi üzerinde de uygulayarak numunelerimiz için geçerli olacak olan gerçek sertlik değerlerini elde etmeye çalıştık.

4.3 Meyer Yasası İncelemesi

Meyer Yasası, İBE davranışını tanımlamak için en yaygın kullanılan bir denklemdir. Basit bir yük yasası olarak bu denklem

$$P = ad^n \quad (4.1)$$

Burada yerdeğiştirme d ve test yükü P ile ilişkilidir. Denklemdaki a ve n deneysel verileri, $\ln P - \ln d$ grafiğine bir eğrinin fit edilmesinden direk olarak elde edilen sabitlerdir. Özellikle “ n ” üssü Meyer indisi olarak adlandırılır ve genellikle İBE davranışının bir ölçüsü olarak düşünülür. Şayet $n = 2$ olması durumu yükten bağımsız sertlik durumunu verir ve Kick’s kanunu olarak aşağıdaki gibi verilir (Tabor, 1951; Bull vd., 1989; Mott, 1956);

$$P = a_0 d^2 \quad (4.2)$$

burada a_0 bir geometrik dönüşüm çarpanıdır ve kullanılan batacın şekline bağlıdır. Grafik çiziminde kullanıla bilmesi için Eşitlik 15’nin logaritması alınmasıyla,

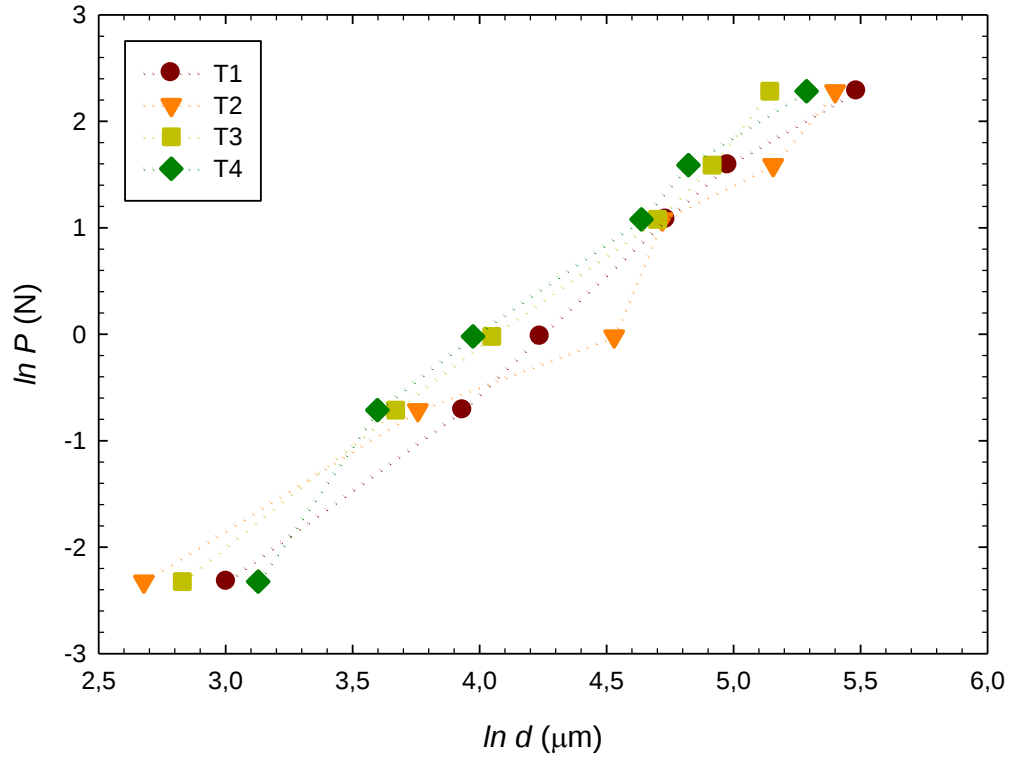
$$\ln P = \ln a_0 + n \ln d \quad (4.3)$$

ifadesi elde edilir. Tüm numunelerin regresyon analizleri Eşitlik 16’ya göre yapılmıştır. Özellikle T4 malzemesine ait mikro iz verileri $\ln P - \ln d$ grafiğine göre çizimi Şekil 4.6’da verilmektedir. Ayrıca yapılan incelemelere ait parametreler Çizelge 4.1’de verilmektedir. Çizelge 4.1’den ve Şekil 4.6’dan da görüleceği gibi doğrusal bir fit ile Meyer katsayısı (n) değeri tüm malzemeler için 1.6886 ile 1.9242 değerleri arasındadır. Ayrıca Meyer katsayısının $n \leq 2$ olması da İBE davranışını yani mikro sertlik değerinin uygulanan yük miktarı ile azaldığı görülmektedir (Mott, 1956; Bückle, 1973).

Şekil 4.7’den de görüldüğü gibi veriler lineer bir ilişki gösterdi ve bu lineer ilişki dolayısıyla, Meyer yasasının mikroiz verilerini tanımlamak için uygun olduğu anlaşıldı. Bu eğrinin regrasyon analizinden, a_0 ve n parametrelerinin en iyi fit değerleri elde edildi ve sonuçlar Çizelge 4.1’de verildi.

Bu çizelgeden de görüldüğü gibi, n değerlerinin 2’den küçük olması, İBE’nin varlığını da ortaya koymaktadır. (Şahin, 2006; Kölemen, 2006; Gong vd., 1999; Uzun vd., 2005). Bu ayrıca, Şekil 4.5’den de yaklaşık 4.9 N civarında görülen düzlüğe (platoya) geçişle açık bir şekilde doğrulanmaktadır. Bu düzlüğe geçiş noktası literatürden de iyi bilinen iki bölgeyi (yüke bağlı bölge ile yükten bağımsız bölge) birbirinden ayırmaktadır. Meyer kanunu yükten bağımsız bölge için elde edilen sabit sertlik değerini belirleyememekte ve

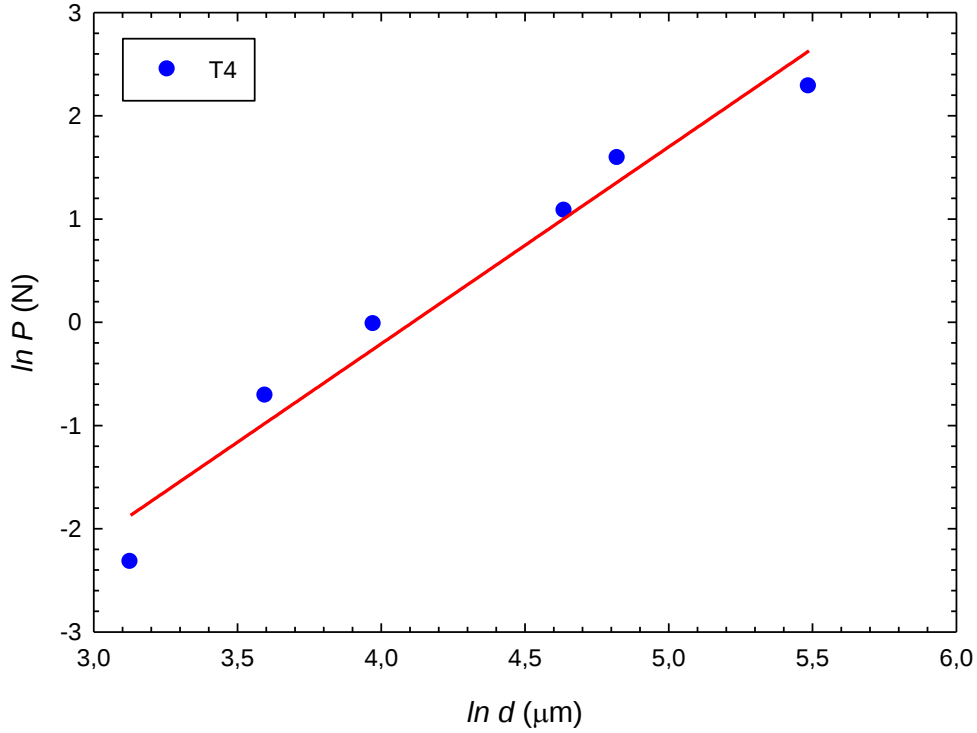
bu geiři tanımlayamamaktadır. Ayrıca bu kanun, İBE davranışının temelindeki sebeplerin anlaşılmasında yeterli olamamaktadır (Gong vd., 1999; Seki vd., 2010; Peng vd., 2004; Weiss, 1997; Peng, Weiss, 1987; elebi vd., 2002). Bundan dolayı, alışmamızda kullanılan BSCCO numunelerinin sabit bir sertlik değeri tespit etmek ve İBE davranışının temelindeki sebepleri ortaya koyabilmek için Meyer kanuna ek olarak diğerk modeller ile incelemeler yapılmıştır.



Şekil 4.6. Meyer Yasasına göre malzemelerin lnP ile lnd değışimi

Çizelge 4.1. Meyer yasasına göre inceleme sonuçları

Numune	$\ln a$	n	R^2
T1	-8,1428	1,9242	0,9947
T2	-7,0745	1,6886	0,9855
T3	-7,7863	1,9209	0,9951
T4	-7,8364	1,9071	0,9643



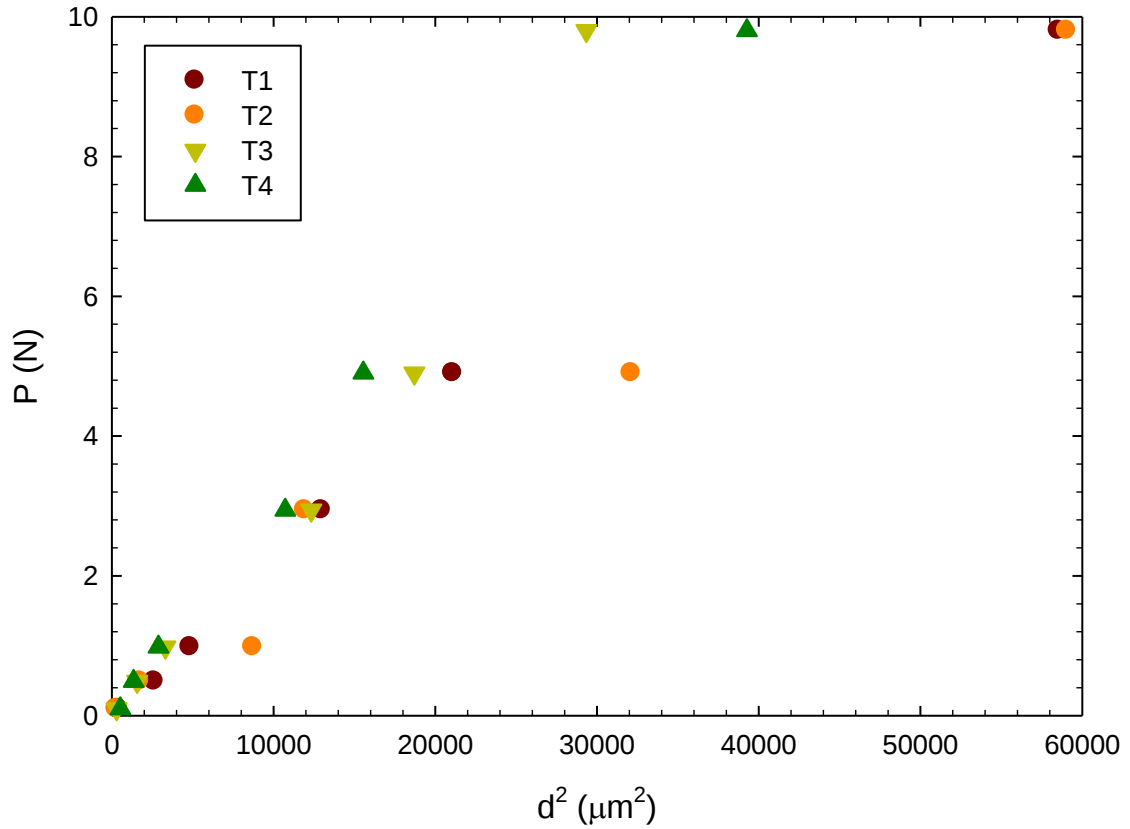
Şekil 4.7. Meyer Yasasına göre T4 malzemesinin $\ln P$ ile $\ln d$ değişimi

4.4 Hays–Kendall Yaklaşımı İncelemesi

Hays ve Kendall (1973) tarafından çok sayıda malzeme üzerinde yapılan mikrosertlik testlerinde gözlenen İBE davranışı için, uygulanan test yükünün belirli bir limit değerinin altında sadece elastik deformasyon, bu değerin üstünde İBE plastik deformasyon meydana geldiği ortaya konulmuştur. Ayrıca, test yükünün artmasına rağmen kritik yük değerine ulaşmadan izin büyüklüğünün artmadığı gözlenmiştir. Hays ve Kendall (1973) tarafından, deneysel olarak ölçülen izin büyüklüğünün, uygulanan test yükü P yerine etkin yük $P_{etkin} = P - W$ ile orantılı olduğu Eşitlik 5’de verilmiştir. Bu denkleme göre $P - d^2$ grafiği düz bir çizgi verecektir. Tüm malzemeler için en iyi fit değerleri Çizelge 4.2’de verilmektedir. Eşitlik 5 kullanılarak yapılan incelemelerden elde edilen a_1 ve W arasındaki değişim Şekil 4.8’de verilmektedir. Şekil 4.9’da T4 numunesi için verilen bu grafiğin uyum (korelasyon) katsayısı ($r^2 = 0.9914$) oldukça yüksek çıkmıştır.

Çizelge 4.2’den görüleceği gibi uygulanan test yükleri malzemelerde elastik deformasyon meydana getirmiş ve bataç kalıcı deformasyonu başlatamamıştır. Bu ayrıca metalografik Şekil 4.10’deki fotoğraflardan da görülmektedir.

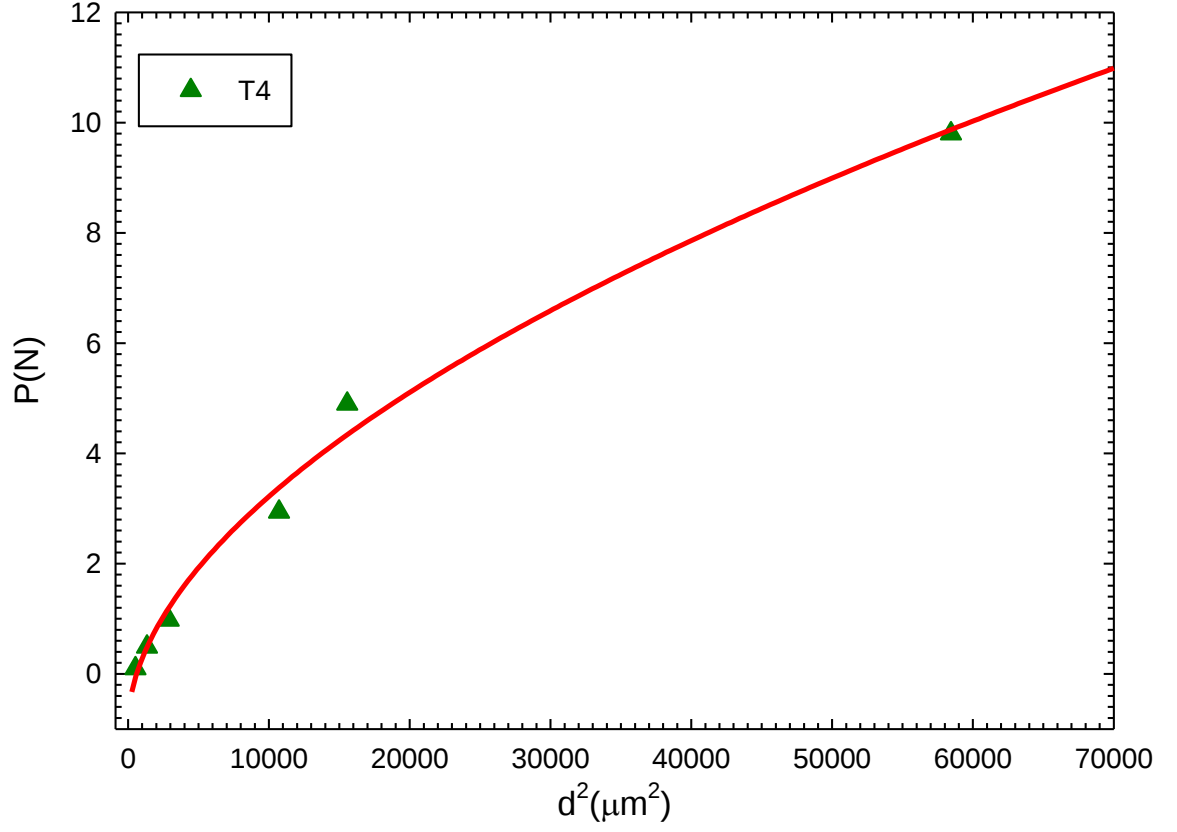
Çizelge 4.2’den de görüleceği gibi Hays-Kendall yaklaşımına göre düzeltme faktörü W ’nun aldığı negatif değerler IBE davranışı durumunda malzemeler direnç gösteremez veya elastik toparlanma oluşturmazlar. Fakat bataç uzaklaştırıldıktan sonra bir gevşemeyi içeren bir durum gösterirler. Bu sonuçlar büyük iz boyutu oluşumu durumunda düşük yüklerle daha düşük sertlik oluşturur. Hays-Kendall yaklaşımına göre bir minimum yük, sadece elastik deformasyonun olduğu bir durumdan daha aşağısında bir yük uygulanması gerektiğini göstermektedir.



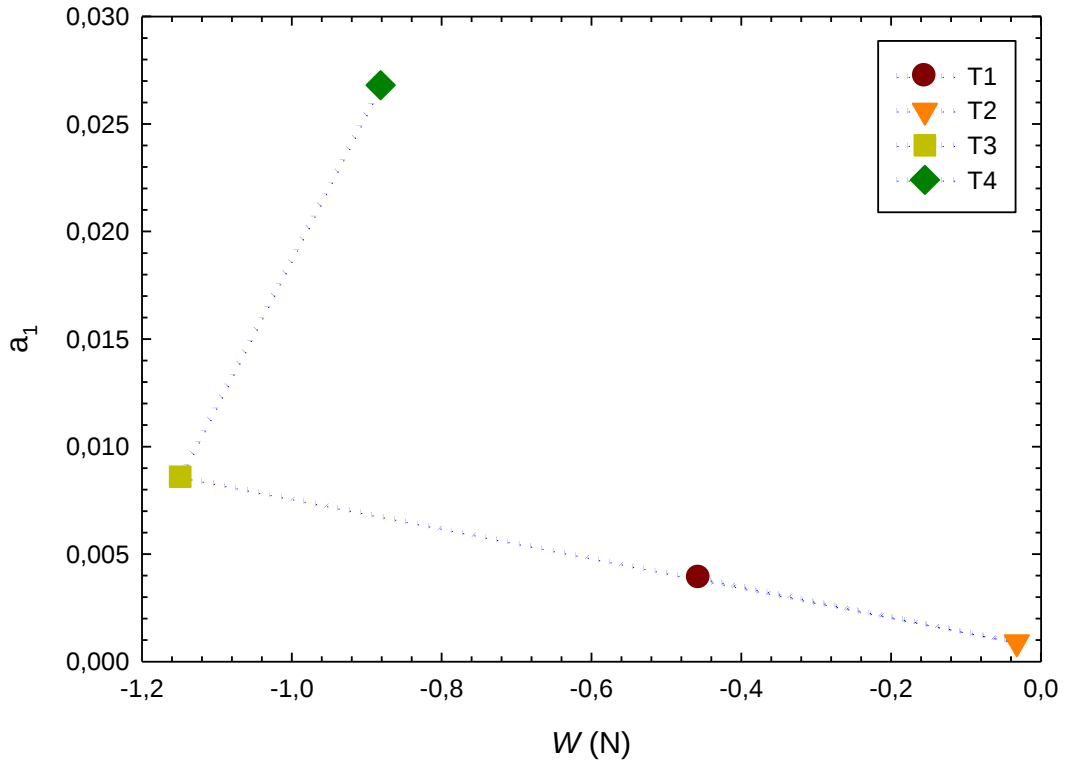
Şekil 4.8. Hays-Kendall yaklaşımına göre malzemelerin P ile d^2 değişimi

Hays-Kendall yaklaşımına göre yapılan incelemelerden W ’nun negatif değerler alması sebebiyle malzemelerimizin incelemesinde kullanılması için yeterli olmadığı görülmektedir. Bu sebeple diğer modellerle de incelenmiştir.

Plastik deformasyon meydana gelmesi için Hays-Kendall yaklaşımından belirlenen yük değerleri kabul edilmeyecek kadar büyük olduğundan dolayı bu yaklaşım ile mikrosertlik verilerinin analiz edilmesi uygun değildir.



Şekil 4.9. Hays-Kendall yaklaşımına göre T4 malzemesinin P ile d^2 değişimi



Şekil 4.10. Hays-Kendall yaklaşımına göre malzemelerin a_1 ile W değişimi

Çizelge 4.2. Hays-Kendall yaklaşımına göre malzemelerin W, a_1, b , ile R^2 değerleri

Numune	W (mN)	a_1	b	R^2
T1	-0,4565	0,0039	0,7190	0,9949
T2	-0,0322	0,0009	0,8589	0,9999
T3	-1,1490	0,0086	0,6951	0,9966
T4	-0,8813	0,0268	0,5462	0,9914

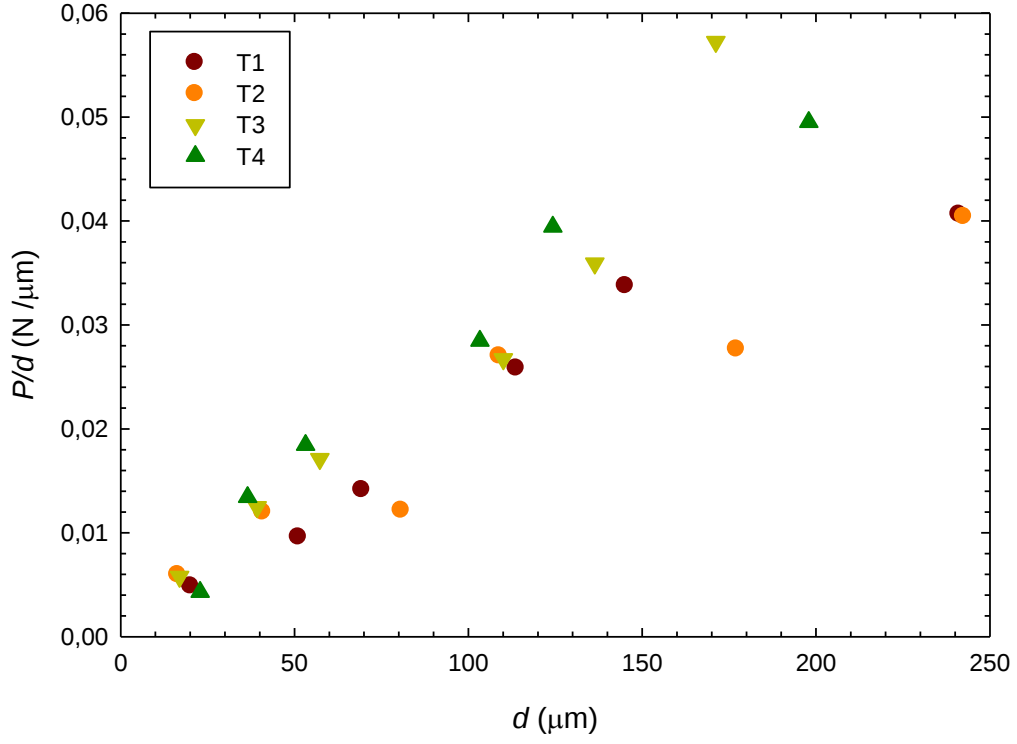
4.5 Orantılı Numune Direnç (OND) Modeline Göre Analiz

Orantılı Numune Direnç (OND) modeli, İBE davranışını analiz etmek için kullanılan Hays-Kendall yaklaşımını geliştirilmiş bir şeklidir. Bu model kalıcı deformasyona karşı numune direncini iz boyutunun bir fonksiyonu olarak (yani $W = a_1 d$) tanımlar. Li vd. (1994), bu modelin farklı malzemeler için mikro sertlik testlerinde gözlenen İBE davranışının orijinini başarılı bir şekilde açıklayabileceğini ortaya koymuşlardır. Bu

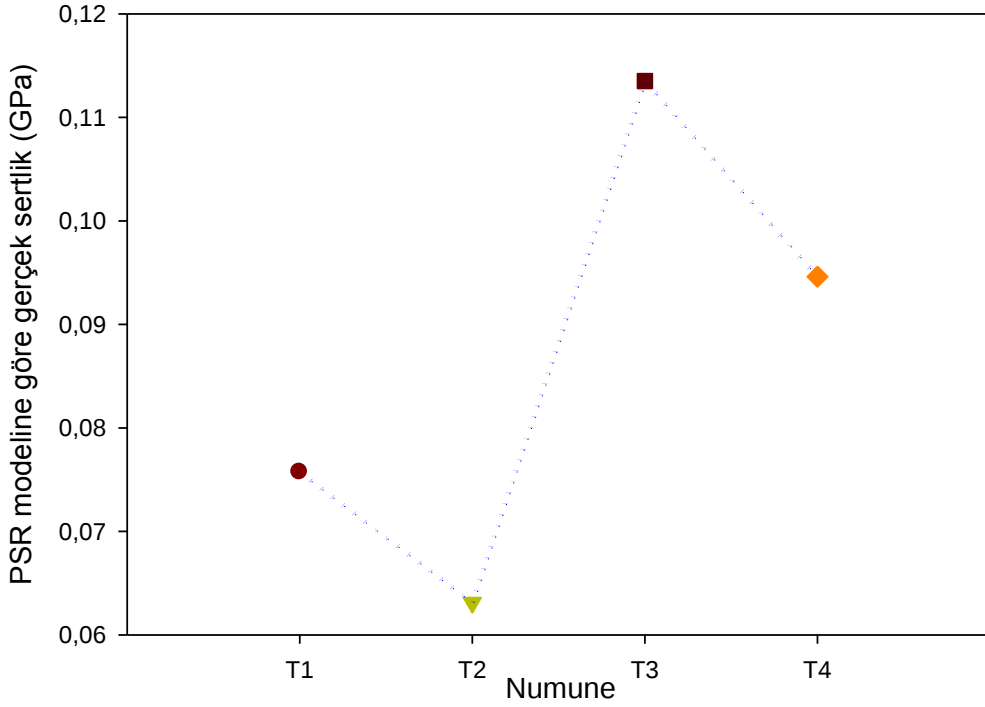
modele göre yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamanın iki yolu vardır. Birincisi

$$H_{OND1} = \frac{P - a_1 d}{26.43 d^2} \text{ ve ikincisi ise } H_{OND2} = \frac{a_2}{26.43} \text{ 'dır.}$$

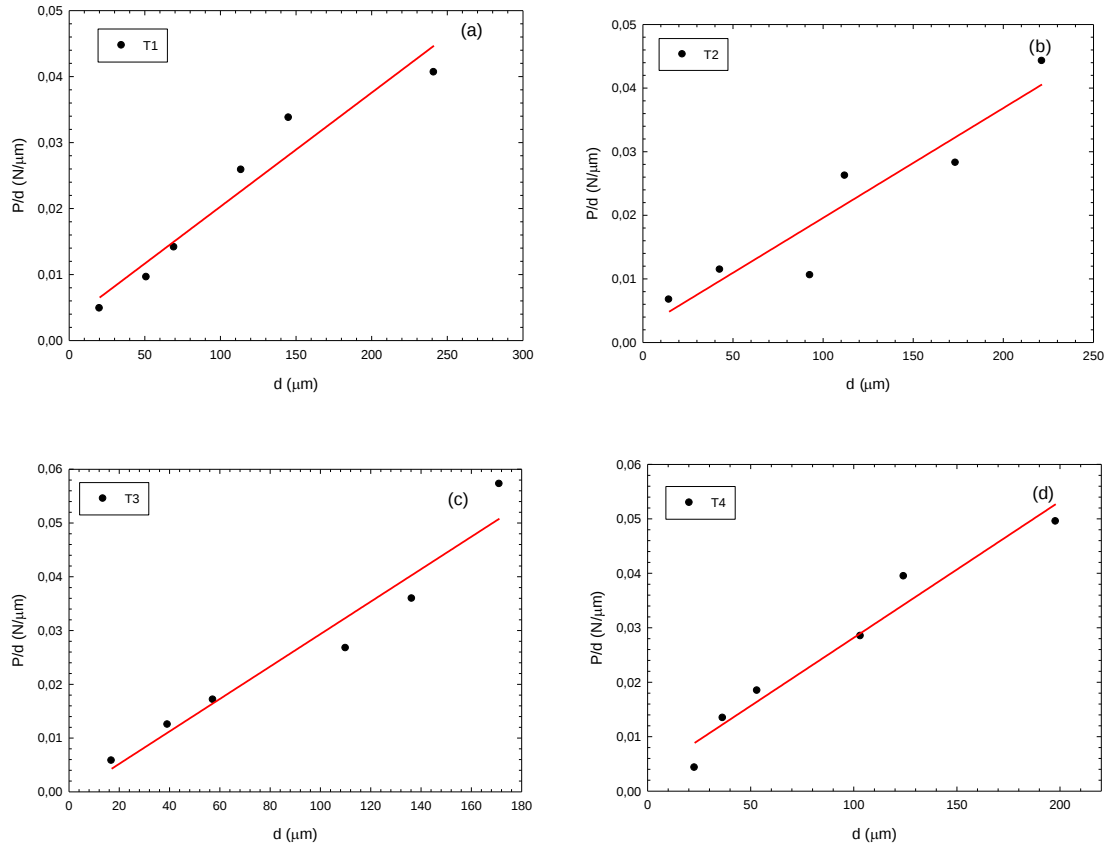
Bu hesaplama yolları incelendiğinde, H_{OND1} değeri a_1 , P ve d parametreleri kullanılarak hesaplanırken, H_{OND2} değeri sadece a_2 sabitine bağlı bir değer verir. Bu teoriye göre P/d 'ye göre d eğrisi teorik olarak düz bir çizgi verir (Şekil 4.11). Şekil 4.11'den eğrinin eğimi ve y eksenini kestiği nokta dikkate alınarak a_1 ve a_2 parametreleri kolaylıkla elde edilebilir, en iyi fit parametreleri (a_1 ve a_2) ve aynı zamanda yükten bağımsız sertlik değerleri (H_{OND1} ve H_{OND2}) Çizelge 4.3'de verilmiştir. Çizelge 4.3'den de görüldüğü gibi, H_{OND1} ve H_{OND2} değerleri 8142.9307 GPa ile 11894.7777 GPa ve 0.0631 GPa ile 0.1135 GPa aralıklarında sırasıyla değerler almaktadır. Bu değerler beklenildiği gibi birbirini ile uyum içerisindedir. Ayrıca korelasyon sabiti İBE oldukça yüksektir. Ayrıca yapılan gerçek sertlik hesaplamalarında H_{OND2} ile ısıtılma süresinin değişimi de Şekil 4.12'de verilmektedir. Buradan da görüleceği gibi gerçek sertlik değeri en yüksek olan T3 numunesidir, yani 85 saat ısıtılma süresine tabi olan malzemede en yüksek gerçek sertlik elde edilmiştir. OND modeline göre yapılan regresyon incelemeleri için ayrıntılı ve her bir numune için çizim Şekil 4.13'de verilmekte ve incelemelere ait sabitler Çizelge 4.3'de verilmektedir. Diğer bir yandan, OND modeli kullanarak hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerlerinin bazılarının plato değerlerinin (Şekil 4.13) üzerinde bazılarının İBE plato değerlerinin altında olduğu görüldü. Quinn ve Quinn yaklaşımı ışığında, gerçek sertlik değerinin plato değeri olduğu bilinmektedir. Bu sebeple, çalıştığımız BiPbSrCaCuO malzemeleri için OND modelinden hesaplanan sertlik değerlerinin uygun olmayacağı ve üzerinde çalıştığımız malzemelerde gözlenen İBE davranışının açıklanmasında OND modelinin yetersiz olabileceği sonucuna varıldı.



Şekil 4.11. OND modeline göre malzemelerin için $\frac{P}{d}$ ile d değişim grafiği



Şekil 4.12. OND modeline göre malzemelerin gerçek sertlik değerlerinin değişim grafiği



Şekil 4.13. OND modeline göre malzemelerin regresyon grafikleri

Çizelge 4.3. OND modeline göre malzemelerin hesaplanan gerçek sertlik değerleri

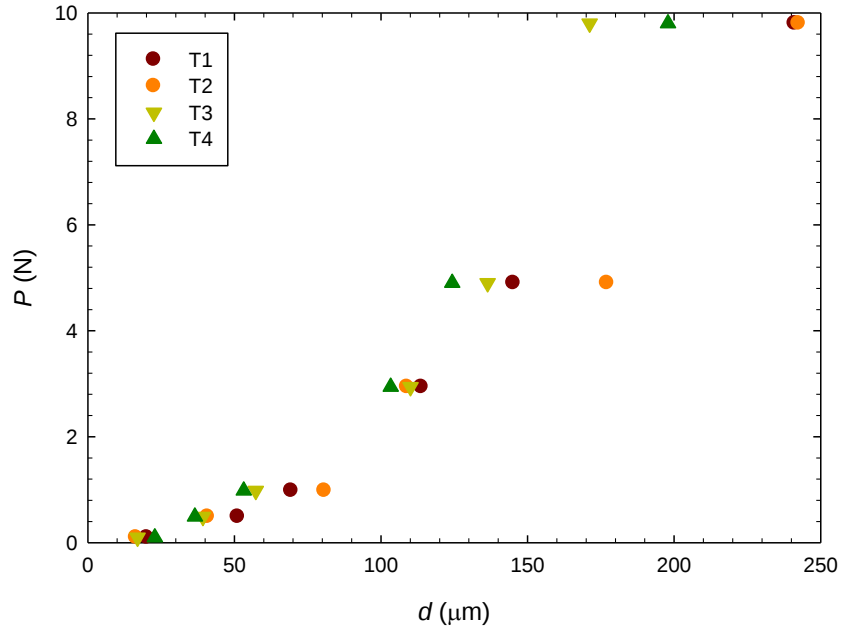
Numune	$P = a_1 d + a_2 d^2$			H_{PSR1} (GPa)	H_{PSR2} (GPa)
	a_1 (N/μm)	a_2 (N/μm ²)	R^2		
T1	0.0030	0.0002	0.9337	14486.8392	0.0757
T2	0.0023	0.0002	0.8852	11894.7777	0.0631
T3	-0.0008	0.0003	0.9441	8142.9307	0.1135
T4	0.0031	0.0003	0.9556	11954.3498	0.0946

4.6 Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnç (GOND) Modeline Göre Analiz

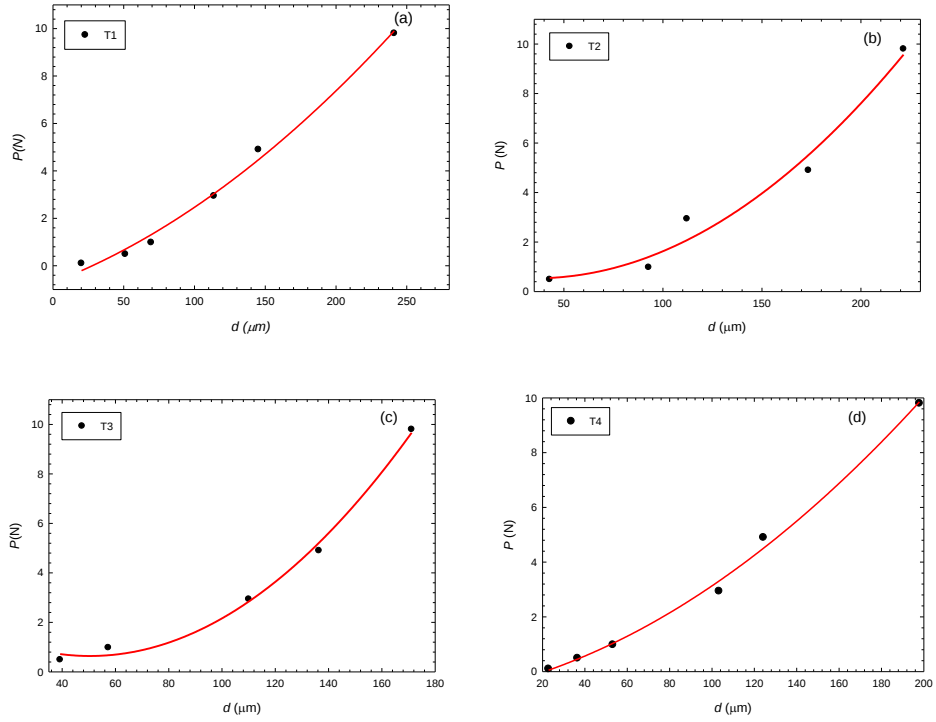
Orantılı Numune Direnç (OND) modeline göre $d = 0$ olduğu zaman, test numune direnci ($W = a_1 d$) sıfır olur. Bu da malzemede kalıcı deformasyon üretebilmek için gerekli olan minimum yükün sıfır olması gerektiğini ifade eder. Oysaki Gong vd. (1999) bu durumun uygun olmayacağını ve zımparalama ve parlatma işlemine tabi tutulan test numune yüzeyinin sıkıştırılmış bir yay gibi düşünülebileceğini rapor etmişlerdir. Ayrıca, OND modelindeki (P/d) 'nin d' ye göre grafiğindeki lineerlikten sapmanın plastik deformasyona karşı test numune direncinin yanlış tanımlanmasından kaynaklanabileceğini ve bu yüzden, OND modelinin geliştirilebileceğini önermişlerdir.

İBE davranışını analiz etmek için GOND modelinin uygulanabilirliği ile ilgili birçok çalışma yapılmıştır. Bu modele göre, a_2 parametresi Eşitlik 7'daki a_2 parametreleriyle aynı fiziksel anlama sahiptir. Bu yüzden, bu parametre daha önce bahsedilen OND modelindeki gibi H_{GOND} yükten bağımsız sertlik değerlerini elde etmemizi sağlar ve a_2 parametreleri deneysel olarak elde edilen P 'nin d' ye göre grafiğinden hesaplanabilir. a_2 parametresi tıpkı OND modelinde olduğu gibi GOND modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değeriyle ilişkilidir. Malzemelerin P 'nin d' ye göre grafiği Şekil 4.14'da gösterilmiştir. Bu eğriden tahmin edilen en iyi fit parametreleri a_0 , a_1 , a_2 ve R^2 değerleri Çizelge 4.4'de verilmiştir.

Çizelge 4.4'den de görüleceği gibi eğrinin korelasyon sabiti oldukça yüksektir. Aynı zamanda, yükten bağımsız sertlik değerleri literatürle uyum içerisindedir [89, 90]. Bununla birlikte, plato değerlerine bakıldığında, GOND modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin OND modelinden elde edilenlere göre plato bölgesine daha yakın olduğu görülmüştür. Bu sebepten dolayıdır ki gerçek sertlik değerinin (yükten bağımsız sertlik) bulunması için GOND modelinin, literatürde farklı malzemeler üzerinde yapılan çalışmalar da (Kölemen, 2006; Gong vd., 1999) dikkate alındığında bunları destekler biçimde, BSCCO malzemelerinin gerçek sertlik değerlerini belirlemede en geçerli model olabileceği sonucuna varılmıştır. Süperiletken numunelerin gerçek sertlik değerinin artan ısı işlem süresiyle değişimi Şekil 4.15'da verilmektedir.



Şekil 4.14. GOND modeline göre malzemelerin için P ile d değişim grafiği



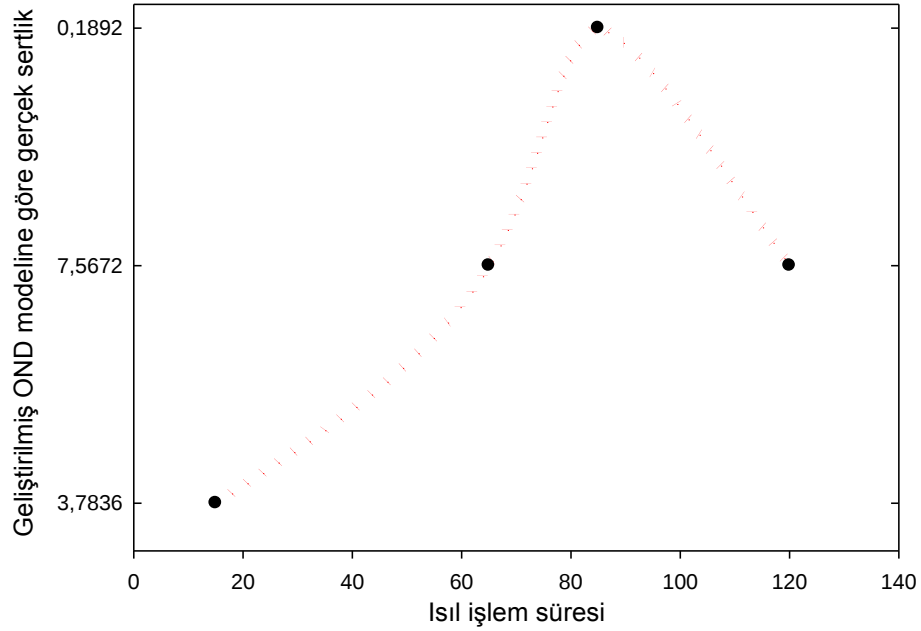
Şekil 4.15. GOND modeline göre malzemelerin regresyon grafikleri

Çizelge 4.4. GOND modeline göre malzemelerin gerçek sertlik değerleri

Numune	$P = a_0 + a_1d + a_2d^2$				H_{MPSR1}	H_{MPSR2} (GPa)
	a_0 (mN)	a_1 (mN/ μ m)	a_2 (mN/ μ m ²)	R^2	(GPa)	($\times 10^{-6}$)
T1	-0.7054	0.0230	0.0001	0.9934	3.0133	3.7836
T2	0.3434	-0.0103	0.0002	0.9790	2.7011	7.5672
T3	0.9109	-0.0355	0.0005	0.9896	2.4343	0.1891
T4	-0.4830	0.0197	0.0002	0.9956	2.8714	7.5672

4.7 GOND Modeline Göre Gerçek Sertlik Değerinin Isıl İşlem Süresine Bağımlılığı

Çizelge 4.4’de verilen değerler kullanılarak ısıtılma süresinin gerçek sertlik değerleri üzerindeki etkisi Şekil 4.16’de verilmektedir. Şekilden de görüleceği gibi en yüksek sertlik değeri 85 saat uygulanan ısıtılma süresinde elde edilmiştir. Buradan çıkarılacak en önemli sonuç ise yapı içerisinde Bi-2212 fazının baskın olarak elde edilmesi amaçlanan çalışmalarda 85 saatlik ısıtılma süresinin yeterli olduğu vurgulanmış olmaktadır. Çünkü malzeme çalışmalarında en çok zaman kaybı ısıtılma sürelerinde yaşanmaktadır.



Şekil 4.16. Süperiletken numunelerin gerçek sertlik değerinin artan ısıtılma süresiyle değişimi

BÖLÜM IV

SONUÇLAR

Yapılan araştırmalar sonucunda elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenebilir.

1. Artan ısı işlem süresi ile BSCCO süperiletkeninin sertliği artmıştır.
2. Diğer süperiletkenlere (MgB_2 ve $YBaCuO$) benzer şekilde $BiPbSrCaCuO$ süperiletkeninde iz boyutu etkisi gösterir. Yani ölçülen sertlik değerleri Oliver-Pharr modeline göre iz yükünün artmasıyla üstel olarak azalan bir eğilim göstermektedir.
3. Meyer yasası, deneysel verilerin tanımlanmasında çoğunlukla yeterli olmakla birlikte gözlenen İBE davranışının olup olmadığı noktasında bize bilgi verir. Fakat bu davranışın orijini hakkında bilgileri ortaya koymakta başarılı değildir.
4. Hays-Kendall modelinin, başlangıç deformasyonunu oluşturmak için gerekli olan minimum yük miktarı (W) değerinin belirlenmesinde yani negatif değer almasından dolayı yetersiz olduğu açıkça ortaya konulmuştur.
5. OND modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin, bazılarının plato bölgesinin üstünde bazılarının İBE plato bölgesinin altında kalması sonucu, bu modelin BSCCO malzemesinde gözlenen İBE davranışının analizinde yetersiz kalacağı kabul edilmiştir.
6. Yüksek korelasyon sabiti ve plato bölgesine yakın değerler göz önünde bulundurulduğunda, Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnci (GOND) modeliyle hesaplanan gerçek sertlik (*yükten bağımsız sertlik*) değerlerinin, diğer modellerden elde edilen sertlik değerlerine göre daha uygun olduğu ortaya konulmuştur.
7. Yapılan çalışmayla T3 numunesi yani 85 saatlik ısı işlem süresinin Bi-2212 fazının baskın olarak yapıda oluşması için yeterli olduğu sonucuna varılmıştır.

BÖLÜM VII

ÖNERİLER

Malzeme üretimini etkileyen pek çok faktör bulunmaktadır. Bu faktörler hem maddi hem de çalışanlar üzerinde çeşitli kayıplar oluşturmaktadır. Bu çalışmada BSCCO süperiletkenleri için ısıtma işlem süresinin etkilerini sertlik ölçüm yöntemiyle araştırmaya gayret ettik. Kompozisyon, kullanılan atmosferik şartlar vb. diğer konular ise hala araştırmayı beklemektedir.

KAYNAKLAR

Aerts E., S. Amelinckx, W. Dekeyser, The surface hardening of X-irradiated NaCl, Acta Metallurgica, Volume 7, Issue 1, January 1959, Pages 29–42

Arda L, Ozturk O., Asikuzun E., Ataoglu S., Structural and mechanical properties of transition metals doped ZnMgO nanoparticles, Powder Technology 235 (2013) 479–484.

Ashcroft IA, Spinks G.M., A method of monitoring water absorption in polymers using a depth sensing indentation system, J Mater Res 11:529–536,1996.

Aydin H., Cakiroglu O., Nursoy M., and Terzioglu1 C., Superconducting Properties of the $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{Gd}_x\text{O}_y$ System, Chinese Journal of Physics, vol. 47, no. 2, 2009.

Barry Carter C., Grant Norton M. Ceramic Materials: Science and Engineering, Springer,2007,ISBN: 0387462708 .

Baykal M., Karaca I., "Zn İlavesinin BiPbSrCaCuO Süperiletkenlerinin Mikrosertlik Özellikleri Üzerinne Etkileri", e-Journal of New World Sciences Academy , 1-11 pp., Ocak 2012.

Bergsman E.B., The Micro-hardness Tester, Victor pettersons, Bokindust-riaktiebolog, Stockholm, 1945.

Brinell J.A., 2ième Congres. Internationale Méthodes d’Essai, Paris, 1900.

Bull, S. J., Page, T. F. and Yoffe, E. H., An explanation of the indentation size effect in ceramics, Phil. Mag. Lett., 1989, 59, 281–288.

Bückle H., in Science of Hardness Testing and its Research Applications, ed. J. H. Westbrook and H. Conrad, p. 453, American Society for Metals, Metals Park, OH,1971.

Bückle H., J.H. Westbrook, H. Conrad (Eds.), The Science of Hardness Testing and its Research Applications, ASME, Metals Park, OH, 1973, p. 199.

Chanya C., Pojjanut B., and Paitoon D., Effect of Indentation load and Time on Knoop and Vickers Microhardness Tests for Enamel and Dentin, *Mat. Res.*, vol.12, n.4, pp. 473-476. ISSN 1516-1439, 2009.

Crow T.B. and Hinsley J.F., Some Anomalies and Some Refinements in the Diamond Pyramid Hardness Testing of Heavily Cold-Rolled Strip, *J. Inst. Met.* 72, pp. 461–485, 1946.

Csehova E., J. Andrejovska, A. Limpichaipanit, J. Dusza, R. Todd, Indentation Load-Size Effect In AlO-Sic Nanocomposites, *Journal of Electrical Engineering*, Vol. 61, No. 5, 2010, 305–307e.

Çelebi S., U. Kölemen, A. I. Malik and A. Öztürk, Effects of ZnO additions on the Magnetic Behaviour in YBCO Superconductors, *Physica Status Solidi A*, 194, 260-270, 2002.

Dieter G.E., *Mechanical Metallurgy*, McGraw Hill, New York, Toronto, London, 1961, 0071004068.

Doerner MF and Nix WD, A Method for Interpreting the Data From Depth-Sensing Indentation Instruments, *J. Mater. Res.* 14, pp. 601-609, 1986.

Frohlich, F., Grau, P. and Wrellmann, W., Performance and Analysis of Rercording Microhardness Tests, *Physics Status Solidi*, 42, 79—89, 1977.

Gong, J., Wu, J., ve Guan, Z., Examination of the indentation size effect in low-load vickers hardness testing of ceramics, *Journal of European Ceramic Society*, 19 (15), 2625-2631, 1999.

Guille J., M. Sieskind, Microindentation studies on BaFCl single crystals, *J. Mater. Sci.* 26 (1991) 899.

Hays, C. and Kendall, E.G., An analysis of Knoop Microhardness, *Metall.*, 1973, 6, 275-282.

<http://www.ndt-ed.org/GeneralResources/Standards/ASTMStandards.htm>.

- Jain A., A.K. Razdan, P.N. Kotru, B.M. Wanklyn, Load and directional effects on microhardness and estimation of toughness and brittleness for flux-grown LaBO₃ crystals, *J. Mater. Sci.*, 29 (1994) 3847.
- Karaca I., Uzun O., Kölemen U., Yılmaz F. and Şahin O., Effects of ZnO addition on mechanical properties of Bi_{1.84}Pb_{0.34}Sr_{1.91}Ca_{2.03}Cu_{3.06}O₁₀ prepared by a wet technique *Journal of Alloys and Compounds*, 476, 1-2, 486-491 (2009).
- Keh K.S., Dislocations in Indented Magnesium Oxide Crystals, *J. Appl. Phys.* 31 (1960) 1538.
- Khalil S.M., Enhancement of Superconducting and Mechanical Properties in BSCCO with Pb Additions, *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 62, 457-466, 2001.
- Kotru P.N., A.K. Razdan, B.M. Wanklyn, Microhardness of flux grown pure doped and mixed rare earth aluminates and orthochromites, *J. Mater. Sci.* 24 (1989) 793.
- Kölemen, U., Analysis of İBE in Microhardness Measurements of Bulk MgB₂ Superconductors Using Different Models, *J. Alloys and Compd.* 425 429-435, 2006.
- Lawn, B. R. and Wilshaw, T. R., Indentation Fracture Principles and Applications *J. Mater. Sci.*, 10, 1049—1081, 1975.
- Lawn, B. R. and Marshall, D. B., Indentation Fracture and Strength Degradation in Ceramics, In *Fracture Mechanics of Ceramics* 3, ed. R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange, Plenum, New York, pp. 205—230, 1978.
- Lee W. C., Magnetic Measurements of Upper Critical Fields, Penetration Depths, and Irreversibility Lines of YBa₂Cu_{3-x}Zn_xO_{7-α} Single Crystals *J. Korean Phys. Soc.* 27, 714, 1994.
- Li H., Y.H. Han, R.C. Bradt, Knoop microhardness of single crystal sulphur, *J. Mater. Sci.*, 29 (1994) 5641.
- Li, H. and Bradt, R. C., The Microhardness Indentation Load/Size Effect in Rutile and Cassiterite Single Crystals, *J. Mater. Sci.*, 28, 917-926, 1993.

- Li, H., Han, Y.H. and Bradt, R.C., Knoop microhardness of single crystal sulphur J. Mater. Sci. 29 pp. 5641–5645, 1994.
- Li, H.; Bradt, R. C. The Effect of Indentation-Induced Cracking on the Apparent Microhardness. J. Mat. Sci. 1996, 31, 1065–1070.
- Lopes E.S.N., Cremasco A., Afonso C.R.M., Caram R., Effects of double aging heat treatment on the microstructure, Vickers hardness and elastic modulus of Ti–Nb alloys, Materials Characterization 62 (2011) 673– 680.
- Loubet J.L., Georges J.M., Marchesini O. and Meille G., Vickers Indentation Curves of Magnesium Oxide (MgO) J. Tribology 106, 43, 1984.
- Ma Q., D.R. Clarke, Size dependent hardness of silver single crystals, Size dependent hardness of silver single crystals, J. Mater. Res., 10 (1995) 853.
- Mendelson S., Dislocations and Plastic Flow in NaCl Single Crystals, J. Appl. Phys. 33 (1962) 2175.
- Meyer E., Untersuchungen iiber Hartepriiung und Harte, VDI Z., 50 645-654, 740-748, 835-844, 1908.
- Mott, B. W., Microindentation Hardness Testing. Butterworths, London, 1956.
- Oliver W. C. and Pharr G. M., An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments J. Mater. Res., Vol. 7, No. 6, 1564-1583, 1992.
- Page T.F., Oliver W.C., McHargue C.J., Deformation behavior of ceramic crytals subjected to very low load(nano) indentations, J. Mater. Res. 7 (1992) 450.
- Peng Z., Gong J., Miao H., On the Description of Indentation Size Effect in Hardness Testing for Ceramics: Analysis of the Nanoindentation Data, Journal of the European Ceramic Society, 2004.
- properties of Bi:2212 superconductor, Physica B 410 (2013) 227–232.

Samuel, R., Chandrasckar, S., Farris, T. N. and Licht, R. H., Effect of Residual Stresses on the Fracture Strength of Ground Seramics, J. Am. Ceram. Soc., 72, 1960-1966,1989.

Sangwal K., A.R. Patel, Change in dislocation distribution and hardness of galena on air-annealing, J. Phys. D.: Appl. Phys. 7 (1974) 2031.

Sangwal K., On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids, Materials Chemistry and Physics 63 (2000) 145–152.

Sargent P.M., T.F. Page, Microstructure and Microhardness of Ceramic Materials, Proc. Bri. Ceram. Soc. 26 (1978) 209.

Savaşkan T., Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Birinci Baskı: 1999 (Derya Kitabevi, ISBN 975-486-8053-15-9).

Sedky A., Al-Battat W., Effect of Y substitution at Ca site on structural and superconducting

Seki H., Wongsatanawarid A., Kobayashi S., Ikeda Y. ve Murakami M., Effects of Binder Addition on the Mechanical Properties of Bulk Y–Ba–Cu–O Superconductors, Physica C 470, 1177–1180(2010).

Shaw M.C. and DeSalvo G.J., Anew Approach to Platicly and its Application to Blunt Two-Dimentional İndenters, Trans.ASME J.Eng. Industry, 92, 469-479, 1970.

Şahin M., İkili ve Üçlü Metalik Alaşımların Doğrusal Katılaştırılması ve Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, N.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Niğde, 2012.

Şahin, O., Beta-Sn Tek Kristallerinin Bazı Mekaniksel Özellikleri ile Kristal Yönelimi Arasındaki İlişki, Doktora tezi, S. D. Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta, (2006).

Tabor, D., The Hardness of Metals. Oxford University Press, Oxford, UK, 1951.

Tarasov L. P. and Thibault N. W., Determination of Knoop Hardness Numbers Independent of Load, Trans. Am. Soc. Metals, Vol. 38, PP. 331-353,1947.

Terzioğlu C., Varilci A., Belenli I., Investigation of effect of annealing temperature on mechanical properties of MgB₂ Journal of Alloys and Compounds 478 (2009) 836-841

Urusovskaya A.A., R. Tyaagaradzhan, M.V. Klassen-Neklyudova, Kristallografiya 8 (1963) 625, 929.

Uzun O., Güçlü N., Kölemen U. and Şahin O., Analysis of data on indentation load against penetration depth for bulk MgB₂ crystal using indentation work and Oliver–Pharr approaches Materials Chemistry and Physics, 112, 5-10 (2008).

Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi, S., Güçlü, N., Modulus and Hardness of Polycrystalline Superconductors by Dynamic Microindentation Technique, J. Eur. Ceram. Soc. 25, 969-977, 2005.

Vo, N.V., Ostenson, J.E., Willis, J.O., Smith, J.L., Liu, H.K. and Dou, S.X., Magnetization Studies and Irreversibility Behavior of High-T_c Superconducting Bi(Pb)-2223 Multifilamentary Ag-Sheathed PIT Tapes Prepared from Differently Synthesized Precursor Powders, Sol. State Commun., 108 (5), 319-324, 1998.

Weiss HJ, On Deriving Vickers Hardness from Penetration Depth, Physica Status Solidi (a), 1987.

Yamak E., MgB₂ Süperiletkeninin Gerçek Sertlik Değerinin Dinamik Mikrosertlik Tekniğiyle İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, GOP Üniv. Fen Bilimleri Enstitüsü, Tokat, 2007.

Yılmazlar M., O. Ozturk, O. Gorur, I. Belenli, C. Terzioglu, “Role of diffusion-annealing time on the mechanical properties of bulk Bi-2223 superconductors diffusion-doped with Au”, Superconductor Science and Technology 20 (2007) 365-371.

Yilmazlar M., Ozturk O., Aydin H., Akdoğan M.,ve Terzioglu C., The Effect of Sm→Ca Substitution on Mechanical Properties of BSCCO Superconductors, Chinese journal of physics vol. 45, no. 2-1,2007.

Yu.S. Boyarskaya, D.Z. Grabko, E.I. Purich, J. Mater. Sci. 14 (1979).

Yurchenko, I.A., Representations about nature of processes occurring in the material at different stages of Bi(Pb)–Sr–Ca–Cu–O ceramic manufacture J MATER SCI 41 3507–3520, 2006.

ÖZGEÇMİŞ

1987 yılında Antalya’da doğdu. İlk, orta ve liseyi Adana’da okudu. 2010 yılında Fırat Üniversitesi Fen-Edebiyat Fak. Fizik bölümünü bitirdi. 2010 yılında Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Ana Bilim Dalında Yüksek lisansa başladı. Yüksek lisansını “BSCCO Süperiletkenler İçin Isıl İşlem Süresinin Vickers Sertlik Değeri Üzerinde Etkisi” başlığıyla devam ettirmektedir.

Orta derecede İngilizce bilmektedir.

EK. Tez alışmasından üretilen eserler (makale, bildiri, poster vb.)

1. İbrahim Karaca, Mehmet Ali Güzel, The 2nd International Conference on Computation for Science and Technology "THE EFFECTS OF LONG TIME SINTERING ON VICKER'S HARDNESS MEASUREMENTS OF THE HIGH TEMPERATURE SUPERCONDUCTORS", 163 pp., Nigde, TURKEY, 9-11 July 2012

