



T.C.
KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**Al-Ni-Fe-Nd ve Al-Ni-Fe-Y ALAŞIMLARININ
ÜRETİLMESİ, YAPISAL ve TERMAL
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

NAZLI CANAL

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI**

KAHRAMANMARAŞ 2011

T.C.
KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Al-Ni-Fe-Nd ve Al-Ni-Fe-Y ALAŞIMLARININ
ÜRETİLMESİ, YAPISAL ve TERMAL
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

NAZLI CANAL

Bu tez,
Fizik Anabilim Dalında
YÜKSEK LİSANS
derecesi için hazırlanmıştır.

KAHRAMANMARAŞ 2011

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü öğrencisi Nazlı CANAL tarafından hazırlanan “Al-Ni-Fe-Nd ve Al-Ni-Fe-Y Alaşımlarının Üretilmesi, Yapısal ve Termal Özelliklerinin İncelenmesi” adlı bu tez, jürimiz tarafından 23/05/2011 tarihinde oy birliği ile Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Musa GÖĞEBAKAN
Fizik Anabilim Dalı
Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Doç. Dr. Şükrü KARATAŞ
Fizik Anabilim Dalı
Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Yrd. Doç. Dr. Cafer AYDIN
Matematik Anabilim Dalı
Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Yukarıdaki imzaların adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. M. Hakkı ALMA
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orijinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Nazlı CANAL

Bu çalışma KSÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi tarafından desteklenmiştir.
Proje No: 2010/5-13 YLS

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

**Al-Ni-Fe-Nd VE Al-Ni-Fe-Y ALAŞIMLARININ ÜRETİLMESİ,
YAPISAL VE TERMAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ
(YÜKSEK LİSANS TEZİ)**

NAZLI CANAL

ÖZ

Bu çalışmada $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımları Normal Katılaştırma, Hızlı Katılaştırma ve Mekaniksel Alaşımlama yöntemleriyle üretildi. Üretilen alaşımların mikro yapıları ve morfolojik özellikleri XRD ve SEM ile incelendi. Alaşımların kristallenme sıcaklığı, aktivasyon enerjisi ve faz dönüşümleri DSC ile incelendi. Normal katılaştırma ile alaşımlar külçeler halinde, Hızlı katılaştırma ile ise ince şeritler halinde üretildi. Mekaniksel alaşımlama ile ise alaşımlar tozlar halinde üretildi. Amorf alaşımlar sadece hızlı katılaştırma tekniği ile üretildi, nanokristal alaşımlar ise sadece mekaniksel alaşımlama tekniği ile üretildi.

Anahtar Kelimeler: Al-Esaslı Alaşımlar, Mekaniksel Alaşımlama, Hızlı Katılaştırma, Amorf, X-Işını, Termal Analiz, Elektron Mikroskobu.

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı, Mayıs/ 2011

Danışman: Prof. Dr. Musa GÖĞEBAKAN
Sayfa sayısı: 69

**PRODUCTION OF Al-Fe-Ni-Nd AND Al-Fe-Ni-Y ALLOYS AND
INVESTIGATION OF THEIR STRUCTURAL AND THERMAL PROPERTIES
(M.Sc. THESIS)
NAZLI CANAL**

ABSTRACT

In this study, $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ and $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alloys were produced by conventional solidification, rapid solidification and mechanical alloying techniques. Microstructural and morphological properties of the alloys were investigated by XRD and SEM. Crystallization temperature, activation energies and phase transformation of the alloy were investigated by DSC. In the conventional solidification technique, alloys were produced on ingots form, in the rapid solidification technique the alloys were produced on thin ribbons forms. In the mechanical alloying technique the alloys were produced on powder forms. Amorphous alloys were only produced by rapid solidification technique and nanocrystal alloys were only produced by mechanical alloying techniques.

Key words: Al- based alloys, Mechanical alloying, Rapid solidification, Amorphous, X-Ray, Thermal Analysis, Electron Microscope

Kahramanmaraş Sütçü İmam University
Institute for Graduate Studies in Science and Technology
Department of Physics, May/ 2011

Supervisor: Prof. Dr. Musa GÖĞEBAKAN
Page numbers: 69

Al-Ni-Fe-Nd VE Al-Ni-Fe-Y ALAŞIMLARININ ÜRETİLMESİ, YAPISAL VE TERMAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Amorf, nanokristal ve kuazikristal alaşımlar gibi yarıkararlı malzemeler, malzeme bilimi ve katıhal fiziği alanının önemli bir kısmını oluşturur. Özellikle, Al-esaslı amorf ve nanokristal malzemeler mükemmel mekaniksel özelliklere ve iyi fiziksel-kimyasal özelliklere sahiptir. Bu nedenle bu çalışmada $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımları normal katılaştırma, hızlı katılaştırma ve mekaniksel alaşımlama teknikleriyle üretilmiştir. Mekaniksel alaşımlama tekniğiyle malzemeler tozlar halinde üretilmiştir ki bu pratik uygulamalar için istenilen boyut ve şekilde tozların kolayca preslenmesine olanak sağlar. Normal katılaştırma ve hızlı katılaştırma teknikleriyle malzemeler sırasıyla, külçe ve ince şeritler halinde üretilmiştir. Alaşımların kristallenme sıcaklığı, aktivasyon enerjisi ve faz dönüşümleri gibi termal özellikleri DSC ile incelenmiştir. Alaşımların morfolojik özellikleri, faz tanımlanması, parçacık boyutu ve parçacıkların dağılımı gibi yapısal özellikleri XRD ve SEM ile incelenmiştir. Sonuçlar, amorf alaşımların sadece hızlı katılaştırma tekniği ile üretilbildiğini göstermiştir. Nano yapıları alaşımlar, mekaniksel alaşımla tekniği ile elde edilmiştir. Hızlı katılaştırmayla üretilen amorf şeritlerin kristallenme mekanizmaları için aktivasyon enerjileri, Kissinger metodu ile hesaplanmıştır. Hızlı katılaştırılmış alaşımların birinci kristallenme pikleri için aktivasyon enerjileri $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ alaşımı için yaklaşık 262 kJ/mol, $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımı için yaklaşık 258 kJ/mol olarak bulunmuştur.

PRODUCTION OF Al-Fe-Ni-Nd AND Al-Fe-Ni-Y ALLOYS AND INVESTIGATION OF THEIR STRUCTURAL AND THERMAL PROPERTIES

SUMMARY

Metastable materials such as amorphous, nanocrystalline and quasicrystalline alloy keeps an important part in the fields of solid state physics and materials science. Specifically, Al-based amorphous and nanocrystalline materials have excellent mechanical properties and good physical and chemical properties. Therefore, in present work $\text{Al}_{85}\text{Ni}_5\text{Fe}_5\text{Y}_5$ and $\text{Al}_{85}\text{Ni}_5\text{Fe}_5\text{Nd}_5$ alloys were produced by conventional solidification, rapid solidification and mechanical alloying techniques. In the mechanical alloying technique, materials were produced on powder forms, which can be easily compacted in desired shapes and dimensions for practical application. In the conventional solidification and rapid solidification techniques, materials were produced on ingot and thin ribbon forms, respectively. Thermal properties, such as crystallization temperature, phase transformation and activation energies of the alloys were examined by DSC. Structural properties, such as morphological features, phase identification, particle size and distributions of the particles were investigated by XRD and SEM. The result showed that, amorphous alloys were only manufactured by rapid solidification technique. Nanostructured alloys were obtained by mechanically alloyed powders. Activation energies for crystallization of the rapidly solidified amorphous ribbons were calculated by the Kissinger method. The activation energies for the first crystalline peak of the rapidly solidified alloys are found about 262 kJ/mol for $\text{Al}_{85}\text{Ni}_5\text{Fe}_5\text{Y}_5$ and 258 kJ/mol for $\text{Al}_{85}\text{Ni}_5\text{Fe}_5\text{Nd}_5$ alloys.

TEŐEKKÜR

Bu alıőmalar sırasında yardımlarını hi esirgemeyen sayın danıőman hocam Prof. Dr. Musa GÖĖEBAKAN baőta olmak üzere deneyler sırasında hep yanımda olan Arő. Gör. Barıő AVAR'a ve Celal KURŐUN'a önceki yaptıėı alıőmalarla bana ıőık tutan Alaaddin GÜNDEŐ'e, alıőmalarda emeiėi geen herkese ve aileme teőekkürü bir bor bilirim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
ÖZ	i
ABSTRACT	ii
ÖZET	iii
SUMMARY	iv
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
EKLER DİZİNİ	xi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
1.1. Önceki Çalışmalar	1
2.KATI MALZEMELERİN SINIFLANDIRILMASI.....	6
2.1 Kristaller	6
2.1.1 Miller indisleri	8
2.1.1.1 Bragg kanunu	8
2.2. Nanokristaller	9
2.3. Amorf Alaşımlar	10
2.3.1. Amorf Alaşımların Isısal Özellikleri	11
2.3.2 Amorf Alaşımların Mekanik Özellikleri.....	12
2.3.3. Amorf Alaşımların Manyetik Özellikleri.....	13
2.3.4. Amorf Alaşımların Elektriksel Özellikleri.....	13
2.3.5. Faz Dönüşümleri.....	14
3. KATILAŞMA AŞAMALARI	17
3.1. Çekirdeklenme	18
3.1.1. Homojen Çekirdeklenme	20
3.1.2. Heterojen Çekirdeklenme.....	22
3.2. Büyüme.....	24
3.2.1. Düzlemsel büyüme	24
3.2.2 Dentritik büyüme	25
3.3 Normal Katılaştırma	27
3.4. Hızlı Katılaştırma	27
3.4.1 Eriyik Döndürme	28

3.5. Mekaniksel Alaşım	28
4. METERYAL METOT	30
4.1. Alaşımların Üretilmesi	30
4.2. Al-Esashı Alaşımların Hazırlanması	30
4.3. Mekaniksel Alaşımlama Tekniđi	31
4.4. Normal Katılaştırma Tekniđi	33
4.5. Hızlı Katılaştırma Tekniđi	35
4.6. Alaşımların İncelenmesi	36
4.6.1. Termal Analiz	36
4.6.2. X-Işıını Analizi	37
4.6.3 Isısal İşlem	39
4.6.4.Taramalı Elektron Mikroskobu	40
5. SONUÇLAR	42
5.1. Mekaniksel Alaşımlama Tekniđi ile Üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ Alaşımının Analizi	42
5.1.1. X-ışını Analizi	42
5.1.2. Elektron Mikroskobu (SEM) ile Morfoloji İncelemesi	45
5.2. Mekaniksel Alaşımlama Tekniđi ile Üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ Alaşımının Analizi	50
5.2.1. X-ışını Analizi	50
5.3. Hızlı Katılaştırma Tekniđi ile Üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ Alaşımının Analizi	52
5.3.1. X-ışını Analizi	53
5.3.2 Isısal Analiz	53
5.3.2.1 Aktivasyon Enerjisi Hesabı	55
5.3.3. Faz Dönüşümü ve Faz Tanımlanması	56
5.4. Hızlı Katılaştırma Tekniđi ile Üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ Alaşımının Analizi	57
5.4.1. X-ışını Analizi	57
5.4.2 Isısal Analiz	58
5.4.2.1 Aktivasyon Enerjisi Hesabı	59
5.3.3. Faz Dönüşümü ve Faz Tanımlanması	60
KAYNAKLAR	62
ÖZGEÇMİŞ	69

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa No
Çizelge 4.1 . Al ₈₅ Ni ₅ Fe ₅ Y ₅ kompozisyonlu alaşımının atomik ve kütlece ağırlıkları30
Çizelge 4.2 . Al ₈₅ Ni ₅ Fe ₅ Nd ₅ kompozisyonlu alaşımının atomik ve kütlece ağırlıkları31
Çizelge 4.3. Hızlı katılaştırma tekniği ile üretilen şeritlerin ısısal işlem değerleri.....	39
Çizelge 5.1. Al ₈₅ Fe ₅ Ni ₅ Nd ₅ Alaşımın Kristallenme sıcaklığı (Tx) ve Kristallenme pik sıcaklıkları Tp ₁ ,Tp ₂ ,Tp ₃54
Çizelge 5.2. Al ₈₅ Fe ₅ Ni ₅ Y ₅ Alaşımın Kristallenme sıcaklığı (Tx) ve Kristallenme pik sıcaklıkları Tp ₁ ,Tp ₂ ,Tp ₃58

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa No
Şekil 2.1 (a) Birim hücre (kübik yapıda), (b) Kristal kafes.....	6
Şekil 2.2 Bir kristali tanımlamak için kullanılan parametreler.....	7
Şekil 2.3 Bravis Örgülerinin Şematik Gösterimi.....	7
Şekil 2.4 Bragg yasasının şematik görünümü	9
Şekil 2.5 Nanokristal yapıdaki Ni-Cr toz alaşımının SEM fotoğrafı	10
Şekil 2.6 (a) Amorf yapı (b) Polikristal (c) Tek kristal.....	10
Şekil 2.7. Bir sistemin yarı kararlı denge durumundan kararlı denge durumuna geçişi	15
Şekil 3.1. Saf bir metal için, sıcaklığa karşı hacim serbest enerji değişimi	18
Şekil 3.2. Sıvı-katı ara yüzeyinin şematik gösterimi.....	19
Şekil 3.3. Sistemin toplam serbest enerjisinin, katının boyutu ile değişimi.....	20
Şekil 3.4. (a) Bir sıvının aşırı soğumasına bağlı olarak çekirdeklenme sayısının ve (b) kritik yarıçapının değişimi.....	21
Şekil 3.5. Heterojen çekirdeklenme oluşumunun şematik görünümü	22
Şekil 3.6. ΔG^* ve N (çekirdeklenme konsantrasyonu) ΔT ile değişimi.....	23
Şekil 3.7. Düzlemsel büyümenin oluşumu.....	24
Şekil 3.8.a Dentritik büyümenin oluşumu.....	25
Şekil 3.8.b Dentritik büyümenin oluşumu	26
Şekil 3.9. Sıvı metalin katılaşmada farklı safhaları	26
Şekil 4.1. Kullanılan elementlerin miktarının ölçüldüğü el yapımı fanus	31
Şekil 4.2 (a) Mekaniksel Alaşımlama cihazının iç kısmının görüntüsü, (b) dış kısmının görüntüsü.....	32
Şekil 4.3 Mekaniksel Alaşımlama işlemi öğütme haznesi ile bilyeler	32
Şekil 4.4 Normal katılaştırma için kullanılan fırın sistemi	33
Şekil 4.5 Normal katılaştırma sistemi ile üretilen (a) $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ ve (b) $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ külçe alaşımları.....	34
Şekil 4.6. Presi-mecapol marka zımpara cihazı.....	34

Şekil 4.7. (a) Eriyik döndürme (Melt-spinning) cihazı, (b) Eriyik döndürme cihazının şematik görünümü.....	35
Şekil 4.8. Eriyik Döndürme Tekniği ile üretilen (a) $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ ve (b) $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ şeritleri.....	36
Şekil 4.9 (a) Perkin Emler - Sapphire DSC cihazı,Perkin Emler - (b) Sapphire DSC cihazı numune haznesinin iç görünümü	37
Şekil 4.10a Philips X`Pert PRO marka X- ışını difraksiyonu cihazı.....	38
Şekil 4.10.b Philips X`Pert PRO marka X- ışını difraksiyonu cihazının iç görüntüsü	38
Şekil 4.11 Carbolite marka kutu tipli (box-furnance) bir fırın	39
Şekil 4.12 Isıtma işleminde kullanılan seramik kapların sırasıyla açık ve kapalı hali	40
Şekil 4.13. (a) Taramalı elektron mikroskobu ve (b) şematik görünümü	41
Şekil 5.1. Mekaniksel öğütme ile elde edilen $Al_{85}Fe_5Ni_5Nd_5$ alaşımının X-ışını grafiği ..	44
Şekil 5.2.a MA işlemine tabi tutulan $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının SEM görüntüleri alaşımlama işleminin ilk safhası.....	46
Şekil 5.2.b MA işlemine tabi tutulan $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının SEM görüntüleri alaşımlama işleminin ikinci safhası	48
Şekil 5.3. $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ tozlarının 2,5-150h parçacık boyutu değişimi.....	50
Şekil 5.4.Mekaniksel öğütme ile elde edilen $Al_{85}Fe_5Ni_5Y_5$ alaşımının X-ışını grafiği	52
Şekil 5.5. Hızlı katılaştırma ile üretilen $Al_{85}Fe_5Ni_5Nd_5$ şeritlerinin X-ışını grafiği	53
Şekil 5.6 Hızlı katılaştırma ile üretilen $Al_{85}Fe_5Ni_5Nd_5$ alaşımının DSC sonuçları	54
Şekil 5.7 $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ şeritlerinin Kissinger grafiği	56
Şekil 5.8. $Al_{85}Fe_5Ni_5Nd_5$ şeritlerin ısısal işlemde önceki ve sonraki X- ışını grafiği	57
Şekil 5.9 $Al_{85}Fe_5Ni_5Y_5$ şeritlerin X- Işını grafiği.....	57
Şekil 5. 10 Şerit olarak elde edilen $Al_{85}Fe_5Ni_5Y_5$ alaşımın DSC sonuçları	58
Şekil 5.11. $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ şeritlerinin Kissinger grafiği	60
Şekil 5.12. $Al_{85}Fe_5Ni_5Y_5$ şeritlerin ısısal işlemde önceki(a) ve sonraki X ışını grafiği....	61

EKLER DİZİNİ

	Sayfa No
Şekil A1 Al-Y Faz Diyagramı	66
Şekil A2 Al-Fe Faz Diyagramı	67
Şekil A3 Al-Nd Faz Diyagramı	68
Şekil A4 Al-Ni Faz Diyagramı	68

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

RE	: Nadir Bulunan Elementler
TM	: Geçiş Metalleri
θ	: Yansıma Açısı
d	: Düzlemler Arası Uzaklık
h, k l	: Miller İndisleri
T_x	: Kristalleşme Sıcaklığı
T_g	: Camsı Geçiş Sıcaklığı
R	: Gaz Sabiti
FCC (Fcc)	: Yüzey Merkezli Kübik Yapı
BCC (Bcc)	: Cisim Merkezli Kübik Yapı
G	: Gibbs Serbest Enerjisi
Al	: Alüminyum
Ni	: Nikel
Fe	: Demir
Nd	: Neodyum
Y	: İtriyum
Si	: Silisyum
Cu	: Bakır
Ar	: Argon
λ	: X – Işını Dalga Boyu
V	: Hacim
E	: Young modülü
E_a	: Aktivasyon Enerjisi
T	: Sıcaklık
T_m	: Denge Erime Sıcaklığı
nm	: Nanometre
μm	: Mikrometre (1 mm = 10 ³ μm)
mm	: Milimetre
cm	: Santimetre
F	: Tensal Mukavemet
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
XRD	: X- Işını Difraksiyonu

DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
H_c	: Manyetik Koersivite
M_r	: Miknatıslanma
M	: Manyetik Geçirgenlik
T_c	: Curie Sıcaklığı
Σ	: Arayüzey Enerjisi
r*	: Kritik Yarıçap
Δfv	: Serbest Hacim Enerjisi

1.GİRİŞ

İnsanoğlu var oluşundan bu güne kadar öğrenme, düşünme, üretme, keşfetme gibi duygularla sürekli olarak bilimsel açıdan ilerleme kaydetmiştir. Her buluş başka bir ihtiyacı doğurmuş böylelikle ihtiyaçlar ve buluşlar birbirini takip ederek hızla artmıştır. Bilimin bütün alanlarında görülen bu artış malzeme biliminde de kendini göstermiştir. Teknolojideki bu gelişmelere paralel olarak artan ihtiyaca karşı, kullanılacak malzemenin maliyeti ve özellikleri bakımından en uygun olanı tercih edilmektedir. Bu tercih neticesinde metal alaşımları üretilmeye başlanmıştır. Bunun yanı sıra mikro yapısı farklı birçok alaşım üretilmiştir. Daha sonraki çalışmalarda malzemelerin ve alaşımların mikro yapıları ile özellikleri arasında doğrudan bir ilişki olduğu anlaşılmıştır. Metal ve metal alaşımların sıcaklık, basınç vb. gibi değişik fiziksel etkiler altında farklı özellikler gösterdiği anlaşılmış ve bu durum birçok bilimsel çalışmaya konu olmuştur. Bazı metal ve alaşımlarında, sıcaklık basınç ve dış zor, alaşımın mikro yapısında büyük yapısal değişiklikler meydana getirir. Bu yapısal değişiklikler aynı zamanda alaşımın özelliklerini de değiştirmiştir.

Dünya'da en çok bulunan elementlerden birisi olması, yüksek ısı ve elektrik iletkenliğine sahip olması, yoğunluğu nispeten düşük olması, şekil verilebilirliği, yüksek yansıtıcı yüzeyi, elastiki özellikleriyle alüminyum ve alüminyum esaslı alaşımlara olan ilgi son yıllarda giderek artmıştır. Diğer taraftan saf alüminyumun mukavemeti düşük olduğu için alüminyum esaslı alaşımlar kullanılmaktadır. Bu nedenle alüminyum mukavemeti yüksek elementlerle alaşım oluşturduğunda oluşan alaşımın mukavemetinin arttığı gözlenmiştir. Bu özellikleriyle alüminyum ve alüminyum esaslı alaşımlar başta otomotiv ve uçak sanayinde olmak üzere sanayinin birçok alanında kullanılmaktadır.

1.1. Önceki Çalışmalar

Hızlı katılaştırma tekniği amorf alaşımları üretmede önemli bir teknik olup tarihi 1960 yılına kadar dayanmaktadır. İlk olarak Au-Si alaşımını amorf olarak Duwez tarafından hızlı katılaştırma ile üretilmiştir. Takip eden yıllarda bu konuda birçok çalışma yapılmış ve amorf alaşımların üretmek için çeşitli teknikler geliştirilmiştir. Kim ve arkadaşları 1988 yılında Al-Y-Ni, Al-Ce-Ni, Al-Y-Fe, Al-Ce-Fe gibi alaşımları hızlı katılaştırma metodu ile amorf yapıda üretmişlerdir. Mekaniksel özellikleri çok iyi olan bu alaşımlar genel olarak %80 den fazla alüminyum içermekte idi. Hızlı katılaştırma ile üretilen Al-Y-Ni, Al-Y-Ni-

Fe gibi amorf alaşımların kontrollü kristalleştirilmesi ile amorf yapı içerisinde nano yapılı kristallerin oluştuğu rapor edilmiştir (Kim ve ark., 1990). 1988 yılında Inoue ve He birbirinden habersiz olarak Al-RE-TM (RE: Nadir bulunan elementler; La, Ce, Y, Nd., ve TM: Geçiş Metalleri; Ni, Cr, V, Fe..) amorf alaşımlarını elde etmişlerdir (He ve ark., 1988; Inoue ve ark., 1988a-1988b). Bu alaşımlar % 80–90 oranında Al elementi, % 5–10 oranında RE elementleri ve % 5–10 oranında TM elementlerini içermektedir. Tamamen amorf yapıda elde edilen bu alaşımların mekaniksel özelliklerinin çok iyi olduğu rapor edilmiştir (Inoue, 1998b). Inoue ve arkadaşları amorf $Al_{85}Y_{10}Ni_5$ ve $Al_{84}Ce_6Ni_{10}$ alaşımlarda camsı geçiş sıcaklığını (T_g), alaşımların DSC analizinde gözlemişlerdir (Inoue ve ark., 1988c). 1991 yılında Kim ve arkadaşları, Al-Y-Ni amorf alaşımlarını hızlı katılaştırma tekniği ile üretmişlerdir. Bu üretilen alaşımların kristallenmesinde nanokristal fcc-Al fazları gözlemişlerdir ve bu fazların aşırı doymuş yapıya sahip olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca Kim ve arkadaşları, α -Al fazının örgü parametresinin alaşımda Y miktarının artması ile arttığını bulmuşlardır (Kim ve ark., 1991). 1992 yılında Göğebakan, hızlı katılaştırma tekniği ile Al-Ni alaşımını ince şeritler halinde üretmiştir. Ürettiği bu alaşımların geometrik yapısının, hızlı katılaştırma parametrelerine bağlılığını araştırmıştır. Buna bağlı olarak da soğutma hızı ölçülmüştür. Soğutma oranının artmasının şerit kalınlıklarının azalmasına neden olduğunu ve soğutma oranının amorf yapı oluşması için önemli bir parametre olduğunu göstermiştir (Göğebakan, 1992). 1994 yılında Latuch ve arkadaşları, eriyik döndürme yöntemiyle elde ettikleri, $Al_{85}Y_{10}Ni_5$ ve $Al_{85}Y_5Ni_{10}$ amorf alaşımlarının termal özelliklerini DSC ile mikro yapısını XRD ve TEM analizi ile incelemişlerdir. Bu inceleme sonucunda birçok fazın yarı kararlı olduğunu gözlemişler ve daha önce bilinmeyen $Al_{16}YNi_3$ fazını bulmuşlardır (Latuch ve ark., 1994). Kim ve arkadaşları 1996 yılında yaptıkları çalışmalarda amorf faz içerisinde nano yapılı kristal parçacıkların oluşumu ve bu parçacıkların homojen bir dağılım göstermeleri ile alaşımların mekaniksel özelliklerinin artacağını belirtmişlerdir. $Al_{85}Ni_5Y_{10}$ ve $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ alaşımlarını hızlı katılaştırma ile uzun şeritler halinde üretmiştir. Plastik özellik gösteren bu amorf şeritlerin mekaniksel özelliklerinin çok iyi olduğu belirtilmiştir. Bu alaşımlar ısısal işlemlere tabi tutulmuş ve bunun sonucu amorf fazın önce α -Al faza sonra ise Al_3Ni ve Al_3Y fazlarına dönüştüğü rapor edilmiştir (Kim ve ark., 1997).

1997 yılında Göğebakan ve arkadaşları, $Al_{85}Y_{11}Ni_4$ alaşımını üretmişlerdir. Amorf olarak üretildiği belirlenen alaşımların kristallenme kinetiğini DSC cihazı ile incelemişlerdir. Üretilen amorf alaşımların aktivasyon enerjisi Kissinger ve Ozawa denklemleriyle

hesaplamışlardır. DSC analizinde gözlenen üç ekzotermik pikin aktivasyon enerjileri ortalama 230–238 kJ/mol olarak bulmuşlardır. (Gögebakan ve ark., 1997). Freitag ve arkadaşları 1997 yılında, hızlı katılaştırma yöntemi ile üretilen $Al_{85}Y_xNi_{15-x}$ ($x=3-12$ at.%) amorf alaşımlarının oda sıcaklığında alüminyum (Al) ve itriyum (Y)'un değişimine bağlı öz dirençlerini incelemiştir (Freitag ve arkadaşları, 1997). M. Calin ve arkadaşları 1998 yılında $Al_{90}Ni_6Nd_4$ ve $Al_{85}Ni_5Y_{10}$ amorf alaşımının ısısal işlem süresince kristallenme davranışını ve mikro yapısal gelişimini TEM ile detaylı bir şekilde incelemiştir. Bu incelemeler sunucunda 140 °C ve 250 °C arasında ki sıcaklıklarda çeşitli periyotlarda izotermal ısıtmanın sonucu nanokristal yapıların oluştuğu gözlemiştir. Buna ek olarak $Al_{85}Ni_5Y_{10}$ amorf alaşımının $Al_{90}Ni_6Nd_4$ alaşımından daha büyük termal kararlılığa sahip olduğunu bildirmiştir (Calin ve ark. 1998). J. Latuch ve arkadaşları 1998 yılında esnek ve yüksek mikro sertliğe sahip $Al_{86}Y_5Ni_{9-x}Fe_x$ ($x = 2, 4$ at.%) alaşımını hızlı katılaştırma tekniğiyle üretmişlerdir. Üretilen alaşımlar yaklaşık olarak 2 mm genişliğine ve 20 ile 35 μ m arasında kalınlığa sahip olduğu anlaşılmıştır. Farklı disk hızları ve kontrollü değişen soğutma oranları sayesinde nano parçacıkların amorf yapı içerisinde hacimsel oranının değiştiği gözlenmiştir. Yapılan analizler sonucu amorf yapı içerisinde çözünmemiş Fcc-Al parçaları bulunduğu anlaşılmıştır. Üretilen alaşımlar içerisinde $x = 4$ durumunun yani $Al_{86}Y_5Ni_5Fe_4$ alaşımının en küçük yapıya sahip Fcc-Al parçacıklarını içerdiği gözlenmiştir. Gögebakan 2002 yılında, $Al_{85}Y_{11}Ni_4$, $Al_{85}Y_{10}Ni_5$, $Al_{85}Y_8Ni_7$, $Al_{85}Y_5Ni_{10}$ ve $Al_{85}Y_2Ni_{13}$ alaşımlarını melt spinning yöntemi ile üreterek, mekaniksel özelliklerini incelemiş, Tensal mukavemetini (f), Young modülünü (E) ve Vickers sertliğini (Hv) ölçmüş ve sırasıyla bu değerleri 365–385 DPN, 71,5–82,2 GPa ve 920–1150 MPA olarak bulmuştur (Gögebakan, 2002). Gündeş 2002 yılında, normal katılaştırma ile ürettiği $Al_{94,5}-Ni_5-Si_{0,5}$ alaşımını XRD ile incelemiş ve Al, Al_3Ni ve Si fazlarını gözlemiştir. Hızlı katılaştırma ile ürettiği $Al_{94,5}-Ni_5-Si_{0,5}$ şeritlerin XRD analizi sonucunda ise sadece Al fazını gözlemiştir. Sadece 30 m/sn disk hızında üretilen şeritlerin XRD analizinde Al_3Ni fazı gözlenmiştir. Ayrıca hızlı katılaştırma ile elde edilen şeritlerin kalınlıkları ve genişlikleri incelendiğinde şeritlerin geometrik yapısının yoğunluk değerlerinin, döner disk hızına ters orantılı olarak azaldığını belirtmiştir (Gündeş, 2002). 2004 yılında Gögebakan ve arkadaşları eriyik döndürme yöntemiyle $Al_{85}Y_{10}Ni_5$, $Al_{85}Y_5Ni_{10}$ ve $Al_{85}Y_5Ni_9Si_1$ şerit alaşımlarını üretmişler, termal ve mekaniksel özelliklerini incelemiştir. Yapılan DSC analizlerine göre başlangıç kristallenme pik sıcaklığı $Al_{85}Y_5Ni_9Si_1$ için 450 K iken $Al_{85}Y_{10}Ni_5$ için 517 K olarak bulundu. Bu sonuçta, alaşımda Y elementinin oranının %5'den %10'a artmasıyla alaşımın termal kararlılığının da arttığını, Si elementinin eklenmesiyle de termal kararlılığının

azaldığını göstermiştir. Vasiliev ve arkadaşları 2004 yılında, (Al-2.6Y-9.5Ni), (Al-4.5Y-10.1Ni), (Al-4.3Y-3.5Ni) ve (Al-1.7Y-6.4Ni) atomik oranlarındaki amorf alaşımlarını geçirimli elektron mikroskopuyla (TEM) incelemişlerdir. Her bir fazın morfolojisini ve kristal yapısını araştırmıştır. Her alaşım grubunda; α -Al, Al₃Ni ya da Al₃Y ve bir üçlü fazın oluştuğunu gözlemişlerdir (Vasiliev ve ark., 2004). H.W. Yang ve arkadaşları 2005 yılında yaptıkları çalışmada geniş bir aşırı soğutulmuş sıvı bölgeye sahip Al₈₅Ni₅Y₈Co₂ alaşıma Fe elementinin eklenmesiyle oluşabilecek değişiklikleri XRD, DSC, TEM cihazları ile incelemişlerdir. Al₈₅Y_{8-x}Ni₅Co₂Fe_x (x=0-5) alaşımının homojenliğini sağlayabilmek için yüksek argon atmosferi altında birkaç defa eritmiştir. Daha sonra ingot halindeki malzemeyi küçük parçalara bölerek hızlı katılaştırma işlemi yapılmıştır. Hızlı katılaştırma sonucunda 20 μ m kalınlığında ve 3 mm genişliğinde şeritler elde edilmiştir. Üretilen şeritler XRD ve TEM cihazlarıyla analiz edilmiştir. İncelemeler sonucunda x=0-4 alaşımlarının amorf, x=5 alaşımının kristal yapıda üretildiği görülmüştür. Fe elementinin eklenmesi alaşımın birinci kristallenme sıcaklığını etkilenmiş fakat amorf alaşımın özellikleri üzerine fazla bir etki göstermemiştir. 2006 yılında Kerli eriyik döndürme yöntemiyle elde edilen Al-Y-Ni şeritlerinin elektriksel ve manyetik özelliklerini incelenmiştir. Numunelerin, DSC analizi sonucu elde edilen piklerde kristalleşme sıcaklıklarının 200-400 °C arasında olduğu belirlenmiştir. Bu sıcaklık aralığında numunelerin öz direncinde büyük değerlerde bir azalma gözlenmiştir. Numunelerde Y elementinin oranı arttıkça öz direncin arttığı saptanmıştır. Benzer şekilde, Ni elementinin oranı azaldıkça direncin azaldığı gözlenmiştir. 2006 yılında Timothy ve arkadaşları mekaniksel alaşımlama tekniğiyle üretilmiş Al₈₃Y₇Fe₅Ni₅ alaşımını incelemişlerdir. Üretilen alaşımın DSC sonuçlarına göre alaşımın kristallenme sıcaklığını ve aktivasyon enerjisini sırasıyla 668 K ve 310 kJ/mol olarak bulmuşlardır (Timothy ve ark., 2006). A. Revesz ve arkadaşları Al-Ni-Ce-Co alaşımını mekaniksel alaşımlama tekniği ile amorf olarak elde etmeyi başarmış ve oluşan alaşımın tanecik yapısının mekaniksel alaşımlama süresine bağlı olarak azalacağını bulmuşlardır. Ayrıca bu alaşımlar farklı sıcaklıklarda ısısal işlemlere tabi tutularak sıcaklığa bağlı faz dönüşümleri incelenmiştir. Bu inceleme sonucunda amorf fazın belli bir sıcaklıktan sonra kristal faza dönüştüğü rapor edilmiştir (A. Revesz ve ark., 2007).

Y. Outang ve arkadaşları 2008 yılında Al₈₂Fe₅Ni₅Ce₈ alaşımını mekaniksel alaşımlama tekniği ile amorf ve nanokristal yapıda üretmişlerdir. Bu alaşımları 5 saat den 200 saate kadar mekaniksel alaşımlama işlemine tabi tutmuşlar ve 5 saatlik mekaniksel alaşımlama sonucu Al, Fe, Ni ve Al₂Ce gibi kristal fazlar gözlemişlerdir. 70 ve 150 saatlik

mekaniksel alařımlama iřlemi sonucu ise nanokristal fazlar gzlenirken, 200 saatlik mekaniksel alařımlama sonucu ise tamamen amorf fazlar gzlenmiřtir. Bu řekilde elde edilen amorf alařımların kristalleřme mekanizması ve aktivasyon enerjileri DSC ile incelenmiřtir (Y. Outang ve ark., 2008). H. Chen ve arkadařları $Al_{90-x}Fe_5Ni_5Ce_5$ alařım serisini mekaniksel alařımlama tekniđi ile retmiř ve amorf alařımının oluřumunu, alařımı oluřturan elementlere bađlı olarak incelemiřtir. Bu alıřmada amorf alařımın oluřmasının, alařımı oluřturan elementlerin oranına bađlı olduđu belirtilmiřtir (H.Chen ve ark., 2008).

Yapılan alıřmaların sonucu olarak hızlı katılařtırma teknikleri ile retilen Al-esaslı alařımların korozyon direnci, kolay řekillenme, yeniden kullanım ve mekanik zellikler bakımından stn zelliklere sahip olduđu anlařılmıřtır. Bununla birlikte yksek performanslı malzemelere olan talebin artıřı, retilen alařımların en iyi zelliklere sahip olması konusunda teřvik edici bir unsur olmuřtur.

2. KATI MALZEMELERİN SINIFLANDIRILMASI

2.1 Kristaller

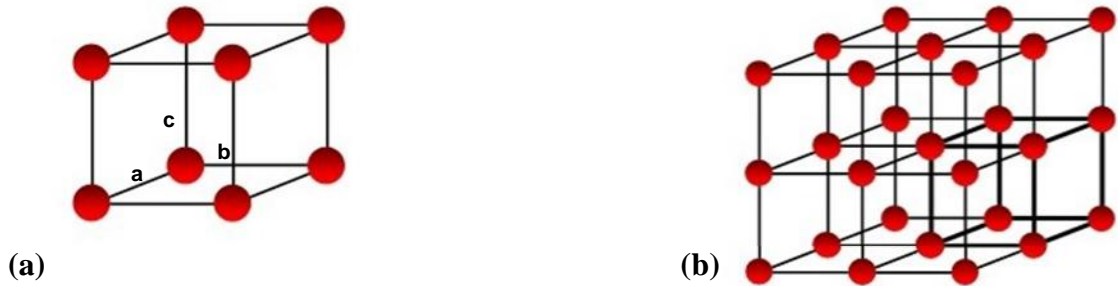
Doğada bulunan katı malzemeler genellikle kristal yapıdadır. Kristaller, atomik ve moleküler yapıları aynı olan, uzayda periyodik ve düzenli olarak sıralanmış yapılardır. Bu kristallere ayrıca ideal kristal de denir. Fakat doğada ideal, başka bir deyişle kusursuz bir kristal bulunmaz ve laboratuvar ortamında da elde edilemez. Ancak bazı durumlarda ideal olarak kabul edilir (Atalay 1996; Avar 2007). İdeal kristal aynı atomların uzayda periyodik bir şekilde tekrarı sonucu oluşur ancak inorganik malzemelerde kristal yapı birden fazla atomdan oluşabilir. Yapısı ne olursa olsun her kristal bir örgüyle ifade edilir. Örgü; atomların yerlerinin bir geometrik nokta ile ifade edilmesinin bir sonucudur. Örgünün bütün noktalarına atom grubu bağlanırsa bu atom grubuna ‘temel’ denir. Temelin tekrarlanmasıyla da kristal yapı oluşur. Kristal yapıda simetri özelliği vardır. Ancak gazlarda ve sıvılarda bu özelliğe rastlanmaz, bunlar buldukları kabın şeklini alır, atomik dağılımları rastgeledir diğer taraftan atomik dağılımı rastgele olan bir madde katı haldeyse bu madde amorf olarak da adlandırılır (Chirstman 1988; Okumuş 2006).

İdeal kristal **a,b,c** gibi aynı düzlemde olmayan üç temel öteleme vektörü tarafından belirlenir. Bir kristali kendisine paralel olarak,

$$r_{uvw} = ua + vb + wc \quad (2.1)$$

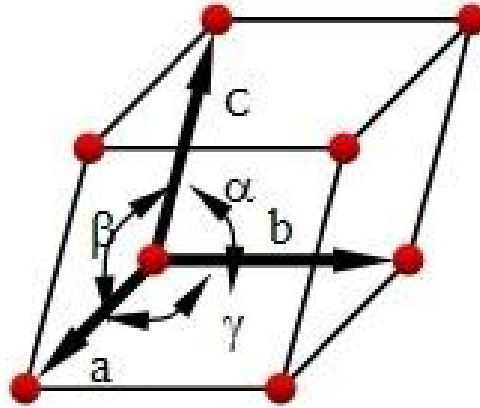
kadar kaydırma işlemine öteleme (translasyon) adı verilir, burada **a**, **b** ve **c** kristalin referans eksenlerini oluşturan vektör; u,v,w ise keyfi seçilmiş tam sayılardır.

Kristal yapının kübik yapıdaki birim hücresi Şekil 2.1.a da görülmektedir. Bu birim hücre ile oluşan kristal kafes ise şekil 2.1.b de görülmektedir.



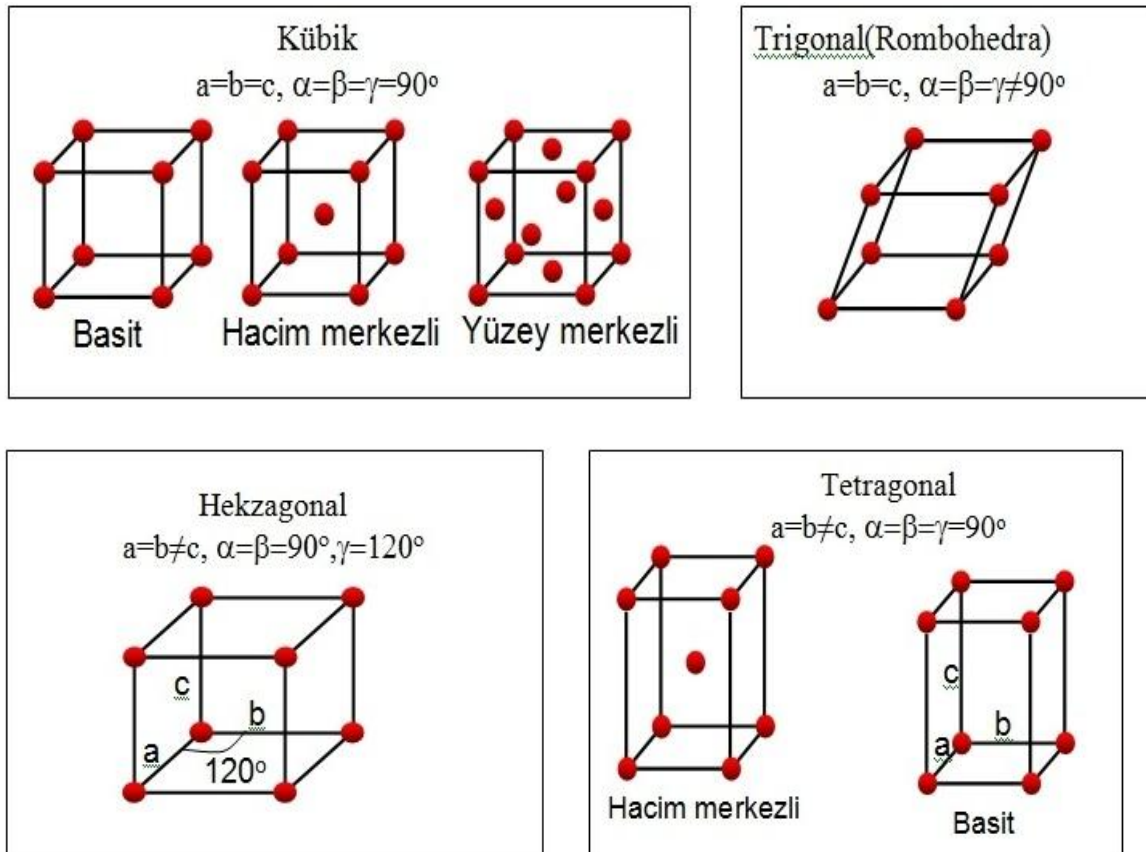
Şekil 2.1 (a) Birim hücre (kübik yapıda), (b) Kristal kafes (internet 1)

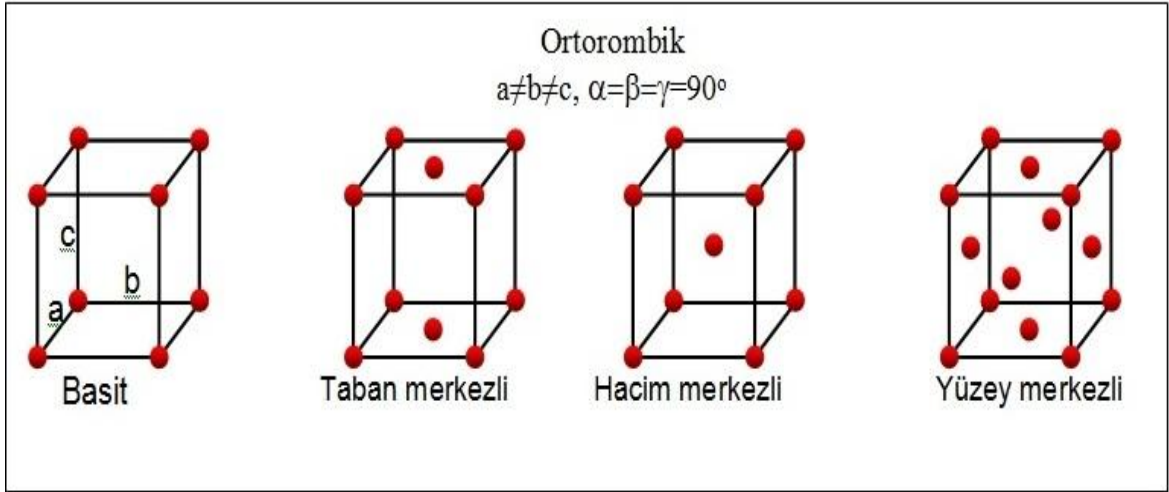
Bir kristali tanımlamak için 6 adet parametre gereklidir, bu parametreler Şekil 2.2 de gösterilmektedir. Bu 6 parametre α , β , ve γ ile tanımlanan düzlemler arası açılar ve a , b ve c ile tanımlanan birim hücrelerin kenar uzunluklarıdır.



Şekil 2.2 Bir kristali tanımlamak için kullanılan parametreler (internet 1)

Şekil 2.2 de gösterilen a , b ve c vektörlerinin uzunlukları ile aralarında ki açılar belirli bir kristale ait özellikleri ortaya koyar. Buda birbirinden farklı 14 örgü türünün ortaya çıkmasına neden olur. Bu 14 farklı örgü de Bravis örgüleri olarak adlandırılır. Bravis örgüleri şematik olarak Şekil 2.3 de gösterilmiştir.





Şekil 2.3. Bravis Örgülerinin Şematik Gösterimi (internet 1)

2.1.1 Miller indisleri

Her hangi bir başlangıç noktası gösterilmeden, kristal içindeki yüzeyleri veya düzlemleri belirten gösterim şekline Miller indisleri denmektedir. Miller indisleri, düzlemlerin üç kristal eksenine ile kesişme noktaları tespit edilerek bulunur ve kesişme noktalarının yeri, birim hücrenin kullanılan eksen için belirli olan uzunluğu indisle çarpılarak bulunur.

Kristalde, işlemleri kolaylaştırmak için, doğrultuları ve düzlemleri belirtmek üzere bazı özel ifadeler kullanılır. Kristalde seçilen bir başlangıç noktasından, bir uvw noktasına kadar olan doğrultu $[u,v,w]$ olarak ifade edilir. Bu şekilde elde edilen ifadeler kristal düzlemdeki doğrultuları belirler. Kolaylık olması açısından da en küçük tam sayılar kullanılır. Mesela; $[2,2,0]$ doğrultusunu belirleyen çizgi $[1,1,0]$ dan da geçer ve $2,2,0$ yerine $1,1,0$ tam sayıları kullanılır. Negatif bölgede ki indislerde üzerlerine çizgi çekilerek belirtilir. Kristallerdeki simetri özelliğinden dolayı pek çok doğrultu birbirine özdeştir. Bu özdeş doğrultuların takımı da $\langle uvw \rangle$ ile gösterilir (internet 2).

2.1.1.1 Bragg kanunu

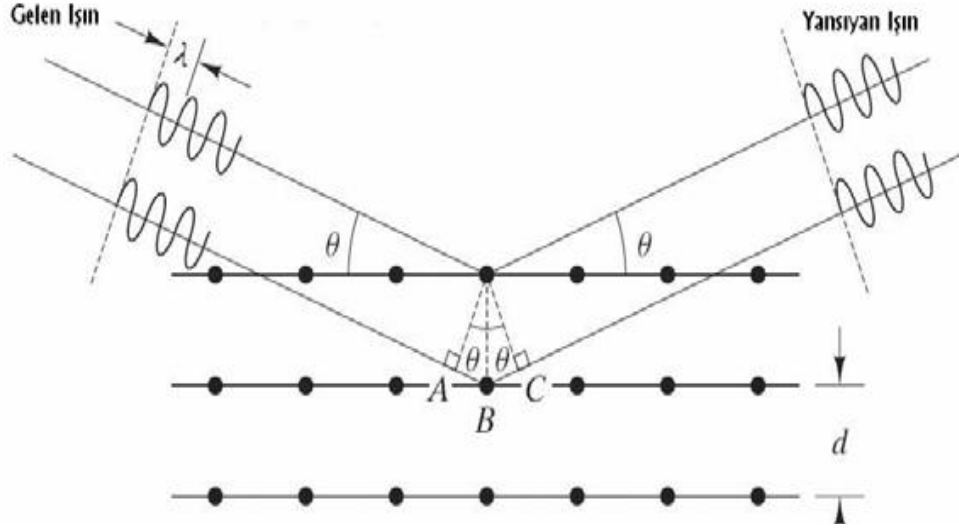
Kristallerde kırınım olayı Bragg kanunu ile fiziksel bir model oluşturur. Bir birine paralel olan atomik düzlemlere tek dalga boyu X-ışınları gönderildiğinde ışınlar yansımaya uğrar. Gelen ışınla yansıyan ışın arasındaki yol farkı;

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (n= 0,2,3\dots) \quad (2.2)$$

şeklinde olur. Burada; n :tamsayı , λ : düzleme gönderilen ışığın dalga boyu, d :kristal

düzlemleri arasındaki uzaklık, θ :gelen ışınla düzlem arasındaki açıdır.

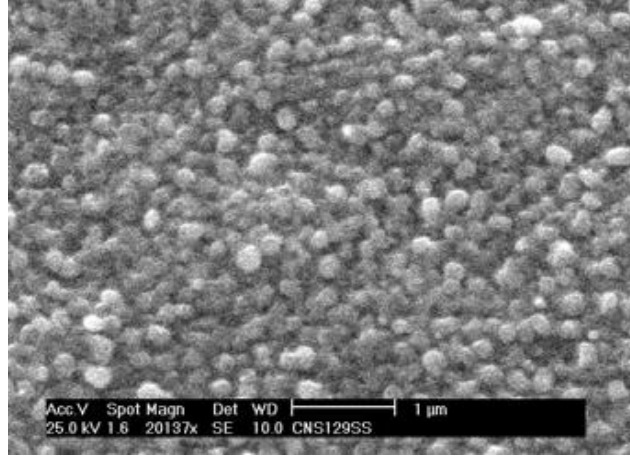
Bu ilişkiye Bragg Kanunu denir (internet 3). Bragg kanunu incelenen malzemenin yapısını tespit etmek için kullanılır. Bir kristale gelen ışınların kırınım olayının şematik görünümü Şekil 2.4 de gösterilmektedir.



Şekil2.4 Bragg yasasının şematik görünümü

2.2.Nanokristallar

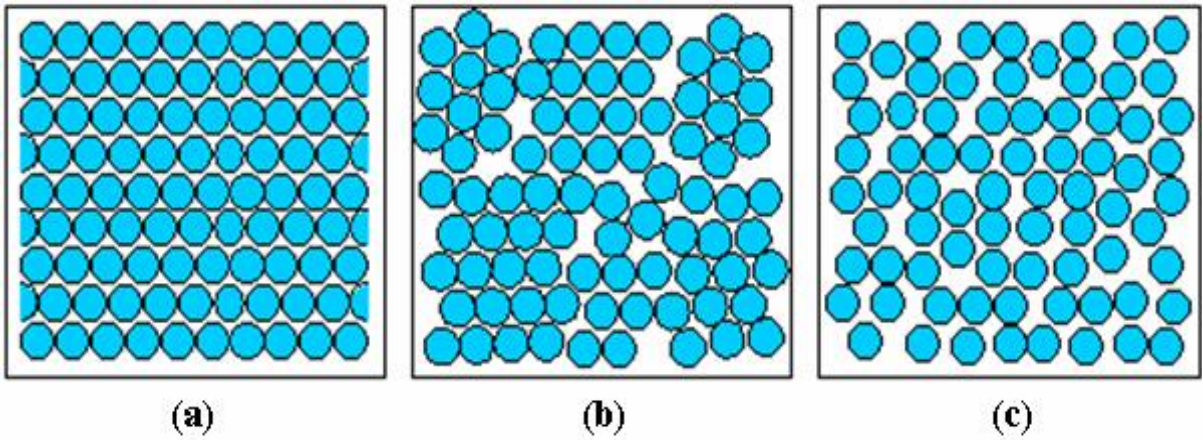
Nanokristal yapıdaki malzemeler katı malzemelerin diğer bir grubunu oluşturur. Nano yapılı malzemeler son yıllarda oldukça önem kazanmış ve birçok alanda yoğun olarak kullanılmaya başlanmıştır. Nanokristal yapılar tane boyutu 1-100nm arasında olan yapılardır. Nanokristal bir yapının elektron mikroskopta (SEM) çekilmiş fotoğrafı Şekil 2.5 de gösterilmektedir. Nanokristal yapılar nano boyutta kristal ve amorf fazlar içerebilirler. Nano yapılı fazların malzeme boyunca homojen dağılması, malzemenin özellikleri önemli ölçüde değişmektedir. Malzeme içerisine homojen olarak dağılan nano boyutlu parçacıklar, malzemeye uygulanan zora karşı malzemenin direncini önemli ölçüde artırır. Nanokristal alaşımların başka bir özelliği de hidrojen depolama yeteneğidir. Bu yapılar kendi öz yapılarını bozmadan hidrojen depolama ve serbest bırakma özelliğine sahiptir. Gelecekte bir yakıt olarak kullanılması düşünülen hidrojenin malzemelerde depolanması ve kullanılabilirliğinin araştırılması son yıllarda hız kazanmıştır. Ayrıca nanokristal malzemelerde yüksek sertlik ve akma mukavemet değerleri saptanmıştır (Karteri, 2010).



Şekil 2.5. Nanokristal yapıdaki Ni-Cr toz alaşımının elektron mikroskop (SEM) fotoğrafı (internet 4)

2.3. Amorf Alaşımlar

Amorf, kelime anlamı olarak “şekilsiz” demektir. Bu özellikleriyle de amorf alaşımlar kristallerdeki simetriye sahip değildir, yani amorf yapıyı oluşturan atomlar düzensiz ve rastgele yerleşim göstermektedir ve dolayısıyla bu malzemelerde tane sınırları (grain boundaries) yoktur. Bununla birlikte uzun öteleme simetrisine de sahip değildirler. Amorf yapıdaki alaşımların şematik görünümü Şekil 2.6.a da verilmiştir. Katı yapının diğer bir şekli de, polikristallerdir. Polikristaller Şekil 2.6.b de görüldüğü gibi, bölgesel olarak kristal yapıya sahiptirler ama bir bütün olarak bakıldığında tek kristal (Şekil 2.6.c) değildirler.



Şekil 2.6 (a) Amorf yapı, (b) Polikristal ve (c) Tek kristal

Amorf katılar, kristallerin sahip olduğu düzeni ve ötelemeyi göstermediğinden difraksiyon spektrumlarında keskin pikler göstermez. Bu alaşımların birçok özellikleri,

kristal yapıdaki alaşımlardan çok daha iyidir. Yüksek mukavemet, korozyona karşı dirençleri ve hafif olmaları bakımından otomotiv ve uçak sanayinde, iletkenlik, ısı kaybının az olması ve yüksek manyetik özellikleri bakımından elektrik ve elektronik sanayinde kullanılmaktadır. Amorf alaşımlar; özellikle manyetik özelliği bakımından, başta güç dağıtım trafoları olmak üzere teyp, video ve kayıt sistemlerinin manyetik okuyucu yapımında kullanılmasıyla teknolojinin birçok alanında bu malzemeye ihtiyaç olmuştur (Bhatti, 1989; Göğebakan, 1998; Avar, 2007).

2.3.1. Amorf Alaşımların Isısal Özellikleri

Amorf alaşımlar ısısal işleme tabi tutulduklarında kararsız olan durumlarından daha kararlı olan kristal yapıya dönüşme eğilimindedir. Amorf alaşımların kristalleşme mekanizması Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) cihazı kullanılarak incelenebilmektedir. Amorf alaşımların kristalleşmesi süresinde ekzotermik ve endotermik pikler gözlenir. Alaşımlarda DSC ölçümü sonucu gözlenen her bir pik bir faz dönüşümünü ifade eder. Bu gözlenen piklerin hangi faz dönüşümünü ifade ettiğini anlamak için X- ışını Difraksiyonu (XRD) ve Geçirimli Elektron Mikroskopunda (TEM) cihazlarında incelenir. Bir faz dönüşümü için gerekli sıcaklık ve gerekli zamanın bilinmesi, fazın hangi yapıya ait olduğunu anlamak bakımından önemlidir. Amorf alaşımların termal özelliklerini üç parametre belirler. Bunlar kristalleşme sıcaklığı (T_x), camsı geçiş sıcaklığı (T_g) ve Aktivasyon enerjisi (E_a)'dır.

Amorf fazın ilk kristal faza dönüş sıcaklığına kristalleşme sıcaklığı (T_x) denir. Isısal veya faz kararlılığı yüksek olan alaşımların kristalleşme sıcaklıkları yüksektir. Amorf alaşımların karakteristik ısısal özelliklerinden biride bu alaşımların camsı geçiş sıcaklığı göstermesidir. Ancak her amorf alaşımda camsı geçiş sıcaklığı görülmeyebilir. Camsı geçiş sıcaklığı, kristalleşme sıcaklığından önce endotermik bir etki (şiddeti az olan endotermik bir pik) olarak gözlenir. Kristalleşme sıcaklığı T_x ile camsı geçiş sıcaklığı T_g arasındaki bölge,

$$\Delta T_x = T_x - T_g, \quad (2.3)$$

aşırı soğutulmuş sıvı bölge olarak adlandırılır. Aşırı soğutulmuş sıvı bölgeye sahip alaşımlar daha kolay olarak amorf yapıda elde edilebilmektedir. Bununla birlikte aşırı soğutulmuş sıvı bölge genişliği, bu tür alaşımları düşük sıcaklıklarda ısısal işleme tabi tutarak şekil verilebilme imkânı sağlamaktadır. Bir fazın aktivasyon enerjisi, o fazın sıcaklığa karşı duyarlılığının bir ölçüsüdür. Aktivasyon enerjisi hesaplamak için birçok

metot vardır bunlar içinde en çok kullanılanları Kissinger (Kissinger, 1957) ve Ozawa (Ozawa, 1970) metotlarıdır. Kissinger ve Ozawa metotlarıyla aktivasyon enerjisi hesaplamak için Kissinger ve Ozawa denklemleri kullanılır. Bu denklemler sırasıyla;

$$\ln(T^2 / \beta) = E_a / RT + A \quad (2.4)$$

$$\log(\beta) = -0,4567(E_a / RT) + B \quad (2.5)$$

şeklindedir. Burada T; DSC ölçümünde elde edilen piklerin sıcaklıkları, β ; DSC ölçümü yapılırken kullanılan ısıtma oranı, E_a aktivasyon enerjisi, R gaz sabiti ve A ve B ise sabitlerdir (Okumuş, 2006).

2.3.2. Amorf Alaşımların Mekanik Özellikleri

Herhangi bir malzemenin mekaniksel davranışı, o malzemeye uygulanan kuvvete karşı malzemenin gösterdiği tepkidir. Herhangi bir katı malzemeye bir basınç veya gerilim uygulandığında malzeme deformasyona uğrar. Deformasyon elastik ve plastik olmak üzere ikiye ayrılır. Malzemeye uygulanan kuvvet çekme ise malzemenin boyunda bir uzama meydana gelirken bu kuvvet basınç ise malzemenin boyunda kısalma meydana gelir. Uygulanan kuvvet kaldırıldığında malzeme eski haline geliyorsa elastik eski haline geri dönmüyorsa plastik deformasyona uğramıştır. Elastik deformasyon genelde metallere üretilen katılarda, plastik deformasyon ise polimer malzemelerde meydana gelir. Bazı durumlarda her iki deformasyonda meydana gelebilir. Bu durum öncelikle elastik deformasyon sonra plastik deformasyon şeklinde olur. Elastik şekil değiştirmeye karşı direnç malzemenin Young modülü olarak bilinir. Malzemenin mekaniksel özellikleri incelemek için birçok yöntem vardır bunlardan biri de çekme-kopma deneyidir. Bu deney malzemeye uygulanan gerilme ile şekil değiştirme arasında ki bağlantıyı bulmada kullanılır. Herhangi bir malzemeye çekme-kopma deneyinin uygulanabilmesi için malzemenin geometrik yapısı düzgün ve malzemenin homojen olması gerekir. Bu deney numunenin eksenleri doğrultusunda uygulanan eksensel çekme kuvveti altında uğrayacakları şekil değiştirmenin incelenmesi şeklinde yapılır. Numunenin yüksüz haldeki kesit alanı A_0 ile yine yüksüz halde numune üzerine işaretlenmiş belirli bir uzunluğu 10 ile gösterilir. Numune yavaş yavaş artan P eksensel kuvveti ile yüklendiği zaman, 10 boyuda artarak 1 değerini alır. Deneyde her P kuvvetine karşılık gelen 1 boyu ölçülüp;

$$S = P/A_0 \quad : \text{ Gerilme oranı} \quad (2.6)$$

$$E = (1-10)/10 \quad : \text{ Uzama oranı} \quad (2.7)$$

şeklinde tanımlanan gerilme ve uzama oranları hesaplanır ve bu değerlerle $s-e$ eksen takımında bir eğri çizilir. Bu eğriye gerilme-şekil değiştirme diyagramı adı verilir. Bu diyagram her malzemenin kendine özgüdür. Bu nedenle gerilme-şekil değiştirme diyagramı bize, ait olduğu malzeme hakkında birçok bilgi verir.

Amorf alaşımların mekanik özellikleri kullanılan malzemenin mükemmeliyeti ile sınırlıdır ve karakteristiktir. Amorf alaşımların yüzeylerinde bulunan yabancı maddeler, malzemenin tel veya şerit olarak kullanımında kırılma tokluğu ve yorulma özelliklerini kötü yönde etki etmektedir. Amorf alaşımlar yüksek yumuşaklığa, yüksek süper plastikliğe sahip bulunmaktadır. Ayrıca amorf alaşımların özellikleri arasında şekil verilebilme, elektrik iletkenlikleri de vardır. Yüksek korozyon dayanımı ve kırılma mukavemeti amorf alaşımların klasik kristal malzemelere göre tercih edilmesini sağlamıştır. Amorf malzemelerde mukavemet özellikleri kristalleşme sıcaklıklarının altında meydana gelmektedir. Amorf malzemeler deformasyon ile sertleştirilmediklerinden kopma mukavemetleri akma mukavemetine eşit veya biraz daha düşük bir değerde olmalıdır. Yüksek akma gerilmesi metaloit miktarı azaldıkça daha artmaktadır. Amorf teller ve levhalarda görülen çekme hasarları yoğun plastik kesme gerilmeleri altında ortaya çıkmaktadır. Tokluk bakımından çeliklerle mukayese edildiğinde yüksek akmaya karşı düşük düzlemsel deformasyon kırılma tokluğu gösteren amorf alaşımlar, ticari çeliklerden daha üstün özelliklere sahiptir. Amorf alaşımlara çekme uygulandığında ince şerit halinde olanlar deformasyon sonucu yırtılma gösterirler. Akma mukavemeti ve sertlikleri de çok yüksektir. Bu sayede aşınmaya son derece dayanıklıdır.

2.3.3. Amorf Alaşımların Manyetik Özellikleri

Amorf alaşımların manyetik özellikleri de kristallerinkinden farklıdır. Bunun sebebi de elektronik band yapısının kısa mesafeli atomik düzenden etkilenmesidir. Amorf alaşımların atomik yapısındaki düzensizlik ferromanyetizme sahip olamayacağı düşüncesine neden olmuş ancak daha sonra bunun doğru olmadığı kanıtlanmıştır. Temelde ferromanyetizm, komşu atomlar arasında karşılıklı değişim etkileşmelerinin sebebidir ve bu yüzden atomların dağılımında kuvvetli bir periyodiklik zorunlu değildir buda ferromanyetizmin sadece kısa mesafeli düzenlenişe ihtiyacı olduğunu gösterir.

Amorf alařımların temel manyetik zellikleri; manyetik moment gibi deęişen etkileşimleri ve manyetik uyarımlarıdır. Amorf alařımları nemli kılan zelliklerinden bir bařkası da yumuřak ferromanyetik zellięe sahip olmasıdır. İdeal yumuřak malzeme, dřuk manyetik koersivite (H_c)' ye yksek kalıcı mıknatıslanma (M_r)' ye, dřuk histerisis kayıplara sahip olurken yksek manyetik geirgenlik (μ) deęerlerine de sahip olmalıdır. Amorf alařımın bu avantajları homojen yapısının bir sonucudur. Bu yapıda tane sınırının ve dięer yapı kusurlarının olmaması, domen yapılarındaki bozuklukların azalmasını saęlar. Ferromanyetik ve paramanyetiklik faz sınırı olarak bilinen Curie sıcaklıęının (T_c) stnde ferromanyetik malzemede termal titreşimler daha etkilidir. Mıknatıslanma sırasında enerji kayıplarının tersinir olması, elektrik santrallerinin eřitli uygulamalarında metalik cam kullanılmasının temel sebeplerindedir.

2.3.4. Amorf Alařımların Elektriksel zellikleri

Amorf alařımların yapısı, elektriksel zdirencinin byklę, zdirencin sıcaklık katsayısı sıvı metaller ile benzerlik gsterir. Amorf alařımların biroęu geiř metalleri ierdięinden sıvı kristal teorisi amorf alařımların elektriksel zdirencinin anlaşılmasını saęlamaktadır. Yani, genel olarak amorf alařımların elektriksel direnlerinin sıcaklıęa baęlı deęiřimi katılardan ok sıvı metallerinkine benzemektedir. Amorf alařımların iletkenlięi kristal yapılı metal ve alařımlara gre daha dřktr. Oda sıcaklıęında amorf alařımların elektrik direnleri 100'den 300 $\mu\Omega\text{-cm}$ ' ye kadar belirgin biimde kristal haldeki aynı kompozisyondakine gre 2–3 katıdır. Kristal metallerde olduęu gibi amorf metallerde de azalan sıcaklıkla diren azalır, ama olduka dřk sıcaklıkta dirente farklı bir minimuma ulařıncaya kadar nispeten dřk sıcaklık katsayısıyla dřer.

ok sayıda amorf alařımların 1,5 ile 9 K arasında kritik sıcaklık, ferromanyetik ve paramanyetiklik faz sınırı olarak bilinen Curie sıcaklıęının (T_c) altında sper iletkenlik gsterdięi grlr. Amorf alařımlarda sper iletkenlięin geliřmesi radyasyona karřı direncinin geliřtirmesi bakımından nemlidir (Jones, 1982; Okumuř 2006).

2.3.5. Faz Dnřmleri

Malzemeler zerinde homojen sınırlarla ayrılmıř ve zellikleri birbirinden farklı olan blgelere faz denir. Fakat řartlar deęiřirse bu denge bozulur ve atomlar bařka bir denge konumuna geer ve yeni bir faz oluřumu meydana gelir. Malzemedeki basın, kimyasal bileřim ve sıcaklıktaki herhangi bir deęiřim faz dnřmnn nedeni olabilmektedir (Abbaschian, 1992). Malzeme iindeki sıcaklık deęiřimleri, faz

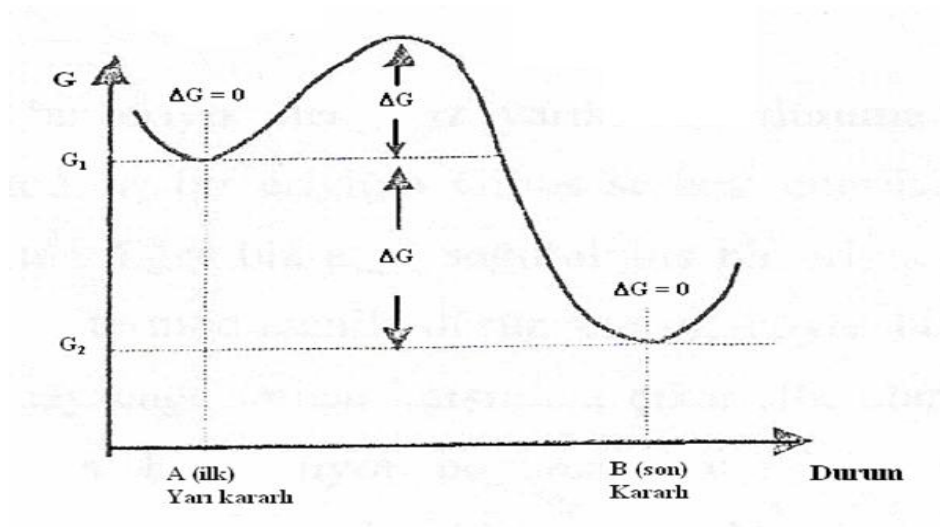
dönüşümünün en önemli nedenidir. Katı fazların Gibbs serbest enerjisi (G_k) ve sıvı fazların Gibbs serbest enerjisi (G_s), fazlar dengede olduğu durumda birbirine eşittir. Denklem 2.8 de görüldüğü gibi,

$$\Delta G = G_s - G_k = 0 \quad (2.8)$$

şeklinde olup farkları sıfırdır. Buda Şekil 2.7 deki B durumu yani,

$$\Delta G = 0 \quad (2.9)$$

olduğunda, sistemin en düşük Gibbs serbest enerjisine sahip olma halini yani kararlı (B) denge durumunu göstermektedir. Yarı kararlı (A) durumunda ise serbest enerji bölgesel olarak minimumken, sistemin Gibbs serbest enerjisi mümkün olabilecek minimum değere sahip değildir. Böyle durumlar yarı kararlı denge durumu olarak adlandırılır. $\Delta G \neq 0$ olduğu durumlara da kararsız durumlar denir. Faz dönüşümü meydana gelebilmesi için, sistemin başlangıç durumunun, son durumuna göre daha az kararlı olması gerekir. Yani sistemin son durumunun Gibbs serbest enerjisine G_2 dersek, başlangıç durumu Gibbs serbest enerjisine de G_1 dersek, G_2 'nin G_1 'den küçük olması gerekir.



Şekil 2.7. Bir sistemin yarı kararlı denge durumundan kararlı denge durumuna geçişi

Isıtma ve soğutma süreçleri çok yavaş olarak gerçekleştirilirse, denge sıcaklığına yakın sıcaklıkta faz dönüşümü gerçekleştirilir. Sıvı-katı faz dönüşümünün başlaması ve devam etmesi için;

$$\Delta G = G_2 - G_1 < 0 \quad (2.10)$$

olmak zorundadır. Bunun anlamı şudur: Sıvı fazdan katı faza geçen atomların sayısı, katı fazdan sıvı faza geçen atomların sayısından büyüktür. Burada sistemin yarı kararlı denge durumundan kararlı denge durumuna geçişi sırasında ilk Gibbs serbest enerjisi G_1 son Gibbs serbest enerjisi G_2 'dir. Faz dönüşümünde dönüşümü etkileyen iki engel vardır. Bunlardan birincisi bileşim değişimlerinde ileri gelen atomların yeniden düzenlenmesinden, kristal yapı farklılıklarından veya her ikisinden ileri gelmektedir (Abbaschian, 1992). Dönüşüm hızını etkileyen ikinci engel kritik yarıçapın değerinden daha küçük olan parçacıkların çekirdeklenme sürecindeki çarpışmalarıdır. İkinci engel katı-sıvı faz dönüşümü üzerinde daha çok etkindir. Buna sebebiyet veren etken ise sıvı faza ait serbest enerjideki bölgesel artıştır (Pater ve Easterling, 1980; Okumuş 2006).

Sıvı metalin kristal ya da camsı yapılardan hangisini seçeceğini belirleyen aşama, sıvıdan katıya dönüşümün olduğu aşamadır. Kristalleşmenin önlenmesi için ısının, sıvıdan süratle alınması gerekir. Eğer eriyik çekirdekleşme olmaksızın camsı geçiş sıcaklığına kadar aşırı soğutulabilirse amorf yapı elde edilir. Yarı kararlı kristal fazları ise eriyiğin camsı geçiş sıcaklığına kadar aşırı soğutulmadığı durumlarda ortaya çıkar. Bu durumda oluşan yapı kristal olmasına rağmen yarı kararlıdır (Okumuş,2006).

3. KATI LAŞMA AŞAMALARI

Genellikle tüm metal ve alaşımları, bazı seramik ve polimer malzemeler üretimlerinin bir aşamasında sıvıdır. Sıvı, katılaşma sıcaklığının altına soğutulduğunda katılaşır. Katılaşma sırasında elde edilen yapının mekanik özelliklerinde farklılıklar gözlenir, bunun yanı sıra istenilen özellikleri elde edebilmek için başka işlemlere de ihtiyaç duyulabilir. Özellikle katılaşacak alaşımın tane boyutu ve mikroskobik yapısı katılaşma ile kontrol edilebilir.

Katı bir malzemenin atomları sıfır Kelvin sıcaklıkta kristal kafesleri içerisinde hareket etmeden dururlar. Isı verilmesiyle ortalama yerlerini değiştirmeyecek şekilde salınma hareketi yapmaya başlarlar. Bu salınma sonucu bu iki atom arasında ki mesafe arttıkça aralarında ki çekim gücünde de artma gözlenir. Bunun tersi durumda yani atomların birbirine yaklaşması söz konusu olduğunda itme kuvveti oluşur. Salınım arttıkça atomların uzaklığı denge durumundakine göre büyür ve kafes sistemi genişler. Isı verildikçe, verilen bu ısı hareket enerjisine dönüşür dolayısıyla bu durum hem sıcaklığın yükselmesine hem de hacimsel büyümeye neden olur. Erime başladığında sıcaklık bir süre yükselme göstermez, verilen ısı daha çok atomların düzenli kafes durumundan, düzensiz olan sıvı faz durumuna geçmek için kullanılır. Yani atomlar düzenli salınım hareketi yerine belirsiz atom hareketinin görüldüğü bir duruma geçmiş olur. Erime sırasında harcanan ısıya erime ısısı denir. Bu ısıya malzeme içerisinde bir sıcaklık yükselmesine neden olmadığı için dönüşüm ısısı ya da gizli ısıda denilmektedir.

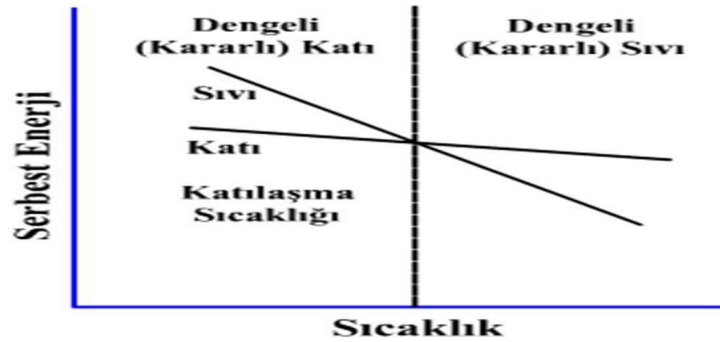
Bir eksen üzerinde özgül hacim, sıcaklığa bağlı olarak incelenecek olursa, erime sıcaklığında malzemenin hacminde şiddetli bir büyüme olduğu görülür. Erime ve katılaşma durumunda, dönüşüm sıcaklıklarında sıcaklık - zaman eğrileri (ısı eğrileri) dönüşüm ısısı nedeniyle duraklama gösterir. Katılaşmada erimenin tersi bir davranış gözlenir. Katılaşma sıcaklığına ulaşıldığında atomlar tekrar eski konumlarına ve salınım gösteren düzenli kafes yapılarına geri dönerler. Katılaşma sırasında çıkan dönüşüm ısısına katılaşma ısısı denir. Erime sırasında gözlenen ısı eğrideki duraklama katılaşma esnasında da gözlenir. Katılaşma, tane çekirdekleri, çekirdekçik adı verilen çok küçük taneciklerden başlar. Tane büyümesi bu çekirdekler etrafında gerçekleşir. Sıvı metal içerisinde istenmeden önceden var olan ya da istenerek sıvıya katılan yabancı atom ve moleküller çekirdekçik görevi üstlenebilirler. Çok saf olan eriyiklerde bile çekirdekçik oluşumu vardır. Soğutma sırasında sıcaklık, katılaşma noktasına ne kadar yaklaşırsa ve atomların eriyik içerisindeki hızları ne

kadar azalır, bunlara bağlı olarak bazı atomlar kristal kafesi oluşturmak için grup olarak bir araya gelirler. Ancak bu atomların durumlarını koruyabilmeleri ve tane çekirdeklerine dönüşebilmeleri için sıvı ortamdan ısının çekilmesi ve ortamla çevre arasında sıcaklık gradyanının bulunması gerekir.

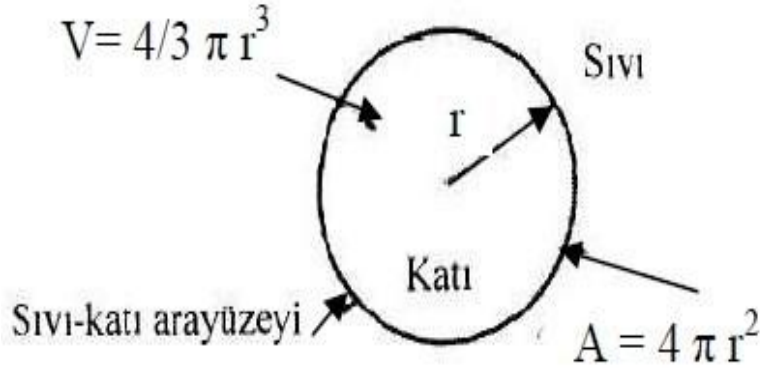
Tanelerin büyümesi sırasında yapıda bulunan ve kafese kabul edilmeyen yabancı elemanlar tane sınırlarına itilirler ve burada tane sınırı yapısını oluştururlar. Oluşan taneler birbirlerine temas edecek duruma gelinceye kadar büyürler. Bunların tane sınırları oldukça düzensizdir. Tanelerin özellikleri, tane sınırlarından ziyade onların atom dizilişlerine bağlıdır. Katılaşma olayı sırasında atomik diziliş, en düzenli kısa mesafeli düzenden uzun mesafeli düzene veya kristal yapıya kadar değişir. Katılaşma iki aşamadan oluşur. Bunlar; çekirdeklenme ve büyümedir.

3.1. Çekirdeklenme

Çekirdeklenme, küçük katı parçacıklarının sıvıdan embriyolaşması ile olur. Çekirdek kararlı haline gelmeden önce minimum kritik çapa erişmelidir. Katı, atomların sıvıdan oluşan çekirdeklere geçmeleri ile büyür ve bu şekildeki büyüme olayı sıvı bitene kadar sürer. Sıvı malzemenin katılaşma sıcaklığının altına soğutulduğu zaman katılaşması beklenir. Çünkü katının kristal yapısı ile ilgili enerjisi; sıvının enerjisinden daha azdır. Sıcaklık katılaşma noktasından daha da aşağıya düştüğünde, sürekli olarak büyüyen enerji farkından dolayı katı daha dengeli (kararlı) hale gelir. Bu durum Şekil 3.1 de gösterilmiştir. Katı ve sıvı arasındaki bu enerji fark serbest hacim enerjisidir. Katının oluşması için katı ile sıvıyı ayıran bir ara yüzeyin oluşturulması gerekmektedir bu yüzey Şekil 3.2 de şematik olarak gösterilmiştir. Böylelikle yüzey serbest enerjisi, ara yüzey enerjisi (σ) ile birleşmiş olur. Geniş yüzeyler, yüzey serbest enerjisinin artmasına sebep olur; büyük bir yüzey alanı daha büyük yüzey enerjisi demektir.



Şekil 3.1. Saf bir metal için, sıcaklığa karşı hacim serbest enerji değişimi (internet 5)

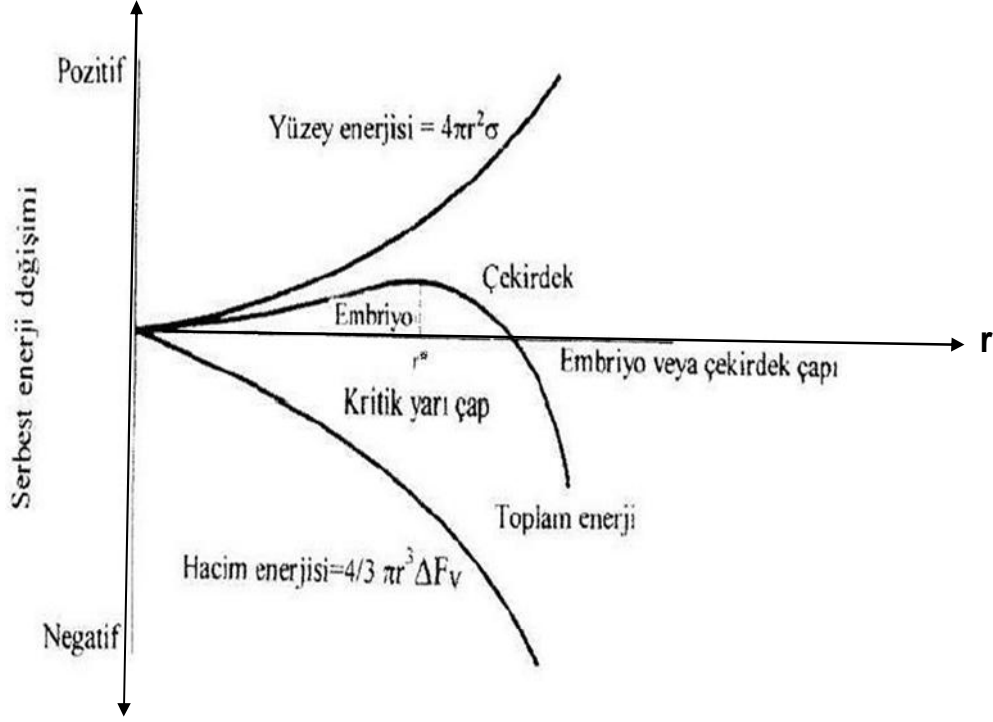


Şekil 3.2. Sıvı-katı ara yüzeyinin şematik gösterimi

Sıvı, katılma noktasına kadar soğutulduğunda, sıvı içerisindeki atomlar kümeleşerek katı malzeme benzeri küçük bir bölge oluştururlar. Bu küçük katı parçacıkları "embriyo" adı verilir. Embriyo oluştuğu sırada, toplam serbest enerji değişimi, hacim serbest enerjisinde azalma ve yüzey serbest enerjisinde ise bir artış gözlenir. Böylece toplam serbest enerji,

$$\Delta F = 4 / 3 \pi r^3 \Delta F_v + 4 \pi r^2 \sigma \text{ olur.} \quad (3.1)$$

Burada $4/3 \pi r^3$, yarıçapı r olan küresel embriyonun hacmidir. $4 \pi r^2$ küresel embriyonun yüzey alanıdır, σ serbest yüzey enerjisi ve ΔF_v negatif değişen hacim serbest enerjisidir. Serbest enerjideki değişiklik, embriyonun boyutuna bağlıdır. Embriyo çok küçük olduğu takdirde daha fazla büyümesi serbest enerjinin yükselmesine neden olacaktır. Ancak embriyo bu durumda tekrar erir ve serbest enerjinin azalmasını sağlar. Bu yüzden metal sıvı kalır. Sıvı, denge katılma sıcaklığının altında bulunduğundan dolayı soğumuş olacaktır. Gerçek sıvı sıcaklığı ile denge katılma sıcaklığı arasındaki fark alt soğumadır. Sıcaklık, denge katılma sıcaklığının altında olduğu halde çekirdeklenme henüz oluşmamıştır ve büyüme başlayamaz. Eğer, embriyo kritik çekirdek yarıçapından (r^*) büyükse, embriyonun boyutu arttığında toplam enerji azalır. Bu durumda oluşan katı kararludur ve çekirdeklenme böylece oluşur. Artık çekirdek olarak adlandırılan katı parçasının büyümesi başlar. Sistemin toplam serbest enerjisinin, katının boyutu ile değişiminin grafiği Şekil 3.3 de verilmiştir.



Şekil 3.3. Sistemin toplam serbest enerjisinin, çekirdeğin boyutu ile değişimi (internet 6)

Çekirdeklenme, sadece yeterli sayıdaki atom kendiliğinden katı üretmek için kümeleştiğinde ve bu katının çapı kritik çaptan büyük olduğunda oluşur. Bu durumda, kritik yarıçap, toplam serbest enerji değişim eğrisi üzerinde maksimum noktaya karşılık gelir. İki önemli çekirdeklenme tipi vardır. Bunlar;

- Homojen çekirdeklenme: yeni bir faz homojen (eş dağılımlı) olarak, mevcut faz içinde oluşur.
- Heterojen çekirdeklenme: yeni faz, mevcut faz içinde heterojen bölgelerde tercihli olarak oluşur.

3.1.1.Homojen Çekirdeklenme

Homojen çekirdeklenme Volmer-Weber tarafından 1925'de ileri sürülmüştür (internet 6). Homojen çekirdek oluşumu sıvının aşırı soğuması ile mümkün olur. Homojen çekirdeklerin oluşumunda ve bunu takip eden katılaşmada katı ve sıvı iki faz yer alır. Katılaşma sırasında ısı açığa çıkar ve katılaşmanın homojen bir şekilde tamamlanabilmesi için bu ısının uzaklaştırılması gerekir. Buradan katılaşma hızının, ısının uzaklaştırılması hızı ile orantılı olduğu şeklinde önemli bir gerçek ortaya çıkmaktadır. Isı az ise veya bloke edilmişse aşırı soğuma derecesi ΔT azalmaktadır. Soğuma hızları arttıkça aşırı soğuma derecesi artar. Sıvının sıcaklığı denge katılaşma sıcaklığının daha da altına

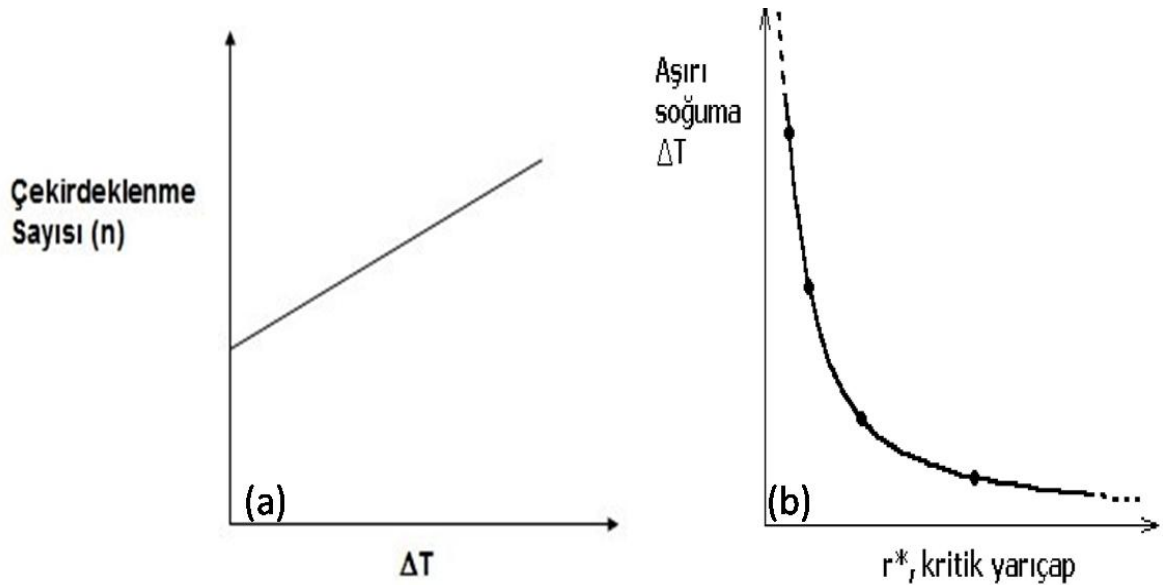
soğutulduğunda, büyük bir ihtimalle atomlar kümeleşerek, kritik yarıçaptan (r^*) daha büyük bir embriyo oluşturacaktır. Buna ilaveten büyük alt soğuma, embriyonun kritik boyutunu geçmesini sağlayacak kadar büyük olduğunda homojen çekirdeklenme olur.

Metallerin maksimum aşırı soğumasının belirlenmesi için heterojen bir çekirdek oluşumu engellenmiş olunmalıdır. Maksimum aşırı soğuma durumu maddenin karakteristik bir noktası olarak gösterilir. Metallerin erime noktaları ile maksimum aşırı soğumaları oranında yaklaşık lineer bir ilişki mevcuttur. İçinde çekirdek görevi yapabilecek parçacıklar (karbür, nitrür, oksit ve diğer katı bileşikler gibi) bulunmayan ideal ve homojen bir eriyikte kararlı çekirdeklenmeye ilişkin aktivasyon enerjisi, eriyiğin kendi enerji içeriğinden karşılanmalıdır. Bu nedenle homojen çekirdek oluşumu için bir ΔT ısı aşırı soğuması gereklidir. Yani eriyik katılaşmaya T_e erime sıcaklığında değil, daha düşük

$$T = T_e - \Delta T \quad (3.2)$$

sıcaklığında başlar.

ΔT ne kadar büyükse, r^* o denli küçüktür, yani aşırı soğuma ne kadar büyükse, gelişme yeteneğine sahip çekirdekler o oranda küçük olabilir (Şekil 3.4.a). Erime noktasında ΔT sıfıra gittiği için kritik yarıçap sonsuz büyüklükte olur. Bu durum Şekil 3.4.b de gösterilmiştir.



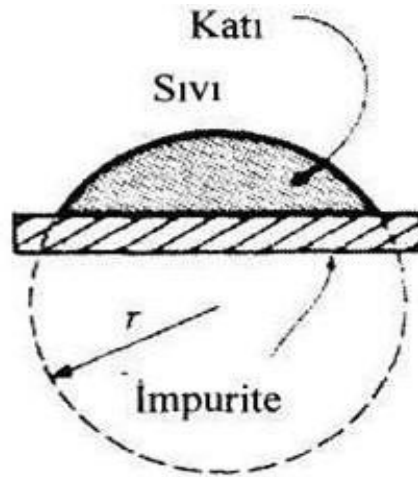
Şekil 3.4. (a) Bir sıvının aşırı soğumasına bağlı olarak çekirdeklenme sayısının ve (b) kritik yarıçapının değişimi

Dengeli erime sıcaklığı ile çekirdekleşmenin ilk başladığı sıcaklık arasındaki fark olan aşırı soğumanın maksimum olduğu noktada, çekirdekleşme hızı da maksimum seviyeye ulaşır. Çekirdekleşme hızı, çekirdek konsantrasyonuna ve çekirdeğe transfer edilen atomun hızına bağlıdır. Düşük aşırı soğumalarda çekirdek oluşumu için gerekli enerji bariyeri çok yüksek olduğundan, çekirdekleşme hızı da çok düşüktür. Aşırı soğuma arttıkça, çekirdekleşme hızı önce artar, sonra da azalır. Dengeli ergime sıcaklığının çok altında olan bu azalmanın sebebi, difüzyonun düşük sıcaklıkta azalmasıdır.

3.1.2. Heterojen çekirdeklenme

Sıvı metal içinde homojen çekirdeklenmeye alışılmamış laboratuvar deneyleri dışında rastlanmaz. Sıvı ile temas halinde bulunan kalıp duvarları, yabancı maddeler (impuritelere) veya katı parçacıkları, çekirdeklenme için uygun yüzey sağlayabilirler ve bunlara çekirdekleyici denir. İmpuritelere üzerindeki çekirdeklenmeye heterojen çekirdeklenme denir.

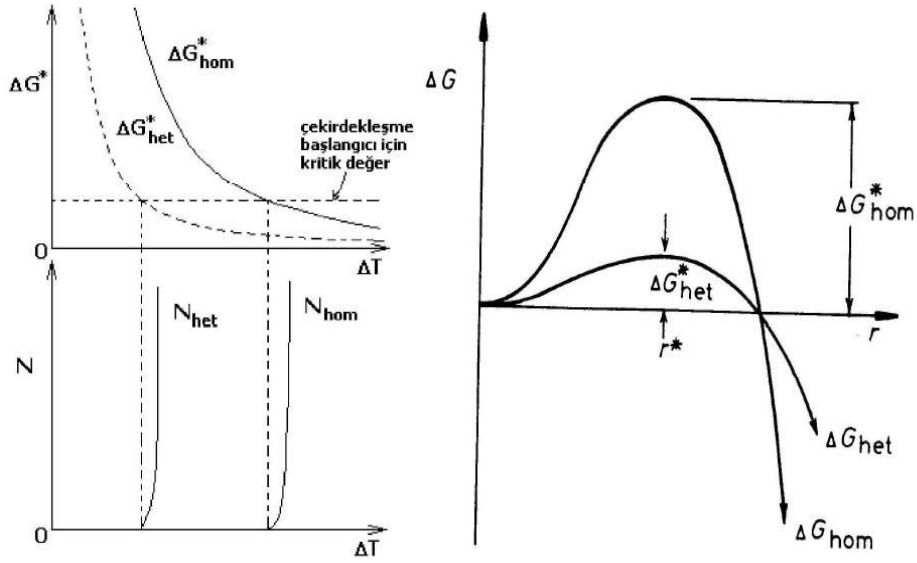
Heterojen çekirdeklenmenin meydana gelmesi için çekirdekleyici maddenin sıvı metalle ıslanması gerekir. Bununla birlikte sıvı, çekirdekleyicinin üzerinde kolaylıkla katılaşmalıdır, bu durum Şekil 3.5 de şematik olarak gösterilmiştir. Çekirdeklenmenin çekirdekleyici madde üzerinde meydana gelmesinin sebebi, bu durumda kararlı bir çekirdek oluşturabilmek için gerekli yüzey enerjisinin, homojen çekirdeklenmeden daha düşük olmasıdır.



Şekil 3.5. Heterojen çekirdeklenme oluşumunun şematik görünümü (internet 7)

Heterojen çekirdeklenmede yüzey enerjisi homojen çekirdeklenmeye göre daha düşüktür. Dolayısıyla kararlı bir çekirdek oluşturabilmek için gerekli toplam serbest enerji

değişimi ve çekirdeğin kritik yarıçapı da daha düşük olacaktır. Şekil 3.6 da şematik olarak heterojen çekirdeklenme için gerekli değerler gösterilmiştir. Heterojen çekirdeklenme için çok daha küçük alt soğumalar yeterli olacaktır. Sıvı - katı arasında yüzey alanındaki çok küçük artış ile kritik yarıçaptan daha büyük olan kavis yarıçapına ulaşılmaktadır. Bir katı parçası üretmek için birkaç atom birlikte kümeleşmek zorundadır ki, bu istenilen kavisin yarıçapıdır. Kritik boyuta ulaşmak için, gerekli alt soğuma daha azdır ve bu sebepten çekirdeklenme daha kolay meydana gelir.



Şekil 3.6. ΔG^* ve N (çekirdeklenme konsantrasyonu) ΔT ile değişimi (internet 6)

Sonuç olarak, aşırı soğumanın (ΔT) artmasıyla ΔG^* (çekirdekleşmenin oluşması için gerekli kritik alt soğuma) küçülür. Malzemenin homojen çekirdekleşmesi için heterojen çekirdekleşme olayı için gerekli olandan daha çok aşırı soğuma gerçekleşmesi gerekir. Pratikte her zaman minimum enerji harcamak istendiğinden dolayı bu durumda heterojen çekirdekleşme gerçekleşir. Çekirdekleşme hızı ne kadar küçük olursa, heterojen çekirdekleşme gerçekleşmesi olayı o kadar çok beklenir. Çekirdekleşme hızı, küçük aşırı soğumalarda yavaşken, aşırı soğuma arttıkça çekirdekleşme hızı yükselir ve maksimum noktaya erişir. Bu olaydan sonra çekirdekleşme hızı sabitlenir ve çekirdek oluşumu başlamış olur. Bu duruma kadar çekirdekleşme hızına E_a (çekirdekleşme için aktivasyon enerjisi) hâkim iken, belirli bir aşırı soğumadan sonra ΔG_A (difüzyon için gerekli aktivasyon enerjisi) etkin hale gelir. Eğer malzeme çekirdekleşme meydana gelmeden soğutulursa, sıvı çekirdekleşmeden katılaşır. Böylelikle camsı yapı oluşur ve buna 'metalik cam' veya amorf alaşım denir.

3.2. Büyüme

Metallerde katılaşma olayı meydana geldiğinde, katı çekirdekler oluşuktan sonra, oluşan çekirdek büyüyerek bir kristal haline dönüşür. Bu olayın sonucunda oluşan kristalde atomlar düzenli bir şekilde dizilmekte, fakat her bir kristalin yönelmesi farklı olmaktadır. Katılaşma olayı bittikten sonra, farklı yönelen bu kristaller birbirleriyle bitişerek yönelmenin birkaç atom boyunca değiştiği tane sınırlarını oluştururlar. Tane sınırları katılaşmış metaldeki kristal taneler arasındaki yüzeylerde oluşur. Büyüme sırasında ilk olarak katı çekirdek oluşur. Büyüme sıvı içerisindeki atomların katı çekirdek yüzeyine difüz ederek tutunmasıyla oluşur. Katılaşma sırasında büyüme saf metallerde, ısının sıvı-katı sisteminden nasıl uzaklaştırıldığıyla ilgilidir. İki tane ısı uzaklaştırma durumu vardır. İlki, sıvının özgül (spesifik) ısısı ve erime ısısıdır. Özgül ısı malzeme birim ağırlığının sıcaklığını 1°C değiştirmek için gerekli olan ısıdır. İlk olarak özgül ısı, sıvı katılaşma sıcaklığına soğuyana kadar çevredeki atmosfere radyasyonla veya çevresini kuşatan kalıba iletilmekle uzaklaştırılmalıdır. İkincisi erime ısısı veya gizli ısısı, düzensiz sıvı yapının daha kararlı kristal yapıya dönüşüme enerjisidir. Bu ısı, katılaşma tamamlanmadan önce sıvı-katı ara yüzeyinden uzaklaştırılmalıdır. Bu yolla uzaklaştırılan gizli erime ısısı büyüme mekanizmasını ve son yapıyı belirler.

3.2.1 Düzlemsel büyüme

Birçok metalin sıvı eriyiklerinin katılaştırılmasında, büyüme sırasında ara yüzeyde dengede olduğu kabul edilir. Ama ara yüzeyden geçiş durumunda atomların aktarılmasına karşı ihmal edilebilir bir direnç söz konusudur. Katılaşma olayının devam etmesi için gizli erime ısısının sıvı-katı ara yüzeyinden kondüksiyonla çevreye doğru uzaklaştırılması gerekmektedir.



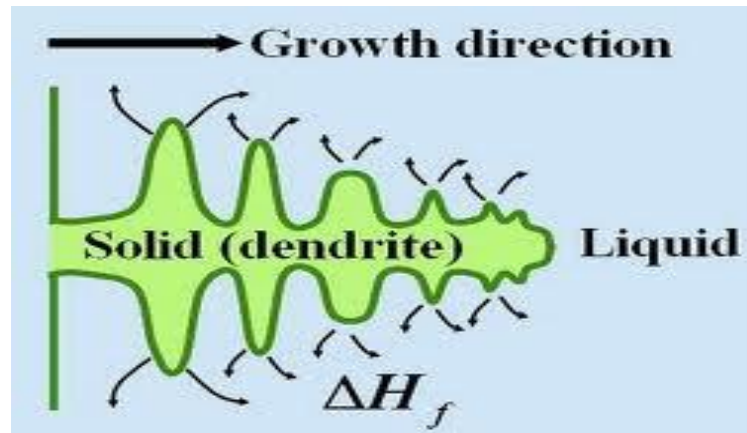
Şekil 3.7. Düzlemsel büyümenin oluşumu (internet 6)

Oluşan herhangi bir küçük şişkinlik, katılaşıma sıcaklığının üzerindeki sıvı metal tarafından çevrilen ara yüzeyde büyümeye başlar. Bu şişkinliğin büyümesi, geride kalan ara yüzey ile aynı hizaya gelinceye kadar devam eder. "Düzlemsel büyüme" olarak bilinen bu büyüme mekanizması, düzgün katı-sıvı ara yüzeyinin sıvıya doğru ilerlemesiyle olur. Düzlemsel büyümenin oluşumu Şekil 3.7 de şematik olarak gösterilmiştir.

3.2.2 Dentritik büyüme

Aşırı soğuma sonucu kararsız ve düzlemsel olan katı-sıvı ara yüzeyinin kırılmasıyla dentrit oluşumu başlar. Dentrit oluşumu sırasında karmaşık bir yapı oluşur, bu karmaşık yapının tepe ve çukur noktaları arasında büyüme farklılığı olduğu için zamanla bu karmaşıklık artar ve tepe noktaları da çözünen atomları iter. Bunun sonucu olarak dentrit, çukur noktalara oranla daha hızlı büyüme gösterir. Bu durum Şekil 3.8.a da gösterilmiştir. Aşamalarda katılaşıma vasıtasıyla sıvı içerisine doğru itilen çözünmüş madde, hücreler arasında birikir bunun sonucunda hücre araları çözünen madde bakımından zengin hale gelir. Bu konsantrasyonca farklılık, yapısal aşırı soğumaya, dolayısıyla ara yüzeylerin kararsız hale gelmesine neden olur. Buda ara yüzeylerde katı çıkıntılarının (ikinci kolların) meydana gelmesine yani dentritik katılaşıma sebep olur İkincil dentritik kol Şekil 3.8.b de şematik olarak gösterilmiştir. Yüksek katılaştırma hızı olduğunda ise, çözünen maddelerin hücre ve dentritler arasında yanlara yayılmalarına fazla zaman kalmadığı için hücre ve dentritler arasındaki mesafeler küçük olur.

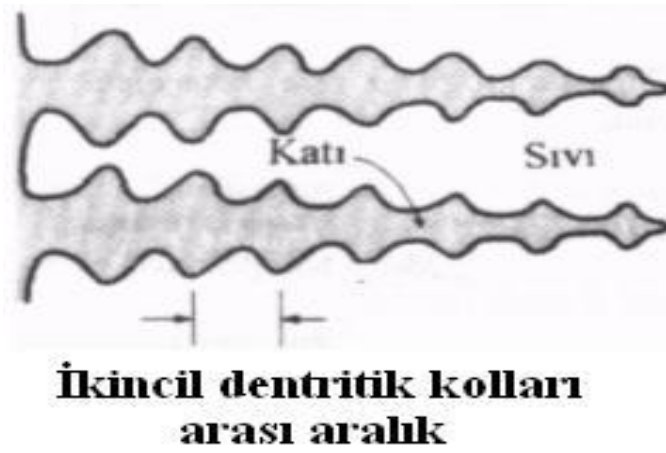
Çekirdeklenme zayıf olduğu durumda, katı oluşmadan önce, sıvı katılaşıma sıcaklığının altında bir sıcaklığa soğur. Bu şartlar altında, dentrit olarak bilinen ve ara yüzeyde oluşan küçük katı şişkinlik, büyümeye devam ederken, erime ısısı alt soğuyan sıvıya iletilir. Sıvının sıcaklığı katılaşıma sıcaklığına doğru yükselme gösterir.



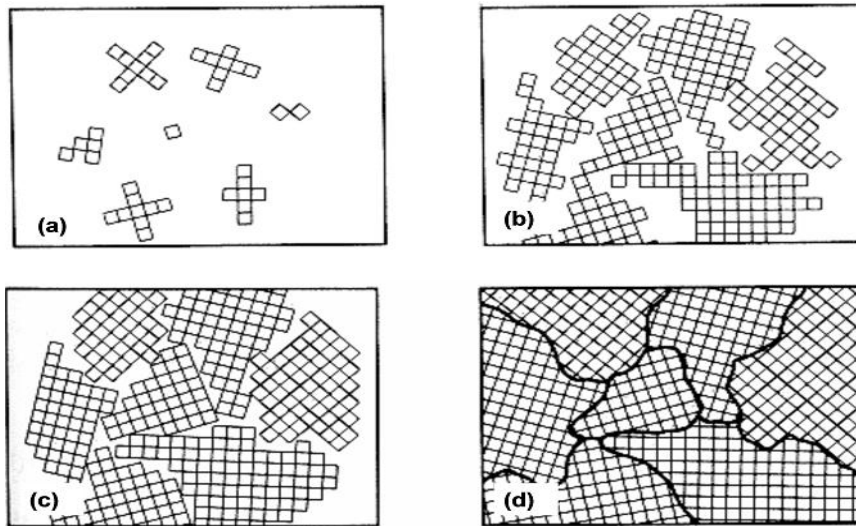
Şekil 3.8.a. Dentritik büyümenin oluşumu (internet 8)

Gizli ergime ısısının dağılım hızına bağlı olarak, birincil dal üzerinde ikincil ve üçüncül dentrit kolları oluşabilir. Dentritik büyüme, alt soğuyan sıvının katılaşma sıcaklığına ulaşmasına kadar devam eder. Geriye kalan sıvı düzlemsel büyüme ile katılaşır. Düzlemsel ve dentritik büyüme arasındaki farklılık, farklı gizli ısılarına sahip sıvı gölcükleri nedeniyle ortaya çıkar.

Düzlemsel büyümede sıvının içinde bulunduğu kap veya kalıp ısıyı emer (absorbe eder). Dentritik büyümede ise alt soğutulmuş sıvı ısıyı absorbe eder. Saf metallerde dentritik büyüme, normal olarak toplam büyümenin yalnız küçük bir kısmını temsil eder. Sıvı metalin katılaşmasında ki safhalar şekil 3.9 da gösterilmiştir.



Şekil 3.8.b. İkincil dentrit kol aralıkları (internet 9)



Şekil. 3.9. Sıvı metalin katılaşmada farklı safhaları. a) Sıvıda rastgele bölgelerde çekirdeklenen kristaller. b) ve c) Katılaşmanın ilerlemesi ile bölgelerin büyümesi. d) Katılaşmış metal (Her bir küçük kare bir birim kafesi temsil etmektedir) (internet 10)

3.3. Normal Katılařtırma

Alařımları elde etmek iin, nce yksek sıcaklıkta alařımını oluřturmak istenilen elementlerin eritilmesi ve homojen hale gelen bu sıvı alařımın katılařması gerekir. Bu tr katılařmaya normal katılařtırma denir. Bu katılařtırmada kristale dnřtrlecek madde, eritildikten sonra bir pota iinde st aık olarak soğumaya bırakılır. Alařımın tamamen katılařması iin katılařacak sıvının miktarına baėlı olarak bir gn veya daha fazla zaman gerekir. Alařıma verilen ısı, pota vasıtasıyla kaybedilecek ve alařım kristale dnřecektir. Normal katılařtırmada sıvı - katı ara yzey direnci ve ařırı ısınım olmaması durumunda hemen tam bir kabuk meydana gelir. Alařım katılařınca atomlar en dřk enerji seviyesine gelecektir. nk kristaller, katıların en dřk serbest enerji durumundaki halidir (Jones, 1982; Bařaran, 1976).

3.4. Hızlı Katılařtırma

Alminyum esaslı alařımların hızlı katılařtırılması ile mekanik zelliklerine iyi derecede etki eden tane boyutunda klme, geniřlemiş eriyen element znrlė, metallar arası paracık boyutunda klme ve kimyasal homojenlikte artıř saėlanmıřtır (Fleming, 1974; Karaaslan, 1998). Bunun yanında alminyum esaslı alařımlarının birok zellikleri hızlı katılařtırma tekniėi ile geliřtirilmiřtir.

Alařımların hızlı katılařtırılmasında pek ok teknikler olmasına raėmen, bu tekniklerin hepsinin alıřma prensipleri aynıdır. Hızlı katılařtırma iřlemi esnasında, katılařtırılacak malzeme ařırı soğumaya maruz bırakılır. Hızlı katılařtırma yntemlerinde; alařımı oluřturacak olan saf elementler eriyik haline geldikten sonra, ani olarak soėuk bir alt yzeye dřrlerek katılařma sresinin mmkn olduėunca kısa olması saėlanır. nk soğuma hızı, yapının yerleřim dzenini bozmaktadır. Yani, alařımı oluřturan atomlar gerekli yerleřimini tamamlayamadan katılařma saėlandıėı iin kararlı yapıya ulařmamaktadır. Bylece eriyik soğuma esnasında kararlı yapıya geemeden kararsız durumda katılařmıř olur ve bu durumda da amorf veya nanokristal malzemelere retilmiř olur. Eriyikten ısı transfer etme hızı 10^6 K/s civarında olursa eriyik aniden sıvı halden katı hale geer. Ařırı soğuma, kararlı ve yarı kararlı fazların oluřmasını belirlediėinden, ařırı soğuma kinetiklerinin kontrol edilmesi gerekir (Jones, 1982; Okumuř 2006).

Modern anlamdaki ilk hızlı katılařtırma alıřmaları 1960 yıllarında Duwez ve arkadaşları (Duwez ve ark., 1991) tarafından yapılmıřtır. Duwez ve arkadaşları, Au-Si ikili

alaşımını hızlı katılaştırma ile amorf yapıda elde etmişlerdir. Duwez ve arkadaşlarının hızlı katılaştırma çalışmalarında, sıcaklığın tam olarak tespit edilememesi ve sistemde gizli erime ısısının bulunamaması sebebiyle çok zor olmuştur. Hızlı katılaştırmada dentritik katılaştıran alaşımların mikro yapısı, soğuma hızının bir fonksiyonudur. Hızlı katılaştırma çalışmalarında genellikle ısı akışının hesaplanması temel olarak incelenmiştir (Jones, 1982).

3.4.1. Eriyik Döndürme (Melt Spinning Metot)

Eriyik döndürme metodu hızlı katılaştırma yönteminin bir çeşidi olup amorf alaşım üretiminde yaygın olarak kullanılır. Eriyik döndürme metodu ile erimiş durumdaki metal, bir potanın mevcut yarığında gaz basıncı ile belirli açılarla soğuk disk üzerine püskürtülür (Liebermann ve Graham, 1976). Bu işlemde dönmekte olan su soğutmalı bir disk kullanılmaktadır. Dönmekte olan bu disk üzerine dökülen eriyik, dik olarak diskin dış yüzeyine çarpmasıyla ince, uzun metal şeritler halinde üretilmektedir. Eriyik döndürme tekniğiyle genel olarak yaklaşık 104–107 K/s soğutma oranlarına erişilir. Çoğunlukla üretilen şeritlerin kalınlığı, 20–60µm arasındadır. Bu teknikte üretilen şeritlerin yapısına ve geometrisine etki eden parametreler; uygulanan basınç, pota deliğinin genişliği, döner diskin hızı ve yapıldığı madde, pota–döner disk arası mesafe, sıcaklık şeklindedir. Eriyik döndürme tekniğinde soğutma oranı; disk hızının artırılmasıyla, atmosfer gazının değiştirilmesiyle, eriyik sıcaklığının düşürülmesiyle veya püskürme basıncının yükseltilmesiyle artırılabilir (Tkach ve ark., 2002). Daha yüksek bir soğutma oranı daha ince şeritler üretebilmektedir (Humphreys ve ark., 1998). Eriyik döndürme tekniği daha çok laboratuvar çalışmalarında kullanılmaktadır.

3.5. Mekaniksel Alaşımlama (Mechanical Alloying)

Mekaniksel alaşımlama yöntemini vasıtasıyla, amorf malzemeler (Koch ve ark., 1983; Kobayashi ve ark., 1990) ve intermetalik bileşiklerin (Fair ve Wood, 1993) geliştirilmesine yönelik çalışmalar hızla artmıştır. Mekaniksel alaşımlama tekniği, üretilmesi zor alaşımlar veya bilinen tekniklerle üretilmesi imkânsız olan alaşımları üretmek için uygun bir yöntemdir. Bu özelliğiyle Mekaniksel alaşımlama yöntemin diğer üretim yöntemlerinden farkı ortaya çıkar. Örneğin; uzay sanayi, gaz tribünü gibi ortamlarda kullanılan alaşımların maksimum servis sıcaklığında çalışması istenir. Servis sıcaklığı arttırıldığında malzemenin mekanik dayanım ve oksitlenme dayanımının

attırılması gerekir. Mekaniksel alaşımlama işlemi buna imkân vermekte ve bilinen diğer tekniklerde üretim sırasında karşımıza çıkan sorunların birçoğu oluşmamaktadır (Fisher, 1990; Avar 2007). Mekaniksel alaşımlamanın sağlamış olduğu avantajlar neticesinde bu tekniğin kullanımı son yıllarda oldukça genişlemiştir. Mekaniksel alaşımlama genellikle homojen dağılımlı ısı veya kimyasal işlemlere başvurmadan gerçekleştirilen, bir Katıhal reaksiyonudur. Klasik alaşımlama işlemleri sırasında karşılaşılan erime problemleri, heterojenlik, işlemler sırasında meydana gelen istenmeyen reaksiyonlar, mekaniksel alaşımlama ile ortadan kaldırılabilir. Aynı zamanda ekonomik ve uygulama alanının geniş olması büyük avantajlar sağlar. Mekaniksel alaşımlama sistemi sırasında meydana gelen karışım katı-katı bir karışım olduğu için denge diyagramlarının belirlediği şartların dışına çıkılabilir. Mekaniksel alaşımlama, tozların paslanmaz çelik kazanlarda paslanmaz çelik bilyeler veya tungsten bilyeler ile istenilen sürelerde öğütülerek veya karıştırılarak yapılan bir alaşımlama işlemidir. Oksitlenmeye karşı genellikle argon gazı altında tozlar hazırlanarak makineye yerleştirilir. Kullanılan tozlara ilaveten, bu tozların öğütücü hazneye yapışmasını önlemek amacıyla bazı kimyasallar kullanılır. Bu kimyasallar %1–2 oranında olup genellikle stearik asit, tolüen, metanol gibi kimyasalları içerir. Bunlara “işlem kontrol kimyasalları” denir. Bunun dışında pek çok farklı işlem kontrol kimyasalı da kullanılabilir. Üretilecek tozun miktarına, toz boyutuna ve daha birçok parametreye göre üretilmiş değişik amaçlı mekaniksel öğütme cihazları vardır (Fair ve Wood, 1993; Tyong ve Ma, 2000; Bostan, 2003; Avar 2007).

4. METERYAL METOT

Bu bölümde, Al-Fe-Ni-Nd ve Al-Fe-Ni-Y dörtdü alaşımlarının üretim ve inceleme aşamasında kullanılan yöntemler detaylı bir şekilde anlatılmıştır.

4.1. Alaşımların Üretilmesi

Bu tez çalışmasının amacı Al esaslı alaşımlar olan $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ dörtdü alaşımlarını farklı teknikler kullanarak amorf yapıda üretmek, üretilen alaşımları incelemek ve bu çalışmalar sonucunda alaşımları üretmek için en uygun tekniği belirlemektir. Tez çalışmasında amorf alaşımı üretebilmek için kullanılan teknikler sırasıyla; Mekaniksel Alaşımlama (Mechanical Alloying), Normal Katılaştırma (Conventional Solidification) ve Hızlı Katılaştırma (Rapid Solidification) teknikleridir.

4.2. Al-Esaslı Alaşımların Hazırlanması

Mekaniksel alaşımlama tekniği ile üretilecek alaşımlarda kullanılacak elementler (Al, Ni, Fe, Y, Nd) en az %99,9 saflıkta temin edildi. Mekaniksel alaşımlama tekniği kullanılarak amorf alaşım elde etmek için, $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ kompozisyonunu hazırlamak üzere toz elementler, hesaplanan oranlar kullanılarak hazırlanmıştır. Çizelge 4.1 de $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ alaşımını, Çizelge 4.2 de $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımını oluşturacak elementlerin atomik ve kütlece verilmiştir.

Çizelge 4.1. $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ kompozisyonlu alaşımın atomik ve kütlece oranları

Element		Atomik kütle	Atomik oran (% at)	Kütlece oran (% wt)
Sembol	İsim			
Al	Alüminyum	26,981539	85,0000	69,2743
Ni	Nikel	58,693	5,0000	8,8643
Fe	Demir	55,845	5,0000	8,4341
Y	İtriyum	88,90585	5,0000	13,4272

Çizelge 4.2. $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımını üretmek için kullanılan parametreler

Element		Atomik kütle	Atomik oran (%at)	Kütlece oran (% wt)
Sembol	İsim			
Al	Alüminyum	26,981539	85,0000	63,9314
Ni	Nikel	58,693	5,0000	8,1806
Fe	Demir	55,845	5,0000	7,7836
Nd	Neodyum	144,242	5,0000	20,1044

$Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ dörtlü alaşımlarını oluşturan toz elementler açık havada kolayca oksitlenmektedir. Bu durum, alaşım oluşma süresince elementlerin birbirleriyle reaksiyona girmesini olumsuz olarak etkilemektedir. Oksitlenmenin engellenmesi için $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ dörtlü alaşımları Ar (argon) atmosferinde kapalı bir fanus içerisinde hesaplanan oranlarda tartılarak hazırlanmıştır. Tez çalışmasında kullanılan fanus, Şekil 4.1 de görülmektedir.

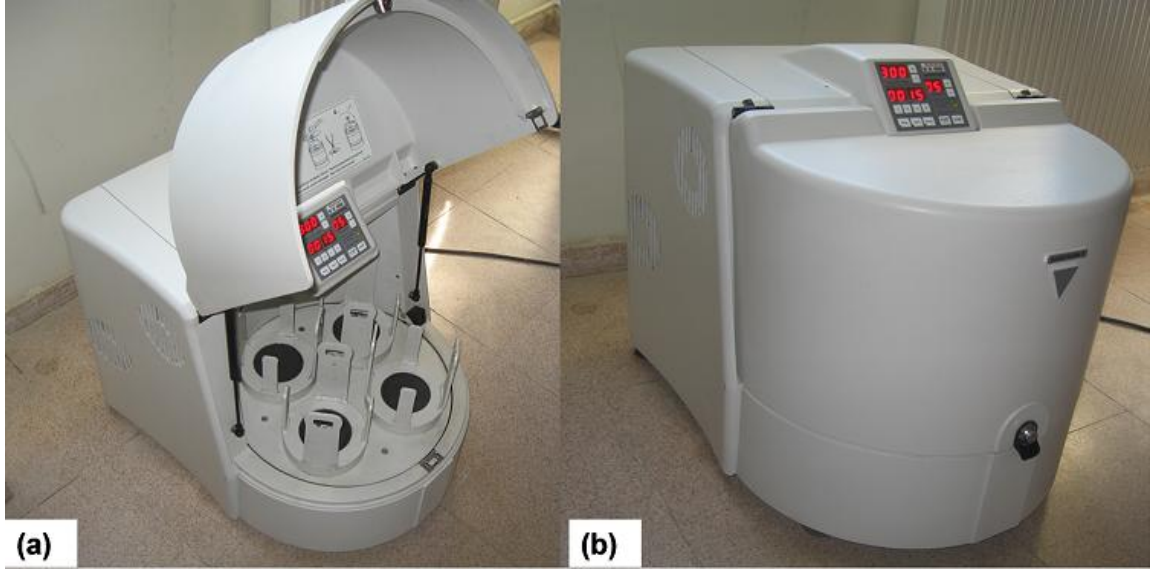


Şekil 4.1. Kullanılan toz elementlerin miktarının ölçüldüğü el yapımı fanus

4.3. Mekaniksel Alaşımlama Tekniği

$Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ dörtlü alaşımları, Mekaniksel Alaşımlama Tekniği kullanılarak Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Katihal Fiziği Araştırma Laboratuvarı'ndaki Fritsch Pulverisette-5 marka mekaniksel alaşımlama cihazı ile

üretmiştir. Alaşımın işleminde kullanılan Mekaniksel Alaşımın cihazının iç ve dış görüntüsü sırasıyla Şekil 4.2.a ve Şekil 4.2.b de görülmektedir.



Şekil 4.2. (a) Mekaniksel Alaşımın cihazının iç kısmının görüntüsü, (b) Mekaniksel Alaşımın cihazının dış kısmının görüntüsü

Mekaniksel alaşımın cihazının, içerisine numuneler yerleştirilip alaşımın işleminin meydana geldiği bölüm olan öğütme haznesi ve bilyeler Şekil 4.3 de görülmektedir. Alaşımın haznesi 250ml hacminde sertleştirilmiş krom çelikten ve bilyeler de hazneye uyumlu olarak paslanmaz çelikten yapılmıştır.



Şekil 4.3. Mekaniksel Alaşımın işlemi öğütme haznesi ile bilyeler

$Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ dörütlü alaşımın üzerine yapılan literatür çalışmalarını esas alınarak bilye- toz oranını 10:1 gr olarak belirlendi ve bütün alaşımın işlemlerinde bu sabit parametre kullanıldı.

Fritsch Pulverisette-5 marka mekaniksel alařımlama cihazında sađlanan alařımlama iřlemi, 300 devir/dakika (rpm) sabit dđnme hızında gerekleřtirilmiřtir. Mekaniksel alařımlama iřlemi esnasında ođđtme haznesi ierisinde meydana gelebilecek sıcaklık artıřını en aza indirebilmek amacıyla cihaz 15 dakika alıřıp 30 dakika durmak řartıyla programlanmıřtır. Belirli ođđtme sđreleri sonrasında cihazdan numuneler alınarak inceleme iřlemine geilmiřtir.

4.4. Normal Katılařtırma Tekniđi

Amorf alařımları ۆretme tekniklerinden birisi de Normal Katılařtırma metodudur. Bu metotla alařımlar, kۆleler (ingot) halinde ۆretilmektedir. alıřmamızda incelenen $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alařımları, Kahramanmarař Sۆtü İmam ۆniversitesi Katıhal Fiziđi Arařtırma Laboratuvarında normal katılařtırma tekniđi ile kۆleler halinde ۆretilmiřtir. Bu teknik iin kullanılan normal katılařtırma fırınını řekil 4.4 de gđrۆlmektedir. Fırının evre ile ısı alıř veriřini kesmek iin, grafit potanın dıř evresi ۆzel alı kaplamalı bir kapla izole edildi. Fırın ierisindeki oksitlenmeyi ۆnlemek iin fırının ierisine sۆrekli dۆřuk basınta argon gazı veren bir sistem yerleřtirildi. Bۆylece alařımın oksitlenmesi en aza indirilmiřtir. Ayrıca fırının sıcaklıđı termal iftlerle kontrol edilmiřtir. Normal katılařtırma yۆntemi ile ۆretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ kۆle halindeki alařımlar sırasıyla řekil 4.5.a ve řekil 4.5.b de gđrۆlmektedir.



řekil 4.4. Normal katılařtırma iin kullanılan fırın sistemi



Şekil 4.5. Normal katılaştırma sistemi ile üretilen (a) $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ ve (b) $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ külçe alaşımları

Normal katılaştırma yöntemi ile üretilen alaşımların katılaştırma esnasında oksijenle teması tamamen engellenememiş olup yüzey kısmında oluşan oksitlenme Şekil 4.6 da görülen zımpara sistemi ile temizlenmiştir.

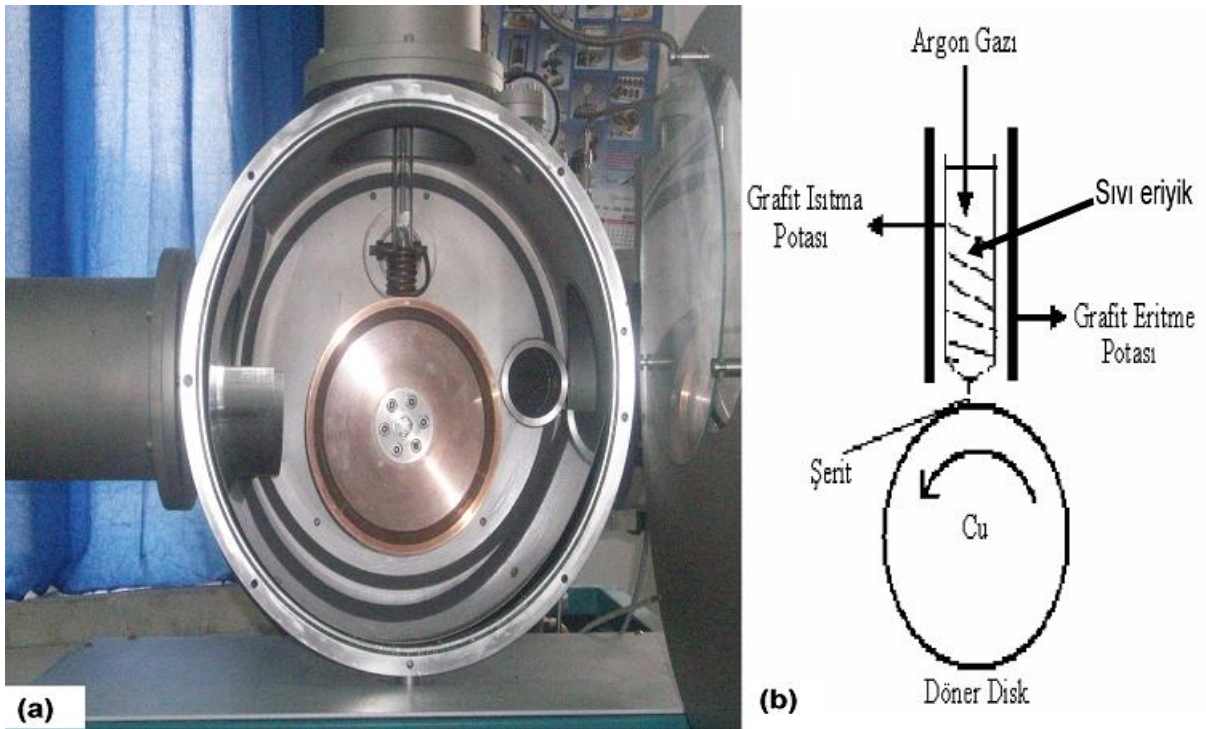


Şekil 4.6. Presi-mecapol marka zımpara cihazı

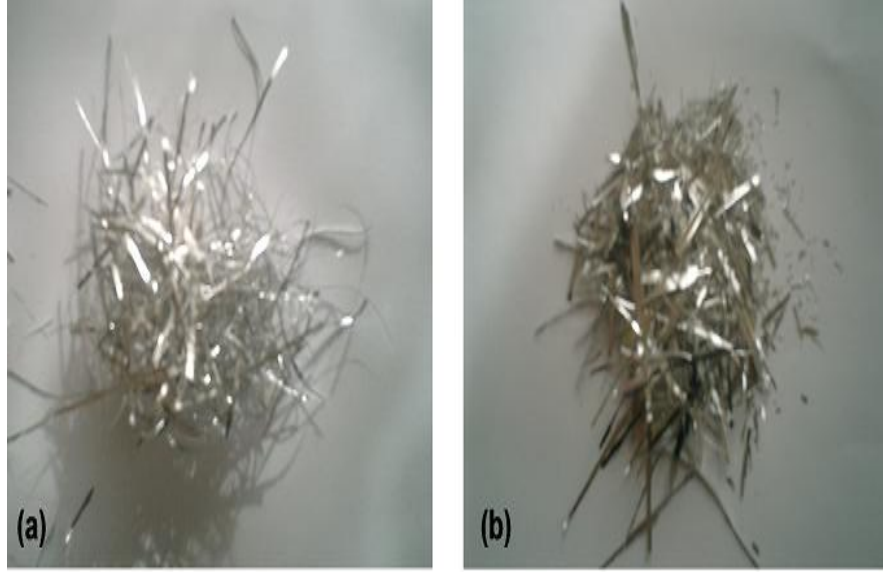
4.5. Hızlı Katılaştırma Tekniği

Normal katılaştırma ile külçe halinde üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımları hızlı katılaştırma tekniği ile şeritler halinde üretildi. Bunun için Gaziosmanpaşa Üniversitesi Katıhal Fizikçi Araştırma Laboratuvarında ki Eriyik döndürme (Melt-spinning) cihazı kullanılmıştır. Eriyik döndürme cihazı Şekil 4.7 de görülmektedir.

Hızlı katılaştırma ile şerit üretmek için önce normal katılaştırma ile elde edilen numuneler küçük parçalara ayrıldı. Ayrılan bu parçaların bir kısmı delikli potanın içine konularak grafit ısıtmalı fırına yerleştirildi. Fırını ısıtmak için akım verildi. Fırının sıcaklığı sürekli kontrol edilerek, numune eriyinceye kadar ısıtıldı. Numunenin tamamı eriyince, motor çalıştırılarak döner disk istenilen hıza getirilmesi sağlandı. Burada numunelerin hızlı katılmasını sağlayan döner disk, ısı iletim katsayısı yüksek olduğu için bakırdan yapılmıştır. Döner disk fırının altındaki pota deliğinin tam altına yerleştirildi. Alaşım tamamen eriyip sıvı hale geçince; üstten argon gazı verilerek eriyiğin döner diskin üzerine düşmesi sağlandı. Bu işlem 30 m/sn. hızda gerçekleştirildi. Bu işlem sonucunda şeritler üretildi. Şekil 4.7.b de eriyik döndürme tekniği ile şerit üretimi şematik olarak gösterilmektedir. Eriyik döndürme metoduyla üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ şeritleri sırasıyla Şekil 4.8.a ve Şekil 4.8.b de görülmektedir



Şekil 4.7 (a) Eriyik döndürme (Melt-spinning) cihazı, (b) Eriyik döndürme cihazının şematik görünümü



Şekil 4.8. Eriyik Döndürme Tekniği ile üretilen (a) $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ ve (b) $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ şerit alaşımları

4.6. Alaşımların İncelenmesi

4.6.1. Termal Analiz

Bu çalışmada, üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımlarının termal analizleri, Şekil 4.9 da görülen KSÜ Fizik Bölümü Termal Analiz Laboratuvarı'ndaki Perkin Elmer Sapphire DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Cihazı ile yapılmıştır. DSC, numune ısıtılırken, soğutulurken ya da sabit sıcaklıkta tutulurken alınan ya da verilen ısı (enerji) miktarını ölçen bir cihazdır. Bu cihaz, referans ile numuneden gelen (ya da uzaklaşan) ısı farkını zamana veya sıcaklığa bağlı olarak gösterir. DSC' de numune sıcaklığı ile referans sıcaklığı aynı tutulur. Ne zaman ikisinin arasında bir sıcaklık farkı saptanırsa o zaman sıcaklığı aynı tutabilmek için numuneye verilen ısı (enerji) miktarı değişir. Bu değişim sayısal veri olarak bilgisayara aktarılır ve numunedeki faz değişimi sırasındaki ısı akışı belirlenir. Buradaki deneylerde numunelerdeki faz dönüşümlerini, kararlı ve yarı kararlı fazları belirlemek için DSC cihazı kullanıldı. DSC ölçümleri; yaklaşık 20-25 mg ağırlığında numuneler kullanılarak 30–675 °C arasında 5, 10, 20, 40 °C/dak artış hızlarında sürekli devam eden nitrojen atmosferi altında yapıldı ve numune kabı olarak 6mm çapında bakır kaplar kullanıldı.



Şekil 4.9. (a) Perkin Emler-Sapphire DSC cihazı, (b) Perkin Emler-Sapphire DSC cihazı numune haznesinin iç görüntüsü

4.6.2. X- Işını Analizi

X- ışını analizi malzemelerin incelenmesinde önemli ve kolay bir tekniktir. Bu çalışmada; Mekaniksel alaşımlama, normal katılaştırma ve hızlı katılaştırma teknikleriyle üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımlarının, yapı analizi ışını (XRD) cihazı ile yapıldı. Ayrıca ısısal işleme tabi tutulan numunelerde oluşabilecek fazlar da XRD cihazı ile incelendi. Bunun için KSÜ Fizik Bölümü XRD Laboratuvarı'ndaki Philips X`Pert PRO marka XRD cihazı, 40kV ve 30mA olarak ayarlı, monokromatik $CuK\alpha$ radyasyonu ($\lambda=0.154056$ nm) altında kullanıldı.

XRD analizleri tüm numuneler için; oda sıcaklığında, 20° ' den 100° ' ye kadar $0.2^\circ C/sn$ hızında ölçümler alındı. Kullanılan X- ışını difraksiyonu cihazının dış ve iç görünümü sırasıyla Şekil 4.10.a ve Şekil 4.10.b de görülmektedir.



(a)

Şekil 4.10.a. Philips X'Pert PRO marka X- ışını difraksiyonu cihazının genel görünümü



(b)

Şekil 4.10.b. Philips X'Pert PRO marka X- ışını difraksiyonu cihazının iç görüntüsü

4.6.3. Isısal İşlem

Hızlı katılaştırma metoduyla elde edilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımlarının mikro yapılarının sıcaklıkla nasıl değiştiğini inceleyebilmek için numuneler farklı sıcaklıklarda ısısal işleme tabi tutuldular. Bu işlem için Şekil 4.11 de resmi görülen KSÜ Kimya Bölümü Öğrenci Laboratuvarında bulunan Carbolite marka kutu tipi bir fırın kullanıldı. Şekil 4.12 de görüldüğü gibi şerit haline getirilmiş alaşımlar seramik kap içerisine yerleştirilmek suretiyle ısıtma işlemine tabi tutulmuştur. Tez çalışmamızda kullanılan fırın, maksimum 1100 °C ye kadar çıkabilmekte, istenilen sıcaklıkta sabitlenebilmektedir. Hızlı katılaştırma metoduyla üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımlarına, sırasıyla uygulanan ısısal işlem sıcaklığı ve ısıtma süreleri Çizelge 4.3 de görülmektedir. Isısal işlem sonrası faz yapısı değişen bu malzemelerin mikro yapısı XRD (X- ışını Difraksiyonu) ile incelendi.

Çizelge 4.3 Hızlı katılaştırma tekniği ile üretilen şeritlerin ısısal işlem değerleri

$Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$		$Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$	
Sıcaklık (T °C)	Zaman (dak.)	Sıcaklık (T °C)	Zaman (dak.)
286	30	300	30
365	30	360	30
394	30	440	30



Şekil 4.11. Carbolite marka kutu tipli (box-furnance) bir fırın



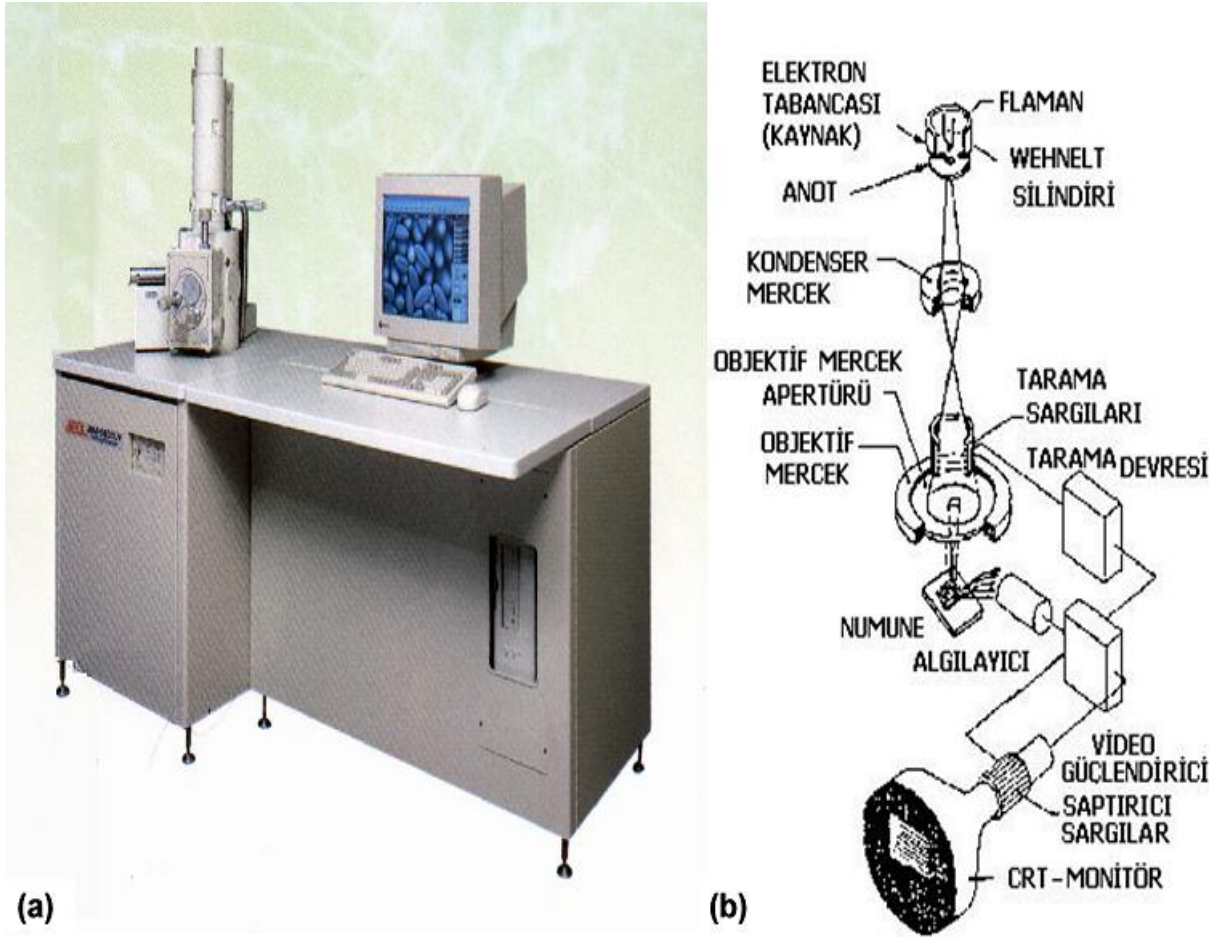
Şekil 4.12. Isıtma işleminde kullanılan seramik kapların sırasıyla (a) açık ve (b) kapalı hali

4.6.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Bu çalışmada mekaniksel alaşımlama tekniği ile üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının mikro yapısı Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi'nde incelenmiştir.

İnsan gözünün çok ince ayrıntıları görebilme olanağı sınırlıdır. Bu nedenle görüntü iletimini sağlayan ışık yollarının merceklerle değiştirilerek, daha küçük ayrıntıların görülebilmesine olanak sağlayan optik cihazlar geliştirilmiştir. Ancak bu cihazlar, gerek büyütme miktarlarının sınırlı oluşu gerekse elde edilen görüntü üzerinde işlem yapma imkânının olmayışı nedeniyle araştırmacıları bu temel üzerinde yeni sistemler geliştirmeye itmiştir. Elektronik ve optik sistemlerin birlikte kullanımı ile yüksek büyütmelerde üzerinde işlem ve analizler yapılabilen görüntülerin elde edildiği cihazlar geliştirilmiştir. Elektro optik prensipler çerçevesinde tasarlanmış taramalı elektron mikroskobu (Scanning Elektron Microscope-SEM), bu amaca hizmet eden cihazlardan birisidir. Taramalı Elektron Mikroskobu, birçok dalda araştırma-geliştirme çalışmalarında kullanımı yanında, sanayinin değişik kollarında hata analizlerinde, biyolojik bilimlerde, tıp ve kriminal uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir. Taramalı elektron

mikroskobunun görünümü Şekil 4.13.a da ki gibidir. Şematik olarak görünümü ise Şekil 4.13.b de gösterilmiştir (internet 11). Taramalı Elektron Mikroskobu optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır. Optik kolon kısmında elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plaka yer almaktadır. İnce elektron demeti elde etmek için yoğunlaştırıcı mercekler, demeti numune üzerinde odaklamak için objektif merceği ve bu merceğe bağlı çeşitli çapta apatürler ile elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri bulunmaktadır. Mercek sistemleri, elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10^{-4} Pa gibi bir vakumda tutulmaktadır.



Şekil 4.13 (a) Taramalı elektron mikroskobu ve (b) şematik görünümü (internet 11).

Görüntü sisteminde, elektron demeti ile numune girişimi sonucunda oluşan çeşitli elektron ve ışınları toplayan detektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla senkronize tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır.

5. SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ ve $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ dörtlü alaşımları farklı teknikler kullanılarak üretildi. Alaşımları üretmek için; mekaniksel alaşımlama (MA), normal katılaştırma (NK) ve hızlı katılaştırma (HK) teknikleri kullanıldı. MA tekniği ile alaşımlar tozlar halinde, NK tekniği ile külçeler ve HK tekniği ile şeritler halinde üretilmiştir. Üç farklı teknikte elde edilen alaşımların mikro yapıları, termal özellikleri ve morfolojik özellikleri; X-ışını difraksiyonu (XRD), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Alaşımların incelenmesi ile elde edilen sonuçları aşağıda detaylı bir şekilde verilmiştir.

5.1. Mekaniksel Alaşımlama Tekniği ile Üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ Alaışımının Analizi

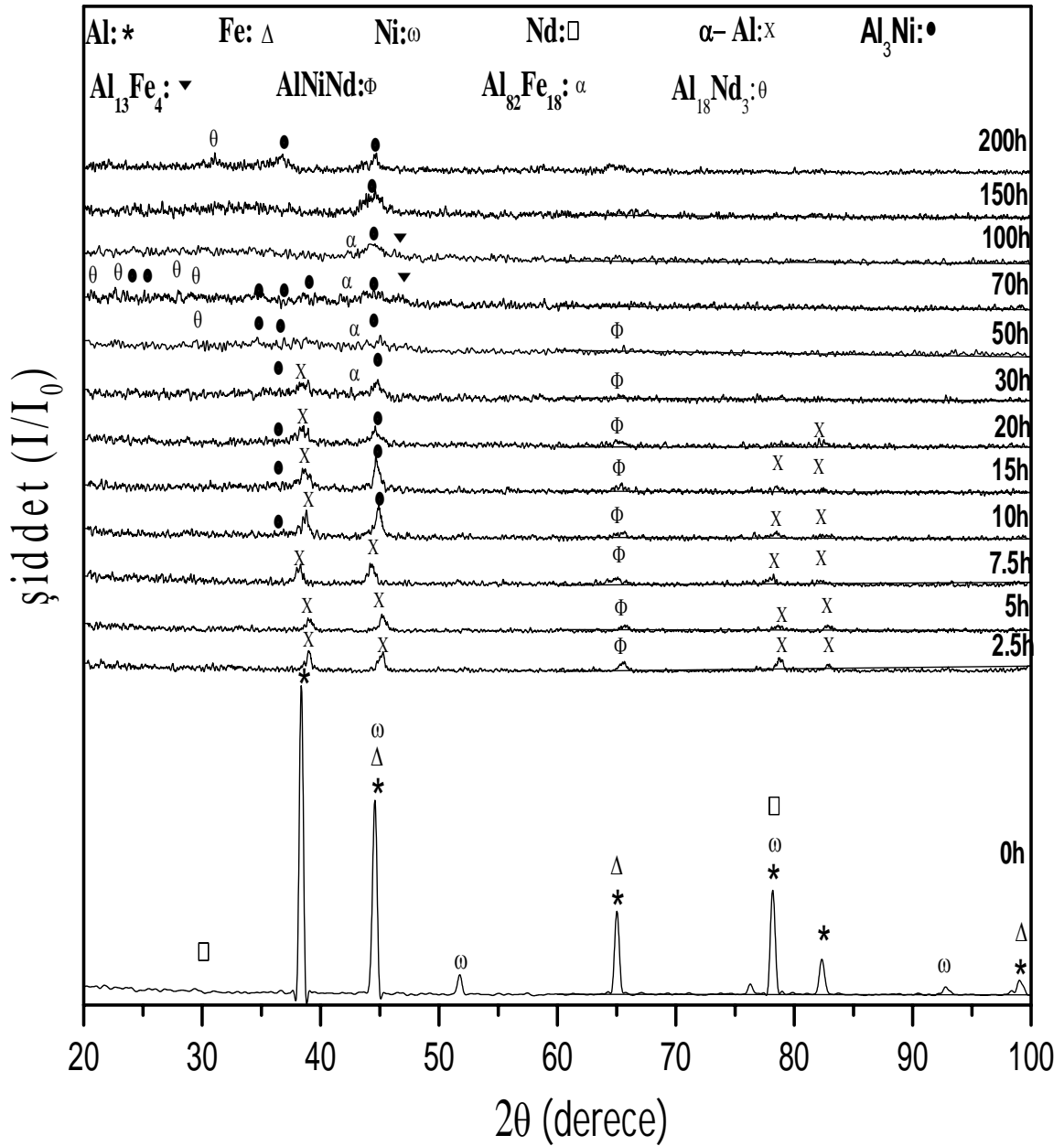
5.1.1. X-ışını Analizi

$Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ kompozisyonunda hazırlanan elementsel tozlar 200 saate kadar mekaniksel alaşımlama işlemine tabi tutuldu ve bu süre zarfında alaşımların oluşumu, oluşan alaşımların mikro yapısı XRD cihazı ile incelenmiştir. Bunun için belli zaman aralıklarında cihazdan numuneler alınarak incelendi ve böylece bu zaman aralıklarında oluşan alaşımların mikro yapısı, oluşan fazlar ve bunların alaşımlama süresine bağlılığı incelenmiştir. MA tekniği ile üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımlarının XRD grafiği Şekil 5.1 görülmektedir. Bu grafiğe hiç bir işleme tabi tutulmayan $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ tozlarının XRD grafiği de eklenmiştir. Şekil 5.1 de açıkça görüleceği gibi, alaşımlama işlemine tabi tutulmayan $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ tozlarının XRD grafiğinde; Al, Ni, Fe ve Nd elementlerinden yansıyan pikler görülmektedir. Bu elementsel piklerin bazılarının aynı açıdan yansıdığı ve üst-üste geldiği görülmektedir. 2,5 saatlik alaşımlama işlemi sonrası elementsel piklerin şiddetlerinin hızlı bir şekilde azaldığı ve bazılarının kaybolduğu görülmektedir. Bu sonuç, 2,5 saatlik alaşımlama işlemi sonrası elementsel tozların birbirleri reaksiyona girerek yeni fazlar oluşturmaya başladığının göstermektedir. Oluşan yeni fazlardan biri α -Al(Nd, Fe, Ni) fazıdır. Yani saf Al fazı yerine α -Al fazı oluşmuştur. Bu faz aynı zamanda Nd, Fe ve Ni elementleri de içermektedir. Dolayısıyla bu aşırı doymuş Al fazı olarak adlandırılmaktadır. Nd, Fe ve Ni elementlerinin Al içerisindeki çözülme miktarları sınırlıdır. Bu miktar mekaniksel alaşımlama metodu ile artırılabilir. Aşırı doymuş Al fazı kavramı buradan kaynaklanmaktadır. Bu fazdan yansıyan pikler; 39° , 44° , 78° ve 83° yansıma açılarında görülmektedir. Diğer taraftan bu üç elementin (Nd, Fe ve Ni) Al

içerisindeki çözünme miktarları aynı değildir. Örneğin Nd elementi Al içerisinde hızlı bir şekilde çözünebilmektedir. Ni elementi ise Al içerisinde en fazla %10 çözünme değerine sahiptir (Suryanara, 2001). Fe'nin Al içerisindeki çözünme miktarı oda sıcaklığında % 0,003 iken bu miktar ötektik sıcaklığında % 0,05 oranına ulaşabilmektedir. Dolayısıyla Al- esaslı alaşımlarına sertleştirici bir özellik veren Fe'in Al içerisindeki çözülme miktarı oldukça düşüktür.

10–20 saatlik alaşımlama işlemi sonrası numunelerin XRD sonuçlarında 37° ve 44° lik yansıma açısında yeni pikler gözlenmiştir. Bu pikler analiz edildiğinde Al_3Ni intermetalik fazlardan yansıyan pikler olduğu anlaşılmaktadır. Diğer taraftan 20 saatlik alaşımlama işlemi sonunda 78° yansıma açısında gözlenen $\alpha-Al(Nd, Fe, Ni)$ fazından yansıyan pikin şiddetinin azaldığı görülmektedir. $\alpha-Al(Nd, Fe, Ni)$ fazından yansıyan pikin şiddetinin azalması, farklı yansıma açılarında yeni piklerin oluşmasına eşlik etmiştir. Bu durum, alaşımlama işlemi sırasında katı-hal reaksiyonun oluştuğunu ve mekaniksel alaşımlama işlemi sırasında ortaya çıkan enerjinin bir takım faz dönüşümlerine neden olduğunu göstermektedir. 30 saatlik alaşımlama işlemi sonunda 43° yansıma açısında $Al_{82}Fe_{18}$ piki gözlenmiştir. Alaşımlama işleminin bu aşamasında, 83° yansıma açısında gözlenen $\alpha-Al(Nd, Fe, Ni)$ fazı kaybolmuştur. 50 saate kadar alaşımlama işlemine tabi tutulan numunelerin analizinde ise 29° yansıma açısında $Al_{18}Nd_3$ ve 34° yansıma açısında Al_3Ni fazlarından yansıyan pikler görülmüştür. 70 saatlik alaşımlama işleminin sonucunda ise 21° , 23° , 28° , 29° yansıma açılarında $Al_{18}Nd_3$, 44° yansıma açısında Al_3Ni ve 47° yansıma açısında $Al_{13}Fe_4$ fazından yansıyan pikler görülmüştür. 100 saatlik alaşımlama işlemi sonrasında ise 43° yansıma açısında $Al_{82}Fe_{18}$ piki, 44° yansıma açısından Al_3Ni piki ve 48° yansıma açısından $Al_{18}Fe_4$ piki dışındaki diğer pikler kaybolmuştur. 150 saatlik alaşımlama işlemine tabii tutulan numunelerin XRD analizinde ise 43° ve 46° yansıma açılarında geniş bir Al_3Ni intermetalik faza ait pik gözlenmiştir. Şiddeti düşük olan bu geniş pik alaşımlama işlemi sırasında nanokristal yapıda olduğunu göstermektedir. 200 saatlik alaşımlama işlemi sonucu ise 31° yansıma açılarında $Al_{18}Nd_3$, 47° ve 45° yansıma açılarında Al_3Ni fazlarından yansıyan pikler gözlenmiştir. Bu analiz sonucuna göre, $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ tozlarının 200 saatlik mekaniksel alaşımlama işlemine tabi tutulması ile nano-kristal yapıda intermetalik fazlar oluşmuştur. Ancak amorf faz gözlenememiştir. Nano-kristal yapıya sahip alaşımların üretilmesi oldukça önemlidir. Çünkü bu alaşımlarda nano yapılı parçacıkların malzeme içerisinde homojen olarak dağılması o malzemenin özelliklerini önemli derecede iyileştirmektedir. Al-esaslı alaşımlar dikkate alındığında, bu alaşımların

yaygın bir kullanım alanı vardır. Al elementinin yoğunluğunun az olması, fiyatının nispeten düşük olması gibi özellikleri, bu alaşımlara; otomotiv sanayinden, uçak sanayine kadar geniş bir kullanım alanı sağlamıştır. Nano-kristal yapıdaki Al-esaslı alaşımların özelliklerinin çok daha iyi olması, bu kullanım alanını daha da genişlemesine neden olmuştur. Nano-kristal yapıdaki Al-esaslı alaşımların mekaniksel özellikleri, kristal yapıdaki Al-esaslı alaşımların mekaniksel özelliklerinden 2–3 defa daha iyidir. Bu nedenlerden dolayı nano-kristal yapı alaşımların üretilmesi ve özelliklerinin araştırılması son derece önemlidir.



Şekil 5.1. Mekaniksel alaşımlama ile üretilen Al₈₅Fe₅Ni₅Nd₅ alaışının X-ışını grafiği

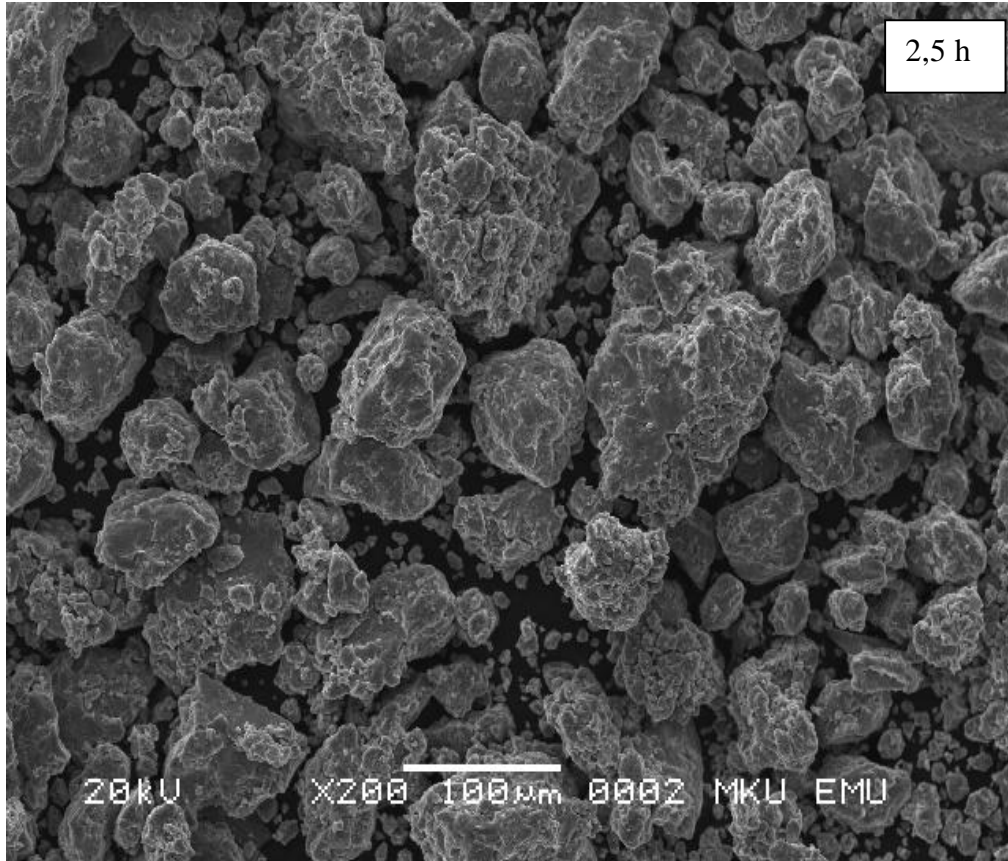
5.1.2. Elektron Mikroskobu (SEM) ile Morfoloji İncelemesi

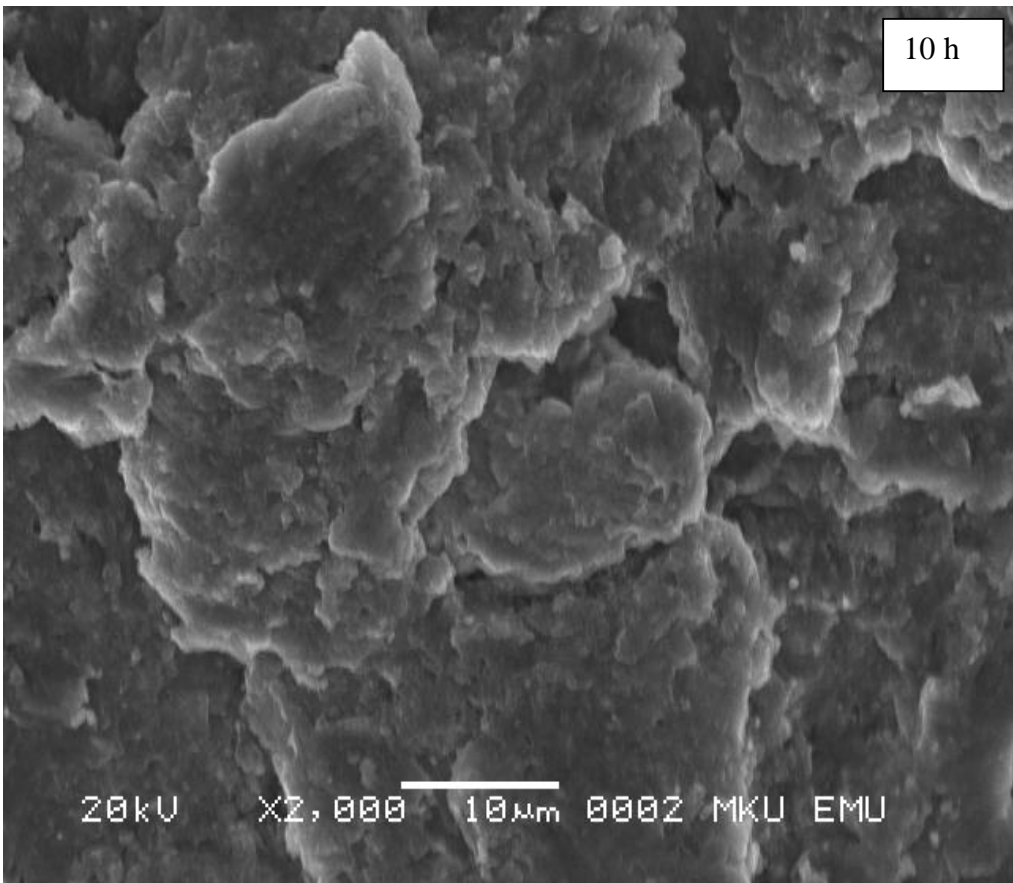
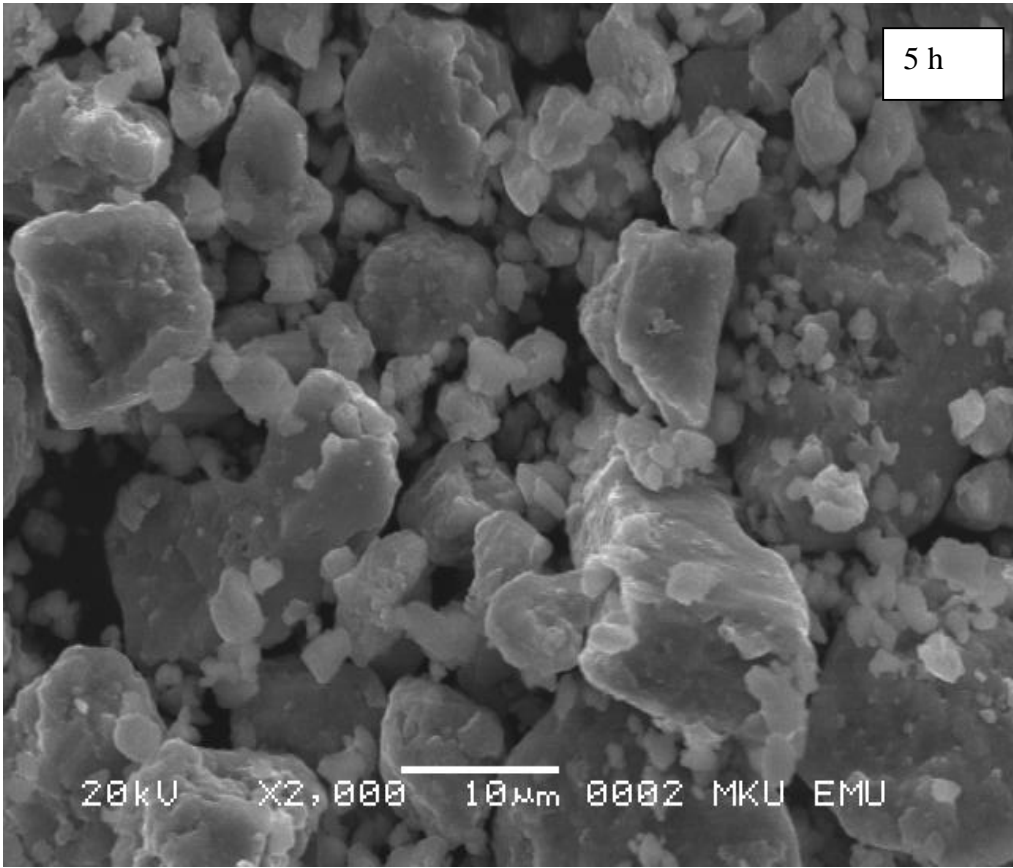
Mekaniksel alaşımlama işlemine tabi tutulan elementsel tozların morfolojik özelliklerinde meydana gelen değişiklikler temelde iki farklı safhada incelenir. Bu safhalar, elementsel tozların, kırılma, yapışkanlık, elastiksel, plastiksel vb gibi özelliklerine bağlıdır. Mekaniksel alaşımlama işleminin ilk safhasında; tozların birbirleri ile ve bilyelerle çarpışması sonucu elementsel tozlar deformasyona uğrar, morfolojik yapıları bozulur ve birbirlerine yapışarak kümeleşmeye başlarlar. Bu olaya soğuk kaynaklanma (cold welding) denir. Bu nedenle parçacık yapılarında sürekli bir artış meydana gelir. Bu işlemin devam etmesi sonucu yeni ara-yüzeyler oluşur ve nihayetinde alaşım oluşur. Mekaniksel alaşımlama işleminin ikinci safhasında, belli bir büyüklüğe ulaşan parçacıklar mekaniksel alaşımlama sonucu ortaya çıkan enerji nedeni ile parçalanmaya başlar ve bu durum; kırılma, parçalanma (fracturing) olarak adlandırılır. Bunun neticesi olarak parçacıkların yapılarında belli bir azalma meydana gelir. Bu azalma belli bir süre devam eder, parçacık yarıçapları belli bir küçüklüğe geldiğinde artık daha fazla kırılma olmadığında parçacıkların boyutları sabitleşir. Dolayısıyla mekaniksel alaşımlama işleminin ilk safhası, oluşacak alaşımın mikro yapıyla, oluşması muhtemel fazlarla ve oluşacak alaşımın türü ile (amorf, kristal, kuazikristal vb) doğrudan ilgilidir. Bu nedenlerden dolayı istenilen alaşımın elde edilebilmesi için, alaşımlama işleminin ilk safhasında alaşımlama cihazının parametreleri doğru seçilmeli, doğru ayarlanması ve iyi kontrol edilmelidir. Aksi halde elde edilmek istenen alaşım oluşmayabilir. Eğer alaşımlama işleminin ilk safhasında istenilen alaşım oluştuysa ikinci safhaya geçilmemelidir. Bunu anlayabilmek için alaşımlama işleminin belli periyotlarında cihazdan numune alınıp incelenmelidir.

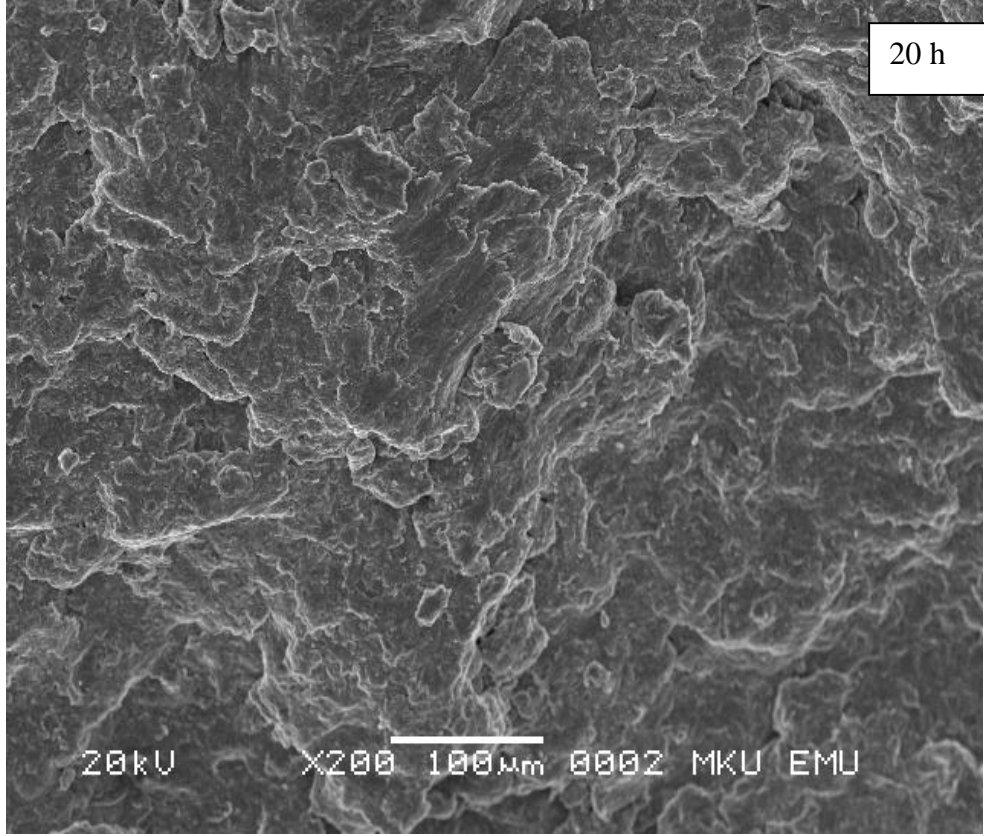
Yukarıda bahsedilen durumlar dikkate alınarak $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ tozları, 200 saate kadar mekaniksel alaşımlama işlemine tabi tutulmuş ve belli zaman aralıklarında cihazdan numuneler alınarak SEM cihazı ile incelenmiştir. Bu şekilde alaşımlama işleminin tozların morfolojik özelliklerine ve toz parçacıklarının boyutlarına etkisi araştırılmıştır. 200 saate kadar alaşımlama işlemine tabi tutulan $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ tozlarının SEM fotoğrafları Şekil 5.2 de görülmektedir. Şekil 5.2 de görüldüğü gibi $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ tozlarının mekaniksel alaşımlama işlemine tabi tutulması ile hem tozların birbirleri ile kaynaşarak kümeleştiği ve hem de parçalanarak boyutlarının azaldığı görülmektedir. Elementsel tozların birbirleriyle kaynaşarak kümeleştiği durum alaşımlama işleminin ilk safhasında meydana gelmiştir. Bu durum Şekil 5.2.a da görülmektedir. 2.5, 5, 10 ve 20 saatlik mekaniksel alaşımlama işlemine tabi tutulan alaşımların SEM fotoğrafında bu durum açıkça görülmektedir.

Alařımlama iřleminin bu ilk safhasında alařımı oluřturacak Al, Ni, Fe ve Nd elementsel tozlarının deformasyona uęrayarak birbiriyle reaksiyona girdięi grlmektedir. 2.5 saatlik mekaniksel alařımlama neticesinde alařımların birbirleriyle kaynařtıęı ve belli blgelerde kmler oluřtuęu grlmektedir. 5, 10 ve 20 saatlik alařımlama iřlemi sonrası alařımlarda bu kmleřmeler ve tozların birbirleriyle kaynaklandıęı daha aık olarak grlmektedir. Bu kaynaklanmanın bir neticesi olarak elementsel tozların ara-yzeyleri kaybolmakta, kmeleřen tozlarda belli bir ara-yzey oluřmakta ve nihayet alařım oluřmaktadır. Alařımlama iřleminin soęuk kaynaklanma (cold welding) olarak tanımlanan bu safhası alařımın oluřması ile tamamlanmaktadır.

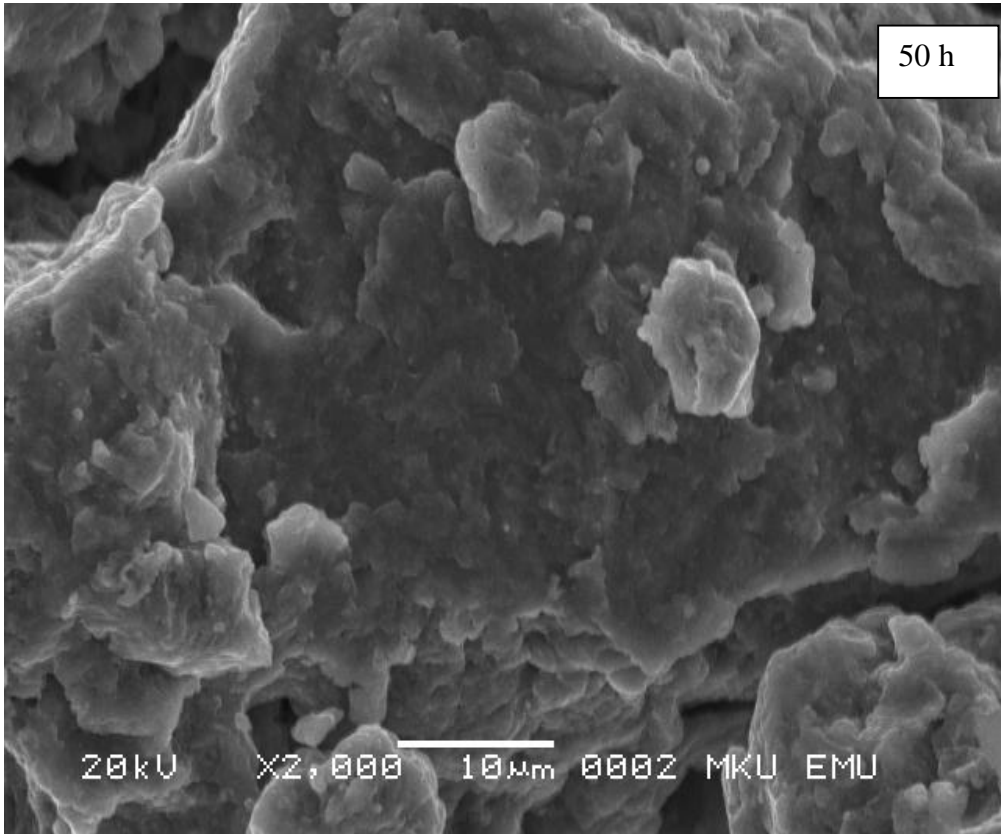
Alařımlama iřleminin; kırılma, paralanma (fracturing) olarak bilinen ikinci safhası Őekil 5.2.b de grlmektedir. Őekil 5.2.b de grldę gibi, alařımlama iřleminin bu safhasında belli bir byklęe ulařan paracıklar kırılmaya ve kırılan paracıkların boyutu azalmaya bařlamıřtır. Bu azalma belli bir sre devam etmiř ve paracık boyutu belli bir kklęe ulařınca sabitlenmiřtir. 200 saatlik alařımlama iřleminin sonrasında SEM fotoęrafında paracıklarında boyutunun 10 μm 'nin altına dřtę grlmektedir. Bu sonu, mekaniksel alařımlama teknięinin nanokristal yapıda alařım elde etmekte etkili bir yntem olduęunu gstermiřtir.

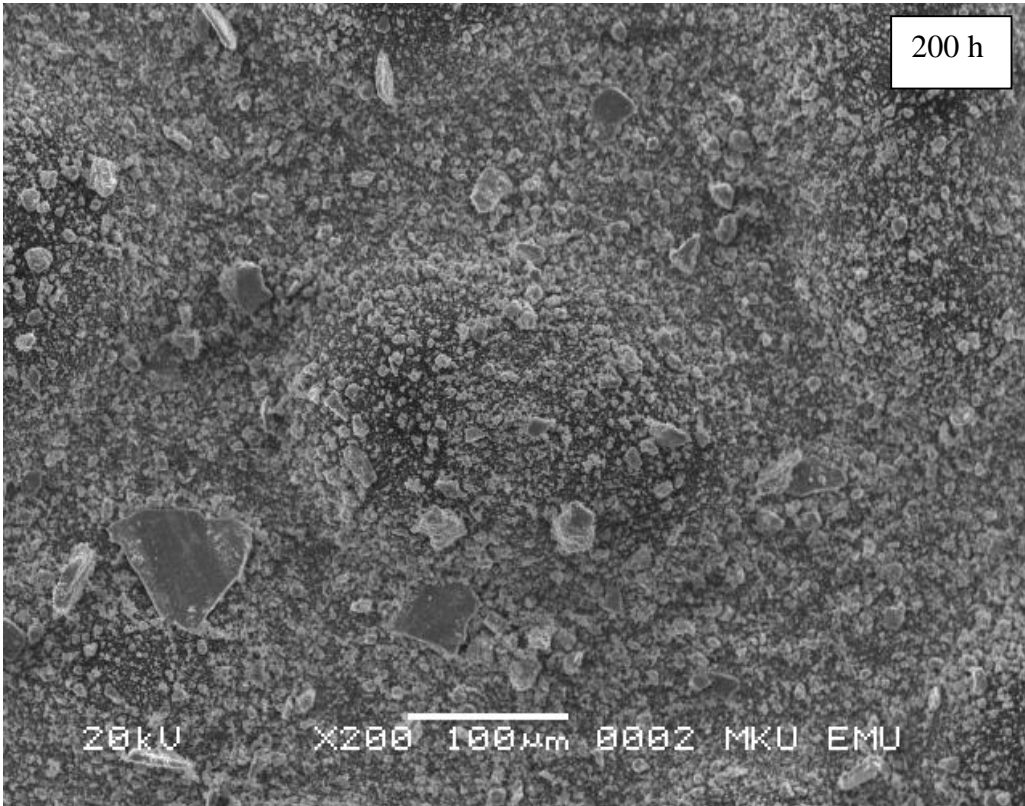
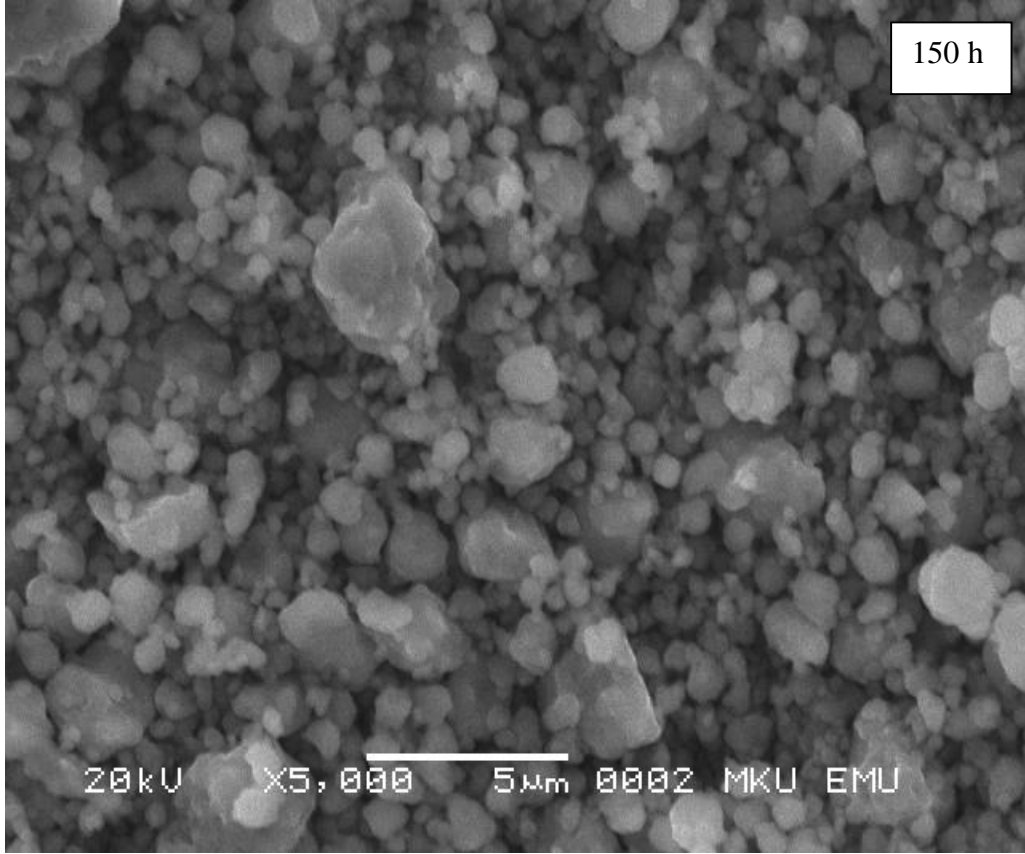






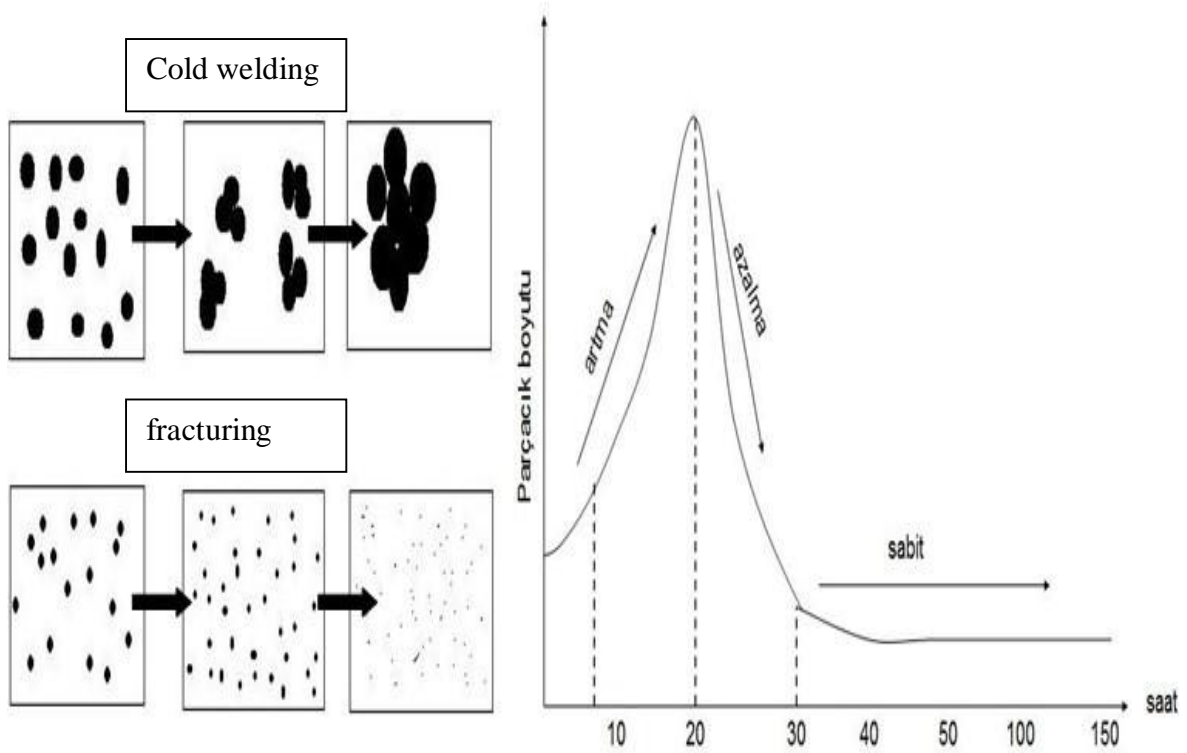
Şekil 5.2 (a) Mekaniksel alaşımlama işlemine tabi tutulan Al₈₅Ni₅Fe₅Nd₅ tozlarının SEM görüntüleri. Alaşımlama işleminin ilk safhası.





Şekil 5.2 (b) Mekaniksel alaşımlama işlemine tabi tutulan $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ tozlarının SEM görüntüleri. Alaşımlama işleminin ikinci safhası.

Mekaniksel alaşımlama cihazının parametreleri iyi seçilir ve işlem süresinde kontrol altında tutulabilirse, bu metotla istenilen boyutta ve istenilen mikro yapıda alaşım üretilebilir. Bir alaşımın fiziksel, kimyasal, mekaniksel vb gibi özelliklerinin alaşımın mikro yapıyla dorudan ilişkili olduğu hatırlandığında, mekaniksel alaşımlama tekniğinin önemi daha da iyi anlaşılır. Şekil 5.3 de cold welding ve fracturing safhaları şematik ve grafiksel olarak gösterilmiştir.



Şekil 5.3 $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ tozlarının 2,5–150 h parçacık boyutu değişimi

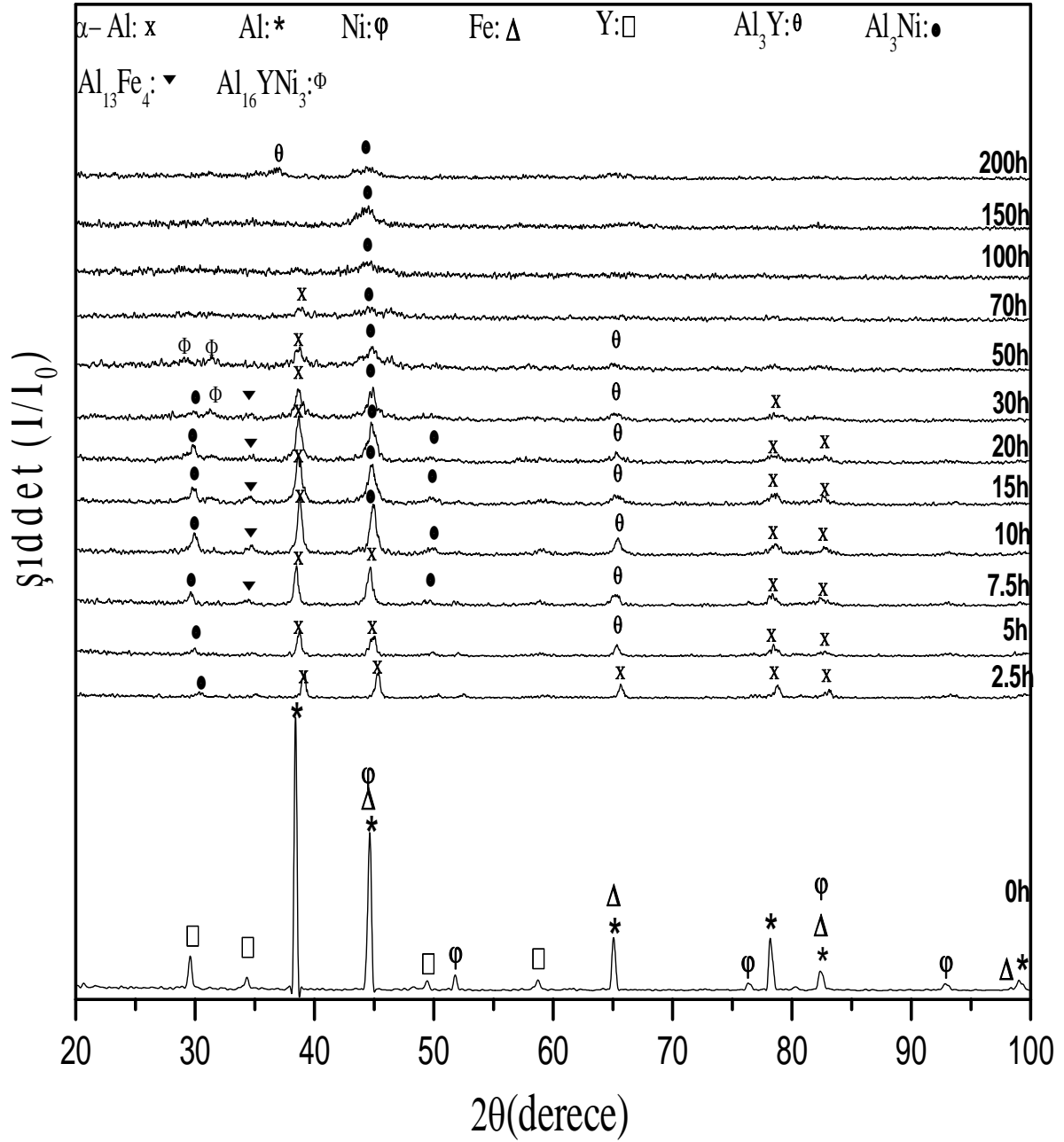
5.2. Mekaniksel Alaşımlama Tekniği ile Üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ Alaşımın Analizi

5.2.1. X-ışını Analizi

Çizelge 4.1. de belirtilen oranlar kullanılarak $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ kompozisyonu hazırlandı. Hazırlanan elementsel tozlar 200 saate kadar mekaniksel alaşımlama işlemine tabi tutuldu ve bu sürede alaşımın oluşumu, oluşan alaşımın mikro yapısı XRD cihazı ile incelendi. Alaşımın mikro yapısında meydana gelen değişimi anlayabilmek için belli zaman aralıklarında cihazdan numuneler alınarak incelendi. MA tekniği ile üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ alaşımlarının XRD grafiği Şekil 5.4 de görülmektedir. Bu grafiğe hiç bir işleme tabi tutulmayan $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ tozlarının XRD grafiği de eklenmiştir. Şekil 5.4 de görüldüğü gibi, alaşımlama işlemine tabi tutulmayan $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ tozlarının XRD

grafiğinde; beklenildiği üzere Al, Ni, Fe ve Y elementlerinden yansıyan pikler görülmektedir. 2,5 saatlik alaşımlama işlemi sonrası elementsel piklerin şiddetlerinin hızlı bir şekilde azaldığı ve bazılarının kaybolduğu görülmektedir. Bu sonuç, 2,5 saatlik alaşımlama işlemi sonrası elementsel tozların birbirleri reaksiyona girerek yeni fazlar oluşturmaya başladığının göstermektedir. Oluşan yeni fazlardan biri α -Al(Y, Fe, Ni) fazıdır. Yani saf Al fazı yerine α -Al fazı oluşmuştur. Bu faz kesim 5.11. de ifade edilen aşırı doymuş Al fazı olarak adlandırılmaktadır. Bu faz aynı zamanda Y, Fe ve Ni elementleri de içermektedir. Bu fazdan yansıyan pikler; 38° , 44° , 78° ve 84° yansıma açılarında görülmektedir. 31° yansıma açısında ise Al_3Ni intermetalik fazlardan yansıyan pik görülmüştür. 5 saatlik alaşımlama işlemi sonunda 65° yansıma açısında Al_3Ni fazından yansıyan pik görülmektedir. 7,5 saatlik MA işleminin sonucunda 34° yansıma açılarında $Al_{13}Fe_4$ ve 49° yansıma açısında Al_3Ni fazından yansıyan pikler görülmüştür.

10–20 saatlik alaşımlama işlemi sonrası numunelerin XRD sonuçlarında 44° yansıma açısında yeni pik gözlenmiştir. Bu pik analiz edildiğinde Al_3Ni intermetalik fazından yansıyan pik olduğu anlaşılmaktadır. 30 saatlik alaşımlama işlemi sonunda 31° yansıma açısında $Al_{16}YNi_3$ piki gözlemlenmiştir. Alaşımlama işleminin bu aşamasında, 49° yansıma açısında Al_3Ni piki ve 84° yansıma açısında gözlenen α -Al fazından yansıyan pikin şiddetinin azaldığı görülmektedir. 50 saate kadar alaşımlama işlemine tabi tutulan numunelerin analizinde ise 34° yansıma açısında $Al_{13}Fe_4$ ve 78° yansıma açısında α -Al fazından yansıyan pikin şiddetinin azaldığı gözlenmiştir. Alaşımlama işleminin bu aşamasında 28° yansıma açısında $Al_{16}YNi_3$ fazından yansıyan yeni bir pik görülmüştür. 70 saatlik alaşımlama işlemi sonunda ise 38° yansıma açısında α -Al fazından yansıyan pik ve 44° yansıma açısında Al_3Ni fazından yansıyan pik gözlenmiştir. 100–150 saatlik MA işlemlerinin sonunda ise 43° ve 46° yansıma açılarında geniş bir Al_3Ni intermetalik faza ait pik gözlenmiştir. Şiddeti düşük olan bu geniş pik alaşımlama işleminin nanokristal yapıda olduğunu göstermektedir. 200 saatlik alaşımlama işlemi sonucu ise 36° yansıma açısında Al_3Y ve 44° yansıma açısında Al_3Ni nano-kristal yapıda intermetalik fazlar oluşmuştur. Bu analiz sonucuna göre, $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ tozlarının 200 saatlik mekaniksel alaşımlama işlemine tabi tutulması ile nano-kristal yapıda intermetalik fazlar oluşmuştur.



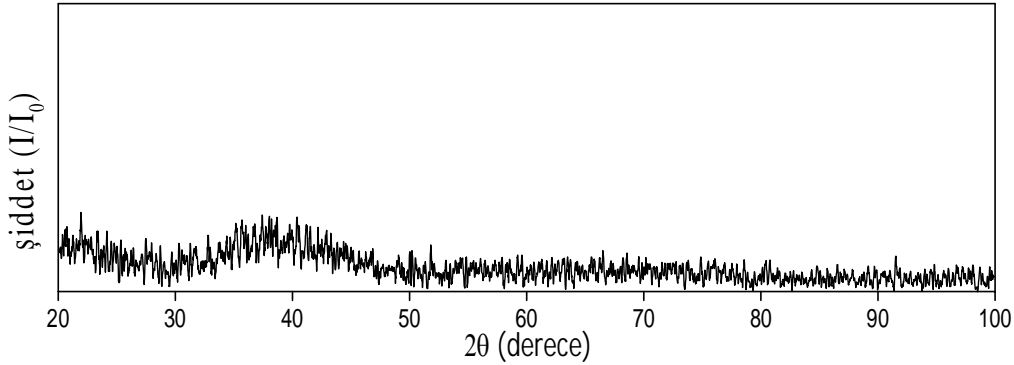
Şekil 5.4. Mekaniksel alaşımlama ile üretilen $Al_{85}Fe_5Ni_5Y_5$ alaşımının X-ışını grafiği

5.3. Hızlı Katılaştırma Tekniği ile Üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ Alaşımların Analizi

Normal Katılaştırma (NK) tekniği ile üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının kristal yapıda olduğu anlaşılmıştır. Amorf alaşım üretmek için, külçe halinde üretilen bu alaşım küçük parçalara bölünmüş ve hızlı katılaştırma (HK) tekniğinin eriyik-döndürme (Melt-Spinning) metodu ile şeritler halinde üretilmiştir. Bu şekilde üretilen alaşımların amorf yapıda olup olmadığını anlayabilmek için alaşımlar X-ışını difraksiyonu ile incelenmiştir.

5.3.1. X-ışını Analizi

Hızlı Katılaştırma metoduyla şeritler halinde üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının X-ışını analizi sonucu Şekil 5.5 de görülmektedir. Şekil 5.5 de görüldüğü gibi bu alaşımın X-ışını analizinde kristal yapıyı ifade eden keskin ve şiddetli pikler gözlenmemiştir. Bunun yerine 30° – 50° yansıma açısı aralığında geniş bir pik gözlenmiştir. Bu pik hızlı katılaştırma ile üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının amorf yapıda olduğunu gösterir.



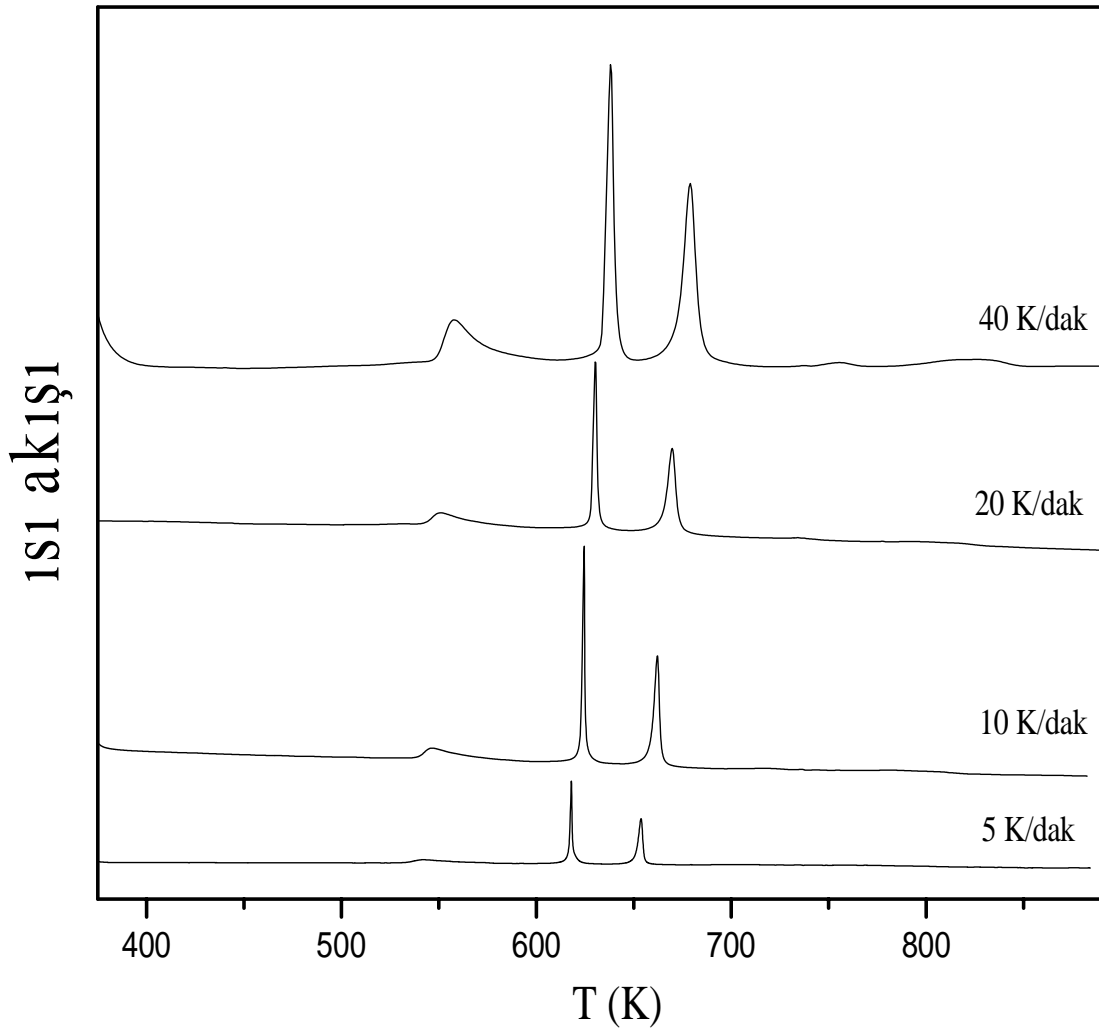
Şekil 5.5. Hızlı katılaştırma ile üretilen $Al_{85}Fe_5Ni_5Nd_5$ şeritlerinin X-ışını grafiği

5.3.2. Isısal Analiz

Hızlı katılaştırma ile amorf şeritler halinde üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının ısısal özelliklerini inceleyebilmek için, amorf şeritler DSC ile incelenmiştir. Şekil 5.6’da bu alaşımların DSC sonuçları görülmektedir. Alaşımlar DSC ile 5, 10, 20 ve 40 K/dakika ısıtma oranlarında 350–950 K aralığında ısıtılarak incelenmiştir.

Şekil 5.6 da görüldüğü gibi $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının 350–950 K aralığında ısısal işleme tabi tutulması ile üç ekzotermik pik gözlenmiştir. Bu alaşımın kristallenme sıcaklığı (T_x) ile pik sıcaklıkları (T_{p1} , T_{p2} , T_{p3}) Çizelge 5.1 de görülmektedir. Şekil 5.6 da görülen her ekzotermik pik bir faz dönüşümünü gösterir. Bu nedenle hızlı katılaştırma metodu ile amorf olarak elde edilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının kristallenmesi, yani amorf yapıdan kristal yapıya dönüşmesi üç aşamada olmaktadır. Bu aşamalar kesim 5.3.3’ de detaylı olarak açıklanacaktır. Diğer taraftan, Şekil 5.6 da ve Çizelge 5.1 de görüldüğü gibi ısıtma oranları arttıkça pikler genişlemiş ve kristallenme pik sıcaklıkları artmıştır. Yani ısıtma oranı 5 K/dakika iken kristallenme sıcaklığı 536 K iken, ısıtma oranı 40 K/dakika olduğunda kristallenme sıcaklığı 546 K değerine çıkmaktadır. Aynı durum üç kristallenme piki içinde geçerlidir. Yani her ekzotermik reaksiyonun pik sıcaklığı artan ısıtma oranı ile artmıştır. Bu durum amorf alaşımlarda görülen genel bir özelliktir ve amorf alaşımların

aktifliđi olarak tanımlanır. Amorf alaşımların ısısal kararlılıđını belirlemek için kullanılan aktivasyon enerjisi, amorf alaşımların bu özelliklerinden yararlanılarak hesaplanır.



Şekil 5.6 Hızlı katılaştırma ile üretilen $Al_{85}Fe_5Ni_5Nd_5$ alaşımının DSC sonuçları

Çizelge 5.1 $Al_{85}Fe_5Ni_5Nd_5$ alaşımının kristallenme sıcaklıđı (T_x) ve pik sıcaklıkları

T_{p1}, T_{p2}, T_{p3}

B (K/dak)	T_x (K)	T_{p1} (K)	T_{p2} (K)	T_{p3} (K)
5	536	545	617	653
10	538	546	624	662
20	541	550	630	669
40	546	558	637	678

5.3.2.1. Aktivasyon Enerjisi Hesabı

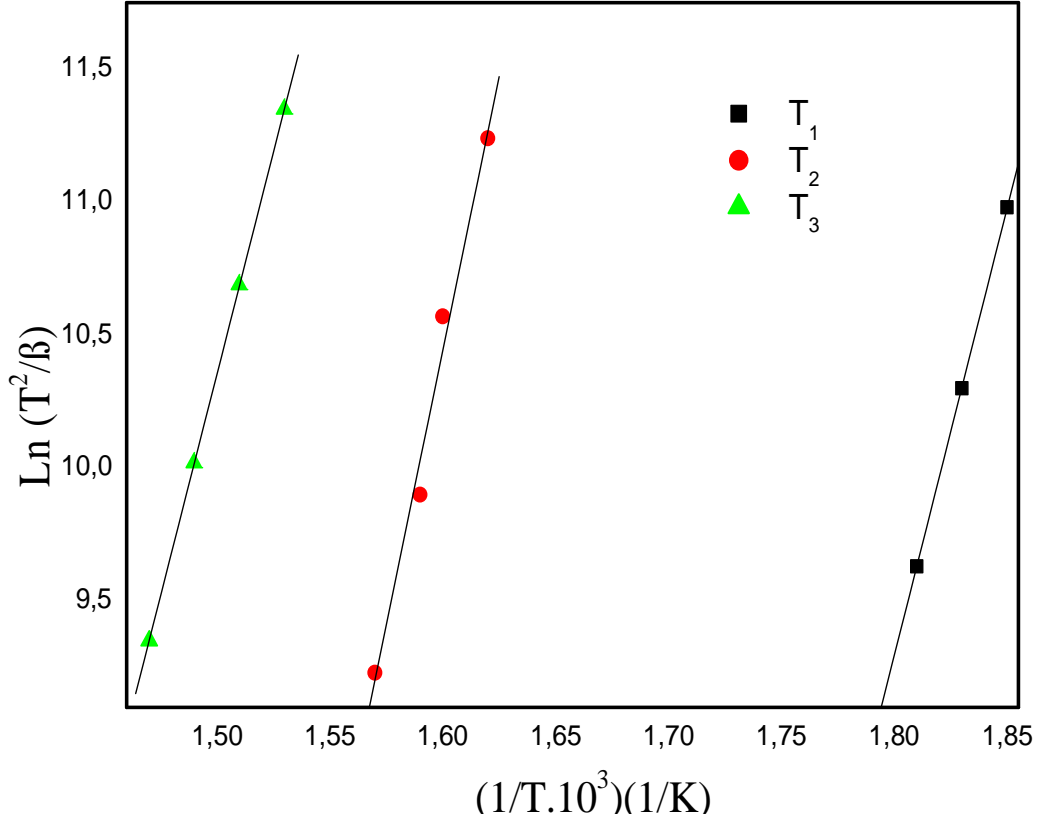
Bu çalışmada hızlı katılaştırma metodu ile ince şeritler halinde ve amorf yapıda üretilen $Al_{85}Fe_5Ni_5Nd_5$ alaşımının faz kararlılığını ve ısıl aktifliğini incelemek için aktivasyon enerjisi hesaplanmıştır. Amorf, nanokristal, kuazikristal vb gibi yarı-kararlı alaşımların faz kararlılıkları ve bir fazdan başka bir faz geçişin olabilmesi için gerekli olan en ‘az enerji’ miktarını, o alaşımın aktivasyon enerjisini hesaplayarak anlayabiliriz. Aktivasyon enerjileri yüksek olan alaşımlar daha kararlı alaşımlardır ve bu alaşımlarda faz dönüşümü olabilmesi için yüksek miktarda enerjiye ihtiyaç duyulur. Aktivasyon enerjisini hesaplamak için birçok metot olmasına rağmen, Kissinger (Kissinger, 1957) ve Ozawa (Ozawa, 1970) metotları daha tutarlı sonuçlar vermiş ve yaygın olarak kullanılmıştır. Kissinger ve Ozawa metotları kullanılarak elde edilen aktivasyon enerjileri yaklaşık sonuçlar verdiği için bu çalışmada sadece Kissinger metodu kullanılarak aktivasyon enerjisi hesaplanmıştır.

$Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için, 5 K/dak, 10 K/dak, 20 K/dak ve 40 K/dak gibi farklı ısıtma oranlarında DSC ile ısıtılan ve sonuçları Çizelge 5.1 de olan değerler kullanıldı. Bu çizelgedeki değerler Kissinger denkleminde yerine yazılarak her pik için aktivasyon enerjisi hesaplanmıştır. Kissinger denklemi;

$$\ln(T^2 / \beta) = E_a / RT + A \quad (5.1)$$

$$E_a = [\ln (T^2 / \beta) / (1/T)] R \quad (5.2)$$

şeklindedir. Burada β ısıtma oranı, T aktivasyon enerjisi hesaplanacak ekzotermik pik sıcaklığı, E_a Aktivasyon enerjisi, R evrensel gaz sabiti (8,314 J/mol K) ve A sabittir. $\ln(T^2 / \beta)$ değeri y-ekseni ve $1/T$ x-ekseni olmak üzere Kissinger grafiği çizilir. Şekil 5.7 de görüldüğü gibi Kissinger grafikleri doğrusaldır ve doğruların eğimlerinin R ile çarpımı aktivasyon enerjisini verir. $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ şerit alaşımı için aktivasyon enerjisi, Kissinger denklemi ile birinci, ikinci ve üçüncü pik için sırasıyla 258, 220 ve 200 kJ/mol bulunmuştur. Amorf bir alaşım için aktivasyon enerjisi ısıl kararlılığın bir ölçüsü olduğundan, yani aktivasyon enerjisinin büyük olması alaşımın amorf yapıdan kristale dönüşmesi için büyük enerjiler gerektiğini göstermektedir.



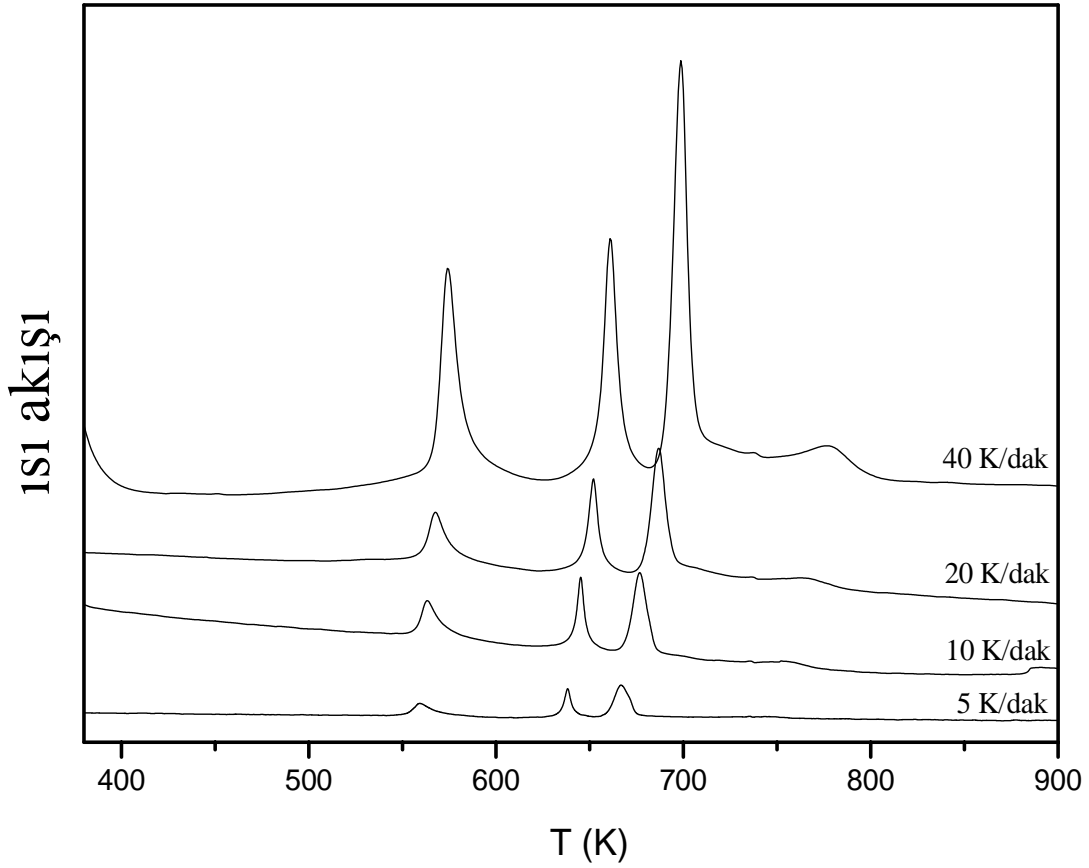
Şekil 5.7 $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ şeritlerinin Kissinger grafiği

5.3.3. Faz Dönüşümü ve Faz Tanımlanması

Hızlı katılaştırma ile amorf şeritler halinde üretilen alaşımların DSC analizinde gözlenen ekzotermik piklerin hangi fazları temsil ettiğini belirlemek için, alaşımlardan alınan numuneler ısıl işleme tabi tutulmuştur. Bunun için, seçilen numuneler DSC de gözlenen ekzotermik piklerin bitiş sıcaklıklarında ısıtıldıktan sonra XRD ile incelenmiştir. $Al_{85}Fe_5Ni_5Nd_5$ şeritlerin ısıl işlem öncesi ve sonrası XRD grafiği Şekil 5.8 de görülmektedir. DSC’ de gözlenen ilk ekzotermik pik bitiş sıcaklığı olan 573 K’de ısıtılan $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımında AlNiNd fazı gözlenmiştir. Dolayısıyla Şekil 5.6 da ki DSC analizinde gözlenen ilk ekzotermik pik amorf fazın AlNiNd fazına dönüşümünü temsil etmektedir. 633 K de ısıtılan $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının XRD sonucunda α -Al(NiFeNd) fazından ve Al_3Ni fazından yansıyan pik görülmüştür. Bu da Şekil 5.6 da ki DSC analizinde gözlenen ikinci ekzotermik pik bu faz dönüşümlerini temsil etmektedir. 713 K de ısıtılan alaşımında ise tamamen kristal pikler gözlenmiştir bunlar; $Al_{11}Nd_3$, Al_3Fe_4 , AlNiNd, Al_3Ni , Fe, Nd, Al ve Ni fazından yansıyan piklerdir. X ışını analizinde gözlenen bu pikler de Şekil 5.6 da ki DSC analizinde gözlenen üçüncü ekzotermik pikin temsil ettiği kristal piklerdir.

görüldüğü bu alaşımın X-ışını analizinde 35° – 50° yansıma açısı aralığında geniş bir pik gözlenmiştir. Bu pik amorf yapının karakteristik bir özelliğidir. Bu da hızlı katılaştırma ile üretilen $\text{Al}_{85}\text{Ni}_5\text{Fe}_5\text{Nd}_5$ alaşımının amorf yapıda olduğunu gösterir.

5.4.2. Isısal Analiz



Şekil 5.10. Şerit olarak elde edilen $\text{Al}_{85}\text{Fe}_5\text{Ni}_5\text{Y}_5$ alaşımının DSC sonuçları

Çizelge 5.2 $\text{Al}_{85}\text{Fe}_5\text{Ni}_5\text{Y}_5$ alaşımının Kristallenme sıcaklığı (T_x) ve Kristallenme pik sıcaklıkları T_{p1} , T_{p2} , T_{p3}

β (K/dak)	T_x (K)	T_{p1} (K)	T_{p2} (K)	T_{p3} (K)
5	551	558	637	667
10	553	563	645	676
20	557	567	652	686
40	560	574	660	698

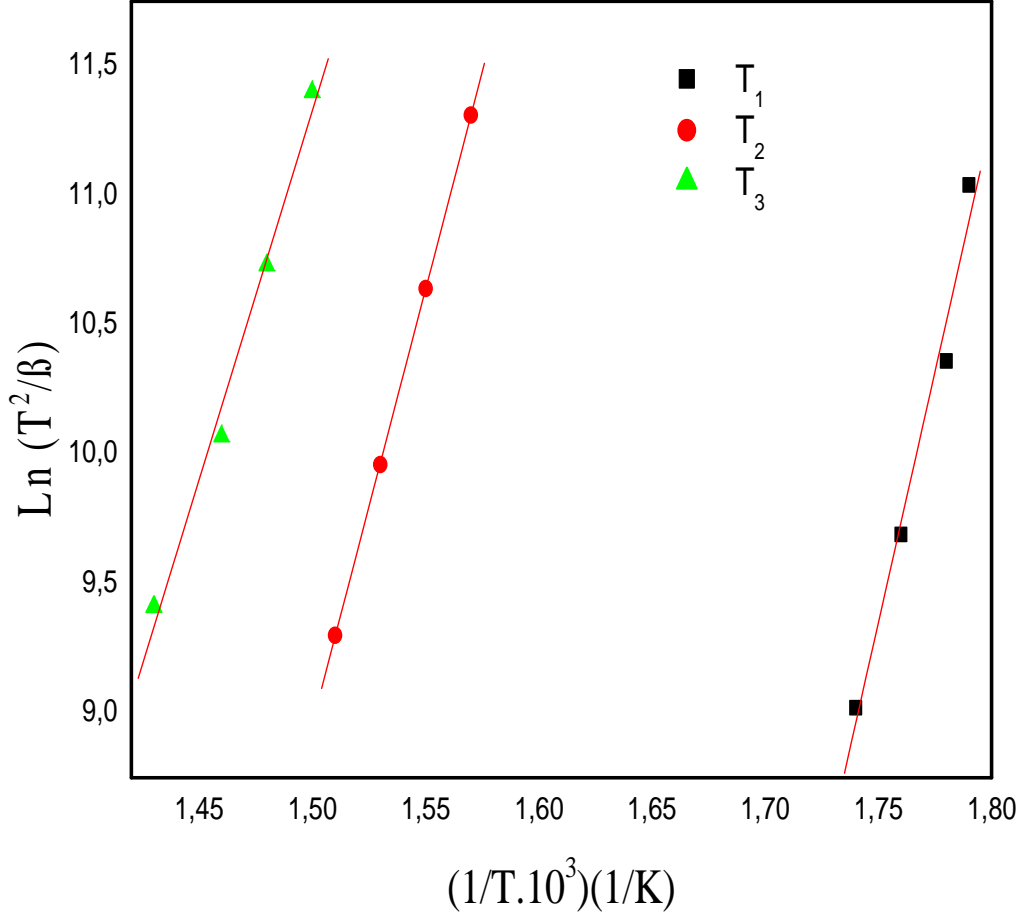
Hızlı katılaştırma ile amorf şeritler halinde üretilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Nd_5$ alaşımının ısısal özelliklerini inceleyebilmek için, amorf şeritler DSC ile incelenmiştir. Şekil 5.10 da bu alaşımların DSC sonuçları görülmektedir. Alaşımlar DSC ile 5, 10, 20 ve 40 K/dakika ısıtma oranlarında 350–950 K aralığında ısıtılarak incelenmiştir.

$Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ şerit alaşımı 350–950 K aralığında ısısal işleme tabi tutulmuş ve bunun sonucunda üç ekzotermik pik gözlenmiştir. Bu piklerin her biri bir faz dönüşümünü ifade etmektedir. Bu alaşımın kristallenme sıcaklığı (T_x) ile pik sıcaklıkları (T_{p1} , T_{p2} , T_{p3}) Çizelge 5.2 de görülmektedir. DSC analizinde gözlenen bu üç ekzotermik pike göre hızlı katılaştırma metodu ile amorf olarak elde edilen $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ alaşımının kristallenmesi, yani amorf yapıdan kristal yapıya dönüşmesi üç aşamada olmaktadır. Bu aşamalar kesim 5.4.3’ de detaylı olarak açıklanacaktır. Diğer taraftan, Şekil 5.10 da ve Çizelge 5.2 de görüldüğü gibi ısıtma oranları arttıkça pikler genişlemiş ve kristallenme pik sıcaklıkları artmıştır. Yani ısıtma oranı 5 K/dak. iken kristallenme sıcaklığı 551 K iken, ısıtma oranı 40 K/dakika olduğunda kristallenme sıcaklığı 560 K değerine çıkmaktadır. Aynı durum üç kristallenme piki içinde geçerlidir. Yani her ekzotermik reaksiyonun pik sıcaklığı artan ısıtma oranı ile artmıştır. Bu durum amorf alaşımlarda görülen genel bir özelliktir ve amorf alaşımların aktifliği olarak tanımlanır.

5.4.2.1. Aktivasyon Enerjisi Hesaplanması

Bu çalışmada hızlı katılaştırma metodu ile ince şeritler halinde ve amorf yapıda üretilen $Al_{85}Fe_5Ni_5Y_5$ alaşımının faz kararlılığını ve ısısal aktifliğini incelemek için bu alaşımın aktivasyon enerjisi hesaplandı. Bunun için, önceki (5.3.2.1) de olduğu gibi Kissinger metodu kullanıldı.

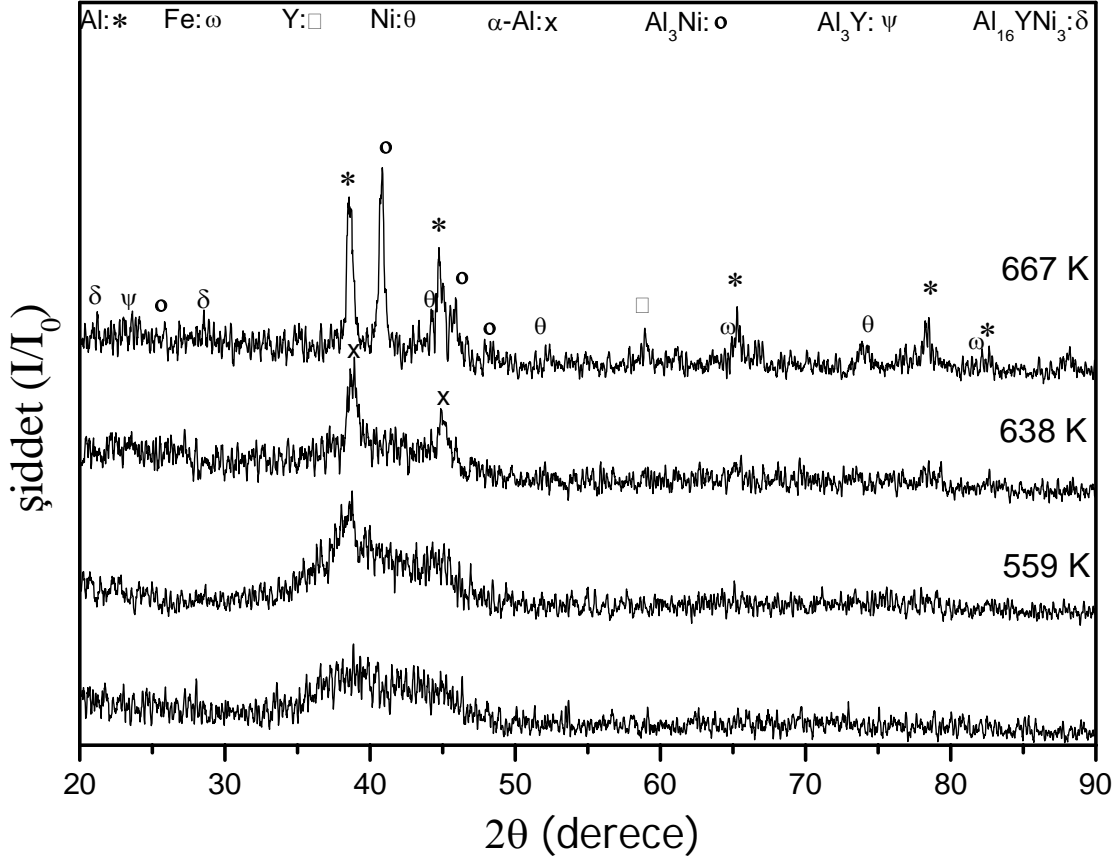
$Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için, 5 K/dak, 10 K/dak, 20 K/dak ve 40 K/dak gibi farklı ısıtma oranlarında DSC ile ısıtılan ve sonuçları Çizelge 5.2 de olan değerler kullanıldı. Bu çizelgedeki değerler denklem 5.1 de belirtilen Kissinger denkleminde yerine yazılarak her pik için aktivasyon enerjisi hesaplanmıştır. Şekil 5.11 de görüldüğü gibi Kissinger grafikleri doğrusaldır ve doğruların eğimlerinin R ile çarpımı aktivasyon enerjisini verir. $Al_{85}Ni_5Fe_5Y_5$ alaşımı için aktivasyon enerjisi, Kissinger denklemi ile birinci, ikinci ve üçüncü pik için sırasıyla 262, 228 ve 198 kJ/mol bulunmuştur.



Şekil 5.11 Al₈₅Ni₅Fe₅Y₅ şeritlerinin Kissinger grafiği

5.4.3. Faz Dönüşümü ve Faz Tanımlanması

Hızlı katılaştırma tekniği ile amorf şeritler halinde üretilen Al₈₅Ni₅Fe₅Y₅ alaşımının DSC analizinde gözlenen ekzotermik pikler gözlenmişti bu piklerin hangi fazları temsil ettiğini belirlemek için, alaşımlardan alınan numuneler ısısal işleme tabi tutulmuştur. Bu işlem için numuneler DSC de gözlenen ekzotermik piklerin bitiş sıcaklıklarında ısıtıldıktan sonra XRD ile incelenmiştir. Al₈₅Fe₅Ni₅Y₅ şeritlerin ısısal işlemde önceki ve sonraki XRD grafiği Şekil 5.12 de görülmektedir. DSC' de gözlenen ilk ekzotermik pikin bitiş sıcaklığı olan 559 K de ısıtılan Al₈₅Ni₅Fe₅Y₅ alaşımında herhangi bir fazdan yansıyan pik gözlenmemiştir.



Şekil 5.12. $Al_{85}Fe_5Ni_5Y_5$ şeritlerin ısısal işlemden önceki ve sonraki X-ışını grafiği

638 K de ısıtılan alaşımın XRD sonucunda ise α -Al fazından yansıyan pikler görülmüştür. Dolayısıyla Şekil 5.10 da ki DSC analizinde gözlenen ilk ekzotermik pik amorf fazın α -Al(Ni Fe Y) fazına dönüşümünü temsil etmektedir. 638 K de ısıtılan alaşımda sadece 2 tane kristal fazlardan yansıyan pik gözlenirken 667 K de ısıtılan alaşımın XRD sonucunda Fe, Al_3Ni , Al_3Y , $Al_{16}YNi_3$, Ni, Al fazlarından yansıyan pikler gözlenmiştir. Bu pikler DSC analizinde gözlenen 2. ve 3. ekzotermik piklerin temsil ettiği faz dönüşümleridir.

KAYNAKLAR

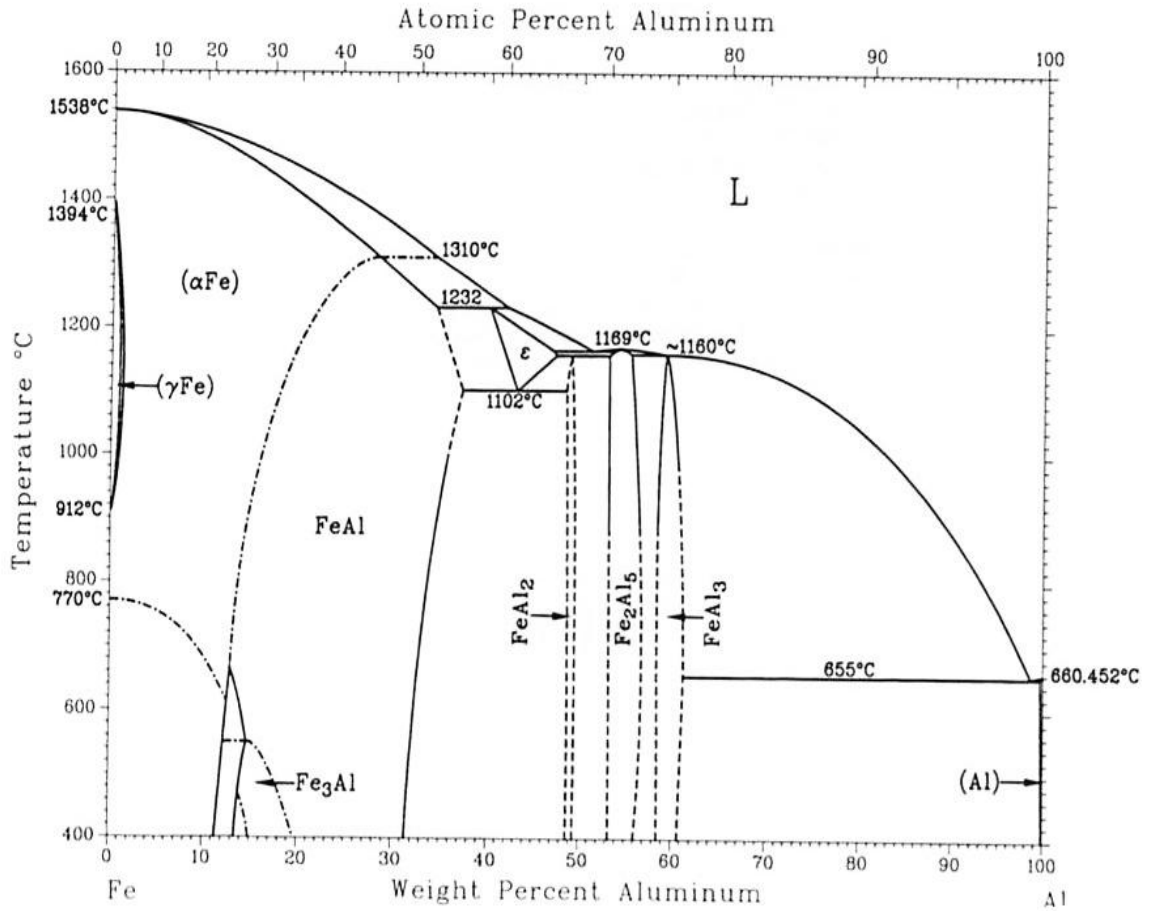
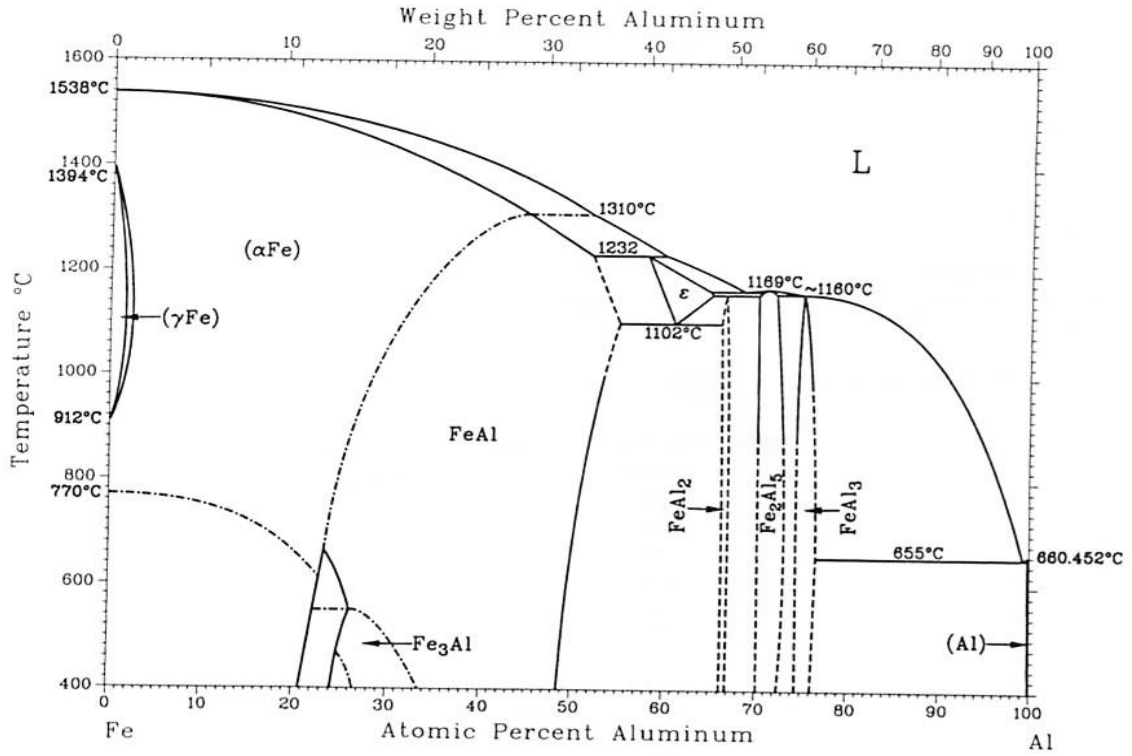
- İnternet 1. <http://www2.aku.edu.tr/~hitit/Dersler/Guz/Kristallografi>. Erişim zamanı: Eylül 2010
- İnternet 2. Taşkan M. Katıhal Fiziği-1 <http://www.fizikevreni.com/Katihalfizigi1.Pdf>. Erişim zamanı: Eylül 2010
- İnternet 3. Ergun, C. Malzeme Bilimi Ders Notları. <http://Eng.Harran.Edu.Tr/~Kturk/Malzeme> Erişim zamanı: Ekim 2010
- İnternet 4. <http://www.igcar.ernet.in/igc2004/mmg/pms/activities14.html> Erişim zamanı: Eylül 2010
- İnternet 5. http://www.revizyonileorganizematbaacilikbrnckvvtmlltrrhaberi.com/dokum_yontemleri.html Erişim zamanı: Ekim 2010
- İnternet 6. Çolak. M. Sakarya Üniversitesi Katılaştırma Ders Notları <http://www.mcolak.sakarya.edu.Tr/Dersnotu/Katilasma.Pdf> Erişim zamanı: Eylül 2010
- İnternet 7. http://sites.google.com/site/danamaterials/_/rsrc/1268477714930/nucleation Erişim zamanı: Şubat 2011
- İnternet 8. http://www.teknolojikarastirmalar.com/eegitim/malzeme/katilasma_zamani.htm Erişim zamanı: Eylül 2010
- İnternet 9. <http://wikis.lawrence.edu/display/CHEM/Properties+of+Solids> Erişim zamanı: Şubat 2011
- İnternet 10. Akbulut, H. Mühendislik Fakültesi Metalurji Ve Malzeme Mühendisliği Çekirdekleşme, <Http://Web.Sakarya.Edu.Tr/~Akbulut/Nucleation.Pdf> Erişim zamanı: Eylül 2010
- İnternet 11. <http://www.istanbul.edu.tr/eng2/metalurji/sem.htm> Erişim zamanı: Şubat 2011
- Abbaschian, R. 1992. Physical Metallurgy Principles, Pws-Kent Publshing Comp., Boston, 300-307.
- Avar, B., 2006. Al-Cu-Fe Kuazikristal Alaşımların Mekaniksel Alaşımlama, Normal Katılaştırma ve Hızlı Katılaştırma ile Üretilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, 93s.

- Başaran, M. 1976. Döküm ve Katılaştırma Tekniği. İ.T.Ü. Gümüşsuyu Mat., İst. 1-25s
- Bhatti, A. R., 1989. Effect of Heat Treatment on Metallic Glasses. Oxford Üniversitesi, Doktora Tezi.
- Bostan, B. 2003. Alüminyum-Karbon Tozlarından Mekanik Alaşımlama ve Sonrası İşlemlerle Al₄C₃ Sentezlenmesi. Gazi Üniversitesi, Doktora Tezi, 120s.
- Calin, M. Köster, U., 1998. "Nanocrystallization of Al-Ni-Y and Al-Ni-Nd Metallic Glasses". Materials Science Forum, 269-272, P749-754.
- Chen, H., Cheng, X., Zhang, J., Ouyang, Y., Du, Y., Zhong, X., Tao, X., 28 July 2008. Journal of Alloys and Compounds, Volume 460, Issues 1-2, Pages 309-313
- Christman, J.R. 1988. Fundamental of Solid State Physics. New York. 32-37.
- Fair, G.H., Wood, J.U. 1993. Ma of Iron-Aluminum Intermetallics. Powder Met.,36:123-128.
- Fisher, I.R., Kramer, M.J., Islam, Z., Wiener, T.A., Kracher, A., Ross, A.
- Fleming, M. C.1974. Solidification Processing, Mc Graw-Hill Book Comp.,New York,Vol 1, 21-24.
- Freitag, J.M., Altounwan, Z., 1997, Mat. Sci. Eng. A, 226-228 P:1053-1055.
- Göğebakan, M. 1992. Al-Ni Alaşımlarının Melt Spinning Metoduyla Hızlı Katılaştırılması, Fiziksel ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. Erciyes Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi. Kayseri. 65s.
- Göğebakan, M Warren, P.J. Cantor, B. 1997. Material Science And Engineering A, 226-228, 168-172.
- Göğebakan, M. 2002. Journal of Light Metals 2, 271-275.
- Göğebakan, M., Uzun O. 2004. Journal of Materials Processing Tecnology 153-154, 829-832.
- Gündeş, A.2002. Al-Ni-Si Alaşımlarının Hızlı Katılaştırma ile Üretilmesi ve Fiziksel, Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi.

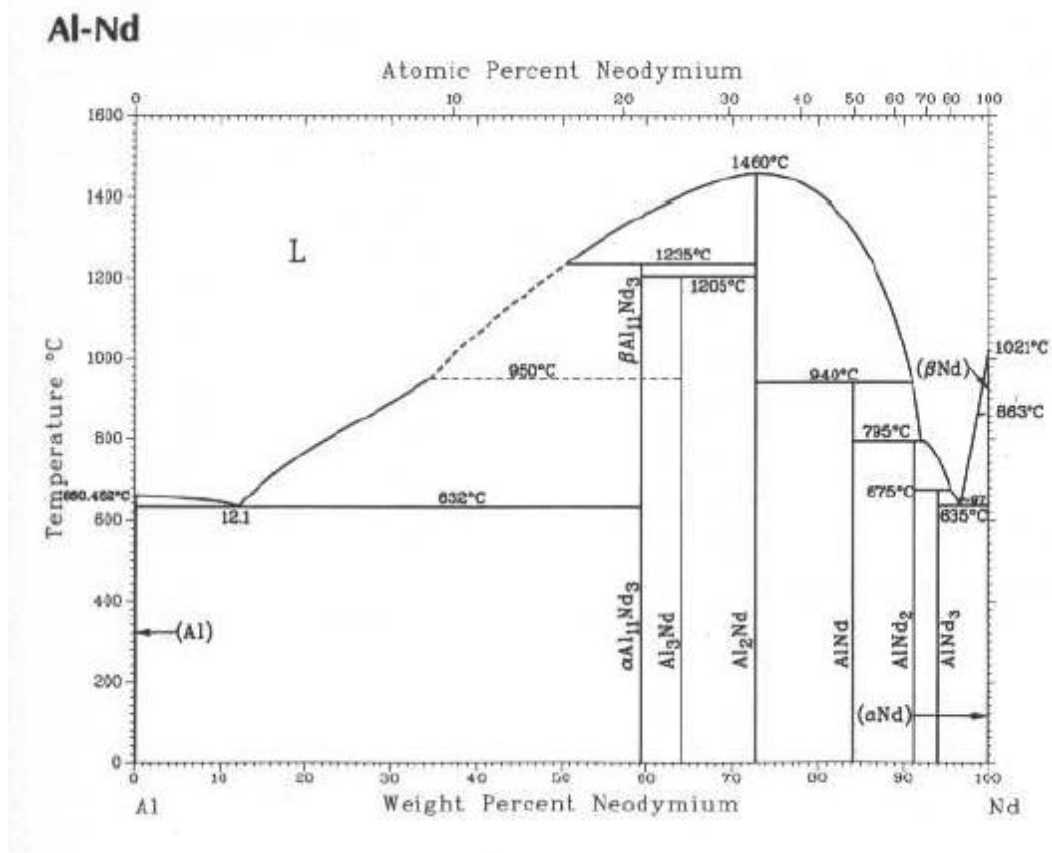
- Yüksek Lisans Tezi. Kahramanmaraş, 94s.
- He, Y., Poon, S.J., Shiflet, G.J. 1988, Science, 241, 1640.
- Inoue, A. Ohtera, K. Tsai A.P., Masumoto, T. 1988a. Japan Journal Of Application Physics, 27. L280.
- Inoue, A. Ohtera, K. Tsai A.P., Masumoto, T. 1988b. Japan Journal Of Application Physics, 27. L1796.
- Inoue, A. Ohtera, K. Tsai A.P., Masumoto, T. 1988c. Japan Journal Of Application Physics, 27. L736-L1583.
- Jones, H. 1982. Rapid Solidification of Metal and Alloys, The Institution of Metallurgist. London. P. 337-351.
- Karteri, İ. 2010. “Magnezyum Esaslı Alaşımlarda Faz Dönüşümlerinin İncelenmesi” Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş, 66s.
- Kerli, S. 2006. Al-Y-Ni Amorf Alaşımlarının Elektriksel ve Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş, 39s.
- Kim, Y.H. Inoue A., Masumoto, T., 1991. Materials Transaction, Jim, 32, 331.
- Kim W.T., Göğebakan M., Cantor B. 1997 Mater. Sci. Eng A226-228, 178-182.
- Kissinger, H.E. 1956. Variation of Peak Temperature with Heating Rate in Differential Thermal Analysis. J. Res. Nat. Bur. Stand., 57(4): 217-221.
- Kobayashi, K.F., Tachibana, N., Shingu, P.H. 1993. Formation of Amorphous Al-Cr Alloys by Mechanical Alloying. Journal of Materials Science., 25: 3149-3154.
- Koch, C.C., Cavin, O.B., Mckamey, C.G. and Scarbrough, H.O., 1983. Application of Physics Letters. 43: 1017-1019.
- Latuch, J., Matyja, H. Fadeava, V. I. 1996. Materials Science Forum. 225-227: 329-334.

- Latuch, J., Kokoszkiwicz, A., Matyja, H. 1998. Non-cryst. and nanoscale Metaterials, World Sci. 457–462.
- Libermann, H.H. 1984. Rapidly Solidified Alloys Made by Chill Block Melt-Spinning Process. Journal of Crystal Growth. 497-506.
- Okumuş, M. 2007. “Al-Ni-Si Alaşımlarının Hızlı Katılaştırma ile Üretilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi” Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi. Yüksek Lisans Tezi. 69s.
- Ouyang, Y., Zhang, J., Chen, H., Liao, S., Zhong, X. 24 April 2008, Journal of Alloys and Compounds, 454: 359-363.
- Ozawa, H. 1970. Journal of Thermal Analyses, 2: 301-324.
- Pater, D.A. Easterling, K.E. 1980. Phase Transformations in Metals and Alloys. 186-210.
- Révész, A. Henits, P. Kovács. Z., 2007, Journal of Alloys and Compounds, 434-435: 424-427.
- Tyong, J.C., Ma, Z.Y. 2000. Met. Materials Science and Engineering. Reports., 29: 49-113.
- Wilson T. W., Choo H., Porter W. D., Speakman S. A., Fan C., Liaw P. K. 2006. Journal of Non-Crystalline Solid 352, 4024-4029.
- Vasiliev, A. L. Aindow, M. Blackburn M. J. and Watson T. J. 2004. Intermetallic Volume 12, Issue 4, 349-458.
- Yang, H.W., Tjong, S.C., Wang, J.Q. 2005. Materials Science and Engineering 406: 160-165.

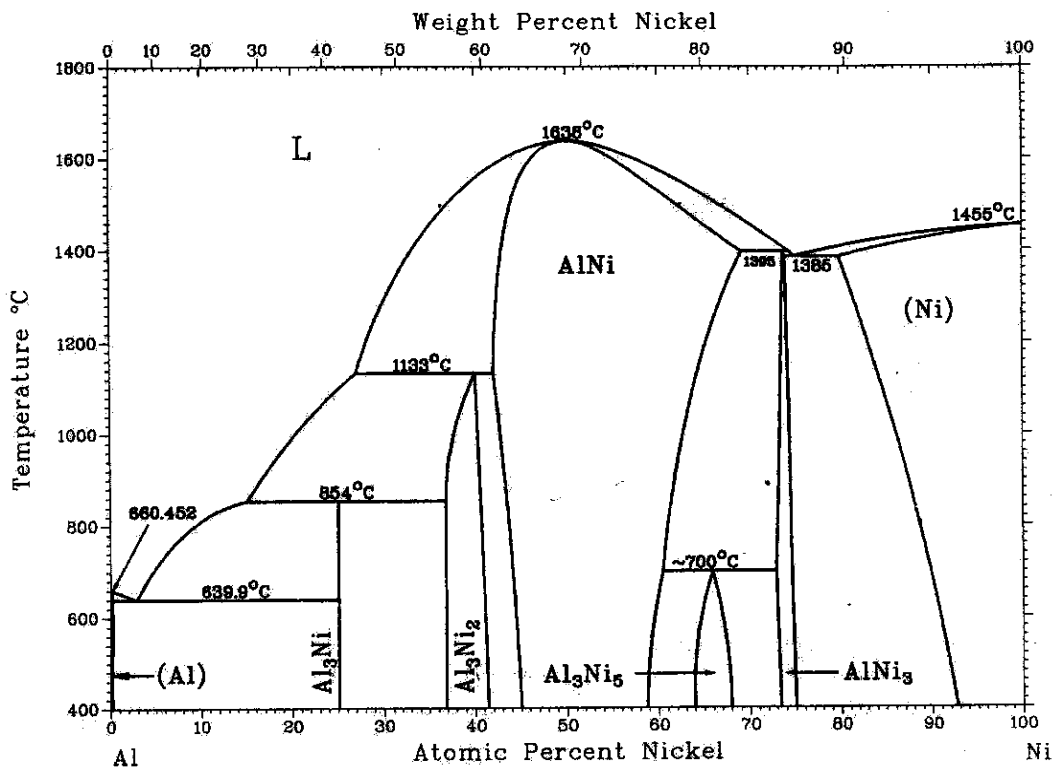
Şekil A2 Al-Fe Faz Diyagramı (ASM, 1990)



Şekil A3 Al-Nd Faz Diyagramı (ASM, 1990)



Şekil A4. Al-Ni Faz Diyagramı (ASM, 1990)



ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı, soyadı : Nazlı CANAL
Uyruğu : T.C.
Doğum tarihi ve yeri : 13.01.1986 Yozgat
Medeni hali : Bekar
Telefon : 0 (544) 743 54 85
e-posta : nazli_canal@hotmail.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Yüksek lisans	KSÜ /Fizik Bölümü	2011
Lisans	KSÜ/Fizik Bölümü	2008
Lise	Erdoğan Akdağ Anadolu Öğretmen Lisesi	2004

Yabancı Dil

İngilizce

Hobiler

Bilgisayar, Seyahat, Sinema