T.C. NEVŞEHİR HACI BEKTAŞ VELİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GÜMÜŞ-İNDİYUM İNTERMETALİK FAZLARIN TERMAL, MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Tezi Hazırlayan Erçevik ÇELİK

Tez Danışmanı Prof. Dr. Sezen AKSÖZ

> Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi

> > Mayıs 2019 NEVŞEHİR



T.C. NEVŞEHİR HACI BEKTAŞ VELİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GÜMÜŞ-İNDİYUM İNTERMETALİK FAZLARIN TERMAL, MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Tezi Hazırlayan Erçevik ÇELİK

Tez Danışmanı Prof. Dr. Sezen AKSÖZ

> Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi

> > Mayıs 2019 NEVŞEHİR

Prof.Dr. Sezen AKSÖZ danışmanlığında Erçevik ÇELİK tarafından hazırlanan "Gümüş-İndiyum İntermetalik Fazların Termal, Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi" başlıklı bu çalışma, jürimiz tarafından Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

24/05/2019

JÜRİ

Başkan

:Doç. Dr. Erhan ESER

: Prof. Dr. Sezen AKSÖZ

Üye

Üye

:Doç.Dr. Meltem DEĞERLİER GUIOT

ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun. **93.97.2019**..tarih ve.**2019**..

i



TEZ BİLDİRİM SAYFASI

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada yer alan bütün bilgilerin bilimsel ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu ve bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Erçevik ÇELİK

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans öğrenimim ve tez çalışmam süresince tüm bilgilerini benimle paylaşmaktan kaçınmayan, her türlü konuda desteğini benden esirgemeyen ve tezimde büyük emeği olan, Sayın Hocam Prof. Dr. Sezen AKSÖZ 'e,

Desteklerinden ve yardımlarından dolayı doktora öğrencisi Pınar ATA ESENER arkadaşıma,

Maddi ve manevi olarak her zaman desteklerini hissettiren değerli AİLEME,

Teknik ve idari yardımlarından dolayı Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi Rektörlüğüne, Fen-Edebiyat Fakültesi Dekanlığına, Fizik Bölüm Başkanlığına ve Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi BAP Birimine teşekkür ederim.

GÜMÜŞ-İNDİYUM İNTERMETALİK FAZLARIN TERMAL, MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Erçevik ÇELİK

NEVŞEHİR HACI BEKTAŞ VELİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Mayıs 2019

ÖZET

Bu çalışmada, gümüş-indiyum alaşımına ait intermetalik fazların termofiziksel özellikleri hakkında bilgi edinmek amaçlanmıştır. Literatürde termofiziksel özellikleri hakkında yeterli bilgi bulunmayan Ag-In intermetalik fazların elde edilmesi için % 99.99 saflıkta metaller kullanılmıştır. Ag-In intermetalik fazların elde edilmesi için miktarı belirlenen elementler hassas terazi yardımıyla tartıldı, sonra da ark fırınına yerleştirilerek uygun şartlarda alaşım oluşması sağlandı. Ark fırınında yüksek akım kaynağı tungsten uçlarda bir ark meydana getirilerek alaşımların erime işlemini gerçekleştirir. Ag-% 26 ağ. In (Ag₃In), Ag- % 34 ağ. In (Ag₂In), Ag- % 68.1 ağ. In (AgIn₂) alaşımlarına metalografik işlemler uygulandıktan sonra, her bir alaşımın mikroyapı tayini (SEM), kimyasal bileşim analizi (EDX), sertlik testleri ve faz değişimi (DSC) incelendi.

Anahtar kelimeler: Ag-InİntermetalikFazlar,TermalÖzellikler,MikroyapıÖzellikleri,MekanikÖzellikler.Tez Danışmanı:Prof.Dr.Sezen AKSÖZSayfa Adeti:59

THE INVESTIGATION OF THERMAL, MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF AG-IN INTERMETALLIC PHASES

(M. Sc. Thesis)

Erçevik ÇELİK

NEVŞEHİR HACI BEKTAŞ VELİ UNIVERSITY GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

May 2019

ABSTRACT

In this study, it is aimed to obtain the knowledge about the thermophysical properties of the intermetallic phases of silver-indium alloy. In the literature, 99.99% pure metals were used to obtain Ag-In intermetallic phases with insufficient information about their thermophysical properties. In order to obtain the Ag-In intermetallic phases, the determined elements were weighed with the help of precision scales and then placed in the arc furnace to create alloy under favorable conditions. In arc furnace, the high current source creates an arc at the tungsten ends and performs the melting of the alloys.

After metallographic processes are applied to Ag- 26% wt. In (Ag₃In), Ag- 34% wt. In (Ag₂In), Ag- 68.1 wt.In (AgIn₂) alloys, microstructure determination (SEM), chemical composition analysis (EDX), hardness tests and phase change (DSC) of each alloy were examined.

Keywords

Page Number

:Ag-In Intermetallic Phases, Thermal Properties, Microstructure **Properties, Mechanical Properties** Thesis Supervisor : Prof. Dr. Sezen AKSÖZ :59

	•	
ICIN	DEVII ED)
IUII	DENILEN	L

]	KABUL	VE ONAY SAYFASIi
Т	FEZ BİLD	İRİM SAYFASIii
Т	ſEŞEKKÜ	ĴRiii
Ċ	ÖZET	iv
A	ABSTRAG	CT
İ	ÇİNDEK	İLERvi
Г	TABLOL/	AR LİSTESİix
Ş	SEKİLLE	R LİSTESİx
S	SİMGE VI	E KISALTMALAR LİSTESİxii
E	BÖLÜM 1	
(GİRİŞ	1
1	.2.	Amaç ve Kapsam1
1	.2.	Malzeme Özelliklerinin Değişkenliği2
E	BÖLÜM 2	2
Γ	FEMEL K	AVRAMLAR
2	2.1.	Ag-In Alaşımının Teknolojideki Kullanım Yerleri4
2	2.2.	Alaşım ve Faz Kavramı4
2	2.3.	İkili Ötektid Faz Diyagramları7
2	2.3.1.	Ötektoid alaşımların yapısı9
2	2.3.2.	Ötektoid altı ve ötektoid üstü alaşımlar10
2	2.3.3.	Ötektoid reaksiyon gösteren diyagramlardaki sınırlamalar12
2	2.3.4.	Ötektoid alaşımların mekanik özellikleri12
2	2.4.	Arafaz veya Metaller Arası Bileşik İçeren Alaşım Sistemler12
2	2.4.1.	Katı durumda uyumu dönüşümler15

2.4.2.	Düzenli kristal yapılar	.16
2.4.3.	Ara fazların fiziksel özellikleri	. 19
2.5.	Sertlik	.19
2.5.1.	Rockwell sertlik ölçme yöntemleri	.20
2.5.2.	Brinell sertlik ölçme yöntemi	.23
2.5.3.	Knoops ve Vickers mikro sertlik ölçme yöntemleri	.24
2.5.4.	Sertlik dönüşümü	.25
2.5.5.	Sertlik ve çekme dayanımı arasındaki ilişki	.25
BÖLÜM 3	3	
YÖNTEM	1	28
3.1.	İzlenen Aşamalar	.28
3.2.	Alaşımların Oluşturulması	.28
3.3.	Metalografik İşlemler	.29
3.3.1.	Numunelerin zımparalanması	.29
3.3.2.	Numunelerin dağlanması.	.32
3.4.	Deneysel Sistem	.33
3.4.1	Ark fırını	.34
3.4.2	Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	.35
3.4.2.1.	Çalışma Prensibi	.36
3.4.2.2.	Demet numune etkileşimi ve sonuçları	.37
3.4.3.	Diferansiyel taramalı kalorimetre	.41
3.4.3.1	Amacı ve yöntemi	.41
3.4.3.	Mikrosertlik ölçüm cihazı	.44

BÖLÜM 4

DENEYSEL SONUÇLAR46		
4.1.	Gözlenen Mikroyapılar	46
4.2.	Alaşımların Mikrosertlik Değerlerinin Ölçülmesi	49
4.3.	Alaşımların Termal Özelliklerinin Ölçülmesi	51
BÖLÜM 5		
SONUÇ		
KAYNAKLAR		55
ÖZGEÇMİŞ		.59

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1.	Sertlik ölçme yöntemleri
Tablo 2.2.a	Rockwell sertlik skalaları
Tablo 2.2.b	Rockwell yüzey sertlik skalaları2
Tablo 3.1.	Parlatmada kullanılan çözelti ve kumaşlar
Tablo 3.2.	İkili intermetalik alaşımlara uygulanan dağlayıcılar
Tablo 3.3.	Mikroskopların farklı özellikleri30
Tablo 4.1.	Ag-%26 ağ. In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-% 68.1 ağ. In alaşımlarını mikrosertlik değerleri
Tablo 4.2.	Ag-%26 ağ. In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-% 68.1 ağ. In alaşımlarının baz termodinamik özellikleri

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Ötektoid reaksiyon gösteren ikili faz diyagramının şematik gösterimi8
Şekil 2.2.	Demir karbon diyagramının ötektoid dönüşüm gösteren bölümü9
Şekil 2.3.	(a) % 0,4 C içeren ötektik altı çelik. Beyaz alanlar ötektoid öncesi oluşan ferrit (6) ,koyu alanlar ise ötektoid dönüşüm sonrası oluşan perlit
	$(\alpha+\text{Fe}_3\text{C} (b) \% 0.8 \text{ C}$ içeren ötektoid çelik ile perlitik yapı ve (c) %1,2 C içeren ötektoid üstü çelikle sementit Fe ₃ C ve perlitin ($\alpha+\text{Fe}_3\text{C}$) yapı10
Şekil 2.4.	Ötektoid altı X alaşımının östedit bölgesinden oda sıcaklığına soğutulması11
Şekil 2.5.	Magnezyum-Silisyum sisteminin faz diyagram13
Şekil 2.6.	Uyumlu ergiyen arafazlı sistemlerin faz diyagramları: a) Katı durumda tam çözünmezlik (A_mB_n ara bileşiği) ve b) Katı durumda sınırlı çözünürlük (γ ara katı çözeltisi ve aynı alanda V ara bileşiği
Şekil 2.7.	Uyumsuz ergiyen arafazlı sistemlerin faz diyagramları: a) Katı durumda tam çözünmezlik ($V=A_mB_n$) ara bileşiği ve b) Katı durumda sınırlı çözünürlük (γ ara katı çözeltisi)
Şekil 2.8.	Demir-Krom faz diyagramı16
Şekil 2.9.	Düzenli ve düzensiz katı çözeltilerde atomların dizilişi16
Şekil 2.10.	Katı hal dönüşümlü faz diyagramları: a) α -katı çözeltisinden bir süper kafesin (6) oluşması ($\alpha \rightarrow \alpha$ ') ,b) α -katı çözeltisinden bir arafazın (6) ayrışması ($\sigma \rightarrow \sigma$ ' ve c) katı çözeltinin bozunması ($\alpha \rightarrow \alpha A + \alpha B$)17
Şekil 2.11.	Düzenli düzensiz katı çözelti gösteren bakır-altın faz diyagramı18
Şekil 2.12.	Çeşitli sertlik skalalarının karşılaştırılması
Şekil 2.13.	Çelik, pirinç ve dökme demirler için sertlik çekme dayanımı arasındaki ilişkiler
Şekil 3.1.	Alaşım yapımında kullanılan metaller

Şekil 3.2.	Metallerinin tartılmasında kullanılan hassas terazi
Şekil 3.3.	Epoksi ile kalıplanarak metalografik işlemlere tabi tutulan numune 29
Şekil 3.4.	Numuneleri zımparalamada kullanılan bazı zımparalar
Şekil 3.5.	Otomatik parlatma robotu
Şekil 3.6.	Numunelerin parlatılmasında kullanılan kumaşlar, süspansiyonlar 31
Şekil 3.7.	Ark fırını ve kullanım şeması
Şekil 3.8.	Taramalı elektron mikroskobu
Şekil 3.9.	Taramalı elektron mikroskobunun bölümleri
Şekil 3.10.	Elektron demeti ile numune arasındaki etkileşim
Şekil 3.11.	Toz metalurjisinde kullanılan bronz tozlarının küçük ve yüksek büyütmelerde topografik görüntüsü40
Şekil 3.12.	PbO sıvı fazında sinterlenmiş ZnO kristalleri41
Şekil 3.13.	Diferansiyel taramalı kalorimetrenin temeli
Şekil 3.14.	Ticari bir DSC cihazı ile elde edilen tipik bir DSC grafiği43
Resim 3.15.	Vickers sertlik ölçme cihazı44
Şekil 3.16.	Vickers sertlik ölçümünün şematik olarak gösterilmesi45
Şekil 4.1.	Ag-In faz diyagramı
Şekil 4.2.	Ag-%26 ağ. In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-% 68.1 Ağ.In alaşımlarının kimyasal bileşim analizi (EDX) ve SEM görüntüleri47-48
Şekil 4.3.	Ag-%26 ağ. In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-% 68.1 ağ.In alaşımlarının mikrosertlik değerleri
Şekil 4.4.	Ag-%26 ağ. In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-% 68.1 ağ. In alaşımlarının DSC grafikleri

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

Ag	Gümüş elementi
In	İndiyum elementi
Fe	Demir elementi
Cu	Bakır elementi
Zn	Çinko elementi
Sn	Kalay elementi
Cr	Krom elementi
Mg	Magnezyum elementi
Si	Silisyum elementi
Au	Altın elementi
Pb	Kurşun
α	Metal fazı
β	Metal fazı
γ	Metal fazı
б	Metal fazı
ζ	Metal fazı
Т	Sıcaklık
ENDO	İçeri 1sı akışı
EKZO	Dışarı isi akışı
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
HB	Brinell sertlik
F	Numuneye uygulanan yük
D	Baskı küresinin çapı,
d	Numune üzerinde oluşan izin çapı
L	Numune üzerindeki izin eksenel uzunluğu
Р	Uygulanan yük miktarı
В	Manyetik akı yoğunluğu
H _K	Knoop sertliği
V	Katılaştırma hızı
λ	Lameller arası mesafe

$\lambda_{\rm E}$	Mikroyapı parametresi
K	Bileşime bağlı sabit
Ср	Spesifik 1s1 miktarı
B _{ma}	Moleküler alan
B _J	Brillouin fonksiyonu
С	Curie sabiti
С	Işık hızı
d _{hkl}	Düzlemler arası uzaklık
Ep	Potansiyel enerji
e	Elektronun yükü
M.Ö.	Milattan Önce
MEMS	Mikro elektromekanik sensörler
ASTM	Amerikalı malzeme malzemeler ve deneyleri derneği

BÖLÜM 1

GİRİŞ

1.1.Amaç ve Kapsam

Metalik malzemelerin çok tercih edilir olmasının önemli nedenlerinden birisi de dayanım, sertlik, süneklik gibi mekanik özelliklerinin kontrol edilebilir olmasıdır. Metaller için tane boyu küçültme, katı çözelti yapma ve pekleşme (deformasyon sertleşmesi) olmak üzere üç dayanım arttırma mekanizması vardır. Mikroyapısal değişmelere bağlı olarak gelişen ve bunlardan farklı olan dayanım arttırıcı mekanizmalar da bulunmaktadır [1].

İstenilen mekanik özelliklerin elde edilmesi çoğunlukla malzemelere uygulanan ısıl işlemler sırasında gerçekleşen faz dönüşümlerine bağlıdır. Faz dönüşümlerindeki sıcaklık-zaman ilişkileri düzeltilmiş faz diyagramları üzerinde uygun bir şekilde ifade edilmektedir. Malzemelerin oda sıcaklığında istenen mekanik özellikleri sağlayacak uygun bir ısıl işlemin tasarlanabilmesi için bu faz diyagramlarının nasıl kullanılacağı bilinmesi önemlidir [1].

Malzemelerin çoğu, bir alüminyum alaşımında imal edilmiş uçak kanadı ya da çelikten imal edilmiş bir otomobil askı örneklerinde olduğu gibi, kuvvet yada yükler altında çalışırlar. Bu gibi durumlarda, malzeme özelliklerinin bilinmesi ve bu malzemelerden üretilen parçanın aşırı deformasyon oluşturmayacak ve kırılmayacak şekilde tasarlanması gereklidir. Malzemenin mekanik davranışı, uygulanan yüke veya kuvvete karşı malzemenin gösterdiği direnci veya deformasyonu yansıtır. Rijitlik, dayanım(mukavemet), sertlik ve süneklik tasarımda kullanılan temel parametreleri oluşturur [1].

Malzemenin mekanik özellikleri titiz bir şekilde tasarlanmış ve mümkün mertebe gerçek çalışma koşullarına yakın laboratuvar deneyleri ile belirlenir. Burada yükün türü, uygulama süresi ve çevre koşulları gibi faktörlerin dikkate alınması gerekir. Uygulanan yük, çekme, basma veya kayma türünde büyüklük ise sabit veya zamanla sürekli değişken olabilir. Diğer taraftan uygulama süresi ve saniyenin sadece küçük bir dilimi kadar olabileceği gibi, yıllar mertebesinde uzunca bir süreyi de kapsayabilir. Ayrıca servis çalışma koşullarında ortam sıcaklığı da önemli bir faktör oluşturur [1].

Mekanik özellikler, malzeme üreticileri ile tüketiciler araştırma ve devlet kuruluşları gibi çeşitli tarafların farklı açılardan ilgilendikleri bir konudur. Sonuç olarak, deneylerin yapılması ve sonuçların yorumlanması konusu üzerinde fikir birliğine varılmış ortak bir tarzın bulunması zorunludur. Bu ancak standartlaşmış deney teknikleri kullanılması ile sağlanabilir. Standartlarının oluşturulması ve yayınlanması genellikle profesyonel kurumlarca organize edilir. Amerika'da bu konuda en faal kuruluş Amerikalı Malzeme ve Deneyleri Derneği (ASTM) dir. Bu derneğin her yıl güncellenerek yayınlanan ve önemli bir kısmı mekanik deneyler üzerine olan yıllık standartları çok sayıda ciltten oluşmaktadır [1].

Yapıların tasarımı ile uğraşan mühendislerin görevi, doğru bir şekilde tasarlanmış olan yüklerin etkisi altında sistemi oluşturan her bir parçadaki gerilme ve dağılımlarını belirlemektir. Bunun için deneysel test teknikleri veya teorik ve matematiksel gerilme analizlerinden yararlanılır [1].

Diğer taraftan malzeme ve metalurji mühendisleri, gerilme analizleri ile öngörülen servis şartlarına uygun malzemelerin üretimi ve imalatı ile ilgilenirler. Bu malzemelerin mikroyapısı ve mekanik özellikleri arasındaki ilişkinin anlaşılmasını zorunlu kılar [1].

1.2. Malzeme Özelliklerinin Değişkenliği

Bu noktada, çoğu öğrenci için anlaşılması güç olan, ölçülen malzeme özelliklerinin kesin büyüklükler olmadığı konusunda ele alınması faydalı olacaktır. En hassas ölçüm cihazına ve çok sık uygulanan bir deney prosedürüne sahip olmamız durumunda bile, aynı malzemeden imal edilmiş numunelerden elde edilen veriler de her zaman bir saçılım veya değişkenlik söz konusudur. Örneğin bir metal alaşımı ait tek bir çubuktan hazırlanmış, çok sayıda özdeş numunenin aynı cihazı kullanılarak, çekme eğrilerinin çıkartıldığını düşünelim. Büyük olasılıkla her bir eğrinin birbirine göre bir miktar farklı olduğunu görürüz. Bu durum elastik modülü, akma dayanımı ve çekme dayanımı değerlerinde farklılığa yol açacaktır. Bazı etkenlerin varlığı ölçülen verilerde belirsizliğe neden olabilmektedir. Bunlara örnek olarak, deney yöntemi numune imalat işlemlerindeki farklılıklar, deney gerçekleştiren kişinin etkisi ve deney cihazının kalibrasyonu sayılabilir. Ayrıca aynı partiye ait malzemelerin homojen olmaması veya partiden partiye kimyasal bileşim ya da başka açılardan farklılıklar da söz konusu

azaltmak için uygun tedbirler alınmalıdır [1].

Yoğunluk, elektrik iletkenliği ve ısıl genleşme katsayısı gibi büyüklüğü ölçülen diğer malzeme özelliklerinde saçımın bulunacağı göz önünde tutulmalıdır [1].

Tasarım mühendislerinin, malzeme özelliklerinde bu saçımın ve değişkenliğin kaçınılmaz olduğunu ve bunların doğru şekilde değerlendirilmesi gerektiğinin bilincinde olması önemlidir. Verilen bazı durumlarda istatistiksel işlemlere tabi tutulması ve olasılıklar hesaplanmalıdır. Örneğin bir mühendis '*Bu alaşımın kırılma dayanımı nedir*?' şeklinde soru sormak yerine '*Bu koşullar altında bu alaşımın hasara uğrama olasılığı nedir*?' şeklinde soru sormaya çalışmalıdır [1].

Çoğu zaman malzemeye ait ölçülen bir özelliğin tipik bir değeri ve beraberinde dağılım (saçılım) derecesinin belirlenmesi istenir. Böylesi bir durumda genellikle verilerin ortalaması ve standart sapması alınır [1].

BÖLÜM 2

TEMEL KAVRAMLAR

2.1.Ag-In Alaşımının Teknolojideki Kullanım Yerleri

İndiyum, uyumlu bir metal olarak birçok metalle birlikte kullanılabilir. Çeşitli metallerle alaşımları kullanışlı malzemelerdir. Özellikle düşük sıcaklıklarda eriyebilen alaşımlar ve lehimler için ideal bir metaldir. Kaplama malzemesi olarak atmosferik etkilere karşı oldukça dayanıklı yüzeyler oluşturur. Motor veya makinelerin yatak alaşımlarında, çeşitli dişlilerin alaşımlarında, yarı iletkenlerde kullanılır. Özellikle hareket eden metallerin yüzeylerine ince bir film tabakası olarak kaplanabilir. Metal veya camların üzeri indiyum içeren bu film tabakası (ayna) ile kaplandığında atmosferik aşınmaya karşı gümüşten daha dayanıklı bir malzeme elde edilebilir. Yani indiyum, gümüş aynalardan daha dayanıklı, daha iyi derecede yansıma yapan ayna üretilmesine olanak sağlar. Bu sebeple optik cihazlardaki aynalar indiyum tabakalardır. İndiyum kaplamalarda yüzey, düşük sürtünme katsayısı, düşük tutunma ve sarılma, asitlere karşı dayanıklılık kazanır. Altın ve gümüş kaplamaları da sertleştirir.

İndiyum, bileşikleri ve alaşımlarının kullanıldığı bazı ürünler şunlardır; lehimler, nükleer reaktör kontrol çubukları, transistörler, damıtıcılar, fotoileticiler, güneş gözlükleri, kızıl ötesi dedektörler, filtreler, dekoratif kaplama uygulamaları, sızdırmaz yapıştırıcılar, yangın hortumu başları, fişler, çeşitli aynalar, fotoseller, LED ışıklar, LCD ekranlar, dokunmatik ekranlar, lazerler, güneş pilleri, mikroçipler, kaynakçı gözlükleri, piller, sigortalar.

Gümüş, değerli metalik elementlerin en önemlilerinden biridir. Altından sonra takı sektöründe en çok tercih edilen metal olan gümüş, paslanmaz yapısı, parlaklığı ve kimyasal özellikleri ile elektrik ve elektronik sektörünün en önemli bir parçasıdır.

2.2. Alaşım ve Faz Kavramı

İnsanoğlu ateşi ilk bulduğundan bu yana metalleri kullanmaktadır. Araştırmacılara göre ilk bulduğu taşı kaybetmemek amacıyla devamlı yanar durumda bıraktığından büyük ateş kütlesi ile birlikte çevrede bulunan metal filizlerinin erimesine neden olmuş ve daha sonra ateşin ardında kalan artıkların bir kısmını incelediğinde, sert metallere rastlanmıştır. İnsanoğlunun değişik metallere yeni özellikler kazandırarak yapmış olduğu ilk alaşıma bronz örnek verilmektedir. Bakır ile kalay alaşım yaparak kullanmış ve bir çağı bronz çağı (M.Ö yaklaşık 2500) olarak adlandırmıştır. Kalay ve bakırın erime derecelerinin düşük olması bronz yapımının ilk olmasına imkân sağlamıştır. Eski çağlardan günümüze kadar geçen zaman diliminde birbirine zıt yönde gelişen malzeme özelliklerinin aynı malzemede bir arada bulunması istenmiştir. Özellikle yapı ve imalat sektöründe hafiflik yüksek sıcaklıkta mukavemet düşük sıcaklıkta tokluk ve mukavemet aşınma ve korozyon direnci elektriksel ve kimyasal özellikler gibi çok farklı ve çoğu zaman zıt yönde gelişen özelliklerin bir malzemede ve bir arada olması aranmaktadır. İşte bir malzemede istenen özelliklerinin eldesi ancak ve sadece alaşımlandırma, daha doğrusu alaşımlardan optimum yararlanma ile mümkündür [2].

Endüstriyel metaller, çoğunlukla birden fazla tür eleman içerir, pek azı saf halde kullanılır. Ametallerin yüksek iletkenlik ve korozyon direnci gibi bazı üstün özellikleri varsa da genellikle yumuşak, mukavemetleri düşük ve pahalıdırlar. Örneğin saf bakır yüksek elektrik iletkenliği nedeniyle iletken tel, yüksek korozyon direnci nedeniyle de çatı kaplama malzemesi olarak kullanılır, bununla beraber yumuşak ve mukavemeti düşüktür. Bakıra %40 kadar çinko katılarak elde edilen pirinç alaşımı çok daha sert ve mukavemetlidir, aynı zamanda ucuzdur. İşte bir metalin, bir diğer bir metal, ametal veya bunların birkaçı ile atom yayılması sonucu oluşturdukları yapıya 'alaşım' denir. Alaşım elde etmek için elementlerin mekanik karışımını yüksek sıcaklıkta ergittikten sonra soğutmak veya toz metalürjisi yöntemleri ile sinterlemek gerekir. Alaşımı oluşturan elementlere 'bileşen' adı verilir. Örneğin bir pirinç alaşımı bakır ve çinkonun ergitilmesi ile oluşmuştur. Bakır ve çinko alaşımını birer bileşendir. Bileşenler büyük harflerle veya kendi kimyasal sembolü ile gösterilir. A B C veya Si, Zn, Cu gibi [2].

Elementler çeşitli kimyasal bileşenler ile karıştırılabilir. Element ile çeşitli oranlarda karışım yapan B elementi bir 'sistem' oluşturur. A ve B elementinin herhangi bir alaşımı da bu sistemde belirli bir kimyasal birleşme sahiptir. Örneğin pirinç alaşımı demek doğru değildir. Alaşımı tanımlarken, kimyasal bileşimini belirtmek gerekir(%30 Zn içeren pirinç alaşımı gibi) Aksi takdirde alaşımı tanımlamak mümkün olmaz. Kimyasal bileşimi element yüzdesinde yapılan ufak bir değişiklik bazen alaşımın özelliklerinde önemli değişmeye yol açar %20 Zn içeren pirinç alaşımı ile, %40 Zn içeren pirinç alaşımının mekanik özellikleri farklıdır [2].

Metallere alaşım elementleri ergimiş halde katılır. Değişik tür atomlar sıvı halde kolayca karışarak, homojen sıvı ergiyik oluşturur. Katılaşma sırasında yabancı elementler kafes yapısında varlığını korursa katı eriyik elde edilir. Kafes yapısına sahip olan ana elemente 'ergiten', içinde dağılmış olan bulunan elementler 'ergiyen' sistem denir. Ergiyen atomlar ergitenin yerini alırsa, yer alan katı ergiyiği, kafes boşlukları arasına yerleşirse arayer katı ergiyiği oluşur. Bazı elementler kimyasal bileşik meydana getirebilir. Bazı elementler de diğer elementlerle ne katı ergiyik, ne de bileşik yapar. Böylece sıcaklık, basınç ve kimyasal bileşik, saf element veya bunların birkaçı birden bulunabilir. Alaşımın içinde bu çeşitli yapılardan kimyasal ve fiziksel özellikleri aynı olanlara bir 'faz' denir. Bir alaşım belirli sıcaklık, basınç ve kimyasal bileşiminde bir veya birden fazla sahip olabilir. Sıcaklık, basınç ve kimyasal bileşiminde bir veya birden fazla sahip olabilir. Sıcaklık, basınç ve kimyasal bileşiminde bir alaşımı değiştikçe, alaşımın faz sayısı, fazların büyüklüğü ve şekli değişebilir [2].

Faz kavramını daha iyi açıklayabilmek için çay örneği verilebilir. Sıcak bir çaya çok miktarda şeker atılıp karıştırılırsa, şekerin hepsi erir. Çay her tarafa aynı bileşimde aynı fiziksel ve kimyasal özellikte homojen bir karışım haline gelmiştir Bu durum tek fazladır. Çay soğuduğu zaman eriyen şekerin bir kısmı çökelir, bu durumda bir bardak dolusu çay iki fazlı hale gelmiştir, yani sıcaklıkla faz sayısı değişmiştir. Benzer durum metal alaşımlarda da görülür. İki metal element yüksek sıcaklıklarda birbiri içinde ergimiş se, sıcaklık azalınca biri diğerinin yanında çökebilir. Bu olay çayın içinde şekerin çökelmesi gibi çıplak gözle izlenemez. Ancak mikroskop ile veya x-ışınları analizi ile belirlemek mümkün olur. Fazları belirlemek için çeşitli yöntemler vardır ve bunlar birbirinin aynı zamanda tamamlayıcısıdırlar [2].

Birinci yöntem en çok başvurulan ve pratiği açısından yaygın olarak kullanılan metalografik yöntemdir. Numunenin kaç çeşit fazdan oluştuğu, fazların numune içinde homojen dağılıp dağılmadığı, fazların iri ve ufak taneli olduğu, bir fazın diğer faz tanesi içinde mi yoksa tane sınırında mı dağıldı, tanelerinin şekli (yuvarlaklık mı yoksa iğne şeklinde mi olduğu vs.) belirlenir. Yüksek sıcaklıkta bir numune oda sıcaklığına çok hızlı soğutulursa yüksek sıcaklık fazı, oda sıcaklığında mikroskop altında incelenebilir. Fakat bu işlemi metallerde her zaman olmayabilir. Metal atomların difüzyon hızı yüksek olduğundan, yüksek sıcaklık fazı yüksek soğutma hızından bile oda sıcaklığına ulaşıncaya kadar dönüşebilir [2].

İkinci Yöntem x-ışınları analizidir. Bu yöntemde numune içindeki fazların kafes yapıları ve kafes parametreleri belirlenerek, faz dönüşümleri incelenebilir. Basit olmasına karşın oldukça hassas olan bu yöntem, katıhal dönüşümlerinin ve katı durumdaki çözünürlüğün belirlenmesinde kullanılır. Fazların şekli ve dağılımı hakkında fikir vermediğinden metalografik yöntemle beraber kullanıldığı zaman iç yapısı hakkında yeterli bilgi elde edilir [2].

Üçüncü yöntem ısıl analizdir. Soğuma sırasında zaman sıcaklık ilişkisinden faz dönüşümü olup olmadığı anlaşılır. Örneğin soğuma sırasında alaşımda herhangi bir faz dönüşümü meydana gelirse ısı açığa çıkması nedeniyle soğuma eğrisi kırılma veya sapma gösterir ve eğimi değişir. Katılaşmanın başlama ve tamamlanma sıcaklıkları, en doğru biçimde soğuma eğrileri yardımı ile belirlenir [2].

Bir malzeme yumuşak ve sert iki fazla oluşmuşsa, sert malzemenin mukavemetini fakat aynı zamanda kırılganlığını arttırır. Malzeme içindeki ikinci fazın şeklide mekanik ve fiziksel özelliklerinin belirlenmesinde önemli rol oynar. Örneğin iki fazın ana fazdan daha sert olması ve ana fazın taneleri arasında ince uzun plakalar halinde dağılmış olması durumunda bu plakanın bir ucuna rastlayan çatlak fazın gevrek olması nedeniyle tanenin diğer ucuna kadar kolayca ilerleyecektir. Eğer ikinci faz küçük kürecikler halinde dağılmış olsaydı çatlak ucunun tane sınırları tarafından engellenmesi ile okadar kolay ilerleyemeyecektir. İçyapıda, levhalar halinde dağılmış veya ana faz tanelerinin etrafını çeviren ikinci faz taneciklerini, çeşitli yöntemlerle küçük küreler haline getirerek, tokluğu arttırmak mümkündür. Endüstriyel pek çok alaşımın mikro yapısı ve mekanik özellikleri hakkında fikir yürütebilmek ve bu özelliklerde gerekli değişiklikleri yapabilmek ancak faz diyagramlarının iyi tanımakla mümkün olacaktır. Başlangıçta faz diyagramlarını iyi tanımak ve yorumlayabilmek için, metallerde katılaşma difüzyon fazların dengesi veya diyagramlarının çizimi önem arz etmektedir. [2].

2.3. İkili Ötektid Faz Diyagramları

Oldukça yaygın bir katıhal dönüşümüdür. Ötektik dönüşüme benzer, ancak bu reaksiyonda sıvı yer almaz, yani sıvı fazın yerini katı faz alır. Bu dönüşüm allitropi nedeniyle ortaya çıkan bir katı hali reaksiyonu olup üç fazı kapsar. (Şekil 2.1). Bu reaksiyon sonucunda bir katı faz (γ), iki ayrı katı faza (α + β) dönüşür. Isıtma sırasında ise bu reaksiyon tersi gerçekleşir. Dönüşümün genel denklemi aşağıda verilmektedir[3].



Şekil 2.1. Ötektoid reaksiyon gösteren ikili faz diyagramının şematik gösterimi [4]

Şekil 2.1 de görüldüğü gibi A ve B metalleri, allotropik dönüşüme uğramaktadır. Örneğin ametali düşük sıcaklıktaki α yapısından yüksek sıcaklıktaki γ yapısına dönüşmektedir.

B metali ise aynı şekilde β yapısından γ yapısına dönüşmektedir. Şekil 2.1'de kesikli çizgi ile gösterilen ve ötektoid dönüşümü içermeyen sıvı ve katı kısmın yalnızca diyagramı tamamlamak amacı ile gösterilmiştir. Diyagramda $\alpha+\gamma$ ve $\beta+\gamma$ fazlarının sınırları genelde herhangi bir isimle adlandırılmamaktadır. Fakat ötektoid reaksiyon gösteren bazı diyagramların sınırları isimlendirilmektedir. Örneğin Şekil 2.2 'de ötektoid reaksiyon içeren demir karbon denge diyagramı görülmektedir. Bu diyagramda γ bölgesini $\alpha+\gamma$ bölgesinden ayıran sınır çizgisi A₃ $\gamma+Fe_3C$ bölgesinden ayıran sınır çizgisi ise A_{cm} olarak adlandırılmaktadır. Bu çizgi demir karbon alaşımlarında A₁ çizgisi olarak adlandırılmaktadır [3].



Şekil 2.2.Demir karbon diyagramının ötektoid dönüşüm gösteren bölümü [5]

2.3.1. Ötektoid alaşımların yapısı

Difüzyon hızının yavaş olmasından dolayı dönüşüm sırasında katı fazların ayrışması veya bir arada oluşması sıvı faz veya fazlara nazaran oldukça yavaştır. Ötektoid alaşımlarda denge dışı dönüşümler, ötektik alaşımlarda olduğu gibi dikkatle göz önünde bulundurulmalıdır. Fakat öncelikli olarak çok yavaş soğuma neticesinde yani denge sahip oluşumlar (Şekil 2.1 de şnoktası) incelendiğinde yüksek sıcaklık fazı γ , α + β fazına dönüşerek lamelli bir yapı sergiler ve bu yapı perlit olarak adlandırılır. (Şekil 2.3

b)Bu dönüşüm sonucunda ötektik karışıma benzer biçimde ince bir yapı oluşur. Ötektik ve ötektoid karışım mikroskop altında aynı görünüme sahiptir Bu nedenle karışımın hangi reaksiyon sonucu oluştuğunu mikroskopla belirlemek mümkün olmayabilir fakat denge şartlarında oluşmuş ötektoid ve ötektik perlit yapının görünüş itibarıyla çok az bir fark oluşabilir. Her iki yapıda da birbirine yaklaşık olarak paralel ve kristalografik yönlenmede aynıdır.Döküm alaşımlarında lameller katılaşma yönünde uzamışken ötektoid yapıda lameller eşittir(eşit boy ve genişlik). Fakat bu durum her zaman geçerli olmayabilir [4].



Şekil 2.3 (a) % 0,4 C içeren ötektik altı çelik. Beyaz alanlar ötektoid öncesi oluşan ferrit (α) ,koyu alanlar ise ötektoid dönüşüm sonrası oluşan perlit (α+Fe₃C), (b) % 0,8 C içeren ötektoid çelik ile perlitik yapı ve (c) %1,2 C içeren ötektoid üstü çelikle sementit Fe₃C ve perlitin (α+Fe₃C) yapısı [6]

2.3.2. Ötektoid altı ve ötektoid üstü alaşımlar

Ötektoid bileşimin sağında ve solunda kalan bölgelerin isimlendirilmesinde kullanılan terminoloji, ötektik alaşımların isimlendirilmesinde kullanılan terminoloji ile paralellik göstermektedir. Örneğin ötektoid noktanın solunda kalan bölge, ötektoid altı olarak adlandırılırken, ötektoid noktanın sağında kalan bölge, ötektoid üstü olarak adlandırılmaktadır. Bu alaşımlarda dönüşüm iki aşamada gerçekleşmektedir. Birinci aşamada ötektoid dönüşüm öncesi düşük sıcaklık fazlarının bir tanesi belli bir sıcaklık aralığında, ötektoid sıcaklığın hemen üzerinde kalan yüksek sıcaklık fazı ötektoid Ötektoid dönüşüm bileşimde katılaşır. ifadesi birinci, eski anlamında da kullanılmaktadır [3].

Şekil 2.4 de ötektoid altı X alaşımı T₀ sıcaklığına kadar ısıtılıp denge oluşuncaya kadar bu sıcaklıkta tutulursa, yalnızca γ fazı oluşur. Sıcaklık T₁ sıcaklığına düşürüldüğünde α ı kimyasal bileşimine sahip α fazı östenit tane sınırlarında tükenmektedir. Soğumaya devam edildiğinde yani x alaşımının sıcaklığı T₂ ve ardından T₃ düşürüldüğünde α fazı büyür ve kimyasal bileşim T₃ sıcaklığında α_3 'e ulaşır. Denge şartları altında γ fazı ötektoid bileşime (γ_3) ulaşıncaya kadar kimyasal bileşimini değiştirir. Ötektoid sıcaklığın hemen üzerinde γ fazının oranı olarak bulunur ve bu faz ötektoid bileşimde katılaşır.

$$\% \gamma (denge) = \frac{\alpha_3 x_3}{\alpha_3 \gamma_3} \times 100 = \% 45$$
 (2.2)



Şekil 2.4. Ötektoid altı X alaşımının östedit bölgesinden oda sıcaklığına soğutulması [7]

Bu tip dönüşüm sonucu oluşan mikroyapı şekil 2.3 a'da görülmektedir. Şekilde görülen Yapı %0.4 C içeren demir alaşımından elde edilmiş olup, koyu perlit α +Fe₃C taneleri beyaz perit (α) taneleri tarafından sarılmıştır. Benzer dönüşüm %1,2 C içeren ötektoid üstü çelikler için de geçerlidir. Yalnız ötektoid üstü çelikte öncelikle ötektoid öncesi Fe₃C gelmektedir ve bu faz orijinal γ faz içerisinde beyaz ve ağ halinde dağılmış olarak şekil 2.3 görülmektedir. Geri kalan γ fazı ötektoid perlit fazına α +Fe₃C dönüşmektedir[4].

Ötektoid altı alaşımlar şekil 2.4'de görüldüğü gibi denge dışı şartlarda soğutulduğunda α_1 , α_2 , α_3 bileşimini takip etmeden α_1 , α_2 ', α_3 ', bileşimlerini takip edebilir. Yapılan araştırmalarda dengesiz soğumadan dolayı kimyasal bileşimde çok az farklılaşma görülmesine rağmen, ötektoid göbekleşmeyle ilgili herhangi bir bilgiye rastlanmamıştır [3].

2.3.3. Ötektoid reaksiyon gösteren diyagramlardaki sınırlamalar

Ötektoid reksiyonlarda α ve β gibi tek fazlı bölgelerin sınırları oldukça dardır. Bu nedenle faz diyagramları da bu bölgeler oldukça küçük görülebilir veya çıkartılmış olabilir. Ayrıca, bu durumlarda ötektoid nokta alaşımı oluşturan elementlerin birbirine çok yakın olabilir ve bu durumlarda $\alpha+\gamma$ veya $\beta+\gamma$ bölgeleri oldukça ufak gözükebilir veya bu bölgeler faz diyagramlarından çıkarılabilir. Bu diyagramları kullanan kişiler bu bahsedilen durumlardan haberdar olup diyagramları doğru olarak değerlendirmeleri gerekmektedir[3].

2.3.4. Ötektoid alaşımların mekanik özellikleri

Ötektoid dönüşüm gösteren alaşımlarda kontrollü ısıl işlem uygulanarak farklı mikroyapılar elde edilir ve buna bağlı olarak alaşım farklı mekanik özelliklere sahip olur. Ötektoid alaşımların katı halde kısmi çözünürlük göstermesi, mekanik özelliklerinin belirlenmesinde önemli bir rol oynamaktadır. Örneği iki fazıl yapı içerisinde ufak partikül halinde homojen olarak dağılması, alaşımın sertliğini ve dayanımını arttırmaktadır. Fe-Fe₃C denge diyagramı göz önünde bulundurulduğunda, düşük sıcaklıkta oluşan perlit yüksek sıcaklıkta oluşan perlitte nazaran daha serttir. Ayrıca daha düşük sıcaklıkta izotermal dönüşüm sonucu oluşan iğnemsi (beynitik) yapı,perlite nazaran daha serttir. Alaşım γ bölgesinde tavlandıktan sonra denge dışı şartlarda hızlı bir şekilde soğutulduğunda sementitten sonra en sert farz olan martenzit fazı oluşur. Bu alaşımın temperlendiğinde martenzit fazındaki karbon çökelti oluşur ve çökelti boyutlarına bağlı olarak alaşımın sertliği düşer, fakat şekillenebilme özelliği artar. Buradan da anlaşılabileceği gibi kontrollü ısıtma ve soğutma neticesinde ötektoid alaşımların mikro yapılarına ve dolayısıyla mekanik özelliklerini değiştirmek kolaylıkla mümkün olabilmektedir[3].

2.4. Arafaz veya Metaller Arası Bileşik İçeren Alaşım Sistemler

Bir faz dönüşümü sırasında bileşimini değiştirmeden başka bir faza dönüşüyorsa bu faz değişimi uyumlu olarak adlandırılır. Aksine uyumsuz bir faz değişimi içerisinde katı eriyiğin veya ötektik tip alaşımların katılaşması gibi geçici ve kalıcı bileşim farklılığı gözlenir. Sıvı halde her oranda çözünen katı halde kısmen çözünürlük gösteren sistemlerdeki terminal fazlar arasında oluşan ara fazlar, ergime sırasında katı veya sıvı fazların bileşimi aynı veya farklı durumlarda göre iki grupta sınıflandırılır. Ergime sırasında katı veya sıvı fazların bileşiminin farklılık göstermesi durumu, takip edilen bölümlerde bahsedilecek olan peritektik, peritektoid ve sentetik dönüşümler anlatılırken tartışılacaktır [8].

Bu bölümde ergime sırasında katı ve sıvı fazın bileşiminin değişmediği dönüşümler üzerinde yoğunlaşılacaktır. Bu dönüşümün sonucunda oluşan fazlar, intermetalik bileşik olarak adlandırılmaktadır. Bu tip arafaz gösteren faz diyagramları örnek olarak Mg-Si alaşım sistemini gösterebiliriz. Şekil 2.5. Burada β fazı (Mg₂Si) faz diyagramın birbirinden bağımsız iki bölgeye ayırır. Bu iki bölgenin birincisi magnezyum ve β fazının oluşturmuş olduğu ötektik dönüşüm gösteren bölgedir. İkincisi ise β ve silisyumdan oluşan bölgedir [8].



Şekil 2.5. Magnezyum-Silisyum sisteminin faz diyagramı [9]

Burada verilen örnekte iki tane ötektik sistemin oluşması tesadüftür Ayrıca ara fazın bileşimi bazı durumlarda çok dar olabilir bu nedenle arafaz denge diyagramı üzerinde tek bir çizgi olarak gösterilebilir. Gerçekte şekil 2.5'de gösterilen metafazın genişliği

büyütülerek bir alanı temsil etmesi sağlanmıştır Ayrıca arafazın olduğu daha geniş katı ergiyik bölgeleri de bulunmaktadır [8].

Ara katı çözeltilerin kristal yapıları bileşenlerinden genellikle farklıdır. Bunların bileşim aralığı V= A_mB_n gibi bir ara bileşikte içerebilir. (Şekil 2.6. a ve b) Ancak söz konusu tek fazla alan içinde kalmak üzere A_mB_n bileşiminde uzaklaştıkça, bileşiğin düzenli yapısından ve özelliklerinden sapma meydana gelir.



Ara katı çözeltiler ve ara bileşikten topluca ara fazlar olarak adlandırılır. Bu fazların oluşum enerjileri ve ne kadar büyükse ergime noktaları da o kadar yüksektir. Ara fazların ergime katılaşma davranışına bağlı olarak aşağıdaki sınıflandırma yapılabilir [8].

a) Uyumlu ergiyen ara fazla alaşım sistemleri

Uyumlu ergiyen bileşikler saf metaller gibi davranır. Yani belirli bir ergime noktaları vardır ergime sırasında katı ve sıvı fazların bileşimleri aynıdır. Bu durum Şekil 2.6 a'da bileşiği şekil 2.6 b'de γ ara katı çözeltisinin bileşimi için söz konusudur. Isıl kararlılığa bağlı olarak ara fazın ergime noktası bileşenlerinden daha yüksek olabilir [8].

b) Uyumsuz ara fazla alaşım sistemleri

Ergime sırasında katı ve sıvı fazların bileşimleri farklıdır. Örneğin şekil 2.7.a'da V bileşiği likidüs eğrisine ulaşmadan bir ergiyik (S) ve bir kristal türüne (B) ayrışık yani bileşikte sabit sıcaklığında bir reaksiyona göre dönüşür. Uyumsuz ergiyen ara fazlar katı çözelti de olabilir ve yukarıda açıklanan davranış, bunlar için de geçerlidir. (Şekil 2.7 b) Örneğin Cu-Zn ve Cu-Sn sistemlerinin karmaşık denge diyagramlarında çok sayıda bu tür ara katı çözelti vardır [8].



Şekil 2.7. Uyumsuz ergiyen arafazlı sistemlerin faz diyagramları a) Katı durumda tam çözünmezlik (V=A_mB_n) ara bileşiği ve b) Katı durumda sınırlı çözünürlük (γ ara katı çözeltisi)[10]

2.4.1. Katı durumda uyumu dönüşümler

Uyuma dönüşümler katı-sıvı faz dönüşümlerinde olduğu gibi katı-katı faz dönüşümlerinde de oluşabilir. Bu dönüşümü türüne örnek olarak şekil 2.8'de gösterilen Fe-Cr faz diyagramı verilebilir. Bu diyagramda üç çeşit dönüşüm bulunmaktadır. Bu dönüşümlerden birincisi en düşük ergime noktasının olduğu (a) noktasıdır. İkinci nokta ise γ fazının α katı eriyiğine uyumlu dönüşüme uğradı (b) noktasıdır. En son dönüşüm türünün gösteren üçüncü nokta ise (c) noktası olup bu noktada α katı ergiyiği uyumlu dönüşüm ile σ ara fazına dönüşür. Bu durumda tamamen uyumlu dönüşüm gösteren alaşım, minimum ergime noktasındaki bileşime sahip olur. Bundan dolayı bu diyagram noktasında iki ayrı bölümden oluşur. Ayrıca Fe-Cr faz diyagramında görülen γ halkası,





Şekil 2.8. Demir-Krom faz diyagramı [11]

2.4.2. Düzenli kristal yapılar

Sıradan yer alan katı çözeltilerde çözünen metallerin atomları, çözen metalin kafes yapısı içerisinde düzensiz dağılım gösterir. Bu nedenle bu katı çözeltilerin düzensiz durumda oldukları söylenir. Düzensiz katı çözeltilerin bazıları yavaş soğutulduklarında, çözünen metal atomları çözen metalin kafes yapısı içerisinde hareket ederek belirli konumları yerleşir. Şekil 2.9 bu şekilde oluşan yapıya düzenli katı çözelti veya süper kafes denir. Düzenli katı çözelti daha çok katı durumda birbiri içerisinde her oranda çözünen metaller tarafından oluşturulur.



Şekil 2.9. Düzenli ve düzensiz katı çözeltilerde atomların dizilişi

Söz konusu katı çözeltiler en çok iki elementin basit atomsal oranlarda meydana gelir. Bu nedenle düzenli faz bazen bir kimyasal formül ile ifade edilir[8].

Çeşitli alaşım sistemlerinin katı çözeltileri soğuma sırasında faz değişimlerine uğrayabilir. Bunlar denge diyagramlarında gösterilebilir. Şekil 2.10 (a) düzenli bir katı çözelti oluşumunu göstermektedir. İki atom türünün düzenli dağılımı ve düzenli katı çözeltisi bileşenlerin belirli bir oranında ve alaşımların düşük sıcaklıklara yeterince yavaş soğutulması ile oluşur. Düzenli katı çözelti (α '),düzensiz katı çözelti (α) ile aynı kafese sahip olduğundan, metalografik yöntemlerle ayrı bir olduğu kanıtlanamaz. Şekil 2.10 b katı çözelti den bir arafazın σ ayrışmasını göstermektedir. Belirli bileşim aralıklarında yavaş soğuma ile A ve B'den farklı kafese sahip ikinci katı faz oluşabilir. Bu arafazlar kırılgan ve sert olduklarından genellikle istenmezler. Şekil 2.10 c ise katı çözeltinin bozulmasını göstermektedir. Burada bir katı çözeltinin γ sabit sıcaklıkta iki değişik katı fazla $\alpha+\beta$ dönüşmektedir. Bu reaksiyon katı çözeltinin ötektoid ayrışması ile oluşan içyapıda ötektoid (ötektiğe benzer) olarak adlandırılır. Uygulamada en önemli ötektoid Fe-Fe3C sistemindeki perlit ($\alpha+Fe3C$) fazladır [8].



Şekil 2.10.

Katı hal dönüşümlü faz diyagramları:

- a) α -katı çözeltisinden bir süper kafesin (σ) oluşması ($\alpha \longrightarrow \alpha$ '),
- b) α-katı çözeltisinden bir arafazın (6) ayrışması (6 → 6'
- c) Katı çözeltinin bozunması (α → αA+ αB) [13]

Düzenli düzensiz katı çözeltilere örnek olarak şekil 2.11 'de verilen bakır-altın alaşım sistemi gösterilebilir. Bu sistem Cu-Au'nun sıvı ve katı halde her oranda çözüldüğünü ve ayrıca 911 °C %80.1 Au bileşiminde ötektik noktasının oluştuğunu göstermektedir. Cu-Au faz diyagramının altında görülen eğimli sınırlı bölgeler ise düzenli katı çözeltilerin



Şekil 2.11. Düzenli düzensiz katı çözelti gösteren bakır-altın faz diyagramı [14]

oluştuğu bölgelerdir. Bu bölgelerde yer alan Cu₃Au, CuAu, CuAu₃ bileşikleri düzenli katı çözeltilere örnek olarak verilebilir. CuAu₃ %85- %92 Au bileşim aralığında 240 °C oluşurken Cu₃Au %50 %50.8 Au bileşim aralığında oluşmaktadır. CuAu bileşiği ise %70-%85 Au aralığında meydana gelmektedir. Düzenli katı çözeltiler, denge diyagramında α ', β ' veya α '', β '' harfleri ile gösterilir ve yer aldıkları bölgelerin sınırları kesikli çizgiler ile çizilir katı çözeltilerde düzenli kristal yapı oluşturulduğunda elektriksel dirençleri büyük ölçüde azalır [8].

Aynı kimyasal bileşimi sahip alaşımlarda düzenli katı çözelti düzensiz katı çözeltilere nazaran daha serttir bu durum düzenli ve düzensiz katı çözeltilere sahip alaşımların ısıl işlemlerinde zorluklar çıkartabilir. Örneğin Cu-Au sisteminde %85 - %50 Cu aralığında

bir birleşme sahip olan alaşım ısıl işlem sonrası hızla soğutulduğunda, yavaş yavaş soğumaya nazaran düşük sertlik göstermektedir. Fakat Fe-C alaşım sistemi göz önünde bulundurulduğunda bu durum geçerli değildir. Çünkü hızla soğutulan Fe-C alaşımının sertliği martenzitik yapının oluşmasından dolayı yüksektir. Cu-Au alaşım sisteminde soğuma hızının artmasına bağlı olarak alaşımı sertliğinin düşmesinin nedeni, düzenli katı çözeltinin oluşamamasıdır. Çünkü hızlı soğuma neticesinde atomlar düzenli katı çözelti oluşturma oluşturmak için hareket edecek yeterli zamanı bulamaz. Bu nedenle Cu-Au sistemlerinde düzenli katı çözelti oluşturmak veya sertliği arttırmak için alaşım yavaş soğutumalıdır [8].

Cu-Zn sisteminde yaklaşık %5 den fazla çinko içeren alaşımlarda γ fazının oluşması gevrekleşmeye yol açtığından, uygulamada en az %55 bakırlı pirinçler kullanılır. Benzer durum Cu-Sn sistemi yani bronzlarla ilgili olarak δ -fazı içinde geçerlidir. Krom çeliklerdeki σ -arafazı ise gevrekleşmeye ve ayrıca korozyon direncinin önemli ölçüde düşmesine neden olduğundan bu alaşımlarda %20 ile %70 arasında krom miktarlarından kaçınılmalıdır. Görüldüğü gibi arafazların bulunduğu sistemlerde uygun alaşımların seçimi büyük bir dikkat gerektirir Bunun içinde faz diyagramlarından yararlanılır [8].

2.4.3. Ara fazların fiziksel özellikleri

Şekillendirilebilirlik ve yumuşaklık terminal, yani bileşenlere komşu olan katı ve çözelti gösteren birçok metaldeki gibi basit kristal yapı ile ilgilidir. Karmaşık yapılı kristaller genellikle yüksek sertlik gösterir ve oldukça kırılgandır. Ara fazların büyük bir çoğunluğu karmaşık kristal yapıya sahip olmalarından dolayı çok sert ve kolay kırılma eğilimindedir. Fakat az da olsa istisnai davranış gösteren metallerin bulunduğunu da belirtmek gerekir Arafaz içeren ötektik, ötektoid ve diğer iki fazlı bileşenler ara fazın yapı içerisindeki dağılımına ve oranlarına bağlı olarak kırılgan bir davranış gösteren alaşımlara göre daha sert ve daha kırılgandır [8].

2.5. Sertlik

Sertlik malzemenin yerel (bölgesel) plastik deformasyona (örneğin batma veya çizilmeye) karşı gösterdiği dayanıklılığının bir ölçüsüdür. İlk sertlik deneyleri doğal

minerallerin birbirlerini çizebilme yeteneklerine göre sıralanması ile oluşturulmuş bir skalaya göre yapılmaktaydı. Mohs skalası olarak adlandırılan, sıralamanın bir parça keyfi olarak seçilen minarelerle niteliksel olarak yapıldığı ve sertlik derecesinin, 1 ila 10 arasında değiştiği bu skalada, en düşük sertlik derecesini gösteren 1 değeri talk mineralinin sertliğine ve en yüksek değeri olan 10 ise, elmasın sertliğine karşılık gelmekteydi. Zamanla küçük bir ucun malzeme yüzeyine belirli bir yük ve hız kontrollü bir şekilde batırılması ile gerçekleştirilen nicel (kantitatif) sertlik ölçüm yöntemleri geliştirilmiştir. Bu sertlik ölçüm yöntemlerinde ucunun batırılması ile oluşan izin derinliği ya da büyüklüğü (genişliği) ölçülerek malzemelerin sertlik değerleri bulunur. Buna göre malzeme ne kadar yumuşak ise, oluşan izin derinliği ya da genişliği o kadar büyük, sertlik değeri de o kadar düşük olur. Ölçülen sertlikler mutlak olmaktan çok bağıldır ve farklı tekniklerle belirlenen değerler birbiriyle karşılaştırılırken özen gösterilmelidir [1].

Sertlik deneyleri aşağıda nedenlerden dolayı diğer mekanik deneylere göre çok daha yaygın bir şekilde kullanılır [1].

- Basit ve düşük maliyetli olmaları, genellikle özel bir numune hazırlanmasına gerek yoktur ve sertlik ölçme cihazı nispeten ucuzdur.
- 2. Tahribatsız deneylerdir, numunede hasar ya da aşırı deformasyon meydana gelmez, oluşan tek deformasyon küçük bir izden ibarettir.
- 3. Çoğu zaman çekme dayanımı gibi diğer mekanik özellikler sertlik verileri kullanılarak tahmin edilebilir.

2.5.1. Rockwell sertlik ölçme yöntemleri

Rockwell deneyleri özel bir beceri gerektirmeden çok basit bir şekilde uygulanabilir oldukları için en yaygın sertlik ölçme yöntemini oluştururlar. Bu yöntemde çeşitli uç ve yük kombinasyonları ile oluşturulan farklı canlıların kullanılması ile neredeyse bütün metal alaşımlarının ve bazı polimerlerin sertlik ölçümleri yapılabilir. Batıcı uçlar çapları 1/16, 1/8, 1/4 ve 1/2 in. (1.588, 3.175, 6.350 ve 12.70 mm) olan sertleştirilmiş, çelik bilyalar ve sertliği yüksek olan malzemeler de kullanılan elmas uçtan oluşur [1].

Rockwell sertlik deneylerinde ucun battığı derinliğe göre sertlik değerleri belirlenir.
Deney sırasında ilk önce küçük bir ön yük, ardından da ana yük uygulanır. Ön yükün küçük olması, ölçüm hassasiyetini artırmaktadır. Ön ve ana yük büyüklüklerine göre Rockwell ve Yüzeysel Rockwell olmak üzere Rockwell sertlik deneylerinin iki çeşidi vardır. Rockwell deneylerinde ön yük 10 kg'dır. Ana yük ise 60, 100 ya da 150 kg'dır. Her Rockwell skalası bir harf ile gösterilir. Tablo 2.1 ve 2.2 a'da Rockwell skalaları ve bu skalarda kullanılan uçlar ve yükler gösterilmiştir Yüzey sertliği ölçümlerinde ön yük 3 kg, ana yükleri ise 15, 30 ya da 45 kg dır. Bu kadar yükü belirten 15, 30 ya da 45 rakamları ve bu rakamları takip eden ve kullanılan ucu belirten N, T, W, X ya da Y harfleri ile gösterilir. Yüzey sertliği ölçümleri genellikle ince numunelere uygulanır. Tablo 2.2. b. den bazı yüzey sertliği ölçüm deneylerine ait skalalar verilmiştir [1].

Her bir skalada en yüksek sertlik değeri 130 olsa da, ölçüm sonucunda okunan değerin 100'ün üstünde çıkması ve 20'nin altına düşmesi ile ölçüm hassasiyeti kötüleşmeye başlar. Böyle bir sertlik değeri ölçülen malzemenin ölçüm yapılan skalaya uygun olmadığını gösterir ve belirtilen bu düşük ve yüksek sertlik mertebelerinde skalalar arasında örtüşme olduğundan, bir önceki yumuşak ya da bir sonraki sert skalanın kullanılması en doğru sonucu verecektir [1].

Sertliği ölçülecek numunenin çok ince olması, sertlik ölçümünün numunenin kenarına ya da başka bir sertlik ölçümün yapıldığı noktaya çok yakın yapılması, hatalı sonuçların elde edilmesine yol açar. Numune kalınlığı, iz (batma) derinliğinin en az on katı kadar büyük, iki izin merkezleri ya da numune kenarı ile sertlik izi arasındaki mesafe de en az üç iz çapı kadar olmalıdır. Ayrıca üst üste konmuş numunelerde sertlik ölçümü yapılması tavsiye edilmez. Ölçümün doğruluğu sertliği ölçülecek yüzeyin düz ve düzgün olmasına da bağlıdır [1].

Rockwell sertlik ölçümlerinin yapıldığı modern cihazlar otomatik olarak çalışır ve kullanımı çok kolaydır. Sertlik değeri doğrudan cihazın ekranında okunur ve her bir ölçüm sadece birkaç saniyede tamamlanır. Bu cihazlar yük uygulama süresinin de değiştirebilmesine izin verir. Sertlik verilerinin yorumlanmasında bu değişken de göz önünde tutulmalıdır [1].

Tablo .2.1.Sertlik ölçme yöntemleri [16]

		Batıcı Uç Şekli			Sertlik Değerine Ait formül
Yöntem	Batıcı uç	Yan görünüş	Üst görünüş	yük	
Brinell	10-mm çaplı küresel çelik veya tungsten karbür	$\rightarrow D$		Р	$HB = \frac{2P}{\pi D[D - \sqrt{D^2 - d^2}]}$
Vickers mikrosertlik	Elmas piramit			Р	$\mathrm{HV} = 1.854 P/d_1^2$
Knoop mikrosertlik	Elmas piramit	<i>l/b</i> = 7.11 <i>b/t</i> = 4.00		Р	$\mathrm{HK} = 14.2P/l^2$
Rockwell ve Rockwell yüzey	Elmas koni: $ \begin{cases} \frac{1}{16}, \frac{1}{8}, \frac{1}{4}, \frac{1}{2} \text{ ve} \\ \text{çaplı çelik küre} \end{cases} $			$ \begin{array}{c} 60 \text{ kg} \\ 100 \text{ kg} \\ 150 \text{ kg} \\ 15 \text{ kg} \\ 30 \text{ kg} \\ 45 \text{ kg} \end{array} $ Rockwell yüzey	

Skala Sembolü	Uç	Ana Yük (kg)	
А	Elmas	60	
В	$\frac{1}{16}$ -in.bilye	100	
С	Elmas	150	
D	Elmas	100	
Е	¹ / ₈ -in. bilye	100	
F	$\frac{1}{16}$ -in. bilye	60	
G	$\frac{1}{16}$ -in. bilye	150	
Н	$\frac{1}{8}$ -in. bilye	60	
K	$\frac{1}{8}$ -in. bilye	150	

Tablo 2.2.a Rockwell sertlik skalaları

Tablo 2.2.b Rockwell yüzey sertlik skalaları

Skala Sembolü	Uç	Ana Yük (kg)
15N	Elmas	15
30N	Elmas	30
45N	Elmas	45
15T	$\frac{1}{16}$ -in. bilye	15
30T	$\frac{1}{16}$ -in. bilye	30
45T	$\frac{1}{16}$ -in. bilye	45
15W	¹ / ₈ -in. bilye	15
30W	¹ / ₈ -in. bilye	30
45W	$\frac{1}{8}$ -in. bilye	45

2.5.2. Brinell sertlik ölçme yöntemi

Rockwell ölçümlerinin çoğunda olduğu gibi, Brinell deneylerinde de sert bir küresel uç, metalin yüzeyine batması için zorlanır. Kullanılan sertleştirilmiş çelik veya tungsten karbür batıcı ucun çapı 10 milimetredir. Standart yük aralığı 500 ile 3000 kg arasında, 500 kg artışlarla değişir ve deney sırasında yük belirli bir süre (10 ile 30 saniye aralığında) boyunca sabit tutulur. Sert malzemelerin sertlik ölçümlerinde daha büyük yükler gereklidir. Brinell sertlik değeri uygulanan yükün ve ölçüm sonrası yüzeyde

oluşan iz çapının bir fonksiyonudur. Oluşan izin çapı düşük büyütmeli özel bir mikroskopta mercek camına işlenmiş bir skala yardımı ile ölçülür. Ölçülen bu çap, daha sonra bir çizelge yardımıyla Brinell sertlik değeri değerine çevrilir. Brinell sertlik ölçme yönteminde tek bir skala bulunur [1].

Brinell sertlik ölçümlerini yarı otomatik olarak gerçekleştiren cihazlar da vardır. Bu cihazlarda üzerine dijital kameranın monte edildiği ve kameranın iz üzerine konumlanabilmesini sağlayan esnek bir probtan optik tarama sistemi mevcuttur. Kameradan alınan veriler izi analiz ederek, büyüklüğünü belirleyen ve daha sonra da Brinell sertlik değerini hesaplayan bilgisayara iletilir. Otomatik sertlik ölçümlerinde numunenin yüzey kalitesinin iyi olması manuel ölçümlere göre daha önemlidir [1].

En küçük parça kalınlığı numune kenarına göre ölçüm yeri ve izler arasındaki en küçük mesafe Rockwell sertlik ölçme yöntemindekilerle aynıdır. Ayrıca iz çapının doğru ölçülmesi için, izin yeterince belirgin olması gerekir. Bu nedenle ölçüm yapılacak yüzeyin düzgün düz olması gerekir [1].

2.5.3. Knoops ve Vickers mikro sertlik ölçme yöntemleri

Vickers için bazen elmas piramit adı da kullanılır. Bu yöntemlerin her ikisinde de piramit geometrisine sahip çok küçük bir elmas uç, sertliği ölçülecek numunenin yüzeyine batırılmaya zorlanır. Uygulanan yükler ve Rockwell ve Brinell dekine göre daha küçük olup 1 ila 1000 g arasında değişir. Ölçüm sonrası yüzeyde oluşan izin boyutu, mikroskop altında ölçülür ve daha sonra sertlik değerine çevrilir. (Tablo 2.1) Belirgin bir iz oluşturulabilmesi ve oluşturulan izin doğru bir şekilde ölçülebilmesi için, sertlik deneyinden önce yüzeyin zımparalama ve parlatma işlemleri dikkatli bir biçimde hazırlanması gerekir. Knoop ve Vickers sertlikleri sırası ile KSD ve VSD şeklinde gösterilir ve bu iki yönteme ait sertlik değerleri yaklaşık olarak birbirine eşittir. İz büyüklüğünden dolayı Knoop ve Vickers mikrosertlik deneyi yöntemleri olarak anılır. Bu yöntemlerin ikiside numune üzerinde, belirli küçük bölgelerin sertliğinin ölçülmesi için çok uygundur. Ayrıca Knoop seramik gibi gevrek malzemelerin sertliklerinin ölçülmesinde tercih edilir [1].

Modern mikro sertlik test cihazları, bir bilgisayar ve yazılım yardımıyla izin oluşturulmasına ve ardından izin görüntülenerek ölçülmesi işlemlerini yapabilecek şekilde otomatik hale getirilmiştir. Yazılım ölçüm yeri ölçme aralığı sertlik değerinin

hesaplanması ve verilerin grafiğe dökülmesi gibi önemli işlemlerin yerine getirilmesini sağlar [1].

2.5.4. Sertlik dönüşümü

Bir skalada ölçülen sertliğin bir başkası skaladaki karşılığına dönüştürülmesi sıkça karşılaşılan bir durumdur. Ancak sertlik çok iyi tanımlanmış bir malzeme özelliği olmadığından ve ölçüm teknikleri arasında deneysel farklılıkların bulunması nedeniyle kapsamlı bir dönüşüm çizelgesi ortaya konulmamıştır. Sertlik değerlerinin çevrilmesi deneysel olarak yapılmış ve bunun malzemenin türüne ve özelliğine bağlı olduğu tespit edilmiştir [1].

En güvenilir dönüşüm verileri çelikler içindir. Bunların bir kısmı Brinell ve Rockwell skalasının yanında Mohs skalasının da dahil edildiği şekil 2.12 de gösterilmiştir. Diğer metal ve alaşımlar için ayrıntılı dönüşüm tabloları ASTM nin E-40 metaller için standart sertlik dönüşüm tabloları yer almaktadır [1].

2.5.5. Sertlik ve çekme dayanımı arasındaki ilişki

Çekme dayanımı ve sertlik bir metalin plastik deformasyona olan direncinin göstergesidir Bu nedenle aralarında kaba da olsa bir ilişki bulunur. Şekil 2.13 de dökme demir çelik ve pirinç için çekme dayanımının BSD ye göre değişimi gösterilmiştir. Pratikte birçok çelik için Brinell sertlik değeri(BSD) ve çekme dayanımı (ÇD) arasında ilişkisi söz konusudur [1].

$$QD (MPa) = 3.45 X BSD$$
 (2.1)



Şekil 2.12. Çeşitli sertlik skalalarının karşılaştırılması [16]



Şekil 2.13. Çelik, pirinç ve dökme demirler için sertlik çekme dayanımı arasındaki ilişkiler [17-18]

BÖLÜM 3

YÖNTEM

3.1. İzlenen Aşamalar

Günümüzde intermetalik alaşımların termofiziksel özelliklerinin tespiti üzerine az sayıda deneysel çalışma yapılmıştır. Bu tezde ise, Ag-% 26 ağ. In (Ag₃In), Ag-%34 ağ. In (Ag₂In), Ag-%68 ağ. In (AgIn₂) alaşımları ark fırınında eritilerek bazı termofiziksel özellikleri tespit edildi. Bu alaşımların mikroyapıları ve mikrosertlik değerleri tespit edilerek, bu özelliklerin kompozisyona bağlı olarak nasıl değiştiği incelendi. Ayrıca bu alaşımların DSC analizleri yapılarak bazı termal özellikleri belirlendi. Bu bölümde ise termofiziksel özelliklerin belirlenmesinde kullanılan yöntemlerin tüm aşamaları ayrıntılı olarak anlatılacaktır.

3.2. Alaşımların Oluşturulması

Bu tez çalışmasında Ag elementine, çeşitli oranlarda In elementi katkısı yapılarak, Ag-%26ağ. In, Ag-%34ağ. In ve Ag-%68ağ. In alaşımları oluşturuldu. Hazırlanan alaşımlarda Şekil 3.1 görüldüğü gibi %99.99 saflıkta gümüş ve %99.98 saflıkta indiyum elementleri kullanıldı. Her bir alaşım için gerekli olan gümüş ve indiyum miktarları hesaplanarak Şekil 3.2'deki hassas terazi ile tartımları yapıldı.



Şekil 3.1. Alaşım yapımında kullanılan metaller

Hesaplanan alaşımlar sırasıyla ark fırının eritme potasının içine hassas bir şekilde yerleştirildi. Numunelerin homojen olması için eritme işlemi, her seferinde malzeme ters çevrilerek birkaç kez tekrarlandı. Eritme esnasında yüksek sıcaklıklardan dolayı malzemenin konduğu bakır potada oluşan ısıyı almak hem de bakırın eriyerek üretilen



Şekil 3.2. Metallerinin tartılmasında kullanılan hassas terazi

malzemeye bulaşmasını engellemek için bakır potanın içinden su geçirildi. Eritme işlemi argon gazı altında gerçekleştirilerek numunelerin hem oksitlenmesi hemde başka gazlarlar tepkimeye girmesi böylece engellendi.

3.3. Metalografik İşlemler

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

3.3.1. Numunelerin zımparalanması

Numunelerin zımparalanması silisyum karbür (SiC) taneleri ve magnetit tozu içeren zımpara kâğıtlarıyla yapıldı. Zımpara kâğıtlarında birim alana düşen tane sayısı (grid) arttıkça mikron cinsinden tane boyutu azalmaktadır. 120-600 gridler kaba, 800-2000 gridler ise ince zımpara olarak sınıflandırılmaktadır.



Şekil 3.3. Epoksi ile kalıplanarak metalografik işlemlere tabi tutulan numune

Numuneler, 120 gridlik zımpara kâğıdından başlayarak 2000 gride kadar, kabadan inceye doğru kademeli olarak zımparalandı. Numunelerin zımparalanmasında kullanılan bazı zımpara kâğıtlarının fotoğrafi Şekil 3.4.'de verilmektedir [19-20].



Şekil 3.4. Numuneleri zımparalamada kullanılan bazı zımparalar

Zımparalama ve parlatma işlemleri Şekil 3.5'de görünen otomatik parlatma robotu ile yapıldı. Öncelikle parlatma robotun disklerine farklı tane büyüklüklerine sahip zımparalar takıldı. Cihazın su modu açılarak numunelere sulu zımparalama yapması sağlandı. Böylelikle numunenin hem ısınması engellendi hem de homojen bir temas sağlandı.



Şekil 3.5. Otomatik parlatma robotu

Zımparalamanın düzgün ve itinalı yapılması fotoğraf çekmede odaklama kolaylığı sağlamaktadır. Her bir zımparalama kademesinden sonra numune yüzeyinin düz olmasına ve derin çiziklerin giderilmiş olmasına dikkat edildi. Kaba ve ince parlatma için farklı tane büyüklüğüne sahip elmas süspansiyonlar kullanıldı.

Parlatma işleminde kullanılan elmas süspansiyonlar sırasıyla 6 µm, 3 µm, 1 µm, 0.25µm ve 0.05 µm tane büyüklüğüne sahip elmas çözeltilerdir. Parlatma sırasında her bir elmas süspansiyon için ayrı metal diskler üzerine yapıştırılmış parlatma kumaşları kullanıldı. Numune ile parlatma kumaşı arasında yumuşak bir temas sağlamak ve nem miktarını ayarlamak amacıyla parlatıcı ile birlikte yağlayıcı (lubrikant) kullanıldı. Parlatma sırasında disk dönerken nem azaldıkça, numune yüzeyine parlatıcı çözeltiler yapışabilmekte ve yüzeyde leke oluşturabilmektedir. Disk üzerindeki kumaşın kurumaması için zaman zaman çözelti veya yağlayıcı ilavesi yapıldı. Numuneler her bir çözelti ile ortalama 10-15 dakika parlatıldı. Parlatma sırasında elmas çözeltinin disk üzerinde homojen dağılmasına dikkat edildi. Her aşama sonunda numune bol damıtık su ile yıkandı. Numunelerin parlatılmasında kullanılan parlatma kumaşları ve parlatma süspansiyonları Şekil 3.6'da verilmektedir.

Artık numune yüzeyi dağlanmaya hazır duruma gelmiştir. Tablo 3.1'de bu çalışmada kullanılan çözelti ve kumaşların özellikleri verilmektedir. Her malzemenin parlatılması birbirinden farklılıklar gösterebilmektedir. Yumuşak malzemenin parlatılması sürecinde malzemenin taneleri parlatılan yüzeye yapışarak yapıyı kapatmaktadır. Dolayısıyla her bir parlatma kademesinde yüzeyde oluşan tabakanın temizlenmesi

gerekmektedir. Sert malzemelerde ise parlatma esnasında üzerine oldukça yüksek (50 N) bir kuvvet uygulamak gerekmektedir [21].



Şekil 3.6. Numunelerin parlatılmasında kullanılan kumaşlar, süspansiyonlar

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

Tablo 3.1. Parlatmada kullanılan çözelti ve kumaşlar [21]

3.3.2. Numunelerin dağlanması

Her ne kadar parlatma sonucunda numunenin yüzeyi düzgün, pürüzsüz ve ayna gibi parlak olsada numune yüzeyinde kontrast oluşturmadan inceleme yapmak mümkün değildir. Mikroyapı analizi için numunenin dağlanması gerekmektedir. Dağlama sonucunda mikroyapı karakteristikleri ortaya çıkarılır. Metalografide iki çeşit dağlama vardır; elektrolitik dağlama ve kimyasal dağlama. Elektrolitik dağlama ile yüzeyden atom tabakaları atılır. Bunun için belirli bir enerjiye ihtiyaç vardır. Bu enerji, 1sı veya yüksek voltaj uygulanarak sağlanabilir. Kimyasal dağlama ise numunenin yüzeyine uygun bir çözelti uygulanarak yapılmaktadır. Dağlama işleminde en önemli nokta metalik malzeme için uygun dağlama çözeltisini seçmektir [19-20].

Bu çalışmada, numunelerin fazlarını ortaya çıkarmak için numune yüzeyine uygun bir reaktif tespit edilerek kimyasal dağlama tekniği uygulandı. Kimyasal dağlama işlemi, yüzeyi istenen kalitede temizlenmiş ve pürüzsüz hale getirilmiş numunenin, dağlama çözeltisine uygun sürelerde daldırılmasıyla yapılmaktadır. Dağlama işlemi sonunda parlatılmış yüzey, çözeltinin etkisiyle renk değiştirir ve donuklaşır. Dağlamanın yeterli olup olmadığına mikroskopla numuneye bakılarak karar verilir. Bu çalışma da Ag-26 %ağ. In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-%68 ağ. In alaşımları için metalografi kitaplarından faydalanarak uygun dağlayıcı çözeltileri hazırlandı. Çalışılan alaşım sistemleri ve bu alaşım sistemlerine uygun dağlama çözeltileri ve dağlama süreleri Tablo 3.2'te verildi.[19-20]

Tablo 3.2.	İkili intermetalik alaşımlara uygulanan dağlayıcılar	

Alaşım Sistemi	Dağlama Çözeltisi	Dağlamanın Uygulanması
Ag ₃ In		
	20 ml. Hidrojen klorür	İslem: Oda sıcaklığında
Ag ₂ In	4 gr. Picric Asit 400 ml. Etanol	çözeltiye daldırma
AgIn ₂		Süre: 5-10 s.

3.4. Deneysel Sistem

Bu tez çalışmasında bazı termofiziksel özelliklerin belirlenmesi için ark fırını, taramalı elektron mikroskobu, diferansiyel taramalı kalorimetre cihazı, mikrosertlik ölçüm cihazı kullanılmıştır. Bu kesimde, deneylerde kullanılan bu cihazlar ayrıntılı olarak

anlatılacaktır.

3.4.1 Ark fırını

Çalışmamızda kullanılan numunelerin üretilmesinde Şekil 3.7'de gösterilen en yüksek 200 A akım verebilen güç kaynağına sahip ark fırını (Edmund Bühler Mini Arc Metler MAM-1 tipi) kullanılmıştır. Yaklaşık 3500 °C'ye kadar numuneleri bakır potada eritebilen güçlü ark eritme jeneratörüne bağlı tungsten ucu ile ark fırınında, 5-20 g numunelerin eritilmesi için tasarlanmıştır. Küçük erime bölmesi etrafı parlak ışığa karşı koyu renkli cam muhafaza ile kapanmaktadır. Erime işlemi gerçekleşirken bakır pota etrafındaki kanalları sayesinde su ile soğutması yapılmaktadır. Ardından Ark eritme odasına tahliye ve gaz girişi için basınç manometresi ve valfleri hızla gaz tahliyesi yapabilir düzeydedir. Böylelikle düşük gaz tüketimi de sağlanmaktadır. İsteğe göre özel kalıplara sahip pota plakalar bulunmaktadır [22].



3.4.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

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 miktarlan sınırlı oluşu gerekse elde edilen görüntü üzerinde işlem yapma imkanını 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 edildigi cihazlar geliştirilmiştir [23-24].

Elektrooptik prensipler çerçevesinde tasarlanmış taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope-SEM), bu amaca hizmet eden cihazlardan birisidir. Taramalı Elektron Mikroskobu, birçok dalda araştırma-geliştirme çalışmalarında kullanımı yanında, mikro elektronikte yonga üretiminde, sanayinin değişik kollarında hata analizlerinde, biyolojik bilimlerde, tıp ve kriminal uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. İlk ticari taramalı elektron mikroskobu 1965'de kullanıllmaya başlanmış bundan sonra teknik gelişmeler birbiri ni izlemiştir [23-24].

Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomlan arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları ekranına aktanlmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monititörlerine verilmektedir.

Gerek ayırım gücü (resolution), gerek odak derinligi (depth of focus) gerekse görüntü ve analizi birleştirebilme özelliği, taramalı elektron mikroskobunun kullanım alanı genişletmektedir. Örneğin 1000X büyütmede optik mikroskobun odak derinliği yalnızca 0.1µm iken taramalı elektron mikroskobunun odak derinliği 30 µm. dir. Tablo 3.3 'de ışık mikroskobu ile elektron mikroskobu özellikleri bakımmdan karşılaştırılmıştır.

	Işık Mikroskobu	Elektron Mikroskobu
Aydmlatma	Görünür ışınlar ($\lambda = 550 \text{ nm}$)	Elektron demeti ($\lambda = 0.005 \text{ nm}$)
Çözünürlük	0.251µm	0.05nm
Max	1400X	300000X

Tablo 3.3. Mikroskopların farklı özellikleri

Günümüzde modern taramalı elektron mikroskoplarının ayırım gücü 0,05 nm'ye kadar inmiştir. Büyütme miktan ise 5X - 300000X arasında degişmektedir. Şekil 3.8'de 300000X büyütme gücüne sahip elektron mikroskobu oluşan bir sistem bulunmaktadır.



Şekil 3.8. Taramalı Elektron Mikroskobu

3.4.2.1. Çalışma prensibi

Şekil 3.10'da görüldüğü gibi taramalı elektron mikroskobu; optik kolon, mumune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır.



Şekil 3.9. Taramalı elektron mikroskobunun bölümleri

Optik kolon kısmında; elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları muneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, ince elektron demeti elde etmek için yoğunlaştırıcı mercekler, demeti numune üzerinde odaklamak için objektif merceği, bu merceğe bağlı çeşitli çapta apatürler ve elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklanmaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10⁴ Paskal gibi bir vakumda tutulmaktadır.

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

3.4.2.2. Demet numune etkileşimi ve sonuçları

Yüksek voltaj altında ivmelendirilen elektron demeti ile numune arasındaki etkileşim sonuçları Şekil 3.10' da şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 3.10. Elektron demeti ile numune arasındaki etkileşim

Bu girişim hacmi su damlası görünümü olarak tanımlanır. Yüksek enerjili demet elektronları numune atomlarının dış yörünge elektronları ile elastik olmayan girişimi sonucunda düşük enerjili Auger elektronları oluşur. Bu elektronlar numune yüzeyi hakkında bilgi taşır ve Auger Spektroskopisinin çalışma prensibini oluşturur. Yine yörünge elektronları ile olan girişimler sonucunda yörüngelerinden atılan veya enerjisi azalan demet elektronları numune yüzeyine doğru hareket ederek yüzeyde toplanırlar. Bu elektronlar ikincil elektron (seconder electrons) olarak tanımlanır. İkincil elektronlar numune odasında bulunan sintilatörde toplanarak ikincil elektron görüntü sinyaline çevrilir. İkincil elektronlar numune yüzeyinin 10 nm veya daha düşük derinlikten geldiği için numunenin yüksek çözü nürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır [23-24].

Şekil 3.11'da bronz toz numunesinin topografik görtüntüsü görülmektedir. Ayrıca numune atomları ile elektron demeti arasında elastik olmayan girişimler sonucu numunede karakteristik X-ışınları ve sürekli ışımalarda meydana gelmektedir. Karakteristik ışımalar, dalgaboyu veya enerji dağılımı X- ışını analitik sistemlerde değerlendirildiğinde, numunenin kimyasal bileşimi hakkında bilgi vermektedir. Bu yöntem elektron mikroskop analizi olarak bilinir.



Şekil 3.11. Toz metalurjisinde kullanılan bronz tozlarının küçük ve yüksek büyütmelerde topografik görüntüsü

Numune üzerine odaklanan elektron demeti, numune atomları ile ayrıca elastik girişimlerde de bulunabilir. Bu girişimlerde demet elektronları, numune atomlarının çekirdeğinin çekim kuvveti ile saptırılarak numune yüzeyinden geri saçılmaktadır. Bu elektronlar geri saçılmış (back scattered) elektronlar olarak tanımlanır ve objektif merceğin altında yer alan özel üç adet silikon dedektörde (A,B,C) toplanarak görüntü oluşumunda kullanılır. Böyle bir görüntü geri saçılmış (back scattered) elektron gürüntüsü olarak tanımlanır. Geri saçılmış elektron miktarı, numunenin atom numarasıyla orantılıdır. Bu nedenle geri saçılmış elektron görüntüsü özellikle çok fazla sistemlerde atom numarası farkına dayanan kontrast içerir. Geri saçılmış elektron dedektöründe sinyaller toplandğında (A+B) atom numarası kontrastına bağlı kompozisyon görüntüsü elde edilir.



Şekil 3.12. PbO sıvı fazında sinterlenmiş ZnO kristalleri

Eğer sinyal farklı alınarak görüntü elde edilirse (A-B), topografik bileşim görüntüsü oluşur. Ayrıca üçüncü algılayıcı (C), bir açı altında tutulup sinyaller toplandığında (A+B+C) gölge görüntüsü (shadow) de elde edilir. Söz konusu görüntü türlerine örnek Şekil 3.12 'de verilmiştir. Geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlara göre numune yüzeyinin daha derin bölgesinden geldiği için görüntünün ayrım gücü düşük olmaktadır. Bu nedenle geri saçılmış elektron görüntüleri en fazla x2000 büyütmeye kadar olan incelemelerde kullanılmaktadır [23-24].

3.4.3. Diferansiyel taramalı kalorimetre

Malzemelerin 1s1l analizi için kullanılan termoanalitik bir yöntemdir. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), örnek 1s1tlırken, soğutulurken yada sabit bir sıcaklıkta tutulurken soğurulan yada salıverilen enerji miktarını ölçer. Bu teknikte, referans ile örnekten gelen ya da uzaklaşan 1s1 farkı sıcaklığa veya zamana bağlı olarak gösterilir. DSC'de, örnek sıcaklığı ile referans örnek sıcaklığı aynı tutular. Eğer örnek ile referans arasında bir sıcaklık farkı saptanırsa, sıcaklığı aynı tutmak için örneğe verilen enerji (güç) miktarı değiştirilir. Bu yolla örnekteki faz değişimi sırasındaki 1s1 transferi miktarı saptanabilir [25].

3.4.3.1 Amacı ve yöntemi

DSC sistemlerinin başlangıçta ortam sıcaklığı 300 °C'dir. Genel olarak termal analizin yaygın tarama hızı 10 °C/dk'dır. Tarama hızı aralığı hassasiyet, sıcaklık ayarı, kararlılık, analiz zamanı, hal değişimine faktörlerine göre değişiklik gösterebilir. Fazla ya da az olan ağırlık ısı akış ölçümünün doğruluğunu kısıtlar. İnert (saf) gaz kullanılarak olası oksidasyon minimuma indirilmiş olur. Basitçe gösterildiği gibi DSC, biri referans diğeri ise numunenin konduğu iki ısıtıcıdan, bu sistemi ısı kaybı olmadan tutan bir hücreden ve ısı akışını kontrol eden bilgisayardan oluşur. İki tür uygulama mevcuttur [26-28].

- Isı Akılı/Akışlı DSC (Heat Flux/Flow DSC)
- Güç Dengeli DSC (Power Compensated DSC)

Şekil 3.13' de görüldüğü gibi örnek ve referans madde, bulundukları kaplar ve kapların altında yer alan ısı akısı plakası (heat flux plate) arasında iyi bir ısıl temas (ısı aktarımı) gerçekleştirmek için; örnek ve referans madde sığ kaplara (tepsilere) daha az miktarda yayılımı olarak konmaktadır.

Örnek madde (S) ve Referans madde (R) içeren DSC hücresinin simetrik olarak 1sıtılması ise hücrenin etrafını çevreleyen fırının yüksek 1sı iletim (kondüksiyon) katsayısına sahip bir metalden yapılmasıyla gerçekleştirilmektedir. Deneylerde DSC hücresine gerekli atmosferi (inert, oksidatif vb.) sağlamak, açığa çıkan uçucu bileşikleri sürüklemek ve aynı zamanda ısı aktarımına yardımcı (konveksiyon ısı aktarımı) olmak amaçlı çoğunlukla gaz akışı verilmektedir [29-34].



Şekil 3.13. Diferansiyel taramalı kalorimetrenin temeli

Fırının içinde 1s1 ileten bir plaka/levha üzerine simetrik olarak orta noktada numune ve inert bir referans malzemesi yerleştirilmiştir. Termal benzer davranışta 1s1 akışı fırından numuneye doğru (dQ_{FS}/dt) ve referans malzemesi için (dQ_{FR}/dt) mükemmel derecede eşittir, ikisi arasında ölçülebilir bir sıcaklık farkı yoktur. Şayet numunede bir reaksiyon 1s1ya ihtiyaç duyar veya 1s1 açığa çıkarırsa, bir sıcaklık farkı meydana gelir. Bu 1s1 akışı, denge dışı durumu eşitlemeye çalışır [29-34].

Diferansiyel taramalı kalorimetre alüminyum, nikel, bakır, kuartz, platin gibi katı malzemelerin faz durumlarında değişikliklerin belirlenmesinde, yanma, buharlaşma ve süblimleşme entalpilerinin bulunmasında, kozmetik ürünlerin saflık derecesinin belirlenmesinde, teknolojik önemi olan malzemelerin ısı kapasitelerinin tespit edilmesi ve camların faz dönüşüm sıcaklıklarının ve cam dönüşüm entalpilerinin belirlenmesinde kullanılır. [29-34]

Fırının kontrolü günümüzde gelişmiş bilgisayar kontrollü sistemler aracılığıyla

sağlanmakta ve DSC eğrisi kaydedilip ticari yazılım ile amaca uygun işlenenebilmektedir. Hücreden alınan sinyaller sıcaklık için mV mertebesinde, sıcaklık farkı ΔT için µV mertebesinde olup, düşük gürültülü, yüksek kazançlı yükselticilerle (amplifiers) bu sinyaller yükseltilerek kaydedilmektedir. Günümüzdeki DSC sistemleri ile çalışan sıcaklık aralığında tekrarlanabilir sonuçlar elde etmek açısından sıvı kullanılarak yaklaşık -140°C sıcaklıklara inilebilmekte, tipik olarak da 700°C sıcaklığa çıkılabilmektedir. Sıcaklık kalibrasyonu, standart malzemelerle yapılmakta olup bu amaçla çoğunlukla erime noktaları doğru olarak bilinen çok saf metaller kullanılmaktadır. Enerji kalibrasyonu ise ya ısı kapasiteleri (özgül ısıları) bilinen maddelerle; ya da yaygın olarak, erime ısıları bilinen indiyum gibi metaller ile yapılmaktadır. Sentetik safir ise 1s1 kapasitesi standardı olarak kullanılmakta olup, 1s1 kapasitesi değerleri geniş bir sıcaklık aralığında doğru olarak bilinmektedir. Isı kapasitesi ölçümlerinin ve dönüşüm entalpilerinin mutlak doğruluk derecesi yukarıda belirtilmiş olan uygun standartların kullanılmasına sıkı sıkıya bağlıdır. Şekil 3.14'de ticari bir DSC cihazı ile elde edilebilecek tipik bir DSC grafiği yer almaktadır.



Şekil 3.14. Ticari bir DSC cihazı ile elde edilen tipik bir DSC grafiği

Örnek ve referans maddeye aynı sıcaklık programı uygulanırken, örnek maddede endotermik ya da ekzotermik bir fiziksel ya da kimyasal değişim olması durumunda fiziksel ya da kimyasal değişimin ENDO/EXO olmasına göre örneğe doğru (ENDO) örnekten dışarıya (EXO) ısı akışı olmakta olup bu ısı akışının zamanla değişimi güç farkı olarak (mW) örnek sıcaklığına karşı kaydedilmektedir [27].

3.4.3.Mikrosertlik ölçüm cihazı

Vickers sertlik ölçme yöntemi, sertliği ölçülecek malzeme yüzeyine, tabanı kare olan piramit şeklindeki bir ucun belirli bir yük altında batırılması ve yük kaldırıldıktan sonra meydana gelen izin köşegenlerinin ölçülmesinden ibarettir. Ölçme ve değerlendirme kriterleri aynı Brinell yöntemindeki gibidir. Bu yöntemi "Brinel"den ayıran özellik kullanılan ölçme ucunun farklı olmasıdır. Bu yöntem, daha sert malzemelerin ölçümlerinde veya daha hassas ölçümler için tercih edilir. (Şekil 3.15)



Resim 3.15. Vickers sertlik ölçme cihazı

Sertliği ölçülecek malzemenin yüzeyleri oksitlerden, girinti ve çıkıntılardan arındırılmış olmalıdır. En önemlisi yüzeyin pürüzsüz ve parlak olması istenir. Şekil 3.16'de görüldüğü gibi Vickers sertlik ölçme yönteminde tepe açısı 136⁰ olan elmas kare piramit uç kullanılır. Bu yöntemde sertliği ölçülecek parçanın cins ve boyutlarına göre 1, 2, 3, 5, 10, 20, 30, 40, 50, 62.5 ve 125 kg yükleme kuvvetlerinden biri kullanılır.

Pratikte genel olarak 10-30 ve 50 kg yükleme kuvvetleri uygulanır. Deney yükünün uygulama süresi normal şartlarda 10-15 saniye kadardır. malzeme cinsine göre bu süre artabilir [35-40].



Şekil 3.16. Vickers sertlik ölçümünün şematik olarak gösterilmesi [35]

Yükü malzemeye uygulama esnasında aşağıdaki işlem sırası takip edilir.

- Çok küçük veya düzensiz şekle sahip parçalar iyi desteklenmeli veya bir yere sabitlenmelidir.
- Ölçüm normal oda sıcaklığında (10-35°C arasında) yapılmalıdır
- Deney parçası deney cihazı üzerine sağlam bir şekilde bağlanmalı, uç sıkıca yerine tutturulmalı ve deney cihazı ani titreşimlerden korunmalıdır.
- Deney için uygulanacak yük ve uygulama süresi belirlendikten sonra, baskı ucu mengenede bağlı olan numune üzerine getirilir. Baskı ucu yavaş yavaş belirlenen süre kadar numune yüzeyine dik bir şekilde uygulanır. Bu uygulamadan sonra yük numune üzerinden kaldırılarak deney bitirilir.

Deney sonuçlarının güvenilir olması için bu uygulamanın numunenin on farklı noktasına uygulanması gerekir. Uygulamada numune kenarından ölçüm yapılmamalı ve izler arasında mesafe olmalıdır [35-40].

BÖLÜM 4

DENEYSEL SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında Ag-26 ağ.% In, Ag-34 ağ.%In, Ag-68 ağ.%In alaşımları ark fırınında eritildikten sonra metalografik işlemler uygulandı. Ardından her bir alaşım için SEM, EDX, DSC ve mikrosertlik analizleri yapılarak bu alaşımların bazı termofiziksel özellikleri tespit edildi.

Bu bölümde, deneysel ölçümler ve bu ölçümlerden elde edilen sonuçların değerlendirilmesi yapılacaktır.

4.1. Gözlenen Mikroyapılar

Ag-In alaşımındaki mikroyapıları belirlemek için şekil 4.1'deki faz diyagramından faydalanıldı.



Şekil 4.1. Ag-In faz diyagramı [41]





Şekil 4.2. Ag-%26 ağ. In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-% 68.1 Ağ.In alaşımlarının kimyasal bileşim analizi (EDX) ve SEM görüntüleri

Bu çalışmada Ag-In alaşımındaki indiyum miktarı artırılarak mikro yapıdaki değişiklikler gözlendi. Şekil 4.2.'de görüldüğü gibi her bir alaşımın SEM görüntüleri ve EDX analizleri yapılarak her bir bölgedeki fazlar tespit edildi. Ag-%26 ağ. In alaşımında Ag₃In ve Ag₂In intermetalik fazları tespit edildi. Şekil 4.2 'de görüldüğü gibi açık gri Ag₂In intermetalik fazının üzerine koyu gri renkteki Ag₃In intermetalik fazı homojen bir şekilde dağılmıştır. Alaşımdaki indiyum miktarı artırıldıkça Ag₂In intermetalik fazının morfolojisi, büyüklük ve dağılım bakımından büyük ölçüde değişti. Ag-%34 ağ. In alaşımında Ag₂In intermetalik fazının yanında, yeni bir faz olan ζ elde edildi. Ag₂In intermetalik fazı yine açık gri renkte iken ζ fazı koyu gri renktedir. Ag-% 68.1 ağ.In alaşımında yeni iki farlı faz elde edildi. Beyaz renkteki AgIn₂ fazı ve indiyum miktarı yönünden zengin çözelti fazıdır. Şekil 4.2'de görüldüğü gibi EDX sonuçlarının faz diyagramında kompozisyonlarla uyum içinde olduğu gözlenmektedir.

4.2. Alaşımların Mikrosertlik Değerlerinin Ölçülmesi

Numunelerin mikroyapı ölçümleri yapıldıktan sonra, 3. Bölüm'de anlatıldığı gibi Vickers sertlik ölçme yöntemi ile mikrosertlik değerlerinin ölçümüne geçildi. Her bir numune, mikrosertlik test cihazına takılarak, 25 g'lık kütlelerle, 10 saniye uygulanarak (H_V) mikrosertlik değerleri, kg/mm² cinsinden ölçüldü. İstatistiksel güvenirliliği artırmak için her bir kesit üzerinde en az 10 ölçüm alınarak ortalamaları hesaplandı. Şekil 4.3'te Ag-In sisteminden alınan mikrosertlik ölçüm değerlerinin değişen kompozisyon miktarına göre grafiği verildi. Grafikte de görüldüğü gibi alaşımlarda indiyum miktarı arttıkça mikrosertlik değerleri azaldı. İndiyum yumuşak, gümüşi beyazlıkta, ergime derecesi düşük bir metaldır. Gümüş ise indiyuma göre daha sert bir



Şekil 4.3. Ag-%26 ağ. In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-% 68.1 ağ.In alaşımlarının mikrosertlik değerleri

Bu nedenle alaşımda indiyum miktarı arttıkça sertlik değeri düşmüştür. Tablo 4.1'de görüldüğü gibi Ag-%26 ağ. In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-% 68.1 ağ. In, alaşımlarına ait sertlik değeri sırasıyla 143.45 kg/mm², 108.08 kg/mm² ve 32.60 kg/mm² olarak elde edildi.

Ag-%26 ağ. In	Ag-%34 ağ. In	Ag-%68.1 ağ. In	
Hv (kg/mm ²)	Hv (kg/mm ²)	Hv (kg/mm ²)	
118,8	76,3	42,7	
119,3	78,2	28	
127,5	88,3	31,4	
128,2	101,7	38,8	
139,6	106,3	32,5	
143,3	110,9	27,2	
152,9	121	22,4	
160,7	125,1	29,4	
171,1	136,4	31,4	
173,1	136,6	42,2	
Ortalama Hv=143,45	Ortalama Hv=108,08	Ortalama Hv=32,6	

Tablo 4.1.Ag-%26 ağ.In, Ag-%34 ağIn ve Ag-% 68.1 ağIn alaşımla-
rının mikrosertlik değerleri

4.3. Alaşımların Termal Özelliklerinin Ölçülmesi

Herbir alaşımın Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) yöntemi kullanılarak, başlangıç pik sıcaklığı, bitiş pik sıcaklığı, maksimum pik sıcaklığı, geçiş sıcaklığı ve etalpi değerleri elde edildi. Şekil 4.4.'de her bir alaşıma ait DSC grafikleri verildi. Ayrıca grafiklerden herbir alaşım için spesifik ısı değerleri de hesaplandı.

Bir maddenin spesifik 1s1s1 (sabit basınç altına) şu şekilde verilir,

$$C_{p} = \left(\frac{\partial H}{\partial T}\right)_{P} \tag{1}$$

Denklem (1) integre edilirse, 298 K H=0 olarak tanımlanırsa maddenin entalpisi elde edilir,

$$H = \int_{298}^{T} C_P \, dT \tag{2}$$

Erime noktasında malzemeninin sıcaklığını artırmadan sisteme 1s1 verilirse bu 1s1ya entalpi veya gizli 1s1 olarak isimlendirilir. Bu gizli 1s1 maddeyi katıdan sıv1ya dönüştürmek için kullanılır. Entalpi şu şekilde elde edilir,

$$\Delta H \approx \Delta C_p T_E \tag{3}$$

Burada $\mathbf{T}_{\mathbf{E}}$ erime sıcaklığı, ΔC_P spesifik ısıdaki değişim miktarıdır. Şekil 4.4'de görüldüğü gibi, tezde de yer alan her bir numune için 10 ⁰C/dk ısıtma hızında entalpi değerleri tayin edilerek bu veriden faydalanılarak spesifik ısısı (Cp) hesaplandı. Elde edilen değerlerde tablo 4.2 de verildi [42].

Tablo 4.2'de görüldüğü gibi Ag-In alaşım sisteminde indiyum miktarı arttıkça alaşımın erime noktası düşmektedir. Ayrıca geçiş sıcaklığı değeri de azalmaktadır. Yapılan incelemede In ilavesi arttıkça, hamurumsu bölge genişliğini azalmaktadır ki, bu özellik alaşımlarında özellikle tercih edilmektedir [42].

Çünkü hamurumsu bölge genişliği ne kadar dar olursa alaşım o kadar hızlı katılaşır. Alaşımın hızlı katılaşması özellikle lehim alaşımlarında aranan bir kriterdir. Tablo 4.2'de görüldüğü gibiAg-%26 ağ. In alaşımının hamurumsu bölge genişliği çok fazla iken, Ag-%68.1 ağ. In alaşımının çok dardır. Ayrıca erime sıcaklığının da düşük olması nedeniyle lehim teli alaşımlarında tercih edilen bir alaşım olma özelliğine sahiptir.

Tablo 4.2.Ag-%26 ağ.In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-% 68.1 ağ. In alaşımlarının
bazı termodinamik özellikleri

Alaşımlar	Ag-%26 ağ.In	Ag-%34 ağ.In	Ag-%68.1 ağ.In
Başlangıç Pik Sıcaklığı, T _{onset} (K)	444,74	442,82	444.52
Maksimum Pik Sıcaklığı, T _{max} (K)	457,1	445,22	446,03
Bitiş Pik Sıcaklığı, T _{end} (K)	480,72	446,23	446,92
Geçiş Sıcaklığı, $\Delta T=T_{end} - T_{onset}$ (K)	35,98	3.41	2,4
Entalpi, ΔH (J/g)	26,39	0,57	21,60
Özgül Isı, Cp (J/g ^o C)	0,1433	0,0033	0,1248





Şekil 4.4. Ag-%26 ağ. In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-% 68.1 ağ. In alaşımlarının DSC grafikleri

BÖLÜM 5

SONUÇ

Bu tez çalışmasında Ag-%26 ağ. In, Ag-%34 ağ. In ve Ag-% 68.1 ağ. In alaşımlarının bazı termofiziksel özellikleri tespit edildi. Bu alaşımların mikroyapıları SEM, kimyasal bileşenleri ise EDX kullanarak tespit edildi. Yapılan analizler sonucu bu kompozisyonlarda Ag₃In, Ag₂In ve AgIn₂ olmak üzere üç farklı intermetalik faz tespit edildi. Mikrosertlik testinin sonucunda, alaşım içinde In miktarı arttıkça sertlik değerinin düştüğü gözlendi. DSC analizinde ise indiyum miktarı arttıkça alaşımların erime noktasının düştüğü ve hamurumsu bölge genişliğinin azaldığı gözlendi.

KAYNAKÇA

- Callister, W.D., Rethwisch, D.G., "Metallerin Mekanik Özellikleri", Materials Science and Engineering, 8.cilt, Prof.Dr. Kenan Genel, Nobel Akademik Yayıncılık, Ankara, 151-152, 174-179,180, 2015.
- Gündüz, S., "Alaşım ve Faz Kavramı", Metalurjide Faz Diyagramları, 2. Baskı, Seçkin Yayıncılık, 17-19, Mart 2013.
- Gündüz, S, "İkili Ötektoid Faz Diyagramları", Metalurjide Faz Diyagramları,2. Baskı, Seçkin Yayıncılık, 92-94,105, Mart 2013
- Rhines, F.N.," Phase Diagrams in Metallurgy" Their Development and Application Mc Graw Hill Book, 1956.
- 5. Sinha, A.K., "Ferrous Phiysical Metallurgy" Butterworth Heineman, 1989
- Voort,G., F., "Metallography and Miccostructures", ASM Handbook, Lampman, S., R., Vol 9,563-705, 2004
- Rhines, F:N.,"Phase Diagrams in Metallurgy Their Development and Application" McGraw Hill Book,1956.
- Gündüz, S, "Arafaz veya Metaller Arası Bileşik İçeren alaşım Sistemleri", Metalurjide Faz Diyagramları,2. Baskı, Seçkin Yayıncılık, 108-113, Mart 2013
- Nayeb Hashemi, A.A., Clark, JB.," Phase Diyagrams of binary Magnesium Alloys", ASM Int., metals Park, 280-288, OH 1988,
- Bargel, HJ., Schulze G., "Malzeme Bilgisi, Cilt1, Metal Malzemelere genel Bakış", Çeviren: Güleç Ş., Aran A., Gebze MBEAE mtb., 1985
- Rhines, F.N.," Phase Diagrams in Metallurgy: Their Development and Application McGraw-Hill Book, 1956.
- 12. Savaşkan, T, Malzeme Bilgisi ve Muayenesi Derya Kitapevi, 1999.
- 13. Topbaş, M.A., ısıl işlemler, Prestij Basın Yayın, 1993.
- 14. Scott D.A., Metallography and structure of Ancient and historic Tien Wah Pres, Ltdi.,(1999)
- 15. Hayden H. W., W. Moffatt G., and Wulff J.,"The Structure and Properties of

- Materials", Vol. III, Mechanical Behavior. Copyright © 1965 by John Wiley & Sons, New York. Reprinted by permission of John Wiley & Sons, Inc.
- Kinney G.F., "Engineering Properties and Applications of Plastics", p.202. Copyright © 1957 by John Wiley & Sons, New York. Reprinted by permission of John Wiley & Sons, Inc.
- Bardes, B. (Editor),,"Metals Handbook: Properties and Selection: Irons and Steels", Vol. 1, 9th edition, American Society for Metals, pp. 36, 461, 1978.
- Metals Handbook: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Pure Metals, Vol. 2,9 th. edition, Baker H. (Managing Editor), American Society for Metals, , 327. 1979
- 20. Ata, P., "Lineer 1s1 akış metoduyla In-bi intermetalik alaşımlarının 1s1l iletkenlik katsayısının ölçümü", *Hacı Bektaşi Veli Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi* 31,32, Nevşehir, 2015.
- Engin, S., "Kontrollü katılaştırılan çok bileşenli ötektik alaşımların, mekanik ve elektriksel özelliklerinin katılaştırma parametrelerine bağlılığının incelenmesi", *Erciyes Üniversitesi ,Doktora Tezi*, Kayseri, 2013.
- Knoop, F., Peters, C.G., Emerson, W.B., "Sensitive Pyramidal-Diamond Tool for Indentation Measurements, Journal of Research of the National Bureau of Standards", 23, 39-61, 1939.
- 23. Özdemir A., "R₃CO₂₉Sİ₄B₁₀ bileşiklerinin manyetik özellikleri", *Hacı Bektaşi Veli Üniversitesi, Yüksek Lisan Tezi*, 50, Nevşehir 2012.
- Flegler S.L., Heckman J.W., Klomparens K.L., "Scanning and Transmission Electron Microscopy", An Introduction, Oxford Univ. Press (1993), ISBN #0-19-510751-9.
- Brundle C.R., Evans C.A., Wilson, Butterworth Jr., Heinemann S. "Encyclopedia of Materials Characterization", ISBN #0-7506-9168-8,1992
- Dunn, J.G., Recommendations for reporting thermal analysis data, Thermochimica Acta", 390, 1-3., 2002.
- Ewing, G.W., "Instrumental Methods of Chemical Analysis", 5th ed., Mc GrawHill Book Company, New York, 1985.
- 28. Galwey, A.K.,"Is the science of thermal analysis kinetics based on solid foundations a literature appraisal", *Thermochimica Acta*, 413, 139-183., 2004
- Hudson-Lamb, Strydom D. L., Potgieter C.A.,"The thermal dehydration of natural gypsum and pure calcium sulphate dihydrate, "*Thermochimica Acta*, 282/283, 483-492. 1996
- 30. Skoog, D.A., Holler, F.J., Nieman, T.,"Principles of Instrumental Analysis", 5th ed., Harcourt Brace College Publishers, Philadelphia, 1998). (*Çeviri:Kılıç, E., Köseoğlu, F., Yılmaz, H.*), (Çeviri Editörleri), Enstrümental Analiz İlkeleri, Birinci Baskı, Bilim Yayıncılık, Ankara, 1998.
- Skoog, D.A., Leary, J.J. Principles of Instrumental Analysis, 4th ed., Saunders College Publishing, Fort Worth, 1992.
- 32. Starink, M.J.,"The determination of activation energy from linear heating rate experiments a comparison of the accuracy of isoconversion methods", *Thermochimica Acta*, 404, 163-176. 2003
- Widmann, G. Und Riesen, R., "Thermoanalyse Anwendungen, Begriffe, Methoden", Dr.Alfred Hüthig Verlag, Heidelberg, 1989.
- Willard, H.H., Merritt, L.L., Dean, J.A., Setle, F.A., "Instrumental Methods of Analysis", 7th ed., Wadsworth Publishing Company, Belmont, California, 1988.
- 35. Yıldız, A., Genç, Ö., Bektaş, S.,"Enstrümental Analiz Yöntemleri", Ekinci Baskı, *Hacettepe Üniversitesi Yayınları* A-64, Ankara, 1997.
- Bursa Teknik Üniversitesi Mühendislik Ve Doğa Bilimleri Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü, "Sertlik ölçüm Deney föyü", Bursa, 2019.
- Chandler, H., "Hardness Testing, Second Edition, ASM International", United States of America, 1999.
- 38. Oran, K., ve Erman, B.,"Malzemelerin yapı özellikleri", cilt II, İ.T.Ü. İnşaat Fakültesi Matbaası, İstanbul, 1993
- Kayalı, E.S.; Ensari, C. ve Dikeç, F., Metalik malzemelerin mekanik deneyleri,
 İ.T.Ü. Kimya Metalürji Fak.*Ofset Atölyesi*, İstanbul, 1990.
- 40. Güleç, Ş. ve Aran, A.,"Malzeme bilgisi", Cilt 1, Tübitak Marmara Bilimsel ve

Endüstriyel Araştırma Enstitüsü, Gebze, 1988.

- Dieter, G.E.; Mechanical Metallurgy, 2. Edition, Mc Graw Hill Book Comp. Inc., London, 1976.
- Notis, M., R., Brown, J., Cotell, C., M., Ells, C., E., Kalonji, G., LaBranche, M., H., Marcotte, V., C., Massalski, T.,B., Merchant, S., M., Morral, J., E., Parker, C., A., Prince, A., Smith, D., Zedalis, M., S., "Alloy Phase Diagram", ASM Handbook, Volume 3, 1992.
- 43. Skoog, D.A., Leary, J.J.,"Principles of Instrumental Analysis", 4th ed., Saunders College Publishing, Fort Worth, 1992.

ÖZGEÇMİŞ

Erçevik ÇELİK 1977 yılında Isparta'da doğdu. İlk ve orta öğrenimini Konya ve Burdur illerinde tamamladı. 1995'de kazandığı Süleyman Demirel Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünden 1999 yılında mezun oldu. 2003 yılında sınıf öğretmeni olarak başladığı öğretmenlik hayatına, 2007 yılında fizik branşına geçerek sırası ile Sarıkamış Lisesi, Avanos Anadolu Lisesi, Nevşehir Lisesinde çalıştı. 2016 yılında Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde, Yüksek Lisansa başladı. Halen Nevşehir Lisesinde fizik öğretmeni olarak görev yapmaktadır.

Adres:Nevşehir LisesiTelefon:0505 567 5606e-posta :ercevikhoca@gmail.com.

