

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Al-Ti ALAŞIMININ MİKROYAPISININ İNCELENMESİ

Köksal YILDIZ

Tez Yöneticisi:
Prof. Dr. Yusuf ATICI

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

ELAZIĞ, 2005

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

AI-Ti ALAŞIMININ MİKROYAPISININ İNCELENMESİ

Köksal YILDIZ

Yüksek Lisans Tezi
Fizik Anabilim Dalı

Bu tez, 10.08.2005 tarihinde aşağıda belirtilen jüri tarafından oybirliği / ~~oyçokluğu~~
ile başarılı / ~~başarısız~~ olarak değerlendirilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Yusuf ATICI

Üye: Yrd. Doç. Dr. Hulusi YAVUZ

Üye: Yrd. Doç. Dr. Kazım KEŞLİOĞLU

Üye:

Üye:

Bu tezin kabulü, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 19/08/2005 tarih ve
2005-2716 sayılı kararıyla onaylanmıştır.

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışması boyunca, bilgi ve tecrübelerinden faydalandığım danışman hocam Sayın Prof. Dr. Yusuf ATICI'ya teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca tez numunelerinin hazırlanmasında emeği geçen Erciyes Üniversitesi Fizik Bölümü öğretim elemanlarından Sayın Yrd. Doç. Dr. Kazım KEŞLİOĞLU'na ve diğer mesai arkadaşlarına, mikroyapı incelemelerinin gerçekleşmesinde yardımlarını esirgemeyen Kırıkkale Üniversitesi Elektron Mikroskop Laboratuvarı çalışanlarından Sayın Arş. Gör. Erdem YAŞAR'a ve Max Planck Enstitüsü (Almanya) Elektron Mikroskop Laboratuvarı çalışanlarına teşekkürlerimi sunarım.

Köksal YILDIZ



İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
İÇİNDEKİLER	I
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	IV
TABLolar LİSTESİ.....	XI
SİMGELER LİSTESİ.....	XII
KISALTMALAR LİSTESİ.....	XIV
ÖZET.....	XV
ABSTRACT	XVI
1.GİRİŞ	1
2. ELEKTRON MİKROSKOPİSİ.....	4
2.1. Difraksiyon Geometrisi.....	5
2.1.1. Bragg Difraksiyonu.....	5
2.1.2. Ters Örgü ve Ewald Küresi.....	7
2.2. Elektron Mikroskopi Çeşitleri.....	9
2.2.1. Geçirmeli Elektron Mikroskopisi (TEM)	9
2.2.2. Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM)	11
2.3. Elektron Difraksiyonu.....	13
2.3.1. Nokta Difraksiyon Desenleri	15
2.3.2. Kesikli Halka Şeklindeki Difraksiyon Desenleri	16
2.3.3. Halka Difraksiyon Desenleri.....	16
2.4. Elektron Difraksiyon Desenlerinin İndislenmesi	17
2.5. TEM’de Görüntü Teknikleri	19
2.6. Seçilmiş Alan Difraksiyonu (SAD)	21
3. MALZEME BİLİMİ VE ALAŞIM SİSTEMLERİ.....	23
3.1. Malzeme Bilimi.....	23
3.2. Alaşımların Yapısı ve Katı Çözeltiler	23
3.2.1. Yerine Geçme Katı Çözeltisi	25
3.2.2. Arayer Katı Çözeltisi	25

3.3. Alüminyum ve Alüminyum Esaslı Alaşımlar	26
4. KATILAŞMA MEKANİZMALARI	35
4.1. Metallerin Katılaşması	35
4.1.1. Sıvı Metallerde Kararlı Çekirdeklerin Oluşması	36
4.1.1.1. Homojen Çekirdeklenme	36
4.1.1.2. Heterojen Çekirdeklenme	39
4.2. Sıvı Metal İçinde Kristallerin Büyümesi ve Tane Yapısının Oluşması	41
4.2.1. Büyüme	41
4.2.1.1. Düzlemsel Büyüme	42
4.2.1.2. Dentritik Büyüme	42
4.2.2. Tane Yapısının Oluşumu	44
4.3. Alaşımlamanın Mekanik Özelliklere Etkisi ve Alaşımların Katılaşması	45
4.3.1. Alaşımlamanın Mekanik Özelliklere Etkisi	45
4.3.2. Alaşımların Katılaşması	46
5. DENEYSEL İŞLEMLER	50
5.1. Numune Dökümü	50
5.2. Elektron Mikroskop Numunelerinin Hazırlanması	56
5.2.1. TEM için Numune Hazırlama	56
5.2.2. SEM için Numune Hazırlama	58
6. BULGULAR	60
6.1. SEM Gözlemleri	61
6.1.1. B1 Numunesinin SEM Gözlemleri	61
6.1.2. B2, B3 ve B4 Numunelerinin SEM Gözlemleri	73
6.2. TEM Gözlemleri	81
6.2.1. B1 Numunesinin TEM Gözlemleri	81
6.2.2. B4 Numunesinin TEM Gözlemleri	89
6.3. B1 Numunesinin HREM Gözlemleri	95

	<u>Sayfa</u>
7. TARTIŞMA	99
8. SONUÇLAR	105
9. İLERİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER.....	106
KAYNAKLAR.....	107
ÖZGEÇMİŞ.....	113



ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 Bir kristale gelen elektron demetinin saçılması. [18].....	6
Şekil 2.2 Ewald küresi çizimi [18].....	8
Şekil 2.3. Numune üzerine gelen elektronların yoğunlaştırılması.....	10
Şekil 2.4. Numuneden gelen elektronların sınırlandırılması.....	11
Şekil 2.5. SEM'in basit bir diyagramı [16].....	12
Şekil 2.6. SEM ile gönderilen elektron demetinin numune üzerindeki dağılımı ve ortaya çıkan farklı etkileşmeler	12
Şekil 2.7 (a) Nokta difraksiyon deseninin oluşumunun şematik gösterimi, (b) tek yönelimli bir kristal numuneden alınan nokta difraksiyon deseni [16, 22].....	15
Şekil 2.8. (a) Kesikli halka şeklindeki difraksiyon deseninin oluşumunun şematik gösterimi, (b) çok yönelimli kristal ince numuneden alınan kesikli halka şeklindeki difraksiyon deseni. [16, 22].....	16
Şekil 2.9 (a) Halka difraksiyon deseninin oluşumunun şematik gösterimi, (b) çok yönelimli kristal ince numuneden alınan halka difraksiyon deseni. [16, 22].....	17
Şekil 2.10 Elektron mikroskopunda bir difraksiyon noktasının oluşumunun şematik gösterimi.....	18
Şekil 2.11. Doğrudan geçen elektron demetinin seçilmesi ile aydınlık-alan görüntüsünün oluşumu.....	19

Şekil 2.12. Difraksiyona uğrayan elektron demetinin seçilmesi ile karanlık-alan görüntüsünün oluşumu.....	20
Şekil 2.13.(a) Kuvvetli-ışın görüntüsü, (b) zayıf-ışın görüntüsü [25].....	20
Şekil 2.14 Difraksiyon deseninin objektif merceğin arka odak düzleminde oluşması [22].....	21
Şekil 3.1. Ti-Al sisteminin faz diyagramı [44].....	33
Şekil 3.2. Ti-Al sistemindeki Ti_3Al , $TiAl$ ve $TiAl_3$ faz modellerinin kristal yapıları.....	34
Şekil 4.1 Metallerde katılaşmanın ilerleyişinin şematik gösterimi.....	36
Şekil 4.2. Homojen çekirdeklenmede serbest enerjinin çekirdekçik yarıçapı ile değişimi [28]..	38
Şekil 4.3. Heterojen çekirdeklenmenin şematik olarak gösterimi [28].....	40
Şekil 4.4. Alt soğutulmamış sıvıda meydana gelen düzlemsel büyümenin ilerleyişi [7].....	42
Şekil 4.5. Alt soğutulmuş sıvıda meydana gelen dentritik büyümenin ilerleyişi [7].....	43
Şekil 4.6. Katılaşma sırasında soğuk döküm kalıbı içinde oluşan tane yapısının şematik gösterimi [7].....	44
Şekil 4.7. Katılaşan alaşım için soğuma eğrisi.....	46
Şekil 4.8. İkili peritektik faz diyagramı [28].....	47
Şekil 4.9. $Sıvı + \alpha \rightarrow \beta$ peritektik tepkimesinin ilerleyişinin şematik gösterimi [31].....	48

Şekil 4.10. Peritektik tepkime sırasında meydana gelen kuşatmanın şematik gösterimi.....	48
Şekil 5.1 Grafit eritme potası [28].....	50
Şekil 5.2 Vakumlu eritme fırınının şematik gösterimi [28].....	52
Şekil 5.3 Döküm fırınının şematik gösterimi [28].....	53
Şekil 5.4 Grafit kalıptan çıkarılmış numune [28].....	54
Şekil 5.5 Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırını [28].....	55
Şekil 5.6. (a) Silindirik numunenin koordinat eksen, (b) numunenin metal silindir üzerine reçine ile yapıştırılması.....	57
Şekil 5.7. İnceltile numunenin lam üzerine yerleştirilmesi ve üstten görünüşü.....	57
Şekil 6.1. B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların genel SEM görüntüsü.....	62
Şekil 6.2. B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların ve döküm şartlarına bağlı olarak oluşmuş olabileceği düşünülen yapısal bozuklukların (mikro boşluklar) SEM görüntüsü.....	62
Şekil 6.3. B1 numunesinde gözlenen mikro boşlukların görünümelerini detaylı olarak gösteren SEM görüntüsü.....	64
Şekil 6.4. Şekil 6.3'te 1 ile belirtilen bölgeden alınan EDX spektrumu.....	64
Şekil 6.5. B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların detaylı SEM görüntüsü.....	65

- Şekil 6.6.** B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların yüksek büyütme oranında alınan detaylı SEM görüntüsü.....65
- Şekil 6.7.** Şekil 6.6'daki (a) 1 nolu bölgeden, (b) 2 nolu bölgelerden alınan EDX spektrumları.....66
- Şekil 6.8.** Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıları gösteren SEM görüntüsü.....67
- Şekil 6.9.** Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların daha yüksek büyütme oranında alınan SEM görüntüsü.....68
- Şekil 6.10.** Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesindeki yapıların (a) kümelenmelerini, (b) dağılımlarını gösteren SEM görüntüleri.....69
- Şekil 6.11.** Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesinin yüzeyinde bulunan yapıların dağılımını gösteren SEM görüntüsü.....70
- Şekil 6.12.** Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların yüksek büyütme oranında detaylı görünümelerini gösteren SEM görüntüsü.....70
- Şekil 6.13.** Şekil 6.11'de Z4 olarak belirtilen bölgeden alınan EDX spektrumu.....71
- Şekil 6.14.** Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesinde anafaz içinde gözlenen sarmal yapıların yüksek büyütme oranında alınan SEM görüntüsü.....71
- Şekil 6.15.** Şekil 6.14'te (a) Z2 olarak belirtilen, (b) Z3 olarak belirtilen bölgelerden alınan EDX spektrumları.....72
- Şekil 6.16.** B2 numunesinin genel yüzey yapısını gösteren SEM görüntüleri.....74
- Şekil 6.17.** Şekil 6.16.b'de gösterilen numunenin yüzeyinin tamamından alınan EDX spektrumu.....75

- Şekil 6.18.** B2 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan ince yapıların SEM görüntüsü.....75
- Şekil 6.19.** B2 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan safsızlıkların yüksek büyütme oranlarında alınan detaylı SEM görüntüleri.....77
- Şekil 6.20.** Şekil 6.19.a'da (a) yüzeyin tamamından, (b) ince yapılardan (siyah), (c) anafazdan alınan EDX spektrumları.....78
- Şekil 6.21.** B3 numunesinin (a) genel, (b) yüksek büyütme oranında alınan SEM görüntüleri.....79
- Şekil 6.22.** B4 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan ince yapıları gösteren SEM görüntüsü.....80
- Şekil 6.23.** B1 numunesindeki büyüt boyutlu taneleri gösteren (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri, (c) uygun SAD deseni ve (d) desenin indislenmiş şematik gösterimi.....82
- Şekil 6.24.** B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan küçük boyutlu taneleri gösteren (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri ve (c) çok kristalli yapının kanıtı olan uygun SAD deseni.....83
- Şekil 6.25.** Şekil 6.24.a ve b'deki küçük boyutlu tanelerin yüksek büyütme oranındaki (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri ve (c) uygun SAD deseni.....84
- Şekil 6.26.** B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan küçük boyutlu tanelerden oluşan farklı bir bölgeyi gösteren (a) aydınlık-alan, (b) karanlık alan TEM görüntüleri, (c) çok kristalli yapının kanıtı olan uygun SAD deseni ve (d) 1 ile belirtilen bölgeden alınan SAD deseni.....86
- Şekil 6.27.** B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan küçük boyutlu yapıları gösteren (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri.....87

- Şekil 6.28.** B1 numunesinde çift faz bulunan bölgeden alınan (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri ve (c) çift fazlı yapının kanıtı olan uygun SAD deseni.....88
- Şekil 6.29.** B4 numunesinde büyük tanelerden oluşan bölgeyi ve kusur izlerini gösteren aydınlık-alan TEM görüntüsü.....89
- Şekil 6.30.** Büyük taneli yapıda oluşan yoğun kusur ağlarını gösteren TEM görüntüsü.....90
- Şekil 6.31.** Büyük taneli yapıda oluşan yoğun kusur ağlarının daha net izlenebildiği TEM görüntüsü.....91
- Şekil 6.32.** Şekil 6.32’de gösterilen bölgeden alınan SAD deseni.....91
- Şekil 6.33.** Büyük taneli yapıda kusur yoğunluğunun çok fazla olduğu bölgeleri gösteren TEM görüntüsü.....92
- Şekil 6.34.** Şekil 6.34’teki kusurların detaylı görüntülerini sunan (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri.....92
- Şekil 6.35.** B4 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan taneleri gösteren TEM görüntüsü....93
- Şekil 6.36.** Şekil 6.35’de gösterilen bölgeden alınan SAD deseni.....93
- Şekil 6.37.** Şekil 6.35’de (a) 1 nolu, (b) 2 nolu, (c) 3 nolu, ve (d) 4 nolu bölgelerden alınan SAD desenleri.....94
- Şekil 6.38.** B1 numunesinden alınan HREM görüntüsü.....96
- Şekil 6.39.** Şekil 6.38’de (a) 1 nolu, (b) 2 nolu ve (c) 3 nolu bölgelerden yüksek büyütme oranında alınan HREM görüntüleri.....97

Şekil 6.40. Şekil 6.38’de (a) 4 nolu, (b) 5 nolu bölgelerden yüksek büyütme oranında alınan HREM görüntüleri.....	98
Şekil 7.1. Al-Ti alaşımasının doğrusal katılaşmasının şematik gösterimi.....	100
Şekil 7.2. Al-Ti alaşımasının alüminyumca zengin olan kenarı [46].....	101



TABLÖLAR LİSTESİ

Sayfa

Tablo 3.1. Alüminyum ve alaşımlarında dayanım artırma mekanizmalarının etkisi [7].....28



SİMGELER LİSTESİ

λ	: Dalga boyu
d	: Düzlemler arası mesafe
fcc	: Yüz merkezli kübik yapı
hkl	: Miller indisleri
a	: Örgü parametresi
n	: Difraksiyon derecesi
θ	: Difraksiyon açısı
V	: Elektriksel potansiyel
$\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$	: Örgü vektörleri
$\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*$	: Ters örgü vektörleri
$\mathbf{g}$	: Difraksiyon vektörü
α	: Saçılma açısı
eV	: Potansiyel enerji
h	: Planck sabiti
P	: Momentum
E	: Kinetik enerji
m	: Hıza bağlı olarak değişen kütle
m_0	: Durgun kütle
v	: Hız
c	: Işık hızı
R	: Difraksiyon noktasının veya halkasının orijine olan uzaklığı
L	: Kamera boyu
λL	: Kamera sabiti
D	: Odaklama hatası
$D\beta$	: Hata seçimi derecesi
C_s	: Küresel sapma katsayısı
M	: Büyütme oranı
ρ	: Özkütle
ΔG	: Serbest enerji
ΔG_v	: Hacim serbest enerjisi
σ_{ks}	: Katı-sıvı arayüzey enerjisi
A_{ks}	: Katı-sıvı arayüzey alanı
L	: Erime gizli ısı

ΔT	: Alt soğuma miktarı
T_E	: Erime sıcaklığı
T_c	: Kritik düzenlenme sıcaklığı
T_m	: Denge katılma sıcaklığı
r	: Yarıçap
r^*	: Kritik yarıçap
ΔG^*	: Kritik yarıçapa karşılık gelen serbest enerji
σ_{ka}	: Katı ile alt yüzey arasındaki arayüzey enerjisi
σ_{sa}	: Sıvı ile alt yüzey arasındaki arayüzey enerjisi
θ	: Temas (ıslatma) açısı
DO_{19}	: Strukturbericht sembol (hegzagonal Ni_3Sn yapı)
DO_{22}	: Strukturbericht sembol (tetragonal $TiAl_3$ yapı)
$L1_0$	: Strukturbericht sembol (tetragonal $CuAu$ yapı)
$L1_2$	: Strukturbericht sembol (fcc Cu_3Au yapı)

KISALTMALAR LİSTESİ

TEM	:Geçirmeli Elektron Mikroskopisi / Mikroskobu (Transmission Electron Microscopy / Microscope)
SEM	:Taramalı Elektron Mikroskopisi / Mikroskobu (Scanning Electron Microscopy / Microscope)
SAD	:Seçilmiş Alan Difraksiyonu (Selected Area Diffraction)
EDX	:Enerji-Ayrım X -Işını Spektrometresi (Energy Dispersive X -Ray Analysis)
CBED	:Birbirine Yaklaşan Işınlarmın Elektron Difraksiyonu (Convergent Beam Electron Diffraction)
HREM	:Yüksek Ayırma Güçlü Elektron Mikroskopisi / Mikroskobu (High Resolution Electron Microscopy / Microscope)
EPMA	:Elektron-Prob Mikro Analizörü (Electron Probe Microanalysis)
STEM	:Taramalı-Geçirmeli Elektron Mikroskobu (Scanning Transmission Electron Microscope)
HVEM	:Yüksek Voltaj Elektron Mikroskobu (High Voltage Electron Microscope)
IVEM	:Orta Seviye Voltaj Elektron Mikroskobu (Intermediate Voltage Electron Microscope)
SE	:İkincil Elektronlar (Secondary Electrons)
BSE	:Geri Saçılan Elektronlar (Back Scattering Electrons)
CRT	:Katot Işınları Tüpü
NC	:Nanokristal
RSP	:Hızlı Katılaştırma İşlemi (Rapidly Solidification Process)
MSP	:Melt Spinning Process
MA	:Mekaniksel Alaşımlama
RBM	:Reactive Ball Milling
PAS	:Plasma Activation Sintering
HIP	:Hot Isostatic Pressing
EDC	:Electro-Discharging Compaction
B1	:Al-%2 Ti Alaşımı
B2	:Al-%1 Ti (165 $\mu\text{m/s}$) Alaşımı
B3	:Al-%1 Ti (16 $\mu\text{m/s}$) Alaşımı
B4	:Al-%1 Ti (8 $\mu\text{m/s}$) Alaşımı

ÖZET

Yüksel Lisans Tezi

Al-Ti ALAŞIMININ MİKROYAPISININ İNCELENMESİ

Köksal YILDIZ

Fırat Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

2005, Sayfa : 129

Bu tezde, vakumlu eritme fırınında 800 °C’de eritilen ve daha sonra döküm ve Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırınlarında büyütülen Al-Ti (ağırlıkça %1, 2) alaşımlarının mikroyapıları elektron mikroskopi teknikleri ile incelendi. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri ve enerji-ayırım x-ışını (EDX) spektrumları, Al-%2 Ti alaşımının faz yapısının Al anafazı ve farklı boyut ile farklı yapılara sahip metaller arası TiAl bileşiğinden, 165 $\mu\text{m/s}$ ’lik katılma hızında büyütülen Al-%1 Ti alaşımının Al anafazı ve C, Ni, Fe ve Si safsızlıklarından, 16 $\mu\text{m/s}$ ve 8 $\mu\text{m/s}$ ’lik katılma hızlarında büyütülen Al-%1 Ti alaşımlarının ise Al anafazı ve C safsızlıklarından oluştuğunu gösterdi. Alaşım numunelerinin farklı bölgelerinden alınan aydınlık-alan ve karanlık-alan geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) görüntüleri ve seçilmiş alan difraksiyonu (SAD) desenlerinden, Al-%2 Ti alaşımının mikroyapısının farklı boyut ve farklı yönelim ilişkilerine sahip tanelerden, Al-%1 Ti alaşımının mikroyapısının ise aralarında yönelim ilişkisi bulunan büyük boyutlu tanelerden oluştuğu belirlendi. Yüksek ayırma güçlü elektron mikroskobu (HREM) görüntülerinden Al-%2 Ti alaşımının örgü uzayı incelendi ve $d_{hkl} \approx 0,141$ nm olarak bulundu. Katılma şartlarının ve Ti içeriğinin alaşımların son mikroyapıları ve faz bileşenleri üzerinde etkili olduğu görüldü.

Anahtar Kelimeler : Al-Ti Alaşımı, Mikroyapı, TiAl, Elektron mikroskopisi.

ABSTRACT

MSc Thesis

INVESTIGATION OF THE MICROSTRUCTURE OF Al-Ti ALLOY

Köksal YILDIZ

Fırat University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

2005, Page : 129

In this thesis, the microstructures of Al-Ti (1, 2 wt.%) alloys have been investigated by electron microscopy. These alloys were melted in a vacuum furnace at 800 °C. Al-Ti (1 %) alloys were grown by Modified Bridgman Technique at speeds of 165, 16 and 8 $\mu\text{m/s}$ and Al-Ti (2 %) in a casting furnace. Scanning electron microscope (SEM) observations and energy-dispersive x-ray analyses (EDX) showed that the phase structure of Al-Ti (1 %) alloy at 165 $\mu\text{m/s}$ is composed of Al matrix and C, Ni, Fe and Si particles and Al-Ti (1 %) alloys at 16 and 8 $\mu\text{m/s}$ have only the Al matrix and C particles. It was also found that the Al-Ti (2 %) form the Al matrix and intermetallic TiAl with different sizes and morphologies. The microstructures of Al-Ti (1, 2 %) alloys have been examined, using bright-field and dark-field transmission electron microscope (TEM) images and selected area diffraction (SAD) patterns. It has been observed that the Al-Ti (1 %) at 8 $\mu\text{m/s}$ had regular big grains and Al-Ti (2 %) small grains with different sizes and orientations. The Al-Ti (2 %) sample has also been investigated by high resolution electron microscope (HREM). The lattice space of the sample has been calculated as $d_{hkl} \approx 0.141$ nm. It has been seen that the solidification conditions and contents of Ti are very effective on the phase components and microstructures.

Keywords : Al-Ti Alloy, Microstructure, TiAl, Electron microscopy.

1. GİRİŞ

Metallerin varlığının farkına varılması ve ısı işlem gibi çeşitli işlemlerle bir takım ürünlerin elde edilmesi çok uzun yıllar öncesine dayanmaktadır. Malzeme biliminde meydana gelen teorik ve pratik ilerlemeler ise 17. yüzyılda başlamıştır ve malzeme biliminin 18. yüzyılda Fransız Kimyager Re'aumur ile başladığı kabul edilir [1]. Malzeme bilimi, birinci derecede malzemelerin iç yapıları, çeşitli özellikleri (mekanik, fiziksel ve kimyasal) ve işlenebilirlikleri hakkında temel bilgileri araştırır. Genel olarak malzeme terimi, kendilerinden bir şeyler oluşturulan veya yapılan maddelere verilen genel bir addır ve uygarlığın başlangıcından beri malzemeler enerji ile birlikte insanlığın yaşama standartlarını yükseltmek için kullanılmıştır. Teknolojik ilerlemeler malzeme alanındaki gelişmelere bağlı olarak gerçekleşmiştir. Tüm mühendislik ürünlerinde malzemelerden yararlanılmaktadır.

Malzemelerin sahip oldukları özellikler büyük ölçüde iç yapıya bağlıdır. Uygulanan herhangi bir işlem sonucu özelliklerde meydana gelebilecek olan değişimlerin nedeni ancak iç yapı göz önüne alınarak açıklanabilir. İç yapılar atomlar arası bağ kuvvetlerinin etkisinde atomların üç boyutlu uzayda periyodik veya periyodik olmayan dizilimleri sonucu oluşmaktadır. Atomlar arası bağ kuvvetlerinin oluşmasında ana etken elektronların varlığıdır. Özellikle en dış yörüngede bulunan değerlik (valans) elektronları malzemelerin mekanik, fiziksel ve kimyasal özelliklerini etkilemektedir [2].

Günümüzde teknolojik ilerlemelere paralel olarak farklı malzeme grupları üretilmektedir. Sıkça kullanılan malzemeler metalik, polimer, seramik, kompozit (karma) ve elektronik malzemeler olarak beş ana gruba ayrılabilir. Herhangi bir alanda kullanılacak olan, örneğin metalik bir malzeme duyulan ihtiyaca göre saf bir elementten veya birden fazla elementin birleşiminden oluşabilir. Bu alanda oluşturulan en az biri metal olmak üzere iki veya daha fazla elementten oluşan ve metal özelliği gösteren yapılara alaşım denilmektedir. Alaşımlar, homojen (uniform) ve homojen olmayan (fazlar karışımı) alaşımlar olmak üzere iki sınıfa ayrılır. Yalnız tek bir fazdan oluşan alaşımlara homojen, birden fazla fazın karışımından oluşan alaşımlara ise homojen olmayan alaşımlar denir.

Metal ve alaşımları genellikle demir ve demir dışı alaşımlar olmak üzere iki sınıfa ayrılır. Demir alaşımları, demir ile diğer elementlerin birleşiminden oluşurken, demir dışı alaşımlar ise Al, Cu, Ni, Mg, Mn, Zn, Sn ve Pb gibi elementlerin oluşturdukları birleşimlerden oluşmaktadır. Demir dışı alaşımların demir esaslı alaşımlara göre sahip oldukları bazı üstün özelliklerinden dolayı endüstri ve sanayide önemli kullanım alanları vardır. Bu üstün

özelliklerin bazıları hafiflik, aşınma direnci, yüksek ısı ve elektriksel iletkenlik ve işlenebilirlik olarak sıralanabilir.

Alüminyum ve alaşımları dünyada demir esaslı alaşımlardan sonra ikinci sırada en önemli metal malzeme grubunu oluşturmaktadır [3]. Sahip olduğu özelliklerin ve kullanım alanlarının başka metaller tarafından doldurulamaması alüminyum ve alaşımlarının önemini arttırmaktadır. Alüminyum elementinin sahip olduğu özellikler onu son derece faydalı bir mühendislik malzemesi yapmaktadır. Alüminyum ve alaşımlarının teknoloji ve sanayide yaygın olarak kullanılmasında etkili olan üç önemli faktör şu şekilde özetlenebilir:

Dayanım/özkütle oranının yüksek oluşu hafifleştirilmelerine öncelik verilen yapıların çoğu için alüminyumun uygun bir malzeme olmasını sağlar. Alüminyum dayanım artırma mekanizmalarına kolaylıkla tepki vermektedir ve alüminyum alaşımları saf alüminyumdan yaklaşık 30 kat daha dayanıklıdır. Diğer metallere nazaran iletkenlik/özkütle oranı alüminyumda oldukça yüksektir. Bakır elementi ile mukayese yapıldığında alüminyumda birim kütle başına düşen elektriksel iletkenlik daha yüksek olduğu için enerji iletim hatlarında alüminyum teller kullanılmaktadır. Alüminyumun diğer bir üstün özelliği de aşınma direncinin iyi olmasıdır. Bunun nedeni yüzeyde havanın etkisi ile oluşan çok ince bir oksit tabakasının yüzeyi tamamen kaplaması ve oluşan bu ince tabakanın daha sonraki metal-hava temasını kesmesidir [4].

Saf alüminyumun yumuşak ve dayanımının düşük olması onun kullanım alanlarını sınırlamaktadır. Bundan dolayı saf alüminyumun çeşitli özelliklerini istenilen doğrultularda iyileştirmek için alaşımlama yapılır. Mekanik özelliklerin iyileştirilmesinde kullanılacak olan alaşım elementlerinin onun yüksek uzama kabiliyeti (süneklik) ve aşınma dayanımı gibi faydalı özelliklerini kötü yönde etkilemeden düşük akma sınırını ve çekme dayanımını artırması beklenir. Ayrıca kullanılacak olan alaşım elementlerinin saf alüminyumun düşük erime sıcaklığını yükselterek, onun yüksek sıcaklık performansını ve ısı işlenebilirliğini artırması beklenir [5, 6].

Titanyum mükemmel aşınma direnci, yüksek dayanım/özkütle oranı ve iyi yüksek sıcaklık özellikleri sergileyen nispeten hafif bir elementtir [7]. Al-Ti alaşımları gelecekteki en önemli malzeme gruplarından biri olarak dikkate alınmaktadır. Çünkü, onlar dayanım oranı için hem yüksek uzama kabiliyeti hem de yüksek hafifliğin avantajları ile donatılmaktadırlar. Bu özelliklerin daha fazla gelişimi için tane inceltimi ve seramiklerle yapılan kompozitlerini kapsayan mikroyapısal gelişmeler bir çok araştırmacı tarafından incelenmektedir [8]. Ayrıca Al-Ti alaşımları; oksitlenme ve aşınma dirençlerinden, yüksek sıcaklık dayanımlarından ve düşük yoğunluklarından dolayı uzay ve otomotiv teknolojisi ve mühendislik uygulamaları için çekici olan aday malzemelerdir. Bu alaşım grubu için temel problem oda sıcaklığındaki düşük uzama

kabiliyetleridir. Oda sıcaklığındaki düşük uzama kabiliyeti onların yaygın kullanımını engellemektedir. Bu problemi ortadan kaldırmak için alaşımı katkılama, tane inceltimi ve ısı muamelesi gibi farklı işlemler uygulanmaktadır. Bu işlemler ile alaşımın faz bileşenlerinin oranı, yapısı ve dağılımı değiştirilebilir, kayma sistemlerinin sayısı artırılabilir ve alaşımın mikroyapısı değiştirilebilir [9, 10].

Günümüzde elektron mikroskoplarının üretilmesi ve geliştirilmesi ile malzemelerin mikroyapıları ve kimyasal bileşimleri hakkında daha ayrıntılı ve kesin bilgiler elde etmek mümkündür. Bunun için yapılması gereken işlem, problem için uygun mikroskobu seçerek gerekli inceleme yöntemlerini uygulamaktır. Maddelerin özelliklerinin anlaşılması için atomik boyutlardan daha küçük dalga boylarına ihtiyaç vardır. Bu amaç doğrultusunda geliştirilen TEM ile ince numunelerin iç yapıları hakkında detaylı bilgiler ve görüntüler elde edilirken, SEM ile de numunelerin yüzey ve yüzeye yakın bölgelerinden gerekli bilgiler ve görüntüler elde edilebilmektedir [11].

Bu çalışmanın amacı; Al-Ti (ağırlıkça % 1, 2) döküm alaşımlarının mikroyapılarını elektron mikroskopi teknikleri (SEM, TEM, EDX ve HREM) ile incelemektir.

2. ELEKTRON MİKROSKOPİSİ

Mikroskop, gözle görülemeyecek kadar küçük olan yapıların görüntülerini büyüterek o yapılar hakkında ayrıntılı bilgiler sunan optik alettir. Mikroskopi ise, mikroskoba takılan (detektör, analizör, sıcaklık uygulama sistemleri vb.) çeşitli aletlerle yapılan uygulamaları ve numune hazırlanmasını da içine alan bir tekniktir. Uzun yıllardır kullanılan ışık mikroskoplarında numuneler 400-700 nm dalga boylu fotonlar ile, elektron mikroskoplarında ise numuneler 0,001-0,01 nm dalga boylu elektronlar ile incelenmektedir. Elektronlar ile fotonların dalga boyu arasındaki bu belirgin fark ayırma gücü, büyütme oranı ve alan derinliği gibi numunelerin mikroyapılarının incelenmesinde ayrıntılı bilgilerin elde edilmesini etkileyen faktörler açısından elektron mikroskoplarını ışık mikroskoplarından daha avantajlı yapmaktadır [12, 13].

Günümüzde elektron mikroskopları ile malzemelerin mikroyapıları ve kimyasal bileşimleri hakkında ayrıntılı bilgiler elde etmek mümkündür. Bunun için yapılması gereken işlem, problem için uygun mikroskobu seçerek gerekli inceleme yöntemlerini uygulamaktır.

Maddelerin özelliklerinin anlaşılması için atomik boyutlardan daha küçük dalga boylarına ihtiyaç vardır. Bu amaçla TEM ve SEM geliştirilmiştir. TEM ince numunelerin iç yapıları hakkında bilgi elde etmekte kullanılırken, SEM ise numunelerin yüzey ve yüzeye yakın bölgelerinin incelenmesinde kullanılmaktadır [11].

Louis De Broglie'nin 1925 yılında dalga-tanecik ikilemini belirtmesinden sonra 1932 yılında Knoll ve Ruska pratik olarak elektron mercekleme fikrini geliştirdiler. Böylece elektron difraksiyonu ve görüntülerinin elektron mikroskopi araştırmalarında kullanılabileceği düşünüldü. Bu olaydan dört yıl sonra ticari şirketler tarafından elektron mikroskopları üretildi. İlk ticari TEM, Vickers EM1'dir. Bu cihaz 1936 yılında İngiltere'de üretilmiştir. Daha sonra 1936 yılında Almanya'da Siemens ve Halske firmaları tarafından yapılan mikroskop ile daha verimli sonuçlar alınmaya başlandı. İkinci dünya savaşı sonrasında ise Hitachi, JEOL, Philips ve RCA gibi bazı şirketler tarafından elektron mikroskopları üretilmeye başlandı [14].

Genel olarak bir elektron mikroskobunda elektron kaynağı, mercekleme ve çeşitli detektörler bulunur. Bunlara farklı elamanların eklenmesi ile farklı elektron mikroskopları geliştirilmiştir. Örneğin; TEM için görüntü ekranı, elektron demet ayarlayıcıları ve farklı görüntü mercekleme gerekirken, SEM için tarama bobini ve bir elektron detektörüne ihtiyaç duyulur. Bu iki temel düzenek esas alınarak diğer elektron mikroskopları geliştirilmiştir. Örneğin, kimyasal analiz işlemleri için SEM'e bir x-ışını detektörü eklenmesi ile oluşturulan

elektron-prob mikro analizörü (EPMA), TEM’de bir detektörün numunenin altına konulması sonucu taramalı-geçirmeli elektron mikroskobu (STEM) elde edilir.

Elektron optiği ve ışık optiği bir çok yönden birbirine benzerdir. Işık optiği için kullanılan bütün terminoloji ve ışık diyagramları elektron mikroskopların çalışmasını açıklamak için de kullanılabilir.

İnce bir numuneden geçen elektron demeti üç bileşen içerir. Bunlar; esnek olarak saçılan elektronlar, esnek olmayan saçılmaya uğrayan elektronlar ve numune ile etkileşmeden geçen elektronlardır. Elektronların numune ile etkileşimleri sonucu oluşan saçılma özelliklerinden faydalanılarak malzemelerin mikroyapıları hakkında ayrıntılı bilgiler elde etmek mümkündür.

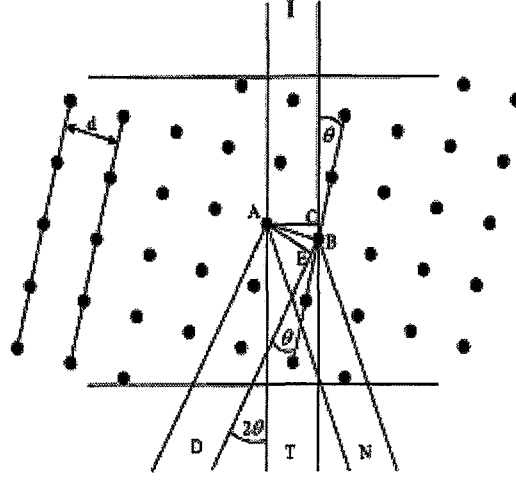
Esnek saçılma elektronların numune atomlarının çekirdekleri ile etkileşimi sonucu, esnek olmayan saçılma ise elektronların numune atomlarının elektronları ile etkileşimi sonucu gerçekleşir. Elektronların esnek saçılmaları sonucu elektron difraksiyonu oluşur. Bir numunenin elektron mikroskobundaki görüntüsünün elektron difraksiyonu sonucu oluştuğu düşünüldüğü zaman elektron difraksiyonun malzemelerin mikroyapılarının incelenmesinde ne kadar önemli olduğu açıkça görülebilir. Elektronların numune içerisinde esnek olmayan saçılmaları sonucu Kikuchi çizgileri oluşur [15, 16].

Elektron mikroskoplarında kullanılan mercekler ışık mikroskoplarında kullanılan mercekler ile aynı görevi üstlenir. Farklı olarak elektron mikroskoplarında kullanılan mercekler elektromanyetik merceklerdir. Merceklerde oluşturulan farklı elektromanyetik alanlar ile elektronların izlediği yollar çalışma tekniğine göre değiştirilebilir. Mercekler yüksek büyütme ve ayırma gücünün oluşumunu sağlar. Elektron mikroskoplarındaki mercekler yoğunlaştırma ve görüntü oluşturma sistemlerinden oluşur [15, 17].

2.1. Difraksiyon Geometrisi

2.1.1. Bragg Difraksiyonu

Kübik bir örgüye sahip gerçek bir kristal ile bir elektron etkileşmesini ele alırsak, bu kristal numenin çok ince bir kesit alanı Şekil 2.1’de gösterilmektedir. Eğer numune üzerine Şekil 2.1’de gösterildiği gibi bir elektron demeti gelirse, A ve B noktalarındaki atomlar tarafından esnek olarak saçılacaktır. Elektron demeti bir dalga olarak düşünülebilir ve x -ışınlarının difraksiyonunda kullanılan benzer geometriyi burada da kullanabiliriz.



Şekil 2.1 Bir kristale gelen elektron demetinin saçılması. Gelen I şiddetindeki demet numunenin diğer tarafından sapmadan T olarak veya d aralıklı atom düzlemleri tarafından saçılmaya uğrayarak çıkar [18].

Gelen demet içerisindeki elektron dalgaları aynı fazdadır ve aynı fazda olan dalgalar birbirini kuvvetlendirerek güçlü bir elektron demetine yol açacaktır. D’de saçılan dalgalar, eğer saçılan iki dalga için I’dan D’ye yol uzunluğu aynı ise veya yol uzunluğu dalga boyunun bir tam katı kadar farklılık gösterirse aynı fazda olacaktır. Bu durumda $CB+BE=n\lambda$ olur. Burada n bir tamsayı, λ ise gelen elektron demetinin dalga boyudur. Şekil 2.1’deki ABC ve ABE üçgenlerinden $BE=CB=d\sin\theta$ ve dolayısıyla kuvvetlendirme şartı için;

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.1)$$

olduğu görülebilir. Bu ifade Bragg Kanunu olarak bilinir ve elektron difraksiyonu için uygulandığı kadar yaygınlıkla x-ışınlarının difraksiyonunda da uygulanır.

Denklem 2.1’de d, kristalin atom düzlemleri arasındaki mesafedir. Kübik bir örgüde (*hkl*) tipi düzlemler arasındaki mesafe,

$$d = \frac{a}{[h^2 + k^2 + l^2]^{1/2}} \quad (2.2)$$

ile verilir. Burada *hkl* düzlemleri tanımlayan Miller indisleri, a ise kübik örgünün örgü parametresidir. n tamsayısı difraksiyon derecesidir ve belli bir düzlem için n=1,2,3... olduğu zaman difraksiyon meydana gelir ve genellikle elektron difraksiyonunda birinci derece difraksiyonu yani n=1 olarak düşünmek yaygındır.

Daha yüksek dereceli difraksiyonları bulmak için bu dereceyi Miller indisleriyle çarpabiliriz. Dolayısıyla bir (131) düzleminden ikinci derece difraksiyonu bir (262) düzleminden birinci derece difraksiyon olarak düşünebiliriz. Bu durumda denklem 2.1,

$$2d\sin\theta=\lambda \quad (2.3)$$

şeklinde yazılabilir. Bragg açısı olan θ açısını düşünürsek, elektron mikroskopunda kullanılan elektronların dalga boylarının çok kısa olmasından dolayı 2.3 ifadesini daha da basitleştirebiliriz. Eğer denklem 2.3’de λ ve d ’nin tipik değerlerini kullanırsak örneğin; 100 kV’luk elektronlar için $\lambda=0,0037$ nm ve $d=0,4$ nm alınırsa $\sin\theta \cong 0,046$ ve $\theta \cong 0,26^\circ$ bulunur. Elektron difraksiyonu için tipik bir değer olan böyle küçük bir açı için $\sin\theta \cong \theta$ yazılabilir. Dolayısıyla 2.3 ifadesi aşağıdaki gibi yazılabilir.

$$2d\theta=\lambda \quad (2.4)$$

θ çok küçük olduğu için Şekil 2.1’deki açıların oldukça abartılı çizildiği açıkça görülebilir. Pratikte bir elektron demeti sadece elektron demetine hemen hemen paralel olan atom düzlemlerinden güçlü yansımalarla uğrar. θ ’nın çok küçük oluşu bu sonucu doğrulamaktadır. Bu faktör elektron difraksiyon modelinin geometrisini θ açısının çok büyük olduğu x-ışını difraksiyon modelinin geometrisinden çok daha kolay yapar [15].

2.1.2. Ters Örgü ve Ewald Küresi

Difraksiyon desenlerinin kolayca çözümlerini sağlayabilmek için ters örgü kavramından faydalanılır. Kristal örgüsü **a**, **b** ve **c** vektörleriyle tarif edilmiş bir birim hücreye sahip olsun. Bu durumda bu örgüye karşı gelen ters örgü vektörleri **a***, **b*** ve **c*** olursa,

$$\mathbf{a}^* = \frac{2\pi}{V}(\mathbf{b} \times \mathbf{c}) \quad \mathbf{b}^* = \frac{2\pi}{V}(\mathbf{c} \times \mathbf{a}) \quad \mathbf{c}^* = \frac{2\pi}{V}(\mathbf{a} \times \mathbf{b}) \quad (2.5)$$

şeklinde tanımlanır. Burada V kristal birim hücresinin hacmidir ve 2π çarpanları kristolografide kullanılmaz fakat katıhal fiziğinde kullanışlı olur. Gerçek uzaydaki **a**, **b**, **c** örgü vektörleri ile ters uzaydaki **a***, **b***, **c*** vektörleri arasındaki ilişki aşağıdaki denklemlere bakılarak daha iyi anlaşılabilir:

$$\mathbf{a}^* \cdot \mathbf{b} = \mathbf{a}^* \cdot \mathbf{c} = \mathbf{b}^* \cdot \mathbf{a} = \mathbf{b}^* \cdot \mathbf{c} = \mathbf{c}^* \cdot \mathbf{a} = \mathbf{c}^* \cdot \mathbf{b} = 0 \quad (2.6)$$

noktasının orijinden (O) olan uzaklığı $1/d$ olup, bu da ters örgü vektörü g olmak zorundadır. Şekil 2.2’de $2\theta=1^\circ-2^\circ$ olduğundan,

$$2\theta = \frac{g}{1/\lambda} = \frac{1/d}{1/\lambda} \quad (2.8)$$

yazılır ve buradan denklem 2.4 ifadesi elde edilir. Bu bağıntı Bragg Kanunu’nu ifade ettiğinden P noktasının bir difraksiyon noktası olduğu kanıtlanmış olur. Dolayısıyla difraksiyon şartını "Ewald küresi, bir ters örgü noktasına dokunduğu zaman difraksiyon meydana gelir" şeklinde yeniden düzenleyebiliriz [16].

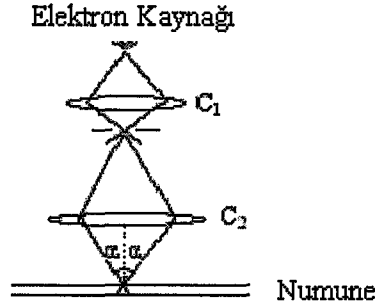
2.2. Elektron Mikroskopi Çeşitleri

2.2.1. Geçirmeli Elektron Mikroskopisi (TEM)

Geçirmeli elektron mikroskobu, elektronların geçebileceği kadar ince olan numunelerden bilgi elde edebilmek için kullanılan aletin adıdır. Geçirmeli elektron mikroskopisi ise geçirmeli elektron mikroskobu ile yapılan inceleme, araştırma ve çalışmaların tümüne denir. TEM ile elektron geçişi için yeterince ince olan numunelerden; geçen elektronlar ile numunenin görüntüsü veya difraksiyon deseni oluşturularak mikroyapısı incelenebilir.

Genel olarak bir geçirmeli elektron mikroskobunda elektron kaynağı, mercekler ve elektron demet ayarlayıcıları bulunur. Elektron kaynağından yüksek gerilimlerde görüntü oluşumunu sağlayacak elektronlar elde edilir ve elektron kaynağı olarak çoğunlukla tungsten tel flaman, LaB_6 kristali ve alan etkili yayılma kaynakları kullanılır. Elektron mikroskoplarında kullanılan mercekler ışık mikroskoplarında kullanılan mercekler ile aynı görevi üstlenir. Farklı olarak elektron mikroskoplarında kullanılan mercekler elektromanyetik merceklerdir. Merceklerde oluşturulan farklı elektromanyetik alanlar ile elektronların izlediği yollar çalışma tekniğine göre değiştirilebilir. Mercekler yüksek büyütme ve ayırma gücünün oluşumunu sağlar. Elektron mikroskoplarındaki mercekler yoğunlaştırma ve görüntü oluşturma sistemlerinden oluşur [15, 17]. Yoğunlaştırıcı mercekler kaynaktan çıkan elektronların numune üzerine odaklanmasını sağlar. Bir veya iki tane yoğunlaştırıcı mercek kullanılabilir. Yoğunlaştırıcı mercekler ile numunenin ısısal olarak aşırı yüklenmesi önlenir ve elektronların numuneyi daha kolay geçmeleri sağlanır. Sadece incelenen alan elektronların etkisi altında kalacağından numunenin diğer kısımlarının tahrip olması önlenir. Şekil 2.3’de elektron tabancası tarafından üretilen elektron demetinin yoğunlaştırıcı mercekler yardımı ile numune üzerine

odaklandırılması gösterilmektedir. C_1 ve C_2 mercekleri birbirinden bağımsız şekilde kontrol edilerek numunenin alanı sınırlandırılabilir.

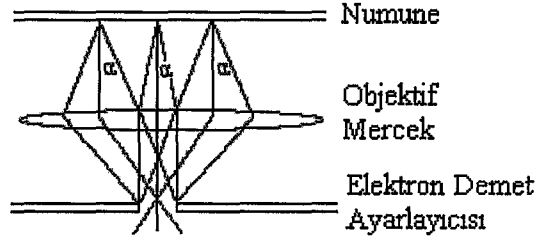


Şekil 2.3. Numune üzerine gelen elektronların yoğunlaştırılması.

Objektif mercekler görüntü kalitesine olan büyük katkılarından dolayı elektron mikroskoplarının en önemli parçalarından biri olarak kabul edilir. Elektron mikroskoplarında objektif mercekler iki yardımcı unsurun kontrolü ile kaliteli görüntü oluşumunu sağlayabilir. Birinci kontrol unsuru objektif demet ayarlama sistemidir. Objektif merceğin arka odak düzlemine yerleştirilen objektif demet ayarlayıcısı numuneden saçılan ve objektif mercek tarafından odaklanan elektron demetinin bir kısmını durdurarak görüntü ayrılığını (kontrastını) etkiler (Şekil 2.4). İkinci kontrol unsuru ise objektif merceklerin imalatından kaynaklanan kalıcı kusurların (astigmatizm) düzeltilmesini sağlayan elektromanyetik kontrol mekanizmalarıdır.

Ara ve projektör mercekler objektif merceğin sağlamış olduğu görüntüyü daha fazla büyütme için tek veya birlikte kullanılır. Mikroskopta oluşan en son görüntü için büyütme tek tek merceklerin oluşturduğu büyültmelerin çarpımı şeklindedir. En son büyütme herhangi bir merceğin büyütme oranına bağlı olarak değişebilir. Pratik olarak en son görüntü için istenilen değişik büyültmeler ara mercekten geçen akım şiddetinin değiştirilmesi ile sağlanır.

İnce bir numuneden geçen elektron demeti üç bileşen içerir. Bunlar; esnek olarak saçılan elektronlar, esnek olmayan saçılmaya uğrayan elektronlar ve numune ile etkileşmeden geçen elektronlardır. Elektronların numune ile etkileşimleri sonucu oluşan saçılma özelliklerinden faydalanılarak malzemelerin mikroyapıları hakkında ayrıntılı bilgi elde etmek mümkündür. Numuneden saçılan elektronların bir kısmının enerjisinin yayılması sonucu açısız değişme meydana gelir. Açısız değişmeye uğrayan elektronların durdurulması için objektif merceğin arka odak noktasına Şekil 2.4'deki gibi bir elektron demet ayarlayıcısı yerleştirilir. Böylece α açısından büyük açılarda gelen elektronların görüntü oluşumuna olan katkısı önlenir.



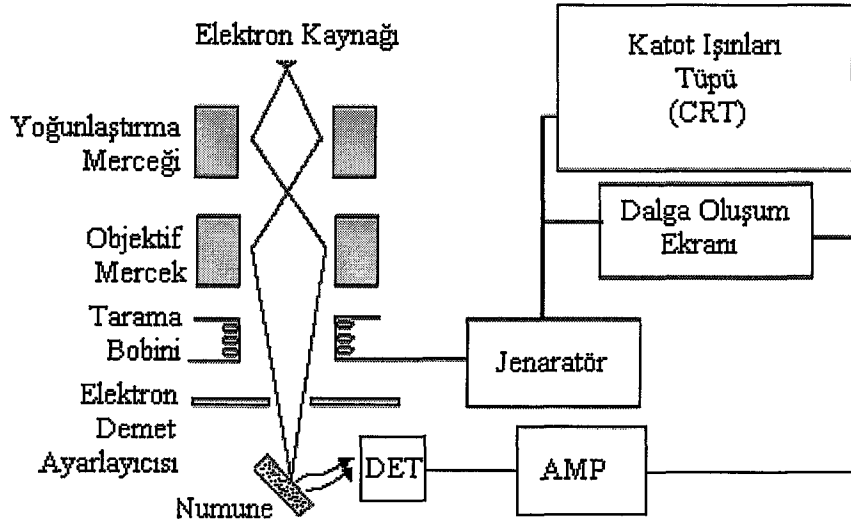
Şekil 2.4. Numuneden gelen elektronların sınırlandırılması.

Elektronların numuneden geçebilmesi için gerekli olan enerji, numunenin kalınlığına ve atom numarasına göre değişir. Amaca uygun olarak farklı TEM'ler geliştirilmiştir. Kalın numunelerin mikroskopik yapılarının incelenebilmesi için, elektronların enerjilerinin bu numunelerden geçebilecek yeterlikte olması gerekir. Bu amaç doğrultusunda, voltajı yaklaşık 1-3 MV olan yüksek voltajlı mikroskoplar (HVEM) geliştirilmiştir. Elektronların dalga boyu, ivmelendirme voltajı ile ters orantılı değişmektedir. Yani, ivmelendirme voltajı arttıkça elektronların dalga boyu küçülmekte ve dolayısıyla da enerjileri de artmaktadır. Böylece elektronların numune içerisine nüfuz etmeleri kolaylaşır ve numunenin ince ayrıntıları belirlenebilir. Voltajın artması ile elektronların numuneyi tahrip etme ihtimali artacağından dolayı voltaj sınırlandırılmalıdır. Yüksek voltajlı elektron mikroskoplarının ayırma güçlerinin fazla olmasından dolayı çok fazla kompleks alaşımların, minerallerin ve seramiklerin incelenmesinde bu tür mikroskoplar kullanılır. Daha sonraları, çözümlemenin iyi olması amacıyla yüksek ayırma güçlü elektron mikroskopları (HREM's) ve 1980'lerde orta seviye voltajına sahip (300-400 kV) elektron mikroskopları (IVEM's) geliştirilmiştir [20].

2.2.2. Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM)

Taramalı elektron mikroskopunun çalışması, TEM ile benzerdir. Bu, her iki mikroskoptaki elektron tabancası, yoğunlaştırma mercekleri ve vakum sistemi gibi özelliklerin benzerlik göstereceğini göstermektedir. Fakat görüntülerin meydana getirilmesi ve büyütülmesi tamamen farklı yollarla olmaktadır. TEM ince numunelerin iç yapıları hakkında bilgi sağlarken, SEM büyük numunelerin yüzeye yakın kısımları veya yüzey yapıları hakkında bilgi edinmek amacı ile kullanılır. SEM ile elde edilen görüntüleri yorumlamak TEM ile elde edilen görüntüleri yorumlamaktan çok daha kolaydır.

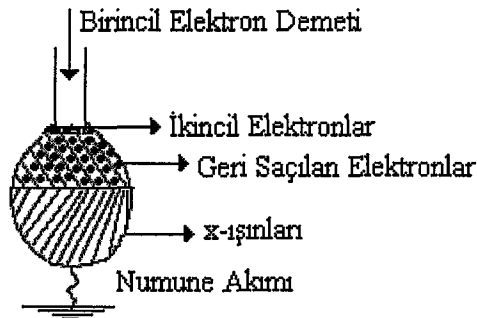
Şekil 2.5'te taramalı elektron mikroskopunun basit diyagramı gösterilmektedir. SEM'de kullanılan elektron tabancası genellikle termoiyonik emisyon tipi tungsten flamandır ve bu tip elektron tabancaları TEM'de kullanılan elektron tabancalarından genellikle daha düşük enerjili elektronlar (2-40 keV) üretir.



Şekil 2.5. SEM'in basit bir diyagramı [16].

Elektronlar, tarama bobinleri yardımıyla numuneyi tamamen tarar. Numuneden saçılan elektronlar detektör ile toplanarak sinyal elde edilir ve elektronik devreler yardımıyla görüntü elde edilir.

SEM'de numune üzerine gelen elektron demeti ile numune arasında meydana gelen etkileşimler Şekil 2.6'da gösterilmektedir. SEM'de gerilim altında ivmelendirilen elektron demeti numune üzerinde bir noktaya odaklanır. Numune yüzeyine odaklanan demete birincil elektron demeti denir. Elektronların numune içerisine girdiği bölgeye ise 'etkileşim hacmi' denir. Bu bölgede esnek ve esnek olmayan saçılmalar olur. Esnek saçılmalar, elektronlar numuneden çıkıncaya kadar; esnek olmayan saçılmalar ise elektronların enerjileri bitinceye kadar veya numuneden çıkıncaya kadar gerçekleşir.



Şekil 2.6. SEM ile gönderilen elektron demetinin numune üzerindeki dağılımı ve ortaya çıkan farklı etkileşimler.

Numune yüzeyine çarpan elektronların bir kısmı enerji kaybına uğramadan geri saçılır. Elektronların numuneye çarpması sonucu numune yüzeyinde 10 nm derinlikte ikincil

elektronlar oluşur. İkincil elektronlar, numune üzerine gelen elektron demetinin yüzey atomlarını uyarıp elektron koparması sonucu ortaya çıkarlar. Bu elektronların enerjileri numune üzerine gelen elektronların enerjilerinden çok daha küçük olup yaklaşık 50 eV civarındadır. Gelen demetin diğer elektronları ise numune tarafından emilerek toprağa verilir. Bu şekilde oluşan akıma 'numune akımı' denir.

SEM'de numune üzerine gelen elektron demeti ile numunenin etkileşimi sırasında, numune içersinde oluşan x -ışınları dışarı yayılır. Ayrıca numune yüzeyinde Auger elektronları da yayılabilir.

Numuneden gelen elektronların detektör ile algılanması sonucu oluşan sinyal bir çoğaltıcı tarafından yükseltilerek katot ışınları tüpüne (CRT) gönderilir. CRT ekranında; numunenin fazla elektron yayınlayan bölgeleri aydınlık, diğer bölgeleri ise karanlık görünür.

Numuneden saçılan ikincil elektronlar sintilasyon sayıcıları ile toplanır. Bu elektronların sayısı, malzeme yüzeyinin atom numarasına ve yüzey yapısına bağlıdır. Geri saçılan elektronlar ise katihal detektörü ile toplanır. Geri saçılan elektron görüntüsünün aydınlığı incelenen numunenin atom numarasına bağlıdır.

Numuneden saçılan x -ışınları da yine katihal x -ışınları detektörü (silisyum-lityum kristali) ile algılanırlar. Algılanan sürekli ve karakteristik x -ışınları yardımı ile numune içerisinde bulunan farklı fazların analizi yapılabilir [16].

2.3. Elektron Difraksiyonu

Difraksiyon, esas itibariyle iki veya daha fazla dalga arasındaki faz bağıntılarından ileri gelir. İki dalga arasındaki yol farkı, sıfır veya dalga boyunun tam katı ise bu dalgalar aynı fazdadırlar. Aynı fazlı olmayan dalgalar bir araya geldiklerinde ise birbirlerini zayıflatarak yıkıcı girişim oluştururlar. Aynı fazda olanlar bir araya geldiklerinde ise yapıcı girişimi yani difraksiyon oluştururlar.

Difraksiyon modellerinin verdiği sonuçların kullanılmasıyla bir numunenin kristal sistemi ve örgü yapısı belirlenebilir ve ayrıca kusur görüntülerinin yorumlamalarına esas olan kristolografik bilgiler elde edilebilir. Bunlardan başka, kristaller arasındaki yönelim hatalarını ve alaşımlarda mertebenin derecesini tanımlamada kullanılır.

Elektronlar numune içerisinde hareket ettikleri sürece saçılmaya uğrarlar. Elektronların numune içerisinde saçılmaları iki türlü olmaktadır. Bunlar; esnek ve esnek olmayan saçılmadır. Esnek saçılma, elektronlarla numunenin atom çekirdeği arasındaki Coulomb etkileşmesi, esnek olmayan saçılma ise numune içerisinde hareket eden elektronlar ile numunenin kendi elektronları arasındaki Coulomb etkileşmesi sonucu oluşur.

Elektron difraksiyonu esnek saçılma sunucu meydana gelmektedir. Difraksiyon oluşturan elektronların sayısı çok olduğundan, difraksiyon olayı elektronların tek tek difraksiyonu yerine bir elektron demetinin difraksiyonu şeklinde tanımlanır. Elektron difraksiyonu, numunenin difraksiyon desenini verdiğinden numunenin mikroyapısının incelenmesinde esnek saçılmanın önemi büyüktür.

Numunede esnek olarak saçılan elektronların dalga boyu numunenin atom numarasına bağlı olarak değişmektedir. Örneğin; elektronların 100 kV enerji ile atom numarası 79 olan altın numune üzerine gönderilmesi sonucu esnek olarak saçıldıklarında dalga boyları 5 nm olmaktadır. Aynı olay atom numarası 6 olan karbon üzerinde gerçekleştirildiğinde ise esnek olarak saçılan elektronların dalga boyları 150 nm olmaktadır. Bunun nedeni, atom numarası büyük olan elementlerin elektronları daha güçlü bir şekilde saçılmaya uğratmasıdır [21].

Numune atom düzlemlerine gelen elektronların dalga boyu denklem 2.9'daki gibi verilir. Elektronların potansiyel enerjileri ile kinetik enerjileri birbirine eşitlenerek hız bulunur.

$$\lambda = \frac{h}{P} = \frac{h}{mv} \quad (2.9)$$

$$eV = \frac{1}{2} m_0 v^2 \Rightarrow v = \left[\frac{2eV}{m_0} \right]^{1/2} \quad (2.10)$$

Denklem 2.10'da bulunan hız ifadesinin denklem 2.9'da yerine yazılması sonucu elektronların ivmelenme voltajı ile dalga boyu arasındaki ilişki

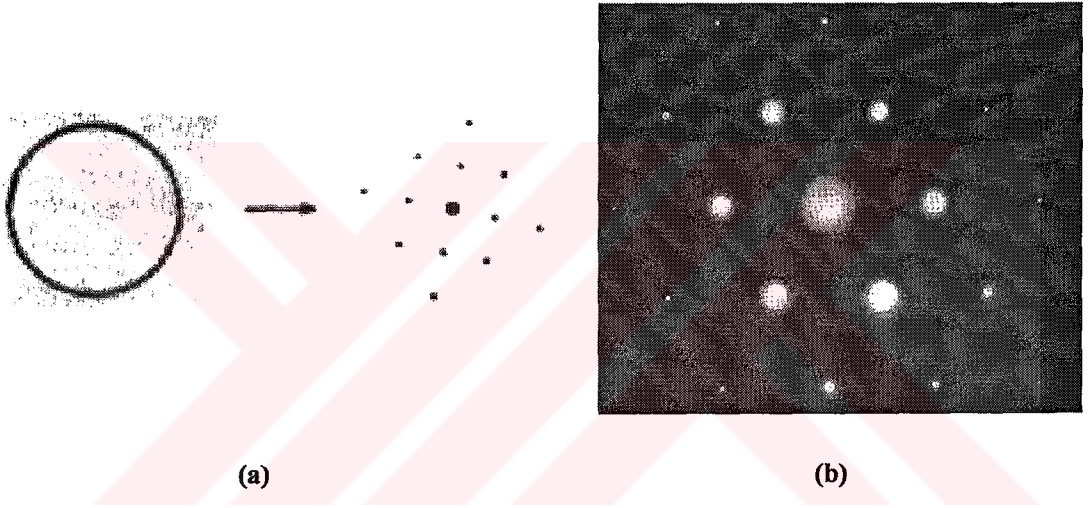
$$\lambda = \frac{h}{(2m_0 eV)^{1/2}} \quad (2.11)$$

olur. Denklem 2.11'de görüldüğü gibi voltajın artması ile dalga boyu küçülür. Yukarıdaki denklemlerde; λ elektronun dalga boyu, h Planck sabiti, P momentum, m elektronun hızına bağlı olarak değişen kütlesi ve m_0 elektronun durgun kütlesidir. Elektron mikroskobunda 100 kV enerjide elektronların hızı, ışık hızının yarısından büyük olduğu için relativistik ekler ihmal edilmez. Bu durumda elektronların dalga boyu denklem 2.12'deki gibi verilir.

$$\lambda = \frac{h}{\left[\frac{2m_0 eV(1 + eV)}{2m_0 c^2} \right]^{1/2}} \quad (2.12)$$

2.3.1 Nokta Difraksiyon Desenleri

Bu tür difraksiyon desenleri tek yönelimli veya tek faza sahip kristal malzemelerden elde edilir. Şekil 2.7’de görüldüğü gibi tek yönelimli bir kristal malzemenin difraksiyon deseni basit ve düzenli bir şekilde sıralanmış noktaların oluşturduğu bir desendir [16].



Şekil 2.7 (a) Nokta difraksiyon deseninin oluşumunun şematik gösterimi, (b) tek yönelimli bir kristal numuneden alınan nokta difraksiyon deseni [16, 22].

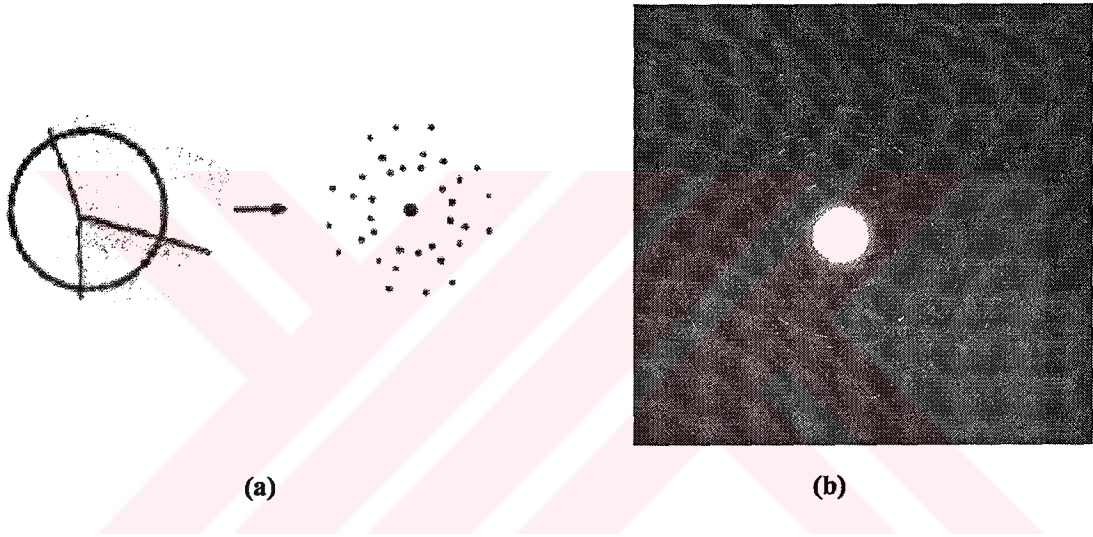
Nokta difraksiyon desenleri ile,

- Elektron demet yönünün belirlenmesi
- Çökelti parçacıklarının ve ikiz kristallerin belirlenmesi
- Çeşitli martensit fazların belirlenmesi
- Çeşitli fazlar arasındaki kristolojik yönelimlerin belirlenmesi

gibi birçok problem çözülebilir [15].

2.3.2. Kesikli Halka Şeklindeki Difraksiyon Desenleri

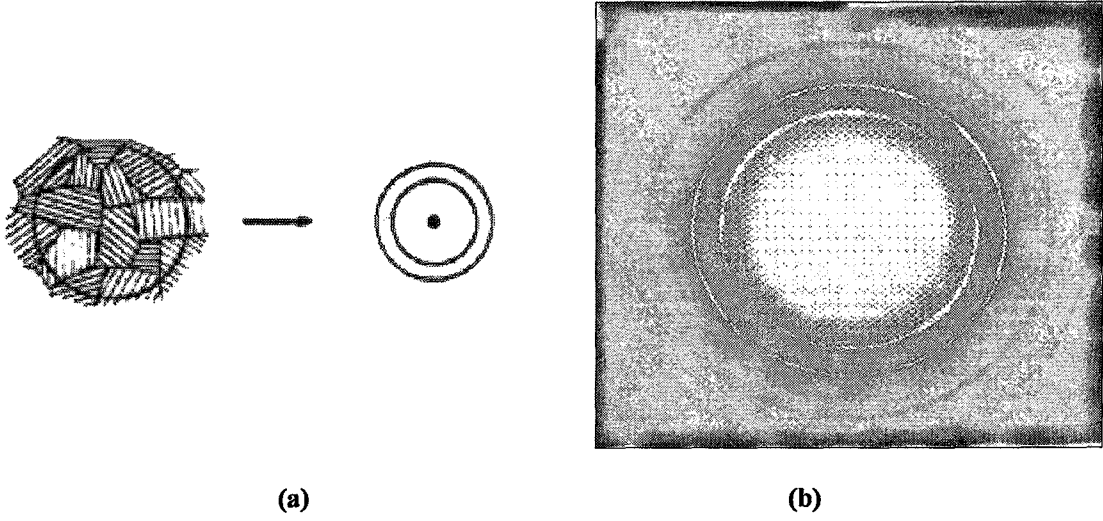
Kesikli halka şeklindeki difraksiyon desenleri, tercihli yönelime sahip taneler içeren kristallerden elde edilir. Şekil 2.8.a’da bu desenlerin oluşumu şematik olarak gösterilmektedir. Tercihli yönelme, çok yönelimli kristal malzemelerde bazı tanelerin belirli kristoloğrafik doğrultularda dizilmeleri olarak tanımlanır. Tercihli yönelme genellikle, haddeleme, tavlama ve döküm gibi işlemler sonucu bazı tanelerin belirli doğrultularda paralel olmaları sonucu meydana gelmektedir. Tercihli yönelme gösteren bir kristal malzemeden elde edilen difraksiyon deseninin bazı yerleri parlak, bazı yerleri ise az parlak olan dairesel halkalar şeklindedir [15, 16].



Şekil 2.8. (a) Kesikli halka şeklindeki difraksiyon deseninin oluşumunun şematik gösterimi, (b) çok yönelimli kristal ince numuneden alınan kesikli halka şeklindeki difraksiyon deseni. Tane boyutlarının büyük olmasından dolayı halkalar kesikli noktalardan oluşmuştur [16, 22].

2.3.3. Halka Difraksiyon Desenleri

Tercihli yönelme sergilemeyen çok yönelimli kristal malzemelerden halka şeklinde difraksiyon desenleri elde edilir (Şekil 2.9). Bu desenlerin sürekli veya kesikli daire şeklinde görünmeleri kristal tanelerinin büyüklüğüne ve sayısına bağlıdır. Difraksiyona katkıda bulunan taneler ne kadar küçük olursa olsun difraksiyon deseninin merkezi yayılmış durumdadır [16, 22].



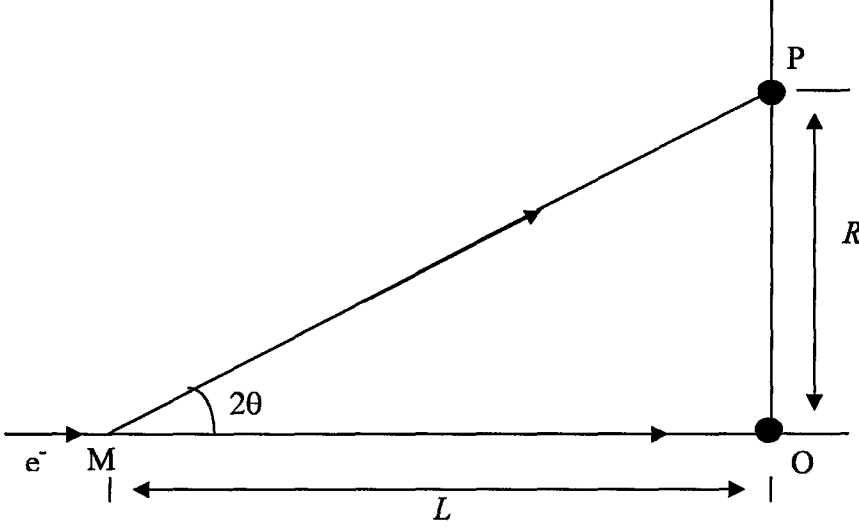
Şekil 2.9 (a) Halka difraksiyon deseninin oluşumunun şematik gösterimi, (b) çok yönelimli kristal ince numuneden alınan halka difraksiyon deseni. Tane boyutlarının fazla büyük olmaması sürekli bir halka deseni oluşturur [16, 22].

Halka şeklindeki difraksiyon desenlerinden, malzemelerin elementel analizlerinde faydalanılır. Bunun için uygulanan işlem x -ışınlarının toz difraksiyon metoduna benzerdir.

Halka difraksiyon deseninde oluşan her bir difraksiyon halkası, malzemenin atom düzlemlerinden birini temsil eder. Elde edilen bu desenin çözümü için nokta difraksiyon desenlerinin çözümünde de uygulanan 2.14 bağıntısından faydalanılır. Bu bağıntı ile halka difraksiyon desenlerinin temsil ettiği malzemenin atom düzlemlerinin d mesafesi kolayca belirlenir.

2.4. Elektron Difraksiyon Desenlerinin İndislenmesi

Elektron difraksiyon desenlerinin çözümünde çeşitli yöntemler uygulanır. Çözüm için gerekli ölçme işlemleri genellikle difraksiyon deseninin bulunduğu negatif film üzerinde yapılır. Nokta difraksiyon desenlerinin çözümü, difraksiyon deseni üzerindeki her bir noktanın kristalin hangi atom düzlemini temsil ettiğinin bulunması ve difraksiyon düzlemlerinin paralel olduğu bölge ekseninin belirlenmesi olarak kabul edilir. Şekil 2.10'da elektron mikroskobunda bir difraksiyon noktasının oluşumu gösterilmektedir.



Şekil 2.10. Elektron mikroskobunda bir difraksiyon noktasının oluşumunun şematik gösterimi.

Difraksiyon noktalarını Şekil 2.10 yardımı ile çözümleyebilmek için numune üzerine gelen elektron demetinin floresans ekrana ulaşmaya kadar aldığı mesafe L , difraksiyon açısı θ ve difraksiyon noktasının orijine olan uzaklığı R arasında bir ilişki kurulması gerekir. Şekil 2.10'daki MOP üçgeninde

$$\tan 2\theta = \frac{R}{L} \quad (2.13)$$

yazılabilir. θ açısı çok küçük olduğundan ve küçük açı yaklaşımı için denklem 2.4 kullanılarak yukarıdaki ifade yeniden düzenlenirse,

$$R.d = \lambda.L \quad (2.14)$$

ifadesi elde edilir. Bu ifadeden her bir difraksiyon noktasının temsil ettiği atom düzlemlerinin d mesafesi kolayca hesaplanabilir.

Nokta difraksiyon desenleri indislenirken kamera sabiti veya orantı yöntemi olmak üzere iki farklı yöntem kullanılır.

Halka ve kesikli halka şeklindeki difraksiyon desenlerinde oluşan her bir difraksiyon halkası, malzemenin atom düzlemlerinden birini temsil eder. Elde edilen bu desenin çözümü için nokta difraksiyon desenlerinin çözümünde de uygulanan 2.14 bağıntısından faydalanılır. Bu bağıntı ile halka difraksiyon desenlerinin temsil ettiği malzemenin atom düzlemlerinin d mesafesi kolayca belirlenir. Desenler indislenirken ilk önce her bir difraksiyon halkasının

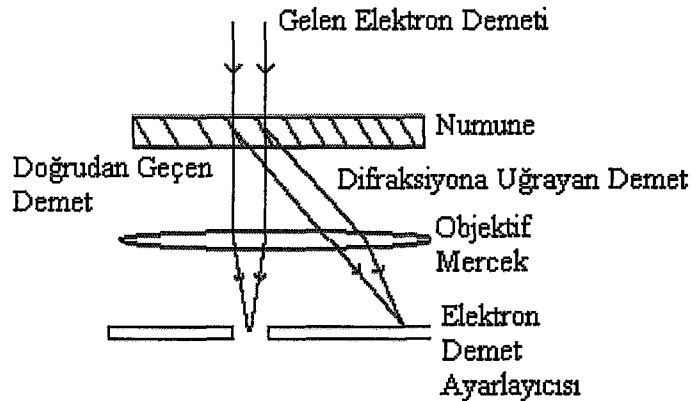
yarıçapı ölçülür ve 2.14 bağıntısında yerine yazılarak d değerleri hesaplanır. Bulunan değerler 2.2 ifadesinde yerine yazılarak $h^2+l^2+k^2$ değerleri bulunur ve bu değerler tablolar halinde verilen standart değerler ile karşılaştırılarak her bir difraksiyon halkasının temsil ettiği atomik düzlemler belirlenir [23, 24].

2.5. TEM'de Görüntü Teknikleri

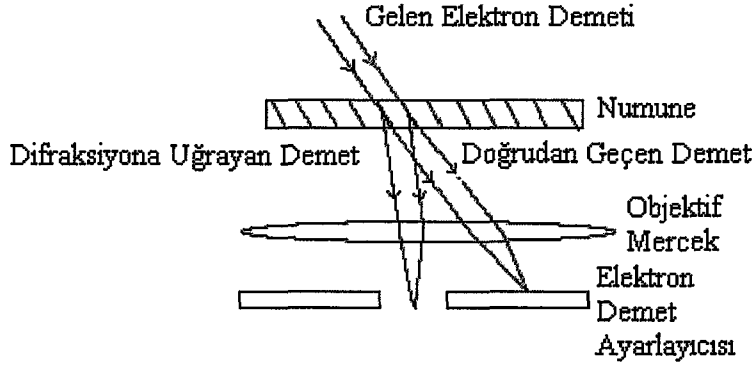
TEM ile numunelerin incelenmesinde dört farklı teknik kullanılır. Bunlar; aydınlık-alan, karanlık-alan, zayıf-ışın ve elektron difraksiyonu teknikleridir. Aydınlık-alan, karanlık-alan ve zayıf-ışın görüntülerinde, görüntü parlaklığı elektronların numune içerisindeki atom düzlemlerinden difraksiyona uğraması sonucu oluşur. Numune üzerine gönderilen elektronların bir kısmı numunenin atom düzlemlerine Bragg açısında çarpar ve bunun sonucunda Bragg açısı doğrultusunda (2θ) saçılan elektronlar difraksiyonu oluşturur. Elektronların bir kısmı ise numune ile etkileşmeden direkt olarak geçer. Direkt olarak doğrudan geçen elektronlar ile difraksiyona uğrayan elektronlar mikroskop ekranında aydınlık noktalar oluşturur. Bu parlak noktaların oluşturduğu düzenli örneğe difraksiyon deseni denir.

Numune üzerine gelen elektronlardan direkt olarak geçenlerin elektron demet ayarlayıcısı tarafından seçilmesi sonucu aydınlık-alan görüntüsü oluşur (Şekil 2.11). Bu yolla elde edilen görüntüde, numunenin difraksiyon oluşturan bölgeleri karanlık, oluşturmeyen bölgeleri ise aydınlık görünür. Görüntüye ait koyuluk, elektronların numunenin bazı bölgelerinde doğrudan geçmesi bazı bölgelerinde ise difraksiyona uğraması sonucu oluşur.

Numune üzerine gelen elektronlardan difraksiyona uğrayanların elektron demet ayarlayıcısı tarafından seçilmesi sonucunda da karanlık-alan görüntüsü oluşur (Şekil 2.12). Difraksiyona uğrayan elektronların seçilebilmesi için, ya numune üzerine gelen demet $\sim 1^\circ$ eğilir yada numune $\sim 1^\circ$ eğilir. Karanlık-alan görüntülerinde, difraksiyona uğrayan bölgeler aydınlık, uğramayan bölgeler ise karanlık görünür [19].



Şekil 2.11. Doğrudan geçen elektron demetinin seçilmesi ile aydınlık-alan görüntüsünün oluşumu.

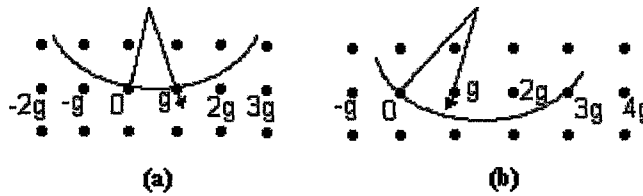


Şekil 2.12. Difraksiyona uğrayan elektron demetinin seçilmesi ile karanlık-alan görüntüsünün oluşumu.

Numune içerisindeki tüm ayrıntılar, aydınlık-alan ve karanlık-alan görüntüleri ile gözlenemeyebilir. Örneğin, iki çizgisel kusurun görüntüsü üst üste gelerek tek bir çizgisel kusur gibi görünebilir. Bu görüntüleri ayırt etmek için Şekil 2.13’de gösterildiği gibi, difraksiyon doğrudan geçen demete uzak bir yerden oluşturulur. Böylece difraksiyon zayıflar ve bu şekilde elde edilen görüntüye zayıf-ışın (weak-beam) görüntüsü denir. Bu görüntünün elde edilmesi için numune çok az miktarda döndürülür. Kusurların olduğu bölgelerden elektron saçılması güçlü olurken, diğer bölgelerden zayıf olur [25].

TEM ile numunelerden detaylı bilgi alınabilmesi için istenilen bölgenin aydınlık ve karanlık-alan görüntüleri alındıktan sonra o bölgenin difraksiyon deseninin elde edilmesi gerekir [17].

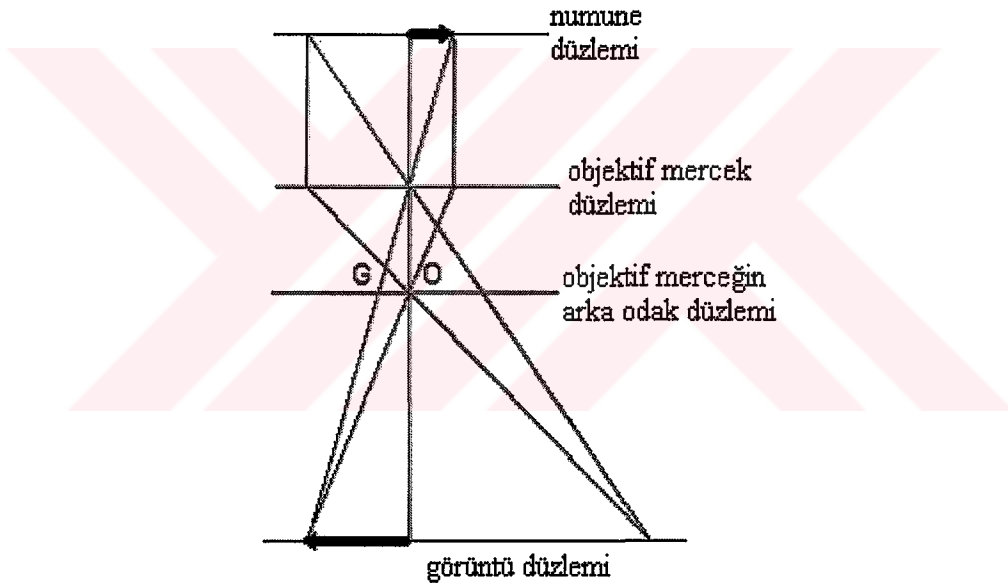
Numune kalınlırsa saçılma çok olacağından görüntü oldukça karanlık olur. Numunenin görüntüsü ilk objektif mercek tarafından 50-100 kat büyütülür. Büyütülen bu görüntü ayrıca ortada bulunan her bir mercek tarafından 20 kat daha büyütülür. Toplam büyütme, her bir merceğin büyütmesinin çarpımı olduğundan sonuçta bir milyondan daha yukarı olan büyütmeler kolayca yapılabilir [15, 16].



Şekil 2.13.(a) Kuvvetli-ışın görüntüsü, **(b)** zayıf-ışın görüntüsü [25].

2.6. Seçilmiş Alan Difraksiyonu (SAD)

Seçilmiş alan difraksiyonu (SAD) metodu ile, elektron mikroskoplarında incelenen numunelerin çok küçük bir bölgesinden difraksiyon deseni elde etmek mümkündür. Difraksiyon desenlerine katkıda bulunması için özel bir alan seçmek istenir. Çünkü; tüm ince numuneler belirli boyutlardan sonra eğilme veya bükülme özelliği gösterirler. Bu nedenle numunelerden oluşan uygun difraksiyonlar için değişmez yöndeki seçilmiş alanlara ihtiyaç vardır. Numunenin özel bölgesinden değil de numunenin tüm yüzeyinden difraksiyon alınırsa, oluşan difraksiyon deseni çok karmaşık yansımalar içerecektir ve bu yüzden bu desenin analizi de oldukça zorlaşacaktır. Eğer numunenin özel bir bölgesinden difraksiyon alınırsa, oluşan desen çok daha basit olacağından desenin analizi oldukça kolaylaşacaktır. Şekil 2.14'te objektif merceğin arka odak düzleminde difraksiyon deseninin düzenlenmesi gösterilmektedir [16, 22, 26].



Şekil 2.14 Difraksiyon deseninin objektif merceğin arka odak düzleminde oluşması. O direkt geçen ışını, G difraksiyona uğrayan ışını temsil eder [22].

SAD metodunda seçilmiş özel alana bir elektron demet ayarlayıcısı yerleştirilerek objektif merceğin altında birinci görüntü düzlemi elde edilir. Bu durumda görüntü düzlemi içerisinde bir alan seçilir ve her zaman numunenin difraksiyon derecesine bakılmalıdır. Görüntü düzleminde çalışıldığından yoğunlaştırıcı merceğin odağına ihtiyaç yoktur. Odağın altındaki mercek zayıflatılarak paralel ışın oluşturulur ve bu nedenle tüm ışınlar aynı düzlemde odaklanır (örneğin, arka odak düzlemi (BFP)). Bu durumda difraksiyon desenindeki noktalar keskinleşir ve difraksiyon deseninin odağının iyi ayarlanması gerekir.

Elektron demet ayarlayıcısı kullanımı görüntü düzleminde bir alan seçmek için daha fazla avantaj sağlar. Alan tipik derecede 25 kat büyük görünür, böylece numune üzerindeki $2\text{ }\mu\text{m}$ 'lik bir alan için $50\text{ }\mu\text{m}$ 'lik bir elektron demet ayarlayıcısı kullanılır. Kullanılabilecek en küçük SAD demet ayarlayıcısının çapı $\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ civarındadır [16].

SAD metodunda seçilmiş alan demet ayarlayıcısının belirlediği numune alanı belirtilen difraksiyon deseninin ortaya çıktığı alana tam olarak karşılık gelmeyebilir. Buna sebep olan iki tür hata kaynağı vardır [12, 22].

1. Eğer seçilmiş demet ayarlayıcısı düzlemi ilk görüntü düzlemi ile çakışmazsa elektron demet ayarlayıcısının tanımladığı numune alanının dışından kaynaklanarak difraksiyona uğrayan ışınlar difraksiyon desenine katkıda bulunacaktır. Bu durumda objektif mercekle numune yerine, numuneden D mesafesi kadar aşağıda bulunan bir düzleme odaklanacaktır. Bu hata seçiminin derecesi $D\beta$ ile verilir. Burada D objektif merceğin odaklama hatasıdır. Dolayısıyla daha çok bu alanın belirttiği alanın dışından ortaya çıkan elektronlar büyük açılarda saçılmaya yatkındırlar. D değerini küçültmek için elektron demet ayarlayıcısı sadece uygun bir düzleme yerleştirilebildiğinden, ilk görüntüyü mümkün olduğu kadar tam bir şekilde bu düzlemde oluşturmak gereklidir. Çoğu modern mikroskoplar D küçültülebilir diye ilk görüntünün mümkün olduğu kadar seçici demet ayarlayıcısı düzleminde oluşturulduğu SAD büyütme sınırlarına sahiptir.

2. Objektif merceğin küresel hatası nedeni ile meydana gelir. Objektif mercek eksen yakınındaki ışınların eksenden uzaklaştırılarak objektif merceğin daha yakınına getirilip odaklanmasını sağlar. Böylece odaklama hatası olmasa bile, elektron demet ayarlayıcısı tanımladığı alanın dışından kaynaklanan difraksiyon demetleri difraksiyon desenine katkıda bulunurlar. Bu durumda β açısı ile saçılan difraksiyon demeti $MC_s\beta^3$ ile ilk görüntü düzleminde yerini alır.

Odaklama hatasının duyarlılığına bağlı olarak hataya bağlı olan iki faktör ya birbirine eklenebilir ya da eklenemez. C_s 'yi içeren terimin büyüklüğü β^3 'e bağlı olduğundan normal işlem şartlarında SAD hatalarını bastırır. 10^{-1} radyanlık saçılma açısı ve $C_s=2\text{ mm}$ için numune alanındaki hata $\sim 2\text{ }\mu\text{m}$ 'dir .

SAD desenlerinin seçim alanındaki belirsizlik, birbirine yaklaşan ışınların elektron difraksiyonu (CBED) desenlerini numunelerin belirli alanları hakkında kristolojik bilgilerin elde edilmesinde daha avantajlı yapmaktadır.

3. MALZEME BİLİMİ VE ALAŞIM SİSTEMLERİ

3.1. Malzeme Bilimi

Malzemeler kendilerinden bir şeyler oluşturulan veya yapılan maddelerdir. Uygarlığın başlangıcından beri malzemeler enerji ile birlikte insanoğlunun yaşama standartlarını yükseltmek için kullanılmışlardır. Yaygın olarak rastlanan ve kullanılan bazı malzemelere örnek olarak ağaç, tuğla, beton, plastik, cam, çelik, alüminyum ve bakır sayabiliriz. Teknolojik ilerlemeler malzeme alanındaki gelişmelere bağlı olarak gerçekleşmiştir. Örneğin; raylı taşımacılıktaki ilerlemeler çelik üretimindeki gelişmelere, ses üstü uçakların yapımı titanyum alaşımlarının geliştirilmesiyle ve elektronikte atılan büyük adımlar da yarıiletkenlerin keşfi ve gelişimiyle gerçekleştirilmiştir. Sürekli araştırma ve geliştirmelerin sonucunda sık sık yeni malzemeler yapılmaktadır.

Malzemelerin sahip oldukları özellikler iç yapıya büyük ölçüde bağlıdır. Uygulanan herhangi bir işlem sonucu özelliklerde meydana gelebilecek olan değişimlerin nedeni ancak iç yapı göz önüne alınarak açıklanabilir. İç yapılar, atomlar arası bağ kuvvetlerinin etkisinde; atomların üç boyutlu uzayda periyodik veya periyodik olmayan dizilimleri sonucu oluşur. Atomlar arası bağ kuvvetlerinin oluşmasında ana etken elektronların varlığıdır. Özellikle en dış yörüngede bulunan değerlik (valans) elektronları malzemelerin mekanik, fiziksel ve kimyasal özelliklerini etkilemektedir [2].

Malzeme bilimi birinci derecede malzemelerin iç yapıları, özellikleri ve işlenmeleri hakkında temel bilgileri araştırır. Malzeme mühendisliği ise malzemeleri insanlar tarafından kullanılacak ürünler haline getirmek için gerekli olan temel ve uygulamalı bilgilerle ilgilidir.

Günümüzde sıkça kullanılan malzemeleri beş ana gruba ayırabiliriz. Bunlar: metalik malzemeler, polimer malzemeler, seramik malzemeler, kompozit malzemeler ve elektronik malzemelerdir.

3.2. Alaşımların Yapısı ve Katı Çözeltiler

En az biri metal olmak üzere; iki veya daha fazla elementten oluşan ve metal özelliği gösteren yapılara alaşım denir. Bir alaşım sistemi, mümkün olan bütün kimyasal bileşimlere sahip alaşımları içerir. İki elementten oluşan sisteme ikili alaşım sistemi, üç elementten oluşan sisteme de üçlü alaşım sistemi denir. Ticari alaşımların çoğu, çok sayıda element içerir.

Alaşımlar yapılarına, alaşım sistemleri de denge veya faz diyagramlarına göre sınıflandırılabilir [27].

Alaşımlar, homojen (uniform) ve homojen olmayan (fazlar karışımı) alaşımlar olmak üzere iki gruba ayrılır. Yalnız tek bir fazdan oluşan alaşımlara homojen, birden fazla fazın karışımından oluşan alaşımlara da homojen olmayan alaşım denir. Faz homojen maddenin bir parçası olarak tarif edilebilir. Her faz mikroskop altında ayrı ve belirgin bir görünüm sergiler. Fazlar arasındaki temel fark, atomik dizilişlerindeki ve kristal yapıları arasındaki farklılıktır. Bir faz farklı sıcaklık ve bileşimlerde olabilir ama kristal yapısı her zaman aynıdır. Saf metallerdeki faz terimi metalin durumu (katı, sıvı, gaz) ile eş anlamlıdır. Bir alaşım sistemi için herhangi bir sıcaklık ve bileşimde tek bir sıvı faz vardır ama pek çok katı faz olabilir. Allotropik özellik sergileyen bazı metaller, sıcaklık ve basınç gibi çevresel şartların etkisinde, katı durumda farklı fazlara sahip olabilirler. Bir metalin kristal yapısı değişirse, o metalde faz dönüşümü meydana gelir. Çünkü her bir kristal yapı farklı özelliklere sahiptir [28-30].

Faz sistemleri tek bileşenli, iki bileşenli (ikili) ve üç bileşenli (üçlü) olarak sınıflandırılabilir. Bir faz sistemi içerisindeki bileşenlerin sayısı, sistem içerisindeki bütün fazları tanımlayabilen en küçük atom ve molekül sayısıdır. Bu ifadeyi bir örnek ile açıklayalım: Buz, su ve su buharı tek bileşenli bir sistemdir. Su (H_2O) bileşeninin hidrojen ve oksijenin birleşmesi sonucunda oluşmuş olması suyun tek bileşen olması gerçeğini değiştirmez. Çünkü normal şartlar altında hidrojen ile oksijenin birbirinden ayrılması mümkün değildir. Bakır-çinko metalik alaşım sistemi iki bileşenlidir. Bakır-çinko metalik alaşım sisteminin farklı kristal yapıya sahip altı fazı vardır, fakat bütün fazlar bakır ve çinkonun cinsinden ifade edildiği için bu sistem iki bileşenlidir.

Katı durumda homojen bir alaşım ya bir katı çözelti yada bir bileşik şeklinde olabilir. Homojen olmayan bir alaşım ise katı durumda bulunması mümkün olan fazların karışımından oluşur.

En basit alaşım türü katı çözeltilerdir. Katı çözeltiler, iki veya daha fazla çeşitteki element atomlarının bir kristalin değişik yerlerini işgal etmesiyle oluşur [31]. Katı çözeltilerde, ağırlıkça veya atomik yüzde cinsinden, yüzde oranı yüksek olan bileşene çözen veya çözücü, yüzde oranı düşük olan bileşene ise çözünen veya ilave element adı verilir. Katılaşma sırasında çözünen element atomlarının kristal birim hücrelerine yerleşmesi ile katı çözelti elde edilir. Bu işleme alaşımlandırma, elde edilen yapıya alaşım ve ilave edilen elemente de alaşım elamanı denir. Katı çözeltiler, yerine geçme katı çözeltisi ve arayer katı çözeltisi olmak üzere ikiye ayrılır:

3.2.1. Yerine Geçme Katı Çözeltisi

Çözünen element atomlarının, çözücü element atomlarının yerini alması ile meydana gelen katı çözeltilere yerine geçme katı çözeltileri denir. Atomların birbirinin yerini alması olayı çözücü elementin kristal birim hücresinde meydana gelir [32]. Katı çözelti içinde çözünen element atomlarının bulunduğu bölgede, örgü yapısında çarpılma meydana gelir. Söz konusu olan çarpılma, çizgisel kusurların kayma düzlemleri üzerindeki hareketini engelleyerek alaşımın sertlik ve dayanımını artırır.

Yerine geçme katı çözeltisi oluşturacak olan element atomlarının atom büyüklüklerinin yaklaşık olarak birbirine eşit olması gerekir.

3.2.2. Arayer Katı Çözeltisi

Çözücü elementin kristal birim hücresindeki boşluklara yerleşebilecek kadar küçük hacimli olan çözünen element atomlarının bu boşluklara rasgele dağılması ile oluşan katı çözeltilere arayer katı çözeltisi denir. Çözünen atomun hacmi, çözücüdeki boşluklara sığabilecek büyüklükte olmalıdır. Yerleşen atom, boşluklara sığabilecek büyüklükte olsa bile çözücü elementin örgü parametrelerinde büyüme meydana getirir [31, 32]. Arayer katı çözeltisinde de çözünen element atomlarının bulunduğu bölgede örgü yapısında çarpılma meydana gelir ve bu çarpılma çizgisel kusurların hareketini zorlaştırarak alaşımın sertlik ve dayanımını artırır.

Alaşım sistemlerindeki çözünme aralığını kontrol eden faktörler Hume-Rotery tarafından belirlenmiştir. Bu faktörler aşağıda verilmektedir [7]:

Kristal Yapı Faktörü: Alaşımı oluşturan elementler aynı kristal yapıya sahip olmak zorundadır. Eğer çözücü ile çözünen elementlerin kristal yapıları aynı olmaz ise belli bir noktada bir fazdan değişik bir yapıda ikinci bir faza geçiş olur.

Atom Büyüklüğü Faktörü: Çözücü ve çözünen element atomlarının yarıçap farkları %15'den büyük olmayacak şekilde büyük olmalıdır. Aksi takdirde farklı boyutların neden olabileceği örgü genişmesi çözünme aralığını etkileyecektir.

Elektronegatiflik Faktörü: Çözücü ve çözünen element atomları yaklaşık olarak aynı elektronegatifliğe (kimyasal çekiciliğe) sahip olmak zorundadır. Eğer çözücü ve çözünen element atomlarının elektronegatiflikleri önemli ölçüde birbirinden farklı olursa, yapıda bileşik oluşumuna olan eğilim artar.

Relatif Valans Faktörü: Çözücü ve çözünen element atomları aynı değerliliğe (valansa) sahip olmak zorundadır. Aksi takdirde değişik değerlik elektronları katı çözelti yerine bileşik oluşturmayı teşvik ederler.

Mutlaka yerine getirilmesi gerekmesi de Hume-Rothery kuralları olarak bilinen bu dört faktöre bakılarak bir metalin diğer bir metal içerisindeki katı çözünürlüğü belirlenebilir.

Saf metallerin ve bileşiklerin aksine, katı çözeltiler genelde belirli sıcaklık aralıklarında erir veya katılaşır. Katı çözeltilerin özellikleri, çözücü ve çözünen elementlerin özelliklerine bağlıdır. Bileşikler ile katı çözeltiler arasındaki farklılıklar aşağıdaki gibi özetlenebilir [2, 27]:

- a) Bileşikler belirli kimyasal kurallar çerçevesinde oluşturulurken, katı çözeltilerin oluşumunda etkili olan belirli bir kural yoktur.
- b) Bileşikler belirli kimyasal formüllerle ifade edilirken, katı çözeltiler kimyasal formüllerle ifade edilmezler.
- c) Bileşikler çok dar bir bileşim aralığında meydana gelirken, katı çözeltiler daha geniş bir bileşim aralığında yer alırlar.
- d) Bileşikler içerdikleri elementlerin özelliklerini taşımazken, katı çözeltilerin özellikleri bileşenlerinin özelliklerine bağlı olarak değişir.
- e) Bileşikler, katı çözeltiler ile mukayese edildiğinde genel olarak daha sert ve daha gevrek bir yapıya sahiptirler.

3.3. Alüminyum ve Alüminyum Esaslı Alaşımlar

Metalik alaşımlar genellikle, demir ve demir dışı alaşımlar olmak üzere iki sınıfa ayrılır. Demir alaşımları demir esaslıdır ve çelikler, paslanmaz çelikler ve dökme demirleri içerirler. Demir dışı alaşımlarda ise demirden ziyade diğer metaller esaslıdır ve bu alaşımlar demir içermezler. Bu metaller Al, Cu, Ni, Mg, Zn, Sn ve Pb olarak sıralanabilir. Demir dışı alaşımların demir esaslı alaşımlara göre sahip oldukları bazı üstün özelliklerinden dolayı endüstride önemli kullanım alanları vardır. Bu özelliklerin bazıları hafiflik, aşınmaya karşı dayanım, yüksek ısı ve elektriksel iletkenlik ve kolay işlenebilirlik olarak vurgulanabilir.

Alüminyum ve alüminyum esaslı alaşımlar dünyada demir esaslı alaşımlardan sonra en önemli metal malzeme grubunu oluşturmaktadır [3]. Sahip olduğu özelliklerin ve kullanım alanlarının başka metallerle doldurulamaması bakımından alüminyum ve alaşımları büyük önem taşımaktadır. Alüminyum elementinin sahip olduğu özellikler onu son derece faydalı ve kullanışlı bir mühendislik malzemesi yapmaktadır.

Alüminyum ilk olarak Danimarkalı Hans Cristien OERSTED tarafından elde edilmiştir. Alüminyum üretiminde en büyük ilerleme Fransız kimyacı Paul HERAULT ve Amerikalı kimyacı Charles Martin HALL tarafından geliştirilen ve 1886'da kullanılmaya başlanan bir fırında sağlanmıştır. Birbirinden habersiz geliştirilen bu fırınlara kurucularının adı verilerek Hall-Herault fırını denilmiştir. Bundan sonra bol miktarda alüminyum üretilmiştir [5].

Yer kabuğunda alüminyum içeren pek çok bileşik olmasına rağmen, alüminyum sadece boksitten elde edilir. Boksitte %50-60 oranında alüminyum oksit (Al_2O_3) bulunmaktadır. Genel olarak 4 kg boksitten 2 kg alümina (alüminyum oksit) ve bundan da 1 kg alüminyum elde edilmektedir.

Alüminyum ve alaşımlarının teknolojiye ve sanayide yaygın olarak kullanılmasında etkili olan üç önemli faktör vardır:

a) Dayanım/Özkütle oranı:

Özellikle alüminyum esaslı alaşımlarda daha belirgin olan bu oranın yüksekliği hafifletirilmelerine öncelik verilen yapıların çoğu için alüminyumun uygun bir malzeme olmasını sağlar.

b) İletkenlik/Özkütle oranı:

Diğer metallere nazaran bu oran alüminyumda daha yüksektir ve bundan dolayı da yüksek gerilim hatlarında bakır tellerin yerine alüminyum teller kullanılır.

c) Aşınma Dayanımı:

Atmosfere ve diğer birçok ortama karşı alüminyumun aşınma dayanımı oldukça yüksektir ve yüzey işlemleri ile dayanım daha da artırılabilir.

Bu üstün özelliklerine karşın, saf halde çekme dayanımının ve akma sınırının düşük olması, oksijene olan yüksek çekiciliğinden dolayı döküm kabiliyetinin kötülüğü ve bazılarla hidroksitlere karşı dayanıksızlığı gibi iyi olmayan özellikleri de vardır. Ancak, alaşımlama ile bu istenmeyen kötü özelliklerin iyileştirilmesi sağlanabilmektedir [3].

Periyodik tablonun 3A grubunda bulunan alüminyumun en önemli özelliği hafif olmasıdır. Özkütlesi $\rho = 2,7 \text{ gr/cm}^3$ olup demirin özkütlesinin yaklaşık olarak üçte biridir. Saf haldeki çekme dayanımının yaklaşık 90 N/mm² olmasına karşın alaşımlandırma ile kolayca 220 N/mm² ve ısıtma işlemi de (çökelme sertleşmesi) 440 N/mm²'ye yükseltilebilir. Bu değer yapı çeliğinin dayanımına yakındır. Özgül dayanım olarak tanımlanan, çekme dayanımının özkütleyle olan oranına bakıldığında alüminyum alaşımlarının özgül dayanımlarının yapı çeliklerinin özgül dayanımlarından yaklaşık üç kat büyük olduğu kolayca görülmektedir. Bu nedenle alüminyum alaşımları hafifliğin önemli olduğu taşıt, uzay ve havacılık teknolojilerinde kullanılmaya çok elverişlidir [2].

Alüminyum dayanım artırma mekanizmalarına kolaylıkla tepki verir. Tablo 3.1’de tavllanmış saf alüminyumun dayanımı, çeşitli tekniklerle dayanımları artırılmış alaşımlarla karşılaştırılmıştır. Alüminyum alaşımları saf alüminyumdan yaklaşık 30 kat daha dayanıklıdır. Diğer taraftan, alüminyum genellikle yorulmada dayanım sınırı sergilemez ve bu nedenle kopma oldukça küçük gerilmede oluşur [7].

Tablo 3.1. Alüminyum ve alaşımlarında dayanım artırma mekanizmalarının etkisi [7].

Malzeme	Çekme Dayanımı (MPa)	Akma Dayanımı (MPa)	% Uzama
Saf tavllanmış Al (%99.999)	44.83	17.24	60
Ticari saf Al (Tavllanmış %99)	89.67	34.48	45
Katı eriyik mukavemetlendirilmiş (%1.2 Mn)	110.34	41.38	35
%75 Soğuk şekillendirilmiş saf Al	165.52	151.72	15
Dağılım mukavemetlendirilmiş (%5 Mg)	289.66	151.72	35
Yaşlandırılmış (%5.62 Zn %2.5 Mg)	572.41	503.54	11

Saf alüminyumun elektriksel iletkenliği yüksek olup bakırın elektriksel iletkenliğinin yaklaşık %60’ı kadardır. Diğer taraftan bakırın özkütlesinin alüminyumun özkütlesinden yaklaşık üç kat fazla oluşu ve buna bağlı olarak da birim kütle başına düşen (iletkenlik/özkütle oranı) elektriksel iletkenliğinin alüminyumun birim kütle başına düşen elektriksel iletkenliğinden daha düşük olması alüminyumun iletim hatlarında kullanılmasını uygun kılar.

Alüminyumun diğer bir üstün özelliği de aşınma dayanımının iyi olmasıdır. Bunun nedeni yüzeyde havanın etkisi ile oluşan çok ince bir oksit tabakasının yüzeyi tamamen kaplaması ve oluşan bu tabakanın daha sonraki metal-hava temasını kesmesidir [4].

Saf alüminyumun yumuşak ve dayanımının düşük olması sebebiyle kullanım alanı sınırlıdır. Bundan dolayı saf alüminyumun çeşitli özelliklerini istenilen doğrultuda iyileştirmek için alaşımlama yapılır. Saf alüminyumun mekanik özelliklerini iyileştirmek için kullanılacak olan alaşım elementlerinin, yüksek uzama kabiliyeti (süneklik) ve aşınma dayanımı gibi faydalı özellikleri kötü yönde etkilemeden saf alüminyumun düşük akma sınırını ve çekme dayanımını artırması beklenir. Ayrıca kullanılacak olan alaşım elementlerinin saf alüminyumun düşük erime sıcaklığını yükselterek yüksek sıcaklık performansını ve ısıl işlenebilirliğini artırması beklenir. Alüminyuma katılan en önemli alaşım elementleri Cu, Mg, Zn, Ti, Si, Mn ve Cr’dir. Katı çözelti oluşturan bu alaşım elementlerinin oranlarının düşük olması durumunda; bu elementler alüminyumun fcc yapılı kristal birim hücrelerine yerleşirler ve böylece kaymaya karşı olan direnç artar. Buna bağlı olarak ta alüminyumun akma sınırı ve çekme dayanımı artar ancak şekil değiştirme kabiliyeti etkilenmez. Alaşım elementlerinin oranlarının daha yüksek olması

durumunda ise alüminyum atomları ile alaşım elementlerinin katı çözelti oluşturmeyen atomları arasında sert ve kırılğan olan metaller arası bileşikler (intermetalik) oluşur. Bu durumda dayanım daha da artar ama şekil değiştirme kabiliyeti oldukça azalır [5, 6].

Endüstride alüminyum alaşımları genel olarak dökme alüminyum alaşımları ve dövme (hadde ürünü) alüminyum alaşımları olmak üzere iki gruba ayrılır. Plastik şekil değiştirme ile sertleştirilebilen dövme alaşımlar, döküm alaşımlarından oldukça farklı mikroyapı ve bileşime sahiptirler. Her iki ana grup içindeki alaşımlar ısıtılabilir ve yapılamaz alaşımlar olmak üzere iki alt gruba ayrılabilir. Isıtılabilir alaşımların dayanımı yaşlandırma ile artırılabilirken, ısıtılabilir yapılamayan alaşımların dayanımı ise katı çözelti mukavemetlenmesi, pekleşme ve dağılım mukavemetlenmesi ile artırılabilir.

Bu çalışmada Al-Ti döküm alaşımları üzerinde çalışılmıştır. Titanyum, mükemmel aşınma direnci, yüksek dayanım/özkütle oranı ve iyi yüksek sıcaklık özellikleri sağlayan nispeten hafif bir metaldir. Periyodik tablonun 4B grubunda bulunan titanyum, 1380 MPa'la kadar olan dayanımı ve $\rho = 4,505 \text{ gr/cm}^3$ olan özkütlesi ile mükemmel mekanik özellikler sağlamaktadır. Titanyum düşük sıcaklıklarda hep kristal yapılı (α -Ti), 823 °C'nin üzerinde ise bcc kristal yapılı (β -Ti) allotropik bir metaldir. Al-Ti alaşımı peritektik bir alaşımdır [7] ve Bölüm 5.1'de belirtileceği gibi alaşım elementlerinin erime sıcaklıklarına bağlı olarak döküm işlemi erimiş alüminyum içerisine katı titanyum tozlarının katılması ile grafit numune kalıbında yapılmıştır.

Erimiş sıvı haldeki alüminyumun katılaşması sırasında anormal tane büyümesi gözlenir. Bu durumu önlemek için sıvı alüminyuma katılaşma sırasında çoğu zaman %0,1-0,2 oranlarında titanyum katılır. Burada titanyum tane inceltici olarak görev yapar. Bir tane inceltici, ince taneli bir yapı elde etmek için erimiş metale katılan malzemedir [31]. Böylece ince tanelere sahip bir yapı elde edilebilir.

Tane inceltimi bu yüzyılın çoğu boyunca alüminyum ürünlerinin sağlamlığının gelişimi ve ilerlemesi için önemli bir teknik olmuştur. Katılaşan külçe veya döküm (kalıp) ürünlerinde eşeksenli bir tane yapısı elde etmek için dökümden önce erimiş sıvı haldeki alüminyuma tane inceltici eklemek şu anda yaygın olarak uygulanmaktadır. Bu işlem tane inceltimi olarak adlandırılır ve en eski şematik çalışmalardan biri 1949'da Cibula tarafından verilmiştir [33]. Tane incelticilerin eklenmesi genellikle güçlü çekirdeklendirici parçacıklar içeren alaşımlarda kolon biçimli tanelerin büyümesinin bilinçli olarak bastırılmasıyla ince eşeksenli tanelere sahip bir mikroyapının oluşumuna yardım eder. Eşeksenli çok ince tane yapısı döküm ürününün çatlama ihtimalini azaltır ve küçük bir aralıktaki mikro gözeneklilik ve ikinci fazların dağılımı ile işlenebilirliği geliştirir. Böylece yapının mekanik özelliklerinin iyileşmesi sağlanmış olur. Alüminyum için ticari tane incelticiler üç ana grupta toplanabilir: Al-Ti, Al-Ti-B ve Al-Ti-C

[34, 35]. Burada belirtilen tane incelticileri erimiş halde bulunan sıvı alüminyuma katılır. Çözünen Al_3Ti ve çözünmeyen TiB_2 parçacıkları içeren Al-Ti-B alaşımları 20 yıl boyunca yaygın olarak kullanılmıştır. Çözünen Al_3Ti parçacıkları içeren Al-Ti alaşımları ise genellikle Al-Ti-B alaşımları ile beraber kullanılır, çünkü yüksek bir verim oranı elde edilir. Al-Ti-C tane incelticileri ise çözünen Al_3Ti ile çözünmeyen TiC parçacıkları içerir [35, 36]. Tane inceltme tekniği ile Al-Ti alaşımlarının oda sıcaklığındaki düşük uzama kabiliyetlerini artırmaya çok çaba harcanmaktadır.

Bu çalışmadaki ağırlıkça %1 Ti içeren alaşımın üç farklı soğuma hızında katılaşması sağlanmıştır. Farklı soğuma hızlarında gerçekleştirilen katılaştırma işlemi, Bölüm 5.1’de detaylı olarak belirtileceği gibi, Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırınında su ile gerçekleştirilmiştir.

Alaşım ve metallerin hızlı katılaştırma işlemi (RSP (Rapidly Solidified Process)) eriyik halden katılaştırma sırasında çok yüksek soğuma hızlarını (10^4 - 10^8 Ks⁻¹) içerir [33]. Metalik eriyiklere hızlı su verme (quenching) işlemi ilk defa 1960’da Duwez ve arkadaşları tarafından ortaya çıkarılmıştır ve o zamandan beri metal ve alaşımların hızlı katılaşmasını sağlamak için birçok değişik teknik ortaya atılmıştır [37]. Bu amaç doğrultusunda bugünlerde en çok kullanılan teknik Melt Spinning Process (MSP)’dir. Yukarıda belirtilen yüksek soğuma hızlarında elde edilebilen alt soğuma seviyeleri, geleneksel şartlar altında hazırlanan alaşım veya metallerle mukayese edildiğinde sık sık önemli ve yararlı değişikliklere neden olmaktadır [35]. Bu yararlı ve önemli değişiklikler; mikroyapı ve ayırım aralığının (ölçeğinin) inceltmesini, çözünen elementlerin katı çözünürlük dengesindeki artışları ve yeni yarı kararlı amorf ve kristal fazların oluşumunu içerir. RSP, katı çözelti limitlerinin genişlemesinde, yarı kararlı kristalli, kuasikristalli veya cam fazların oluşumunda etkilidir. Hızlı katılaştırma ile meydana getirilen katı çözünürlük limitlerinin genişlemesi alaşımlama ilavelerinin seçiminde çok büyük ve önemli esneklik sunar. Özellikle alüminyum alaşımları RSP ile geliştirilmeye çok elverişlidir. RSP’nin en başarılı uygulamalarından biri, artan sıcaklık uygulamaları için alüminyum alaşımlarının yeni bir sınıfının geliştirilmesi olmuştur.

Al-Ti alaşımları gelecekteki en önemli malzemelerden biri olarak dikkate alınmaktadır. Çünkü onlar dayanım oranı için hem yüksek uzama kabiliyeti hem de yüksek hafifliğin avantajları ile donatılmaktadırlar. Bu özelliklerin daha fazla gelişimi için tane inceltimi ve seramiklerle kompozitlerini kapsayan mikroyapısal gelişimler bir çok araştırmacı tarafından incelenmektedir [8]. Ayrıca Al-Ti alaşımları oksitlenme ve aşınma dirençlerinden, yüksek sıcaklık dayanımlarından ve düşük yoğunluklarından dolayı uzay teknolojisi ve mühendislik uygulamaları için çekici olan aday malzemelerdir. Al-Ti alaşımları için temel problem oda sıcaklığındaki düşük uzama kabiliyetleridir. Oda sıcaklığındaki düşük uzama kabiliyeti onların

yaygın kullanımını engellemektedir. Bu problemi ortadan kaldırmak için alaşımları katkılama, tane inceltimi ve ısı muamelesi gibi farklı işlemler uygulanmaktadır. Bu işlemler ile alaşımların faz bileşenlerinin oranı, yapısı ve dağılımı değiştirilebilir, kayma sistemlerinin sayısı arttırılabilir ve alaşımların mikroyapısı değiştirilebilir [9, 10].

Bilindiği gibi bu çalışmada kullanılan Al-Ti alaşımları döküm yolu ile elde edilmiştir ve böyle ticari alüminyum alaşımları artan sıcaklık ile dayanıklılıklarını kaybederler ve 200-300 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda bileşimlerine bağlı olarak yapısal uygulamalar için kullanışsız olurlar. Bu yüzden bir çok araştırmacı 500 °C'ye kadar kullanışlı dayanıma sahip olan yüksek performanslı alüminyum alaşımlarını geliştirmeye çalışmaktadır [38].

Mekaniksel alaşımlama (MA) tekniği ile elde edilen Al-Ti alaşımları böyle uygulamalar için güçlü bir adaydır, çünkü onlar 500 °C'ye kadar kusursuz bir kararlılık sergileyen karbitler, oksitler ve eşit boyutlu metaller arası Al-Ti bileşiklerinin yüksek hacim kesirlerini (35 V/O'ya kadar) içermektedirler [39]. Düşük Ti içerikli Al-Ti alaşımlarında yaygın olarak gözlenen metaller arası faz Al_3Ti bileşimidir. 1990'lar boyunca ve daha önce çok geniş bir alanda kullanılmış olan gaz yoğunlaştırma tekniğini kapsayan kullanılabilir bir çok teknik arasında MA ilgi çekmektedir, çünkü atomik yapı ve kimyasal bileşimin (dağılımın) geniş bir aralığı ile nanokristal (NC) malzemelerin üretiminde çok yönlü bir tekniktir [40]. NC yapılar, malzemelerin hem dayanımını hem de oda sıcaklığındaki düşük uzama kabiliyetlerini artırmanın tek yolu olarak kabul edilmektedir. MA tekniği ile üretilen Al-Ti alaşımlarının düşük yoğunluk ile artırılan yüksek sıcaklık dayanımları onların kullanımını yaygınlaştırmaktadır. MA tekniğinde alaşım tozları, farklı toz karışımlarının (örneğin alüminyum ve titanyum tozları) gaz ortamında eritilmeden sert bir şekilde işlenmesi (deforme edilmesi) ile elde edilir [41]. Bu işlemde gaz olarak Ar, H_2 , N_2 ve NH_3 kullanılır ve yaygın olarak kullanılan gaz H_2 'dir, çünkü alüminyum yüksek oranda gaz çözündürme yeteneğine (özellikle H_2 gazı) sahiptir. Genel olarak bu işlem RBM (Reactive Ball Milling) olarak adlandırılır ve RBM H_2 , N_2 ve NH_3 gibi aktif gaz ortamlarındaki gaz ve katı (elementel tozlar) arasındaki kimyasal reaksiyonlara neden olan bir işlem olarak tanımlanır [42]. Hidrojen gazının kullanıldığı RBM ele alındığında H_2 gazının tozlar içerisinde çözünmesi sonucu TiH_2 bileşiği oluşur. Bu kolay bozulan faz Al-Ti alaşım tozlarının tane ve parçacık boyutlarını düşürmede etkilidir. Son olarak elde edilen tozlar sinterleme, sıcak presleme, sıcak darçıkım (Hot Extrusion), PAS (Plasma Activation Sintering), HIP (Hot Isostatic Pressing) ve EDC (Electro-Discharging Compaction) gibi tekniklerle birleştirilir. İstenilen amaca ulaşılabilmesi için birleştirilen tozların nano boyutlu yapısını koruması istenir. Isı muamelesi ve MA sırasında oluşturulan ikincil fazların (örneğin, Al_3Ti ve TiH_2) alüminyumun tane sınırlarında bulunması beklenir, çünkü bunlar ısı muamelesi (birleştirme işlemi) sırasında tane büyümesini etkin bir şekilde engellemektedir [9, 39].

NC malzemeler ince tane yapılarının sağladığı avantajlarından dolayı son 10 yılda büyük bir ilgiye sahip olmuşlardır. Toz bir malzeme olarak NC malzemelerin tüm faydası yalnızca yukarıda belirtilen işlemlerle birleştirilen tozların nano boyutlu tane yapısını koruması ile sürdürülebilir [38].

Al-Ti alaşımasının faz diyagramına dikkat edildiğinde (Şekil 3.1) Al ve Ti elementlerinin bileşim oranlarına ve ayrıntısal olarak ta alaşımlama şartlarına bağlı olarak farklı metaller arası bileşiklerin veya başka bir deyişle de titanyum alüminidelerin (α_2 -Ti₃Al, γ -TiAl, TiAl₃ ve TiAl₂) olduğu görülmektedir. Titanyum alüminideler metaller arası bileşiklerdir ve metaller arası bileşikler, kristal yapıları birleşen metallerin kristal yapılarından farklı olan çeşitli metallerin birleşiminden sonuçlanmaktadır [43, 44]. İkili Al-Ti alaşım sisteminde yaygın olarak gözlenen metaller arası bileşiklerin kristal birim hücrelerinin şematik gösterimleri Şekil 3.2’de gösterilmektedir.

Genellikle α_2 fazı olarak tanımlanan Ti₃Al, hegzagonal DO₁₉ kristal yapısına sahiptir ($a=0,5782$ nm, $c=0,4629$ nm ve $c/a=0,80$). Metaller arası Ti₃Al bileşiğinin homojenlik aralığı 25 °C’de atomik yüzde cinsinden ~23 % Al’dan ~35 % Al’a uzamaktadır. Yapı, 1125 ile 1150 °C arasında düzenlidir. Ti₃Al, ~22 % ile ~39 % Al bileşim aralığında ve yaygın olarak 1180 °C’de düzensiz yapıdan düzenli yapıya dönüşüm yapmaktadır. Tetragonal L1₀ kristal yapısına sahip olan metaller arası TiAl bileşiği genellikle γ olarak tanımlanır ($a=0,4005$ nm, $c=0,4070$ nm ve $c/a=1,02$) ve atomik yüzde cinsinden ~49 % Al’dan ~66 % Al’a kadar kararlıdır. Hızlı katılaştırılan Ti60Al alaşımında anti faz sınırı gözlemlendiği için bu durum net olmamasına rağmen TiAl fazının erime noktasına kadar düzenli yapıda olduğu düşünülmektedir [44, 45].

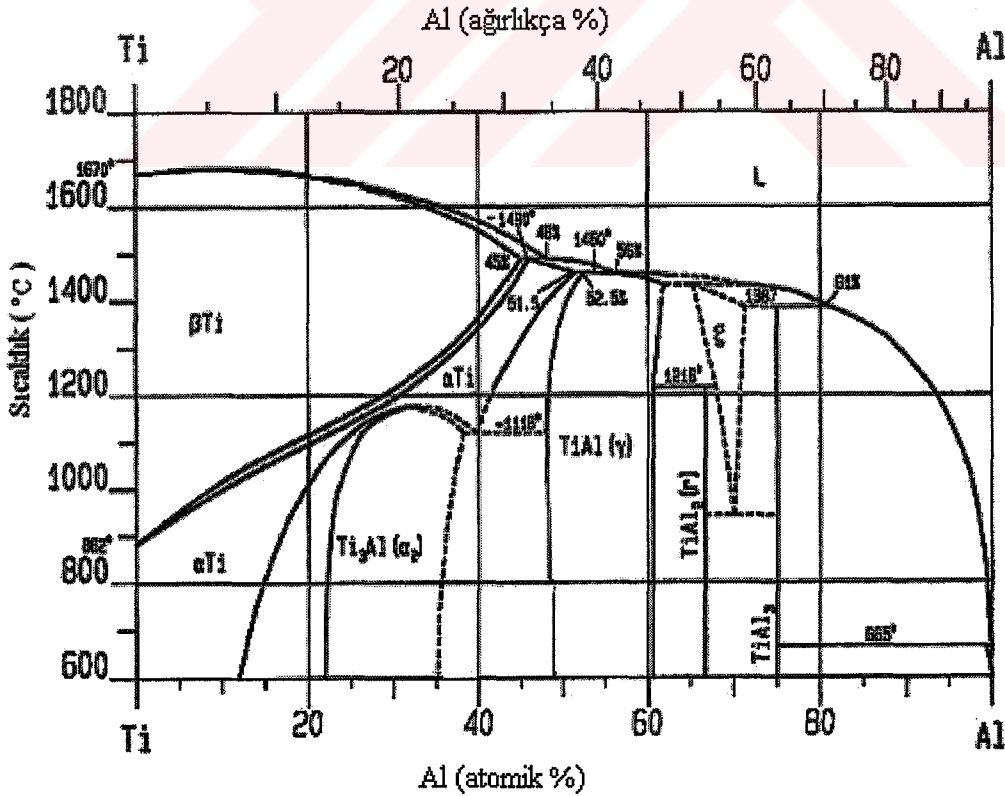
Düzenli yapıda olan metaller arası TiAl₃ bileşiğinin (trialüminide) kristal yapısı tetragonal DO₂₂’dir ($a=0,3848$ nm, $c=0,8596$ nm ve $c/a=2,23$) ve onun kristal yapısı L1₂ yapısı ile yakından ilişkilidir. Yapı, c-ekseni boyunca uzanan her (001) düzlemi üzerindeki $a/2<100>$ yer değiştirme vektörü ile bir anti faz sınırının çıkarılması ile öncekinden elde edilmektedir [46, 47]. Zengin Al içeriğine sahip bir çok metaller arası bileşik ile mukayese edildiğinde TiAl₃ fazı yüksek erime noktası, düşük yoğunluğu ve yüksek Young modülünden dolayı çok ilgi çekmektedir [48]. Ayrıca sahip olduğu yüksek Al içeriği onu daha hafif ve oksitlenmeye karşı da daha dirençli yapmaktadır.

Yeni yüksek sıcaklık yapısal malzemeleri için yapılan araştırmalar düzenli metaller arası bileşiklere olan ilginin artmasına neden olmuştur. Düzenli metaller arası bileşikler içeren alaşımlar, genellikle kritik düzenlenme sıcaklığı (T_C) olarak tanımlanan belirli bir sıcaklığın altında uzun mesafeli düzene sahip bir kristal yapı oluşturan metalik malzemelerin bir sınıfını oluştururlar. Metaller arası bileşiklerin düzenli yapılarını alaşımlama ihtimali, özel uygulamalar için özelliklerin iyileştirilmesinde veya gelişiminde dayanıklı yüksek sıcaklık alaşımlarının

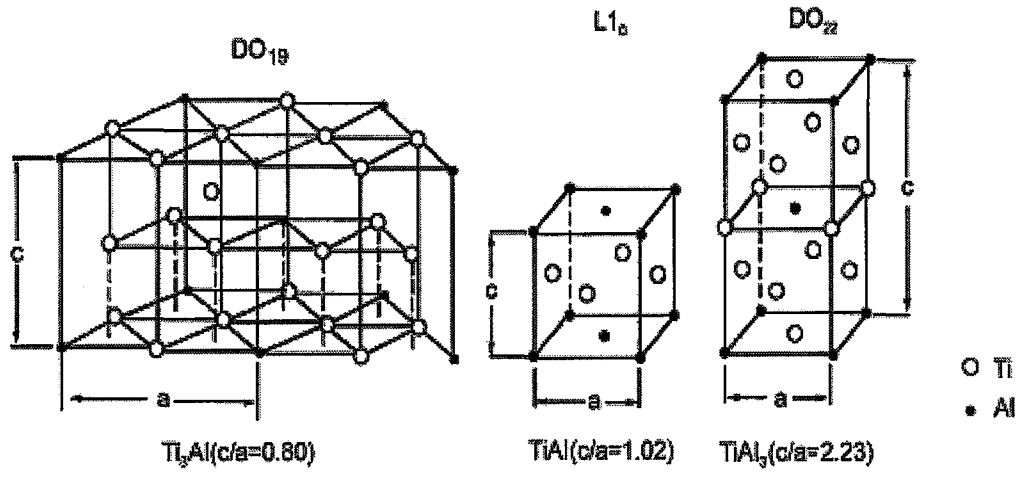
gelişimi için sonuca götüren yeni bir yoldan bahseder. Böylece, metaller arası bileşiklerin kristolojik birim hücrelerindeki düzenli biçimlemede kaç tane atomun düzenli bir şekilde dizildiğini tam ve dikkatlice anlamak, dayanıklı metaller arası bileşik tabanlı yüksek sıcaklık alaşımlarının daha fazla gelişimi için onların mekaniksel, kimyasal ve fiziksel özelliklerini anlamada önceden bilinmesi gereken temel şeydir [47].

Metaller arası bileşikler yüksek sıcaklık uygulamaları için çok çekici özelliklere sahiptirler [49]. Ti-Al metaller arası bileşikleri (özellikle Ti_xAl , $x=3$ veya 1) artan sıcaklıklardaki iyi mekaniksel özellikleri, yüksek erime noktaları ve düşük yoğunluklarından dolayı son zamanlarda çok fazla ilgi çekmektedir [50, 51]. Sahip oldukları bu özelliklerinden dolayı Ti_xAl ($x=3$ veya 1) tabanlı alaşımlar uzay ve otomotiv sanayisindeki uygulamalar için beklenen yapısal malzemeler olarak düşünülmektedir. Özellikle, çok iyi dayanım/ağırlık oranına sahip yüksek sıcaklık yapısal malzemelerine duyulan ihtiyaç TiAl tabanlı alaşımların gelişimine karşı çok büyük bir ilgi uyandırmıştır [52]. Bununla birlikte, çevre sıcaklığındaki zayıf mekaniksel özellikleri (uzama kabiliyeti ve tokluk) onların pratik uygulama alanlarını kısıtlamaktadır [53].

$TiAl_2$ ve Ti_xAl_y gibi metaller arası bileşikler ise endüstriyel uygulamalar için iyi mekaniksel özellikler sunmamaktadır [45].



Şekil 3.1. Ti-Al sisteminin faz diyagramı [44].



Şekil 3.2. Ti-Al sistemindeki Ti_3Al , TiAl ve TiAl_3 faz modellerinin kristal yapıları .

4. KATIŁAŐMA MEKANİZMALARI

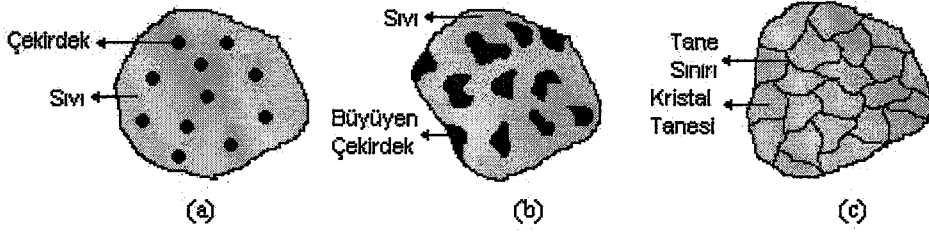
Hemen hemen tüm metal ve alařımları, bazı seramik ve polimer malzemeler üretimlerinin bir aşamasında sıvıdır. Sıvı, katılaşma sıcaklığının altına soğutulduđu zaman katılaşmaya başlar ve ortaya çıkan yapı katılaşmış durumda iken veya ek olarak ısıt veya mekanik işlemler uygulanmış halde iken kullanılabilir. Katılaşma süreci içinde ortaya çıkan yapı mekanik özellikleri etkileyebileceđi için amaç doğrultusunda istenilen özelliklere sahip yapıyı elde etmek için başka işlemlere de ihtiyaç duyulabilir. Örneđin çok taneli bir yapı elde etmek için döküm sırasında tane incelticiler kullanılabilir.

4.1. Metallerin Katılaşması

Metallerin çođu eritilerek yarı bitmiş veya bitmiş parça şeklinde döküldüđünden dolayı metal ve alařımların katılaşması önemli bir üretim şeklidir. Katılaşma sırasında atomik diziliş, en düzenli kısa mesafeli düzenden uzun mesafeli düzene yani kristal yapıya kadar deđişir. Metalik eriyiklerin bazı özelliklerinden bahsedilecek olunursa atomları uzun mesafeli düzen yerine kısa mesafeli düzen sergiler, yoğunlukları hemen hemen kristallerinkine yakındır, atomlarının hareketliliđi su moleküllerinin hareketliliđi kadar yüksektir, entropileri kristallerin entropisinden yüksektir ve entalpileri de kristallerin entalpisinden yüksektir [54]. Genel olarak katılaşma iki aşamada meydana gelir:

- a) Çekirdeklenme,
- b) Büyüme ve tane yapısının oluşumu.

Çekirdeklenme, küçük katı parçacıkların sıvıdan embriyolaşması (aynı moleküllerin bir araya gelerek oluşturduđu katıya benzer bir yapı) ile olur [28] ve bu embriyonun etrafında büyüme meydana gelerek madde katılaşır. Çekirdek kararlı olmadan önce minimum kritik yarıçapa gelmelidir. Katılaşma sırasında büyüme, sıvı içerisindeki atomların katı çekirdeklere difüzyonu ile meydana gelir ve bu durum sıvı bitene kadar devam eder. Şekil 4.1'de sıvı içerisindeki atomların çekirdeklenmesi sonucu son katının tane yapısının oluşumu şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 4.1 Metallerde katılaşmanın ilerleyişinin şematik gösterimi.

4.1.1. Sıvı Metallerde Kararlı Çekirdeklerin Oluşması

Sıvı metallerde kararlı çekirdeklerin oluşumu için belirli şartlara bağlı olarak iki ana mekanizma vardır:

4.1.1.1. Homojen Çekirdeklenme

Herhangi bir sıvı soğumaya bırakıldığında zaman katılaşma sıcaklığına ulaşıldığında hemen katılaşmaz. Sıvı, soğutma hızına bağlı olarak katılaşma sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta katılaşır. Bilindiği gibi katılaşmanın ilk aşaması sıvı içerisindeki atomların bir embriyo oluşturup çekirdeklenmesi ile başlar. Çekirdeklenme homojen ve heterojen olmak üzere iki çeşittir. Homojen çekirdeklenme, çekirdeklenmenin en basit durumudur ve içerisinde herhangi bir safsızlık olmayan saf sıvı malzemelerin çekirdeklenmesine denir [28, 54]. Bu durum saf sıvı metalin, denge katılaşma sıcaklığının yeteri kadar altına soğutulduğu zaman yavaşlayan atomların birbirine bağlanması sonucu meydana gelir. Bundan dolayı alt soğuma, sıvı içerisindeki çekirdeğin kritik boyutu aşmasını sağlayacak kadar büyük olmalıdır. Denge katılaşma sıcaklığı ile gerçek katılaşma sıcaklığı arasındaki fark alt soğuma olarak tarif edilir. Sıvının erime veya katılaşma sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta katılaşmasının sebebi sıvının içerisinde yeni bir katı-sıvı arayüzeyinin oluşabilmesi için büyük miktarda enerjiye ihtiyaç duyulmasıdır. Bu enerji alt soğuma miktarından sağlanmaktadır. İkili bir alaşımda alt soğuma arayüzeyin eğriliğine, sıvının bileşimine ve atomların sıvıdan katıya geçmesi için gerekli olan enerji miktarına bağlıdır.

Homojen çekirdeklenme için çok büyük bir sürücü kuvvete ihtiyaç duyulur [55]. Sürücü kuvvet aşırı soğutulmuş sıvı ile katı arasındaki serbest enerji farkına denir. Homojen çekirdeklenmede serbest enerjideki toplam değişim, hacimsel serbest enerjideki azalma ve

yüzey serbest enerjisindeki artma olmak üzere iki kısımdan oluşur. Böylece homojen çekirdeklenme için sürücü kuvvet,

$$\Delta G = V\Delta G_V + A_{ks}\sigma_{ks} \quad (4.1)$$

şeklindedir. Burada ΔG_V oluşan katının birim hacim başına düşen hacimsel serbest enerjisi, A_{ks} katı-sıvı arayüzey alanı ve σ_{ks} de katı-sıvı arayüzey enerjisidir. Hacimsel serbest enerji sıvı metal denge katılaşma sıcaklığının altına soğutulduğu zaman, sıvıdan katıya dönüşümü sağlayan enerji, katı ve sıvının hacim serbest enerjileri arasındaki farktır. Hacimsel serbest enerji,

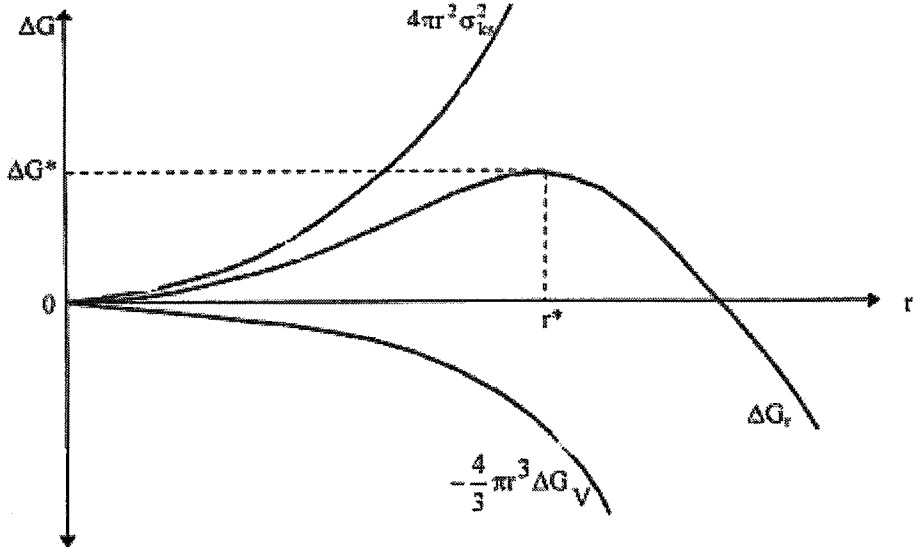
$$\Delta G_V = \frac{L\Delta T}{T_E} \quad (4.2)$$

şeklindedir. Burada L erime gizli ısı, ΔT alt soğuma ve T_E erime sıcaklığıdır. Sıcaklık, katılaşma sıcaklığından daha da aşağıya düştüğünde giderek büyüyen bu enerji farkı katıyı daha kararlı (dengeli) hale getirir.

Homojen çekirdeklenmenin başlangıcında oluşan çekirdekçiğin r yarıçaplı bir küre olduğu kabul edilirse bu çekirdekçiğin serbest enerjisindeki değişim,

$$\Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_V + 4\pi r^2 \sigma_{ks} \quad (4.3)$$

ile verilir. ΔG 'nin r 'ye göre değişimi Şekil 4.2'de gösterilmektedir. r 'nin küçük değerlerinde ΔG kritik bir değere kadar artar ve kritik değerde maksimum olduktan sonra azalır. ΔG 'nin maksimum olduğu andaki r değerine kritik yarıçap denir ve r^* ile gösterilir. Kritik yarıçapa karşılık gelen serbest enerji ise ΔG^* ile gösterilir ve aktivasyon enerjisi olarak adlandırılır. Çekirdeklenme kritik yarıçapta başladığı için çekirdekçiğin yarıçapı r^* olur.



Şekil 4.2. Homojen çekirdeklenmede serbest enerjinin çekirdekçik yarıçapı ile değişimi [28].

Şekil 4.2 incelendiğinde, çekirdekçğin kritik yarıçapa ulaşması sırasında serbest enerjinin arttığı görülür. Eğer çekirdekçğin yarıçapı r , kritik yarıçaptan küçük ise bunların yeniden çözünmesi (erimesi) ile sistemin enerjisi azalacaktır. Bu durumda çözünmenin etkisiyle metal sıvı kalır, katılaşma başlamaz.

Toplam serbest enerji değişiminin diferansiyeli alınırsa kritik yarıçap ifadesi elde edilebilir. Şekil 4.2’de, kritik yarıçapta ΔG ’nin eğimi sıfır olacağından $\frac{d\Delta G}{dr}=0$ şartı denklem 4.3’e uygulandığında kritik yarıçap,

$$r^* = \frac{2\sigma_{ks}}{\Delta G_v} \quad (4.4)$$

şeklinde elde edilir. Denklem 4.2’nin 4.4’de yerine yazılması ile çekirdekçğin kritik yarıçapı,

$$r^* = \frac{2\sigma_{ks} T_E}{L\Delta T} \quad (4.5)$$

olarak bulunur. Denklem 4.5’in 4.3’te yerine yazılması ile homojen çekirdeklenme için kritik yarıçapa karşılık gelen aktivasyon serbest enerjisi,

$$\Delta G_{\text{hom}}^* = \frac{16\pi\sigma_{\text{ks}}^3}{3(\Delta G_{\text{v}})^2} \quad (4.6.a)$$

$$\Delta G_{\text{hom}}^* = \frac{4}{3}\pi r^{*2}\sigma_{\text{ks}} \quad (4.6.b)$$

elde edilir. Denklem 4.5'ten görüldüğü gibi kritik yarıçap, σ_{ks} ile doğru, ΔG_{v} ile ters orantılı değişmektedir. Böylece σ_{ks} 'nin artmasıyla ve alt soğumanın azalmasıyla kritik yarıçap artar.

Katılaşma sırasında alt soğumanın değeri arttıkça hacimsel serbest enerjideki değişim de büyüyecektir. Buna karşın yüzey serbest enerjisinin serbest enerjide meydana getirdiği değişim sıcaklığa çok fazla bağlı değildir. Bu nedenle kritik yarıçapı esas olarak ΔG_{v} belirler [31].

Kritik yarıçapın alt soğuma miktarına bağlılığı aşağıdaki gibi ifade edilir,

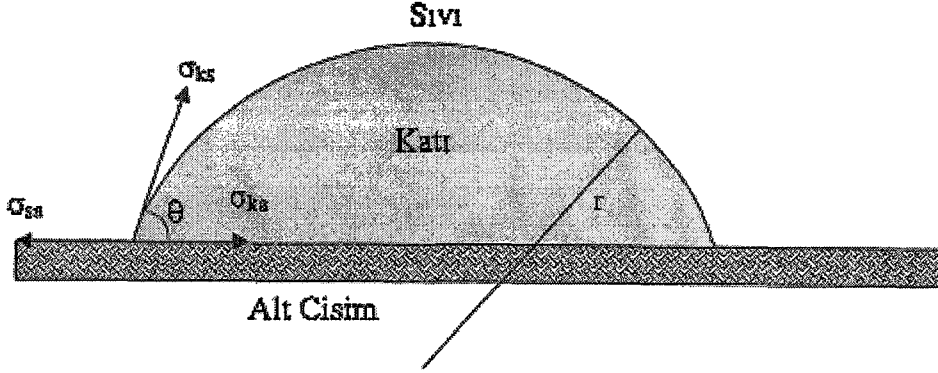
$$r^* = -\frac{2\sigma_{\text{ks}}T_{\text{m}}}{L\Delta T} \quad (4.7)$$

burada T_{m} denge katılaşma sıcaklığıdır. Saf metallerde homojen çekirdeklenme için en büyük alt soğumaların miktarı 80 °C ile 332 °C arasında değişmektedir. Sıvının sıcaklığı T olduğunda $\Delta T = T_{\text{m}} - T$ alt soğumadır. Bir yaklaşım olarak, homojen çekirdeklenme $\Delta T = 0,2T_{\text{m}}$ olduğunda oluşur [7].

4.1.1.2. Heterojen Çekirdeklenme

Heterojen çekirdeklenme tabiatta en çok gözlenen çekirdeklenmedir ve alışılmamış laboratuvar deneyleri dışında sıvı metal içinde homojen çekirdeklenme asla olmaz. Heterojen çekirdeklenme, homojen çekirdeklenmeye nazaran daha kısa süre içerisinde gerçekleşir ve sıvı metal içerisinde bulunan yabancı bir madde üzerinde şapka şeklinde bir çekirdekçığın oluşması ile başlar. Bu yabancı maddeler çekirdeklenme için gereken alt soğuma miktarını düşürerek çekirdeklenmenin kolayca oluşmasını sağlar. Sıvı ile temas halinde bulunan kap duvarları, yabancı ve katkı maddeleri çekirdeklenme için uygun yüzey sağlayabilirler. Heterojen çekirdeklenmede düz bir alt cisim üzerinde küresel bir çekirdeklenmenin meydana geldiği kabul edilir. Şekil 4.3'te heterojen çekirdeklenme şematik olarak gösterilmektedir. Şekil 4.3'te, σ_{ks} katı çekirdekçik ile sıvı arasındaki arayüzey enerjisini, σ_{ka} katı ile alt cisim arasındaki arayüzey

enerjisini, σ_{sa} ise sıvı ile alt cisim arasındaki arayüzey enerjisini ifade etmektedir. θ açısı ise temas (ıslatma) açısı olarak adlandırılır.



Şekil 4.3. Heterojen çekirdeklenmenin şematik olarak gösterimi [28].

Katı çekirdek, sıvı ve alt cisim arasındaki arayüzey enerjisinin mekanik denge şartından,

$$\sigma_{sa} = \sigma_{ka} + \sigma_{ks} \cos \theta \quad (4.8)$$

elde edilir. Homojen çekirdeklenmede yapılan işlemlere benzer işlemlerin yapılması sonucunda heterojen çekirdeklenme için serbest enerji ifadesi aşağıdaki gibi elde edilir.

$$\Delta G_{het} = \left(-\frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_v + 4 \pi r^2 \sigma_{ks} \right) \frac{1}{4} (2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta) \quad (4.9)$$

Kritik yarıçapta ΔG 'nin eğimi sıfır olacağından $\frac{d\Delta G}{dr} = 0$ şartı denklem 4.9'a uygulanarak kritik yarıçap,

$$r_{het}^* = \frac{2\sigma_{ks}}{\Delta G_v} \quad (4.10)$$

bulunur. Bu değer denklem 4.9'da yerine yazılırsa,

$$\Delta G_{het}^* = \frac{16\pi\sigma_{ks}^3}{3\Delta G_v^2} f(\theta) \quad (4.11)$$

elde edilir. Burada $f(\theta) = \frac{1}{4}(2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta)$ şeklinde olup temas açısı faktörü olarak adlandırılır. Denklem 4.6.a ile 4.11 birbirine eşitlenirse,

$$\Delta G_{\text{het}}^* = \Delta G_{\text{hom}}^* f(\theta) \quad (4.12)$$

elde edilir. Böylece heterojen çekirdeklenmedeki aktivasyon enerji engeli homojen çekirdeklenmedeki enerji engelinden $f(\theta)$ faktörü kadar daha küçüktür. Enerji engelinin küçük olması heterojen çekirdeklenmenin daha hızlı gerçekleşmesini sağlar. Denklem 4.12'den görüleceği gibi temas (ıslatma) açısının küçük olması heterojen çekirdeklenmedeki enerji engelini azaltmaktadır. $\theta=0^\circ$ olduğunda $\Delta G_{\text{het}}^* = 0$ olur. Bu durumda çekirdeklenme yok demektir. $\theta=180^\circ$ olduğunda ise $\Delta G_{\text{het}}^* = \Delta G_{\text{hom}}^*$ olur. Bu durumda çekirdeklenme homojendir ve çekirdekçiğin alt cisimle hiçbir teması yoktur.

Bütün mühendislik metalleri ve alaşımları katılaşma anında heterojen olarak çekirdeklendirilirler. Çünkü çekirdekçiğin kritik boyuta ulaşması için gerekli olan alt soğuma miktarı oldukça azdır ve çekirdeklenme süresi çok kısadır.

Erimiş sıvı metal içine safsızlık maddeleri bazı durumlarda, istenilen özelliklere sahip bir malzeme elde etmek için, bilinçli olarak katılabilir. Metallere uygulanan bu işlemlerde böyle parçacıklar tane inceltici olarak tanımlanır. Örneğin, %0,2-%0,05 Ti ile %0,01-%0,03 B atomları sıvı alüminyum alaşımlarının çoğuna katılır. Bu durumda sıvı alüminyum içerisinde oluşan katı TiB_2 parçacıkları heterojen çekirdeklenme için etkili yerler olarak görev yaparlar. Yapı içerisindeki her tane bir çekirdekten büyüyeceği için tane incelticilerin sıvı metal içerisine katılmasıyla çekirdeklenme yerlerinin sayısı artar ve ortaya çok taneli bir yapı çıkar. Artan tane sayısı ile tane sınırı yüzey alanı da artacağından oluşan bu yüzey alanları kaymayı ve çizgisel kusurların hareketini daha etkili bir şekilde engelleyerek tane boyutu dayanımını artırır.

4.2. Sıvı Metal İçinde Kristallerin Büyümesi ve Tane Yapısının Oluşması

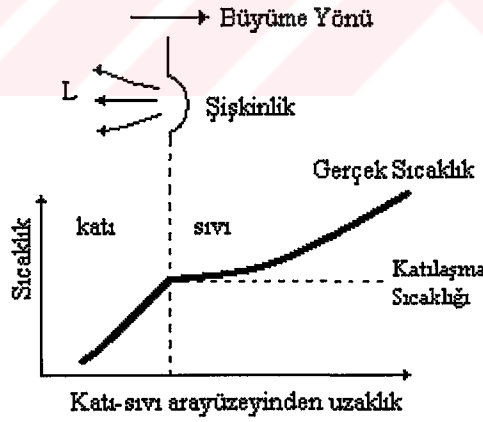
4.2.1. Büyüme

Bilindiği gibi, sıvı metalin katılaşması sırasında önce katı çekirdekler oluşur. Sıvı içindeki atomların katı çekirdeğe difüzyonu sonucu büyüme meydana gelir. Saf metallerde, katılaşma sırasında büyüme ısının sıvı-katı arayüzeyinden nasıl uzaklaştırıldığına bağlıdır. İki tip ısı uzaklaştırma vardır. Bunlar, sıvının özgül ısı ve erime gizli ısıdır. İlk önce özgül ısı sıvı katılaşma sıcaklığına soğuyana kadar çevreye veya kalıba iletilmekle uzaklaştırılmalıdır.

Düzensiz sıvı yapının daha kararlı kristal yapıya dönüşüm enerjisi olan erime gizli ısı katılma tamamlanmadan önce sıvı-katı arayüzeyinden uzaklaştırılmalıdır. Bu yolla uzaklaştırılan erime gizli ısı büyüme mekanizmasını ve son yapıyı belirler. Genel olarak iki çeşit büyüme mekanizması vardır:

4.2.1.1. Düzlemsel Büyüme

Çok sayıda heterojen çekirdek ihtiva eden (aşılınmış olan) bir sıvı metalin denge durumunda yavaşça soğuduğu kabul edilsin. Sıvı metalin sıcaklığı, katılma sıcaklığından daha yüksektir, yani katının sıcaklığı katılma sıcaklığında veya altındadır. Katılmanın devam etmesi için erime gizli ısının çevreye doğru iletimle (kondüksiyonla) uzaklaştırılması gerekir. Herhangi küçük bir şişkinlik, Şekil 4.4’de gösterildiği gibi, katılma sıcaklığının üzerindeki sıvı metal tarafından çevrilen arayüzeyde büyümeye başlar. Bu şişkinliğin büyümesi geride kalan arayüzeyle aynı hizaya gelince durur. Düzlemsel büyüme olarak bilinen bu büyüme mekanizması düzgün katı-sıvı arayüzeyinin sıvıya doğru ilerlemesi ile olur ve erime gizli ısı katı boyunca dağıldığı için katı-sıvı arayüzeyi kararlı olur. Sonuçta küre biçiminde taneler oluşur [7, 54].

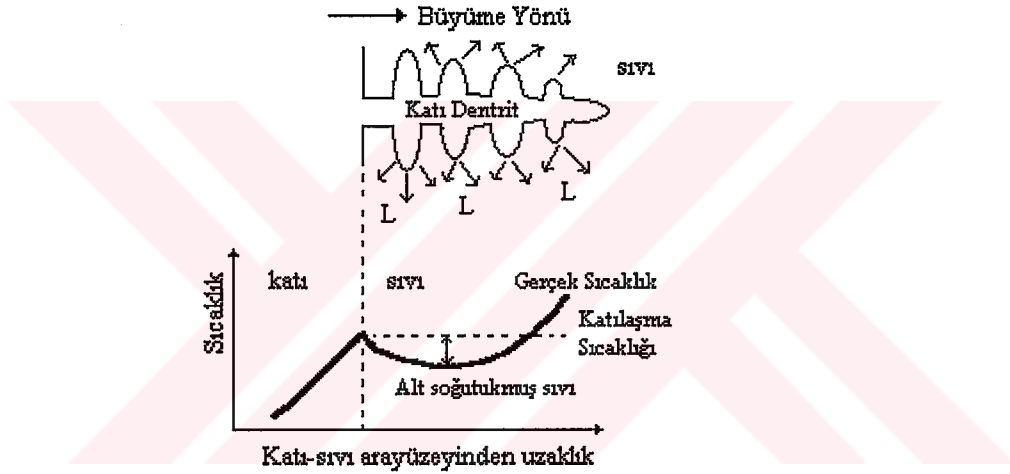


Şekil 4.4. Alt soğutulmamış sıvıda meydana gelen düzlemsel büyümenin ilerleyişi [7].

4.2.1.2. Dentritik Büyüme

Çekirdeklenmenin zayıf olduğu sıvı metallerde, katılma, katılma sıcaklığında başlamaz. Çekirdeklenmenin oluşabilmesi için alt soğuma gereklidir [54]. Bu şartlar altında,

arayüzeyde dentrit olarak bilinen küçük katı şişkinlik oluşur ve büyüme devam ederken erime gizli ısı alt soğuyan sıvıya iletilir (Şekil 4.5). Sıvı alt soğumaya uğradığı için, oluşan katı şişkinlik içindeki sıcaklık daha fazla düşer. Böylece düz katı-sıvı arayüzeyi kararsız olur ve katı şişkinlikler yani kristalimsi çıkıntılar ağaç gibi dallara (dentritik yapı) ayrılır. Oluşan katı dentritik yapı sıvının sıcaklığının katılaşma sıcaklığına yükselmesini sağlar. Üç boyutta oluşan ikincil ve üçüncül dentrit kollarının oluşumu erime gizli ısının dağılım hızına bağlı olarak değişir. Genel olarak dentritik büyümenin oluşumdaki temel etken; sıvı içerisindeki sıcaklık dağılımının (gradyanının) negatif olmasına bağlı olarak katı-sıvı arayüzeyinde meydana gelen kararsızlıktır. Kübik metallerde dentritik büyüme $\langle 100 \rangle$ doğrultusunda meydana gelir [56] ve yapının şeklinin nedeni de kristal atomlarının anizotropik olarak katılaşmasıdır.



Şekil 4.5. Alt soğutulmuş sıvıda meydana gelen dentritik büyümenin ilerleyişi [7].

Dentritik büyüme, alt soğuyan sıvının sıcaklığının katılaşma sıcaklığına ulaşmasına kadar devam eder. Geriye kalan sıvı ise düzlemsel büyüme ile katılaşır.

Düzlemsel büyüme ile dentritik büyüme arasındaki farklılık, farklı gizli ısılara sahip sıvı gölcükleri nedeniyle ortaya çıkar. Düzlemsel büyümede erime gizli ısı kap veya kalıp tarafından emilir. Dentritik büyümede ise erime gizli ısı alt soğuyan sıvı tarafından emilir. Saf metallerde dentritik büyüme, normal olarak toplam büyümenin yalnızca küçük bir kısmını temsil eder. Alt soğuma miktarı arttıkça dentritik büyüme de artar.

4.2.2. Tane Yapısının Oluşumu

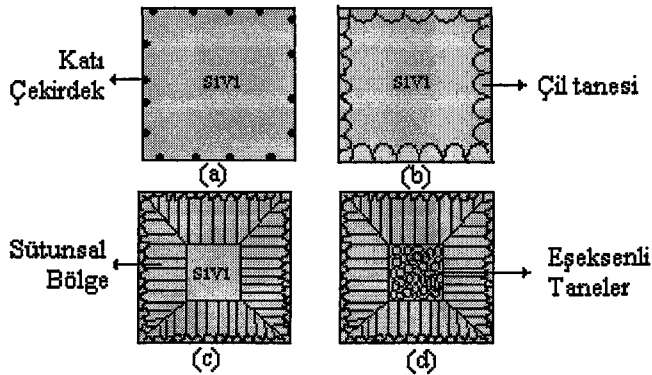
Katılaştan bir metal veya alaşımda oluşan kararlı çekirdeklerin büyümesi sonucu taneler oluşur. Malzemenin katılaşma sürecinde meydana gelen olaylara ve yapılan işlemlere bağlı olarak malzemenin tane yapısı değişebilir. Malzeme içindeki tane sayısına bağlı olarak yapı çok kristalli (çok taneli) veya tek kristalli (tek bir taneli) olabilir. Çok kristalli bir yapı düşünüldüğünde katılaştan her tanede atomik diziliş aynı olmakta, fakat her bir tanenin yönelimi farklı olmaktadır (Şekil 4.1.b). Metal veya alaşımın katılaşması bittikten sonra, farklı yönelime sahip taneler bitişerek yönelimin birkaç atom boyunca değiştiği tane sınırlarını oluştururlar (Şekil 4.1.c).

Elde edilen katı malzemenin tane yapısı, malzemenin sıvı haldeki çekirdeklenme yerleri sayısı ile ilişkilidir. Çekirdeklenme sayısı az ise büyük taneli bir yapı, çok olması durumunda ise tane sayısının fazla olduğu ince taneli bir yapı oluşacaktır. Eğer malzeme içinde tek bir çekirdeklenme yeri varsa, sonuçta oluşan yapı tek kristallidir, yani yapı içindeki atomların hepsi aynı doğrultuda katılaşarak dizilmiştir.

İnce tane yapısı, katılaştan malzemenin dayanımı ve tekbiçimli yapısı için önemli olduğundan, hemen hemen bütün mühendislik metalleri ve alaşımları ince tane yapısıyla üretilir.

Eritilmiş bir metal hareketsiz bir kalıba tane incelticiler kullanılmadan dökülecek olursa katılaşması sonucu üç farklı yapıda özellik gösteren bölgeler oluşur. Bunlar çil bölgesi, kolon biçimli taneler içeren sütunsal bölge ve eşeksenli taneler içeren eşeksenel bölgelerdir.

Çil bölgesi, döküm yüzeyinde dar bir bant halinde gelişmiş güzel yönlenmiş olan tanelerin oluştuğu bölgedir (Şekil 4.6.b). Sıvıdan daha soğuk olan kalıp duvarları heterojen çekirdeklenmenin oluşabileceği pek çok uygun yüzey sağlar. Böylece çok sayıda tane büyümeye başlar ve kalıp duvarları boyunca büyür.



Şekil 4.6. Katılaşma sırasında soğuk döküm kalıbı içinde oluşan tane yapısının şematik gösterimi [7].

Sütunsal bölge, belirli kristolografik doğrultularda yönlendirilmiş olan uzun kolon biçimli taneleri içerir (Şekil 4.6.c). Dökümün ısısı kalıp malzemesi tarafından uzaklaştırıldığında, çil bölgesindeki taneler ısı akışına ters yönde veya dökümün en soğuk bölgesinden en sıcak bölgesine doğru büyür. Kolon biçimli taneler oluşurken çekirdek sayısı azdır ve bu taneler kalıp duvarına dik olarak büyürler.

Sütunsal bölge anizotropik özellikler sağlamaktadır. Bu bölgenin oluşumu çekirdeklenmeden daha çok büyümeden etkilenir. Sıvı, orijinal olarak alt soğutulmuş ise, taneler birçok dentritten meydana gelir, aksi taktirde, alt soğuma olmamış ise, katılaşma kolon biçimli tanelerin düzlemsel büyümesi ile ilerleyebilir.

Çoğu durumda, saf metal bütün sıvı katılaşınca kadar sütunsal olarak büyümeye devam eder. Bununla birlikte, alaşımlarda ve bazı saf metallerde, özel durumlarda, dökümün merkezinde eşeksenli bir bölge oluşur. Eşeksenli bölge, sık sık, düşük döküm sıcaklığı, alaşım elementleri veya tane inceltme ile aşılavıcı malzemelerin neden olduğu yeni oluşan, gelişi güzel yönelimli taneler içerir. Bunlar kolon biçimli tanelerin büyümesini durdurur ve bunların büyümeleri her yönde yaklaşık olarak aynı hızda olmaktadır. Eşeksenli bölgenin oluşumu, çekirdeklenme kontrollü bir işlemdir ve bu bölgelerde izotropik davranış sergilenir.

4.3. Alaşımlamanın Mekanik Özelliklere Etkisi ve Alaşımların Katılaşması

4.3.1. Alaşımlamanın Mekanik Özelliklere Etkisi

Saf metaller bir çok mühendislik uygulanmasında kullanılır, ancak çoğu zaman özellikle iyileştirilmiş mekanik özellikler istendiğinde alaşımlar ve malzemelerin karışımı istenir. Bu doğrultuda saf bir metalin yapısına (bileşimine) başka maddeler katılarak özellikleri amaca uygun olarak değiştirilebilir. Bu şekilde yüksek dayanıma sahip malzemeler üretilebilir. İyileştirilen dayanımın düzeyi temel olarak iki faktöre bağlıdır [2, 7]:

Birincisi; çözücü ile çözünen element atomları arasındaki boyut farkı dayanım etkisini artıracaktır. Bu boyut farkı artıkça, çözücü elementin birim hücresindeki çarpılma da artacağından çizgisel kusurların hareketi zorlaşacaktır. İkincisi; çözücü element içerisinde artan çözünen element atomlarının miktarı da dayanımın artmasına neden olacaktır. Örneğin; Cu-%20Ni alaşımı Cu-%10Ni alaşımından daha dayanıklıdır.

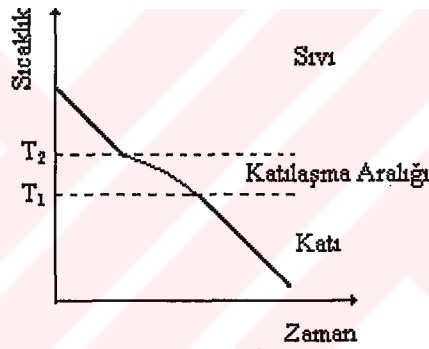
Saf bir malzeme ile o malzemenin katkılanması sonucu elde edilen alaşımın mekanik özellikleri karşılaştırıldığında aşağıdaki sonuçlar ortaya çıkar:

a) Alaşımların akma dayanımı, çekme dayanımı ve sertliği saf metallerinkinden daha yüksektir.

- b) Alaşımların uzama kabiliyeti, çoğunlukla saf metallere göre daha düşüktür.
- c) Alaşımların iletkenliği saf metallerinkinden düşüktür. Bu nedenle katı çözelti oluşturularak dayanımı artırılan alüminyum ve bakırın elektrik enerjisi iletiminde kullanılması tavsiye edilmez.
- d) Alaşımlama ile saf metallerin sürünme ve yüksek sıcaklık dayanımı iyileştirilir.

4.3.2. Alaşımların Katılaşması

Alaşımlar, saf metallere ve bileşiklerden farklı olarak sabit bir sıcaklıkta değil de belirli sıcaklık aralıklarında erir veya katılaşır. Şekil 4.7’de A ve B elementlerinden oluşan bir alaşımların soğuma eğrisi gösterilmektedir. Erime gizli ısı çok geniş bir sıcaklık aralığında uzaklaştırıldığından düz yatay bir çizgi yerine eğimli bir davranış göstermiştir. Bundan dolayı katılaşma T_1 - T_2 sıcaklık aralığında meydana gelmektedir.



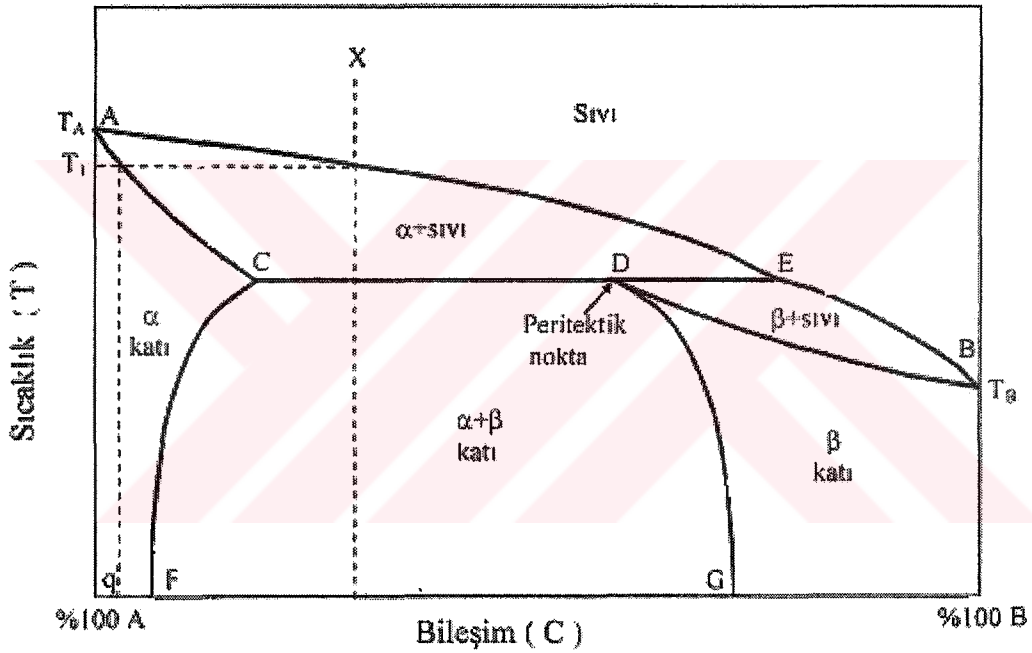
Şekil 4.7. Katılaşma alaşım için soğuma eğrisi.

Soğuma eğrileri yardımıyla alaşımların ve saf malzemelerin faz diyagramları elde edilir. Faz diyagramlarından faydalanılarak alaşımların katılaşması ve bu esnada meydana gelen olaylar daha iyi bir şekilde açıklanabilir. Bundan dolayı ilk etapta faz diyagramları hakkında bilgi vermek daha faydalı olacaktır. Faz diyagramları, maddenin farklı basınç, sıcaklık ve bileşimindeki mikroyapısını gösteren bir haritadır diye tarif edilebilir [57]. Bu üç özelliği tek bir diyagramda göstermek hem zor hem de çok kullanışlı olmayacağından faz diyagramları genellikle basınç-sıcaklık, basınç-bileşim ve sıcaklık-bileşim şeklinde ayrı ayrı ele alınırlar. Faz diyagramları tek bileşenli malzemeler için çizildiği gibi ikili veya üçlü alaşım sistemleri için de çizilebilir. Bu çalışmada metalik ikili alaşım sistemi üzerinde çalışıldığı için kullanılan alaşıma uygun olan ikili alaşımın katı-sıvı geçişlerinde, yani alaşımın katılaşma sürecinin bahsedileceği sıcaklık-bileşim faz diyagramı üzerinde durulacaktır. İkili faz diyagramları, iki metalin farklı

oranlarda karıştırılması ile ortaya çıkan farklı fazları sıcaklığa bağlı olarak gösteren diyagramdır.

İki elementli alaşımların bir çoğu, birbiri içerisinde sınırsız eriyebilirlik sergileyen izomorfuz sistemlerden daha karmaşık faz diyagramları oluştururlar.

Bu çalışmada kullanılan Al-Ti ikili alaşımı peritektik bir alaşımdır. Peritektik alaşım; alaşımı meydana getiren iki elementin saf haldeki erime sıcaklıklarının arasında bir erime sıcaklığına sahip olan alaşımlara denir [30]. Çalışma numunemizi örnek olarak verirse; saf haldeki alüminyumun erime sıcaklığı 660 °C, saf haldeki titanyumun erime sıcaklığı da 1670 °C'dir. Peritektik bileşimdeki Al-Ti alaşımının erime sıcaklığı ise 665 °C'dir. Şekil 4.8'de metalik ikili alaşımlarda peritektik faz diyagramı gösterilmiştir.

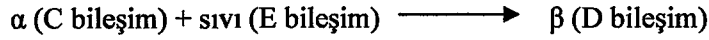


Şekil 4.8. İkili peritektik faz diyagramı [28].

Şekil 4.8'de A noktası A elementinin erime sıcaklığını, B noktası ise B elementinin erime noktasını temsil eder. AEB eğrisi sıvılık eğrisini, ACBD eğrisi ise katılık eğrisini göstermektedir. FC ve GD eğrileri de çözünürlük eğrileridir. CDE yatay doğrusu peritektik çizgi, D noktası ise peritektik nokta olarak adlandırılır.

Şimdi Şekil 4.8'de X kompozisyonuna sahip sıvının soğutulmasını düşünelim. Sistem soğutulduğunda T₁ sıcaklığında katılaşma başlayacak ve q bileşiminde α katı oluşacaktır. Katılaşmaya devam edildiğinde sıvının bileşimi sıvılık eğrisini takip ederek E noktasına kadar, katının bileşimi ise katılık eğrisini takip ederek C noktasına kadar ilerleyecektir. Peritektik

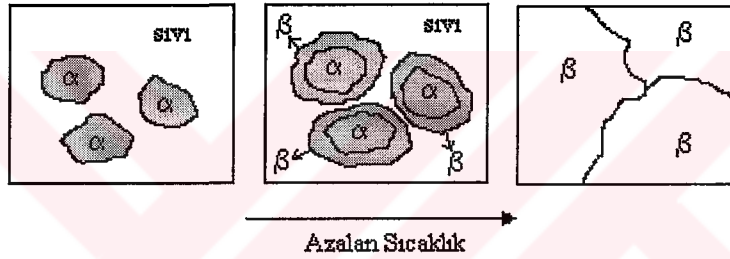
sıcaklığa yaklaşıldığında E bileşimindeki sıvı, C bileşimindeki α katısı ile dengededir. Peritektik sıcaklıktaki bu iki faz birbiriyle reaksiyona girerek β katı fazını oluştururlar. Bu reaksiyon,



şeklinde gösterilebilir. İşte bu reaksiyona peritektik reaksiyon denir [30].

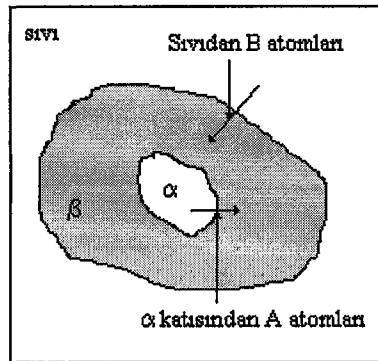
Görüldüğü gibi peritektik reaksiyonda bir sıvı faz ile bir katı fazın izotermal olarak reaksiyona girmesi sonucu yeni bir katı faz oluşmaktadır. Peritektik dönüşüm ile oluşan bu yeni katı faz çoğu kez bir arafazdır, ancak bazı durumlarda kenar katı çözeltisi de olabilir [27].

Şekil 4.9'da peritektik tepkimenin ilerleyişi şematik olarak gösterilmektedir. Peritektik alaşımların doğal katılaşmaları sırasında tepkimeyle oluşan katı faz içerisindeki atomların difüzyonu çok yavaş olduğundan peritektik tepkimeden çok fazla uzaklaşılır.



Şekil 4.9. $\text{Sıvı} + \alpha \rightarrow \beta$ peritektik tepkimesinin ilerleyişinin şematik gösterimi [31].

Bilindiği gibi, peritektik bileşimdeki bir alaşımların peritektik sıcaklık üzerinden yavaşça soğutulması sırasında bütün katı α fazı, sıvı ile tepkimeye girerek yeni bir katı β fazı oluşturur. Bununla birlikte alaşımların peritektik sıcaklık üzerinden hızla soğutulması sırasında ise kuşatma denen denge dışı bir olay meydana gelir. Peritektik tepkime sonucu oluşan β fazı Şekil 4.10'da görüldüğü gibi birincil α fazını kuşatır.



Şekil 4.10. Peritektik tepkime sırasında meydana gelen kuşatmanın şematik gösterimi. Sıvıdan α fazına doğru atomların geçişinin yavaşlığı β fazının α fazını kuşatmasına neden olur.

Meydana gelen β fazı, bir katı fazı ve difüzyon hızı nispeten yavaş olduğundan α fazı etrafındaki β fazı bir difüzyon engeli oluşturur. Bunun sonucu olarak peritektik tepkime hızı gittikçe yavaşlar. β fazı tabakasının kalınlığı, β ile α fazları içerisindeki atomların difüzyonuna bağlı olarak değişir. Peritektik reaksiyonun hızlanması için atomların β peritektik duvarını aşacak enerjiyi sahip olmaları gerekir. Tüm bunların sonucunda, peritektik bir alaşım hızlı bir şekilde katılaştığında birincil α 'nın oluşumu sırasında dengesiz katılaşmanın bir sonucu olarak ayrık yapı (segregasyon), peritektik tepkime sırasında ise ayrık yapıya sahip α 'nın β ile çevrildiği kuşatma meydana gelir [31].

Ayrık yapı veya ayrık yapıya sahip yapıların meydana gelmesinin nedeni, alaşımın hızlı katılaşması sırasında meydana gelen bileşim dağılımıdır.

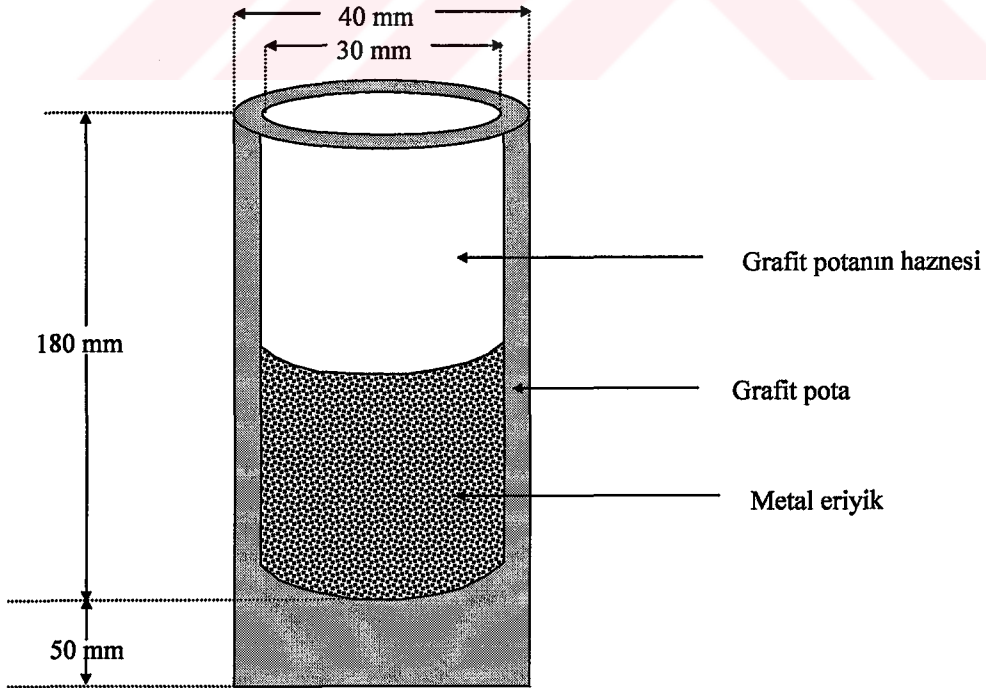


5. DENEYSEL İŞLEMLER

Deneyisel işlemler numune dökümünün yapılması, dökümü yapılan numunelerden TEM ve SEM numunelerinin hazırlanması olmak üzere üç bölümde incelenecektir. Bu çalışmada kullanılan Al-Ti alaşımlarının döküm işlemleri Erciyes Üniversitesi Fizik Bölümü Katıhal Fiziği Araştırma Laboratuvarları'nda Yrd. Doç. Dr. Kazım KEŞLİOĞLU tarafından yapılmıştır.

5.1. Numune Dökümü

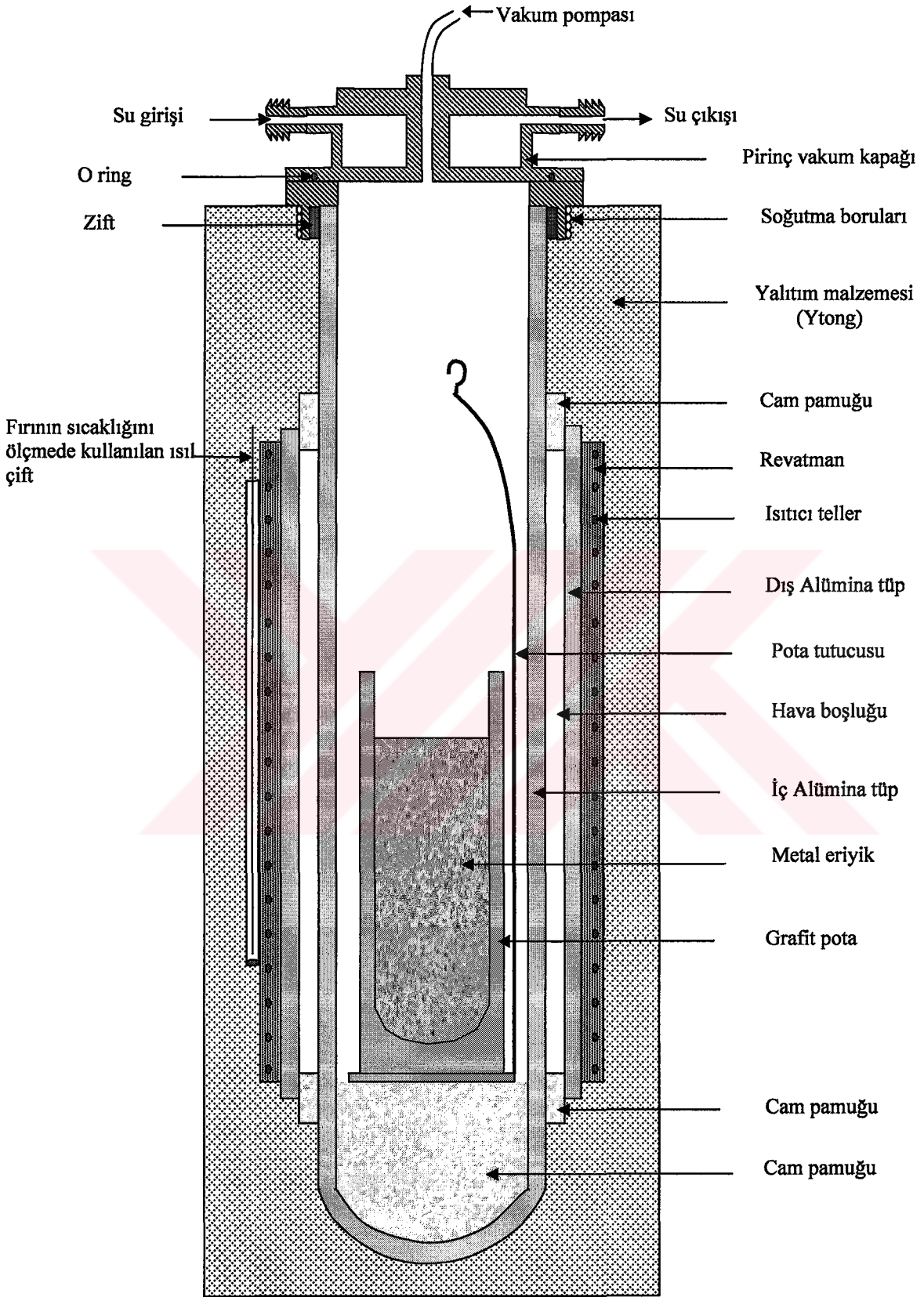
Bu çalışmada Al-Ti sistemi üzerinde çalışılmıştır. Farklı bileşen yüzdesi ve soğuma hızlarında dört farklı numune dökümü yapılmıştır. Bunlar; ağırlıkça %2 Ti içeriğine sahip Al-Ti ile 165 $\mu\text{m/s}$, 16 $\mu\text{m/s}$ ve 8 $\mu\text{m/s}$ soğuma hızlarında hazırlanan ağırlıkça %1 Ti içeriğine sahip Al-Ti alaşımlarıdır. Bu bileşimdeki alaşımların hazırlanabilmesi için ağırlıkça uygun orandaki metaller 0,1 mg'a duyarlı hassas terazi ile tartılmıştır. Bunun için %99,9 saflıkta alüminyum ve %99,95 saflıkta titanyum kullanılmıştır. Al-Ti sisteminde, dökümden önce toz formundaki alüminyum 30 mm çapında ve 180 mm derinliğindeki silindir şeklindeki grafit potaya konulmuştur. Döküm işlemlerinde grafit pota, huni ve kalıp kullanılmasının sebebi ısı iletkenliğinin metallerinkine yakın olması, çoğu metal ile etkileşmeye girmemesi ve kolay işlenebilir bir malzeme olmasıdır. Şekil 5.1'de gösterilen eritme potası vakumlu eritme fırınına yerleştirilerek alaşım yapmaya hazır hale getirilmiştir.



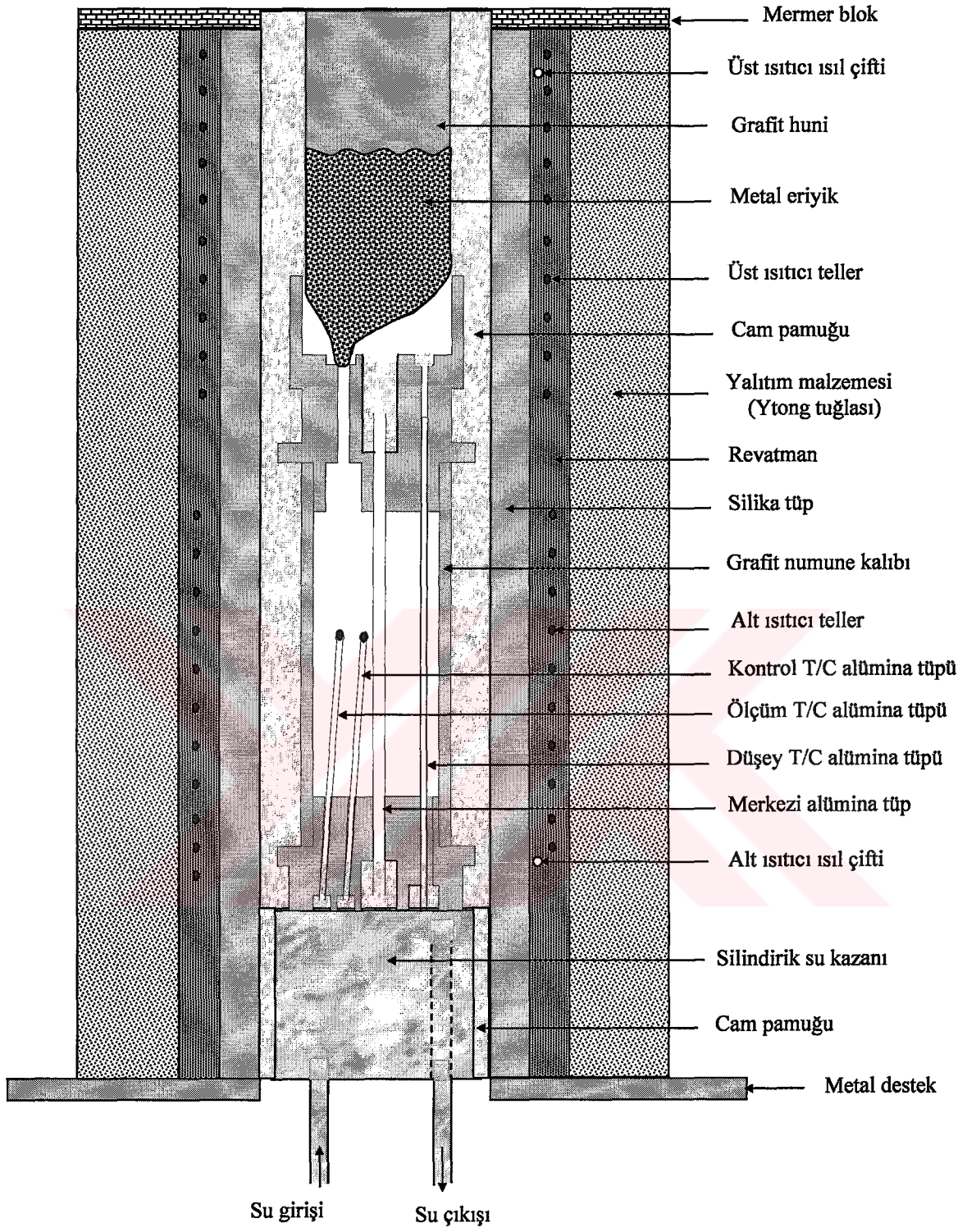
Şekil 5.1 Grafit eritme potası [28].

Vakumlu eritme fırını; metalik ikili alaşımları oluşturacak metallerin oksitlenmeden eritilmesini sağlamak amacı ile kullanılmıştır ve iç içe geçmiş iki alümina (alüminyum oksit) tüp, vakum pompası, sıcaklık kontrolcüsü, sabit bir güç vermekte kullanılan varyak ve su soğutma sisteminden oluşmaktadır (Şekil 5.2). Vakumlu eritme fırını 800 °C'ye ayarlanarak pota içerisindeki metalin erimesi sağlanmıştır. Pota içerisindeki alüminyum eridikten sonra vakum kapağı açılarak daha önceden alüminyum folyoya sarılmış olan titanyumlar pota içerisindeki erimiş sıvı alüminyuma daldırılmıştır. İlave edilen titanyumların erimesi beklenmiş ve daha sonra vakum kapağı bir kez daha açılarak sıvı eriyik grafit karıştırıcı çubuk ile karıştırılıp sıvı alaşımların homojen olması sağlanmıştır. Hazırlanan bu alaşımların doğrusal olarak katılaştırılmasının sağlanması için ikinci aşamada döküm fırını kullanılmıştır. Döküm fırını; grafit kalıp içerisindeki sıvı alaşım içinde hava boşluklarının kalmaması için alaşımı doğrusal katılaştırmak amacıyla tasarlanıp kullanılmıştır. Döküm fırını iki ucu açık silika tüp, alt ve üst ısıtıcılar ve su soğutma kazanından oluşmaktadır (Şekil 5.3). Vakumlu eritme fırınındaki sıvı alaşımların son halini alması sırasında döküm fırınının alt ısıtıcı bölgesinin sıcaklığı alaşımların erime sıcaklığına kadar, üst ısıtıcı bölgesinin sıcaklığı ise alaşımların erime sıcaklığının 100-150 °C üzerindeki bir sıcaklığa kadar ısıtılmıştır. Vakumlu eritme fırınında homojen bir alaşım haline getirilen eriyik bu fırından bir maşa yardımı ile alınarak döküm fırınında bulunan numune kalıbı içerisine grafit huni yardımıyla dökülmüştür. Sıvı içindeki hava kabarcıklarının çıkması için eriyik karıştırıldıktan sonra döküm fırınının alt ısıtıcısı kapatılmıştır. Üst ısıtıcı çalışırken numune kalıbının altında bulunan soğutma kazanından su geçirilmiştir. Böylece aşağıdan yukarıya doğru tek yönlü katılaştırma sağlanmıştır. Tek yönlü katılaştırmanın amacı, numune kalıbının tamamen doldurulmasını sağlayarak numune içinde hava boşluklarının oluşmasını engellemektir. Katılma tamamlandıktan sonra üst ısıtıcı da kapatılarak fırın bir gece boyunca soğumaya bırakılmıştır. Soğuduktan sonra grafit kalıptan çıkarılan numune Şekil 5.4'te gösterilmiştir.

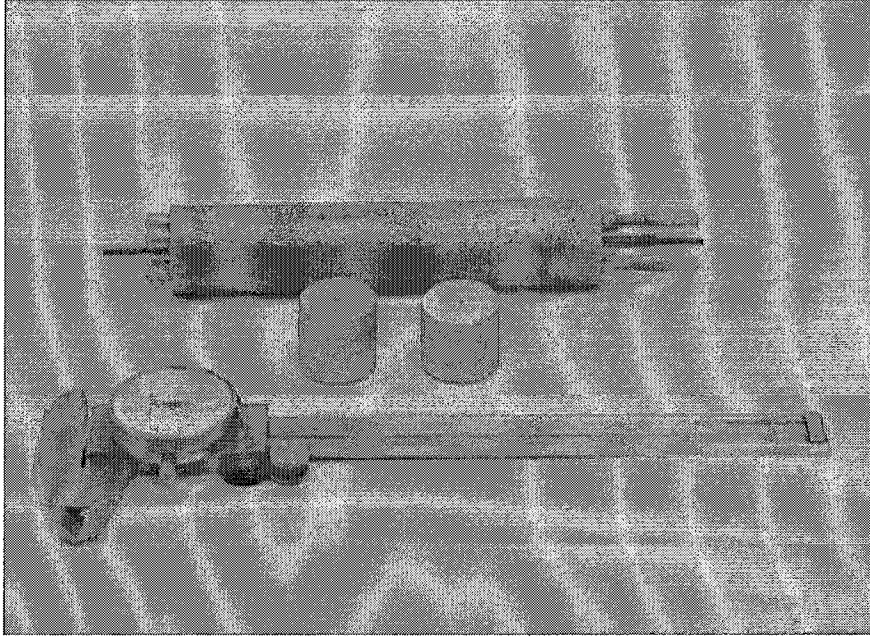
Yukarıda açıklanan işlemler Al-%2 Ti alaşımı için yapılmıştır. Bu alaşımda; alaşımların döküm fırınında çok yavaş bir şekilde kendi kendine soğuyup katılması sağlanmıştır. Al-%1 Ti alaşımında ise tek yönlü katılaştırma, kontrol edilebilen daha yüksek soğuma hızlarında Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırınında yapılmıştır. Bridgman tipi doğrusal katılaştırma fırını ile tüm kristal büyütmelerinin yaklaşık %40'ı yapılmakta ve mühendislik alanında gerilime dayanıklı malzeme üretimi için yaygın olarak kullanılmaktadır [58]. Kontrollü doğrusal katılaştırma fırınının kullanılmasındaki amaç, değişik sıcaklık dağılımı ve katılaştırma hızlarında farklı numuneler elde etmektir.



Şekil 5.2 Vakumlu eritme fırınının şematik gösterimi [28].

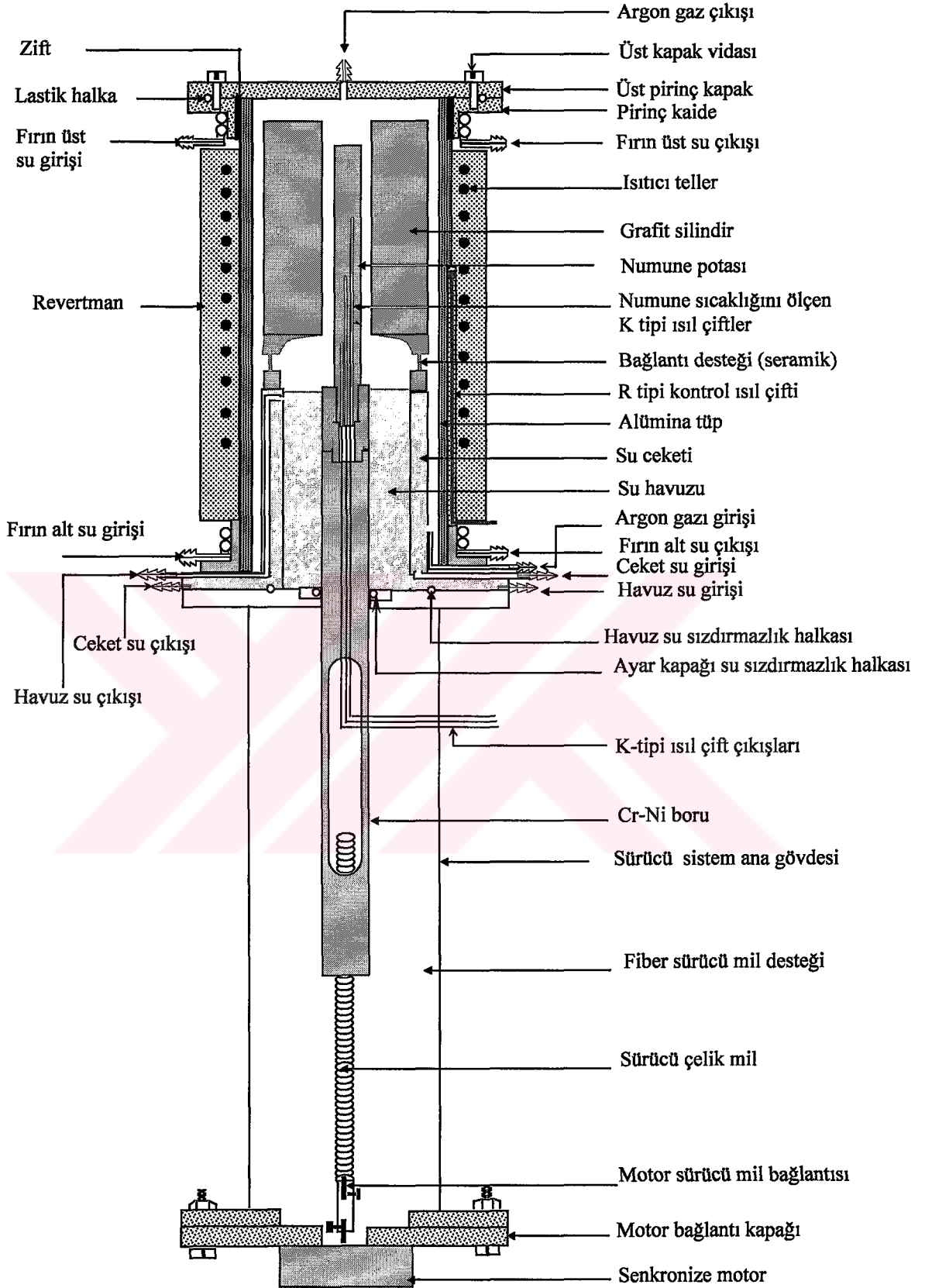


Şekil 5.3 Döküm fırınının şematik gösterimi [28].



Şekil 5.4 Grafit kalıptan çıkarılmış numune [28].

Şekil 5.5'te şematik olarak gösterilen kontrollü doğrusal katılaştırma fırınında, değişik katılma hızları elde etmek için motor bağlantılı bir sürücü sistem, farklı sıcaklık dağılımları oluşturmada kullanılan ısıtıcı ve soğutucu sistemler bulunmaktadır. Numune tutucusuna yerleştirilen numuneler, sürücü sistem vasıtasıyla sıcak bölgeden soğuk bölgeye çekilirken numune kalıbı içerisindeki sıvı alaşım en alt kısımdan başlayarak katılaşmakta ve katı-sıvı arayüzeyi yukarı yönde ilerlemektedir. Bridgman tipi doğrusal katılaştırma fırını kullanılarak üç farklı soğuma hızında Al-%1 Ti alaşımlarının kontrollü doğrusal katılaşması sağlanmıştır. Soğuma hızları sırasıyla 165 $\mu\text{m/s}$, 16 $\mu\text{m/s}$ ve 8 $\mu\text{m/s}$ 'dir.



Şekil 5.5 Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırını [28].

5.2. Elektron Mikroskop Numunelerinin Hazırlanması

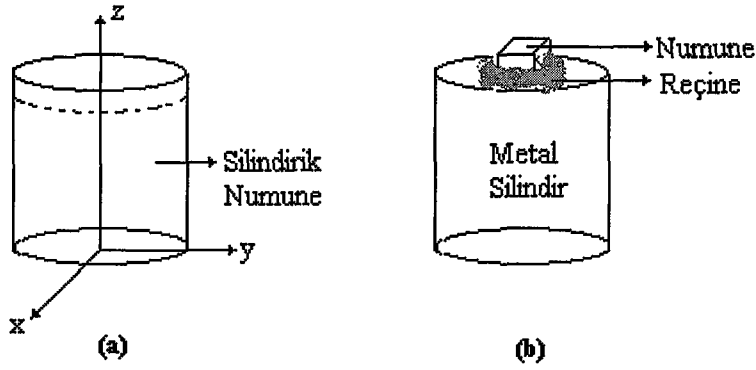
TEM ve SEM için numune hazırlama yöntemleri bir çok araştırmacı tarafından çok önemli bir çalışma olarak kabul edilmiştir. Elektron mikroskobu ile yapılan bu çalışmaların çoğunda da numune çok iyi hazırlanmış olmalıdır.

Bu tez konusunun tamamını oluşturan elektron mikroskobu incelemeleri TEM ve SEM ile yapılmıştır. Bu yüzden hazırlanacak olan numunelerin elektron mikroskobu gözlemlerinde sağlıklı sonuçları verebilecek kadar iyi ve kullanışlı olması gerekir. TEM gözlemlerinde kullanılacak olan numunelerin, elektronların içlerinden rahatça geçebileceği ölçüde ince ve temiz olması gerekir. SEM gözlemlerinde kullanılacak olan numunelerin ise temiz, pürüzsüz, parlak ve düzgün yüzeylere sahip olması gerekir. Bilindiği gibi TEM gözlemlerinden faydalanılarak numunelerin iç yapıları hakkında ve SEM gözlemlerinden faydalanılarak da numunelerin yüzey yapıları hakkında detaylı ve kesin sonuçlar elde edilebilmektedir.

5.2.1. TEM için Numune Hazırlama

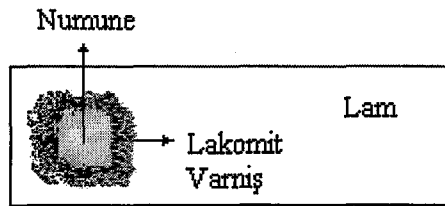
Bu tez çalışmasında kullanılan Al-Ti alaşımlarının TEM incelemelerinin yapılabilmesi için düzlem-görüntü (plan-view) numune hazırlama tekniği kullanıldı. Al-Ti düzlem-görüntü numunelerinin hazırlanmasında aşağıdaki adımlar takip edildi:

1. İlk önce döküm kalıbından çıkarılmış olan silindirik numunelerin Şekil 5.6.a'da gösterildiği gibi koordinat eksenleri belirlendi. Daha sonra Şekil 5.6.a'da kesikli çizgilerle gösterildiği gibi yaklaşık 2 mm kalınlığında bir dilim numuneden metal testere ve Elmas Tel Kesici (Diamond Wire Cutter (Well Walter Ebner CH 2400 Le Locle 3032-4)) kullanılarak kesildi.
2. Kesilen parça numune dilimi tekrar 2 x 2 mm boyutlarında kesildi. Bu kesme işlemi sırasında belirlenen koordinat eksenlerinin karışmamasına özen gösterildi.
3. Kesilen numuneler Şekil 5.6.b'de gösterildiği gibi metal silindirin üstüne z eksenini doğrultusunda reçine ve silikon ile ısıtılarak yapıştırıldı.
4. Yapıştırılan numuneler zımpara kullanılarak yaklaşık 0,2-0,5 mm'ye kadar inceltilti.



Şekil 5.6. (a) Silindirik numunenin koordinat eksen, (b) numunenin metal silindir üzerine reçine ile yapıştırılması.

5. İnceltilen numuneler aseton kullanılarak temizlendi. Temizlenen numunelerin orta kısımlarının delinmesinde iki farklı yöntem kullanıldı: Bazı numunelerin orta kısımları Argon-İyon Bombardmanı yöntemi ile, bazılarının ise orta kısımları kimyasal çözeltiler kullanılarak delindi. Kimyasal çözelti yöntemiyle hazırlanacak olan numuneler bir lam üzerine lakomit varniş (kimyasal sıvımsı madde) ile Şekil 5.7’de gösterildiği gibi ortası boş kalacak şekilde yapıştırıldı. Yapıştırılan numuneler yaklaşık 1 saat kurumaya bırakıldı.
6. Kurutulan numunelerin $40 \text{ cm}^3 \text{ HCl}$, $60 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{O}$ ve 0,5 gr nickel chloride asit çözeltisi [59] ile orta kısımlarının delinmesi sağlandı.
7. Lam üzerinde asit ile delinen numunelerin aseton ile lamdan ayrılmaları sağlandı.



Şekil 5.7. İnceltilen numunenin lam üzerine yerleştirilmesi ve üstten görüntüsü.

8. Son olarak numuneler metanol içerisinde iyice temizlendi. Böylece TEM için düzlem-görüntü numuneleri hazırlanmış oldu.

5.2.2. SEM için Numune Hazırlama

Al-Ti alaşımlarının SEM gözlemlerinin yapılabilmesi için mekanik ve kimyasal numune hazırlama yöntemleri kullanılarak SEM numuneleri hazırlandı. SEM numunelerinin hazırlanmasında aşağıdaki adımlar takip edildi:

1. Bölüm 5.2.1’de belirtildiği gibi ilk önce yine numunelerin koordinat eksenleri belirlendi. Daha sonra ise numuneden z doğrultusunda kalın bir dilim metal testere ve Elmas Tel Kesici (Diamond Wire Cutter) ile kesildi.
2. Kesilen numuneler Şekil 5.6.b’dekine benzer bir şekilde reçine ve silikon ile ısıtılarak yapıştırıldı.
3. Numune yüzeylerinin düzgün olmasını sağlamak için numuneler mekanik zımparalama aletinde zımpara kağıtları kullanılarak zımparalandı. Zımparalama işlemi sırasında numune yüzeyinin ısınmasını önlemek ve numune yüzeyi ile zımpara kağıdı arasında daha iyi bir temas sağlayabilmek amacıyla su soğutması kullanıldı.
4. Zımparalama sonucu düzgün yüzeylere sahip olması sağlanan numuneler mekanik parlatma aletinde elmas pasta (diamond paste) kullanılarak parlatıldı. Parlatma işlemi sırasında numune yüzeyinde leke oluşmasını önlemek için zaman zaman elmas pasta ilavesi yapıldı. Mekanik parlatmanın amacı pürüzsüz numune yüzeyleri elde etmektir.
5. Yüzeyi pürüzsüz hale getirilen numunelerin yüzeylerindeki mikroyapıları açığa çıkarabilmek için kimyasal dağlama işlemine geçildi. Dağlama işlemi için 90 ml saf su ve 10 ml HF karışımı [28] kullanıldı ve bu işlem numunelerin oda sıcaklığında karışıma 2-3 dakika süreyle daldırılması ile sona erdirildi. Bazı numunelere kimyasal dağlama işlemi uygulanmadı.
6. Son olarak numuneler iyice temizlendi ve böylece SEM numuneleri hazırlanmış oldu.

Bölüm 5.2.1 ve 5.2.2’de belirtildiği gibi hazırlanan numunelerin TEM ve SEM incelemeleri Türkiye’de Kırıkkale Üniversitesi Elektron Mikroskop Laboratuvarı’nda ve Almanya’da Max Planck Enstitüsü’nde yapıldı. Kırıkkale Üniversitesi’nde yapılan incelemelerde JEOL 3010 (HREM) ve JEOL JSM-5600 geçirmeli ve taramalı elektron mikroskopları, Max Planck Enstitüsü’nde yapılan incelemelerde ise JEOL 4010 (HREM) ve JEOL JSM 6340F geçirmeli ve taramalı elektron mikroskopları kullanıldı.



6. BULGULAR

Alüminyum ve alaşımları dünyada demir esaslı alaşımlardan sonra ikinci sırada en önemli metal malzeme grubunu oluşturmaktadır [3]. Sahip olduğu özelliklerin ve kullanım alanlarının başka metaller tarafından doldurulamaması Al ve alaşımlarının önemini artırmaktadır. Günümüz teknolojisine paralel olarak Al ve alaşımları uzay ve otomotiv sanayisinde yüksek performanslı malzemeler olarak dikkate alınmaktadır.

Bu çalışmada Al-Ti döküm alaşımları üzerinde çalışılmıştır. Titanyum yüksek dayanım/özkütle oranı, mükemmel aşınma direnci ve iyi yüksek sıcaklık özellikleri sergileyen nispeten hafif bir metaldir. Genel olarak Al-Ti alaşımları günümüz teknolojisi ve sanayisinde hafifliğin ve dayanımın ön planda olduğu alanlarda kullanılmaktadır ve onların sahip olduğu düşük yoğunluk, yüksek sıcaklık dayanımı ve iyi aşınma direnci gibi bazı faydalı özellikler onları mühendislik ve uzay teknolojisi uygulamaları için çekici aday malzemeler yapmaktadır.

Al-Ti (ağırlıkça % 1, 2) alaşımlarının mikroyapıları taramalı ve geçirmeli elektron mikroskopi tekniklerinin kullanılması ile incelendi. TEM ile düzlem-görüntü numuneleri incelenirken aydınlık-alan ve karanlık-alan görüntü teknikleri, elektron difraksiyon yöntemleri ve yüksek ayırma güçlü elektron mikroskopisi görüntü tekniği kullanıldı. Düzlem-görüntü numunelerinde difraksiyona uğramadan numuneyi direkt olarak geçen elektron demetinin elektron demet ayarlayıcısı tarafından seçilmesi sonucu aydınlık-alan görüntüsü elde edildi. Bu görüntüde numunenin difraksiyona uğrayan bölgeleri karanlık, difraksiyona uğramayan bölgeleri ise aydınlık görünmektedir. Numunelerin karanlık-alan görüntüsü difraksiyona uğrayan elektronların elektron demet ayarlayıcısı tarafından seçilmesi sonucu elde edildi. Difraksiyona uğrayan demetin seçilebilmesi için ya numune belli bir açıda döndürülür ($\sim 1^\circ$) yada numune döndürülmeden numune üzerine gelen elektron demeti yoğunlaştırıcı mercekler tarafından belli bir açıda ($\sim 1^\circ$) yolundan saptırılır. Böylece numune üzerine gelen ana elektron demeti elektron demet ayarlayıcısının dışına çarpar ve difraksiyona uğrayan demetin seçilmesi ile karanlık-alan görüntüsü elde edilir. Karanlık-alan görüntüsünde difraksiyona uğrayan bölgeler aydınlık, diğer bölgeler ise karanlık görünmektedir. Her iki görüntü yönteminde de görüntü parlaklığı veya farklılığı, elektronların numune içindeki bazı atomik düzlemlerden difraksiyona uğraması, bazı bölgelerden ise etkileşme olmadan doğrudan geçmesi sonucu oluşur.

HREM görüntüleri numuneye bölge eksenini doğrultusunda bakılması sonucu yani, elektron demetinin numune üzerine bölge eksenini doğrultusunda gönderilmesi sonucu elde edildi. Elde edilen bu görüntülerden Al-%2 Ti alaşım numunenin örgü uzayı incelendi ve d_{hkl} değeri hesaplandı.

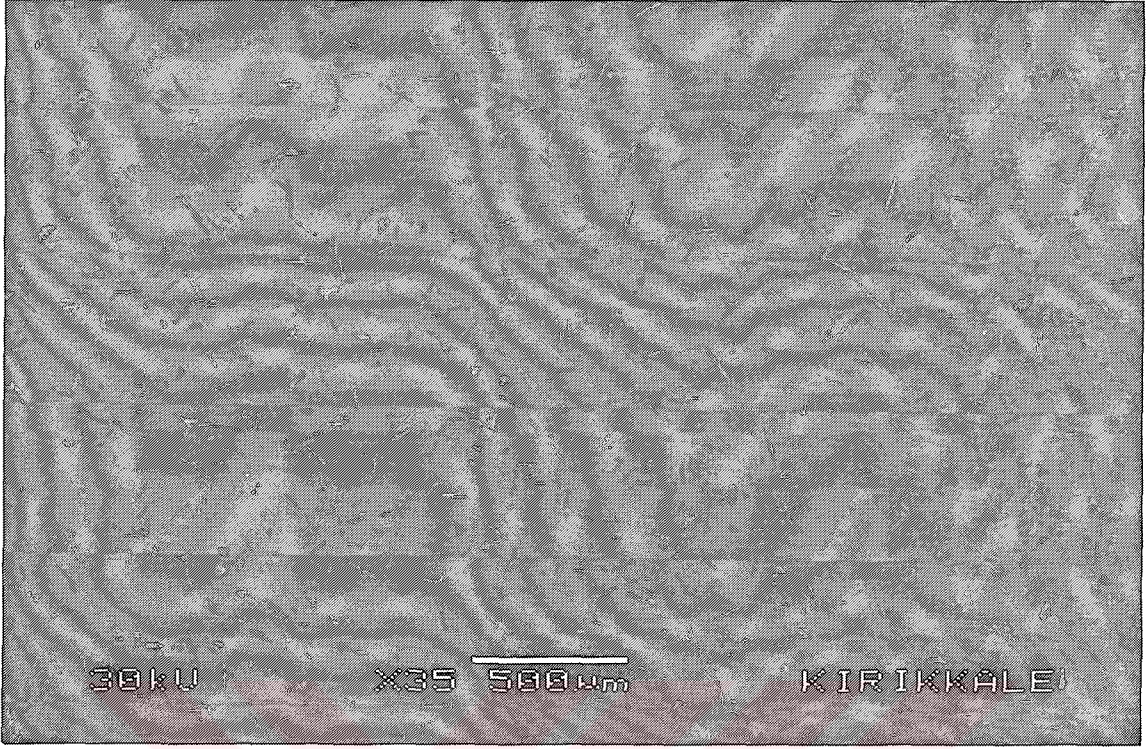
SEM gözlemleri için hazırlanan numunelerin yüzeylerinin düzgün, pürüzsüz ve parlak olması sağlandı. Numune yüzeyinde bulunan fazların net olarak ortaya çıkması için kimyasal çözeltiler ile dağlama işlemi yapıldı. SEM ile numunelerin yüzey yapılarının incelenmesinde geri saçılan elektron görüntüsü (BSE) ve ikincil elektron görüntüsü (SE) yöntemleri kullanıldı. Ayrıca numunelerin yüzeylerinde bulunan fazların kimyasal analizlerini yapabilmek için EDX spektrumları alındı. BSE görüntü tekniğinde numune yüzeyinden saçılan elektronlar, numune üzerine gönderilen birincil elektron demetinin bileşenidir ve enerjileri oldukça yüksektir. Yüksek enerjili bu elektronların detekte edilmesi sonucu malzemelerin yüzey yapıları hakkında çok faydalı bilgiler elde edilmektedir. BSE görüntülerinin en büyük avantajı yüzeyde bulunan farklı kimyasal yapıdaki fazlara olan hassasiyetidir. Düzgün bir yüzeyden alınan BSE görüntüsünün aydınlığı, doğrudan incelenen malzemenin atom numarasına bağlıdır. SE görüntü tekniği SEM’de kullanılan en yaygın görüntü tekniğidir. Daha çok pürüzlü yüzeylerin incelenmesinde kullanılmaktadır. Bu görüntü tekniğinde kullanılan elektronlar, numune üzerine gelen birincil elektronların numune ile etkileşmesi sonucu numune yüzeyinden kopan elektronlardır. Bu yüzden SE görüntüsünde kullanılan elektronların detekte edilmesi BSE görüntüsünde kullanılan elektronların detekte edilmesinden daha kolaydır. Yayınlanan ikincil elektronların miktarı, bir dereceye kadar malzeme yüzeyinin atom numarasına, fakat büyük ölçüde malzemenin yüzey yapısına bağlıdır.

Bulgular bölümü üç başlık altında ele alınmıştır. İlk olarak alaşım numunelerinin SEM gözlemleri, ikinci olarak TEM gözlemleri ve son olarak ta HREM gözlemleri incelenmiştir. İncelemelerde kolaylık olması için farklı Ti içeriğine ve farklı soğuma hızlarına sahip olan numuneler belirli kısaltmalarla temsil edilmiştir. Al-%2 Ti alaşım numunesi B1 olarak, 165 $\mu\text{m/s}$ soğuma hızına sahip Al-%1 Ti alaşım numunesi B2 olarak, 16 $\mu\text{m/s}$ soğuma hızına sahip Al-%1 Ti alaşım numunesi B3 olarak ve 8 $\mu\text{m/s}$ soğuma hızına sahip Al-%1 Ti alaşım numunesi de B4 olarak tanımlanmıştır.

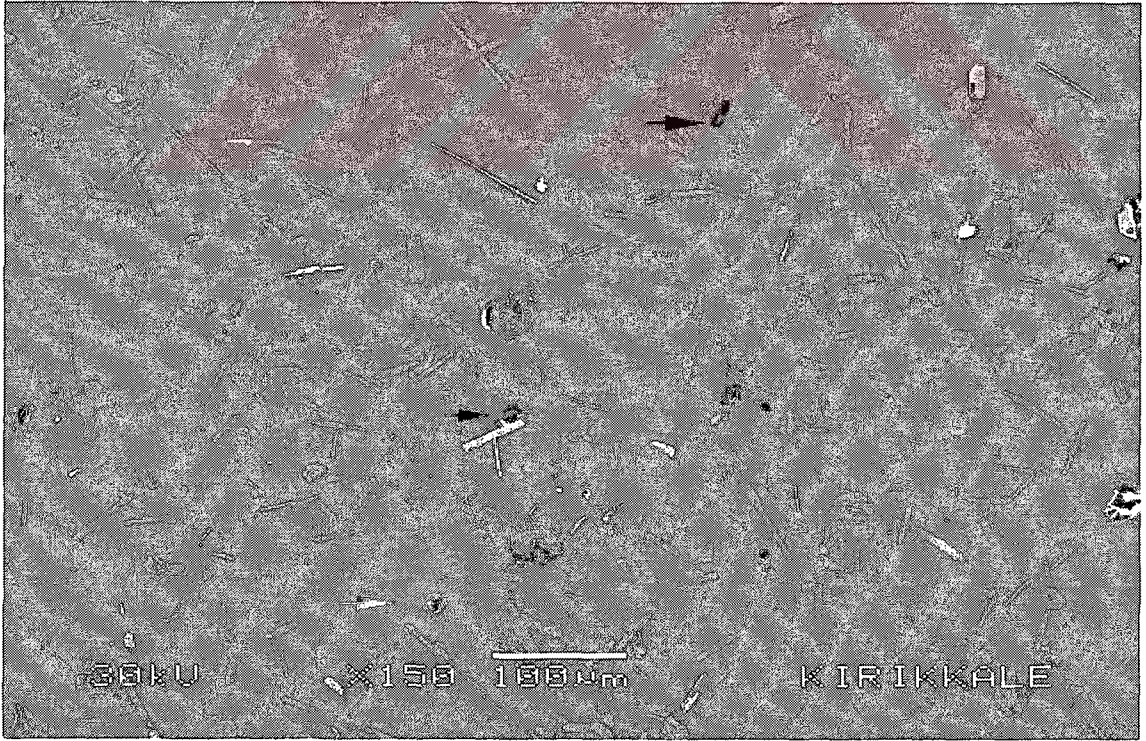
6.1. SEM Gözlemleri

6.1.1. B1 Numunesinin SEM Gözlemleri

Şekil 6.1’deki görüntü anafaz içinde dağılmış olan metaller arası bileşik parçacıklarını gösterir. Al-Ti alaşımlarının SEM görüntülerinde metaller arası bileşik parçacıkların (fazların) açık, anafazın ise daha koyu bir renkte görüldüğü hali hazırda bilinmektedir. Bu nedenle Şekil 6.1’deki beyaz yapıların anafaz içinde gömülmüş olan metaller arası bileşik parçacıkları olduğu düşünülmektedir ve bu resimde bu parçacıkların çubuk (flaky) yapısında oldukları görülür. Anafaz içindeki metaller arası bileşik parçacıkları veya çökeltilerin yapısal şekli alaşımın bileşim oranına, döküm işlemlerine ve onların büyüme şartlarına bağlı olarak değişmektedir.



Şekil 6.1. B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların genel SEM görüntüsü.



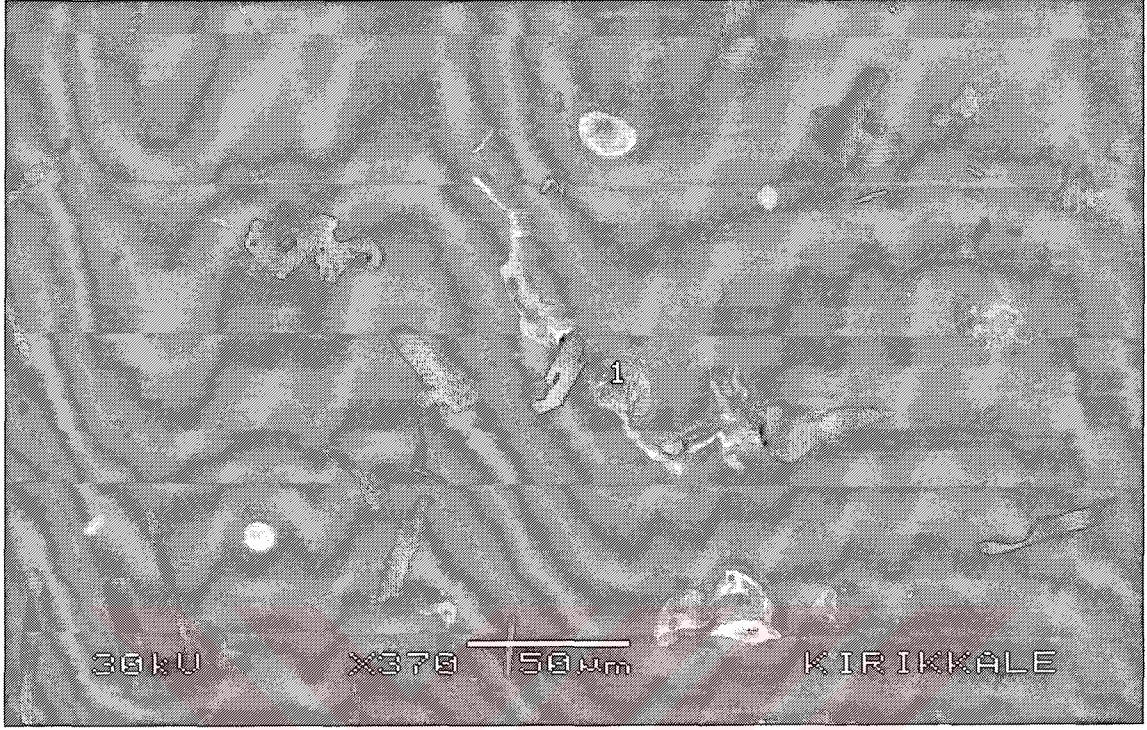
Şekil 6.2. B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların ve döküm şartlarına bağlı olarak oluşmuş olabileceği düşünülen yapısal bozuklukların (mikro boşluklar) SEM görüntüsü.

Şekil 6.2'deki daha yüksek büyütme oranına sahip görüntü incelendiğinde bazı metaller arası bileşik parçacıkların yüksek büyütmede kalın yapılı (blocky) oldukları görülür. Resimde oklar ile belirtilen bazı görüntüler dikkat çekmektedir. Bu yapıların daha detaylı görüntüleri Şekil 6.3'te gösterilmektedir ve incelenen bölge resimde 1 ile belirtilmiştir. Yapı hakkında net bir bilgi elde edebilmek için EDX analizi yapılmıştır (Şekil 6.4). EDX spektrumları incelenen bölgenin tümüyle Al atomlarından oluştuğunu göstermiştir. Anafaz görüntüsü ile incelenen bölgenin görüntüsü arasındaki farklılık, 1 ile belirtilen bu bölgenin bir kusur veya bir yüzey kirliliği olabileceği düşüncesini ortaya koymuştur, ancak analiz sonuçlarından bu bölgenin döküm şartlarına bağlı olarak oluşmuş olduğu düşünülen mikro boşluk olduğu anlaşılmıştır. Ayrıca görüntü detaylı olarak incelendiğinde, mikro boşluğun merkezinde döküm sırasında erimeden kalmış olabileceği düşünülen katı halde Al tozlarına benzer olan görüntüler görülmektedir. Benzer yapılar numune yüzeyinin farklı bölgelerinde de gözlenmiştir.

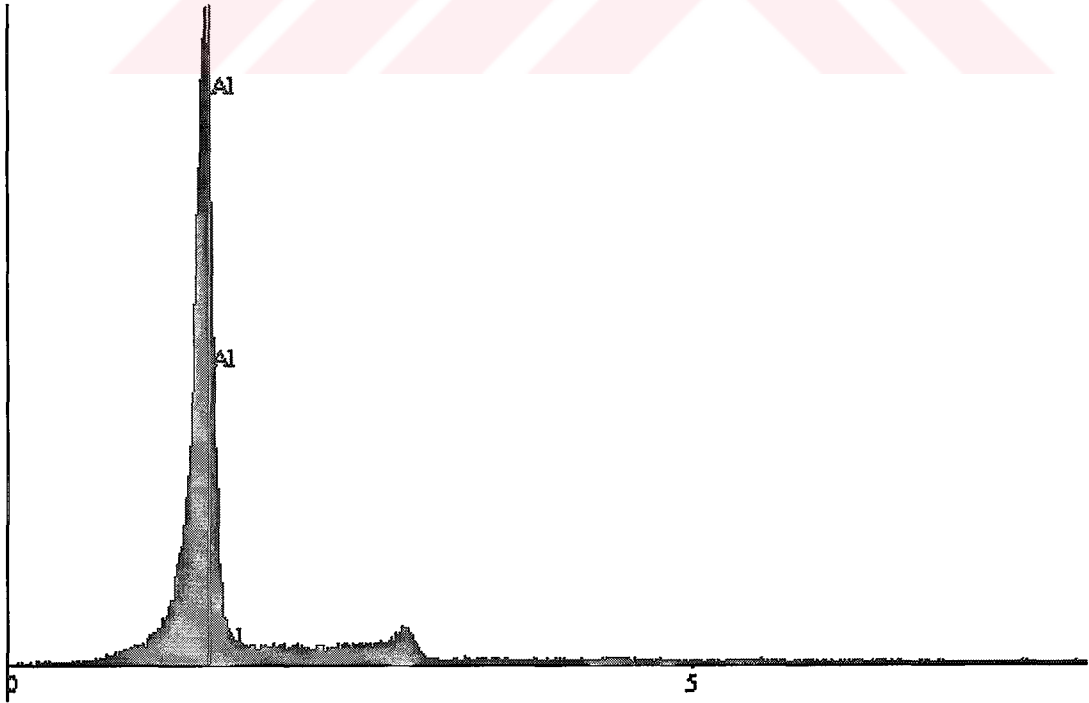
Şekil 6.3'te bazı metaller arası çubuk yapısındaki parçacıkların dentrit yapıya benzer bir görünüşte oldukları görülür. Yapılar hakkındaki detaylı görüntüler Şekil 6.5 ve 6.6'da gösterilmektedir. Şekil 6.6'daki görüntüden, metaller arası bileşik parçacığın dentritik büyümeyi andıran çubuk yapısında olduğu görülür. Wang ve arkadaşları Al anafazı içindeki çubuk yapısına sahip metaller arası bileşik parçacıkların yüksek sıcaklıkta orta seviyeli bir soğuma hızında dentrit kolların $\langle 110 \rangle$ doğrultusu boyunca büyümesi sonucu oluştuğunu, kalın yapılı metaller arası bileşik parçacıkların ise Ti'un süper doymunluğu altında hem $\langle 110 \rangle$ hem de $\langle 001 \rangle$ doğrultuları boyunca meydana gelen büyümeler sonucu oluştuğunu rapor etmiştir [46]. Bu durumda Şekil 6.6'da 1 ile belirtilen metaller arası çubuk parçacığın $\langle 110 \rangle$ doğrultusundaki büyümesini tam olarak tamamlayamadığı sonucuna varılabilir.

Başlangıçta belirttiğimiz ifade olan, metaller arası bileşik parçacıklar açık renkte anafaz ise daha koyu renkte görünür ifadesini desteklemek ve var olduğu düşünülen metaller arası bileşik fazının kimyasal analizini yapabilmek için Şekil 6.6'da 1 ve 2 ile belirtilen bölgelerden ayrı ayrı EDX spektrumları alınmıştır. Sonuçlar Şekil 6.7'de gösterilmektedir. Şekil 6.7.a'daki EDX spektrumu Şekil 6.6'da 1 ile belirtilen bölgeden, Şekil 6.7.b'de gösterilen EDX spektrumu ise Şekil 6.6'da 2 ile belirtilen bölgeden alınmıştır. Şekil 6.7.a'daki EDX spektrumu incelendiğinde 1 ile belirtilen bölgenin Al ve Ti atomlarından oluştuğu görülmektedir. Spektrumun çözülmesinden bölgedeki elementlerin atomik yüzdelerinin sırasıyla ~%45 Ti ve ~%55 Al olduğu elde edilir. Bu sonuç Şekil 6.6 ve daha önceki SEM görüntülerinde görünen açık renkli parçacıkların kabaca TiAl formülü ile metaller arası bileşik fazı olduğunu ortaya çıkarır. Şekil 6.7.b'deki EDX spektrumunun çözülmesinden de Şekil 6.6'daki 2 nolu bölgenin tamamıyla Al atomlarından oluştuğu sonucuna varılır. Sonuç olarak, SEM

görüntülerine ve EDX analizlerine göre B1 numunesi Al anafazı içinde gömülmüş metaller arası TiAl bileşiği parçacıklarından oluşmaktadır.



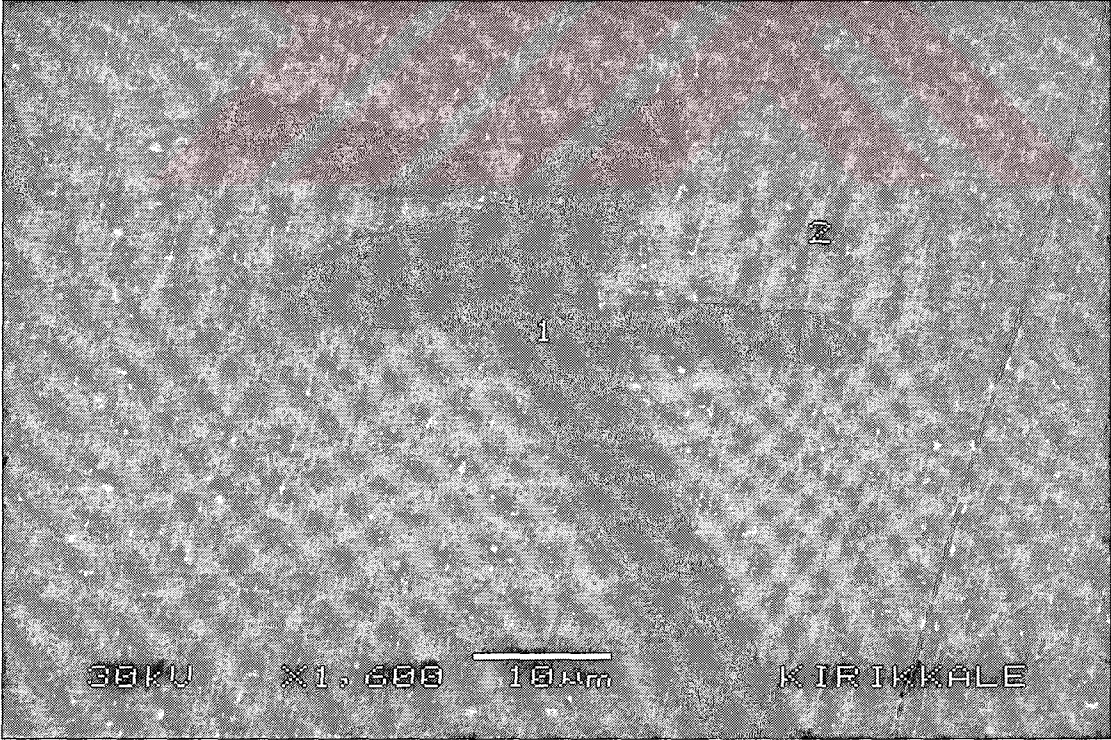
Şekil 6.3. B1 numunesinde gözlenen mikro boşlukların görünümünü detaylı olarak gösteren SEM görüntüsü.



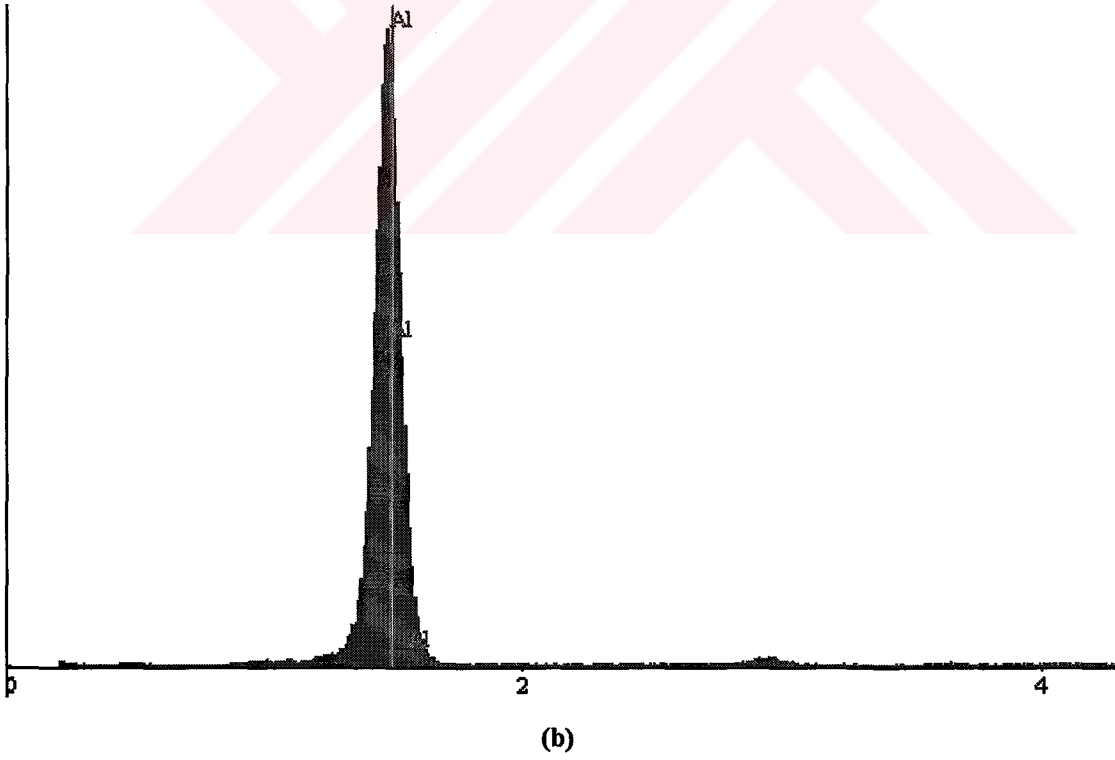
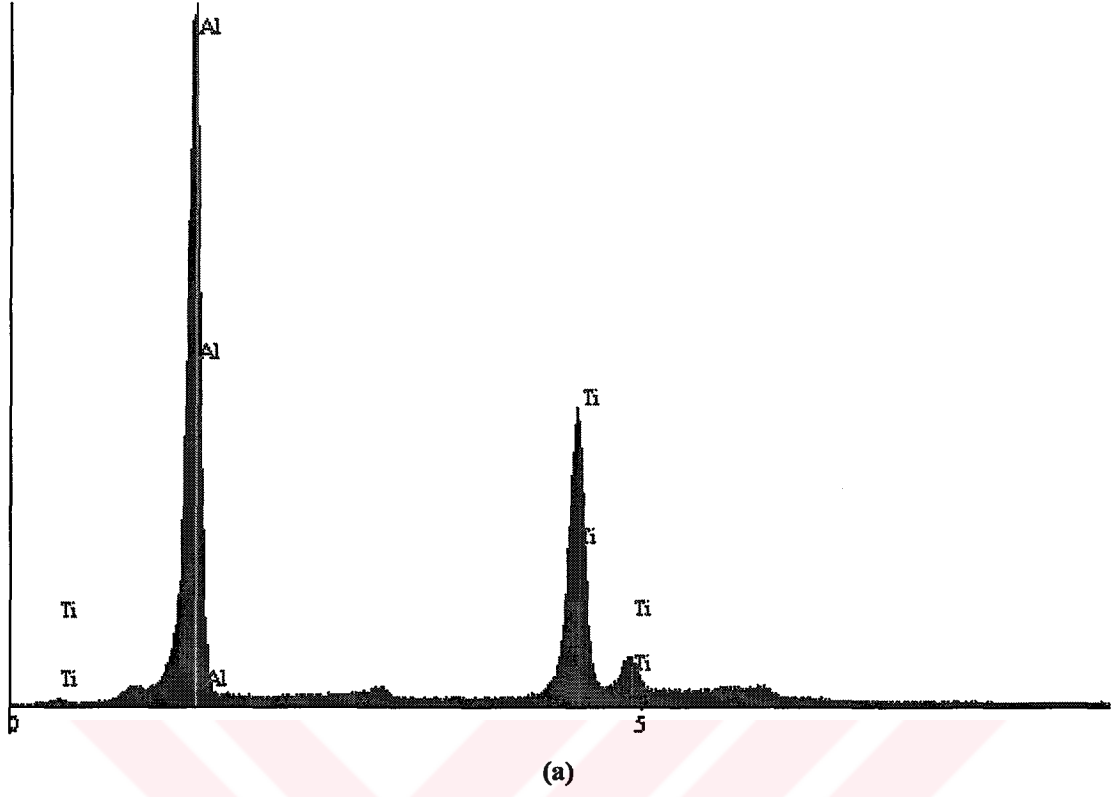
Şekil 6.4.Şekil 6.3'te 1 ile belirtilen bölgeden alınan EDX spektrumu.



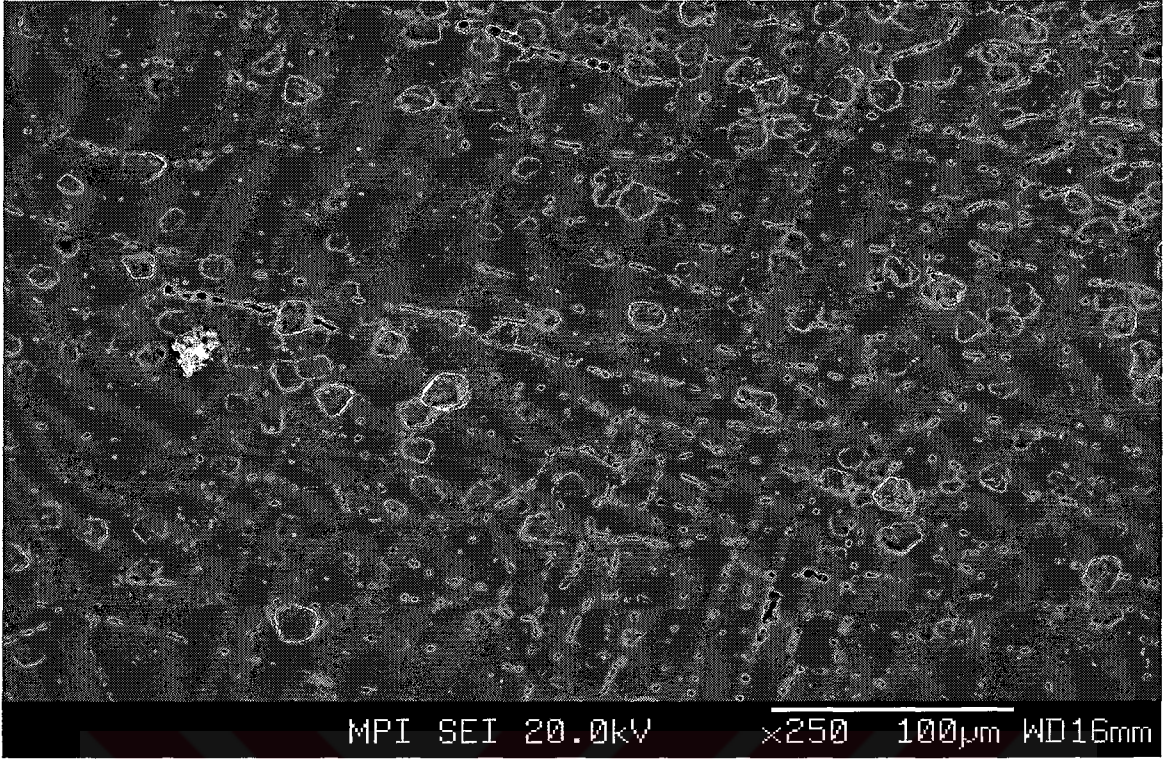
Şekil 6.5. B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların detaylı SEM görüntüsü.



Şekil 6.6. B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların yüksek büyütme oranında alınan detaylı SEM görüntüsü.



Şekil 6.7. Şekil 6.6'daki (a) 1 nolu bölgeden, (b) 2 nolu bölgelerden alınan EDX spektrumları.



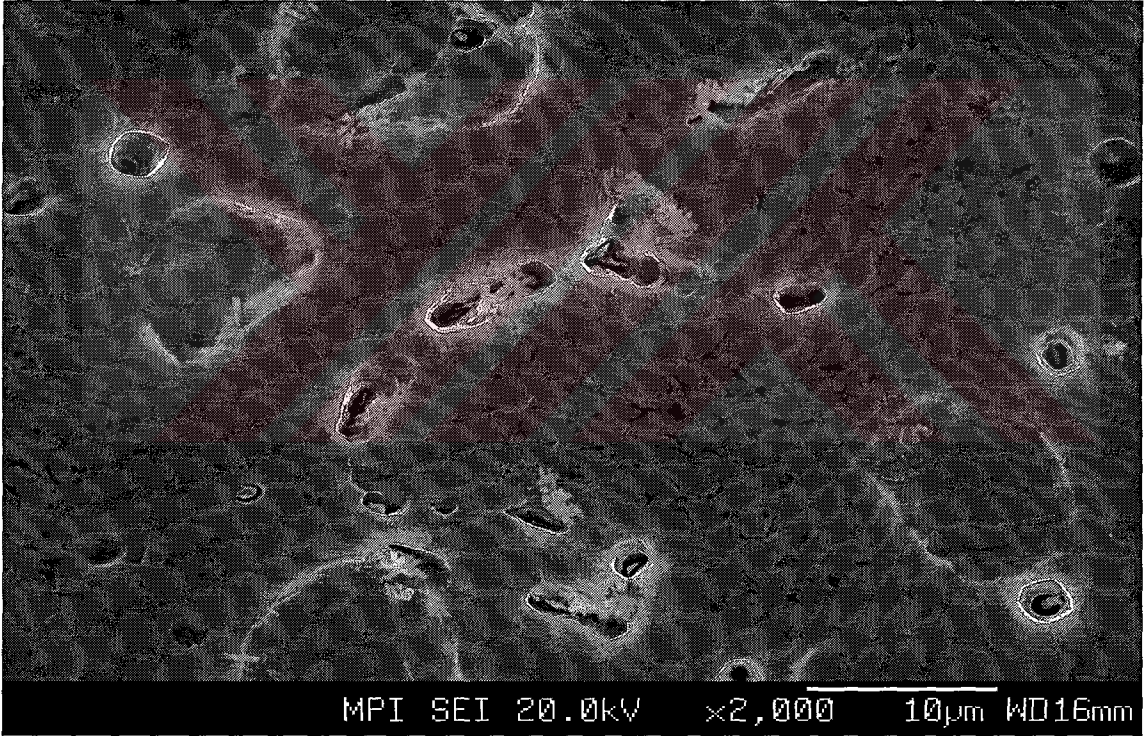
Şekil 6.8. Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıları gösteren SEM görüntüsü.

Şekil 6.8, B1 numunesinin SEM görüntüsüdür. Resimde büyük ve küçük kalın yapılı parçacıklar görülmektedir. Büyük kalın yapılı parçacıkların boyutu $\sim 15 \mu\text{m}$, küçük kalın yapılı parçacıkların ise $\sim 2 \mu\text{m}$ 'dir. Çubuk yapısında olan parçacıklar bu resimde görünmemektedir. Şekil 6.9, aynı bölgenin daha yüksek büyütme oranında alınan SEM görüntüsünü gösterir. Çubuk yapısında olan parçacıklar bu resimde görünmektedir. Görüntünün incelenmesi sonucu anafaz içinde dağılmış olan farklı görüntülerde 3 farklı parçacık grubu ortaya çıkmaktadır. Birinci grup $\sim 15 \mu\text{m}$ 'lik boyutlarıyla büyük kalın yapılı parçacıklar, ikinci grup sarmal bir görüntüye sahip düzensiz yapıda uzanan çubuk ve yumak gibi parçacıklar, üçüncü grup ise çok küçük boyutları ile çubuk yapıda olan parçacıklardır. Küçük çubuk yapılı parçacıkların detaylı görüntüleri Şekil 6.10.a ve b'de gösterilmektedir. Resimlerden bazı çubuk yapılı parçacıkların kümelenmeler oluşturdıkları (Şekil 6.10.a) görülür. Küçük çubuk yapılı parçacıklarının Şekil 6.10.b'den gözlenen boyutu $\sim 2 \mu\text{m} \times 0,5 \mu\text{m}$ 'dir.

Sarmal parçacıkların ayrıntılı yapısı Şekil 6.11'de gösterilmektedir. Bu parçacıkların, katılma sırasında oluşan farklı büyüme doğrultularından dolayı böyle bir yapıya sahip oldukları düşünülmektedir. Şekil 6.12, Şekil 6.11'de Z4 olarak belirtilen bölgenin yüksek büyütme oranındaki detaylı görüntüsüdür. Resimdeki, $\sim 68 \mu\text{m}$ uzunluğundaki ve $\sim 7 \mu\text{m}$ genişliğindeki, uzun çubuk yapılı parçacık incelendiğinde katılma sırasında her doğrultuda

meydana gelen büyümenin izleri daha net bir şekilde görülmektedir. Bu uzun çubuk yapılı parçacığın kimyasal yapısını belirlemek için EDX analizi yapılmıştır. Sonuçlar Şekil 6.13'te gösterilmektedir. EDX analizleri incelenen bölgenin Al ve Ti atomları içerdiğini göstermiştir. Spektrumun çözülmesinden Z4 olarak belirtilen uzun çubuk yapılı parçacığın metaller arası TiAl fazı olduğu görülür. Elde edilen bu sonuçlar Şekil 6.6 ve 6.7.a'da gösterilen sonuçlarla uyumludur.

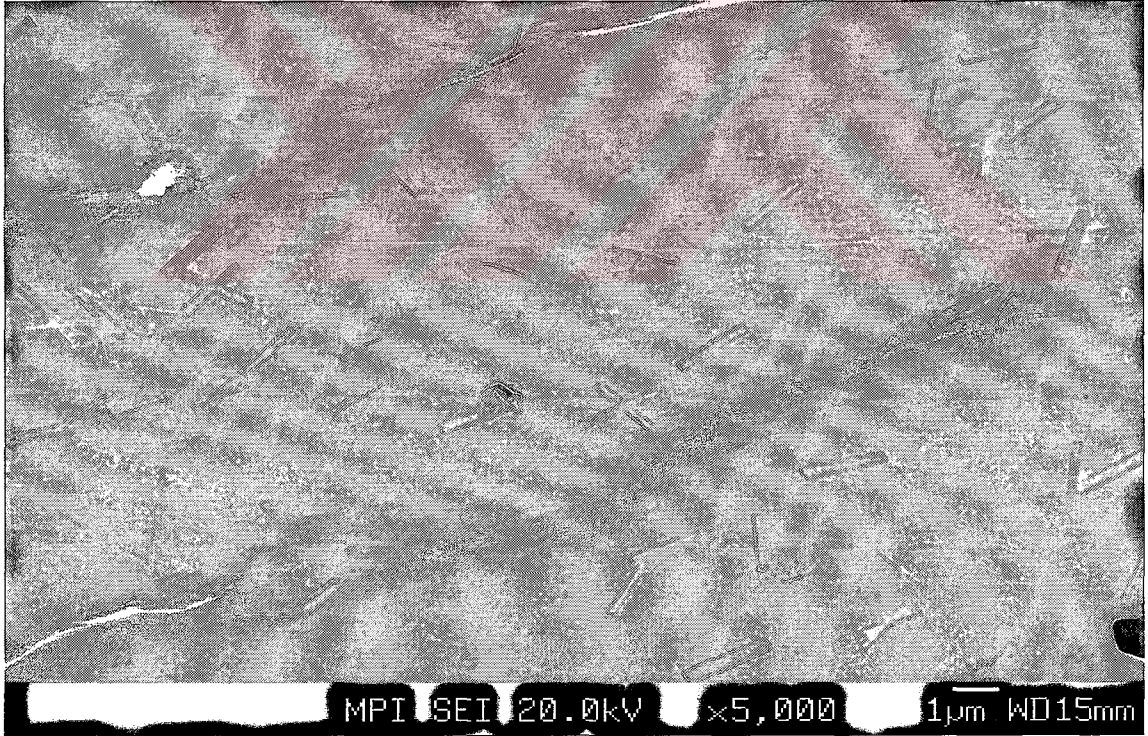
Şekil 6.14, sarmal görünümlü düzensiz bir yapı sergileyen bir parçacığın görüntüsüdür. Sarmal parçacığın (Z2) ve resimde düz bir yüzey gibi görünen bölgenin (Z3) hangi fazda olduğunu belirlemek için belirtilen bölgelerin EDX analizleri yapılmıştır. Sonuçlar Şekil 6.15.a ve b'de gösterilmektedir. EDX analizlerindeki spektrumların çözülmesi sonucu, Z2 ile belirtilen sarmal parçacığın metaller arası TiAl fazı olduğu, Z3 ile belirtilen düz bölgenin de Al anafazı olduğu belirlenmiştir.



Şekil 6.9. Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların daha yüksek büyütme oranında alınan SEM görüntüsü.

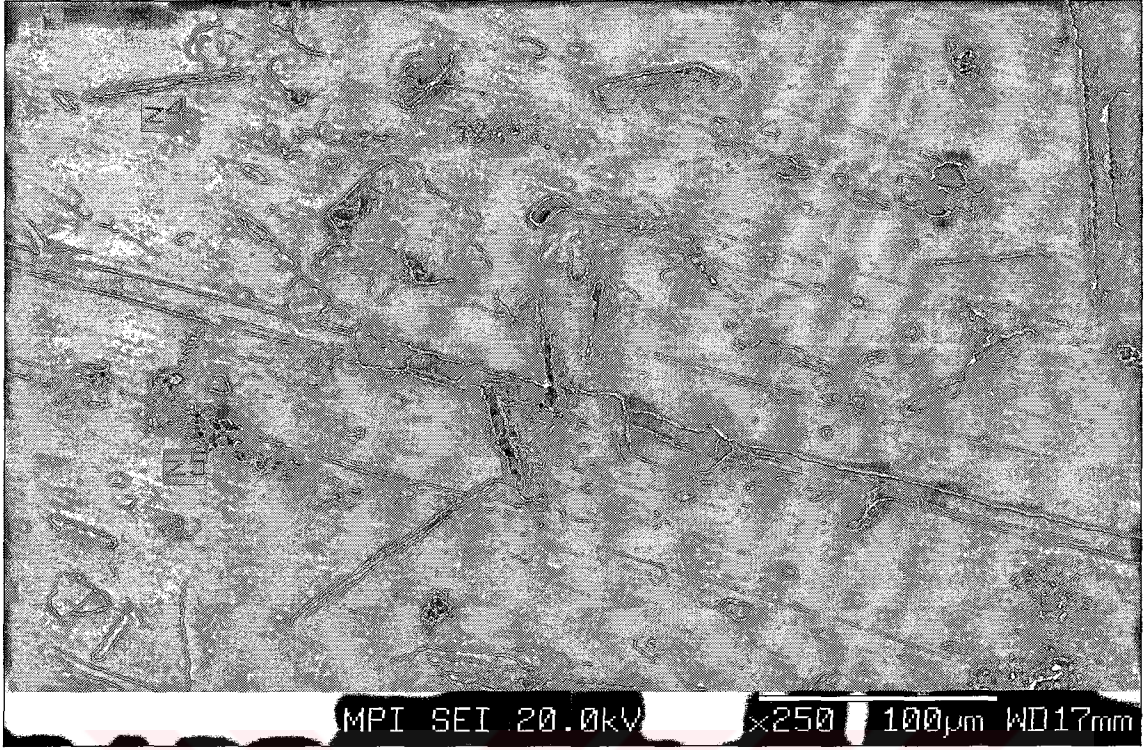


(a)

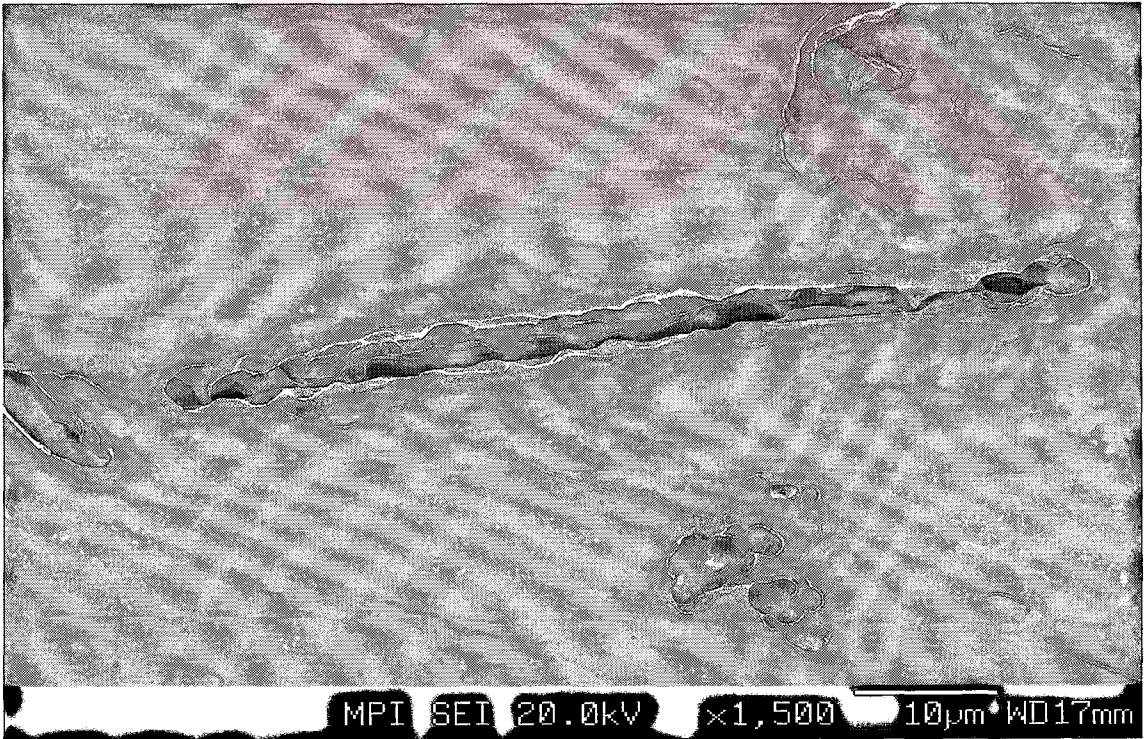


(b)

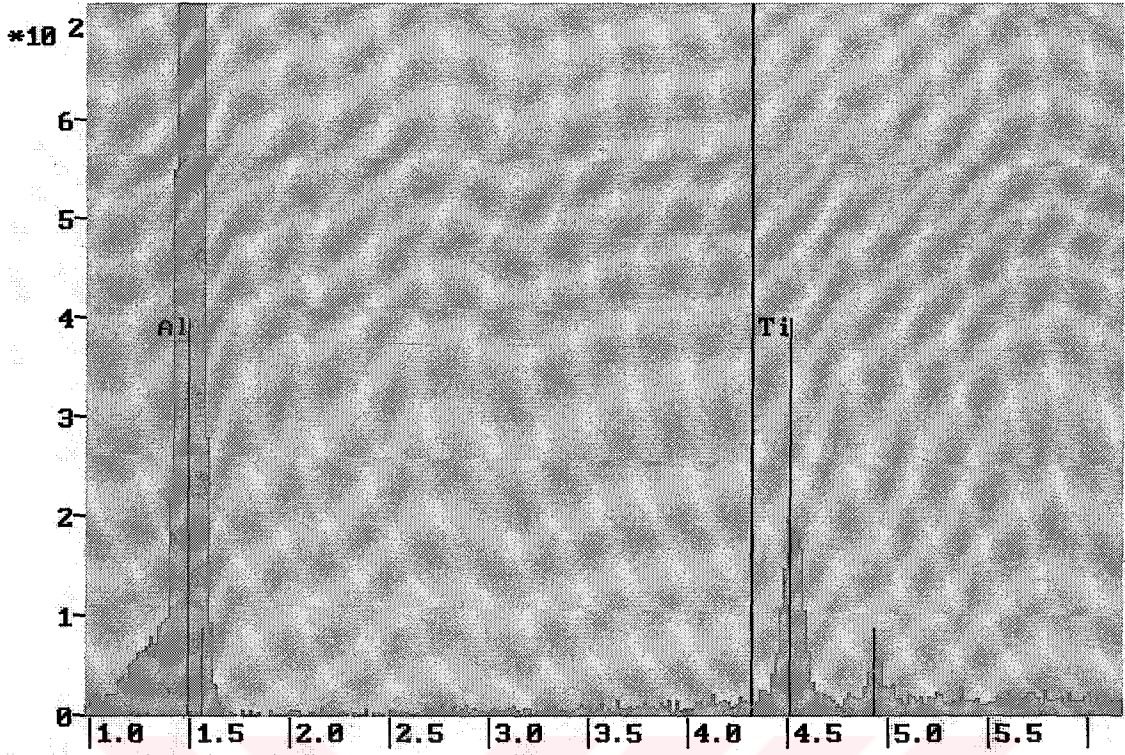
Şekil 6.10. Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesindeki yapıların (a) kümelenmelerini, (b) dağılımlarını gösteren SEM görüntüleri.



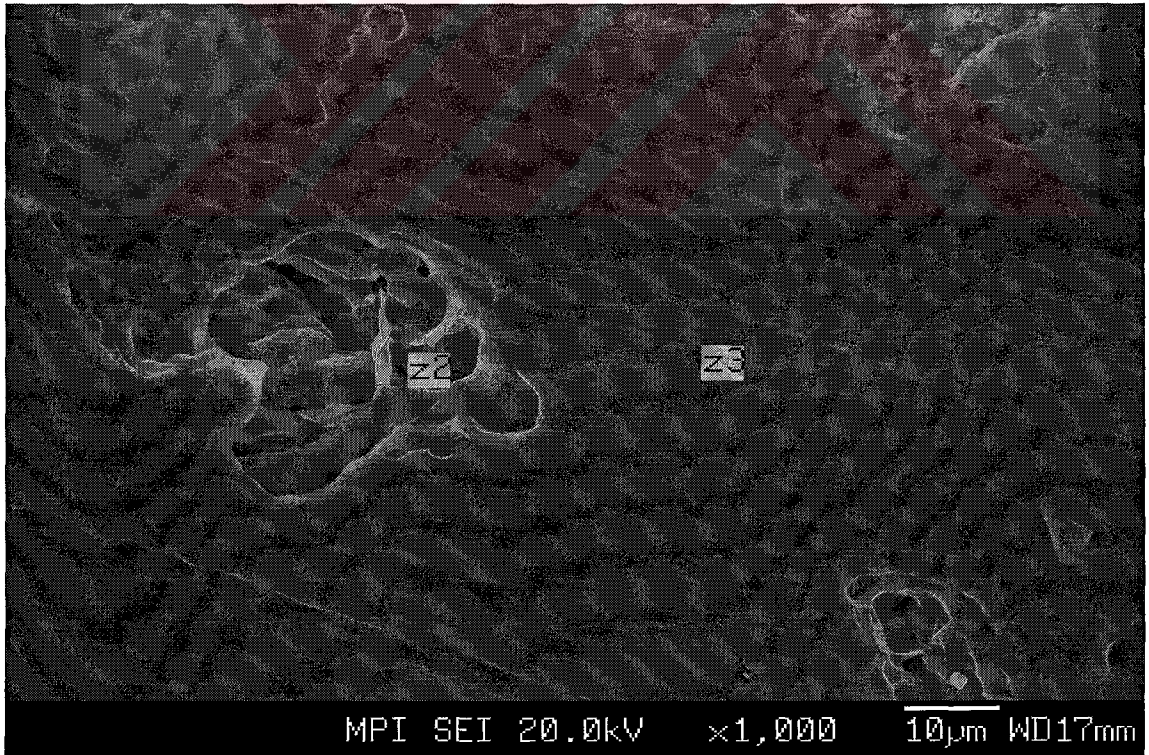
Şekil 6.11. Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesinin yüzeyinde bulunan yapıların dağılımını gösteren SEM görüntüsü.



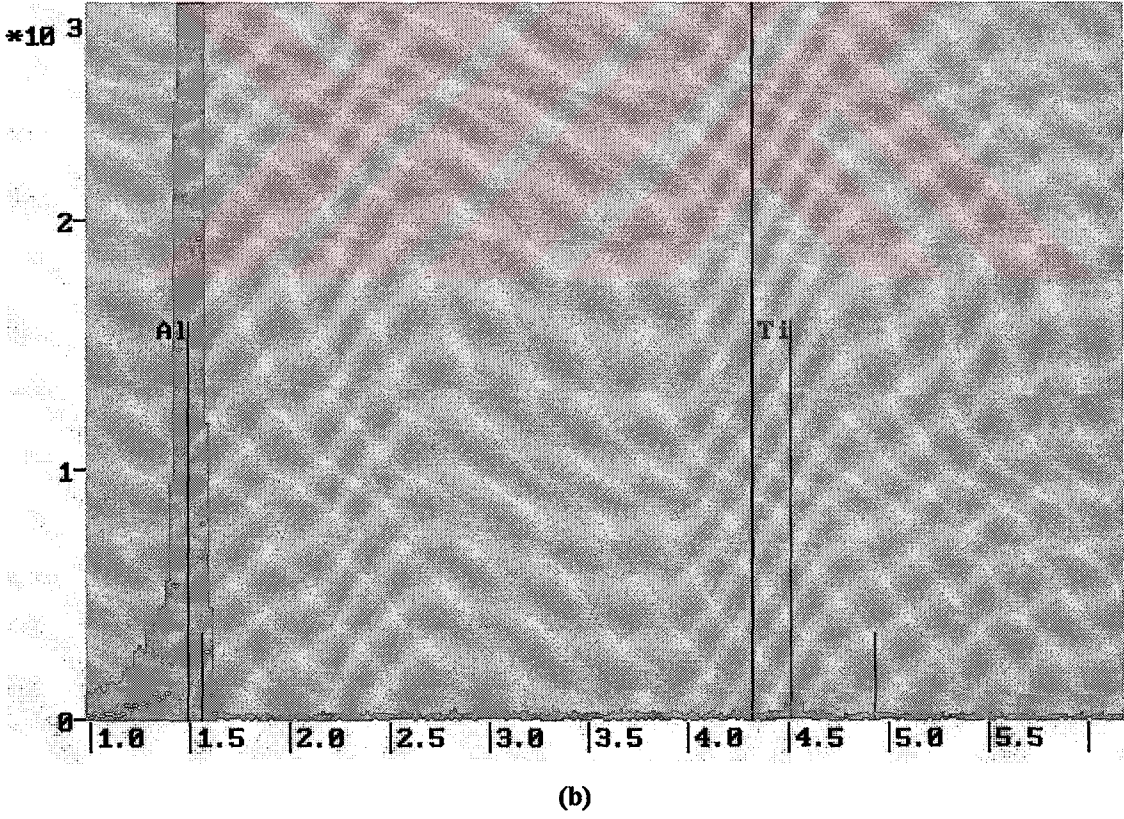
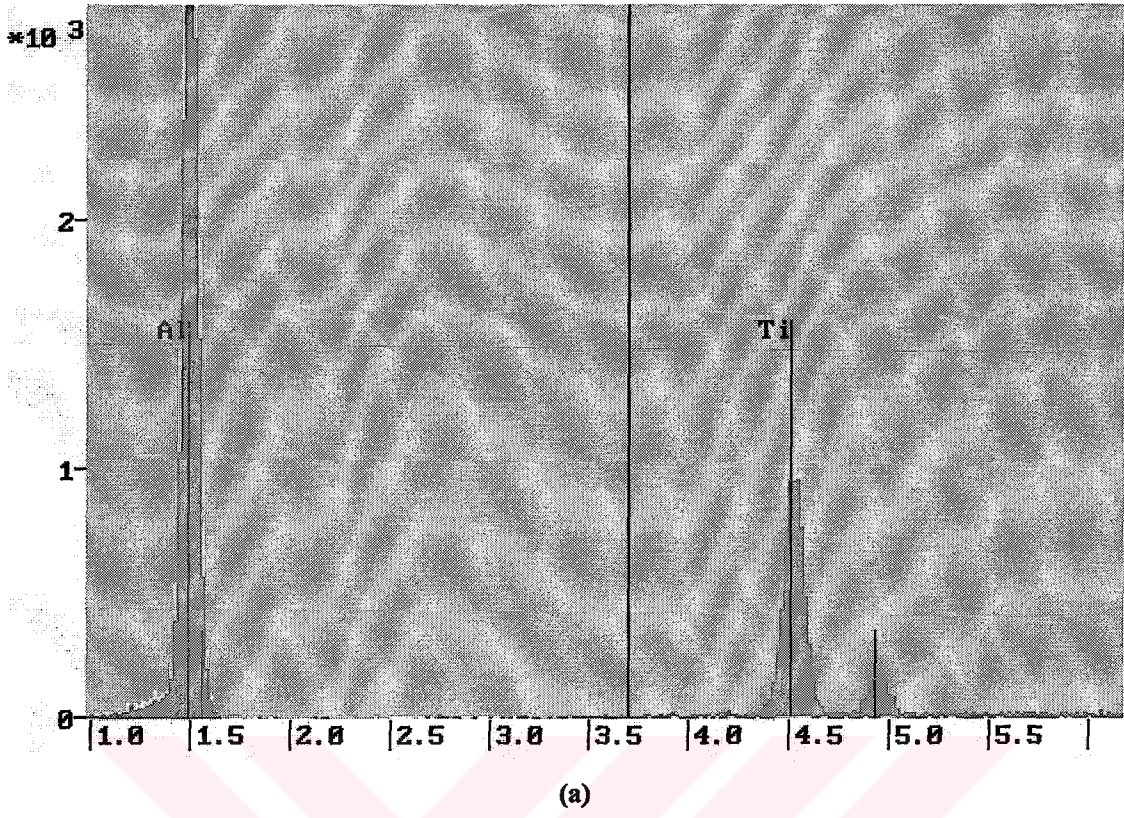
Şekil 6.12. Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan yapıların yüksek büyütme oranında detaylı görüntülerini gösteren SEM görüntüsü.



Şekil 6.13. Şekil 6.11’de Z4 olarak belirtilen bölgeden alınan EDX spektrumu.



Şekil 6.14. Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunesinde anafaz içinde gözlenen sarmal yapıların yüksek büyütme oranında alınan SEM görüntüsü.

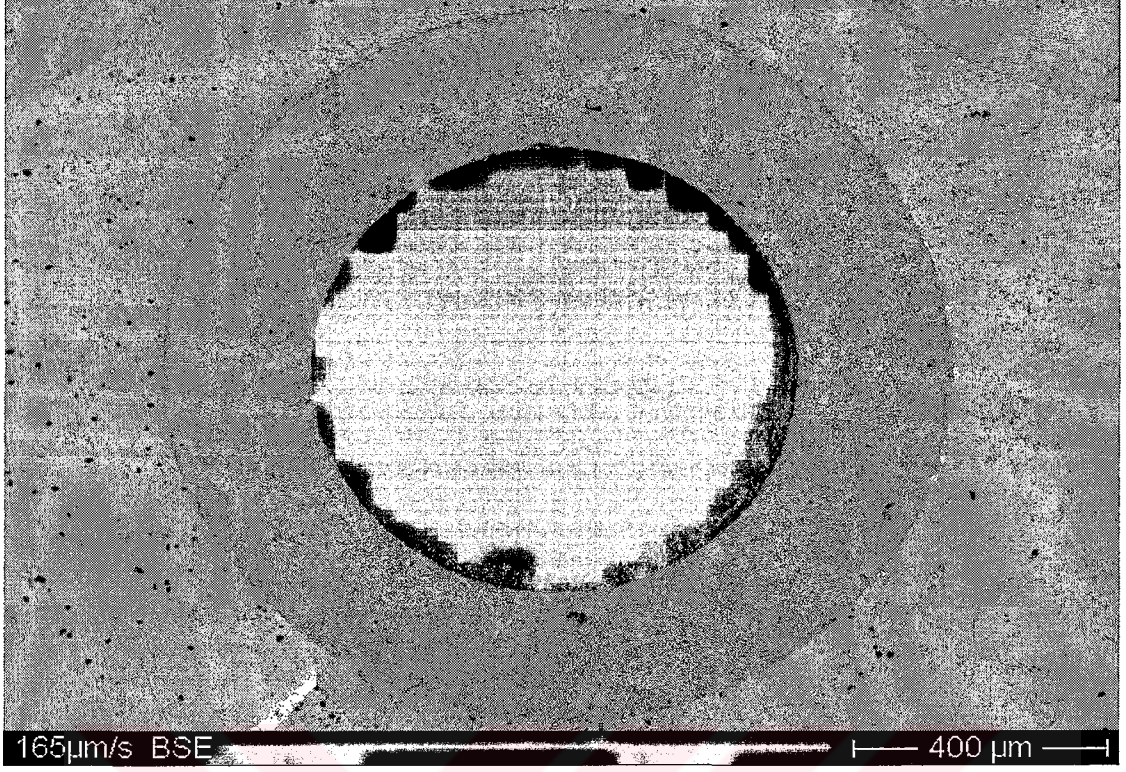


Şekil 6.15. Şekil 6.14'te (a) Z2 olarak belirtilen, (b) Z3 olarak belirtilen bölgelerden alınan EDX spektrumları.

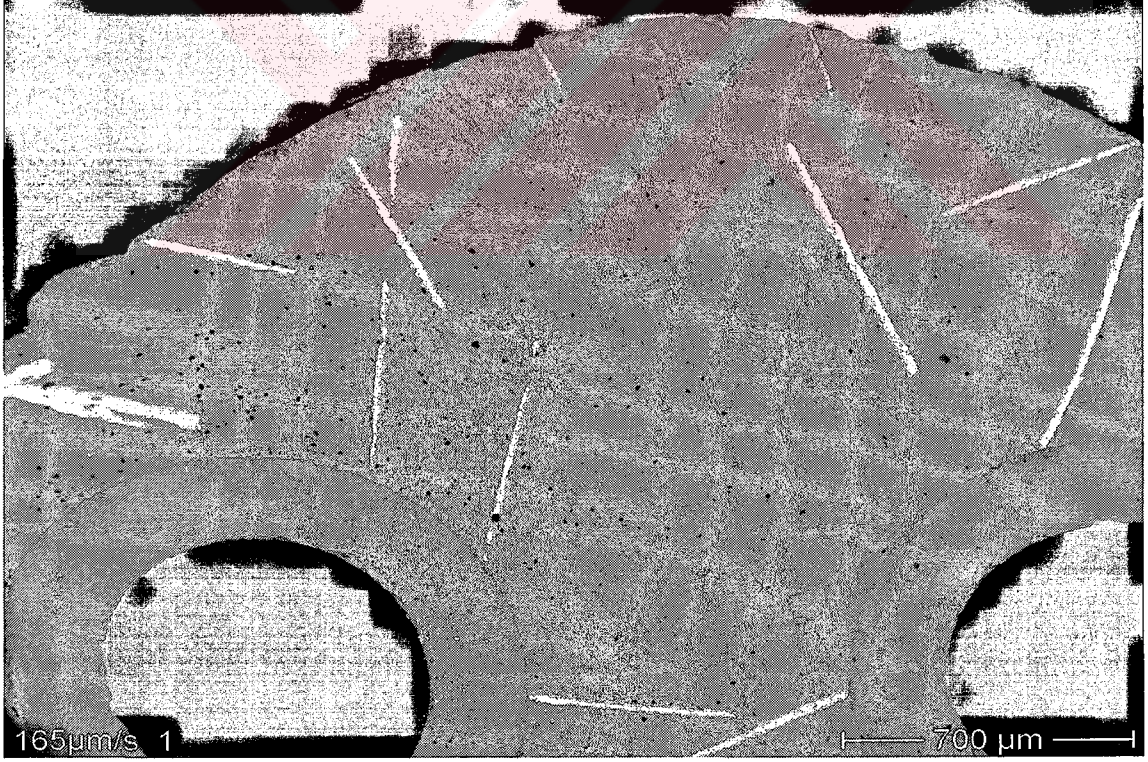
6.1.2. B2, B3 ve B4 Numunelerinin SEM Gözlemleri

Şekil 6.16.a ve b, B2 numunesinin SEM görüntüleridir. Resimlerde farklı deneysel uygulamalar için yapılmış olan delikler ve onları çevreleyen alümina (Al_2O_3) fazları net bir şekilde görünmektedir. Ayrıca, küçük siyah noktasal ve uzun beyaz görünümlü çubuk gibi yapılar da görünmektedir. Şekil 6.16.b'den noktasal siyah parçacıkların boyutunun $\sim 8 \mu m$, beyaz görünümlü çubuk gibi parçacıkların boyutunun da $\sim 24 \mu m \times 540 \mu m$ olduğu görülmektedir. Geçmiş deneysel ve teorik sonuçlara dayanarak beyaz görünümlü parçacıkların metaller arası bileşik fazları olduğu düşünülmüştür ve emin olmak için EDX analizleri yapılmıştır. Tüm yüzeyden alınan EDX analizi sonuçları Şekil 6.17'de gösterilmektedir. Sonuçlar oldukça dikkat çekici ve ilginçtir. Çünkü EDX analizleri incelenen yüzeyde hiç Ti atomunun bulunmadığını göstermiştir. Bu sonuç, beyaz görünümlü çubuk gibi parçacıkların metaller arası bileşik fazı olabileceği olan düşüncemizi doğrulamamaktadır. Analizler bu parçacıkların Al olduğunu ve yüzeyde Al anafazı dışında karbon (C), demir (Fe), nikel (Ni) ve silisyum (Si) atomlarının da bulunduğunu göstermiştir.

Şekil 6.18'den yüzeyde bulunan siyah parçacıkların yapısının düzensiz olduğu ve bunların anafaz içerisinde homojen bir şekilde dağılmadığı görülür. Parçacıkların yapısı ve dağılımı hakkında daha detaylı bilgiler elde edebilmek için daha yüksek büyütme oranlarında yeni görüntüler alınmıştır. Sonuçlar Şekil 6.19.a ve b'de gösterilmektedir. Şekil 6.19.a'dan düzensiz siyah parçacıkların $\sim 10 \mu m$ 'lik bir boyuta sahip oldukları görülür. Ayrıca bu resimde çok küçük noktasal beyaz yapılar görülmektedir. Detaylı görüntüler Şekil 6.19.b'de gösterilmektedir. Bu resimden küçük beyaz yapıların boyutu $\sim 0,5 \mu m$ olarak ölçülmüştür. Anafaz içinde dağılmış olan küçük beyaz yapıların ve düzensiz siyah parçacıkların kimyasal analizlerinin yapılabilmesi için EDX spektrumları alınmıştır. Şekil 6.20.a, b ve c'de görülen EDX spektrumları, bu parçacıkların C, Ni, Fe ve Si çökeltileri olduğunu göstermiştir.

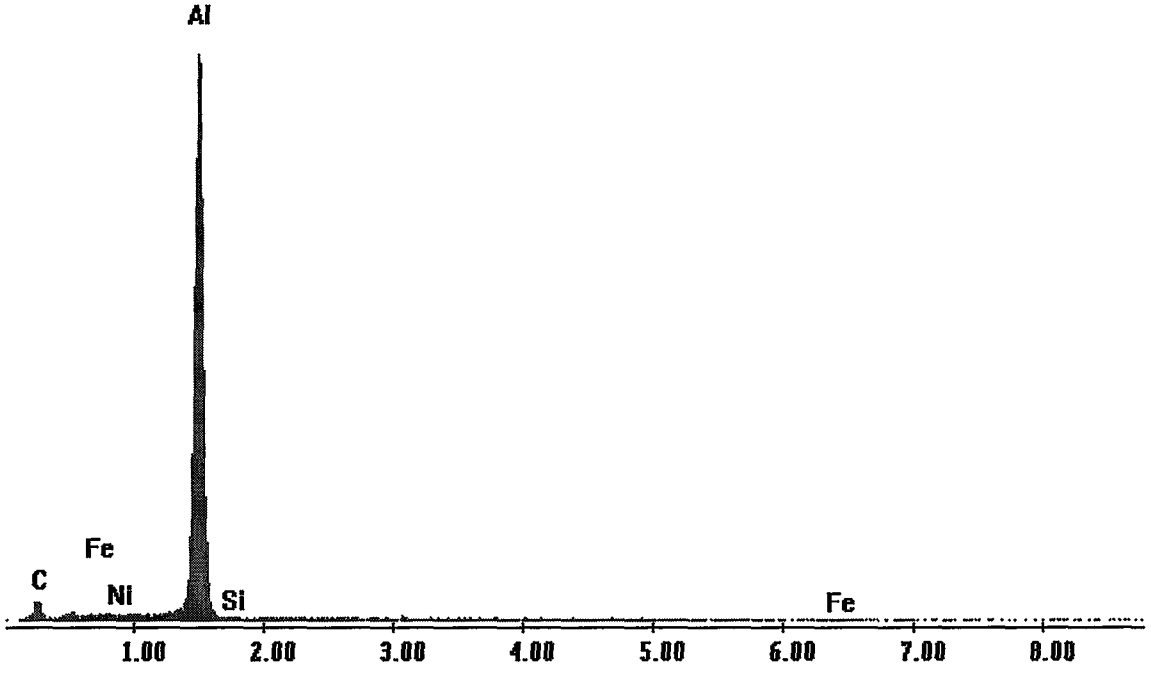


(a)

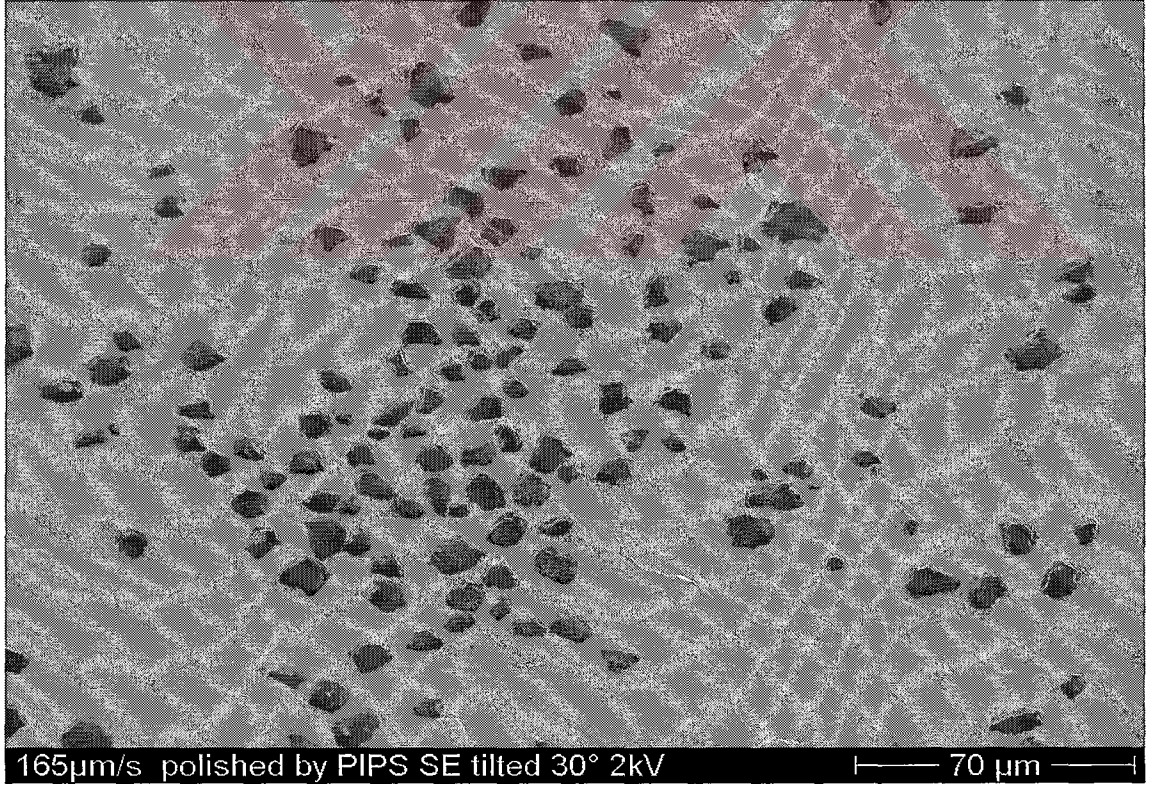


(b)

Şekil 6.16. B2 numunesinin genel yüzey yapısını gösteren SEM görüntüleri.



Şekil 6.17. Şekil 6.16.b’de gösterilen numunenin yüzeyinin tamamından alınan EDX spektrumu.

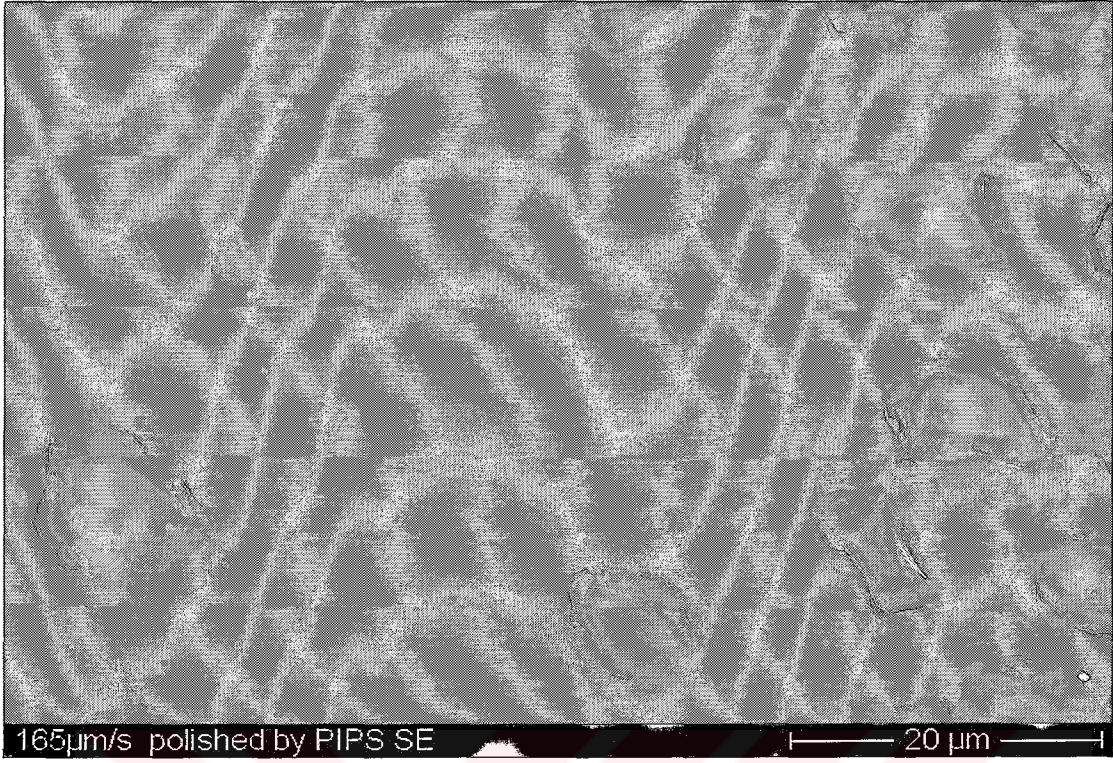


Şekil 6.18. B2 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan ince yapıların SEM görüntüsü.

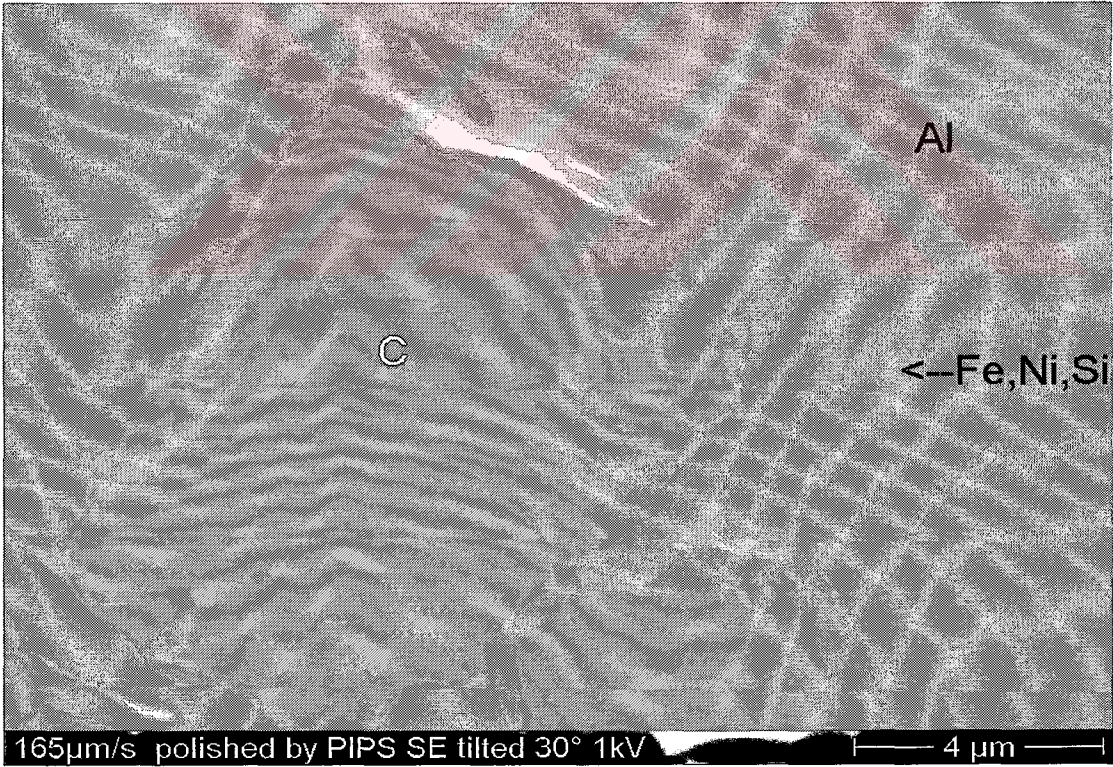
Şekil 6.21.a ve b, B3 numunesinin SEM görüntüsüdür. Şekil 6.21.a, Şekil 6.16.a ile büyük benzerlikler göstermektedir. Alümina fazının çevrelediği delik ve anafaz içerisinde dağılmış olan düzensiz siyah parçacıklar benzer görüntüleri ile bu resimde de gözlenilmektedir. Farklı olarak B3 numunesinin yüzeyi B2 numunesinin yüzeyinden daha pürüzlüdür. Detaylı görüntüler Şekil 6.21.b’de gösterilmektedir. Düzensiz siyah parçacıkların boyutu $\sim 22 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür. Bu düzensiz siyah parçacıkların C çökeltileri oldukları düşünülmektedir.

Şekil 6.22, B4 numunesinin SEM görüntüsünü gösterir. Resimde anafaz içerisinde dağılmış olan $\sim 13 \mu\text{m}$ ’lik boyutlara sahip düzensiz parçacıklar görülmektedir. Yapılan analizler bu düzensiz parçacıkların B2 ve B3 numunelerinde de gözlenen C çökeltileri olduğunu göstermiştir. B2 numunesinde gözlenen Fe, Ni ve Si çökeltileri B3 numunelerinde olduğu gibi burada da gözlenmemiştir.



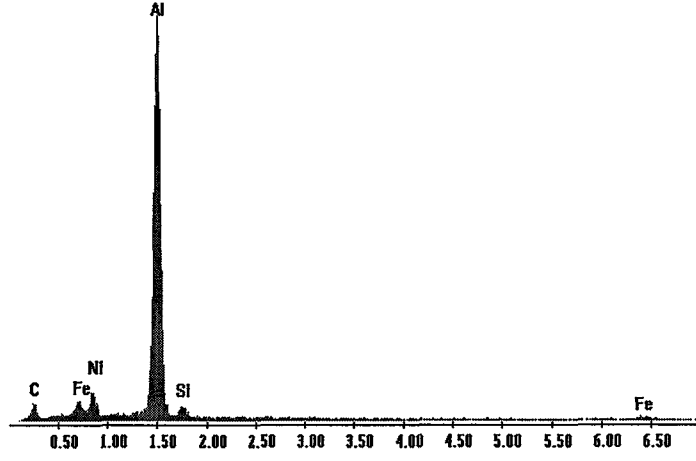


(a)

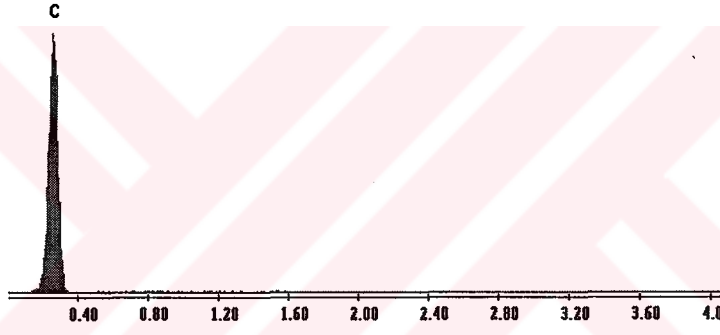


(b)

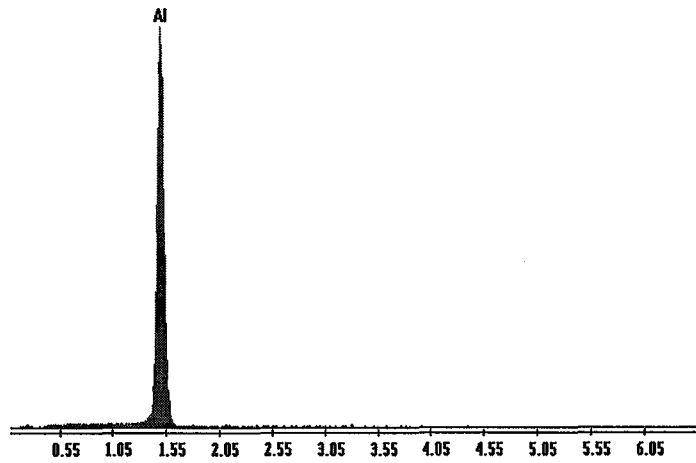
Şekil 6.19. B2 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan safsızlıkların yüksek büyütme oranlarında alınan detaylı SEM görüntüleri.



(a)

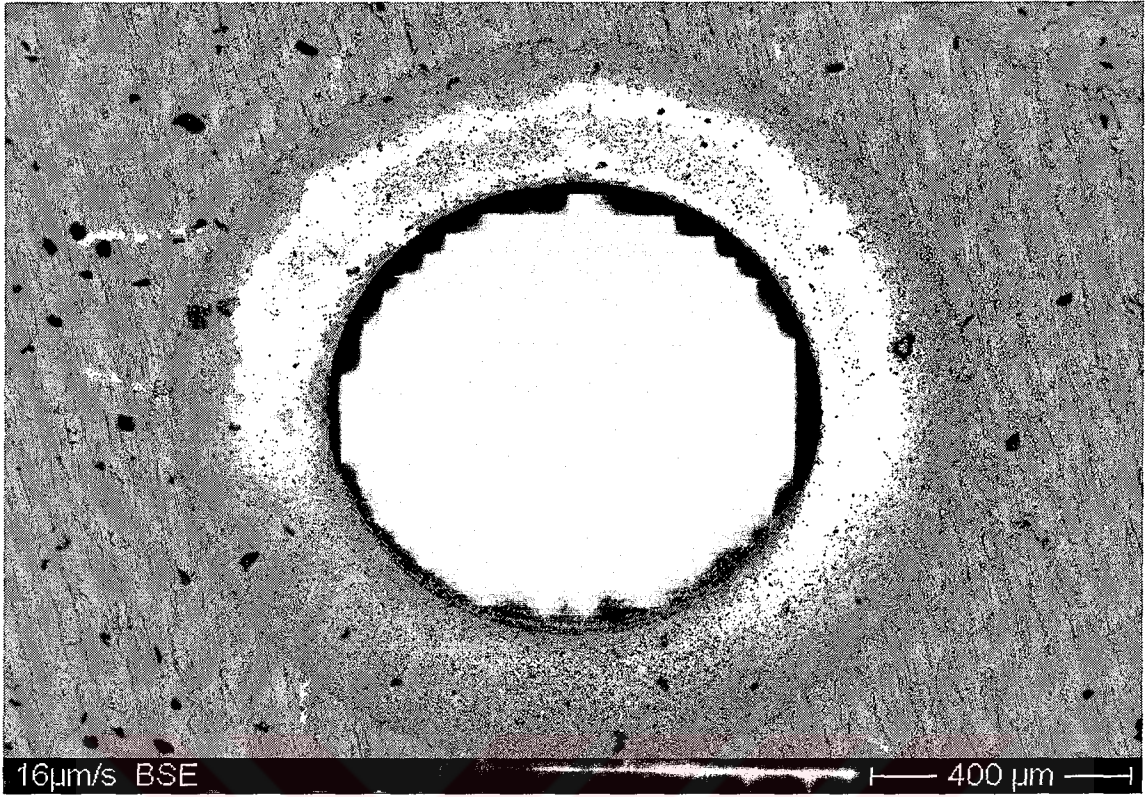


(b)

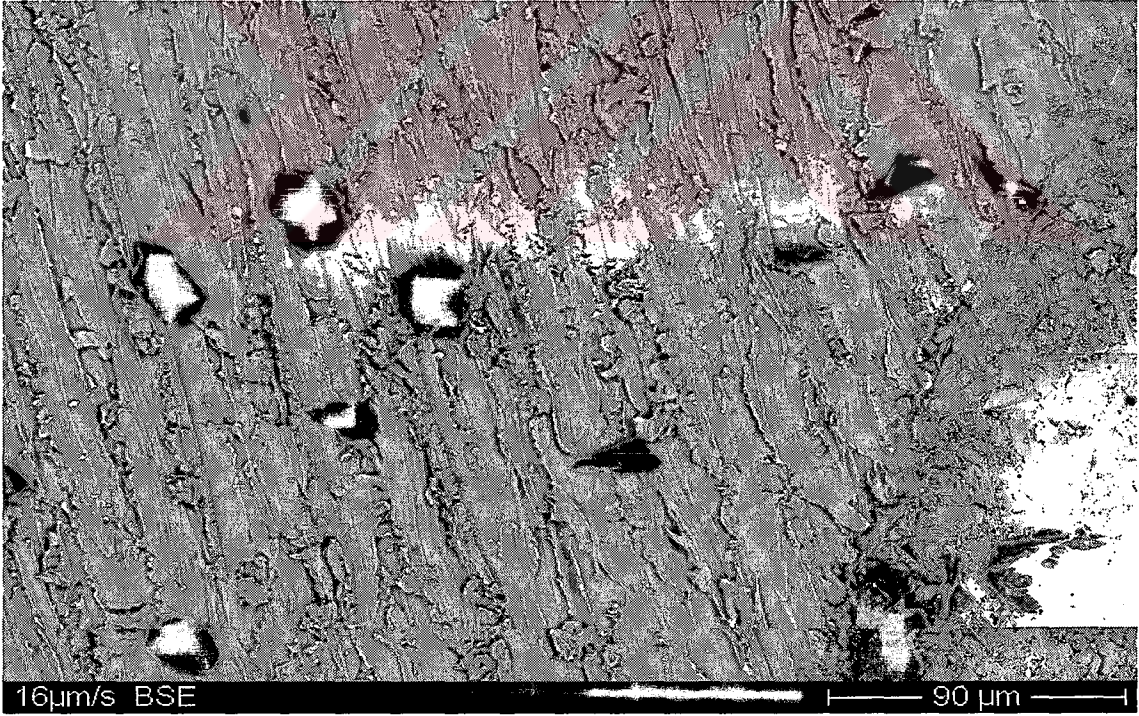


(c)

Şekil 6.20. Şekil 6.19.a'da (a) yüzeyin tamamından, (b) ince yapılardan (siyah), (c) anafazdan alınan EDX spektrumları.

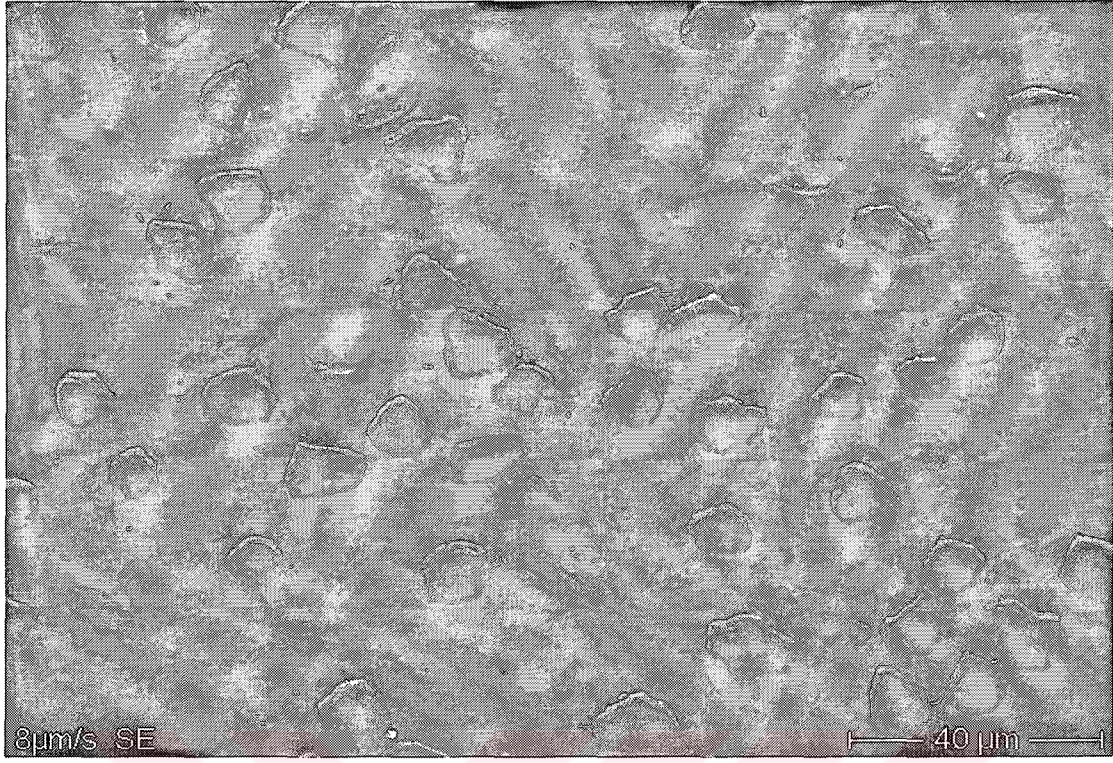


(a)



(b)

Şekil 6.21. B3 numunesinin (a) genel, (b) yüksek büyütme oranında alınan SEM görüntüleri.



Şekil 6.22. B4 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan ince yapıları gösteren SEM görüntüsü.

6.2. TEM Gözlemleri

6.2.1. B1 Numunesinin TEM Gözlemleri

Şekil 6.23.a ve b, sırasıyla B1 numunesinin z doğrultusunda alınan aydınlık-alan ve karanlık-alan TEM görüntülerini gösterir. Resimdeki bölgeden alınan uygun SAD deseni Şekil 6.23.c'de ve desenin indislenmiş şematik gösterimi Şekil 6.23.d'de gösterilmektedir. Aydınlık-alan ve karanlık-alan görüntülerinden direkt olarak gözlenen tane boyutu 200 nm ile 400 nm arasında değişmektedir. SAD deseni, resimde görünen taneler arasında yönelim ilişkisi olduğunun iyi bir kanıtını sunar. Desende oluşan Kikuchi bandları, numunenin bazı bölgelerinin elektronların elastik olmayan saçılmaya uğrayabilecekleri kadar kalın olduklarını gösterir.

Şekil 6.24'te ince mikroyapıya sahip bölgeler görülmektedir. Aydınlık-alan ve karanlık-alan görüntülerinden bu bölgenin 100 nm'den daha küçük boyutlara sahip yapılar içerdiği görülür. Şekil 6.24.c'deki SAD deseni ince mikroyapı düşüncemizi doğrulamaktadır. Desen, gelişi güzel yönelimli çok kristalli yapının kanıtı olan kesikli halka şeklindedir. Gelişi güzel yönelimli tanelerden oluşan çok kristalli yapının izleri Şekil 6.24.b'deki karanlık-alan görüntüsünde daha net bir şekilde görülmektedir. Şekil 6.24.a'daki aydınlık-alan görüntüsünün alt tarafı incelendiğinde anafaz içerisinde dağılmış olan bazı yapılar görülür. Bu nano boyutlu yapıların metaller arası bileşik parçacıkları oldukları düşünülmektedir ve aydınlık-alan görüntüsünden gözlenen boyutları ~20 nm'dir. Şekil 6.25, Şekil 6.24'te gösterilen çok kristalli bölgenin yüksek büyütme oranında alınan aydınlık-alan ve karanlık-alan görüntülerini gösterir. Boyutları ~50 nm olan nano boyutlu yapılar Şekil 6.25.b'deki karanlık-alan görüntüsünde daha net bir şekilde görülebilmektedir. Gelişi güzel yönelime sahip tanelerin çok kristalli yapısının kanıtı olan uygun SAD deseni Şekil 6.25.c'de gösterilmektedir ve bu desenin Şekil 6.24.c'deki desen ile aynı karakteristiğe sahip olduğu görülür.

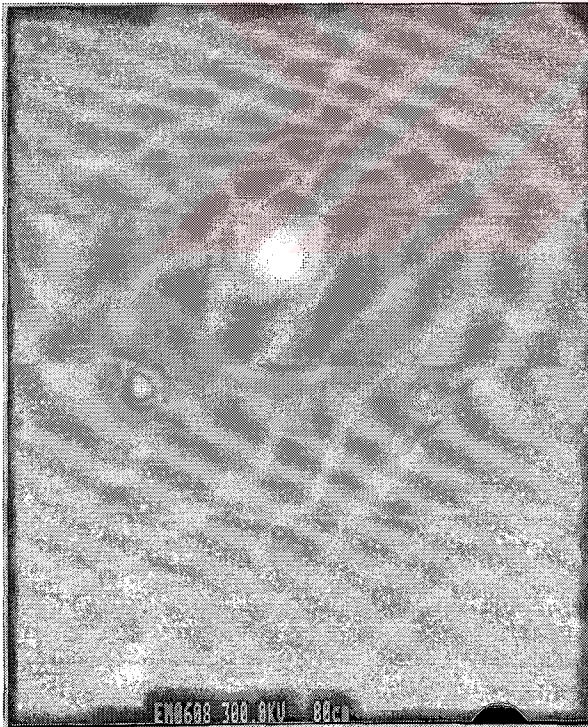
Şekil 6.26.a anafaz içerisine gömülmüş farklı görünümlere sahip yapıların aydınlık-alan görüntüsünü gösterir. Aynı bölgenin karanlık-alan görüntüsü Şekil 6.26.b'de gösterilmektedir. Resimde, siyah-beyaz görüntü ayrılığı (fringe) izlerine sahip dikdörtgen biçiminde düzensiz bir parçacık ön plana çıkmıştır. Parçacık üzerindeki siyah-beyaz görüntü ayrılıkları, kenar bölgelerde birbirine paralel, orta bölgelerde ise dalgalı bir görünümde uzanmaktadır. Bu görüntü ayrılıklarının numune hazırlamadan kaynaklandığı düşünülmektedir. Kimyasal çözeltinin veya Ar iyonlarının farklı elementlere farklı bir şekilde etki etmesinden kaynaklanabilir. Bu etkiler farklı kalınlıklara sahip bölgeler oluşturabilir ve sonuçta böyle görüntü ayrılıkları ortaya çıkabilir. Uygun SAD deseni Şekil 6.26.c'de gösterilmektedir ve desen çok kristalli yapının kanıtı olan kesikli halka şeklindedir.



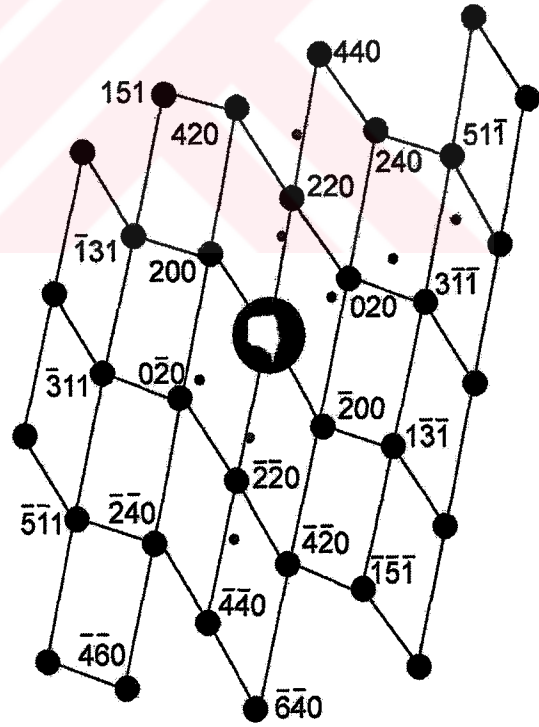
(a)



(b)

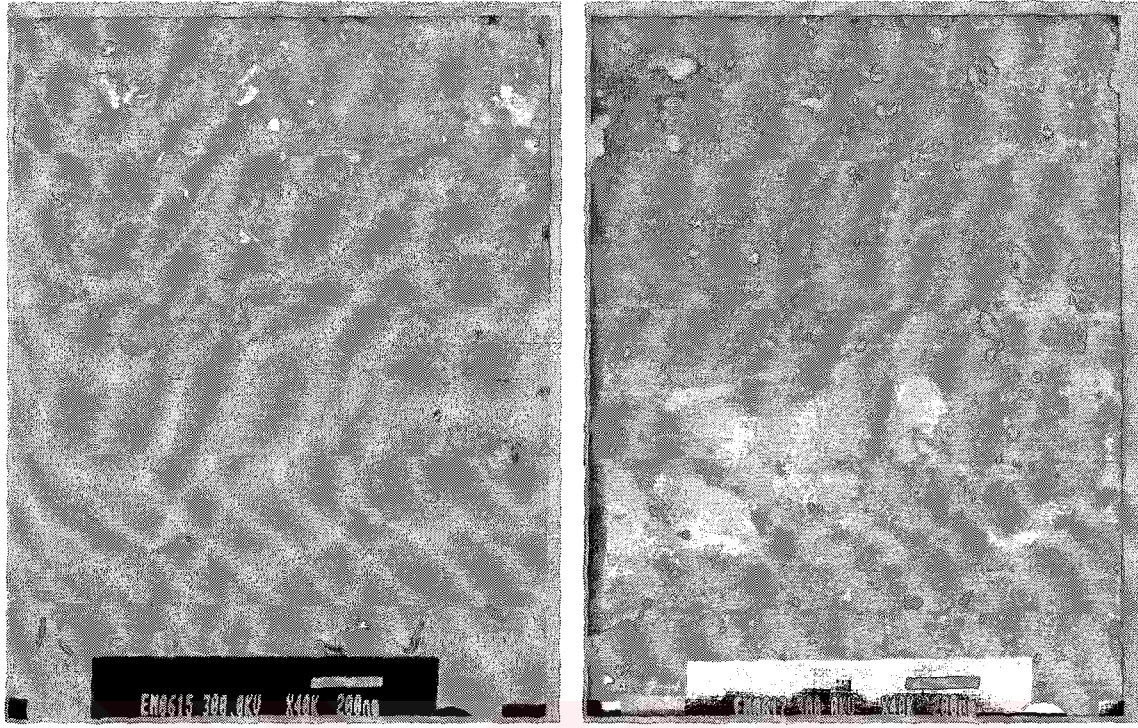


(c)



(d)

Şekil 6.23. B1 numunesindeki büyüt boyutlu taneleri gösteren (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri, (c) uygun SAD deseni ve (d) desenin indislenmiş şematik gösterimi.



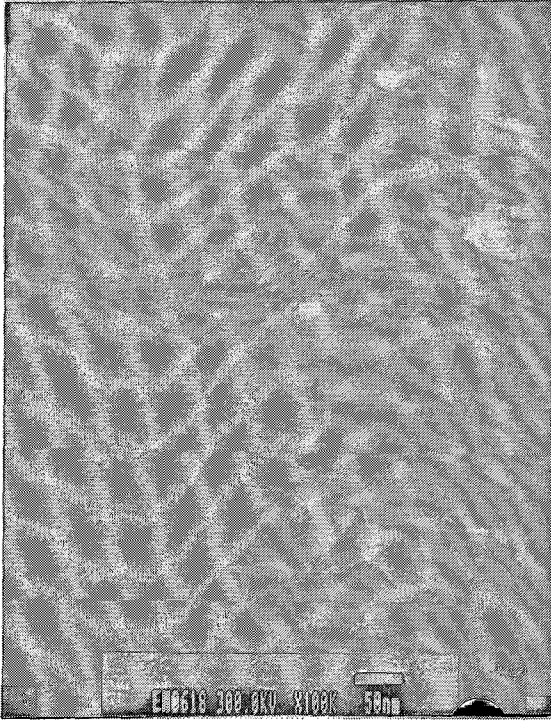
(a)

(b)

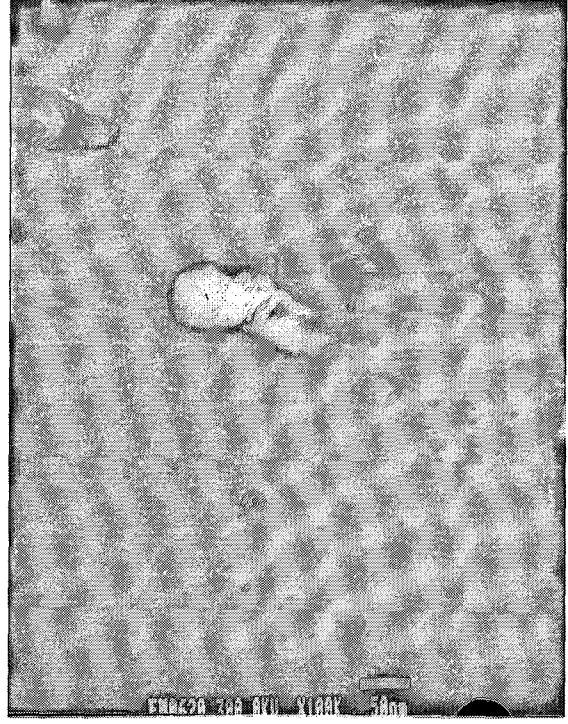


(c)

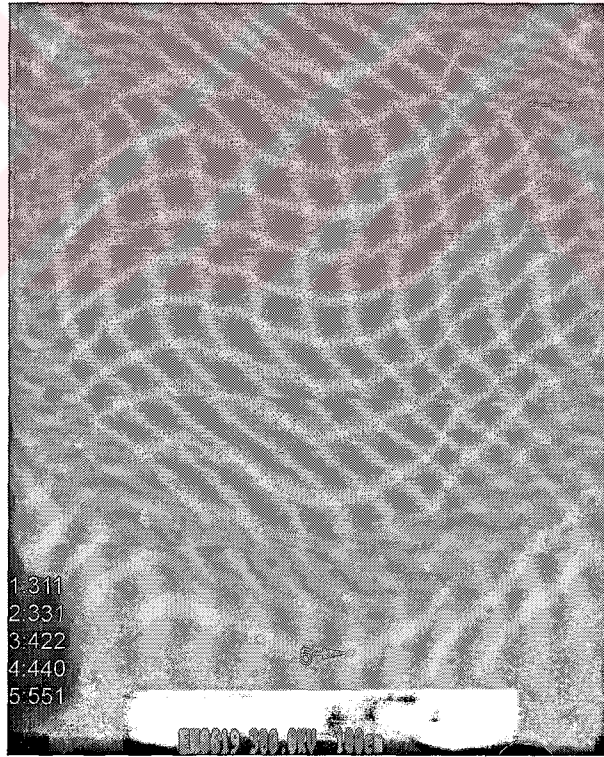
Şekil 6.24. B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan küçük boyutlu taneleri gösteren (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri ve (c) çok kristalli yapının kanıtı olan uygun SAD deseni.



(a)



(b)



(c)

Şekil 6.25. Şekil 6.24.a ve b'deki küçük boyutlu tanelerin yüksek büyütme oranındaki (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri ve (c) uygun SAD deseni.

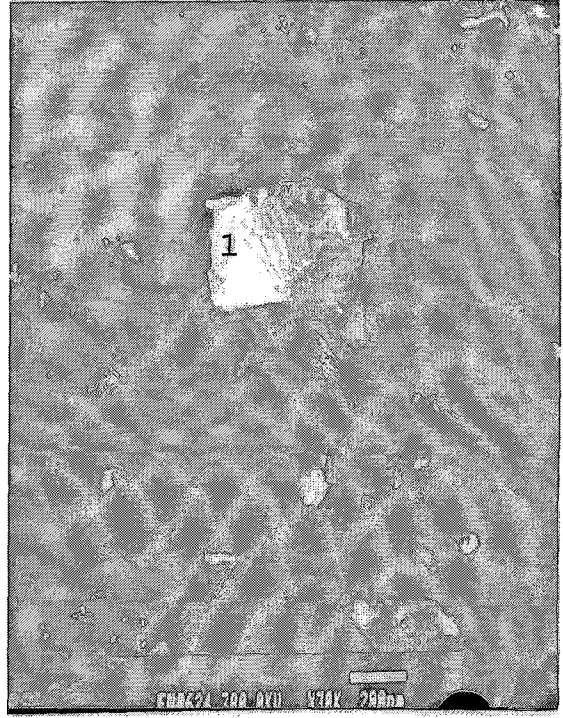
Şekil 6.26.d’de gösterilen SAD deseni Şekil 6.26.b’deki karanlık-alan resminde 1 ile belirtilen bölgeden alınmıştır. Desen nokta difraksiyon deseni özelliği sergilemektedir. Görüntü ayrılığında kaynaklandığı düşünülen ikizleme difraksiyon noktaları net bir şekilde görülmektedir.

Şekil 6.27.a’daki aydınlık-alan görüntüsü daha önce belirttiğimiz görüşlerimizi doğrular yöndedir ve anafaz içinde dağılmış olan nano boyutlu yapılar bu resimde daha net bir şekilde görülmektedir. Şekil 6.27.b’de karanlık-alan görüntüsünden bu ince yapıların boyutları ~50 nm olarak ölçülmüştür.

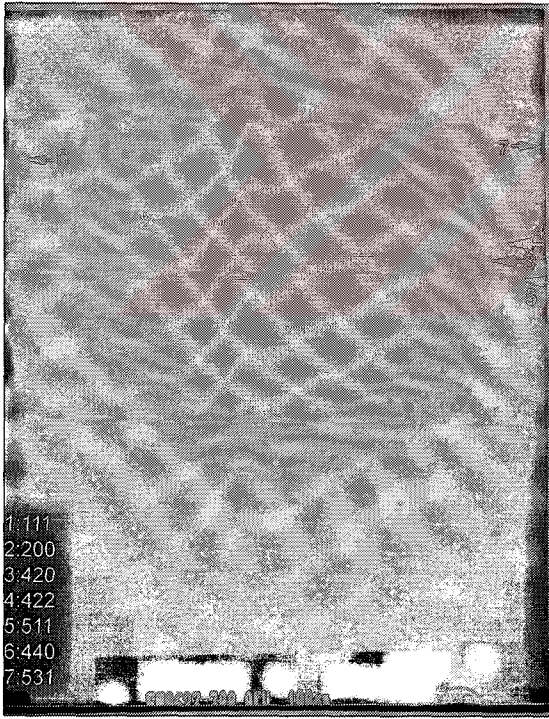
Şekil 6.28.a, anafaz içinde dağılmış olan metaller arası bileşik parçacıklarının dağılımını ve yapısını gösteren aydınlık-alan görüntüsüdür. Bu resimde net olarak gözlenemeyen metaller arası bileşik parçacıkları Şekil 6.28.b’deki karanlık-alan görüntüsünde daha net bir şekilde gözlenmektedir. Resim incelendiğinde metaller arası bileşik parçacıkların boyutlarının 50 nm ile 200 nm arasında değiştiği görülür. Resmin sağ üst köşesi incelendiğinde birbirine paralel uzanan kalın süreksiz çizgiler basamaklı bir yapı sergilemektedir. Bu çizgiler Şekil 6.28.a’daki aydınlık-alan görüntüsünde daha net bir şekilde görülebilir. İlk bakışta bu izlerin kayma izleri olabileceği düşünülmüş olsa da, bunlar görüntü ayrılıklarıdır. Şekil 6.28.c’deki SAD deseni Şekil 6.28.a’dan alınmıştır. Desen kesikli halkalardan ve düzenli nokta yansımalarından olmak üzere iki ayrı difraksiyon setinden oluşmaktadır. Aynı bölgeden gelen farklı difraksiyon setleri, o bölge içinde farklı kristoloğrafik özelliklerde iki farklı yapının olduğunu gösterir. Tek kristalli yapının belirtisi olan nokta difraksiyon yansımalarının Al anafazından, kesikli halka şeklindeki difraksiyon yansımalarının ise anafaz içinde dağılmış olan ince yapılı metaller arası TiAl bileşik fazlarından geldiği düşünülmektedir.



(a)



(b)

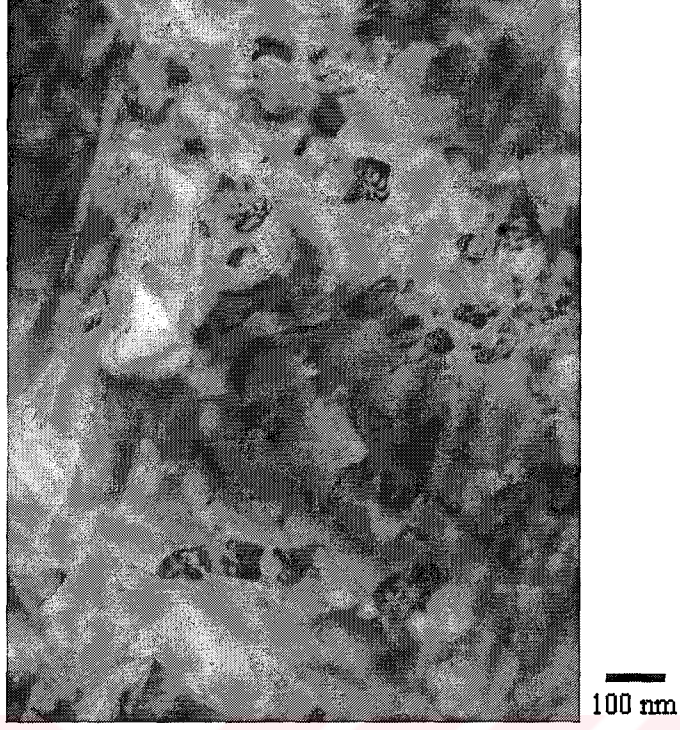


(c)

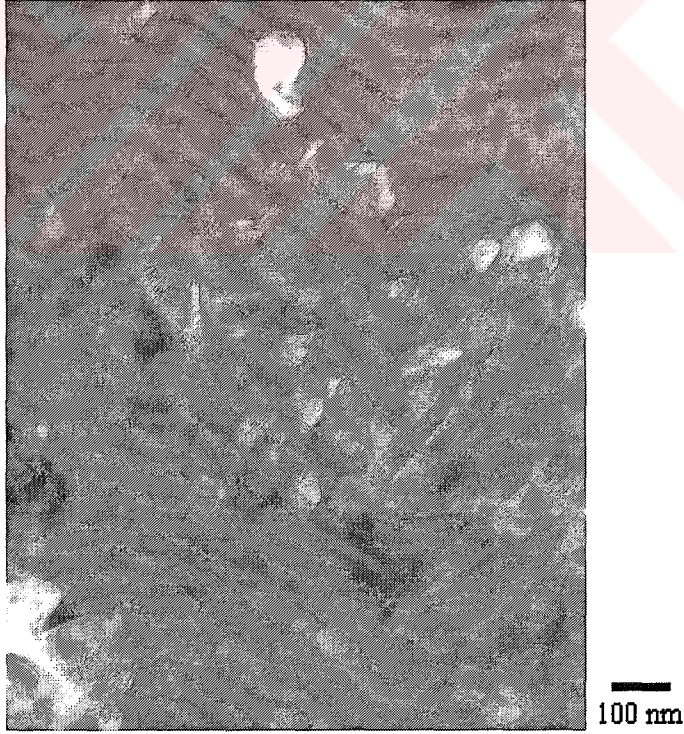


(d)

Şekil 6.26. B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan küçük boyutlu tanelerden oluşan farklı bir bölgeyi gösteren (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri, (c) çok kristalli yapının kanıtı olan uygun SAD deseni ve (d) 1 ile belirtilen bölgeden alınan SAD deseni.

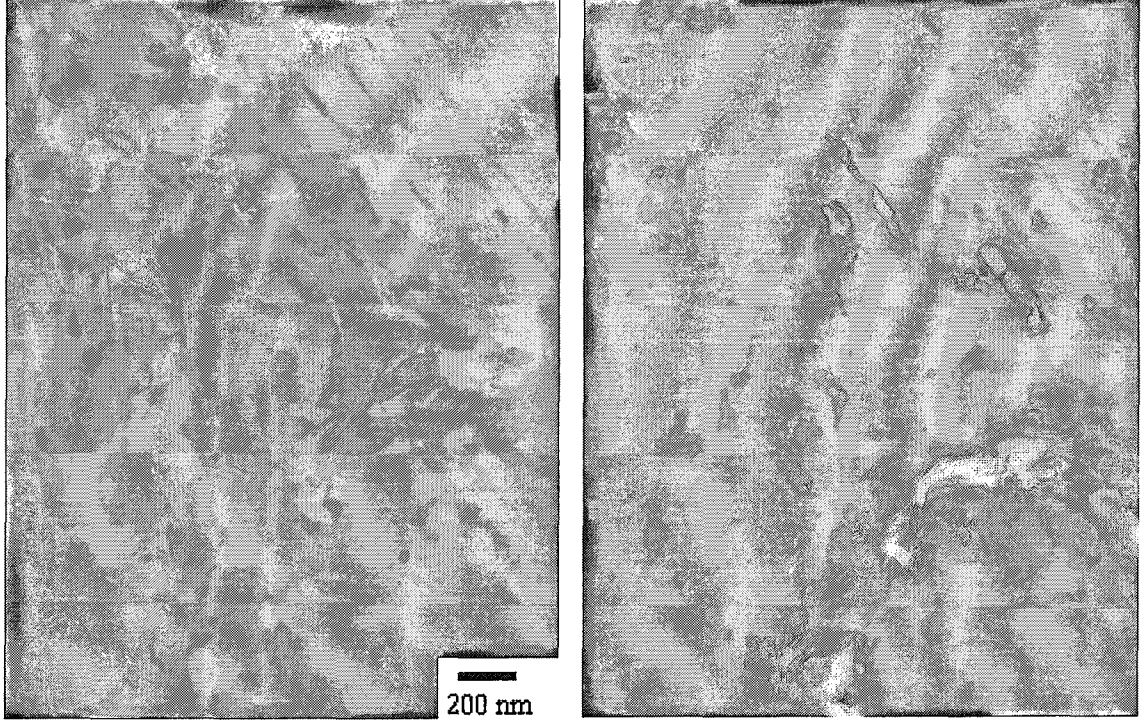


(a)



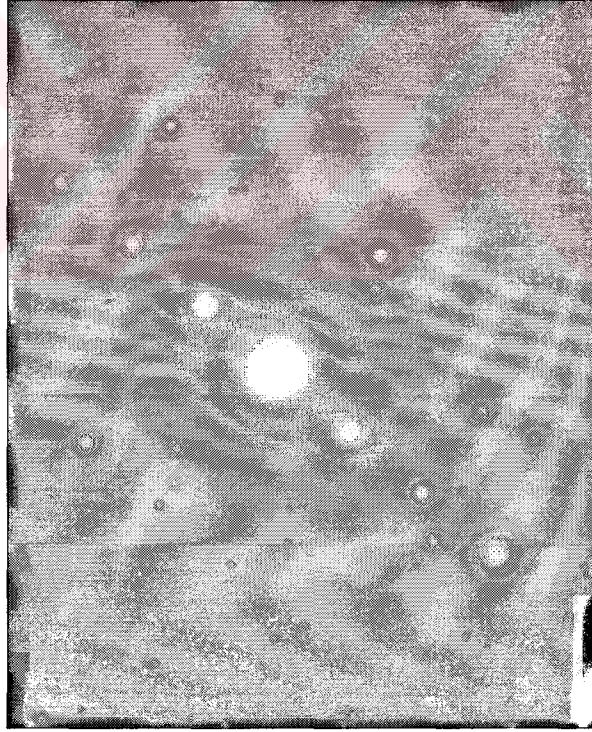
(b)

Şekil 6.27. B1 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan küçük boyutlu yapıları gösteren (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri.



(a)

(b)

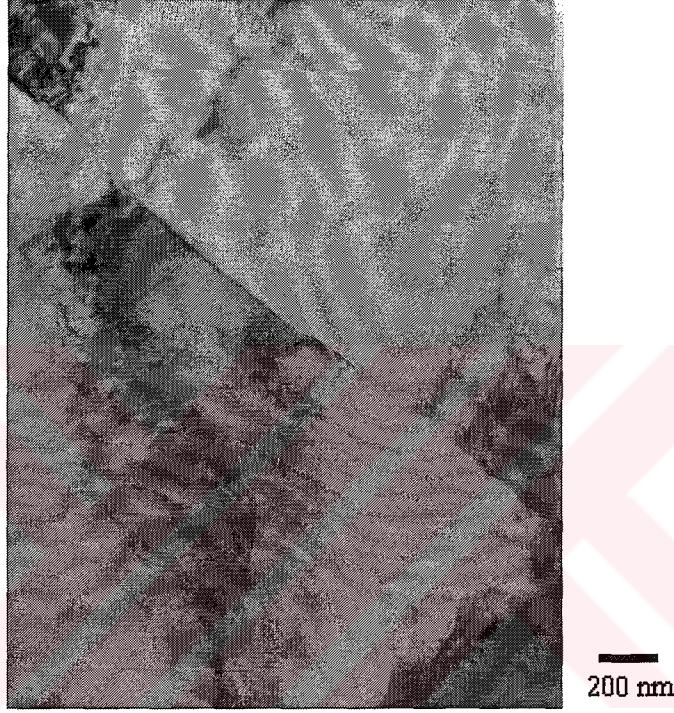


(c)

Şekil 6.28. B1 numunesinde çift faz bulunan bölgeden alınan (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri ve (c) çift fazlı yapının kanıtı olan uygun SAD deseni.

6.2.2. B4 Numunesinin TEM Gözlemleri

Şekil 6.29, B4 numunesinin mikroyapısını gösteren aydınlık-alan TEM görüntüsüdür. Resimde büyük boyutlu iki taneyi birbirinden ayıran tane sınırı net olarak görülmektedir. Resmin alt kısmındaki tane çok sayıda çizgisel kusur (dislokasyon) ihtiva etmektedir. Resimde dikkat çeken nokta, alt tarafta bulunan tane içerisindeki çizgisel kusurların tane sınırında son bularak üst tarafta bulunan tane içerisinde ilerleyemeyişidir.

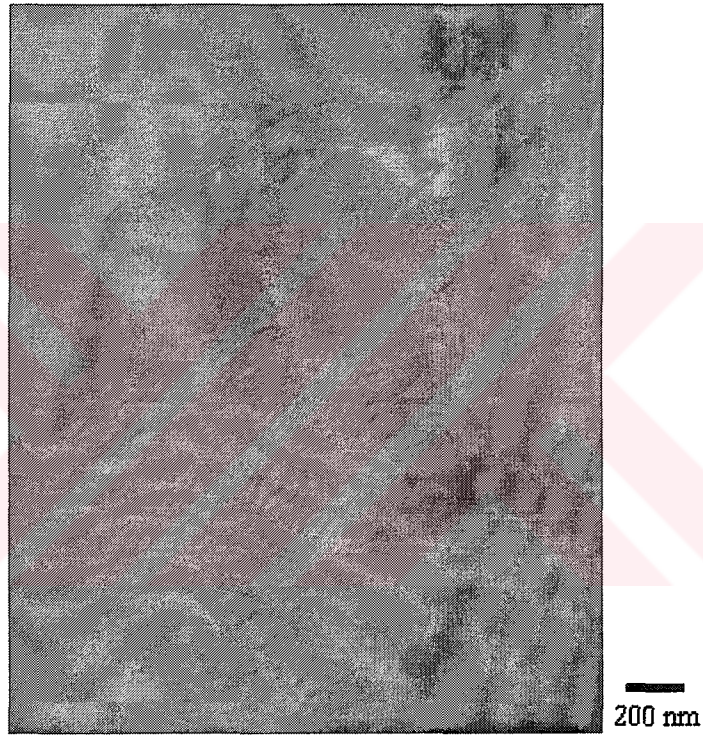


Şekil 6.29. B4 numunesinde büyük tanelerden oluşan bölgeyi ve kusur izlerini gösteren aydınlık-alan TEM görüntüsü.

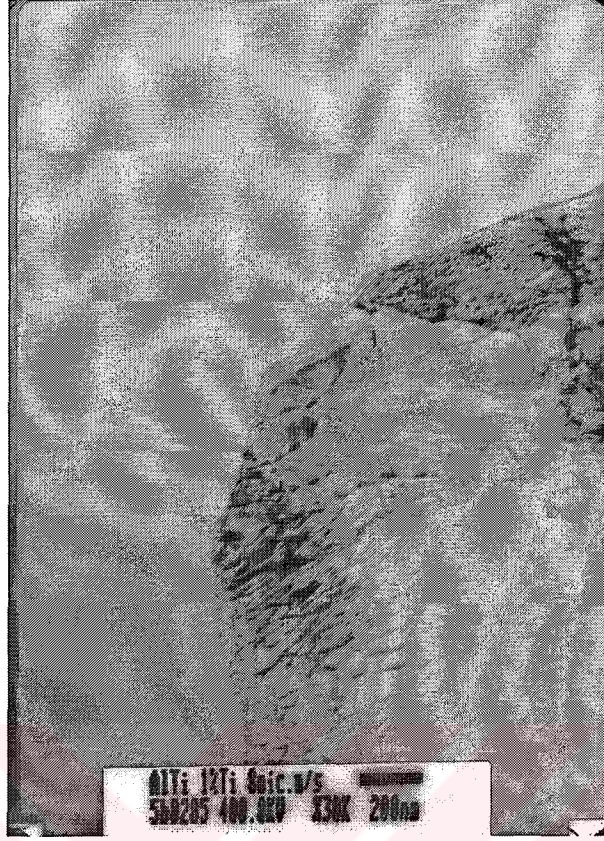
Şekil 6.30, B4 numunesinde çizgisel kusur yoğunluğunun çok fazla olduğu büyük tane boyutuna sahip farklı bir bölgenin TEM görüntüsüdür. Görüntüden kusur yoğunluğunun oldukça fazla olduğu görülür. Aynı bölgenin mikroskop altında $\sim 5^\circ$ döndürülmesi sonucu elde edilen yeni görüntüsü Şekil 6.31’de gösterilmektedir. Kusur görüntüleri bu resimde daha nettir ve tane sınırları da gözlenmektedir. Görüntü incelendiğinde, resmin üst ve alt bölgesindeki taneler içindeki çizgisel kusur yoğunluğunun daha fazla olduğu görülür. Bazı kusurlar tabakalı yapılardaki tırmanıcı kusurlar gibi davranıp tane sınırlarında son bulmamaktadır ve tane sınırı ile etkileşerek diğer tane içinde ilerleyişine devam etmektedir. Ayrıca resmin sağ üst kısmında yukarıya doğru ilerleyen yoğun bir çizgisel kusur ağı daha görülmektedir. Şekil 6.30 ve 6.31 birlikte değerlendirildiğinde her iki resimdeki çizgisel kusur görüntüleri arasında farklılıklar olduğu görülür. Bu durum numunenin döndürülmesinden kaynaklanmaktadır. Şekil 6.32, Şekil

6.30’da gösterilen büyük tane boyutuna sahip bölgeden alınan SAD desenini göstermektedir. Desen düzenli nokta difraksiyon deseni şeklindedir ve bu Şekil 6.30 ve 6.31’deki büyük boyutlu taneler arasında yönelim ilişkisi olduğunu gösterir.

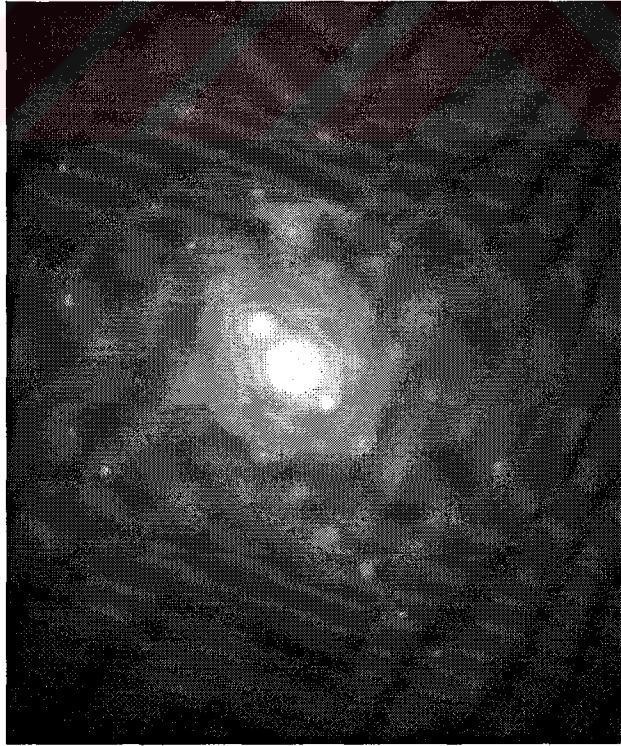
Şekil 6.33, büyük boyutlu tanelere sahip B4 numunesi içindeki çizgisel kusurların çok yoğun olduğu bölgeleri gösteren aydınlık-alan TEM görüntüsüdür. Resimden yapı içinde çok yoğun çizgisel kusur yığılmalarının olduğu görülebilir. Resmin sol üst köşesinde Şekil 6.31’de gözlenen kusurlara benzeyen kusurlar görülmektedir. Yapıdaki yoğun çizgisel kusur izleri Şekil 6.34.a ve b’de daha net bir şekilde görülmektedir.



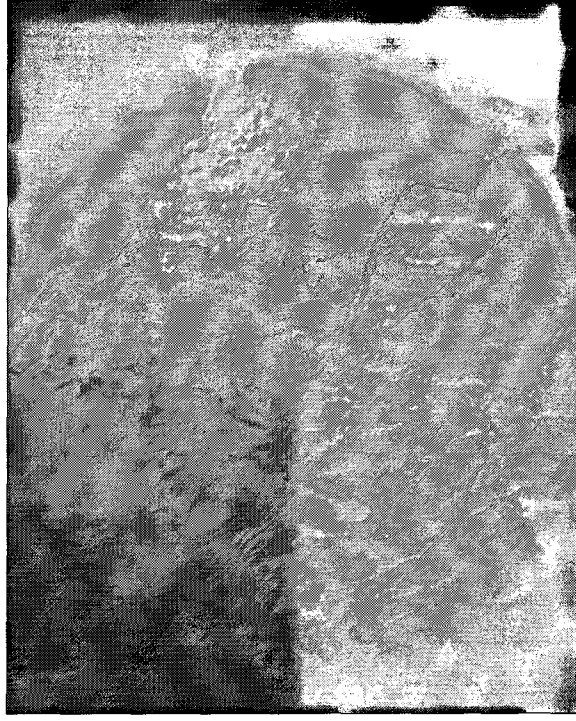
Şekil 6.30. Büyük taneli yapıda oluşan yoğun kusur ağlarını gösteren TEM görüntüsü.



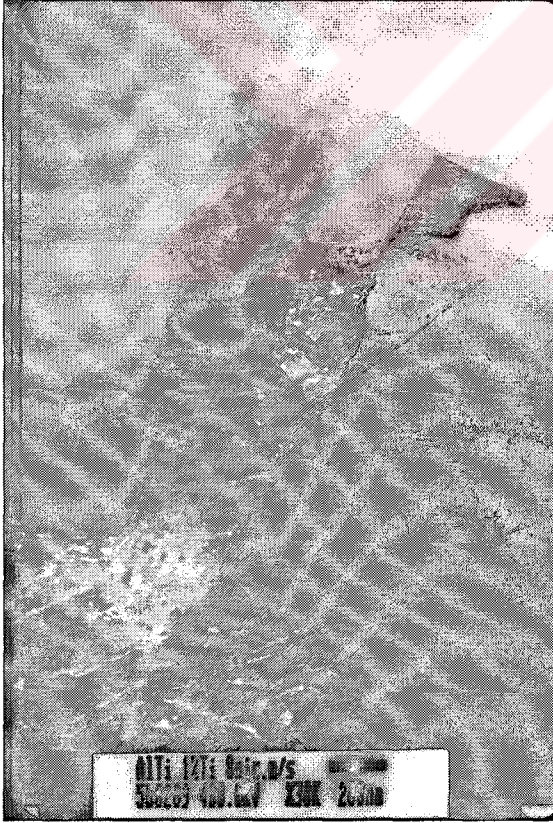
Şekil 6.31. Büyük taneli yapıda oluşan yoğun kusur ağlarının daha net izlenebildiği TEM görüntüsü.



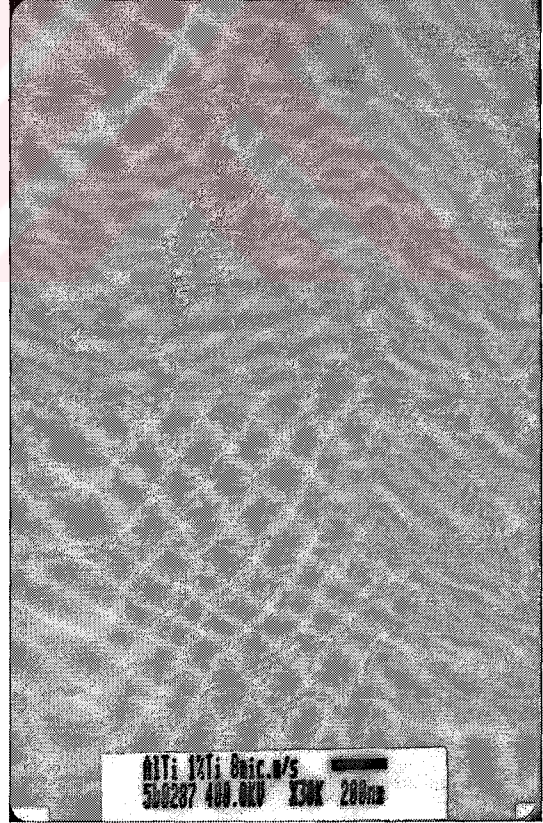
Şekil 6.32. Şekil 6.30’da gösterilen bölgeden alınan SAD deseni.



Şekil 6.33. Büyük taneli yapıda kusur yoğunluğunun çok fazla olduğu bölgeleri gösteren TEM görüntüsü.



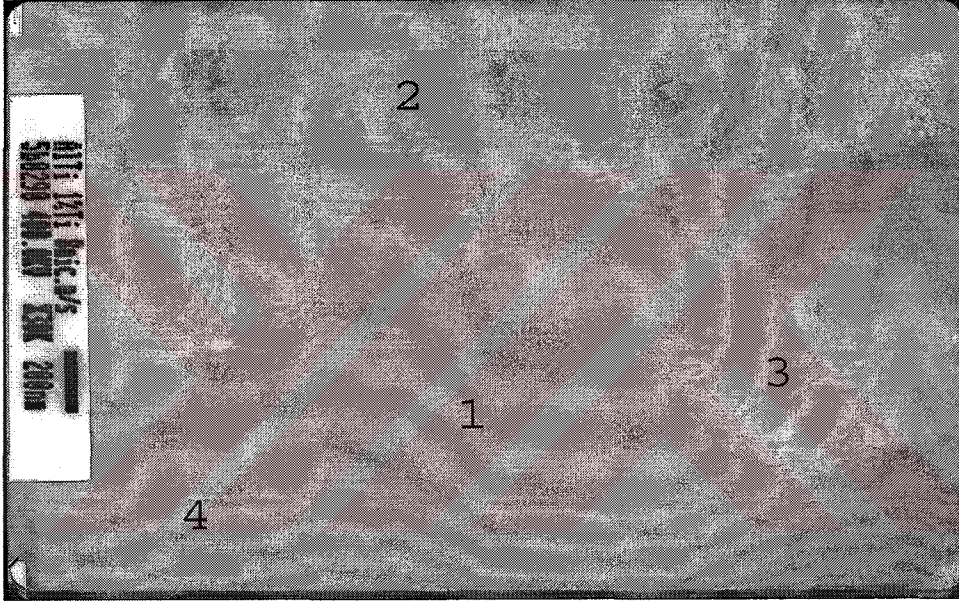
(a)



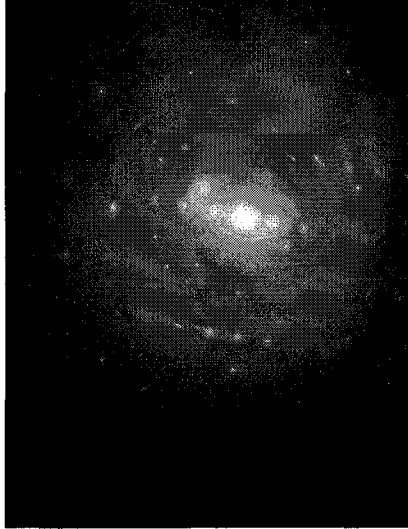
(b)

Şekil 6.34. Şekil 6.34'teki kusurların detaylı görüntülerini sunan (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri.

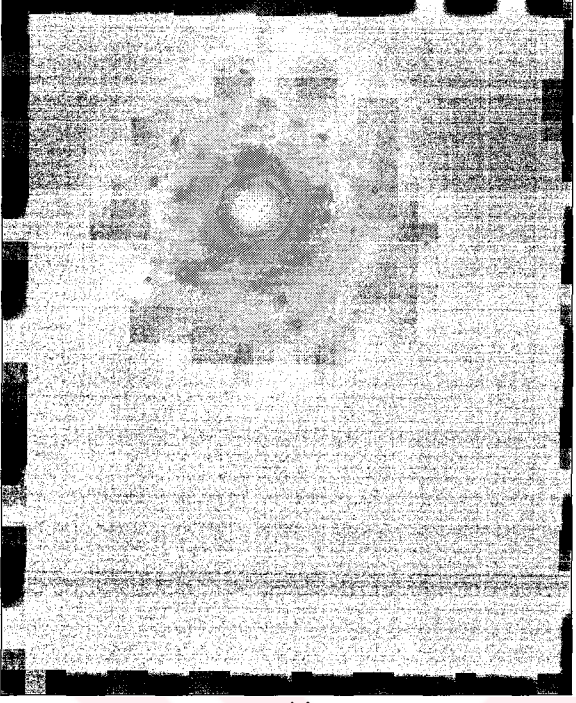
Şekil 6.35'deki aydınlık-alan görüntüsü incelendiğinde birbirinden ayrı dört bölgenin varlığı kolayca görülebilir. Resimde 1, 2 ve 3 ile belirtilen bölgelerin 4 ile belirtilen anafaz içerisine gömülmüş olan büyük boyutlu taneler oldukları düşünülmektedir ve uygun SAD desenleri bu düşünceyi doğrulamaktadır. 2 ve 3 ile belirtilen tanelerin içine dikkat edildiğinde kusur izlerine benzeyen yapılar görülmektedir ve bu izlerin 2 nolu tane içinde daha yoğun olduğu görülür. Numaralanmış bölgelerden ve resimde görülen yapının tamamından alınan SAD desenleri mümkün olan yapılar hakkında daha fazla bilgi edinilmesini kolaylaştırmaktadır. Yapının tamamından alınan SAD deseni Şekil 6.36'da gösterilmektedir. Desen tamamlanmamış halka deseni şeklindedir. Bu durum Şekil 6.35'deki taneler arasında yönelim ilişkisi olduğunu gösterir. Şekil 6.37.a, b, c ve d'deki SAD desenleri sırasıyla Şekil 6.35'de 1, 2, 3 ve 4 nolu bölgelerden alınmıştır.



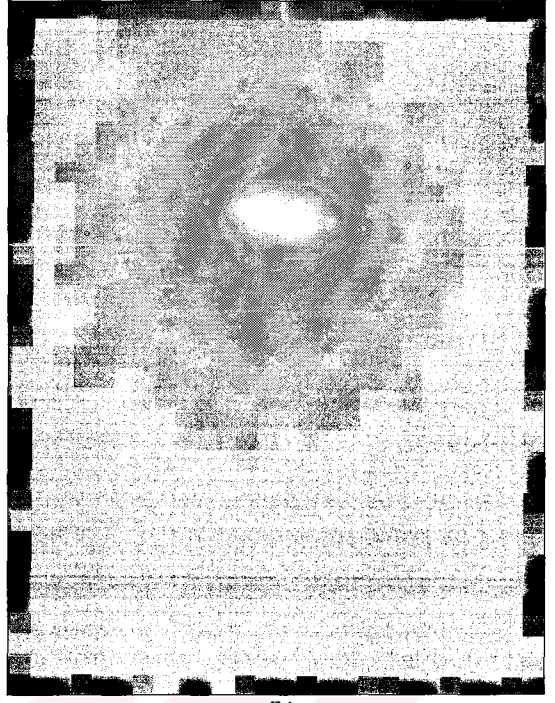
Şekil 6.35. B4 numunesinde anafaz içinde dağılmış olan taneleri gösteren TEM görüntüsü.



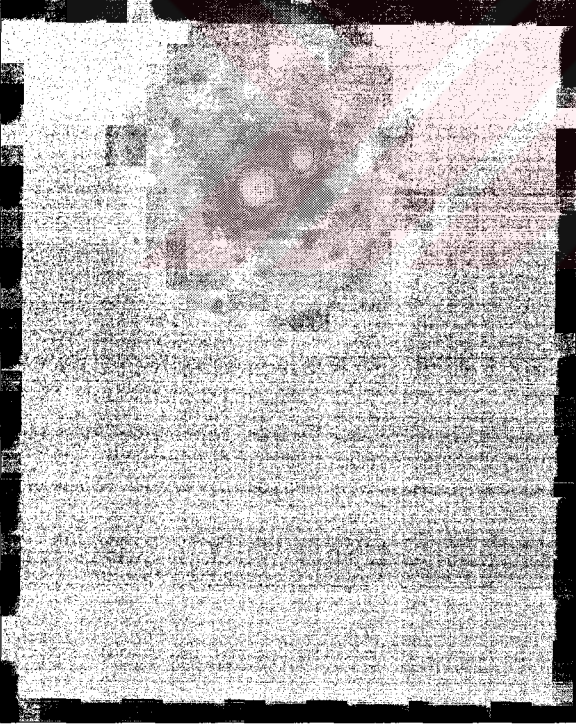
Şekil 6.36. Şekil 6.35'de gösterilen bölgeden alınan SAD deseni.



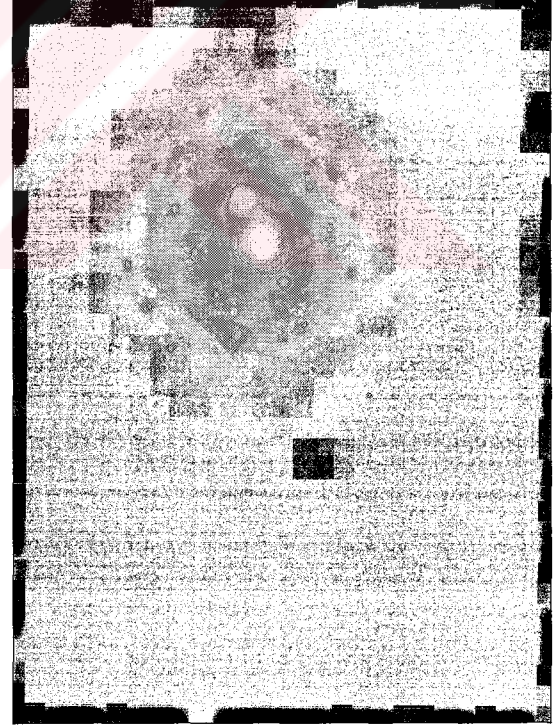
(a)



(b)



(c)



(d)

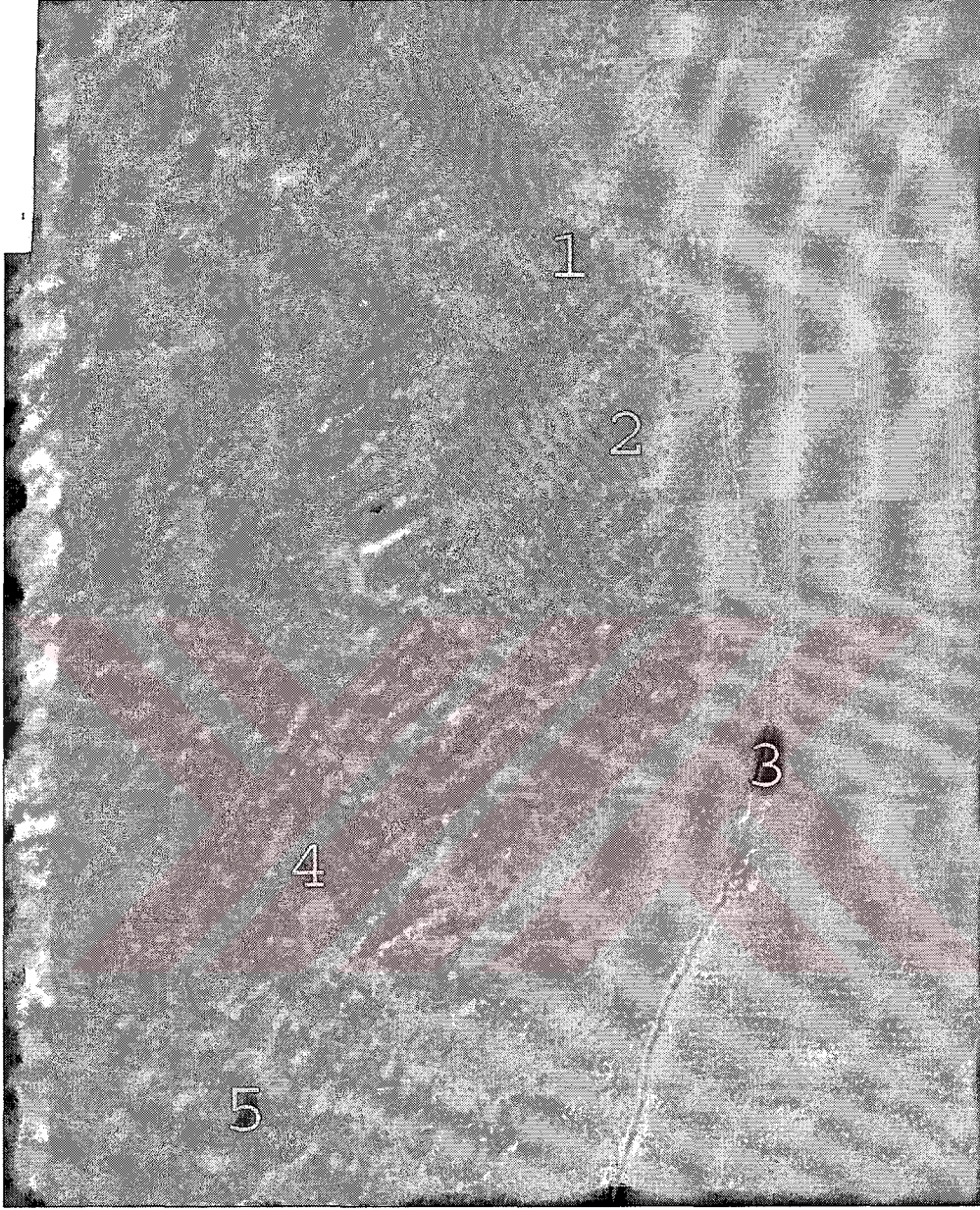
Şekil 6.37. Şekil 6.35’de (a) 1 nolu, (b) 2 nolu, (c) 3 nolu, ve (d) 4 nolu bölgelerden alınan SAD desenleri.

6.3. B1 Numunesinin HREM Gözlemleri

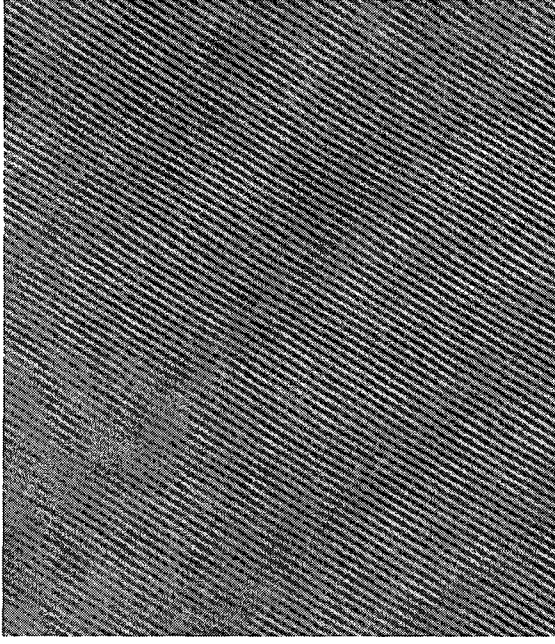
Şekil 6.38’de B1 numunesinden alınan HREM görüntüsü görülmektedir. İlk bakışta bu büyütme oranında, Şekil 6.38’de örgü uzayına ait herhangi bir görüntü gözlenilmemektedir ve bu görüntüden kabaca yorum yapılırsa; büyük boyutlu bir tane dikkat çekmektedir ve bu tanenin alüminyum tanesi olduğu düşünülmektedir. Ancak şu anki gözlemlerimiz bu yorumu yapmak için yetersiz kalmaktadır. Bunun için daha yüksek büyütme oranlarına sahip yeni görüntülere ihtiyaç vardır. Bu amaç doğrultusunda alınan yeni görüntüler Şekil 6.39 ve 6.40’da gösterilmektedir. Şekil 6.38’de 1 ile belirtilen bölgenin görüntüsü Şekil 6.39.a’da, 2 ile belirtilen bölgenin görüntüsü Şekil 6.39.b’de ve 3 ile belirtilen bölgenin görüntüsü de Şekil 6.39.c’de gösterilmektedir. Şekil 6.39’daki görüntüler incelendiğinde; 1 ve 2 ile belirtilen bölgelerin kristal yapı görüntüsü sergilediği görülebilir. Şekil 6.39.c’de de (3 nolu bölge) kristal yapının son bulunduğu bölge net bir şekilde gözlenebilmektedir. Numunenin örgü uzayına ait hesaplamalar Şekil 6.39.a ve b’deki görüntülerden faydalanılarak yapılmıştır. Yapılan hesaplamalardan görüntülerde birbirine paralel olan çizgiler arasındaki mesafeler (kristal yapıda düzlemler arası mesafe, d_{hkl}) tespit edilmiştir. Hesaplamalar sonucunda, Şekil 6.39.a ve b’deki görüntülerden B1 numunesine ait kristal yapının düzlemler arası mesafe değeri, $d_{hkl} \approx 0,141$ nm olarak bulunmuştur. Bundan sonra yapılması gereken işlem yapının örgü parametresini hesaplayarak bulunan değer alüminyumun örgü parametresine ($a=0,40497$ nm) eşit veya yakın olup olmadığını belirlemektir. Ancak bu işlem yapılamamıştır, çünkü Şekil 6.38’de gösterilen görüntüden SAD deseni alınmamıştır. Bu yüzden farklı bir yol izlenerek literatürde alüminyum tanelerinin verdiği yansımalarla bakılmış ve o yansımaların verdiği d_{hkl} değerleri ile bizim numunemize ait d_{hkl} değerleri karşılaştırılmıştır. Böylelikle yapının alüminyum tanesi olup olmadığı anlaşılmaya çalışılmıştır.

Al-Ti alaşımları ile ilgili genel bir literatür taraması yapıldığında; alüminyumdan oluşan bölgelerin verdiği difraksiyon desenlerinde yaygın olarak gözlenen yansımaların $\{220\}$, $\{200\}$ ve $\{311\}$ yansımaları olduğu bulunmuştur. Bu yansımalar dikkate alındığında $\{220\}$ yansımaları için $h^2+k^2+l^2=8$, $\{200\}$ yansımaları için $h^2+k^2+l^2=4$ ve $\{311\}$ yansımaları için de $h^2+k^2+l^2=11$ olmaktadır ve $a=0,40497$ nm için denklem 2.2’den d_{hkl} değerleri hesaplandığında; $\{220\}$ yansımaları için $d_{hkl} \approx 0,143$ nm ve $\{200\}$ yansımaları için $d_{hkl} \approx 0,202$ nm olarak bulunmuştur. Buradan $\{220\}$ yansımaları için bulunan d_{hkl} değerinin bizim numunemiz için bulduğumuz d_{hkl} değeri ile çok az bir sapma gösterdiği görülebilir.

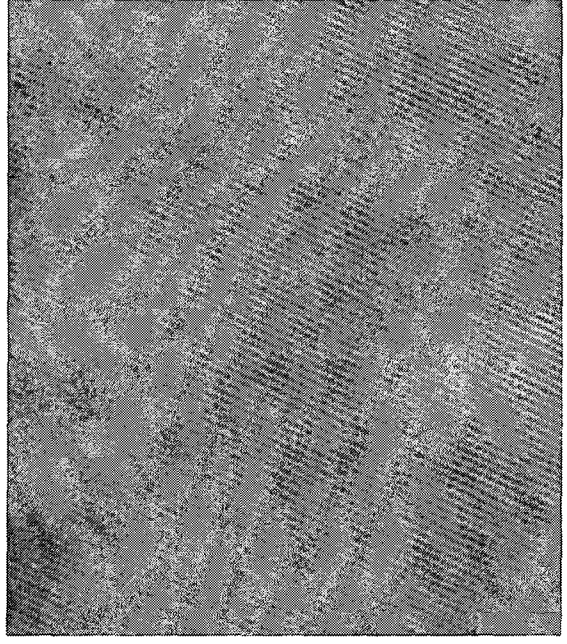
Şekil 6.40.a ve b’deki görüntüler sırasıyla Şekil 6.38’de 4 ve 5 olarak belirtilen bölgelerden alınmıştır. Görüntüler incelendiğinde bunların 1 ve 2 ile belirtilen bölgelerden alınan görüntülerle özdeş olduğu görülmektedir. Yani; 1, 2, 4 ve 5 nolu bölgelerin hepsi aynı örgü uzayına sahiptir.



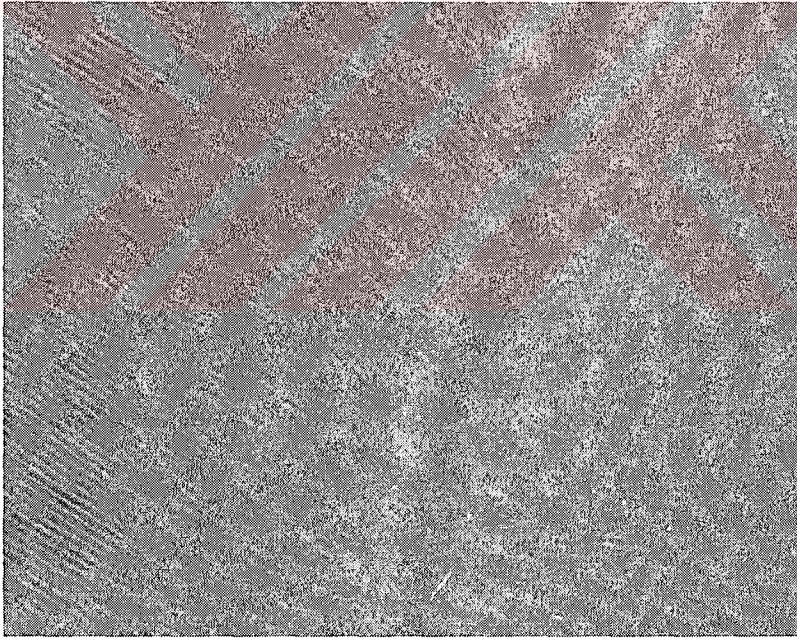
Şekil 6.38. B1 numunesinden alınan HREM görüntüsü.



(a)

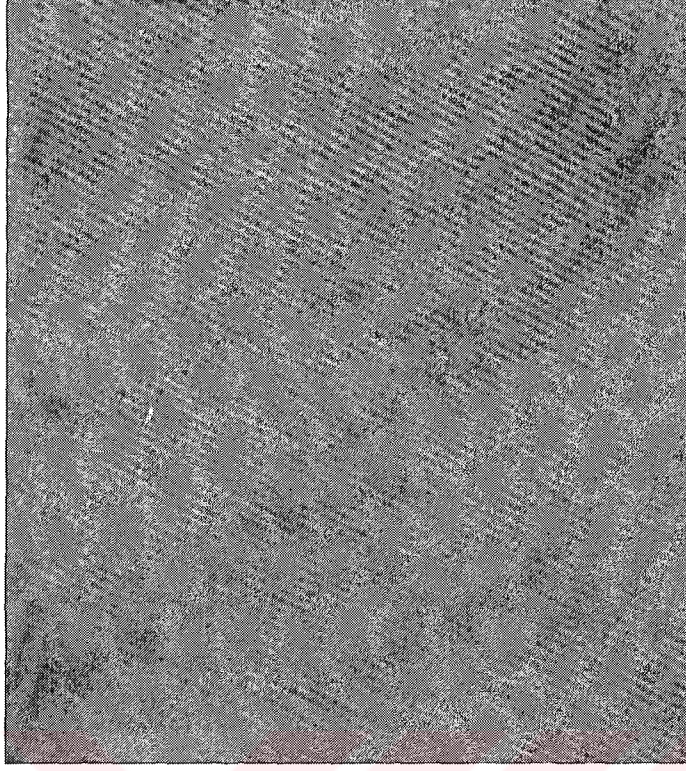


(b)

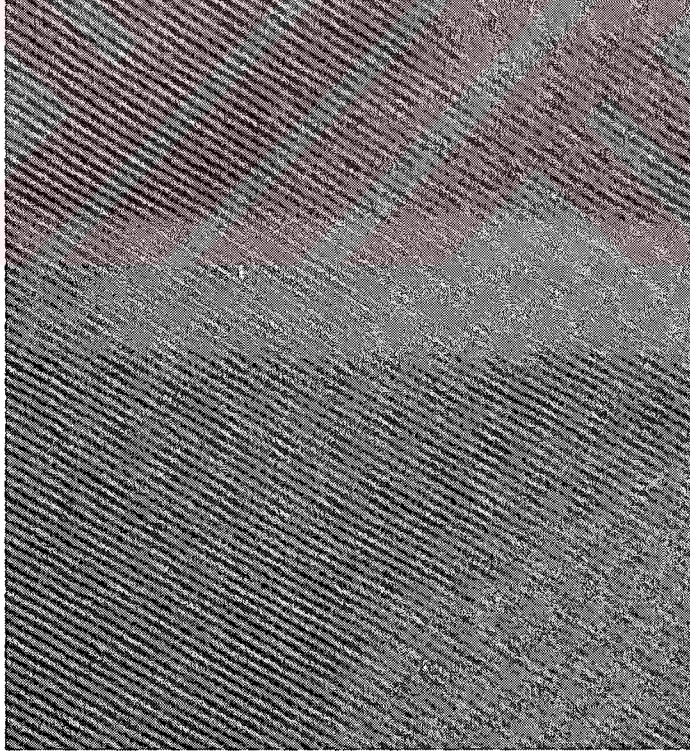


(c)

Şekil 6.39. Şekil 6.38’de (a) 1 nolu, (b) 2 nolu ve (c) 3 nolu bölgelerden yüksek büyütme oranında alınan HREM görüntüleri.



(a)



(b)

Şekil 6.40. Şekil 6.38’de (a) 4 nolu, (b) 5 nolu bölgelerden yüksek büyütme oranında alınan HREM görüntüleri.

7. TARTIŞMA

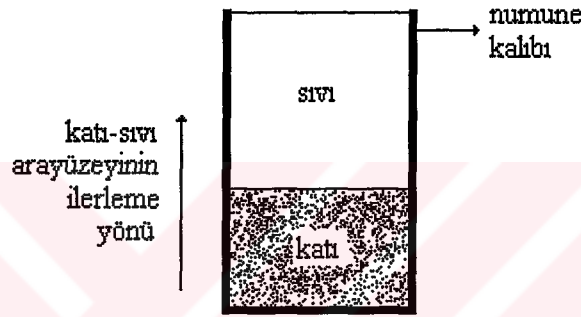
Bu çalışmada farklı Ti içeriğine (ağırlıkça %1 ve %2 Ti) sahip ve farklı soğuma hızlarında (%1 Ti içeriğine sahip alaşım için 165 $\mu\text{m/s}$, 16 $\mu\text{m/s}$ ve 8 $\mu\text{m/s}$) katılaştırılan Al-Ti alaşımlarının mikroyapıları elektron mikroskopi teknikleri (TEM, SEM ve HREM) ile incelenmiştir. Yapılan incelemelerle alaşım numunelerinin faz bileşenleri ve tane yapıları belirlenmeye çalışılmıştır.

Farklı Ti içeriğinin alaşım numunelerinin tane yapısı ve ikincil fazlar (metaller arası bileşikler) üzerinde, döküm şartlarının da oluşması beklenen ikincil fazların yapısı ve dağılımı üzerinde belirgin bir etkiye sahip olması beklenmektedir. Bu nedenle var olan mikroyapıları açıklamada döküm şartları Ti içeriği ile birlikte dikkatli bir şekilde ele alınmalıdır. Bölüm 5.1’de detaylı bir şekilde anlatılan döküm işlemleri hatırlandığında; B1 numunesi döküm fırınında hazırlanırken B2, B3 ve B4 numuneleri Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırınında hazırlanmıştır. Döküm numunelerinin iki grup halinde farklı yöntemlerle farklı fırınlarda hazırlanmasına rağmen esas olarak tüm numunelerdeki katılaşma karakteristikleri bir noktada birbirine benzerdir. Çünkü, tüm numunelerde katılaşma sırasında sıvı halde bulunan alaşımın katı-sıvı arayüzeyinin seçilmiş bir doğrultuda ilerlemesi sağlanmıştır. Farklı olarak, B1 numunesinin soğuma (katılaşma) hızı B2, B3 ve B4 numuneleri ile mukayese edildiğinde oldukça düşüktür. B2, B3 ve B4 numuneleri Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırınında bir motorlu mil yardımı ile yüksek hızlarda sıcak bölgeden soğuk bölgeye çekilirken, B1 numunesinin döküm fırınında ilk önce alt bölgesi katılaştırılmış ve sonradan da üst bölgesinin kendi kendine bir gecelik bir süre zarfında katılaşması sağlanmıştır.

B1 numunesinin SEM ile çekilmiş yüzey görüntülerinin ve aynı yüzeylerden alınan EDX spektrumlarının incelenmesinden bu numunenin iki farklı fazın bileşiminden oluştuğu görüldü: Al anafazı içinde dağılmış olan metaller arası TiAl bileşiği. Al-Ti alaşım sistemlerinde yaygın olarak gözlenen metaller arası bileşik (titanyum alüminideler) fazları TiAl_3 , TiAl ve Ti_3Al bileşikleridir. Literatür taramalarında düşük Ti içeriğine sahip Al-Ti alaşımlarında onun faz diyagramına uygun olarak gözlenen baskın metaller arası bileşik fazın TiAl_3 olduğu görülmüştür. Bu durumda B1 numunesinde TiAl fazı gözlenmesinin nedeni Şekil 7.1 ve 7.2’ye bakarak şu şekilde açıklayabiliriz:

Şekil 7.1’de düşük miktarda B atomu ihtiva eden A-B türü ikili bir alaşımın doğrusal katılaşması şematik olarak gösterilmektedir. Alaşımın alt bölgesi katı, üst bölgesi ise sıvı haldedir ve katı-sıvı arayüzeyi doğrusal olarak yukarıya doğru ilerlemektedir. Bu durumda ana faz olan A atomları B atomlarını numune kalıbının üst bölgesine, yani sıvı bölgeye doğru

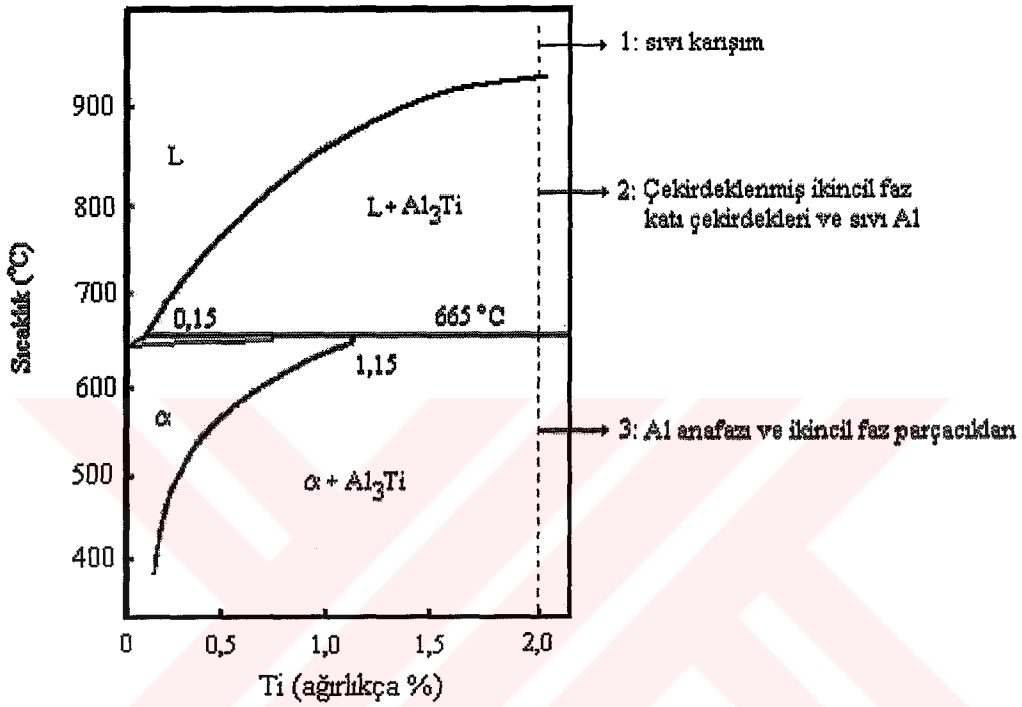
itecektir. Bundan dolayı katılaşmanın tümüyle tamamlanmasından sonra numunenin üst bölgesindeki B atomlarının yoğunluğu alt bölgedekinden daha fazla olacaktır. Dolayısı ile numunenin tamamı düşünüldüğünde B atomlarının homojen bir dağılımı söz konusu olmayacaktır [60]. B1 numunesinin döküm fırınındaki katılaşması da buna benzer bir şekilde meydana geldiğinden, bu numunedeki Ti atomlarının yoğunluğunun numunenin üst ve alt bölgelerinde farklılık göstermesi yani, ağırlıkça %2 Ti içeriğinde bulunan Ti atomlarının çoğunun katılaşan bölgedeki Al atomları tarafından numunenin üst bölgesine itilmesi beklenmektedir. SEM ve EDX sonuçları bu olayın meydana geldiğini doğrulamıştır. Çünkü, B1 numunesinde Al anafazı içinde yüksek oranda TiAl fazı gözlenmiştir ve TiAl bileşiği atomik yüzde cinsinden ~%50 oranında Ti içermektedir.



Şekil 7.1. Al-Ti alaşımlarının doğrusal katılaşmasının şematik gösterimi.

Şekil 7.2’de Al-Ti alaşımlarının faz diyagramında alüminyumca zengin olan kenar gösterilmektedir. B1 numunesi için, alaşım 1 nolu bölgede sıvıdır ve soğuma ile birlikte katılaşmanın ilk basamakları, yani çekirdeklenmeler 2 nolu bölgede başlamaktadır. Bu bölgede metaller arası bileşik fazları katı çekirdekler oluştururlar, soğuma ile bu çekirdeklere olan difüzyon artar ve yapı katı metaller arası bileşik fazı çekirdekleri ile sıvı Al’dan oluşmaktadır. Soğumanın devam etmesi ile 3 nolu bölgede çekirdeklerin etrafındaki büyüme tamamlanır ve tamamen katılaşmış olan son alaşım yapısı elde edilir. Yapı Al anafazı içinde dağılmış olan metaller arası bileşik fazlarından oluşmaktadır. Şekil 7.2’deki faz diyagramına göre, %2 Ti içeren Al alaşımı metaller arası bileşik fazı olarak $TiAl_3$ bileşiği içermelidir. Ancak B1 numunesinde katılaşma mekanizması farklı işlediği için farklı bir metaller arası bileşik fazı gözlenmiştir. Alaşımın katılaşması çok yavaş bir şekilde meydana geldiği için Şekil 7.1’de gösterilen katı-sıvı arayüzeyi çok yavaş ilerlemiştir. Normalde Ti’un Al içindeki difüzyonu çok yavaştır ve Ti’un erime noktasındaki kendi kendine difüzyonu $\sim 2.24 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ ’dir [37]. Ancak katılaşma zamanı çok uzun sürdüğü için Ti atomlarının 2 nolu bölgede oluşan metaller arası bileşik fazı çekirdeklerine olan difüzyonu devam etmiştir ve bu olay katılaşma tamamlanıncaya

kadar bu şekilde sürmüştür [60]. EDX spektrumlarının verdiği sonuçlar, B1 numunesinde gözlenen metaller arası bileşik fazlarının atomik yüzde cinsinden %45 Ti içerdiğini ortaya koymuştur. Bu oran ağırlık yüzdesi cinsinden ~%58 Ti'a karşılık gelmektedir ve Şekil 3.1'de gösterilen Al-Ti sisteminin faz diyagramı incelendiğinde ~%58 Ti içeren bölgede baskın olan faz TiAl fazıdır.



Şekil 7.2. Al-Ti alaşımının alüminyumca zengin olan kenarı [46].

B1 numunesinin SEM gözlemleri oluşan TiAl faz parçacıklarının iki farklı yapı sergilediklerini gösterdi: Çubuk gibi ve kalın yapılı parçacıklar. Parçacıklar Al anafazı içinde homojen bir şekilde dağılmıştır. Çubuk yapısına sahip TiAl parçacıklarının yüksek büyütme SEM görüntüleri incelendiğinde, bunların dentirit yapısı andıran bir görüntü sergiledikleri görüldü. Dentirit yapıların çoğunlukla alt soğutulmuş sıvılarda atomların anizotropik katılaşması sonucu oluştuğu bilinmektedir. Ancak B1 numunesinde metaller arası bileşik parçacıklarının sayısı fazla olduğu için bunlar katılaşma başlangıcında çekirdeklenme yerlerini arttıracığından B1 numunesindeki alt soğuma miktarının yüksek olabileceği düşünülmektedir.

B1 numunesindeki çubuk yapısına sahip parçacıklarının boyutları ~2.5 µm x 0.7 µm ile ~70 µm x 10 µm arasında değişirken, kalın yapılı parçacıklarının boyutlarının ~2 µm ile 17 µm arasında değiştiği ve numune yüzeyinin bazı bölgelerinde küçük boyutlu çubuk yapısına sahip

parçacıkların kümelenmeler oluşturdıkları gözlemlendi. Katılaştırmanın çok yavaş gerçekleşmesinin oluşan bu kümelenmeler üzerinde etkili olduğu düşünülmektedir. Zhang ve arkadaşları hızlı katılaştırılmış Al-5Ti-1B alaşımında tane inceltici olarak etki yapan TiB_2 faz parçacıklarının alaşım içindeki kümelenme eğilimlerinin hızlı katılaştırma işlemi ile bastırıldığını rapor etmişlerdir [33]. Kimyasal dağlama yapılmış B1 numunelerinde çubuk gibi ve kalın yapılı parçacıklarının yanı sıra karmaşık bir yapı sergileyen sarmal görünümlü TiAl parçacıkları da gözlenmiştir.

Düşük Ti (%1) içerikli farklı soğuma hızlarına sahip (sırasıyla 165 $\mu m/s$, 16 $\mu m/s$ ve 8 $\mu m/s$) B2, B3 ve B4 numunelerinin katılaşmaları da Şekil 7.1’de B1 numunesinin katılaşmasını açıklamak için gösterilen katılaşma mekanizmasındaki gibi gerçekleşmiştir. Bu numunelerdeki Ti, SEM görüntüleri ve EDX spektrumları ile detekte edilememiştir. B2 numunesinde $\sim 24 \mu m \times 540 \mu m$ boyutlarında çubuk yapısında olan bazı beyaz renkli yapılar gözlenmiştir. İlk başta bu yapıların Ti içeren metaller arası bileşik fazları oldukları düşünülmüş ancak alınan EDX spektrumları hiç Ti piki vermemiştir. Bu yapılar hakkında herhangi bir faz tayini yapılamamıştır. Buna karşın B2, B3 ve B4 numunelerinin hepsinde de Al anafazı içinde kalın yapılı C çökeltileri gözlenmiştir. Bu C çökeltilerinin boyutları $\sim 8 \mu m$ ile $22 \mu m$ arasında değişmektedir. Numunelerin dökümlerinin yapıldığı fırın içindeki numune kalıpları grafitten yapıldığı için ve numuneler sıvı halde iken grafit karıştırıcı ile karıştırıldığı için bu C çökeltilerinin bu yolla numunelere bulaştığı düşünülmektedir. Ayrıca B2 numunesinde $\sim 0,5 \mu m$ boyutlarında Fe, Ni ve Si safsızlıkları da gözlenmiştir. Wang ve arkadaşları Al-5Ti-1B alaşımının mikroyapısının α -Al anafazı ile TiB_2 parçacıklarından oluştuğunu rapor etmişlerdir. Onlar Ti’un varlığının kanıtı olan $TiAl_3$ fazını 500 $^{\circ}C$ ’deki tavlamadan sonra gözlemişlerdir ve tavlamadan önce α -Al anafazı içinde çözünmüş halde bulunan Ti atomlarının 500 $^{\circ}C$ ’deki tavlamadan sonra çökeldiğini ve $TiAl_3$ fazının oluştuğunu belirtmişlerdir [37]. Biz de B2, B3 ve B4 numunelerinde SEM ve EDX tarafından algılanamayan Ti atomlarının Al anafazı içinde çözündüğünü düşünmekteyiz.

TEM gözlemleri B1 numunesinin mikroyapısının iki farklı bölgeden oluştuğunu göstermiştir. Birinci tip bölge $\sim 200 nm$ ile $400 nm$ boyutlarında ve aralarında yönelim ilişkisi bulunan büyük boyutlu tanelerden oluşmuştur. SAD deseni taneler arasındaki yönelim ilişkisinin kanıtı olan nokta difraksiyon deseni şeklinde çıkmıştır. İkinci tip bölge ise Al anafazı içinde bulunan $100 nm$ ’den daha küçük boyutlara sahip ince tanelerden oluşmuştur. SAD desenleri taneler arasındaki geliş güzel yönelim ilişkisinin ve küçük boyutlarının iyi bir kanıtını sunan kesikli halka şeklinde çıkmıştır. B4 numunesinin mikroyapısının, B1 numunesi ile mukayese yapıldığında çok büyük tanelerden oluştuğu görülmüştür. Uygun bölgelerden alınan SAD desenleri düzenli nokta difraksiyon desenleri özelliği sergileyerek aralarında yönelim

ilişkisi bulunan büyük boyutlu tanelere sahip mikroyapının iyi bir kanıtını sunmuştur. Ayrıca B4 numunelerinde büyük boyutlu tanelere sahip mikroyapının çizgisel kusur yoğunluğunun çok yüksek olduğu görülmüştür.

FCC kristal yapısına sahip Al'un sıvı halden katılaşması sırasında anormal tane büyümesi gösterdiği bilinmektedir. Bu durumu önlemek için sıvı Al'un içine katılaşma sırasında anormal tane büyümesini bastırması için tane incelticiler (çoğunlukla %0,02 Ti veya B) katılmaktadır [7]. Sıvı Al'a katılan bu tane incelticiler katılaşma anında heterojen çekirdeklenme yerlerinin sayısını artırarak yapı içindeki tane sayısının artmasına, dolayısıyla tane boyutunun da düşmesine neden olurlar. Çünkü bunlar tane sınırlarına da yerleşirler.

Al-Ti alaşım sistemleri üzerinde yapılan çalışmalar, peritektik tepkime sonucu oluşan küçük boyutlu metaller arası bileşik fazlarının dağıtıcı (dispersoid) gibi davranıp tane sınırlarına yerleşerek anormal tane büyümesini bastırdıklarını göstermiştir. B1 numunesinin SEM gözlemleri Al anafazi içinde dağılmış olan metaller arası bileşik fazlarının varlığının kanıtını sunmuştu ve B1 numunesinin TEM gözlemleri de alaşımın mikroyapısının aralarında yönelim ilişkisi bulunmayan nano boyutlu ince tanelerden oluştuğunu göstermişti. Bu durumda biz, alaşım içinde oluşan metaller arası bileşik parçacıklarının katılaşma anında tane sınırlarına yerleşerek anormal tane büyümesini engellediğini düşünmekteyiz. Moon ve arkadaşları yaptıkları çalışmada Al-Ti alaşımında Ti içeriğinin artması ile tane boyutunun düştüğünü gözlemlemişlerdir [9]. Çünkü, Ti içeriğinin artması ile Al katı çözeltilisinde çökelen Ti miktarı artacaktır ve dolayısıyla alaşım içindeki metaller arası bileşik fazlarının oranı da artacaktır.

B1 numunesinin TEM sonuçları literatür çalışmalarının verdiği sonuçlarla uyumlu çıkmıştır. Genel olarak yapılan bir çok çalışmanın ortak hedefi nanokristalli (aralarında yönelim ilişkisi bulunmayan geniş açılı tane sınırına sahip nano boyutlu ince tanelerden oluşan mikroyapı) yapı elde etmektir. B1 numunesinin mikroyapısı bu doğrultuda istenilen amaca uygun bir şekilde ince bir mikroyapı sergilemiştir. Ayrıca B1 numunesinin TEM gözlemleri yapı içindeki çizgisel kusur yoğunluğunun incelenen bölgelerde çok düşük olduğunu göstermiştir. Bu durum ince mikroyapıya ve bu mikroyapı içinde dağılmış olan metaller arası bileşik fazlarının varlığına bağlanmıştır. Çünkü, Lasalmonie ve arkadaşları 100 nm'den daha küçük tane boyutuna sahip metalik malzemelerde çizgisel kusur üretiminde sınırlama olduğunu önermişlerdir [10] ve Moon ve arkadaşları da yapı içinde bulunan çok küçük boyutlu çökeltilerin kusur hareketliliğini engellediğini belirtmişlerdir [42]. Tane boyutu küçüldükçe tane sınırı alanının hacim kesri artar ve dağıtıcı etkisi gösteren küçük boyutlu parçacıkların dağılımı kolaylaşır. Sonuç olarak dağıtıcılar kolayca tane sınırlarına yerleşirler ve böylece ince tane yapısı korunmuş olur.

Daha önce belirttiğimiz gibi B4 numunesinin SEM gözlemleri B2 ve B3 numunelerinki gibi sıvı Al'a eklenen Ti atomlarının anafaz içinde çözündüğünü ve çökelme olmadığı için de yapıda metaller arası bileşik fazı gözlenmediğini kanıtlamıştı. B4 numunesine baktığımızda onun tane boyutunun B1 numunesinin tane boyutu ile mukayese edildiğinde çok büyük olduğu görülür. Bu durumda B4 numunesine eklenen Ti atomlarının istenilen mikroyapıyı elde edebilmek için tam anlamıyla bir tane inceltici gibi davranmadığını söyleyebiliriz. Sonuçta; heterojen çekirdeklenme yerlerinin sayısının az olmasından ve katılma anında tane sınırı hareketliliğini engelleyen herhangi bir etkileyici gözlenmediğinden dolayı B4 numunesinin tane boyutu oldukça büyük olmuştur.

B4 numunesinde gözlenen yüksek çizgisel kusur yoğunluğunun nedenlerini aşağıdaki gibi açıklayabiliriz:

İlk olarak; Lasalmonie ve arkadaşlarının 100 nm'den daha küçük tane boyutlarına sahip metalik malzemelerde çizgisel kusur üretiminde sınırlama olduğunu önermelerinin yanı sıra onlar aynı zamanda tane boyutunun 100 nm'yi aşması durumunda tane sınırlarının bir çizgisel kusur kaynağı gibi etki yapabileceğini de önermişlerdir [10]. Bu ifade B4 numunesinde gözlenen çizgisel kusurların varlığını açıklamada bir ölçüde yeterlidir. Çünkü, Şekil 6.30'a dikkat edildiğinde büyük boyutlu iki tane biribirinden ayıran tane sınırının çizgisel kusur kaynağı gibi davrandığı görülmüştür. Bu etki ile oluşmuş olduğu düşünülen iki çizgisel kusur ağı tespit edilmiştir. Birinci çizgisel kusur ağı resmin sol üst köşesinde tane sınırında başlayarak aşağıya doğru inerken, ikinci çizgisel kusur ağı da resmin sağ alt köşesinde tane sınırında başlayarak yukarıya doğru çıkmaktadır.

İkinci olarak; hem SEM hem de TEM gözlemleri B4 numunesinde herhangi bir metaller arası bileşik fazı algılanmadığını göstermişti. Bu durumda yapı içinde oluşan kusurların hareketliliğini engelleyen dağıtıcı etkisi gösteren herhangi bir faz bulunmadığından çizgisel kusurların artması ve ilerlemesi kolayca gerçekleşmiştir.

Son olarak; daha önce belirttiğimiz gibi B4 numunesi yüksek soğuma hızında, B1 numunesi yavaşça kedi kendine katılmıştır. B1 numunesi ince bir mikroyapı sergilerken B4 numunesinin mikroyapısı büyük boyutlu tanelerden oluşmuştur. Ayrıca B1 numunesi iki fazdan oluşurken B4 numunesi tek fazdan oluşmuştur. Sonuç olarak döküm ve katılaştırma şartlarının oluşan son mikroyapılar üzerindeki etkisi büyüktür. Bu durumda B1 numunesinde gözlenmeyen kusurların B4 numunesinde yoğun bir şekilde gözlenmesinde de döküm ve katılaştırma şartlarının bir etkisinin olabileceği düşünülmektedir. Eğer hızlı katılaştırılan B4 numunesinde katılma anında iç yapı üzerinde bir zor etkisi oluşturulmuş ise bunlar kusur oluşumunu ilerletecektir ve de B4 numunesinin tane boyutunun büyük olması oluşan bu kusurların tane içlerindeki hareketliliğini artıracaktır.

8. SONUÇLAR

1. SEM gözlemleri ve EDX spektrumları, B1 numunesinin faz yapısının Al anafazı ve farklı boyut ile farklı yapılara sahip metaller arası TiAl bileşiğinden, B2 numunesinin Al anafazı ve C, Ni, Fe ve Si safsızlıklarından, B3 ve B4 numunelerinin ise Al anafazı ve C safsızlıklarından oluştuğunu göstermiştir.
2. B1 numunesinin TEM gözlemleri ve SAD desenleri alaşımın mikroyapısının homojen bir tane yapısı sergilemediğini göstermiştir. Farklı bölgelerden alınan görüntüler ve difraksiyon desenleri incelendiğinde, bazı bölgelerin aralarında yönelim ilişkisi bulunan büyük boyutlu tanelerden oluştuğu, bazı bölgelerin ise aralarında yönelim ilişkisi bulunmayan nano boyutlu ince tanelerden oluştuğu belirlenmiştir. Analiz sonuçlarından, alaşımın mikroyapısının büyük ölçüde istenen amaca uygun bir şekilde nano boyutlu tane yapısı sergilediği görülmüştür.
3. Katılaşmanın yavaş ilerleyişinin ve buna bağlı olarak oluşmuş olabileceği düşünülen TiAl fazının B1 numunesindeki aralarında yönelim ilişkisi bulunmayan nano boyutlu tanelerden oluşan ince mikroyapı oluşumunu ilerlettiği görülmüştür.
4. B4 numunesinin TEM gözlemleri ve SAD desenleri alaşımın mikroyapısının aralarında yönelim ilişkisi bulunan büyük boyutlu Al tanelerinden oluştuğunu göstermiştir. Hızlı katılaştırma işleminin heterojen çekirdeklenme yerlerinin sayısını artırması beklenmiş, ancak bu heterojen çekirdeklenme yerlerinin sayısını artıracak olan Ti atomlarının miktarının az olması ve buna bağlı olarak ta yeterli miktarda çökelme gerçekleşmediği için bu amaca ulaşamamıştır.
5. B1 numunesinin TEM görüntüleri incelenen bölgelerdeki çizgisel kusur yoğunluğunun çok az (hemen hemen hiç) olduğunu gösterirken, aynı alaşım ile mukayese edildiğinde B4 numunesinin TEM görüntüleri incelenen bölgelerdeki çizgisel kusur yoğunluğunun oldukça fazla olduğunu göstermiştir. Bu durum büyük tane yapısına ve kusur hareketliliğini engelleyen, dağıtıcı etkisi gösteren herhangi bir ikinci faz parçacıklarının gözlenmemesine bağlanmıştır.
6. HREM görüntüleri ile B1 numunesinin örgü uzayı incelenmiş ve $d_{hkl} \approx 0,141$ nm olarak bulunmuştur.

9. İLERİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

İleri çalışmalarda, alaşım numunelerin mekanik özellikleri sıcaklık muamelesi yapılmış ve yapılmamış durumlar için incelenebilir. Numunelerin mekanik testlerden sonraki mikroyapıları ve faz bileşenleri elektron mikroskopi teknikleri (SEM ve TEM) ile incelenerek mukayese edilebilir. Ayrıca özellikle Al-%1 Ti alaşımında yoğun olarak gözlenen çizgisel kusurların analizleri (Burgers vektörleri, enerjileri ve yoğunlukları) yapılabilir.



KAYNAKLAR

1. Uslu Y., 2003, Yüksek Lisans Tezi, F. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
2. Onaran K., 1997, *Malzeme Bilimi*, Bilim Teknik Yayınevi.
3. Topbaş A., 1993, *Endüstri Malzemeleri 1. cilt*, Yıldız.
4. Yıldırım M. M., Doğan Z. S., Çakan A., Pakdil M., 2001, *Mühendislik Malzemeleri II*, Mustafa Kemal Üniversitesi Basımevi, İskenderun.
5. Baydır G., 1987, *Malzeme*, MEB Yayınları, İstanbul.
6. Weissavach W., 1996, *Malzeme Bilgisi ve Muayenesi*, Çeviri 'Anık S., Anık E. S., Vural M.', Birsan Yayınevi, Gayrettepe.
7. Donald R. A., 1988, *The Science and Engineering of Materials S. I. Edition*, Van Nastrand Reinhold (International) Co. Ltd., Printed in Hong Kong.
8. Uenishi K., Matsubara T., Kambara M., Kobayashi K. F., 2001, Nanostructured Titanium-Aluminides and their composites formed by combustion synthesis of mechanically alloyed powders, *Scripta Materialia* 44, 2093-2097.
9. Moon K. Il, Lee K. S., 1998, Development of nanocrystalline Al-Ti alloy powders by reactive ball milling, *Journal of Alloys and Compounds* 264, 258-266.
10. Choi J. H., Moon K. Il, Kim J. K., Oh Y. M., Suh J. H., Kim S. J., 2001, Consolidation behavior of nanocrystalline Al-5at.%Ti alloys synthesized by cryogenic milling, *Journal of Alloys and Compounds* 315, 178-186.
11. Bozzola J. J., Russel L. D., 1992, *Electron Microscopy*, Jones and Bartlett Publishers, Inc.
12. Aydın S., 1998, Yüksek Lisans Tezi, A. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.

13. Savaşkan T., 1986, *Elektron Mikroskoplarının Endüstriyel Problemlere Uygulanması*, KTÜ Basımevi, Trabzon.
14. Williams B. D., Carter C. B., 1996, *Transmission Electron Microscopy 'Basic I'* Plenum Press, New York.
15. Tekin A., 1981, *Malzeme Yapı ve Muayenelerinde Elektron Mikroskoplarının Uygulanması*, İTÜ Matbaası, Gümüşsuyu.
16. Goodhew P. J., Humphreys F. J., 1988, *Electron Microscopy and Analysis 2nd Edition*, Typeset by Alden Press, London.
17. Loretto M. H., 1984, *Electron Beam Analysis of Materials*, Chapman and Hall, London.
18. Goodhew P. J., Humphreys F. J., Beanland R., 2001, *Electron Microscopy and Analysis Third Edition*, Taylor & Francis, London and New York.
19. Dikici M., 1993, *Katıhal Fiziğine Giriş*, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Yayınları, Samsun.
20. Kaya M., 2001, Yüksek Lisans Tezi, F. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
21. Ruth E., 1992, *Whan ASM Hand book*, Printed in the USA.
22. Williams B. D., Carter C. B., 1996, *Transmission Electron Microscopy 'Diffraction II'* Plenum Press, New York.
23. Cowley C. M., 1993, *Electron Diffraction Techniques vol 2*, Oxford University Press, New York.
24. Glauert A. M., 1972, *Practical Methods in Electron Microscopy volume 1*, North-Holland Publishing Company, Amsterdam.
25. Atıcı Y., 1993, Thesis of Doctor of Philosophy, University of Bristol, Bristol UK.

26. Flegler L. S., Heckman J. W., Klomparens K. L., 1993, *Scanning and Transmission Electron Microscopy An Introduction*, Oxford University Press, New York.
27. Savaşkan T., 2000, *Malzeme Bilgisi ve Muayenesi*, Eser Ofset, Trabzon.
28. Keşlioğlu K., 2002, Doktora Tezi, E. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri.
29. Vlack V., 1970, *Material Science for Engineers*, Addison-Wesley Publishing Company, USA.
30. John V. B., 1974, *Understanding Phase Diagrams*, Macmillan Press, London.
31. Smith W. F., 2001, *Malzeme Bilimi ve Mühendisliği*, Çeviri 'Kınıkoğlu N. G.', Mart Matbaacılık, İstanbul.
32. Barret C., Massalski T. B., 1982, *Structure of Metals Third Revised Edition*, Pergemon Press, Oxford.
33. Zhang Z., Bian X., Wang Y., Liu X., 2002, Microstructure and grain refining performance of melt-spun Al-5Ti-1B master alloy, *Material Science and Engineering A352*, 8-15.
34. Zhang Z., Bian X., Wang Y., 2002, Microstructural characterization of a rapidly solidified Al-Sr-Ti alloy, *Material Research Bulletin* 37, 2303-2314.
35. Zhang Z., Bian X., Wang Y., Liu X., Wang Z., 2002, TEM observations of a rapidly solidified Al-Ti-C alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 349, 121-128.
36. Moon K. Il, Park H. S., Lee K. S., 2001, Study of the microstructure of nanocrystalline Al-5at.%Ti compacts prepared by reactive ball milling and ultra-high-pressure hot pressing, *Journal of Alloys and Compounds* 325, 236-244.

37. Wang Y., Zhang Z., Wang W., Bian X., 2003, Microstructural evolution and microhardness of a melt-spun Al-5Ti-1B alloy during annealing, *Material Science and Engineering A366*, 17-24.
38. Moon K. Il, Lee K. S., 1999, A study of the microstructure of nanocrystalline Al-Ti alloys synthesized by ball milling in a hydrogen atmosphere and hot extrusion, *Journal of Alloys and Compounds* 291, 312-321.
39. Moon K. Il, Lee K. S., 2002, Compressive deformation behaviour of nanocrystalline Al-5at.%Ti alloys prepared by reactive ball millinh in H₂ and ultra-high-pressure hot pressing, *Journal of Alloys and Compounds* 333, 249-259.
40. Moon K. Il, Park H. S., Lee K. S., 2001, Consolidation of nanocrystalline Al-5at.%Ti alloy powders by ultra-high-pressure hot pressing, *Material Science and Engineering A323*, 293-300.
41. Bhadeshia H. K. D. H., Course MP4, Thermodynamics and Phase Diagrams, Lecture4: Mechanical Alloying, Case Study, *Material Science and Metalurgy*.
42. Moon K. Il, Oh M. S., Lee K. S., 2000, Tensile properties of nitride dispersed Al-Ti alloy synthesized by reactive ball milling in N₂ gas, *Journal of Alloys and Compounds* 302, 227-234.
43. <http://www.azom.com/details.asp?ArticlesID=1548>
44. Trinh D., Müller M., 2002, ALUMINIDES, 4H1609 Functional Materials, Project Report KTH.
45. Djanarthany S., Viola J.-C., Bouix J., 2001, An overview of monolithic titanium alüminides based on Ti₃Al and TiAl, *Materials Chemistry and Physics* 72, 301-319.
46. Wang X., Jha A., Brydson R., 2004, In situ fabrication of AlTi₃ particle reinforced aluminium alloy metal-matrix composites, *Material Science and Engineering A364*, 339-345.

47. Varin R. A., 2000, *Intermetallics: Crystal Structures*, University of Waterloo, Ontario, Canada.
48. Yang L. W., Cheng J. Y., Luoh T., Sun P. L., Kao P. W., 2004, High strain rate superplasticity of a MA Al-8wt.%Ti alloy, *Scripta Materialia* 51, 47-51.
49. Bhattacharya P., Bellon P., Averbach R. S., Hales S. J., 2004, Nanocrystalline TiAl powders synthesized by high-energy ball milling: effect of milling parameters on yield and contamination, *Journal of Alloys and Compounds* 368, 187-196.
50. Li Z. W., Gao W., Zhang D. L., Cai Z. H., 2004, High temperature oxidation behaviour of a TiAl-Al₂O₃ intermetallic matrix composite, *Corrosion Science* 46, 1997-2007.
51. Zhou H., Yao Q., Yuan S., 2004, The 500 °C isothermal section of the Nd-Al-Ti ternary system, *Journal of Alloys and Compounds* 381, 137-139.
52. Wu G. Q., Huang Z., Ruan Z. J., 2004, In situ hot-stage observations of structural transformation in a laser surface-melted TiAl intermetallic alloy, *Materials Characterization* 52, 81-84.
53. Li Z., Gao W., Liang J., Zhang D. L., 2003, Oxidation behaviour of Ti₃Al-TiC composites, *Materials Letters* 57, 1970-1976.
54. <http://www.tf.uni-kiel.de/matwis/matv>
55. Flemings M. C., 1974, *Solidification Processing*, Mc Graw Hill, New York.
56. Bhadeshia H. K. D. H., 2nd year course, *Metals and Alloys*, Lectures 2-3: Solidification, Material Science and Metallurgy.
57. Callister W. D., 1997, *Material Science and Engineering*, Wiley, Chichester.
58. Brice J. C., 1986, *Crystal Growth Process*, John Wiley and Sons, New York.

59. Hirsch P. B., Howie A., Nicholson R. B., Pashley D. W., Whelan M. J., 1965, *Electron Microscopy of Thin Crystals*, Printed in Great Britain by Spottiswoode, Ballantyne Co. Ltd., London and Colchester.
60. Aksoy M., 2005, Özel Tartışma, F.Ü. Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü.



ÖZGEÇMİŞ

Arş. Gör. Köksal YILDIZ

Fırat Üniversitesi
Fen-Edebiyat Fakültesi
Fizik Bölümü
23169, ELAZIĞ

Tel: (424) 2370000 / 6010
Faks: (424) 2330062
e-posta: kyildiz@firat.edu.tr

Kişisel Bilgiler:

Doğum Tarihi : 10.03.1980
Doğum Yeri : Elazığ
Uyruğu : T.C.
Medeni Hali : Bekar

Eğitim:

İlköğretim:

1985-1990 Kovancılar İlköğretim Okulu

Ortaöğretim:

1990-1993 Kovancılar Lisesi

Lise:

1993-1996 Kovancılar Lisesi

Yüksek Lisans:

2002-2005 Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ
Tez: Al-Ti Alaşımının Mikroyapısının İncelenmesi
Danışman: Prof. Dr. Yusuf ATICI

Lisans:

1998-2002 Fırat Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Elazığ

Çalıştığı Kurumlar:

1. 2002- , Fırat Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Arş. Gör.