

**T.C
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

ÇİNKO ALÜMİNYUM ALAŞIMININ MİKROYAPISININ İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Hüseyin MEN

Anabilim Dalı: Fizik

Programı: Genel Fizik

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Yusuf ATICI

TEMMUZ-2013

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ÇİNKO-ALÜMİNYUM ALAŞIMININ MİKROYAPISININ
İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Hüseyin MEN

(092114104)

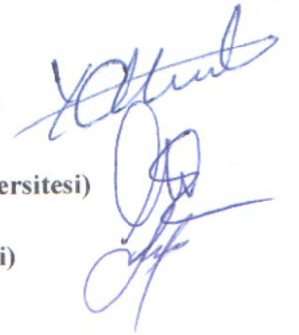
Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 21 Haziran 2013

Tezin Savunulduğu Tarih : 4 Temmuz 2013

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Yusuf ATICI (Fırat Üniversitesi)

Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Osman ADIGÜZEL (Fırat Üniversitesi)

Doç. Dr. Sefa KAZANÇ (Fırat Üniversitesi)



TEMMUZ-2013

ÖNSÖZ

Bu Yüksek Lisans Tezi' nin hazırlanmasında değerli fikir ve tecrübeleriyle bana ışık tutan ve değerli zamanını bana ayırıp beni yönlendiren, deneyimlerinden faydalandığım danışman hocam Prof. Dr. Yusuf ATICI' ya teşekkürlerimi sunarım.

Tez numunesinin hazırlanmasında emeği geçen Erciyes Üniversitesi Fizik Bölümü öğretim üyelerinden Sayın Prof. Dr. Kazım KEŞLİOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmam süresince benden yardımlarını esirgemeyen ve laboratuvar çalışmalarını büyük bir özveri ile yapan Fırat Üniversitesi Fizik Bölümü' nde Araştırma Görevlisi Ünal AKGÜL ve Araştırma Görevlisi Dr. Köksal YILDIZ' a teşekkür ederim.

Yüksek Lisans Tez çalışmalarım süresince maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen ev arkadaşlarım Abdülmelik AKIN ve Metin Burak TATLAV' a bir teşekkürü borç bilirim.

Ayrıca tüm bu süreç boyunca bana verdikleri maddi ve manevi desteklerden dolayı canım aileme ve Sakarya Üniversitesi Araştırma Görevlisi Emine ÖZTÜRK' e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

**Hüseyin MEN
ELAZIĞ-2013**

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ.....	I
İÇİNDEKİLER.....	II
ÖZET.....	IV
SUMMARY.....	V
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	VI
TABLolar LİSTESİ.....	VIII
SEMBOLLER LİSTESİ.....	IX
KISALTMALAR LİSTESİ	X
1. GİRİŞ.....	1
2. ÇİNKO-ALÜMİNYUM ALAŞIMLARI	4
2.1. Çinko-Alüminyum Alaşımları.....	4
2.2. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Gelişimi.....	4
2.3. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Geleneksel Döküm Alaşımlarıyla Karşılaştırması	7
2.4. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Kullanım Alanları	7
2.5. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Faz Diyagramı.....	9
2.6. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Özellikleri	11
2.6.1. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Fiziksel Özellikleri	11
2.6.2. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Mekanik Özellikleri	12
2.6.3. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Sürtünme ve Aşınma Özellikleri	13
3. ELEKTRON MİKROSKOPİSİ.....	15
3.1. Difraksiyon Geometrisi	15
3.1.1. Bragg Difraksiyonu	16
3.1.2. Ters Örgü ve Ewald Küresi.....	17
3.2. Elektron Mikroskopi Çeşitleri	20
3.2.1. Geçirmeli Elektron Mikroskopisi	20
3.2.2. Taramalı Elektron Mikroskopisi	21

4.	DENEYSEL İŞLEMLER.....	24
4.1.	Numune Dökümü	24
4.2.	Elektron Mikroskobu Numunelerinin Hazırlanması.....	30
4.2.1.	SEM için Numune Hazırlanması	30
4.2.2.	TEM için Numune Hazırlanması.....	32
5.	BULGULAR.....	33
5.1.	SEM Gözlemleri ve EDX Sonuçları.....	34
5.2.	TEM Gözlemleri.....	59
6.	SONUÇLAR VE TARTIŞMA	62
	KAYNAKLAR.....	64
	ÖZGEÇMİŞ.....	70

ÖZET

Bu çalışmada, basınçlı döküm yöntemiyle üretilen Zn-Al esaslı alaşımın mikroyapısı elektron mikroskopi teknikleri ile incelendi. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri ve enerji-ayırım x-ışını (EDX) spektrumları ile alaşımın mikroyapısı ve alaşımı oluşturan elementlerin analizi yapıldı. Alaşımın farklı bölgelerinden alınan aydınlık-alan ve karanlık-alan geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) görüntüleri ve seçilmiş alan difraksiyonu (SAD) desenlerinden, Zn-%2Al alaşımının mikroyapısının farklı boyut ve farklı yönelim ilişkilerine sahip tanelerden oluştuğu belirlendi. Yapılan gözlemlerle Al ve Zn elementlerinin farklı kontrastlara sahip olduğu belirlendi.

Alüminyum tabanlı alaşımlar üzerinde yapılan bazı çalışmalar, bu alaşımlarda meydana gelen yapıların, ötektik ve dendritik katılaşmalar sonucunda ortaya çıkan yapılar olduğu gözlenmiş olup bizim de elde ettiğimiz sonuçlar ile uyum içerisinde olduğu görülmüştür. Al-Zn alaşımlarından elde edilen örneklerin, SEM incelemelerinde iki farklı kontrastta faz bölgesinin oluştuğu gözlemlendi ve bu bölgelerde oluşan farklı fazların hangi elemente ait olduğu EDX tekniği kullanılarak tespit edildi. EDX sonuçlarına göre kütlece alüminyum oranının fazla olduğu bölgenin α -Al faz, kütlece çinko oranının fazla olduğu bölgenin ise β -Zn faz olduğu sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Zn-Al Alaşım, Faz Dönüşümleri, Ötektik Alaşım, SEM, TEM.

SUMMARY

In this study, the microstructure of Zn-Al based alloy produced with pressure casting method was examined by electron microscopy (EM). Together with scanning electron microscope (SEM) images and energy dispersive X-Ray analysis (EDX) spectra. The microstructure alloys and the elements constituting of the alloys were analyzed by using bright field and dark field images of transmission electron microscopy (TEM) and selected area diffraction (SAD) patterns showed that the microstructure of Zn-2Al alloy is comprised of grains with different sizes and different tendency relations. The observations showed that the elements of Al and Zn have different concentrations in the structure.

Some studies on aluminum based alloys showed that these alloys are the results of eutectic and dendritic solidifications and they agree with the conclusions of this study. SEM analyses of Al-Zn alloy samples indicated that there are two different colored phase regions. EDX was used to determine the elements of those different phases of the regions according to the EDX analysis it was found that the aluminum rich region has α -Al phase and zinc rich region has β -Zn phase.

Key words: Zn-Al Alloy, Phase Transformations, Eutectic Alloy, SEM, TEM.

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 2.1. İkili Çinko-Alüminyum faz diyagramı.....	10
Şekil 3.1. Bir kristale gelen elektron demetinin saçılması.....	17
Şekil 3.2. Ewald küresi çizimi.....	19
Şekil 3.3. SEM ile gönderilen elektron demetinin numune üzerindeki dağılımı ve ortaya çıkan farklı etkileşimler	22
Şekil 4.1. Grafit eritme potası	24
Şekil 4.2. Vakumlu eritme fırının şematik gösterimi	26
Şekil 4.3. Döküm fırının şematik gösterimi	27
Şekil 4.4. Grafit kalıptan çıkarılmış numune	28
Şekil 4.5. Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırını	29
Şekil 4.6. Silindirik numunenin koordinat eksen (a), numunenin metal silindir üzerine reçine ile yapıştırılması (b)	31
Şekil 5.1. Zn-Al alaşımasının genel yüzey yapısını gösteren SEI görüntüsü.....	35
Şekil 5.2. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü	36
Şekil 5.3. Zn-Al alaşımasının BEI görüntüsü.....	37
Şekil 5.4. Şekil 5.3' te gösterilen Zn-Al alaşımasının (a) 1, (b) 2, (c) 3 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları	38
Şekil 5.5. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü	39
Şekil 5.6. Zn-Al alaşımasının BEI görüntüsü.....	40
Şekil 5.7. Şekil 5.6' da gösterilen Zn-Al alaşımasının (a) 1, (b) 2, (c) 3, olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları	41
Şekil 5.8. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü	43
Şekil 5.9. Zn-Al alaşımasının BEI görüntüsü.....	44
Şekil 5.10. Şekil 5.9' da gösterilen Zn-Al alaşımasının (a) 1, (b) 2, (c) 3 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları	45
Şekil 5.11. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü	46
Şekil 5.12. Zn-Al alaşımasının BEI görüntüsü.....	47
Şekil 5.13. Şekil 5.12' de gösterilen Zn-Al alaşımasının (a) 1, (b) 2, (c) 3 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları	48
Şekil 5.14. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü	49
Şekil 5.15. Zn-Al alaşımasının BEI görüntüsü.....	50

Şekil 5.16. Şekil 5.15’ de gösterilen Zn-Al alaşımasının (a) 1, (b) 2, (c) 3 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları	51
Şekil 5.17. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü	52
Şekil 5.18. Zn-Al alaşımasının BEI görüntüsü.....	53
Şekil 5.19. Şekil 5.18’ de gösterilen Zn-Al alaşımasının (a) 1, (b) 2, (c) 3, (d) 4 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları.....	54
Şekil 5.20. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü	56
Şekil 5.21. Zn-Al alaşımasının BEI görüntüsü.....	57
Şekil 5.22. Şekil 5.21’ de gösterilen Zn-Al alaşımasının (a) 1, (b) 2, (c) 3 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları	58
Şekil 5.23. Kesit-alan Zn-Al numunesinin ince mikroyapısını gösteren (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri, (c) uygun SAD deseni.....	60
Şekil 5.24. Kesit-alan Zn-Al numunesinin (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri, (c) uygun SAD deseni.....	61

TABLÖLAR LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 1. İkili çinko-alüminyum alaşım sistemindeki önemli dönüşümler	10
Tablo 5.1. Şekil 5.4' te gösterilen EDX spektrum sonuçları.....	38
Tablo 5.2. Şekil 5.7' de gösterilen EDX spektrum sonuçları	42
Tablo 5.3. Şekil 5.10' da gösterilen EDX spektrum sonuçları.	45
Tablo 5.4. Şekil 5.13' te gösterilen EDX spektrum sonuçları	48
Tablo 5.5. Şekil 5.16' da gösterilen EDX spektrum sonuçları	51
Tablo 5.6. Şekil 5.19' da gösterilen EDX spektrum sonuçları	55
Tablo 5.7. Şekil 5.22' de gösterilen EDX spektrum sonuçları	58

SEMBOLLER LİSTESİ

Zn-Al	: Çinko-Alüminyum
α	: Alüminyumca zengin katı eriyik
η	: Çinkoca zengin katı eriyik
α'	: Monotektoidin çinkoca zengin tarafındaki faz
β	: Çinkoca zengin yüksek sıcaklık fazı
L	: Sıvı faz
fcc	: Yüzey Merkezli Kübik
Å	: Angstrom
a, c	: Örgü parametreleri
λ	: Elektron demetinin dalga boyu
d	: Düzlemler arası mesafe
<i>hkl</i>	: Miller indisleri
n	: Difraksiyon derecesi
θ	: Difraksiyon açısı
V	: Kristal birim hücre hacmi
a, b, c	: Örgü vektörleri
a[*], b[*], c[*]	: Ters örgü vektörleri
g	: Difraksiyon vektörü
eV	: Elektron-Volt

KISALTMALAR LİSTESİ

TEM	:Geçirmeli Elektron Mikroskopisi / Mikroskobu (<i>Transmission Electron Microscopy / Microscope</i>)
SEM	:Taramalı Elektron Mikroskopisi / Mikroskobu (<i>Scanning Electron Microscopy / Microscope</i>)
EDX	:Enerji-Ayrım X-Işını Spektroskopisi (<i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i>)
SEI	:İkincil Elektron Görüntüsü (<i>Secondary Electron Image</i>)
BEI	:Geri Saçılan Elektron Görüntüsü (<i>Back Scattered Electron Image</i>)
CRT	:Katot Işınları Tüpü (<i>Cathode Ray Tube</i>)
HRTEM	:Yüksek Ayırma Güçlü Geçirmeli Elektron Mikroskopisi / Mikroskobu (<i>High Resolution Transmission Electron Microscopy / microscope</i>)
IVEM	:Orta Seviye Voltaj Elektron Mikroskobu (<i>Intermediate Voltage Electron Microscope</i>)
HVEM	:Yüksek Voltaj Elektron Mikroskobu (<i>High Voltage Electron Microscope</i>)
ILZRO	:Uluslararası Kurşun-Çinko Araştırma Enstitüsü (<i>International Lead-Zinc Research Organization</i>)

1. GİRİŞ

Günümüz dünyasında, insanların ihtiyaçları teknolojinin gelişimi ile paralel olarak artmakta ve hatta teknolojik gelişmelere zemin hazırlamaktadır. Bu ihtiyaçlardan biri de sanayinin temel girdisi olan malzeme üretimidir. Malzeme bilimindeki gelişme hızla devam etmektedir. İlk zamanlardan günümüze kadar çinko endüstrisinde önemli gelişmeler olmuştur. 1920' li yıllardan itibaren aktif olarak kullanılmaya başlanan ve ticari önemi gittikçe artan Zn-Al alaşımları üzerindeki araştırmalar günümüzde yoğun bir biçimde devam etmektedir. Dünya çinko tüketiminin yaklaşık yarısı, galvanizli çelik üretiminde çelik yüzeyini korozyondan korumak amacıyla kullanılmaktadır. İkinci en çok tüketim alanı ise 1920' li yıllardan başlayarak geliştirilen çinko pres döküm alaşımlarıdır.

Bakır ve magnezyum içeren çinko-alüminyum alaşımları olarak bilinen çinko pres döküm alaşımları genellikle yapısal ve dekoratif amaçlı pek çok mühendislik alanında kullanılmaktadır. Zn-Al alaşımları çok yönlü bir malzeme olarak, parça dökümündeki üretim kolaylığı ile maliyetleri de düşürmektedir [1]. 1960 ve daha sonraki yıllarda Kuzey Amerika' da daha yüksek oranda alüminyum içeren ve çinko-alüminyum alaşımları olarak bilinen yeni nesil Zn-Al esaslı alaşımları geliştirmiştir. Bu alaşımlar üzerinde özellikle 1970' li yıllarda yapılan yoğun çalışmalar sonucunda Zn-Al-8, Zn-Al-12 ve Zn-Al-27 ticari isimli alaşımlar geliştirilmiştir [2, 3]. Bakır ve magnezyum içeren Zn-Al alaşımlarına göre daha iyi mekanik özelliklere sahip olan ve yüksek dayanım/ağırlık oranı ile iyi aşınma ve iyi dökülebilme gibi karakteristik özelliklere sahip olan Zn-Al alaşımları, birçok yapısal uygulamada, alüminyum, pirinç, bronz ve diğer döküm alaşımlarının yerine kullanılmaktadır. Bunun sebebi olarak da bu alaşımların iyi dökülebilirliğe, yüksek mukavemete ve iyi aşınma özelliklerine sahip olması gösterilebilir [3, 4].

Çinko-alüminyum esaslı alaşımlar demir olmayan bazı metallere göre pek çok üstünlüklere sahiptir [5, 6, 7]. Bu üstünlüklerin başında ideal döküm özelliklerine ve düşük ergime noktasına sahip olmaları, ısıtma işlemi elverişli olmaları, döküm sonrası az bir ilave işlem gerektirmeleri, özgül mukavemetlerinin (mukavemet/yoğunluk), aşınma dayanımlarının, alaşım elementlerinin kolay ve ucuza temin edilebilmesi yani ekonomik olmaları gelmektedir [6, 7]. Yapılan araştırmalar bakır, magnezyum, mangan, silisyum gibi alaşım elementi katkılarının Zn-Al alaşımlarının mukavemetini arttırdığını göstermiştir [5].

Günümüzde de çok yoğun olarak sürdürülen bu çalışmalarda amaç az miktarda çeşitli alaşım elementleri ilavesi ile Zn-Al alaşımının mikroyapısını değiştirerek mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi amaçlanmıştır. Söz konusu alaşımın bütün bu üstünlükleri yanında bazı dezavantajları olduğu da bilinmektedir. Bu dezavantajların başında çalışma sıcaklığının sınırlı olması, darbe direncinin düşük olması ve düşük ergime noktası nedeniyle yüksek sıcaklıklardaki mukavemet değerlerinin düşük olması, bu alaşımların kullanımını kısıtlayan etkenlerin başında gelmektedir [7]. Bu hususlar, araştırmacıları sözü edilen alaşımlar için en uygun bileşim oranını ve ısı işlemleri belirlemeye yöneltmiştir.

Endüstride çeşitli döküm yöntemleriyle üretilen metal yataklar, iki yüz yılı aşkın süreden beri otomotiv ve makine sanayi gibi birçok sektörde yaygın biçimde kullanılmaktadır. Kullanım yerinin özelliğine göre seçilen değişik tiplerde ve farklı malzemelerden üretilen metal yataklar mevcuttur. Son yıllarda konvensiyonel yatak alaşımı olan beyaz metal ve bronzun yanı sıra, çinko-alüminyum esaslı alaşımlar da alternatif yatak malzemesi olarak kullanılmaya başlanmıştır [4].

Ticari önemi gittikçe artan çinko-alüminyum esaslı yatak alaşımları üzerindeki araştırmalar günümüzde yoğun bir biçimde devam etmektedir. Bu alaşımlar, konvensiyonel yatak malzemelerine göre pek çok üstünlüklere sahiptir. Çinko-alüminyum alaşımların aşınma direncinin ve mukavemet/ağırlık oranının yüksek olması, alaşım elementlerinin kolaylıkla ve ucuz olarak temin edilebilmesi, ideal döküm ve ısı işlem özelliklerine sahip olması bu alaşımların en önemli üstünlükleridir [5].

Günümüzde çinko-alüminyum esaslı alaşımlar genel olarak iş makinaları, vites kutusu, torna tezgâhı, taş kırma makinası ve madencilikte kullanılan düşük hızlı araçların kaymalı yataklarında, hidrolik kaldırma silindirlerinde, su pompalarında, matbaa makinalarında, kapı kolu imalatı, süs eşyaları yapımında, elektronik cihazlarda, askeri malzemelerde ve otomobil sanayi gibi birçok mühendislik alanında kullanılmaktadır [7, 8]. Ancak, söz konusu alaşımların hava ortamındaki yorulma davranışı hakkında literatürde yeterli bilgi olmadığı gibi, değişik korozyon ortamlarındaki yorulma davranışı hakkında hiçbir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu özelliklerin incelenmesi, söz konusu alaşımlardan üretilen parçaların tasarımı ve kullanım ömürlerinin belirlenmesinde yararlı olabilir.

Bu alıřmada Zn-Al döküm alařımı üzerinde alıřılmıřtır. Zn-Al alařımının mikroyapısı taramalı ve geirmeli elektron mikroskopi tekniklerinin kullanılmasıyla incelendi. Zn-Al alařımının mikroyapı karakterizasyonları yapabilmek iin SEM ve EDX analizleri yapılarak elementlerin yapı ierisine daėılımları incelendi. TEM analizlerinde ise Zn-Al numunesinin aydınlık-alan, karanlık-alan görüntüleri ve uygun SAD deseni incelenmiřtir.

2. ÇİNKO-ALÜMİNYUM ALAŞIMLARI

2.1. Çinko-Alüminyum Alaşımları

Ülkemizde en çok tanınan ve geniş bir kullanım alanına sahip olan çinko-alüminyum alaşımları, No. 3 (Zn- % 4Al - % 0.05 Mg) ve No. 5 (Zn - % 4Al - % 1Cu - % 0.05 Mg) alaşımlarıdır. Zn-Al bir metal alaşımdır. Bu metaller değişik bakır ve magnezyum oranlarda bulunur.

The New Jersey Zinc Company tarafından 1920'lerde bulunan Zn-Al, son derece sağlam, kopmaya, esnemeye, kırılmaya dayanıklı bir alaşımdır. Dünyanın pek çok ülkesinde üretilir. Türkiye'de pek çok üreticisi vardır. Hindistan ve Çin'de çok fazla üretilir ve satılır. İlk zamanlarda kokil ve kum kalıp uygulamaları için düşünölmelerine rağmen, daha sonraki çalışmalar sonucu, Zn-Al alaşımlarının hemen hemen bilinen bütün döküm yöntemleri ile başarılı üretilebileceğı gösterilmiştir. Bunlar arasında ekonomik ve seri üretim ile kompleks şekilli parça üretimine imkan sağlayan basınçlı döküm yöntemi giderek daha artan bir oranda tercih edilmektedir. Ayrıca bu yöntemin alaşımların mekanik özelliklerini de önemli ölçüde iyileştirdiğı gösterilmiştir. Son yıllarda yapılan ayrıntılı çalışmalar ile bu alaşımların oda ve yüksek sıcaklık mekanik özellikleri ve mikro yapıları ile ilgili önemli veriler elde edilmiştir. Fakat halen mikro yapı-mekanik özellik ilişkilerinin tam ve sağlıklı bir şekilde tanımlanması gerçekleştirilememiştir. Bu alaşımların çinko alüminyum ikili denge sisteminde ötektik altı bir bileşimde, düşük ergime sıcaklığı ve katılama aralığına sahip olmaları, ideal bir sıcak-basınçlı döküm işlemiyle çok ekonomik ve yüksek üretim hızları ile hassas şekilli parçaların üretilebilmesine imkân vermektedir.

2.2. Çinko Alüminyum Alaşımlarının Gelişimi

Çinko-alüminyum esaslı alaşımlar; çok iyi mekanik (özellikle mukavemet, tokluk ve aşınma direnci) ve dökülebilirlik özellikleri nedeniyle, günümüzde farklı birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. Her geçen gün çinko-alüminyum esaslı alaşımların uygulama alanları daha da genişleyerek, değişik endüstriyel alanlarda bazı alüminyum, dökme demir, pirinç ve bronz gibi geleneksel döküm alaşımlarının yerini almaktadır [9, 10]. İlk çinko bazlı basınçlı döküm alaşımları ticari olarak 1920' li yılların sonuna doğru

ortaya çıkmıştır. Bunlar 2, 3, 5 ve 7 bakır ve magnezyum içerikli Zn-Al alaşımları olarak bilinmektedir. Dekoratif ve yapısal amaçlar için kullanılan bu alaşımlar yüksek kaliteye, uygun mekanik ve fiziksel özelliklere, düşük maliyete sahip olduklarından dolayı yaygın olarak kullanılmaktadır [11, 12].

Bu alaşımlar hem hızlı hem de ekonomik bir döküme imkân sağlayan özelliklere sahiptir ve farklı basınçlı döküm alaşımları ile karşılaştırıldığında birçok avantajlara sahiptirler. Bu yüzden ticari olarak kullanımları gittikçe artmaktadır. Bu avantajlar; daha düşük döküm sıcaklığı, daha az enerji gereksinimi ve daha uzun ömürlü kalıp kullanımıdır. Ayrıca, bu alaşımlar sıcak kamaralı döküme uygun olduklarından dolayı üretim hızları soğuk kamaralı makinelerle dökülebilen alüminyum alaşımlardan daha yüksektir. Çinko-alüminyum alaşımlarında, %5 gibi düşük alüminyum içeriklerinde sıcak kamaralı döküm yöntemi yüksek hızda bir otomasyon sağlar. Daha yüksek alüminyum içeriklerinde ise sistemdeki demirli parçalar alüminyum tarafından korozyona uğramaktadırlar. Bu yüzden yüksek alüminyum içeriklerinde soğuk kamaralı makineler kullanılmaktadır [13].

Çinko alaşımlarının iyi dökülebilirlik özelliği de ince duvarlı çinko dökümüyle ekonomik üretime izin vermektedir. Çinko döküm alaşımlarının bir diğer çekici özelliği de daha kolay elektrolitik kaplama ve yüzey temizlemeye izin veren döküm sonrası elde edilen yüzey kalitesidir. 1960' lı yılların başında plastik malzemelerin piyasaya çıkmasıyla bakır ve magnezyum içerikli Zn-Al alaşımlarının kullanımı daralmıştır. Bunun sebebi de bakır ve magnezyum içerikli Zn-Al alaşımlarının yüksek sıcaklık özelliklerinin bekleneni vermemesidir. Kaybedilen piyasayı tekrar ele geçirmek ve istenen özellikleri tekrar sağlamak amacıyla çinko endüstrisi özellikle bu endüstrinin araştırma kolu olan ILZRO (International Lead-Zinc Research Organization) önderliğinde araştırma programları başlatılmıştır [13, 14]. Bu araştırmalar sonucunda 1960' lı yılların sonunda yüksek performansa sahip yeni bir çinko-alüminyum esaslı (Zn-Al) döküm alaşımları ailesi geliştirilmiştir. İlk olarak ILZRO 14 ve 16 geliştirilmiştir. Bunlar bileşimlerinde ki Ti, Cr gibi elementler sebebiyle yüksek sürünme direnci göstermelerine rağmen, düşük Al içeriğinden dolayı mukavemetleri oldukça düşüktür. Bunların sürünme direncinin yüksek olmasının sebebi Ti ve Cr' un Zn ile intermetalik birleşikler oluşturması ve bunların taneler arasında çökmesidir. Ancak bu alaşımlar düşük mukavemetleri ve sıcak kamaralı döküm yöntemi ile dökülememeleri sebebiyle konvansiyonel malzemeler karşısında yetersiz kalmaktaydı [15].

1970' li yıllarda ILZRO tarafından gravity döküm için %12 Al içeren bir Zn-Al alaşımı, basınçsız döküm yöntemiyle üretilerek geliştirilmiş ve ILZRO 12 olarak adlandırılmıştır. Sonraları Zn-Al-12 olarak tekrar isimlendirilmiştir. Daha sonraki yıllarda, Norando araştırma merkezi ve St. Joe Minerals Corporation firmaları tarafından yürütülen araştırma çalışmaları sonucunda 2 yeni gravity döküm alaşımı olan, ticari adları sırası ile Zn-Al-8 ve Zn-Al-27 olan çinko-alüminyum alaşımları geliştirilmiştir. Bu alaşımlar iyi döküm özellikleri sebebiyle gravity döküm için üretilmelerine rağmen basınçlı dökümle de üretilmiştir. Ayrıca, bu Zn-Al alaşımları kuma döküm, santrifüj döküm ve kokil kalıba döküm ile dökülebilmektedirler ve ekstrüzyon, dövme gibi yöntemler ile sürekli üretim yapılabilir [10].

Zn-Al-8, Zn-Al-12 ve Zn-Al-27 alaşımları diğer ticari döküm alaşımları ile karşılaştırıldığında, çok iyi fiziksel ve mekanik özelliklere sahip olduklarından dolayı yapısal ve dekoratif uygulamalar için yüksek performansa sahiptirler. Bu alaşımlar yaygın çinko-alüminyum döküm alaşımlarına kıyasla sahip oldukları yüksek mukavemet, sertlik, iyi yatak ve aşınma özellikleri ile düşük yoğunluk gibi üstün özelliklerinden dolayı çinko-alüminyum alaşımlarının kullanıldığı bazı yerlerde başarıyla kullanılabilirler [16, 17].

Zn-Al alaşımları yaygın bakır ve magnezyum içeren Zn-Al alaşımlarına göre %50 daha fazla çekme mukavemeti, oda sıcaklığında 4/3 kat fazla sürünme mukavemeti göstermekte ve mekanik özellikleri basınçlı döküm yöntemi ile arttırılabilmektedir. Al alaşımlarına kıyasla Zn-Al alaşımları daha düşük sıcaklıklarda ergimekte, daha iyi akışkanlığa sahip, flakslama ve gaz gidermeye ihtiyaç duymaktadır. Ayrıca levha haline getirilebilme kabiliyeti alüminyumdan daha yüksektir. Zn-Al alaşımları endüstride kullanılan Pb-Sn bronzlarına kıyasla daha iyi aşınma ve yatak özelliklerine sahiptir. Zn-Al alaşımlarının tabii yağlama özelliği ve sertliğinden dolayı aşınma ve sürtünme için ayrıca parçaların montajına gerek duyulmamaktadır. Aynı zaman da Zn-Al alaşımları çok kolay işlenebilmektedir.

2.3. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Geleneksel Döküm Alaşımlarıyla Karşılaştırılması

Çinko-alüminyum döküm alaşımlarının çokça kullanılan geleneksel döküm alaşımlarından bazı yönlerde daha avantajlıdır. Örneğin, Dökme demirle karşılaştırıldığında, alaşımlar daha iyi işlenebilirliğe sahiptir, az hatayla döküm yapılabilir ve üstün ham döküm yüzey bitirmeye sahiptirler. Alaşımlar genellikle kısa üretim şartlarına daha uygundur. Bu tür avantajlar çoğu uygulamalara göre daha düşük üretim maliyeti sağlar.

Alüminyum ile karşılaştırıldığında; çinko alaşımları daha sert ve mukavemetlidir, daha iyi işlenebilir, üstün basınç sıcaklığına sahiptir ve büyük oranda daha iyi aşınma ve kaplama özellikleri gösterir. Zn-Al- 8 ve 12 alaşımları kırılcım oluşturmeyen malzemelerdir.

Bakır ile karşılaştırıldığında; çinko-alüminyum alaşımları bakırdan çok daha ucuz bir malzemedir. Alaşım daha iyi döküm mukavemeti ve sertliği verir ve eşdeğer (veya daha iyi) işlenebilirliğe sahiptir [18].

2.4. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Kullanım Alanları

Zn-Al alaşımlarının aşınma özellikleri, konvensiyonel yatak malzemelerine kıyasla daha iyi olduğundan rahatlıkla ikame edilebilmektedir. Kara ve demiryolu taşıtlarında, burç, kaymalı, taşıyıcı yatak olarak deneme çalışmalarından olumlu sonuçlar alınmıştır [9].

Bakır ve magnezyum içerikli Zn-Al alaşımları otomotiv parçalarında, ev cihazları ve eşyalarında, büro eşyaları, inşaat ve bilgisayar parçalarında kullanılmaktadır. Çinko-alüminyum döküm alaşımlarının ekonomik karlılık ve doğal özellikleri hızla büyüyen endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadır [19]. Bunların bazıları;

- Küresel yataklar ve aşınma plakaları
- Elektriksel anahtarlama sistemleri ve donanım
- Ateş dayanımlı donanımlar (yakıt tankları vs.)

- Pinomatik ve hidrolik silindir bileşenleri
- Endüstriyel makine donanımı
- Elektriksel iletim hattı elemanları
- Kapı donanımı ve kilit bileşenleri
- Makara ve çıkırıklar
- Kılıvcımlanmayan mayın donanımı
- Dekoratif donanımlar
- Elektronik aygıt taşıyıcıları, donanımları ve kaplamaları

Çinko-alüminyum alaşımlarının döküm avantajları;

- Düşük ergitme maliyeti
- Daha uzun döküm ekipman ömrü
- Temiz döküm çevresi
- Mükemmel kalıp doldurma özellikleri
- Daha az hatalı döküm
- Az ergitme kayıpları
- Yüksek sertlik
- İyi işlenebilirlik
- Çok iyi basınçlı sıkıştırma
- İyi kaplama ve aşınma özellikleri
- İnce kesitlerin kolaylıkla dökülebilmesi
- Geniş döküm metodu seçimidir.

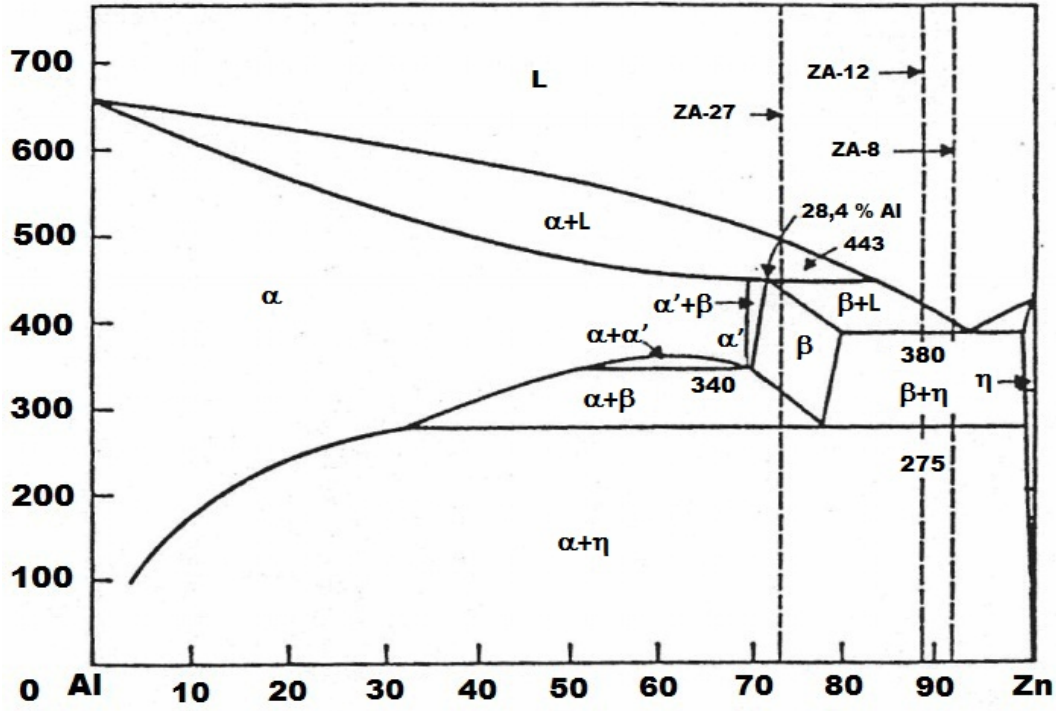
Zn-Al alaşımları daha düşük sürtünme katsayısına sahip tabii yağlıdırlar. Sertlikleri de bronzdan daha yüksektir. Dolayısıyla yatak ömrü olarak daha uzundur.

Yatak olarak kullanıldığı yerlerde yağlamanın yetersiz olduğu zamanlarda yüksek sürtünme ısısından yatak hasara uğramaktadır. Bronz yataklar büyük bir olasılıkla şaftı yakarlar. Zn-Al alaşımlarının yağlama afinitesi daha yüksek olduğu için yatak özelliklerini daha uzun süreli muhafaza edebilir. Daha az şaft aşınması meydana gelir veya şaftın yüzeyi kazınarak tekrar kullanılabilir. Zn-Al alaşımları SAE 660 bronzuna göre fiyat olarak %55-65 daha ucuzdur [9].

2.5. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Faz Diyagramı

Çinko-alüminyum denge diyagramı 80 yıldan fazla süredir araştırılmaktadır. Bu süre içinde birçok denge diyagramı yayınlanmıştır. İlk çalışmalar Presnyakov ve arkadaşları tarafından ortaya konulmuş ve daha sonra Goldak ve Parr tarafından bazı değişiklikler yapılmıştır. Günümüzde halen bu diyagram kullanılmaktadır [20].

İkili çinko-alüminyum faz diyagramı Şekil 2.1' de verilmiştir. Bu diyagramda yer alan α alüminyumca zengin faz bölgesini, η ise çinkoca zengin faz bölgesini göstermektedir [21]. Çinko-alüminyum katı çözeltisi %83 Zn oranına kadar uzanarak fcc yapıya sahip α , α' , β olarak adlandırılan üç değişik faz bölgesi oluşturmaktadır. Bu fazların her biri, yavaş soğutma işlemi sonunda kararlı çinko ve alüminyum fazlarına dönüşmektedir [21,22]. α ve α' fazlarının örgü parametreleri birbirine çok yakın olduğundan, bunlar arasındaki faz sınırı tam olarak belirlenememiştir. Bu faz diyagramından görüldüğü gibi, %32-78 Zn oranları arasında $\alpha+\alpha'$ olarak adlandırılan bir kararsızlık bölgesi oluşmaktadır [23, 24].



Şekil 2.1. İkili Çinko-Alüminyum faz diyagramı [25, 26].

Diyagramdan da görüldüğü üzere, 443 °C’ de peritektik, 380 °C’ de ötektik, 340 °C’ de monotektoid ve 275 °C’ de ötektoid dönüşümler meydana gelmektedir [14, 27, 28].

Çinko-alüminyum alaşımlarında görülen faz dönüşümleri ve bunların meydana geldiği bileşim oranları ve sıcaklık değerleri Tablo 1’ de görülmektedir.

Dönüşüm	Çinko Oranı (%)	Sıcaklık (°C)
Ötektik $L \leftrightarrow \beta + \eta$	95	380
Ötektoid i)- $\beta \leftrightarrow \alpha + \eta$ ii)- $\alpha + \alpha' \leftrightarrow \alpha + \beta$	78 52	275 340
Peritektik $\alpha + L \leftrightarrow \beta$	71.6	443

Tablo 1. İkili çinko-alüminyum alaşım sistemindeki önemli dönüşümler [15, 29].

η = Çinkoca zengin katı eriyik

α = Alüminyumca zengin katı eriyik

α' = Monotektoidin çinkoca zengin tarafındaki faz

β = Çinkoca zengin yüksek sıcaklık fazı

L = Sıvı faz

351 °C ve 340 °C sıcaklıkları arasında alüminyumca zengin katı eriyikler farklı miktarlarda çinko içerdiklerinden ve örgü parametreleri değişik olduğundan α ve α' olarak ikiye ayrılmaktadırlar. α ve α' nün karışabilme aralığı 340 °C' de %49 çinko' dan %69.5 çinkoya kadar uzamaktadır ve 351 °C' de tek bir noktaya ulaşmaktadır. $\alpha+\beta$ bölgesi ise %69.5 çinko içeren ötektoid noktadan 443 °C' deki peritektik noktaya kadar dar bir alanı kapsamaktadır. Çinko içerisinde alüminyumun çözünürlüğü ötektik sıcaklıkta yaklaşık olarak %1.1, ötektoid sıcaklıkta azalarak %0.65 ve 227 °C' de %0.42 olmaktadır [30].

Yüzey merkezli kübik β fazının örgü parametresi %70 çinko içeren durumda 4.04 Å iken, %76 çinko içermesi halinde 4.03 Å' e düşmektedir. Saf alüminyum 25 °C' deki örgü parametresi 4.0414 Å ve yüzey merkezli kübik yapıya sahiptir. α bölgesinde %65 çinko içeren bölüme kadar lineer bir şekilde azalarak 4.04 Å değerine gelmektedir. Çinko hexagonal sıkı paket kristal yapısına sahiptir ve örgü parametreleri saf olduğu zaman, $a=2.6595$ Å, $c=4.9368$ Å, alüminyum ile katı eriyik yaptığında $a=2.665$ Å, $c=4.987$ Å olmaktadır [30].

2.6. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Özellikleri

2.6.1. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Fiziksel Özellikleri

İkili çinko-alüminyum alaşımlarının ergime sıcaklığı ve katılaşma aralığı ilgili faz diyagramında da görüldüğü gibi alüminyum oranına bağlı olarak değişmektedir [31]. Alüminyum oranı arttıkça alaşımların katılaşma aralığı daralmakta, ergime noktası ise yükselmektedir [32].

Geleneksel yatak alaşımları ile karşılaştırıldıklarında çinko esaslı alaşımların ısı iletkenlik, ısı genleşme ve elektriksel iletkenlik katsayılarının yüksek oldukları görülür. Alaşımların fiziksel özelliklerini gösteren bu katsayılar artan alüminyum oranı ile artmaktadır [33, 34]. Ancak bu alaşımların yoğunlukları artan alüminyum oranı ile azalmaktadır. Ayrıca çinko esaslı alaşımların yoğunlukları geleneksel yatak alaşımlarının yoğunluklarından daha düşüktür [34].

2.6.2. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Mekanik Özellikleri

İkili çinko-alüminyum alaşımlarının mekanik özelliklerinin alüminyum oranına çok duyarlı olduğu bilinmektedir. Nitekim yapılan araştırmalar monotektoid bileşime sahip ikili alaşımın gerek ötektik gerekse ötektoid bileşime sahip alaşımlardan çok daha yüksek sertlik ve mukavemete sahip olduğunu göstermiştir [35]. Bu durum monotektoid alaşımlarda gerek katılaşma gerekse yaşlandırma sırasında meydana gelen kararsız faz dönüşüm ile oluşan yarı kararlı geçiş fazların α ana faz örgü yapısını değişime uğratmasından kaynaklanmaktadır [24, 35]. Ötektoid bileşimdeki alaşımların mukavemet değerlerinin düşük olması ise, bu alaşımların süperplastik özelliklerine dayandırılarak açıklanmaktadır [24]. Ancak ikili çinko-alüminyum alaşımlarının sertlik, mukavemet, korozyon ve aşınma dirençlerinin pek çok uygulama için yeterli olmadığı bilinmektedir. Bu yetersizliği gidermek için bu alaşımlara bakır, silisyum, nikel, magnezyum gibi elementler katılmaktadır [36, 37]. Yapılan araştırmalar söz konusu alaşımların mekanik ve korozyon özelliklerini iyileştirmede en etkin alaşım elementinin bakır olduğunu göstermiştir [38]. Yapılan araştırmalar Seryum, Lantanyum, Zirkonyum, Titanyum ve Bor gibi katkı elementlerinin çinko esaslı alaşımların tane boyutunu küçülterek mukavemet değerlerinin arttırdığını göstermiştir [13, 33].

Çinko esaslı alaşımların mekanik özelliklerini iyileştirmek için uygulanan diğer bir yöntem de ısı işlemidir. Ancak ısı işlemi amaca uygun olarak seçilmesi gerekir. Kararlı yapılar elde etmek için uygulanan stabilizasyon işlemi bu alaşımların sertlik ve mukavemetini azaltırken, su verme işlemi sonrası uygulanan yaşlandırma işlemi ile söz konusu alaşımların bu değerlerinin artırılabilceği görülmüştür [6, 33, 39, 40].

Çinko esaslı alaşımlarının ergime sıcaklıklarının düşük olması bu alaşımları sıcaklığa karşı duyarlı hale getirmektedir [39]. Nitekim sıcaklık arttıkça söz konusu alaşımların sertlik ve mukavemet değerleri önemli ölçüde düşerken, süneklik değerleri artmaktadır [41,42]. Bu nedenle, Zn-Al-27 alaşımının 120 °C' nin, Zn-Al-8 ve Zn-Al-12 alaşımlarının da 90 °C' nin altındaki sıcaklıklarda kullanılması önerilmektedir [39, 43]. Çinko esaslı alaşımların akma dayanımı, çekme dayanımı ve sertliği artan sıcaklıkla azalmakta, % uzama miktarı ise artmaktadır [25]. Söz konusu alaşımlar, geleneksel yatak malzemelerinden daha düşük kırılma tokluğuna sahiptir, ancak bu alaşımların kırılma tokluğu artan alüminyum oranı ile artmaktadır [39].

2.6.3. Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Sürtünme ve Aşınma Özellikleri

Yapılan araştırma çalışmaları sonucunda, çinko-alüminyum esaslı alaşımların geleneksel kaymalı yatak alaşımlarından çok daha üstün sürtünme ve aşınma özelliklere sahip olduğu belirlenmiştir [5, 15, 36, 44, 45]. Bu durum söz konusu alaşımların içyapıları ile yüzeylerinde oluşan oksit filmlerine dayandırılarak açıklanmaktadır [32]. Bu alaşımların içyapıları alüminyumca zengin bir matris (α fazı) ile dendritlerarası bölgelerde yer alan çinkoca zengin η fazı ve bakırca zengin sert metaller arası bileşikler ve varsa sert silisyum parçacıklarından oluşmaktadır [5, 22, 46, 47]. Oldukça yumuşak olan α matrisi kaymayı kolaylaştırırken, sert fazların yük taşıma görevi yaptıkları bilinmektedir [46]. Bu durum söz konusu alaşımların üstün sürtünme ve aşınma özelliklerinin büyük ölçüde bunların ideal içyapılarından kaynaklandığını göstermektedir. Diğer taraftan bu alaşımların yüzeylerinde çalışma sırasında alüminyum ve çinko oksit tabakalarının oluştuğu ve bunlardan sertliği yüksek olan alüminyum oksit tabakasının yük taşıma görevi yaparak aşınma direncini arttırdığı, çinko oksit tabakasının ise özellikler sınır ve karışık sürtünme durumlarında yağlayıcı gibi davranarak kaymayı kolaylaştırdığı ileri sürülmektedir [46]. Gerek iki fazlı ideal bir içyapıya sahip olmaları, gerekse yüzeylerinde oluşan oksit filmlerinin kaymayı kolaylaştırıp aşınma direncini arttırması bu alaşımların kaymalı yatak uygulamaları için cazip hale getirmektedir.

Monotektoid esaslı alaşımların ötektik ve ötektoid esaslı Zn-Al-Cu ve Zn-Al-Si alaşımlarından çok daha üstün sürtünme ve aşınma özelliklere sahip olduğu gözlenmiş ve

bu durum bu alaşımların içyapı ve mekanik özelliklerine dayandırılarak açıklanmıştır [36, 47, 48].

Döküm yönteminin, çinko-alüminyum esaslı alaşımların yapı ve mekanik özelliklerinden başka, sürtünme ve aşınma özelliklerini de önemli ölçüde etkilediği gözlemlendi [49]. Bu konuda yapılan bir çalışmada, en yüksek aşınma direncinin kum döküm yöntemiyle üretilen alaşımlardan elde edildiği görülmüştür [49]. Bu durum; düşük oranlardaki gözeneklerin söz konusu alaşımların aşınma olumlu yönde etkilemesine dayandırılarak açıklanmıştır. Bu yöntemi sırasıyla savurmalı döküm, basınçlı döküm, kokil döküm ve sürekli döküm yöntemleri izlemektedir [49].

3. ELEKTRON MİKROSKOPİSİ

Elektron mikroskopisi, mikroskoba takılan (detektör, analizör, sıcaklık uygulama sistemleri vb.) çeşitli aletlerle yapılan uygulamaları ve numune hazırlanmasını da içine alan bir tekniktir. Elektron mikroskopisi genel olarak cisimden saçılan elektronların görüntülenmesi üzerine kuruludur. Maddeyle etkileşen elektronların dalgaboyu bu görüntülemenin nanometre boyutlarında yapılmasına imkân sağlar. 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 [50, 51]. 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 (Geçirmeli Elektron Mikroskobu) ve SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) geliştirilmiştir. TEM ince numunelerin içyapıları hakkında bilgi elde etmekte kullanılırken, SEM ise numunelerin yüzey ve yüzeye yakın bölgelerinin incelenmesinde kullanılmaktadır [52].

3.1. Difraksiyon Geometrisi

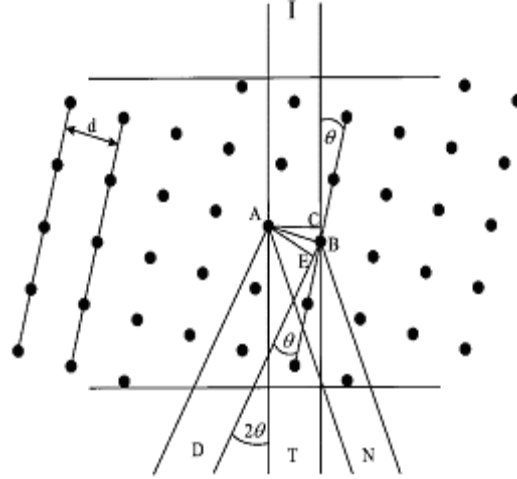
Difraksiyon, esas itibarıyla iki veya daha fazla dalga arasındaki faz bağıntılarından ileri gelir. İki dalga arasındaki yol farkı, sıfır veya dalga boyunun tam katı ise bu dalgalar aynı fazdadırlar. Aynı fazlı olmayan dalgalar bir araya geldiklerinde ise birbirlerini zayıflatarak yıkıcı girişim oluştururlar. 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 yorumlanmalarına esas olan kristolografik bilgiler elde edilebilir [53].

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 saçılmalardır. 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 sonucu 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 verdiği için 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 [53].

3.1.1. Bragg Difraksiyonu

W.L. Bragg, kristallerin paralel atom düzlemlerinden oluştuğunu göz önüne almıştır. Gelen dalgalar her bir düzlemden ayrı ayrı yansımaya uğrarlar. Yansımadan önce ve yansdıktan sonra aynı fazda olan x-ışınları yapıcı bir girişime uğrayarak aydınlık noktaları oluşturur. Kübik bir örgüye sahip gerçek bir kristal ile elektron demetinin etkileşmesi ele alındığında, bu kristal numenin çok ince bir kesit alanı Şekil 3.1' de gösterilmektedir. Eğer numune üzerine Şekil 3.1' 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 geometri burada da kullanılabilir.



Şekil 3.1. 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 [54].

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 3.1’ deki ABC ve ABE üçgenlerinden $BE = CB = d \sin \theta$ ve dolayısıyla kuvvetlendirme şartı için,

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3.1)$$

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

3.1.2. 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 karşılık gelen ters örgü vektörleri $\mathbf{a}^*$, $\mathbf{b}^*$ ve $\mathbf{c}^*$ olursa,

$$\mathbf{a}^* = \frac{1}{V} (\mathbf{b} \times \mathbf{c}) \quad \mathbf{b}^* = \frac{1}{V} (\mathbf{c} \times \mathbf{a}) \quad \mathbf{c}^* = \frac{1}{V} (\mathbf{a} \times \mathbf{b}) \quad (3.2)$$

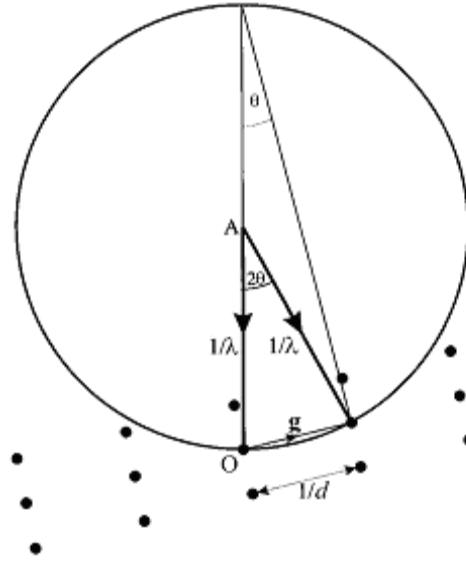
şeklinde tanımlanır. Burada V kristal birim hücresinin hacmidir. Gerçek uzaydaki $\mathbf{a}$, $\mathbf{b}$, $\mathbf{c}$ örgü vektörleri ile ters uzaydaki $\mathbf{a}^*$, $\mathbf{b}^*$, $\mathbf{c}^*$ vektörleri arasındaki ilişki aşağıdaki denklemlere bakılarak daha iyi anlaşılabilir:

$$\mathbf{a}^* \cdot \mathbf{b} = \mathbf{a}^* \cdot \mathbf{c} = \mathbf{b}^* \cdot \mathbf{a} = \mathbf{b}^* \cdot \mathbf{c} = \mathbf{c}^* \cdot \mathbf{a} = \mathbf{c}^* \cdot \mathbf{b} = 0 \quad (3.3)$$

$$\mathbf{a}^* \cdot \mathbf{a} = 1 ; \mathbf{b}^* \cdot \mathbf{b} = 1 ; \mathbf{c}^* \cdot \mathbf{c} = 1 \quad (3.4)$$

Bu ifadelerden iki vektörün skaler çarpım özelliğinden $\mathbf{b}^*$ ile $\mathbf{c}^*$ 'ın $\mathbf{a}$ 'ya, $\mathbf{a}^*$ ile $\mathbf{c}^*$ 'ın $\mathbf{b}$ 'ye ve $\mathbf{a}^*$ ile $\mathbf{b}^*$ 'ın $\mathbf{c}$ 'ye dik olduğu sonucu ortaya çıkar. Bir kristalin mikroskop altındaki görüntüsü onun kristal örgüsünü verir, bir kristalin verdiği difraksiyon deseni ise o kristalin ters örgüsünün bir görünümüdür. Bu yüzden ters örgüde görülen noktalar birer difraksiyon noktaları olup, gerçek örgünün difraksiyona uğramış düzlemlerini temsil ederler. Ters örgü noktalarının kristalin gerçek difraksiyon düzlemlerini temsil edip etmediklerini daha doğrusu bu noktaların kontrolleri Ewald Küresi yardımıyla yapılır [55, 56].

1921 yılında Alman fizikçi Ewald tarafından ortaya atılan bu izafi küre yardımıyla ters örgünün tanımlanması kolayca yapılabilir. Ters örgü ve difraksiyon modeli arasındaki ilişki Ewald küresi çizimiyle kolayca gösterilebilir. Difraksiyonu alınan kristal kendi ters örgüsü ile temsil edilir. Ewald küresi Şekil 3.2.' de iki boyutta gösterilen yarıçapı $1/\lambda$ olan bir küredir. Bu kürenin ters örgü ile olan kesişme yerleri birer ters örgü noktaları daha doğrusu floresans ekran üzerinde oluşan difraksiyon desenlerini oluşturan noktalardır. Bu difraksiyon noktalarının oluşumunun iyice anlaşılabilmesi için Şekil 3.2.' den faydalanılır.



Şekil 3.2. Ewald küresi çizimi [54].

Bu şekilde elektron demetinin numune üzerine çarptığı yerden (O) hkl difraksiyon düzlemine çıkılan dik, ters örgü vektörü $\mathbf{g}_{hkl}$ ile gösterilmektedir. Bu vektörün Ewald küresini kestiği P noktası ters örgüye ait bir nokta olup hkl düzlemini ters örgüde temsil eder. O halde P noktasının orijinden (O) olan uzaklığı $1/d$ olup, bu da ters örgü vektörü $\mathbf{g}$ olmak zorundadır. Şekil 3.2’ de $2\theta=1^\circ-2^\circ$ olduğundan,

$$2\theta = \frac{g}{1/\lambda} = \frac{1/d}{1/\lambda} \quad (3.5)$$

yazılır ve buradan denklem 3.1 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 [57].

3.2. Elektron Mikroskopi Çeşitleri

3.2.1. Geçirmeli Elektron Mikroskopisi

Geçirmeli elektron mikroskobu, elektronların geçebileceği kadar ince olan numunelerden bilgi elde edebilmek için kullanılan mikroskobun adıdır. Geçirmeli elektron mikroskopisi ise geçirmeli elektron mikroskobu ile yapılan numune 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, LaB6 kristali ve alan etkili yayımlama 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 [54, 55, 58].

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 açısal değişme meydana gelir. Açısal değişmeye uğrayan elektronların durdurulması için objektif merceğin arka odak noktasına bir elektron demet ayarlayıcısı yerleştirilir ve böylece büyük açılarda gelen elektronların görüntü oluşumuna olan katkısı önlenir. Elektronların numuneden geçebilmesi için gerekli olan enerji, numunenin kalınlığına ve atom numarasına göre değişir. Amaca uygun olarak farklı TEM'ler geliştirilmiştir. Kalın numunelerin mikroskobik yapılarının incelenebilmesi için, elektronların enerjilerinin bu numunelerden geçebilecek yeterlikte olması gerekir. Bu amaç doğrultusunda, voltajı yaklaşık 1-3 MV olan yüksek voltajlı elektron 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 (HRTEMs) ve 1980'lerde orta seviye voltajına sahip (300–400 kV) elektron mikroskopları (IVEMs) geliştirilmiştir [59].

3.2.2. Taramalı Elektron Mikroskopisi

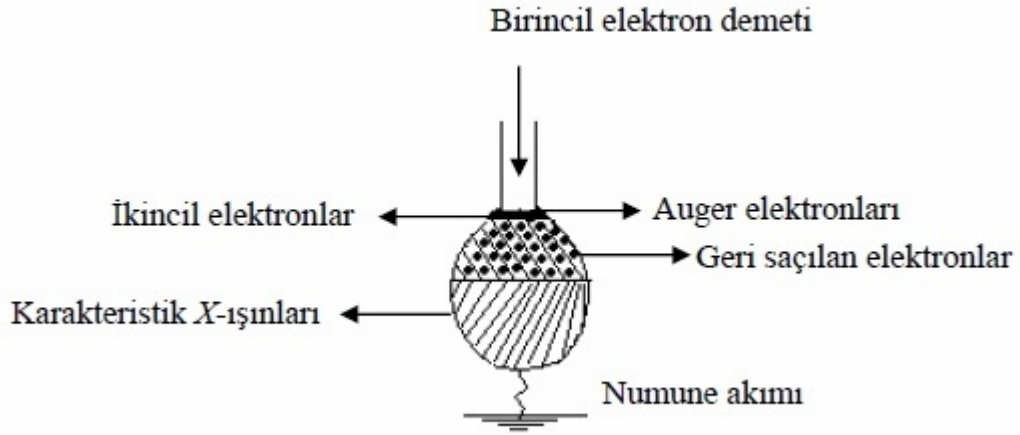
Taramalı elektron mikroskopunun çalışması, geçirmeli elektron mikroskobu ile benzerdir. Bu, her iki mikroskoptaki elektron tabancası, yoğunlaştırma mercekle ve vakum sistemi gibi özelliklerin benzerlik göstereceğini göstermektedir. Fakat görüntülerin meydana getirilmesi ve büyütülmesi tamamen farklı yollarla olmaktadır. TEM ince numunelerin içyapıları 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.

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.

Elektronlar, objektif merceğin altında yer alan tarama bobinleri tarafından numuneyi karşıdan karşıya tarar. Numuneden saçılan elektronlar detektör ile toplanarak sinyal oluşturulur ve elektronik devreler yardımıyla görüntü elde edilir.

SEM' de numune üzerine gelen elektron demeti ile numune arasında meydana gelen etkileşimler Şekil 3.3' de gösterilmektedir [60]. 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, elektron numuneden çıkıncaya kadar; esnek olmayan saçılmalar ise elektronların enerjileri bitinceye kadar veya numuneden çıkıncaya kadar gerçekleşir.



Şekil 3.3. SEM ile gönderilen elektron demetinin numune üzerindeki dağılımı ve ortaya çıkan farklı etkileşimler [60].

Numune yüzeyine çarpan elektronların bir kısmı enerji kaybına uğramadan geri saçılır. Elektronların numuneye çarpması sonucu numune yüzeyinde 10 nm derinlikte de 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 içerisinde 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: *Cathode Ray Tube*) 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 katı hal detektörü ile toplanır. Geri saçılan elektron görüntüsünün aydınlığı incelenen numunenin atom numarasına bağlıdır.

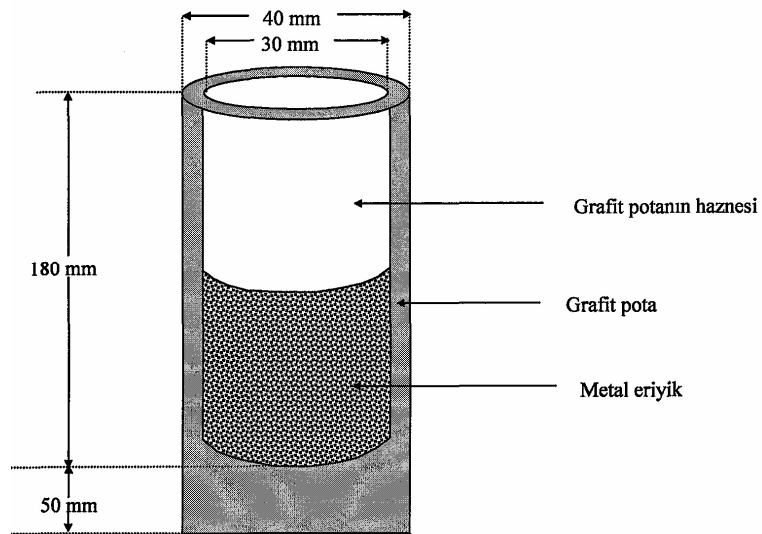
Numuneden saçılan X -ışınları da yine katı hal X -ışınları detektörü (silisyum-lityum kristali) ile algılanırlar. Algılanan sürekli ve karakteristik X -ışınları yardımı ile numune içerisinde bulunan farklı fazların analizi yapılabilir [57].

4. DENEYSEL İŞLEMLER

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

4.1 Numune Dökümü

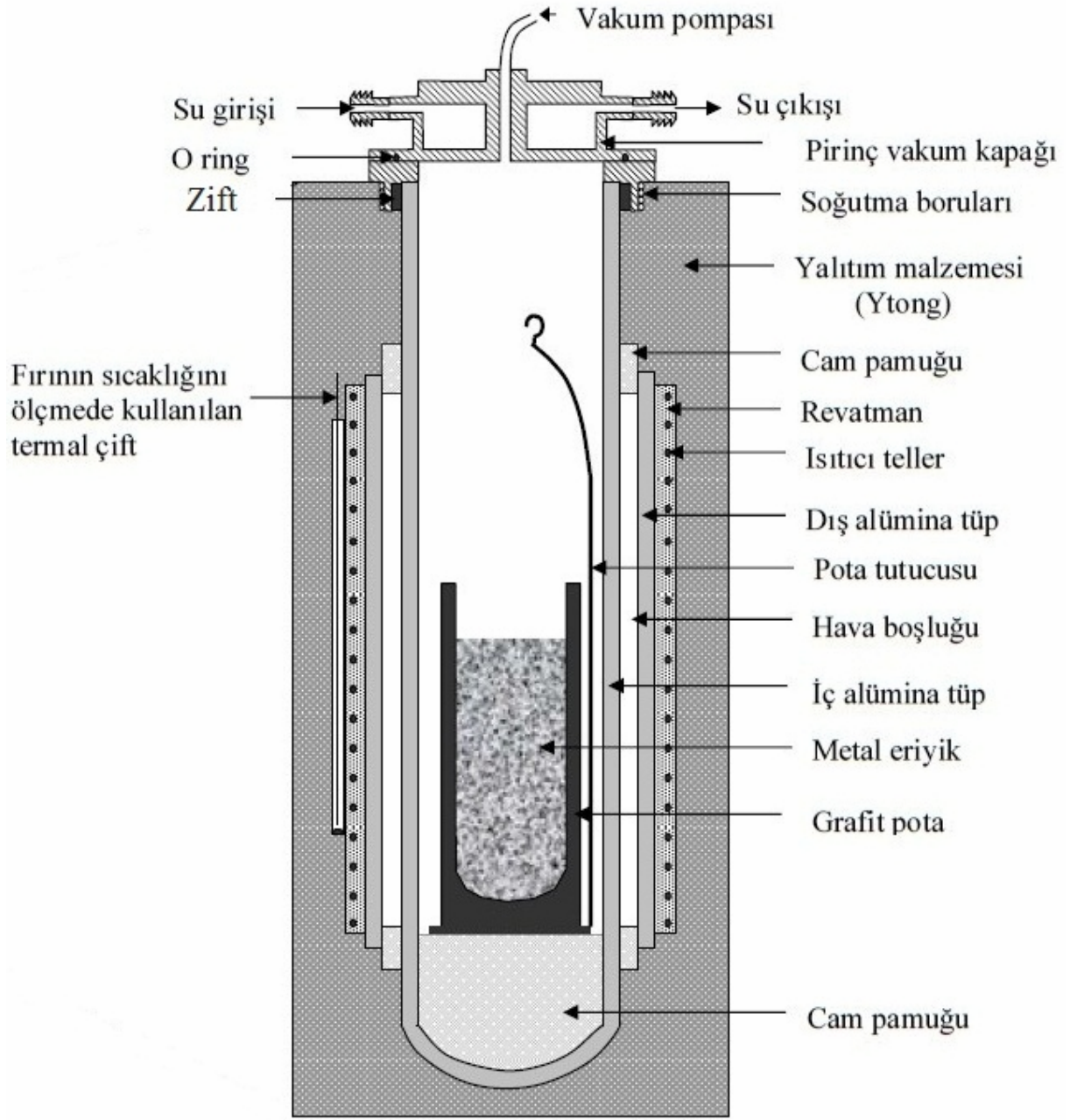
Bu çalışmada Zn-Al sistemi üzerinde çalışılmıştır. Bileşen yüzdesi Al-%98 ağırlık Zn şeklinde numune dökümü yapılmıştır. Bu bileşimdeki alaşıma hazırlanabilmesi için ağırlıkça uygun orandaki metaller 0,1 mg' a duyarlı hassas terazi ile tartılmıştır. Bunun için %99,9 saflıkta alüminyum ve %99,99 saflıkta çinko kullanılmıştır. Zn-Al sisteminde çinko 30 mm çapında ve 180 mm derinliğindeki silindirik 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 4.1' de gösterilen eritme potası vakumlu eritme fırınına yerleştirilerek alaşım yapmaya hazır hale getirilmiştir [61].



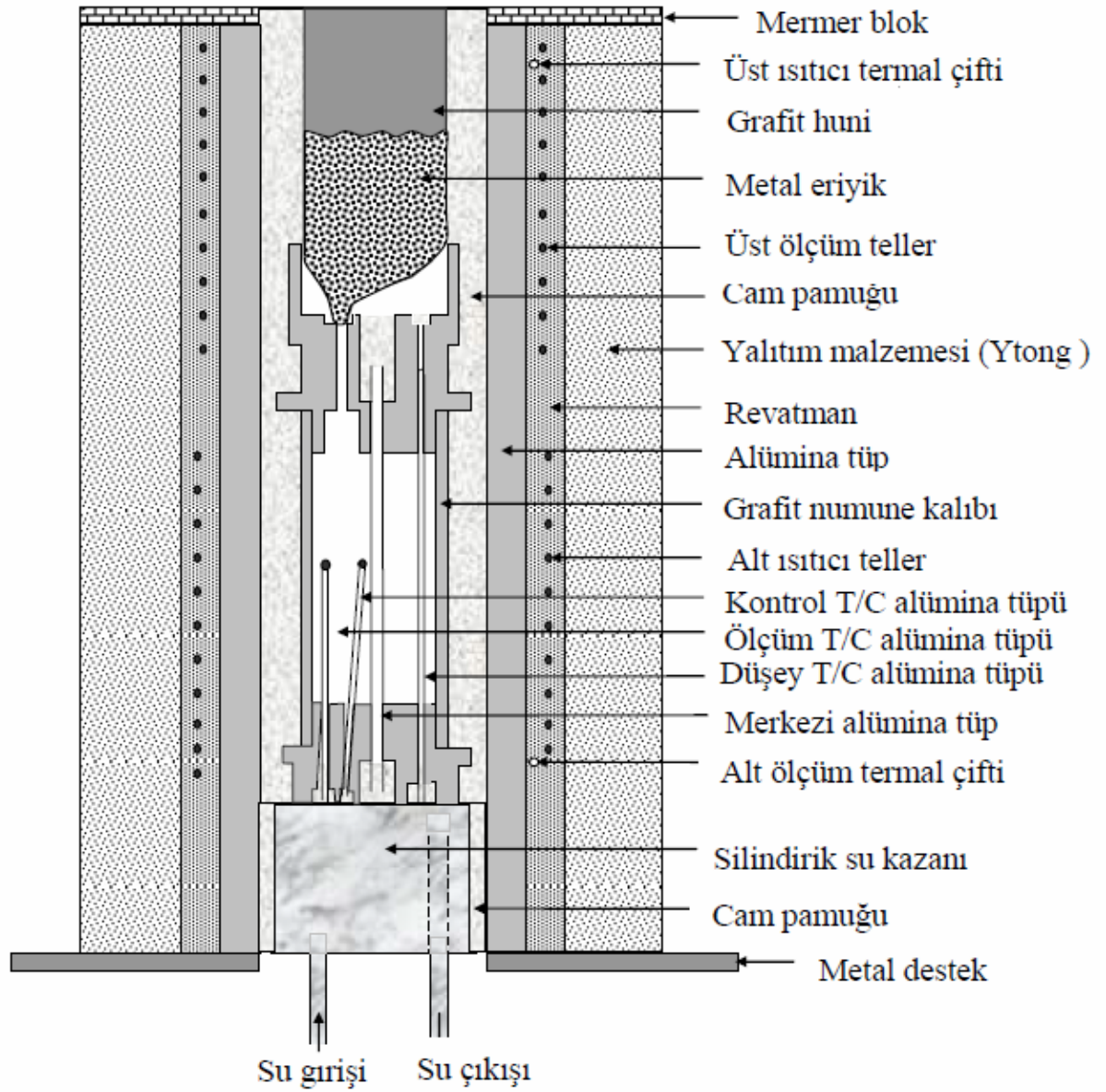
Şekil 4.1. Grafit Eritme Potası [61].

Vakumlu eritme fırını; metalik ikili alaşımı 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 4.2) [61]. Vakumlu eritme fırını 600 °C' ye ayarlanarak pota içerisindeki metalin erimesi sağlanmıştır. Pota içerisindeki çinko eridikten sonra vakum kapağı açılarak daha önceden alüminyum folyoya sarılmış olan alüminyumlar daldırıldı. İlave edilen alüminyumların erimesi beklenmiş ve daha sonra vakum kapağı bir kez daha açılarak sıvı eriyik grafit karıştırıcı çubuk ile karıştırılıp sıvı alaşımın homojen olması sağlanmıştır. Hazırlanan bu alaşımın 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 4.3) [61]. Vakumlu eritme fırınındaki sıvı alaşımın son halini alması sırasında döküm fırınının alt ısıtıcı bölgesinin sıcaklığı alaşımın erime sıcaklığına kadar, üst ısıtıcı bölgesinin sıcaklığı ise alaşımın 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 içindeki hava boşluklarının oluşmasını engellemektir. Katılama tamamlandıktan sonra üst ısıtıcı da kapatılarak fırın bir gece boyunca soğumaya bırakılmıştır. Soğuduktan sonra grafit kalıptan çıkarılan numune Şekil 4.4' te gösterilmiştir [61].

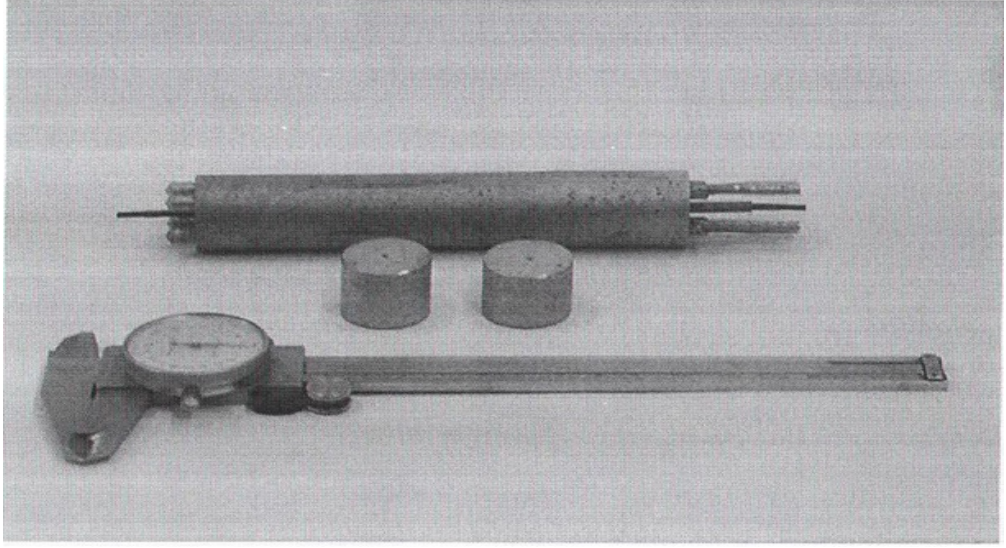
Yukarıda açıklanan işlemler Al-%98 Zn alaşımı için yapılmıştır. Al-%98 Zn alaşımında tek yönlü katılaştırma, kontrol edilebilen daha yüksek soğutma hızlarında Bridgman tipi kontrollü doğrusal katılaştırma fırınında yapılmıştır. Bridgman tipi doğrusal katılaştırma fırını ile tüm kristal büyütmelemlerin yaklaşık %40' ı yapılmakta ve mühendislik alanında gerilime dayanıklı malzeme üretimi için yaygın olarak kullanılmaktadır [62]. Kontrollü doğrusal katılaştırma fırınının kullanılmasında ki amaç, değişik sıcaklık dağılımı ve katılaştırma hızlarında farklı numuneler elde etmektir.



Şekil 4.2. Vakumlu Eritme Fırının Şematik Gösterimi [61].

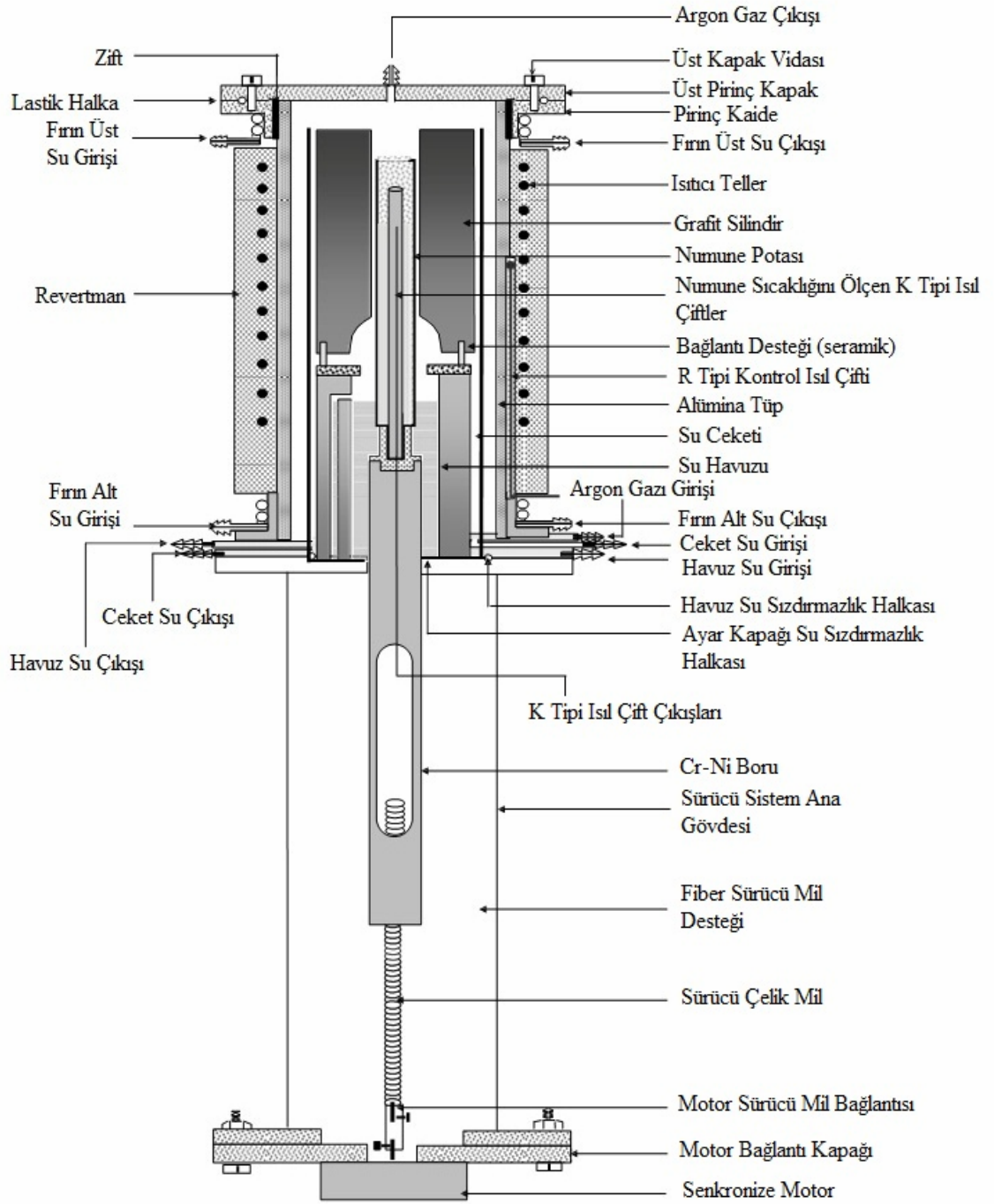


Şekil 4.3. Döküm Fırının Şematik Gösterimi [61].



Şekil 4.4. Grafit kalıptan çıkarılmış numune [61].

Şekil 4.5' 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 [61, 63]. 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 $165 \mu\text{m/s}$ soğutma hızında Al-%98 Zn alaşımlarının kontrollü doğrusal katılaşması sağlanmıştır.



Şekil 4.5. Bridgman Tipi Kontrollü Doğrusal Katılaştırma Fırını [61,63].

4.2. Elektron Mikroskobu Numunelerinin Hazırlanması

TEM ve SEM için numune hazırlama yöntemleri birçok araştırmacı tarafından çok önemli bir çalışma olarak kabul edilmiştir. Elektron mikroskobu ile yapılan bu çalışmaların çoğunda da numune çok iyi hazırlanmış olmalıdır [59].

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 içyapıları hakkında, SEM gözlemlerinden faydalanılarak da numunelerin yüzey yapıları hakkında detaylı ve kesin sonuçlar elde edilebilmektedir.

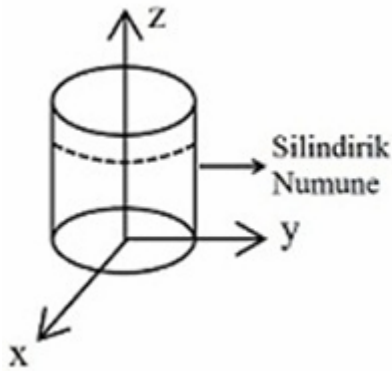
4.2.1. SEM için Numune Hazırlanması

Al-Zn alaşımının SEM gözlemlerinin yapılabilmesi için mekanik ve kimyasal numune hazırlama yöntemleri kullanılarak SEM numunesi hazırlandı. SEM numunesinin hazırlanmasında aşağıdaki adımlar izlendi.

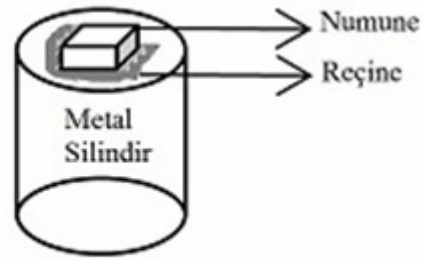
1. İlk önce döküm kalıbından çıkarılmış olan silindirik numunenin Şekil 4.6.a' da gösterildiği gibi koordinat eksenleri belirlendi. Daha sonra Şekil 4.6.a' da kesikli çizgilerle gösterildiği gibi yaklaşık 2 mm kalınlığında bir dilim numuneden Elmas Tel Kesici (Diamond Wire Cutter-SXJ2 PRECISION WIRE SAW, MTI CORPORATION) kullanılarak kesildi.
2. Kesilen numune Şekil 4.6.b' dekinе benzer bir şekilde reçine ile ısıtılarak yapıştırıldı.
3. Numune yüzeyinin düzgün olmasını sağlamak için numune mekanik zımparalama aletinde zımpara kâğıtları kullanılarak zımparalandı. Zımparalama işlemi sırasında numune yüzeyinin ısınmasını önlemek ve numune yüzeyi ile zımpara kâğıdı arasında daha iyi bir temas sağlayabilmek amacıyla su soğutması kullanıldı.
4. Zımparalama sonucu düzgün yüzeylere sahip olması sağlanan numune mekanik parlatma aletinde elmas pasta (Diamond Paste) kullanılarak parlatıldı. Parlatma işlemi

sırasında numune yüzeyinde leke oluşmasını önlemek için zaman zaman elmas pasta ve aseton ilavesi yapıldı. Mekanik parlatmanın amacı pürüzsüz numune yüzeyi elde etmektir.

5. Yüzeyi pürüzsüz hale getirilen numunenin yüzeyindeki mikroyapıları açığa çıkarabilmek için kimyasal dağlama işlemine geçildi. Dağlama işlemi için 50 ml saf su ve 50 ml HF karışımı kullanıldı ve bu işlem numunenin oda sıcaklığında 3-4 saniye süreyle daldırılması ile sona erdirildi.
6. Son olarak numune iyi temizlendi ve böylece SEM numunesi hazırlanmış oldu.



(a)



(b)

Şekil 4.6. (a) Silindirik numunenin koordinat eksenleri, (b) numunenin metal silindir üzerine reçine ile yapıştırılması.

4.2.2. TEM için Numune Hazırlanması

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

1. Bölüm 4.2.1’ de belirtildiği gibi ilk önce yine numunenin koordinat eksenleri belirlendi. Daha sonra ise numuneden z doğrultusunda 2 mm kalınlığında bir dilim numuneden Elmas Tel Kesici ile kesildi.
2. Kesilen parça numune dilimi tekrar 2x2 mm boyutlarında kesildi. Bu kesme işlemi sırasında belirlenen koordinat eksenlerinin karışmamasına özen gösterildi.
3. Kesilen numune Şekil 4.6.b’ de gösterildiği gibi metal silindirin üstüne z eksenini doğrultusunda reçine ile ısıtılarak yapıştırıldı.
4. Yapıştırılan numune Mekanik Parlatma Cihazı (Mintech 233) ile zımpara yapılarak inceltildi. Zımparalama sırasında ısınmadan dolayı numunenin zarar görmemesi için su damlatma işlemi yapıldı. Sırasıyla 800 ve 1200 numaralı zımparalar yaklaşık 10 dakika zımparalama yaparak, numunenin üst yüzeyindeki pürüzler giderilerek düzgün bir yüzey elde edildi ve yaklaşık 0,2-0,5 mm’ ye kadar inceltildi.
5. İnceltelen numuneler aseton ve etanol çözücülerile beherlere yerleştirilerek ultrasonik temizleyicide (Wise Clean Ultrasonik Temizleyici) temizlendi. Temizlenen numunenin orta kısmı, Argon-İyon Bombardımanı yöntemi kullanılarak delindi.
6. Son olarak numune etanol içerisinde iyice temizlendi. Böylece TEM için düzlem-görüntü numunesi hazırlanmış oldu.

Bölüm 4.2.1 ve 4.2.2’ de belirtildiği gibi hazırlanan numunenin TEM ve SEM incelemeleri Fırat Üniversitesi Elektron Mikroskopi Laboratuvarı’ nda JEOL JEM 2100F yüksek çözünürlüklü geçirmeli elektron mikroskobu (HRTEM) ve JEOL JSM 7001F taramalı elektron mikroskop (SEM) ile yapıldı.

5. BULGULAR

Bu çalışmada Zn-Al döküm alaşımı üzerinde çalışılmıştır. Zn-Al alaşımları en yüksek dayanıma sahip alüminyum alaşımlarıdır. Bu alaşımlarda çinko elementinin çok önemli bir yere sahip olmasının nedeni, çinkonun süper plastik özellik göstermesidir.

Zn-Al alaşımının mikro yapısı taramalı ve geçirmeli elektron mikroskopi tekniklerinin kullanılmasıyla incelendi. TEM ile düzlem-görüntü numunesi incelenirken aydınlık-alan ve karanlık-alan görüntü teknikleri, elektron difraksiyon yöntemi ve elektron mikroskopisi görüntü tekniği kullanıldı. Düzlem-görüntü numunesinde 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. Numunenin karanlık-alan görüntüsü difraksiyona uğrayan elektronların elektron demet ayarlayıcısı tarafından seçilmesi sonucu elde edildi.

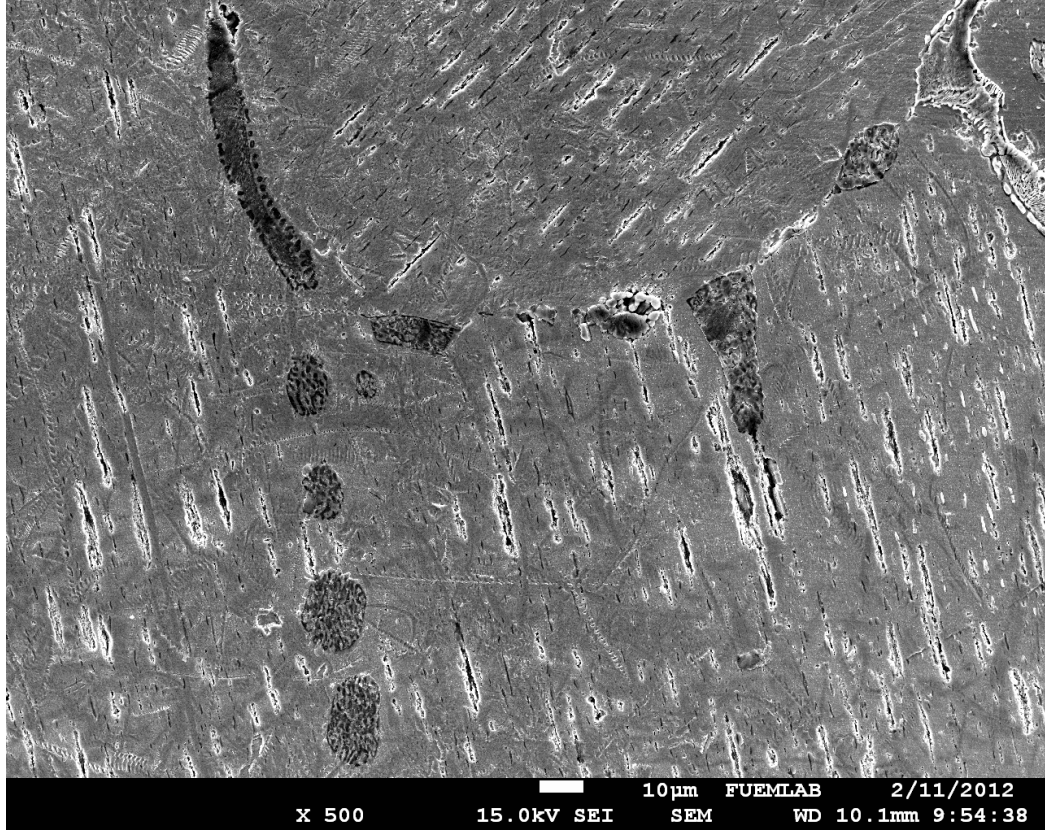
Difraksiyona uğrayan demetin seçilebilmesi için ya numune belli bir açıda döndürülür ya da numune döndürülmeden numune üzerine gelen elektron demeti yoğunlaştırıcı mercekler tarafından belli bir açıda yolundan saptırılır. Böylece numune üzerine gelen ana elektron demeti elektron demet ayarlayıcısının 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 ve görüntü farklılığı, elektronların numune içindeki bazı atomik düzlemlerden difraksiyona uğraması, bazı bölgelerden ise etkileşme olmadan doğrudan geçmesi sonucu oluşur.

SEM gözlemleri için hazırlanan numunenin yüzeyinin düzgün, pürüzsüz ve parlak olması sağlandı. Numune yüzeyinde bulunan fazların net olarak ortaya çıkması için kimyasal çözeltiler ile dağlama işlemi yapıldı. SEM ile numunenin yüzey yapısı incelenmesinde geri saçılan elektron görüntüsü (BEI) ve ikincil elektron görüntüsü (SEI) yöntemleri kullanıldı. Ayrıca numunenin yüzeyinde bulunan fazların kimyasal analizlerini yapabilmek için EDX spektrumları alındı. BEI 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. BEI görüntülerinin en büyük avantajı yüzeyde bulunan farklı kimyasal yapıdaki fazlara olan hassasiyetidir. Düzgün bir yüzeyden alınan BEI görüntüsünün aydınlığı, doğrudan incelenen malzemenin atom numarasına bağlıdır. SEI 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 SEI görüntüsünde kullanılan elektronların detekte edilmesi BEI 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.

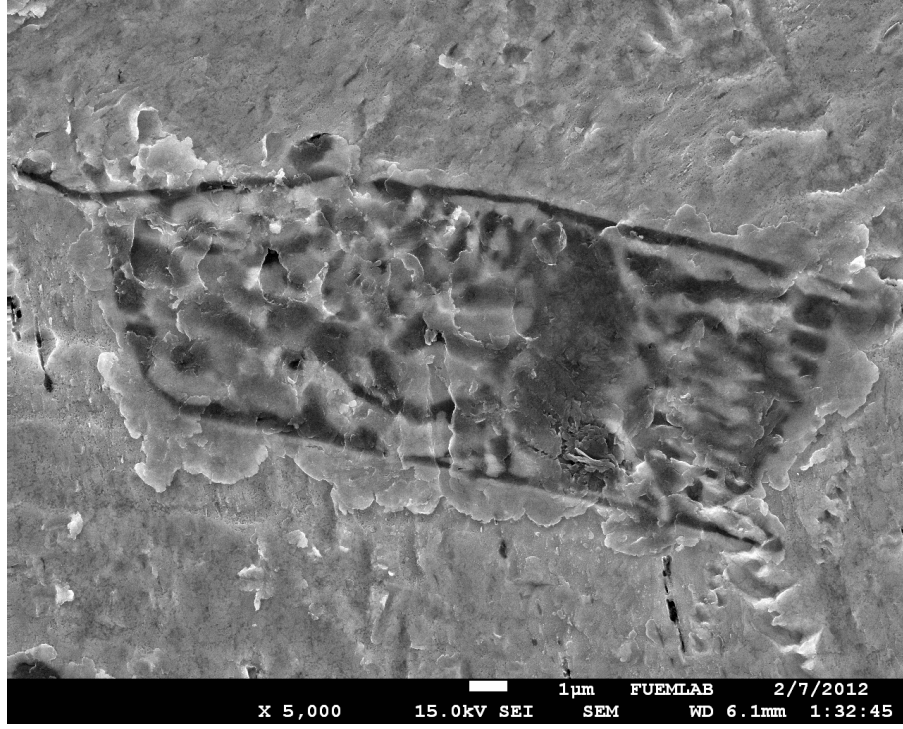
5.1. SEM Gözlemleri ve EDX Sonuçları

Zn-Al alaşımının mikro yapısı SEM ile incelendi ve EDX tekniği ile analiz edildi. Zn-%2Al alaşımının genel yüzey yapısı şekil 5.1’ de görülmektedir. Analiz sonuçlarına göre koyu bölge alüminyumca zengin α fazı iken, parlak bölge çinkoca zengin β fazıdır. Bu durumda Zn-Al alaşımı oda sıcaklığında Zn zengin faz içeren ötektik kompozisyona sahiptir denilebilir. Alasım iki faza ayrılmıştır. Denge durumundaki bir Al-Zn alasımı, biri yaklaşık %99.9 oranında Al içeren fcc α fazı ve %99.99 oranında Zn içeren hexagonal β fazı olmak üzere iki faz içerir. Bu denge durumu oda sıcaklığında sağlanabilir.



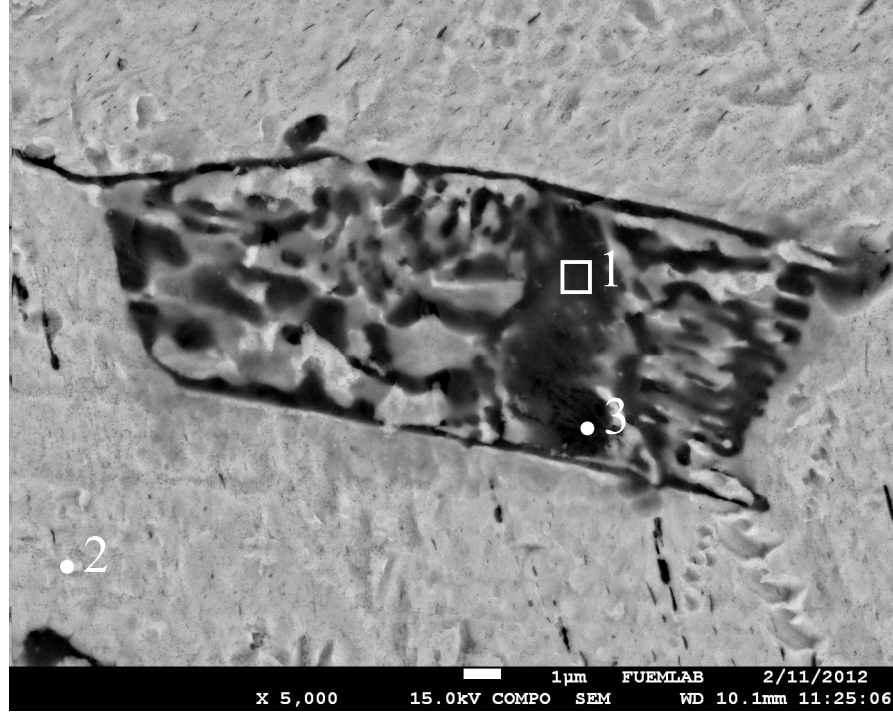
Şekil 5.1. Zn-Al alaşımasının genel yüzey yapısını gösteren SEI görüntüsü.

Numunenin yüzeyinde boşlukların ve dentritik yapıların olduğu görülmektedir. Zn-Al alaşımasının katılaşma aralığı geniş olduğundan dendritik yapının büyümesi içi yeterli oranda zaman bulunmaktadır. Bu nedenle Zn-Al alaşımına ötektik matris içinde ayrılmış primer β dendritleri hakim olduğundan ötektik faz alanlarının miktarı dendritik yapıya oranla daha düşüktür. Ötektik yapı büyük oranda çinko (η) ve ayrılmış halde bulunan β parçacıklarından meydana gelmektedir. İlk katılaşan faz β dendritik yapıdadır ve primer β dendritleri oda sıcaklığında α ve η' ya dönüşmektedir [15].

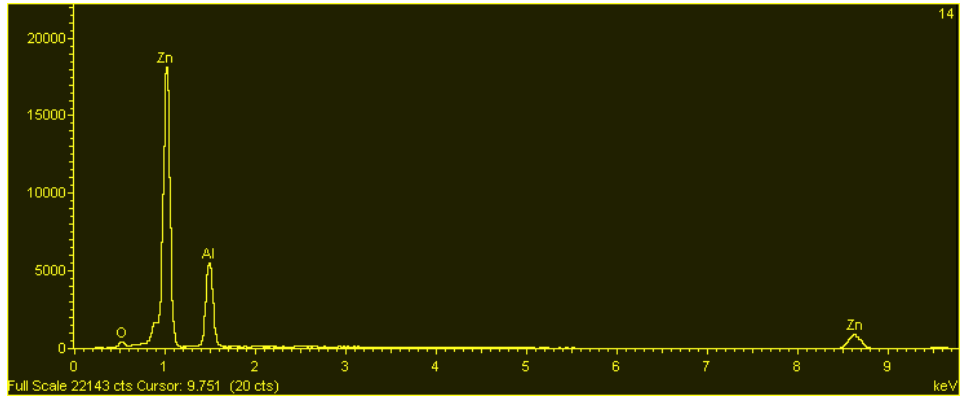


Şekil 5.2. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü.

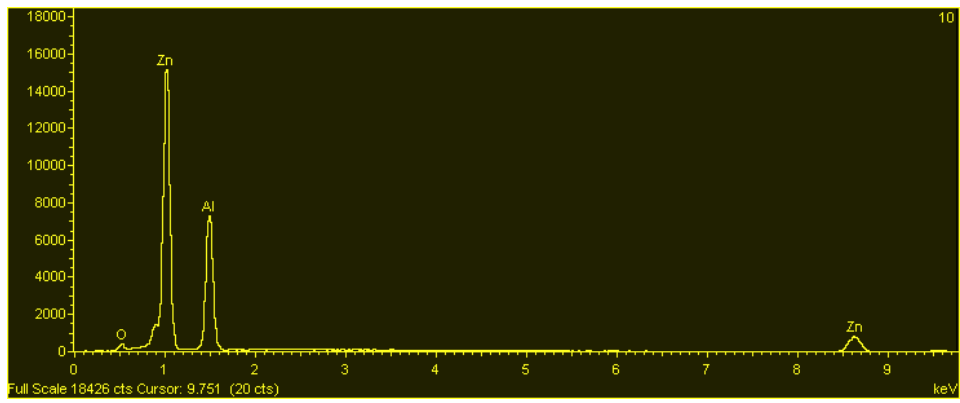
Şekil 5.2’ de numune yüzeyinde 5000 büyütmede alınmış SEI görüntüsü gösterilmektedir. Numunenin yüzeyinde yer yer boşlukların olduğu ve kontrast farklılığı olduğu görülmektedir. Bu kontrast farklılığı numunenin birden fazla fazlardan meydana geldiğini ifade etmektedir. Şekil 5.3’ teki analiz sonuçlarına göre parlak bölge çinkoca zengin β fazı iken, koyu bölge ise alüminyumca zengin α fazı olduğu görülmüştür. Alınan EDX analizi 1. bölgede ötektik fazın oluştuğunu gösteriyorken, 2. ve 3. bölgede ise ötektoid fazın oluştuğunu göstermektedir. Artan alüminyum miktarı ile ötektik miktarının azaldığı belirlenmiştir. Buna bağlı olarak Zn-Al alaşımasının sertlik, çekme ve aşınma dayanımlarını arttırmakta, fakat sürünme direncini düşürdüğü bilinmektedir. Tablo 5.1’ de ise Şekil 5.4’ teki spektrum değerleri ve hangi fazların olduğu ifade edilmiştir. Ayrıca tabloda yer alan Oksijen numunenin yüzey tabakasının oksitlenmesinden dolayı oluşmuştur.



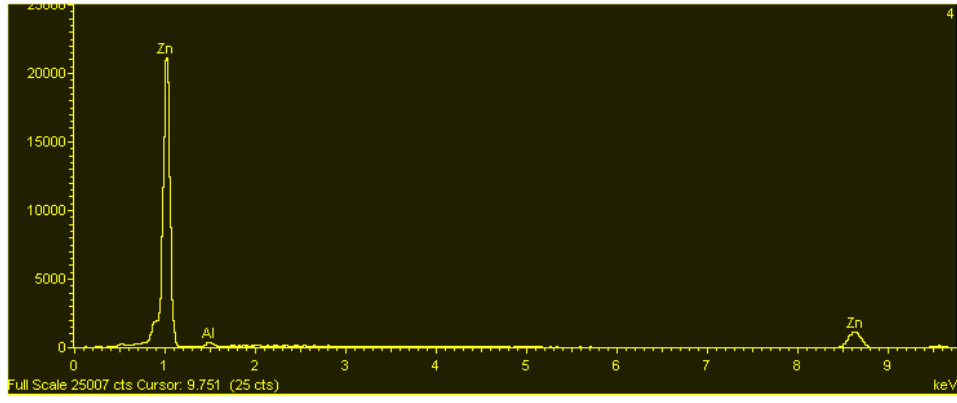
Şekil 5.3. Zn-Al alaışımının BEI görüntüsü.



(a)



(b)

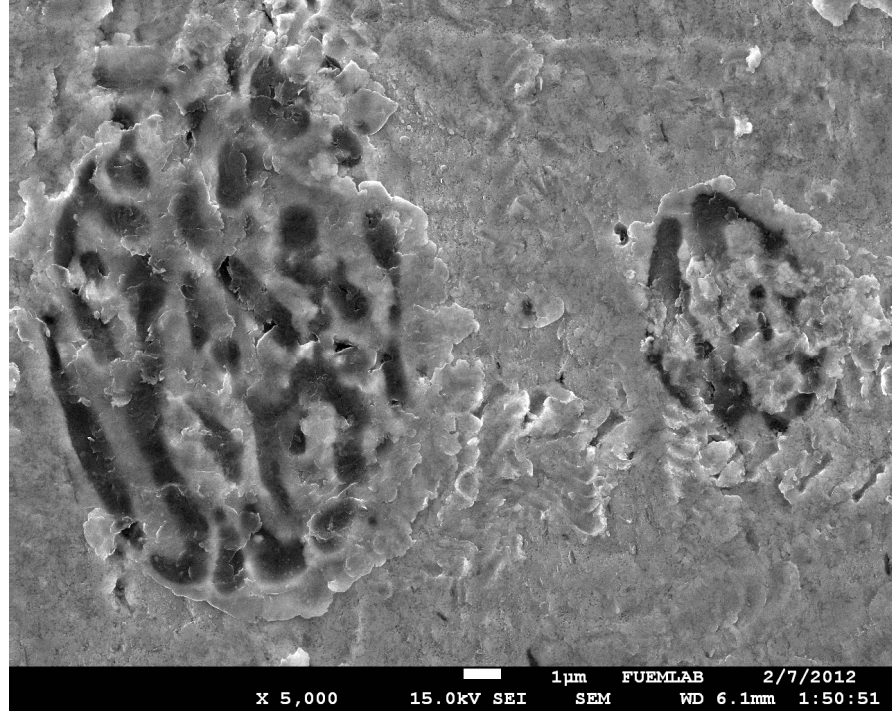


(c)

Şekil 5.4. Şekil 5.3’ te gösterilen Zn-Al alaşıminin (a) 1, (b) 2, (c) 3, olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları.

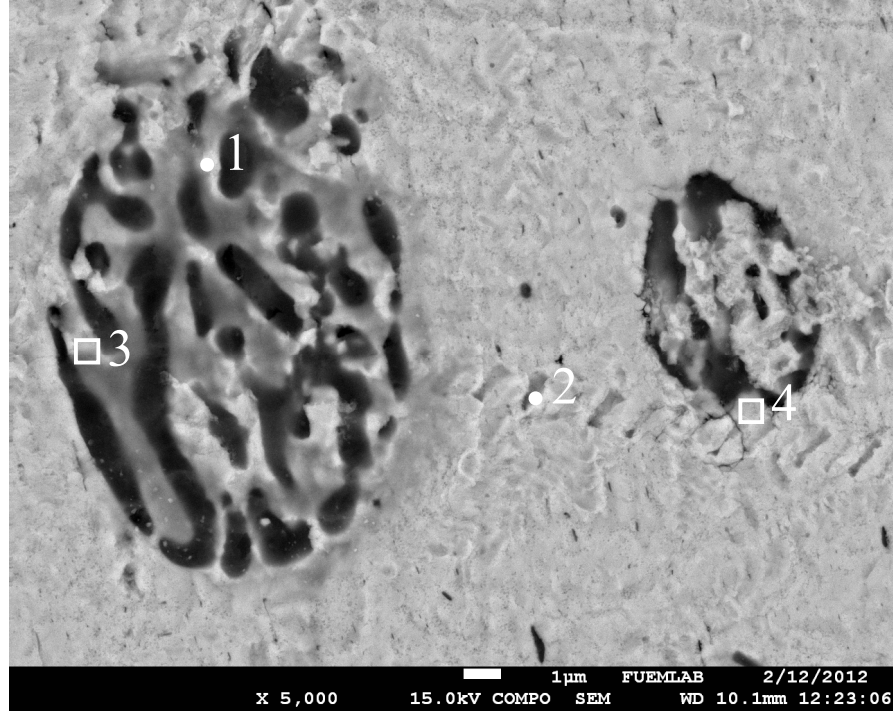
Tablo 5.1. Şekil 5.4’ te gösterilen EDX spektrum sonuçları.

Spektrum 1: Ötektik Faz		
Zn	98.18	95.69
Al	1.82	4.31
Toplam	100	100
Spektrum 2: Ötektoid Faz		
Zn	65.97	43.14
Al	31.31	49.59
O	2.72	7.27
Toplam	100	100
Spektrum 3: Ötektoid Faz		
Zn	73.73	51.98
Al	23.58	40.27
O	2.69	7.75
Toplam	100	100

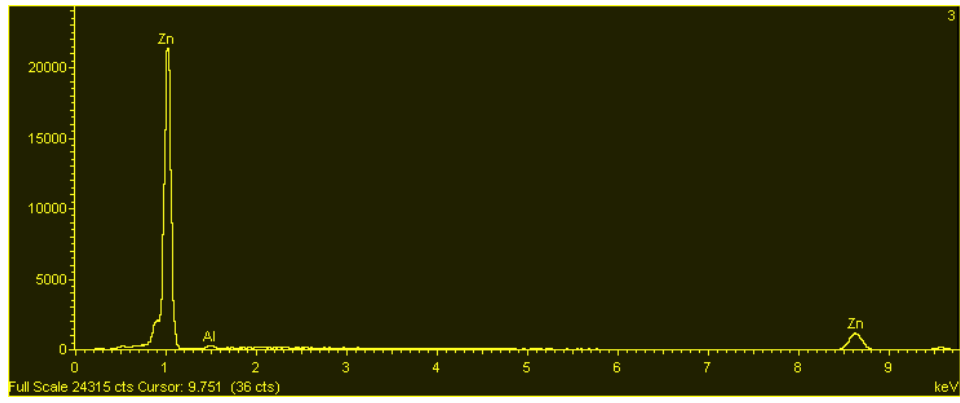


Şekil 5.5. Zn-Al alaşımlarının SEI görüntüsü.

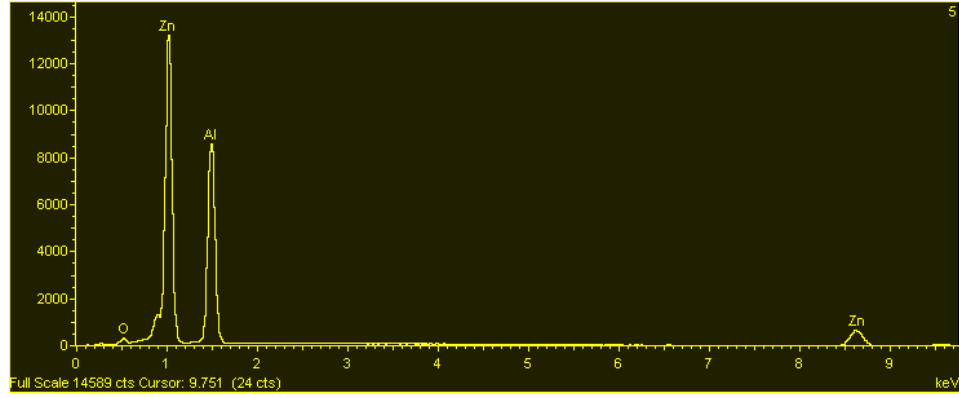
Şekil 5.5’ te numunenin farklı bir bölgesinden 5000 büyütmede alınmış SEI görüntüsü gösterilmektedir. Bu görüntüde de farklı kontrastların olduğu yani numunenin farklı fazlardan oluştuğu görülmektedir. Şekil 5.6’ daki analiz sonuçlarına göre 1. bölge çinkoca zengin β fazı, ötektik faz, 2. bölge alüminyumca zengin α fazı, ötektoid faz, 3. bölge ötektoid faz($\beta+\alpha$), 4. bölge ötektik faz (β fazı+ötektoid). Alınan EDX analizine göre bu bölgede ötektik ve ötektoid olmak üzere 2 fazın oluştuğunu göstermektedir. Tablo 5.2’ de ise Şekil 5.7’ teki spektrum değerleri ve hangi fazların olduğu ifade edilmiştir. Tabloda yer alan Oksijen numunenin yüzey tabakasının oksitlenmesinden dolayı oluşmuştur.



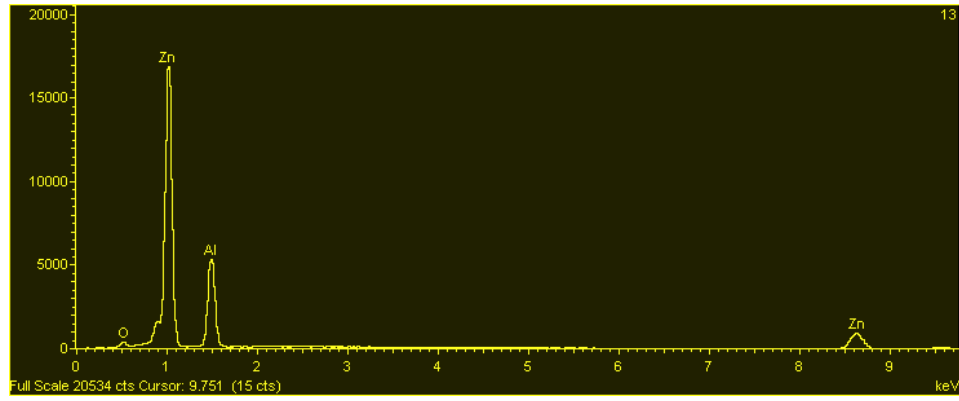
Şekil 5.6. Zn-Al alaşımlarının BEI görüntüsü.



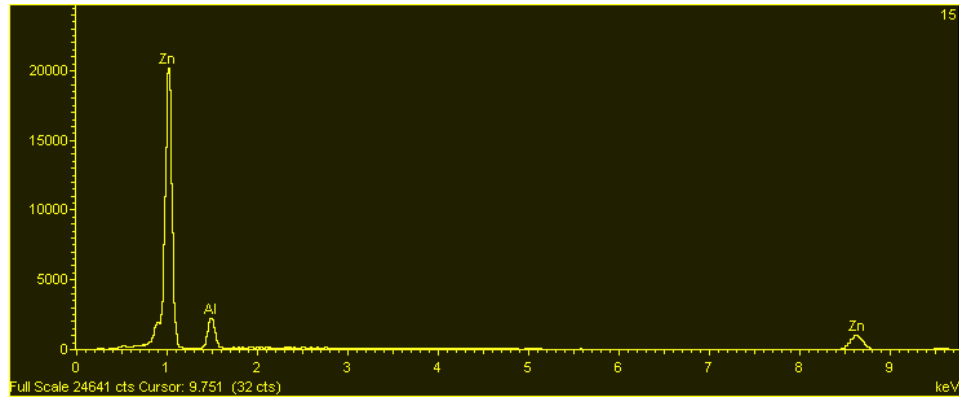
(a)



(b)



(c)

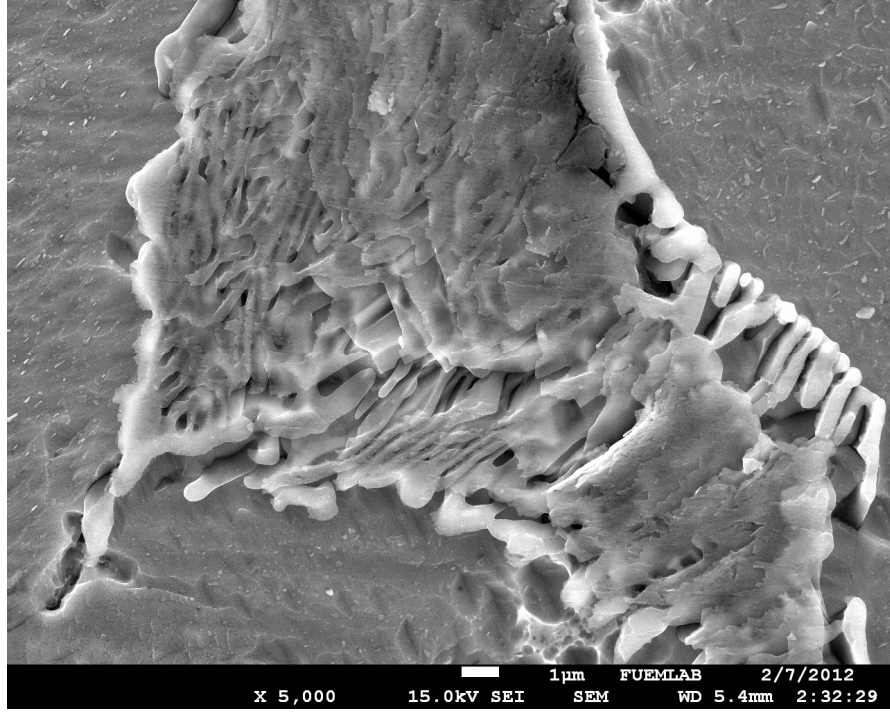


(d)

Şekil 5.7. Şekil 5.6’ da gösterilen Zn-Al alaşımasının (a) 1, (b) 2, (c) 3, (d) 4 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları.

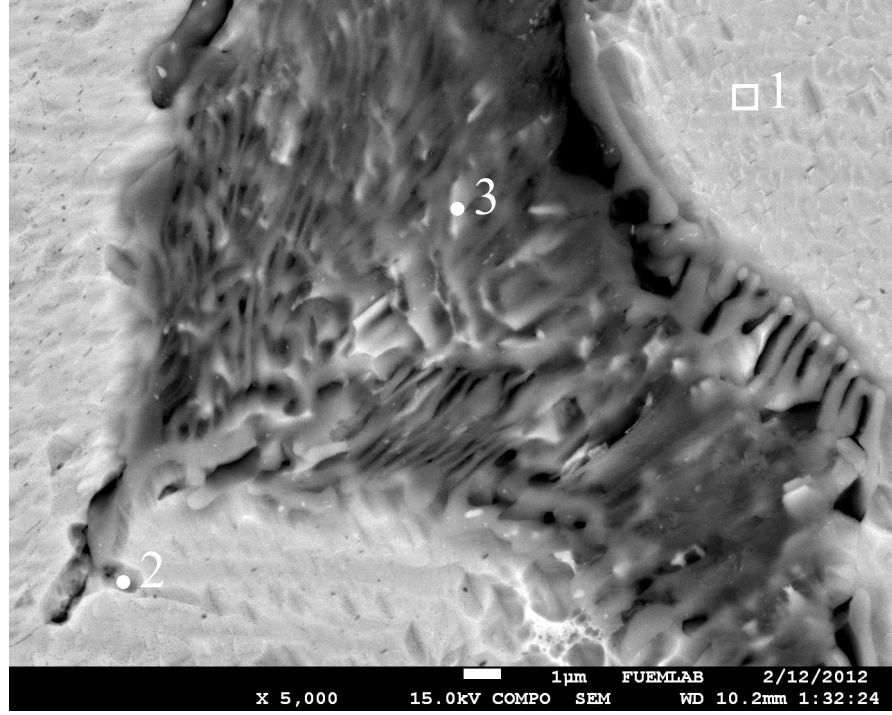
Tablo 5.2. Şekil 5.7’ de gösterilen EDX spektrum sonuçları.

Spektrum 1: Ötektik Faz		
Element	Ağırlıkça %	Atomik %
Zn	98.84	97.22
Al	1.16	2.78
Toplam	100	100
Spektrum 2: Ötektoid Faz		
Zn	60.25	37.68
Al	37.74	57.17
O	2.01	5.15
Toplam	100	100
Spektrum 3: Ötektoid Faz		
Zn	73.13	51.37
Al	24.40	41.52
O	2.48	7.11
Toplam	100	100
Spektrum 4: Ötektik Faz		
Zn	88.32	75.74
Al	11.68	24.26
Toplam	100	100

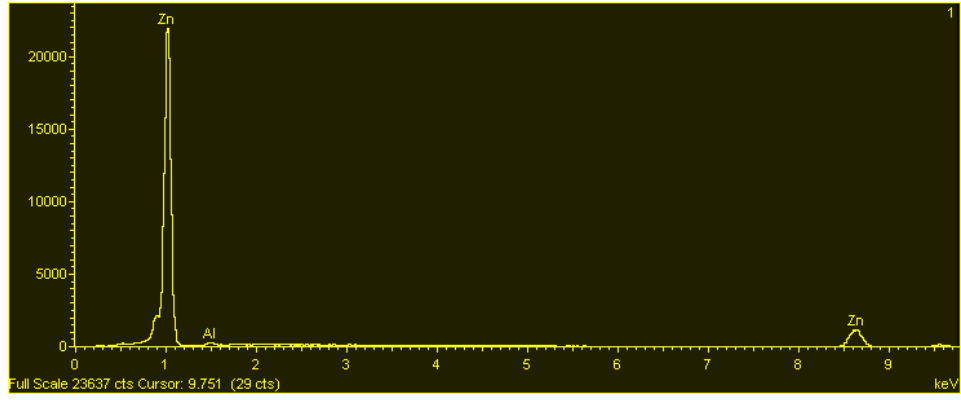


Şekil 5.8. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü.

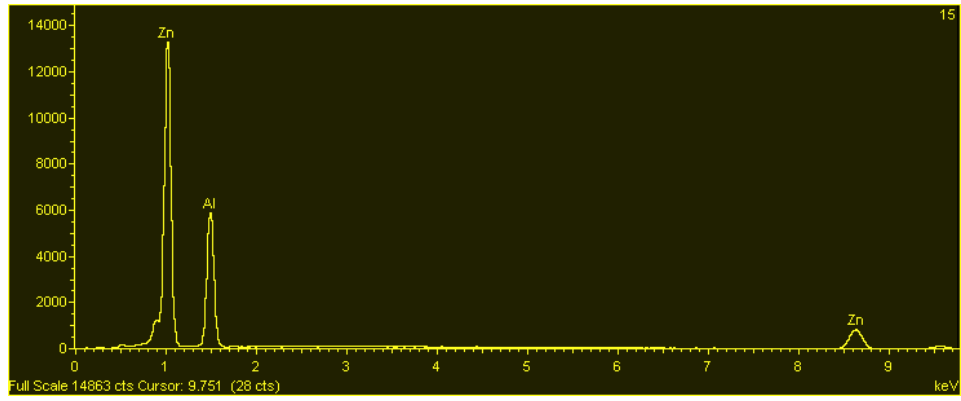
Şekil 5.8’ de numune yüzeyinde 5000 büyütmede alınmış SEI görüntüsü gösterilmektedir. Kontrast farklılığı olduğu görülmektedir. Bu kontrast farklılığı numunenin 1’ den fazla fazlardan meydana geldiğini ifade etmektedir. Dendritik yapı bu bölgede yoğun bir şekilde görülmektedir. Şekil 5.9’ daki analiz sonuçlarına göre 1. ve 3. bölgeler yani parlak bölge çinkoca zengin β fazı iken, 2. bölge yani koyu bölge ise alüminyumca zengin α fazı olduğu görülmüştür. Alınan EDX analizi 1. ve 3. bölgelerde çinko miktarının zengin olduğunu ve ötektik fazın oluştuğu gösteriyorken, 2. bölgede ise alüminyumca zengin olduğu ve ötektoid fazın oluştuğunu göstermektedir. Alaşım, çinkoca zengin dendritler ve bu dendritler arasında alüminyumca zengin ağlar içermektedir. Bir alaşımanın katılaşması, katı-sıvı ara yüzeyinde birbirinin yerini alan iki etkenin etkileşimi yoluyla oluşur. Bunlar katı atomlarının difüzyonu ile gerçekleşen dallanma etkisidir. Bu etkilerden dolayı, ara yüzeydeki kararsızlık dendritik büyümeye neden olur. Dendritler sıvı faz içinde bir α -eriyiği olarak büyür ve iki ana dendrit arasında $\alpha+\beta$ ötektiği şeklinde ikincil dendritler oluşur. Tablo 5.3’ te ise Şekil 5.10’ daki spektrum değerleri ve hangi fazların olduğu ifade edilmiştir.



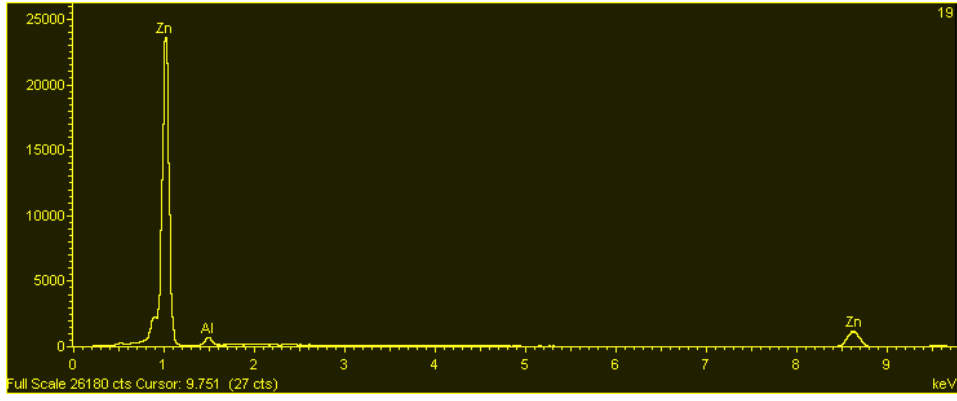
Şekil 5.9. Zn-Al alaşımlarının BEI görüntüsü.



(a)



(b)

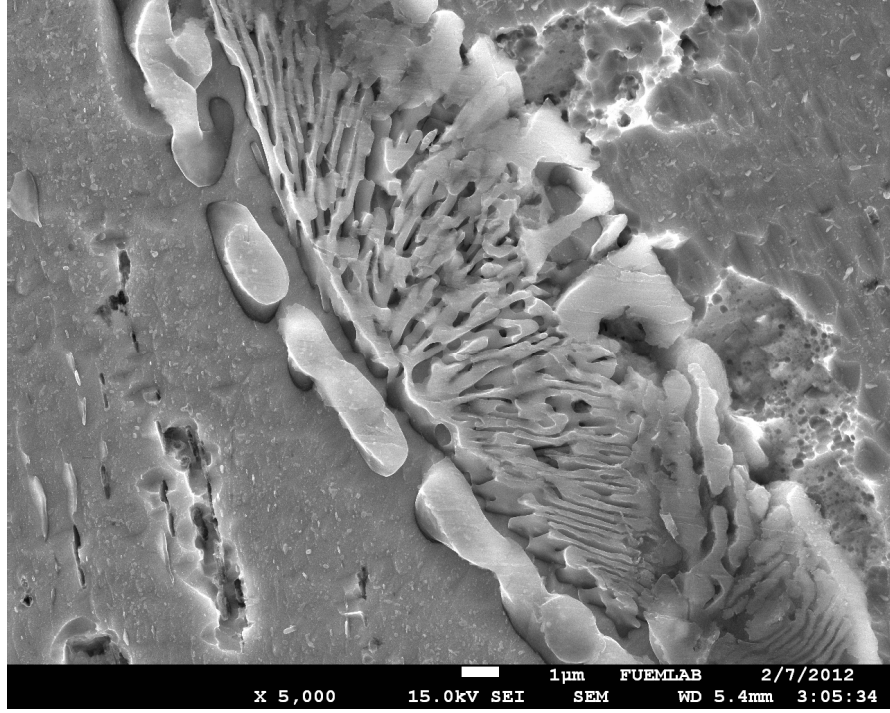


(c)

Şekil 5.10. Şekil 5.9’ da gösterilen Zn-Al alaşımasının (a) 1, (b) 2, (c) 3 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları.

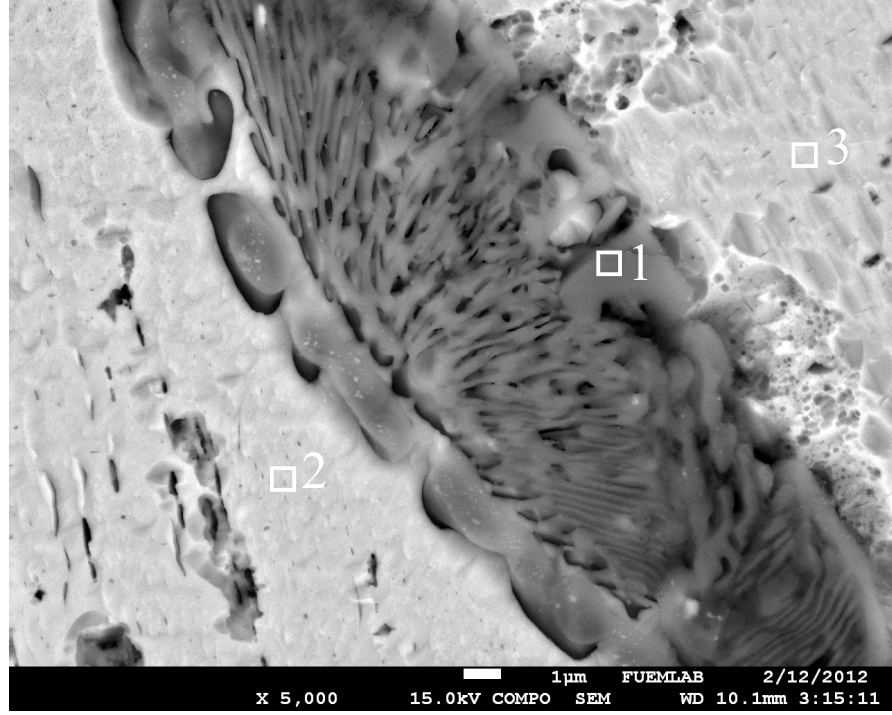
Tablo 5.3. Şekil 5.10’ da gösterilen EDX spektrum sonuçları.

Spektrum 1: Ötektik Faz		
Element	Ağırlıkça %	Atomik %
Zn	98.91	97.41
Al	1.09	2.59
Toplam	100	100
Spektrum 2: Ötektoid Faz		
Zn	68.51	47.32
Al	31.49	52.68
Toplam	100	100
Spektrum 3: Ötektik Faz		
Zn	97.14	93.34
Al	2.86	6.66
Toplam	100	100

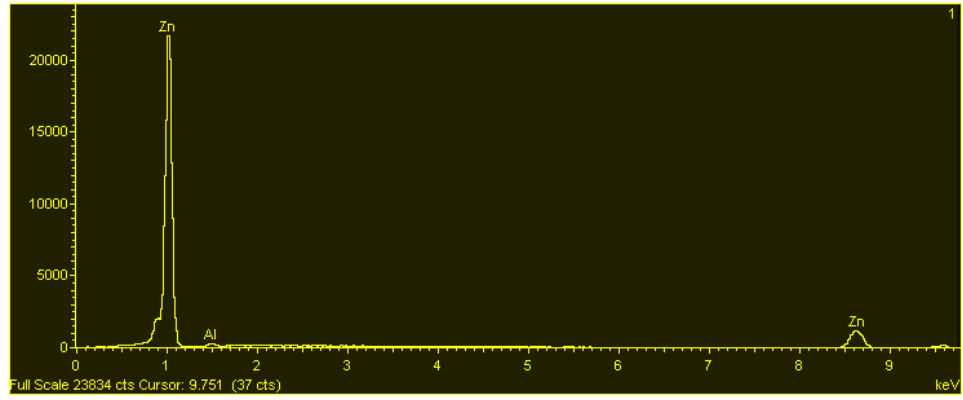


Şekil 5.11. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü.

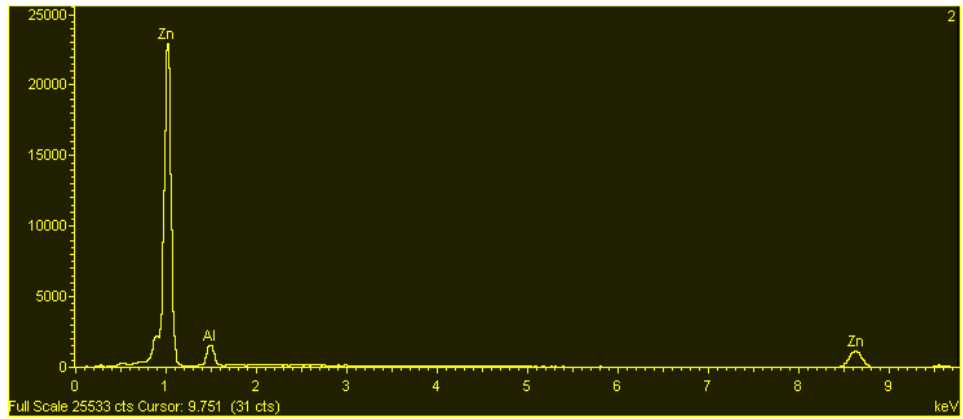
Şekil 5.11’ de numune yüzeyinde de 5000 büyütmede alınmış SEI görüntüsü gösterilmektedir. Bu yüzey görüntüsünde de yoğun bir şekilde dentritik yapının olduğu ve kontrast farklılığı yani 1’ den fazla fazın olduğu görülmektedir. Şekil 5.12’ deki analiz sonuçlarına göre 1. ve 2. bölgeler çinkoca zengin β fazı iken, 2. bölge ise alüminyumca zengin α fazı olduğu görülmüştür. Alınan EDX analizi 1. ve 3. bölgelerde çinko miktarının zengin olduğunu ve ötektik fazın oluştuğu gösteriyorken, 2. bölgede ise alüminyumca zengin olduğu ve burada da ötektik fazın oluştuğunu göstermektedir. Tablo 5.4’ te ise Şekil 5.13’ teki spektrum değerleri ve hangi fazların olduğu ifade edilmiştir.



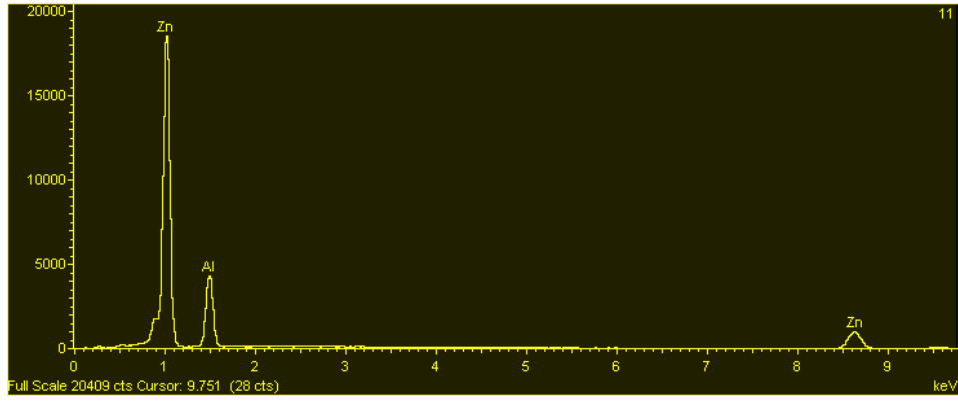
Şekil 5.12. Zn-Al alaşıminin BEI görüntüsü.



(a)



(b)

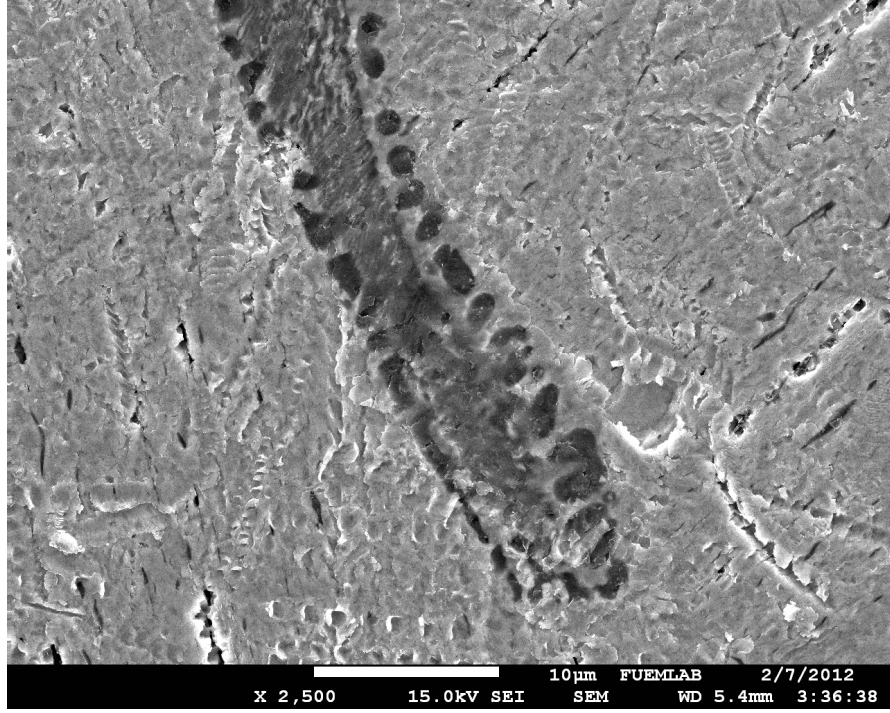


(c)

Şekil 5.13. Şekil 5.12’ de gösterilen Zn-Al alaşıımının (a) 1, (b) 2, (c) 3 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları.

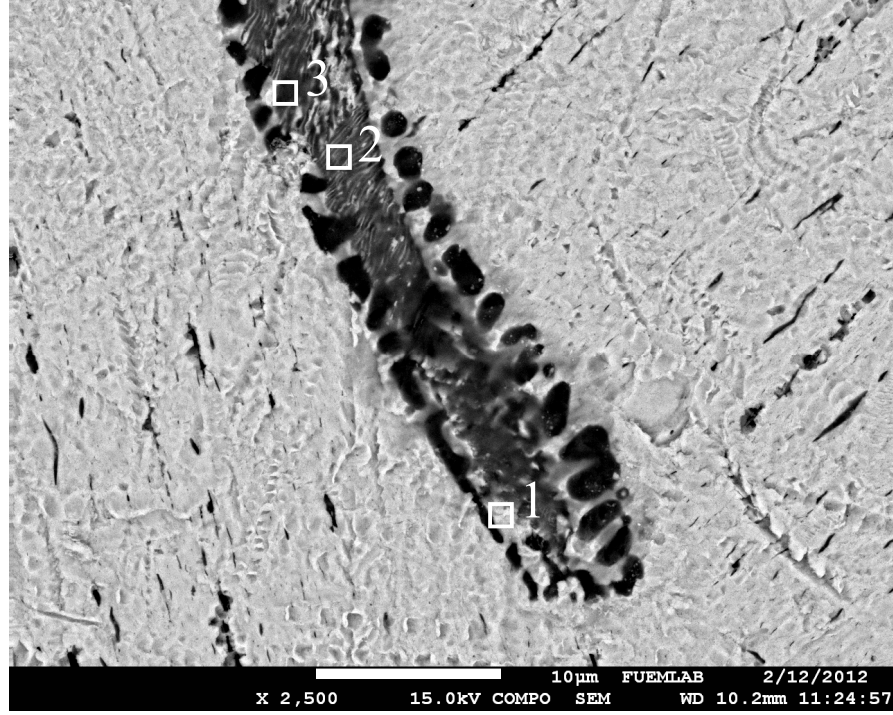
Tablo 5.4. Şekil 5.13’ te gösterilen EDX spektrum sonuçları.

Spektrum 1: Ötektik Faz		
Element	Ağırlıkça %	Atomik %
Zn	98.76	97.05
Al	1.24	2.95
Toplam	100	100
Spektrum 2: Ötektik Faz		
Zn	92.40	83.39
Al	7.60	16.61
Toplam	100	100
Spektrum 3: Ötektik Faz		
Zn	79.38	61.37
Al	20.62	38.63
Toplam	100	100

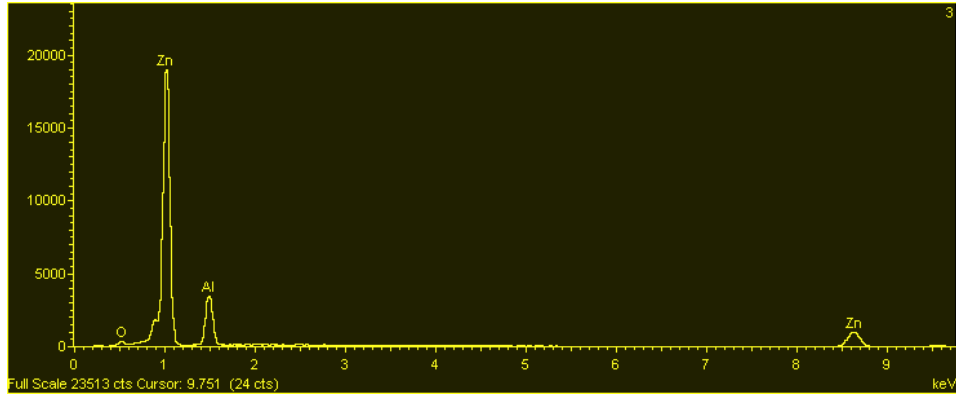


Şekil 5.14. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü.

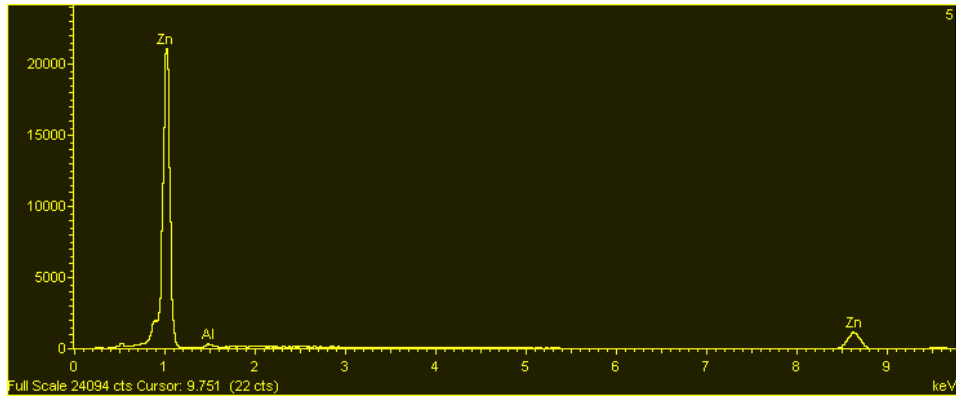
Şekil 5.14’ te numune yüzeyinde 2500 büyütmede alınmış SEI görüntüsü gösterilmektedir. Numune yüzeyinde boşlukların, dentritik yapının ve tek fazın olduğu görülmektedir. Şekil 5.15’ teki analiz sonuçlarına göre 2. ve 3. bölgeler çinkoca zengin β fazı iken, 1. bölge ise alüminyumca zengin α fazı olduğu görülmüştür. Alınan EDX analizi 2. ve 3. bölgelerde çinko miktarının zengin olduğunu ve ötektik fazın oluştuğu gösteriyorken, 1. bölgede ise alüminyumca zengin olduğu ve burada da ötektik fazın oluştuğunu göstermektedir. Tablo 5.5’ te ise Şekil 5.16’ daki spektrum değerleri ve hangi fazların olduğu ifade edilmiştir.



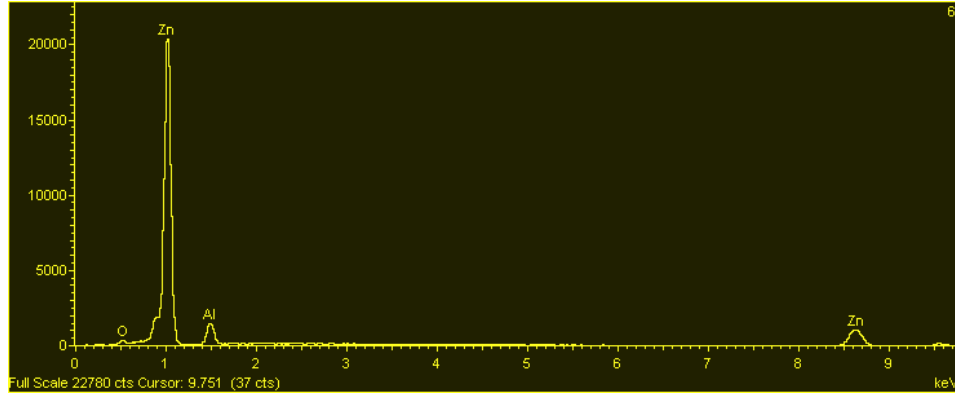
Şekil 5.15. Zn-Al alaşıminın BEI görüntüsü.



(a)



(b)

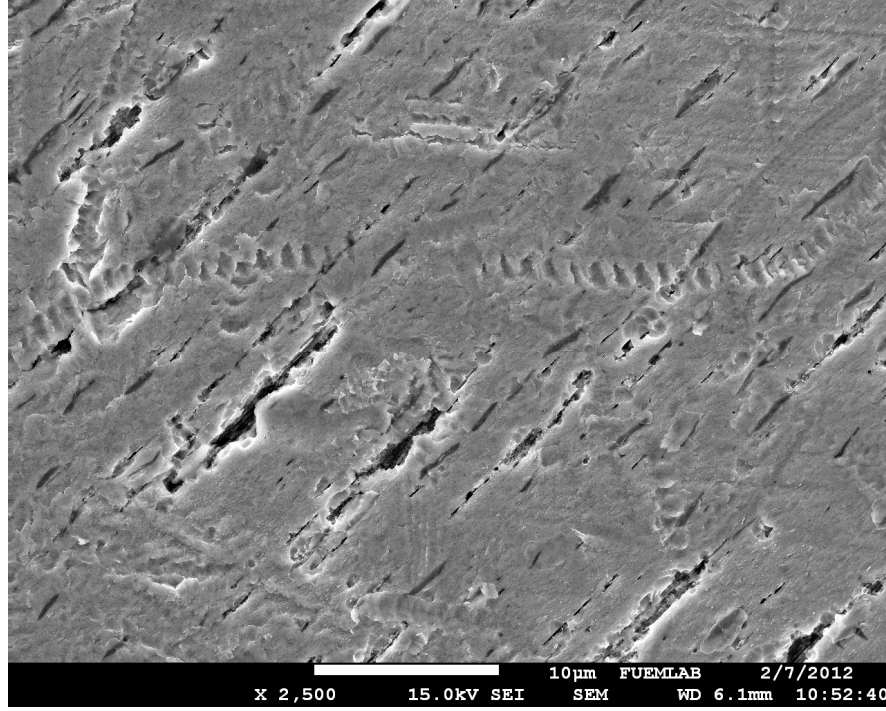


(c)

Şekil 5.16. Şekil 5.15’ te gösterilen Zn-Al alaşıminin (a) 1, (b) 2, (c) 3 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları.

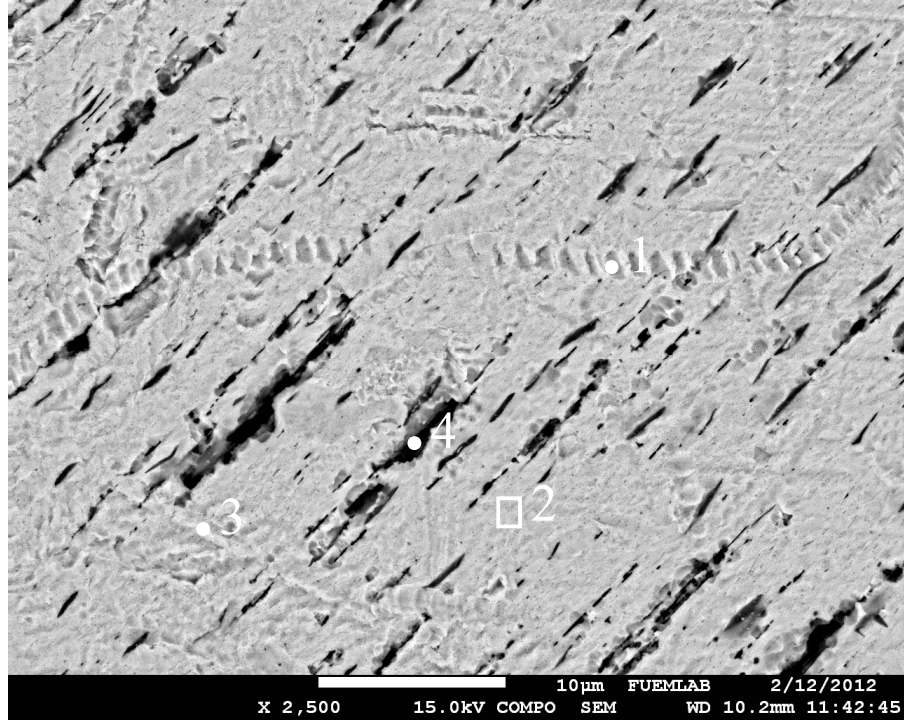
Tablo 5.5. Şekil 5.16’ da gösterilen EDX spektrum sonuçları.

Spektrum 1: Ötektik Faz		
Element	Ağırlıkça %	Atomik %
Zn	81.50	62.81
Al	16.45	30.71
O	2.06	6.48
Toplam	100	100
Spektrum 2: Ötektik Faz		
Zn	98.75	97.03
Al	1.25	2.97
Toplam	100	100
Spektrum 3: Ötektik Faz		
Zn	90.42	77.34
Al	7.61	15.76
O	1.97	6.90
Toplam	100	100

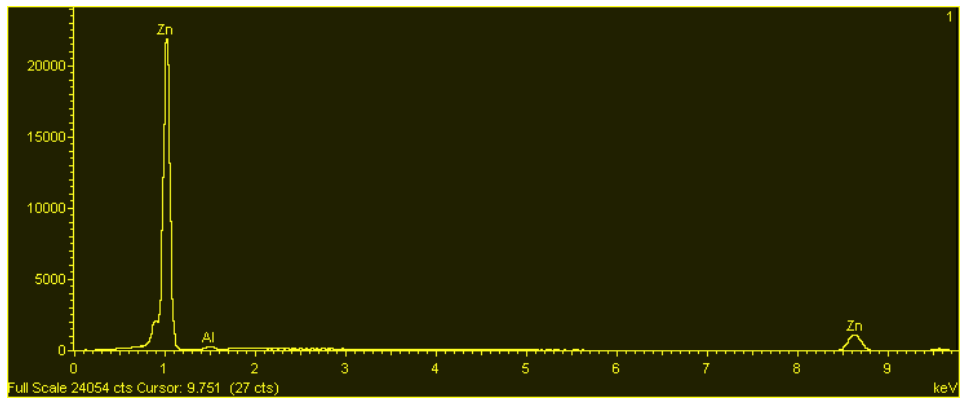


Şekil 5.17. Zn-Al alaşımının SEI görüntüsü

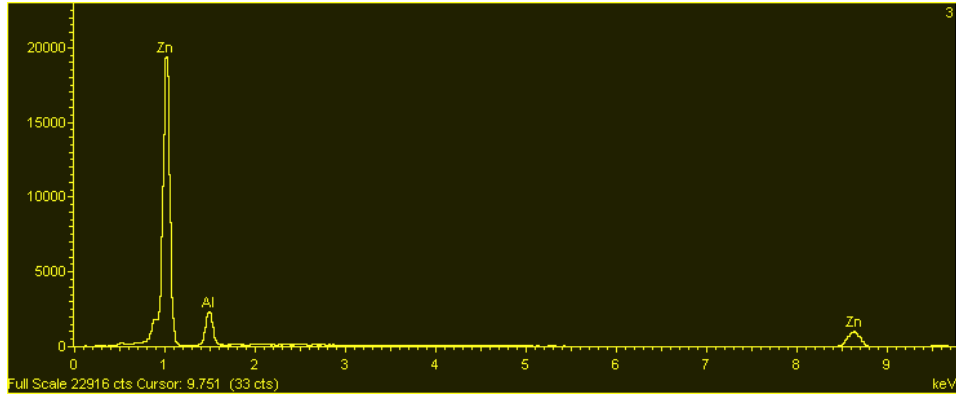
Şekil 5.17’ de numune yüzeyinde 2500 büyütmede alınmış SEI görüntüsü gösterilmektedir. Numunenin yüzeyinde yer yer boşlukların olduğu ve kontrast farklılığı olduğu görülmektedir. Bu kontrast farklılığı numunenin birden fazla fazlardan meydana geldiğini ifade etmektedir. Şekil 5.18’ deki analiz sonuçlarına göre 1, 3 ve 4. bölgeler çinkoca zengin β fazı iken, 2. bölge ise alüminyumca zengin α fazı olduğu görülmüştür. Alınan EDX analizi 1., 3. ve 4. bölgelerde çinko miktarının zengin olduğunu ve ötektik fazın oluştuğunu göstermektedir. Tablo 5.6’ da ise Şekil 5.19’ daki spektrum değerleri ve hangi fazların olduğu ifade edilmiştir.



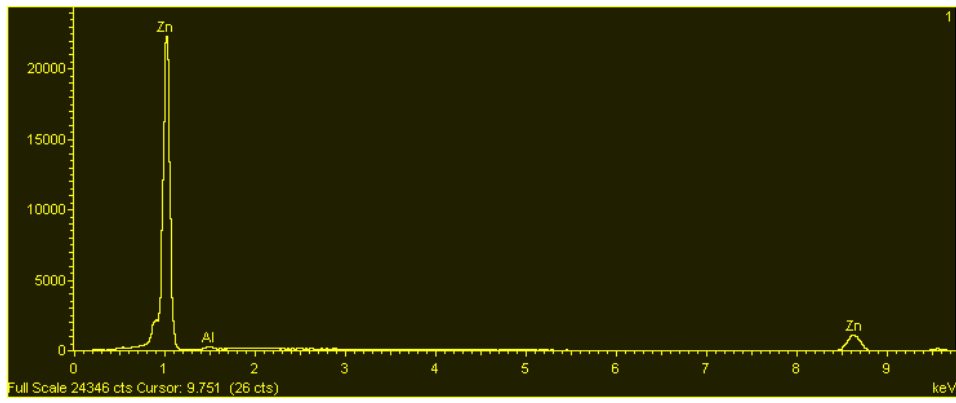
Şekil 5.18. Zn-Al alaşıminin BEI görüntüsü.



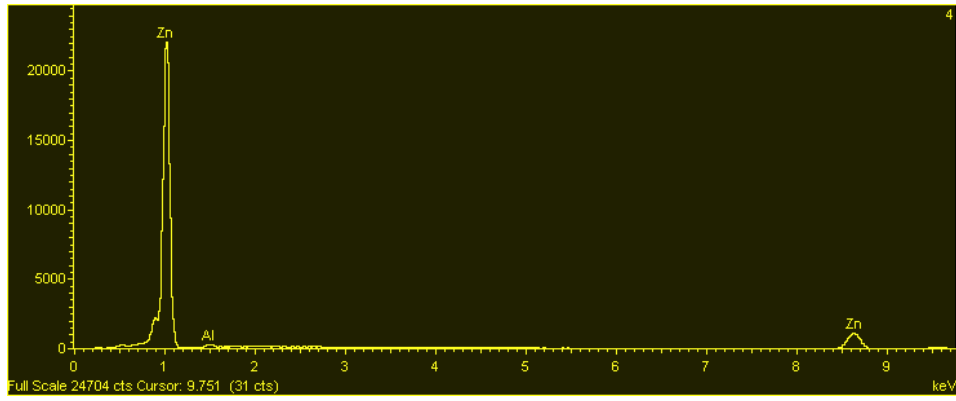
(a)



(b)



(c)

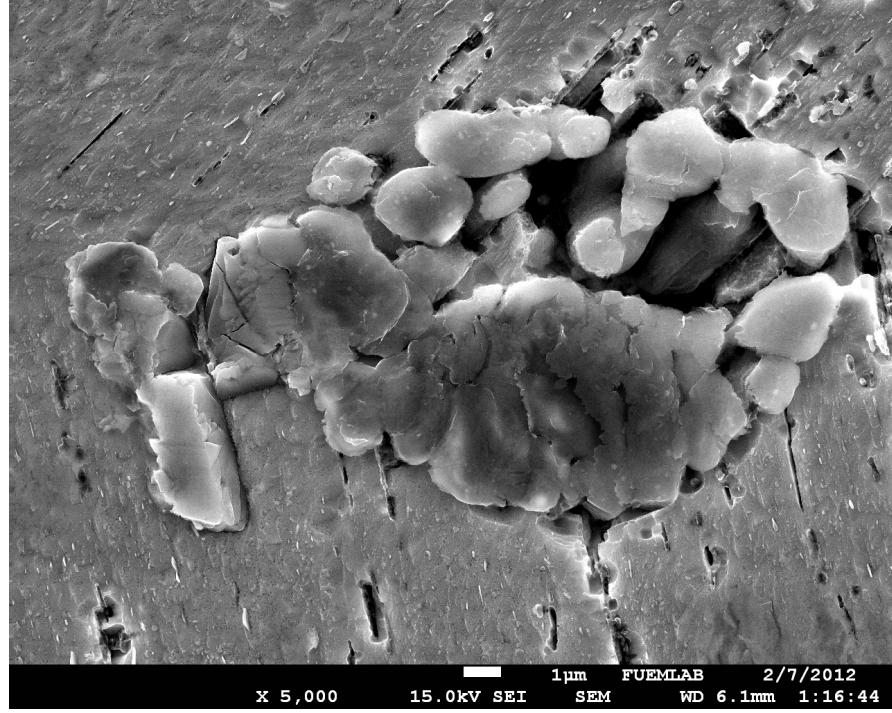


(d)

Şekil 5.19. Şekil 5.18’ de gösterilen Zn-Al alaşımının (a) 1, (b) 2, (c) 3, (d) 4 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları.

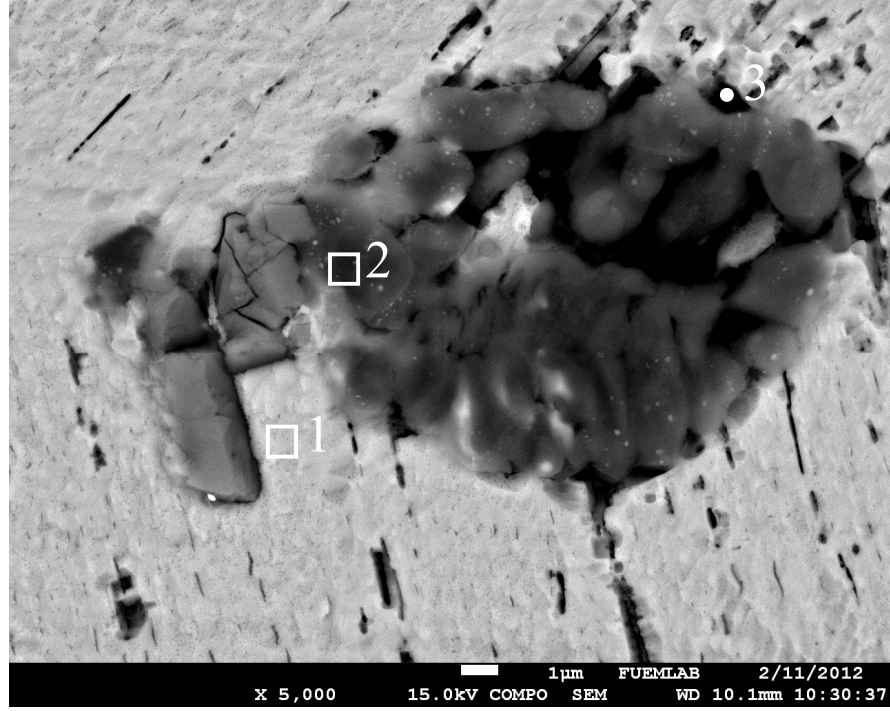
Tablo 5.6. Şekil 5.19’ da gösterilen EDX spektrum sonuçları.

Spektrum 1: Ötektik Faz		
Element	Ağırlıkça %	Atomik %
Zn	99.04	97.70
Al	0.96	2.30
Toplam	100	100
Spektrum 2: Ötektik Faz		
Zn	87.69	74.62
Al	12.31	25.38
Toplam	100	100
Spektrum 3: Ötektik Faz		
Zn	98.76	97.05
Al	1.24	2.95
Toplam	100	100
Spektrum 4: Ötektik Faz		
Element	Ağırlıkça %	Atomik %
Zn	99.01	97.64
Al	0.99	2.36
Toplam	100	100

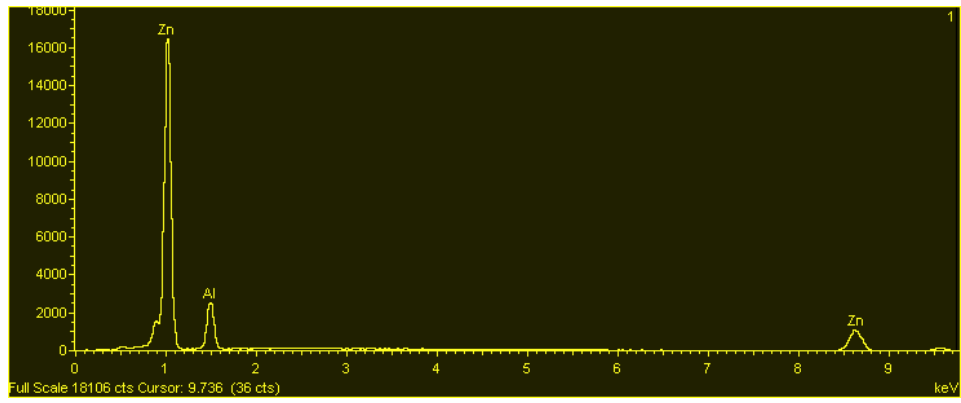


Şekil 5.20. Zn-Al alaşımasının SEI görüntüsü.

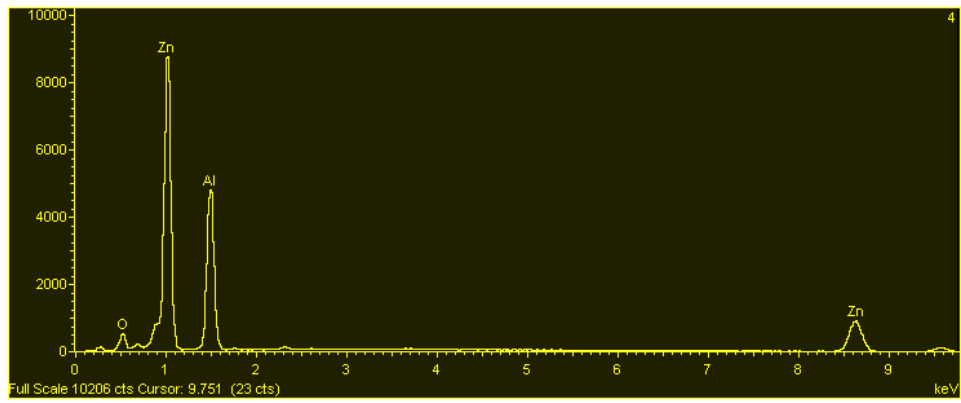
Şekil 5.20’ te numunenin farklı bir bölgesinden 5000 büyütmede alınmış SEI görüntüsü gösterilmektedir. Bu görüntüde de farklı kontrastların olduğu yani numunenin farklı fazlardan oluştuğu görülmektedir. Şekil 5.21’ deki analiz sonuçlarına göre 1 ve 3. bölgeler çinkoca zengin β fazı iken, 2. bölge ise alüminyumca zengin α fazı olduğu görülmüştür. Alınan EDX analizi 1. ve 3. bölgelerde çinko miktarının zengin olduğunu ve ötektik fazın oluştuğu gösteriyorken, 2. bölgede ise alüminyumca zengin olduğu ve ötektoid fazın oluştuğunu göstermektedir. Artan alüminyum miktarı ile ötektik miktarının azaldığı belirlenmiştir. Buna bağlı olarak Zn-Al alaşımasının sertlik, çekme ve aşınma dayanımlarını arttırmakta, fakat sürünme direncini düşürdüğü bilinmektedir. Tablo 5.7’ de ise Şekil 5.22’ deki spektrum değerleri ve hangi fazların olduğu ifade edilmiştir. Tabloda yer alan Oksijen numunenin yüzey tabakasının oksitlenmesinden dolayı oluşmuştur.



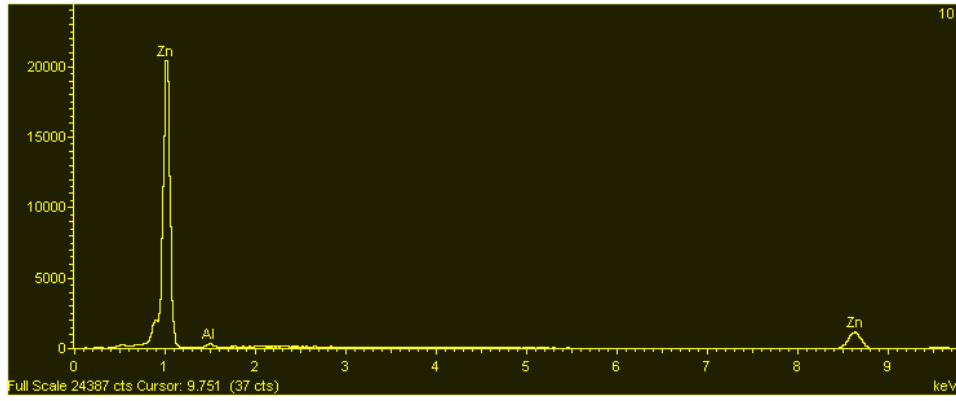
Şekil 5.21. Zn-Al alaşımının BEI görüntüsü.



(a)



(b)



(c)

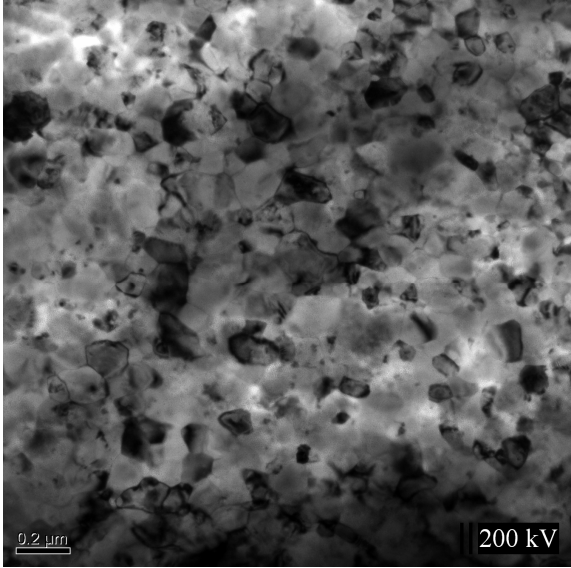
Şekil 5.22. Şekil 5.21’ de gösterilen Zn-Al alaşımının (a) 1, (b) 2, (c) 3 olarak işaretlenen noktalardan alınan EDX spektrumları.

Tablo 5.7. Şekil 5.22’ de gösterilen EDX spektrum sonuçları.

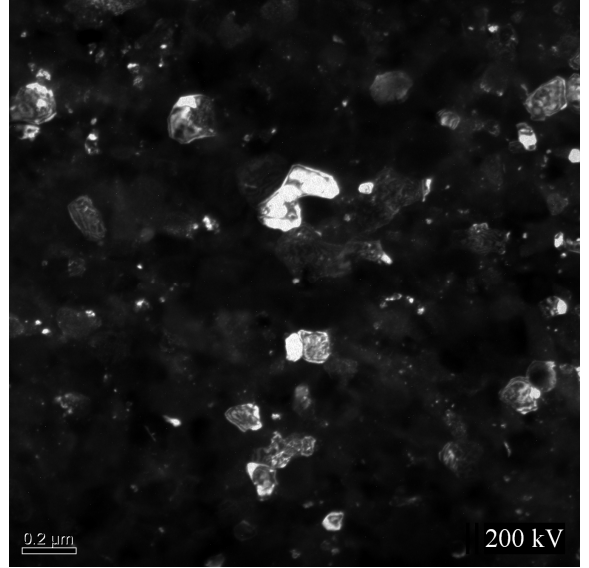
Spektrum 1: Ötektik Faz		
Element	Ağırlıkça %	Atomik %
Zn	84.81	69.75
Al	15.19	30.25
Toplam	100	100
Spektrum 2: Ötektoid Faz		
Zn	61.70	37.27
Al	31.64	46.31
O	6.65	16.42
Toplam	100	100
Spektrum 3: Ötektik Faz		
Zn	98.61	96.69
Al	1.39	3.31
Toplam	100	100

5.2. TEM Gözlemleri

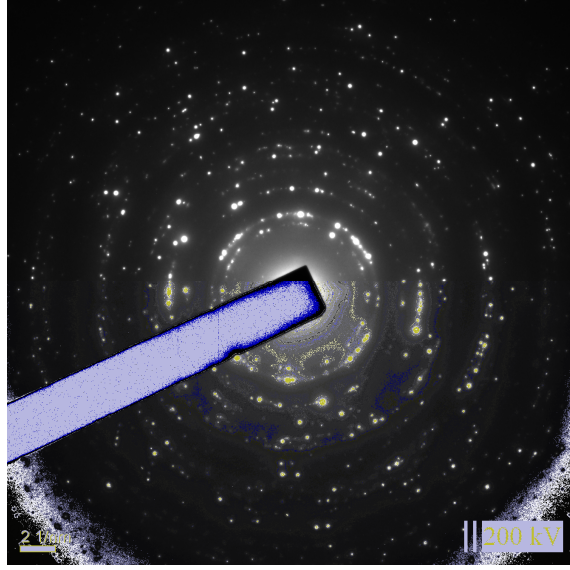
Düzlem-görüntü Zn-Al numunesinin mikroyapısını gösteren TEM resimleri Şekil 5.23' te verilmektedir. Şekil 5.23.a' daki aydınlık-alan TEM görüntüsü, boyutları ortalama ~40 nm ile ~250 nm arasında değişen tanelerden oluşan mikroyapıyı net olarak sergilemektedir. Aynı bölgenin difraksiyona uğramış elektron demetinin seçilmesiyle elde edilen karanlık-alan TEM görüntüsü Şekil 5.23.b' de gösterilmektedir. Difraksiyon halkalarından, taneler arası yönelim ilişkisi olmadığını yani düzensiz tane yapısı, bu görüntüde görülmektedir. Şekil 5.23.c' de, görüntülenen bölgeden alınan SAD desendir. Desen difraksiyon halkalarından oluşmaktadır. Aydınlık-alan, karanlık-alan görüntüleri ve SAD deseni birlikte değerlendirildiğinde, incelenen bölgenin gelişi güzel yönelimli polikristalli tanelerden oluştuğu sonucuna varılmaktadır. Bazı taneler kusur ihtiva etmektedir.



(a)



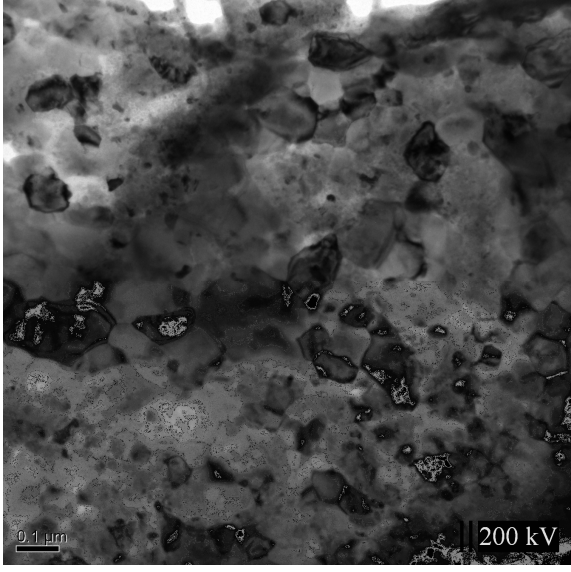
(b)



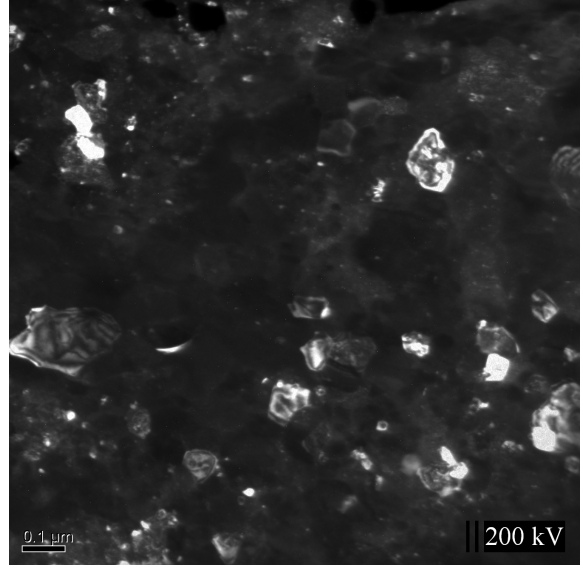
(c)

Şekil 5.23. Kesit-alan Zn-Al numunesinin ince mikroyapısını gösteren (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri, (c) uygun SAD deseni.

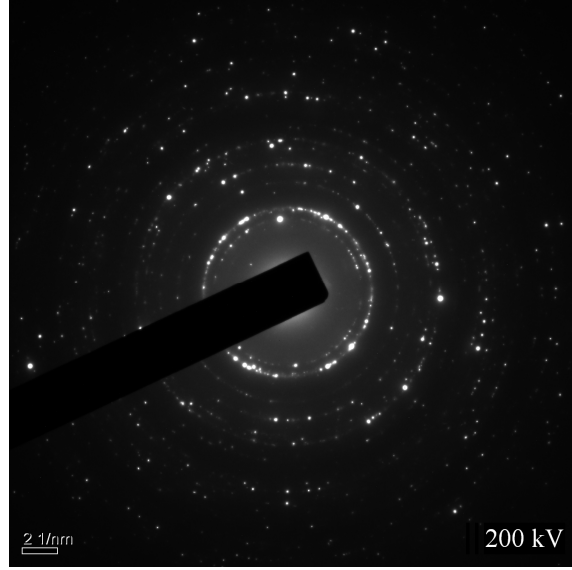
Şekil 5.24.a, b ve c, düzlem-görüntü Zn-Al numunesinin farklı bir bölgesinden alınan sırasıyla aydınlık-alan, karanlık-alan görüntüleri ve uygun SAD desenidir. Mikroyapıyı oluşturan taneler aydınlık-alan görüntüsünden rahatlıkla seçilebilmektedirler. Tane sınırları oldukça belirgindir ve taneler bireysel olarak görülmektedir. Ortalama büyüklükleri ~25 nm ile ~300 nm aralığından değişmektedir. Aynı bölgenin karanlık-alan TEM görüntüsünde nano boyutlu taneler daha belirgindirler ve bazı taneler kusur yapıları ihtiva etmektedir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 5.24. Kesit-alan Zn-Al numunesinin (a) aydınlık-alan, (b) karanlık-alan TEM görüntüleri, (c) uygun SAD deseni.

6. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada basınçlı döküm yöntem ile üretilen çinko-alüminyum alaşımlarının mikroyapısı incelenmiştir. İlk olarak orijinal alaşımların mikroyapı karakteristikleri SEM ile incelenmiş ve oluşan fazlar içerisindeki elementlerin ağırlıklı yüzdeleri EDX tekniği ile belirlenmiştir. Yapılan yüzey gözlemleri sonucu Al-Zn alaşımlarının çinkoca zengin ötektik kompozisyona sahip olduğu belirlendi. Yapılan gözlemler Al ve Zn elementlerinin farklı konsantrasyonlara sahip olduğu belirlendi. Alüminyum tabanlı alaşımlar üzerinde yapılan bazı çalışmalar, bu alaşımlarda meydana gelen yapıların, ötektik ve dendritik katılaşmalar sonucunda ortaya çıkan yapılar olduğu gözlenmiş olup bizimde elde ettiğimiz sonuçlar ile uyum içerisinde. Al-Zn alaşımları en yüksek dayanıma sahip alüminyum alaşımlarıdır. Bunun sebebi ise bu alaşım türünün çok yüksek dislokasyon yoğunluğuna sahip olmasıdır. Bu durum ise, Al-Zn alaşım eriyiklerinin α fazından çok hızlı bir şekilde soğutulmalarıdır. Al-Zn alaşımlarından elde edilen örneklerin, SEM incelemelerinde, iki farklı renkte faz bölgesinin olduğu gözlenmiştir. Bu bölgelerde oluşan farklı fazların hangi elemente ait olduğunu anlamak için EDX tekniği kullanıldı. EDX sonuçlarına göre, kütlece alüminyum oranının fazla olduğu bölgenin α -Al faz, kütlece çinko oranının fazla olduğu bölgenin ise β -Zn faz olduğu sonucuna varılmıştır. Alınan EDX sonuçlarına göre alaşımın sadece Zn ve Al' ca zengin fazlardan meydana geldiği, bunun dışında herhangi bir metallerarası bileşik oluşmadığı belirlenmiştir.

%78 değerinden daha düşük oranda çinko içeren alaşımlar ötektik altı, bu değerden daha yüksek oranda çinko içeren alaşımlar ise ötektik üstü alaşımlar olarak kabul edilebilir [64]. Ötektik altı alaşımların katılaşması sırasında ilk önce alüminyumca zengin α fazı oluşur ve sıcaklık düştükçe alüminyum oranı azalır, çinko oranı ise artar. Bu durum sıvı metalin kimyasal bileşiminin ötektik noktanın kimyasal bileşimine erişmesine kadar devam eder. Ötektik bileşime erişildiğinde ötektik dönüşüm meydana gelir ve α fazı ile ince çinko parçacıklarını içeren bir yapı oluşur. Geriye kalan sıvı metal içerisinde çinkoca zengin fazların katılaşması sonucunda da η fazı oluşur [65, 66]. Ötektik üstü alaşımlarda ise ilk önce çinko katılaşır ve katılaşma devam ettikçe geriye kalan sıvı metal içerisindeki çinko oranı azalırken, alüminyum oranı artar [64]. Bu durum sıvı metalin kimyasal bileşiminin ötektik noktanın bileşimine erişmesine kadar devam eder. Sıvı metalin kimyasal bileşimi ötektik noktanın kimyasal bileşimine eriştiğinde ötektik dönüşüm meydana gelir. Bunun

sonucunda α fazı ve çinko parçacıklarından oluşan bir içyapı meydana gelir. Çinkoca zengin sıvının katılaşması ile de katılaşma tamamlanmış olur [65, 66].

TEM analizlerinde ise, Zn-Al numunesinin aydınlık-alan, karanlık-alan görüntüleri ve uygun SAD deseni incelenmiş olup, aydınlık-alan, karanlık-alan görüntüleri ve SAD deseni birlikte değerlendirildiğinde, incelenen bölgenin gelişi güzel yönelimli polikristalli tanelerden oluştuğu, taneler arası yönelim ilişkisi olmadığı ve tane boyutlarının ortalama ~25 nm ile ~300 nm arasında değiştiği sonucuna varılmıştır. Bazı taneler kusur ihtiva etmektedir.

KAYNAK

- 1- **ÇUVALCI, H.** , Çinko Alüminyum Esaslı Alaşımların ve Bu Alaşımlardan İmal Edilen Kaymalı Yatakların Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, KTÜ, Trabzon, 1996.
- 2- **BARNHURST, R.J., Gervais, E., Boyles, F.D.**, Gravity Casting of Zinc-Aluminium Alloys-Solidification Behaviour of ZA-8, ZA-12 and ZA-27, AFS Transactions, 81 1983.
- 3- **GERVAİS E., Levert, H., and Bess, M.**, 1980: The Development of Zinc – Based Foundry Alloys, AFS Transaction, Vol. 88, pp. 183-195.
- 4- **HOUGHTON, M. E., and Murray, M. T.**, 1984: An Introduction to Zinc Alloys, Metals Forum, Vol. 6, no. 4, pp. 211-225.
- 5- **SAVAŞKAN, T.**, The Structure and Properties of Zinc-Aluminium Based Bearing Alloys, Ph.d. Thesis, The University of Aston, Birmingham 1980.
- 6- **SAVAŞKAN, T., Murphy, S.**, Mechanical Properties and Lubricated Wear of Zn-25-Al Based Alloys, Wear, 116 1987.
- 7- **GERVAİS, E., Loong, C,A.**, New ZA Alloys in Die Casting, 11th International Pressure Die Casting Conference, June 1984, Lyon.
- 8- **BARNHURST, R.J.**, Zinc and Zinc Alloys, Proc. Conference on Materials Engineering, University of Leeds, July 1984.
- 9- **AYAYDIN, İ.**, “Çinko Alüminyum (ZA) Alaşımlarının Aşınması Ve Yatak Malzemesi Olarak Kullanımının Araştırılması”, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalürji Mühendisliği Bölümü Yüksek Lisans Tezi, Haziran 1996.
- 10- **ÇAY, F.**, “Kokil ve Basınçlı Döküm Yöntemleriyle Üretilen Çinko Alüminyum Alaşımların Özelliklerinin Araştırılması”, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalürji Ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Yüksek Lisans Tezi, Ocak 2003.

- 11- **ÇAĞLAR, B.**, “Sıkıştırma Döküm Yöntemi ile Üretilen Ti-B İlaveli ZA-12Alaşımasının Özelliklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, 2003.
- 12- **KURNAZ, S.C.**, “Production of saffil fibre reinforced Zn-Al (ZA 12) based metal matrix composites using infiltration technique and study of their properties”, Materials Science and Engineering A 346, pp. 108–115, 2003.
- 13- **BELKIS, H.**, “Alaşıım elementlerinin çinko alüminyum esaslı ZA 8 alaşıımının sertlik ve darbe direncine etkisi”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 1996.
- 14- **KURNAZ, C.**, “Alümina Fiber Takviyeli Zn-%27 Al M.M.K.’ların Basınçlı Döküm Yöntemi ile Üretilmesi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi”, Doktora Tezi5 İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Ocak 1999.
- 15- **PÜRÇEK, G.**, “ Çinko-Alüminyum Esaslı Alaşımlardan Üretilen Kaymalı Yatakların Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, 1994.
- 16- **ÇUVALCI, H.**, “Çinko-Alüminyum Esaslı Ticari ZA-27 Kaymalı Yatağının Sürtünme Davranışının İncelenmesi”, Turk J Engin Environ Sci 25, pp. 199–204, TÜBİTAK, 2001.
- 17- **ZHU, Y.H.**, “Microstructure dependence of the creep behavior of a Zn-Al based alloy”, Journal of Materials Processing Technology 73, pp. 18-24, 1998.
- 18- **R.J. Barnhurst and J.C. Farge**, A Study of the Bearing Characteristics of Zinc-Aluminum (ZA) Alloys, Canadian Metallurgical Quarterly, Vol 27, 3, 225-23, Great Britain.
- 19- <http://www.keytometals.com/Article46.htm> Zinc-Aluminum Foundry Alloys, 24.11.2009.
- 20- **DEMİRCİ, C.**, “Basınçlı döküm yöntemiyle üretilen çinko-alüminyum alaşımlarının aşınma davranışlarına alaşıım elementlerinin etkisi”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 2000.

- 21- **SAVAŞKAN, T. ve Murphy S.**, Decomposition of Zn-Al Alloys on Quench-Aging, Material Science and Technology, 35, 6 1990.
- 22- **MURPHY, S.**, Solid-Phase Reactions in the Low-Copper Part of the Al-Cu-Zn System, Zeitschrift Metalkunde, 71 1980.
- 23- **ZHU, Y., Murphy, S.**, A General Rule of Decomposition Reaction in Supersaturated Zn-Al Based Alloys, Chin. J. Met. Sci. Technol., 2 1986.
- 24- **ZHU, Y.H., Torres, G. V., Pina, C.**, Complex Microstructural Changes in As-Cast Eutectoid Zn-Al Alloy, Journal of Material Science, 29 1994.
- 25- **GOODWIN, E., Ponikvar, A. L.**, Engineering Properties of Zinc Alloys, Third Edition, International Lead Zinc Research Org. Inc., 1989.
- 26- **A. A. Presnyakov, Y. A. Gotban, V. V. Cherrpyakova**, Russ. J. Phys. Chem 35 1961.
- 27- **AYDIN, M.**, “Çinko-alüminyum esaslı alaşımların yorulma özelliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, 1995.
- 28- **MARDER, A.R.**, “The metallurgy of zinc-coated steel”, Progress in Materials Science 45, pp. 191-271, 2000.
- 29- **TÜRK, A., KURNAZ, C., ŞEVİK, H.**, “Comparison of the wear properties of modified ZA-8 alloys and conventional bearing bronze”, Materials and Design, pp. 1–9, 2006.
- 30- ASTM Handbook, Vol 2, ASM International, The Materials Society, pp. 527, 540 1992.
- 31- **ZHU, Y., Yan B. ve Huan, W.**, Bearing Wear Resistance of Monotectoid Zn-Al Based Alloy (ZA-35), Materials Science and Technology, 11, 1995.
- 32- **SAVAŞKAN, T., ve Pürçek, G.**, Çinko-Alüminyum Esaslı alaşımların ve Bu Alaşımlardan Üretilen Kaymalı Yatakların Aşınma Özellikleri, Türk Mühendis ve Çevre Bilimleri Dergisi 24, 2000.

- 33- **SAVAŞKAN, T., Torul, O, ve Çuvalcı H.**, Çinko-Alüminyum Alaşımlarının İç Yapı ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, 5. Ulusal Metalurji Kongresi, Bildiriler Kitabı, cilt II, Ankara 1988.
- 34- **Lyon, R.**, New Zinc Alloys with Wide Engineering Applications, The Institute of British Foundryman, 83rd Annual Conference Buxton, 1986.
- 35- **PRASAD, B.K.**, Effects of Heat Treatment on The Partially Lubricated Sliding Wear Behaviour of a Zinc Based Alloy, Mater, Trans., 7 1999.
- 36- **LEE, P. P., Savaşkan, T. ve Laufer, E.**, Wear Resistance and Microstructure of Zn- Al-Si and Zn-Al-Cu Alloys, Wear, 117, 1987.
- 37- **TORABIAN, H., Pathak, J.P. ve Tiwari, S.N.**, Wear Characteristics of Al-Si Alloys, Wear, 172, 1994.
- 38- **PRASAD, B. K.**, Effects of Partially Substituting Copper by Silicon on the Physical, Mechanical and Wear Properties of a Zn-37%Al Based Alloy, Mater, Charact, 44, 2000.
- 39- **LYON, R.**, New Zinc Alloys with Wide Engineering Applications, Proc. Conference on Materials Engineering, University of Leeds, July 1984.
- 40- **KUBEL, E. J.**, Expanding Horizons for ZA Alloys, Metal Progress, 7 1987.
- 41- **PRASAD, B. K.**, Microstructure, Mechanical Properties and Sliding Wear Characteristics of Zn-Based Alloy: Effects of Partially Substituting Cu by Si, Zeitschrift Metallkunde, 88, 1997.
- 42- **BARNHURST, R. J.**, Evaluation of the Riser Requirements for the ZA-27 Zinc- Base Alloy, Canadian Metallurgical Quarterly, 23 1988.
- 43- **PRASAD, B. K.**, Tensile Properties of Some zinc-Based alloys Comprising 27.5%Al: Effects of Alloy Microstructure, Composition and Test Conditions, Materials Science and Engineering, A245, 1998.
- 44- **GENG, H. ve Ma, J.**, “Friction and Wear of Al-Zn-Pb Bearings Alloy”, Wear, 169, 1993.

- 45- **ZHU, Y. H.**, Phase Equilibria in Zn-Al-Cu-Si Alloys, Chinese Journal of Metal Science and Technology, 5 1989.
- 46- **PÜRÇEK, G., Küçükömeroğlu, T. ve Savaşkan, T.**, Çinko-Alüminyum Esaslı Alaşımlardan İmal Edilen Yatakların Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi, Mühendis ve Makine, 37, 1996.
- 47- **AYDINER, A.**, Silisyum Katkısının Monotektoid Esaslı Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Tribolojik Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ, Fen Bilimler Enstitüsü, Trabzon, 2002.
- 48- **HEKİMOĞLU, A. P.**, Bakır Katkısı ve Isıl İşlemin Çinko-Alüminyum Alaşımlarının Sürtünme ve Aşınma Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimler Enstitüsü, Trabzon, 2002.
- 49- **BARNHURST, R. J. ve Farge, J. C.**, “A Study of the Bearing Characteristics of Zinc-Aluminum(ZA) Alloys”, Canadian Metallurgical Quarterly, 27, 3, 1988.
- 50- **AYDIN S.**, 1998, Si ve GaAs Alt Yapılı Yarıiletken Materyallerin Mikro Yapılarının ve Bazı Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- 51- **SAVAŞKAN T.**, 1986, Elektron Mikroskoplarının Endüstriyel Problemlere Uygulanması, KTÜ Basımevi, Trabzon.
- 52- **BOZZOLA J. J. and Russel L. D.**, 1992, Electron Microscopy, Jones and Bartlett Publishers, Inc.
- 53- **RUTH E. W.**, 1992, ASM Handbook, Printed in the USA.
- 54- **GOODHEW P. J., Humphreys F. J. and Beanland R.**, 2001, Electron Microscopy and Analysis, Third Edition, Taylor & Francis, London and New York.
- 55- **TEKİN A.**, 1981, Malzeme Yapı ve Muayenelerinde Elektron Mikroskoplarının Uygulanması, İTÜ Matbaası, Gümüşsuyu.
- 56- **WILLİAMS B. D. and Carter C. B.**, 1996, Transmission Electron Microscopy ‘Diffraction II’ Plenum Press, New York.

- 57- **GOODHEW P. J. and Humphreys F. J.**, 1988, Electron Microscopy and Analysis, 2nd Edition, Typeset by Alden Press, London.
- 58- **LORETTO M. H.**, 1984, Electron Beam Analysis of Materials, Chapman and Hall, London.
- 59- **YILDIZ K.**, 2005, Al-Ti Alařımının Mikroyapısının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, F.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- 60- **YORUCU H., Özkan O. T., Özen S., Mısırlı Z. ve Onurlu S.**, 1986, Malzeme Biliminde Tarama Elektron Mikroskobu Uygulamasına Giriş, TÜGAM Mtb., Gebze.
- 61- **KEŞLİOĞLU K.**, 2002, Katı-Sıvı Ara Yüzey Enerjisinin Ölçümü, Doktora Tezi, E.Ü. Fen Bilimler Enstitüsü, Kayseri.
- 62- **BRICE J. C.**, 1986, Crystal Growth Process, John Wiley and Sons, New York.
- 63- **OCAK Y.**, 2010, Doktora Tezi, E.Ü. Fen Bilimler Enstitüsü, Kayseri.
- 64- **ELANİ M. D.C., Cesar E. D.C., Felipe D. V., Cristiane R.**, Study of the influence of copper and magnesium additions on the microstructure formation of Zn-Al hypoeutectic alloys 2009.
- 65- **ALİCİA E.A., Liliana M.G.**, Corrosion susceptibility of Zn-Al alloys with different grains and dendritic microstructures in NaCl solutions 2012.
- 66- **ARES A.E., Gassa L.M., Schvezov C.E., Rosenberger M.R.**, Corrosion and wear resistance of hypoeutectic Zn-Al alloys as a function of structural features 2012.

ÖZGEÇMİŞ

Hüseyin MEN

e-posta: hseyin.men@hotmail.com

Kişisel Bilgiler:

Doğum Tarihi : 15.11.1985
Doğum Yeri : Siirt
Uyruğu : T.C.
Medeni Hali : Bekar

Eğitim:

İlköğretim:

1991-1999 Kazım Karabekir İlköğretim Okulu (Siirt)

Lise:

2000-2004 Siirt Atatürk Anadolu Lisesi

Lisans:

2005-2009 Fırat Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Elazığ

Yüksek Lisans:

2010- Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ

Tez: Çinko-Alüminyum Alaşımının Mikroyapısının İncelenmesi

Danışman: Prof. Dr. Yusuf ATICI