

BAZI KARBÜRLÜ METAL-MATRİKS SERAMİKLERİN
TANECİK BOYUTLARININ SİNERLEME SICAKLIĞIYLA
DEĞİŞİMİNİN ULTRASES İLE İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Vildan ÖZKAN

DANIŞMAN

Yrd. Doç. Dr. İsmail Hakkı SARPÜN

FİZİK ANABİLİM DALI

OCAK 2008

“Bu tez çalışması “06.FENED.11” numaralı proje ile A.K.Ü Bilimsel Araştırma Proje Kurulu tarafından desteklenmiştir.”

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

BAZI KARBÜRLÜ METAL-MATRİKS
SERAMİKLERİN TANECİK BOYUTLARININ
SİNERLEME SICAKLIĞIYLA
DEĞİŞİMİNİN ULTRASES İLE İNCELENMESİ

Vildan ÖZKAN

Danışman
Yrd. Doç. Dr. İsmail Hakkı SARPÜN

FİZİK ANABİLİM DALI

OCAK 2008

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Bazı Karbürlü Metal-Matriks Seramiklerin Tanecik Boyutlarının Sinterlenme Sıcaklığıyla Değişiminin Ultrases ile İncelenmesi

Vildan ÖZKAN

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. İsmail Hakkı Sarpün

Bu çalışmada bazı karbür tabanlı metal-seramik kompozitlerinin sinterleme sıcaklığıyla ultrases yöntemi kullanılarak ortalama tanecik boyutları ile ultrases hızı ve yutulma (attenuation) değerleri arasındaki ilişkinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

Kaplamalı-Kaplamasız karşılaştırılması numuneleri ve Karbürlü bileşiklerin karşılaştırılması numuneleri olmak üzere iki kısımda incelenmiştir. İlk kısımda kaplamalı tungsten karbür-nikel (WC-Ni) tozları elektrik akımsız (elektroless) nikel kaplama yöntemiyle, kaplamasız tungsten karbür-nikel (WC-Ni) tozları ise toz karışımı yöntemi ile 1000°C'den 1300°C'ye kadar farklı sıcaklıklarda sinterlenmiştir. İkinci kısımda da tungsten karbür-demir-nikel (WC-Fe-Ni), silisyum karbür-demir-nikel (SiC-Fe-Ni) ve bor karbür-alüminyum-nikel (B₄C-Al-Ni) tozları elektrik akımsız (elektroless) nikel kaplama yöntemi ile değişik sıcaklıklarda sinterlenerek hazırlanmıştır. Ultrases hızı ve yutulma değerleri 2 MHz ve 4 MHz'lik proplar kullanılarak ölçülmüş ve tanecik boyutları ile aralarındaki ilişki incelenmiştir.

Sonuç olarak, SEM görüntüleri ve EDX analizlerine bakıldığında ortalama tanecik boyutlarının sinterleme sıcaklığına bağlı olarak arttığı buna bağlı olarak 1300°C'de faz dönüşümünün olduğu ve kaplamanın gerçekleştiği görülmüştür. Çizilen grafiklerde hem ortalama tanecik boyutuyla hem de sinterleme sıcaklığıyla ilişkili olarak ultrases hızlarının arttığı, yutulma değerlerinin azaldığı net bir şekilde görülmektedir.

2008, 76 sayfa

Anahtar kelimeler: Ultrases Hızı, Yutulma, Tanecik Boyutu, Elektrik Akımsız Nikel Kaplama, Metal-Seramik Kompozit Malzemeler

ABSTRACT

Post-Graduate Thesis

Examining The Transformation of Grain Sizes of Some Metal-Matrix Ceramics With
Carbide by Using Ultrasound

Vildan ÖZKAN

Afyon Kocatepe University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Physics Department

Supervisor: Asst. Prof. Dr. İsmail Hakkı Sarpün

This study is designed to determine the relationship between the mean grain size of some carbide based metal-ceramic composites and the ultrasonic method at sintered temperature.

The content comprises of two parts; samples of the comparison between coated and non-coated and the samples of the comparison between carbide compounds. In the first part, coated tungsten carbide-nickel (WC-Ni) powder was sintered using electroless nickel coating method and non-coated tungsten carbide-nickel (WC-Ni) powder was sintered using powder mixing method at temperatures between 1000°C and 1300°C. In the second part tungsten carbide-iron-nickel (WC-Fe-Ni), silicon carbide-iron-nickel (SiC-Fe-Ni) and boron carbide- aluminium-nickel (B₄C-Al-Ni) powders were prepared by sintering at various temperatures with electroless nickel coating method. Ultrasonic velocity and attenuation values were measured by using probes of 2 MHz and 4 MHz and their relationship with the grain sizes were examined.

As a consequence, it was observed that mean grain sizes increase depending on the sintered temperature and phase transformation takes place at 1300°C and coating was fulfilled when we look at seen in the graphic that ultrasonic velocity increases while attenuation values decrease in accordance with both the mean grain size and the sintered temperature.

2008, 76 pages

Keywords: Ultrasonic Velocity, Attenuation, Mean Grain Size, Electroless Ni Plating,
Metal-Ceramic Composite Materials

TEŐEKKÜR

Bu alıőmanın her aőamasında bana bilgi ve tecrübeleriyle yardımcı olan, beni destekleyen ve yönlendiren yüksek lisans tez danışmanım Yrd. Do. Dr. İsmail Hakkı SARPÜN'e, metal-matriks seramik numunelerinin hazırlanmasında ve alıőmalarım sırasında yardımlarını esirgemeyen Yrd. Do. Dr. Ayhan Erol'a, Teknisyen Birol Erol'a ve Öğr. Grv. Ahmet Yönetken'e, hayatım boyunca bana her zaman her konuda destek olan ve yüksek lisans tez alıőmam boyunca yanımda olup, bana moral veren aileme, özellikle annem Hatice ÖZKAN'a ve babam Ömer ÖZKAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Vildan ÖZKAN

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
2. ULTRASES	3
2.1 ULTRASESİN TANIMI VE TARİHİ GELİŞİMİ	3
2.2 ULTRASES DALGA ÖZELLİKLERİ	5
2.2.1 Dalga Çeşitleri	6
2.2.1.1 Boyuna Dalga	6
2.2.1.2 Enine Dalga	7
2.2.1.3 Yüzey Dalgaları	7
2.2.2 Ultrases Dalgasının Soğurulması	8
2.2.3 Dalga Saçılması	9
2.2.3.1 Rayleigh Saçılma Bölgesi	10
2.2.3.2 Raslantı (Stochastic) Bölgesi	11
2.2.3.3 Difüzyon Saçılma Bölgesi	12
2.2.4 Yutulma (Attenuation)	13
2.3 ULTRASES ÖLÇÜM YÖNTEMLERİ	15
2.3.1 Puls-Eko Metodu (Pulse-Echo Metodu)	16
2.3.2 Immersion (Daldırma) Metodu	18
2.4 ULTRASONİK TEST	19
3. KOMPOZİT MALZEMELER	21
3.1 Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması	22
3.2 Metal Matriks Kompozitler	23
3.3 Numune Hazırlama Yöntemleri	24
3.4 Elektrik Akımsız (Electroless) Kaplama	25

4. MATERYAL ve METOT	29
4.1 Numuneler	29
4.2 Ultrases Ölçüm Sistemi	37
5. SONUÇLAR	40
5.1 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDX Analizleri	40
5.2 Karbürlü Bileşiklerin Karşılaştırılması İçin Yapılan Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDX Analizleri	47
5.3 Hız Ölçümleri	54
5.4 Yutulma Ölçümleri	55
5.5 Grafikler	57
6. YORUM	69
7. KAYNAKLAR	71
ÖZGEÇMİŞ	76

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

1. Simgeler

λ	Ultrases dalgasının dalga boyu
v	Ultrases dalgasının hızı
f	Frekans
A	Ultrases dalgasının genliği
α	Yutulma (attenuation) değeri
x	Yer değiştirme faktörü
\bar{D}	Ortalama tanecik boyutu
α_s	Saçılma katsayısı
α_A	Absorpsiyon katsayısı
$\alpha(f)$	Yutulma katsayısı
μ	Lamé sabiti
T_s	Sinterlenme sıcaklığı
d	Kalınlık
Al	Alüminyum elementi
Mg	Magnezyum elementi
Ti	Titanyum elementi
WC	Tungsten karbür bileşiği
Ni	Nikel elementi
SiC	Silisyum karbür bileşiği
Fe	Demir elementi
B_4C	Bor karbür bileşiği

2. Kısaltmalar

SEM	Scanning Electron Microscope
EDX	Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi
NDT	Non-Destructive Testing
NDE	Non-Destructive Evaluation
MMK	Metal Matriks Kompozit
TÜBİTAK	Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu
HV	Vickers Sertlik
TEM	Transmission Electron Microscope
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
EN	Electroless Nikel

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. Ortam boyunca (a) boyuna dalga, (b) enine dalga ve (c) yüzey dalgasının yayılma doğrultusu (Filipczynski et al. 1966).	8
Şekil 2. (\bar{D}/λ) Normalize edilen tanecik çapının fonksiyonu olarak ultrasesin toplam saçılma davranışları (Wang et al. 1989).	13
Şekil 3. Tanecik saçılmasından dolayı bir dalganın yutulması (Lester 1998).	15
Şekil 4. Puls –Eko Yöntemi (1989)	17
Şekil 5. Immersion deney sistemi (Sarpün 2004)	18
Şekil 6. Elektrik akımsız nikel kaplama yöntemiyle hazırlanmış WC-Ni kompozit numunesi ve homojen bir şekilde karıştırılarak hazırlanmış WC-Ni kompozit numunesinin görüntüsü.	31
Şekil 7. Elektrik akımsız nikel kaplama yöntemiyle hazırlanmış a) SiC-Fe-Ni kompozit numunesi b) B ₄ C-Al-Ni kompozit numunesi c) WC-Fe-Ni kompozit numunesi görüntüsü.	33
Şekil 8. Deney akış şeması	34
Şekil 9. Hidrolik pres makinesi	35
Şekil 10. Çalışmada kullanılan silindirik biçimli çelik kalıp	36
Şekil 11. Argon gazı atmosferinde sinterleme işlemi için kullanılan tüp fırın	37
Şekil 12. Sonatest Sitiescan 150 model ultrases dalgası akış dedektörü.	38
Şekil 13. Numuneden alınan yansıma piklerinin görüntüsü.	39
Şekil 14. Sonatest Sitiescan 150 akış dedektörü cihazının kullanım şeması	39
Şekil 15. 1000 °C’de sinterlenen (a) kaplamalı WC-Ni tozlarının (b) kaplamasız WC-Ni tozlarının SEM görüntüsü.	40
Şekil 16. 1100°C’de sinterlenen (c) kaplamalı WC-Ni tozlarının (d) kaplamasız WC-Ni tozlarının SEM görüntüsü.	40
Şekil 17. 1200 °C’de sinterlenen (e) kaplamalı WC-Ni tozlarının (f) kaplamasız WC-Ni tozlarının SEM görüntüsü.	41
Şekil 18. 1300 °C’de sinterlenen (g) kaplamalı WC-Ni tozlarının (h) kaplamasız WC-Ni tozlarının SEM görüntüsü.	41
Şekil 19. W-C faz diyagramı.	44
Şekil 20. 1300°C ‘deki W-C-Ni faz diyagramı.	44
Şekil 21. 1000 °C’de sinterlenen kaplamalı WC-Ni EDX analizi.	45
Şekil 22. 1000 °C’de sinterlenen kaplamasız WC-Ni EDX analizi.	45

Şekil 23. (a) 500°C’de, (b) 600°C’de sinterlenen B ₄ C-Al-Ni tozlarının SEM görüntüleri.	47
Şekil 24. (c) 700°C’de, (d) 800°C’de sinterlenen B ₄ C-Al-Ni tozlarının SEM görüntüleri.	47
Şekil 25. (e) 900°C’de, (f) 1000°C’de sinterlenen B ₄ C-Al-Ni tozlarının SEM görüntüleri.	48
Şekil 26. (g) 1100°C’de, (h) 1200°C’de sinterlenen B ₄ C-Al-Ni tozlarının SEM görüntüleri.	48
Şekil 27. (a) 600°C’de, (b) 800°C’de sinterlenen SiC-Fe-Ni tozlarının SEM görüntüleri.	49
Şekil 28. (c) 1000°C’de, (d) 1100°C’de sinterlenen SiC-Fe-Ni tozlarının SEM görüntüleri.	49
Şekil 29. (a) 600°C’de, (b) 700°C’de sinterlenen WC-Fe-Ni tozlarının SEM görüntüleri.	50
Şekil 30. (c) 800°C’de, (d) 900°C’de sinterlenen WC-Fe-Ni tozlarının SEM görüntüleri.	50
Şekil 31. (e) 1000°C’de, (f) 1100°C’de sinterlenen WC-Fe-Ni tozlarının SEM görüntüleri.	50
Şekil 32. 1000°C’de sinterlenen B ₄ C-Al-Ni numunesinin EDX analizi.	52
Şekil 33. 1000°C’de sinterlenen SiC-Fe-Ni numunesinin EDX analizi.	53
Şekil 34. 1000°C’de sinterlenen WC-Fe-Ni numunesinin EDX analizi.	53
Şekil 35. Ultrases hızı- Ortalama tanecik boyutu grafiği.	58
Şekil 36. Ultrases hızı-Ortalama tanecik boyutu grafiği.	58
Şekil 37. Ultrases Hızı-Ortalama tanecik boyutu grafiği.	59
Şekil 38. Ultrases Hızı-Ortalama tanecik boyutu grafiği.	59
Şekil 39. Ultrases Hızı-Ortalama tanecik boyutu grafiği.	60
Şekil 40. Attenuation-Ortalama tanecik boyutu grafiği.	60
Şekil 41. Attenuation-Ortalama tanecik boyutu grafiği.	61
Şekil 42. Attenuation-Ortalama tanecik boyutu grafiği.	61
Şekil 43. Attenuation-Ortalama tanecik boyutu grafiği.	62
Şekil 44. Attenuation-Ortalama tanecik boyutu grafiği.	62
Şekil 45. Ultrases dalga hızı- Sinterlenme sıcaklığı grafiği.	63
Şekil 46. Ultrases dalga hızı- Sinterleme sıcaklığı grafiği.	64
Şekil 47. Ultrases dalga hızı-Sinterleme sıcaklığı grafiği.	65
Şekil 48. Ultrases dalga hızı-Sinterleme sıcaklığı grafiği.	65

Şekil 49. Ultrases dalga hızı-Sinterleme sıcaklığı grafiği.	66
Şekil 50. Attenuation-Sinterleme sıcaklığı grafiği.	66
Şekil 51. Attenuation-Sinterleme sıcaklığı grafiği.	67
Şekil 52. Attenuation-Sinterleme sıcaklığı grafiği.	67
Şekil 53. Attenuation-Sinterleme sıcaklığı grafiği.	68
Şekil 54. Attenuation-Sinterleme sıcaklığı grafiği.	68

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1. Polikristal katılar için teoriksel yutulma (attenuation) katsayıları (Saniie et al. 1988).	13
Çizelge 2. Ultrases-madde etkileşim özellikleri ve incelemelerde ana konular (Nagy 2001).	20
Çizelge 3. Elektrik akımsız nikel temel alınarak yapılan kaplamalar ve çalışma için düşünülen uygun özellikler (Agarwala 2003).	28
Çizelge 4. WC tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları.	30
Çizelge 5. WC-Fe-Ni tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları.	32
Çizelge 6. SiC-Fe-Ni tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları.	32
Çizelge 7. B ₄ C-Al-Ni tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları.	32
Çizelge 8. Deneysel olarak elde edilen ortalama tanecik boyutları.....	43
Çizelge 9. Kaplamalı ve kaplamasız WC-Ni numunelerinin EDX analizi sonucu yüzde ağırlık oranları.....	46
Çizelge 10. B ₄ C-Al-Ni numunesinin deneysel olarak elde edilen ortalama tanecik boyutları.	51
Çizelge 11. SiC-Fe-Ni numunesinin deneysel olarak elde edilen ortalama tanecik boyutları.	52
Çizelge 12. WC-Fe-Ni numunesinin deneysel olarak elde edilen ortalama tanecik boyutları.	52
Çizelge 13. Kaplamalı WC-Ni numunesinin ultrases dalga hızları.....	54
Çizelge 14. Kaplamasız WC-Ni numunesinin ultrases dalga hızları.	54
Çizelge 15. SiC-Fe-Ni (silisyum karbür-demir-nikel) numunesinin ultrases dalga hızları.	54
Çizelge 16. WC-Fe-Ni (tungsten karbür-demir-nikel) numunesinin ultrases dalga hızları.	55
Çizelge 17. B ₄ C-Al-Ni (bor karbür-alüminyum-nikel) numunesinin ultrases dalga hızları.	55
Çizelge 18. Kaplamalı WC-Ni numunesinin attenuation ölçümleri.....	56
Çizelge 19. Kaplamasız WC-Ni numunesinin attenuation ölçümleri.	56

Çizelge 20. WC-Fe-Ni karbürlü bileşiminin attenuation ölçümleri.	56
Çizelge 21. SiC-Fe-Ni karbürlü bileşiminin attenuation ölçümleri.....	56
Çizelge 22. B ₄ C-Al-Ni karbürlü bileşiminin attenuation ölçümleri.	57

1. GİRİŞ

Ultrases ile yapı incelemesinde genellikle ultrases dalgasının tüm yapı ile değil sadece yapının içinde bulunan bir tanecik ile etkileştiği kabul edilmektedir. Ultrases dalgasının bir katı içinden geçerken saçılmaya uğraması genel olarak taneciklerin boyuna, biçimine, yönelimlerine, anizotropisine ve kimyasal yapısına bağlıdır. Ultrases dalgası bir katı içinden geçerken, ortamdaki parçacıklarla etkileşmesinden dolayı genliklerinde azalma meydana gelir. Bu azalma yutulma (attenuation) olarak ifade edilmektedir. Polikristal metaller ve alaşımlardaki ultrasonik dalganın yutulma değeri çoğunlukla, tanecik yapısı tarafından belirlenmektedir.

Ultrasonik yutulma, hız ve ilgili parametreleri, malzemenin mikro-yapısal ve fiziksel özellikleriyle iç yapısının anlaşılmasını sağlamaktadır. Ultrasonik hız teknikleri ile numuneye zarar vermeden numunenin yapısına bağlı olan ölçümler alınmaktadır.

Son yıllarda teknolojinin hızla ilerlemesiyle havacılık, uzay ve otomotiv endüstrilerinde ve diğer alanlarda kullanılmak üzere hafif aynı zamanda üstün özelliklere sahip yeni malzemelere ihtiyaç hızla artmıştır. Oluşturulan kompozit malzemeler matriks fazına göre polimer, seramik ve metal matriksli malzemeler olarak sınıflandırılırlar. Metal matriks kompozitler; ideal olarak metallerin yumuşaklığıyla seramiklerin aşınma direnci ve yüksek sertliklerinin birleştirildiği, yüksek mukavemet, düşük yoğunluk ve darbelere karşı direnç gibi özellikleri bir araya getiren malzemelerdir. Seramik tabanlı kompozit malzemeler klasik toz metalürjisi yönteminde metal tozları ile karıştırılarak bir seramik-metal kompozit yapısı oluşturulabileceği gibi, kullanılacak olan seramik tozlarının metal tozu ile kaplanması şeklinde de metal-seramik kompozit yapılar oluşturulabilir. Bu yapıların oluşturulmasında kullanılan kaplama tekniklerinden biri de elektrik akımsız nikel kaplama yöntemidir. Bu kaplama ile daha sağlam, dayanıklı, korozyon ve aşınma direnci yüksek malzemeler elde edilmektedir.

Bu tezin ikinci bölümünde ultrasesin tanımı ve tarihi gelişimi, ultrases dalgasının özellikleri (dalga çeşitleri, dalga absorpsiyonu, dalga saçılması ve yutulma gibi),

ultrasonik test ile ilgili genel teorik bilgiler verilmiştir.

Tezin üçüncü bölümünde oluşturulacak olan numunenin yapısı ve bu numunenin hazırlanması için kullanılacak olan yöntem verilmiştir. Dördüncü bölümde, numunelerin nasıl hazırlandığı, kullanılan kaplama yöntemi, cihazlar, ultrases dalga hız ve yutulma ölçümü için kullanılan deney sistemi incelenmiştir.

Beşinci bölümde, alınan hız ve yutulma ölçüm değerleri, numunelere ait SEM (Taramalı Elektron Mikroskop), EDX (Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi) ve elde edilen sonuçlara göre yapılan karşılaştırmalar ve çizilen grafikler verilmiştir.

Altıncı bölümde ise, ilk olarak alınan SEM ve EDX analizlerinin sonuçlarına bakılarak gerekli olan yorumlar yapılmıştır. İkinci olarak elde edilen numunelerden hesaplanan tanecik boyutları arasındaki farkların, ultrases dalga hızı ölçüm değerlerinin, ultrases yutulma değerlerinin ve bu değerlerden alınan sonuçlara bağlı olarak çizilen grafiklerin yorumu yapılmıştır.

2. ULTRASES

2.1. ULTRASES TARİHİ ve GELİŞİMİ

İnsan kulağı, 16 Hz ile 20000 Hz frekans bölgesi içinde kalan sesleri duyma yeteneğine sahiptir. 20 kHz'in üstündeki frekanslarda gelen ses dalgaları algılanamaz ve bu seslere ses ötesi veya ultrases denir.

Ses dalgaları mekanik dalgalardır. Katı, sıvı ve gaz içinde bu dalgalar serbest olarak yayılabilirler. Ses kaynağı iletim ortamı içinde ses dalgası üretir. Ses kaynağının titreşimleri çevredeki moleküllerinin sabit bir pozisyonda ileri geri titreşmesine sebep olur. Her tanecik hareketini komşu taneciğe iletir, sonra da kendi sabit noktasına geri döner yani ses dalgası ses kaynağından uzaklaşarak yoluna devam eder. Titreşen her cisim, enerjisini bulunduğu ortama dalgalar halinde yayan bir ses kaynağıdır.

Piezoelektrik olayın 1880 yılında, Curie kardeşler tarafından keşfedilmesi ve daha sonra Lipmann'ın yapmış olduğu çalışmalarla ters piezoelektrik olayını ispatlaması birçok fizikçinin çalışmalarını bu konu üzerine yoğunlaştırmasına sebep olmuştur. Bu yapılan çalışmalar ultrases ile ilgili olan araştırmaların temelini oluşturmuştur.

1914 yılında Fransız fizikçi Lauevin ultrases dalgalarını kullanarak bir ultrases alıcı-verici sistemi geliştirmiş ve denizde yüksek frekanslı ultrases atmaları göndermiştir. Ultrases dalgalarının doğrusal olarak sapmadan ilerlediğini ve herhangi bir cisme çarptığında gönderilen yüksek frekanslı ultrases atmalarının geri döndüğünü incelemiştir.

1929 ve 1935 yıllarında ultrases ile malzeme karakterizasyonunun incelenmesi ilk olarak Sokolov tarafından ortaya konulmuştur. Sokolov, metallerin dedekte edilmesinde ultrases dalgalarını kullanmıştır. 1931 yılında ise Mulhaser, iki transducer kullanarak ultrases dalgaları ile katı içindeki çatlak ve kusurları belirleyerek bir sistemin patentini almıştır. 1945 yılında Simons tek transducer ile puls-eko tekniğini geliştirmiştir (Graff 1977).

Yapılan çalışmalarda ultrasesin hem test edilen numuneye hem de dokuya zarar vermediği görülmüştür ve uygulama alanı bundan sonra ikiye ayrılmıştır. Bunlar tıp ve malzeme analizi alanlarındaki uygulamalardır.

Tıp alanında yapmış olduğu çalışmayla, Ludwig (1950) farklı dokulardaki yoğunluk ve akustik hız ölçümlerini kullanarak yumuşak dokulardan yansıyan ultrases dalgaları ile görüntü oluşturmuştur. 1957 yılında Satomura, Doopler-ultrasesi kullanarak kardiyak hareketlerini gözlemlemiştir. Daha sonraki yıllarda Wells (1969) ve Baker (1970) tarafından Pulsu Doopler cihazının geliştirilmesi ile yapılan ilk çalışma kan hızının ölçülmesi olmuştur.

Ultrases dalgalarının yayılma özelliklerinin bulunması ile Q'Brien ve arkadaşları (1995) tarafından kalp kasının kimyasal ve morfolojik olarak belirlenmesi sağlanmıştır. Miller ve Bamber (2000) yüksek frekanslı ultrases dalgaları ile dokuların Young modülü değişimlerinin görüntülenmesi için gerekli koşulları incelemişler ve ilgili çalışmalarını yapmışlardır. Sürekli gelişen bir alan olan tedavi edici ilaçlarda düşük bir güçte ultrasesin kullanılmaya başlanmasıyla kanser tedavisinde bu teknolojinin uygulamaları üzerinde çalışmışlardır (Wang and Mason 2004). Foley, Vaez ve Crum (2007) yapmış oldukları çalışmada artık tıpta yüksek şiddetli ultrases uygulamalarının artmasıyla bunun nörolojik uygulamalardaki etkilerini incelemişlerdir. Tıpta ultrasesin çok geniş bir kullanım alanı olup günümüzde yapılan daha birçok çalışma vardır.

Malzeme alanındaki uygulamalar ise ilk olarak Mason ve McSkimin'in (1947) ultrases ile malzeme karakterizasyonunun dalga hızı veya yutulma ölçümlerini incelemeleriyle ortaya çıkmıştır. Yutulma metoduyla tanecik boyutu belirlenmesi Roderick ve Truell (1952) gerçekleştirmiştir. 1966 yılında Beecham, tanecik boyutunun belirlenmesi için ilk deneysel çalışmasını geri yansıma tekniğini kullanarak yapmıştır.

Araştırmacılar yaptıkları çalışmalarda katı maddelerin özellikleri (sertlik, kırılma dayanımı, çekme dayanıklılığı, mukavemeti gibi..) ile yutulma (attenuation) ve dalga hızının ultrases özellikleri arasındaki ilişkileri ortaya çıkarmışlardır. Ayrıca tanecik boyutu ölçümleri ve metalin yapısındaki homojenlik durumunu belirlemek için

Goebbels ve Höller (1980) yayılma alanlarının kullanımını araştırmışlardır.

Schneider (1998), alüminyum numunelerinin elastik sabiteleri ve malzeme dayanımını ultrases ile araştırmıştır. Ultrases hız tekniğini kullanarak mermerlerdeki ortalama tanecik boyutunu Sarpün (2004) belirlemiştir. Bor karbür-alüminyum ve bor karbür-nikel kompozitlerinin ortalama tanecik boyutunu Özdemir (2005) ultrases hız tekniği ile incelemiştir.

2.2. ULTRASES DALGA ÖZELLİKLERİ

Fiziksel olarak ultrasonik, esnek ortamların yüksek frekanslardaki ($\geq 20kHz$) mekanik titreşimlerden meydana gelmektedir. Dışarıdan uygulanan herhangi bir kuvvetin etkisiyle şekil değiştiren ve uygulanan kuvvet ortadan kaldırıldığında tekrar eski haline dönen madde olarak tanımlanan esnek ortam, birbirine yaylarla bağlanmış küçük parçacıklardan oluşmuş halde düşünülebilir (Avcı 1996).

Ultrasonik dalgalar, herhangi bir elastik ortam içinde bazı boyutlarda yayılırlar. Elastik materyalin atomik ve moleküler parçacıklarının uygulanan bir kuvvet tarafından denge konumlarının yerleri değiştirildiğinde orijinal durumdaki iç gerilim parçacıkları tekrar eski denge konumunu oluşturabilmek için harekete geçerler (Ataş 2000). Ultrasonik dalgaların yayılması, ortamın parçacıkları (atomlar, moleküller) arasındaki bağ kuvvetlerine esneklik sınırları içerisinde etki edilmesiyle sağlanır. Esnek olarak dalgaların uyguladığı basınç atomdan atoma iletilir. Bu titreşimler ortam boyunca yayılırlar. Ultrasonik dalgalar, mekanik enerji ve titreşimlerdir. Bu yüzden ultrasonik test, gözeneklilik, yapı ve elastik sabite gibi fiziksel özelliklerin ve özellikle elastik anormalliklerin bulunmasını uygun bir hale getirmiştir (Birks and Green). Ultrasonik dalgalar aslında akustik ses dalgaları ile benzer davranışlar göstermektedirler. Katı, sıvı ve gaz gibi elastik ortamlarda yayılabilirler; fakat boşlukta yayılmazlar. Sıvı ve katı ortamda mekanik enerji titreşimleri uzun mesafeler boyunca devam etmektedir. Gaz ortamında ise hızla zayıflamaktadır ve havada çok ilerilere doğru yayılamaz. Bu özellik ultrasonik dalgaların kontrolü için önemlidir. Katı, sıvı ve gazlarda dalgaların genişliği, titreşim modları ve hızları farklıdır, çünkü maddenin bu formlarında ve parçacıklar

arasındaki ortalama uzaklıkta büyük farklılıklar vardır. Bu farklılıklar malzemenin elastik davranışı ve parçacıklar arasındaki çekim kuvvetini etkiler (Ataş 2000).

Ortamda v , dalga yayılım hızı ile ilerleyen ultrasonik dalganın, λ dalga boyu ile frekansı arasındaki bağıntı;

$$\lambda = v / f \quad (1)$$

şeklindedir.

2.2.1. Dalga Çeşitleri

Dalgaların yayılması göz önüne alındığında, birisi ortamdaki parçacıkların titreşim doğrultusu, diğeri ses dalgalarının ortam içindeki ilerleme doğrultusu olmak üzere iki doğrultu esas alınır. Bu iki doğrultuya göre boyuna ve enine isimli iki tip dalga ve bu iki dalganın kombinasyonu ile oluşan yüzey dalgaları, Rayleigh dalgaları ve Lamb dalgaları tanımlanabilir (Avcı 1996).

2.2.1.1. Boyuna Dalga

Maddesel tanecikler ultrasonik dalgaların ilerleme yönüyle aynı yönde yer değiştirirler. Boyuna dalgalar halinde parçacıkların titreşim yönü dalganın yayılma doğrultusundadır. İçinde buldukları ortamı esneklik sınırları içerisinde sıkıştırmaya ve çekmeye zorlayarak yayıldıkları için basınç dalgaları da denir.

Boyuna dalga kolaylıkla üretilir ve birçok malzemenin içinde yüksek ilerleme hızına sahiptir. Boyuna dalgalar katı, sıvı ve gaz ortamlarda yayılabilirler. Boyuna dalgalar malzemenin incelenmesinde çok yaygın olarak kullanılan ultrasonik bir dalga tipidir. Bu dalgalar, dalganın hareket yönündeki ileri ve geri dalga titreşimini geçen parçacıklardaki seyreltmeler ve değişen basınçların bir dizisi olarak malzeme içinde hareket ederler. Boyuna ultrasonik dalgaların hızı; çelikte 6000m/s, suda 1500m/s, ve hava da 330m/s'dir (ASM Handbook 17 1989). Şekil 1.a' da ortam içinde boyuna dalgaların yayılmasını gösterilmektedir.

2.2.1.2. Enine Dalga

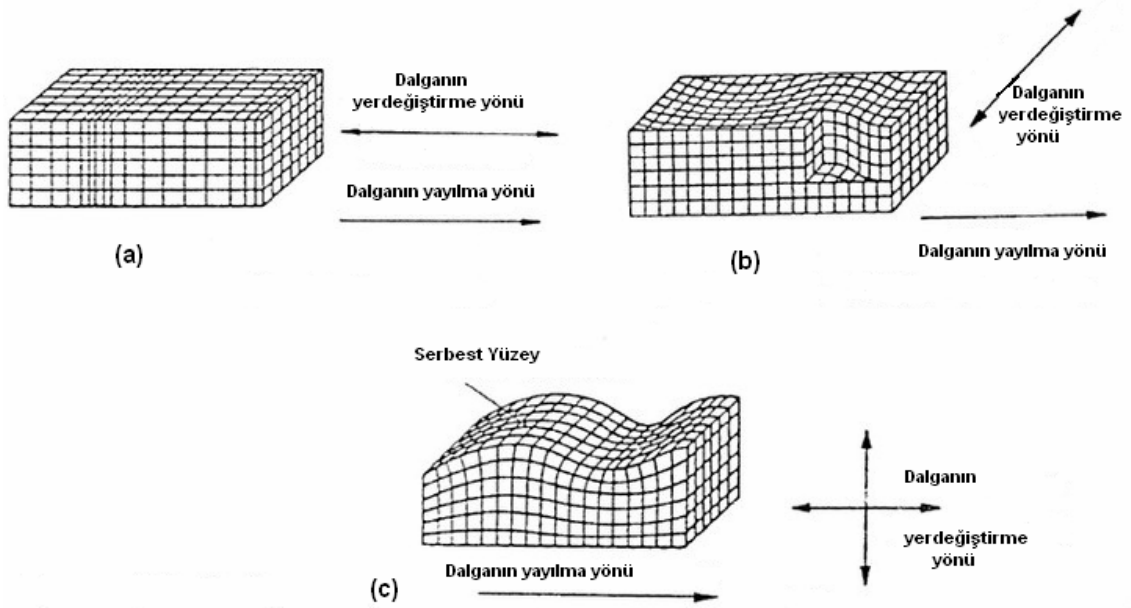
Katı parçacıklar ultrasonik dalgaların ilerleme yönüne dik açıda yer değiştirirler (Şekil 1.b). Enine dalgalar, kolayca ritmik olarak salınan bir ipin titreşimleri bakımından göz önünde canlandırıldığında her bir tanecik, boyuna dalgadaki gibi dalganın hareket yönüne paralel titreşmekten ziyade yayılmanın yönü, dik bir düzlemde yukarı ve aşağı titreşir (ASM Handbook 17 1989). Kısacası enine dalgaların parçacık hareketi dalganın yayılma doğrultusuna diktir. Aynı zamanda kesme veya kayma dalgası olarak da adlandırılabilen enine dalgalar, yayıldıkları ortamın parçacıklarını çapraz yönde kaymaya zorlarlar ve bu yüzden sadece katı ortamlarda yayılabilirler. Enine dalgaların ilerleme hızı boyuna dalgaların yarısı kadardır. Düşük hızları nedeniyle enine dalgalarının aynı frekanstaki boyuna dalgalardan daha kısa dalga uzunlukları vardır.

Boyuna dalgalardan farklı olarak enine dalgalar, bitişik moleküller veya atomik taneciklerin elastik çarpışması ile desteklenemezler. Aynı zamanda hava ve su da enine dalgaları desteklemeyecektir. Gazlarda ve sıvılarda moleküller arasındaki çekim kuvvetleri öyle küçüktür ki enine dalgalar iletilemez.

2.2.1.3. Yüzey dalgaları

Enine ve boyuna ultrases dalgalarının bir kombinasyonu ile oluşan yüzey dalgalarında ortam parçacıklarının hareketi dalganın yayılma doğrultusuna dik elipsler şeklindedir (Şekil 1.c). Bu dalganın parçacık hareketi boyuna ve enine dalga hareketinden oluşan karmaşık dalga hareketidir. Bir yüzey dalgasının parçacık hareketinin genliği derinlikle üstel olarak azalır ve yaklaşık bir dalga boyu mesafede kaybolur. Öyle ki dalga enerjisinin büyük bir bölümü bir dalga boyu içerisinde yer alır.

Homojen izotrop yarı-uzayda bütün yüzey dalgaları aynı hızda hareket ederler. Bununla gerçek bir yüzeyde (çok tabakalı, ya da elastik özellikleri derinlikte değişen) yüzey dalgalarının hızı dalga boyuna ya da frekansa bağlıdır. Yayılma hızları ise enine ultrases dalgasının yayılma hızından daha küçüktür.



Şekil 1. Ortam boyunca (a) boyuna dalga, (b) enine dalga ve (c) yüzey dalgasının yayılma doğrultusu (Filipczynski et al. 1966).

2.2.2. Ultrases Dalgasının Soğurulması

Yayıma ortamının kusursuz bir şekilde elastik olduğu düşünölen bir ortamda elastik potansiyel enerji, belirtilenin aksine herhangi bir kayıp meydana gelmeksizin titreşen parçacıkların kinetik enerjisine dönüşür. Bunun yanında, bu değişimler boyunca iç sürtünme, ısı iletimi vb. gibi faktörler her zaman bazı enerji kaybını meydana getireceklerdir öyle ki dalga şiddeti mesafeyle azalır ve absorpsiyon meydana gelir (Filipczynski 1966). Absorpsiyon, ultrasonik enerjinin ısı enerjisine dönüşmesi olayıdır. Bir ortamın yüzeyinden diğör bir ortamın yüzeyine gönderilen ultrases dalgası ortamda ilerlerken bu enerji kaybından dalga genliğini koruyamaz. Genlik ortam içinde alınan uzaklığa bağılı olarak exponansiyel azalır. A_0 gönderilen ultrases dalgasının genliği, A ortama x uzaklığına kadar girmiş ultrases dalgalarının genliği ve α ortamın yapısına ve ultrasesin frekansına bağılı, ortamın ultrases absorpsiyon katsayısı olmak üzere, aralarındaki bağıntı,

$$A = A_0 e^{-\alpha x} \quad (2)$$

şeklindedir (Nagy 1994).

Absorpsiyon, ultrasonik dalganın türüne, frekansına ve yayıldıkları ortamın karakteristiğine bağlı bir niceliktir. Yüksek frekans ve anizotropi absorpsiyonu artırır. Düşük frekanslarda bu nicelikler arasında lineer bir değişim vardır, absorpsiyon olduğundan çoğunlukla iç sürtünmeden dolayı kayıplar olur ve absorpsiyon azalır. Frekanslarda dalga boyu yaklaşımları için tanecik boyutu, saçılma olgusunu meydana getirir. Her bir tanecik sınırında dalgaların kısmi yansımaları vardır ve taneciklerin düzensiz biçiminden dolayı bütün yönlerde bu şekilde yansıma görülür. Enerji dalgalarından böyle kaybolur ve kaynaktan uzaklaştıkça şiddette bir azalma olur (Filipczynski 1966).

Ultrasonik absorpsiyon, mikroskobik yapısal kusurların varlığında ortaya çıkmaktadır. Ayrıca metal ve metal olmayanlarda meydana gelebilir ve iki türden oluşur: nokta kusurları ve dislokasyonlar. Bu kusurlardan herhangi birisi malzeme boyunca iletilen sesin enerjisiyi alır ve bu da absorpsiyona sebebiyet verir (Blitz and Simpson 1984). Güncel metotlar, absorpsiyondaki varsayımlar ve saçılmanın iki ölçümünün birleşmesi temel alınarak oluşturulmaktadır (Goebbels 1977).

2.2.3. Dalga Saçılması

Yapıların ve bileşenlerin oluşturulmasında neredeyse bütün metaller polikristaldir. Ultrases dalgalarının yayılması, çok kristalli ortamdaki taneciklerin araştırılmasında yararlı metotların ortaya çıkmasına yardımcı olmuştur. Bu metotlar;

- (i) demir dövmedeki kusurları,
- (ii) malzemelerin hatalı üretimi,
- (iii) mikroskobik yapısal kusurlar, vb.

kontrol etmek için önemli teknolojik uygulamalara sahiptirler (Ranganathan and Dattagupta 1979).

Polikristal bir madde içinde verilen bir yönde ilerleyen ses dalgasının her bir tanecik sınırındaki hızında, tanecik eksenlerinin doğrultusunda meydana gelen uygun değişimlerin bir sonucu olarak, burada, karakteristik empedans ve elastik modülündeki değişimlerden dolayı bir düzensizlik vardır. Böylece yansımalar, tanecik sınırında

meydana gelir ve saçılma, taneciklerin \bar{D} , ortalama doğrusal boyutu ve dalga boyundan daha küçük olduğu zaman kıyaslanabilir (Blitz and Simpson 1984). Tanecik saçılması modelinde kullanılan bazı standart kabullenmeler vardır.

- 1) Polikristal oldukça az anizotropiktir. Bunun anlamı; taneciklerin kendi elastik sabitelerinin polikristalin ortalama elastik sabitesinden sapması ve taneciklerin öz elastik sabitelerinden oldukça küçük olmasıdır.
- 2) Tercih edilen bir yönelim yoktur, taneciklerin tamamı rastgele yönelmiştir. Bu şekilde elastik olarak yapı homojen ve izotropiktir.
- 3) Tanecikler kabaca küre şeklindedir.
- 4) Boşluk olmadan veya birleşmelerle tek fazın tek kristal taneciklerine sahiptir. Saçılma uyumlu değildir.
- 5) Yapı içerisinde birden fazla sayıda tanecik bulunmaktadır.
- 6) Bir taneciğin elastik anizotropisi saçılmada büyük etkindir ve yoğunluk değişimleri ihmal edilebilir, çünkü hiçbir süreksizliği yoktur.

Saçılmaya neden olan çeşitli durumlar vardır. Ultrases dalgasının saçılması ise genel olarak yapı içindeki taneciklerin boyutuna, biçimine, yönelimlerine, anizotropiye ve kimyasal yapıya bağlıdır (Sarpün 2004). Malzeme karakterizasyonunda tanecik boyutu ile ultrases dalgasının dalga boyu arasındaki oran önemli olmakta ve bu orana göre saçılma bölgeleri tanımlanmaktadır (Nagy 1994).

\bar{D} , ortalama tanecik çapının, λ , ultrases dalga boyuna oranına göre farklı saçılma bölgelerinde saçılma formülleri sınıflandırılmış ve çalışılmıştır (Saniie and Bilgutay 1986).

2.2.3.1. Rayleigh Saçılma Bölgesi

Mason ve McSkimin'in (1947, 1948) tanecik saçılması üzerindeki ilk çalışmaları, metal içindeki bir tanecik saçılması ile Rayleigh (1894) formülünün adapte edilmesi için yapılan denemelerdir. Rayleigh'in çalışması ilk başta $\lambda \gg \bar{D}$ durumu için homojen olmayan bir sıvı içinde uygulanmıştır (Wason 1968).

Ultras ses dalgasının dalga boyu, λ , incelenecek olan malzemenin ortalama tanecik boyutuna, \bar{D} , göre çok büyük olduğu bölgedir ($\lambda \gg \bar{D}$). Çok kristalli bir ortamda ultrasonik yayılmanın teoriksel olarak hesaplanması karışıktır ve saçılma etkileri ihmal edilebilir. Bu iki nicelik arasındaki oran,

$$\frac{D}{\lambda} < \frac{1}{3} \quad (3)$$

olarak verilmektedir.

Rayleigh bölgesinde absorpsiyon katsayısı, frekans ile lineer bir şekilde artarken saçılma katsayısı, dalga frekansının dördüncü kuvveti ve taneciğin ortalama hacmi ile değişir. Ayrıca, saçılma katsayısı, tanecikler arasındaki elastik özelliklerdeki değişimi ve anizotropiyi karakterize eden bir sabit olduğu için,

$$\alpha_s = A_R \frac{D^3}{\lambda^4} \quad (4)$$

şeklindedir. Bu yüzden Rayleigh bölgesinde ultras sesin toplam yutulma katsayısı

$$\alpha(f) = \alpha_1 f + \alpha_2 \bar{D}^3 f^4, \quad \lambda > 2\pi \bar{D} \quad (5)$$

olarak ifade edilir. Burada α_1 , absorpsiyon katsayısı, α_2 , saçılma katsayısı ve f ise iletilen frekanstır (Saniie and Bilgutay 1986).

2.2.3.2. Raslantı (Stochastic) Bölgesi

Ultras ses dalgasının dalga boyu ile malzemenin ortalama tanecik boyutunun kıyaslanabilir olduğu ($\lambda \approx \bar{D}$) bu bölge Raslantı (Stochastic) Bölgesi olarak isimlendirilir. Etkileşmenin bu türü, parçaların iç bölgelerinde baskın olarak yönelir ve sınırlardaki yansımaları değişir. Bu bölgedeki saçılma, ortalama açıs al dağılıma ve değişen bir frekansa bağıllılığı ile tanımlanabilir. Saçılma, yüksek ölçüde anizotropiktir ve saçılan dalgaların girişimi; açı, konum, yön ve frekansla ölçülen saçılma enerjisindeki 20-30 dB dalgalanmasına sebep olur (Webb 1993).

Stochastic bölgesinde saçılma, çoğunlukla ileriye doğru yönelir ve gelişi güzel faz yaklaşımı ile örneklendirilir. Ayrıca Stochastic bölgesinin genişliği, materyalin anizotropik derecesine duyarlıdır. Yüksek anizotropiye sahip bir materyalin (demir veya

nikel gibi) stochastic bölgesi çok dardır. Diğer bir yandan zayıf anizotropiye sahip bir materyalin ise (alüminyum veya tungsten gibi) stochastic bölgesi çok daha geniştir (Nagy 2003). Bu bölgedeki tanecik boyutu dalga boyu arasındaki oran,

$$\frac{1}{3} < \frac{D}{\lambda} < \frac{1}{2} \quad (6)$$

olarak verilmektedir. Saçılma katsayısı ise;

$$\alpha_s = A_s \frac{D}{\lambda^2} \quad (7)$$

şeklindedir. Stochastic Bölgesinde ortalama tanecik çapı yaklaşık olarak dalga boyuna eşittir ve saçılma katsayısı, frekansın karesi ile ve ortalama tanecik çapı ile lineer olarak değişir. Histerezis, viskoelastik malzemelerde bir yük uygulanması ve sonra bu yükün kalkması sonrasında ortaya çıkan enerji düşümünü ifade eder.

$$\alpha(f) = b_1 f + b_2 \bar{D} f^2, \quad \bar{D} < \lambda < 2\pi \bar{D} \quad (8)$$

Burada b_1 , elastik histerezis kaybı yüzünden absorpsiyon katsayısını simgeler ve b_2 , saçılma katsayısıdır (Saniie and Bilgutay 1986).

2.2.3.3. Difüzyon Bölgesi

Ultras ses dalgasının dalga boyu, λ , incelenecek olan malzemenin ortalama tanecik boyutuna, \bar{D} , göre çok küçük olduğu bölgedir ($\lambda \ll \bar{D}$). Birim yol üzerindeki dalganın birçok tanecik tarafından saçıldığını belirtmek için ve dalga boyu küçük olduğundan dolayı difüzyon bölgesi denilmiştir. Bu bölgedeki saçılma katsayısı;

$$\alpha_s = A_D \frac{1}{D} \quad (9)$$

şeklindedir. Dalga boyu, ortalama tanecik çapından daha küçük olduğu zaman saçılma katsayısı, frekanstan bağımsızdır ve ortalama tanecik çapı ile ters orantılı olarak değişir.

$$\alpha(f) = c_1 f + \frac{c_2}{D}, \quad \lambda < \bar{D} \quad (10)$$

Difüzyon bölgesinde, ortalama tanecik boyutu, dalga boyundan daha büyüktür ve yutulma katsayısı

$$\alpha(f) = (d_1 f + d_2 f^2) + \frac{d^3}{D}, \quad \lambda \ll \bar{D} \quad (11)$$

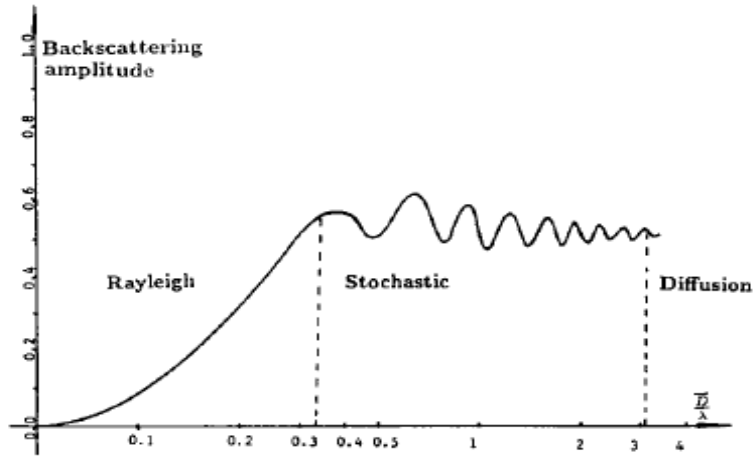
olarak ifade edilir. Burada d_1 ve d_2 , sırasıyla termoelastik ve elastik histerezis kayıplarından dolayı absorpsiyon katsayısını simgeler ve d_3 , saçılma katsayısıdır (Saniie

and Bilgutay 1986). Yutulma katsayısı için ifadeler, çeşitli enerji kayıp mekanizmaları ile türetilir. Örneğin; tipik olarak polikristal katılarda farklı kayıp mekanizmaları için yutulma katsayıları Çizelge 1’de verildi.

Çizelge 1. Polikristal katılar için teoriksel yutulma (attenuation) katsayıları (Saniie et al. 1988).

Dalga boyu ilişkisi	Yutulma Mekanizmaları	Yutulma Katsayısı
$\lambda \gg \pi\bar{D}$	Rayleigh saçılma bölgesi	$\alpha_r = C_r D^3 f^4$
$\lambda \approx \pi\bar{D}$	Stochastic saçılma bölgesi	$\alpha_p = C_p D f^2$
$\lambda \ll \pi\bar{D}$	Difüzyon saçılma bölgesi	$\alpha_d = C_d D^{-1}$

Materyal karakterizasyonu çalışmalarında genellikle tanecik boyutunun belirlenmesi için tercih edilen saçılma bölgesi, Rayleigh saçılma bölgesidir. Rayleigh bölgesindeki tanecik sınırları arasındaki çoklu yansımalar ihmal edilir. Aynı zamanda bu bölgedeki absorpsiyon katsayısı frekansla düzgün artar. Frekansın bir fonksiyonu olarak saçılma bölgelerindeki saçılma katsayılarının değişimi Şekil 2’de gösterilmiştir.



Şekil 2. (\bar{D}/λ) Normalize edilmiş tanecik çapının fonksiyonu olarak ultrasesin toplam saçılma davranışları (Wang et al. 1989).

2.2.4. Yutulma (Attenuation)

Ultrases dalgası katı bir ortamda yayılırken, ortamda bulunan parçacıklarla birebir etkileşmesinden dolayı meydana gelen ortalama enerji kaybı için yutulma terimi

kullanılır. Bu azalma olayı, katının sahip olduğu soğurma (absorpsiyon) ve saçılma özelliklerinden dolayı oluşur ve “attenuation” (yutulma) olarak isimlendirilir. Ultrases dalgası homojen olmayan bir malzeme boyunca hareket ettiği zaman onun genliğinde

$$A_z = A_0 e^{-\int_0^z \alpha(z,f) dz} \quad (12)$$

gibi bir azalma olur. Burada A_0 , ilk genliktir, A_z , t zamanına bağlı olarak verilen z konumundaki genliği ve $\alpha(z, f)$ ise, frekansa ve konumuma bağlı yutulma katsayısıdır.

Eğer malzemeler, z konumunun bir fonksiyonu olarak homojen özellikler gösterirlerse, yukarıdaki denklem daha da basitleşir ve

$$A_z = A_0 e^{-\alpha(f)z} \quad (13)$$

elde edilir. Burada $\alpha(z, f) = \alpha(f)$ ’dir. Genellikle yutulma katsayısı, iki büyük duruma sahiptir. Bunlardan biri α_A , absorpsiyon katsayısı, diğeri ise α_S , saçılma katsayısıdır (Saniie et al. 1988).

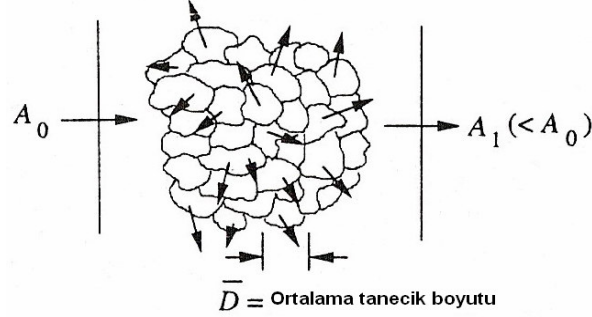
$$\alpha(f) = \alpha_A(f) + \alpha_S(f) \quad (14)$$

Tüm bu katsayılar ultrases dalgasının frekansına bağlıdır. Dolayısıyla frekans değeri büyüdükçe ultrases dalgasının dalga boyu küçülecek ve ortamdaki parçacıklarla etkileşmesinden dolayı saçılma meydana gelecektir. Frekans değerleri küçüldükçe ultrases dalgasının dalga boyu büyüyecek ve ortam içinde ilerlerken enerji kaybedecektir. Çoğunlukla pratiksel uygulamalarda, ultrasonik frekanslardaki tanecik saçılma katsayısı, absorpsiyon katsayısına çok büyük bağlıdır ve sonra ihmal edilebilir.

Ultrasonik dalgaların yutulmaları genellikle aşağıdaki sebeplerden meydana gelir (Blitz and Simpson 1984).

1. Yansıma, kırılma, kırınım ve saçılma yüzünden paralel ışıklardan enerjinin sapması.
2. Absorpsiyon, ultrasonik enerjisinin ısı enerjisine dönüşmesi.

Mikro-yapısal düzeydeki metallere, yayılma yönündeki uzaklıklarla ve genliğin net bir kaybı ile sonuçlanan, birçok farklı yönde gelen dalga saçılmasının olduğu küçük kristal taneciklerden oluşurlar (Şekil 3).



Şekil 3. Tanecik saçılmasından dolayı bir dalganın yutulması (Lester 1998).

Yutulma, yayılma uzaklığını arttırmakla sinyal genliğinin kaybını ifade eder. Kayıp, iki genliğin oranı olarak tanımlanır ve genellikle logaritmik birimler Neper veya dB cinsinden ifade edilir.

$$L[\text{Neper}] = \ln \frac{A_1}{A_2} \quad \text{veya} \quad L[\text{dB}] = 20 \log \frac{A_1}{A_2} \quad L = \alpha d \quad (15)$$

burada A_1 ve A_2 , sırasıyla ultrases dalgasının genliğini ifade eder. Ortamdaki yutulma orantılı bir şekilde yayılma yönünde kayıba sebep olacaktır. Bu toplam kayıp, denklem 15 ile ifade edilmektedir. Burada d yayılma uzaklığı yani kalınlık, α ise bahsedilen yutulma katsayısıdır (Nagy 1999). Ayrıca yutulma, tanecik boyutu, tanecik biçimi (uzatılmış, düzleştirilmiş, eşksenli veya karıştırılmış), tanecik yönelimi (gelişigüzel veya tercih edilen), tanecik sınırlarının niteliği (boşluklar ve katılan ilavelerin olması veya olmaması) ve kimyasal bileşenlerin oranı gibi birçok fiziksel parametreler tarafından etkilenir.

2.3. ULTRASES ÖLÇÜM YÖNTEMLERİ

Ultrases ölçüm sistemleri, ultrases dalgalarının katı, sıvı ve gaz ortamlarında yayılmasına izin verecek olan enerjiyi oluşturmaya ve ultrases ortamlarında yayılma hızlarını, sönüm faktörlerini veya enerji kayıplarını ölçmeye imkan verecek şekilde meydana getirilirler. Ultrases ölçüm yöntemlerinde her deneysel sistemde olduğu gibi

ultrasesi üreten bir transducer ve üretilen ultrasesi ortamın diğer ucundan algılayan başka bir transducer bulunmaktadır. Zaman ölçümlerinin yanında sönüm faktörünün ölçülmesi, hız ölçümlerinin yanında enerji kaybının da ölçülmesi fiziksel ölçümlerde daha düzgün ve doğru yorumların yapılmasını sağlamaktadır.

Bir maddenin molekül yapısının incelenebilmesi için çeşitli metotlar geliştirilmiştir. Bu metotlardan en yaygın olarak kullanılanları;

1. Puls-eko metodu (Pulse-echo metodu)
2. Immersion (Daldırma) metodu

2.3.1. Puls-Eko Metodu (Pulse-Echo Metodu)

Farklı akustik empedansa sahip iki ortamın oluşturduğu arakesite varan bir ultrasonik dalga kısmen yansımakta ve kısmen ikinci ortama geçmektedir. Ultrasonik muayene ile malzeme içinde farklı akustik empedanslı bir süreksizliğin saptanmasında, ses dalgasının yansıyan veya geçen kısımlarının genlik ve zaman cinsinden ölçülmesi esasına dayanan iki farklı test yöntemi kullanılır.

“Doğrudan iletim metodu” ve “Puls-eko metodu”, ultrasonik araştırmanın iki büyük metotudur (Şekil 4) (ASM Handbook 17 1989). Puls-eko metodu hem geçiş süresi hem de yutulma miktarının ölçülmesinde kullanılabilirken, iletim metodu sadece yutulma sinyal ölçümlerini içerir. Ultrasonik puls-eko tekniği genellikle megahertz ve gigahertz frekans bölgelerindeki ultrasonik hız ve yutulma ölçümlerinin tam olarak alınması için, elastik modülünü değerlendirmek için, mikroyapı karakterizasyonunu belirlemek için ve mekanik özelliklerini değerlendirmek için kullanılır (Ataş 2000).

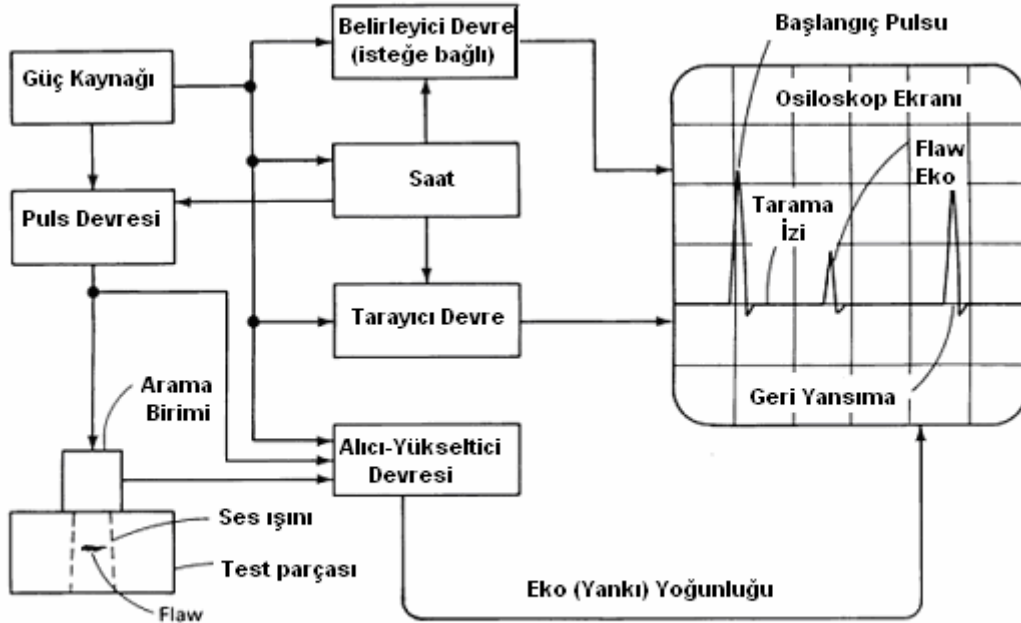
Ultrasonik dalga, genellikle numunenin birbirine paralel olan düz yüzünün herhangi birine yapıştırılan piezoelektrik bir transducer ile oluşturulur (Wason 1968). Genellikle a yarıçaplı bir transducera bir puls ya da uzun kesikli rf dalgaları uygulanır ve yankılar aynı transducer tarafından tespit edilir.

Herhangi bir yankı görüntüsünü takip eden diğer yankı görüntüleriyle osiloskop ekranında görülür. Ayrıca ultrasonik puls-eko yöntemiyle elde edilen veriler, genelde A-Tarama, B-Tarama ve C-Tarama olmak üzere üç değişik şekilde görüntülenmektedir.

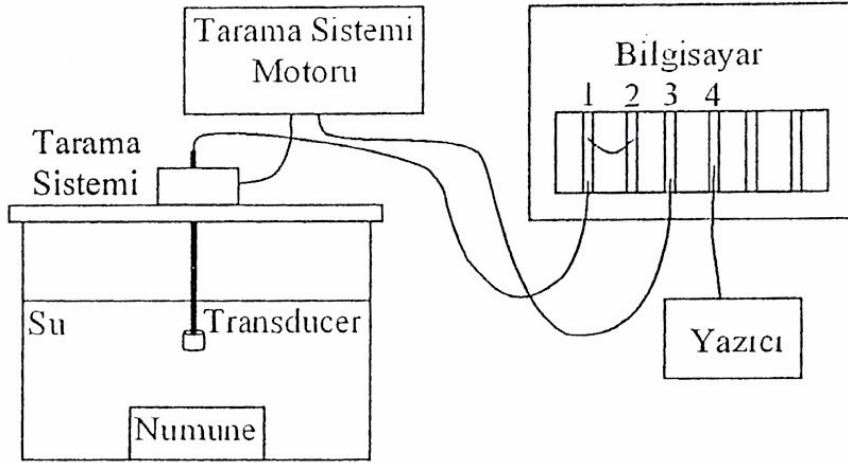
A-Tarama veya A-ekranı, yatay skalada malzeme kalınlığı cinsinden zamanı, düşey skalada da yankı genliğini gösterir.

B-Tarama ise, malzemenin dik kesit görüntüsünü verir. Yankı genliklerini kantitatif olarak kaydeden B-ekranı, hatanın bir doğrultudaki boyutunu ve yerini belirler.

C-Tarama tekniğinde test parçalarının yüzeyi X-Y düzlemi olarak taranır ve parçanın üst yüzeyden görüntüsü elde edilir (Avcı 1996).



Şekil 4. Puls –Eko Yöntemi (ASM Handbook 17 1989)



Şekil 5. Immersion deney sistemi (Sarpün 2004)

2.3.2. Immersion Metodu

Bu deney sisteminde incelenen malzeme (numune) ve transducer bir su tankı içinde bulunmaktadır (Şekil 5). Bu yolla, transducer malzemeyi doğrudan temas olmaksızın tarayabilir, su da kuplajı sağlar. Bilgisayar Sistemi, Tarama Sistemi ve Ultrases Sistemi olmak üzere üç ana parçadan oluşmaktadır.

Bilgisayar Sistemi; ultrasonik muayene için gerekli olan bütün donanımları içermektedir. Hassas olarak ultrases hızı ölçümlerini ve ultrasonik transducerlerin karakterizasyonunu yapabilmek için, mevcut sistem ile birlikte kullanılmak üzere yazılım programları bulunmaktadır.

Tarama Sistemi; ucunda bulunan ultrases transducer'ını numune üzerinde istenilen noktaya getirilmesi sağlanır. Test edilecek olan numunenin yüzeyi x - y düzlemi olarak taranır (Avcı 1996).

Ultrases Sistemi; transducer ilk olarak gelen sinyali numunenin yüzeyine gönderir ve numune yüzeyinden, içinden yansiyarak gelen ultrases sinyalini algılayarak ultrases cihazına geri gönderir ve sinyalin bilgisayara iletilmesi sağlanır (Sarpün 2004).

2.4. ULTRASONİK TEST

Ultrases materyal karakterizasyonu için dünya mühendislik ve mühendislik mekaniğindeki ultrases uygulaması çok önemlidir. Bu zamana kadar sadece yapı içindeki makroskobik devamsızlıkları bulmak için Ultrasonik NDT (Non-Destructive Testing, Tahribatsız Muayene Testi) kullanıldı. Hazırlanan test parçaları üzerinde materyalin özelliklerini belirlemek için uygulanan birçok test vardır. Bu testleri içeren verilerden materyalin dayanıklılık, basınç, kırılma ve sıkıştırma özellikleri hakkında çok önemli bilgiler elde etmek mümkündür; fakat bu testler tahrip edici bir yapıya sahiptirler. Ultrasonik NDT testi materyal üretimi ve uygulamasını bütün yönleriyle içerir. Araştırmacıların yapmış oldukları çalışmalar (i) materyal üretim yöntemleri (ii) materyalin bütünlüğü için izlenen taşınım, depolama ve yapım, ve (iii) yapılan işlemler boyunca meydana gelen yutulma oranı ve miktarı gelişen ve ilerleyen NDT 'yi doğrular. Ultrasonik teknikler, katı materyalde mikroskobik ve makroskobik kusur bulmak gibi akla gelebilen mekaniksel özellikler, değerlendirilen mikro yapılar içinde yararlı ve çok yönlü metotlarla zarar vermeden yapılmaktadır (Nagy 2001).

Yapılan birçok örnekte NDE (Non-Destructive Evaluation, Nicel Tahribatsız Muayene) farklı avantajlar sağlamaktadır. Bilinen tahribat testleri ile birlikte NDE teknikleri materyal testinin maliyetini azaltmak için kullanılabilir. Büyük, özel ve pahalı test numuneleri için daha az ihtiyaç gerekeceğinden dolayı yeni materyallerin ilerleyen ve hızlandırılan testleri, NDE teknolojiden faydalanmaktadır (Ataş 2000).

Ultrasonik yöntemin bu metotların en basit formundaki elastik dalga yayılımının temel kurallarını (izotropik, homojen, lineer, serbest yutulma, serbest dağılım, bağımsız sıcaklık, vb...) incelemek için genellikle ideal olduğu varsayılır. Ultrasonik NDE'de ise; daha karmaşık elastik özellikler (anizotropi, heterojen, lineer olmayan, yutulma, dağılım, bağlı sıcaklık, vb...) ile gerçek materyaller düşünülür (Nagy 2001).

Ultrasonik NDE'nin ilk amacı, ideal ortamda meydana gelen ultrasonik tepkide gözlemlenen sapmalardan dolayı araştırılan materyalin özelliklerini tespit etmek ve dalga-materyal etkileşimini anlamaktır.

Çizelge 2. Ultrases-madde etkileşim özellikleri ve incelemelerde ana konular (Nagy 2001).

Ultrasonik	Ultrasonik NDE	Dalga-Materyal Etkileşimi
(Elastik ortamda yüksek frekanslı dalga yayılımı.)	(Yayıma ortamı, kusurlu bir ortam veya gerçek bir materyaldir.)	(Kusurlarla etkileşiminden oluşan özel fiziksel olgular.)
izotropik	anizotropik tabakalanmalar kolon haline gelmiş tanecikler ostenik tanecikler kompozitler	anizotropik (yönelim) çift kırılım (polarizasyon) yarı-dalga yayılımı (üç dalga) faz ve grup yönleri artan gerginlik etkisi
homojen	homojen olmayan polikristal iki fazlı gözenekli kompozit	koherent olmayan saçılma gürültüsü attenuation dağılım (zayıf)
doğrusal lineer	doğrusal lineer olmayan öz (plastik) malzeme yorğunluğu	Harmonik üretim acousto-esneklik çatlak-kapama
attenuation-serbest	yutulma hava, su, viskoz temas maddesi polimerler büyük tanecikler gözeneklilik	absorpsiyon viskozite, gevşeklik ısı iletimi, saçılma elastik homojenlik eksikliği geometrik düzensizlik
serbest dağılıma	dağıtıcı öz (polimerler) geometrik (dalga kılavuzu)	gevşeme rezonans dalga ve grup hızı darbe deformasyonu, bozulumu
bağımsız sıcaklık	bağımlı sıcaklık doğrusal lineer olmayan artan gerginlik (kompozitler) faz dönüşümü (metaller) nem miktarı (polimerler)	hız değişimi ısıl genleşme
kusursuz	kusurlu çatlaklar, boşluklar kopuk bağlar, yapraklanmalar	yansıma, kırınım attenuation, hız değişimi saçılma, doğrusal lineer olmayan
ideal sınırlar düz, pürüzsüz kabaca sınırlandırılmış arayüzey	kusurlu sınırlar eğimli, kaba kayma, hafifçe dokunma, kısmi-yarı, arafaz	dalga yayılım şekli kırılma, kırınım saçılma
doğal dalga tipleri düzlem dalga küresel dalga harmonik	karişik dalga tipleri bir yüzey akustik dalga filtresinin cevabını değiştirme tekniği (genlik) odaklama (faz) empülsiyon, kısa süreli ses darbeleri	ışın yayılımı kırınım kaybı kenar dalga spektral distorsiyon

3. KOMPOZİT MALZEMELER

Metal, plastik ve seramik gruplarından iki veya daha fazla malzemenin uygun olan özelliklerini tek malzemedeki toplamak veya yeni bir özellik ortaya çıkarmak amacıyla makro düzeyde birleştirilmesiyle oluşturulan malzemelerdir. Doğadaki malzemelerden çoğu “kompozit” olarak adlandırılan bileşik yapıdaki maddelerden oluşur. Bu karışımın en önemli özelliği, kendini oluşturan maddelerin özelliklerinden daha üstün olması, matris takviyeli arayüzünün özelliklerinin ve mikro-yapısının (takviyenin morfolojisini ve kırılma hacmini içerir.) bileşimi meydana getiren öğelerin özellikleri tarafından belirlenmesi ve onların özelliklerinin bu bileşimi meydana getiren öğelerden belirgin bir şekilde farklı olmasıdır (Matthews and Rawlings 1994). Kompozit malzemeyi meydana getiren bileşenlerin her biri, kimyasal olarak birbirinden farklıdır ve birbirleri içinde çözünmezler.

Kompozit malzeme oluşturmanın temel amaçları;

- Rijitlik
- Kırılma tokluğu
- Yüksek sıcaklık özellikleri
- Elektrik iletkenliği
- Hafiflik-ağırlık
- Çekme dayanımı
- Aşınma dayanımı
- Yorulma dayanımı
- Korozyona dayanım
- Akustik iletkenlik
- Ekonomiklik
- Estetik görünüm
- Isı yalıtımı

Kompozit malzemelerin genel avantajları;

1. Farklı mekanik özellikler elde etmek için farklı katmanlardan ve farklı kombinasyonlarla kompozit malzeme inşa edilebilir.

2. Kompozit malzemeler kimyasallara, korozyona ve hava şartlarına dayanıklılık gösterir.
3. Karmaşık parçaların tek olarak üretilmesinden dolayı parça sayısının azalmasını sağlarlar. Böylece ara birleştirme detay ve parçaların azalmasıyla üretim süresi kısalmaktadır.
4. Standart-hafif/yüksek mukavemet özellikli malzemelere, daha hafif/daha yüksek mukavemet alternatifi getirmektedir.
5. Yüksek dayanıklılık/yoğunluk oranı
6. Yüksek modül/ağırlık oranı
7. Üretimlerindeki esneklik, iyi korozyon ve aşınma dirençleri, uzun yorulma ömürleri ve düşük ısı iletkenlikleri ile birçok uygulama alanında geleneksel malzemelere oranla üstünlük sağlamaktadırlar.

Kompozit malzemelerin dezavantajları;

1. Hammaddenin pahalı olması
2. Lamine edilmiş kompozitlerin özellikleri her zaman ideal değildir, kalınlık yönünden düşük dayanıklılık ve katlar arası düşük kesime dayanıklılık özelliği bulunmaktadır.
3. Malzemenin kalitesi, üretim yöntemlerinin kalitesine bağlıdır.
4. Kompozitler kırılğan (gevrek) malzeme olmalarından dolayı kolaylıkla zarar görürler ve onarılmaları durumunda yeni problemler yaratabilirler.

3.1. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması

Kompozit malzemeler kullanılan matriks malzemesine göre üç ana sınıfa ayrılmaktadır.

1. Polimer Matriksli Kompozit Malzemeler
2. Seramik Matriksli Kompozit Malzemeler
3. Metal Matriksli Kompozit (MMK) Malzemeler

3.2. Metal Matriksli Kompozitler

Materyallerin bir grubunu oluşturan metal matriksli kompozitler (MMK), seramik parçacıklar veya lifler tarafından takviye edilmiş metal alaşımlar gibi oluşturulan yeni materyallerin geniş bir sınıfıdır. Aralıklı olarak takviyelerle güçlendirilen MMK'lerin tamamı hem tanecikleri hem de lifleri kapsar (Ataş 2000). Metal matriksli kompozitler genelde iki bileşenden meydana gelirler. Metal matriksli kompozitlerde matriks malzemesi olarak Al, Mg, Ti kullanılır. Her durumda matriks bir metal veya metal alaşımıdır. Takviye malzemesi olarak seramikler, partikül, levhacık veya elyaf şeklinde kullanılır. Genel olarak takviye malzemesi, metaller arası bileşik bir oksit, bir karbür veya bir nitrittir.

Metal matriksli kompozitler (MMK) elastik modüle, yüksek çekme, basma ve kayma mukavemetine, yüksek sıcaklığa dayanabilme özelliğine sahiptirler. Toz metalurjisi yöntemiyle elde edilen yapının mekanik özellikleri daha iyidir. Tek taştan yapılmış malzemelerle kıyaslanan metal matris kompozitlerinin önemli avantajları vardır: daha yüksek mukavemet yoğunluğu ve sertlik oranları, daha çok aşınma direnci. Matriks ve takviye malzemesi arasındaki ara yüzün doğal olması, MMK için önemlidir ve birçok özelliklerini etkileyebilir. Genellikle artırılan mekanik özellikler için kuvvetli bir bağ tercih edilir (Trojanova et al. 2004). Metal matriksli kompozitler, seramik takviyeliler ile birleştirilmiş metal matris tarafından üretilir ve yüksek özel modül, yüksek uzunluk, düşük ısı, elektriksel iletkenlik ve sıcaklık değişimine karşı daha az duyarlılık gösterme gibi mekaniksel ve fiziksel özellikleri arttırmaktadır.

Metal matriksli kompozitler 1940 yıllarında var olurken kullanımları yaygın olmadığından 1980 yılının ortasında liflerin düşük bir maliyetle elde edilmesi ve kullanımının geliştirilmesiyle ortaya çıkmıştır. Yapılan incelemeler sonucunda ultrasonik tekniklerin MMK'lerin özelliklerini, yapısını sınamak için kullanılması gereken ortak bir yol olduğu gösterildi. Bu konu üzerinde ilk yapılan çalışmalardan biri de Schramm ve Daniel tarafından NDE teknikleriyle kusurların hassasiyetinin ayrıntılı bir şekilde incelenmesi çalışmasıydı (1982). Amaçları ZE41A tipli bir magnezyum alaşımında alümina liflerinden yapılan MMK içindeki bilinen kusurları ortaya

çıkarmaktı (Rosset 2003).

Son yıllarda teknolojinin hızla ilerlemesiyle havacılık, uzay ve otomotiv endüstrilerinde ve diğer alanlarda ileri mühendislik malzemeleri için kullanılmak üzere hafif aynı zamanda üstün özelliklere sahip yeni malzemelere ihtiyaç hızla artmıştır (Tang et al. 2003).

Uzay, havacılık ve otomotiv endüstrilerinde kullanılan malzemeler yüksek sıcaklık, sürtünme ve yüksek gerilimlere maruz kalmaktadır. Bu gibi malzemelere duyulan ihtiyaç metal matriksli kompozit malzeme üretiminin önemini bir defa daha ortaya koymuş ve farklı teknik ve metot kullanılarak bu konudaki araştırmalara yön vermişlerdir.

3.3. Numune Hazırlama Yöntemleri

Son zamanlarda malzemelerin kaplanması büyük bir öneme sahiptir. Teknolojinin hızla ilerlemesiyle havacılık, uzay ve otomotiv endüstrilerinde ve diğer alanlarda kaplama yöntemlerinin kullanımları hızla gelişmekte ve artmaktadır. Bunun sebebi ise; hafif aynı zamanda üstün özelliklere sahip yeni malzemelere ihtiyacın hızla artması, kullanım rahatlığı ile her türlü ortama uyum sağlaması, dayanıklı olmasıyla üretim maliyetinin düşük olması gibi sebepleri sıralayabiliriz. Seramik tabanlı kompozit malzemeler klasik toz metalürjisi yönteminde metal tozları ile karıştırılarak bir seramik-metal kompozit yapısı oluşturulabileceği gibi, kullanılacak olan seramik tozlarının metal tozu ile kaplanması şeklinde de metal-seramik kompozit yapılar oluşturulabilir. Endüstriyel uygulamada önem kazanmış metal kaplama yöntemleri belli başlı dört grup altında toplanabilir.

a) Fiziksel Metotlar

- Sıcak daldırma
- Yayınma ile kaplama
- Vakum kaplama
- Katodik saçınım
- İyon kaplama

- İyon aşılama
- b) Mekanik Metotlar
 - Metal giydirmeye (cladding)
 - Sıcak püskürtme
- c) Kimyasal Metotlar
 - Yüksek sıcaklıkta uygulanan metotlar
 - Değişimle
 - Kimyasal indirgeme ile
 - Isıl ayrışım ile
 - Düşük sıcaklık metotları
 - Kimyasal indirgeme
 - Sementasyon
 - Akımsız Kaplama
- d) Elektrokimyasal Metotlar
 - Elektrokaplama(elektrokimyasal kaplama)

3.4. Elektrik Akımsız (Electroless) Kaplama

Electroless kaplama terimi ilk olarak, elektrik akımı yardımı olmaksızın nikel ve kobalt gibi değişik birçok alaşımların metalik substratı kaplamasıyla oluşturulan bir metodu tanımlaması için Brenner ve Riddell tarafından uygulandı. 1844 yılında Wurtz hipofosfat anyonu ile azaltılmış nikel katyonunu gözlemledi ve sadece siyah toz elde etti. İlk nikel fosfor alaşımlarının parlak metalik tortuları 1911 yılında Breteau tarafından elde edildi. 1916'da Roux açıkça ilk elektrik akımsız nikel kaplama banyosunu yayımladı. Bununla birlikte, bu banyolarda nikelin kendiliğinden ayrıştığını ve bir yüzeyde çökelti oluşturduğunu gözlemledi (Mallory and Hajdu 1990).

Surender ve arkadaşları (2004) yapmış oldukları çalışmada elektroliz yoluyla nikel (Ni) kaplanmış tungsten karbür (WC) kompozitlerinin elektro-kimyasal davranışlarını incelemişlerdir. Çalışmalarında elektrolitik olarak Ni parçacıklarının WC parçacıkları üzerine düzenli bir dağılım sergilediğini ve incelemelerinde farklı banyo sıcaklıklarının etkilerini tespit etmişlerdir. 50-60°C de $0,2 \text{ A/cm}^2$ Ni parçacıklarının yaklaşık tane

boyutunu hesaplamışlardır. Kullandıkları banyo ve pH'ın önemli rol oynadığı bu çalışmada da belirtilmiştir (Surender et al. 2004).

Sharma ve arkadaşları (1998) magnezyum (Mg) alaşımlarını Ni kaplayarak malzemeye uygulanan ısıtıl işlem sonrası malzemenin özelliklerini incelemişlerdir. Örneğin ısıtıl işlem öncesi mikro sertliklerin 760-785 HV arasındayken, 230°C de 2 saatlik ısıtıl işlem sonrası bu sertliklerin 55-65 HV arttığını bulmuşlardır. Ancak çalışmalarında kullanmış oldukları banyodan dolayı pür Ni yerine Ni₃P şeklinde olduğunu belirtmişlerdir (Sharma et al. 1998).

Chen ve arkadaşlarının (2003) yaptıkları çalışmada küçük silisyum karbür (SiC) tozlarına elektrik akımsız (electroless) Ni kaplama yöntemini uygulamışlardır. EDS (Energy dispersive spectrometry) ile yapılan çalışmada nano boyuttaki SiC partiküllerinin davranışlarında elektrik akımsız Ni kaplamanın önemli bir etkisinin olduğu görülmüştür. Elektrik akımsız Ni kaplama sonucunda küçük karbürlerin TEM (transmission electron microscopy)'de atomik yapıları incelenmiştir. Kaplanmış SiC partiküllerinin çok sıkı olduğu görülmüştür (Chen et al. 2003).

Kretz ve arkadaşları (2004) çalışmalarında alüminyum matrisli kompozitler için SiC partiküllerinin üzerine nikelin electroless deposition kaplanmasını çalışmışlardır. Çalışmada üç farklı SiC kullanılmıştır. Kaplama işlemine SiC partiküllerinin ilave edilmesinin aşınmayı azalttığı görülmüştür. Partikül dağılımına bakıldığında yeniden güçlendirilmiş kompozitlerin kaplanmış ve kaplanmamış arasında önemli bir fark olmadığı görülmüştür (Kretz et al. 2004). Yapılan birçok çalışmada araştırmacılar bu tekniği geliştirerek çeşitli kullanım alanları bulmuşlardır.

Elektrik akımsız nikel kaplama, (i) alaşım kaplamalar, (ii) kompozit kaplamalar ve (iii) metalik kaplamalar olmak üzere üç kısma ayrılır. Kontrol edilen kimyasal indirgenme reaksiyonu ile elektrik akımsız kaplama kimyası, yüzey mühendisliği, metal bitirme gibi önde olan gelişme alanlarının biri olarak ortaya çıkar. Elektrik akımsız nikel kaplama (EN) giderek daha çok kullanılıyor olduğu için benzersiz fizikokimyasal ve mekaniksel özelliklere sahiptir. Kullanılabilir olmasını sağlayan özelliklerinden bazıları;

- Homojenlik ($\pm 2,5\mu\text{m}$)
- Mükemmel bir korozyon direnci
- Aşınma ve aşındırma direnci
- Lehimlenebilme özelliği
- Yüksek sertlik derecesi
- Amorf, mikrokristal çökelti (birikinti)
- Yüksek yansıtma katsayısı
- Düşük katsayılı sürtünme
- Özdirenç
- Manyetik özellikler

Elektrik akımsız (electroless) kaplamasının birçok uygulamasında aşınma ve korozyon direnci temel alınır. Buna rağmen parlaklık (ışıldama) gibi özellik, savunma ve uzay uygulamalarında büyük bir potansiyele sahiptir (Agarwala 2003). Çizelge 3'te yapılan çalışmaların özellikleri rapor edilmiştir. Çalışmamızda kullandığımız WC-Ni, WC-Fe-Ni, SiC-Fe-Ni ve B₄C-Al-Ni kaplamalarının özellikleri Çizelge 3'te bulunmasa da farklı kimyasallarla yapılan kaplamaların mikro yapısal özellikleri hakkında bilgi vermektedir ve yapılacak olan çalışmalara başka yönde bir katkı sağlayarak uygulama alanları arttırılabilir. Bu durumda fizik alanında ve malzeme biliminde yeni gelişmelere ve araştırmalara yol açabilir.

Elektrik akımsız nikel kaplama (EN) hiç şüphesiz günümüzde kullanılan en önemli katalitik kaplama sürecidir. EN kaplamanın kimyasal ve fiziksel özellikleri sırasıyla onun bileşimine ve EN kaplama banyosunun çalışma koşulları ve formüleştirmesine bağlıdır (Mallory and Hajdu 1990). Kısacası, Electroless kaplama, aynı elektrotta eş zamanlı bir şekilde meydana gelen iki veya daha çok tepkimenin mükemmel bir örneğidir (Bindra et al. 1984).

Çizelge 3. Elektrik akımsız nikel temel alınarak yapılan kaplamalar ve çalışma için düşünülen uygun özellikler (Agarwala 2003).

Özellik	Sistem												
	Ni-P	Ni-B	Ni-P-B	Ni-P-Al ₂ O ₃	Ni-P-SiC	Ni-P-MoS ₂	Ni-P-C	Fe-Ni-P	Ni-P-Si ₃ N ₄	Ni-W-P	Ni-Sn-P	Ni-P-B -Others	Ni-PiTFE
Yapı (*)	•	•					•					•	
Yapı (#)	•	•			•		•					•	
Mikrosertlik	•	•	•	•	•					•	•		•
Aşınma	•	•			•	•	•						•
Kaplama oranı	•	•											
Morfoloji	•	•	•	•	•		•						•
Yumuşaklık	•			•	•								•
Korozyon direnci	•			•				•				•	
Manyetik özellik	•							•					
Gözeneklilik	•				•								
Yapışma	•				•								
Özdirenc	•						•	•					
Kazıma direnci	•				•								
Çekme mukavemeti	•												
Sıcaklık sabitesi	•												
Yorulma mukavemeti	•												
Lehimlenebilme	•									•			
İşlenebilme	•												
Islanabilirlik	•									•			
Düzensizlik	•												
Parlaklık												•	

Farklı araştırmacılar tarafından çalışma altındaki özellikler • işareti ile gösterildi. (*) kaplanmış olanı ve (#) ısıtılmış çökeltileri gösterir.

4. MATERYAL ve METOT

4.1. Numuneler

Seramik-metal kompozitler, tungsten karbür tozlarıyla birlikte kullanılan nikel ile elde edildi. Hazırlanan kompozit malzemeler elektrik akımsız nikel kaplama yöntemiyle ve toz karışımı yöntemi ile hazırlandı. Bu yöntemlerde başarılı bir bileşim; değişik faktörleri içeren parçacığın katalitik hareketsizliğine, parçacık yüküne, electroless banyo bileşimine, banyoda reaksiyona girme kabiliyetine, metalik matris ile parçacıkların uyumuna, kaplama hızına ve parçacık boyutu dağılımına bağlıdır. Kaliteli bir nikel kaplama için elektrik akımsız nikel kaplama çözeltisinin öğeleri;

- Nikel iyonlarının kaynağı
- İndirgeyici etmeni
- Uygun bileşik etmenleri
- Dengeleyiciler/ Engelleyciler
- Enerji

Bu çalışmada, numuneler iki kısımda incelenmiştir.

- 1) Kaplamalı-Kaplamasız karşılaştırılması için yapılan numuneler
- 2) Karbürlü bileşiklerin karşılaştırılması için yapılan numuneler

Birinci kısımda kaplamalı numunelerin hazırlanması için elektrik akımsız nikel kaplama yöntemi ve kaplamasız numunelerin hazırlanması için ise toz karışımı yöntemi kullanıldı.

1) Kaplamalı- Kaplamasız karşılaştırılması için yapılan numunelerin hazırlanması

Bu desteklenen numuneler, Afyon Kocatepe Üniversitesi Bilimsel Araştırma Proje Kurulu tarafından 06.FENED.11 nolu proje kapsamında hazırlanmıştır. Kaplama için nikel, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Nikel klorür)'den elde edilmiştir. Yaklaşık olarak 1 gr nikel elde etmek için 4 gr nikel klorür ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) gerekmektedir. Tungsten karbür %70 oranında ve kaplamadan gelecek olan Nikel oranı da %30 olarak alınmıştır.

Hazırlanacak olan numuneler için kimyasal bileşikler ve alınan oranlar Çizelge 4'te verilmiştir.

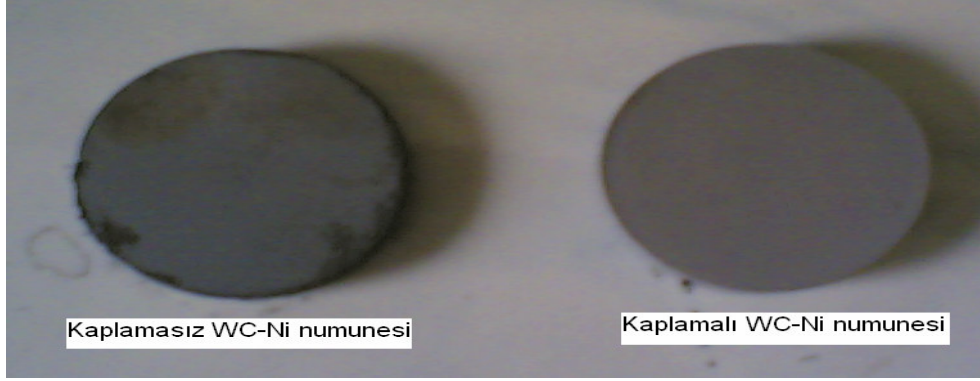
Çizelge 4. WC tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları.

Bileşik	Kütle (gr)
Tungsten Karbür (WC)	21
NiCl ₂ .6H ₂ O (Nickel chloride)	36
Hydrazine Hydrate (N ₂ H ₄ .H ₂ O)	30
Saf Su	70
Sıcaklık (°C)	95 °C
pH Değeri	9

Çizelge 4'te verilen tungsten karbür (WC), Nikel klorür (NiCl₂.6H₂O), Hydrazine Hydrate (N₂H₄. H₂O), saf su, 800 ml'lik bir behere ilk önce 36 gr nikel klorür koyulup üzerine 70 ml Hydrazine hydrate +saf su karışımı ilave edildi ve ortama ısı verilerek nikel klorürün erimesi sağlandı. Daha sonra 21 gr (WC) tungsten karbür tozu ilave edilip, karıştırıldı. Yaklaşık olarak 5-10 dk bekledikten sonra banyo sıcaklığı 95°C'ye ulaştığında pH'ı 9 olarak ayarlamak için amonyak ilave edilip, reaksiyonun hızlanması ve kaplamanın gerçekleşmesi sağlandı. 25 dk sonra geriye kalan 30ml Hydrazine Hydrate +saf su karışımı eklendi. Ayrıca tepkime olasıya kadar belirli aralıklarla amonyak ilave edilip, reaksiyonun tamamlanması sağlandı. Yaklaşık 1 saat sonra reaksiyon tamamlanarak kaplanmış olan tozlar alındı. Birkaç defa saf su ile daha sonrada aseton ile ve tekrar saf su ile filtreden geçirilerek yıkandı. Yıkandıktan sonra kurutma fırınında kurutuldu. Aynı işlemler uygulanarak 4 numune için toz karışımı hazırlandı. Oluşturulan bu tozlar 30 mm çapındaki silindir biçimli kalıplarda ve 360 bar basınçla preslendi. Hazırlanan tozlar 1000°C, 1100°C, 1200°C ve 1300°C sıcaklıklarda tüp fırında argon gazı altında sinterlendi.

Kaplamasız olarak hazırlanacak numunelerin toz karışımı ise %70 oranında tungsten karbür (WC) tozu 35gr ve %30 oranında saf nikel tozu 15gr alınıp, birlikte homojen bir şekilde karıştırılarak toz karışımı elde edildi. Kaplama yapılmadan bu şekilde 4 numune hazırlandı. Kaplamalı tozlar gibi bu tozlarda 30mm çapındaki silindir biçimli kalıplarda, 400 bar basınçla preslendi ve aynı sıcaklıklarda sinterlendiler.

Oluşturulan numunelerden kaplamalı WC-Ni numunesinin bütün bu işlemlerden sonra dokunulduğunda gayet sert olduğu, herhangi bir dağılma, kırılma ya da çatlamanın olmadığı görülmüştür. Kaplamasız WC-Ni numunesinde ise, sinterlenmeden önce çok dikkatli davranılması gerektiği aksi takdirde dağılacağı görülmüştür (Şekil 6).



Şekil 6. Elektrik akımsız nikel kaplama yöntemiyle hazırlanmış WC-Ni kompozit numunesi ve homojen bir şekilde karıştırılarak hazırlanmış WC-Ni kompozit numunesinin görüntüsü.

2) Karbürlü bileşiklerin karşılaştırılması için yapılan numunelerin hazırlanması

Bu kısımda kullanılan numuneler Öğr. Grv. Ahmet Yönetken'in Doktora tezi için Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Bölümü Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL tarafından yönetilen 106T744 numaralı Tübitak Araştırma Projesi kapsamında hazırlanmıştır. Bu çalışmada oluşturulacak olan seramik-metal kompozit numunelerde karbür ana malzeme olarak seçilmiş ve endüstride önemli kullanım alanı bulunan tungsten karbür (WC) ve silisyum karbür (SiC) ile yeni gelişen bir malzeme olan bor karbür (B_4C) numunelerin seramik tabanını oluşturacak olup nikel tabanlı (AlN veya Ni_3Al gibi) metal tozları ile beraber kullanılarak numuneler oluşturuldu. Kaplamada nikel elde edebilmek için yine $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ (Nikel klorür) kullanıldı. WC+Fe+Ni kompozit numunesinde %35 WC, % 35 Fe, %30 Ni kullanılmıştır. Hazırlanacak olan numuneler için kimyasal bileşikler ve alınan oranlar Çizelge 5'te verilmiştir. SiC+Fe+Ni kompozit numunesinde %20 SiC, %50 Fe, %30 Ni kullanılmıştır. Bu kompozit numuneler için kullanılan kimyasal bileşikler ve alınan oranlar Çizelge 6'da verilmiştir. $B_4C+Al+Ni$ kompozit numunesinde ise %60 B_4C , %10

Al ve %30 Ni kullanılmıştır. Kullanılan kimyasal bileşikler ve alınan oranlar Çizelge 7’de verilmiştir.

Çizelge 5. WC-Fe-Ni tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları.

Bileşik	Kütle (gr)
Tungsten Karbür (WC)	10,5
Demir (Fe)	10,5
NiCl ₂ .6H ₂ O (Nickel chloride)	9
Hydrazine Hydrate (N ₂ H ₄ .H ₂ O)	30
Saf Su	70
Sıcaklık (°C)	95 °C
pH Değeri	9

Çizelge 6. SiC-Fe-Ni tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları.

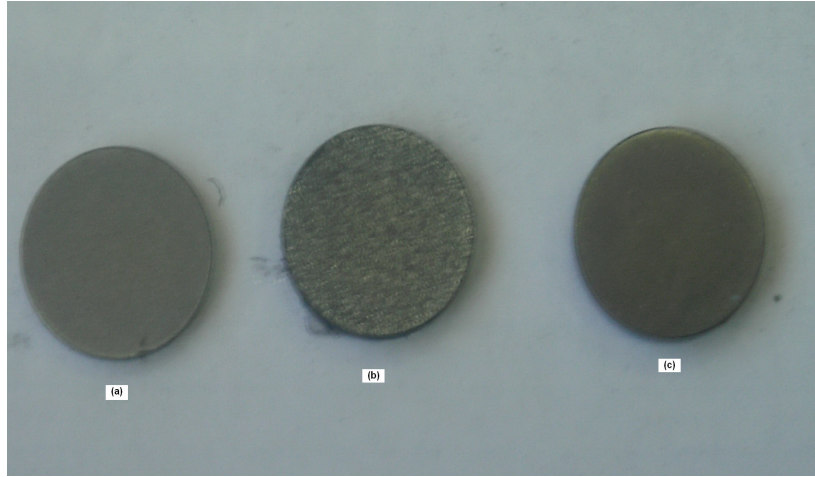
Bileşik	Kütle (gr)
Silisyum Karbür (SiC)	6
Demir (Fe)	15
NiCl ₂ .6H ₂ O (Nickel chloride)	9
Hydrazine Hydrate (N ₂ H ₄ .H ₂ O)	30
Saf Su	70
Sıcaklık (°C)	95 °C
pH Değeri	9

Çizelge 7. B₄C-Al-Ni tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları.

Bileşik	Kütle (gr)
Bor Karbür (B ₄ C)	18
Alüminyum (Al)	3
NiCl ₂ .6H ₂ O (Nickel chloride)	9
Hydrazine Hydrate (N ₂ H ₄ .H ₂ O)	30
Saf Su	70
Sıcaklık (°C)	95 °C
pH Değeri	9

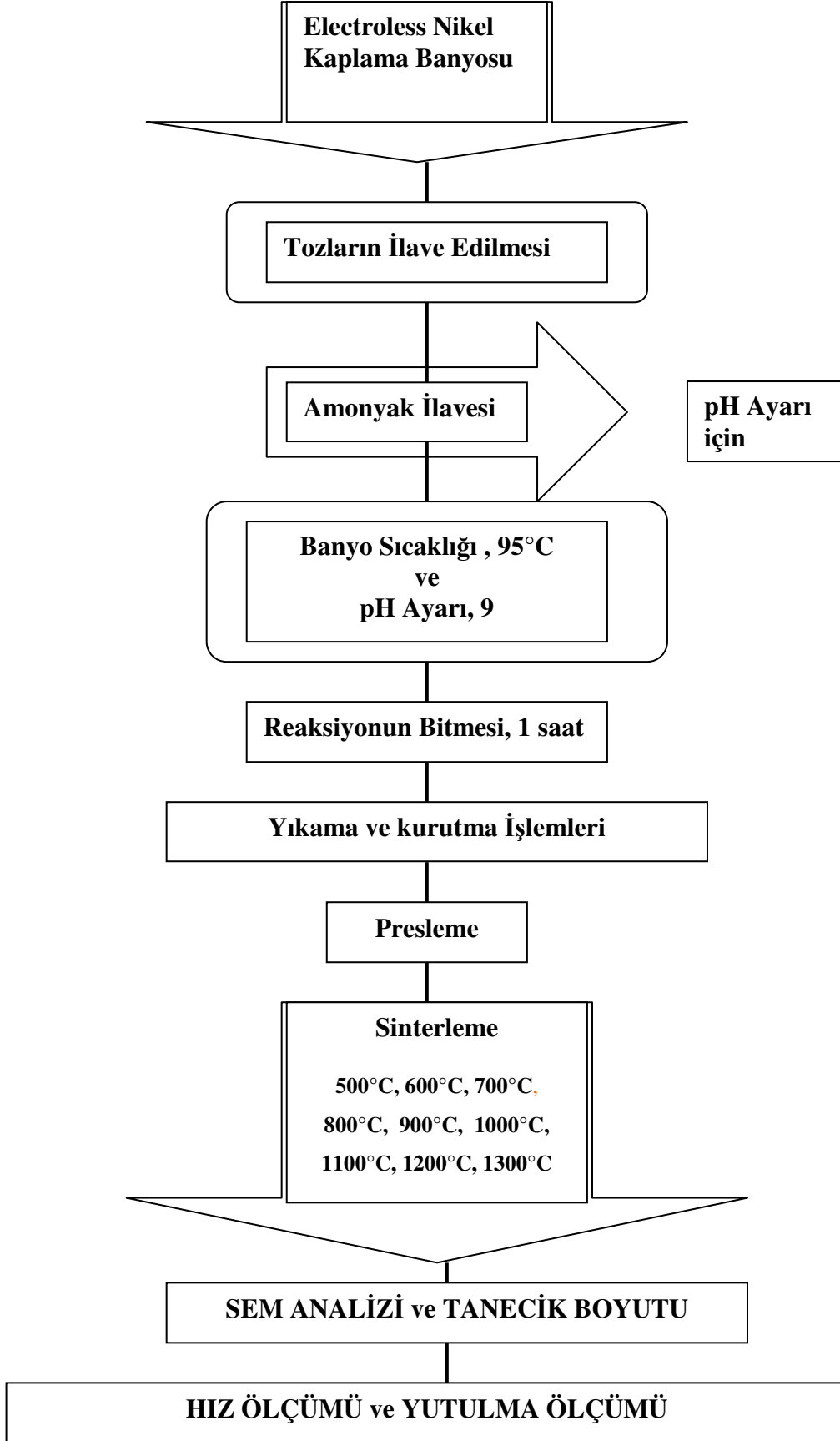
Bu oranlar kullanılarak, her biri için ayrı ayrı Kaplamalı-Kaplamasız karşılaştırılması için yapılan numunelerin hazırlanmasında olduğu gibi elektrik akımsız nikel kaplama

banyosu kullanılmış ve aynı işlem sırası ile yapılmıştır. Oluşturulan bu tozlar 15mm çapındaki silindir biçimli kalıplarda ve 300 bar basınçla preslenmiştir. Hazırlanan WC-Fe-Ni tozları 600°C, 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C ve 1100°C sıcaklıklarda tüp fırında argon gazı altında sinterlenmiştir. SiC-Fe-Ni tozları 600°C, 800°C, 1000°C ve 1100°C sıcaklıklarda sinterlenmiştir. B₄C-Al-Ni tozları ise 500°C, 600°C, 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C ve 1200°C sıcaklıklarda sinterlenmiştir.



Şekil 7. Elektrik akımsız nikel kaplama yöntemiyle hazırlanmış a) SiC-Fe-Ni kompozit numunesi b) B₄C-Al-Ni kompozit numunesi c) WC-Fe-Ni kompozit numunesi görüntüsü.

Kaplamalar yapıldıktan sonra karbürlü bileşiklerde gözle görünen farklar ise; WC-Fe-Ni bileşiğinin diğerlerine göre daha sağlam ve sert olduğu gözlemlenmiştir. En zayıf sertliğe ve kırılğan bir yapıya ise B₄C-Al-Ni bileşiğinin sahip olduğu görülmektedir. Sinterlendikten önce ve sonra ölçülen çap ve kalınlıklarında ise azalmalar olduğu da tespit edilmiştir. Çok az veya normal bir basınç altında tozların belirli bir sıcaklıkta sinterlenmeleriyle meydana gelen kendini çekme de normaldir. Aksine, çok yüksek basınçlar altında preslenen cisimler kendileri çekmedikleri gibi, bir hacim büyümesi de gösterdikleri bilinmektedir.



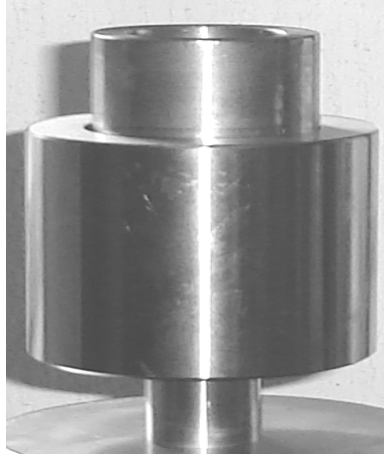
Şekil 8. Deney akış şeması

Presleme işlemi;

Kaplamalı-Kaplamasız karşılaştırılması için ve Karbürlü bileşiklerin karşılaştırılması için hazırlanan tozlar özel olarak hazırlanmış çelik kalıp içersinde basınç etkisiyle kompakt bir hale getirilir. Bu işlem için genellikle hidrolik, mekanik veya pnömatik presler kullanılmaktadır. Uygulamaların çoğunluğunda, toz karışımı yerçekimi etkisiyle kalıbı doldurur, fazla kısımlar alınır ve tozu sıkıştırmak için pres kapatılır. Daha sonra hidrolik pres kolu kaldırılıp üzerine çelik halka konulup, pres kolu yavaş yavaş indirilmeye başlanır ve istenilen numune elde edilir. Sıkıştırma işlemi ile tanecikler arası bağ ve mukavemet artar, gözeneklilik azalır. Bu çalışmada 24gr'lık oluşturulan kaplamalı ve kaplamasız WC-Ni tozları 30mm çapındaki silindir biçimli çelik kalıp içine yerleştirilir ve kaplamalı tozlar 360 bar ~ 6 tonluk bir basınçla, kaplamasız tozlar ise 400 bar ~8 tonluk bir basınçla preslendi. Aynı şekilde 2-2,5 gr'lık oluşturulan kaplamalı WC-Fe-Ni, SiC-Fe-Ni ve B₄C-Al-Ni tozları 15mm çapındaki silindir biçimli çelik kalıba koyuldu ve 300 bar basınçla preslendi. Farklı basınçlarda preslenmelerinin sebebi ise kaplama sonucu elde edilen numunelerin tanecik boyutlarının büyük olması bu sebepten dolayı gözenekliliğin az olması, mukavemetinin daha çok olması ve tanecikler arası daha kuvvetli bir bağa sahip olmasından dolayı büyük numuneler için 360 bar, küçük numuneler için ise 300 bar basılması yeterliydi ama kaplamasız numuneler ince, küçük tanecikli olduğu için, homojen karışimli ve tanecikler arası sıkı bir bağ olmadığından dolayı daha yüksek bir basınç gerekliydi. Bu yüzden 400 barda basıldı.



Şekil 9. Hidrolik pres makinesi



Şekil 10. Çalışmada kullanılan silindirik biçimli çelik kalıp.

Sinterleme işlemi;

Her iki şekilde hazırlanan kaplamalı tungsten karbür-nikel tozları ve kaplamasız tungsten karbür-nikel tozları, tungsten karbür-demir-nikel tozları, silisyum karbür-demir-nikel tozları ve bor karbür-alüminyum-nikel tozları argon gazı atmosferinde Şekil 11'deki tüp fırında farklı sıcaklıklarda sinterlendiler. Oda sıcaklığında başlatılan sinterleme işlemi olurken sıcaklık artışı yaklaşık olarak dakikada 10°C 'dir. İstenilen sıcaklık değerine çıkıp, 2 saat beklendikten sonra kapatılıp, soğumaya bırakıldı. Sinterleme sırasında sıcaklık artışının yavaş olması tercih edilir; çünkü sıcaklıkla numune içinde bazı değişimler olacaktır. Olabilecek herhangi bir reaksiyonun yavaş ve güvenilir bir şekilde gerçekleşmesi için, çatlama, kırılma, dağılma vb. olmaması için ve sinterlemenin düzgün olması için tercih edilir.

Sinterleme sıcaklığı gibi, sinterleme müddeti de kullanılan malzemeye göre değişir. Sert alaşımlar ve mıknatıs alaşımlarında olduğu gibi birçok hallerde de birkaç saat süren bir sinterleme işlemi vardır. Sinterleme zamanı ve sıcaklığı arasında basit bir bağıntı vardır. Sinterleme sıcaklığı yükseldikçe sinterleme zamanı kısalır; aksine olarak alçak bir sinterleme sıcaklığı sinterleme zamanının uzamasına sebep olur.



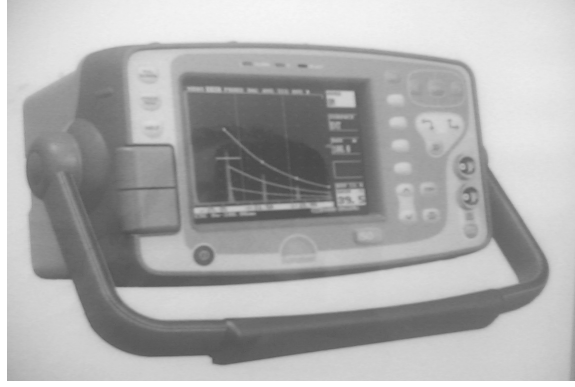
Şekil 11. Argon gazı atmosferinde sinterleme işlemi için kullanılan tüp fırın.

4.2. Ultrases Ölçüm Sistemi

Hız ve yutulma ölçümleri Ultrasonik Puls-Eko yöntemiyle A-Scan görüntüsündeki ön ve arka yüzeylerden alınan yansıma pikleri ile elde edildi. A-Scan ekranında yatay skala malzeme kalınlığı cinsinden zamanı, düşey skalada yankı genliklerini gösterir. Ayrıca A-Scan ekranı klasik hata dedektörlerinde en çok kullanılan görüntüleme şekli olup, bu yöntemle hatanın yerini, tipini ve boyutunu analiz etmek mümkündür. Ultrases kullanılarak malzeme karakterizasyonu çalışmalarında numunelerin boyutlarının belirlenmesi, numune yüzey genişliğinin belirlenmesi, numune kalınlığı ve numune yüzeyinin pürüzsüzlüğü dikkat edilmesi gereken önemli unsurlardandır. Ultrases ölçümlerinde numunenin çok kalın veya çok ince olması istenmeyen bir durumdur. Ayrıca numune yüzeyinin yeterince geniş olmaması durumunda elde edilecek olan spektrumda aynı ölçüde istenmeyen ve bilinmeyen pikler bulunacağından bu özellikler dikkate alınarak numuneleri hazırladık. Kaplamalı-Kaplamasız karşılaştırılması için yapılan WC-Ni numunelerinin ve Karbürlü bileşiklerin karşılaştırılması için yapılan WC-Fe-Ni, SiC-Fe-Ni ve B₄C-Al-Ni numunelerinin kalınlıkları dijital kumpas ile ölçüldü.

Numunelerin hız ve yutulma ölçümleri Şekil 12’de kullanılan Sonatest Sitescan 150

model ultrases dalgası akış dedektörü ile yapıldı. Ultrases dalgası hız ve yutulma ölçümleri için 2 MHz ve 4 MHz alıcı/verici probalar (Sonatest SLH2-10 ve Sonatest SLH4-10) kullanıldı.



Şekil 12. Sonatest Sitescan 150 model ultrases dalgası akış dedektörü.

Proplarla numune arasında bir kuplaj sıvısı olarak Sonatest sonagel-W sıvı jeli kullanıldı. Daha sonra alıcı/verici transducer ile numuneye gönderilen ultrases dalgasının görüntüsü Şekil 13'te A-Scan ekranındaki ön cidar yansıma, arka cidar yansıma pikleri ve yankıları pikleri ile elde edilmiştir.

Transducer'ların numuneden olan yükseklikleri değiştirilerek spektrumda en keskin pik elde edilinceye kadar denendi. Ultrases akış dedektöründe kalınlık ölçümü yazılıp, kalibrasyon kabul edilir ve ekranda numunenin ultrases hızı okunur.

Numune kalınlığı, aslında attenuation (yutulma) ölçümleri için dikkat edilmesi gereken önemli bir unsurdur. Yutulma ölçümlerinin yapılabilmesi için arka yüzeyden gelen en az iki yansıma pikinin ölçülebilmesi gerekir. Bu yüzden eğer numune çok kalın olursa ultrases dalgası katı içindeki yutulmadan dolayı ölçülmesi gereken ikinci arka yüzey yansımasının spektrumda gözlenmesi zorlaşacaktır. Eğer numune çok ince olursa ultrases dalgası materyal ile çok az etkileşeceğinden genliklerinde ölçülmesi gereken yutulma tam olarak belirlenemeyecektir.

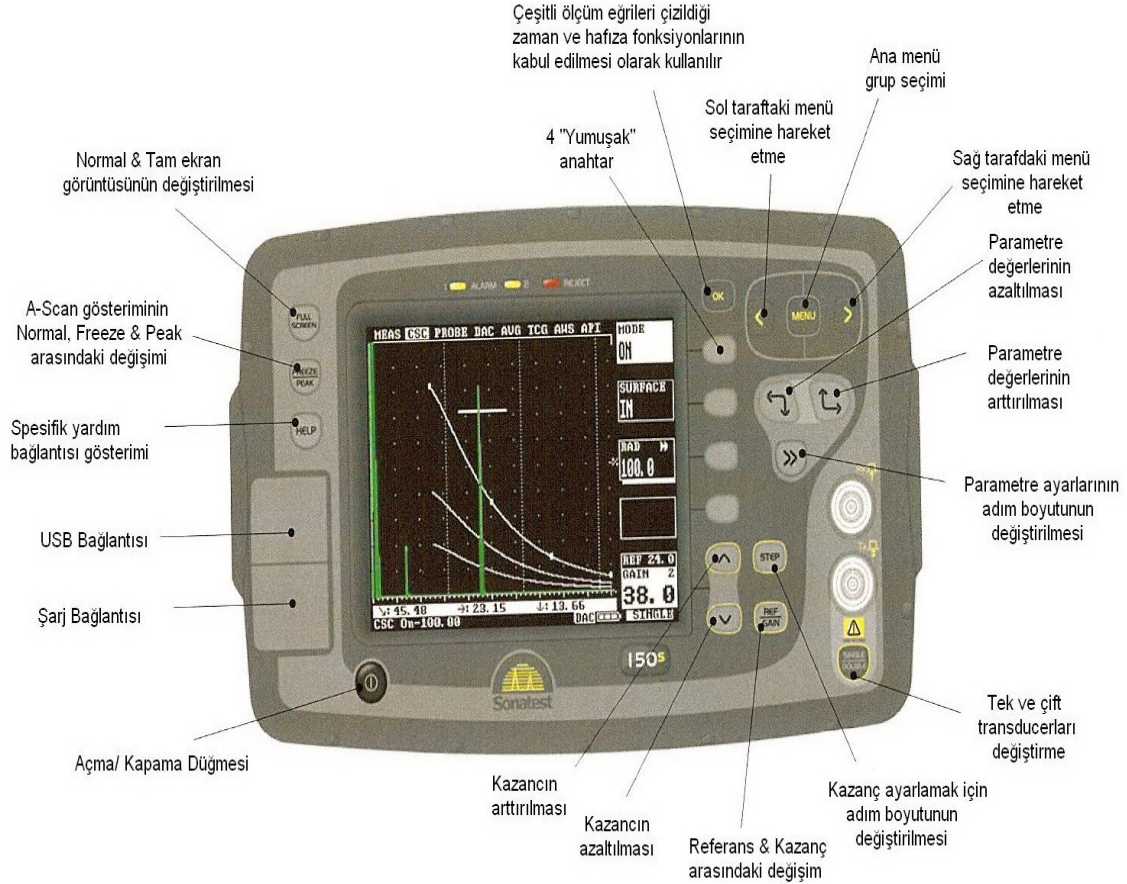


Şekil 13. Numuneden alınan yansıma piklerinin görüntüsü.

Attenuation ölçümleri ise Şekil 13'te elde edilen yansıma pikleri ile elde edilen genlikler kullanıldı. Ardışık yansıyan iki ultrases dalgasının genliklerinin oranı ile attenuation katsayısı hesaplandı. Bu teknikte yutulma katsayısı;

$$\alpha = \frac{1}{d} 20 \log \frac{A_1}{A_2} \quad (16)$$

denklemleri ile hesaplandı. Ayrıca Şekil 14'te Sonatest Sitescan 150 model ultrases dalgası akış dedektörü cihazının kullanım şeması verilmiştir.

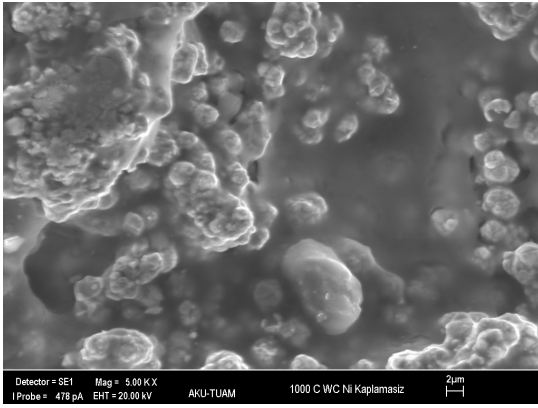


Şekil 14. Sonatest Sitescan 150 akış dedektörü cihazının kullanım şeması.

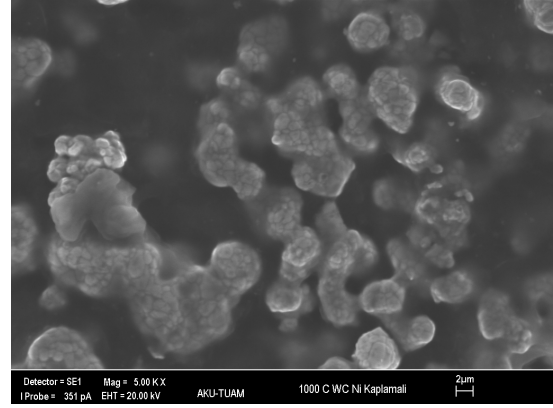
5. SONUÇLAR

5.1. Kaplamalı-Kaplamasız Karşılaştırılması İçin Yapılan Numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDX Analizleri

Numuneler oluşturulup sinterlendikten sonra fiziksel özelliklerinin tayini için, SEM, EDX analizleri yapılmıştır. SEM ve EDX analizleri ile yapılan kaplamanın gerçekleşip gerçekleşmediği tespit edilmiştir. Kaplamalı-Kaplamasız karşılaştırılması için hazırlanan ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen WC-Ni numunelerinin SEM görüntüleri ve EDX analizleri verilmiştir.

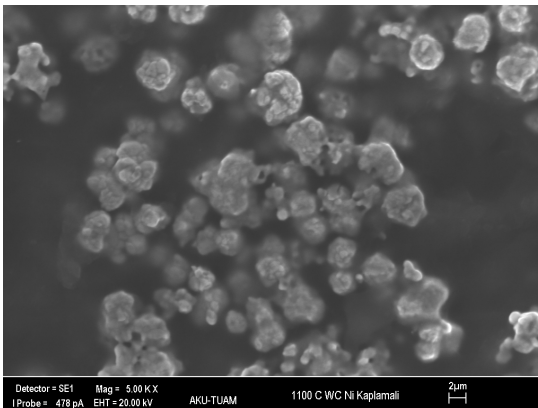


(a)

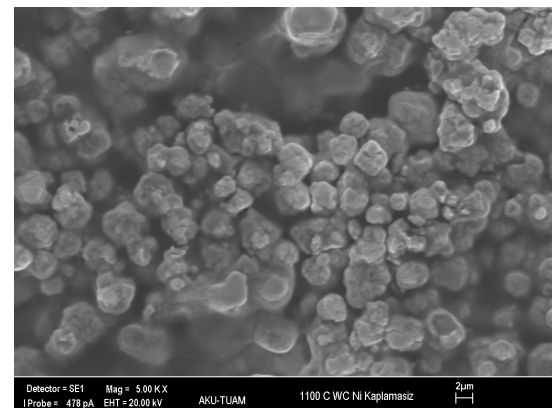


(b)

Şekil 15. 1000 °C’de sinterlenen (a) kaplamalı WC-Ni tozlarının (b) kaplamasız WC-Ni tozlarının SEM görüntüsü.

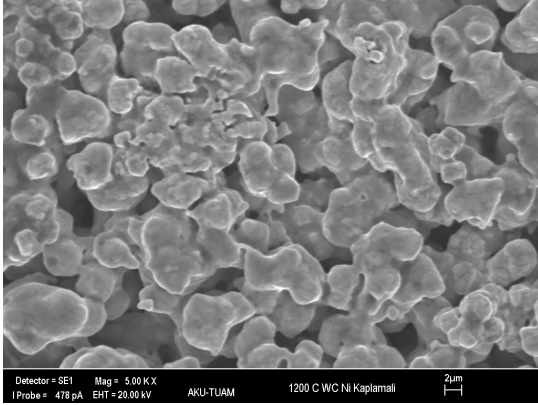


(c)

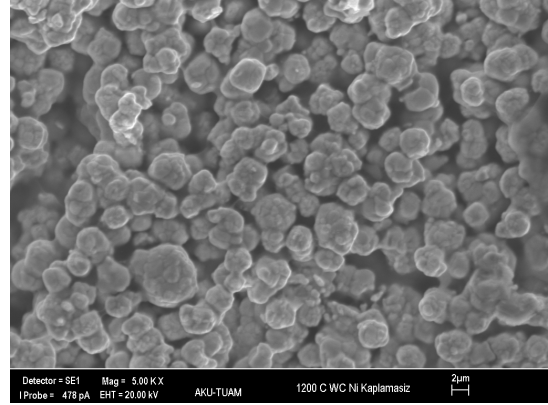


(d)

Şekil 16. 1100 °C’de sinterlenen (c) kaplamalı WC-Ni tozlarının (d) kaplamasız WC-Ni tozlarının SEM görüntüsü.

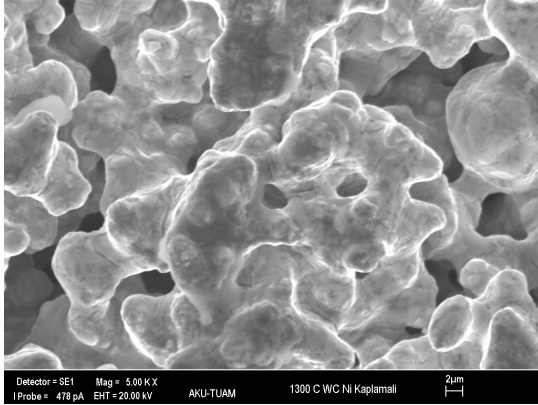


(e)

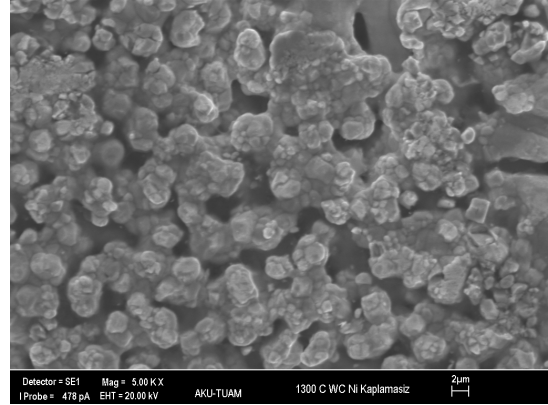


(f)

Şekil 17. 1200 °C’de sinterlenen (e) kaplamalı WC-Ni tozlarının (f) kaplamasız WC-Ni tozlarının SEM görüntüsü.



(g)



(h)

Şekil 18. 1300 °C’de sinterlenen (g) kaplamalı WC-Ni tozlarının (h) kaplamasız WC-Ni tozlarının SEM görüntüsü.

Bu SEM görüntüleri kullanılarak ilk önce her sıcaklıktaki kaplanmış olan numune ile kaplanmamış olan numune arasındaki değişimler incelenmiştir.

- 1000°C’de kaplamalı ve kaplamasız WC-Ni numuneleri arasında farklılıklar olduğu açıkça görülmektedir. Kaplamalı numunenin taneciklerinin birbirleriyle kaynaştığı ve kaplamasız numuneye göre daha büyük tanecikli yapıya sahip olduğu, kaplamasız numunenin taneciklerinin yapı içine gömülü ve daha sık olduğu görülmektedir (Şekil 15).
- 1100°C’de; kaplamalı numunenin taneciklerinin daha da belirginleşmiş (yuvarlak) olduğu, kaplamasız numunede ise taneciklerin sayısında artma ve gözeneklerde azalma olduğu görülmektedir (Şekil 16).
- 1200°C’de; kaplamalı numunenin sıcaklık artışı ile tanecik yapısının yavaş yavaş bozulduğu ve bu sebepten taneciklerin büyüdüğü, gözenekliliğin de azaldığı görülmektedir. Kaplamasız numunenin tanecik sayısının arttığını ve homojen bir yapıya sahip olduğu görülmektedir (Şekil 17).
- 1300°C’de ise kaplamalı numunedeki taneciklerin sıcaklık artışı ile yapısının bozulduğu, taneciklerin birbirleriyle etkileşiminin arttığı ve bu yüzden tanecik yapısının değiştiği tam anlamıyla görülmektedir. Gözeneklilik tanecik etkileşiminden azalmıştır. Taneciklerin birbirleriyle bağlanması, elde edilen kompozit numunenin mukavemetinin de iyi olduğunu gösterir. Kaplamasız numunede de aynı durum vardır. Fakat tek fark, tanecikleri küçük olduğundan birbirleriyle olan etkileşimleri, bağları azdır ve gözeneklilik vardır. Bundan dolayı kaplamalı numunenin sahip olduğu mukavemete sahip değildir (Şekil 18).

Yapılan bu incelemeler ve dört kaplamalı, dört kaplamasız SEM görüntülerinin karşılaştırılması sonucu sıcaklık arttıkça tanecik boyutunun da arttığı ve sinterlenme sıcaklığındaki taneciklerin birbirlerine daha da bağlandığı gözlemlenmiştir. Çizelge 8’de kaplamalı ve kaplamasız WC-Ni kompozitinin ortalama tanecik boyutları verilmiştir.

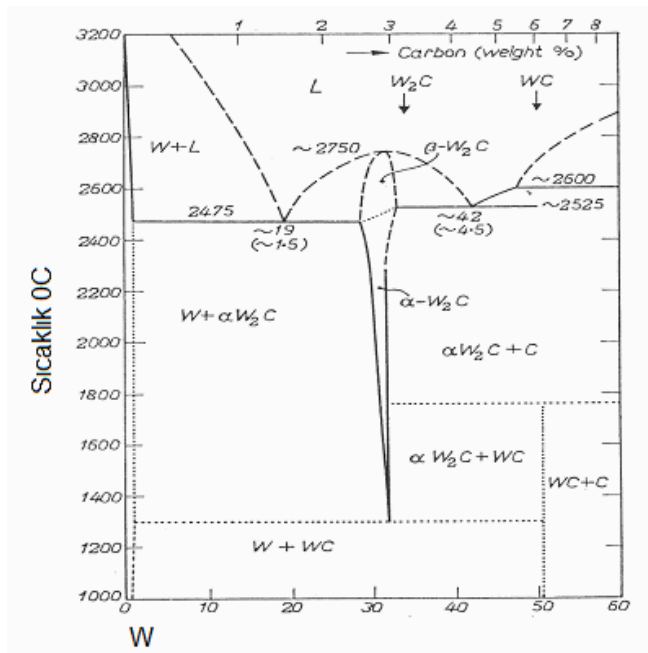
Çizelge 8. Deneysel olarak elde edilen ortalama tanecik boyutları.

Sinterlenme Sıcaklıkları	Kaplamalı WC-Ni Numunesi	Kaplamasız WC-Ni Numunesi
	Ortalama Tanecik Boyutu (μm)	Ortalama Tanecik Boyutu (μm)
1000°C	3.44	3.11
1100°C	3.55	3.21
1200°C	3.92	3.43
1300°C	5.18	3.51

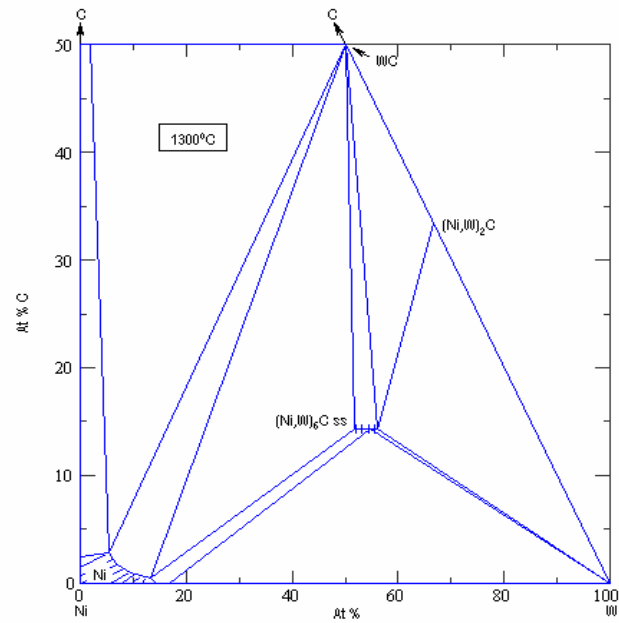
Çizelge 8’de görüldüğü gibi Kaplamalı WC-Ni numunesinin ortalama tanecik boyutu 1000°C, 1100°C, 1200°C’de birbirine yakın bir şekilde artış gösterirken 1300°C’de bir yüksek bir artışın olduğu yani tanecik boyutunun büyüdüğü görülmüştür. Fiziksel özelliklerdeki bu değişimin nedeni faz dönüşümü olduğudur.

Faz Dönüşümü= Çekirdeklenme oluşması (Tanecik Boyutu)+ Büyüme (Akbulut) .

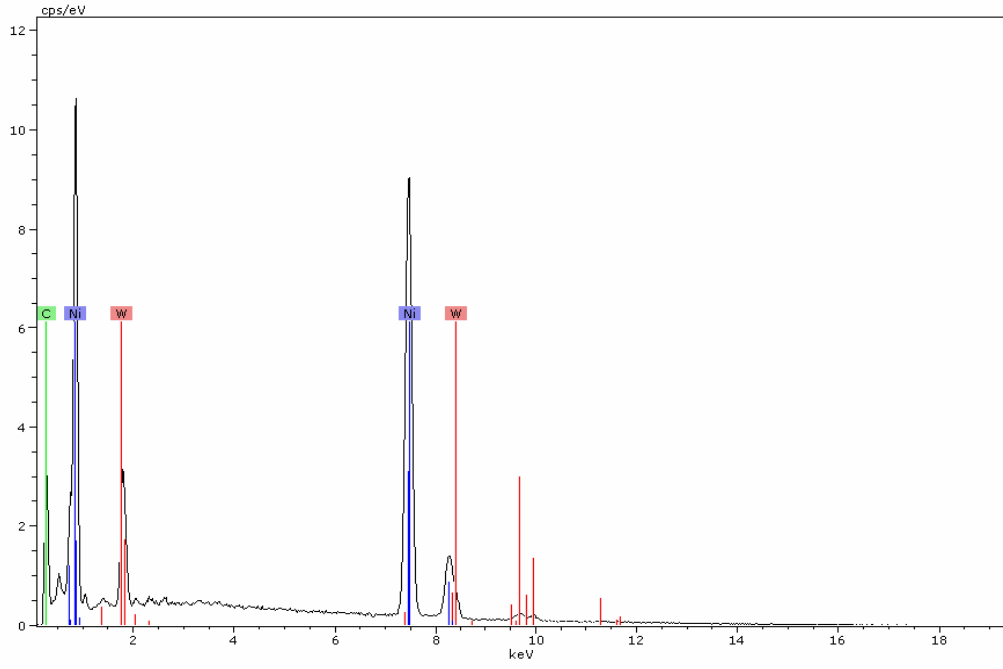
Fiedler ve Stadelmaier yaptıkları çalışmalarda deneysel verilerden 1300°C’deki katı fazın özelliklerini ve sıvılaşma yüzey eğrisinin kaba bir yaklaşımının deneysel veri noktaları ile uyumunun açık (doğru) olduğunu göstermişlerdir (Fiedler et al. 1975). Ayrıca karbür bileşiklerinde kesin bir bilgiyi elde etmek için, nikel-tungsten-karbon sistemindeki 1300°C’de izotermal bir bölümün ve bir sıvılaşma eğrisi izdüşümünün olduğunu belirlemişlerdir. Katılaşmada, katı ve sıvının birleşerek başka bir katı oluşturdukları üçlü reaksiyonlar olarak ifade edilen peritektik açıkça görülmektedir. Sıvılaşma eğrisi izdüşümünün ilk olarak tungstenin genişletilmiş bir alanını ve $\text{Ni}_2\text{W}_4\text{C}$ eta-karbürünü oluşturan peritektik daha küçük bir alanını içeren WC bileşimini gösterdiğini tespit etmişlerdir. Alaşımlarda 1300°C’de söndürülen üç atomlu (tungsten-karbon-nikel) faz evresi gözlemlenmiştir (Fiedler and Stadelmaier 1975). Alaşımlardaki özellikleri faz dönüşümleri etkilemektedir. Bu yapılan sonuçlara ve elde edilen bilgilere göre bizim numunelerimizde gözlemlendiğimiz ise 1300°C’de tanecik boyutundaki bu değişimin faz dönüşümünden olduğu açık olarak görülmektedir. Şekil 19’da 1000°C’den 1200°C’ye kadar olan tungsten-karbon faz diyagramı, Şekil 20’de ise 1300°C’deki tungsten-karbon-nikel faz diyagramı verilmiştir.



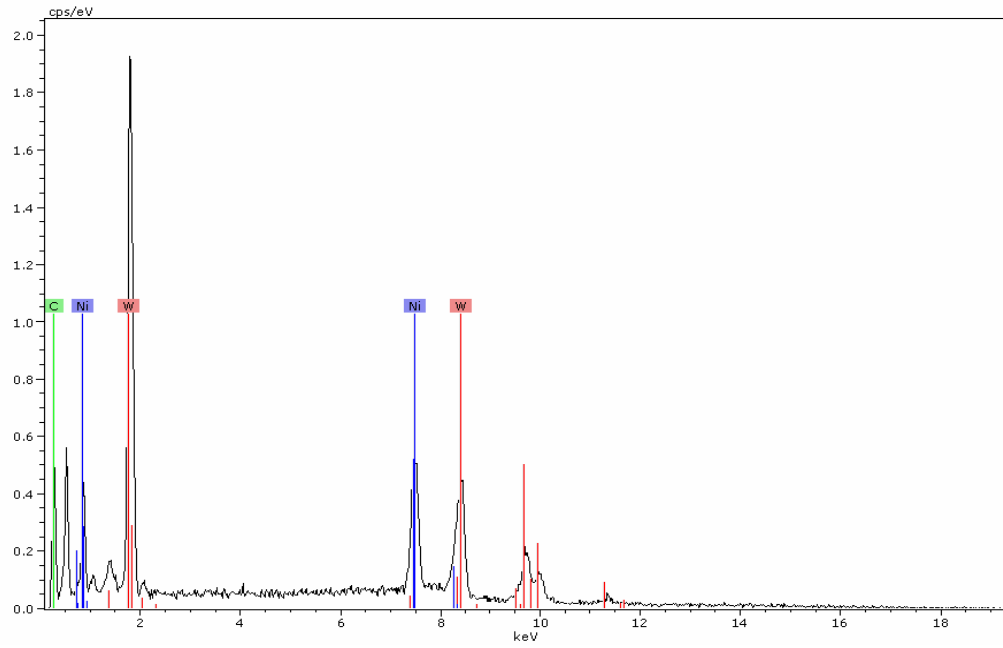
Şekil 19. W-C faz diyagramı.



Şekil 20. 1300°C 'deki W-C-Ni faz diyagramı.



Şekil 21. 1000 °C'de sinterlenen kaplamalı WC-Ni EDX analizi.



Şekil 22. 1000 °C'de sinterlenen kaplamasız WC-Ni EDX analizi.

Yapılan EDX analizlerinde kaplamada kullanılan tungsten karbür, nikel elementleri tespit edilmiştir. Bu da bize kaplamanın başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiş olduğu göstermektedir. Kaplamalı ve kaplamasız numuneler için elde edilen yüzde ağırlık oranları Çizelge 9’da verilmiştir.

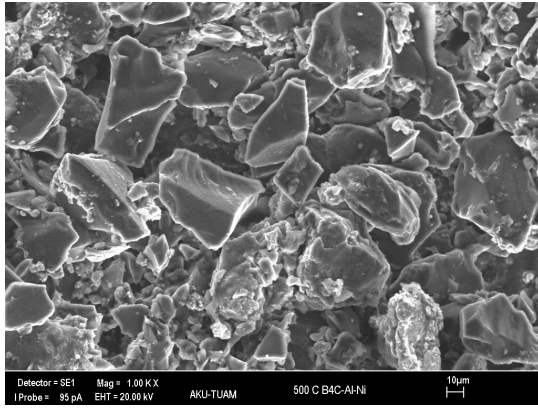
Çizelge 9. Kaplamalı ve kaplamasız WC-Ni numunelerinin EDX analizi sonucu yüzde ağırlık oranları.

Elementler	Kaplamalı WC-Ni numunesi Wt % oranları				Kaplamasız WC-Ni numunesi Wt % oranları			
	1000°C	1100°C	1200°C	1300°C	1000°C	1100°C	1200°C	1300°C
Karbon	17.44	28.77	5.77	20.02	23.20	23.69	22.51	24.02
Nikel	68.61	36.66	50.86	39.69	16.55	5.08	2.08	12.64
Tungsten	13.95	34.57	43.37	40.29	60.26	71.22	75.41	63.33

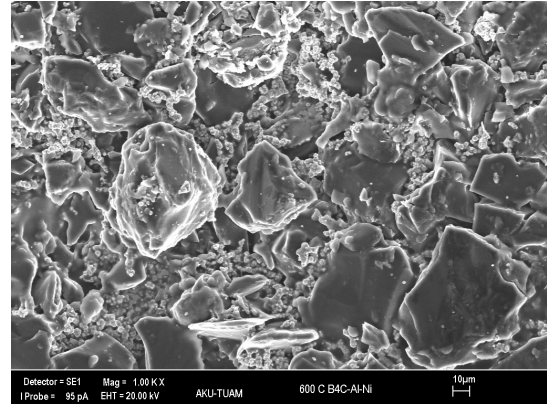
Genel olarak yüzde ağırlık oranları; alınan bölgede sınırlı kalmak şartıyla ne kadar oranda hangi element veya elementlerden olduğunu gösterir. Oranlar arasında oluşan bu farklılıklar şu şekilde açıklanabilir. EDX sonuçları, numunenin C’nun önemli bir miktarını içerdiğini gösterir. Yine de WC tanecikleri matris içine iyice yerleşir yani diğer bir ifadeyle gömülür. Bu sebepten WC bileşiğinin C içeriği ile ilişkisi net olarak belirtilemez. Bu, C ve W ve hatta Ni içeriği ile ilgili sonuçların yanlış anlaşılmasına sebep olmaktadır. Ni kaplamaları, W’in daha düşük değerlerine yol açan bir filtre olarak görev yapar ve algılayıcıya ulaşması için ikincil elektronları engelleyebilmektedir. Ayrıca alınan bölgenin alanının düz olması gerekir. Aksi takdirde düz olmadığı için ikincil elektronların sensöre ulaşması zor olacak ve sonuçların yeterince yüksek okuma oranları elde edilemeyecektir. Tercihli saçınım olacaktır. Özellikle W veya Ni içeriği daha fazla olabilir. W (tungsten) oranının az olmasının sebebi ise, partiküllerin kaplı olmasındandır. Bu şartlar altında, SEM görüntüleri ışığında ve EDX analiz sonuçlarına göre elektrik akımsız nikel kaplama yöntemiyle hazırlanan WC-Ni kompozitlerinin ve toz karışımı yöntemiyle hazırlanan WC-Ni kompozitlerinin başarılı bir şekilde elde edildiği görülmektedir.

5.2. Karbürlü Bileşiklerin Karşılaştırılması İçin Yapılan Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDX Analizleri

Karbürlü bileşiklerin karşılaştırılması için hazırlanan ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerinin SEM görüntüleri ve EDX analizleri verilmiştir. B_4C -Al-Ni numunesinin SEM görüntüleri;

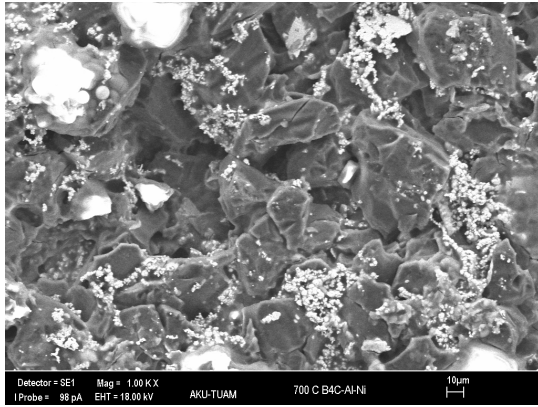


(a)

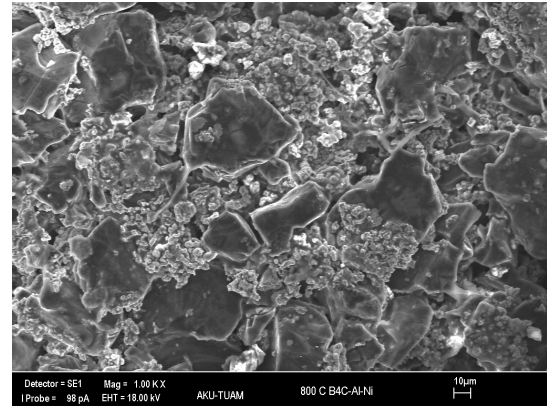


(b)

Şekil 23. (a) 500°C'de, (b) 600°C'de sinterlenen B_4C -Al-Ni tozlarının SEM görüntüleri.

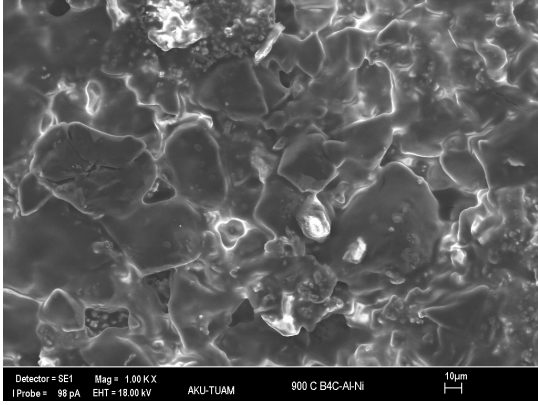


(c)

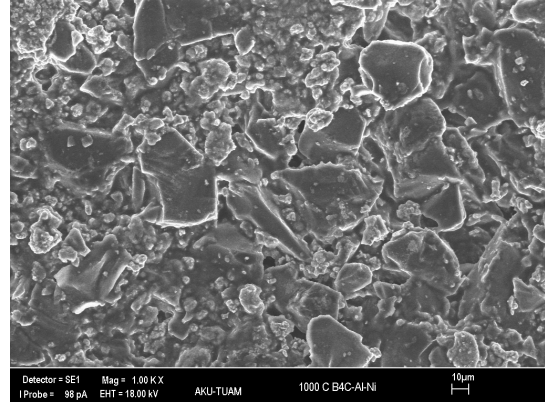


(d)

Şekil 24. (c) 700°C'de, (d) 800°C'de sinterlenen B_4C -Al-Ni tozlarının SEM görüntüleri.

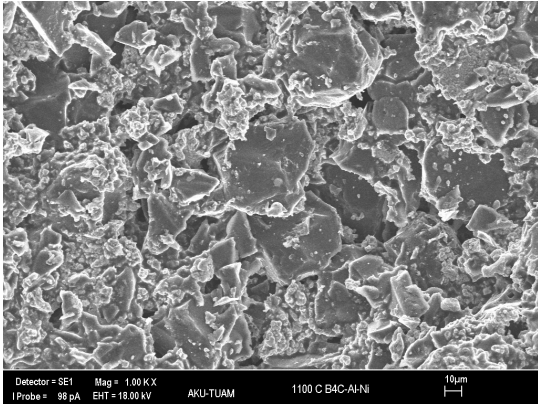


(e)

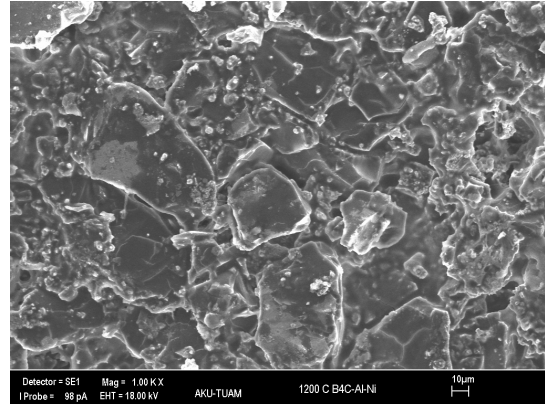


(f)

Şekil 25. (e) 900°C'de, (f) 1000°C'de sinterlenen B₄C-Al-Ni tozlarının SEM görüntüleri.



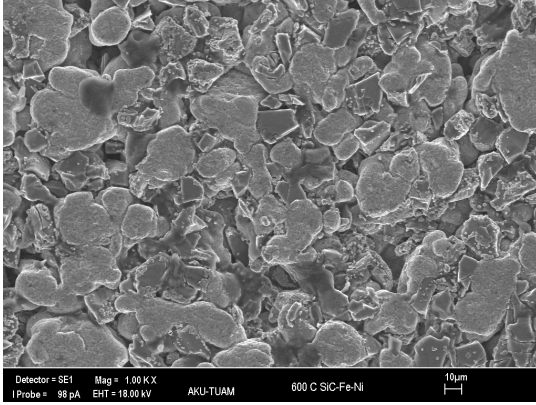
(g)



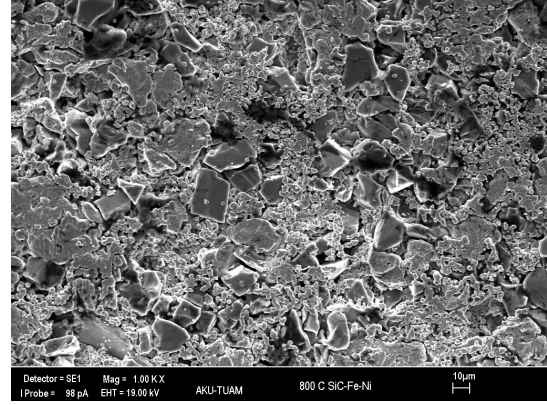
(h)

Şekil 26. (g) 1100°C'de, (h) 1200°C'de sinterlenen B₄C-Al-Ni tozlarının SEM görüntüleri.

SiC-Fe-Ni numunesinin SEM görüntüleri;

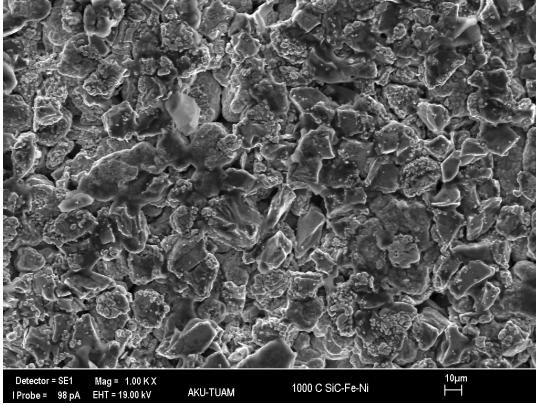


(a)

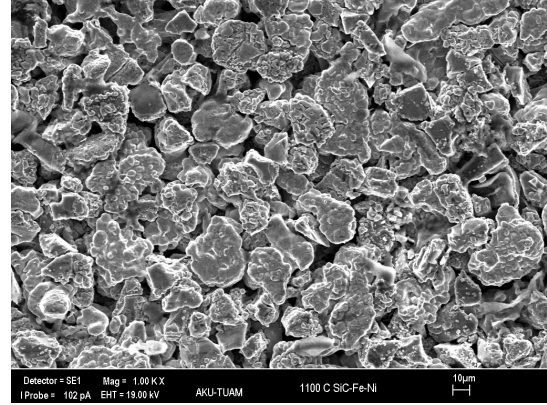


(b)

Şekil 27. (a) 600°C'de, (b) 800°C'de sinterlenen SiC-Fe-Ni tozlarının SEM görüntüleri.



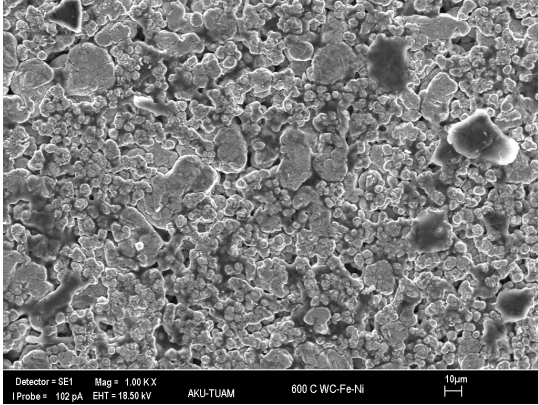
(c)



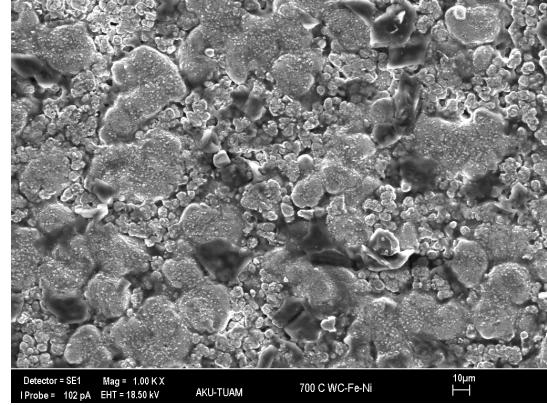
(d)

Şekil 28. (c) 1000°C'de, (d) 1100°C'de sinterlenen SiC-Fe-Ni tozlarının SEM görüntüleri.

WC-Fe-Ni numunesinin SEM görüntüleri;

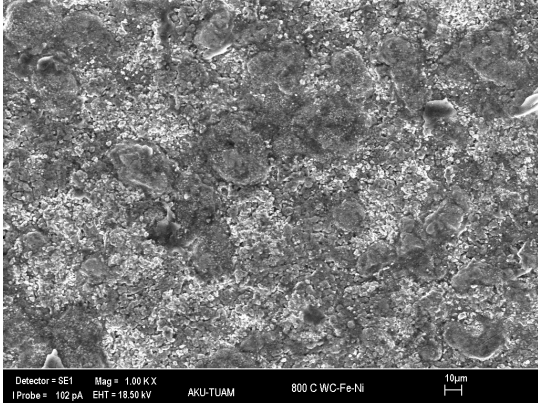


(a)

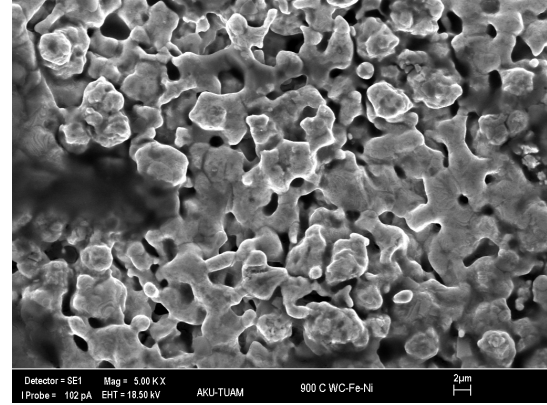


(b)

Şekil 29. (a) 600°C'de, (b) 700°C'de sinterlenen WC-Fe-Ni tozlarının SEM görüntüleri.

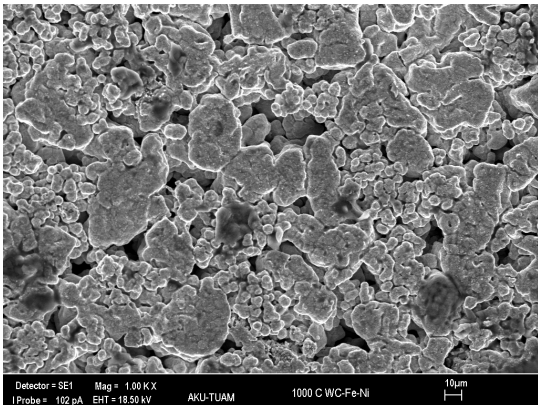


(c)

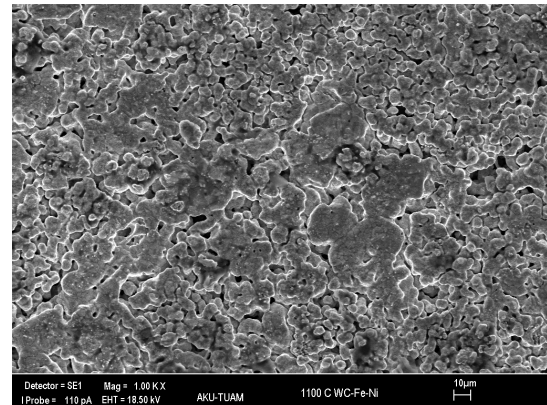


(d)

Şekil 30. (c) 800°C'de, (d) 900°C'de sinterlenen WC-Fe-Ni tozlarının SEM görüntüleri.



(e)



(f)

Şekil 31. (e) 1000°C'de, (f) 1100°C'de sinterlenen WC-Fe-Ni tozlarının SEM görüntüleri.

Farklı sıcaklıklarda birbirinden farklı değişimler gösteren üç karbürü bileşiğin durumu incelenmiştir. Karbürü bileşiklerde ortak olarak sıcaklık değerleri arttıkça tanecikler arasındaki etkileşiminin arttığı, kaynaştığı ve gözenekliliğin azaldığı görülmektedir. B₄C-Al-Ni karbürü bileşiğinde saf bor karbür kristallerinin hafif parlaksı bir yapıda olduğu, sinterleme sıcaklığının artmasıyla tanecik boyutlarının büyüdüğü ve 900°C’de bu taneciklerin birbirleriyle kaynaşmaya başladığı açıkça görülmektedir (Şekil 23-26).

SiC-Fe-Ni karbürü bileşiğinde koyu gri renkli, parlak sert bir örgü yapısına sahipmiş gibi görünen tanecikler mevcuttur. Ayrıca değişen sıcaklık değerleri ile tanecik sayısının arttığı, homojen bir yapıya sahip olduğu ve tanecik büyüklüğü nedeni ile değişimin olduğu kolaylıkla görülmektedir (Şekil 27-28).

WC-Fe-Ni karbürü bileşiğinde ise tanecikler arası bağın çok kuvvetli olduğu (Şekil 30.d), bundan dolayı sıcaklıkla daha büyük, birbirleriyle bağlantılı tanecikler görülmektedir (Şekil 31). Bu durumda bize atomlar arasında güçlü bir etkileşimin olduğunu, mukavemetinin diğerlerine göre daha yüksek olduğunu ve gözenekliliğin az olduğunu göstermektedir.

Çizelge 10. B₄C-Al-Ni numunesinin deneysel olarak elde edilen ortalama tanecik boyutları.

Sinterlenme Sıcaklıkları	B ₄ C-Al-Ni Numunesi
	Ortalama Tanecik Boyutu (µm)
500°C	10.68
600°C	12.3
700°C	13.24
800°C	14.3
900°C	16.9
1000°C	17.5
1100°C	19.1
1200°C	20.4

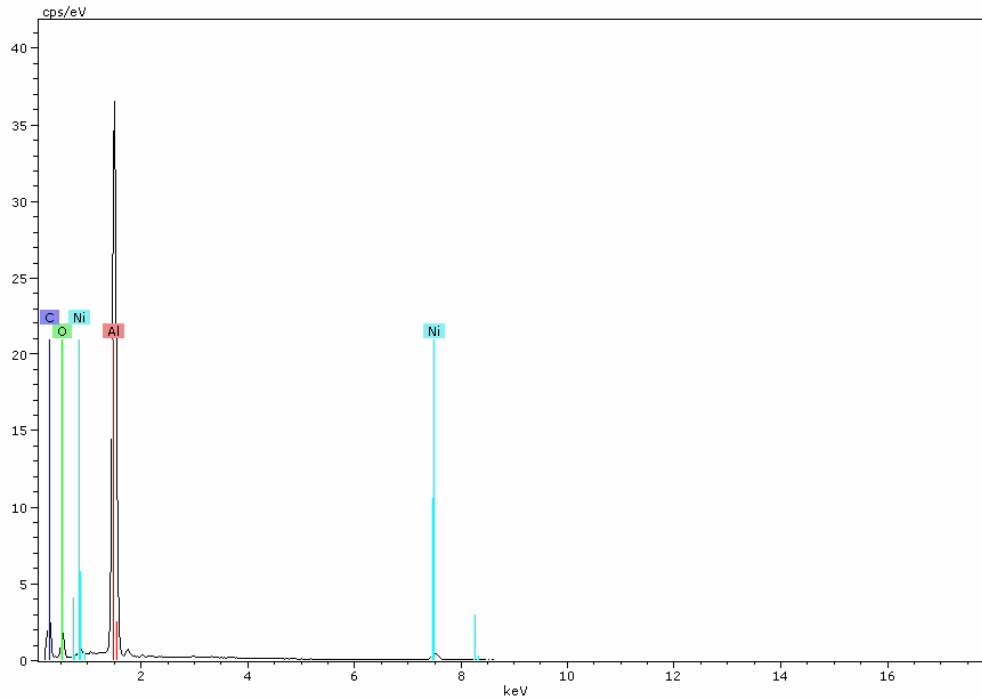
Çizelge 11. SiC-Fe-Ni numunesinin deneysel olarak elde edilen ortalama tanecik boyutları.

Sinterlenme Sıcaklıkları	SiC-Fe-Ni Numunesi
	Ortalama Tanecik Boyutu (μm)
600°C	14.2
800°C	15
1000°C	17.4
1100°C	18

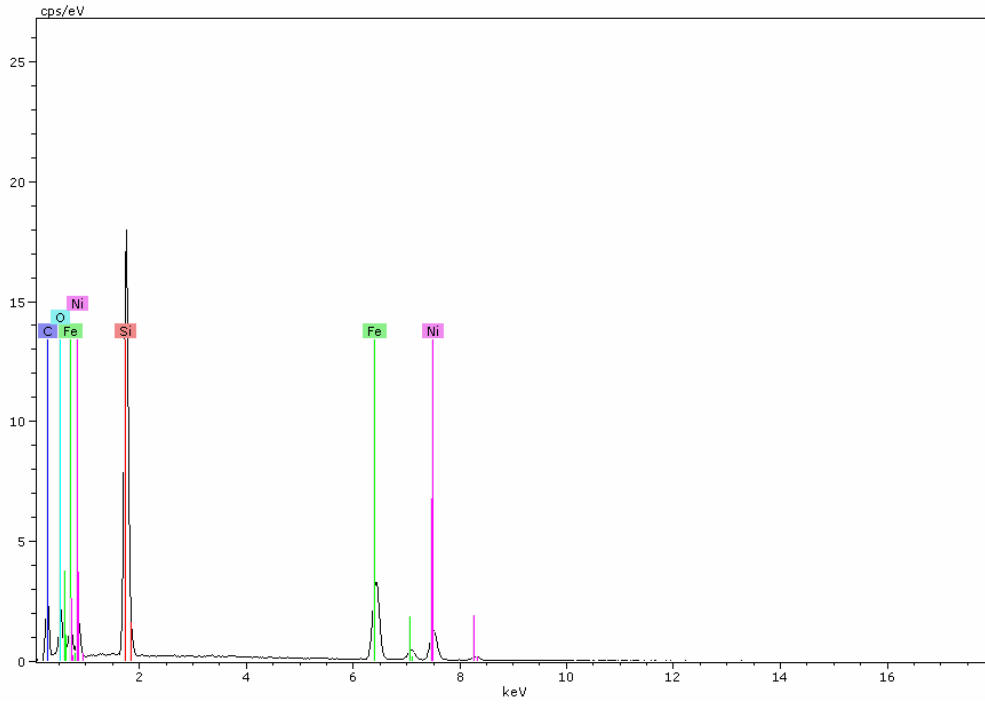
Çizelge 12. WC-Fe-Ni numunesinin deneysel olarak elde edilen ortalama tanecik boyutları.

Sinterlenme Sıcaklıkları	WC-Fe-Ni Numunesi
	Ortalama Tanecik Boyutu (μm)
600°C	12
700°C	13.8
800°C	14.5
900°C	15.2
1000°C	16.2
1100°C	17.5

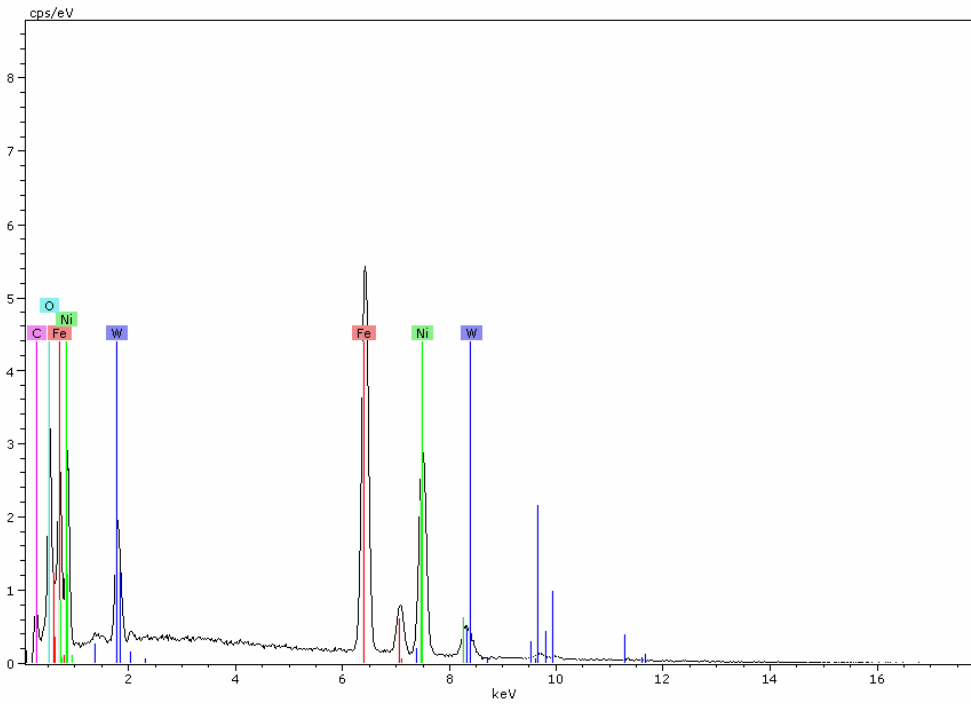
Çizelgelerde de görüldüğü gibi, yapılan hesaplamalar sonucunda sıcaklık değerleri arttıkça ortalama tanecik boyutunun da arttığı tespit edilmiştir.



Şekil 32. 1000°C’de sinterlenen B4C-Al-Ni numunesinin EDX analizi.



Şekil 33. 1000°C’de sinterlenen SiC-Fe-Ni numunesinin EDX analizi.



Şekil 34. 1000°C’de sinterlenen WC-Fe-Ni numunesinin EDX analizi.

EDX analizlerinden de görüldüğü kaplamada kullanılan bor karbür, alüminyum, silisyum karbür, demir, tungsten karbür ve nikel elementleri tespit edilmiştir. Bor, hafif bir element olduğundan dolayı EDX analizlerinde görülmemektedir. Diğer bütün

elementlerin varlığı ise bize kaplamanın istenildiği gibi başarılı bir şekilde elde edildiğini göstermektedir.

5.2. Hız Ölçümleri

Numunelerin ultrases boyuna dalga hızları kullanılan puls -eko tekniği ile ve belirlenen transducerlarla ölçüldü. Boyuna dalga hızları için 2MHz (Sonatest SLH2-10) ve 4MHz (Sonatest SLH4-10) proplar kullanıldı. Çizelge 13'te kaplamalı WC-Ni numunesinin, Çizelge 14'te ise kaplamasız WC-Ni numunesinin 2MHz ve 4MHz'de ölçülen ultrases boyuna dalga hızları verilmiştir. Çizelge 15'te SiC-Fe-Ni, Çizelge 16'da WC-Fe-Ni, Çizelge 17 de ise B₄C-Al-Ni karbürü bileşiklerinin ultrases boyuna dalga hızlarının ölçümleri verilmiştir.

Çizelge 13. Kaplamalı WC-Ni numunesinin ultrases dalga hızları

Kompozit Numuneler	T _s (°C)	Hız Ölçümleri (m/s)	
		2 MHz	4 MHz
W1	1000	1968	2012
W2	1100	2320	2334
W3	1200	2466	2478
W4	1300	3342	3363

Çizelge 14. Kaplamasız WC-Ni numunesinin ultrases dalga hızları.

Kompozit Numuneler	T _s (°C)	Hız Ölçümleri (m/s)	
		2 MHz	4 MHz
W5	1000	1800	1850
W6	1100	2039	2098
W7	1200	2339	2372
W8	1300	3262	3501

Çizelge 15. SiC-Fe-Ni (silisyum karbür-demir-nikel) numunesinin ultrases dalga hızları.

Kompozit Numuneler	T _s (°C)	Hız Ölçümleri (m/s)	
		2 MHz	4 MHz
SF1	600	1183	1267
SF2	800	1297	1535
SF3	1000	1530	1998
SF4	1100	1663	2139

Çizelge 16. WC-Fe-Ni (tungsten karbür-demir-nikel) numunesinin ultrases dalga hızları.

Kompozit Numuneler	T _s (°C)	Hız Ölçümleri (m/s)	
		2 MHz	4 MHz
WF1	600	1680	2016
WF2	700	1874	2121
WF3	800	1977	2260
WF4	900	2110	2438
WF5	1000	2364	2604
WF6	1100	2555	2834

Çizelge 17. B₄C-Al-Ni (bor karbür-alüminyum-nikel) numunesinin ultrases dalga hızları.

Kompozit Numuneler	T _s (°C)	Hız Ölçümleri (m/s)	
		2 MHz	4 MHz
B1	500	1082	1118
B2	600	1118	1316
B3	700	1302	1491
B4	800	1457	1686
B5	900	1507	1791
B6	1000	1559	2045
B7	1100	1578	2363
B8	1200	1669	2451

Kaplamalı-Kaplamasız karşılaştırılması için yapılan numuneler ve Karbürü bileşiklerin karşılaştırılması için yapılan numunelerden alınan ölçümler incelendiğinde, sinterlenme sıcaklığı arttıkça ultrases boyuna dalga hızlarının da arttığı görülmektedir. Numunelerin tanecikleri büyüdükçe doğru orantılı olarak ultrases hızlarının da arttığı tespit edildi. Bu durumda bize tanecik boyutu ile ultrases hızı arasında lineer bir ilişki olduğunu gösterir.

5.3. Yutulma Ölçümleri

Puls-eko tekniği ile numunelerin yutulma katsayıları arka yüzey yansımalarının genliklerindeki azalma miktarları kullanılarak hesaplanmıştır. Çizelge 18’de kaplamalı WC-Ni numunesinin, Çizelge 19’da kaplamasız WC-Ni numunesinin, Çizelge 20’de WC-Fe-Ni karbürü bileşiğinin, Çizelge 21’de SiC-Fe-Ni karbürü bileşiğinin, Çizelge

22’de ise B₄C-Al-Ni karbürü bileşiğinin 2 MHz ve 4 MHz’deki attenuation ölçümleri verilmiştir.

Çizelge 18. Kaplamalı WC-Ni numunesinin attenuation ölçümleri.

Kompozit Numuneler	T _s (°C)	Attenuation Ölçümleri (dB/mm)	
		2 MHz	4 MHz
W1	1000	2,9	2,94
W2	1100	2,36	2,398
W3	1200	1,89	1,926
W4	1300	1,227	1,46

Çizelge 19. Kaplamasız WC-Ni numunesinin attenuation ölçümleri.

Kompozit Numuneler	T _s (°C)	Attenuation Ölçümleri (dB/mm)	
		2 MHz	4 MHz
W5	1000	2,1	2,38
W6	1200	1,47	2,27
W7	1300	1,32	2,1

Çizelge 20. WC-Fe-Ni karbürü bileşiğinin attenuation ölçümleri.

Kompozit Numuneler	T _s (°C)	Attenuation Ölçümleri (dB/mm)	
		2 MHz	4 MHz
WF1	600	8,65	9,63
WF2	700	6,77	7,51
WF3	800	5,43	6,29
WF4	900	3,95	4,37
WF5	1000	2,62	3,08
WF6	1100	1,61	1,98

Çizelge 21. SiC-Fe-Ni karbürü bileşiğinin attenuation ölçümleri.

Kompozit Numuneler	T _s (°C)	Attenuation Ölçümleri (dB/mm)	
		2 MHz	4 MHz
SF1	600	7,27	7,97
SF2	800	4,19	4,73
SF3	1000	1,54	2,13
SF4	1100	0,69	0,90

Çizelge 22. B₄C-Al-Ni karbürü bileşiğinin attenuation ölçümleri.

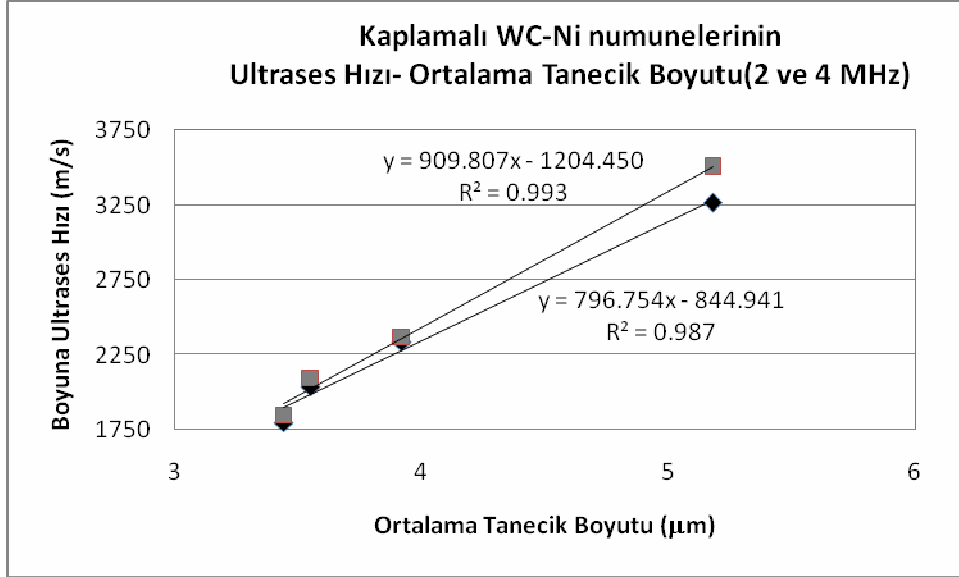
Kompozit Numuneler	T _s (°C)	Attenuation Ölçümleri (dB/mm)	
		2 MHz	4 MHz
B1	500	6,34	6,41
B2	600	5,29	6,04
B3	700	4,08	5,15
B4	800	3,38	4,35
B5	900	2,75	3,33
B6	1000	1,93	2,19
B7	1100	0,88	1,55
B8	1200	0,26	0,86

Alınan ölçümlere göre sinterlenme sıcaklıkları arttıkça yutulma değerlerinin azaldığı görülmektedir. Yutulma değerlerinin ultrases dalgasının frekansına bağlı olduğu da görülmektedir. Deneylerimizde 2 MHz ve 4 MHz'lik transducer kullandık. Ortalama tanecik boyutu arttıkça, soğurulma işlemi de azalmaktadır. Soğurulma işlemindeki bu azalış, artan tanecik boyutu ile yutulma miktarında azalma olarak görülmektedir. Artan sıcaklıkla tanecik boyutunun büyümüş olması yani taneciklerin birbirleriyle reaksiyona girmesi gözenekliliği azaltır. Gönderilen sinyal azalan gözeneklilik ve büyüyen tanecik boyutundan dolayı kaybolacaktır. Bu da bize yutulma değerlerinde azalma olarak yansıtacaktır.

5.4 Grafikler

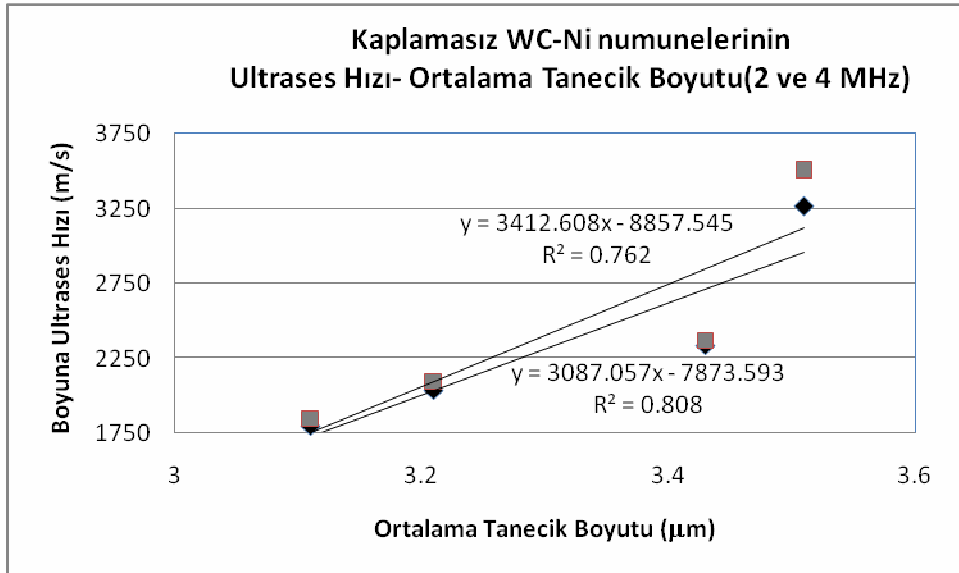
Yaptığımız ölçümler ve alınan sonuçlara göre ilk olarak ortalama tanecik boyutu ve ultrases dalga hızı arasındaki ilişkiyi gösteren grafikler incelenmiştir.

1. Kaplamalı WC-Ni kompozit numunesinin ultrases dalga hızı-ortalama tanecik boyutu grafiği Şekil 35'te verilmiştir.



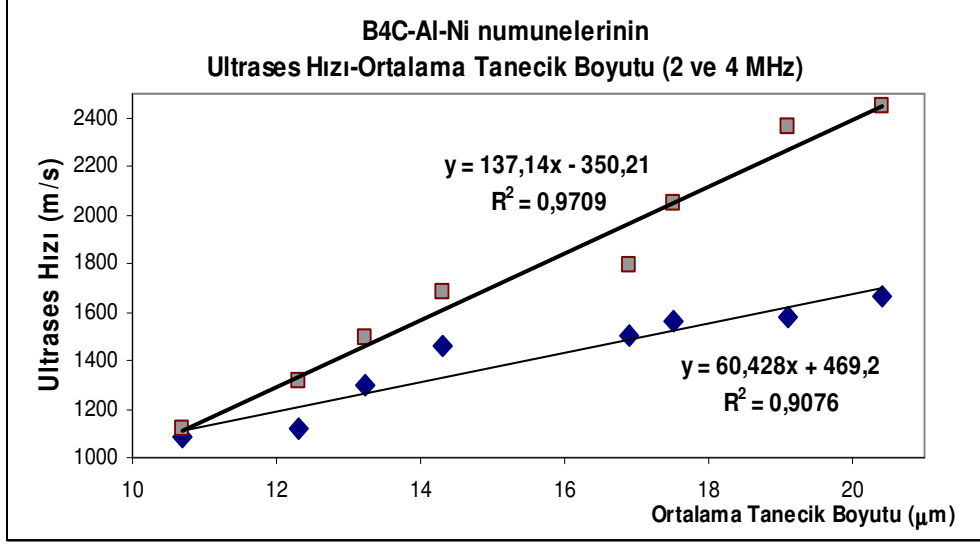
Şekil 35. Ultrases hızı- Ortalama tanecik boyutu grafiği.

2. Kaplamasız WC-Ni kompozit numunesinin ultrases dalga hızı-ortalama tanecik boyutu grafiği Şekil 36'da verilmiştir.



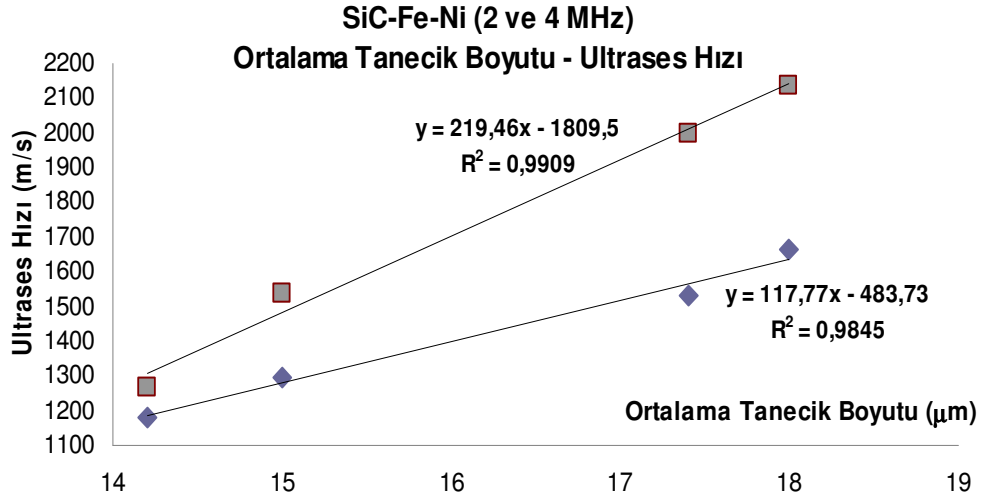
Şekil 36. Ultrases hızı-Ortalama tanecik boyutu grafiği.

3. B₄C-Al-Ni numunesinin ultrases dalga hızı-ortalama tanecik boyutu grafiği Şekil 37’de verilmiştir.



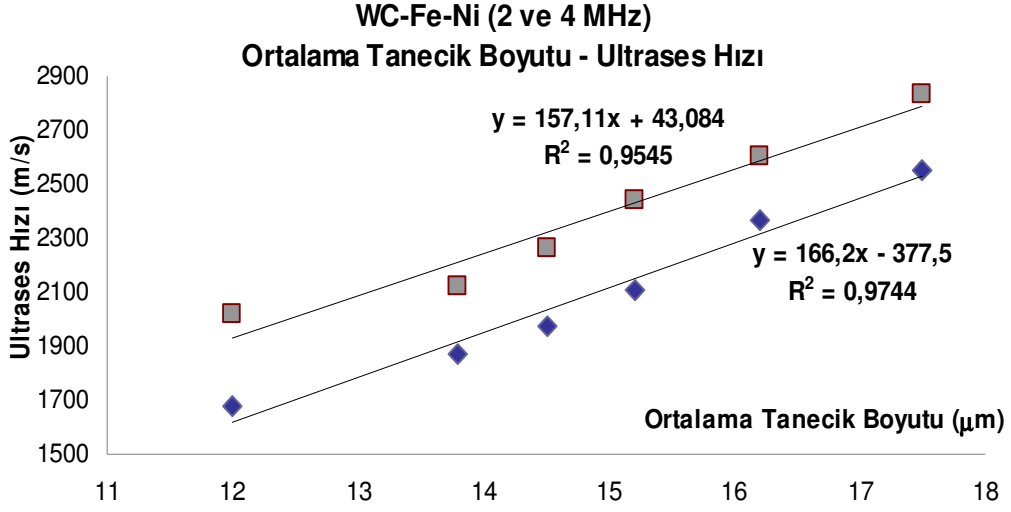
Şekil 37. Ultrases Hızı-Ortalama tanecik boyutu grafiği.

4. SiC-Fe-Ni numunesinin ultrases dalga hızı-ortalama tanecik boyutu grafiği Şekil 38’de verilmiştir.



Şekil 38. Ultrases Hızı-Ortalama tanecik boyutu grafiği.

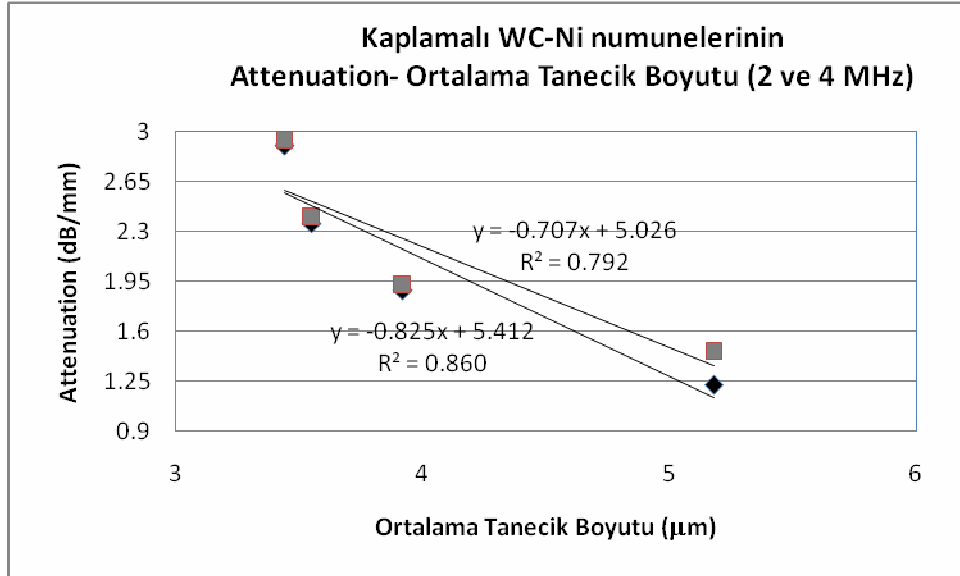
5. WC-Fe-Ni numunesinin ultrases dalga hızı-ortalama tanecik boyutu grafiği Şekil 39’da verilmiştir.



Şekil 39. Ultrases Hızı-Ortalama tanecik boyutu grafiği.

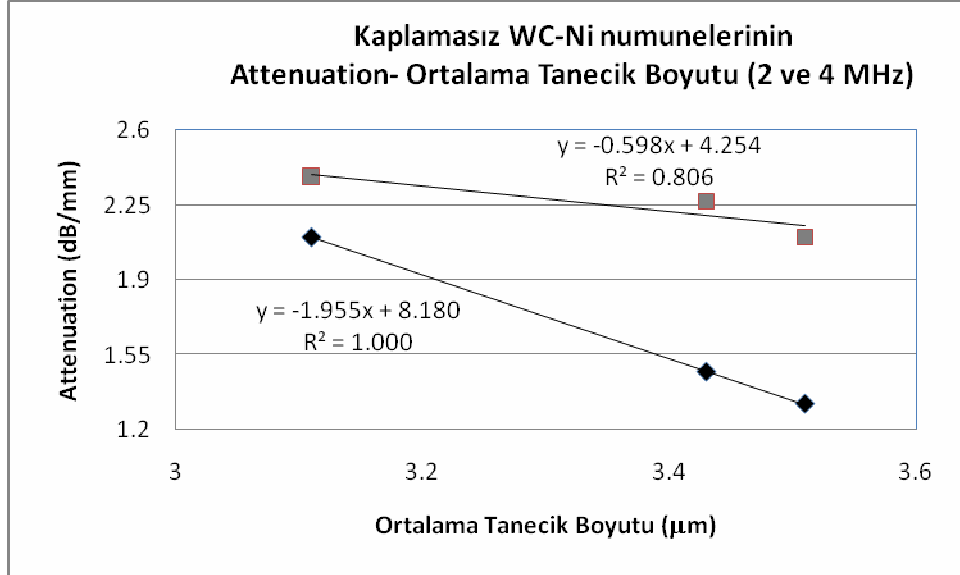
İkinci olarak attenuation (yutulma) değerleri ile ortalama tanecik boyutu arasındaki ilişkiyi gösteren grafikler incelenmiştir.

6. Kaplamalı WC-Ni kompozit numunesinin attenuation-ortalama tanecik boyutu grafiği Şekil 40’ta verilmiştir.



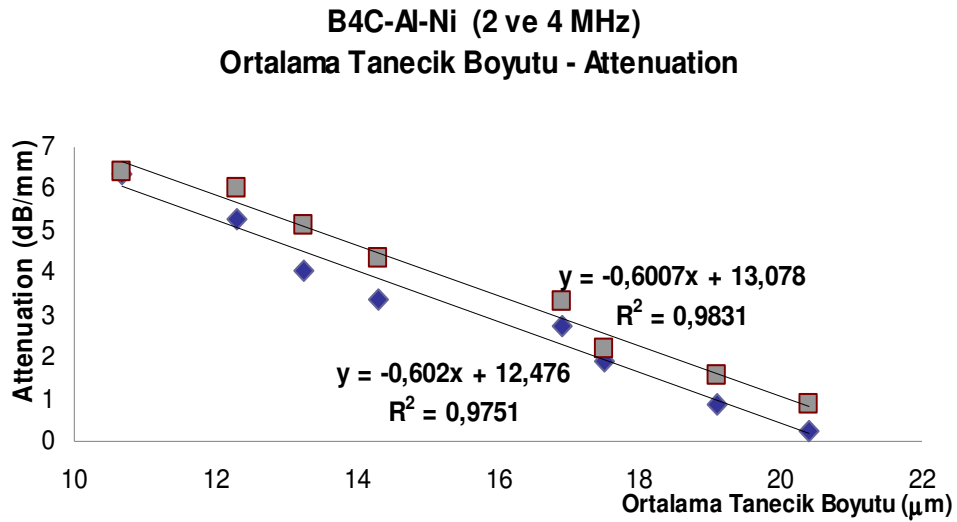
Şekil 40. Attenuation-Ortalama tanecik boyutu grafiği.

7. Kaplamasız WC-Ni kompozit numunesinin attenuation-ortalama tanecik boyutu grafiği Şekil 41’de verilmiştir.



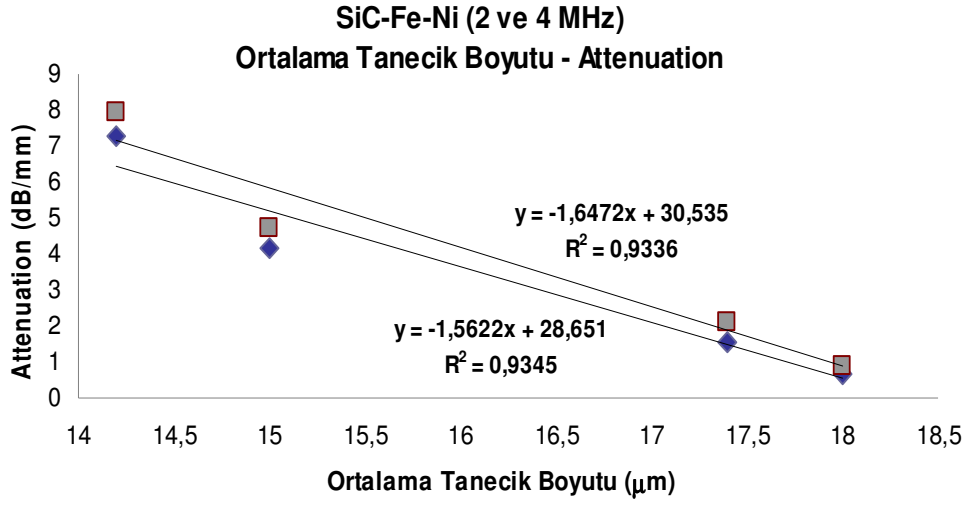
Şekil 41. Attenuation-Ortalama tanecik boyutu grafiği.

8. B₄C-Al-Ni numunesinin attenuation-ortalama tanecik boyutu grafiği Şekil 42’de verilmiştir.



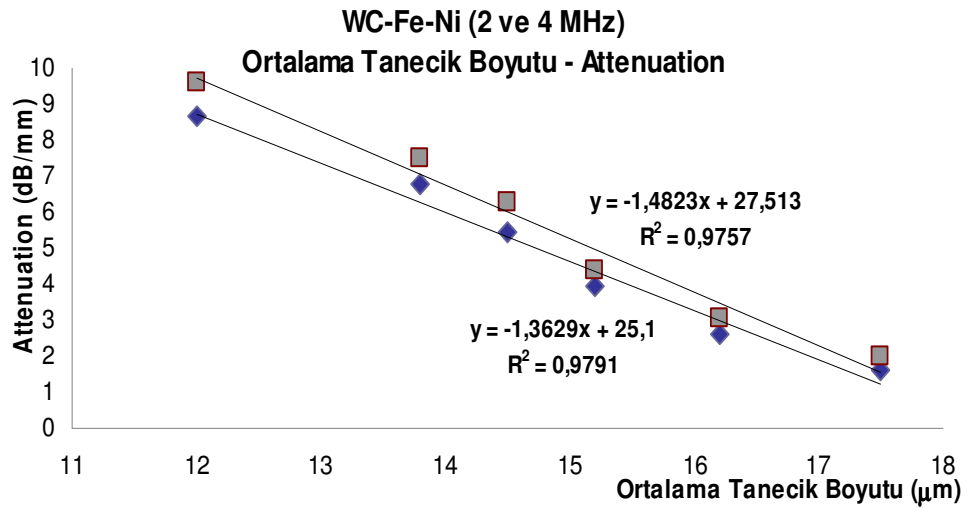
Şekil 42. Attenuation-Ortalama tanecik boyutu grafiği.

9. SiC-Fe-Ni numunesinin attenuation-ortalama tanecik boyutu grafiđi Őekil 43'te verilmiŐtir.



Őekil 43. Attenuation-Ortalama tanecik boyutu grafiđi.

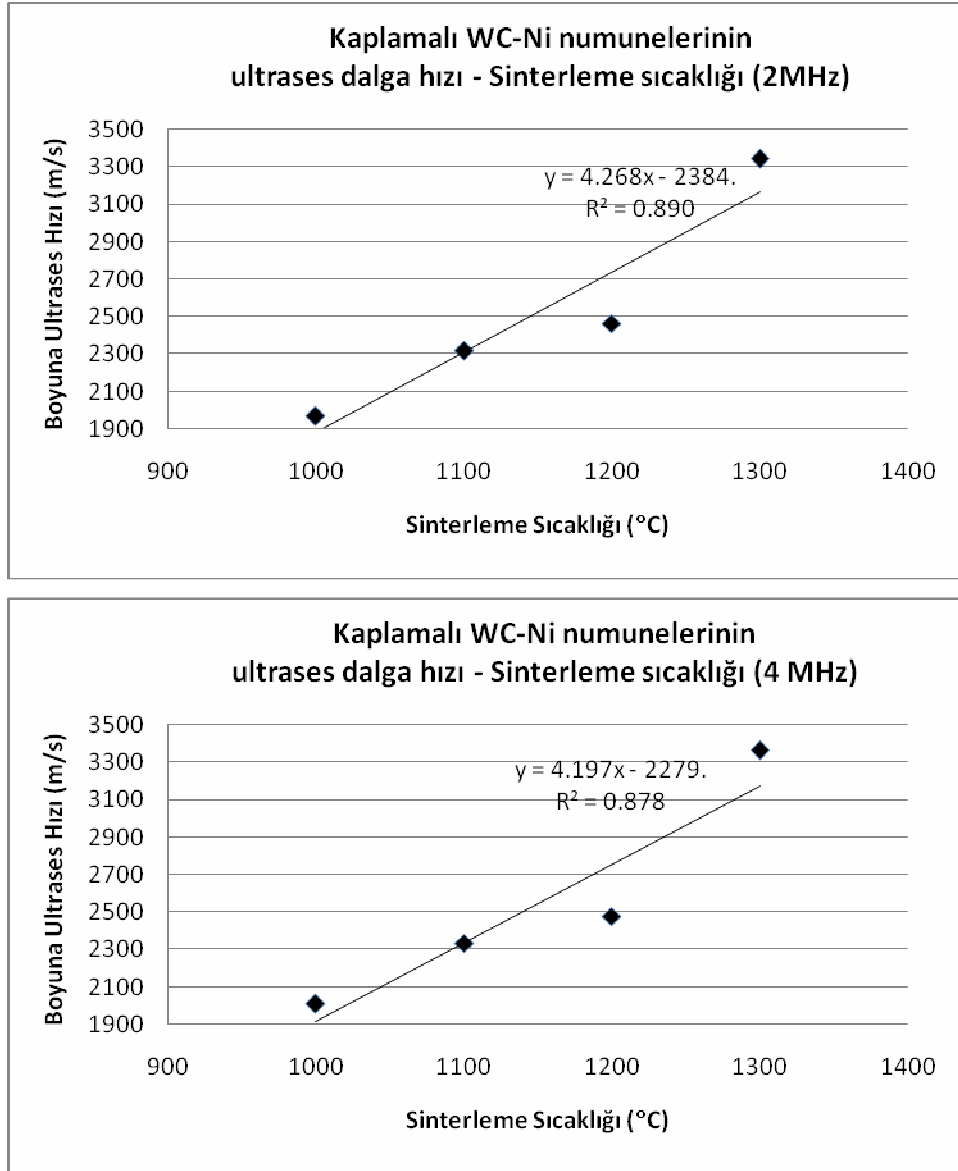
10. WC-Fe-Ni numunesinin attenuation-ortalama tanecik boyutu grafiđi Őekil 44'te verilmiŐtir.



Őekil 44. Attenuation-Ortalama tanecik boyutu grafiđi.

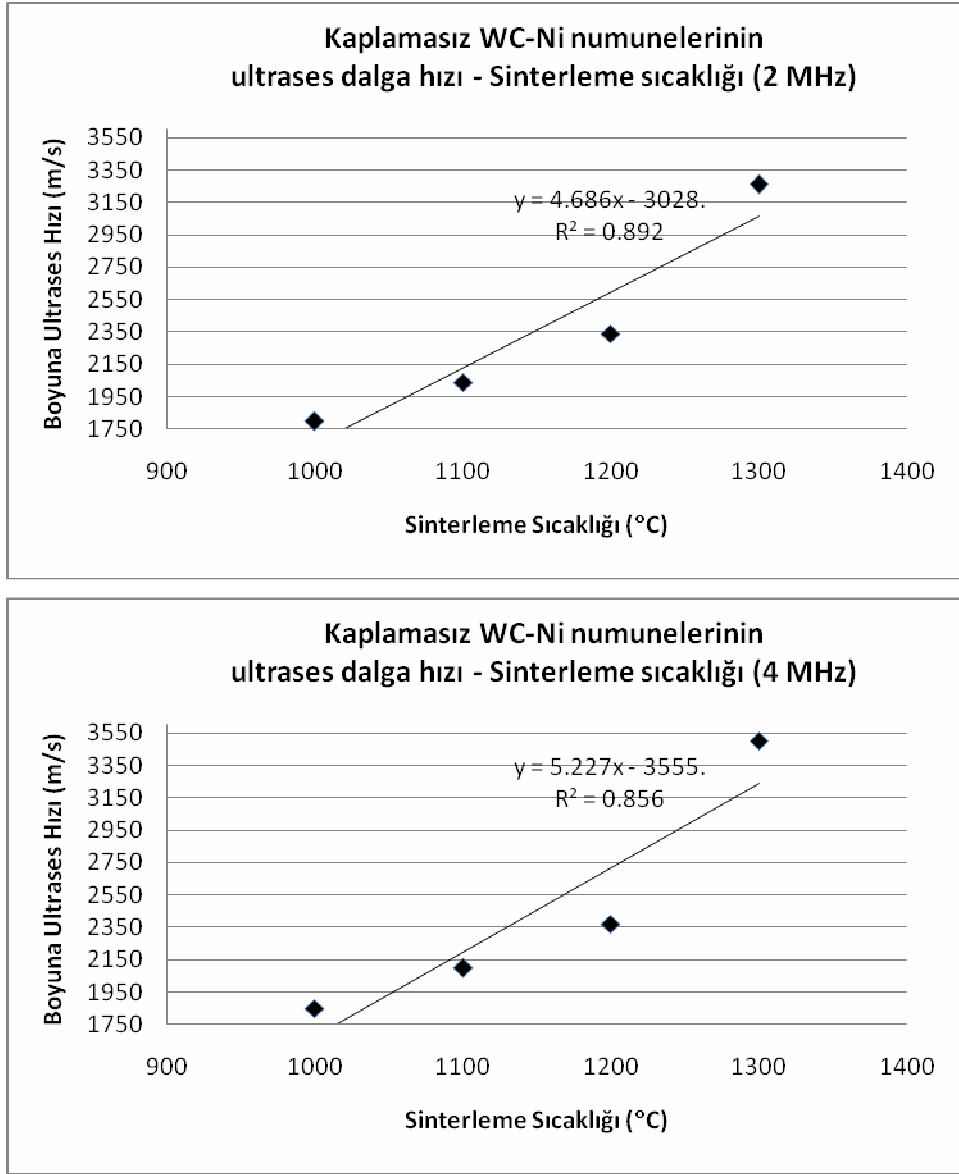
Üçüncü olarak ultrases dalga hızı ile sinterleme sıcaklıđı arasındaki iliŐkiyi gösteren grafikler incelenmiŐtir.

11. Kaplamalı WC-Ni kompozit numunesinin ultrases dalga hızı-sinterleme sıcaklığı grafiği Şekil 45'te verilmiştir.



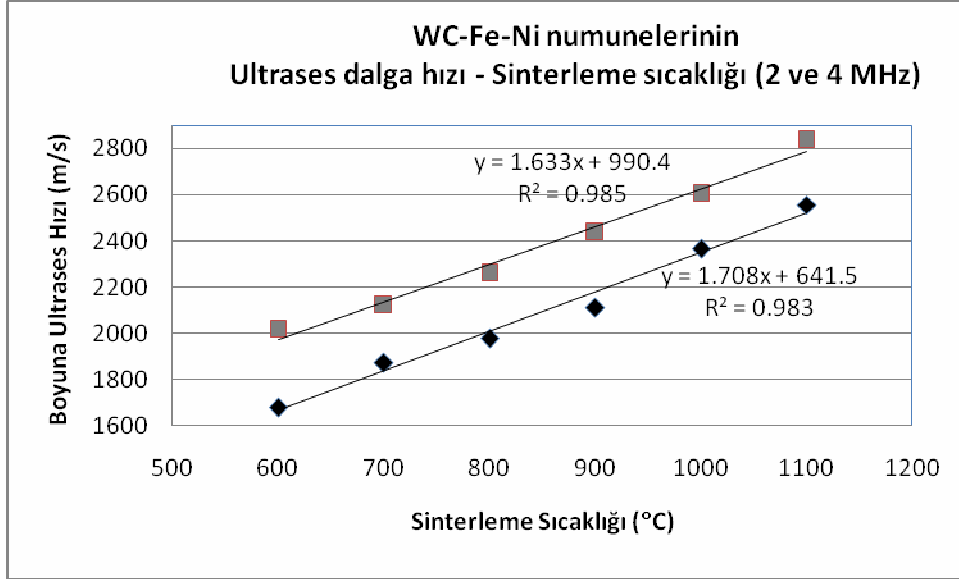
Şekil 45.Ultrases dalga hızı- Sinterlenme sıcaklığı grafiği.

12. Kaplamasız WC-Ni kompozit numunesinin ultrases dalga hızı-sinterleme sıcaklığı grafiği Şekil 46'da verilmiştir.



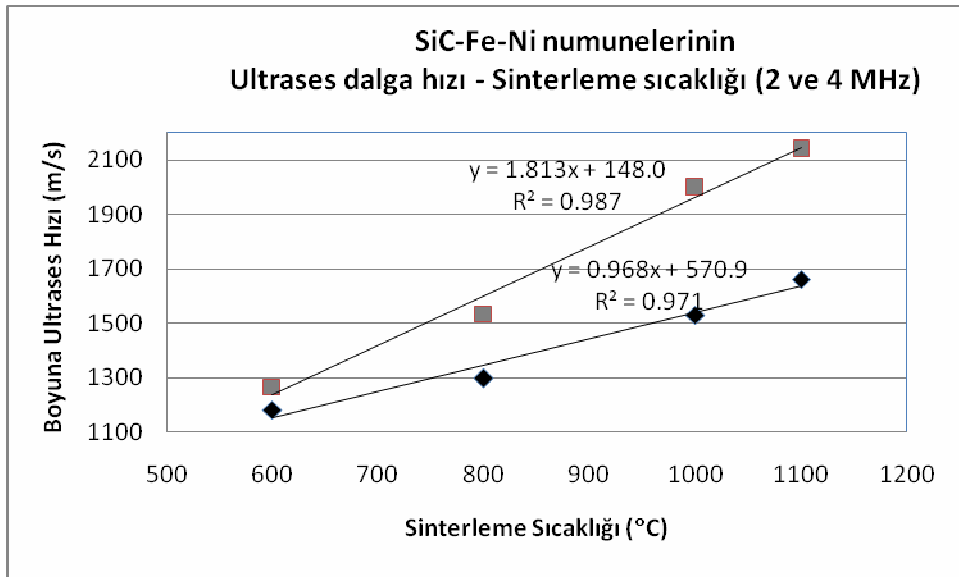
Şekil 46. Ultrases dalga hızı- Sinterleme sıcaklığı grafiği.

13. Karbürlü bileşiklerden WC-Fe-Ni kompozit numunesinin ultrases dalga hızı-sinterleme sıcaklığı grafiği Şekil 47’de verilmiştir.



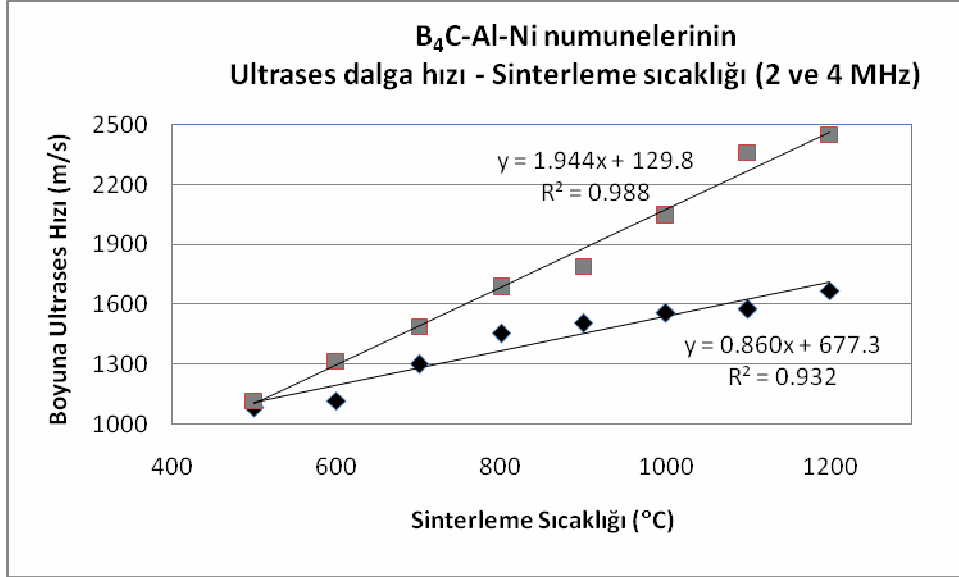
Şekil 47. Ultrases dalga hızı-Sinterleme sıcaklığı grafiği.

14. Karbürlü bileşiklerden SiC-Fe-Ni kompozit numunesinin ultrases dalga hızı-sinterleme sıcaklığı grafiği Şekil 48’de verilmiştir.



Şekil 48. Ultrases dalga hızı-Sinterleme sıcaklığı grafiği.

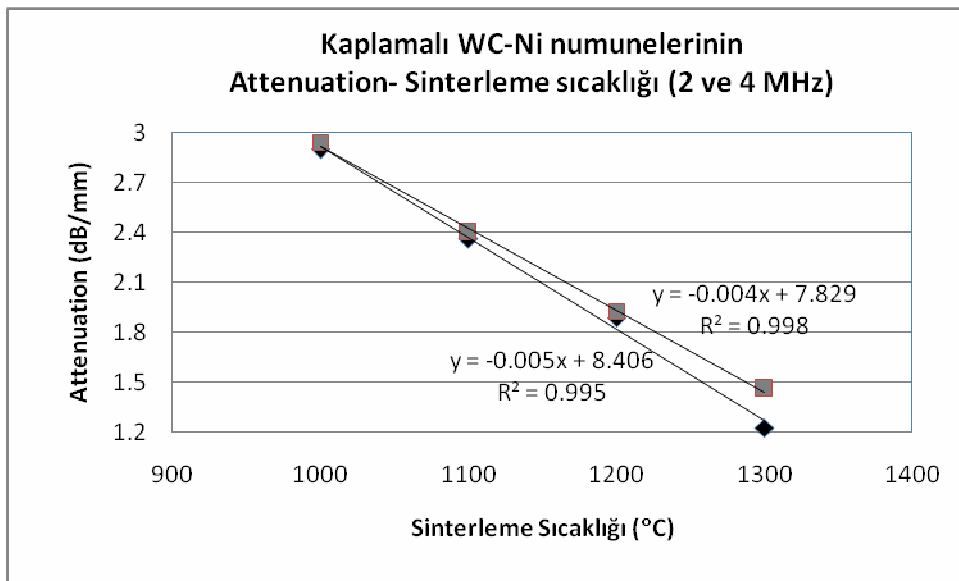
15. Karbürlü bileşiklerden B₄C-Al-Ni kompozit numunesinin ultrases dalga hızı-sinterleme sıcaklığı grafiği Şekil 49’da verilmiştir.



Şekil 49. Ultrases dalga hızı-Sinterleme sıcaklığı grafiği.

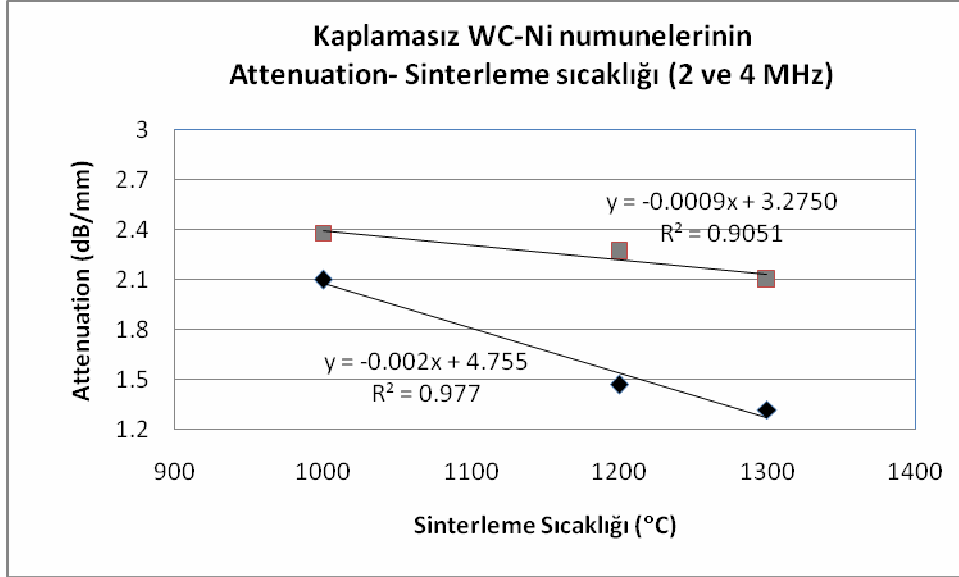
Dördüncü olarak attenuation ile sinterleme sıcaklığı arasındaki ilişkiyi gösteren grafikler incelenmiştir.

16. Kaplamalı WC-Ni kompozit numunesinin attenuation-sinterleme sıcaklığı grafiği Şekil 50’de verilmiştir.



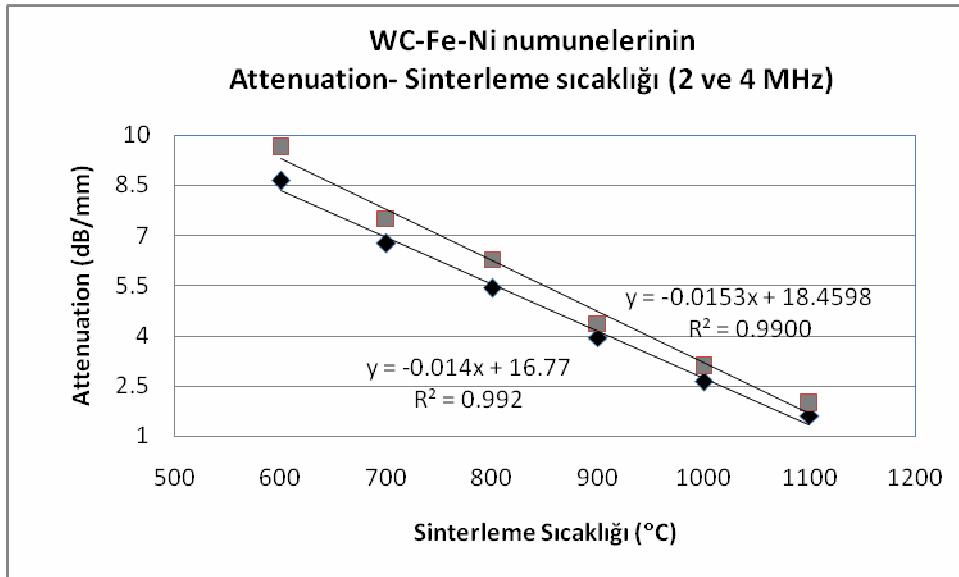
Şekil 50. Attenuation-Sinterleme sıcaklığı grafiği.

17. Kaplamasız WC-Ni kompozit numunesinin attenuation-sinterleme sıcaklığı grafiği Şekil 51’de verilmiştir.



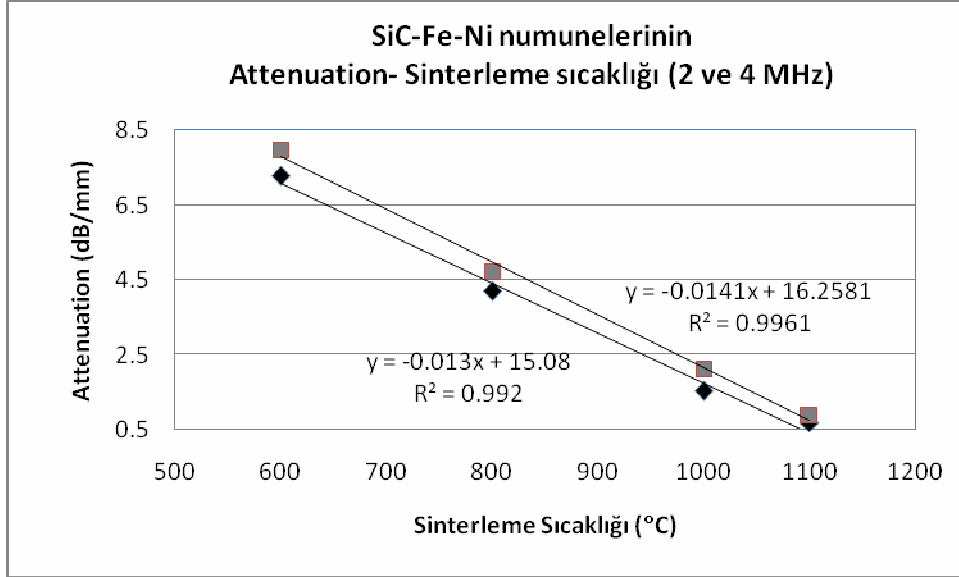
Şekil 51. Attenuation-Sinterleme sıcaklığı grafiği.

18. Karbürlü bileşiklerden WC-Fe-Ni kompozit numunesinin attenuation-sinterleme sıcaklığı grafiği Şekil 52’de verilmiştir.



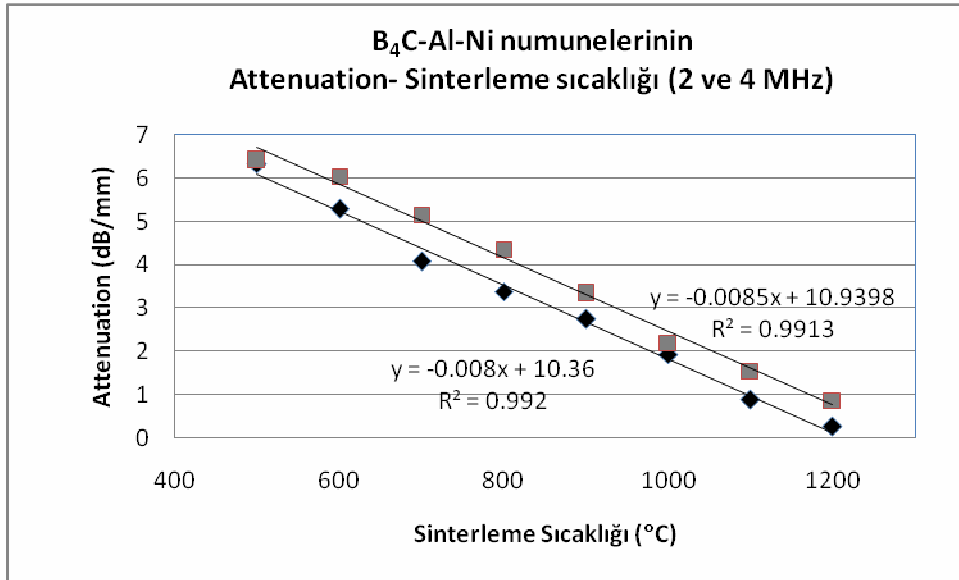
Şekil 52. Attenuation-Sinterleme sıcaklığı grafiği.

19. Karbürlü bileşiklerden SiC-Fe-Ni kompozit numunesinin attenuation-sinterleme sıcaklığı grafiği Şekil 53'te verilmiştir.



Şekil 53. Attenuation-Sinterleme sıcaklığı grafiği.

20. Karbürlü bileşiklerden B₄C-Al-Ni kompozit numunesinin attenuation-sinterleme sıcaklığı grafiği Şekil 54'te verilmiştir.



Şekil 54. Attenuation-Sinterleme sıcaklığı grafiği.

6. YORUM

Yapılan bu çalışmada numuneler iki kısımda incelenmiştir. Birinci kısımda, Kaplamalı-Kaplamasız karşılaştırılması için yapılan numuneler, elektrik akımsız nikel kaplama yöntemiyle ve toz karışımı yöntemiyle hazırlanmıştır. 1000°C, 1100°C, 1200°C ve 1300°C sinterlenen kaplamalı ve kaplamasız WC-Ni numunesinin SEM (Taramalı Elektron Mikroskop) görüntüleri ve EDX (Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi) analizleri yapılmıştır.

SEM görüntülerinde tanecik boyutlarının sinterlenme sıcaklığının artmasıyla arttığı, gözenekliliğin azaldığı, tanecikler arasında reaksiyonun olduğu, taneciklerin birbirlerine bağlandığı ve mukavemetinin arttığı gözlemlenmiştir. Ortalama tanecik boyutu incelendiğinde 1300°C 'de ise bir faz dönüşümünün olduğu açıkça görülmüştür. Oluşan bu faz dönüşümü başka çalışmalarla da desteklenmiştir. EDX analizlerinde ise kaplamada kullanılan W-C-Ni elementleri tespit edilmiştir. Oranlara bakıldığında kaplamanın başarılı bir şekilde yapıldığı görülmüştür.

İkinci kısımda ise Karbürlü bileşiklerin karşılaştırılması için yapılan numuneler elektrik akımsız nikel kaplama yöntemiyle hazırlanmıştır. Hazırlanan WC-Fe-Ni numunesi 600°C, 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C ve 1100°C sinterlenmiştir. SiC-Fe-Ni numunesi 600°C, 800°C, 1000°C ve 1100°C sinterlenmiştir. B₄C-Al-Ni numunesi ise 500°C, 600°C, 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C ve 1200°C sinterlenmiştir.

Her iki kısımda da elde edilen bilgiler ışığında kaplamanın istenilen şekilde gerçekleştiği görülmüştür. Bu durumda iyi kaplanmış metal-seramik kompozit yapılar elde edebilmek için, elektrik akımsız nikel kaplama yönteminde kullanılan kimyasalların oranlarının ve ağırlıklarının, banyo sıcaklığının, pH değerinin reaksiyonun tam olarak gerçekleşebilmesi için iyi ayarlanması ve yıkama işleminin dikkatli ve titizlikle yapılması gerektiği anlaşılmıştır.

Ultrases boyuna dalga hız ve yutulma ölçümleri Puls-eko yöntemi kullanılarak ölçülmüştür. Alınan ölçümlerde sinterlenme sıcaklığı arttıkça ultrases hızlarının da

arttığı, yutulma değerlerinin ise azaldığı tespit edilmiştir. Bunun sebebi ise, sıcaklık artışıyla numunede meydana gelen değişimlerdir. SEM görüntülerinde de görüldüğü gibi tanecikler kabaca küre şeklinde iken sıcaklık değerleri arttıkça tanecik yapıları deforme olmaya başlamış (tanecikler arası reaksiyondan dolayı) ve yapı içindeki gözeneklilik azalmıştır. Gönderilen sinyal azalan gözeneklilik ve büyüyen tanecik boyutundan dolayı kaybolmuştur. Bu da yutulma değerlerinde azalma olarak görülmüştür. Numunelerin ortalama tane boyut değerleri ve dalga boyları arasında $(\bar{D}/\lambda) < (1/3)$ koşulu sağlanmıştır ve deneylerimizin Rayleigh saçılma bölgesinde gerçekleştiği görülmüştür. Çizilen grafiklerin Şekil 2'deki grafik ile karşılaştırıldığında frekans ve ortalama tanecik dağılımının en iyi duyarlılığını üç saçılma bölgesinden Rayleigh saçılma bölgesinde gösterdiği açıkça görülmüştür. Ayrıca sinterleme sıcaklığı arttıkça tanecikler daha iyi kaynaşmış ve büyümüştür. Tanecik boyutları büyüdükçe numune içinde daha kararlı bir yapı sağlanmıştır. Bundan dolayı ultrases dalgası hem daha çabuk hem de daha az kayba uğrayarak ilerleyebilmiştir. Grafiklerde korelasyon katsayısı ve denklem kullanılarak doğrusal bir ilişki olduğu görülmüştür.

KAYNAKLAR

- Agarwala R.C. and Agarwala V., 2003, "Electroless alloy/composite coatings: A review", *Sadhana* Vol. 28, Parts 3 & 4, pp. 475–493
- ASM Handbook 17, 1989, "Nondestructive Evaluation and Quality Control", Vol:17, No:9.
- Ataş E., 2000, "Determination of Microstructural Properties of PM Al-SiC Composites by Ultrasonic Techniques", A Thesis of The Middle East Technical University, The Department of Metallurgical and Materials Engineering, Ankara.
- Avcı G.G., 1996, "Malzeme Araştırma Bölümü 1995 Seminerleri", Marmara Araştırma Merkezi, TÜBİTAK.
- Baker, D.W., 1970, "Pulsed ultrasonic Doppler blood-flow sensing", *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics* Su-17, 170-185.
- Bindra P., Light D., Rath D., 1984, "Mechanisms of electroless metal plating : I. Mixed potential theory and the interdependence of partial reactions", *IBM J. Res. Develop.* Vol:28, No:6, pp. 668-678.
- Birks Albert S., Green Robert E., Jr., "Nondestructive Testing Handbook", American Society for Nondestructive Testing, 19 p.
- Blitz J. and Simpson G., 1984, "Ultrasonic Methods of Non-destructive Testing", Published Chapman&Hall, London.
- Chen Y., Cao M., Xu Q. ve Zhu J., 2003, "Electroless Nickel Plating on Silicon Carbide Nanoparticles", *Surface and Coatings Technology*, pp. 90-94.
- Fiedler M. L., Stadelmaier H. H. and Metallkd. Z., 1975, 76 [9], pp: 402-404.

- Fiedler M. L., Stadelmaier H. H. and Metallkd. Z., 1975, "The ternary system nickel-tungsten-carbon", Vol. 66, pp. 402-404.
- Filipczynski L., Zdzislaw P., Wehr J., 1966, " Ultrasonic Methods of Testing Materials", Butterworths, London.
- Foley L.J., Vaezy S and Crum A.L.,2007, "Applications of high-intensity focused ultrasound in medicine: Spotlight on neurological applications", Applied Acoustics, Vol.68, Issue 3,pp. 245-259.
- Goebbels K., 1977, "Measurement of ultrasonic scattering coefficient with multiple scattering", Vol.18, No.3, Pp. 86-88, West Germany.
- Goebbels K. and Höller P., 1976, Quantitative determination of grain size and detection of inhomogeneities in steel by ultrasonic backscattering measurements, Ultrasonic Material Caharacterization, Special publication 596, National Bureau of Satandars, Gaithersburg MD,pp.67-74.
- Graff K.F., 1977, "Ultrasonics : Historical Aspects", Ultrasonics Symposium Proceedings, pp.517-526.
- Kretz F., Gacsi Z., Kovacs J. ve Pieczonka T., 2004, "The Electroless Deposition of Nickel on SiC particles for Aluminium Matrix Composites" Surface and Coatings Technology, pp. 575-579.
- Lester W.Schmerr, JR., 1998, "Fundamentals of Ultrasonic Non-destructive Evaluation: A Modeling Approach", Plenum Pres, New york, London.
- Mallory O.G. and Hajdu B.J., 1990, "Electroless Plating: Fundamentals and Applications, American Electroplaters and Surface Finishers Society, Orlando, Florida.

- Matthews F.L. and Rawlings R.D., 1994, "Composite Materials: Engineering and Science", Imperial College of Science, Technology and Medicine, London, UK.
- Miller, N.R. and Bamber, J.C., 2000, "Thresholds for visual of Young' s modulus contrast in simulated ultrasound image movies", *Physics in medicine and Biology* 45, 8,
- Nagy P.B., 1994, "Ultrasonic Nondestructive Evaluation Lecture Notes", University of Cincinnati Dept. Aerospace Eng. & Eng. Mechanics.
- Nagy P. B., 1999, "Ultrasonic Nondestructive Evaluation", 20-251-761, Dept. Aerospace Eng&Eng. Mechanics.
- Nagy P. B., 2001, "Introduction to Ultrasonics", 20-251-728.
- Nagy P.B., 2003, "Ultrasonic Nondestructive Evaluation: Class Notes, Part 3: Attenuation", Dept. Aerospace Eng & Eng Mechanics.
- O'Brien, W.D., Sagar, K.B., Warltier, D.C. and Rhyne, T.L., 1995, "Acoustic propagation properties of normal, stunned and infarcted myocardium: Morphologic and Biochemical determinants", *Circulation* 91, pp.154-160.
- Ranganathan R. and Dattagupta S., 1979, "Theory of Ultrasonic Scattering by Grains in Polycrystals", *phys.stat.sol. (a)* 54, 537, Kalpakkam.
- Roderick R.L. and Truell R., 1952, "The measurement of the ultrasonic attenuation in solids by the pulse technique and some results in steel", *Journal Acoustical Society of America* 23, pp.267-275.
- Rosset W.S., 2003, "Nondestructive Evaluation of A Metal Matrix Composite", Army Research Laboratory, ARL-TR-3118.

- Sanie J. and Bilgutay N.M., 1986, "Quantitative Grain Size Evaluation Using Ultrasonic Backscattered Echoes", The Journal of Acoustical Society of America, Vol.80, No.6, pp.1816-1824.
- Saniie J., Wang T. and Bilgutay N.M., 1988, "Statistical Evaluation of Backscattered Ultrasonic Grain Signals", Vol.84, No.1, Journal of Acoustical Society of America, pp.400-408.
- Saniie J., Wang T. and Bilgutay N.M., 1989, "Analysis of Homomorphic Processing for Ultrasonic Grain Signal Characterization", Vol.39, No.3, IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, pp.365-375.
- Sarpün, İ.H., 2004, "Ultrases Yöntemi ile Çeşitli Mermerlerin Ortalama Tanecik Boyutlarının Tayini", Doktora Tezi, Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Satomura S., 1957, "Ultrasonic Doppler method for the inspection of cardiac functions", Journal of Acoustical Society of America 29, pp.1181-1185.
- Sharma A.K., Suresh M.R., Bhojraj H., Narayanamurthy H. and Sahu R.P., 1998, "Electroless Nickel Plating on Magnesium Alloy", Metal Finishing March, pp.10-18.
- Schneider, E., 1998, "Nondestructive characterization of state and properties of aluminium structures", 7th European Conference on Non-Destructive Testing, Copenhagen.
- Surender M., Balasubramaniam R. and Basu B., 2004, "Electrochemical Behaviour of Electrodeposited Ni-WC Composite Coatings" Surface and Coatings Technology 187(1), pp.93-97.

Tang F., Anderson I.E., Biner S.B., 2003, “Microstructures and Mechanical Properties of Pure Al Matrix Composites Reinforced by Al-Cu-Fe Alloy Particles”, Materials Science and Engineering A 363, pp:20-29.

Trojanova Z., Lukac P., Ferkel H., Riehemann W., 2004, “Internal Friction in Microcrystalline and Nanocrystalline Mg”, Materials Science and Engineering A 370, pp: 154-157.

Wang Z., Yu T. and Mason J.T., 2004, “ A review of research into the uses of low level ultrasound in cancer therapy”, Ultrasonic Sonochemistry, Volume 11, Issue 2, pp:95-103.

Wason W. P., 1968, “ Physical Acoustics: Principles and Methods”, Vol:4, Part B, Applications to Quantum and Solid State Physics, Newyork-London.

Webb S., 1993, “The Phsysics of Medical Imaging”, ISBN 0852743491, pp 1-633, Newyork

Wells N.T., 1969, “A range-gated ultrasonic Doppler system, Medical&Biological Engineering 7, pp.641-652.

7.1 İnternet Kaynakları

Erişim Tarihi

1. web.sakarya.edu.tr/~akbulut/Nucleation.pdf

07.01.2008

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı: Vildan Özkan

Doğum Yeri: Yozgat

Doğum Tarihi: 27.04.1982

Yabancı Dili: İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise: Afyon Yabancı Dil Ağırlıklı Süper Lisesi (1997-2000)

Lisans: İnönü Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü (2001-2005)

Yüksek Lisans: Afyon Kocatepe Üniversitesi Fizik Bölümü (2005-2008)

Proje

“Karbür ve Oksit İçeren Kompozitlerin Elastik Özellikleri İle Sinterleme Sıcaklığı Arasındaki İlişki”, 2007, 06.FENED.11, Afyon Kocatepe Üniversitesi. Araştırmacı.

Katılan Kongre

İsmail Hakkı SARPÜN^a, Vildan ÖZKAN^a, Sabri TUNCEL^b, Rıdvan ÜNAL^a, 2007, “Determination of Mean Grain Size by Ultrasonic Methods of Tungsten Carbide and Boron Carbide Composites Sintered at Various Temperatures”, 4th International Conference on NDT, Chania, Crete-Greece.

Özkan V., Sarpün İ.H., Ünal R., Yalım H.A., Oruncak B., Tuncel S., “Kaba Yüzeylerin Ultrasonik Ölçümlere Etkisi” Turkish Physical Society 24th. International Physics Congress, Malatya, 2007.

Özkan V., Sarpün İ.H., Ünal R., Yalım H.A., Oruncak B., “Ultrasonic Measurements Effect of the Rough Surfaces”, Balkan Physics Letters (article in press)