

BOR KARBÜR ESASLI SERAMİK METAL
KOMPOZİTLERİNİN ULTRASES DALGA HIZ METODU
İLE ORTALAMA TANECİK BOYUTLARININ TAYİNİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ
Tuba ÖZDEMİR

Danışman
Yrd. Doç. Dr. Rıdvan ÜNAL

FİZİK ANABİLİM DALI

Ocak
2006

T.C.
AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BOR KARBÜR ESASLI SERAMİK METAL KOMPOZİTLERİNİN
ULTRASES DALGA HIZ METODU
İLE
ORTALAMA TANECİK BOYUTLARININ TAYİNİ

TUBA ÖZDEMİR
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fizik Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. RIDVAN ÜNAL

AFYON
2006

Tuba Özdemir'in yüksek lisans tezi olarak hazırladığı "BOR KARBÜR ESASLI SERAMİK METAL KOMPOZİTLERİNİN ULTRASES DALGA HIZ METODU İLE ORTALAMA TANECİK BOYUTLARININ TAYİNİ" başlıklı bu çalışma, lisansüstü yönetmeliğinin ilgili maddesi uyarınca değerlendirilerek oy birliği ile kabul edilmiştir.

... / ... / 2006

Jüri Üyesi : Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL
(Başkan)

Jüri Üyesi: Yrd. Doç. Dr. Rıdvan ÜNAL
(Danışman)

Jüri Üyesi : Yrd. Doç. Dr. İsmail Hakkı SARPÜN

Jüri Üyesi : Yrd. Doç. Dr. Hüseyin Ali YALIM

<p>Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nungün</p> <p>vesayılı kararıyla onaylanmıştır.</p> <p style="text-align: right;">Enstitü Müdürü</p>
--

BOR KARBÜR ESASLI SERAMİK METAL KOMPOZİTLERİNİN
ULTRASES DALGA HIZ METODU İLE ORTALAMA TANECİK
BOYUTLARININ TAYİNİ

ÖZET

Bu çalışmada Ultrases dalga hız metodu kullanılarak Bor karbür (B_4C)-Alüminyum(Al)-Nikel(Ni) tozlarından oluşturulan seramik metal kompozitleri 2-4 MHz'lik transducer kullanarak tane boyut dağılımının belirlenmesi amaçlanmıştır. Numuneler 1200°C'den 1350°C'ye değişen farklı sıcaklıklarda Argon atmosferinde sinterlenmiştir. Ultrasonik hız-tane boyut temel grafiği 4 Mhz ultrasonik transducer kullanarak oluşturulmuştur. Sonuçlar SEM'den elde edilen tane boyut dağılımıyla karşılaştırılmıştır. Sinterleme işlemi sonrası SEM (Taramalı Elektron Mikroskop), EDX (Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi) ve XRD (X-Ray Diffraction) analizleri yapılmıştır. Ayrıca electroless metoduyla nikel kaplanan B_4C tozlarının seramik-metal kompozit üretimi gerçekleştirilmiştir.

Bu çalışmada seramik-metal kompozitleri elde etmek için bor karbür tozu, alüminyum ve nikel tozu kullanılmıştır. $B_4C + Al$ kompozit örnekleri %50 B_4C ve %50 Al kullanarak hazırlanmıştır, $B_4C + Al + Ni$ kompozit örnekleri %50 B_4C , %25 Al ve %25 Ni karıştırılarak hazırlanmıştır. Tozlar 16,4 mm yarıçaplı kalıpta yerleştirilerek 200 bar basınçta bir hidrolik pres kullanarak preslenmiştir. Numuneler tüp fırında argon gazı atmosferinde 1200°C, 1300°C ve 1350°C sıcaklıkta sinterlenmiştir.

Bu çalışma numunelerin ortalama tane boyut ve ultrasonik hız ilişkisini göstermektedir. Sonuçlar hesaplanan ve deneysel tane boyut değerlerinin % ~3.5'dan daha az değere sahip olduğunu göstermektedir. Kısaca, kompozit örneklerimizin ultrasonik hızlarının numunelerin ortalama tane boyut değerleriyle arttığını görüyoruz.

Anahtar Kelimeler: *Materyal karakterizasyonu, Tane boyut, Ultrasonik dalga hız, Bor Karbür*

THE MEAN GRAIN SIZE DETERMINATION BY ULTRASONIC VELOCITY TECHNIQUE IN BASIC BORON CARBIDE OF CERAMIC METAL COMPOSITES

ABSTRACT

In this study, the mean grain size of ceramic-metal composites, made from boron carbide (B_4C) – aluminium (Al) – nickel (Ni) powders, has been determined with ultrasonic velocity technique by using 2 and 4 Mhz transducers. Samples were sintered at different temperatures ranging from 1200°C to 1350°C in Argon atmosphere. Ultrasonic velocity-grain size master graph was plotted using 4 Mhz ultrasonic transducer. The results were compared to the mean grain size obtained from *SEM* (Scanning Electron Microscopy) images. *SEM* (Scanning Electron Microscopy), *EDX* (Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi) ve *XRD* (X-Ray Diffraction) analysis are used after sintering process. . The production of ceramic metal composites using B_4C powders plated with Ni by electroless method were also attempted.

In this work, the ceramic-metal composites were obtained by using Aliminium and Nickel with boron carbide powders. In $B_4C + Al$ composite sample was prepared by mixing %50 B_4C and %50 Al , and in $B_4C + Al + Ni$ composite samples were composed by mixing %50 B_4C , %25 Al and %25 Ni . Powders were placed in a 16,4 mm diameter mold and pressed using a hydraulic press at a pressure of 200 bar. Samples were sintered at temperatures of 1200°C, 1300°C and 1350°C with Ar gas atmosphere in tube furnace.

This work has shown the relation of ultrasonic velocity and average grain size of samples. Results shows that calculated and experimental mean grain size values have less than ~3,5 % difference. In Addition, we see that ultrasonic velocities of our composite samples are increasing with average grain size of samples.

Keywords: Material Characterization, Grain Size, Ultrasonic wave velocity, Boron Carbide

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	iii
ABSTRACT.....	iv
İÇİNDEKİLER.....	v
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	x
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR BİLGİLERİ.....	3
2.1. ULTRASESİN KEŞFİ, TARİHİ GELİŞİMİ VE YAPISI.....	3
2.2. ULTRASESİN TEMEL NİTELİKLERİ.....	3
2.2.1. Akustik empedans	3
2.2.2. Enerjetik yönü	5
2.2.3. Ses basıncı.....	6
2.2.4. Ultrasesin Yapısı	6
2.2.5. Ultrasesin Kullanım Alanları	7
2.2.6. Ultrasonik Dalgaların Yansıması ve İletimi.....	9
2.2.7. Ultrasonik Dalgaların Özellikleri.....	12
2.2.8. Katı, Sıvı ve Gaz Ortamlarda Ultrases.....	16
2.2.9. Ultrases Dalgası Saçılma Bölgeleri.....	22
2.3. ULTRASONİK TEKNİKLER.....	23
2.3.1. Tane Boyut Ölçüm Metodu.....	23
2.3.2. Dalga hızı	24
2.3.3. Ultrasonik Metodun Bazı Avantajları	25
2.4. KOMPOZİT MALZEMELER.....	25
2.4.1. Malzemelerin Sınıflandırılması.....	25
2.4.2. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması.....	26
2.4.3. Bor Karbür (B_4C) Hazırlık, Üretim ve Yöntemi	30
2.4.4. Kullanım Alanları.....	34
3. MATERYAL VE METOD	35
3.1. GİRİŞ.....	35
3.2. NUMUNE HAZIRLAMA	36
3.2.1. Kullanılan Malzemeler.....	36
3.3. DENEY DÜZENİĞİ.....	40
3.3.1. Ultrases Dalga Hızı Ölçüm Deney Sistemi.....	40
3.3.2. Transducer.....	41
3.3.3. Hız Ölçüm Metodu.....	42
3.4. AKIMSIZ NİKEL KAPLAMA (ELECTROLESS Ni PLATING).....	44
3.4.1. Deneysel işlem	44
4. DENEYSEL BULGULAR	46
4.1. VERİ ALMA TEKNİĞİ VE SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	46

4.2.	DENEYSEL ÇALIŞMA	46
4.3.	MATERYAL ANALİZİ	48
4.3.1.	Sinterleme Sonrası SEM-EDX Analizi	48
4.3.2.	EDX- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy.....	51
4.3.3.	X-ray Analiz Sonuçları	53
4.4.	ULTRASES HIZ DENEY SONUÇLARI.....	55
4.5.	AKIMSIZ NİKEL KAPLAMA DENEY SONUÇLARI	57
5.	TARTIŞMA VE SONUÇLAR	60
	REFERANSLAR	63
	TEŞEKKÜR.....	67
	ÖZGEÇMİŞ	68
	EKLER.....	69
	5.1.1. SEM-EDX Analizi	69

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 İki materyal arasındaki yüzeydeki Ultrasonik dalga, A ve C kaplanan tabaka, B.T geçen ışını, R yansıyan ışını gösterir (Halmshaw 1991).	4
Şekil 2.2 Düzlem sınırına normalden bir cisim veya ışınım düşmesi durumundaki akustik bir dalganın yansıma ve yayılması (Nagy 2003).....	10
Şekil 2.3 Yansıma durumlarındaki ses basınç değerleri (Nagy 2003).....	12
Şekil 2.4 Ortamda boyuna dalganın yayılması durgun parçacık durumu	14
Şekil 2.5 Ortamda enine dalga yayılması.....	15
Şekil 2.6 Katıdaki parçacıkların birbirlerine göre durumlarının basit gösterimi. .	17
Şekil 2.7 Bir yüzey elemanının deformasyonu (Peker 1989)	19
Şekil 3.1 Hazırlanan numunelerin özellikleri.....	38
Şekil 3.2 Sinterlemede kullanılan tüp fırın	39
Şekil 3.3 Ultrases hız ölçümü	40
Şekil 3.4 A- scan görüntüsündeki pikler ve numuneden alınan pik görüntüleri...	41
Şekil 3.5 Sıkıştırılmış dalga probe ile ultrasonik testin basit şekli (Halmshaw 1991)	41
Şekil 3.6 Transducer'ın iç yapısı.....	41
Şekil 3.7 Sistemde kullanılan transducer	42
Şekil 3.8 Normalize edilen boyuna faz hızı—ka (Hirse Korn 1983).....	43
Şekil 4.1 Örneklerin SEM görüntüsü, (a) B_4C+Al , (b) $B_4C+Al+Ni$, (c) $B_4C+Al+Ni$,	49
Şekil 4.2 1350°C 'de Ar atmosferinde sinterlenen bor karbürün (B_4C) SEM görüntüsü.....	49
Şekil 4.3 Örneklerin SEM görüntüleri, a) B_4C , b) B_4C-Al , c) $B_4C-Al-Ni$	50
Şekil 4.4 Bor karbür-alüminyumun (B_4C+Al) EDX Spektroskopisi.....	51
Şekil 4.5 Bor karbür-alüminyum-nikelin ($B_4C+Al+Ni$) EDX Spektroskopisi	51
Şekil 4.6 1350°C'de sinterlenen Bor karbür-alüminyum-nikelin ($B_4C+Al+Ni$) EDX Spektroskopisi,.....	52
Şekil 4.7 1350°C'de sinterlenen Bor karbürün -(B_4C) EDX Spektroskopisi,	52
Şekil 4.8 XRD analizi a (B_4C+Al), b ($B_4C+Al+Ni$), c (B_4C), d (B_4C).....	54
Şekil 4.9 Numunelerin ultrases hız- ortalama tane boyut grafiği.....	55
Şekil 4.10 Örneklerin hesaplanan ve deneysel tane boyut grafiği	56
Şekil 4.11 Nikel kaplanan bor karbür (B_4C) ve bor karbür-alüminyum (B_4C-Al) tozların (Ar atmosferinde) 1300°C'de sinterlenen numunelerinin SEM görüntüleri.	58

TABLULAR DİZİNİ

Tablo 2.1 Bazı malzemelerin akustik empedansları ve yoğunlukları (Özden 1981)	5
Tablo 2.2 Ultrasonik ölçümler ve uygulama kategorileri (Bhardwaj 2000)	9
Tablo 2.3 Kübik kristallerde farklı kristal doğrultuları için ultrases hızları (Queheillalt 2000)	21
Tablo 2.4 Bor karbür bileşiğinin bazı özellikleri	33
Tablo 3.1 Hazırlanan numunelerin özellikler	37
Tablo 4.1 (2-4) Mhz ile ölçülen hız (m/s) değerleri	47
Tablo 4.2 Numunelerin Deneysel Ortalama Tane Boyut Dağılımları	47
Tablo 4.3 Hesaplanan ve deneysel olarak elde edilen tane boyut ölçümleri	48
Tablo 4.4 Bor karbür ve nikel oranları	57
Tablo 4.5 Bor karbürün işlemsel parametreleri	57
Tablo 4.6 B ₄ C, Al, Ni oranları	57
Tablo 4.7 Bor karbür+alüminyumun işlemsel parametreleri	58
Tablo 13 (B ₄ C-Al) ve (B ₄ C- Al- Ni) kompozitlerinin optik mikroskop görüntüleri	70

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler	Açıklama
a	Tane yarıçapı
A	Titreşim genliği
c	Dalga hızı
C	Esneklik Katsayısı
f	Frekans
ρ	Yoğunluk
E_T	Geçen Enerji
E_R	Yansıyan Enerji
I	Ultrases enerji şiddeti
k	Dalga sayısı
M	Kütle
P	Ses basıncı
R	Yansıma katsayısı
T	Geçme katsayısı
T	Sıcaklık
V	Ultrases dalga hızı
V_b	Boyuna dalga hızı
V_e	Enine Dalga Hızı
Z	Akustik empedans
w	Açısal frekansı
Z	Akustik empedans
λ	Dalga boyu
θ	Faz açısı

<u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklama</u>
TÜBİTAK	Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu
SEM	Scanning Electron Microscopy
EDX	Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi
XRD	X-Ray Diffraction
UA	Ultrasonic Attenuation
UB	Ultrasonic Back-Scattering
URA	Ultrasonic Relative Attenuation
MMK	Metal Matriksli Kompozit
HIP	Sıcak izostatik presleme
NDT	Non-Destructive Testing
TUAM	Teknik Uygulama Araştırma Merkezi
TEM	Transmission Electron Microscope

1. GİRİŞ

Ultrases, mekanik parametrelerle ilgilidir ve mikro yapıyı değerlendirmede kullanılan tahribatsız muayene (non-destructive) metotlarından biridir. Ultrasonik ölçüm yöntemi yalnızca kalite kontrol testinde değil aynı zamanda kalınlık ölçme, yüzey düzgünlüğü ve çatlak kontrolü yapmak amacıyla kullanılmaktadır. Ultrasonik deneyler, ultrasonik dalgalarının malzemenin içinden geçerken parçacıklar ile etkileşerek sönümlenmesi, saçılması ve yansıması olaylarına dayanmaktadır.

Ultrasonik hız teknikleri; test edilen materyale zarar vermeksizin anizotropi faktörü, doğrusal olmayan parametrelerde, elastik modülü içeren materyalin elastik (Hearmon 1981) ve elastik olmayan (inelastic) parametrelerini anlamamızda büyük fayda sağlar (Petculescu 2004).

Materyalin mikroyapısal karakterizasyonu; birçok uygulamalarda (tıpta) kullanılan, izotrop olmayan materyalde tane boyut, çatlaklarda, eklenilen madde, geometri yapıda ayrıca bileşiminde bulunan yapının azalma oranında, madde miktarını anlamada ve mekanik özelliklerin tahmin kalitesini sağlamada önemli bir rol oynar (Ihang ve Kim 1999).

Yüksek performanslı seramikler, çağımızı temsil eden bir grup seramikler içinde yer almaktadır. Bu seramiklerin; ağırlığı hafiftir, sertliği yüksektir, aşınmaları azdır (non-corrodable), erime noktaları yüksektir, ileri uygulamalarda kullanılır ve bunlar hemen hemen bütün endüstriyel uygulamalarda kullanılan malzemelerdir. Yüksek performanslı seramiklere Bor karbür (B_4C), Bor nitrür (BN), Tungsten karbür (WC), Titanyum diborid (TiB_2), Alümina (Al_2O_3), Zirkonya (ZrO_2), Silisyum karbür (SiC) örnek olarak verilebilir.

Seramikleri kategorilere ayırırsak bunlar: kilden yapılan materyaller, porselenler, yüksek performanslı seramikler, demirli bileşikler, amorf seramikler ve cam seramikler olmak üzere belli başlı bölümlerde adlandırılabilirler (El-Mahallawy vd. 1998).

Seramikler, inorganik maddelerdir ve metal olmayan kimyasal maddeler yüksek sıcaklıkta işlemlerden geçerler. Seramik kalitesini etkileyen birçok faktör vardır. Bunlar temel olarak; tanecik boyutu, pişirilme sıcaklığı ve bileşimini oluşturan element türüdür.

Bu tezin ikinci bölümünde ultrasesin tarihçesi, gelişimi, ultrasesin temel nitelikleri, ultrasesin yapısı, ses ve ultrases hız teorileri incelenmiştir. Tezin üçüncü bölümünde materyal ve metotta numune hazırlamadaki işlem basamakları anlatılmıştır ayrıca ultrases dalga hızı ölçüm deney sistemi, ultrases hız ölçüm metodu ve akımsız nikel kaplama metodu incelenmiştir.

Tezin dördüncü bölümü Deneysel bulgular bölümü deneysel çalışma sonuçlarını içermektedir ve bu bölümde hazırlanan kompozit numuneler için TÜBİTAK, Marmara Araştırma Merkezinden elde edilen ölçümler ve sonuçlar verilmiştir. Yine bu bölümde numunelere ait SEM (Taramalı Elektron Mikroskop), EDX (Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi), XRD (X-ışınları difraksiyon yöntemi) ve optik mikroskop görüntüleri bulunmaktadır.

Sonuç olarak, ultrases deney sonuçları ile SEM'den alınan sonuçlar karşılaştırılmıştır.

2. LİTERATÜR BİLGİLERİ

2.1. Ultrasesin keşfi, tarihi gelişimi ve yapısı

Pierre Curie ve kardeşi Paul Jacques Curie tarafından 1880 yılında piezoelektrik etkinin keşfi ve bir yıl sonra G.Lipmann tarafından teorik olarak ters piezoelektrik olayının ispatlanması ile kuartz ve diğer materyallerde piezoelektrik olay üzerine yoğun çalışmalar başlatılmıştır. Bu çalışmalar aynı zamanda ultrases araştırmalarının ve çalışmalarının temelini oluşturmuştur.

I. Dünya savaşında Fransız fizikçi Paul Langevin, kendi adıyla anılan düşman denizaltılarını izlemekte kullanılan bir ultrases alıcı-verici sistemi geliştirmiştir.

Materyal karakterizasyonunda ultrasesin kullanılması ilk olarak 1929 ve 1935 yıllarında Bilim adamı Sokolov tarafından gerçekleştirilmiştir. Ultrases, Skolov tarafından metallerin içyapı hatalarının belirlenmesinde kullanılmıştır, daha sonra iki transducer ile katı içindeki çatlak ve kusurların belirlenmesinde de kullanılmıştır. Firestone, (Firestone 1943) tek transducer yardımıyla puls-eko tekniğini geliştirmiş ve büyük bir gelişme sağlamıştır.

Ultrases test edilecek numuneye veya dokuya zarar vermediğinden, 1945 yılından sonra tıp ve malzeme analizi alanları olmak üzere ikiye ayrılmıştır ve uygulama alanı artmıştır.

2.2. Ultrasesin Temel Nitelikleri

2.2.1. Akustik empedans

Ultrases dalgası, malzeme içerisinde ses basıncı şeklinde ilerler. Akustik empedans, ortamın sesin yayınına karşı gösterdiği dirençtir. Buna ses direnci de denir. Her ortamın sesin yayınına karşı gösterdiği direnç farklıdır. Ortamın yoğunluğu ile sesin o ortamdaki yayılma hızının çarpımı akustik empedansı vermektedir.

$$Z = \rho V \quad (2.1)$$

geçen enerjinin yüzdesi, E_T ,

Burada; ρ (kg/m^3), ortamın yoğunluğu; V (m/s), sesin ortamdaki yayılma hızıdır.

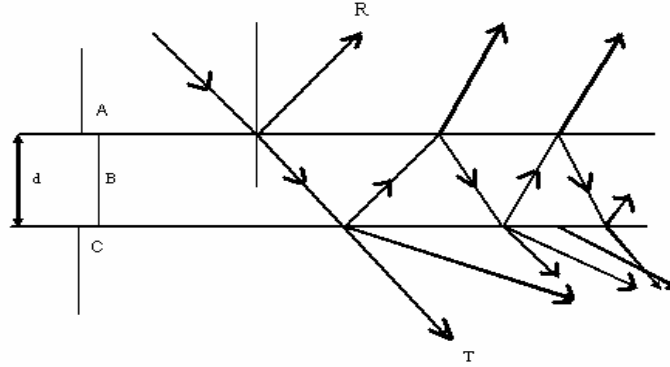
Farklı akustik empedanslı (Z_1 ve Z_2) iki materyal için;

$$E_T = \frac{4Z_1Z_2}{(Z_1 + Z_2)^2} \times 100 \quad (2.2)$$

yansıyan enerji E_R ,

$$E_R = \left(\frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2} \right)^2 \times 100 \quad (2.3)$$

şeklinde verilir. Şekil 2.1'de iki materyal arasındaki yüzeydeki ultrasonik dalga geçişleri gösterilmektedir.



Şekil 2.1 İki materyal arasındaki yüzeydeki Ultrasonik dalga, A ve C kaplanan tabaka, B.T geçen ışını, R yansıyan ışını gösterir (Halmshaw 1991).

Tablo 2.1’de bazı malzemelerin akustik empedansları (Z) ve yoğunlukları (ρ) verilmektedir.

Tablo 2.1 Bazı malzemelerin akustik empedansları ve yoğunlukları (Özden 1981)

Örnekler	Z (10^6)kg/m ² s	ρ (10^3) kg/m ³
Dökme demir	25-40	7,20
Demir (çelik)	46,5	7,85
Bakır	42,0	8,90
Pirinç	33,0	8,50
Alüminyum	17,0	2,70
Porselen	2,40	13-14
Lastik (vulkanize)	2,5-3,7	1,1-1,6
Lastik (yumuşak)	1,9-3,1	1,3-2,1
Su (20°C)	1,50	~ 1,00
Motor yağı	1,1-1,7	0,88-1,02

2.2.2. Enerjetik yönü

Ultras, titreşim hareketinden oluşan sestir. Titreşim hareketi olarak doğar, titreşim hareketi olarak yayılır ve titreşim hareketi olarak algılanır. Ses ötesi dalgalar, atomların veya moleküllerin denge konumları etrafında titreşimi olmasından dolayı mekanik bir enerjidir. Ultras enerjisinin şiddetiyle titreşen atom veya moleküllerin genliği arasındaki bağıntı aşağıda verilmiştir.

$$I = \frac{1}{2} W w A^2 \quad (2.4)$$

Burada; I (W/m^2) - Ultras enerji şiddeti

A (m) – titreşim genliği

W (kg/m^2s) – ortamın akustik empedansı

$w = 2\pi f$ (s^{-1}) – açısal frekansı göstermektedir.

2.2.3. Ses basıncı

Ses, bir titreşim hareketi olduğundan ortam içinde yayılırken geçtiği noktalarda bir basınç oluşturur. Buna ses basıncı adı verilir.

$$P = WwA \quad (2.5)$$

P (N/m²), ses basıncı yani alternatif değişen ses basıncının genliğini göstermektedir. Akustik ses şiddeti ile akustik basınç arasında aşağıdaki bağıntı vardır.

$$I = \frac{1}{2} \frac{P^2}{W} \quad (2.6)$$

2.2.4. Ultrasesin Yapısı

İnsan kulağının duyarlı olmadığı, frekansı 20 kHz'den yüksek olan seslere ultrases denir. Ses, maddesel ortamlarda yayılan bir enerji türüdür. Ses dalgaları, elastik olarak ortamda yayılırlar ve titreşim enerjisini iletirler. Sıvılardaki ve gazlardaki ses dalgaları boyuna dalgalarıdır; katıdaki ses dalgaları ise hem enine hem boyuna dalgalarıdır. Ses hızı frekanstan bağımsız olmaktadır. ($v = \lambda f$)

Havadaki ses hızı, 20°C de ~340 m/s, sudaki ses hızı, ~1500m/s'dir. Ses dalgalarının frekansı değişir:

- 20 Hz aşağısı: ses altı (infrasonic)
- 20 Hz-20 kHz : işitilebilir (audible)
- 20 kHz üstü: ses üstü (ultrasonic, "ultrasound")

Ultrases mekanik bir enerji çeşididir ve ultrasesin oluşturulmasında ve algılanmasında transducerlar kullanılır. Dalga ortamda ilerlerken ortamda sıkışmalar ve gevşemeler meydana getirir. Bu sıkışma ve gevşemeler ortamda yayılma doğrultusunda ilerler. İki sıkışma ve iki gevşeme arasındaki uzaklık dalga boyunu vermektedir. Ortamda V_u hızıyla ilerleyen bir ultrases dalgasının λ dalga boyu ile frekansı (f) arasındaki bağıntı

$$V_U = \lambda f \quad (2.7)$$

ile verilir. Denklem (2.7) ifadesinden görüldüğü gibi, ortamda yayılan bir dalganın hızının sabit olduğu düşünülürse dalgayı meydana getiren kaynağın frekansını değiştirerek ortamda yayılan dalganın dalga boyu değiştirilebilir.

2.2.5. Ultrasesin Kullanım Alanları

a) Ultrasesin Malzeme Analizindeki Uygulamaları

Ultrasesin kullanım alanı 1945'ten sonra gelişmiştir. Ultrasesin test edilecek numuneye veya dokuya zarar vermemesinden dolayı uygulama olarak, tıpta ve malzeme analizinde kullanılmaktadır.

Ultrases ile malzeme karakterizasyonunda dalga hızı ve azalma (attenuation) ölçümleri ile yapılan çalışma Mason ve McSkimmin (Mason ve McSkimmin 1947) tarafından başlatılmıştır. Roderick ve Truell (Roderick ve Truell 1952) ise azalma (attenuation) metoduyla tanecik boyutu belirlenmesini gerçekleştirmiştir. Bu çalışmayı kullanarak, alıcı transducerdan gelen bilgileri değerlendirerek tanecik boyutunu belirlemeyi Hilliard (Hilliard 1963) ve Aldrige (Aldrige 1969) geliştirmiş ve daha sonra teorik açıklamasını Papadakis (Papadakis 1965) yapmıştır. Geri yansıma tekniğini kullanarak tanecik boyutunun belirlenmesinin ilk deneysel çalışması Beecham (Beecham 1966) tarafından yapılmıştır. Bununla ilgili teorik çalışma Fay ve arkadaşları (Fay ve vd.1976) tarafından gerçekleştirilmiş, değişik yapılara uygulanması ise Goebbels ve Höller (Goebbels ve Höller 1976) tarafından yapılmıştır (Sarpün 2004).

Son zamanlarda materyal karakterizasyonu çalışmaları genellikle sinterleme işlemi uygulanan metaller üzerinde gerçekleştirilmektedir. Farklı yöntemlerle tanecik boyutu belirleme çalışmaları halen devam etmektedir.

Bunlar, yutulma (attenuation) ölçümleri, geri-yansıma metodu, grafik metodu, ilk arka yüzey yansıma metodu, ultrases dalga hız metodudur.

Ultrases dalgasının içinde bulunduğu son yirmi yılda, ultrases ve uygulamaları hızlı bir şekilde gelişme göstermiştir. Endüstrideki kullanım alanları; boyut ve yakınlık analizini, çok tabakalı materyaldeki tabakalar halindeki dizimi, mekanik özellikleri ve elastik karakterizasyonunu içerir ve metalde açıkça kusur bulmanın ötesine gitmiştir; anizotropi ve heterojenlik ölçümleri; yüzey profili, kimyasal korozyon, kristallendirme ve polimerizasyon; sıvı ve gaz akış metreleme; yüzey görüntüsü ve materyalin iç yapı özellikleri; sıvı viskozitesi; granül mikro yapısı ve dokusu; uygulanan ve artan zorlamaları; yüksek sıcaklık değerleri; basınç ve radyasyon çevre uygulamaları; robotbilim, yapay zeka, yapısal ve elektronik materyaller, uçak ve uzay, kimyasal ve petrol, plastikler ve kompozitler, ağaç ve yapı, anayol ve uçak iniş yolları, köprüler ve demiryolları, kauçuk ve tekerlek, gıda, eczacılık şeklindedir.

Ortamla etkileşmesinden yararlanılarak malzemeyle ilgili bazı analizler yapılabilmektedir. Malzeme analizleri ve bunların endüstriyel kullanımları Tablo 2.2’de verilmiştir (Bhardwaj 2000).

Tablo 2.2 Ultrasonik ölçümler ve uygulama kategorileri (Bhardwaj 2000)

ÖLÇÜM KATEGORİSİ	ÖLÇÜLEN PARAMETRELER	UYGULAMALAR
Zaman Bölgesi	Zamana göre ultrases dalgasının; Şiddetinin değişimi ➤ Hızının ölçümü (boyuna, enine ve yüzey dalgaları)	Yoğunluk, Kalınlık, kusur bulma, Elastik ve Mekaniksel özellikler, yüzey analizi, Anizotropy, homojenlik, Boyut analizi, Robotbilim, uzaktan algılama
Attenuation Bölgesi	Ultrases dalgasının verilen frekanstaki ve ışık boyutundaki geçen ve yansıyan kısımlarındaki dalgalanmaların incelenmesi	Numunedeki kusurların, yüzey ve iç mikroyapılarının, iç yüzey analizlerinin belirlenmesi
Frekans Bölgesi	Ultrases Attenuation - Frekansa bağlılığı veya Ultrasonik Spektroskopi	Mikroyapı, Tane boyut, Tane sınır ilişkileri, gözeneklilik, yüzey karakterizasyonu, faz analizleri..
Görüntü Bölgesi	Zamana göre şiddet, hız ve attenuation'daki değişimlerin görüntü haline getirilmesi	Yüzey ve kusurların iç görüntüleri, Mikroyapı, Yoğunluk, Hız, Mekanik özellikler, 2-D ve 3-D görüntüleme

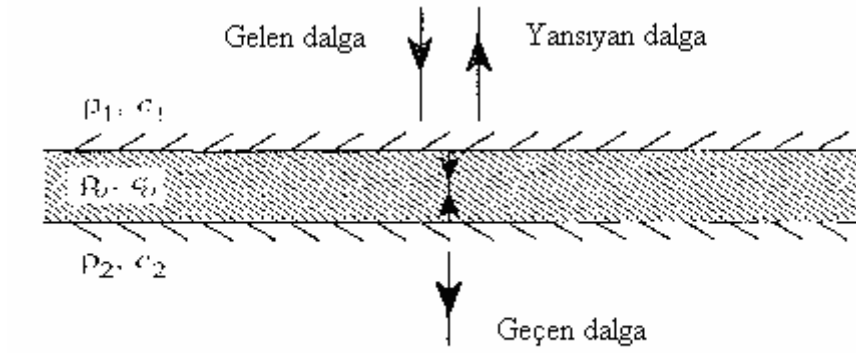
2.2.6. Ultrasonik Dalgaların Yansıması ve İletimi

Ultrasonik dalgalar, mekanik titreşimlerdir ve farklı materyallerde farklı dalga boylarına sahiptirler. Bu materyalin elastik özelliklerine ve materyaldeki elektrik akımlı parça titreşimine bağlıdır. Parça titreşimi sinüsel dağılım gösteriyorsa, dalgalar tek dalga (λ) ilerler ve bilinen formül

$$f = c / \lambda \quad (2.8)$$

şeklindedir (c dalga hızı).

Yansıma ve yayılmanın en basit durumu, dalgalar yüzey normaline geldiği zaman gerçekleşir. Şekil 2.2’de iki ortam arasında yüzeydeki boyuna dalgaların durumu aşağıda gösterilmektedir.



Şekil 2.2 Düzlem sınırına normalden bir cisim veya ışınım düşmesi durumundaki akustik bir dalganın yansıma ve yayılması (Nagy 2003)

Bu durum, üç tane yayılan dalga açısından gelen, yansıyan ve yayılan bileşenler olarak tanımlanır. Bu üç dalga tarafından üretilen yerdeğiştirme ve zorlama dağılımları aşağıdaki denklemlerle yazılmaktadır.

$$u_X^{(i)} = A_i e^{i(k_1 x - \omega t)} \quad (2.9)$$

$$\tau_{xx}^{(i)} = i\omega Z_1 A_i e^{i(k_1 x - \omega t)} \quad (2.10)$$

$$u_X^{(r)} = A_r e^{i(-k_1 x - \omega t)} \quad (2.11)$$

$$\tau_{xx}^{(r)} = -i\omega Z_1 A_r e^{i(-k_1 x - \omega t)} \quad (2.12)$$

$$u_X^{(t)} = A_t e^{i(k_2 x - \omega t)} \quad (2.13)$$

$$\tau_{xx}^{(t)} = i\omega Z_2 A_t e^{i(k_2 x - \omega t)} \quad (2.14)$$

$$(Z_1 = \rho_1 c_1 \text{ ve } Z_2 = \rho_2 c_2)$$

Mükemmel bir yüzey için, yayılan ve yansıyan dalgaların genliği normal yer değiştirmeler hesaplanarak bulunur ve zorlamalar yüzeyde aynı olmalıdır. Böylece, $x = 0$ için, aşağıdaki denklemler yazılmaktadır.

$$u_x^{(i)} + u_x^{(r)} = u_x^t \quad (2.15)$$

$$\tau_{xx}^{(i)} + \tau_{xx}^{(r)} = \tau_{xx}^{(t)} \quad (2.16)$$

Bu doğrudan sonuca götürür.

$$R^{\text{Yerdeğiştirme}} = \frac{A_r}{A_i} = \frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2} \quad (2.17)$$

ve

$$T^{\text{Yerdeğiştirme}} = \frac{A_t}{A_i} = \frac{2Z_1}{Z_1 + Z_2} \quad (2.18)$$

yerdeğiştirme genlik oranlarıdır.

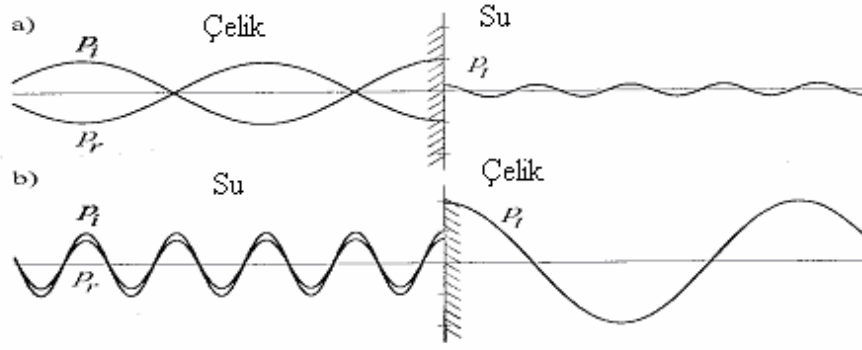
Genellikle zorlama (veya basınç) genlikleri aşağıdaki denklemlerle verilir.

$$R^{(\text{zorlanma})} = -\frac{A_r}{A_i} = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_1 + Z_2} \quad (2.19)$$

ve

$$T^{(\text{zorlanma})} = \frac{Z_2}{Z_1} \frac{A_t}{A_i} = \frac{2Z_2}{Z_1 + Z_2}, \quad (2.20)$$

R ve T yansıma ve geçme katsayılarıdır. Bu sonuçlar, her materyalde kendi akustik empedansı açısından görülmektedir. Şekil 2.3'te çelik ve suda yansıma durumundaki ses basınç değerleri gösterilmektedir.



Şekil 2.3 Yansıma durumlarındaki ses basınç değerleri (Nagy 2003)

(a) çelik-su

(b) su-çelik yüzeyi normal doğrultusunda.

Çelik –su için

$$\rho_s c_s = 46.5 \times 10^6 \quad (2.21)$$

$$\rho_w c_w = 1.5 \times 10^6 \text{ kg / m}^2 \text{ s} \quad (2.22)$$

zorlamaya bağlı olarak, denklemlerinden $R = -0,938$ ve $T = 0,063$ değerleri bulunur.

Su-çelik için ise, $R = 0,938$ ve $T = 1,938$ bulunur. Yansıyan dalga genliği gelen dalganın genliği ile yaklaşık aynıdır, geçen dalganın genliği ise gelen dalganın genliğinin yaklaşık iki katıdır (Nagy 2003).

2.2.7. Ultrasonik Dalgaların Özellikleri

Ultrasonik dalganın bazı özellikleri aşağıda verilmektedir. Bunlar;

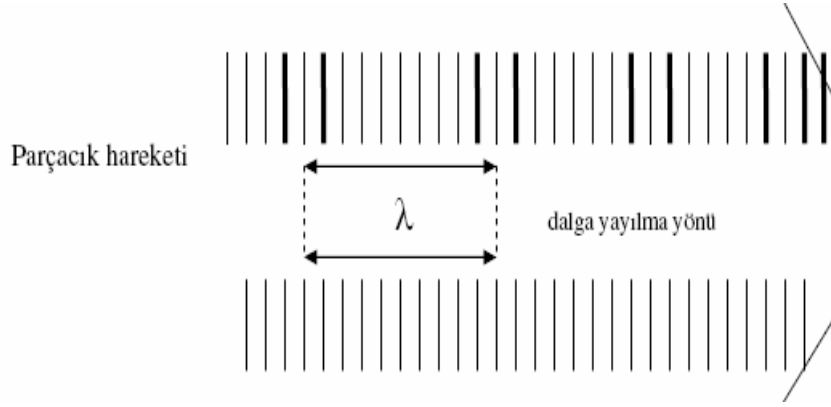
1. yüzeyde yansıması, yüzeyde kırılması,
2. yüzeyde, açılı bir cisim veya ışının bir düzey üzerine düşmesiyle durum değiştirmesi
3. yutulma (attenuation)
4. dalga boyu, frekans ve hız,
5. yakın ve uzak alanlarda ışının yayılması ultrasonik dalgaların özellikleridir.

Dalga, titreşen parçacığın akıp giden zaman içinde titreşim genliğinin bir maksimum ile bir minimum arasında salınım göstermesidir. Dalgalar; mekanik ve elektromanyetik dalgalar olmak üzere ikiye ayrılır. Bunlardan başka elektron demeti veya atomlardan daha küçük parçacıklarda bir dalga gibi davranırlar. Bu dalgalara madde dalgaları denir. Işık dalgaları, radyo dalgaları, elektromanyetik dalgalar boşlukta yayılırken; su dalgaları, ses dalgaları bir esnek ortam içinde yayılırlar. Esnek ortamlarda yayılan bu tür dalgalara mekanik dalgalar denir. Mekanik dalgalar esnek ortamın denge konumu etrafında salınması sonucu oluşur. Mekanik dalgalar, maddenin kendisi yer değiştirmeden hareketin yerdeğiştirmesi sonucu oluşur ve enerjinin madde içinde bir noktadan diğerine iletilmesini sağlarlar. Ultrases dalgalarını, parçacıklarının hareket durumuna göre ayırabiliriz. Bunlar:

i) Boyuna ultrases dalgaları

Boyuna dalga, test numunesindeki yüzeye yakın parçacıklar, yüzeye dik olarak titreştiklerinde elde edilir. Bu tip dalgalara boyuna ultrases dalgaları denir. İlk parçacık yüzeyi titrer ve kinetik enerjiyi yanındaki parçacık yüzeyine iletir. Parçacıklar arasındaki bağ elastik olduğundan parçacık yüzeyleri arasındaki hareket birbirinin ardı sıradır.

Ortamdaki parçacıkların titreşim doğrultularıyla dalga yayılma doğrultuları aynıdır ve parçacıklar arası bağ ne kadar zayıf olursa olsun boyuna dalgalar katı, sıvı ve gaz ortamlarda oluşabilir. Şekil 2.4 ortamda boyuna dalgaların yayılmasını göstermektedir.



Şekil 2.4 Ortamda boyuna dalganın yayılması durgun parçacık durumu

Eşit mesafelerde, parçacık yüzeylerinin arasında eşit basınç dalgaları meydana gelir. Bu dalgaların iki sıkışma noktası ile iki gevşeme noktası arasındaki mesafe eşittir ve bu uzunluk (λ) dalga boyu olarak ifade edilir. Bu basınç dalgalarının statik halini değil de yayılma halini incelersek sıkışma ve gevşeme noktalarının aralarındaki mesafe bozulmadan deneye tabi tutulan malzeme içinde yayıldıklarını görürüz. Bu boyuna dalgalarının hızı olup, V_b ile ifade edilir ve değeri her malzemeye göre ayrı ve sabittir. Böylece tamamen homojen bir bünyeye sahip olan malzemelerde sesin yayılma hızının sabit olduğu söylenebilir. Çelik, su, hava ve alüminyum için boyuna dalgaların ses hızı şöyledir:

Çelik, $V_b = 5900 \text{ m/s}$

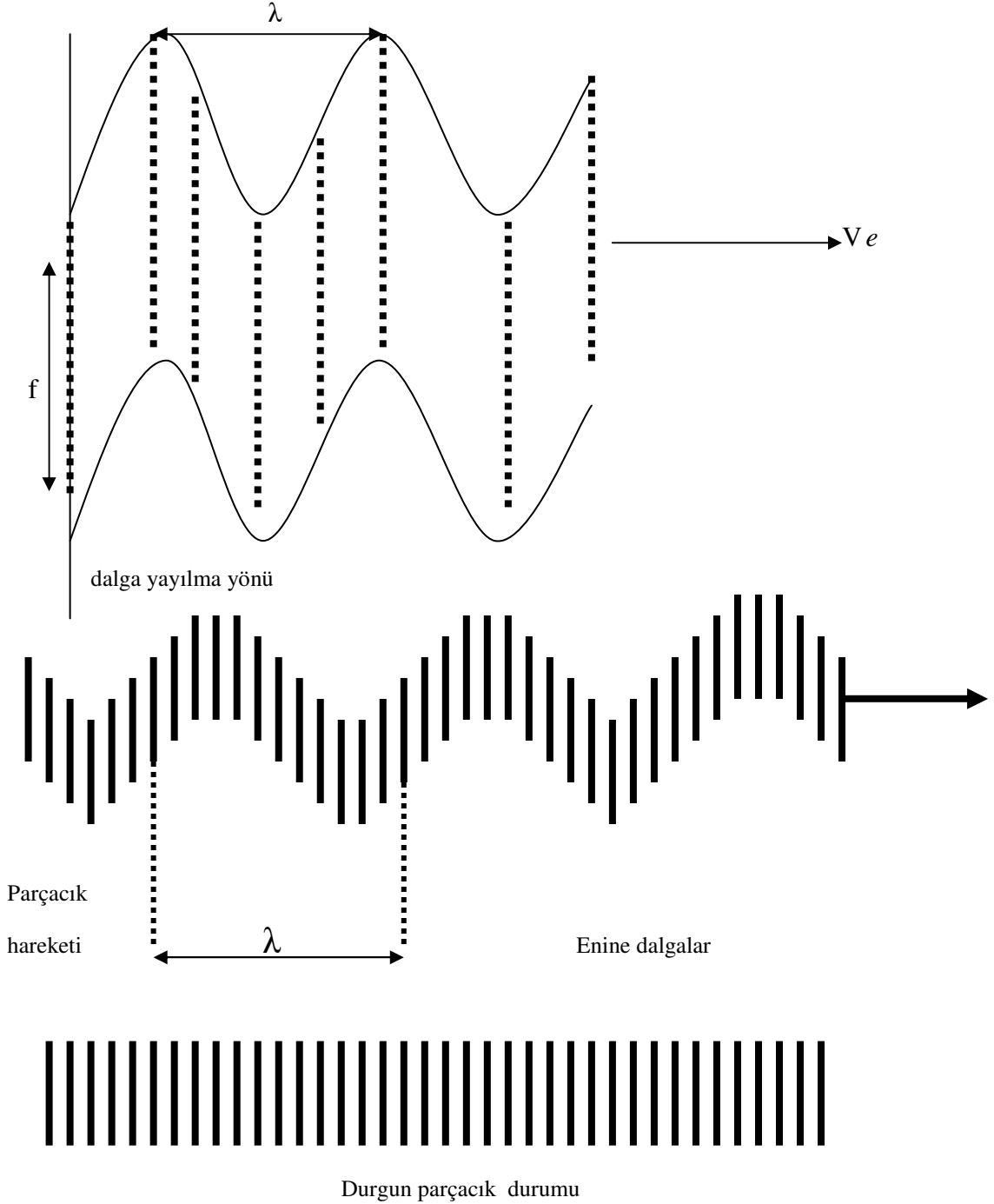
Su, $V_b = 1480 \text{ m/s}$

Hava, $V_b = 330 \text{ m/s}$

Alüminyum, $V_b = 6300 \text{ m/s}$

ii) Enine Ultrases Dalgaları

Madde içindeki enerjiyi ileten parçacıkların hareketi ultrases dalgalarının yayılma doğrultusuna dik olan dalgalara enine ultrases dalgaları adı verilir. Enine dalga ise parçacıklar yüzeye paralel olarak titreştirildiği zaman meydana gelir. Şekil 2.5 enine dalgaların yayılmasını göstermektedir.



Şekil 2.5 Ortamda enine dalga yayılması

Boyuna dalgayı meydana getiren şartlara kıyasla, iki peşi sıra dalga çukuru veya iki peşi sıra dalga tepesi arasındaki mesafe enine dalganın (λ) dalga boyunu verir. Dalga tepesi ve çukurlarının bir malzeme içinde yayılma hızını V_e ile gösteriyoruz. Bu hız, malzemelere göre ayrı ayrı olup aynı zamanda sabittir. Çelik, su, hava ve alüminyum için enine dalga hızları aşağıdaki gibidir:

Çelik: $V_e = 3230$ m/s

Su: $V_e = 1480$ m/s

Hava: $V_e = 330$ m/s

Alüminyum: $V_e = 3130$ m/s

Enine ultrases dalgaları sıvı ve gazlarda moleküller atomlar yani parçacıklar arasındaki bağlar çok zayıf olduğundan yayılamazlar. Katı ortamların atom ve molekülleri yani ortam parçacıkları arasındaki kuvvetli bağlardan dolayı enine dalganın yayılması yalnız katı ortamlarda mümkündür.

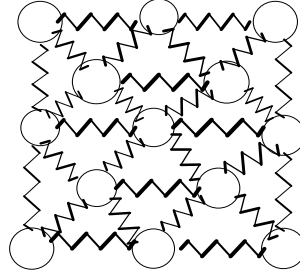
2.2.8. Katı, Sıvı ve Gaz Ortamlarda Ultrases

2.2.8.1. Katılarda Ses Hızı

a) Elastik bir ortamda yayılma

Katı cisimler elastik kuvvetlerle birbirine bağlıdır ve birbirlerinin durumuna göre hareket eden küçük parçacıklardan oluşur. Bu parçacıklar herhangi bir etkiye maruz kaldıklarında titreşmeye başlar ve kendi enerjilerini yanlarındaki parçacıklara geçirirler. Böylece enerji, cismi oluşturan bütün parçacıklara yayılmaktadır.

Sesin yayılması ancak maddesel ortamda mümkündür ve sesin oluşması için bir maddesel ortam titreşime zorlanmalıdır. Bir parçacığın titreşimi onun denge konumu etrafında gidip gelme hareketi olarak ifade edilir. Bu hareket zamana bağlı bir dalga halinde görülür (Anık ve Anık 1977).



Şekil 2.6 Katıdaki parçacıkların birbirlerine göre durumlarının basit gösterimi.

Bir hacim elemanı üzerinde gerilim ve deformasyon bileşenlerini incelersek: Bir yüzey elemanına tesir eden gerilim genellikle yüzeye dik değildir. Yüzeye dik ve paralel bileşenleri vardır. Eğer cismi birbirine dik üç ox , oy , oz eksenleri ile gösterirsek ve bu eksenlere dik bir P noktasından geçen düzlemlere etki eden gerilimleri dikkate alırsak, gerilimin $\sigma_{xx}, \sigma_{yy}, \sigma_{zz}, \sigma_{xy}, \sigma_{xz}, \sigma_{yz}, \sigma_{yx}, \sigma_{zx}, \sigma_{zy}$ gibi dokuz bileşeni olacaktır. Birinci indis gerilimin doğrultusunu, ikinci indis gerilimin hangi düzleme etki ettiğini gösterir. P noktası etrafında yüzeyleri eksenlere dik bir hacim elemanı alalım. Denge halinde momentler alınırsa,

$$\sigma_{xy} = \sigma_{yx}, \sigma_{xz} = \sigma_{zx}, \sigma_{yz} = \sigma_{zy} \quad (2.23)$$

olduğu görülür. Bu yüzden birbirinden bağımsız altı bileşen kalır. Bu altı bileşen bilirse P' den geçen herhangi bir yüzey elemanına tesir eden gerilim bulunabilir. Yani bu altı bileşen P noktasındaki gerilimi açıklamaktadır.

Herhangi bir P noktasının, kuvvet etkisi sonucu yer değiştirme miktarının bileşenleri U, V, W olsun. Yani bu noktanın koordinatları önce X, Y, Z ise yer değiştirmeden sonra $X+U, Y+V, Z+W$ olur. Bu noktaya yakın başka bir noktanın koordinatları $(x + \delta x, y + \delta y, z + \delta z)$ olur ve bu noktanın yer değiştirme miktarının bileşenleri $(u + \delta u, v + \delta v, w + \delta w)$ olsun.

Eğer $\delta x, \delta y, \delta z$ oldukça küçükse,

$$\delta u = \frac{\partial u}{\partial x} \delta x + \frac{\partial u}{\partial y} \delta y + \frac{\partial u}{\partial z} \delta z \quad (2.24)$$

$$\delta v = \frac{\partial v}{\partial x} \delta x + \frac{\partial v}{\partial y} \delta y + \frac{\partial v}{\partial z} \delta z \quad (2.25)$$

$$\delta w = \frac{\partial w}{\partial x} \delta x + \frac{\partial w}{\partial y} \delta y + \frac{\partial w}{\partial z} \delta z \quad (2.26)$$

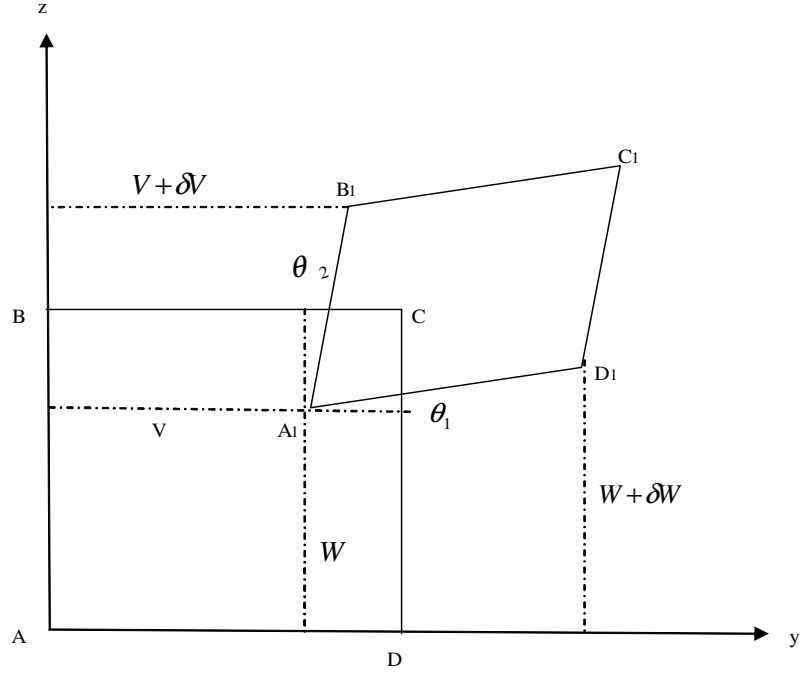
$\frac{\partial u}{\partial x}, \frac{\partial u}{\partial y}, \frac{\partial u}{\partial z}, \frac{\partial v}{\partial x}, \frac{\partial v}{\partial y}, \frac{\partial v}{\partial z}, \frac{\partial w}{\partial x}, \frac{\partial w}{\partial y}, \frac{\partial w}{\partial z}$ bilinirse,

P noktası civarındaki bütün noktalardaki sabit yerdeğiştirme bulunabilir. Bu ise P noktasındaki deformasyonun mutlak olarak değerini verir (Peker 1989). Bu dokuz değer, kolaylık bakımından aşağıdaki tarzda gruplanabilir:

$$e_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (2.27) \quad e_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y} \quad (2.28) \quad e_{zz} = \frac{\partial w}{\partial z} \quad (2.29)$$

$$e_{yz} = \frac{\partial w}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial z} \quad (2.30) \quad e_{zx} = \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x} \quad (2.31) \quad e_{xy} = \frac{\partial v}{\partial x} + \frac{\partial u}{\partial y} \quad (2.32)$$

$$2w_x = \frac{\partial w}{\partial y} - \frac{\partial v}{\partial z} \quad (2.33) \quad 2w_y = \frac{\partial u}{\partial z} - \frac{\partial w}{\partial x} \quad (2.34) \quad 2w_z = \frac{\partial v}{\partial x} - \frac{\partial u}{\partial y} \quad (2.35)$$



Şekil 2.7 Bir yüzey elemanın deformasyonu (Peker 1989)

İlk sıradaki ifadeler sırasıyla x, y, z eksenleri boyunca izafi uzama ve daralmaya karşılık gelir. Şekil 2.7 bir ABCD yüzey elemanı, yerdeğiştirme ve deformasyondan sonra $A'B'C'D'$ durumuna gelsin. Şekil 2.7'den görüldüğü gibi,

$$\tan \Theta_1 = \frac{\delta w}{\delta y} \quad (2.36)$$

$$\tan \Theta_2 = \frac{\delta v}{\delta z} \quad (2.37)$$

dir. Küçük açılar için

$$\Theta_1 + \Theta_2 = e_{yz} \quad (2.38)$$

Bu ise kayma (makaslama) deformasyonu sonucudur. Tekrar Şekil 2.7'de

$$2w_x = \Theta_1 - \Theta_2 \text{ 'nin} \quad (2.39)$$

AC'nin dönme açısının iki katına karşılık geldiği görülebilir. O halde bu üç değer rotasyonunun diğer ilk altısı yalnız deformasyonu tarif eder (Peker 1989).

b) Kübik yapı için ve izotrop yapı için elastisite sabitelerine bağlı ses hızları

Ultrases dalgalarının katı içerisinde yayılmaları kullanılarak o katının sahip olduğu elastisite sabiteleri tespit edilebilir. Bunun için, enine ve boyuna dalgaların katıya gönderildikleri doğrultulara göre yayılma hızları ölçülmektedir (Aral 1987).

Katı içinde ilerleyen dalganın, dalga hızı ile katının yoğunluğu ve esneklik katsayısı arasındaki genel bağıntı

$$V = \sqrt{\frac{C_{ij}}{\rho}} \quad (2.40)$$

şeklindedir. Burada; V dalganın hızı, C esneklik katsayısı ve ρ ise malzeme yoğunluğudur.

Örneğin, kübik yapıda boyuna dalgaların yayılma hızı,

$$V_b = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}} \quad (2.41)$$

şeklindedir.

Enine dalgaların yayılma hızı ise,

$$V_e = \sqrt{\frac{C_{44}}{\rho}} \quad (2.42)$$

şeklindedir.

Tablo 2.3 Kübik kristallerde farklı kristal doğrultuları için ultrases hızları (Queheillalt 2000)

Yayıma doğrultusu	Titreşim doğrultusu veya düzlemi	Hız ifadesi ve biçimi
[100]	[100]	$v^2 = \frac{C_{11}}{\rho}$ (Boyuna)
[100]	(001)	$v^2 = \frac{C_{44}}{\rho}$ (Enine)
[110]	[110]	$v^2 = \frac{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}{2\rho}$ (Boyuna)
[110]	[001]	$v^2 = \frac{C_{44}}{\rho}$ (Enine)
[110]	$\overline{[110]}$	$v^2 = \frac{C_{11} - C_{12}}{2\rho}$ (Enine)
[111]	[111]	$v^2 = \frac{C_{11} + 2C_{12} + 4C_{44}}{3\rho}$ (Boyuna)
[111]	(111)	$v^2 = \frac{C_{11} + C_{44} - C_{12}}{3\rho}$ (Enine)

Elde edilen bu hız ifadeleri saf titreşim durumlarına karşılık gelir. Yani dalga yayılım yönü ve titreşim eksenini x, y, z eksenlerinden sadece birinde oluşmaktadır. Kübik kristallerde farklı kristal doğrultuları için ultrases hızları Tablo 2.3’de verilmiştir.

Homojen izotropik yapıda ise elastisite sabiteleri ikiye indiği için, enine dalga için hız ifadesi,

$$v_e = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad \text{'dur.} \quad (2.43)$$

Boyuna dalga için ise,

$$v_b = \sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}} \quad (2.44)$$

olarak elde edilmiştir.

λ : Ultrases dalgasının dalga boyu

μ : Lamé sabiti

Boyuna dalgaların hızlarının hesabında esneklik katsayısı olarak genellikle Young esneklik katsayısı ve Poisson oranı kullanılır. Enine dalgaların hızlarında genellikle Kesme modülü kullanılır. Ayrıca Young esneklik katsayısı ve Poisson oranından çıkarılan Lamé katsayıları da kullanılabilir.

2.2.9. Ultrases Dalgası Saçılma Bölgeleri

2.2.9.1. Rayleigh Saçılma Bölgesi

Dalga boyunun tanecik boyutundan daha büyük olduğu bu bölgeye Rayleigh Saçılma Bölgesi denir. Lord Rayleigh'in küçük bir küreden büyük dalga boyulu dalgaların saçılmasını ilk olarak tanımlamasından sonra Rayleigh olarak isimlendirilmiştir (Rayleigh 1929).

Bu bölgede kullanılan ultrases dalgasının dalga boyu (λ), ortalama tanecik boyutuna (D) göre çok büyüktür ($\lambda \gg D$). Genellikle dalga boyu ve ortalama tanecik boyutu arasındaki oranın

$$\frac{D}{\lambda} < \frac{1}{3} \quad (2.45)$$

olması istenir. Bu bölgede saçılma katsayısı, A_R tanecikler arasında elastik özelliklerdeki değişimi ve anizotropiyi karakterize eden bir sabit olmak üzere;

$$\alpha_s = A_R \frac{D^3}{\lambda^4} \quad (2.46)$$

ile ifade edilir.

2.3. Ultrasonik Teknikler

2.3.1. Tane Boyut Ölçüm Metodu

Kullandığımız ultrasonik teknik, dalga hız metodudur. Bor karbür (B_4C), bor karbür-alüminyum ($B_4C - Al$), bor karbür –alüminyum –nikel ($B_4C - Al - Ni$) kompozit numuneler farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenerek hazırlanmıştır ve numunelerin hızları ölçülmüştür ve daha sonra SEM, EDX ve XRD analizleri yapılmıştır.

Katı numunelerde tanecik boyutunun ultrases ile belirlenmesi değişik yöntemlerle yapılmaktadır. Bu yöntemler genellikle numunenin içyapısının özelliklerine bağlı olan numune içindeki ultrases dalgasının hızı, yutulma değeri ve geri yansıma miktarı gibi parametrelerin belirlenmesi ile yapılır (Sarpün 2004). Genel olarak kullanılan metotlar aşağıda maddeler halinde verilmektedir:

- i. Yutulma ölçüm (UA, Ultrasonic Attenuation) metodu,
- ii. Hız ölçüm metodu,
- iii. Geri-saçılma ölçüm (UB, Ultrasonic Back-Scattering) metodu,
- iv. İlk arka cidar yansıması pik yüksekliği ölçüm (URA, Ultrasonic Relative Attenuation) metodu,
- v. Grafik metodudur.

Bu metotlardan bazılarında özel cihaz ve düzeneklere ihtiyaç duyulurken bir kısmı için de numune boyutlarının yaklaşık olarak eşit olması gerekmektedir. Bu metotlardan Ultrases dalga hız metodu aşağıda incelenmiştir.

2.3.2. Dalga hızı

Ultrasonik dalgaların çeşitli cins hızları materyalin elastik sabitinden hesaplanabilir. Sıkıştırılan dalgalar için, geniş boyutlu numuneler dalga boyuyla kıyaslanır.

$$v_C = \left[\frac{E(1-\sigma)}{\rho(1+\sigma)(1-2\sigma)} \right]^{1/2} \quad (2.47)$$

$$v_S = \left[\frac{E}{2\rho(1+\sigma)} \right]^{1/2} \quad (2.48)$$

E Young modulüdür (Nm^{-2}), v_C sıkıştırılmış dalga hızıdır, v_S enine dalga hızıdır, ρ numunenin yoğunluğudur, ve σ Poisson oranıdır (Halmshaw 1991).

Ultrasonik hız ve tane boyut ilişkisi Hirsekorn tarafından açıklandı (Hirsekorn 1982) ve (Hirsekorn 1983). Burada saçılma teorisi, Rayleigh bölgesi, tane yarıçapı a ve dalgasayısı k açısından ifade edildi. Aynı zamanda polikristallerde enine ve boyuna ultrasonik hızların hesabı ka fonksiyonuyla verilir. Referans (Hirsekorn 1983)' ye göre, faz ve grup hızları uzunluk dalgaları için aşağıda verilir.

$$v_{LP} = v_L \left\{ 1 + \left(\frac{A}{\rho_o v_L^2} \right)^2 \frac{2}{3.5^3 \cdot 7} \left[14 + 21 \frac{\kappa^2}{k^2} + \frac{2}{5} \left(\frac{106}{7} + \frac{6 \kappa^2}{7 k^2} + 21 \frac{\kappa^4}{k^4} \right) (ka)^2 \right] \right\}^{-1} \quad (2.49)$$

$$v_{LG} = v_L \left\{ 1 + \left(\frac{A}{\rho_0 v_L^2} \right)^2 \frac{2}{3.5^3 \cdot 7} \left[14 + 21 \frac{\kappa^2}{k^2} + \frac{6}{5} \left(\frac{106}{7} + \frac{6 \kappa^2}{7 k^2} + 21 \frac{\kappa^4}{k^4} \right) (ka)^2 \right] \right\}^{-1} \quad (2.50)$$

Bu denklemlerde, A anizotropi faktör, κ ve k dalga sayısıdır ve a tane yarıçapıdır. Referans Hirsekorn 1983'de, normalize edilmiş hızı karşı ka grafikleri verilmiştir. Bu grafiklerde, ka değeri hızın ilk azalmasıyla değişir, sonra artar.

2.3.3. Ultrasonik Metodun Bazı Avantajları

Ultrasonik metodun diğer metotlara göre pratik ve avantajlı kullanım alanları mevcuttur. Ultrases metodu ile; numune zarar görmemektedir ve çok kalın malzemeler muayene edilebilmektedir. Ultrasonik cihazlarla kalınlık ölçümünde yapılan hata $\sim \pm 0,01$ mm civarındadır. Mikro ve Makro incelemeler yapılmaktadır. Metal içindeki boşluklar duyarlı olarak belirlenmektedir. Metot zaman kaybını azaltmaktadır. Numune kalınlığı önemli değildir. Numunenin bazı fiziksel özellikleri tespit edilebilmektedir. Ultrasonik sistem ile; numune iç yapısının belirlenmesi, kusurların tespiti, kalite artırılması önemli olmaktadır ve diğer kullanılan sistemlere göre maliyeti daha düşük ve ucuzdur. Numunenin ölçümü alınmadan önce özel işlemlerin yapılması gerekmemektedir.

2.4. Kompozit Malzemeler

2.4.1. Malzemelerin Sınıflandırılması

Malzemeler,

- a) Metaller,
- b) Seramikler,
- c) Plastikler

olarak üç temel sınıfa ayrılırlar.

Kompozit malzeme ve kompozit malzemelerin özellikleri bu bölümde açıklanmaktadır.

2.4.2. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması

Birbirlerinin zayıf olan yönünü düzelterek, üstün özellikler elde etmek amacıyla bir araya getirilmiş değişik tür malzemelerden veya fazlardan oluşan malzeme sistemine kompozit malzeme denir. Kompozit, çok kristalli birçok metal ve metal olmayan parçanın bir arada toplanması olarak ifade edilir. Kompozit malzemeyi meydana getiren bileşenlerin her biri kimyasal olarak birbirinden farklıdır. Kompozit malzemeleri meydana getiren bileşenler birbiri içinde çözülme ve kompozit malzeme üretimi ile malzemelerin bazı özellikleri geliştirilebilmektedir. Bu özellikler;

- Dayanım
- Korozyon direnci
- Aşınma direnci
- Elektrik iletkenliği (elektriksel direnç)
- Termal iletkenlik
- Akustik iletkenlik
- Ses tutuculuğu(yutuculuğu)
- Mekanik dayanım
- Çarpma dayanım
- Çekme
- Eğilme
- Kırılma tokluğu
- Basınç
- Rijitlik
- Yorulma ömrü
- Sıcaklığa bağlı davranışı
- Isı yalıtımı
- Ses yalıtımı
- Ağırlık
- Görünüm'dür.

Genel olarak kompozit malzemelerin avantajları, standart-hafif/yüksek mukavemet özellikli malzemelere, daha hafif / daha yüksek mukavemet alternatifi getirmesidir. Buna ilave olarak 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 geleneksel malzemelere göre üstünlükleri ise; dizayn estetiği, küçük üretim alanı, üründeki kıymet artışı gibi üstün özelliklerdir. Kompozit malzemelerin diğer malzemelere oranla daha pahalı olmaları, dezavantajlarından biridir. Bu durumda, bu tip malzemelerin yeni olmaları ve dolayısıyla üretim yöntemlerinin yerleşmemiş ve üretimlerinin yüksek üretim oranlarına erişememiş olmasından kaynaklanmaktadır.

Kompozit malzemeler kullanılan matriks malzemesine göre üç ana sınıfa ayrılmaktadır. Bu sınıflar:

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

2.4.2.1. Metal Matriksli Kompozitler (MMK)

Metal matriksli kompozitler (MMK) elastik modüle, yüksek çekme, basma ve kayma mukavemetine sahiptirler. Toz metalurjisi yöntemiyle elde edilen yapının mekanik özellikleri iyidir. Sac levha destekli metal matriks kompozitler; ekstrüzyon, dövme, haddeleme gibi alışılmış yapım yöntemleriyle tekrar şekillendirilebildikleri gibi talaşlı yapımlar da mümkündür. Son yıllarda MMK malzemelerinin üretilmesinde ve daha pratik olarak uygulamaya aktarılmasında süreksiz olarak takviye edilmiş malzemeler tercih edilmiştir. Bunun sebebi, takviye malzemelerinin kolay üretilebilmeleri ve kolay temin edilebilmeleridir. Süreksiz olarak takviye edilmiş MMK'lerin kolay üretilebilir olmalarından dolayı son yıllarda çok değişik alanlarda kullanılmaktadır (Yılmaz ve Akbulut 1994).

Metal matriksli kompozitler genelde iki bileşenden meydana gelmektedir. Bunlardan biri metal matriks diğeri ise takviye malzemesidir (genel olarak bir metaller arası bileşik bir oksit, bir karbür veya bir nitritdir). Kompozit üretilmesinde matriks ve takviye malzemesi beraber olarak karıştırılırlar. Bir kompoziti elde etmek için başlangıçta farklı bileşenler seçilir. Tüm durumlar için matriks bir metaldir. Genelde matriks bir metal veya metal alaşımıdır.

a) Partikül Takviyeli MMK Malzemelerin Üretim Yöntemleri ve Avantajları

Metal matriksli kompozit malzemelere son zamanlarda büyük ilgi duyulmaktadır. Bu büyük ilginin nedenlerinden birisi de, ekonomik ve yüksek kaliteye sahip malzeme üretim yöntemlerinin geliştirilmesidir. MMK üretim yöntemleri:

- Sıvı faz üretim yöntemleri
- Katı faz üretim yöntemleri
- Reaksiyonla üretim yöntemleri

Metal matriksli kompozit malzemelerin üretimi üzerine yapılan ilk çalışmalar Al ve Ti matriksler üzerine olmuştur. Bu malzemeler fiberlerle takviye edilmiş, üstün özellikli kompozitlerdir. Fiber takviyeli kompozitlerin maliyeti çok yüksektir. Çok kaliteli laboratuvar malzemeleri gerektirir. Süreksiz olarak takviye edilen MMK'ler partikül ve visker ilaveli olabilirler. Viskerler de çok pahalı ve kanserojendir. En yaygın kullanım alanına sahip ve kullanılması düşünülen partiküllerin çeşitli avantajları aşağıda verilmektedir:

- Fiyat olarak düşük ve birbirinin yerine kullanılabilen çeşitli tipte takviye malzemesinin elde edilebilirliği
- Yeniden üretilebilir yapı özellikleri ile MMK üretimi için başarılı üretim yöntemlerinin geliştirilmesi,
- MMK oluşturmayı kolaylaştıran standart ve standarda yakın metal işleme metotlarının mümkün olması

Bunlara ilave olarak MMK üretiminde sürekli fiberler kullanılırken ortaya çıkan; fiber hasarı, mikroyapısal homojensizlik, fiber-fiber teması ve büyük miktarlarda ara yüzey reaksiyonları gibi sorunlar süreksiz olarak takviye edilen metal matriksli kompozitlerde görülmez. (Çolak 2004).

b) Metal Matriksli Kompozit Malzemelerin Özellikleri ve Kullanım Alanları

Sürekli fiberlerle takviye edilmiş MMK' ler yüksek mukavemet, düşük yoğunluk ve darbelere karşı direnç gibi özellikleri bir araya getiren malzemelerdir. Grafit ve SiC gibi partikül takviyeli Al esaslı MMK'lerin aşınma özellikleri, işlenebilme kabiliyetleri ve dayanımları artırılmasına karşın süneklik ve kopma özellikleri kötü yönde etkilenmektedir (Yılmaz ve Altıntaş 1997).

MMK malzemelerin akma ve çekme gerilmesi değerlerini etkileyen faktörlerin başında matriks malzemesi gelmektedir. Alaşımlar yüksek akma ve çekme gerilmesi değerlerini göstermelerine karşın deformasyon kabiliyetleri düşüktür. Bu durum ısı ilemlerle giderilmektedir. MMK malzemelerde elastik modül takviye fazının ilavesiyle önemli oranda ve sürekli olarak artmaktadır. Buna bağlı olarak elastik modülün değeri ölçüm yöntemine bağlı olarak değişebilir. Dinamik ölçüm, gerilme-genleşme eğrisinden elde edilen statik değerden yüksek bir değer verebilir. Ayrıca, statik değer çekme ya da basma deneyiyle elde edilmiş olması da farklılık yaratabilir. Elastik özellikler, MMK'lerde üzerinde oldukça fazla çalışılan mekanik özelliklerden birisi olmuştur. Kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan modellerden biri olan karışımlar kuralı, sürekli fiber takviyeli kompozit malzemeler için iyi sonuçlar vermekte iken, partikül takviyeli kompozit malzemelerde kullanımı pek uygun olmamıştır.

Metal matriksli kompozit malzemelere son zamanlarda büyük ilgi duyulmaktadır. Bu büyük ilginin nedenlerinde birisi de, ekonomik ve yüksek kaliteye sahip malzeme üretim yöntemlerinin geliştirilmesidir. Teknolojik uygulamalarda kullanılan malzemelerde, ağırlığın düşük buna karşın mukavemet / yoğunluk oranının yüksek olması istenmektedir. Çünkü bu oran, mühendislik malzemelerin

elastik modül, mukavemet, korozyon, oksidasyon, termal kararlılık, sürünme, aşınma ve yorulma uygulamalarında en önemli parametrelerdendir (Akbulut 1995).

Alüminyum metal matrix kompozitleri ileri materyal grubu olarak düşünülür. (ağırlık, yüksek dayanıklılık, yüksek spesifik modül, düşük ısı dağılım katsayısı gösterirler) Bu özelliklerin kombinasyonu konvansiyonel materyalde kaçınılmazdır (Surappa vd. 1981).

Alüminyum metal matrix kompozitlerinin işlem teknikleri a) sıvı hal işlem, b) yarı-katı işlem, ve c) toz metalurji olmak üzere sınıflandırılabilir (Kozack vd. 1993- Srivatsan vd. 1991).

MMK üretiminin ana nedeni, kullanılan matriks alaşımının mukavemet, elastik modülünü arttırmaktır ve matriks malzemesi olarak çok farklı alaşımlar kullanılabildiği için, farklı elastik modüle, mukavemete ve termal genleşme katsayısına sahip kompozit malzemeler üretilebilmektedir. MMK malzemelerin yüksek aşınma dirençleri ve mekanik özelliklerini yüksek sıcaklıklarda koruyabilme yetenekleri, aşınma ve yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanımlarını yaygınlaştıran önemli etkenlerden bazılarıdır.

2.4.3. Bor Karbür (B_4C) Hazırlık, Üretim ve Yöntemi

Bor karbon sistemindeki tek bileşik olan bor karbür, B_4C formülüyle temsil edilir. Farklı bor-karbon mol oranı içeren bileşimler $B_{13}C_2$, $B_{25}C$ şeklinde verilebilir. Bor karbür, insan yapımı en sert materyaldir. Yüksek sıcaklık altında ($1300C^\circ$ 'de), sertliği kübik bor nitridi ve elması geçer. Bor karbür, yüzde saflığına ve yoğunluğuna göre değişen yüksek sıkıştırıcı sertliğe sahiptir. Düşük ısı iletkenliğine sahiptir. Bor karbür sulu kimyevi maddelere karşı son derece dayanıklıdır. Asit, baz ve alkali çözücülerden etkilenmez, fakat H_2SO_4 , HNO_3 , HF gibi karışımlarda yavaş yavaş çözünebilir; ergimiş alkali hidroksitler içinde boratlara parçalanır; B_4C klor gazıyla BCl_3 'e dönüşür ve

B_4C çok çeşitli metaller, metal hidrürler ve metal oksitlerle borürler oluşturur (Göller vd.).

a) Özellikleri

- Bor karbür mükemmel özellikli bir materyaldir. Yüksek erime ve oksidasyon sıcaklığı, yüksek sertlik, ağırlık oranına bağlı olarak kuvvetli dayanıklılık gibi önemli özelliklere sahiptir.
- Bor karbür ve bor nötron tutuculardır. Bunlar, katı kovalent bağlarından ve düşük difüzyon hareketliliğinden dolayı sinterlenmesi zor olan materyallerdir (Samsonov 1960; Kislyi 1983; Matkovich 1977; Bougoin 1985; Thevenot 1990; Brodhag vd. 1986; German vd. 1975; Kalandadze vd. 2000)
- Yüksek boron içeriğinden, kimyasal kararlılık, refrakter özelliklerinden dolayı bor karbür nötron tutucu olarak kullanılır. Bor karbürün nötron absorbe etme özelliği esas yakalama tepkimesi olan ^{10}B izotopunun varlığına bağlıdır.



Bu reaksiyonun soğurma kesiti ısısal reaktör için mükemmel aday olan ısısal nötronlar için 3850 barn'dır. Yüksek enerjilerde diğer birçok elementin kesiti B^{10} izotopunun tekdüze enerjiyle azalmasıyla azalır (Mahagin vd. 1977; Roy vd. 2005)

- Stokiyometrik bor karbür B_4C bileşiği, 1934'de tespit edilmiştir. Bu tarihten sonra bor karbürün değişik formüllerde olduğu ileri sürülmüş ancak bunlar diğer araştırmacılar tarafından doğrulanmamıştır. 1950'lerden sonra, bor karbürün yapısı ve özellikleri üzerine yoğun araştırmalar yapılmıştır.

- Bununla birlikte, yüksek young modülüne sahiptir, bu durum az ısı yayma direncindedir. Ayrıca bor karbür, yüksek oksidasyon sıcaklığıyla karakterize edilir. Bu da materyalin önemini artırır. Saf bor karbür kristalleri hafif parlaksı görünümdedir yoğunluk $2,52 \text{ g/cm}^3$, ergime sıcaklığı 2450°C 'dir. Bu özelliğiyle seramik yüksek sıcaklık malzemelerine dahil edilir. 25°C - 800°C arasında ısıl genleşme katsayısı $4,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ olup bu değer SiC'un ısıl genleşme katsayısıyla aynıdır. Isı iletimi oda sıcaklığında $35 \text{ w/m}^\circ\text{K}$ iken bu değer artan sıcaklıkla azalır. Bor karbür P-Tipi yüksek sıcaklık yarı iletkenlerden olup elektrik iletkenliği B:C oranı ve yapıdaki safsızlıklarla bağlantılıdır. Bor karbür (0,1-10) $\Omega \text{ cm}$ arasında değişen elektrik direnci ile SiC ve grafitle aynı sırayı paylaşır (Göller vd.). Bor karbür arasındaki bağlar icosahedra kovalent bağdır. Yüksek erime sıcaklığına sahiptir. ($>2400 \text{ K}$ 'de çok sert ve yüksek sertliği vardır)
- Bor karbürün yoğunluğu 2520 kg/m^3 ve homojenlik miktarıyla karbon içeriğine bağlı olarak lineer artma gösterir. Basıncsız sinterlenen bor karbürün Knoop sertliği ve sıcak preslenen materyal sırasıyla $\sim 25,5 \pm 2,4 \text{ Gpa}$ ve $\sim 29,0 \pm 1,5 \text{ GPa}$ olarak ölçülmüştür (Thevnot 1990).
- Genellikle, bor karbür çeşitli yüksek sıcaklık metodu ile hazırlanabilir, bunlardan biri:

1000°C üzerinde bor oksit (B_2O_3)'in karbon-ısı üretimi (Sinha vd. 2002), bor ile karbonun direkt etkileşmesi (Spohn 1993), lazer ile 1500°C sıcaklıkta CH_4 ile BCl_3 üretim (Knudsen vd. 1987), 1000°C - 1200°C 'de karbon ortamında B_2O_3 'ün magnesiothermic üretimi (Thevenot vd. 1991), bor karbürün üretimi için endüstriyel metot 2000°C üzerindeki bir sıcaklıkta borik asitin karbon-ısı üretimidir (Scott 1964; Shi vd. 2003). Tablo 2.4'de Bor karbürün bazı özellikleri verilmektedir.

Tablo 2.4 Bor karbür bileşiğinin bazı özellikleri

Kristal yapısı	Rombohedral
Erime noktası	2450 C°(4262°F)
Sertlik	9.5-9.6 (Mohs cetveli)
Sertlik	2800-3200 Knoop
Poisson oranı	0.21
Oksidasyon sıcaklığı	500 C°(932°F)
Renk	siyah
Isı yayılma katsayısı	$5 \times 10^{-4} \text{C}^{-1}$
Elektriksel iletkenlik	elektriksel özdirenç 25 °C de (0.1-10) ohm.cm
Yoğunluk	2.51 g/cm^3
Young Modülü	448 Gpa
Kırılma modülü	303 Gpa



Şekil 2.9 Bor Karbür tozunun görüntüsü

b) Üretimi

Bor karbür, saf petrol koku veya grafit gibi karbonlu malzemelerin elektrik ark fırınları içinde borik asit veya saf bor oksit ile ergitilmesi yoluyla üretilir. Şekil 2.9'da bor karbür tozu görülmektedir. Ergimiş borik asit, saf petrol koku veya grafitle 2600 °C'de karbonlu direnç fırınında reaksiyona sokulur. Kısmen ergimiş, kısmen de kristalize olmuş bor karbür yaklaşık; % 78-78.5 B, % 21.6 toplam karbon (C), % 0.01 Si ve % 0.14 Fe içerir. Genelde bor karbür 4 temel metot ile hazırlanır bu adımlar aşağıda verilmektedir:

a) Elektrik ark fırınında karbon içeren bileşenlerle borik asit ile bor oksit arasındaki tepkimedir. Bu metoda sıcak presleme, soğuk şekillendirme veya sinterleme denilir.

- b) Üretilen bor karbürün iletimi
- c) Safsızlığı kaldırarak arıtma
- d) Süzme (filtre), kurutma ve sınıflandırma şeklindedir (El-Mahallawy 1998).

2.4.4. Kullanım Alanları

Bor karbürün birçok kullanım alanı vardır. Bunlar;

- Makina ve çalışma aletleri yüzeylerinin işlenmesinde, (matkap uçları, dişli mekanizmalar, rulman yatakları, suni malzeme pres kalıpları, frezeler), Sert kaplamalarda (yüksek hızlı nozullar),
- Endüstriyel Seramik yapı parçaları imalatında,
- Nükleer endüstride; Nükleer reaktörlerde kontrol çubuğu olarak, nükleer kalkan ve termik nötronların tutulmasında,
- Metal matriks kompozitlerinde sağlamlaştırma,
- Metalurji Endüstrisinde; tel çekme haddeleri, aşındırıcılar, aşınmaya dayanıklı makine parçalarının üretiminde, (örneğin; kumlama ve su-jet'i ile kesmede kullanılan nozullar)
- Savunma Sanayinde; tank ve helikopterlerde zırh malzemesi, balistik silahlarda, can yeleklerinde ve çok iyi ısısal nötron absorpsiyonu sağlayıcı olarak (Göller vd.),
- Atom reaktörlerinde borlu çelikler, bor karbürler ve titanbor alaşımları kullanılır. Paslanmaz borlu çelik, nötron absorbanı olarak tercih edilmektedir. Atom reaktörlerinin kontrol sistemleri ve soğutma havuzlarında ve reaktörün alarm ile kapatılmasında ^{10}B kullanılır. Ayrıca, nükleer atıkların depolanması için kolemanit ($\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$) kullanılmaktadır.

3. MATERYAL VE METOD

3.1. Giriş

Bu çalışmada, bor kompozitlerinin ultrases yöntemi ile ortalama tanecik boyutlarının belirlenmesi amaçlanmıştır. Tane-boyut analizi; parçacık-boyut veya granül hesap analizi olarak bilinmektedir. Tane boyut analizi, tane ve tane parçalarını yorumlamak ve karakterize etmekte kullanılan basit tekniktir. Ultrases dalgalarının numune ile etkileşmeleri sonucunda, ultrases dalga hız ölçümü yapılarak tane boyutuna bağlı olarak değişimi incelenecektir ve incelenecek numunenin uygun şartlarda hazır hale gelmesi gerekir. Bu bölüm ve sonrası numunenin hazırlanması, deney düzeneği, grafikler ve sonuçların değerlendirilmesi 4. bölümde ayrıntılı olarak incelenecektir.

$(B_4C - Al - Ni)$, $(B_4C - Al)$ ve (B_4C) kompozit numuneler hazırlanarak farklı sıcaklıklarda ve sürelerde argon (Ar) gazı atmosferinde sinterlenmiştir. Kompozitin mikroyapısı SEM (Taramalı Elektron Mikroskop), EDX (Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi) analizleri kullanılarak incelenmiştir. XRD (X-ışınları difraksiyon yöntemi) kullanılarak kristal yapının çözümlenmesi hedeflenmiştir. SEM analizi ile numunenin görüntüsü elde edildikten sonra görüntü analizörüne aktarılan görüntünün ortalama tanecik boyutu bulunmuştur.

Akımsız kaplama (Electroless) metodu ile nikel (Ni) kaplanan $B_4C + Al$ ve B_4C tozlarının seramik-metal üretimi gerçekleştirilmiştir. Preslenerek hazırlanan numuneler $1300^{\circ}C$ 'de geçici sıvı faz sinterlemeyle argon gazı atmosferinde sinterlenerek elde edilen seramik-metal kompozitin mikroyapısı SEM (Taramalı Elektron Mikroskop) kullanılarak incelenmiştir.

3.2. Numune Hazırlama

Bu çalışmada, ana malzeme olarak bor karbür tozu (B_4C) seçilmiştir. Bor karbür tozları ile beraber alüminyum ve nikel tozları kullanarak farklı sıcaklıklarda sinterlenen seramik metal kompozit malzeme hazırlanmıştır. Hazırlanan kompozit malzemeler; bor karbür-alüminyum ($B_4C + Al$), bor karbür-alüminyum-nikel ($B_4C + Al + Ni$) ve bor karbür (B_4C) 'dür.

$B_4C + Al$ kompozit numunelerinde %50 B_4C , %50 Al tozları ve $B_4C + Al + Ni$ kompozit örneklerinde %50 B_4C , %25 Al ve %25 Ni tozları kullanılmıştır.

Tozlar iyice karıştırıldıktan sonra 200 barlık basınçta hidrolik pres ile çapı 32,8 mm'lik bir kalıpta preslenmiştir ve numuneler 1200°C, 1300°C, 1350°C'de tüp fırında argon gazı atmosferinde sinterlenmiştir. Sinterlenme işleminden sonra pürüzsüz bir yüzey elde etmek için numuneler metalografik inceleme ile hazırlanmıştır. Sinterleme ve metalografik inceleme işlemlerinden sonra tahribatsız muayene metodu (NDT) uygulanmıştır.

3.2.1. Kullanılan Malzemeler

a) Bor Karbür (B_4C)

Bor karbür tozları (B_4C) kullanılmıştır ve silindir kalıpta hazırlanan numuneler 1350°C'de argon gazı atmosferinde farklı sürelerde sinterlenmiştir. Bütün numunelerde sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası kütle farkı görülmektedir. Bu durum deney koşullarından ve sinterlemeden ileri gelmektedir.

b) Bor Karbür -Alüminyum ($B_4C + Al$)

$B_4C + Al$ kompozit numunesinde, toplam %50 B_4C , %50 Al tozları kullanılmıştır. Numune 1350°C'de Ar atmosferinde 4 saat sinterlenmiştir. %99 yoğunlukta 20 µm tane boyutlu alüminyum tozları kullanılmıştır.

c) Bor Karbür-Alüminyum-Nikel ($B_4C + Al + Ni$)

$B_4C + Al + Ni$ kompozit örneklerinde, %50 B_4C , %25 Al ve %25 Ni tozları kullanılmıştır. Hazırlanan üç numune 1200°C, 1300°C ve 1350°C’de argon (Ar) atmosferinde 2 saat sinterleme işlemine tabi tutulmuştur.

d) Alüminyum (Al)- Nikel (Ni) Tozları

Bu çalışmada FSA Laboratory Supplies’den sağlanan nikel-alüminyum karışım tozları (%50 Ni, %50 Al) kullanılmıştır.

Alüminyum yer kabuğunda fazla miktarda bulunan bir elementtir. Saf alüminyum parlak gümüş rengindedir. Alüminyum, monohidrat alüminyum oksit denilen ($Al_2O_3.H_2O$) bauxite mineralinden üretilebilir. Alüminyumun oksijene karşı yüksek afinitesi nedeniyle yüzeyde yoğun bir oksit tabakasının (Al_2O_3) oluşumu gözlenmektedir. Sinterleme sıcaklıkları, numunelerin sinterlenme öncesi ve sinterleme sonrası kütleleri ve kalınlıkları Tablo-3.1’de verilmiştir.

Tablo 3.1 Hazırlanan numunelerin özellikler

	Örnekler	M_i (g)	M_s (g)	$h(mm)$	T_s (°C)
1	B_4C	19.65	19.51	13.55	1350
2	B_4C	20.72	19.35	15.0	1350
3	$B_4C + Al$	20.63	20.37	13.0	1350
4	$B_4C + Al + Ni$	19.66	19.41	12.0	1300
5	$B_4C + Al + Ni$	22.30	22.04	12.2	1350
6	$B_4C + Al + Ni$	19.40	19.27	10.6	1200

a) Presleme;

Metal tozların oluşturulacak numunenin şekil ve ölçütlerine göre kalıp içerisinde, basınç tesiri altında şekillendirilmesi ve yüksek yoğunluklu bir kütle haline gelmesi işlemine presleme denir. Presleme ile oluşan numunenin tanecikler arası bağ ve mukavemeti artar, gözeneklilik azalır. Her bir numune için 20 gramlık tozlar hazırlanarak, homojen bir biçimde karıştırılarak kompozit malzeme hazırlanarak çapı ~ 32,8 mm'lik silindir biçiminde kalıplarda soğuk presleme işlemi yapılmıştır. Presleme, hidrolik pres makinasında ve ~ 200 kgf/cm² (bar) basınçta yapılmıştır.



Şekil 3.1 Hazırlanan numunelerin özellikleri

b) Sinterleme;

Hazırlanan tozlar 1200°C, 1300°C ve 1350°C sıcaklıklarda Şekil 3.2'deki tüp fırında argon gazı atmosferinde sinterleme işlemi uygulanmıştır. Buradaki amaç, alüminyumun nikel ile oluşturacağı sıvı fazın bor karbürü ıslatmasıyla beraber kompozit malzeme oluşturmasıdır. Sinterleme işlemi sırasında; sıcaklık artışı hızlı olmamalıdır. Bu numunenin çatlamasına ve sinterleme işleminin verimli gerçekleşmemesine neden olur. Sinterleme sırasında sıcaklık artışı ~ 10°C / dk kadardır. Numuneler; 2, 4 ve 6 saat süreyle sinterlenmiştir. Ortam sıcaklığı soğuyana kadar numuneler fırın içerisinde bekletilmiştir.



Şekil 3.2 Sinterlemede kullanılan tüp fırın

c) Metalografik İnceleme

Farklı sıcaklıklarda hazırlanan numunelerin yüzey hazırlama işlemleri AKÜ Teknik Eğitim Fakültesi Metalografi laboratuvarında zımparalama ve yüzey parlatma işlemine tabi tutulmuştur. Sinterleme sonrası numuneler bakalite alındı. Zımparalama için hareketli iki disk ile devir hızı ayarlanabilen Met-kon marka zımparalama ve parlatma cihazı kullanılmıştır. Bu çalışmada sırasıyla 600, 800, 1000, 1200 nolu zımparalar ve elmas macun kullanılmıştır. Zımparalamada, yüzeylerin parlatılma işleminde döner diskler ve çuha kullanılmıştır.

Diğer önemli nokta ise numune yüzeylerinin temizliğinin son derece önemli olduğudur. Malzemedeki herhangi bir safsızlık alınan sonuçlarda büyük değişmelere neden olur. Yapılan işlemler adım adım sırasıyla takip edilir. Ayrıca ultrases dalgasının yüzeyle birleştiği noktanın düzgün olmaması durumunda, birleşme noktasında farklı kırılmalar oluşacaktır bu sonuç ise yansıyan dalga hakkında tam olarak bilgi almamızı engellemektedir.

3.3. Deney Düzenegi

3.3.1. Ultrases Dalga Hızı Ölçüm Deney Sistemi

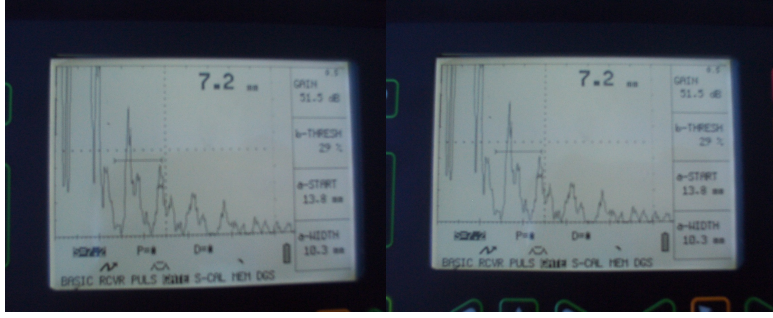
Numunelerin hız ölçümleri Şekil 3.3'de TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezinde kullanılan Krautkramer şirketi yapımı USN 52L model ultrases dalga akış dedektörü ile yapılmıştır.

Ayrıca 2 Mhz ve 4 Mhz lik iki probe kullanılmıştır. (Probe-1: Karl Deutsch S 12 HB 4, Probe-2: Karl Deutsch S 12 HB 2-12 mm)

Hız ölçümlerinde, önce numune kalınlığı belirlenmiştir sonra alıcı/verici transducer ile numuneye gönderilen ultrases dalgasının ekrandaki Şekil 3.4'te A-Scan görüntüsündeki ön ve arka yüzeyden gelen yansıma pikleri elde edilmiştir. Numune kalınlığı ile pikler arası mesafe eşit hale getirilir ve numunenin ultrases hızı ekranda okunur. Ses dalgasının hızı malzemenin cinsine, yoğunluğuna ve esneklik modülüne göre değişirken frekanstan bağımsızdır. Bir metal içinde ilerleyen ultrasonik ses dalgası, malzemenin içinde bir çatlak, boşluk veya başka bir malzemeye rastlayınca yansır ve yönünü değiştirerek bir kısmı diğer malzemenin içine de girer.



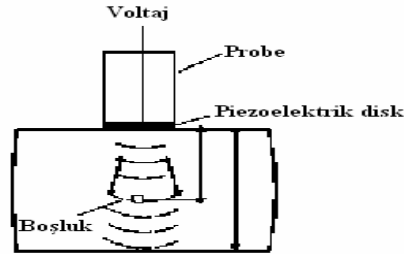
Şekil 3.3 Ultrases hız ölçümü



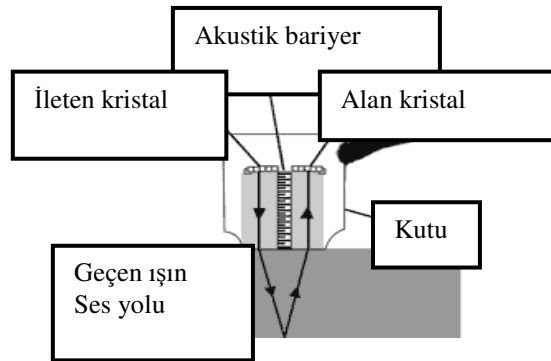
Şekil 3.4 A- scan görüntüsündeki pikler ve numuneden alınan pik görüntüleri

3.3.2. Transducer

Ultrases sinyalinin oluşturmak için, yüksek frekanslı titreşim hareketi gerekir. Yani titreşim enerjisinin elektrik enerjisine dönüşmesi gerekir. Bu işlemi transducer yapar. Ses dalgaları bir transducer tarafından oluşturulur ve alınırlar. Şekil 3.5'te kullanılan bir probe ile ultrasonik testin basit bir şekli gösterilmiştir. Bu çalışmada piezoelektrik transducerlar kullanılmıştır. Şekil 3.6'da bir transducerın iç yapısı görülmektedir.



Şekil 3.5 Sıkıştırılmış dalga probe ile ultrasonik testin basit şekli (Halmshaw 1991)



Şekil 3.6 Transducer'ın iç yapısı

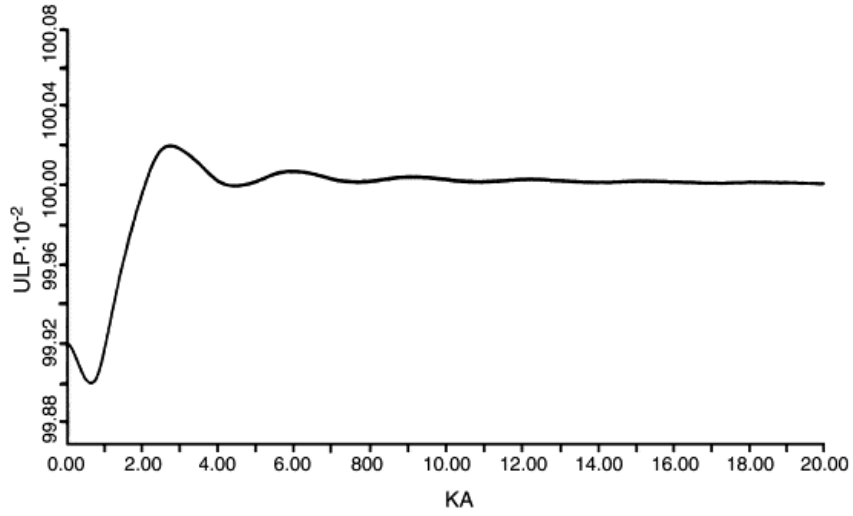


Şekil 3.7 Sistemde kullanılan transducer

Sistemde kullandığımız transducer ise Şekil 3.7’de verilmektedir. Transducerdan test materyaline ultrasonik enerji geçişi için genellikle sıvı bir madde kullanılır. Ultrasonik test etkileşiminde ince film tabakası olarak test yüzeyi ve transducer arasında genellikle yağ, gliserin veya su kullanılır.

3.3.3. Hız Ölçüm Metodu

Numune içindeki ultrasens dalgalarının hızları yardımıyla tanecik büyüklüğünü bulmak için referans numunelerine ihtiyaç duyulmaktadır. Ultrasens dalga hızı, numunenin yapısına bağlı olup özellikle numune içinde ultrasens dalgasının saçılması ile oldukça etkilenmektedir. Polikristaller içinde ultrasens dalgalarının saçılmaları ile ilgili teorik çalışmalar (Hirse Korn 1982) tarafından yapılmış ve saçılma katsayısı, boyuna ve enine dalga hızları, D , tanecik boyutu ve k , dalga sayısının çarpımının bir fonksiyonu cinsinden tanımlanmıştır. (k : dalga sayısı ve a : ortalama tanecik çapı) Bununla ilgili deneysel çalışmalar gerçekleştirilmiş olup sonuçta bulunan tanecik boyutlarında yapılan hatalar % 20’den az olduğu belirtilmiştir (Palanichamy 1995; Grayali and Shyne 1985).



Şekil 3.8 Normalize edilen boyuna faz hızı—ka (Hirse Korn 1983)

Şekil 3.8’de, Ultrasonik hızın 0,5 ve 3,0 civarı arasında bir bölgede ka ile arttığını görebiliriz. Artan ka değerlerinde ultrases hızı ilk önce azalmakta, daha sonra düzgün artmakta ve son bölgede salınımlar yapmaktadır (Hirse Korn 1983).

Ultrases dalga hızı metodunu kullanarak tanecik boyu hesaplanmasında takip edilecek basamaklar aşağıda maddeler halinde verilmektedir:

- Farklı tanecik boyutlu referans numunelerinin tanecik boyutlarını metalografik veya elektron mikroskobu yardımıyla bulmak.
- Bütün referans ve test numunelerinde ultrases dalga hızlarını bulmak.
- Referans numunelerinin metalografik veya elektron mikroskobu metodu ile elde edilen tanecik boyutları ve ultrases dalga hızları arasındaki ilişkiyi gösteren bir grafik elde etmek.
- Bu grafiği kullanarak test numunelerinin tanecik boyutlarını bulmak.
- Bulunan tanecik boyutlarının, metalografi veya elektron mikroskobu metodu ile karşılaştırmak (Sarpün 2004)

3.4. Akımsız Nikel Kaplama (Electroless Ni Plating)

Brenner ve Riddel isimli arařtırmacılar ilk defa 1946 yılında alıřmalarında Wolframı nikel kaplamıřlardır. Daha sonra Electroless nikel kaplama, 1950'den beri endüstrinin eřitli bölümlerinde kullanılmaktadır ve 1960'dan sonra birçok kullanım alanı bulmuřtur.

Akımsız nikel kaplama diđer kaplamalardan farklıdır, ünkü bu süreçte elektrik akımı gerektirmez ve kimyasalların birbiri ile girmiř oldukları reaksiyon sonucu oluřmaktadır. Yaptığımız alıřmada nikel veren Hydrazine Hydrate banyosu kullanılmıřtır. Bu kaplama kendinden katalitik kimyasal indirgeme kaplamadır. Bu kaplama, sertlikte ve korozyon rezistansında deđiřmeye sebep olur, paranın bütün evresinde aynı tarzda ökelti bırakır ve hem bu metodun kullanılması kolay hem de uygun fiyatlı olduđundan günümüz teknolojisine uygun özümler sunan seeneklerden birisidir. Arařtırmacı sađlık kořullarının sađlanmasına dikkat etmelidir.

3.4.1. Deneysel iřlem

Akımsız nikel kaplamada önemli olan banyo sıcaklıđı diđer pH'ın ayarlanmasıdır. pH'ın ayarlanmasında genellikle sülfirik asit, kostik soda veya amonyak kullanılmaktadır. Kaliteli nikel kaplama için bazı hususların dikkat edilmesi gerekmektedir:

Banyo ısısı

pH

Nikel klorür

İndirgeme konsantresi

Banyonun yoğunluđu

Akımsız (Electroless) Ni kaplama ile bor karbür (B_4C) ve bor karbür-alüminyum tozları (B_4C -Al) nikel kaplanır ve deneysel iřlem basamakları ařađıda verilmektedir. Bunlar:

- 1) Kaplama Banyosu
- 2) Banyo Sıcaklığı
- 3) Toz Karışımı İlavesi
- 4) Amonyak ilavesi (pH ayarı için)
- 5) Banyo Isısı (95°C)-pH Kontrolü (10)
- 6) Reaksiyonun Tamamlanması (1 saat)
- 7) Yıkama ve Filtreden Geçirme
- 8) Kurutma
- 9) Soğuk Presleme
- 10) Sinterleme (1200°C-1300°C)
- 11) SEM Analizi

Kaplama için nikel elde edilmiştir. Yaklaşık olarak 1 gr nikel elde etmek için, 4 gr $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ (Nikel chloride) gerekir. B_4C 'nin Ni'e oranı 7'ye 3'tür [Talaş vd. 2004]. Gerekli kimyasal oranlar hazırlandıktan sonra, yaklaşık 800 ml'lik behere sırasıyla Hydrazine Hydrate (%30)+saf su (%70)+ ($NiCl_2 \cdot 6H_2O$) Nickel Chloride (12 gr) konularak ortama ısı verilmeye başlanır. Banyo sıcaklığı 30°C-40°C olduğunda homojen şekilde karıştırılan B_4C tozları ile saf su eklenir ve karıştırılmaya başlanır. Banyo sıcaklığı 95°C'ye ulaştığında pH'ı 10 ayarlamak için amonyak eklenerek reaksiyonun başlanması sağlanır. Yaklaşık 1 saat sonra reaksiyon tamamlanarak kaplanmış numuneler banyodan alınır. Saf suda filtreden geçirilerek yıkanır. Daha sonra yıkanmış olan tozlar kurutma fırınında kurutulularak bir sonraki aşamaya hazır hale gelmiş olur (Çolak 2004). Toz karışımı Tablo 4.4'de verilmiştir. Suda çözünebilir Nickel Chloride (nikel klorür) Hydrazine Hydrate ile belli bir sıcaklıkta karıştırılır. Reaksiyon kontrol altına alınır (Talaş vd. 2004).

Asit banyosu pH=10'da tutulur. İşlemsel sıcaklık numunenin hazırlanması ile başından sonuna kadar 95°C'dir. Nikel kaplanan bor karbürün işlemsel parametreleri Tablo 4.5'de verilmiştir.

4. DENEYSEL BULGULAR

4.1. Veri Alma Tekniđi ve Sonuların Deđerlendirilmesi

Ultrases sistemi, bir transducer ve bir ultrases alıcı-verici cihazından oluřmaktadır. Transducer, cihazdan gelen sinyali numune yzeyine gnderir. Numunenin yzeyinden ve iinden yansiyarak gelen ultrases sinyalini ultrases cihazına iletilmesini sađlar. Ultrases cihazı, ultrases sinyalini transducer'e gnderir ve numuneden gelen ultrases sinyalini bilgisayara iletir.

4.2. Deneysel alıřma

Bir alıcı-verici transducer ile numuneye gnderilen ultrases dalgasının A-scan grntsnde n yzeyden ve arka yzeyden gelen yansıma pikleri elde edilir. Bu pikler zerine gate izgileri, tam piklerin bařlangı noktasına getirilir. Mesafe ayar konumunda pikler arası mesafe numune kalınlıđına eřit hale getirilir ve numunenin ultrases hızı ekranda okunur.

Elde edilen tm sonular Tablo 4.1-4.2-4.3'de verilmiřtir, burada ultrases deney sonuları ve SEM'den elde edilen ortalama tane boyutları verilmiřtir.. Tablo 4.1'de ultrases dalga hız deđerlerinin ařađıdan yukarıya arttıđı grlmektedir. Deneylerde 2 MHz ve 4 MHz'lik iki transducer kullanılmıřtır. Tablo 4.1 ve Tablo 4.2'e bakıldıđında, tanecik boyutu arttı ultrases dalgasının hızının arttıđı grlmektedir. Numunelerin deneysel tane boyut dađılımları Tablo 4.2'de, deneysel ve hesaplama ile bulunan tane boyut deđerleri Tablo 4.3'de verilmiřtir.

Tablo 4.1 (2-4) Mhz ile ölçülen hız (m/s) değerleri

No	Numuneler	Hız Ölçümleri (m/s) 4 Mhz	Hız Ölçümleri (m/s) 2 Mhz	Sıcaklıklar (°C)
3	$B_4C + Al$	7470	7485	1350
4	$B_4C + Al + Ni$	3475	3090	1300
5	$B_4C + Al + Ni$	2970	2986	1350
6	$B_4C + Al + Ni$	2770	2720	1200
1	B_4C	2410	2425	1350
2	B_4C	2135	2160	1350

Tablo 4.2 Numunelerin Deneysel Ortalama Tane Boyut Dağılımları

No	Numuneler	Ortalama tane boyut (μm)	Sıcaklıklar (°C)
1	B_4C	19,3	1350
2	B_4C	18,3	1350
3	$B_4C + Al$	32,5	1350
4	$B_4C + Al + Ni$	20,9	1300
5	$B_4C + Al + Ni$	20,1	1350
6	$B_4C + Al + Ni$	19,2	1200

Tablo 4.3'te ise hesaplanan, deneysel tane boyutları ve bunların yüzde farklılıkları görülmektedir.

Tablo 4.3 Hesaplanan ve deneysel olarak elde edilen tane boyut ölçümleri

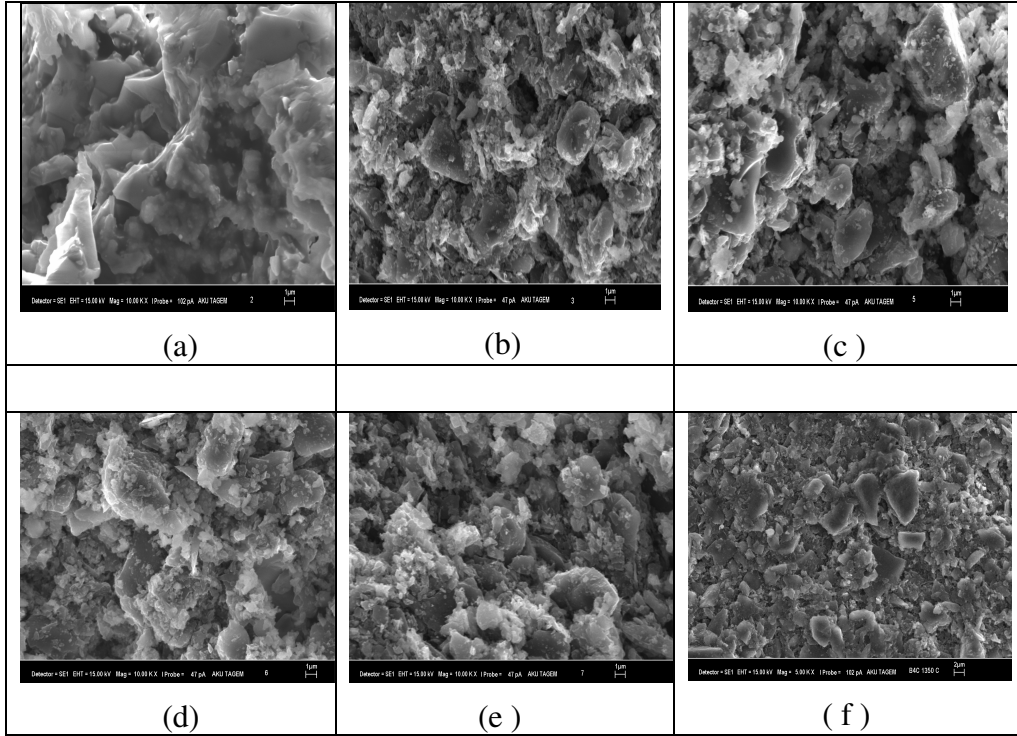
No	Numuneler	Tane boyut (μm)		Farklılık (%)
		deneysel	hesaplanan	
1	B_4C	19,3	18,69	3,16
2	B_4C	18,3	17,97	1,8
3	$B_4C + Al$	32,5	32,43	0,21
4	$B_4C + Al + Ni$	20,9	20,49	1,96
5	$B_4C + Al + Ni$	20,1	20,21	0,55
6	$B_4C + Al + Ni$	19,2	19,49	1,51

4.3. Materyal Analizi

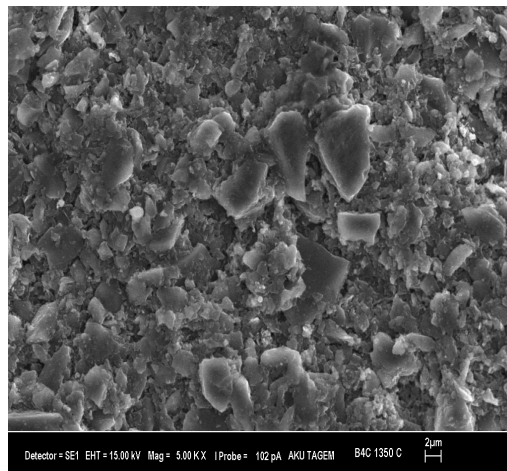
4.3.1. Sinterleme Sonrası SEM-EDX Analizi

Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ($B_4C - Al$), ($B_4C - Al - Ni$), (B_4C) ve Ni kaplanan (B_4C) ve ($B_4C - Al$) numunelerinin SEM görüntüleri, EDX ve XRD analizleri verilmiştir. Şekil 4.1, Şekil 4.2 ve Şekil 4.3'de örneklerin SEM görüntüsü görülmektedir. Sinterlenen numuneler Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama Araştırma Merkezinde (TUAM) Leo 1430 VP SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) ve bunun ardından Röntec EDX dedector ile karakterize edilmiştir. SEM cihazı, W (Tungsten) filament ile çalışmaktadır. Cihaz üzerinde ikincil elektron (secondary electron), geri yansıyan elektron (backscattered electron) ve X ışınları (EDX- Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi) detektörü bulunmaktadır. Cihaz görüntü üzerinde nokta ve alan yöntemi ile kalitatif ve semi-kantitatif olarak elementer analizleri yapılmıştır. Shimadzu marka XRD-6000 model cihaz bakır hedefli X ışını tüpüne sahip olup analizlerde 1.544 \AA dalga boyuna sahip Cu-K X-ışınları kullanılmıştır.

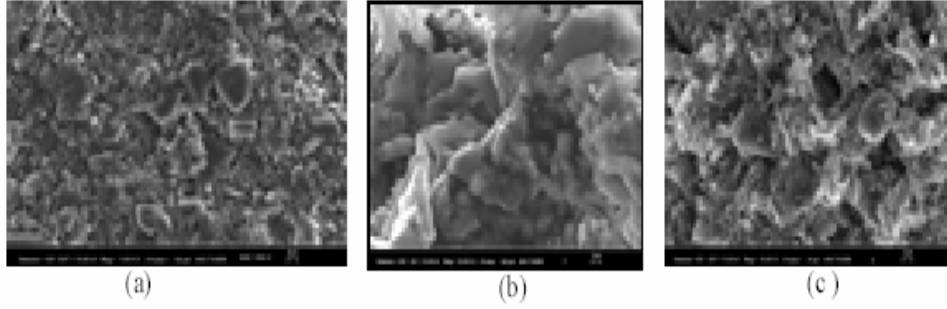
Maksimum 60 KV ve 50 mA' de çalıştırılmaktadır. Şekil 4.1-4.2-4.3 farklı yapıya sahip olan türlerden çeşitli büyütmelerde alınan SEM görüntülerini göstermektedir.



Şekil 4.1 Örneklerin SEM görüntüsü, (a) B₄C+Al , (b) B₄C+Al+Ni , (c) B₄C+Al+Ni , (d) B₄C+Al+Ni, (e) B₄C, (f) B₄C



Şekil 4.2 1350°C 'de argon (Ar) atmosferinde sinterlenen bor karbürün (B₄C) SEM görüntüsü



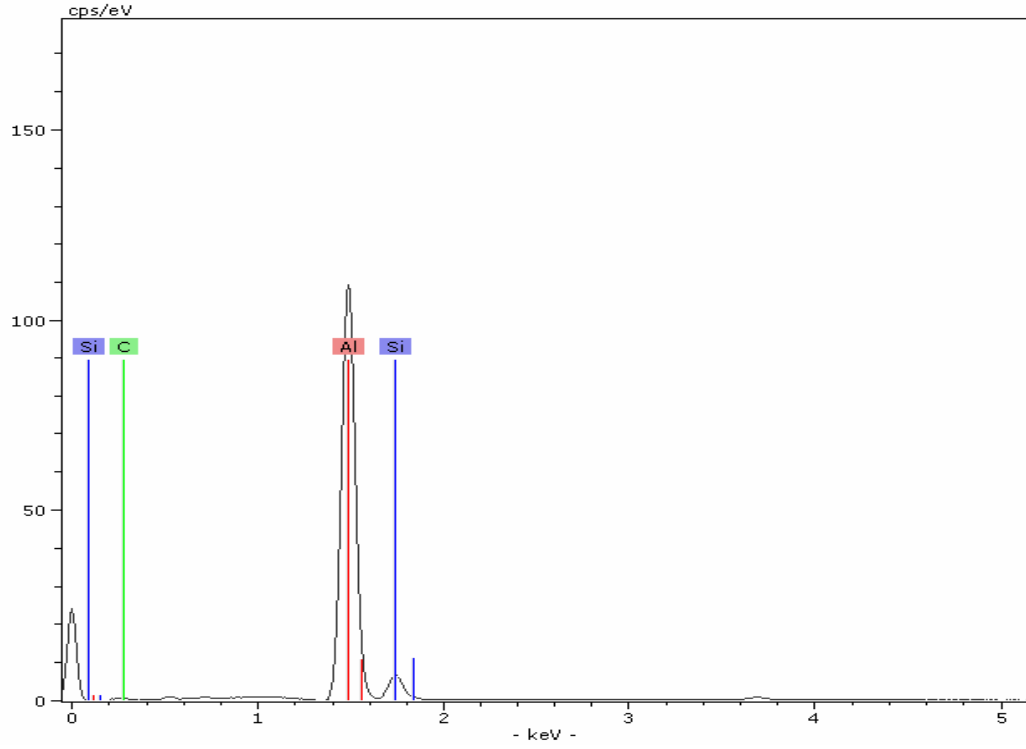
Şekil 4.3 Örneklerin SEM görüntüleri, a) B_4C , b) B_4C-Al , c) $B_4C-Al-Ni$

Numunelerin ortalama tane boyutları SEM görüntüleri kullanılarak anlaşılmaktadır; sonuçlar Tablo 4.3’de verilmektedir. Şekil 4.3’te SEM fotoğrafına bakıldığında analiz sonucu farklı yapılar gözlemlenmiştir:

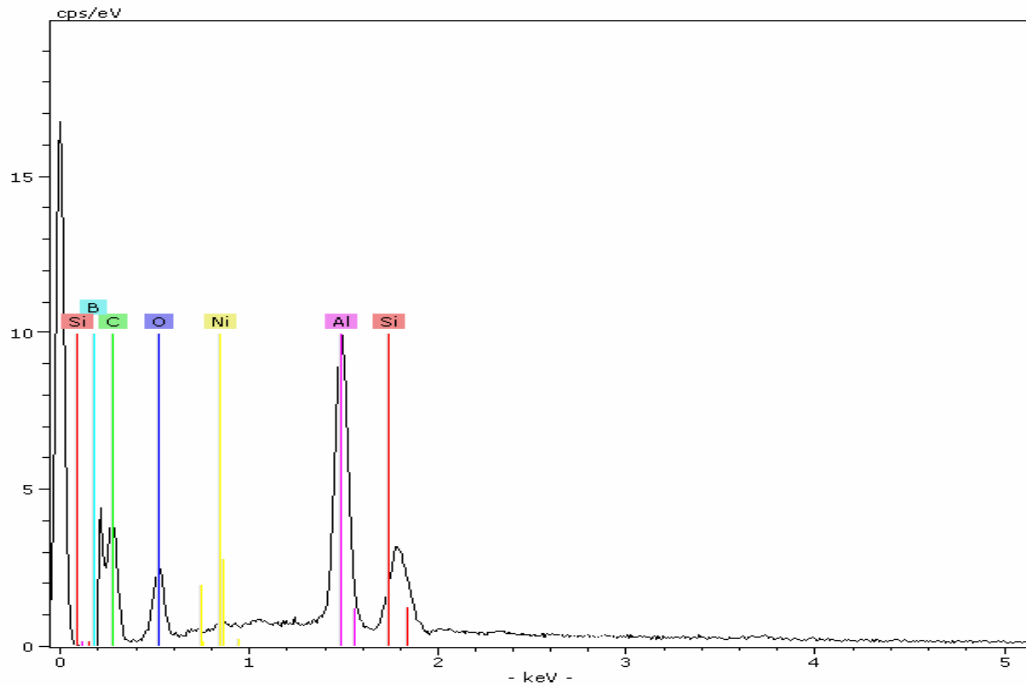
a) (B_4C) Bor karbürün açıkça görülebildiği geniş parçacıklardaki B_4C bileşimidir. Küçük parçacıkların varlığı katıksız parçacıklardan oluşan ilişkili matrikdeki dağılımıdır. b) ($B_4C - Al$) karışımının SEM görüntüsüdür. B_4C parçalarının, yapı farklılığından anlaşıldığı açıkça görülmektedir. c) ($B_4C - Al - Ni$) karışımının SEM görüntüsüdür ve kompozitin daha homojen yapıya sahip olduğu görülmektedir.

$B_4C - Al$ numunesinin EDX analiz sonuçlarına bakıldığında alüminyum (Al), silisyum (Si), karbon (C) elementleri tespit edilerek kompozit malzeme oluşumu gözlemlenmiştir. $B_4C - Al$ numunesi için EDX sonuçları Şekil 4.4’de görülmektedir. Bor elementi tespit edilemediğinden EDX sonuçlarında görülmemektedir. Şekil 4.4,4.5,4.6,4.7’de kompozit numunelerin EDX spektrumları verilmiştir.

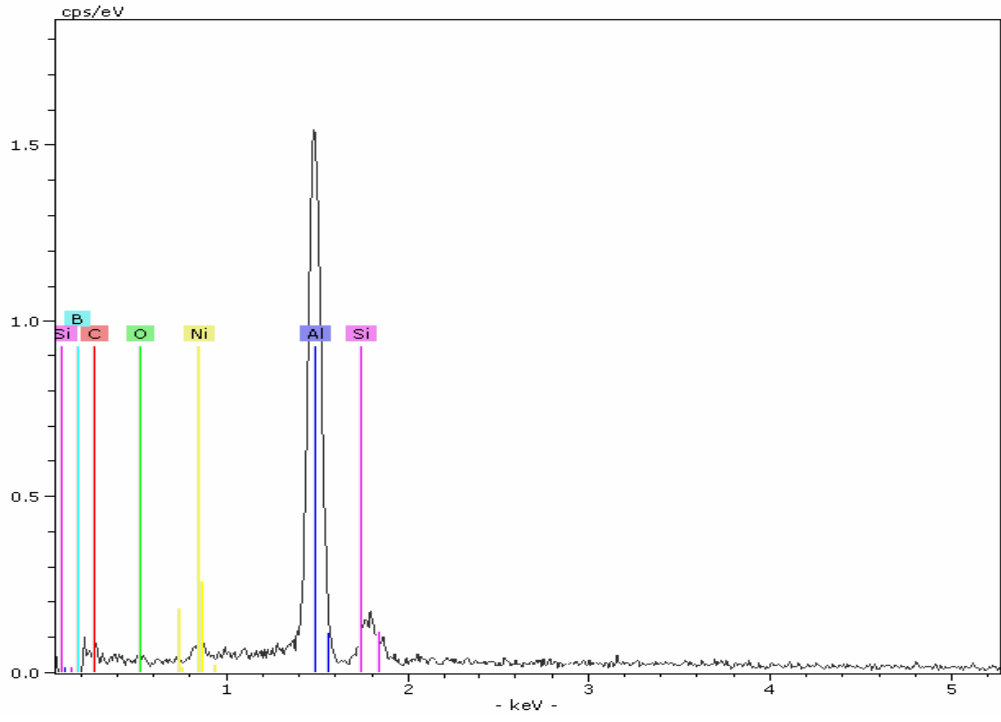
4.3.2. EDX- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy



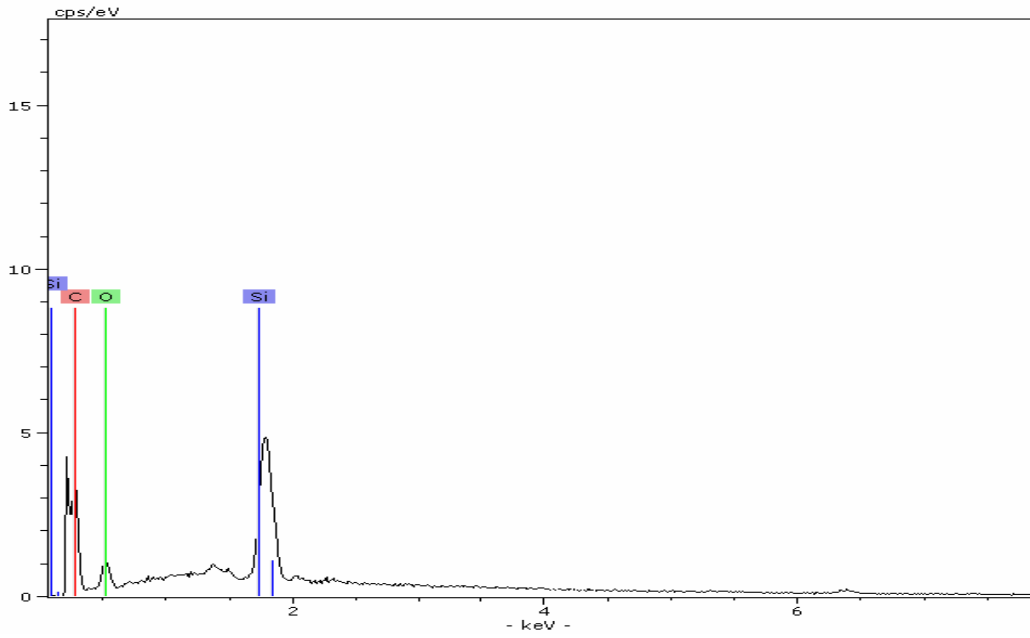
Şekil 4.4 Bor karbür-alüminyumun (B_4C+Al) EDX Spektroskopisi



Şekil 4.5 Bor karbür-alüminyum-nikelin ($B_4C+Al+Ni$) EDX Spektroskopisi



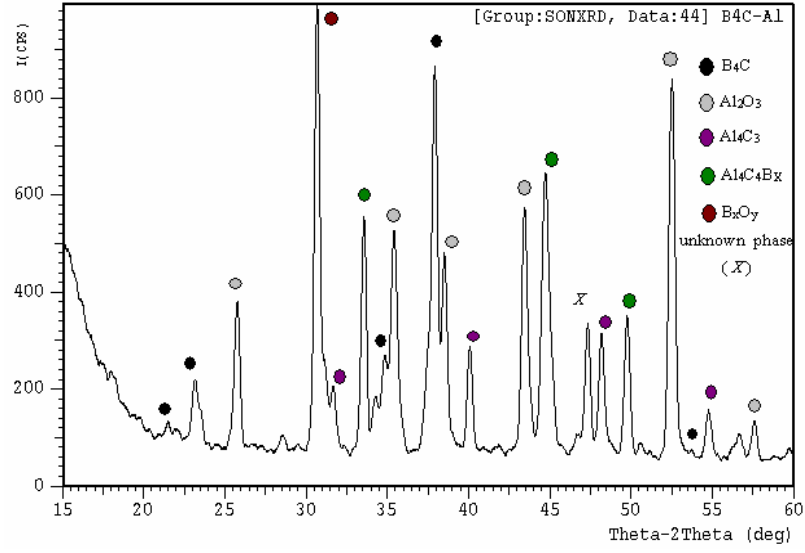
Şekil 4.6 1350°C'de sinterlenen Bor karbür-alüminyum-nikelin ($B_4C+Al+Ni$) EDX Spektroskopisi,



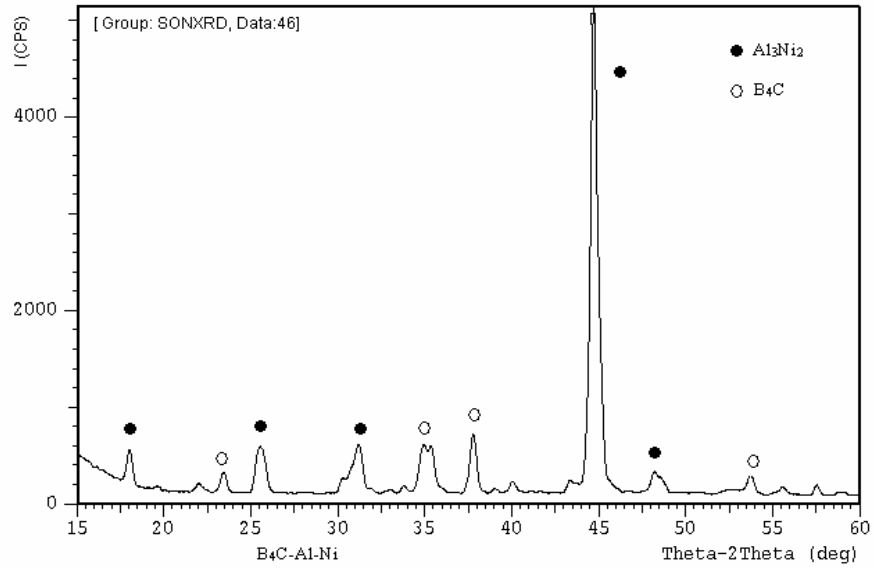
Şekil 4.7 1350°C'de sinterlenen Bor karbürün (B_4C) EDX Spektroskopisi,

4.3.3. X-ray Analiz Sonuçları

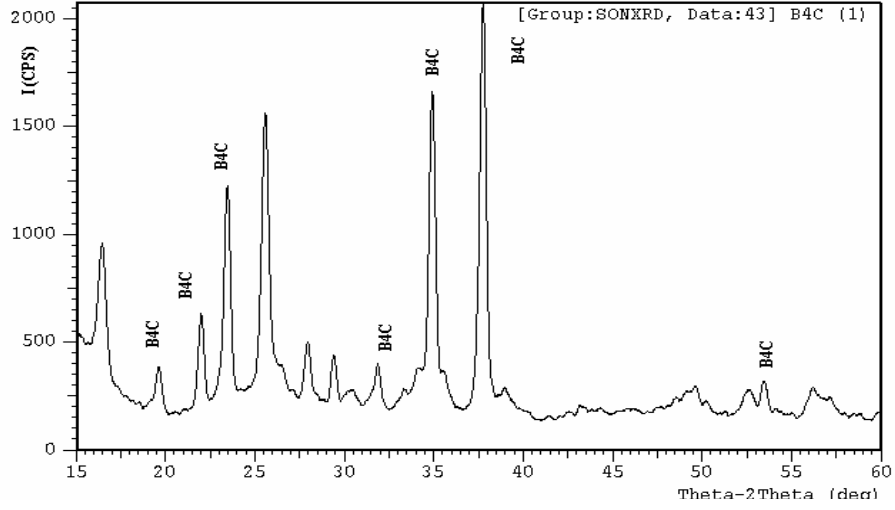
Şekil 4.8’de numunelerin XRD analiz sonuçları görülmektedir.



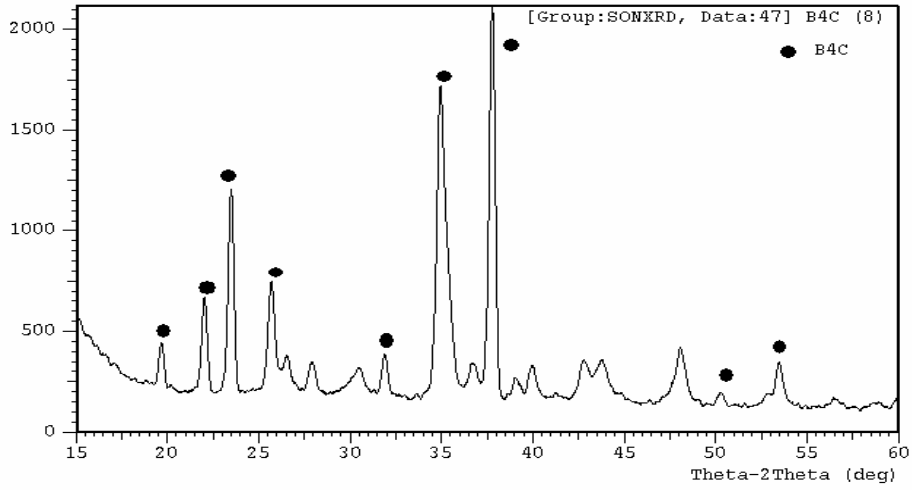
Şekil 4.8 a) $B_4C + Al$



Şekil 4.8 (b) $B_4C + Al + Ni$



Şekil 4.8 (c) Kullandığımız bor karbürün (B_4C) XRD analizi

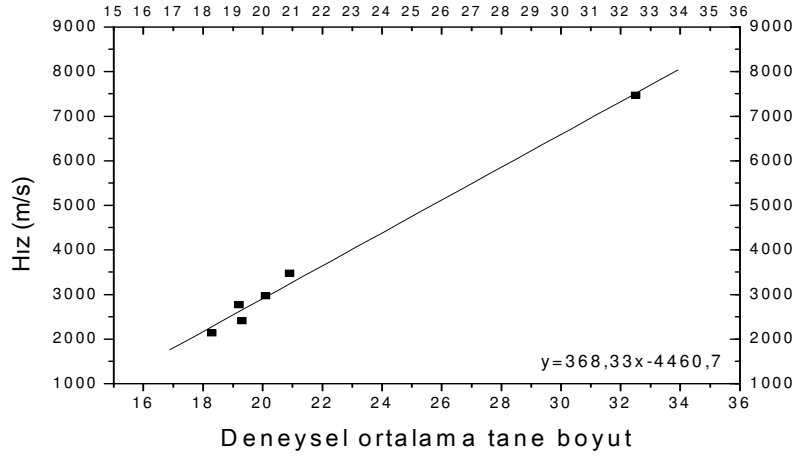


Şekil 4.8 (d) 1350 °C'de sinterlenen bor karbür (B_4C)

Şekil 4.8 XRD analizi a (B_4C+Al), b ($B_4C+Al+Ni$), c (B_4C), d (B_4C)

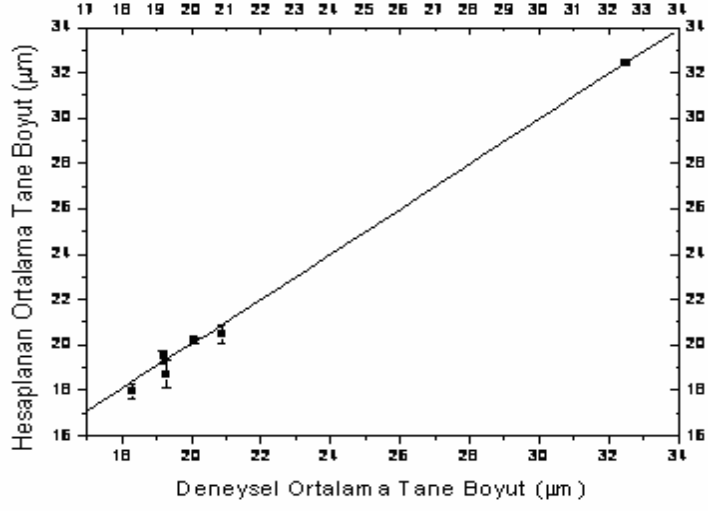
4.4. Ultrases Hız Deney Sonuçları

Tanecik boyutu ve ultrases hızı arasındaki ilişkiyi incelemek için, numunelerin tanecik boyutları ve ultrases hızları arasındaki grafik Şekil 4.9'da ve deneysel olarak hesaplanan tane boyut grafiği Şekil 4.10'da verilmiştir. Şekilde ultrases dalga hızı değerleriyle numunenin ortalama tanecik boyutu değerleri arasında doğrusal ilişki olduğu görülmektedir. Bu grafikte, 4 Mhz transduser ile elde edilen ultrases hız değerleri kullanılmıştır, korelasyon katsayısı 0,99587'dir ve denklem $y=368,334x-4460,653$ olarak bulunmuştur.



Şekil 4.9 Numunelerin ultrases hız- ortalama tane boyut grafiği

Tablo 4.1 ve Tablo 4.2 kullanılarak hıza bağlı ortalama tane boyut dağılım grafiği Şekil 4.9'da verilmektedir. Bu grafikte, 4 Mhz transduser ile elde edilen ultrases hız değerleri kullanıldı ve grafikte fit edilen doğrunun eğimi orijin 6.1 paket programı kullanılarak denklem $y=368,334x-4460,653$ bulundu ve fit edilen doğrunun korelasyon katsayısı 0,99587'dir.



Şekil 4.10 Örneklerin hesaplanan ve deneysel tane boyut grafiği

Tablo 4.3'te gösterildiği gibi deneysel elde ettiğimiz tane boyut değerleri ile hesaplanan tane boyut değerlerinin ~ % 3,5'dan az olduğu görülmektedir. Hesaplanan ve deneysel olarak elde ettiğimiz tane boyut grafiği Şekil 4.10'da verilmiştir.

4.5. Akımsız Nikel Kaplama Deney Sonuçları

Tablo 4.4 Bor karbür ve nikel oranları

%70 B ₄ C	7 gr
%30 Ni	3 gr

Tablo 4.5 Bor karbürün işlemsel parametreleri

Bileşenler	Eklemeler (gr)
(B ₄ C) (Bor Karbür)	7 gr
NiCl ₂ .6H ₂ O (Nickel chloride)	12 gr
N ₂ H ₄ .H ₂ O (Hydrazine Hydrate)	30 ml
Saf Su	70 ml
Sıcaklık (°C)	95°C
pH Değeri	10

Nikel (Ni) kaplanan tozlar, hidrolik pres kullanılarak 180 barda preslenerek ve 1300°C'de Ar gazı atmosferinde sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin SEM görüntüleri alınarak karakterize edildi. Bor karbür tozlarının nikel kaplanmasında banyo işlemi başarıyla gerçekleştirilmiştir.

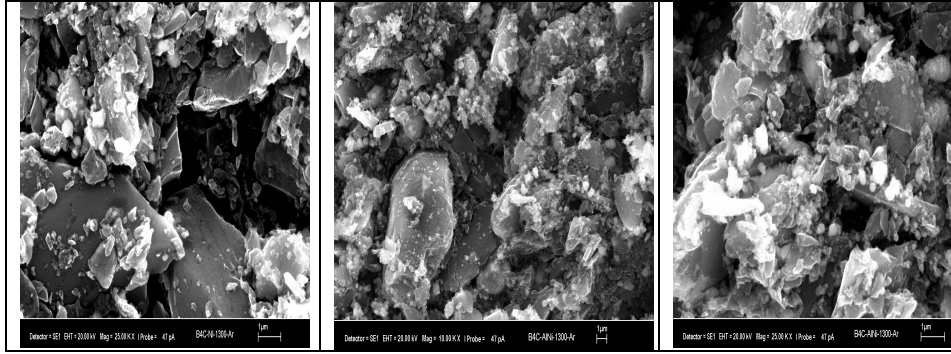
İkinci hazırlanan numune ise bor karbür-alüminyum tozlarının (B₄C -Al) nikel kaplama işlemidir. Burada uygulanan basamaklar aynıdır tek fark alüminyum (Al) tozlarının kullanılmasıdır. Kimyasal oranlar ve işlemsel parametreler Tablo 4.6'da verildi. Tablo 4.7'de ise B₄C +Al işlemsel parametreleri verilmiştir. Şekil 4.11'de nikel kaplanan tozların SEM görüntüleri verilmiştir.

Tablo 4.6 B₄C, Al, Ni oranları

%70 B ₄ C	7 gr
%15 Ni	1.5 gr
%15 Al	1.5 gr

Tablo 4.7 Bor karbür+alüminyumun işlemsel parametreleri

Bileşenler	Eklmeler (gr)
B ₄ C (Bor Karbür) +Al (Alüminyum)	7 gr + 1.5 gr
NiCl ₂ .6H ₂ O (Nickel chloride)	6 gr
N ₂ H ₄ .H ₂ O (Hydrazine Hydrate)	30 ml
Saf Su	70 ml
Sıcaklık (°C)	95°C
pH Değeri	10



Şekil 4.11 Nikel kaplanan bor karbür (B₄C) ve bor karbür-alüminyum (B₄C-Al) tozların (Ar atmosferinde) 1300°C'de sinterlenen numunelerinin SEM görüntüleri.

Ultrasound speed of sound is related to particle structure as a compatible result. It is observed. At this point, time is saved and it is economical as ultrasound method is more used than other methods.

Optical microscope is used to determine the average particle size of a sample. Some operations are required for this. These are; the sample should be regular in shape and the surface should be polished. Optical microscope images are given in the Appendix.

SEM analysis and image analysis are used to determine the average particle size. The results are compared with the ultrasound speed of sound method. Figure 4.9 and Figure 4.10 show the reference graphs.

Ultrasound speed of sound method is used to determine the particle size distribution of different composite materials. It can be used to determine the microstructural properties of the material and to calculate the properties. This method can be used to determine the properties of the material and to calculate the properties. This method can be used to determine the properties of the material and to calculate the properties.

5. TARTIŞMA ve SONUÇLAR

Bu çalışmada, ilk olarak “Toz metalurjisi metodu kullanılarak metal kompozit malzemeler” hazırlanmıştır. Materyal karakterizasyonunda ultrases dalga hız metodu kullanılmıştır. Numunelerin dalga hızları ölçülerek ortalama tane boyut dağılımları belirlenmiştir. Seramik metal kompozitlerinin tane boyut dağılımları materyalin hızına bağlı olarak incelenmiştir. SEM (Taramalı Elektron Mikroskop), EDX (Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi) ve XRD (X-ışınları difraksiyon yöntemi) analizleri yapılmıştır.

Numuneler bor karbür (B_4C), bor karbür-alüminyum ($B_4C - Al$), bor karbür-alüminyum-nikel ($B_4C - Al - Ni$)’dir. Bu kompozit malzemeler $1200^{\circ}C$, $1300^{\circ}C$ ve $1350^{\circ}C$ ’de sinterlenmiştir. Bu sıcaklıklarda argon gazı korumalı atmosferde geçici sıvı faz sinterleme işlemi uygulanmıştır. Bu işlem sonucunda tek bir yapıya sahip olan intermetalik malzemeler elde edilmiştir. Oluşan fazlar; XRD analizinde tespit edilmiştir. XRD analizi sonucu bor karbür-alüminyum($B_4C - Al$) kompozitinde Al_2O_3 , Al_4C_3 , $Al_4C_4B_x$, B_xO_y fazları ve $B_4C - Al - Ni$ kompozitinde Al_3Ni_2 ve B_4C fazlarının oluşumları belirlenmiştir.

“ B_4C ve $B_4C - Al$ tozlarının nikel kaplanması” üzerine yapılan çalışmada electroless (elektrik akımsız) nikel kaplama yöntemi kullanılmıştır. Çalışmada homojen ve istenilen kaplamanın gerçekleştiği SEM analizinde gözlemlenmiştir (Şekil 4.11). Yapılan çalışmada oluşan fazlar hakkında bir çalışma yapılmamıştır.

Bu bilgiler ışığı altında yapılan deneysel çalışmalarda şu sonuçlar görülmektedir:

- Yapılan deneysel çalışmada altı tane kompozit malzeme hazırlanmıştır.
- Geçici sıvı faz sinterleme ile $1200^{\circ}C$ - $1300^{\circ}C$ - $1350^{\circ}C$ ’de numuneler sinterlenmiştir.

- Geçici sıvı faz sinterleme ile 1350°C’de sinterlenen numune $B_4C - Al$ kompozitinin dalga hızının fazla olduğu ve diğer numunelere göre daha sağlam bir malzeme elde edildiği görülmüştür.
- Altı tane kompozit numunenin dalga hızları ölçülmüştür ve numunelerin ortalama tane boyutları SEM’den görüntü analizörüne aktarılarak hesaplanmıştır.
- Daha sonra numunelerin hesaplanan ve deneysel tane boyut değerleri karşılaştırılmıştır.
- B_4C ve $B_4C - Al$ tozları electroless nikel kaplama metodu ile nikel kaplanmıştır.
- Hydrazine Hydrate banyosu kullanılarak saf nikel elde edilmiştir.
- Nikel (Ni) kaplanan numuneler 1200°C-1300°C’de argon gazı ile sinterlenerek oksidasyon önlenmeye çalışılmıştır.
- Sinterleme sonrası malzemenin yoğunluğunda bir düşüş gözlemlenmektedir. Bu durumun reaksiyon esnasında çıkan gazlardan olduğu düşünülmektedir.
- Hazırlanan kompozitlerde presleme ve sinterleme sonrası kütle kaybı görülmektedir. Bu durum kompozit malzemelerin gözenekli bir yapıda olmasından ileri gelmektedir.

Sonuç olarak, ultrasonik hız ölçümlerinin kompozitlerde ve diğer materyallerde ortalama tane boyut dağılımının tahmin edilebileceğini göstermiştir. Kullandığımız teknik tahribatsız muayene metodudur (NDT). Numunelerin ortalama tane boyut değerleri ve dalga boyları arasında $(D/\lambda) < (1/3)$ koşulu sağlanmaktadır ve deneylerimizin Rayleigh saçılma bölgesinde gerçekleştiği görülmektedir. Çizilen referans grafiklerinde değerlerin birbiriyle uyumlu olduğunu görmekteyiz (Şekil 4.9, Şekil 4.10). Hesaplanan ve deneysel tane boyut dağılım değerleri arasındaki fark $\sim \% 3,5$ ’dur. Bu yüzde farklılık örneklerin kalınlıklarından ve soğuk presleme esnasında numunelerin gözenekli yapıda olmasından ileri gelmektedir. Numunelerin ultrases hızının örneklerin tane boyut değerleriyle (ka değerleriyle) artma gösterdiğini literatür bilgileriyle beraber görmekteyiz (Şekil 3.8).

Öneriler

- Numunelerde gözenekliliğin oluşmamasına dikkat edilmelidir.
- Sinterleme koruyucu gaz atmosferinde gerçekleşmeli ve sinterleme sıcaklığında bekleme süresine dikkat edilmelidir.
- Deneyler sırasında sağlık açısından gerekli koruyucu önlemler kesinlikle alınmalıdır.
- Numune yüzeylerinin temizliği analizleri daha sağlıklı yapmak için önemlidir.
- Deney esnasında yapılan işlemler adım adım takip edilmelidir.

REFERANSLAR

- Akbulut, H., 1995, "Alümina Fiber Takviyeli Al-Si Metal Matriksli Kompozitlerin Üretimi ve Mikroyapı-Özellik ilişkilerinin İncelenmesi", Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Aral, E., 1987, "Ultras es ders notları", Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Alridge E. E., 1969, "Non-destructive Testing", Ed. X. Egerton, Oxford U.P, pp.31-45.
- Anık, S., ve Anık, E. S., 1977, "Malzeme bilgisi ve muayenesi", (Weissbach, W.'den çeviri), Kurtulmuş Mtbası, pp. 180.
- Beecham, D., 1966, "Ultrasonics 4", pp. 67-76.
- Bhardwaj. M.C., 2000, "High transduction Piezoelectric transducers and introduction of Non-Contact analysis", Ultrason Laboratories, Inc. 1020 E. Boal Avenue Boalsburg, PA 16827 USA.
- Bougoin, M., Thevenot, F., Dubois, J., and Fantozzi, G.,1985, J. Less-Common Metals ,pp.114, 257
- Brodhag, C. and Thevenot, F.,1986, J. Less-Common Metals, pp.117, 175.
- Çolak, F., 2004, "Kimyasal Metotla Nikel Kaplanmış Tungsten Karbür Tozları Kullanılarak Seramik-Metal Kompozit Malzeme Üretimi ve Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek lisans tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Metal Eğitim Anabilim Dalı, Afyonkarahisar.
- El-Mahallawy, N., Abi-Nader F.N., Borhan M.A-A., Shenouda. S., Attallah M.M., Ali, H., 1998, "High Performance Ceramics", The American University in Cairo Engineering Department Mechanical Engineering Unit MENG 327-Engineering Materials, pp. 4-36.
- Fay, B., Brendel, K., Ludwig, G., 1976, "Ultrasound in medicine and Biology 2", pp. 195-198.
- Firestone F.A., 1943, U.S.patent 2.439.13.9
- German, R. M., Mar, R. W., and Hastings, J. C.,1975, Am. Ceram. Soc. Bull. 54(2), 178.

- Goebbels, K., Höller, R., 1976, "Ultrasound, Proceedings of the 8th World Conference on NDT", pp. 1-7.
- Göller, G., Tekin, A., "Bor karbür üretim yöntemleri", İ.T.Ü Kimya-Metalurji Fakültesi/Met.Müh.Bölümü.
- Grayali, N. and Shyne, J.C., 1985, Effect of microstructure and prior austenite grain size on acoustic velocity and attenuation in steel, Review of Progress in Quantitative NDE 4, D.O. Thompson and D.E. Chimenti (Eds.), Plenum Pres, New York, pp. 927-936.
- Halmshaw, R., 1991, "Non-Destructive Testing", St Edmundsbury Press, , second edition, Part-4, United Kingdom.
- Hearmon, R.F.S., 1981, "Solid State Communications", pp. 37-915
- Hilliard, J. E., 1963, "Northwestern University, Dept.of. Materials Research Center"., Internal Report.
- Hirse Korn, S., 1982, "The scattering of ultrasonic waves by polycrystals", J Acoust Soc Am 72, pp.1021-1031.
- Hirse Korn, S., 1983, "Scattering of ultrasonic waves in single phase polycrystalline metals including multiple scattering" In: P. Höller, Editors, New procedures in nondestructive testing (proceedings), Springer, Berlin, pp.265-275.
- Kalandadze, G.I., Shalamberidze, S.O., Peikrishvili, A.B., 2000, "Sintering of Boron and Boron Carbide", Journal of Solid State Chemistry 154, pp.194-198.
- Kislyi, P. S., Kuzenkova, M. A., Bondaruk, N. I., and Grabchuk, G. L., 1983, "Boron carbide." Naukova dumka, Kiev.
- Knudsen, A.K., in: Messing, G.L., Mazdizyasni, K.S., McCauley, J.W., Haber, R.A.,(Eds.), 1987, Ceramic Powder Science, Advances in Ceramics, Vol. 21, American Ceramic Society, Westerville, OH, pp. 237.
- Kozack, M.J., Khatri, S.C., Alison, J.E., Baber, M.G., 1993, in: S. Suresh et al.(Eds.), Fundamentals of MMCs, Butterworth-Heinemann, Boston, MA, pp. 297-326.
- Mahagin, D.E., Dahl, R.E., 1977, "Nuclear applications of boron and the borides", in: V.I. Matkovich (Ed.), Boron and Refractory Borides, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg,, pp. 613-632.
- Mason, W.P., McSkimmin, H. J., 1947 , "Journal of the Acoustical Society of Amerika 19" , pp. 464-473.

- Matkovich, V. J. (Ed.), 1977, "Boron and Refractory Borides." Springer Verlag, Berlin.
- Nagy, P. B., 2003, "Ultrasonic Nondestructive Evaluation", Dept. Aerospace Eng.& Eng. Mechanics, Part 5, pp. 5.1-5.2-5.14.
- Özden, N., 1981, Sesötesi (ultrasonik) ile muayene, Segem Yayınları, pp. 48, 141.
- Palanichamy, P., Joseph, A., Jayakumar T. and Raj, B., 1995, Ultrasonic velocity measurements for estimations of grain size in austenitic stainless steel, NDT& E International 28,3, pp. 179-185.
- Papadakis, E. P., 1965, "Journal of the Acoustical Society of America 37", pp. 703-710.
- Peker, M., 1989, "Ultraseler ile Katı, Sıvı ve Gaz Ortamların Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek lisans tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Petculescu, P., Matei, J., 2004, "Ultrasonics Investigation of n-Si Samples", Journal of Optoelectronics and Advanced Materials Vol. 6, No. 1, pp. 253-260.
- Quehrellalt, D. T., 2000, Laser ultrasonic investigations of vertical bridgman crystal growth, Ph.D.thesis, University of Virginia, 226p.(unpublished)
- Rayleigh, Lord., 1929, Theory of Sound Vol.2, Macmillan Co., New York, pp. 152.
- Roy, T.K., Subramanian, C., Suri, A.K., 2005, "Pressureless sintering of boron carbide", Elsevier, Ceramics International, article in press.
- Roderick, R.L., Truell R., 1952, "Journal of the Acoustical Society of America 23", pp. 267-275.
- Samsonov, G. V. (Ed.), 1960, "Boron, Its Compound and Alloys." Izd. AN USSR, Kiev.
- Sarpün, İ.H., 2004, "Ultraseler Yöntemi ile Çeşitli Mermerlerin Ortalama Tanecik Boyutlarının Tayini", Doktora Tezi, Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Sarpün, İ.H., Doğan, M., 2004, "Ultrasonik Materyal Karakterizasyonu", Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, pp. 1-5.
- Scott, J.J., 1964, US Pat. No.3 161 471.

- Shi, L., Gu, Y., Chen, L., Qian, Y., Yang, Z., Ma, J., 2003 “A Low Temperature Syntesis of crystalline B_4C ultrafine powders”, 128, pp. 5-7
- Sinha, A., Mahata, T., .Sharma, B.P., 2002, J. Nucl. Mater.301, pp. 165.
- Spohn, M.T., 1993, Am. Ceram. Soc. Bull. 72, pp. 88.
- Srivatsan, T.S., Ibrahim, I.A, Mohamed, F.A., Lavernia, E.J.,1991, “Processing techniques for particulate-reinforced aluminium metal matrix composites”, J. Mater. Sci. 26, pp. 5965-5978
- Surappa, M.K., Rohatgi, R.K., 1981, “Preparation and properties of cast aluminium-ceramic particle composites”, J. Mater. Sci. 16, pp. 983-993.
- Talaş. Ş., Erol. A., Çolak. F.,2004, “Electroless Ni Plating of WC”., Afyon Kocatepe University, Technical Education Faculty, Afyonkarahisar.
- Ihang, K.-Y., Kim K.-C., 1999, “Ultrasonics”, pp. 37-39
- Thevenot, F., in: Ganguly, C., Roy, S.K., Roy, P.R.(Eds.), 1991, “Advanced Ceramics, Key Engineering Materials”, Vols.56-57, TransTech, Zurich, pp.59.
- Thevnot, F., 1990, “Boron carbide- a comprehensive review”, J. Eur.Ceram. Soc. 6, pp. 205-225.
- Turan, S., 1998, “Taramalı Elektron Mikroskobu ve Uygulamaları”, Seramik Araştırma Merkezi, Anadolu Üniversitesi Seramik Mühendisliği Bölümü, Eskişehir.
- Yılmaz, F., Akbulut, H., 1994, “Seramik Partiküllerle Takviye Edilmiş Alüminyum-Bakır Alaşımlarının İncelenmesi” TÜBİTAK Makine Malzeme ve İmalat Sistemleri Araştırma Grubu.
- Yılmaz, M., Altıntaş, S., 1997 “Al-SiC_p Kompozitinin Isıl Çevrim Koşulu Altında Davranışının Teorik ve Deneysel İncelenmesi”, 9.Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, pp. 721-726, İstanbul.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmayı, yüksek lisans tezi olarak bana veren ve çalışmalarım sırasında yardımlarını esirgemeyen bilgi ve tecrübeleri ile beni yönlendiren danışmanım ve değerli hocam Yrd. Doç. Dr Rıdvan ÜNAL'a çok teşekkür ederim.

Ultrases deneylerinin gerçekleştirilmesinde bana yardımcı olan hocam Yrd. Doç. Dr. İsmail Hakkı SARPÜN'e, Yrd. Doç. Dr. Hüseyin Ali YALIM'a, TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezine ve Sabri TUNCEL'e, Jüri üyesi hocalarıma ve Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümündeki bütün hocalarıma teşekkürü borç bilirim.

Kompozit malzeme hazırlanması ile ilgili teknik konularda bana yardım eden Teknik Eğitim Fakültesinde Sayın Hocam Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL'a teşekkür ederim ve Yrd. Doç. Dr. Şükrü Talaş hocama ve Teknisyen Birol EROL'a teşekkürü borç bilirim.

Tez çalışmamda ve her konuda bana destek olan anneme, babama ve ablam F.Banu ÖZDEMİR'e çok teşekkür ederim.

ÖZGEÇMİŞ

1981 yılında Bolu'da doğdu. İlköğrenimini Ankara Türk-İş Blokları ilkokulu, Milas Sakarya İlkokulu ve Milas Merkez ortaokulunda, Ortaöğrenimini Milas Süper Lisesinde 1999'da tamamladı. Lisans Eğitimini Dumlupınar Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde 2003 yılında tamamladı. Aynı yıl Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalında yüksek lisansına başladı ve 2006 yılında yüksek lisansını tamamladı.

Yayımlar:

Rıdvan Ünal^a, İsmail H. Sarpün^a, H. Ali Yalım^a, Ayhan Erol^b, Tuba Özdemir^c and Sabri Tuncel^d., 2005, “The mean grain size determination of boron carbide (B₄C)–aluminium (Al) and boron carbide (B₄C)–nickel (Ni) composites by ultrasonic velocity technique”, Material Characterization, Elsevier (article in press).

Katılınan Kongre:

World Year of Physics 2005 Turkish Physical Society 23rd International Physics Congress, Muğla, TURKEY
(13-16 September 2005)

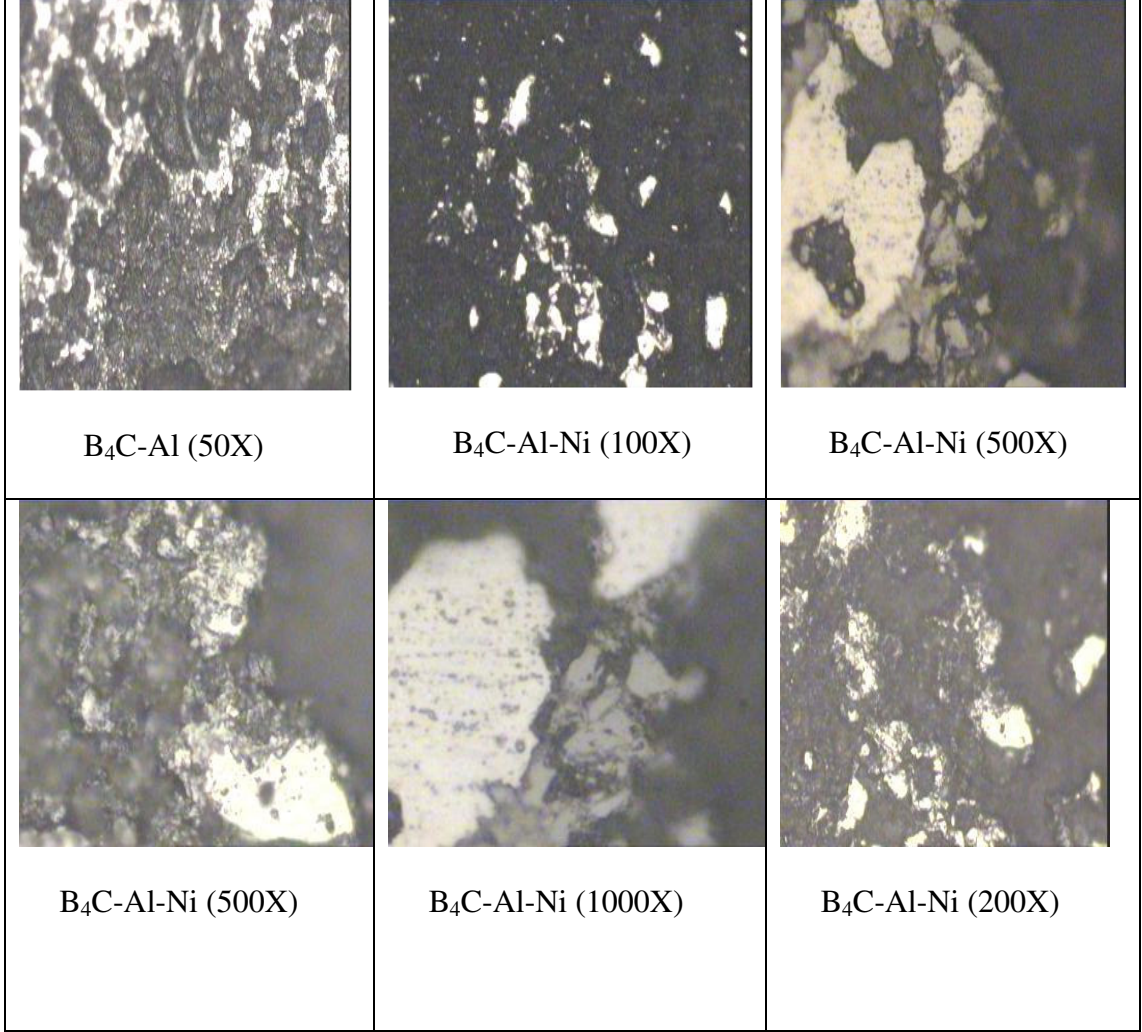
EKLER

5.1.1. SEM-EDX Analizi

Elektron ışını kullanan Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), derin incelemeler için tercih edilen bir analiz cihazıdır. Optik mikroskopla kıyaslanmayacak kadar yüksek büyütme çözümlüğüne sahip bu cihaz detaylı malzeme karakterizasyonları için tercih edilen bir cihazdır. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)'nda mevcut olan yüksek çözünürlükten dolayı malzemenin parlatılması inceleme açısından avantaj sağlamaktadır. Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) incelenecek numunelerin en önemli özelliklerinden biri iletken olmalarıdır. Eğer incelenecek malzeme iletken değilse, nanometre mertebesinde iletken bir filmle numune kaplanarak iletken hale getirilmelidir. Sinterlenmiş olan malzemenin mikro yapısı, tane boyutu ve dağılımı için SEM kullanılır. (SEM analizi öncesinde numuneler altın (Au) ile kaplanır ve böylelikle şarj problemi önlenmiş olmaktadır.

EDX (Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi), elektron bombardımanı sonucunda X-ışınlarının bir arada toplanması ile elde edilen bilgilerin değerlendirilmesinde kullanılan spektrometredir. Farklı X-ışınlarının birbirinden ayrılması EDX (Enerji Açılımlı X-ışını Spektrometresi) sistemlerinde silisyum-lityum dedektörü ile sağlanmaktadır. Birçok SEM ve TEM (Transmission Electron Microscope) cihazlarında EDX bulunmaktadır (Turan 1998).

Tablo 8 (B₄C-Al) ve (B₄C- Al- Ni) kompozitlerinin optik mikroskop görüntüleri



Optik mikroskopta görüntüleme işleminden önce numuneler mutlaka numune hazırlama ve metalografik inceleme işlemlerinden geçmelidirler ve incelenecek numunenin yüzeyi parlatılmalıdır. Metal ve Seramik malzemeler kolaylıkla optik mikroskop kullanılarak incelenebilir.

Sinterleme sonrası numunelerin mikroyapı analizleri AKÜ Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümü metalografi Laboratuvarında bulunan Olympus marka BX60 model, alttan ve üstten aydınlatmalı otomatik fotoğraf sistemli optik mikroskopta incelenmiştir.



ELSEVIER

Materials Characterization xx (2005) xxx–xxx

**MATERIALS
CHARACTERIZATION**

Short communication

The mean grain size determination of boron carbide (B₄C)–aluminium (Al) and boron carbide (B₄C)–nickel (Ni) composites by ultrasonic velocity technique

Rıdvan Ünal^{a,*}, İsmail H. Sarpün^a, H. Ali Yalım^a, Ayhan Erol^b,
Tuba Özdemir^c, Sabri Tuncel^d

^a Department of Physics, Afyon Kocatepe University, Afyon, Turkey

^b Technical Education Faculty, Afyon Kocatepe University, Afyon, Turkey

^c Institute of Science, Afyon Kocatepe University, Afyon, Turkey

^d TÜBİTAK, Marmara Research Center, Gebze, Kocaeli, Turkey

Received 5 November 2005; accepted 17 November 2005

Abstract

In this study, the mean grain size of ceramic–metal composites, made from boron carbide (B₄C)–aluminium (Al)–nickel (Ni) powders, has been determined with ultrasonic velocity technique by using a 2 MHz transducer. An ultrasonic velocity–grain size master graph was plotted using a 4 MHz ultrasonic transducer. The results were compared to the mean grain size obtained from SEM (Scanning Electron Microscopy) images.

© 2005 Elsevier Inc. All rights reserved.

Keywords: Material characterization; Grain size; Ultrasonic velocity; Boron carbide

20

1. Introduction

B₄C is the hardest known compound of the boron-rich materials [1]. It can sustain a high temperature, has a low density, is a semiconductor, and has a high degree of chemical inertness. B₄C is used in nuclear reactors as a neutron absorber, and its use in electronic devices destined for harsh chemical environments has also been suggested. Despite many areas of applications for B₄C, its microscopic atomic structure and the nature of its intrinsic defects are still not fully understood [2]. In this paper, we probe the microstructure of boron carbide–

aluminium and boron carbide–nickel composites by a non-destructive testing method (NDT). In the following, one may find a brief literature review about the use of ultrasonic testing as a non-destructive testing method.

Ultrasonic testing is a non-destructive testing method (NDT). One of the applications of ultrasound in material science is to determine the microstructure of the material and associated mechanical parameters. Microstructural characterization of the material plays an important role in ensuring the quality of the estimation of mechanical properties and the determination of the amount and rate of degradation of structures and components. This includes the determination of dislocations, grain size material anisotropy, cracks, inclusions and geometry [3].

* Corresponding author.

E-mail address: runal@aku.edu.tr (R. Ünal).

t1.1 Table 1

t1.2 Sample characteristics

t1.3 Sample	Material	M_i (g)	M_s (g)	h (mm)	T_s (°C)
t1.4 1	B ₄ C	19.65	19.51	13.55	1350
t1.5 2	B ₄ C	20.72	19.35	15.0	1350
t1.6 3	B ₄ C+Al	20.63	20.37	13.0	1350
t1.7 4	B ₄ C+Al+Ni	19.66	19.41	12.0	1300
t1.8 5	B ₄ C+Al+Ni	22.30	22.04	12.2	1350
t1.9 6	B ₄ C+Al+Ni	19.40	19.27	10.6	1200

t2.1 Table 2

t2.2 The grain size of samples (µm) determined from SEM images

t2.3 Sample number	Average grain size (µm)
t2.4 1	19.3
t2.5 2	18.3
t2.6 3	32.5
t2.7 4	20.9
t2.8 5	20.1
t2.9 6	19.2

47 Material examination by ultrasonic methods depends
 48 on various properties of the materials, including the
 49 velocity, relative attenuation, and backscattering of
 50 sound waves in the material. The ultrasonic velocity is
 51 dependent on material structure and is especially
 52 affected by the scattering of ultrasonic waves. The
 53 theoretical explanation of the scattering of ultrasonic
 54 waves in polycrystalline materials was carried out by
 55 Hirsekorn [4], in which he also described the scattering
 56 factor, and the propagation of longitudinal and trans-
 57 verse ultrasonic waves in terms of grain size and wave
 58 number. Experimental work has been reported in Refs.
 59 [5,6]. Details on how to determine the grain size from
 60 the ultrasonic velocity are given in Refs. [6,7].

61 1.1. Ultrasonic velocity–grain size relation

62 The relationship between ultrasonic velocity and
 63 grain size has been explained by Hirsekorn [4,8]. In

these papers, scattering theory in the Rayleigh region 64
 was expressed in terms of the wave number, k , and the 65
 grain radius a . Also, calculation of longitudinal and 66
 transverse ultrasonic velocities in polycrystals has been 67
 given as a function of ka . According to Ref. [11], the 68
 phase and group velocities are given as 69

$$v_{LP} = v_L \left\{ 1 + \left(\frac{A}{\rho_0 v_L^2} \right)^2 \frac{2}{3 \cdot 5^3 \cdot 7} \left[14 + 21 \frac{\kappa^2}{k^2} + 2 \left(\frac{106}{7} + \frac{6\kappa^2}{7k^2} + 21 \frac{\kappa^4}{k^4} \right) (ka)^2 \right] \right\}^{-1} \quad (1) \quad 70$$

$$v_{LG} = v_L \left\{ 1 + \left(\frac{A}{\rho_0 v_L^2} \right)^2 \frac{2}{3 \cdot 5^3 \cdot 7} \left[14 + 21 \frac{\kappa^2}{k^2} + \frac{6}{5} \left(\frac{106}{7} + \frac{6\kappa^2}{7k^2} + 21 \frac{\kappa^4}{k^4} \right) (ka)^2 \right] \right\}^{-1} \quad (2)$$

for longitudinal waves. In these equations, A is the 73
 anisotropy factor, κ and k are the wave numbers and a is 74
 the grain radius. Graphs of normalized velocity versus 75
 ka have been published. In these graphs, as the ka value 76
 changes, velocity first decreases, then increases and 77
 oscillates according to analysis presented in Ref. [7]. 78

2. Sample preparation 79

In this work, we have used boron carbide (B₄C) in 80
 our samples as the base material. The ceramic–metal 81
 composites were obtained by using aluminium and 82
 nickel with boron carbide powders. B₄C+Al composite 83
 samples were prepared by mixing 50% B₄C and 50% 84
 Al, and in B₄C+Al+Ni composite samples were 85
 prepared by mixing 50% B₄C, 25% Al and 25% Ni. 86

Powders were placed in a 32.8 mm diameter mold 87
 and hydraulically pressed at a pressure of 200 bar. 88
 Samples were sintered at temperatures of 1200, 1300 89

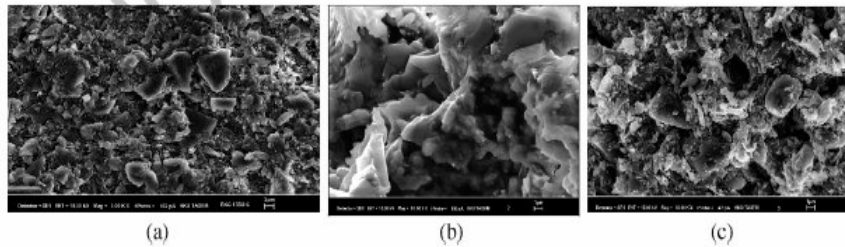


Fig. 1. SEM images of samples, (a) B₄C, (b) B₄C+Al, (c) B₄C+Al+Ni.

t3.1 Table 3

t3.2 The velocity measurements of samples

Sample	Velocity measurements (m/s)	
	4 MHz	2 MHz
1	2410	2425
2	2135	2160
3	7470	7485
4	3475	3090
5	2970	2986
6	2770	2720

Table 4

Experimental and calculated mean grain size of samples

Samples	Mean grain size (μm)		Difference (%)
	Experimental	Calculated	
1	19.3	18.69	3.16
2	18.3	17.97	1.8
3	32.5	32.43	0.21
4	20.9	20.49	1.96
5	20.1	20.21	0.55
6	19.2	19.49	1.51

90 and 1350 °C in an Ar gas atmosphere in a tube furnace.
 91 After sintering, sample surfaces were smoothed with a
 92 rotating sanding machine.

93 In Table 1, details are provided for the initial mass
 94 (M_i) before sintering, final mass (M_s) after sintering, the
 95 height (h), and the temperatures used for sintering (T_s).

96 Sintered specimens were characterized using Leo
 97 1430 VP scanning electron microscopy at Afyon
 98 Kocatepe University, Technical Application and Re-
 99 search Center. The average grain size of samples was
 100 computed by analyzing the contrast difference of the
 101 particles in the image.

102 The average grain size of samples has been
 103 determined using SEM images; the results are given in
 104 Table 2. The grain size values are expressed in three
 105 significant figures. Fig. 1 shows SEM images taken at
 106 various magnifications from specimens having different
 107 constituents. Fig. 1a is an SEM image of the B_4C
 108 compound, in which large particles of B_4C are clearly
 109 visible. The presence of smaller particles is evenly
 110 distributed in a closely connected matrix, which is
 111 composed of finer particles. Fig. 1b is an SEM image of

the B_4C+Al mixture. It is clearly seen that the B_4C
 112 particles can be recognized by their shape difference.
 113 Fig. 1c is an SEM image of the $B_4C+Al+Ni$ material
 114 which has a more homogeneous structure. 115

3. Experiments 116

117 Ultrasonic velocity experiments were conducted in
 118 TUBITAK, Marmara Research Center. We have used a
 119 Krautkramer, USN 52L type ultrasonic flaw detector
 120 with 2 and 4 MHz T/R probes (12 mm). 120

121 Velocities of ultrasound wave passing through the
 122 samples have been measured and are given in Table 3.
 123 We have obtained velocity values directly from a
 124 knowledge of the properties of the flaw detector. 124

4. Results 125

126 From the data in Tables 2 and 3 we have plotted a
 127 velocity–average grain size graph which is given in Fig.
 128 2. In this graph we use ultrasonic values which have
 129 been obtained by the 4 MHz transducer. The correlation 129

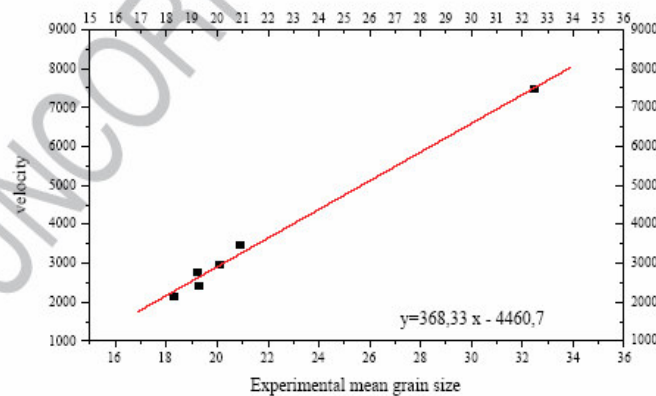


Fig. 2. Ultrasonic velocity–average grain size graph of composites.

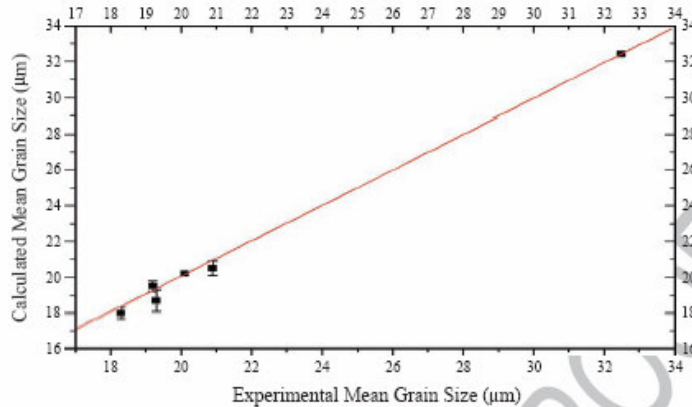


Fig. 3. Graph of experimental and calculated mean grain size of samples.

30 coefficient is 0.99587 and the equation of the correlation
31 line is $y = 368.334x - 460.653$.

32 By using this equation, and the velocities measured
33 with the 2 MHz transducer we get calculated mean grain
34 sizes for the samples, which are given in Table 4.

35 From the data in Table 4, we have plotted the
36 calculated mean grain size versus the experimental mean
37 grain size graph, Fig. 3. As shown in Table 4, the
38 differences between the mean experimental and calcu-
39 lated values are less than 3.5%.

40 4. Conclusion

41 This research has shown a clear dependence of
42 ultrasonic velocity on grain size in composites of boron
43 carbide and boron carbides containing additions of Al
44 and/or Ni.

45 This work has further shown exceptional agreement
46 in the results of grain size determinations made by
47 ultrasonic velocity measurements and those determined
48 by SEM examinations. The results show that calculated
49 and experimental mean grain size values have less than
50 ~3.5% difference.

51 Acknowledgements

52 The authors are grateful to TUBITAK, Marmara
53 Research Center and Afyon Kocatepe University,
32

Department of Physics and Technical Education Faculty
and Technical Application and Research Center for their
help in experimental work.

References

- [1] McColm, I. J. (Plenum, New York, 1990).
- [2] Mauri F, Vast N, Pickard CJ. Atomic structure of icosahedral B_4C boron carbide from a first principles analysis of NMR spectra. *Phys Rev Lett* 2001;87:085506-1-4.
- [3] Ihang Kyung-Young, Kim Kyung-Cho. Evaluation of material degradation using nonlinear acoustic effect. *Ultrasonics* 1999;37(1):39–44.
- [4] Hirsekorn S. The scattering of ultrasonic waves by polycrystals. *J Acoust Soc Am* 1982;72:1021–31.
- [5] Grayali N, Shyne JC. Effect of microstructure and prior austenite grain size on acoustic velocity and attenuation in steel. In: Thompson DO, Chimenti DE, editors. *Review of progress in quantitative NDE*, vol. 4. New York: Plenum Press; 1985. p. 927–36.
- [6] Palanichamy P, Joseph A, Jayakumar T, Raj B. Ultrasonic velocity measurements for estimation of grain size in austenitic stainless steel. *NDT E Int* 1995;28(3):179–85.
- [7] Palanichamy P, Joseph A, Jayakumar A. Grain size measurements in austenitic stainless steel using ultrasonics. *Insight* 1994; 11:874–7.
- [8] Hirsekorn S. Scattering of ultrasonic waves in single phase polycrystalline metals including multiple scattering. In: Höller P, editor. *New procedures in nondestructive testing (proceedings)*. Berlin: Springer; 1983. p. 265–75.