

**β -Sn TEK KRİSTALLERİNİN BAZI MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİ İLE
KRİSTAL YÖNELİMİ ARASINDAKİ İLİŞKİ**

OSMAN ŞAHİN

**DOKTORA TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI**

ISPARTA 2006

T.C.
SÜLEYMAN DEMİREL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**β -Sn TEK KRİSTALLERİNİN BAZI MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİ İLE
KRİSTAL YÖNELİMİ ARASINDAKİ İLİŞKİ**

OSMAN ŞAHİN

DOKTORA TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

ISPARTA, 2006

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğüne

Bu çalışma jürimiz tarafından FİZİK ANABİLİM DALI'nda DOKTORA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Başkan :

(Ünvanı, Adı ve Soyadı)

Üye :

(Ünvanı, Adı ve Soyadı)

Üye :

(Ünvanı, Adı ve Soyadı)

Üye :

(Ünvanı, Adı ve Soyadı)

Üye :

(Ünvanı, Adı ve Soyadı)

ONAY

Bu tez .../.../2006 tarihinde yapılan tez savunma sınavı sonucunda, yukarıdaki jüri üyeleri tarafından kabul edilmiştir.

...../...../2006

S.D.Ü FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜ MÜDÜRÜ

Prof. Dr. Çiğdem SAVAŞKAN

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇİNDEKİLER	i
ÖZET.....	iii
ABSTRACT	iv
TEŞEKKÜR	v
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
TABLolar DİZİNİ	xv
1. GİRİŞ	1
1.1 Kuramsal Temeller	5
1.1.1 Kontak Mekanizması	5
1. 1. 2 Derinlik Duyarlı Çentme	17
1. 2 Sertliğin Yüke Bağlı Değişimi	21
1. 2. 1 Meyer Kanunu.....	24
1. 2. 2 Hays-Kendall Yaklaşımı	24
1. 2. 3 Elastik/Plastik Deformasyon Modeli	25
1. 2. 4 Orantılı Numune Direnci (Proportional Specimen Resistance; PSR) Modeli.....	26
1. 2. 5 Geliştirilmiş PSR (Modified Proportional Specimen Resistance; MPSR) Modeli.....	27
1. 3 Sürünme (Creep).....	27
2. KAYNAK ÖZETLERİ	29
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	37
3.1 Materyal	37
3.2 Oliver-Pharr Metodu	42
3. 3 Oliver-Pharr Metodunda Düzeltme	45
4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	50
4.1 Statik Sertlik Analizi.....	50
4.2 Dinamik Sertlik Analizi	65
4.2.1 (001) Düzleminin Dinamik Mikrosertlik Analizi	65
4.2.2 (110) Düzleminin Dinamik Mikrosertlik Analizi	77

4.2.3 Dinamik Mikrosertlik ve Elastik Modül Hesaplarında Düzeltme.....	86
4.2.3 Farklı Modeller Kullanılarak ISE Davranışının Analizi.....	94
4.2.3.1 Meyer Kanununa Göre Analiz.....	94
4.2.3.2 Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz.....	96
4.2.3.3 Elastik/Plastik Deformasyon Modeline Göre Analiz	99
4.2.3.4 PSR Modeline Göre Analiz	101
4.2.3.5 Geliştirilmiş PSR (MPSR) Modeline Göre Analiz	103
4.3 Geliştirilmiş PSR (MPSR) Modeline Göre Diğer Numunelerin Analizi.....	106
4.3.1 Çekme Etkisinde Davranış: Akma zoru ve Sertlik arasındaki ilişki.....	112
5. SONUÇLAR	114
6. KAYNAKLAR	116
ÖZGEÇMİŞ.....	127

ÖZET **β -Sn TEK KRİSTALLERİNİN BAZI MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİ İLE
KRİSTAL YÖNELİMİ ARASINDAKİ İLİŞKİ**

[110] tercihli büyüme doğrultusundan 4°, 12°, 15° ve 20°'lik sapma açıları ile büyütülen β -Sn tek kristallerinin bazı mekaniksel özellikleri kristal yönelimine bağlı olarak incelendi. Geliştirilmiş Bridgman metodu ile büyütülen β -Sn tek kristallerinin eksen yönelimleri geri yansımali Laue metodu ile belirlendi. Mikrosertlik ve çekme deneyleri için uygun ebatlarda kesilen numuneler iç gerilmeleri yok etmek için 140 °C'de toplam 6 saat ısıtılma tabii tutuldu. Geleneksel ve derinlik duyarlı mikrosertlik ölçümleri ve çekme deneyleri sırası ile DUH-W201S ve Instron tipi cihazlar ile yapıldı. (001) ve (110) kristalografik düzlemlerinde gerçekleştirilen geleneksel ve derinlik duyarlı mikrosertlik (DDM) ölçümlerinden elde edilen mikrosertlik değerlerinin çentik boyutu etkisi (ISE) olarak bilinen yük bağımlı bir davranış ortaya koyduğu gözlemlendi. Her iki yüzeydeki yükten bağımsız mikrosertlik değerleri (H_{LI}), Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci ile hesaplandı. Aynı düzlemler üzerinde yapılan derinlik duyarlı mikrosertlik ölçümlerinde gözlenen burun (nose) etkisi, maksimum yükte 300 s bekletme ile ortadan kaldırıldı. Yük-yerdeğiştirme eğrilerinin analizinde kullanılan Oliver-Pharr metodu matematiksel olarak düzeltildi. Oliver-Pharr metodu ve bu metodun düzeltilmesi ile elde edilen mikrosertliklerde de ISE gözlemlendi. Deneysel sonuçlar Hays-Kendall, Orantılı Numune Direnci, Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci vd. modeller ile irdelendi. Bu çalışmada kullanılan β -Sn tek kristal numunelerinin yükten bağımsız sertlik hesaplamaları için en uygun modelin Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci modeli olduğu gözlemlendi. Her bir numune için Oliver-Pharr metodu ile hesaplanan elastiklik sabitlerinde ters çentik boyutu etkisi (RISE) gözlenirken, düzeltilmiş elastiklik sabitlerinin sabit bir değer etrafında dalgalandığı gözlemlendi.

ANAHTAR KELİMELELER: β -Sn, Tek Kristal, Mekaniksel Özellikler, Geleneksel Mikrosertlik, Derinlik Duyarlı Mikrosertlik, Çentik Boyutu Etkisi, Orantılı Numune Direnci Modeli, Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci Modeli

ABSTRACT**THE RELATIONSHIP BETWEEN CRYSTAL ORIENTATION AND SOME MECHANICAL PROPERTIES OF β -Sn SINGLE CRYSTALS**

Some mechanical properties of the White-Tin (β -Sn) single crystals which are growth from [110] preferential growth directions with deviation angles of 4°, 12°, 15°, and 20° were investigated as a function of crystal orientation. β -Sn single crystals are produced with the modified Bridgman method and their orientations were determined by Laue back reflection method. The materials cut in proper length for microhardness and tensile experiments were annealed for six hours at 140 °C to remove the internal strains. Tensile experiments and microhardness measurements which include conventional and depth sensing microindentation (DDM) techniques were performed by Instron and DUH-W201S apparatus, respectively. Microhardness values obtained from conventional and DDM experiments for (001) and (110) crystallographic planes were seen to be load dependent called indentation size effect (ISE). Load independent microhardness values (H_{LI}) for both planes were calculated with the Modified Proportional Specimen Resistance model. Nose effect observed on the depth sensing microhardness measurements on the same planes was removed by applying maximum load for 300 s. The Oliver Pharr method used in the analysis of the load-displacement curves was mathematically corrected. Indentation size effect behaviour was observed for microhardness values obtained from both Oliver-Pharr method and modified one. The experimental results were analyzed by Hays-Kendall approach, Proportional Specimen Resistance, Modified Proportional Specimen Resistance etc. models. The best model for the load independent microhardness calculation in our case was found to be the Modified Proportional Specimen Resistance model. While the reverse indentation size effect (RISE) was observed on all the samples for the elasticity constants calculated with Oliver-Pharr method, the modified elasticity constants were seen to be fluctuated around a constant value.

KEY WORDS: β -Sn Single Crystal, Mechanical Properties, Conventional Microhardness, Depth Sensing Microhardness, Indentation Size Effect, Proportional Specimen Resistance Model, Modified Proportional Specimen Resistance Model

TEŞEKKÜR

Doktora eğitimi süresince yakın ilgisini esirgemeyen, bilimsel çalışmanın yöntem ve ilkelerini öğreten değerli danışman hocalarım sayın Prof. Dr. Nazım UÇAR ve sayın Doç. Dr. Orhan UZUN'a en içten saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca, bu süreç içerisinde kıymetli görüşlerinden faydalandığım Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi sayın Yrd. Doç. Dr. Uğur KÖLEMEN'e teşekkürü borç bilirim. Çalışmalarımın deneysel aşamasını, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Katıhal Fiziği Araştırma laboratuvarında, gerçekleştirdiğim süre zarfında gösterdikleri sabır ve yakından dolayı UZUN ve KÖLEMEN ailelerine en içten teşekkürlerimi sunarım. β -Sn tek kristallerinin temin edilip yönelimlerinin belirlenmesindeki katkılarından dolayı Atatürk Üniversitesi Kazım Karabekir Eğitim Fakültesinde görevli sayın Prof. Dr. Bahattin DÜZGÜN'e ve numunelerin çekme deneylerinin gerçekleştirilmesinde yardımlarını esirgemeyen Atatürk Üniversitesi Erzincan Eğitim Fakültesi Öğretim Üyesi sayın Doç. Dr. Ali Ercan EKİNCİ'ye şükranlarımı sunarım.

Son olarak, eğitim sürecini kapsayan hayatımın tüm aşamalarında destek ve yardımlarını hissettiğim çok değerli babam Rıza ŞAHİN, annem Ayşe ŞAHİN ve çok kıymetli hayat arkadaşım Emine ŞAHİN'e gösterdiği sabır, özveri ve anlayış için teşekkür ederim.

Bu çalışma, Süleyman Demirel Üniversitesi Araştırma Projeleri Yönetim Birimi (Proje No: 0972-D-04), Devlet Planlama Teşkilatı (Proje No: 2003K120510), ve TÜBİTAK Münir Birsnel Vakfı tarafından desteklenmiştir.

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

β -Sn	Tetragonal yapılı kalay kristali
α -Sn	Elmas yapılı kalay kristali
ISE	Çentik boyutu etkisi
R	Çenticingin yarıçapı
a	Kontağın yarıçapı
h_{top}	Toplam girme derinliği
h_e	Elastik derinlik (yerdeğiştirme)
h_p	Plastik derinlik, (Kontak derinliği)
P	Uygulanan yük
E_r	İndirgenmiş elastiklik modülü
E_n	Numunenin Young modülü
E_ζ	Çenticingin Young modülü
ν_n	Numunenin Poisson oranı
ν_ζ	Çenticingin Poisson oranı
r	Simetri ekseninden radyal uzaklık
σ_z	Kontağa normal doğrultudaki zor
P_{ort}	Kontak basıncı
a/R	Çentime zorlanması
P_o	Kontağa normal doğrultudaki basınç
$\sigma_z, \tau_{yz}, \tau_{zx}$	Yüzey zorları
σ_r	Radyal doğrultudaki zor
σ_θ	Açısal zor
τ_{rz}	Makaslama zoru
α	Tepe yarı açısı
τ_l	Yüzeyin hemen altında temel makaslama zoru
τ_{maks}	Maksimum makaslama zoru
τ_{Teo}	Teorik makaslama zoru
G	Malzemenin makaslama modülü
b	Uygulanan makaslama zoru doğrultusundaki atomlar arası mesafe

d	Atomik düzlemler arası mesafe
x	Denge halindeki iki atomik düzleme göre ölçülen makaslama yerdeğiřtirmesi
H	Malzemenin sertliđi
σ_y	Numunenin akma zoru
C	Sınırlama faktörü
a_c	Sıkıřtırılmaz hidrostatik çekirdek
c	Deforme edilebilir plastik bölge
p	Çekirdekteki basınç
β	Çentici kenarının yüzeyle yaptıđı açı
DDM	Derinlik Duyarlı Mikrosertlik
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SPM	Taramalı Uç Mikroskobu
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
S	Kontak katılıđı
δP	Yükteki artış
δh	Yerdeğiřtirmedeki artış
RISE	Ters çentik boyutu etkisi
A_c	Kontak alanı
n	Meyer indisi (üssü)
W	Numunede kalıcı deformasyon oluşturabilen en küçük yük
P_{etkin}	Etkin yük
P_{maks}	Uygulanan maksimum yük
h_c	Kontak derinliđi
H_{HK}	Hays- Kendall yaklaşımı için yükten bađımsız sertlik deđeri
H_{EP}	Elastik/Plastik deformasyon modeli için yükten bađımsız sertlik deđeri
h_o	Elastik geri kazanımdan dolayı h_c 'ye eklenen düzeltme terimi
k	Çentici geometrisine bađlı sabit
a_1	Numunenin elastik özellikleri ile ilgili sabit
a_2	Numunenin plastik özellikleri ile ilgili sabit ve yükten bađımsız sertliđin bir ölçüsü

PSR	Orantılı numune direnci
H_{PSR}	Orantılı numune direnci modeli için yükten bağımsız sertlik değeri
\bar{H}_{PSR1}	Orantılı numune direnci modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin ortalaması
P_c	Kritik test yükü
d_0	Kritik çentik boyutu
$MPSR$	Düzeltilmiş orantılı numune direnci
H_{MPSR}	Düzeltilmiş orantılı numune direnci modeli için yükten bağımsız sertlik değeri
\bar{H}_{MPSR1}	Düzeltilmiş orantılı numune direnci modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin ortalaması
a_o	Yüzey işlemlerinin sebep olduğu artık zor ile ilgili sabit
bct	Cisim merkezli tetragonal
d	Açılan izin çap ortalaması
h	Numuneye yükün uygulandığı herhangi bir anda toplam yerdeğiştirme
h_s	Kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesi
ϵ	Konik uç için geometrik sabit
S_u	Oliver-Pharr metodundan hesaplanan kontak katılığı
PP	Polypropylene
a -Se	Amorf selenyum
\dot{h}_h	Yükün tutulduğu en son noktada ucun zamana bağlı yerdeğiştirmesi
\dot{P}	Boşaltma kısmının başlangıcında, yükün kaldırılma hızı
h_i, β, t_i, K	Fit parametreleri
h_t	Zamandan bağımsız sürünme yerdeğiştirmesi
H_s	Geleneksel (statik) mikrosertlik
H_d	Derinlik duyarlı (dinamik) mikrosertlik
H_{LI}	Yükten bağımsız sertlik bölgesi
H_{LD}	Yüke bağımlı sertlik bölgesi
P_r	Plastik akma
H_{LIH}	Yükten bağımsız sertlik değeri
Δh	Çenticinin numune içerisindeki ilerleme miktarı

h_m	Maksimum yükteki girme derinliği
$H_{d(OP)}$	Oliver-Pharr metodu ile elde edilen dinamik mikrosertlik
$H_{d(OP)d}$	Oliver-Pharr metodunda düzeltme yapılarak elde edilen dinamik mikrosertlik
$E_{d(OP)}$	Oliver-Pharr metodu ile elde edilen elastiklik sabiti
$E_{d(OP)d}$	Oliver-Pharr metodunda düzeltme yapılarak elde edilen elastiklik sabiti

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1 Çapı R olan katı küresel bir uç ile düz bir yüzey arasındaki etkileşimin şematik gösterimi	6
Şekil 1.2 Hertz'in kontak teorisine göre kontak halindeki iki cisim.....	7
Şekil 1.3 Düz bir yüzey ve tepe yarı açısı α olan konik bir çentici arasındaki kontakın şematik gösterimi.	11
Şekil 1.4 Bir boyutta bir atom dizisini diğer bir atom dizisi üzerinde kaydırmak için gerekli olan makaslama zorunun şematik gösterimi	13
Şekil 1.5 Genişleyen kavite modelinin şematik gösterimi	16
Şekil 1.6 Tipik bir çentme testi için a) Yükleme profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi	18
Şekil 1.7 Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük yer değiştirme eğrileri a) Tamamen elastik b) Elastoplastik c) İdeal plastik numune.....	19
Şekil 1.8 Mikrosertliğin test yüküne göre değişimi	22
Şekil 1.9 Vickers çentici etrafında meydana gelen a) yığılma ve b) çökme davranışı	23
Şekil 2.1 Kalay kristalindeki asimetrik girişim saçakları.....	29
Şekil 2.2 Polypropylene viskoelastik numunesinde farklı yükleme hızlarında yük yerdeğiştirme eğrileri (Ngan ve Tang, 2002).....	34
Şekil 2.3 Ni tek kristallerinin farklı doğrultularında gözlenen farklı çıkıntıların atomik kuvvet mikroskobu (AFM) fotoğrafları (Zong ve Soboyejo, 2005)	36
Şekil 3.1 Elmas yapıdaki α -Sn ve basit tetragonal yapı β -Sn	37
Şekil 3.2 Tetragonal β -Sn'nin 000 , $0\frac{1}{2}\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}0\frac{3}{4}$, $\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}$ konumlarında bulunan dört atomunu ve önemli doğrultularını gösteren birim hücre.....	38
Şekil 3.3 Tetragonal yapıya sahip kalay'ın $4/mmm$ yansıma düzlemleri	39
Şekil 3.4(a) Cisim merkezli tetragonal (bct) Bravais örgüsüne sahip β -Sn'nin başlıca doğrultularını gösteren (001) stereografik izdüşümü.....	39
Şekil 3.4(b) Cisim merkezli tetragonal (b.c.t) Bravais örgüsüne sahip β -Sn'nin başlıca düzlemlerini gösteren (001) stereografik izdüşümü	40
Şekil 3.5 Sertlik deneyleri için kullanılan DUH-W201S'nin genel görünümü (http://www1.shimadzu.com/products/test/hardness/duh201.html).....	41

Şekil 3.6 (a) Çentiğin yatay kesiti (b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük-yerdeğiştirme eğrisinin şematik gösterimi.....	43
Şekil 3.7 Genel olarak burun'un şematik gösterimi.....	46
Şekil 3.8 Yük-yerdeğiştirme eğrisindeki sürünmeye karşılık gelen yerdeğiştirme zaman grafiği.....	47
Şekil 4.1 (001) düzleminden elde edilen statik mikrosertlik değerlerinin test yüküne bağlı olarak değişimi.....	51
Şekil 4.2 (110) düzleminden elde edilen statik mikrosertlik değerlerinin test yüküne bağlı olarak değişimi.....	52
Şekil 4.3 (001) düzleminde, test yükünün çentik boyutu ile değişimi.....	53
Şekil 4.4 (110) düzleminde, test yükünün çentik boyutu ile değişimi.....	54
Şekil 4.5 Meyer kanunu katsayısı A ve Meyer indisi ' n ' arasındaki ilişki.....	55
Şekil 4.6 (001) düzlemi için (P_{maks}/d)- d değişimi.....	58
Şekil 4.7 Sn _{1Y} tek kristalinin yüzeyinden alınan SEM fotoğrafı.....	59
Şekil 4.8 (110) düzlemi için (P_{maks}/d)- d eğrisi.....	60
Şekil 4.9 (001) düzlemi için $P_{maks}(d)$ eğrisi.....	62
Şekil 4.10 (110) düzlemi için $P_{maks}(d)$ eğrisi.....	63
Şekil 4.11 Sn _{1Y} numunesinin (001) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri.....	66
Şekil 4.12 Sn _{2Y} numunesinin (001) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri.....	66
Şekil 4.13 Sn _{3Y} numunesinin (001) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri.....	67
Şekil 4.14 Sn _{4Y} numunesinin (001) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri.....	67
Şekil 4.15 Maksimum yükte çenticinin numune içerisinde ilerleme miktarı.....	69
Şekil 4.16 Farklı yükler için, Sn _{1Y} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiştirmesinin bekletme zamanına göre değişimi.....	70
Şekil 4.17 Farklı yükler için, Sn _{2Y} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiştirmesinin bekletme zamanına göre değişimi.....	70
Şekil 4.18 Farklı yükler için, Sn _{3Y} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiştirmesinin bekletme zamanına göre değişimi.....	71

Şekil 4.19 Farklı yükler için, Sn _{4Y} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiştirmesinin bekletme zamanına göre değişimi	71
Şekil 4.20 Sn _{1Y} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi	74
Şekil 4.21 Sn _{2Y} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi	74
Şekil 4.22 Sn _{3Y} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi	75
Şekil 4.23 Sn _{4Y} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi	75
Şekil 4.24 (001) düzlemi için elde edilen dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modül değerlerinin test yüküne bağlı değişimi	76
Şekil 4.25 Sn _{1K} numunesinin (110) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri	77
Şekil 4.26 Sn _{2K} numunesinin (110) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri	78
Şekil 4.27 Sn _{3K} numunesinin (110) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri	78
Şekil 4.28 Sn _{4K} numunesinin (110) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri	79
Şekil 4.29 Maksimum yükte çentiginin numune içerisinde ilerleme miktarı.....	80
Şekil 4.30 Farklı yükler için, Sn _{1K} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiştirmesinin bekletme zamanına göre değişimi	81
Şekil 4.31 Farklı yükler için, Sn _{2K} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiştirmesinin bekletme zamanına göre değişimi	81
Şekil 4.32 Farklı yükler için, Sn _{3K} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiştirmesinin bekletme zamanına göre değişimi	82
Şekil 4.33 Farklı yükler için, Sn _{4K} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiştirmesinin bekletme zamanına göre değişimi	82
Şekil 4.34 Sn _{1K} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi	83

Şekil 4.35 Sn _{2K} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi	84
Şekil 4.36 Sn _{3K} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi	84
Şekil 4.37 Sn _{4K} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi	85
Şekil 4.38 (110) düzlemi için elde edilen dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modül değerlerinin test yüküne bağlı değişimi	85
Şekil 4.39 (001) düzlemi için Sn _{1Y} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi	88
Şekil 4.40 (001) düzlemi için Sn _{2Y} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi	88
Şekil 4.41 (001) düzlemi için Sn _{3Y} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi	89
Şekil 4.42 (001) düzlemi için Sn _{3Y} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi	89
Şekil 4.43 (110) düzlemi için Sn _{1K} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi	91
Şekil 4.44 (110) düzlemin için Sn _{2K} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi	92
Şekil 4.45 (110) düzlemi için Sn _{3K} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi	92
Şekil 4.46 (110) düzlemi için Sn _{3K} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi	93
Şekil 4.47 Meyer Kanununa göre $\ln P_{maks} - \ln h_c$ grafiği	95
Şekil 4.48 Sn _{1Y} numunesinin Hays-Kendall yaklaşımına göre $P_{maks} - h_c^2$ grafiği	97
Şekil 4.49 Sn _{1Y} numunesi için $(P_{maks} - W) - h_c^2$ grafiği	98
Şekil 4.50 Sn _{1Y} numunesinde 1mN yük için uygulanan test yükü-çentik derinliği grafiği	99
Şekil 4.51 Sn _{1Y} numunesi için $P_{maks}^{\frac{1}{2}} - h_c$ grafiği	100
Şekil 4.52 Sn _{1Y} numunesi için $P_{maks} / h_c - h_c$ grafiği	102
Şekil 4.53 Sn _{1Y} numunesi için $P_{maks} - h_c$ grafiği	104

Şekil 4.54 Sn _{2Y} numunesinin $P_{maks}-h_c$ grafiği	106
Şekil 4.55 Sn _{3Y} numunesinin $P_{maks}-h_c$ grafiği	107
Şekil 4.56 Sn _{4Y} numunesinin $P_{maks}-h_c$ grafiği	107
Şekil 4.57 $a_0-(a_1/a_2)$ eğrisi	109
Şekil 4.58 Sn _{1K} numunesinin $P_{maks}-h_c$ grafiği	109
Şekil 4.59 Sn _{2K} numunesinin $P_{maks}-h_c$ grafiği	110
Şekil 4.60 Sn _{3K} numunesinin $P_{maks}-h_c$ grafiği	110
Şekil 4.61 Sn _{4K} numunesinin $P_{maks}-h_c$ grafiği	111
Şekil 4.62 Genel zor-zorlanma grafikleri.....	112

TABLolar DİZİNİ

Tablo 4.1 Her bir yönelim için (001) düzleminden hesaplanan statik mikrosertlik değerleri.....	50
Tablo 4.2 Her bir yönelim için (110) düzleminden hesaplanan statik mikrosertlik değerleri.....	51
Tablo 4.3 (001) ve (110) düzlemleri için Denklem (4.1)'e göre hesaplanan n ve A değerleri (r^2 ; n ve A parametrelerine fit edilen eğrinin uyumunu göstermektedir). 54	
Tablo 4.4 (001) düzlemi için Denklem (4.3)'e göre hesaplanan sertlik parametreleri	58
Tablo 4.5 (001) düzlemi için Denklem (4.7)'ye göre hesaplanan sertlik parametreleri	63
Tablo 4.6. (110) düzlemi için Denklem (4.7)'e göre hesaplanan sertlik parametreleri	64
Tablo 4.7 (001) düzlemini için h_p/h_m oranları	72
Tablo 4.8 Farklı yükler için (001) düzleminden alınan dinamik mikrosertlik (H_d) ve elastik modül (E_r) değerleri.....	73
Tablo 4.9 (110) düzlemi için h_p/h_m oranları	80
Tablo 4.10 Farklı yükler için (110) düzleminden alınan dinamik mikrosertlik (H_d) ve elastik modül (E_r) değerleri.....	83
Tablo 4.11 (001) düzlemi için Oliver-Pharr metodu kullanılarak elde edilen ve düzeltilmiş dinamik mikrosertlikler	87
Tablo 4.12 (001) düzlemi için Oliver-Pharr metodu kullanılarak elde edilen ve düzeltilmiş elastiklik sabitleri	87
Tablo 4.13 (110) düzlemi için Oliver-Pharr metodu kullanılarak elde edilen ve düzeltilmiş dinamik mikrosertlikler	90
Tablo 4.14 (110) düzlemi için Oliver-Pharr metodu kullanılarak elde edilen ve düzeltilmiş elastiklik sabitleri	91
Tablo 4.15 Sn _{1Y} numunesinin elastik/plastik deformasyon modeline göre analizi .	101
Tablo 4.16 Sn _{1Y} numunesinin PSR modeline göre analizi	102
Tablo 4.17 Sn _{1Y} numunesini MPSR modeline göre analizi.....	104
Tablo 4.18 Modellerden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri.....	105

Tablo 4.19 (001) düzleminin MPSR modeline göre analizi	108
Tablo 4.20 (110) düzleminin MPSR modeline göre analizi	111

1. GİRİŞ

Yüzyıldır malzemelerin sertliklerini belirlemek amacıyla çentik deneyleri yapılmaktadır (Tabor, 1986). Çünkü sertlik ölçümleri, malzemelerin mekanik özelliklerini incelemenin en yaygın yollarından biridir. Bu testlerdeki ölçümlerin, basit, hızlı ve tekrarlanabilir olmasının yanı sıra küçük numuneler üzerinde ve nispeten az maliyetle yapılabilir olması, bu testlere olan ilgiyi büyük ölçüde artırmaktadır. 1800'lü yılların başlarında Friedrich Mohs'un (Bhushan ve Koinkar, 1994) çizik testini kullanmasından bu yana, katıların mekanik özelliklerini belirlemek için sertlik testleri kullanılmaktadır. Neredeyse bir asır sonra Johan Brinell (Tabor, 1986), sert bir kürenin numune üzerine bastırılması esasına dayanan bir test yöntemi ortaya koydu. Bu teknikte, uygulanan yükün kantağın yüzey alanına oranı, sertlik olarak tanımlandı. Bu tanım günümüzde de hala geçerlidir. Sertlik ölçümleri için farklı standartlar olmasına rağmen, bu konudaki bütün çalışmalar ortak bir temel prensibe dayanır. Özel bir şekilde hazırlanmış çentici, büyüklüğü önceden ayarlanmış bir kuvvet ile numune yüzeyine bastırılır. Belirlenmiş yük ve kalıcı çentik izinin alanı (ortalama temas basıncı olarak isimlendirilir), numunenin sertliğinin belirlenmesinde kullanılır (Tabor, 1951). Knoop, Vickers ve Rockwell (Lysaght, 1949) gibi sertlik ölçme yöntemleri tamamen güncellenmesine rağmen, temel prensip hala aynıdır.

Sertlik testleri, malzemeleri sertlik açısından karşılaştırmanın, kalitelerini tespit etmenin ve bazı içyapı özelliklerini ölçmenin bir yolu olarak ortaya çıkmıştır. Günümüzde de halen kullanılmakta olan geleneksel (statik) sertlik testleri ve son yıllarda geliştirilen derinlik duyarlı mikrosertlik (DDM) ölçümleri arasında farklılıklar olsa da, her ikisinde de amaç aynıdır. Geleneksel testlerde uygulanan yük kaldırıldıktan sonra geride kalan iz (kontakt alanı) optik yolla ölçülür. Uygulanan yükün, numune üzerinde oluşturduğu kontakt alanına oranı ise sertliği verir. Bu sertlik değeri, malzemenin uygulanan yüke gösterdiği plastik tepkidir. Numune yüzeyinde meydana gelen kontakt alanı ölçümlerinde kullanılan cihazların ayırma gücü (hassasiyeti) kontakt alanı ölçümlerini büyük ölçüde etkileyebilmektedir. DDM tekniği ile çentcinin numune içerisindeki yerdeğiştirmesi ve yükün kontrollü bir

şekilde uygulanması, çok daha hassas bir biçimde sağlanabilmektedir. Çalışmamızda, geleneksel yöntemlerin yanı sıra, malzemelerin mikromekanik karakterizasyon çalışmalarında yaygın olarak kullanılan DDM tekniği de kullanılmıştır.

Genel olarak, malzemenin ham halden (bulk formundan) endüstride kullanılabilen formlara (plaka, levha, tel vb) getirilmesi sürecinde, mekanik özellikler en belirleyici unsur olarak karşımıza çıkmaktadır. Mekanik özelliklerin, malzemelerin üretim şartlarına ve dolayısıyla mikroyapısına bağlı oldukları iyi bilinmektedir. Bunun yanı sıra, ham haldeki malzemelerin endüstride kullanılabilen formlara getirilmesi sırasında maruz kalacakları, gerek soğuk işlemler (dövme, çekme, baskı vb) ve gerekse ısı işlemlerin, mekanik özellikleri etkilediği de bilinmektedir. Genellikle, bir dış kuvvet etkisi altında malzemelerin davranışlarını inceleme esasına dayanan mekanik karakterizasyon teknikleri, endüstrinin ihtiyacı olan uç ürünlerin performans değerlendirmelerinde kullanılan başlıca yöntemlerdir (Uzun vd., 2004).

Bu çalışmada kullanılan ve mekanik özellikleri ile kristal yönelimi arasındaki ilişkisi araştırılan Kalay (Sn) tek kristalli, periyodik tabloda, C, Si, Ge ve Pb elementleri ile birlikte, IV. grupta yer alır. Periyodik tabloda kalayın üzerinde yer alan elementlerden C, Si ve Ge, güçlü kovalent bağlarla elmas yapıda kristalleşirken, Sn'nin altındaki Pb metalik bağa sahip olup, fcc yapıdadır. Görüleceği üzere kalay, kovalent ve metalik bağ arasında bir sınır elementi olup normal basınç altında iki allotropik forma sahiptir. 286 K'in altında elmas yapıda olup gri görünüşlüdür (α -Sn). Bu sıcaklığın üstünde ise, beyaz (gümüşümsü) görünüşlü ve tetragonal yapıdadır (β -Sn) (Ihm ve Cohen, 1981; Abteu ve Selvaduray, 2000).

Özellikleri yukarıda kısaca özetlenmeye çalışılan Sn, gıda sektöründen, otomotiv sektörüne, hediyelik eşya yapımından, entegre devrelere kadar uzanan birçok alanda karşımıza çıkmaktadır. Kullanım alanları ile ilgili birkaç örnek vermek gerekirse; özellikle kolay işlenebilmesi ve parlak bir görünüme sahip olmasından dolayı, dekoratif ve hediyelik eşya yapımında çok yaygın olarak kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra, yüksek korozyon direncine sahip olması sebebiyle, birçok metalin üzeri Sn ile kaplanmaktadır. Diğer taraftan zehirli olmamasından dolayı, yiyeceklerin

saklanması, depolanması sürecinde ve elektronik sektöründe (özellikle entegre devrelerde kullanılan elemanların birleştirilmesinde; lehimleme) geniş bir kullanıma sahiptir. Yüksek aşınma direnci ve yağlayıcı özelliği dolayısıyla, hareket halindeki tüm parçalarda sürtünmeden kaynaklanan problemleri azaltmak amacıyla, yatak malzemesi olarak da değerlendirilmektedir. Son zamanlarda, Sn-Nb alaşımının, düşük sıcaklıklarda süperiletken davranış gösterdiğinin bulunmuş olması, Sn üzerine olan ilginin başka bir boyutunu oluşturmaktadır.

Literatürde Sn üzerine yapılan çalışmalar, daha çok oda sıcaklığında kararlı olan β -Sn allotropu üzerinde yoğunlaşmıştır. Bu alandaki ilk çalışmalar, tetragonal yapıya sahip β -Sn tek kristalinin sabit bir zor etkisi altındaki davranışlarının incelenmesi üzerine olup, kristaldeki bireysel dislokasyon mekanizmalarının anlaşılmasına yöneliktir (Honda ve Hirokawa, 1972; Hirokawa ve Ojima, 1979; Ojima, 1981; Ojima ve Hirokawa, 1983; Düzgün vd., 1996).

Ekinci ve arkadaşları (Ekinci vd., 2003), β -Sn tek kristallerini farklı sıcaklıklarda çekme deneylerine maruz bırakarak, kritik akma zoru ve elastiklik sabitinin sıcaklıkla değişimini incelemişlerdir. Sabit bir zor etkisi altındaki β -Sn tek kristallerinde, deformasyon karakteristiklerinin zorlanma hızına ve sıcaklığa bağlılığı üzerine yapılan çalışmalara sonraki yıllarda da devam edilmiştir (Düzgün vd., 1999; Fraizier ve Nadal, 2003).

β -Sn tek kristalleri üzerine Fujiwara ve arkadaşları tarafından yapılan diğer bir çalışmada, sabit bir yük altında mikrosertlik değerleri ölçülerek, mikrosertliğin yönelimle olan ilişkisi araştırılmıştır (Fujiwara, 1997). Aynı araştırma grubu tarafından daha sonra yapılan bir çalışmada ise, β -Sn tek kristalinin sürünme (creep) davranışı incelenmiştir (Fujiwara ve Otsuka, 2001).

Yukarıdaki özetler incelendiğinde, literatürde bu alanda yapılan çalışmaların genellikle sabit bir zor veya kuvvet etkisi altındaki β -Sn tek kristallerinin deformasyon davranışları üzerine olduğu görülmektedir. İyi bilindiği üzere, bir malzemenin sabit bir zor etkisi altındaki deformasyon davranışı ile sürekli olarak

tekrarlanan (cycle) yükler altındaki davranışları birbirinden farklı olmaktadır. Günlük yaşamda kullanılan malzemelerin, daha çok sürekli olarak tekrarlanan yüklere maruz kaldıkları dikkate alındığında, β -Sn tek kristallerinin sürekli olarak tekrarlanan yüklemeler altındaki deformasyon karakteristiklerinin belirlenmesi, son derece önemlidir.

Malzemelerin çok önemli deformasyon karakteristiklerinden birisi de, sürünme (creep) davranışlarıdır. Literatürde yapılan çalışmalar incelendiğinde, sürünme davranışı üzerine yapılan çalışma sayısı oldukça azdır. Fujiwara ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada, sürünme deneylerinin, diğer mekaniksel özelliklerin belirlenmesinde kullanılan yöntemlere kıyasla, nispeten daha zor, uzun süreli ve pahalı bir işlem olduğu bildirilmektedir (Fujiwara ve Otsuka, 2001). β -Sn tek kristallerinin sürünme davranışları üzerine literatürde yapılan çalışmaların oldukça az oluşunun, bu sebepten kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Son zamanlarda geliştirilen derinlik duyarlı mikrosertlik cihazlarından elde edilen verilerin kullanımını esas alan çeşitli matematiksel modeller yardımı ile sertlik, elastiklik sabiti ve elastik geri kazanım oranı gibi mekanik özelliklerin yanı sıra, malzemelerin sürünme davranışları da incelenebilmektedir. Yine bu cihazlar kullanılarak, malzemelerin sürekli olarak tekrarlanan yük veya basamaklı yükler (step load) altındaki deformasyon karakteristikleri de belirlenebilmektedir.

Diğer taraftan, ince filmlerden seramiklere kadar uzanan değişik malzemeler üzerinde yapılan birçok çalışmada, mekanik özelliklerin (sertlik ve elastiklik sabitinin) uygulanan yüke bağlı olarak değiştiği gözlenmiştir (Mukerji ve Kar, 2000; Chowdhury vd., 2004; Stus vd., 2005; Qian vd., 2005). Sertliğin uygulanan yüke bağlı olarak değişimi, çentik boyutu etkisi (Indentation Size Effect; ISE) olarak bilinmektedir. Literatürde, ISE davranışını açıklamak amacı ile pek çok malzeme üzerinde çalışma yapılmış olmasına rağmen (Li ve Bradt, 1993; Li vd., 1994; Nix ve Gao, 1998; Gong vd., 1999; 1999; Stevenson vd., 2002; Sangwal vd., 2003; Elmustafa ve Stone, 2003; 2003; Peng vd., 2004; Kölemen vd., 2006; Uzun vd.,

2004; 2005; Kölemen, 2006), β -Sn tek kristallerini konu alan bu tür bir çalışmaya rastlanmamıştır.

Sonuç olarak, dört farklı yönelime sahip β -Sn tek kristallerinin sabit yükler altındaki deformasyon karakteristiklerinin yönelime bağlı olarak incelenecek olması, çalışmamızın önemli bir boyutunu oluşturmaktadır. Ayrıca, β -Sn tek kristalleri üzerine literatürde yapılmış çalışmalardan çok farklı olarak, mekanik özelliklerin uygulanan yüke bağlı olarak değişimi incelenecektir. Böylece, literatürde bu alandaki bilgi eksikliğinin giderilmesine (küçük de olsa) katkı sağlanması amaçlanmaktadır.

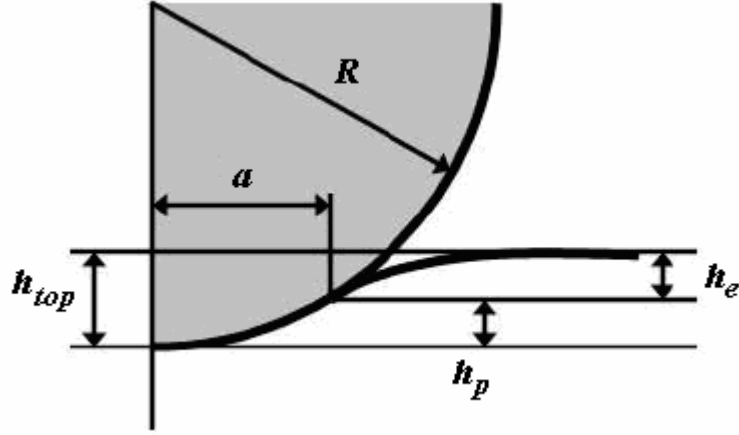
Tezin bu giriş bölümünden sonra, 1.1 bölümünde konu hakkında bilinmesi gereken ve çalışmaların dayandığı temelleri içeren genel bilgiler, ikinci bölümde yapılan benzer çalışmalar (kaynak özeti), üçüncü bölümde kullanılan materyal ve çalışmanın metodolojisi verildi. Dördüncü bölümde mevcut deneysel çalışmadan elde edilen bulgular ile ilgili analiz sonuçları ve tartışmalar yer almaktadır. Son bölümde ise elde edilen sonuçlar kısaca verilmektedir.

1.1 Kuramsal Temeller

1.1.1 Kontak Mekanizması

Çentme, birisi oldukça katı ve etkileşimle çok az değişen bir uç, diğeri ise özelliklerini incelemek istediğimiz numune olmak üzere, iki cismi kontak haline getirme işlemidir. Uygulanan yüke bağlı olarak numune yüzeyinde oluşan çentik, numunenin mekanik özellikleri hakkında ipuçları sağlar. Çentme testinde elde edilen verileri anlamak ve yorumlamak için, öncelikle yükün malzeme üzerinde yaptığı etkinin irdelenmesi gerekmektedir. Tipik bir nanoçentme deneyinden elde edilen bilgi, çentici bir uç aracılığı ile kontrollü ve sürekli bir biçimde numune üzerine uygulanan yükün, numune içerisinde oluşturacağı elastik ve plastik deformasyondan kaynaklanan elastik ve plastik yerdeğiştirmelerin belirlenmesinden ibarettir. Elde edilen deneysel bulguların, malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde

nasıl kullanıldığıının anlaşılabilmesi için de, elastiklik ve plastiklik hakkındaki bazı temel teorilerin hatırlanması gerekecektir.



Şekil 1.1 Çapı R olan katı küresel bir uç ile düz bir yüzey arasındaki etkileşimin şematik gösterimi

Şekil 1.1 de, düz bir yüzey ile katı küresel bir çenticeğin kesit alanı görülmektedir. Çenticeğinin yarıçapı R , kontakın yarıçapı a ve toplam girme derinliği h_{top} 'dir. Şekilde görülen diğer iki derinlik ise, serbest yüzeyden, çenticeği kenarının numune ile kontak halinde olduğu ilk noktaya olan uzaklık elastik derinlik, h_e ve bu noktadan itibaren çenticeği ucunun numune içerisinde ulaştığı en son noktaya olan uzaklık plastik derinlik, h_p 'dir.

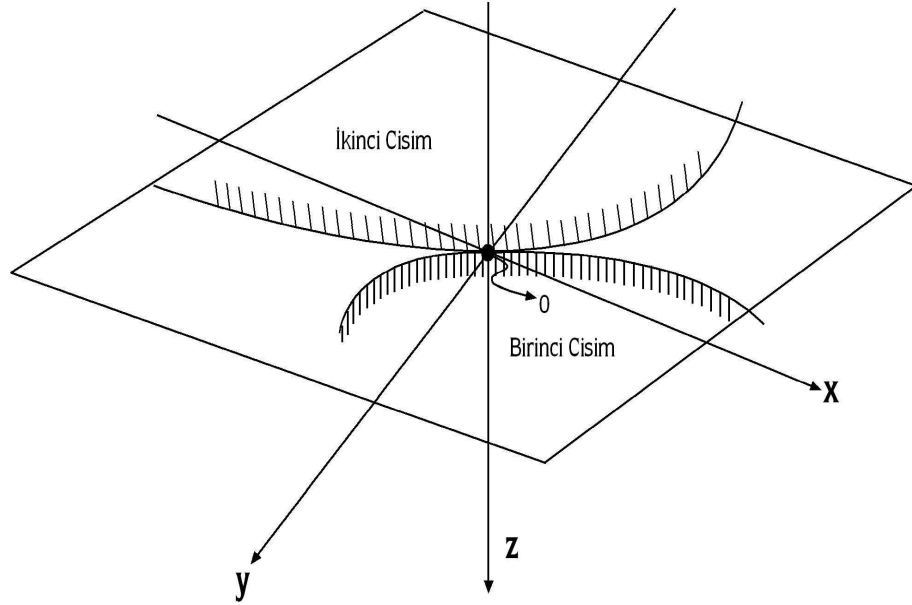
Kontak halindeki lenslerde oluşan biçim bozuklukları için 1882 yılında Hertz tarafından geliştirilen teori, idealleştirilmiş kontak mekanizması hakkındaki ilk çalışmadır (Johnson, 1987). Lenslerin şeklindeki kalıcı olmayan değişiklikleri (elastik deformasyon) açıklamak üzere geliştirilen bu teori, çentme deneylerinde gözlenen yük etkisi altındaki kontaklara da uygulanabilmektedir. Anılan bu teoriye göre, kontak yarıçapının (a); kontak halindeki iki cismin birleştirilmiş yarıçapı (R), uygulanan yük (P) ve kontak malzemelerinin elastik özellikleri (E_r) cinsinden aşağıdaki şekilde hesaplanabileceği gösterilmiştir (Hertz, 1882),

$$a^3 = \frac{3.P.R}{4.E_r} \quad (1.1)$$

Yukarıdaki eşitlikteki birleştirilmiş çap ise,

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (1.2)$$

Burada R_1 ve R_2 kontak halindeki iki cismin yarıçaplarıdır (Şekil 1.2).



Şekil 1.2 Hertz'in kontak teorisine göre kontak halindeki iki cisim

Bir çentme işleminde ise, numune yüzeyi çentecinin ucuna kıyasla oldukça düzdür. Bu sebeple yalnız çentecinin çapı kullanılır. Denklemden E_r terimi ise indirgenmiş elastiklik modülünü gösterir. E_r , rijit olmayan elastik bir uç-yüzey etkileşimini hesaplamak için kullanılan birleştirilmiş bir modül özelliğidir. Birleştirilmiş elastik modülünün seri bağlanmış iki yayın tek bir modülü şeklinde düşünülmesi, iyi bir yaklaşımdır. Bir çentme işlemindeki kantağın modülü, aşağıdaki şekilde ifade edilmektedir (Cripps, 2001).

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_n^2)}{E_n} + \frac{(1-\nu_\zeta^2)}{E_\zeta} \quad (1.3)$$

Burada E_n ve E_ζ sırasıyla numune ve çentecinin Young modülleri ν_n ve ν_ζ ise Poisson oranlarıdır. Hertz yaklaşımı, kontaktaki yerel (local) bozukluklarla ilgili olup, kontak halinde olan iki cismin makro ölçekteki (bulk) mekanik özellikleri ile ilgilenmez. Elastik kontak, numune ve çentecinin toplam boyutuyla karşılaştırıldığında çok

küçüktür. Kontak bölgesi yüzeyinde bulunan noktaların, numunenin serbest yüzeyine göre yerdeğiřtirmeleri ařağıdaki ifade ile verilir.

$$h = \frac{1}{E_r} \frac{3}{2} \frac{P}{4a} \left(2 - \frac{r^2}{a^2} \right) \quad r \leq a \quad (1.4)$$

(1.4) denkleminde r , simetri ekseninden olan radyal uzaklıktır. Bu denklem, Şekil 1.1’de gösterilen toplam elastik yerdeğiřtirmenin belirlenmesinde kullanılır.

Hertz aynı zamanda kontak halindeki iki cisim arasındaki basınç dağılımı ile de ilgilenmiştir. Çentici ile numune arasındaki kontak bölgesi, numune üzerindeki yük dağılımının belirlenmesi açısından son derece önemlidir. Hertz’in idealleştirilmiş kontak yaklaşımında, kontak halindeki iki cismin de elastik ve yarı sonsuz (semi-infinite) olduğu, aralarında sürtünme olmadığı ve kontak noktasından uzaklaştıkça zorun sıfıra gittiği kabul edilir. Belirtilen sınır şartları, eliptik bir basınç dağılımı tarafından bütünüyle sağlanır. Bu kabuller ışığında, küresel bir çentici için yüzey basınç dağılımı ařağıdaki şekilde ifade edilebilir (Cripps, 2001).

$$\frac{\sigma_z}{P_{ort}} = -\frac{3}{2} \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{\frac{1}{2}} \quad r \leq a \quad (1.5)$$

Burada σ_z kontağına normal doğrultudaki zor, P_{ort} ise kontak basıncı olup, uygulanan yükün kontağın izdüşüm alanına oranı olarak tanımlanır.

$$P_{ort} = \frac{P}{\pi.a^2} \quad (1.6)$$

Denklem (1.6), Denklem (1.1) de yerine yazılırsa, basıncın uygulanan yükten bağımsız olduğu görülür.

$$P_{ort} = \left(\frac{4.E_r}{3\pi} \right) \frac{a}{R} \quad (1.7)$$

P_{ort} ortalama kontak basıncı, çentme zoru (indentation stress) olarak da bilinir. Kontak yarıçapının çentici yarıçapına oranı (a/R) ise, çentme zorlanması (indentation strain) olarak tanımlanır. Böylece, Hertz’in idealleştirilmiş kontak yaklaşımının çentme işlemine uygulanması sonucunda, malzemenin mekanik davranışı, geleneksel zor-zorlanma deneylerinde kullanılan terimlerle tanımlanabilmektedir.

Kontağa normal doğrultudaki basınç (P_o) kontak merkezinde maksimum olup küresel bir çentici için $1.5P_{ort}$ 'dir. Kontak bölgesinin sınırlarında, basınç sıfıra düşer. Küresel bir çentici için kontak bölgesindeki basınç, aşağıdaki şekilde tanımlanır (Tabor, 1951).

$$P = P_o \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right) \quad (1.8)$$

Kontak bölgesinin dışı serbest yüzeydir ve doğal olarak basınç sıfırdır. Maksimum basıncın toplam yük ile olan ilişkisi ise aşağıda ifade edildiği gibidir (Johnson, 1987).

$$P_o = \left(\frac{3P}{2\pi a^2} \right) \quad (1.9)$$

Bir çentme deneyinde oluşan kantağın çapı, çentik derinliğinin (dolayısıyla çentici yarıçapının) bir fonksiyonudur. Denklem (1.1)'in sağ tarafındaki ilgili ifadeler birlikte kullanılıp, gerekli sadeleştirmeler yapılırsa, kontak bölgesinden bağımsız maksimum basınç için aşağıdaki ifade elde edilir.

$$P_o = \left(\frac{6.P.E_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (1.10)$$

Hertz, iç zor bölgelerini direkt olarak hesaplamamakla birlikte, simetri eksenini boyunca yüzey çözümlerinin interpolasyonu ile bu zor bölgelerinin nasıl hesaplanabileceğini göstermiştir. Kısa bir süre sonra (1885 yılının başlarında), bir katı içerisindeki zor dağılımlarının kapsamlı bir çözümü, yükün numuneye değdiği kontak noktası için Boussinesq tarafından gerçekleştirilmiştir (Boussinesq, 1885). Boussinesq, yüzey altındaki zor dağılımlarını tespit etmek için üst üste gelme (süper pozisyon) ilkesini kullanmıştır. Herhangi bir nokta kontak, genel olarak numune yüzeyinde yükün uygulandığı her bir noktadaki yoğunluk değişimlerinin uygun bir dağılımı ile gösterilebilir. Bu durumda toplam iç zor alanı, her bir kontak noktasındaki iç zor alanlarının üst üste binmesi ile elde edilir. Bu teori, Timoshenko ve arkadaşları (1951) tarafından daha da geliştirilerek kutupsal koordinatlarda ifade edilmiş olup bir katı içerisinde, yükün uygulandığı nokta altındaki zor değerleri aşağıdaki şekilde hesaplanabilmektedir;

$$\begin{aligned}
\sigma_r &= \frac{P}{2\pi} \left[(1-2\nu) \left[\frac{1}{r^2} - \frac{z}{r^2(r^2+z^2)^{1/2}} \right] - \frac{3r^2z}{(r^2+z^2)^{5/2}} \right] \\
\sigma_\theta &= \frac{P}{2\pi} (1-2\nu) \left[-\frac{1}{r^2} + \frac{z}{r^2(r^2+z^2)^{1/2}} - \frac{z}{(r^2+z^2)^{3/2}} \right] \\
\sigma_z &= \frac{3P}{2\pi} \frac{z^3}{(r^2+z^2)^{5/2}} \\
\tau_{rz} &= -\frac{3P}{2\pi} \frac{rz^2}{(r^2+z^2)^{5/2}}
\end{aligned} \tag{1.11}$$

Yüzey zorları (σ_z , τ_{yz} , τ_{zx}), orijinin dışında sifıra eşittir. Tek eksenli (eksensel) kesme zorlarının her ikisi de, Poisson oranından bağımsızdır. Çünkü bu zorlar katının içerisinde bulunan ve serbest yüzeye paralel olan yüzeylerde hareket ederler. Bütün bu zorlar, gerilme karakterinde oldukları kontak kenarlarının hemen yakınındaki bölgelerin haricinde, sıkıştırıcı özelliktedir. Bu durum, birçok malzeme için kontağın yakın çevresinde yerleşmiş gerilme zorları tarafından oluşturulan bir halkanın gözlenmesi şeklinde kendisini gösterir.

Tresca ya da Huber-Mises kriterleri ($P_{ort}=1.1\sigma_y$, $P_{ort}=1.0\sigma_y$), bir metaldeki zorlara Hertzian basınç dağılımı temelinde uygulanırsa, yüzeyin altındaki plastiklik için ilk şart elde edilir (Tabor, 1951). Buna göre, yüzeyin hemen altındaki temel makaslama zoru ($\tau_1=1/2|\sigma_z - \sigma_\theta|$), yüzeyden iç bölgelere gidildikçe, ucun merkezine ya da kontak kenarındakine kıyasla daha büyüktür.

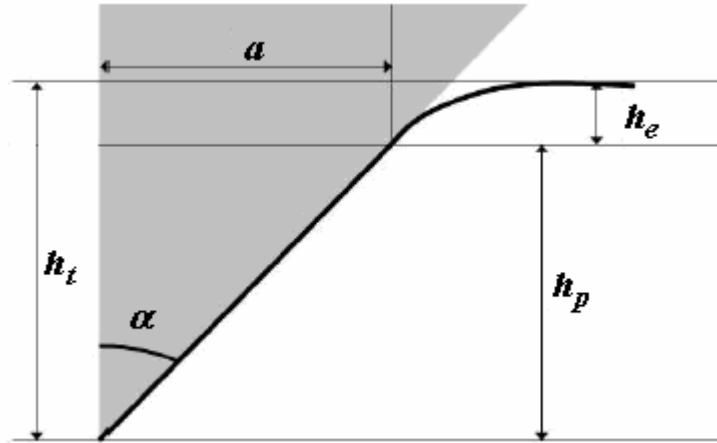
$$\tau_{maks} = 0.31 P_o = 0.47 P_{ort} \tag{1.12}$$

Basınç, $0.48a$ derinliğinde ve Poisson oranı 0.3 olduğunda en yüksek değerine ulaşır (Johnson, 1987). Belirtilen en yüksek basınç $0.47 P_{ort}$ olup bu değer akma zorunun yarısına $[(1/2)Y]$ karşılık gelir. Bu sonuca göre, $P_{ort} = 1.1Y$ alınır (Tabor, 1951). Eğer ortalama basınç bu değer altında ise meydana gelen deformasyon bütünüyle elastiktir. Plastik deformasyon ise, bu değer aşıldığı andan itibaren başlar.

Bir çentme işleminde çentcinin geometrisi, basınç dağılımını önemli ölçüde etkiler. En yaygın olarak kullanılan çentciler, küp köşeli, konik ve piramitsel geometrilere sahiptir. Bunların her biri kendine has bir basınç dağılımına sahiptir. Dolayısıyla, aynı numune üzerinde farklı geometrilere sahip çentcilerin kullanılması durumunda, plastik deformasyon (akma), farklı yük değerlerinde ortaya çıkacaktır. Şimdiye kadar anılan bütün basınç dağılımları ve yerdeğiştirme denklemleri, küresel çentciler için türetilmiştir. Ancak, pek çok araştırmacı konik ya da piramitsel çentciler kullanmaktadır. Piramitsel çentciler, yüksekliğin alana oranının sabit kaldığı (α) tepe yarı açısına sahip konik bir çentici ile temsil edilirler. Konik bir çentici için numune ve çentici arasındaki kontakın yarıçapını veren ifade aşağıdaki gibidir.

$$a = h_p \tan \alpha \quad (1.13)$$

Burada h_p Şekil 1.3’de gösterilen kontak derinliğidir.



Şekil 1.3 Düz bir yüzey ve tepe yarı açısı α olan konik bir çentici arasındaki kontakın şematik gösterimi.

Şekil 1.3’den görüleceği üzere, kontakın çapı a , toplam yer değiştirme h_t ise kontak çapının derinliği h_p ve bu derinliğin yüzeye olan uzaklığı h_e ’nin toplamıdır. Koninin tepesinin ideal biçimde keskin kabul edilmesi durumunda, bu noktadaki basınç sonsuza ıraksar. Bu durumda, en küçük yüklerde bile elastik deformasyon imkânsız hale gelir. Çoğu piramitsel ve konik çentciler, uç noktalarında bir eğrilik yarıçapına

sahiptirler. Körelmiş uçlu bir konik çentici için yük denklemi aşağıdaki şekildedir (Cripps, 2001).

$$P = \frac{\pi a}{2} E_r a \cot \alpha \quad (1.14)$$

Burada $a \cot \alpha$, kontak yarıçapındaki batma derinliği h_p 'ye eşittir. Yüzeyden sapma miktarı ise, aşağıdaki eşitlikle tanımlanır (Cripps, 2002).

$$h = \left(\frac{\pi}{2} - \frac{r}{a} \right) a \cot \alpha \quad r \leq a \quad (1.15)$$

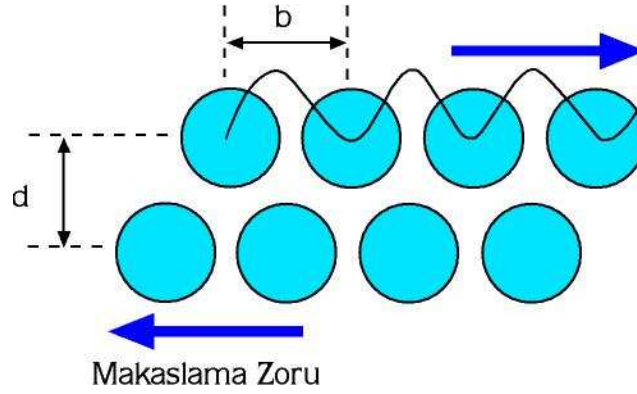
Geometrideki değişiklik, plastik deformasyonun başladığı noktadaki ortalama basıncı da değiştirir. Konik bir çentici için ortalama basınç $0.5Y$ 'dir. Maksimum makaslama zoru ise,

$$\tau_{maks} = \frac{E_r}{\pi} \cot \alpha \quad (1.16)$$

ifadesi ile tanımlanır (Tabor, 1951). Düz bir yüzey üzerine elastik olarak bastırılan rijit bir kürenin varsayıldığı Hertzian kontak modelindeki basınç dağılımı iyi tanımlanmış olmasına rağmen, konik bir çentici kullanılması durumunda alanın yüksekliğe oranı değiştiği gibi, basınç dağılımı da değişir. Yükün küresel bir çentici ile uygulanması durumunda ise kontak çapı, derinlikten çok daha hızlı bir şekilde artar. Konik çenticiler için kontak çapı ve girme derinliği yükten bağımsız olup, oranları sabittir. Konik çenticiler geometrik olarak birbirlerine benzerdirler. Bu benzerlikten dolayı, yükün uygulanması esnasında, malzeme içerisinde sabit bir zorlanma oluşur. Küresel bir çentici üzerindeki yük artışı, (girme derinliği açısından) konik çentici için tepe yarı açısındaki azalmaya karşılık gelir.

Malzemenin mekanik özellikleri, yani uygulanan yüke gösterdiği tepkiler, temel olarak atomlar arası bağ kuvvetleri ile ilgilidir. Belirli bir kritik değerden daha küçük mesafede, atomlar birbirlerini iterken, anılan kritik değerden daha büyük mesafelerde çekme eğilimindedirler. Dolayısıyla, metaller de diğer kristal yapılar gibi denge halini tanımlayan bir örgüye sahiptirler. Bu bağlamda, elastiklik; atomlar arası bağların kırılmaksızın, malzemelerin deforme olabilme yeteneği olarak düşünülebilir.

Plastiklik ise, uygulanan yükün etkisiyle atomların birbirlerine göre hareket etmeleri ile ilgilidir. Bir atom dizisini diğer bir atom dizisi üzerinde kaydırmak için gerekli olan kuvvet, teorik makaslama zoru olarak adlandırılır. Bu durum, Şekil 1.4'te şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 1.4 Bir boyutta bir atom dizisini diğer bir atom dizisi üzerinde kaydırmak için gerekli olan makaslama zorunun şematik gösterimi

Plastik deformasyonun başlaması için gerekli olan bu yükün teorik değeri, 1926 yılında ilk kez Frenkel tarafından hesaplanmıştır (Hull ve Bacon, 1984). Şekil 1.4'te görüleceği üzere, düşük ve yüksek enerjili konumlar aynı tekrarlanma birimine sahip olmaları dolayısıyla, atom hareketleri b 'de periyodik olup yaklaşık olarak sinüs eğrisi şeklindedir. Uygulanan makaslama zoru ise, aşağıdaki ifade ile verilmektedir.

$$\tau = \frac{Gb}{2\pi d} \sin \frac{2\pi x}{b} \quad (1.17)$$

Burada G malzemenin makaslama modülü, b uygulanan makaslama zoru doğrultusundaki atomlar arası mesafe, d atom dizileri arası mesafe ve x iki atom dizisinin düşük enerjili ilk denge durumlarından itibaren ölçülen makaslama yerdeğiştirmesidir. τ 'nin maksimum değeri, teorik makaslama zoru (τ_{teo}) olup aşağıdaki gibi ifade edilmektedir.

$$\tau_{teo} = \frac{Gb}{2\pi d} \quad (1.18)$$

Denklem (1.18)'de b ve d uzunluk boyutunda olduğundan, teorik makaslama zoru, makaslama modülünün bir kesri olarak düşünülebilir. Pek çok araştırmacı tarafından geliştirilen farklı matematiksel uygulamalar sonucunda, teorik makaslama mukavemetinin $G/5$ ile $G/30$ aralığında değiştiği gözlenmiştir. Bununla birlikte, atomlar arası çekici kuvvetlerin, sinüsel modelde öngörülenden çok daha hızlı bir şekilde azalmasından dolayı, $G/5$ değerinin gerçekleşmesi oldukça küçük bir ihtimaldir (Hull ve Bacon, 1984). Ayrıca, bu model ikizlenme gibi diğer düşük enerjili durumları da (konfigurasyonları) hesaba katmakta başarısızdır. Alt sınırın $G/30$ olma beklentisi, Mackenzie tarafından sıkı paket metaller için merkezci kuvvetler kullanılarak hesaplandı (Hirth ve Lothe, 1930). Isıl gerilmeler ve yönelime bağlı kuvvetlerin göz ardı edilmesinden dolayı, bu beklenti de olması gerekenin altındadır. Bu yaklaşımların hepsi gigapascal (GPa) mertebesindeki bir teorik makaslama zoru ile sonuçlanır. Deneysel olarak ölçülen değerler ise teorik tahminlerin dörtte birinden daha küçüktür (McCann, 2004). Bu farklılık, genellikle malzeme kusurlarının (dislokasyon vb) çokluğu ile açıklanır. Kullanılan cihazlardaki teknolojik gelişmeler, tek kristal büyütme tekniklerinin ilerlemesi ve bilgisayarların işlem kapasitelerinin artırılması sonucunda, nispeten birbirlerine daha yakın teorik ve deneysel değerler elde edilebilmektedir (Gane ve Bowden, 1968; Corcoran vd., 1997; Kelchner vd., 1998). Sonuçlar arasında iyi bir uyum olmasına rağmen, teorik hesaplamalar halen belirli bir ampirik bağıntı sunmaktan çok uzaktır. Bu eksikliğine rağmen, teorik hesaplamalar atomik ölçekteki plastik deformasyonlar için gereken zorların mertebelerinin belirlenmesi açısından faydalıdır.

Bir malzemenin elastik-plastik davranışı kabaca üç bölge içinde incelenebilir. Birinci bölge, elastik deformasyon bölgesidir. Elastik deformasyon, küresel çentikler için σ_y akma zoru olmak üzere $P_{ort} < 1.1\sigma_y$, konik çentikler için ise $P_{ort} < 0.5\sigma_y$ sınırları içerisinde gerçekleşir. Bu sınırlar içerisinde uygulanan yük kaldırıldığında, kalıcı bir deformasyon gözlenmez. Önceden de belirtildiği üzere, küresel bir çentici altındaki tümüyle elastik davranış için, maksimum makaslama zoru yaklaşık olarak $0.47P_{ort}$ olup, $0.5a$ 'da meydana gelir. Akmanın başlaması için gereken maksimum makaslama zoru, ya Von Mises ya da Tresca kriterleri kullanarak tanımlanır. Von Mises kriterine göre akma $P_{ort} = 1.0\sigma_y$ 'de, benzer şekilde Tresca'ya göre ise

$P_{ort} = 1.1\sigma_y$ değerinde başlar. Akmanın gerçekleşmesi $\tau_{maks} = 0.5\sigma_y$ değerinde mümkündür. Bir sonraki (ikinci) bölge, plastik deformasyonun başlangıcıdır. Plastik deformasyon yüzeyin altında, ortalama basınç değeri $1.1\sigma_y < P_{ort} < C\sigma_y$ ve küresel bir çentici dikkate alındığında $0.5\sigma_y < P_{ort} < C\sigma_y$ aralığında başlar. Burada C malzeme ve çentici geometrisine bağlı bir sabittir. Plastik deformasyon tamamen serbest yüzeyin altında meydana geldiğinden, boyutunu, şeklini ve gelişimini bilmek oldukça zordur. Üçüncü safhada, plastik deformasyon devam etmekle birlikte, ortalama kontak basıncı ($P_{ort} = C\sigma_y$), uygulanan yükteki artışa rağmen nispeten sabit kalır. Kontak alanındaki artış, yükteki artış ile orantılıdır. Böylece, ortalama basıncın sabit kaldığı ve herhangi bir işlem sertleşmesinin olmadığı kabul edilir.

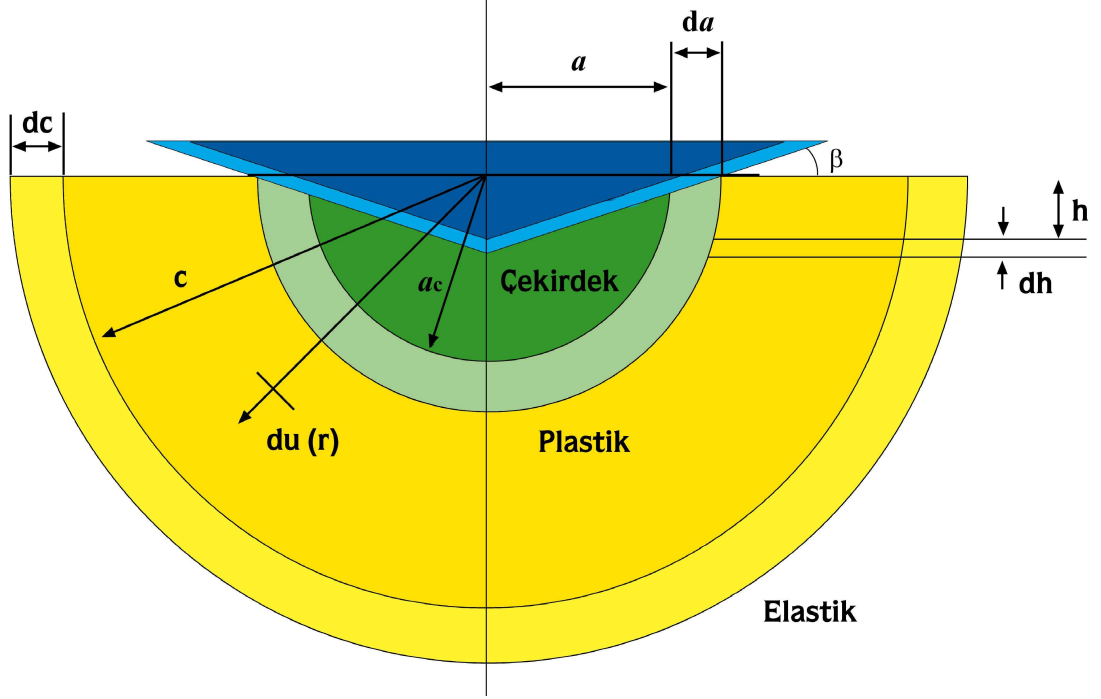
Yükün artmasına rağmen ortalama kontak basıncının değişmediği bir nokta vardır. Böyle bir limit durumunda, (kontak alanının izdüşümünü kullanan analiz teknikleri için) ortalama kontak basıncı, aynı zamanda malzemenin sertliğini (H) vermektedir. Numune ve çentici arasındaki ortalama basınç, numunenin akma zoru ile orantılıdır.

$$H \approx C\sigma_y \quad (1.19)$$

Burada C , sınırlama faktörü olup, çenticiyi çevreleyen maddenin hidrostatik bileşeni tarafından yapılan işi gösterir. Çenticiyi çevreleyen ve sıkıştırılmaz kabul edilen bu bileşenin neden olduğu ortalama kontak basıncı, tek eksenli sıkıştırma (basma) testlerinde deformasyonu başlatmak için gerekli olan yükten daha büyüktür. Plastik akma, zorun makaslama bileşeni tarafından sağlanır. Sınırlama faktörü ise numune ve uç geometrisi gibi deneysel parametrelere bağlıdır. Gerek teorik gerekse deneysel hesaplamalar sonucunda, C 'nin 1.5 ve 3 arasında bir değer alacağı tespit edilmiştir (Tabor, 1951). E/σ_y oranı büyük olan metaller için, sınırlama faktörü C , üç'e yakındır.

Çentici, yüzeye batar batmaz, hacmi numune içerisine yerleşir. Bu durum, bazı numune/uç kontaklarında plastik akma sonucunda meydana gelirken, bazılarında da yerel elastik zorlanmalar ile sağlanır. Bir çentici vasıtasıyla yük etkisi altında kalan malzeme içerisinde oluşan değişikliklerin anlaşılabilmesi için genişleyen çukur (kavite) modelinin kullanılması yararlı olacaktır. Bu modelde, çenticingin hemen

altındaki hacim, yarı küresel bir çekirdek ile temsil edilir. Belirtilen bölge, ortalama kontak basıncı ile birebir ilişkili iç zorların etkisi altındadır (Tabor, 1951). Şekil 1.5'te genişleyen kavite modeli şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 1.5 Genişleyen kavite modelinin şematik gösterimi

Çentici ve numune arasındaki kontak yüzeyi, yarıçapı a_c olan sıkıştırılmaz bir hidrostatik çekirdeği gösterir. Çenticingin hemen altındaki bu bölge, c yarıçapına sahip deforme edilebilir plastik bölge tarafından çevrelenmektedir. En dışta ise, plastik bölgeyi saran elastik deformasyon bölgesi mevcuttur. Çentici yüzeyin içine doğru dh kadar batarsa, çekirdeğin yarıçapı da , ve plastik bölge de dc kadar genişler. Çenticingin küreye batırılan hacmi, atomların radyal hareketleri ile (du) yerleşir. Bu durum plastik bölgenin genişlemesine neden olur. Konik çentimler geometrik olarak benzer oldukları için, çekirdek ve plastik bölge aynı oranda büyür ($da/dc=a/c$). Johnson (1987), bu ilişkiyi hesaplamak için aşağıdaki ifadeyi kullanmıştır.

$$\frac{p}{\sigma_y} = \frac{2}{3} \left[1 + \ln \left(\frac{(E/\sigma_y) \tan \beta + 4(1-2\nu)}{6(1-\nu^2)} \right) \right] \quad (1.20)$$

Denklem (1.20)'de p çekirdekdeki basınç, β çentici kenarının yüzeyle yaptığı açıdır. Küçük β değerlerine sahip küresel çentimler için, $\tan \beta$, çentme zorlanması a/R ile yer değiştirebilir. Bu yaklaşım, akma zoru ile ortalama kontak basıncı arasında, aşağıdaki şekilde bir ilişki kurulmasını sağlar.

$$P_{ort} = P + \frac{2}{3} \sigma_y \quad (1.21)$$

Bazı bölgelerde serbest yüzey, plastik bölgenin şeklini etkilemeye başlar. Plastik bölge elastik olarak zorlanmadığı takdirde, serbest yüzey, plastik bölgenin şeklinin belirlenmesinde önemli bir role sahip olur ve çentici tarafından işgal edilen hacim farklı bir şekilde yerleşmeye başlar. Malzeme çentici etrafına yığılarak (pile-up) akmaya başlar ve bu noktada katı bir plastik gibi davranır. Elastik deformasyon, çarpıcı bir şekilde plastik akıştan daha küçüktür. Von Mises ve Tresca kriterlerinde ifade edildiği gibi, plastik akma, makaslama zoru ile ilgilidir. Bu model özellikle yüksek E/σ_y oranına sahip malzemeler için iyi bir uyum göstermektedir. Ayrıca, çentme esnasında farklı deformasyon safhalarını anlamamıza da yardımcı olur.

1. 1. 2 Derinlik Duyarlı Çentme

Çentme testleri, yaygın olarak malzemelerin sertlik analizi için kullanılmaktadır. Geleneksel sertlik testleri ile derinlik duyarlı mikrosertlik (DDM) analizleri arasında farklılıklar olsa da, her ikisinde de amaç aynıdır. Geleneksel sertlik testlerinde, çentici vasıtasıyla uygulanan yükün kaldırılmasından sonra geride kalan iz, kontak alanını belirlemek amacıyla optik olarak ölçülür. Uygulanan yükün, numune üzerinde oluşturduğu izin kontak alanına oranı, sertlik olarak tanımlanır.

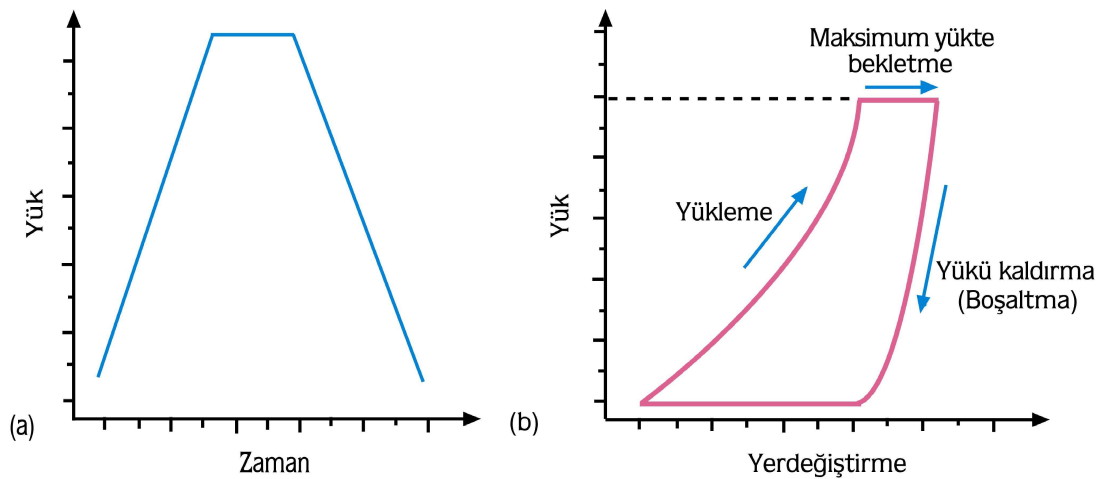
$$H_{makro} = \frac{P_{uygulanan}}{A_{kalan}} \quad (1.22)$$

Bu ifadeden elde edilen sertlik değeri, malzemenin uygulanan yüke gösterdiği plastik tepkidir. Kontak alanının hassas bir şekilde belirlenebilmesi, izi görüntülemek için kullanılan mikroskobun ayırma gücüne bağlıdır. Optik mikroskobun ayırma gücünden daha küçük ölçeklerde, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ya da

Taramalı Uç Mikroskobu (SPM) kullanılması gerekir. Nanometre boyutundaki ölçümler için ise bu tekniklerin hiçbirisi uygun olmayıp, daha çok Atomik Kuvvet mikroskopları (AFM) kullanılmaktadır.

Yerdeğiştirme miktarını doğru bir şekilde ölçen ve yükün çok hassas bir biçimde uygulanmasını sağlayan yeni test yöntemleri, çentilen bölgenin mikroskopik yöntemlerle incelenme gerekliliğini de ortadan kaldırmaktadır. Ayrıca, geleneksel tekniklerle sadece numune yüzeyinde kalan plastiklik ölçülmesine rağmen, DDM tekniği ile yükün kaldırılması (boşaltma) esnasında ortaya çıkan elastik geri kazanım ve başlangıç elastikliği de ölçülebilir hale gelmiştir.

Nanoçentme deneylerinde, yükün uygulanması (yükleme) ve kaldırılması (boşaltma) süreçlerinde, yerdeğiştirme verileri sürekli olarak kaydedilmektedir. Bu ölçümler en az 0.1 nm yerdeğiştirme çözünürlüğüne ve $0.1 \mu\text{N}$ yük duyarlılığına sahip cihazlarla yapılmaktadır (Baker ve Burnham, 2000). Şekil 1.6'da, derinlik duyarlı mikroçenticiler için bir yüklem profili ve bu profile karşılık gelen yük-yerdeğiştirme eğrisi görülmektedir. Çentme testi, uç sürüklenmesi belli bir değerin (tipik olarak 0.1 nm/s den daha az) altında ise başlayacaktır. Eğrinin yüklem kısmı, batmaya karşı olan direncin bir ölçüsüdür. Yüklem eğrisinin eğimi, öncelikli olarak numuneye, çenticinin şekline ve boyutuna bağlıdır.

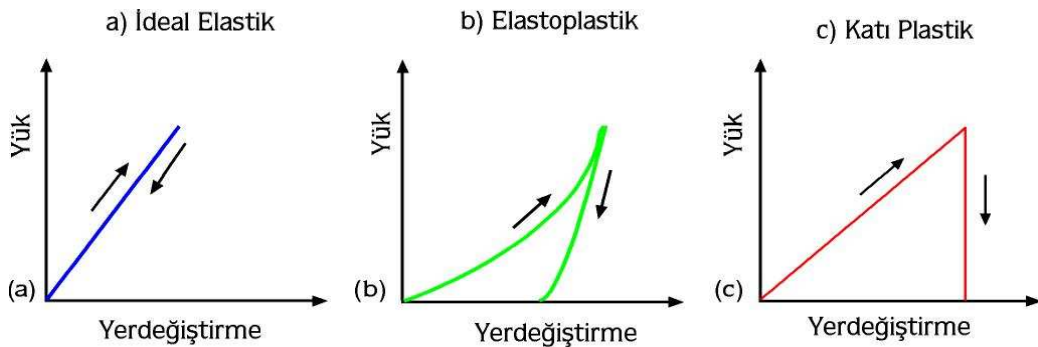


Şekil 1.6 Tipik bir çentme testi için a) Yüklem profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi

Yükün maksimumunda tutulduğu bölüm ise zamana bağlı plastiklik ya da sürünme (creep) analizlerinde kullanılır. Zamana bağlı plastiklik, Bölüm 1.3’de tartışılacaktır. Yükün kaldırılmasına bağlı olarak batma derinliğindeki geri kazanım miktarı, direkt olarak elastiklik derecesi ve geri kazanılmış elastik deformasyonla ilişkilidir.

Elastik olarak deforme edilmiş bir malzemede, yükleme sırasında açılan iz, yükün kaldırılması sırasında ortadan kalkacaktır. Bu durum, yük-yerdeğiştirme eğrisinde, boşaltma eğrisinin, yükleme eğrisi üzerinden geri dönmesi şeklinde gözlenecektir (Şekil 1.7 (a)). Elastoplastik bir malzemeye ait yük-yerdeğiştirme eğrisi ise Şekil 1.7(b)’de görülmektedir. Bu tür malzemeler, hem plastik hem de elastik davranışın bir karışımını sergiler. Plastik deformasyona uğramış bir malzemede, hemen hemen hiçbir geri kazanım gözlenmez (Şekil 1.7(c)). Kauçuk gibi tamamen elastik özellik gösteren bir malzemenin, geleneksel çentme yöntemleri ile sertliği ölçüldüğünde, belirli bir sertlik değeri elde edilemeyecektir. Çünkü numune tamamen kendini toparlayacak ve geride bir çentme izi kalmayacaktır. Bu sebeple, derinlik duyarlı çentik testleri, geleneksel yöntemlerle belirlenemeyen elastiklik özelliklerinin incelenmesine imkân vermesi dolayısıyla, büyük avantajlar sağlamaktadır.

Yükleme-boşaltma eğrisinin (profilinin) her bölümü için farklı bir analiz tekniği geliştirilmiştir. Yükleme kısmı, hem elastikliği hem de plastikliği içeren bir model gerektirir. Yükü tutma (veya maksimum yükte bekletme) kısmı, genelde sürünme (creep) davranışını incelemek için kullanılır.



Şekil 1.7 Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük yer değiştirme eğrileri a) Tamamen elastik b) Elastoplastik c) İdeal plastik numune

Yükü kaldırma kısmı ise malzemenin elastik geri kazanımını göstermektedir. Yükleme, boşaltma ve maksimum yükte bekletme eğrilerinin incelenmesi, pratikte plastiklik ve kontak alanı arasındaki ilişkiler hakkında pek çok kabul gerektirir. Kullanılan modele en az bağımlılık göstermesinden dolayı, çentme eğrisinin boşaltma kısmının kullanıldığı teknikler, en yaygın kullanıma sahiptir. Nanoçentme deneylerinden elde edilen verilerin yorumlanması amacıyla kullanılan teknikler, genel olarak dört varsayım üzerine kurulmuştur. Bu varsayımlara göre; (i) çentimin eğrilik yarıçapının numune yüzeyi ile karşılaştırıldığında çok küçük olduğu, (ii) çentimin ve numune boyutlarının kontak alanına kıyasla çok büyük olduğu, (iii) çentik boyutunun, tüm sistemle karşılaştırıldığında çok küçük olduğu ve (iv) kontak halindeki cisimlerin sürtünmesiz olduğu ve sadece normal doğrultudaki kuvvetin numuneye iletildiği kabul edilmektedir.

Pek çok araştırma gurubu, bir çentme testinden elde edilen yük-yerdeğiştirme verilerinin nasıl daha iyi yorumlanabileceği üzerinde çalışmışlardır. Elastikliğin deformasyon mekanizması üzerindeki etkisinin araştırılması, günümüzde kullanılan yeni test tekniklerinin geliştirilmesinden çok daha önce başlamıştır. 1961 yılında Stillwell ve Tabor konik çenticiler kullanarak elastik toparlanmayı ve bunların mekanik özellikler üzerindeki etkisini incelemiştir (Tabor, 1961). Armstrong ve Robinson (1974), malzemelerin birleştirilmiş elastik ve plastik deformasyonlarını Lawn ve Howes (1981) ise, elastik toparlanmayı irdelemiştir. Kontak alanını, yük-yerdeğiştirme eğrilerinin boşaltma kısmını kullanarak belirleyen ilk araştırmacılar, Bulychev, Alekhin, Shorshorov ve Ternovskii'dir (Bulychev vd., 1975). Doerner ve Nix (1986), çentik boyutunun optik aletler kullanılarak ölçülemeyecek kadar küçük olduğu milinewton (mN) yük aralığında, DDM tekniğini ilk kez kullanmışlardır. Oliver ve Pharr (1992) ise, bu tekniği tamamen düzelterek daha kullanışlı bir hale getirmişlerdir. Benzer bir analiz tekniği, Field ve Swain (1993) tarafından, küresel çenticiler üzerine odaklanarak geliştirilmiştir. 2001 yılında ise, bu son iki tekniğin aynı teknik olduğu gösterilmiştir (Cripps, 2001). Yukarıda kısaca özetlenen çentme teknikleri, idealize edilmiş katı bir küre ile düz bir yüzeyin kontağının incelenmesi esasına dayanır. Sneddon (1965), çeşitli geometrilerdeki katı çenticiler ile izotropik elastik yarı uzay arasındaki kontak için aşağıdaki basit ifadeyi

geliştirerek, kontak katılığının (Contact stiffness; S), yükteki artışın (δP), yerdeğiştirmedeki artışa (δh) oranı olarak tanımlanabileceğini gösterdi.

$$S = \left. \frac{\delta P}{\delta h} \right|_{\text{elastik}} \quad (1.23)$$

Yük-yerdeğiştirme eğrisindeki yükün kaldırılması kısmının başlangıcı ile ilişkili olan bu oran, boşaltma kısmının başlangıcının tamamen elastik olduğu kabulüne dayanır. Çoğu malzeme, hem elastik hem de plastik tarzda deforme olsa da, yükün boşaltılmasına bağlı geri kazanımın büyük bir kısmının elastik olduğu varsayılır. Geride kalan artık (residual) deformasyon, en son derinlikle (h_p) ilgili olan plastikliği temsil eder. Aynı zamanda, çentici ucun ideal bir katı olduğu varsayılır. Bununla birlikte, çenticide meydana gelebilecek herhangi bir elastik deformasyonun, indirgenmiş elastiklik sabitinin hesaplanmasında dikkate alındığının hatırlanması yararlı olacaktır. Bu bağlamda, kontak katılığı, maksimum yükteki indirgenmiş elastiklik modülü ve kontak alanının (A_c) bir fonksiyonu olarak aşağıdaki şekilde ifade edilir (Sneddon, 1965).

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (1.24)$$

Bu ilişki, Sneddon'un katılık denklemi olarak adlandırılır. Kontak alanı çentici ucun şekline bağlı olup, her çentici için girme derinliğine bağlı iyi tanımlanmış bir alan fonksiyonu vardır. Denklemden kolayca görüleceği üzere, boşaltma eğrisinin eğimi, malzemenin elastiklik sabiti ve kontak alanının karekökü ile orantılıdır.

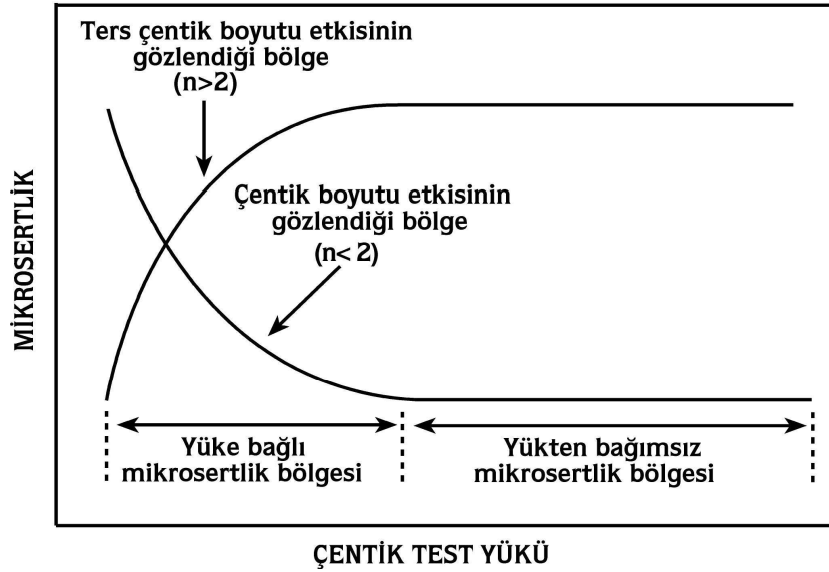
Bu prensipler ışığında, nanoçentme deneylerinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri kullanılarak sertlik ve elastiklik sabitinin belirlenmesi amacıyla, literatürde farklı metotlar geliştirilmiştir. Bunlardan en yaygın olarak kullanılanı Oliver-Pharr metodudur. Bu metot Kesim 3.1'de ayrıntılı olarak verilecektir.

1. 2 Sertliğin Yüke Bağlı Değişimi

Çentik testleri üzerindeki ilginin son yıllarda artma sebeplerinden birisi, plastik deformasyonun başlangıç aşamalarında, plastik deformasyonun nasıl bir rol

üslendiğinin yorumlanmasından kaynaklanmaktadır. Diğer bir neden ise genellikle küçük yüklerde (küçük çentik boyutlarında) büyük sertlik değerlerinin elde edilmesinin (çentik boyutu etkisi) nedenlerinin araştırılmasıdır. Diğer yandan, küçük çentik test yüklerinde plastik deformasyonun başlangıç aşamalarının dikkatli takibi, çentik testlerinin temel doğasının daha iyi anlaşılmasına yardımcı olacaktır. Çentik testleri üzerindeki bu ilgi; hem çentik yükü/deformasyon davranışı hem de çentik atılan materyalin yapısının gözlemlenmesinde (günümüzdeki test aletlerinin oldukça duyarlı hale gelmesinden dolayı) şu ana kadar yapılan çalışmalara yeni bir boyut kazandırmıştır (Armstrong vd., 2006)

Literatürde farklı malzemelerde üzerinde yapılan deneylerde, mikrosertliğin uygulanan test yüküne bağlı olduğu gözlenmektedir (Gong vd., 1999; 2000; 2001; Bekteş vd.,2004; Şahin vd., 2005; 2006; Uzun vd., 2004; 2005).



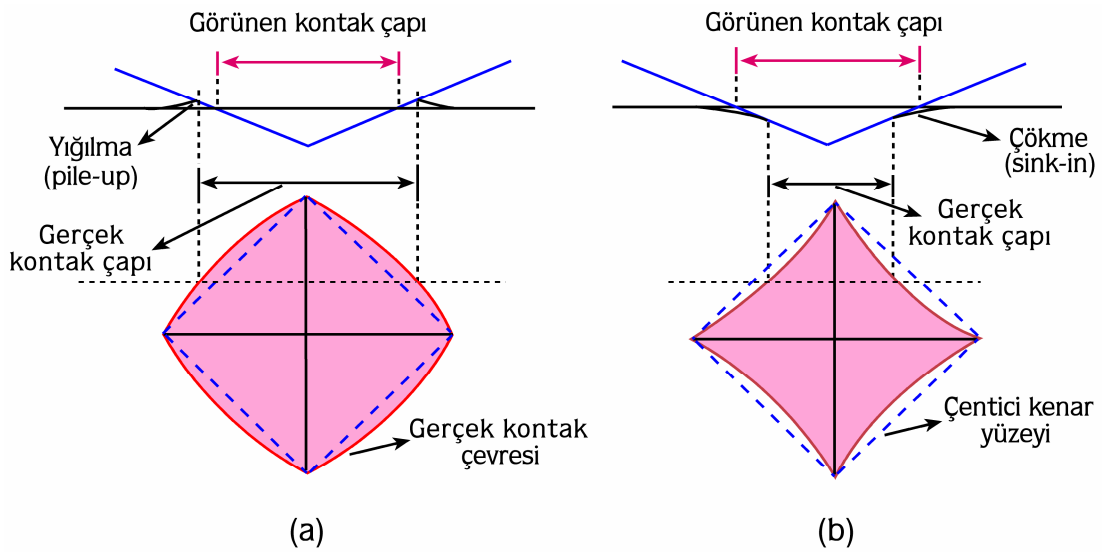
Şekil 1.8 Mikrosertliğin test yüküne göre değişimi

Şekil 1.8'den görüldüğü gibi mikrosertlik; çentik test yükünün (çentik boyutunun) artması ile azalan, çentik boyutu etkisi (Indentation Size Effect; ISE), ve test yükünün artması ile artan, ters çentik boyutu etkisi (Reverse Indentation Size Effect; RISE), şeklinde karşımıza çıkmaktadır. Her iki durum için sertlik, belirli kritik yük değerinden sonra sabit kalmaktadır. ISE davranışı; çentiğin elastik toparlanması

(Tate, 1945; Mott, 1956), çentme işlemi sırasında oluşan işlem sertleşmesi (Mott, 1956; Bückle 1973), plastik deformasyonun başlayabilmesi için gerekli olan minimum yük (Hays ve Kendall, 1973), çentme esnasında oluşan dislokasyon ilmeklerinin büyüklüğü (Upit ve Varchenya, 1986), malzemenin elastik/plastik deformasyona tepkisi (Bull vd., 1989), gerilme gradiyentinin dislokasyonlarla olan ilişkisi (Li ve Bradt, 1993), çentici/numune arasındaki sürtünme direncinin elastik direnç ile ilişkisi (Li ve Bradt, 1993; Li ve Han, 1994), yüzeysel (derin olmayan) izlerde, çentici köşelerinin plastik bir menteşe gibi hareketi (Ma ve Clarke, 1995), yüzeyde meydana gelen oksitlenme veya kimyasal kirlenmeler (Sargent, 1986; Liu ve Ngan, 2001), sıcaklık (Ren vd., 2002), ve çentici etrafında oluşan yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) (Gao ve Huang, 2003) gibi sebeplere dayandırılmaktadır.

Çentici etrafında oluşan yığılma ve çökme, kontak alanının olması gereken değerden farklı belirlenmesine sebep olur (Şekil 1.9). Literatürde farklı tek kristaller üzerinde yapılan çalışmalarda gözlenen yığılma davranışı kristal yönelimi (Zong ve Soboyejo, 2005) ve dislokasyon kayma sistemlerinin yönelimi (Horstemeyer vd., 2001) ile ilişkilendirilmiştir.

Diğer yandan RISE davranışı ise kristallerin ara yüzeyine yakın deforme olmuş (bu ikizlenme de olabilir) bir bölge (Berzina ve Savintsev, 1965; Sangwal, Ph.D. Thesis.,



Şekil 1.9 Vickers çentici etrafında meydana gelen a) yığılma ve b) çökme davranışı

1971; Sargent, 1986; Sangwal, 1989), küçük yüklerde titreşimin ve çentici körlüğünün etkisi (Hanneman, 1968), çentici etrafında numunenin ufalanması ile uygulanan enerjideki kayıp (Banerjee ve Feltham, 1974; Feltham ve Banerjee, 1992) ve çentme esnasında çatlakların meydana gelmesi (Li ve Bradt, 1996) nedenleri ile açıklanmıştır. Fakat bu olay hala tam olarak anlaşılammıştır (Adeva vd., 1995; Sangwal, 2000).

ISE etkisini açıklamak için literatürde farklı modeller kullanılmaktadır. Bu modeller aşağıda kısaca açıklanmaktadır.

1. 2. 1 Meyer Kanunu

Meyer kanunu, çentme yükü P_{maks} ve girme derinliği h_c arasındaki ilişkiyi veren, basit deneysel bir ifadedir. Buna göre P_{maks} ve h_c arasındaki ilişki,

$$P_{maks} = C h_c^n \quad (1.25)$$

şeklindedir (Tabor, 1951). Denklemden C sabittir. n ise Meyer indisi (üssü) dir. Genel olarak malzemeler $n < 2$ ise ISE ve $n > 2$ ise RISE davranışı sergilemektedirler. $n = 2$ ise Meyer kanunu denklem (1.26)'da verilen Kick yasasına dönüşür. Böylece, Kick yasasına Meyer kanununun özel bir hali olarak bakılabilir.

$$P_{maks} = C h_c^2 \quad (1.26)$$

1. 2. 2 Hays-Kendall Yaklaşımı

Hays ve Kendall, numunede kalıcı deformasyon oluşturabilmek için minimum bir yük değerinin (W) olması gerektiğini ileri sürmüşlerdir (Hays ve Kendall., 1973). Eğer uygulanan yük bu direnci aşamaz ise kalıcı deformasyon oluşmaz ve sadece elastik deformasyon meydana gelir. Hays-Kendall bu durumu dikkate alarak numunede kalıcı deformasyona sebep olan etkin yükü,

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = C_1 h_c^2 \quad (1.27)$$

denklemleri ile ifade etmişlerdir. Burada C_1 yüke bağlı bir sabit olup W , kalıcı deformasyon oluşturmak için gereken minimum yükür. Uygulanan maksimum yük (P_{maks}) ve kontak derinliği (h_c) kullanılarak elde edilen sertlik değeri ($H=0.0378 \frac{P_{maks}}{h_c^2}$) denklemindeki P_{maks} yerine, (1.27) denkleminde hesaplanan P_{etkin} değeri konularak aşağıdaki denklemde verilen yükten bağımsız sertlik değeri elde edilir.

$$H_{HK}=0.0378 \frac{(P_{maks} - W)}{h_c^2} = 0.0378 C_1 \quad (1.28)$$

1. 2. 3 Elastik/Plastik Deformasyon Modeli

Geleneksel çentik testlerinde, çentiğin boyutu, çentici numune üzerinden kaldırıldıktan sonra ölçülür. Elastik geri kazanım, uç kaldırıldıktan sonra kalan çentik izi etrafında ortaya çıkar. Böylece çentik boyutu belli bir dereceye kadar küçülür. Tarkanian (Tarkanian vd., 1973), bu etkiyi dikkate alarak yükten bağımsız sertlik değeri elde etmek için ölçülen çentik boyutuna yeni bir terimin eklenmesini önermiştir.

$$H_{EP}=k \frac{P_{maks}}{(h_c + h_0)^2} \quad (1.29)$$

Burada h_0 , elastik geri kazanımdan dolayı h_c 'ye eklenen düzeltme terimi k , çentici geometrisine bağlı bir sabittir. Mikrosertlik verilerini inceleyebilmek için Denklem (1.29) aşağıdaki gibi yeniden düzenlenebilir.

$$P_{maks}^2 = \chi^2 h_c + \chi^2 h_0 \quad (1.30)$$

Denklemde, $\chi = \frac{H_{EP}}{k}$ olup, ($k = 0.0378$), yükten bağımsız sertlikle ilgili sabittir.

Denklem (1.30)'deki χ ve h_0 'değerleri h_c nin P_{maks}^2 ye göre grafiklerinden elde edilebilir. Bu modele göre, yükten bağımsız sertlik değeri hesaplanmasının iki yolu

vardır. Bunlardan birincisi, doğrudan Denklem (1.29)'u kullanmak, diğeri ise $\chi = \frac{H_{EP}}{k}$ ifadesini kullanmaktır.

1. 2. 4 Orantılı Numune Direnci (Proportional Specimen Resistance; PSR) Modeli

Li ve Bradt (1993) tarafından ortaya konan orantılı numune direnci modeli, Hays-Kendall yaklaşımının geliştirilmiş şekli olarak düşünülebilir. Bu modelde numune direncinin sabit olmadığı ve çentik derinliğinin doğrusal olarak arttığı kabul edilir.

$$W = a_1 h_c \quad (1.31)$$

Denklem (1.31), sıkıştırma ya da gerilme biçimindeki bir zor etkisi altında bulunan yayda oluşan geri çağırıcı kuvvet ($F = -kx$) ile benzer formdadır. Buna göre etkin çentme yükü ve girme derinliği ile,

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = P_{maks} - a_1 h_c = a_2 h_c^2 \quad (1.32)$$

şeklinde ilişkilendirilir. Denklemde a_1 ve a_2 verilen malzeme için sabitlerdir. Li ve Bradt'in analizlerine göre, a_1 ve a_2 , parametreleri malzemenin elastik ve plastik özellikleri ile ilgilidir. Özellikle a_2 , yükten bağımsız sertliğin bir ölçüsüdür. Vickers çentici ile yapılan bir mikroçentme deneyi için H_{PSR} direkt olarak a_2 'den Denklem (1.33) kullanılarak elde edilir.

$$H_{PSR} = \frac{P_{etkin}}{26.43 h_c^2} = \frac{P_{maks} - a_1 h_c}{26.43 h_c^2} = \frac{a_2}{26.43} \quad (1.33)$$

Denklem (1.32),

$$\frac{P_{maks}}{h_c} = a_1 + a_2 h_c \quad (1.34)$$

şeklinde yeniden yazılabilir. Denklem (1.34)'deki a_1 ve a_2 parametreleri, $P_{maks}/h_c - h_c$ grafiğinden tespit edilebilir.

ISE analizlerinde, orantılı numune direnci modelinin uygulanabilirliği, $(H_{PSR})_1 = \left(\frac{P_{maks} - a_1 h_c}{26.43 h_c^2} \right)$ ve $(H_{PSR})_2 = a_2 / 26.43$ denklemlerinden elde edilen H_{PSR} değerleri karşılaştırılarak yapılabilir.

1. 2. 5 Geliştirilmiş PSR (Modified Proportional Specimen Resistance; MPSR) Modeli

Gong ve arkadaşları (Gong vd., 1999), farklı malzemelerde ISE davranışının açıklanması için önerilen PSR modelinin,

$$P_{maks} = a_0 + a_1 h_c + a_2 h_c^2 \quad (1.35)$$

şeklinde geliştirilmesini önermişlerdir. Denklemden a_0 , yüzey işlemlerinin sebep olduğu artık zor ile ilgili sabit, a_1 ve a_2 Denklem (1.34)'de verilenler ile aynı fiziksel anlama sahip parametrelerdir.

MPSR modelinde de, PSR modeline benzer şekilde yükten bağımsız sertliği hesaplamak için iki farklı yol izlenebilir. Bunlar,

$$\begin{aligned} (H)_{MPSR 1} &= (P_{maks} - a_0 - a_1 h_c) / (26.43 h_c^2) \\ (H)_{MPSR 2} &= a_2 / 26.43 \end{aligned} \quad (1.36)$$

Meyer kanunu dışında kalan modellerin tamamında, sertliğin yüke bağımlı kısmından yükten bağımsız kısmı ayrılmaya çalışılmıştır. Bu sebeple, her bir modelde temelde birbirinden farklı olmayan, bir materyalin sertliğini tanımlayan sabitlerin bulunması şaşırtıcı değildir. Ayrıca, şu ana kadar farklı kristallerin ISE davranışını açıklamak için yapılan çalışmalar, bu modellerden herhangi birinin en iyi olarak kabul edilemeyeceğini göstermiştir (Sangwal vd., 2003).

1. 3 Sürünme (Creep)

Nano düzeyde gerçekleştirilen çentme deneyleri, elastik-plastik davranışı kabul eder ve zamana bağımlı herhangi bir davranışı hesaba katmaz. Bazı metaller, yük-yerdeğiştirme verilerine etki edebilecek viskoelastik özelliklere sahiptir.

Sürünme, (ya da zamana bağımlı plastiklik) genellikle çentik testinde yükün maksimumunda tutulması esnasında, deformasyon devam ederken gözlenir. Sürünme, yükün sabit tutulması sırasında ortaya çıkan ısıl sürüklenmeyi de içerir.

Sürünme deformasyonunun başlıca dört mekanizması vardır. Bunlar, dislokasyon kayması, dislokasyon sürünmesi, yayınım (diffusion) sürünmesi ve tane sınırı kayması olarak sıralanabilir. Genelde bu mekanizmalardan bir kaçını aynı anda meydana gelir. Dislokasyon kayması genellikle yüksek zorlar altında meydana gelir. Sürünme miktarı dislokasyon hareketinin kolaylığıyla (başka bir deyişle, çöktiller ve diğer dislokasyonlar gibi engellerin yoğunluk dağılımı ve etkileri ile) ilgilidir. Dislokasyon sürünmesi, boşlukların varlığı ile desteklenen dislokasyon kaymasıdır. Yayınım sürünmesi, uygulanan yük altında boşlukların ve arayer atomlarının yayınıdır. Yayınım, düşük zorlarda ve yüksek sıcaklıklarda başlıca sürünme mekanizmasıdır. Tane sınırı kayması, kararlı hal sürünmesinin (steady state creep) önemli bir parçası olmamasına rağmen, diğer sürünme mekanizmaları esnasında malzemeyi bir arada tutması bakımından önemlidir. Bütün sürünme mekanizmalarında boşluklar önemli bir rol oynar. Çünkü boşluk yoğunluğu sıcaklığa üstel olarak bağlıdır. Bundan dolayı, sıcaklıktaki artışın sürünme davranışı üzerinde önemli bir etkisinin olması şaşırtıcı değildir.

Beake ve Smith (2002) tarafından altın üzerinde yapılan yüksek sıcaklık mikrosertlik analizlerinde, sıcaklık artışının, maksimum yükteki sürünme miktarını önemli ölçüde artırarak sertlik değerinde büyük düşüslere neden olduğu gözlenmiştir. Aynı çalışmada, beklenen bu durumdan daha ilginç olarak, sıcaklık artışının yük-yerdeğiştirme eğrisindeki yükleme ve boşaltma kısımlarındaki yerdeğiştirme miktarlarının da büyük ölçüde etkilendiği gözlenmiştir. Bu durum, sürünme davranışının maksimum yükteki bekletme durumuna ilave olarak yükleme ve boşaltma sürecinde de etkin olduğunu göstermiştir. Bu sebeple, sürünme sonucu boşaltma eğrisinin eğiminde oluşabilecek değişiklikler, sertlik ve elastiklik modülü hesaplamalarını önemli ölçüde etkileyecektir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Tolansky ve Nikols (1949) tarafından, 50-100 g aralığındaki yükler kullanılarak kalay kristalleri üzerinde yapılan çentme deneylerinde, çentiklerin etrafında girişim saçakları gözlenmiştir (Şekil 2.1). Araştırmacılar, izlerin karşılıklı iki yüzeyinin dış bükey ve diğer iki yüzeyinin ise iç bükey olduğunu bildirmişlerdir. Bu asimetrikliği, çentilen yüzeyin yönelimi ve izin meydana geldiği bölgedeki köşegenlerin doğrultuları ile ilişkilendirmişlerdir. Ayrıca X-ışınları kırınımı analizi ile çentincinin oluşturduğu iz etrafındaki çökmenin (sink-in) tetragonal yapının c-ekseni doğrultusunda, yığılmanın (pile-up) ise diğer doğrultularda meydana geldiğini gözlemlemişlerdir. Bu bozulmanın, izin köşegen uzunluğunun dört katına kadar çıkabileceğini de bildirmişlerdir.



Şekil 2.1 Kalay kristalindeki asimetrik girişim saçakları

Li ve Bradt (1991), Lanthanum hexaboride (LaB_6) tek kristalinin (100), (110) ve (111) düzlemlerinde, 50-300 gf aralığındaki test yükleri ile çentik testleri yapmışlardır. Bu deneyler sonucunda, kristaldeki muhtemel kayma sistemlerini belirlemişler ve mikrosertliğin yüke bağımlılığını klasik Meyer kanunu ile açıklamışlardır.

Khambaty (1995), Silikon tek kristalinin (100) ve (111) düzlemleri üzerinde Knoop ve Vickers uçları kullanarak, yönelimin ve test yükünün mikrosertliğe etkisini araştırmıştır. Bu çalışmada mikrosertlik açısından (111) düzlemi yöneline bağımlılık

gösterirken, (100) düzleminin yönelimden oldukça bağımsız olduğu bulunmuştur. Her iki düzlemde de, çentik boyutu etkisinin yük ile üstel olarak azaldığı rapor edilmiştir.

Fujiwara (1997), mikroçentik testleri ile β -Sn tek kristalinin (110) yüzeyinin deformasyon karakteristiklerini araştırmıştır. Çalışmasında, aynı yüzey üzerinde deney bölgesini değiştirmeden ucun doğrultusunu değiştirmiş, yanal yığılma ve yanal çökme meydana geldiğini gözlemlemiştir. Ayrıca ucun doğrultusunun değiştirilmesi ile muhtemel kayma sistemlerinin değişmediğini gözlemlemiştir.

Si_3N_4 seramiklerinin sertliklerinin yüke bağlılığı, Gong ve arkadaşları (1998) tarafından geniş bir yük aralığında incelenmiştir. Deneysel verilerin tanımlanmasında, PSR Modelinin uygun olmadığını ifade etmişlerdir. Uygulanan yük ile çentik boyutu arasındaki ilişki için yarı deneysel bir denklem önererek, sertlik ölçümlerinde yüzey etkilerini ön plana çıkarmışlardır.

Gong ve arkadaşları (1999) tarafından farklı seramik malzemeler üzerinde yapılan diğer bir çalışmada, seramik malzemelerin mikrosertik değerlerinin ISE davranışı sergilediği bildirilmiştir. Sertliğin, uygulanan yükün artışı ile eksponansiyel olarak azalması ile ilgili olan ISE davranışını açıklamak için önerdikleri MPSR modeli ile yükten bağımsız sertlik hesaplamaları yapmışlardır. Ayrıca, numunelerin ölçüme hazırlanması aşamasında maruz bırakıldıkları işlemlerin (kesme, parlatma vb.), numunelerin mikrosertlik ölçümlerini etkilediğini bildirmişlerdir.

Sangwall (2000), farklı kimyasal bağlı tek kristallerin üzerinde yapmış olduğu Vickers mikrosertlik çalışmalarında, bu kristallerin mikrosertliklerinin yük ile artarak, RISE davranışı gösterdiğini bildirmiştir. Aynı zamanda, bu artışın malzemedeki plastik deformasyonun baskın olduğu durumda ortaya çıktığını rapor etmiştir.

Stevenson ve arkadaşları (2002) tarafından Fe_2O_3 tek kristali üzerinde yapılan çalışmada, 50-1000 g yük aralığındaki mikrosertlik değişiminin yönelime ve yüke

bağlılığı enerji-denge yaklaşımı kullanılarak araştırılmıştır. Bu araştırmalar sonucunda sertliğin yönelime bağlı olarak değiştiği, ayrıca numune ve çentici arasındaki sürtünmenin, ISE davranışına büyük katkı sağladığı ortaya konulmuştur.

Sangwal ve arkadaşları (2003) tarafından kobalt (Co) bazlı alaşımların mikrosertlik analizleri üzerine yapılan bir çalışmada, sıcaklık artışının, mikrosertlik değerinde azalmaya neden olduğu bildirilmiştir. Çalışmalarında, numunelerin mikrosertlik değerleri, geleneksel yöntemle (statik mikrosertlik) ve iki farklı test cihazı kullanılarak incelenmiştir. Ayrıca, aynı yük aralığı için her iki cihazda yapılan ölçümlerde, birinci cihaz ile elde edilen statik mikrosertlik değerlerinde ISE tipi bir davranış sergilediği gözlenirken, ikinci cihaz için RISE davranışı gözlenmiştir. Aynı malzemeye ait bu iki farklı davranışın, geleneksel ölçüm yöntemlerindeki muhtemel hatalar ve cihazların ayırma gücü ile ilintili olduğu bildirilmiştir.

Sangwal ve Surowska (2003), SrLaGaO₄ tek kristallerinin mikrosertlik değerlerinin yük ve kristal yönelimine bağlılığını incelemişlerdir. Çalışmalarında, farklı düzlemler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen mikrosertlik değerlerinin yük bağımlılığının, yönelime bağlı olarak değiştiğini bildirmişlerdir. Ayrıca, mikrosertlik değerlerinin uygulanan yüklerle değişimini çeşitli modeller yardımıyla karşılaştırılmalı olarak inceleyerek, mikrosertlikteki değişimin kristal yöneliminin yanı sıra kimyasal bileşimle de ilişkili olduğunu belirtmişlerdir.

Uzun ve arkadaşları (2003), hızlı katılaştırılmış Al-Si şeritlerinin Vickers mikrosertliklerini 0.098–1.96 N yük aralığında incelemişlerdir. Sertliğin, kritik bir yük değerine (0.49 N) kadar uygulanan yüklerle arttığı, bu değerden sonra ise azaldığını bildirmişlerdir. Ayrıca, katılaştırma hızının artışı ile mikrosertlik değerinin büyük ölçüde arttığını vurgulamışlardır.

Weaver ve arkadaşları (2003) tarafından NiAl tek kristalinin (100) düzlemi üzerinde yapılan Knoop mikrosertlik ölçümlerinde, mikrosertlik değişiminin yönelime ve yüke bağlılığı enerji-denge yaklaşımı kullanılarak araştırılmıştır. Bu araştırmalar

sonucunda Stevenson ve arkadaşları (2002) tarafından bildirilenlere benzer sonuçlar elde etmişlerdir.

Lal ve arkadaşları (2004) tarafından, $GdFeO_3$ tek kristallerinin (110) ve (001) düzlemleri üzerinde yapılan çalışmada, farklı yük aralıklarında çentik testleri yapılmıştır. Her iki düzlem için Hays-Kendall modeli kullanılarak yükten bağımsız sertlik değeri hesaplanmıştır. Farklı düzlemlerde yapılan ölçümlerde farklı mikrosertlik değeri elde etmelerinden dolayı, malzemelerin yönelime bağlı (anizotropik) bir karaktere sahip olduğunu bildirmişlerdir.

Bekteş ve arkadaşları (2004), farklı Mn oranlarına sahip Fe-Mn alaşımlarının, oda sıcaklığında ve 0.245–4.9N'luk yük aralığındaki mikrosertlik davranışını araştırmışlardır. Çalışmalarında, alaşımların sertliklerinin Mn oranı arttıkça daha da arttığını rapor etmişlerdir. Ayrıca malzemelerde gözlenen ISE davranışını Meyer Kanunu ve PSR modelini kullanarak açıklamaya çalışmışlardır.

Pal ve Kar (2005) Knoop ve Vickers mikrosertlik metodunu kullanarak lineer olmayan optik LAHCLBr tek kristali üzerinde mekaniksel incelemeler yapmışlardır. İncelemelerden elde ettikleri sertlik ve Young modülü değerlerini, sesin soğurulması deneylerinden elde edilenlerle karşılaştırarak, sonuçların iyi bir uyum içerisinde olduğunu tespit etmişlerdir.

Adeva ve arkadaşları (1995), yüksek sıcaklıklarda kalay kristalinin mekanik özelliklerini çekme testleri ile incelemişlerdir. Deformasyon süresince farklı zorlanma hızlarında silindirik numuneleri çekme testlerine tabi tutmuş, akma mukavemeti ve sünekliğin sıcaklık artışı ile azaldığını gözlemişlerdir.

Hagihara ve arkadaşları (2003) tarafından Ni_3Ti tek kristallerinin plastik deformasyonu basma deneyleri ile incelenmiş, etkin kayma sistemlerinin sıcaklık ve yönelimle olan ilişkisi araştırılmıştır. Ayrıca kritik makaslama zorunun sıcaklığa, akma zorunun ise zorlanma hızına bağlılığı araştırılmıştır. Çalışmalarında plastik deformasyonun sıcaklığa bağlı olduğunu gözlemlemişlerdir.

Rodríguez ve Gutierrez (2003), farklı fazlara sahip çeliklerin mekanik özelliklerini DDM tekniği ve çekme-kopma testi ile karşılaştırmalı olarak incelemişlerdir. Çalışmalarında, nanosertliğin akma ve kopma zorlarına lineer bağlı olduğunu, mikrosertlik değerinde gözlenen ISE davranışının ise bu lineerliği etkilediğini gözlemişlerdir. Ayrıca, nanosertlik ile akma ve çekme zorları arasındaki lineerliğin eğimlerini sırası ile 2.8 ve 4.3 olarak bildirmişlerdir.

Pharr ve Oliver (1989) tarafından gümüş (Ag) tek kristali üzerinde yapılan nanoçentik deneylerinde, sertliğin çentik derinliği ile ters orantılı olarak değiştiğini, 50 nm'den küçük derinliklerde, sertliğin büyük bir artış gösterdiği bildirilmiştir. Küçük derinliklerdeki bu keskin artış ise nano ölçekteki yerel dislokasyon mekanizmaları ile ilişkilendirilmiştir.

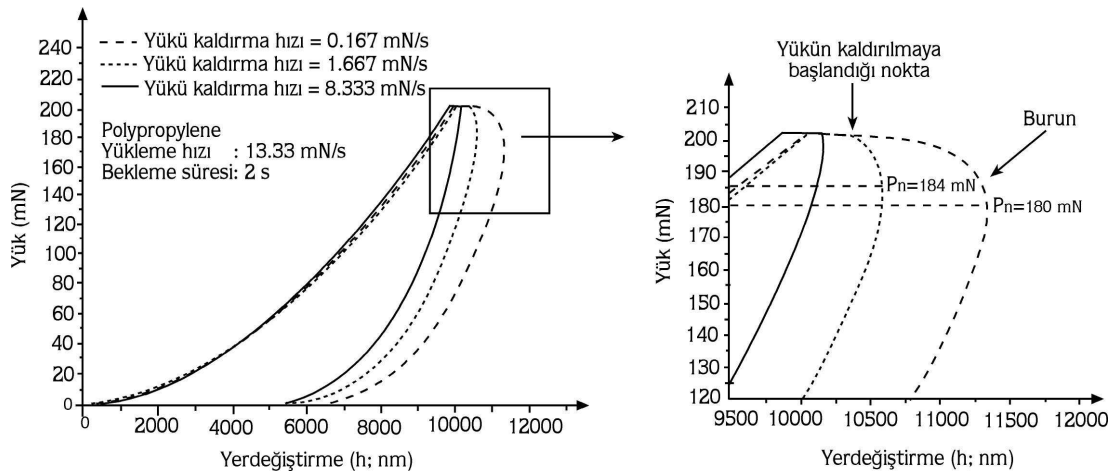
Raman ve Berriche (1992), DDM tekniği ile kalay (Sn) ve alüminyum alaşımlarının sürünme davranışını incelemişlerdir. Bu teknik ile elde ettikleri, plastik derinliğin zamana göre grafiklerinin geleneksel sürünme deneylerinden elde edilenler ile benzer olduğunu gözlemlemişlerdir. Ayrıca, kalay için elde ettikleri zor üssünün (stress exponent), literatürde çekme deneylerinden elde edilenlerle oldukça yakın olduğunu bildirmişlerdir.

Sımões ve arkadaşları (2002), yüzeyleri kaplanmış farklı numunelerin sürünme davranışlarını DDM tekniği ile inceleyerek, sürünmenin sertlik ve Young modülü gibi deneysel parametreler üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Maksimum yüke çıkış hızı ve bu yükteki bekleme süresinin bu parametreleri etkilediğini bildirmişlerdir.

Feng ve Ngan (2002), Polypropylene (PP) numunesi üzerinde DDM tekniği ile yaptıkları mikrosertlik deneylerinde, elastiklik modülü hesaplamalarına sürünme ve ısıl sürüklenmenin etkisini incelemişlerdir. Özellikle sürünme etkisinin büyük olduğu durumlarda, bilinen yöntemlerle yapılan elastiklik modülü hesaplamalarının büyük ölçüde hatalı sonuçlar vereceğini bildirmişlerdir. Ayrıca, sürünmenin etkin olduğu durumdaki hesaplamalara, çentinin maksimum yükte bekletilmesi esnasında

kaydedilen zamana bağlı en son derinliğin (\dot{h}_h), boşaltma hızına (\dot{P}) oranına eşit olan bir düzeltme terimi ilave edilmesi gerektiğini ifade etmişlerdir. Isıl sürüklenme etkilerinin ise ihmal edilebileceğini belirtmişlerdir.

Ngan ve Tang (2002) tarafından oda sıcaklığında yapılan nanoçentik deneylerinde; i) maksimum yükte bekleme süresinin kısa, ii) boşaltma hızının küçük ve iii) yükün belli bir kritik değerin üstünde olduğu durumlar için yük-yerdeğiştirme eğrilerindeki boşaltma kısmının başlangıcında burun (nose) gözlenmiştir. Boşaltma hızı ile burun'un gözlendiği yük değerinin lineer olarak azaldığını (Şekil 2.2) ve bu lineer değişimdeki eğimin, numunenin viskozite parametresi ile orantılı olduğunu bildirmişlerdir. Bu durum literatüre, materyalin viskozite parametresinin ölçüldüğü yeni bir yöntem olarak girmiştir.



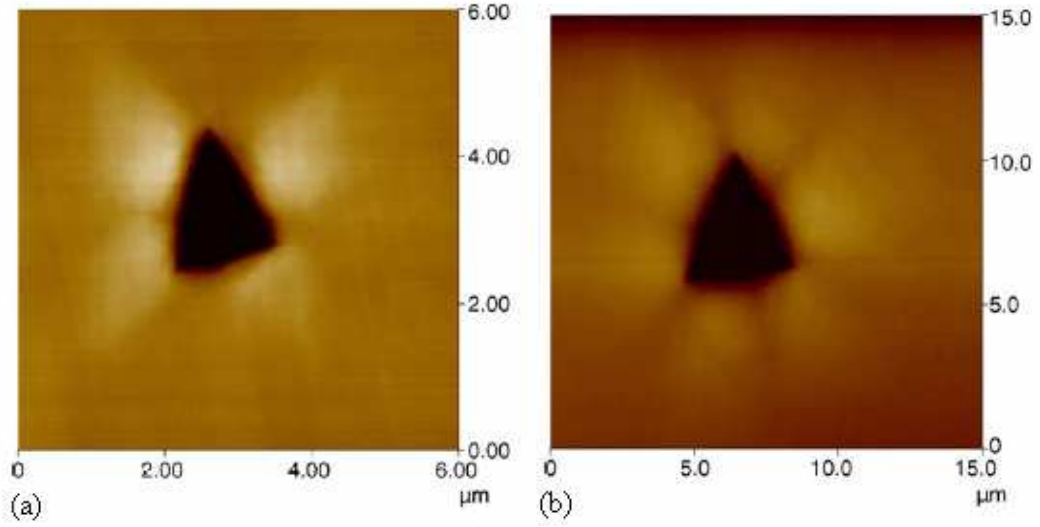
Şekil 2.2 Polypropylene viskoelastik numunesinde farklı yükleme hızlarında yük yerdeğiştirme eğrileri (Ngan ve Tang, 2002)

Tang ve Ngan (2003) tarafından yapılan diğer bir çalışmada, Polypropylene (PP) ve amorf selenyum (α -Se) viskoelastik numuneler için DDM deneyleri kullanılarak kontak alanının daha doğru nasıl ölçüleceği araştırılmıştır. Önceki çalışmalarına benzer biçimde boşaltma eğrisinin başlangıcında bir burun gözlendiği bildirilmiştir. Ancak önceki çalışmalarından farklı olarak elastiklik modülü hesaplamalarında kullanılan kontak alanı için bir düzeltme terimi ilave etmişlerdir.

Uzun ve arkadaşları (2005), farklı pik yükleri altında (0.49, 0.73, 0.98 ve 1.22 N), polikristal YBaCuO süperiletken malzemesi üzerinde derinlik duyarlı Vickers çentme deneyleri yapmışlardır. Elde ettikleri yük-yerdeğiştirme eğrilerini kullanarak bu malzemelerin mekaniksel özelliklerini (elastiklik modülü ve sertlik) analiz etmişlerdir. Analizlerinde enerji-denge modelini kullanarak yükten bağımsız sertlik ve elastiklik modülünü elde etmişlerdir.

Kölemen ve arkadaşları (2006), derinlik duyarlı Vickers çentme deneylerini kullanarak yaptıkları çalışmada, MgB₂ süperiletken numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrilerini Oliver-Pharr (1992) metodu ile analiz etmişlerdir. Sertlik ve elastik modüllerinin yüke bağlı olarak değiştiğini gözlemişlerdir. Ayrıca farklı yüklerdeki h_p/h_m (h_p ; plastik derinlik, h_m ; maksimum derinlik) değerlerinin ortalamasını literatürde verilen kritik değerden (0.7) daha düşük olarak bulmuşlar ve buna göre MgB₂ numunesinde çökme (sink-in) davranışı gösterdiğini ortaya koymuşlardır.

Zong ve Soboyejo (2005) tarafından, Au, Ag, ve Ni tek kristal ince filmlerinin (001), (011) ve (111) düzlemlerindeki çentik boyutu etkisinin yönelime bağlılığı araştırılmıştır. Çentik derinliğinin azalması ile sertliğin artışı, Nix ve Gao (1998)'nin ortaya koyduğu plastik zorlanmanın değişimi (strain gradient plasticity teorisini) modelini kullanarak açıklamışlardır. (001) yönelimindeki, gümüş kristallerindeki yığılmaların aynı yönelime sahip altın ve nikel kristallerdekinden çok küçük olduğunu belirtmiş ve bu yığılmaların (pile-up) numunenin sertliği ve kristal yönelimi ile yakından ilişkili olduğunu bildirmişlerdir.



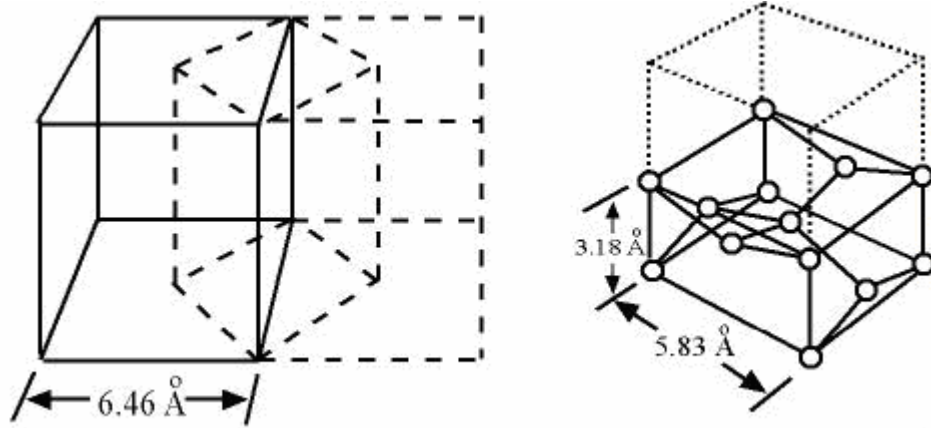
Şekil 2.3 Ni tek kristallerinin farklı doğrultularında gözlenen farklı çöküntülerin atomik kuvvet mikroskobu (AFM) fotoğrafları (Zong ve Soboyejo, 2005)

Diğer taraftan, (011) yönelimindeki altın ve gümüş numunelerindeki klasik yığılma görünümleri ile kıyaslandığında, nikel numunesinde kelebek şeklinde yığılmalar gözlemlenmiştir (Şekil 2.3 (a)). Buna karşın (111) yönelimine sahip, altın ve gümüş numunelerindeki klasik yığılma profilleri ile kıyaslandığında, nikel numunesinde çiçek şeklinde yığılma meydana geldiğini bildirmişlerdir (Şekil 2.3 (b)). Ayrıca, nikel tek kristallerinin (011) ve (111) doğrultularında yük-gerdirme eğrilerindeki kopukluklarının materyalin tahmin edilen teorik akma zorunu geçen değerlerde meydana geldiğini, bu durumun dislokasyonların kayma aktivitelerinin başlangıcı ile ilişkili olduğunu belirtmişlerdir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1 Materyal

Kalay (Sn) periyodik tabloda, C, Si, Ge ve Pb elementleri ile birlikte, IV-A grubunda yer alır. Kalayın üzerindeki elementlerden C, Si ve Ge, güçlü kovalent bağlarla elmas yapıda kristalleşirken, Sn'nin altındaki Pb metalik bağa sahip olup, yüzey merkezli kübik (face centered cubic; fcc) yapıdadır. Görüleceği üzere, kalay kovalent ve metalik bağ arasında bir sınır elementidir. Normal koşullarda, dokuz kararlı izotop ve 18 tane kararsız izotopu olduğu bilinmektedir. Basınç altında iki allotropik forma sahiptir. 286 K'in altında elmas yapıda olup gri görünüşlüdür (α -Sn). Bu sıcaklığın üstünde ise, beyaz (gümüşümsü) görünüşlü ve tetragonal yapıdadır (β -Sn) (Şekil 3.1). Basit tetragonal yapıya sahip olması nedeni ile anizotropiktir (Ihm ve Cohen, 1981; Abtey ve Selvaduray, 2000).



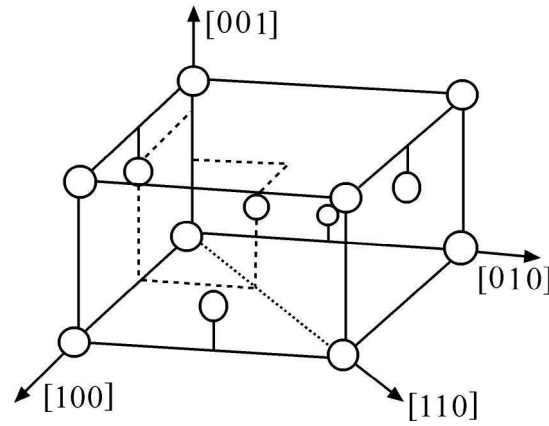
Şekil 3.1 Elmas yapısındaki α -Sn ve basit tetragonal yapıdaki β -Sn

β -kalay (β -Sn), atom ağırlığı 118,69, atom numarası 50, atom yarıçapı 140,5 pm, erime noktası 504,97 K ve yoğunluğu $7,31 \text{ g/cm}^3$ dür. Kaynama noktası 2543 K, normal çözünme potansiyeli $E_0 (\text{Sn} \rightarrow \text{Sn}^{2+} + 2e^-)$ için 0,136 volt olan bir metaldir.

β -Sn; birim hücresinde sekiz atom bulunan basık elmas yapı olarak tanımlanabileceği gibi, Şekil (3.2)'de görüldüğü gibi, 000 , $0\frac{1}{2}\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}0\frac{3}{4}$, $\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}$

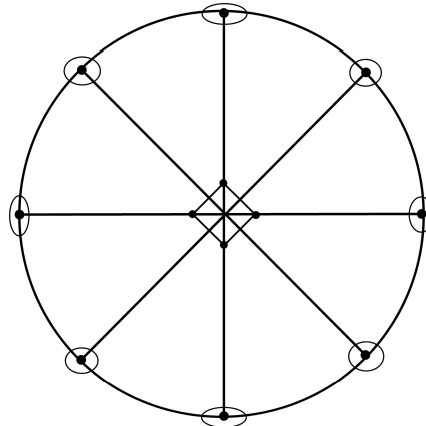
konumlarında dört atomu bulunan, cisim merkezli tetragonal bir yapı olarak da tanımlanır (Düzgün ve Aytaş, 1988). Eksen uzunlukları $a=b \neq c$ dir. Tespit edilen örgü parametreleri arasında, noktadan sonra ilk üç basamağa kadar uyum vardır. Buna göre $a=(5.8315 \pm 0.0008) \text{ \AA}$, $c=(3.1813 \pm 0.0006) \text{ \AA}$ ve eksenler arasındaki açılar $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ değerindedir (Rayne ve Chandrasechar, 1960).

β -Sn, pirimitif (P) ve cisim merkezli (I) olmak üzere iki Bravais kristal örgüsüne sahiptir. Birim hücreye, primitif yapıda bir, ikincisinde ise iki örgü noktası düşmektedir. Birim hücre $[001]$ dört katlı dönme eksenine ilave olarak (100) , (010) , (110) ve $(1\bar{1}0)$ yansıma düzlemlerini de ihtiva etmektedir (Aytaş, 1978).



Şekil 3.2 Tetragonal β -Sn'nin 000 , $0\frac{1}{2}\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}0\frac{3}{4}$, $\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}$ konumlarında bulunan dört atomunu ve önemli doğrultularını gösteren birim hücre

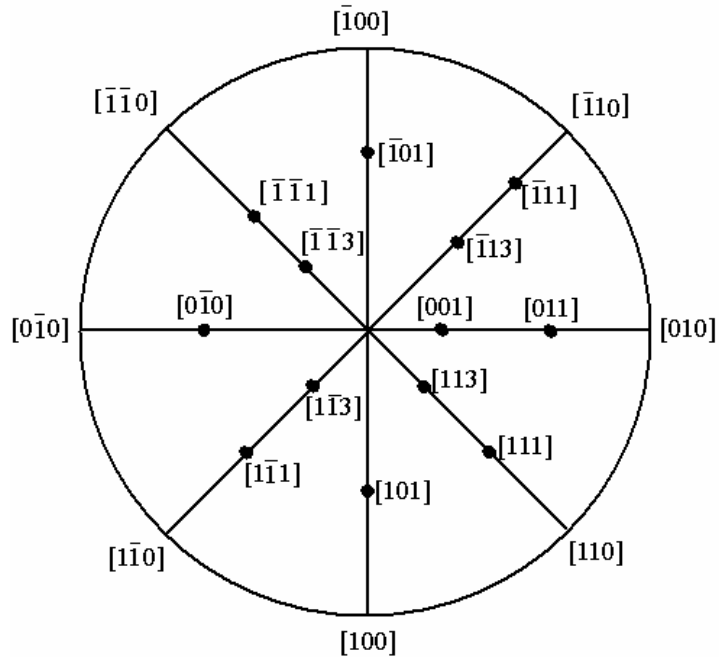
Şekil 3.3'de görüldüğü gibi, aynı indisli doğrultular ikili eksenleri göstermekte ve dörtlü eksenler aynı zamanda yansıma düzlemlerini temsil etmektedir.



Şekil 3.3 Tetragonal yapıya sahip kalay'ın 4/mmm yansıma düzlemleri

Steorgrafik izdüşümü, Şekil 3.4 (a) ve (b) de gösterildiği gibi sekiz birim üçgene bölünebilir. Bu izdüşüm üzerinde doğrultu (Şekil 3.4 (a)) ve düzlem (Şekil 3.4 (b)) kutuplarının yerleri ile kristalografik açıları, Miller indislerinin en büyük üç değerine kadar,

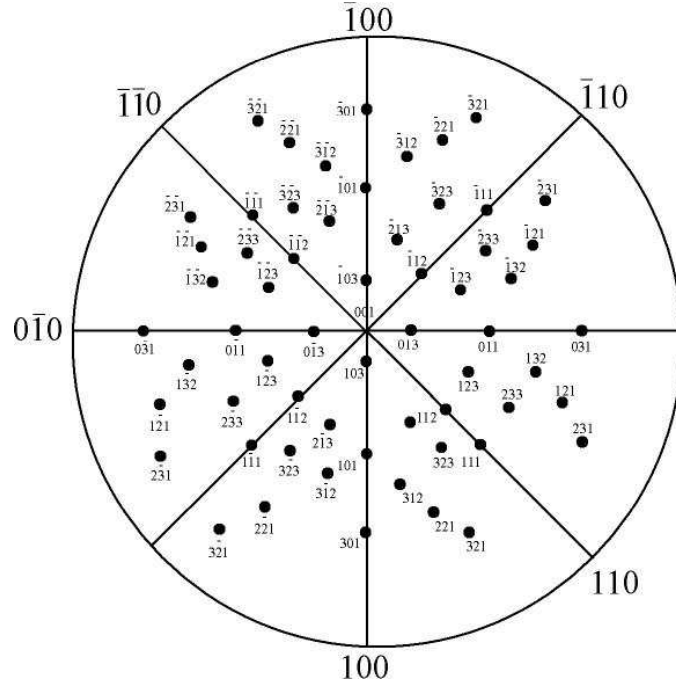
$$\text{doğrultular için, } \cos\varphi = \frac{(u_1v_1 + u_2v_2) + u_3v_3 \frac{c^2}{a^2}}{\sqrt{\left[(u_1^2 + u_2^2) + u_3^2 \frac{c^2}{a^2} \right] \left[(v_1^2 + v_2^2) + v_3^2 \frac{c^2}{a^2} \right]}}$$



Şekil 3.4(a) Cisim merkezli tetragonal (bct) Bravais örgüsüne sahip β -Sn'nin başlıca doğrultularını gösteren (001) stereografik izdüşümü

$$\text{düzlemler için, } \cos\varphi = \frac{\frac{(h_1h_2 + k_1k_2)}{a^2} + \frac{l_1l_2}{c^2}}{\sqrt{\left[\frac{(h_1^2 + k_1^2)}{a^2} + \frac{l_1^2}{c^2} \right] \left[\frac{(h_2^2 + k_2^2)}{a^2} + \frac{l_2^2}{c^2} \right]}}$$

bağıntıları ile bulunmuştur (Aytaş, 1978).



Şekil 3.4(b) Cisim merkezli tetragonal (b.c.t) Bravais örgüsüne sahip β -Sn'nin başlıca düzlemlerini gösteren (001) streografik izdüşümü

Bu çalışmada kullanılan kalay kristalleri % 99.99 saflıkta olup, Düzgün ve çalışma grubu tarafından Atatürk Üniversitesi Kazım Karabekir Eğitim Fakültesi Fizik Eğitimi Bölümü Katihal Fiziği Araştırma laboratuvarında, geliştirilmiş Bridgman metodu ile 10^{-4} torr'luk vakumda ve 20 mm/h'lik bir fırın hızı ile eritilerek büyütülmüştür. Kristallerin yönelimleri geriye yansımali Laue metodu ile belirlenmiştir. Bu çalışmada kullanılan β -Sn kristallerinin [110] tercihli büyüme doğrultusundan sapma açıları sırasıyla 4° , 12° , 15° ve 20° olup, çapları 6 mm ve boyları 50 ile 70 mm arasında değişmektedir.

β -Sn tek kristallerinin Vickers mikrosertlikleri ve akma mukavemetleri arasındaki ilişkinin araştırılması için numuneler (sertlik ve çekme deneyleri için) gerekli boyutlarda kesilmiştir. Numunelerin ısıl işlem (tavlama) süresi 140°C de altı saattir. Oda sıcaklığında fırın içerisine konan numuneler her 5 dakikada 10°C sıcaklık artırılarak ısıl işlem sıcaklığına ulaşılmıştır. Soğutma işleminde ise sıcaklık her 5 dakikada 10°C düşürülerek oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur. Isıl işlem süresince meydana gelebilecek oksitlenmeyi önlemek için, numuneler havası boşaltılmış cam tüpler içerisine alınmıştır. Tüpler argon gazı ile temizlendikten sonra kapatılmıştır.

Isıl işlem sürecini takiben, numunelerin her biri sertlik deneyleri için kalıplanmış ve mekanik olarak parlatılmıştır.

Kristallerin çekme işlemi, Hounsfield firmasına ait, masa üstü tasarımlı iki çeneli, çeneleri mekanik olan, çekme hızı 0.5 mm/dakika'dan 250 mm/dakika'ya 50 kN'luk, 25 mm/dakika'dan 500 mm/dakika'ya 25 kN'luk çekme ve sıkıştırma kuvvetleri kapasitesine sahip dijital elektro-mekanik test makinesi ile yapılmıştır.

Bu çalışmadaki i) statik (geleneksel) sertlik ii) derinlik duyarlı (dinamik) mikrosertlik ölçümleri, Shimadzu firmasına ait DUH-W201S model dinamik ultra mikrosertlik cihazı kullanılarak yapılmıştır (Şekil 3.5). Dinamik analizler için 10, 20, 30, 40 ve 50 mN'luk yükler de ayrı yükleme boşaltma (load-unload) eğrileri elde edilmiştir. Hassasiyeti artırmak amacıyla her bir yük için en az beş ölçüm alınmıştır. Bütün ölçümler için maksimum yükteki bekletme süresi 300 s olarak seçilmiştir. Ayrıca, yükleme ve boşatma hızları da bütün ölçümler için aynı olup 4.4130 mN/s'dir.



Şekil 3.5 Sertlik deneyleri için kullanılan DUH-W201S'nin genel görünümü (<http://www1.shimadzu.com/products/test/hardness/duh201.html>)

Statik mikrosertlik değerleri, dinamik ölçümler sırasında açılan izin çapının optik yolla ölçülmesi sonucunda elde edilen verilerin, Denklem (3.1)'in kullanımı ile elde edilmiştir.

$$H = k \frac{P_{maks}}{d^2} \quad (3.1)$$

Burada P_{maks} ; uygulanan maksimum test yükünü (N), d açılan izin çap ortalamasını (μm) göstermektedir. Denklemdaki k ise sabit olup, Vickers çentici için 1.8544'dir.

Derinlik duyarlı mikro çentik deneylerinde Oliver-Pharr metodu kullanılmıştır (Oliver ve Pharr, 1992).

3.2 Oliver-Pharr Metodu

1970'li yılların başlarında Ternovskii (Ternovskii vd., 1973), Bulychev (Bulychev vd., 1975; 1976; 1987), Shorshorov (Shorshorov vd., 1982) gibi araştırmacılar, DDM deneylerinden elde ettikleri yük-yerdeğiştirme (Şekil. 3.6) eğrilerini, elastiklik modülünün elde edilmesinde kullanmışlardır.

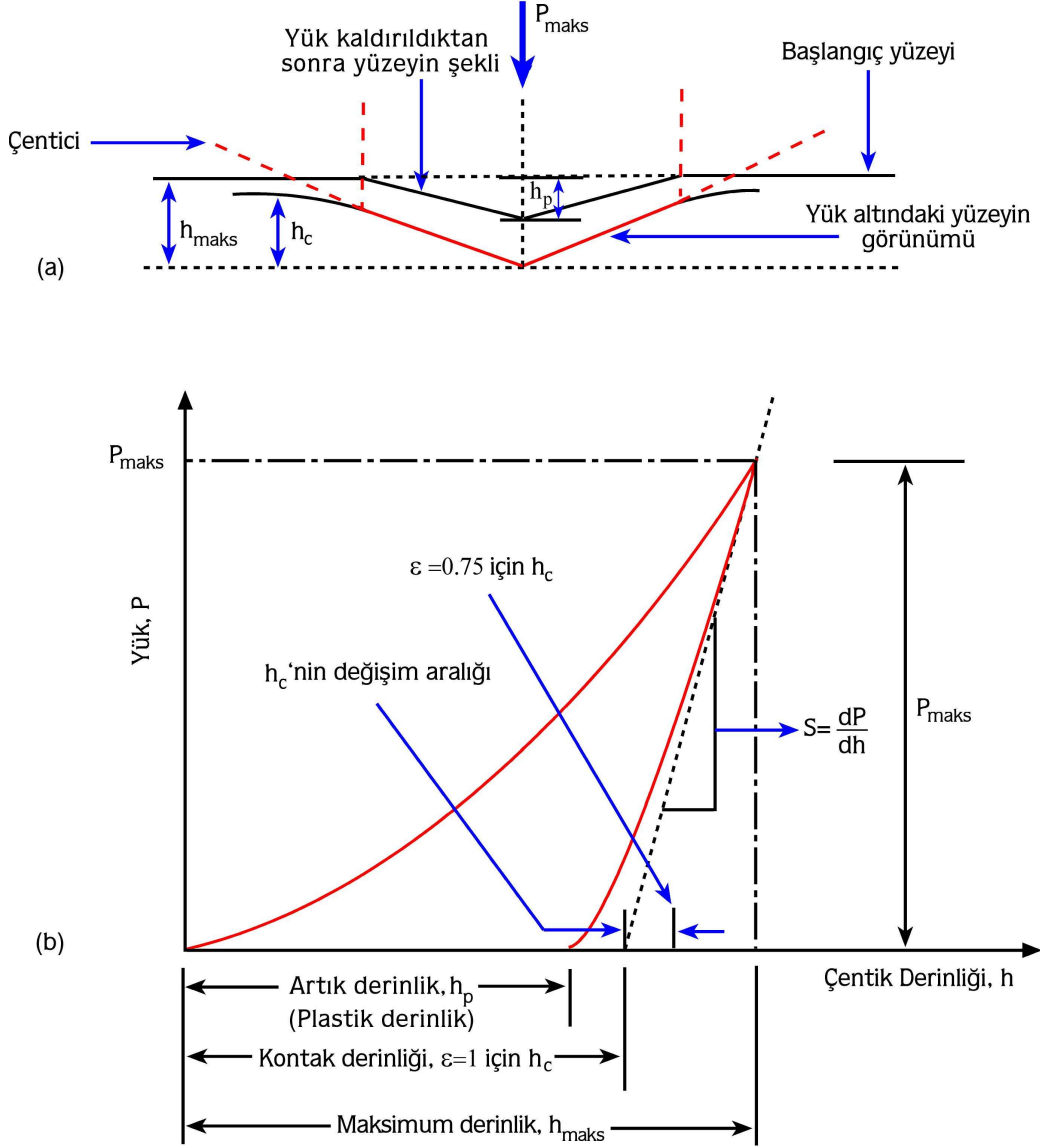
1986 yılında Dorner ve Nix tarafından, yük-yerdeğiştirme eğrilerini analiz etmekte kullanılan yeni bir yöntem geliştirilmiştir. Oldukça yoğun ilgi gören bu yöntemde, boşaltma eğrisinin başlangıç kısmı lineer kabul edilir ve çenticingin (indenter) kontak derinliği, boşaltma eğrisinin başlangıç kısmına çizilen teğetin, yerdeğiştirme eğrisini kestiği nokta dikkate alınarak hesaplanır. Bu şekilde oldukça basit lineer bir yaklaşımla elde edilen verilerden hesaplanan sertlik ve elastiklik modül değerleri, bazı durumlarda (ISE sebebi ile) olası değerden oldukça büyük çıkmaktadır (Franco vd., 2004).

1992'de Oliver ve Pharr, yaptıkları çalışmalarında Şekil 3.6(a) da yatay kesiti verilen bir çentici için farklı parametreler kullanarak, elastiklik sabiti hesabı için,

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (3.2)$$

denklemini önermişlerdir. Denklemdaki $S = \frac{dP}{dh}$, Şekil 3.6 (b)'den de görüleceği gibi, yük-yerdeğiştirme eğrisinin boşaltma kısmının başlangıcından deneysel olarak ölçülmektedir. Denklemdaki E_r , indirgenmiş modülünü A_c ise elastik kontakın

izdüşüm alanını göstermektedir. Başlangıç kontak katılığı (S) ve kontak alanı (A_c) (optik olarak ölçülen izdüşüm alanına eşit olduğu kabulü ile) belirlenerek indirgenmiş modül değeri türetilmiştir (Oliver ve Pharr, 1992).



Şekil 3.6 (a) Çentığın yatay kesiti (b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük-yerdeğiştirme eğrisinin şematik gösterimi

Kontak alanı; çentici geometrisi ve maksimum yükteki kontak derinliği h_c , kullanılarak belirlenebilir. Çentici önemli şekilde deforme olmadığı takdirde, maksimum yükteki izdüşüm kontak alanı,

$$A=F(h_c) \quad (3.3)$$

ile hesaplanabilir. F 'nin fonksiyon türü, analiz yapılmadan önce belirlenmelidir.

Şekil 3.6(a) da yatay kesiti verilen bir çentici ile numuneye yükün uygulandığı herhangi bir anda toplam yerdeğiştirme h 'yi,

$$h=h_c+h_s \quad (3.4)$$

şeklinde ifade etmişlerdir. h_c , kontak derinliği, h_s ise kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesidir. Maksimum yük P_{maks} , bu yükteki yerdeğiştirme h_{maks} 'dır. Çentici üzerindeki yük kaldırıldığında, elastik yerdeğiştirmenin toparlandığı ve çentici tamamen numuneden geri çekildiğinde, numune yüzeyinde kalan iz derinliği h_p 'dir (Şekil 3.6(b)).

Deneysel kontak derinliği,

$$h_c=h_{maks} - h_s \quad (3.5)$$

şeklinde belirlenir. h_{maks} , deneysel olarak ölçülebilmektedir. Bu durumda, analiz için belirleyici olan, yük-yerdeğiştirme eğrisinden kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesi h_s 'nin nasıl belirleneceğidir.

Kontak çevresindeki yüzeyin eğriliği, çentici geometrisine bağlıdır. Konik bir çentici için, kontak dışındaki yüzey alanı Sneddon (1965) tarafından,

$$h_s = \frac{(\pi - 2)}{\pi} (h - h_p) \quad (3.6)$$

ifadesi ile verilmiştir. Sneddon'un çözümü, yerdeğiştirmenin sadece elastik bileşeni için uygulandığından Denklem (3.6)'deki $(h - h_p)$ niceliği, h yerine kullanılmıştır. Buna ilave olarak Sneddon tarafından yük-yerdeğiştirme ilişkisi konik çentici için,

$$(h - h_p) = 2 \frac{P_{maks}}{S} \quad (3.7)$$

şeklinde ifade edilmiştir. Burada S , stiffness sabiti olup, katının deformasyona karşı direncinin bir ölçüsüdür. Denklem (3.7) denklem (3.6)'da yerine yazılarak maksimum yükteki kontak alanı,

$$h_s = \epsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (3.8)$$

elde edilir. Denklem (3.8)'de ϵ , konik uç için geometrik sabit olup $[\frac{2}{\pi}(\pi-2)]$ ' ya da 0.72 dir. Bu değer Denklem (3.5)'de yerine yazılırsa, kontak derinliği,

$$h_c = h_{maks} - \epsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (3.9)$$

şeklinde elde edilmiş olur.

Oliver-Pharr metodu ile elastiklik modülüne ilave olarak sertlik de hesaplanabilmektedir. Bu metotta sertlik, materyallerin yük altında dayanabileceği basınç olarak tanımlanmıştır. Bu tanım ile sertlik,

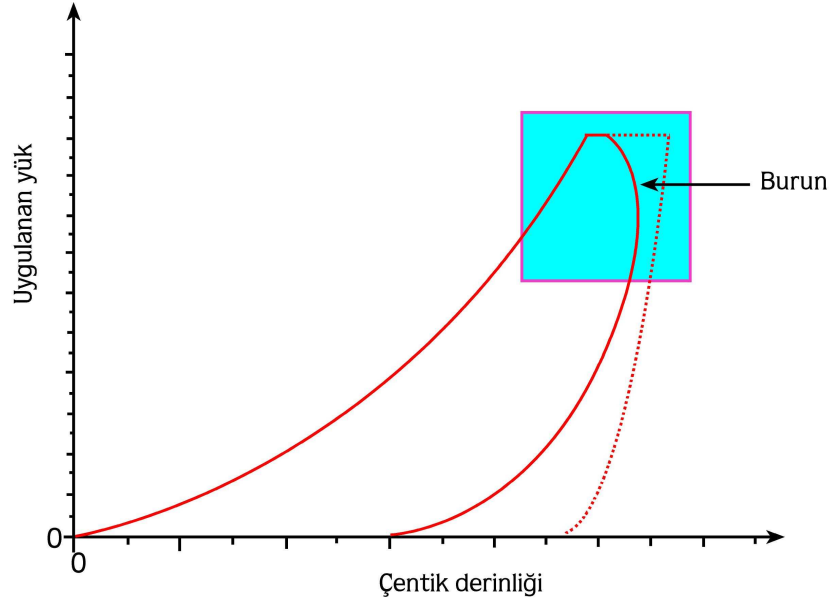
$$H = \frac{P_{maks}}{A} \quad (3.10)$$

denklemini ile hesaplanılmaktadır. Denklemdeki A , Denklem (3.3) ile hesaplanan maksimum yükteki izdüşüm alanıdır. Diğer taraftan, Denklem (3.10) ile hesaplanan sertlik değeri, çentik boyutunun direkt ölçülmesi (geleneksel metot) ile hesaplanan sertlik değerinden farklı olabilir. Bu durum, yük altında bazı malzemelerin, kontak alanının belirli oranda plastik olarak deforme olmamasından kaynaklanmaktadır. Bunun sonucunda, geleneksel metot kullanılarak ölçülen kontak alanı (çentik atıldıktan sonra geriye kalan izin optik yolla ölçülmesi), maksimum yükte belirlenen kontak alanından daha küçük olabilmektedir. Bu durum Oliver-Pharr tarafından geniş bir şekilde tartışılmıştır (1992).

3. 3 Oliver-Pharr Metodunda Düzeltme

Oliver-Pharr metodunda kullanılan denklemler, yük-yerdeğiştirme eğrilerindeki boşaltma kısmının tamamen elastik olduğu kabulüne dayanır. Ancak numune ile çentici arasındaki bu etkileşimin birçok durumda elastik olmadığı iyi bilinmektedir. Örneğin, pek çok numunenin mikro ve nanomekanik karakterizasyonu ilgili olarak literatürde sunulan çalışmalarda, sürünme davranışının gözlemlendiği bildirilmiştir (Feng ve Ngan, 2001; 2002, Ngan ve Tang, 2002; Elmustafa ve Stone, 2002; Beake ve Leggett, 2002). Bir çentme deneyinde sürünme davranışının etkin olması durumunda, Oliver-Pharr metodu kullanılarak hesaplanacak kontak sertliğinin, olası değerinden daha yüksek olacağı bildirilmiştir (Feng ve Ngan, 2001; 2002; Chudoba

ve Richter, 2001; Tang ve Ngan, 2003). Özellikle, boşaltma hızının çok düşük, maksimum yükte bekletme süresinin az ve test yükünün (P_{maks}) belirli bir kritik değerden büyük tutulduğu çentme deneylerinde, yükün numune üzerinden kaldırılmaya başlanmasına rağmen, (çok kısa bir süre için de olsa) çentimin numune içerisinde ilerlemeye devam ettiği durum söz konusu olabilmektedir (Ngan ve Tang, 2002). Böyle bir durum, yük-yerdeğiştirme eğrilerinde (genellikle boşaltma kısmının başlanıcında) bir 'burun' oluşumu şeklinde kendisini göstermektedir. Bu durum şematik olarak Şekil 3.7'de görülmektedir. Burun gözlenmesi durumunda, (Oliver-Pharr yönteminde olduğu üzere) boşaltma kısmının başlanıcına çizilecek teğetin eğiminden hesaplanacak kontak katılığı (buna bağlı olarak da indirgenmiş elastiklik sabiti) negatif olacaktır. Negatif E_r değerinin, fiziksel olarak bir anlamı yoktur. Sürünme davranışının çok fazla etkin olmaması durumunda, maksimum yükte bekletme süresi artırılarak burun davranışı ortadan kaldırılabilir. Ancak böyle bir durumda bile, Oliver-Pharr metodundan elde edilen sonuçların güvenilir olmayacağı ve hesaplamaların düzeltilmesi gerektiği bildirilmiştir (Ngan ve Tang, 2002).



Şekil 3.7 Genel olarak burun'un şematik gösterimi

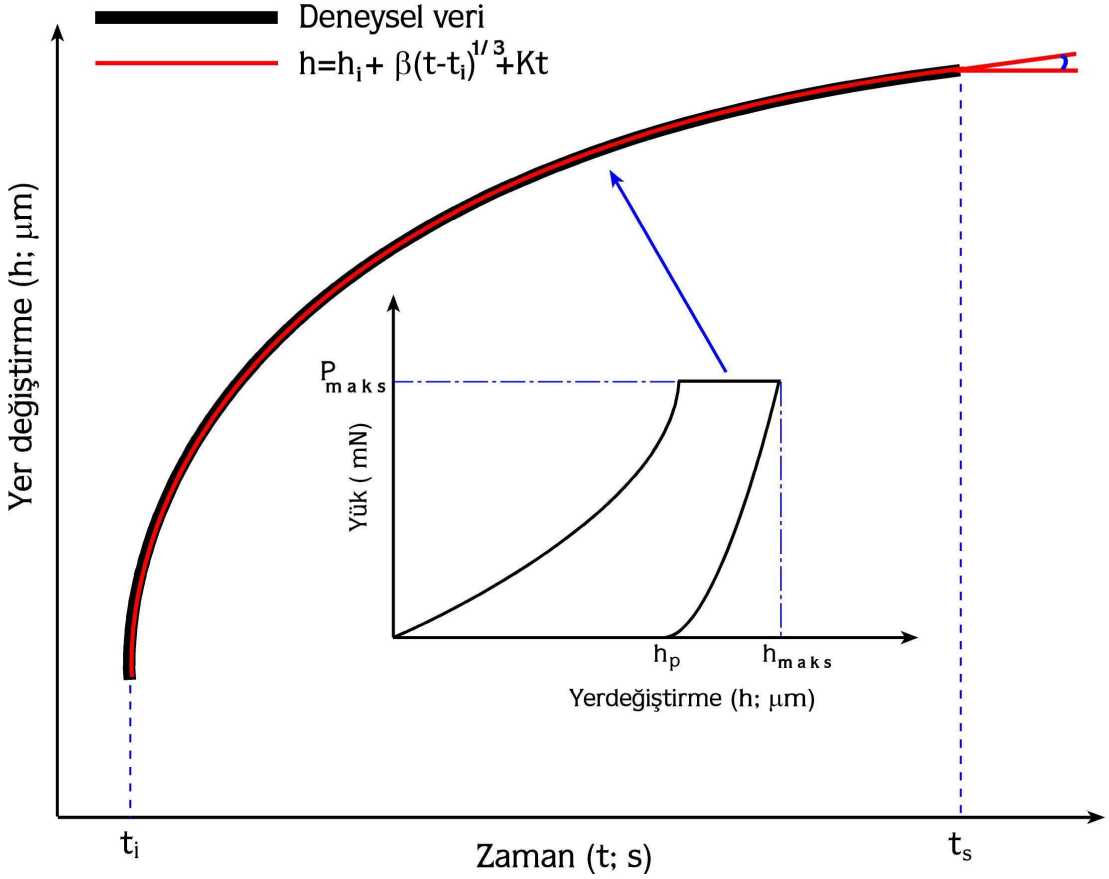
İndirgenmiş elastiklik sabiti E_r 'nin hassas bir şekilde belirlenebilmesi, boşaltma kısmının başlanıcındaki elastik kontak katılığı S 'nin doğru bir şekilde hesaplanabilmesine bağlıdır. Çentme işlemine maruz bırakılan bir numunede, yükün

kaldırılması sürecinde tümüyle elastik bir toparlanma gözlenmesi durumunda, Denklem (3.2), (3.3) ve (3.9), kontak katılığının belirlenmesinde kullanılabilir. Fakat elastik deformasyonun yanında, sürünmenin de meydana gelmesi durumunda, kontak katılığının hesabı için,

$$\frac{1}{S} = \frac{1}{S_u} + \frac{\dot{h}_h}{|\dot{P}|} \quad (3.11)$$

denkleminin kullanılması daha uygun olacaktır. Denklem (3.11)'de eşitliğin sağındaki ilk kısım S_u , Oliver-Pharr metodundan hesaplanan kontak katılığıdır. İkinci terim $\frac{\dot{h}_h}{|\dot{P}|}$, termal sürüklenmeden dolayı ilave edilen düzeltme terimidir. Bu terimde

\dot{h}_h , yükün tutulduğu en son noktada ucun yerdeğiřtirmesi (creep rate) ve \dot{P} , boşaltma kısmının başlangıcında, yükü kaldırılma hızıdır (unloading rate).



Şekil 3.8 Yük-yerdeđiřtirme eğrisindeki sürünmeye karşılık gelen yerdeđiřtirme zaman grafiđi

Düzeltilme teriminde yer alan \dot{h}_h , $h=h_i+\beta(t-t_i)^{1/3}+Kt$ denkleminin Şekil (3.8)'de gösterilen yerdeğiştirme-zaman grafiğine fit edilmesi ile elde edilmektedir. Denklemdaki h_i , β , t_i ve K fit edilen eğri sabitleridir. \dot{P} , yükü boşaltma hızı olup deneyden önce belirlenmektedir.

Gerçek kontak katılığı, düzeltme faktörünün hesaplanması ile elde edilir ve Denklem (3.2)'de yerine yazılarak elastiklik sabiti düzeltilir. Sadece kontak katılığında yapılacak olan düzeltme, elastiklik sabitindeki eksikliği tamamen ortadan kaldırmayacaktır. Kontak derinliği kullanılarak hesaplanan kontak alanı, A_c , elastiklik sabitini etkileyen diğer bir faktördür. Sürünme sebebi ile kontak alanında oluşabilecek hata, Tang ve Ngan (2003) tarafından aşağıdaki yöntem izlenerek düzeltilmiştir.

Sürünme etkisini kontak derinliği (h_c) üzerinden kaldırmak için, çentiginin numune içerisindeki toplam yerdeğiştirmesi h ; (i) elastik yerdeğiştirme h_e , (ii) zamandan bağımsız sürünme yerdeğiştirmesi h_t , ve (iii) plastik yerdeğiştirme h_p 'nin toplamı olarak kabul edilmiştir (Tang ve Ngan, 2003).

$$h = h_e + h_t + h_p \quad (3.12)$$

Konik çentici için Sneddon (1965) tarafından türetilen denklemin sonucu, sadece elastik bileşen için kontak derinliğinin toplam yerdeğiştirmeye oranı, $h_c/h = 2/\pi$ olarak kabul edilmiştir. Sonuç olarak, Denklem (3.12)'de, $\frac{h_c - h_p - h_t}{h - h_p - h_t} = \frac{2}{\pi}$ ifadesi

kullanılıp, denklem yeniden düzenlenerek,

$$h_c = h - \left(1 - \frac{2}{\pi}\right)h_e \quad (3.13)$$

ifadesi elde edilmiştir. Denklem (3.13)'ün türetilmesinde kullanılan yöntem, Oliver-Pharr (1992) tarafından Denklem (3.9)'un türetilmesinde kullanılan yöntem ile aynı olup, tek fark h_t sürünme teriminin ilave edilmesidir.

Denklem (3.12) ile boşaltma kısmının başlangıcındaki kontak katılığı S ,

$$\frac{1}{S} = \frac{dh}{dP} = \frac{d(h_e + h_t + h_p)}{dP} = \frac{dh_e}{dP} + \frac{dh_t}{dP} = \frac{dh_e}{dP} + \frac{\dot{h}_h}{\dot{P}} \quad (3.14)$$

şeklinde elde edilmektedir. Denklem (3.14)'te elde edilen \dot{h}_h terimi, Feng ve Ngan (2002) tarafından kullanılan düzeltme terimi (yükün tutulduğu en son noktasındaki sürünme hızı) ile aynıdır. Boşaltma kısmında (Oliver-Pharr'ın yaptığı gibi) uygulanan yükün yerdeğiştirmenin karesi ile ($P \propto h_e^2$) orantılı olduğu kabul edilerek ve ($dP/P=2dh_e/h_e$) kullanılarak Denklem (3.14)'den,

$$h_e = 2P \frac{dh_e}{dP} = 2P \left(\frac{1}{S} - \frac{\dot{h}_h}{\dot{P}} \right) = \frac{2P}{S} \left(1 + S \frac{\dot{h}_h}{\dot{P}} \right) \quad (3.15)$$

bağıntısı elde edilir. (3.15) denklemi, Denklem (3.13)'te yerine yazılarak,

$$h_c = h - \varepsilon \frac{P}{S} \left(1 + S \frac{\dot{h}_h}{|\dot{P}|} \right) = h - \varepsilon \frac{P}{S_e} \quad (3.16)$$

ifadesi elde edilir. Bu denklemde $\varepsilon = 2 \left(1 - \frac{2}{\pi} \right)$ olup, Oliver-Pharr'ın Denklem (3.9)'da kullandıkları sabit ile aynı değere sahiptir. Düzeltilmiş kontak katılığı S_e , Feng ve Ngan (2002)'in (3.11) denkleminde elde ettikleri sonuç ile aynıdır. Denklem (3.16)'da kontak derinliği için düzeltilen ifade, Oliver-Pharr tarafından türetilen (3.9) denklemi ile aynı forma sahip olup sürünme için Feng ve Ngan'nın türettiği (3.11) denkleminde kullanılan düzeltilmiş kontak katılığından farklıdır.

Buraya kadar, elastiklik sabiti (Denklem (3.2))'ne etki eden kontak katılığı ve kontak alanında yapılan düzeltmelerden bahsedilmiştir. Belirli şartlar altında viskoelastik özellik gösteren numuneler için Denklem (3.2) sıhhatli sonuçlar vermemektedir. Öncelikle bu denklemdeki kontak katılığında yapılan düzeltme, bu denklemin uygulanabilirliğini artırmakta fakat denklemdeki eksiklik tam olarak giderilememektedir. Ancak, bu son düzeltme ile kontak derinliği h_c , dolayısıyla izdüşüm kontak alanındaki eksiklik de düzeltilmiştir. Kontak katılığı ve kontak alanının düzeltilmesine bağlı olarak, elastiklik modülü de düzeltilmiştir. Diğer taraftan, izdüşüm kontak alanının düzeltilmesi ile sertlik hesaplamalarında kullanılan (3.10) denklemi, daha kullanılabilir hale getirilmiştir.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, geliştirilmiş Bridgman yöntemi kullanılarak üretilmiş, farklı yönelimlere sahip β -Sn tek kristallerinin bazı mekaniksel özellikleri (sertlik, elastiklik sabiti ve akma zoru), araştırılmış ve elde edilen sonuçlar karşılaştırmalı olarak tartışılmıştır.

4.1 Statik Sertlik Analizi

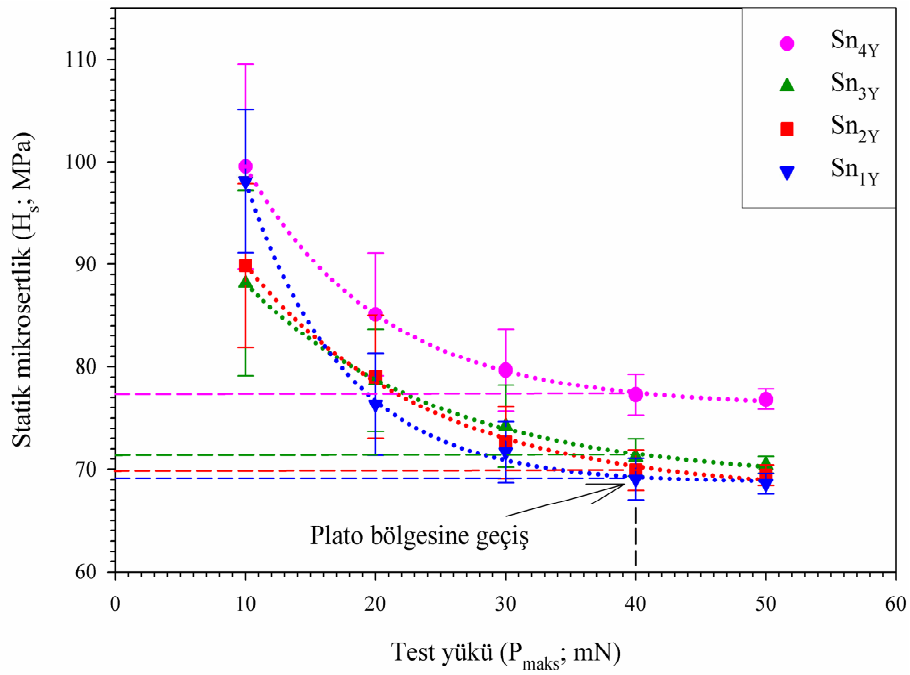
[110] tercihli büyüme doğrultusundan farklı açılarda büyütülmüş β -Sn tek kristallerinin (001) ve (110) düzlemleri üzerinde statik sertlik çalışmaları yapılmıştır. [110] büyüme doğrultusundan sapma açıları 4° , 12° , 15° , ve 20° olan β -Sn tek kristalleri (001) düzlemi için sırasıyla Sn_{1Y}, Sn_{2Y}, Sn_{3Y}, Sn_{4Y} ve (110) düzlemi için Sn_{1K}, Sn_{2K}, Sn_{3K}, Sn_{4K} şeklinde kodlanmıştır. Her iki düzlem için malzemelerin (oda sıcaklığında) 10 farklı noktasına uygulanan 10, 20, 30, 40 ve 50 mN test yüklerinin oluşturduğu izlerin çap ortalamaları kaydedilmiştir. Elde edilen ölçüm sonuçlarından Denklem (3.1) ($H_s = 1.8544 \frac{P}{d^2}$) kullanılarak statik mikrosertlik değerleri hesaplanmıştır. Her bir yönelim için yüke bağlı statik mikrosertlik değerleri (H_s), (001) düzlemi için Tablo 4.1 ve (110) düzlemi için Tablo 4.2’de verilmiştir.

Tablo 4.1 Her bir yönelim için (001) düzleminde hesaplanan statik mikrosertlik değerleri

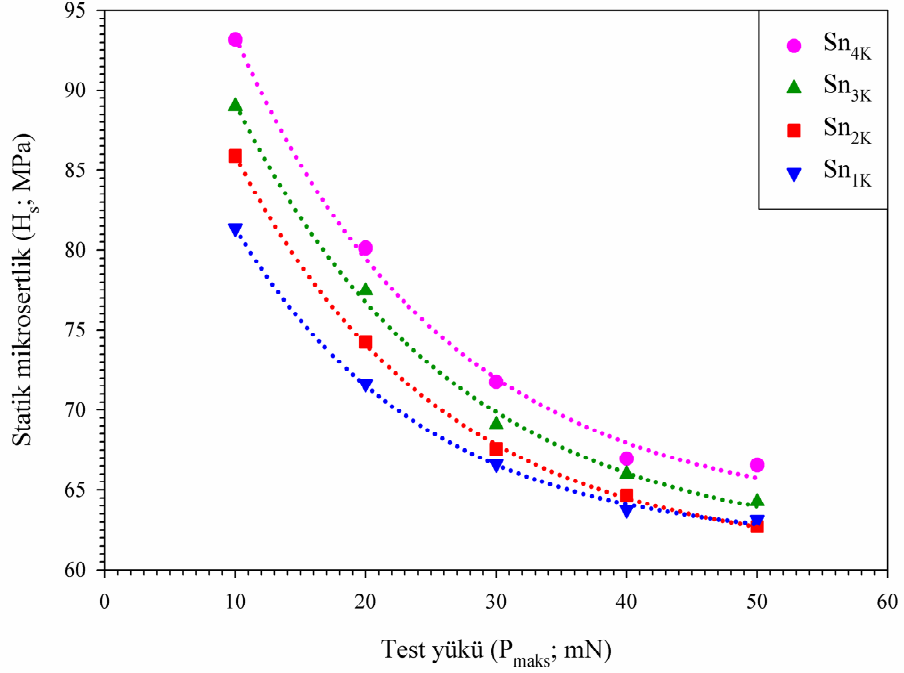
P (mN)	H_s (MPa) Sn _{1Y}	H_s (MPa) Sn _{2Y}	H_s (MPa) Sn _{3Y}	H_s (MPa) Sn _{4Y}
10	98.119	89.878	88.133	99.535
20	76.323	79.001	78.666	85.111
30	71.653	72.613	74.197	79.651
40	69.034	69.910	71.161	77.256
50	68.594	69.402	70.406	76.812

Tablo 4.2 Her bir yönelim için (110) düzleminde hesaplanan statik mikrosertlik değerleri

P (mN)	H_s (MPa)			
	Sn _{1K}	Sn _{2K}	Sn _{3K}	Sn _{4K}
10	81.354	85.886	88.995	93.165
20	71.621	74.248	77.459	80.103
30	66.609	67.560	69.062	71.732
40	63.736	64.637	65.986	66.943
50	63.123	62.685	64.255	66.531



Şekil 4.1 (001) düzleminde elde edilen statik mikrosertlik değerlerinin test yüküne bağlı olarak değişimi



Şekil 4.2 (110) düzleminde elde edilen statik mikrosertlik değerlerinin test yüküne bağlı olarak değişimi

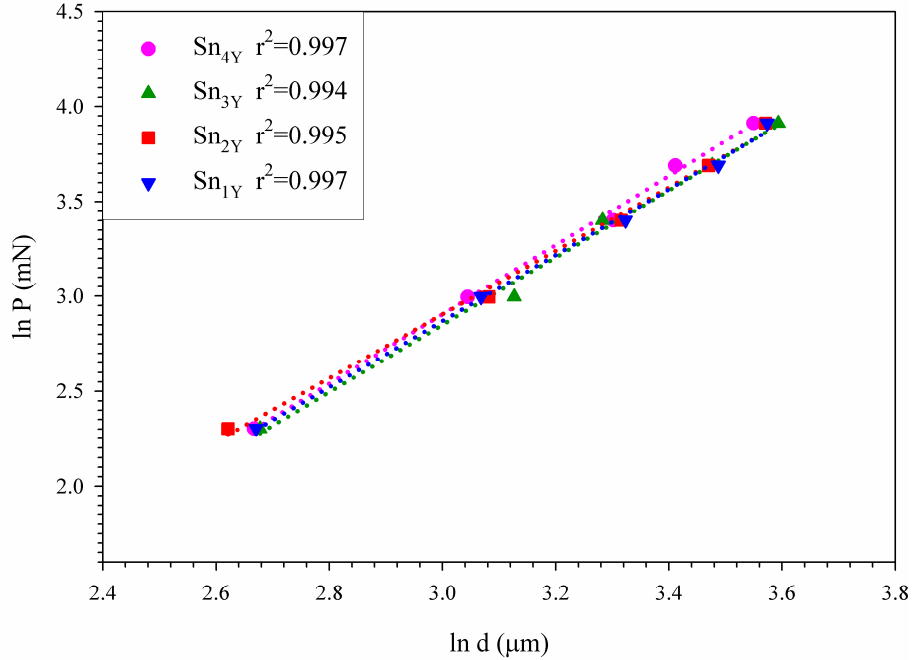
Şekil 4.1 ve 4.2’de ise her iki düzlemde tüm doğrultular için mikrosertliğin, uygulanan test yüküne bağlı olarak değişimi verilmiştir. Grafikler incelendiğinde mikrosertliğin uygulanan test yükü ile azaldığı, 40 mN’dan sonraki büyük yük bölgesinde (H_{LI} ; yükten bağımsız bölge) hemen hemen doyuma ulaştığı ve küçük yük bölgesinde (H_{LD} ; yüke bağlı bölge) yönelime bağlı olarak değiştiği görülmektedir. ISE davranışı olarak bilinen bu durumun literatürdeki olası sebepleri Kesim 1.2’de ayrıntılı olarak verilmiştir. Diğer taraftan, her iki bölgedeki (H_{LI} ve H_{LD}) sertlik davranışı, çentik atılan yüzeyin doğası göz önüne alınarak açıklanabilir. Küçük yük bölgesinde çentici, kristallerin sadece üst yüzey tabakalarına nüfuz etmektedir. Bu tabakaların zor katkılarına bağlı olarak (küçük yük bölgesindeki) sertlik değerlerinde oldukça keskin bir düşüş gözlenmektedir. Yükün artmasına paralel olarak çentinin numune içerisindeki derinliği de artmaktadır. Sertliği, yüzey ve iç tabakaları birlikte etkilemekte ve sertlik yüke bağlı lineer olmayan bir değişim sergilemektedir. Büyük yüklerde iç tabakaların etkisi daha baskın hale gelmekte, sonuç olarak yükün artması sertlikte (hemen hemen) herhangi bir değişim meydana

getirmemektedir. ISE davranışı olarak bilinen bu durum, tek kristaller, seramikler ve birçok alaşımlarda benzerlik arz etmektedir (Li ve Bradt, 1993; Gong vd, 2000).

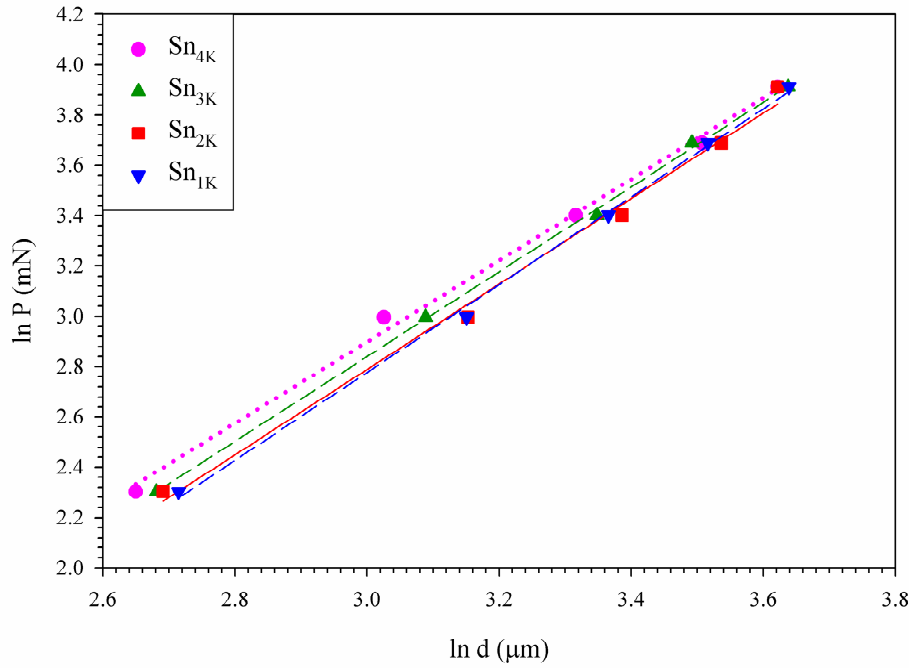
Farklı tür malzemelerde gözlenen ISE davranışını açıklamak için, uygulanan test yükü ve çentik boyutu arasındaki ilişki, literatürde farklı modeller kullanılarak açıklanmaya çalışılmıştır. Bu modellerden geleneksel Meyer kanunu, uygulanan test yükü ve oluşan çentik boyutu arasındaki ilişkiyi, aşağıdaki ifade ile vermektedir.

$$P=Ad^n \quad (4.1)$$

Denklemden 'n' Meyer indisi (üssü), ISE'nin bir ölçüsü, A ise malzeme sabitidir. $n < 2$ için normal ISE, $n > 2$ olduğunda RISE davranışı gözlenmektedir (Şekil 1.8). $n = 2$ olması durumunda, sertlik uygulanan yükten bağımsız olmaktadır. Denklemden A ve 'n' değerleri $\ln P - \ln d$ grafiğinden elde edilmektedir (Şekil 4.3 ve Şekil 4.4). Bu grafiklerden elde edilen n ve A değerleri, Sn_{1Y}, Sn_{2Y}, Sn_{3Y}, Sn_{4Y}, Sn_{1K}, Sn_{2K}, Sn_{3K} ve Sn_{4K} kristalleri için Tablo 4.3'de verilmiştir.



Şekil 4.3 (001) düzleminde, test yükünün çentik boyutu ile değişimi



Şekil 4.4 (110) düzleminde, test yükünün çentik boyutu ile değişimi

Tablo 4.3 (001) ve (110) düzlemleri için Denklem (4.1)'e göre hesaplanan n ve A değerleri (r^2 ; n ve A parametrelerine fit edilen eğrinin uyumunu göstermektedir)

Düzlem	Numune kodu	n	A ($mN/\mu m^n$)	r^2
(001)	Sn _{1Y}	1.740	0.095	0.997
	Sn _{2Y}	1.676	0.119	0.995
	Sn _{3Y}	1.772	0.084	0.994
	Sn _{4Y}	1.822	0.077	0.997
(110)	Sn _{1K}	1.747	0.085	0.994
	Sn _{2K}	1.697	0.099	0.994
	Sn _{3K}	1.666	0.108	0.995
	Sn _{4K}	1.605	0.138	0.993

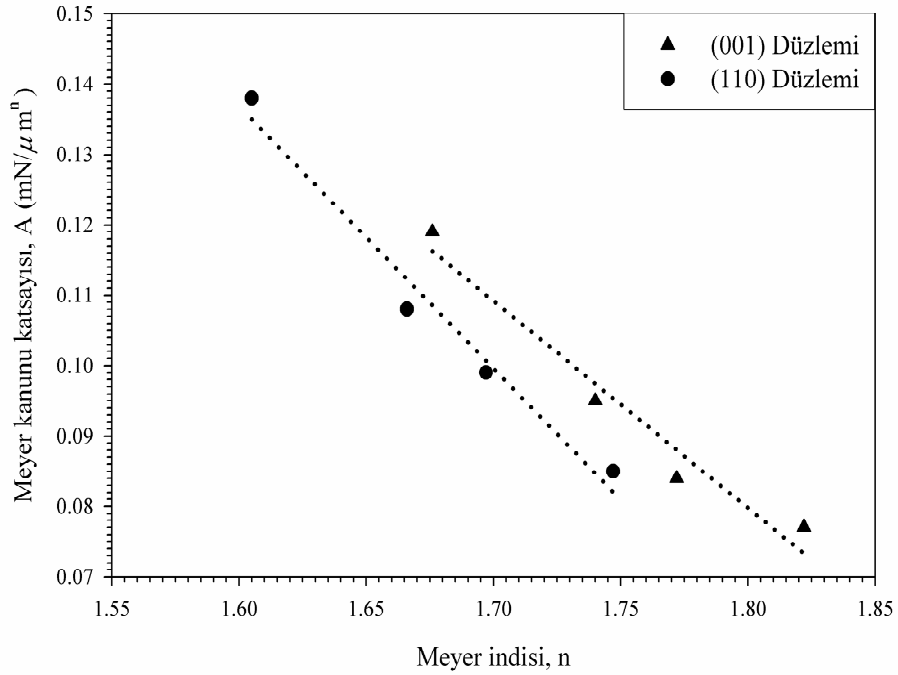
Şekil 4.1 ve 4.2'de gözlenen ISE davranışı için ' n ' değerlerinin ikiden küçük çıkması, literatürde verilen sonuçlar ile oldukça uyumludur (Gong vd., 1999; Bekteş vd., 2004; Şahin vd., 2005; Kölemen vd., 2006; Kölemen., 2006). Li ve Bradt (1993), TiO₂ ve SnO₂ tek kristallerinin farklı kristalografik düzlem ve doğrultularında ' n ' değeri artarken A değerinin azalması şeklinde bir ilişki elde etmiştir. Şekil (4.5)'den görüldüğü gibi, aynı ilişki β -Sn tek kristallerinin her iki düzlemi için de elde

edilmiştir. ‘ n ’ değeri, Upit ve Varchenya (1973) tarafından, dislokasyon ilmeklerinin birbiri ve kristal yüzeyi ile etkileşiminin göstergesi olarak önerilmesine rağmen, ‘ n ’ ve A parametrelerinin fiziksel anlamı halen tam olarak anlaşılammıştır (Gong vd., 2000).

Diğer taraftan, Denklem (3.1) ve Denklem (4.1) birleştirilirse, aşağıdaki denklem elde edilir.

$$H = Bd^{n-2} \quad (4.2)$$

Bu denklemden ISE davranışı için ‘ n ’ değerinin ikiden küçük olması gerektiği açıkça görülmektedir. $n=2$ olması durumunda ISE davranışı ortadan kalkmaktadır (Quinn ve Quinn., 1997; Gong vd., 1999; Kölemen., 2006).



Şekil 4.5 Meyer kanunu katsayısı A ve Meyer indisi ‘ n ’ arasındaki ilişki

Diğer taraftan, yumuşak malzemeler için ‘ n ’ değerinin 1.6’dan büyük, sert malzemeler için 1-1.6 arasında değiştiği literatürde farklı araştırmacılar tarafından belirtilmektedir (Onitsch., 1947; Şahin vd., 2005; Kölemen., 2006). Bu çalışmada, her iki düzlem için elde edilen ‘ n ’ değerleri 1.6’dan büyük olup literatür ile uyum içerisindedir (Tablo 4.3).

Test yükü ve çentik boyutu arasındaki ilişkiyi tanımlayan Meyer kanunu, sadece küçük test yüklerinde uygun sonuçlar vermektedir. Şekil 4.1 ve 4.2'den görüldüğü gibi, tüm numunelerin sertlik değerleri, büyük test yüklerinde doyuma ulaşmaktadır. ISE davranışı için büyük yüklerde gözlenen bu sapma, Meyer kanunu ile açıklanamamaktadır (Gong vd., 1999; 2001; Peng vd., 2004; Karan ve Gupta., 2005). Bu davranışı meydana getiren sebeplerin anlaşılmasında daha fazla bilgiye ihtiyaç duyulmaktadır.

Diğer taraftan, ISE davranışının yüke bağlı ve yükten bağımsız (plato bölgesi) mikrosertlik bölgesinin analizi için PSR modelinin uygun olduğu farklı araştırmacılar tarafından önerilmiştir (Li ve Bradt, 1994; Pal ve Kar, 2003; Bekteş vd., 2004).

$$P = a_1 d + a_2 d^2 = a_1 d + \left(\frac{P_c}{d_0^2}\right) d^2 \quad (4.3)$$

(P_{maks}/d) - d grafiğinden elde edilen a_1 , PSR modelinin mikrosertliğe katkısını, a_2 ise yükten bağımsız mikrosertliği karakterize etmektedir. P_c ve d_0 sırası ile kritik test yükü ve kritik çentik boyutudur. Mikrosertlik, bu kritik değer üstünde yükten bağımsızdır. $a_1 d$ teriminin; Fröhlich ve arkadaşları (1977) numunenin yüzey enerjisine, Li ve Bradt (1993; 1994) orantılı numune direncine, Atkinson (1991), Ma ve Clarke (1995), çentici köşelerinin yerel olarak kaymasına (plastik menteşe gibi davranması), Gong ve arkadaşları (1999) deforme olmuş yüzey tabakasına (katmanı), bağlı olduğunu ifade etmişlerdir. Ayrıca Li ve Bradt (1993), tarafından a_1 ve a_2 sabitlerinin sırasıyla, materyalin elastik ve plastik özellikleri ile ilişkili olduğunu vurgulanmışlardır. Aynı araştırmacılar tarafından, a_1 sabitinin (i) test numunesinin çentici tarafından elastik sıkıştırılmasından ve (ii) numune ve çentici arasındaki sürtünme direncinden meydana geldiği belirtilmektedir. Tek kristallerde ikinci bileşen, numune/çentici ara yüzeyinde oluşan sürtünme etkisi ile ilişkili olup, birinci bileşen direkt olarak numunenin Young modülü (E) ile orantılıdır. Her iki katkı yönelime (çentiğin meydana geldiği düzlemde, çenticingin kristalografik doğrultusu ve çentik oluşturulan düzlem) bağlı, fakat ikinci bileşenin katkısı uygulanan yükün artması ile artmaktadır.

Li ve Bradt (1993) tarafından önerilen PSR modelinde, numuneye P_{maks} yükü uygulandığında, çentik boyutu ile direkt orantılı olan plastik akma (P_r)'nın numune direnci tarafından kısmi olarak etkileneceği kabul edilmiştir. Uygulanan test yükü ve çentik boyutu arasındaki ilişki aşağıdaki şekilde ifade edilir.

$$P_{maks} - P_r = a_2 d^2 \quad (4.4)$$

$P_r = a_1 d$ olup Denklem (4.4)'de yerine yazılarak,

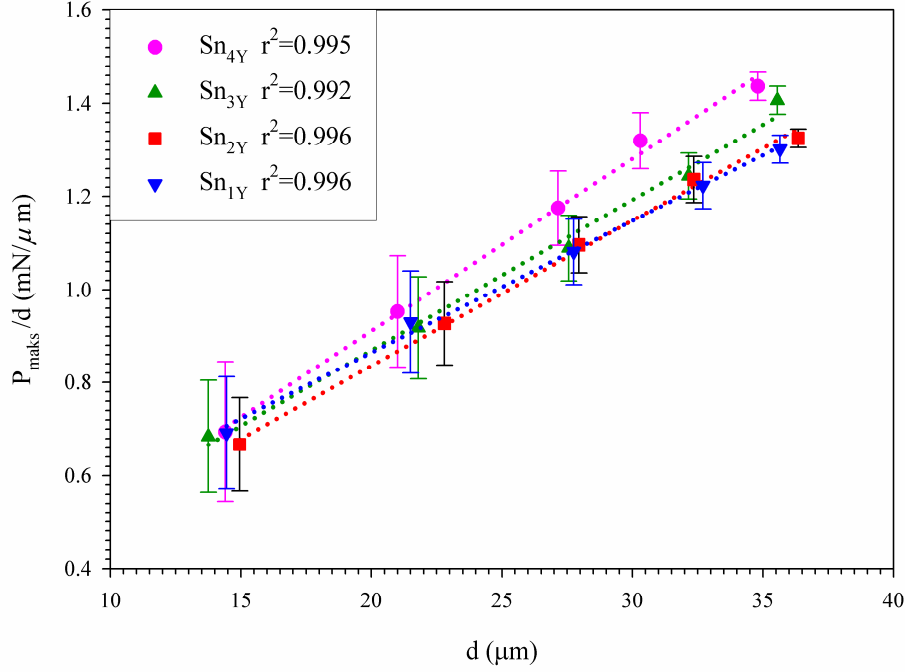
$$P_{maks}/d = a_1 + a_2 d \quad (4.5)$$

denklemini elde edilir.

Denklem (4.5)'e göre (P_{maks}/d)- d grafiği teorik olarak düz bir çizgidir (Şekil 4.6). Bu grafiğin y-eksenini kestiği nokta a_1 , eğim ise a_2 değerini verecektir. PSR modeline göre a_2 değeri, yükten bağımsız (load-independent ya da true hardness; H_{PSR}) sertliğin bir ölçüsüdür. Vickers çentici ile yapılan mikrosertlik testlerinde H_{PSR} , toplam test yükü yerine etkin yük (P_{etkin}), kullanılarak aşağıdaki denklem yardımı ile bulunabilir (Gong vd., 2000).

$$H_{PSR} = \alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - a_1 d}{d^2} \right) = \alpha a_2 \quad (4.6)$$

α , çentici geometrisine bağlı sabit olup, Vickers çentici için 1.8544 dür.



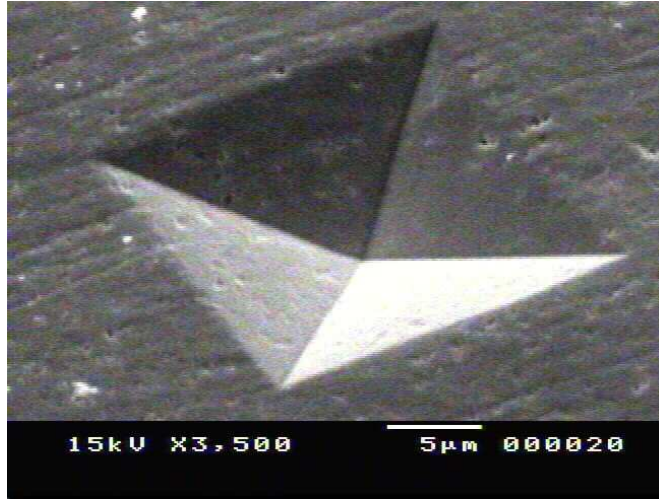
Şekil 4.6 (001) düzlemi için (P_{maks}/d)- d değişimi

Şekil 4.6'da verilen (P_{maks}/d)- d grafiğinden elde edilen a_1 , a_2 , H_{PSR} değerleri Tablo 4.4'de verilmektedir. Tablodan görüldüğü gibi H_{PSR} değerleri H_{LI} değerlerinden oldukça farklıdır. Diğer taraftan, (P_{maks}/d)- d grafiğindeki çizgiler, daha önce belirtilen teorik beklentiden farklı olarak kısmen düşük korelasyon katsayısına sahip olup, lineerlikten az da olsa sapma göstermektedirler.

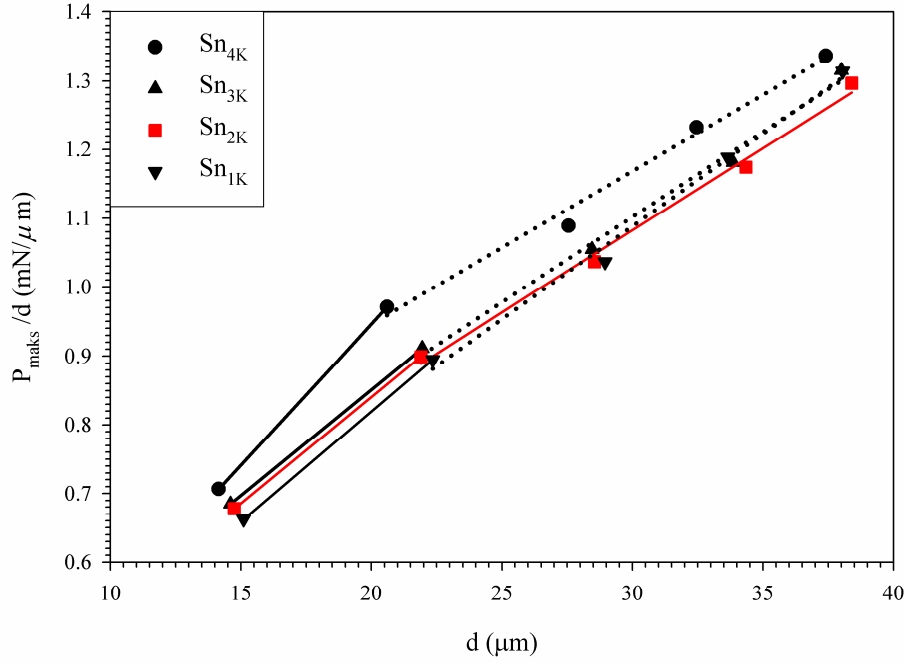
Tablo 4.4 (001) düzlemi için Denklem (4.3)'e göre hesaplanan sertlik parametreleri

Numune kodu	a_1 ($mN/\mu m$)	a_2 ($mN/\mu m^2$)	H_{PSR} (MPa)	H_{LI} Plato değeri (MPa)	r^2
Sn _{1Y}	0.296	0.028	51.923	69.034	0.996
Sn _{2Y}	0.210	0.031	57.857	69.910	0.996
Sn _{3Y}	0.221	0.032	59.897	71.161	0.992
Sn _{4Y}	0.169	0.036	66.758	77.256	0.996

Sertliğin yüke bağımlılığı, yükleme'ye karşı mikroyapıda meydana gelen önemli değişikliklerin göstergesi olarak bilinmektedir (örneğin, mikroçatlaklar). (P_{maks}/d)- d grafiğinde oluşan iki eğim, mikroçatlakların göstergesi olup, meydana gelen deformasyon kırılma (fracture) mekanizmaları ile ilişkilendirilmiştir (Gong., 2000). Şekil 4.7'de verilen Sn_{1Y} tek kristalinin SEM fotoğrafında herhangi bir mikroçatlağın gözlenmemesi ve numunenin homojen bir mikroyapıya sahip olması, Şekil 4.6'da verilen ve mikroçatlağı öngörmeyen lineer davranış ile uyum içerisindedir. Ayrıca, elde edilen izin şekli Virkers çentici ile aynı olmasından dolayı, çalışılan düzlem için yüzey işlemlerinin numune üzerinde önemli bir etkisi olmadığını göstermektedir. Bu sebeple, (001) düzleminde yapılan mikroçentik deneylerinde, mikroçatlak etkilerinin β -Sn tek kristallerinin mekanik özellikleri üzerinde belirgin bir etkiye sahip olmayacağı kanaatindeyiz (Şahin vd., 2006).



Şekil 4.7 Sn_{1Y} tek kristalinin yüzeyinden alınan SEM fotoğrafı



Şekil 4.8 (110) düzlemi için (P_{maks}/d)- d eğrisi

(110) düzleminden elde edilen (P_{maks}/d)- d grafiği Şekil 4.8’de verilmektedir. Eğer Li ve Bradt (1993) tarafından önerilmiş PSR modeli, gerçekten beklenildiği gibi uygun ise, (P_{maks}/d)- d grafiğinin teorik olarak düz çizgi şeklinde olması gerekir. Şekil (4.8)’den bu grafiğinin lineerlikten önemli bir şekilde saptığı görülmektedir. Bu durumda Denklem (4.3), β -Sn tek kristallerinde ortaya çıkan ISE davranışını açıklamada kabul edilebilir bir tanımlama veremeyecektir. Malzemeler birbirinden farklı yükten bağımsız sertlik değerleri ile karakterize edilemezken, uygulanan yük aralığında (110) düzleminde β -Sn tek kristalleri için Şekil. 4.8’den iki farklı sertlik (a_2) değeri elde edilmektedir. Sonuç olarak, bu kristallerinin ISE davranışı, PSR modeli ile açıklanamayacaktır. Benzer bir sonuç Babini ve çalışma grubu tarafından ortaya konulmuştur (Babini vd., 1987).

Sangwal ve arkadaşları (2003), kobalt bazlı alaşımlarda (P_{maks}/d)- d grafiğinden iki farklı eğim elde etmişlerdir. Benzer bir durum Tate (1945) tarafından seramik malzemelerde elde edilmiştir. $P(d)$ grafiklerinde görülen bu süreksizlikler, tek kristallerde kusur yapısı, polikristallerde ise tane büyüklükleri ile ilişkilendirilmiştir.

Ayrıca Sangwal ve çalışma grubu (2003) tarafından bu süreksizlikler, çentik zorlarının gevşeme süreci ile açıklanmıştır.

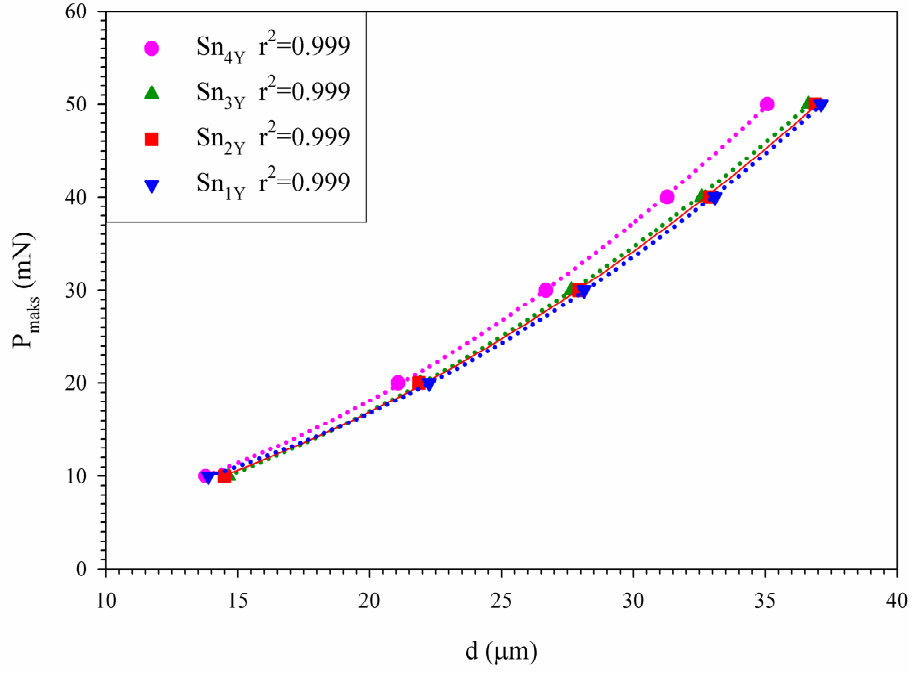
Diğer taraftan, RISE davranışı için a_1 değerlerinin negatif olacağı belirtilmelidir. Li ve Bradt (1993)'e göre elastik yüzey zorlarının sıkıştırıcı olması durumunda a_1 'in işareti pozitifdir. Negatif a_1 değerleri ise yüzey zorlarının gerilme olduğu anlamına gelmekte ve RISE davranışı, çentici tarafından yüzeyde oluşturulan bu zorların gevşemesi ile ilişkilendirilmektedir. Fakat β -Sn tek kristallerinin (110) düzleminde yüzey zorlarının gevşemesi, SrLaAlO₄ ve SrLaGaO₄ tek kristallerinde (Sangwal vd., 2003) olduğu gibi, çentik oluşumu esnasında meydana gelen mikroçatlaklardan kaynaklanmaktadır.

Deney sonuçlarının PSR modeli ile tanımlanmasında, $P(d)$ grafiğinde görülen bu sapmanın muhtemel bir açıklaması, PSR modeli $d=0$ olduğunda numune direncini, $W=a_1d$, sıfır kabul etmektedir. Bu durum, çalışılan numunede kalıcı deformasyon oluşturabilmek için gerekli yükün sıfır olduğu anlamına gelmektedir. Fakat, Gong ve arkadaşları tarafından (Gong vd., 1999) bu tanımlamanın makul olmadığı belirtilmektedir. Diğer bir açıklama ise bu modelde plastik akma ($P_r=a_1d$) için malzeme direncinin doğru tanımlanmamasından kaynaklanabileceğidir. Bu modelde, materyalin direnci bir yayın elastik direncine benzer düşünülmüştür. Fakat bu çalışmada kullanılan malzemeler Babini ve arkadaşlarının (1987) da yaptığı gibi, çentik testlerinden önce mekanik parlatma işlemine tabi tutulmuşlardır. Mekanik parlatma süreçlerinde, malzeme sıkıştırma veya çekme gibi artık zorlara maruz kalabilmektedir (Samuel vd., 1989). Bu sebeple materyal direnci, P_r , bir yayın elastik direnci olarak düşünülebilir. Artık yüzey zorlarının (residual surface stress) olması sebebiyle böyle bir yay, uygulanan zorlara maruz kalmadan önce, sıkıştırma ya da gerilme durumunda olmuş olabilir. Bu nedenle, Gong ve arkadaşları tarafından (Gong vd., 1999), PSR modelinin düzeltilmiş formu MPSR modeli önerilmiştir.

$$P_{maks} = a_0 + a_1d + a_2d^2 \quad (4.7)$$

İfadede a_0 , mekaniksel işlemlerin sebep olduğu artık yüzey zorları ile ilgili sabittir. a_1 ve a_2 parametreleri Denklem (4.3)'de tanımlanan PSR modeli ile aynı fiziksel

anlama sahiptir. Bu parametreler, $P_{maks}(d)$ deneysel verilerine fit edilen eğriden hesaplanmaktadır. Bu eğriler deneysel verilerle oldukça uyumlu ($r^2=0.999$) olup, Şekil 4.9'da verilmektedir.



Şekil 4.9 (001) düzlemi için $P_{maks}(d)$ eğrisi

MPSR modeli için yükten bağımsız sertlik değeri, H_{MPSR} , etkin yük kullanılarak aşağıdaki şekilde hesaplanabilir.

$$H_{MPSR} = \alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - a_0 - a_1 d}{d^2} \right) = \alpha a_2 \quad (4.8)$$

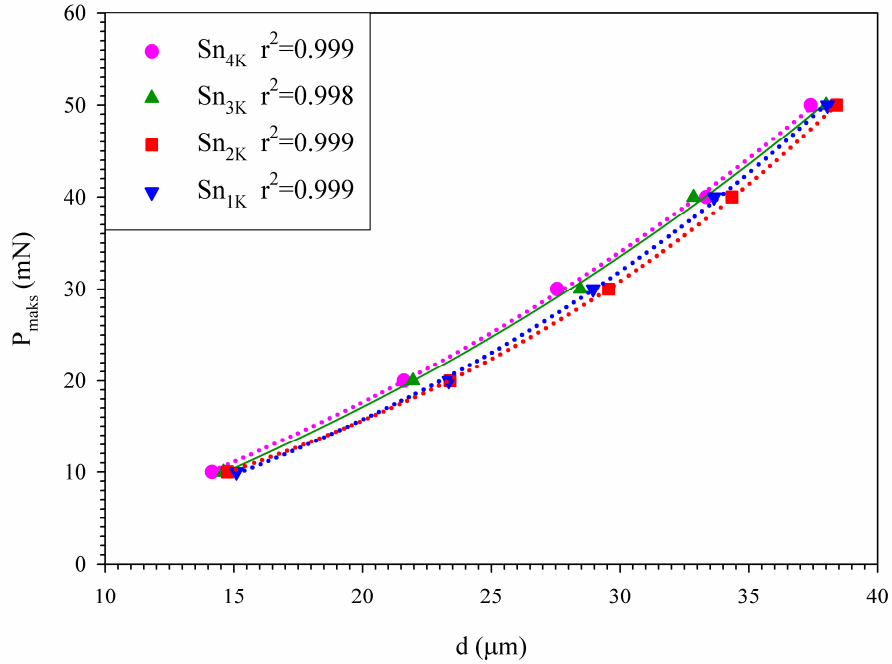
a_0 , a_1 , a_2 ve parametreleri H_{MPSR} değerleri Tablo 4.5'de verilmektedir.

Tablo 4.5 (001) düzlemi için Denklem (4.7)'ye göre hesaplanan sertlik parametreleri

Numune kodu	a_0 (mN)	a_1 (mN/ μm)	a_2 (mN/ μm^2)	H_{MPSR} (MPa)	(H_{Li}) Plato değerleri (MPa)	r^2
Sn _{1Y}	0.274	0.2114	0.0329	61.009	69.034	0.999
Sn _{2Y}	1.403	0.1419	0.0342	63.420	69.910	0.999
Sn _{3Y}	4.579	0.1023	0.0356	66.166	71.161	0.999
Sn _{4Y}	2.752	0.592×10^{-2}	0.0381	70.652	77.256	0.999

Tablo 4.4 ve Tablo 4.5 birlikte incelendiğinde, H_{MPSR} değerlerinin plato değerlerine H_{PSR} değerlerinden daha yakın olduğu görülmektedir. Bu sebeple, (001) düzleminde gözlenen ISE davranışını açıklamak için, MPSR modeli PSR modelinden daha uygun görülmektedir. Tablo 4.5'den görüldüğü gibi, büyüme doğrultusundan sapma açısının artması ile a_0 ve a_2 değerleri artarken, a_1 değerleri azalmaktadır.

(110) düzleminde elde edilen $P_{maks}(d)$ değişimi ise Şekil 4.10'da verilmiştir.

Şekil 4.10 (110) düzlemi için $P_{maks}(d)$ eğrisi

Denklem 4.7'ye göre geleneksel regresyon analizi ile elde edilen her bir eğri, tüm yönelimler için oldukça uyumludur (Tablo 4.6). Elde edilen a_0 , a_1 , a_2 ve H_{MPSR} değerleri Tablo 4.6'da verilmektedir.

Tablo 4.6. (110) düzlemi için Denklem (4.7)'e göre hesaplanan sertlik parametreleri

Numune Kodu	a_0 (mN)	a_1 (mN/ μ m)	a_2 (mN/ μ m)	H_{MPSR} (MPa)	r^2
Sn _{1K}	2.910	-0.049	0.0339	62.864	0.999
Sn _{2K}	1.626	-0.291	0.0332	61.566	0.999
Sn _{3K}	-1.016	0.440	0.0326	60.453	0.998
Sn _{4K}	-2.058	0.480	0.0321	59.526	0.999

Tablo 4.6'da a_0 ve a_2 değerleri, büyüme doğrultusundan sapma açısının artması ile azalırken, a_1 değerlerinin (Sn_{2K} hariç) arttığı görülmektedir. a_0 sabitinin malzeme sabitinden daha çok, numune sabiti olduğu bilinmelidir. Bu parametre sadece malzeme özelliklerine bağlı olmayıp, aynı zamanda numune hazırlama sırasında kullanılan mekanik parlatma süreçlerine de bağlıdır. a_0 'ın negatif değerleri, bu mekaniksel işlemlerden sonra, dikkatli bir şekilde parlatılan test numuneleri için artık yüzey zor büyüklüklerinin makul bir tahmini olarak görülmektedir. Diğer taraftan a_1 parametresi, kristalin büyüme doğrultularına göre farklılık göstermektedir. Bu, mikrosertliğe yüzey katkısının göstergesi olan a_1 için şaşırtıcı değildir. Ayrıca farklı a_1 değerleri tesadüf olmayıp, mikrosertliğe farklı büyüme doğrultularındaki yüzey katkılarının farklı olması ile ilişkilidir (Şahin vd., 2005).

Diğer yandan, malzemelerin deformasyona karşı dirençlerinin bir ölçüsü olan sertlik değerleri, yine malzemelerin deformasyona karşı dirençlerinin bir ölçüsü olan akma zoru (σ_y) ile de benzerlik içinde olmalıdır. Ancak basit, kolay, kısmen numune üzerinde fiziksel bir değişim meydana getirmediikleri için sertlik deneyleri tercih edilmektedir. Ancak, belirtildiği gibi bu iki parametre birbiri ile yakından ilişkilidir.

Şöyleki; sertlik hesaplamalarından hareketle σ_y aşağıdaki denklem yardımı ile elde edilebilir (Cahoon vd., 1971).

$$\sigma_y = \left(\frac{H_{LI}}{2.9} \right) [1 - (n - 2)] \left\{ 12.5 \frac{n - 2}{1 - (n - 2)} \right\}^{n-2} \quad \text{Meyer indisi } n > 2 \text{ ise (4.9)}$$

Eğer $n < 2$ ise bu denklem aşağıdaki basit hale indirgenebilir.

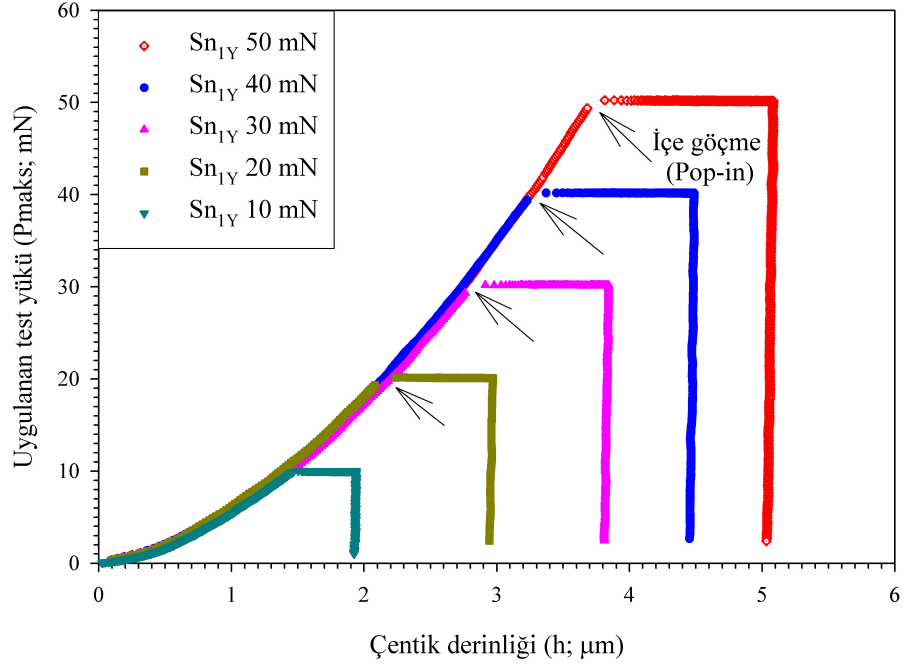
$$\sigma_y = \frac{H_{LI}}{3} \quad (4.10)$$

Bu çalışmada farklı yönelimlere sahip β -Sn kristalleri, büyüme doğrultuları boyunca çekme işlemine tabi tutularak kuvvet-uzama eğrileri çizdirilmiştir. Bu eğrilerden zorlanma eğrilerine geçiş yapılmış ve bu eğriler üzerinde 0.2% zorlanmaya karşılık gelen akma zoru değerleri alınmıştır (Hermann vd., 2003; Lu vd., 2003). Bu şekilde elde edilen akma zoru değerleri 19.842-23.550 MPa arasında değişmektedir.

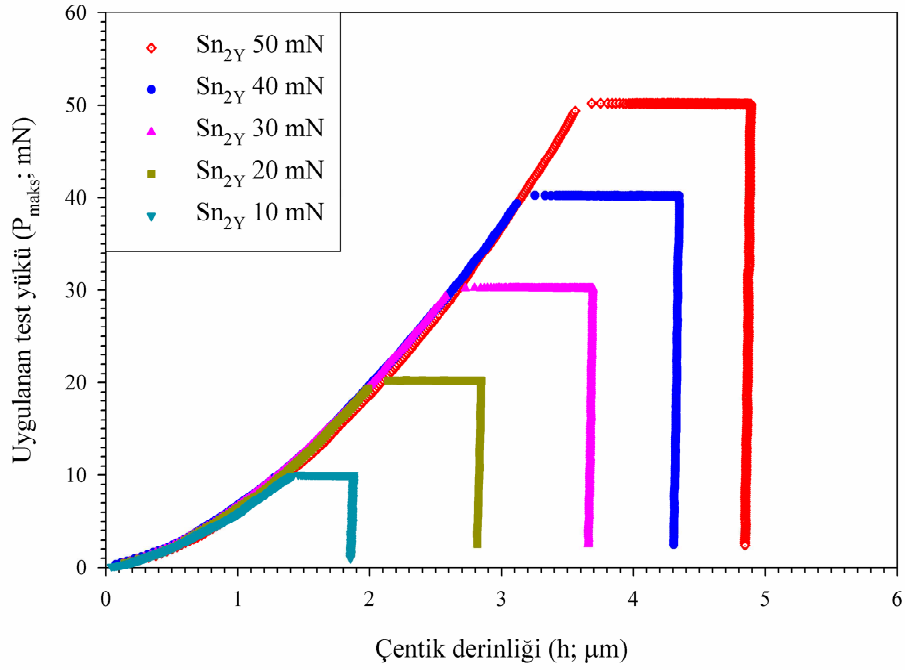
4.2 Dinamik Sertlik Analizi

4.2.1 (001) Düzleminin Dinamik Mikrosertlik Analizi

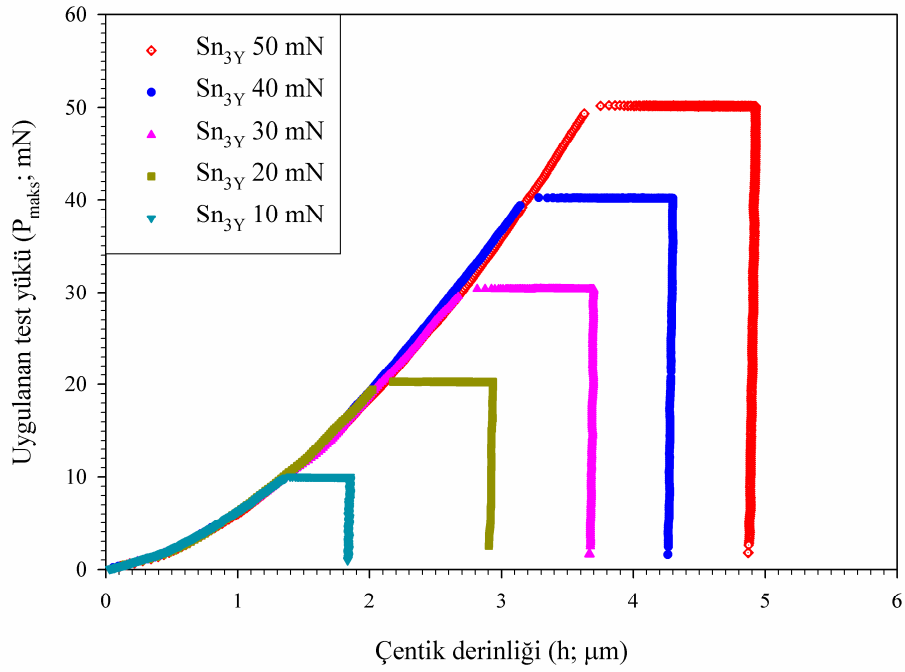
DDM cihazından elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri, numune sembollerinin yazılım sırasına göre Şekil 4.11–14’de verilmektedir. Aynı ayrı her bir maksimum yük için elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri, tek grafikte bir araya getirilmiştir.



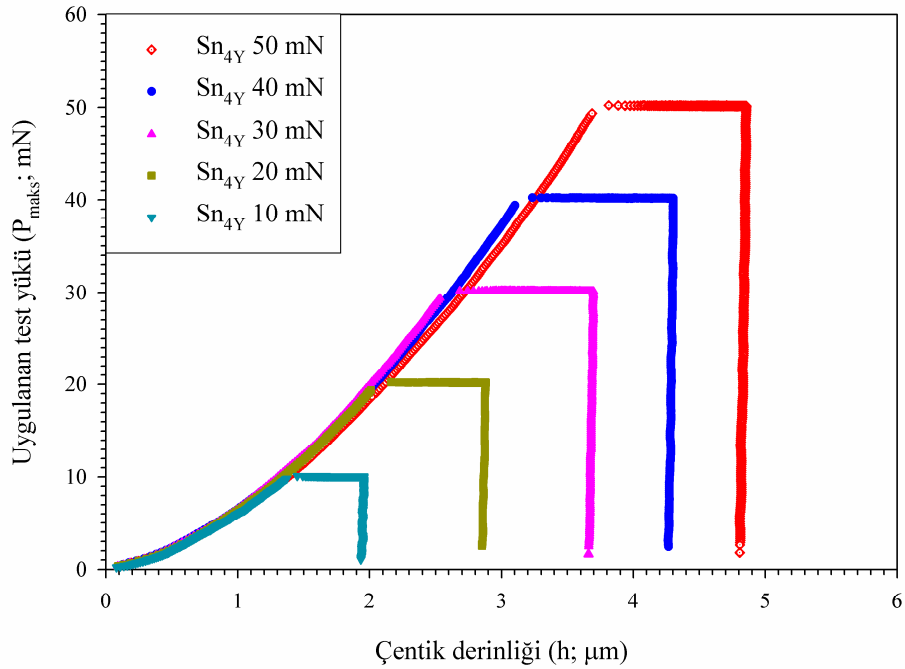
Şekil 4.11 Sn_{1Y} numunesinin (001) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri



Şekil 4.12 Sn_{2Y} numunesinin (001) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri



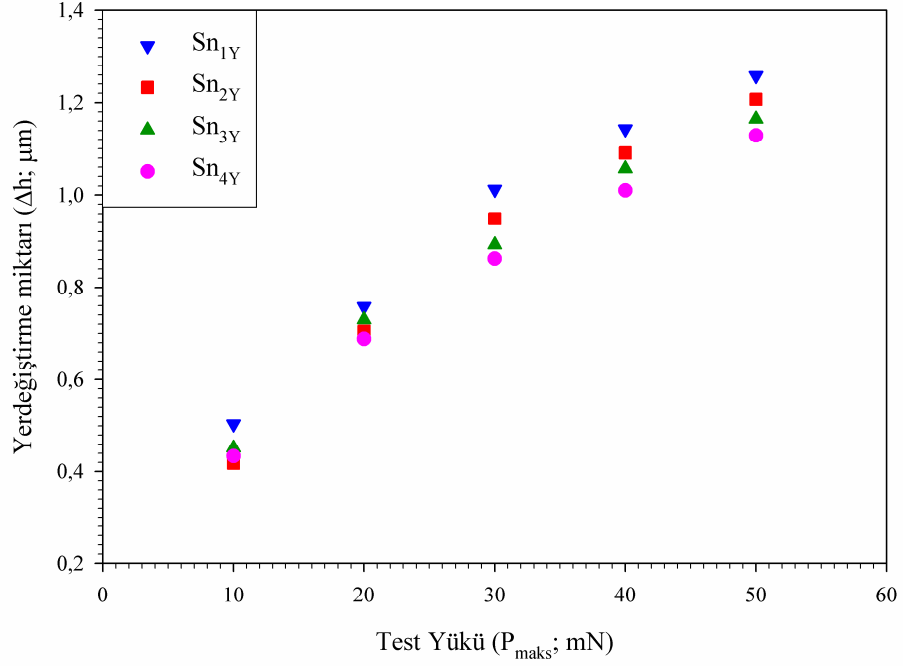
Şekil 4.13 Sn₃Y numunesinin (001) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri



Şekil 4.14 Sn₄Y numunesinin (001) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri

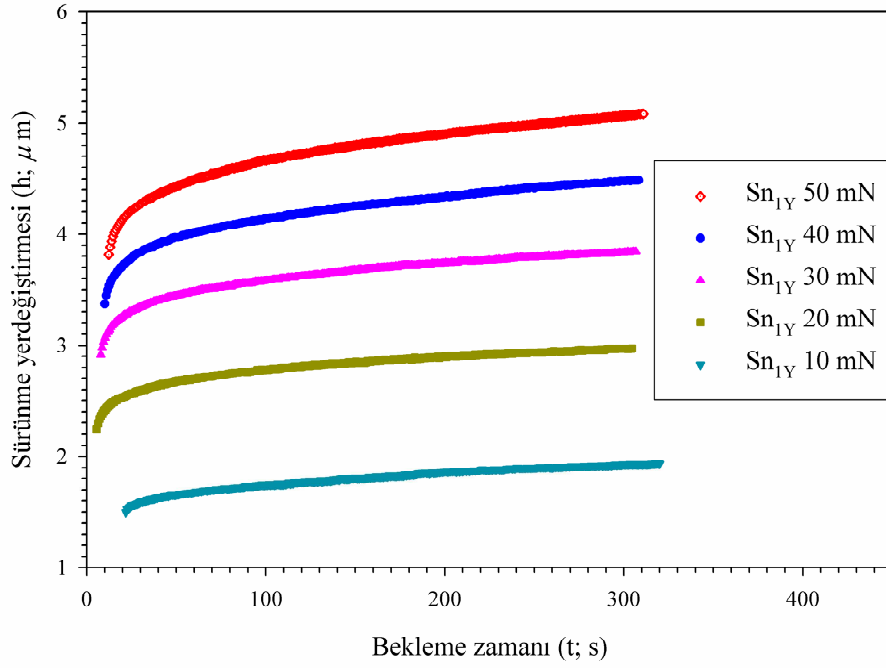
Eğrilerin yükleme kısımları incelendiğinde, bütün yönelimlerde ortak olarak üst üste geldiği gözlenmektedir. Bu davranış açık olarak numunelerin mikro ölçekteki deformasyon karakteristiklerini yansıtmakta olup, bütün yönelimler için hemen hemen aynı olduğu söylenebilir. Yük-yerdeğiştirme eğrilerinin yükleme kısmının sonunda (sürünme başlangıcı) gözlenen kopukluklara benzer davranışlar, literatürde çeşitli numuneler üzerinde yapılan çalışmalarda da gözlenmiştir (Corcoran vd., 1997; Gouldstone vd., 2000; Mann vd., 2002; Lorenz vd., 2003; Zong ve Soboyejo, 2005; Navamathavan vd., 2005; 2006; Gaillard vd., 2006). Bu kopuklukların gözlendiği yer numuneden numuneye farklılıklar göstermesine rağmen içe göçme (pop-in, burst) olarak isimlendirilmiştir. Yük-yerdeğiştirme eğrilerindeki kopukluklar; çentici tarafından oluşturulan zorun, faz geçişi (Kailer vd., 1997; Mann vd., 2002), çatlakların meydana gelmesi (Feltham ve Banerjee, 1992), ya da homojen bir şekilde dislokasyonların çekirdeklenmesi (Corcoran vd., 1997; Gouldstone, 2000; Lorenz vd., 2003; Zong ve Soboyejo, 2005) şeklinde ifade edilmektedir. Diğer taraftan, yük-yerdeğiştirme eğrilerinde oluşan bu süreksizlikler, çentici altındaki malzemenin maksimum makaslama zorunun, teorik makaslama zorunu geçmesi ile açıklanmıştır (Zong ve Soboyejo, 2005).

Yük-yerdeğiştirme eğrilerindeki, maksimum yükteki bekletme (sürünme) süresi aynı olmasına rağmen, yükün artması ile çentinin numune içerisindeki ilerleme miktarının da (Δh) arttığı görülmektedir. Bu değişim Şekil 4.15’de daha açık olarak görülmektedir.

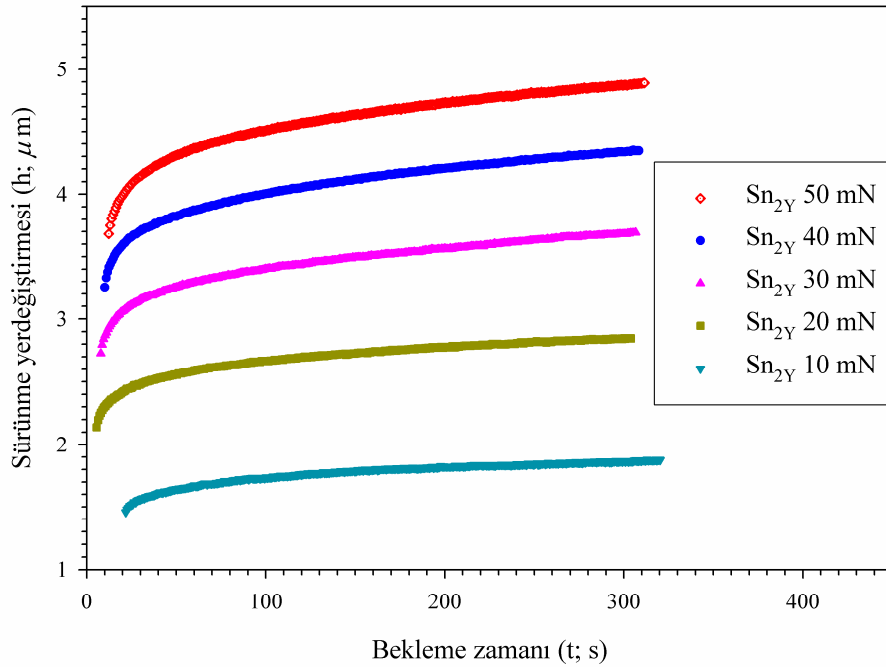


Şekil 4.15 Maksimum yükte çentisinin numune içerisinde ilerleme miktarı

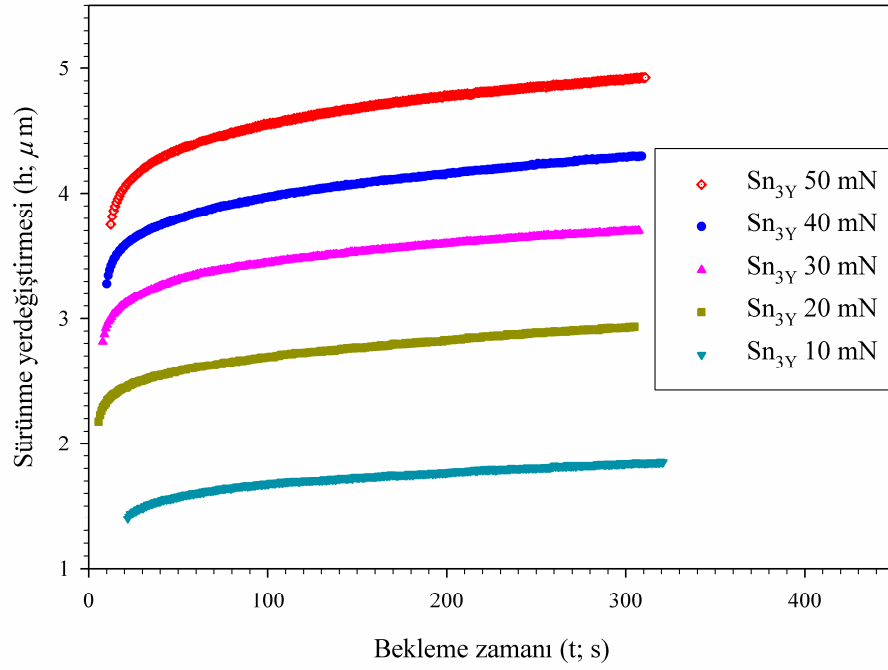
Numunelerin sürünme davranışlarının farklı bir açıdan nitel olarak incelenmesine imkan veren maksimum yüklerdeki yerdeğiştirmelerin zamana bağlı değişimleri ise, Şekil 4.16-19'da verilmektedir. Grafiklerin tümünde ortak olarak görüldüğü gibi, bütün yüklerdeki sürünme yerdeğiştirmeleri (h), başlangıçta ani bir artış gösterdikten sonra platoya ulaşmaktadır. Başlangıçtaki bu ani artış, maksimum yüke ulaşıldığı anda çentisinin numune içerisindeki ilerleme hızının en büyük olduğu anlamına gelmektedir. Plato bölgesinde ise, çentisinin numune içerisindeki ilerleyişi başlangıç yerdeğiştirmesine kıyasla oldukça küçük kalmaktadır. Doyuma ulaşma, 10 mN yük değerinde hemen gözlenirken, 20 mN ve daha büyük yüklerde ise bu sürenin daha uzun olduğu görülmektedir. Buna göre maksimum yükte bekletme sırasında meydana gelen sürünme yerdeğiştirmesinin (Δh) büyük bir kısmı oldukça küçük bir zaman aralığında gerçekleşmektedir.



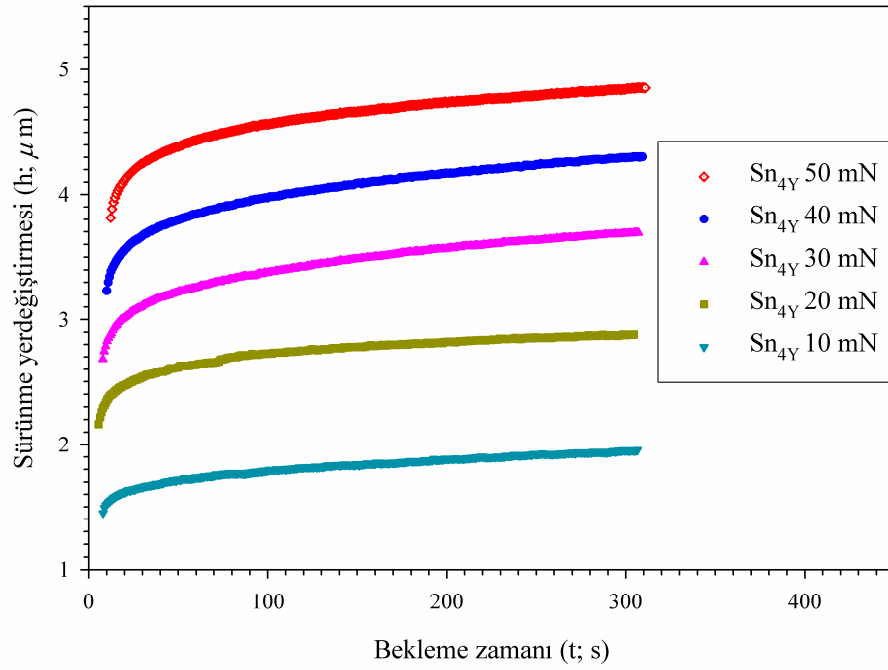
Şekil 4.16 Farklı yükler için, Sn_{1Y} numunesinde gözlenen sürtünme yerdeğiřtirmesinin bekleme zamanına göre deęiřimi



Şekil 4.17 Farklı yükler için, Sn_{2Y} numunesinde gözlenen sürtünme yerdeğiřtirmesinin bekleme zamanına göre deęiřimi



Şekil 4.18 Farklı yükler için, Sn_{3Y} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiřtirmesinin bekleme zamanına göre deęiřimi



Şekil 4.19 Farklı yükler için, Sn_{4Y} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiřtirmesinin bekleme zamanına göre deęiřimi

Boşaltma kısmındaki elastik-plastik davranış incelendiğinde (Şekil 4.11-14), malzemelerin (hemen hemen) dike yakın azalma sergilediği görülmektedir. İlk bakışta bu bölümden deneysel olarak ölçülebilen girme derinliği, plastik derinlik, h_p ve maksimum derinlik h_m parametreleri, malzemenin deformasyon karakteristiği hakkında nicel bir bilgi vermemesine rağmen, malzemelerimizin beklenen çentme davranışını belirlemede h_p/h_m oranı kullanılabilir. Literatürden de bilindiği gibi, buradaki h_p parametresi, plastik girme derinliği olup, h_m ise maksimum yükteki girme derinliğidir. Bu parametrenin $0 \leq h_p / h_m \leq 1$ aralığında değişim gösterdiği literatürde bildirilmektedir (Bolshakov ve Pharr., 1997). Burada alt limit tamamiyle elastik deformasyonu, üst limit ise rijit-plastik davranışı göstermektedir. Yukarıda verilen yük-yerdeğiştirme eğrileri incelendiğinde, bütün yönelim ve yükler için malzemelerin (oda sıcaklığında) neredeyse rijit-plastik bir davranış sergilediği görülmektedir. Bu eğrilerden (h_p/h_m) oranı elde edilerek Tablo 4.7’de verilmektedir. Tablodan görüldüğü gibi malzemelerimizin tamamıyla rijit-plastik bir davranış gösterdiği açıktır. Aynı zamanda, bu oranın kritik değer, 0.7’den büyük olduğu durumda yığılma (pile-up), kritik değerden küçük olduğu durumda ise çökme (sink-in) davranışı gösterdiği literatürde yapılan teorik çalışmalardan da iyi bilinmektedir (Bolshakov ve Pharr., 1998; Pharr, 1998; Zong ve Soboyejo., 2005). Deneylelerimizde bu oranın bire çok yakın çıkması malzemelerimizin çok açık bir şekilde yığılma davranışı gösterdiğini ortaya koymuş ve alınan SEM fotoğrafı ile desteklenmiştir (Şekil 4.5).

Tablo 4.7 (001) düzlemini için h_p/h_m oranları

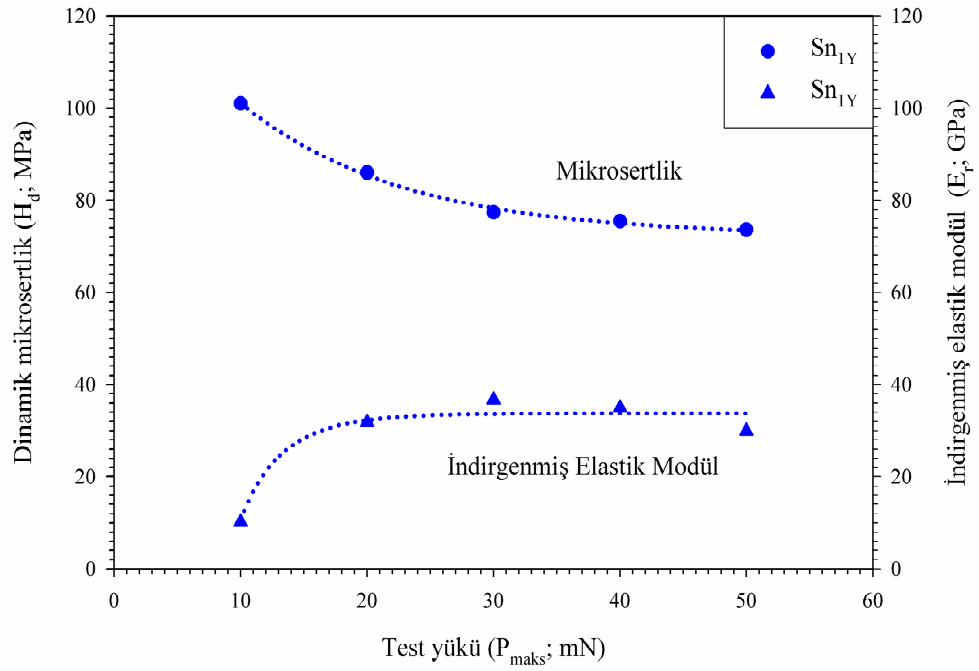
P (mN)	Sn _{1Y} (h_p/h_m)	Sn _{2Y} (h_p/h_m)	Sn _{3Y} (h_p/h_m)	Sn _{4Y} (h_p/h_m)
10	0.991	0.989	0.994	0.988
20	0.989	0.990	0.990	0.989
30	0.991	0.991	0.991	0.990
40	0.990	0.991	0.992	0.991
50	0.988	0.984	0.990	0.990

Oliver-Pharr metodu kullanılarak, yük-yerdeğiştirme eğrilerinden elde edilen dinamik mikrosertlik ve elastiklik sabitleri Tablo 4.8’de verilmektedir. Tablodan görüleceği üzere, uygulanan yükün artışına paralel olarak sertlik azalmaktadır. Diğer taraftan, elastiklik sabitleri için (düzenli olmamakla birlikte), yük artışı ile birlikte kısmi bir artış görülmektedir.

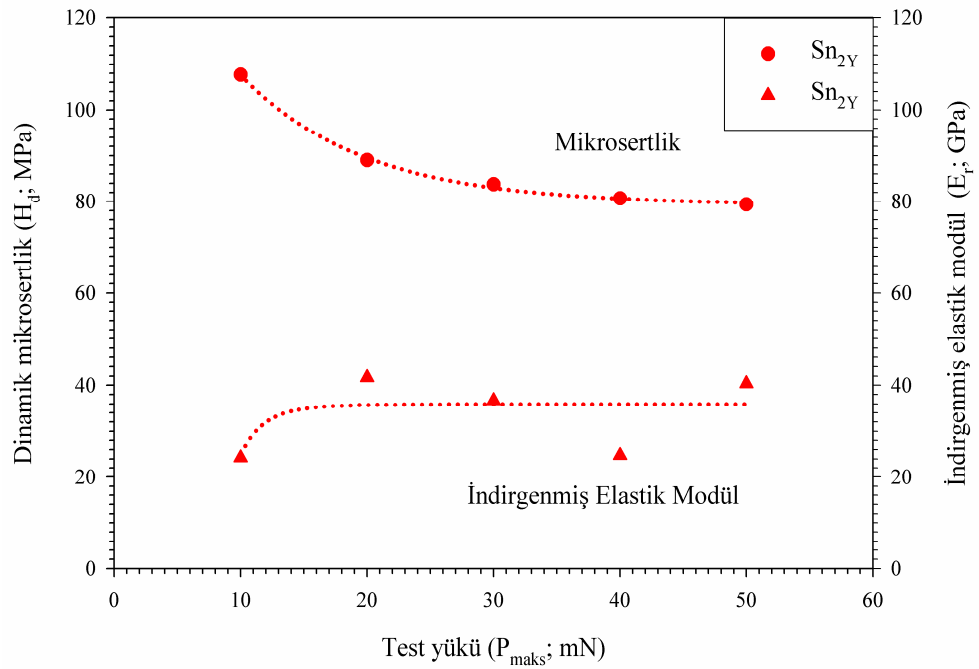
Tablo 4.8 Farklı yükler için (001) düzleminden alınan dinamik mikrosertlik (H_d) ve elastik modül (E_r) değerleri

P (mN)	Sn _{1Y}		Sn _{2Y}		Sn _{3Y}		Sn _{4Y}	
	H_d (MPa)	E_r (GPa)	H_d (MPa)	E_r (GPa)	H_d (MPa)	E_r (GPa)	H_d (MPa)	E_r (GPa)
10	100.988	10.270	107.640	24.220	110.841	13.120	112.876	24.340
20	85.996	31.760	89.013	41.680	91.279	29.240	95.836	46.550
30	77.346	36.720	83.764	36.700	84.917	36.890	88.631	47.280
40	75.429	34.920	80.655	24.760	82.295	47.250	86.121	45.760
50	73.545	29.940	79.363	40.360	80.043	28.690	84.671	43.840

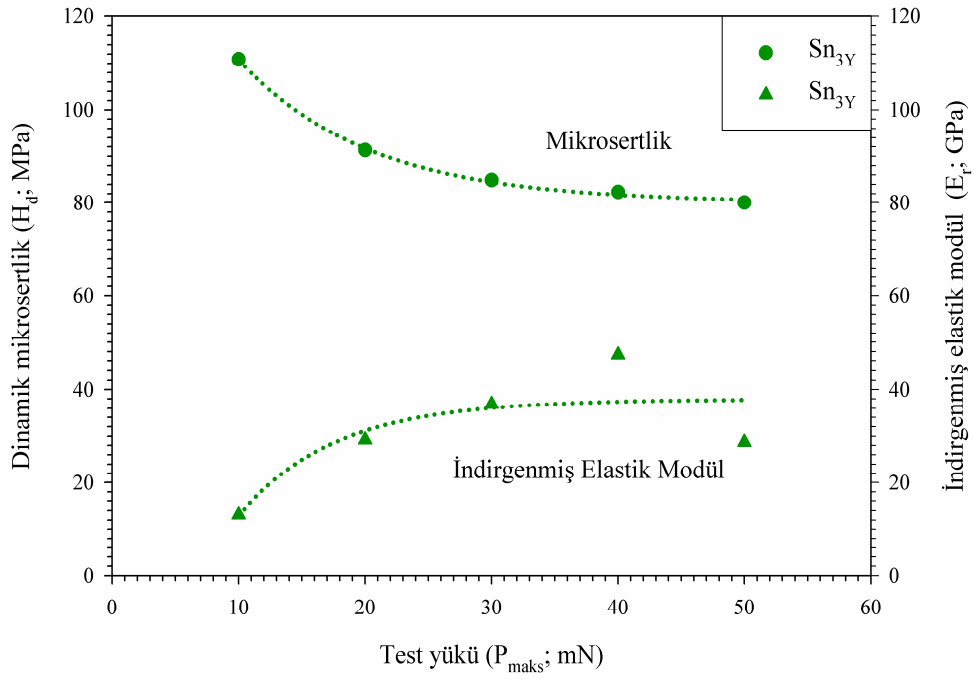
Her bir yönelim için sertlik ve elastiklik sabitlerinin yüke bağlı olarak değişimleri, Şekil 4.20-23’de karşılaştırmalı olarak verilmektedir. Şekiller incelendiğinde, sertliğin yüke bağlı olarak değişimleri, literatürde değişik numuneler üzerinde gözlenen davranışa benzer olarak tipik çentik boyutu etkisi davranışı sergilemektedir (Li ve Bhushan, 2002; Rodríguez, ve Gutierrez., 2003; Güçlü vd., 2005; Kölemen vd., 2006; Uzun vd., 2005). Literatürde çeşitli malzemeler üzerinde yapılan çalışmalarda, elastiklik sabiti ve sertlik değerlerinin yük bağımlılıklarının, çoğunlukla benzer olduğu bildirilmektedir (Güçlü vd., 2005; Kölemen vd., 2006; Uzun vd., 2005). Ancak şekillerden de açıkça görüleceği üzere, elastiklik sabiti (genel beklentinin aksine) uygulanan yükle kısmen de olsa artmaktadır. Bu tip bir davranış literatürde yapılan çalışmalarda da gözlenmiş olup, daha önce belirtildiği gibi RISE olarak adlandırılmaktadır (Li ve Bhushan, 2002; Rodríguez ve Gutierrez., 2003).



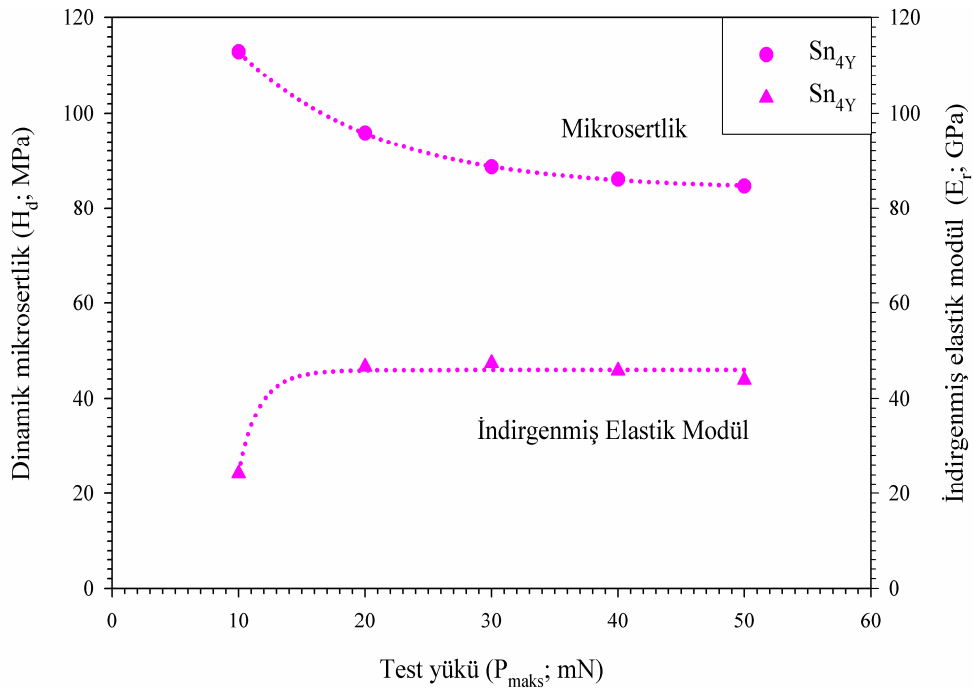
Şekil 4.20 Sn_{1Y} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi



Şekil 4.21 Sn_{2Y} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi

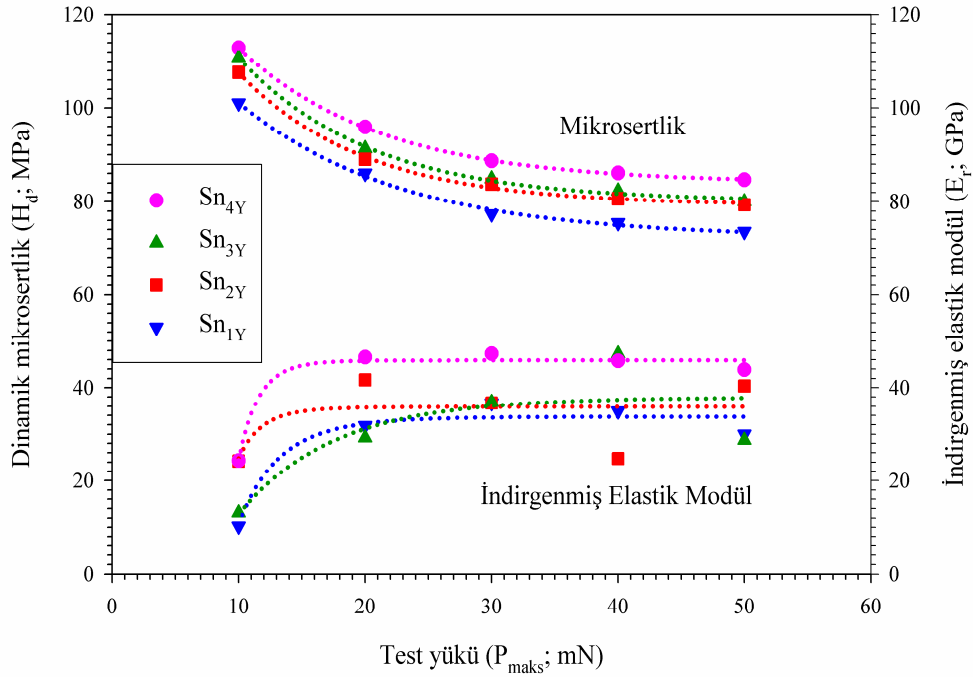


Şekil 4.22 Sn_{3Y} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi



Şekil 4.23 Sn_{4Y} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi

Şekil 4.24’de her bir yönelim için sertlik ve elastiklik sabitlerinin yüke göre değişimi birlikte verilmektedir. Şekilde, büyüme doğrultusundan sapma açısının artmasına paralel olarak, sertlik ve elastiklik sabitinin arttığı görülmektedir. Yükün artması ile hem dinamik mikrosertlik hem de elastiklik sabiti plato bölgesine ulaşarak herhangi bir değişim sergilememektedir.



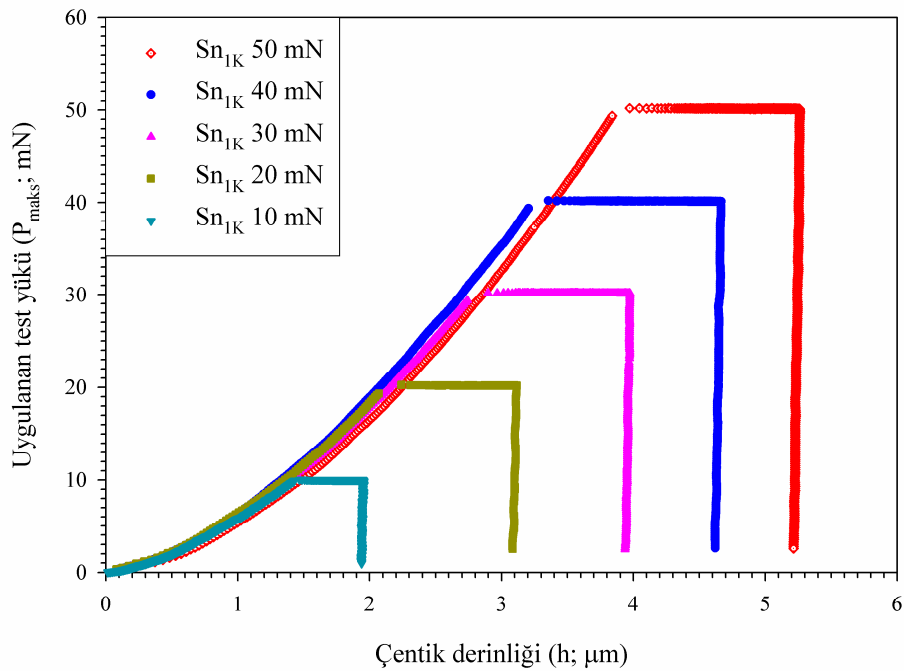
Şekil 4.24 (001) düzlemi için elde edilen dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modül değerlerinin test yüküne bağlı değişimi

Bu çalışmada elde edilen modül değerleri, literatürde çekme deneylerinden elde edilen değerlerden biraz daha küçüktür (Kruger, 2001; Callister, 2002). Bu düşük değerleri dinamik mikrosertlik deneylerinden önce yapılan mekanik parlatmadan kaynaklanabileceğini düşünülmektedir. Ayrıca çalışılan tüm materyallerde 40 mN değerinde elde edilen modül değerleri, genel eğilime göre az da olsa farklılık göstermektedir. Bu durum numunelerde meydana gelebilecek nanoçatlaklardan kaynaklanabilmektedir. Elastik modül değerlerinde gözlenen farklılıklar, Rodríguez ve Gutierrez (2003) tarafından malzemede yığılma ve çökme olması durumunda Oliver-Pharr metodu ile hesaplanan kontak alanının olası değerinden farklı olmasına

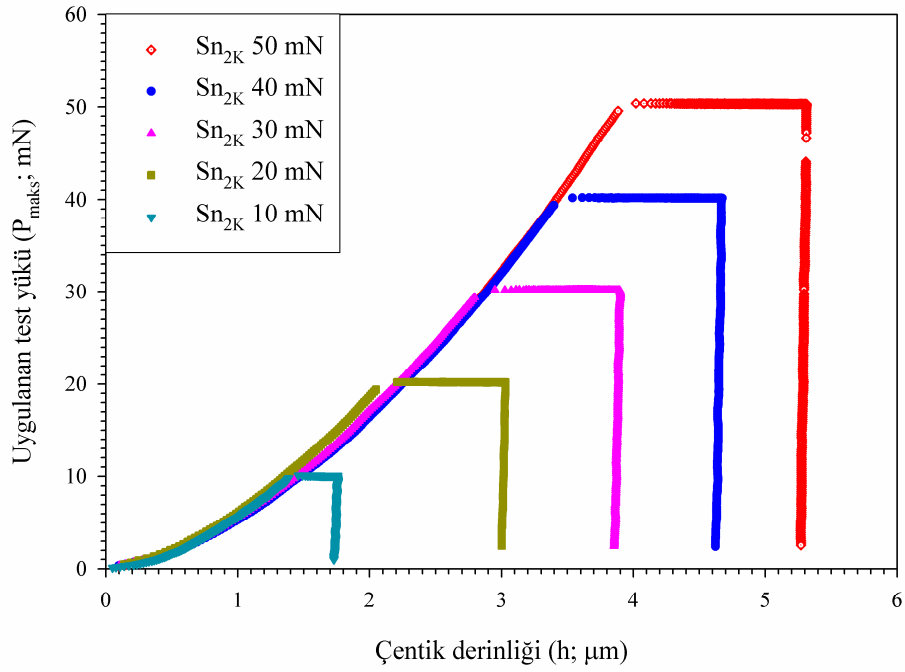
bağlanmaktadır. Modül değerlerindeki sapmaların diğer bir nedeni malzemelerin yapısından kaynaklanmaktadır. Vlassak ve Nix (1994) tarafından farklı yönelimlere sahip tek kristaller üzerinde yapılan mikrosertlik deneylerinde, elastik modülünde %25'e varan farklılıklar belirlenmiş, bu farklılığın malzemeye bağlı olarak daha da artabileceği ifade edilmiştir.

4.2.2 (110) Düzleminin Dinamik Mikrosertlik Analizi

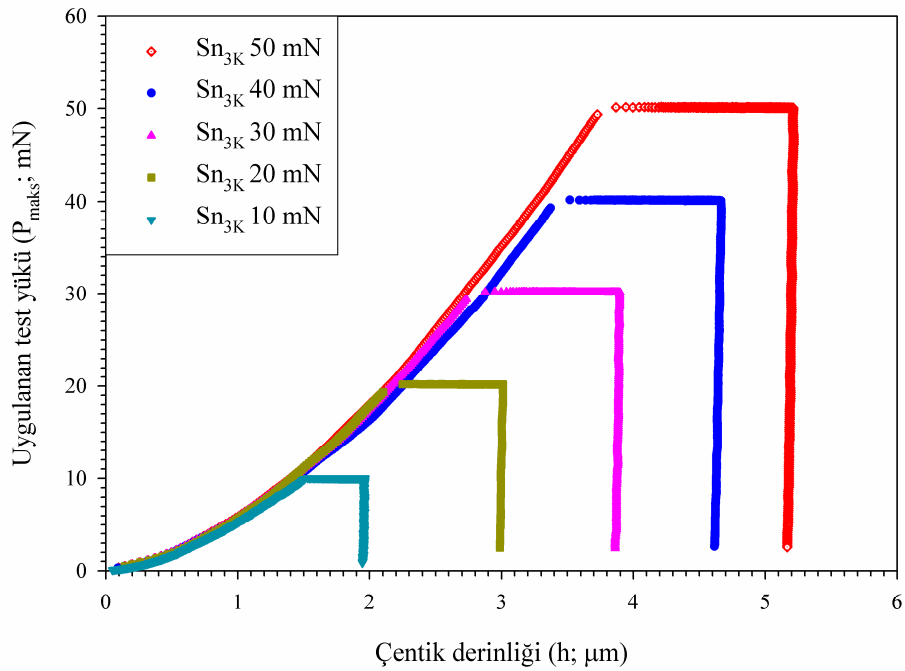
Ayrı ayrı her bir maksimum yük için DDM cihazından elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri, tek grafikte bir araya getirilerek numune sembollerinin yazılım sırasına göre Şekil 4.25–28'de verilmektedir.



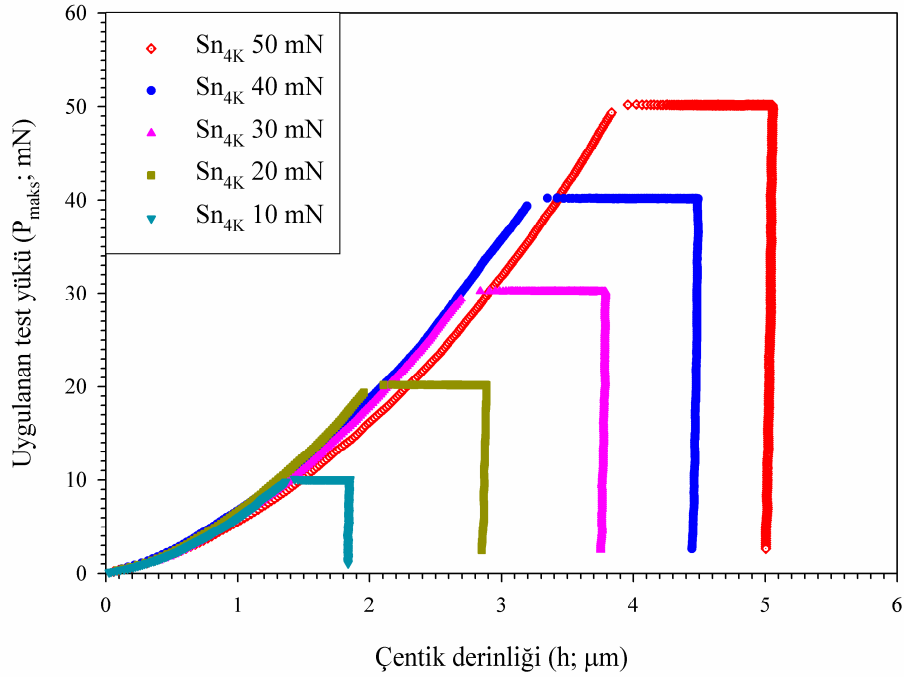
Şekil 4.25 Sn_{1K} numunesinin (110) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri



Şekil 4.26 Sn_{2K} numunesinin (110) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri



Şekil 4.27 Sn_{3K} numunesinin (110) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri



Şekil 4.28 Sn_{4K} numunesinin (110) yüzeyinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri

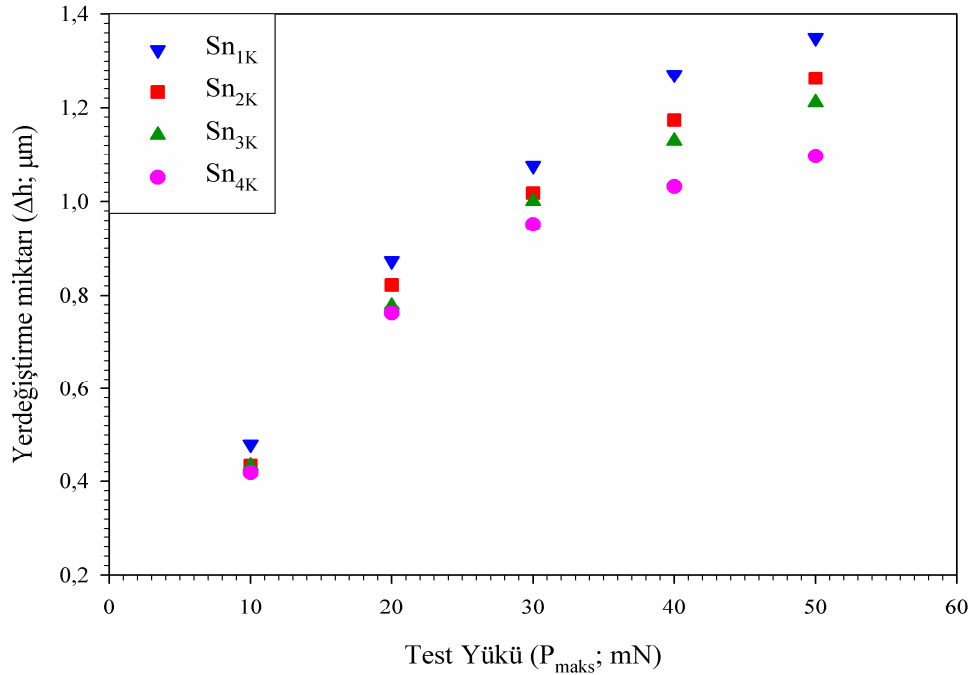
(110) düzleminde yapılan DDM deneylerinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri (001) düzleminde elde edilen eğrilere göre (azda olsa) farklılık göstermektedir. Bu eğrilerin yükleme kısımları incelendiğinde, bütün yönelimlerde ortak olarak eğrilerin üst üste gelmediği gözlenmektedir. Bu davranış açık olarak numunelerin mikro ölçekteki deformasyon karakteristiklerini yansıtmakta olup, kanaatimizce doğrusal ve düzlemsel atom yoğunluklarının yönelime bağlı olarak değişecekleri gerçeği ile ilişkilidir. (001) düzleminde elde edilen yük-yerdeğiştirme grafiklerine benzer olarak maksimum yükte kopukluklar gözlenmektedir. Bu durum önceki bölümde tartışıldığı için üzerinde durulmayacaktır.

Maksimum yükte çentiginin numune içerisindeki girme miktarı Şekil 4.29'de verilmektedir. Şekilden de görüldüğü gibi test yükünün artmasına paralel olarak, çentiginin numune içerisinde ilerleme miktarı da artmaktadır. Diğer taraftan, bütün yönelim ve yükler için malzemelerin yük-yerdeğiştirme eğrileri (h_p/h_m) oranı elde edilerek Tablo 4.9'da verilmektedir. Tablodan da açıkça görüldüğü gibi h_p/h_m oranı kritik değer, 0.7'den büyüktür. Bu durum, (001) düzlemindeki yönelimine benzer olarak, (110) düzlemindeki yönelimlerin de β -Sn tek kristallerinin yığılma (pile-up)

davranışı gösterdiğini ortaya koymaktadır. Kesim 1.2’de geniş açıklaması yapılan yığılma ve çökme davranışı, çentici numune üzerinden kaldırıldıktan sonra belirlenebilmektedir (DDM deneyleri esnasında belirlenmemektedir). Yığılmanın kontak alanı üzerine yükleyeceği hataların ortadan kaldırılması ve yorumlanması Kesim (4.2.3)’de ele alınacaktır.

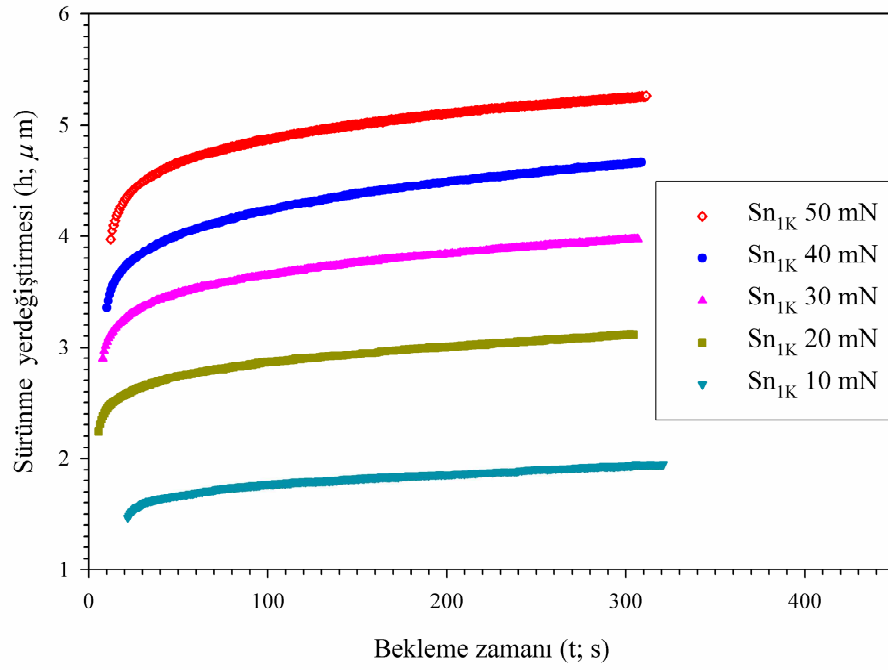
Tablo 4.9 (110) düzlemi için h_p/h_m oranları

P (mN)	Sn _{1K} (h_p/h_m)	Sn _{2K} (h_p/h_m)	Sn _{3K} (h_p/h_m)	Sn _{4K} (h_p/h_m)
10	0.990	0.985	0.994	0.993
20	0.992	0.990	0.990	0.988
30	0.992	0.988	0.991	0.989
40	0.989	0.990	0.990	0.989
50	0.991	0.992	0.991	0.990

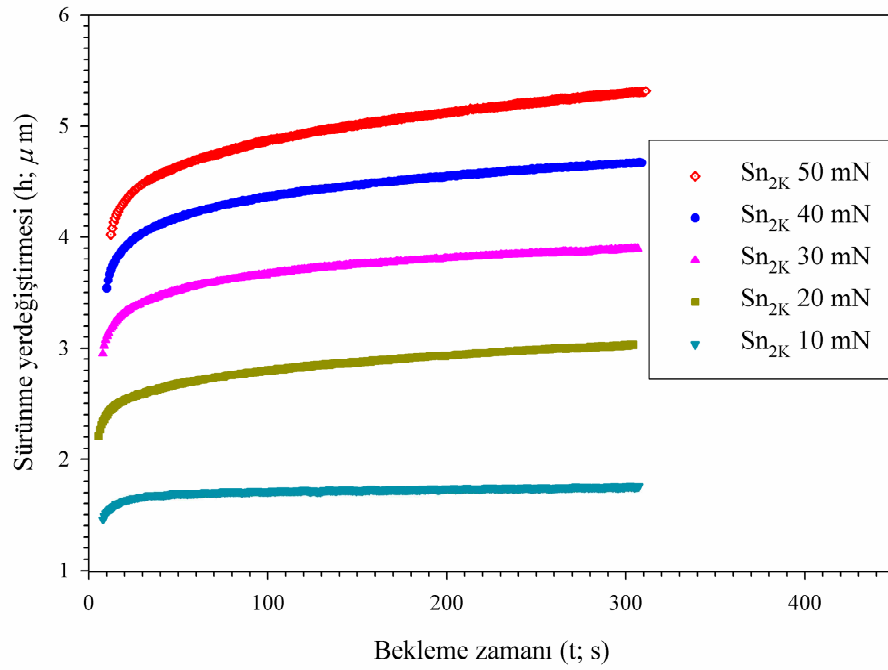


Şekil 4.29 Maksimum yükte çenticingin numune içerisinde ilerleme miktarı

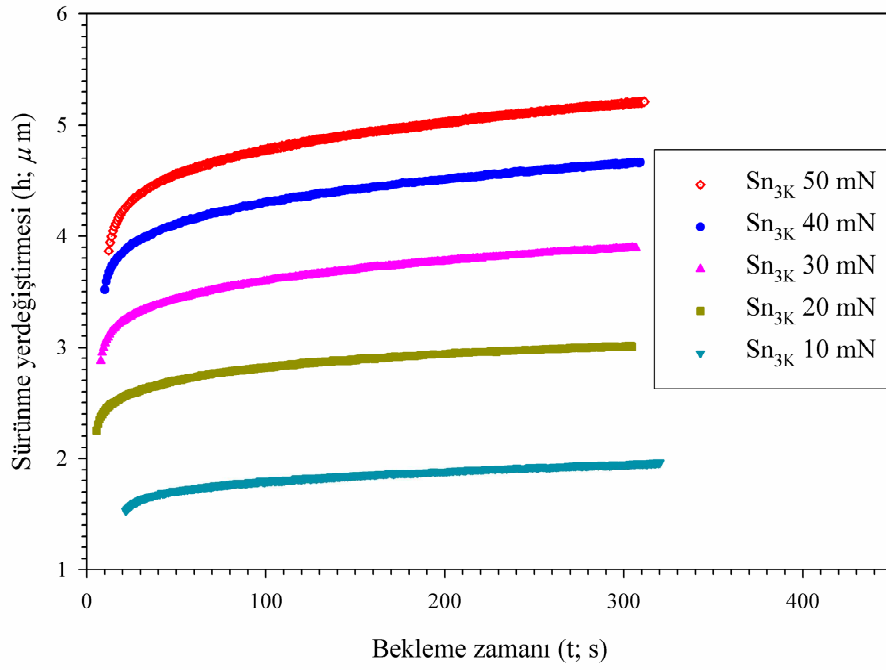
Her bir maksimum yükte sürünme davranışının incelendiği yerdeğiştirme-zaman grafikleri Şekil 4.30-33’de verilmektedir. Grafiklerin tamamında (001) düzleminde elde edilen davranışa benzer davranış görülmektedir.



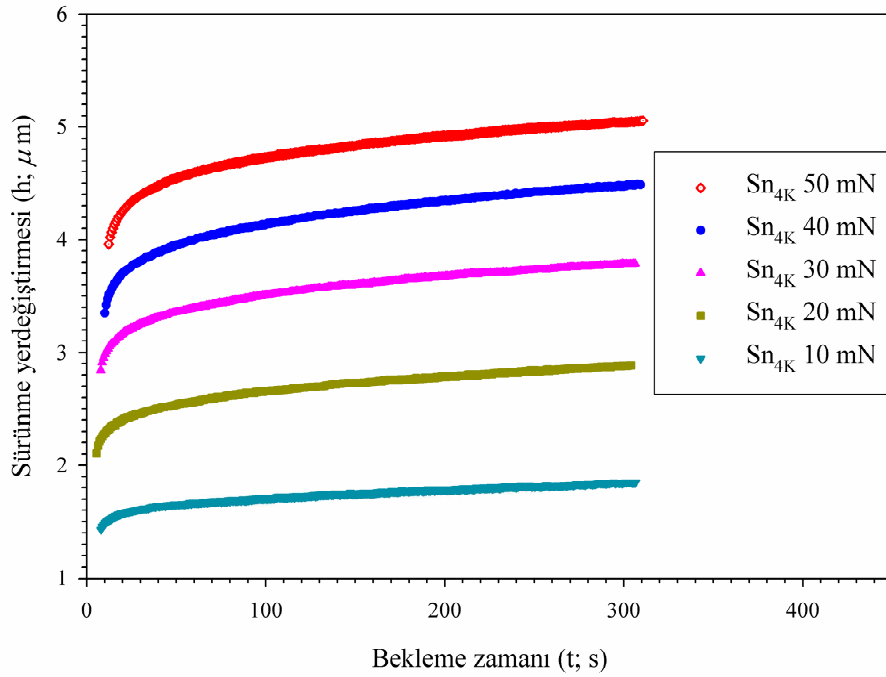
řekil 4.30 Farklı yükler için, Sn_{1K} numunesinde gözlenen sürtünme yerdęđiřtirmesinin bekleme zamanına göre deęiřimi



řekil 4.31 Farklı yükler için, Sn_{2K} numunesinde gözlenen sürtünme yerdęđiřtirmesinin bekleme zamanına göre deęiřimi



Şekil 4.32 Farklı yükler için, Sn_{3K} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiştirmesinin bekleme zamanına göre değişimi

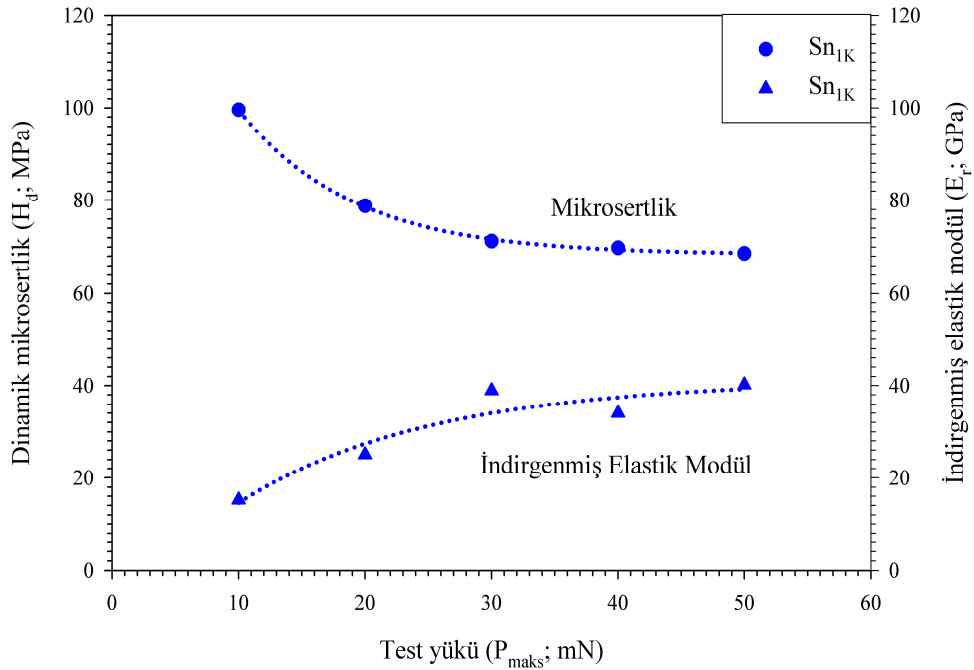


Şekil 4.33 Farklı yükler için, Sn_{4K} numunesinde gözlenen sürünme yerdeğiştirmesinin bekleme zamanına göre değişimi

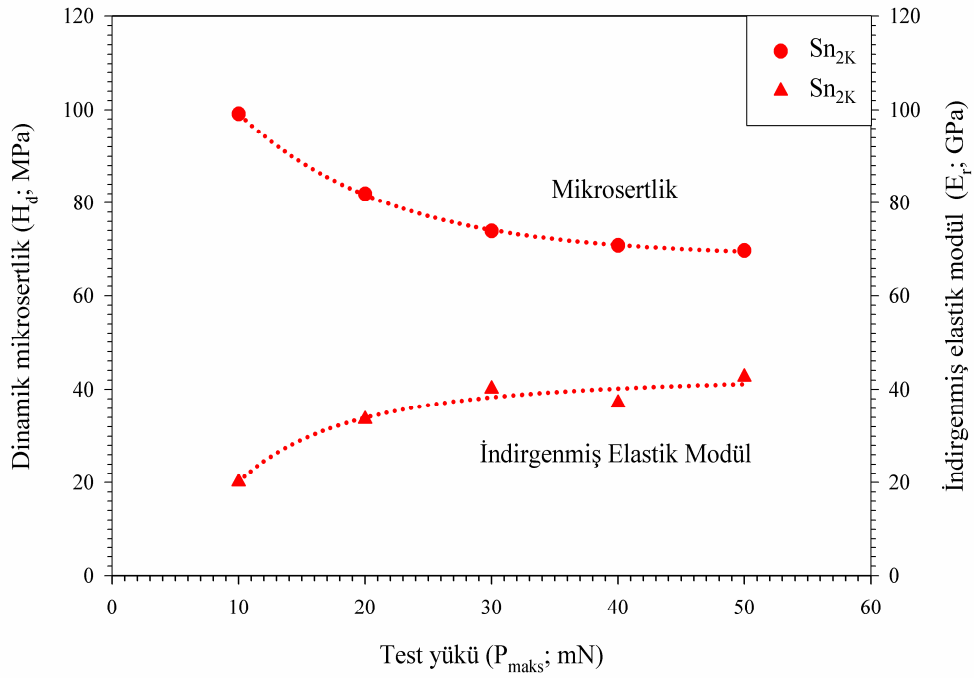
Oliver-Pharr metodu kullanılarak yük-yerdeğiştirme eğrilerinden elde edilen dinamik mikrosertlik değerleri ve elastiklik sabitleri, Tablo 4.10'da verilmektedir. (001) düzleminde elde edilen davranışa benzer biçimde, uygulanan yükün artışına paralel olarak sertlik azalmakta olup, buna karşın elastiklik sabitleri kısmi bir artış göstermektedir. Her bir yönelim için sertlik ve elastiklik sabitlerinin yüke bağlı olarak değişimleri, Şekil 4.34-37'de karşılaştırmalı olarak verilmektedir.

Tablo 4.10 Farklı yükler için (110) düzleminde alınan dinamik mikrosertlik (H_d) ve elastik modül (E_r) değerleri

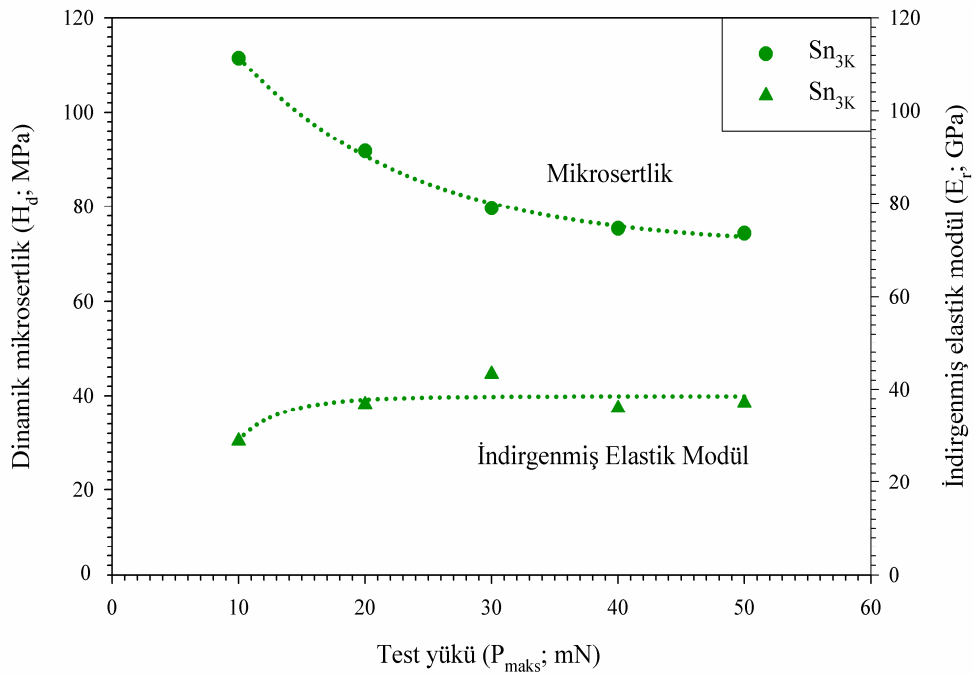
P (mN)	Sn _{1K}		Sn _{2K}		Sn _{3K}		Sn _{4K}	
	H_d (MPa)	E_r (GPa)	H_d (MPa)	E_r (GPa)	H_d (MPa)	E_r (GPa)	H_d (MPa)	E_r (GPa)
10	99.594	15.220	99.127	20.160	102.127	28.870	111.507	22.220
20	78.756	25.060	81.940	33.630	84.140	36.790	91.684	26.630
30	72.256	38.9300	73.901	40.140	75.101	43.270	79.663	32.140
40	69.832	34.000	70.839	37.1400	71.839	36.000	75.367	26.710
50	68.598	40.180	69.760	42.680	70.760	37.170	74.373	34.860



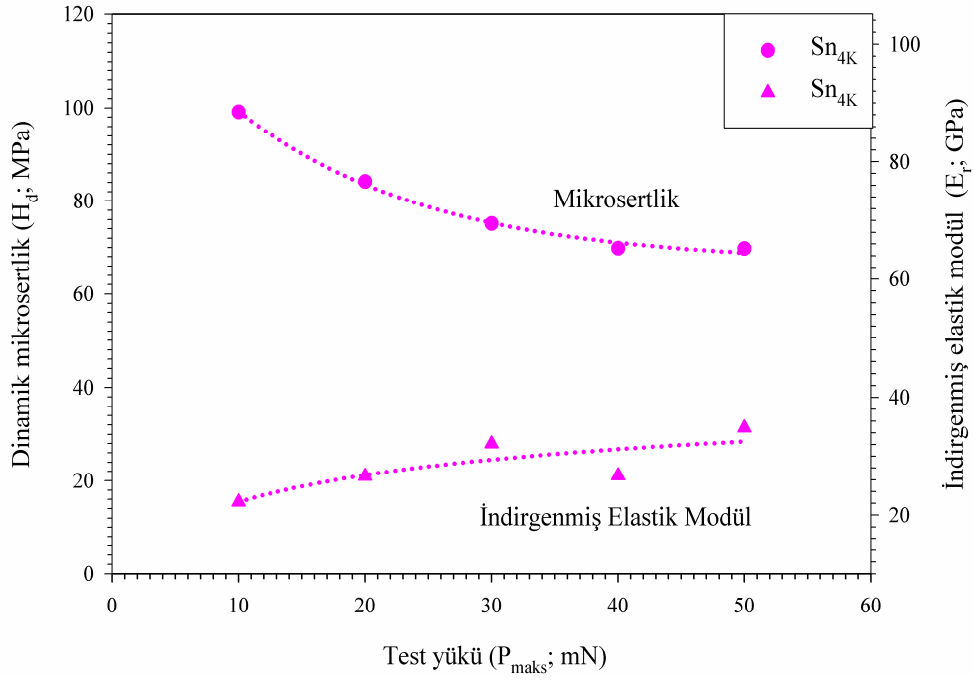
Şekil 4.34 Sn_{1K} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi



Şekil 4.35 Sn_{2K} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi

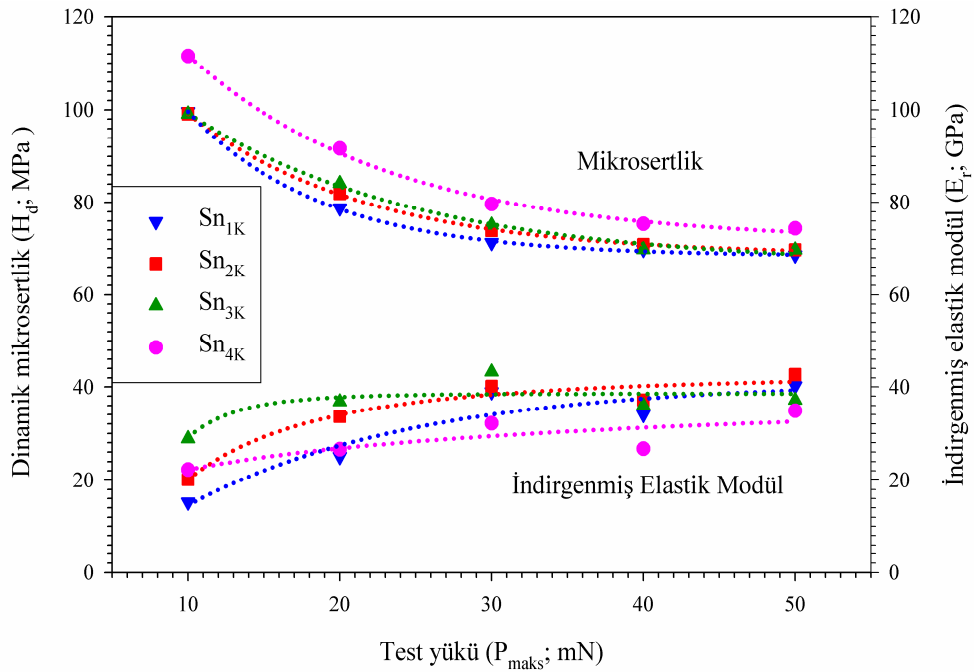


Şekil 4.36 Sn_{3K} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi



Şekil 4.37 Sn_{4K} numunesi için dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne bağlı değişimi

Yukarıda her bir yönelim için karşılaştırmalı olarak verilen sertlik ve elastiklik sabitleri Şekil 4.38’de birlikte verilmektedir.



Şekil 4.38 (110) düzlemi için elde edilen dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modül değerlerinin test yüküne bağlı değişimi

Bu düzlemde, sertlik ve elastiklik sabitinin gösterdiği davranış, (001) düzleminden elde edilen ile benzerlik göstermektedir. Uygulanan test yükünün artması ile hem sertlik hem de elastik modül değerleri plato bölgesine geçiş yaparak değişmemektedir.

4.2.3 Dinamik Mikrosertlik ve Elastik Modül Hesaplarında Düzeltme

Literatürde farklı numuneler üzerinde yapılan çalışmalardan elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrilerinde (maksimum yükte yeterince veya hiç bekletmeksizin) burun (nose) gözlenmiştir. Burun davranışının gözleendiği durumda kontak katılığı negatif çıkacak ve Oliver-Pharr metodu ile yapılan hesaplamalar hatalı olacaktır (Briscoe vd., 1998; Ngan ve Tang., 2003). Ancak, boşaltma hızı artırıldığında veya maksimum yükte yeterince bekletildiğinde burun davranışının ortadan kalkacağı belirtilmektedir (Feng ve Ngan, 2002). β -Sn tek kristallerinde, maksimum yükte bekletmeksizin yapılan DDM deneylerinde burun gözlenmektedir. Yapılan deneyler sonucunda, burun etkisini ortadan kaldıracak maksimum yükteki en uygun bekletme süresinin 300 s olduğu tespit edilmiş, sertlik ve elastiklik sabiti ölçümleri için bu bekletme süresi kullanılmıştır.

(001) düzleminde Oliver-Pharr metodu ile yük-yerdeğiştirme eğrilerinden elde edilen dinamik mikrosertlik $H_{d(OP)}$, Kesim 3.2’de anlatılan prosedür ile düzeltilmiş mikrosertlik değerleri, $H_{d(OP)d}$, Tablo 4.11’de verilmektedir. Tablodan görüleceği üzere, her iki mikrosertlik değerlerindeki değişim benzer olup, uygulanan yük artışı ile azalmaktadır.

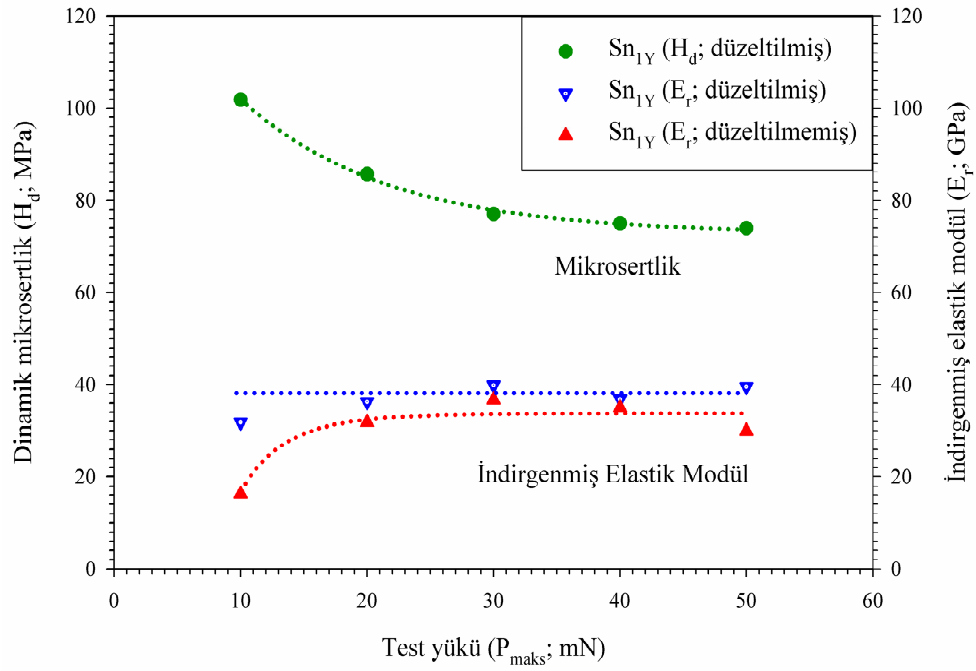
Tablo 4.11 (001) düzlemi için Oliver-Pharr metodu kullanılarak elde edilen ve düzeltilmiş dinamik mikrosertlikler

P (mN)	Sn _{1Y}		Sn _{2Y}		Sn _{3Y}		Sn _{4Y}	
	$H_{d(OP)}$ (MPa)	$H_{d(OP)d}$ (MPa)	$H_{d(OP)}$ (MPa)	$H_{d(OP)d}$ (MPa)	$H_{d(OP)}$ (MPa)	$H_{d(OP)d}$ (MPa)	$H_{d(OP)}$ (MPa)	$H_{d(OP)d}$ (MPa)
10	100.988	101.849	107.640	105.802	110.841	108.931	112.876	110.645
20	85.996	85.649	89.013	88.268	91.279	92.147	95.836	94.628
30	77.346	76.978	83.764	81.834	84.917	83.215	88.631	86.943
40	75.429	74.940	80.655	79.149	82.295	80.333	86.121	81.504
50	73.545	73.949	79.363	77.217	80.043	78.896	84.671	80.181

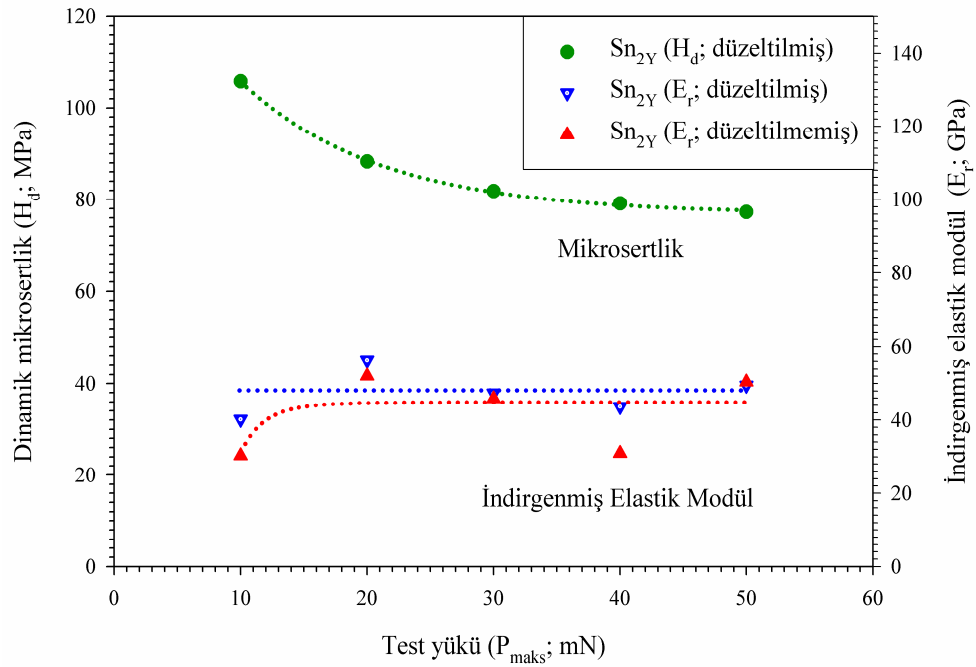
Benzer şekilde, Oliver-Pharr metodu ve bu metotta yapılan düzeltmeler ile elde edilen düzeltilmemiş $E_{d(OP)}$ ve düzeltilmiş $E_{d(OP)d}$ elastiklik sabitleri Tablo 4.12’de verilmektedir. Her bir yönelim için, $H_{d(OP)d}$, $E_{d(OP)}$, $E_{d(OP)d}$ değerlerinin yüke bağlı değişimleri, Şekil 4.39-42’de karşılaştırmalı olarak verilmektedir. Şekiller incelendiğinde, dinamik mikrosertliklerin aksine elastiklik sabitleri farklı eğilim sergilemektedir. $E_{d(OP)}$, RISE davranışı (yük artışına paralel olarak artmakta ve kritik yük değerinde doyuma ulaşmakta) gösterirken, $E_{d(OP)d}$ hemen hemen sabit bir değer etrafında dağılım göstermektedirler.

Tablo 4.12 (001) düzlemi için Oliver-Pharr metodu kullanılarak elde edilen ve düzeltilmiş elastiklik sabitleri

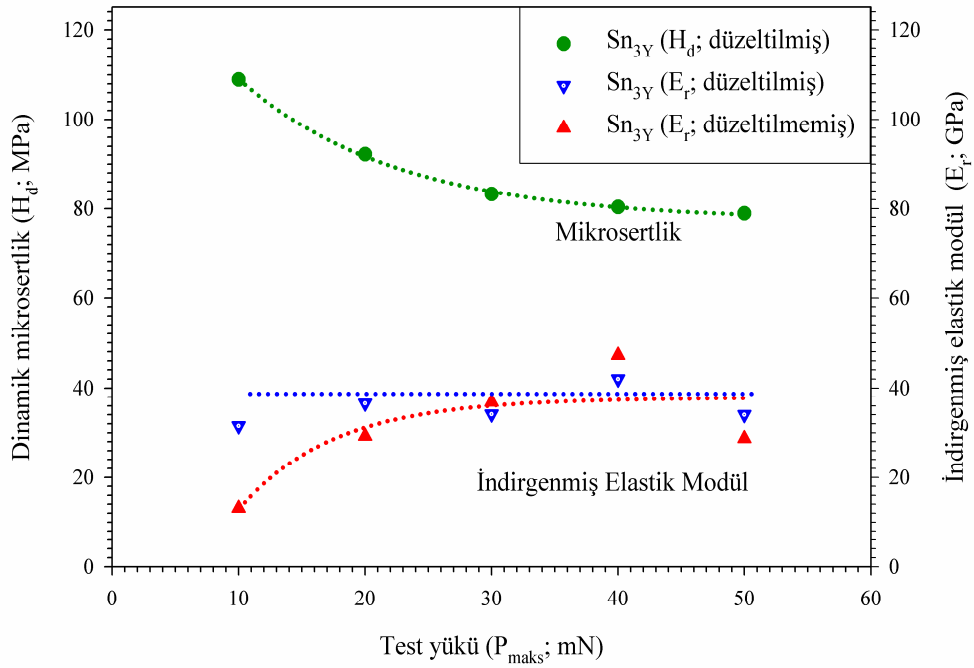
P (mN)	Sn _{1Y}		Sn _{2Y}		Sn _{3Y}		Sn _{4Y}	
	$E_{d(OP)}$ (GPa)	$E_{d(OP)d}$ (GPa)	$E_{d(OP)}$ (GPa)	$E_{d(OP)d}$ (GPa)	$E_{d(OP)}$ (GPa)	$E_{d(OP)d}$ (GPa)	$E_{d(OP)}$ (GPa)	$E_{d(OP)d}$ (GPa)
10	10.270	24.800	24.220	28.160	13.120	31.466	24.340	33.200
20	31.760	34.250	41.680	45.020	29.240	30.580	46.550	50.000
30	36.720	36.820	36.700	37.920	36.890	29.127	47.280	44.850
40	34.920	34.840	24.760	26.960	47.250	42.000	45.760	44.170
50	29.940	29.500	40.360	39.630	28.690	29.980	43.840	44.105



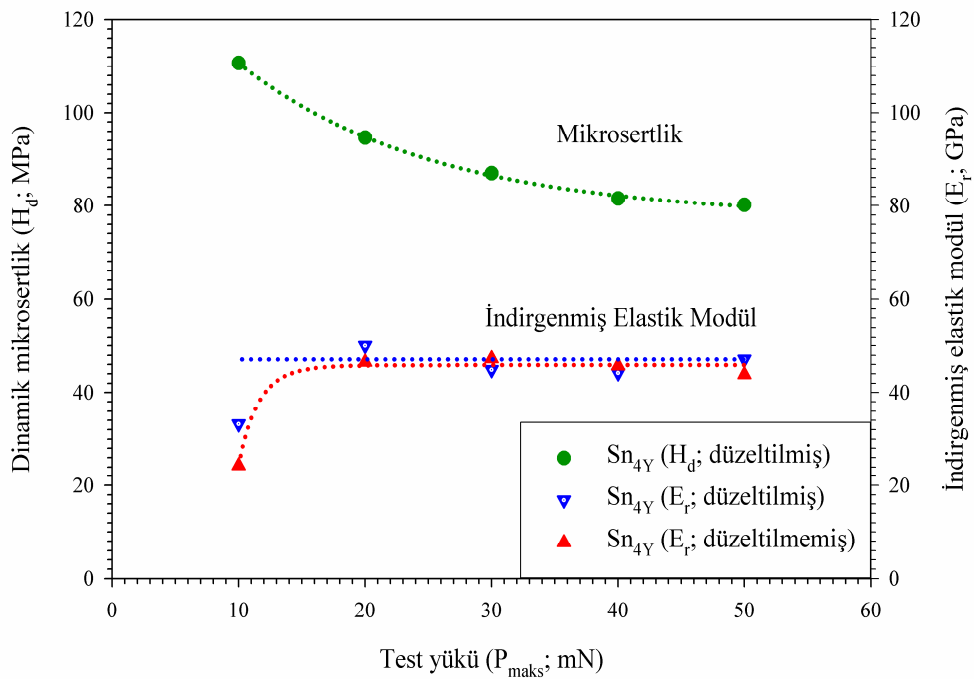
Şekil 4.39 (001) düzlemi için Sn_{1Y} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi



Şekil 4.40 (001) düzlemi için Sn_{2Y} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi



Şekil 4.41 (001) düzlemi için Sn_{3Y} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi



Şekil 4.42 (001) düzlemi için Sn_{4Y} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi

Diğer taraftan, (110) düzlemi için Oliver-Pharr metodu ile yük-yerdeğiştirme eğrilerinden elde edilen dinamik mikrosertlik $H_{d(OP)}$, ve Kesim 3.2’de anlatılan prosedür ile düzeltilmiş $H_{d(OP)d}$ mikrosertlik değerleri Tablo 4.13’de verilmektedir. (001) düzlemine benzer şekilde, her iki mikrosertliğin değişimi benzer olup, uygulanan yük artışı ile azaldığı görülmektedir (Tablo 4.13).

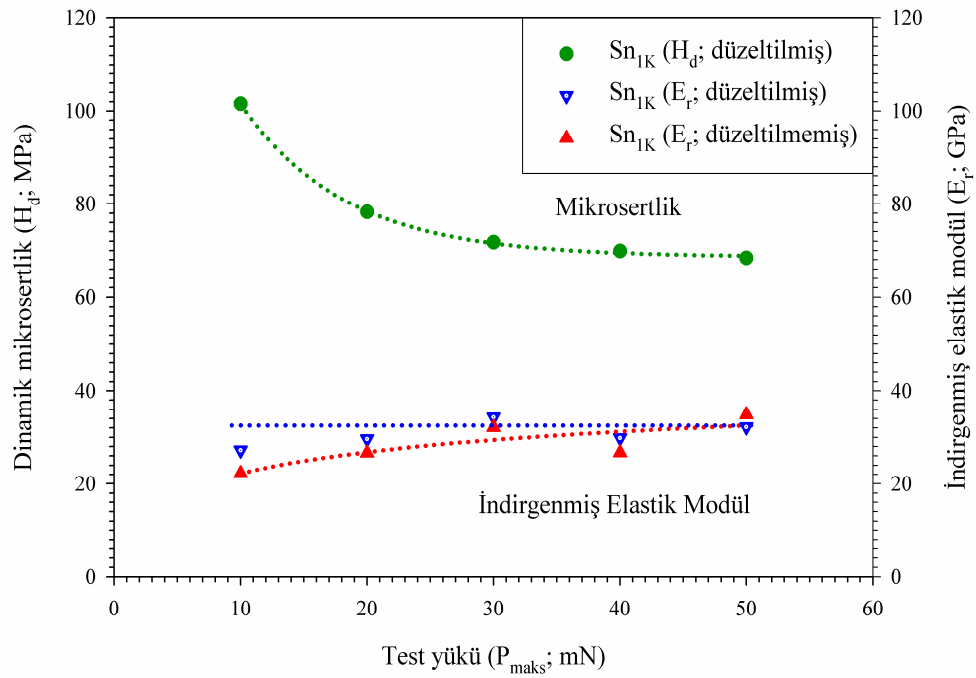
Tablo 4.13 (110) düzlemi için Oliver-Pharr metodu kullanılarak elde edilen ve düzeltilmiş dinamik mikrosertlikler

P (mN)	Sn _{1K}		Sn _{2K}		Sn _{3K}		Sn _{4K}	
	$H_{d(OP)}$ (MPa)	$H_{d(OP)d}$ (MPa)	$H_{d(OP)}$ (MPa)	$H_{d(OP)d}$ (MPa)	$H_{d(OP)}$ (MPa)	$H_{d(OP)d}$ (MPa)	$H_{d(OP)}$ (MPa)	$H_{d(OP)d}$ (MPa)
10	99.594	101.530	99.127	100.723	99.127	101.106	111.507	105.808
20	78.756	78.252	81.940	82.482	84.140	83.817	91.684	87.480
30	71.256	71.730	73.901	72.772	75.101	75.005	79.663	78.089
40	69.832	69.858	70.839	70.138	69.839	71.678	75.367	74.806
50	68.598	68.397	69.760	68.923	69.760	70.539	74.373	73.937

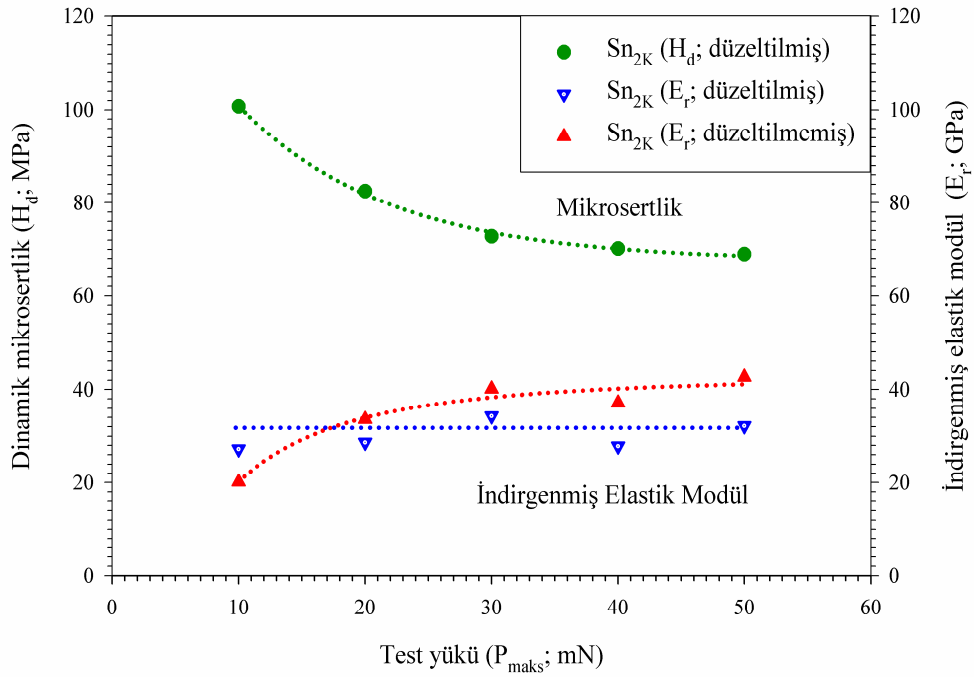
Benzer şekilde, $E_{d(OP)}$ ve $E_{d(OP)d}$ değerleri Tablo 4.14’de verilmektedir. Her bir yönelim için, $H_{d(OP)d}$, $E_{d(OP)}$, $E_{d(OP)d}$ değerlerinin yüke bağlı değişimleri Şekil 4.43-46’da karşılaştırmalı olarak verilmektedir. Şekiller incelendiğinde, (001) düzleminden elde edilen davranışa benzer olarak, dinamik mikrosertliklerin aksine elastiklik sabitleri farklı eğilim sergilemektedir. $E_{d(OP)}$, RISE davranışı (yük artışına paralel olarak artmakta ve kritik tük değerinde doyuma ulaşmakta) gösterirken, $E_{d(OP)d}$ hemen hemen sabit bir değer etrafında dalgalanmaktadır.

Tablo 4.14 (110) düzlemi için Oliver-Pharr metodu kullanılarak elde edilen ve düzeltilmiş elastiklik sabitleri

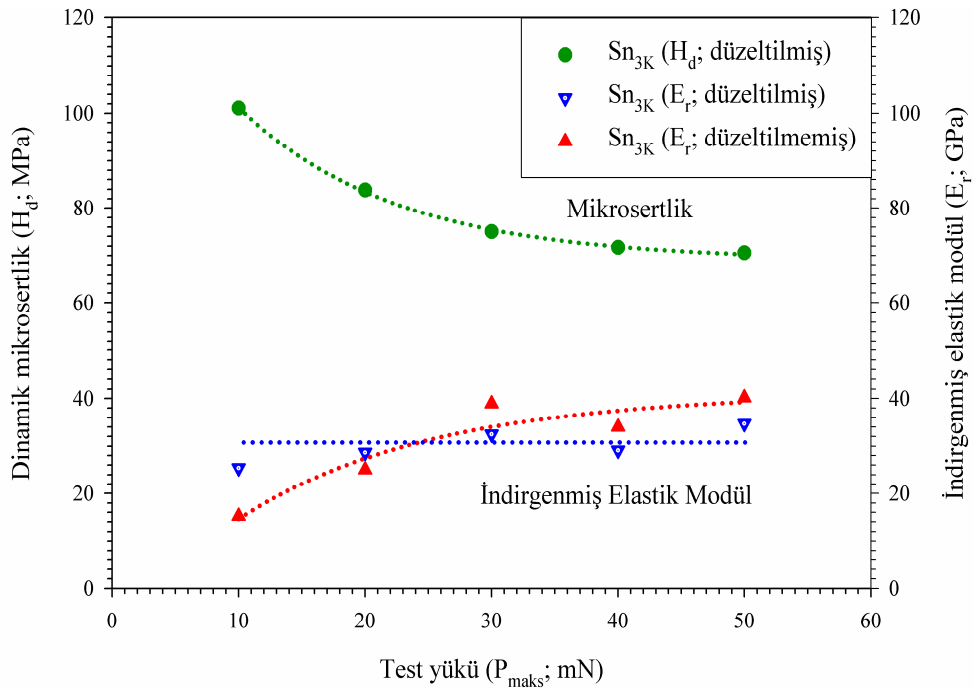
P (mN)	Sn _{1K}		Sn _{2K}		Sn _{3K}		Sn _{4K}	
	$E_{d(OP)}$ (GPa)	$E_{d(OP)d}$ (GPa)	$E_{d(OP)}$ (GPa)	$E_{d(OP)d}$ (GPa)	$E_{d(OP)}$ (GPa)	$E_{d(OP)d}$ (GPa)	$E_{d(OP)}$ (GPa)	$E_{d(OP)d}$ (GPa)
10	15.220	20.400	20.160	27.220	28.870	33.110	22.220	27.220
20	25.060	25.632	33.630	28.640	36.790	37.540	26.630	28.640
30	38.9300	32.460	40.140	34.310	43.270	42.000	32.140	34.310
40	34.000	29.100	37.140	27.830	36.000	31.000	26.710	27.830
50	40.180	34.700	42.680	32.224	37.170	35.000	34.860	32.224



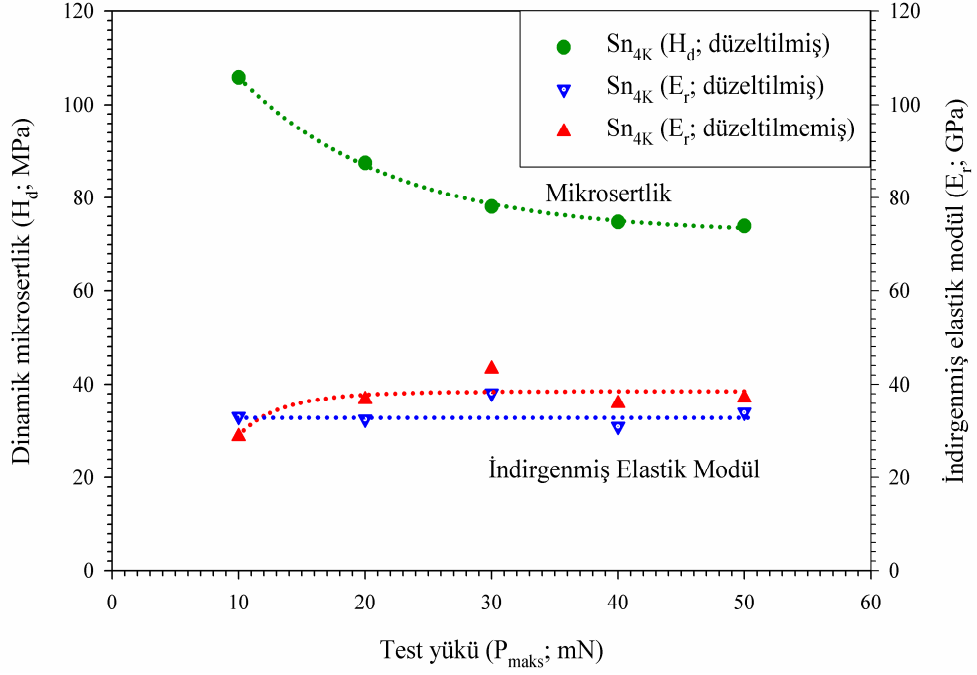
Şekil 4.43 (110) düzlemi için Sn_{1K} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi



Şekil 4.44 (110) düzlemin için Sn_{2K} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi



Şekil 4.45 (110) düzlemi için Sn_{3K} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi



Şekil 4.46 (110) düzlemi için Sn_{4K} numunesinin düzeltilmiş h_c 'den hesaplanan dinamik mikrosertlik ve indirgenmiş elastik modülünün test yüküne göre değişimi

Grafiklerden görüldüğü gibi her iki düzlem için sertliğin yük ile değişimi çentik boyutu etkisi (ISE) davranışı göstermektedir. Tüm yönelimler için, küçük yüklerde büyük mikrosertlik değerleri elde edilirken, büyük yük değerlerindeki mikrosertlikler doyuma ulaşmaktadır. Literatürde farklı malzemeler için benzer çentik boyutu davranışı gözlenmiştir (Uzun vd., 2003; 2005; Kölemen., 2006). Diğer taraftan, Oliver-Pharr modelinden elde edilen elastiklik sabiti değerlerinin yük ile değişimi incelendiğinde, ters çentik boyutu etkisi (RISE) tipinde bir davranış görülmektedir. Oliver-Pharr metodu kontak derinliği (h_k) numune yüzeyi başlangıç noktası seçilerek belirlenmektedir. Fakat malzemedan malzemeye göre farklılık gösteren yığılma ve çökme durumlarında kontak derinliği değişmektedir. Buna bağlı olarak da kontak alanı değişim göstermektedir. Bu durumda kontak katılığı ve kontak derinliğinin doğrudan etkilediği elastiklik sabiti de değişmektedir. Elastik modülde meydana gelen sapmaların diğer bir nedeni, malzemelerin yapısından kaynaklanmaktadır.

Diğer taraftan, kontak derinliği ve malzemelerin rijitliğinin bir ölçüsü olan, kontak katılığının düzeltilmesi ile hesaplanan elastiklik sabitlerinin ise, mikrosertlikte

gözlenen yük bağımlı karakterin aksine hemen hemen sabit bir değer etrafında toplandığı görülmektedir. Bu sebeple, malzemelerin elastiklik sabitleri, düzeltilmiş değerlerin ortalaması alınarak bulunmuştur.

4.2.3 Farklı Modeller Kullanılarak ISE Davranışının Analizi

Mikrosertliğin yüke bağımlı olarak değişiyor olması, incelenen numunenin mikrosertliğinin ne olacağı sorusunu gündeme getirmektedir. Literatürde, yükten bağımsız sertliğin hesaplanması ve ISE davranışının açıklamasına yönelik olarak farklı modeller önerilmiştir. Bu modellerle ilgili açıklamalar Kesim 1.2'de verilmektedir.

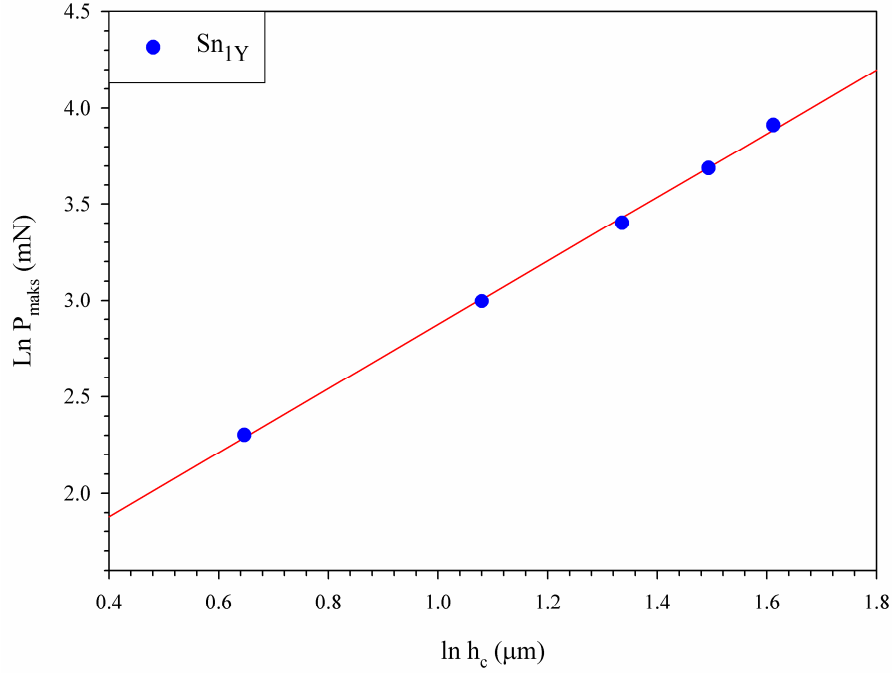
Sözü edilen modeller, Sn_{1Y} malzemesi üzerinde gözlenen ISE davranışını açıklanmasında kullanılacaktır. Modellerin karşılaştırmalı olarak analizleri sonucunda, bu davranışı açıklayan en iyi model tespit edilerek, diğer malzemelerin yükten bağımsız sertlik değerleri tespit edilen model kullanılarak belirlenecektir.

4.2.3.1 Meyer Kanununa Göre Analiz

ISE davranışını tanımlamak için en yaygın olarak kullanılan deneysel denklem Meyer kanunudur. Çentme yükü P ve girme derinliği h_c arasındaki ilişkiyi veren Meyer kanunu, Denklem (1.25)'de $P_{maks}=Ch_c^n$ şeklinde verilmektedir. Bu denklemde n ve C deneysel verilere fit edilen eğrilerden elde edilir. Özellikle Meyer üssü olarak bilinen ' n ' ISE davranışının bir ölçüsü olarak değerlendirilir. Gözlenen sertliğin tanımlanmasıyla ($H=0.0378 \frac{P}{h_c^2}$) elde edilen ' n ' iki olursa ISE davranışı gözlenmez (Quinn ve Quinn, 1997; Kölemen, 2006).

Sn_{1Y} numunesinin maksimum test yükü, kontak derinliği verilerinden elde edilen $\ln P_{maks}-\ln h_c$ grafiği Şekil 4.47'de verilmektedir. Grafikte görülen lineer ilişki,

mikrosertlik verilerini tanımlamak için Meyer yasasının uygun olduğunu göstermektedir. C ve n değerleri sırası ile $0.197 \text{ mN}/(\mu\text{m})^n$ ve 1.655 olarak elde edilmiştir. ' n ' değerinin ikiden küçük olması gözlenen ISE davranışı ile uyumludur.



Şekil 4.47 Meyer Kanununa göre $\ln P_{\text{maks}} - \ln h_c$ grafiği

Uygulanan test yükü P_{maks} , kontak derinliği h_c , C ve ' n ' parametreleri test edilen malzemelere göre farklılıklar göstermektedir. Bu parametreleri içeren Meyer kanunu zaman içerisinde hem Knoop hem de Vickers çenteciler ile elde edilen verileri tanımlamada kullanılmıştır (Upit ve Varchenya., 1973; Sargent., 1986). Sargent ve Page (1978) tarafından, ' n ' değerlerinin $\ln C$ ' ile olan ilişkisini bu parametreler üzerinde olası mikroyapısal etkiler göz önüne alarak sınıflandırılmaya çalışılmıştır. Polikristal seramiklerde ' n ' değerlerinin büyük $\ln C$ ile ilişkili olduğunu bulmuşlardır. Aynı araştırmacılar bu durumu, 'tane büyüklüğünün artması ile malzemelerin akma zorlarının azalması' şeklinde yorumlanmıştır. Daha sonra Sargent (1986) tarafından standart sertlik değeri, H_s , tanımlanarak küçük ' n ' değerlerinin büyük H_s değerleri ile orantılı olduğunu ortaya konulmuştur. Tek kristallerde olduğu kadar polikristallerde de açık olmayan bu durum, Li ve Bradt (1993) tarafından, bu malzemelerin

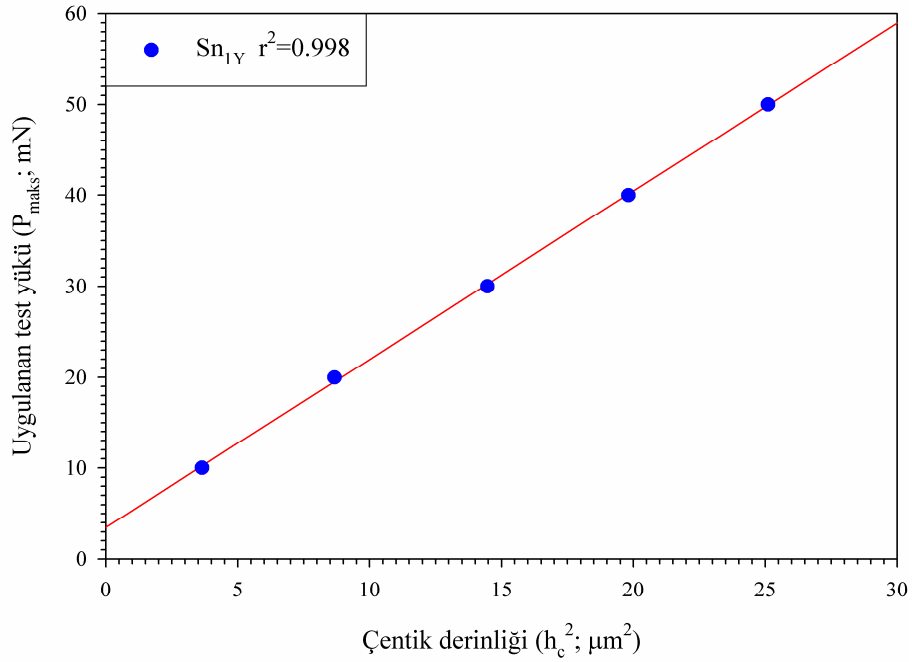
mikroyapısal etkilerinin ISE'ye getirdiği ilave katkı olarak yorumlanmıştır. Diğer taraftan 'n' ve 'C' arasındaki ilişki tek kristallerde daha açık olarak elde edilmiştir. Li ve Bradt (1993) tarafından farklı kristalografik düzlem ve doğrultulara sahip TiO₂ ve SnO₂ tek kristallerinde 'n' ve C arasında ters bir ilişki elde edilmiştir. Aynı araştırmacılar diğer bir çalışmalarında (1991) bu ilişkide $n=2$ için $C=0$ olduğunu belirleyerek Meyer kanununun sadece ISE davranışı gözlemlendiğinde uygulanabileceğini kanıtlamışlardır. Ayrıca Li ve Bradt (1991) tarafından, LaB₆ tek kristalinin farklı kristal düzlemleri üzerinde farklı kristalografik doğrultularda 'n' değeri 1.37-1.46 arasında değiştiği gözlenmiştir. Bu çalışmalarında 'n' ve 'C' arasındaki bağ, malzemelerin kristal yapısı ve bu kristal yapının bağlanma karakterlerine bağlanmıştır. Bu karakterler, çentme esnasında iz oluşturmak için gerekli olan enerji ile ilişkilendirilmiştir. Fakat 'n' ve 'C' arasındaki ilişkiden elde edilecek bilgi ISE davranışının anlaşılmasında oldukça az ehemmiyete sahiptir. Çünkü, Gong ve arkadaşları (Gong vd., 2000) tarafından yapılan çalışmada farklı birim sistemlerinde 'n' ve 'C' arasındaki eğilimin değiştiği bildirilmiştir.

Çentik test yükü-mikrosertlik eğrileri incelendiğinde (Şekil 4.24, Şekil 4.38), yüke bağımlı bölgeden yükten bağımsız bölgeye belirgin bir geçiş gözlenmektedir. Meyer kanunu yükten bağımsız bölge için elde edilen sabit sertlik (H_{Li}) değerini belirleyememekte ve bu geçişi açıklayamamaktadır. Ayrıca bu kanun ISE davranışının temelindeki sebeplerin anlaşılmasında yeterli olmamaktadır (Gong vd., 1999; Gong vd., 2001; Peng vd., 2004; Kölemen., 2006).

4.2.3.2 Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz

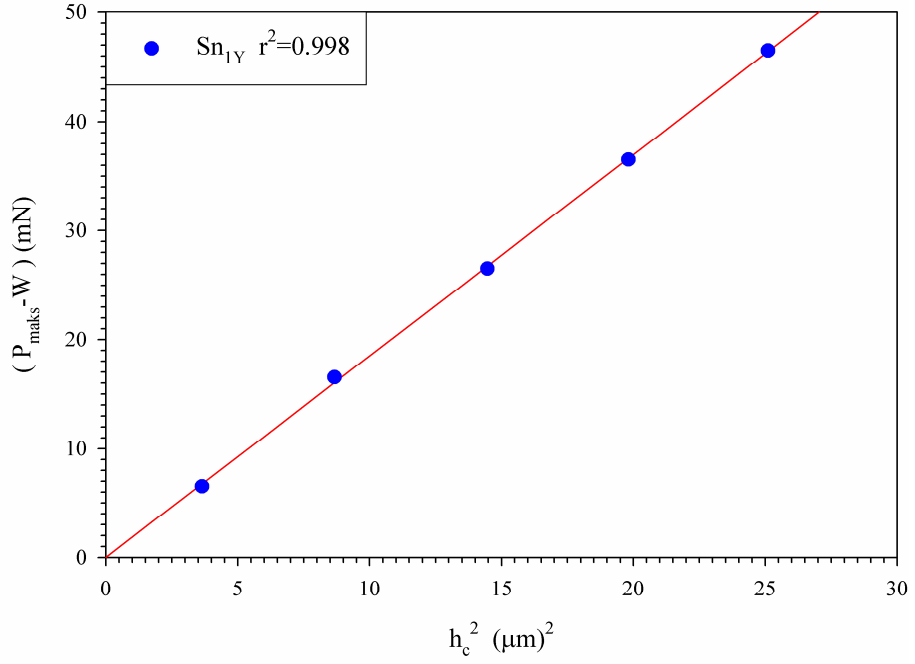
Hays-Kendall (1973) tarafından çok sayıda malzeme üzerinde yapılan mikrosertlik testlerinde gözlenen ISE davranışı için, uygulanan test yükünün belirli bir limit değerinin altında sadece elastik deformasyon bu değer üstünde plastik deformasyon meydana geldiği ortaya konulmuştur. Bu durum Gane ve Bowden (1968) tarafından farklı malzemelerde çentimin kritik bir yük değerine kadar numuneye girmemesi (bu değerden sonra aniden girmesi), şeklinde gözlenmiştir. Ayrıca, test yükünün

artmasına rağmen kritik yük değerine ulaşmadan çentiğin büyüklüğünün artmadığı gözlenmiştir. Hays-Kendall (1973) tarafından, deneysel olarak ölçülen izin büyüklüğünün, uygulanan test yükü P_{maks} yerine etkin yük $P_{etkin} = P - W$ ile orantılı olduğu ''Denklem (1.27); ($P_{etkin} = P_{maks} - W = C_1 h_c^2$)'' bildirilmiştir.



Şekil 4.48 Sn_{1Y} numunesinin Hays-Kendall yaklaşımına göre $P_{maks}-h_c^2$ grafiği

Bu denkleme göre $P_{maks}-h_c^2$ grafiği düz bir çizgi verecektir. Şekil 4.48'de Sn_{1Y} numunesi için görülen bu grafiğin uyum (korelasyon) katsayı oldukça yüksektir.



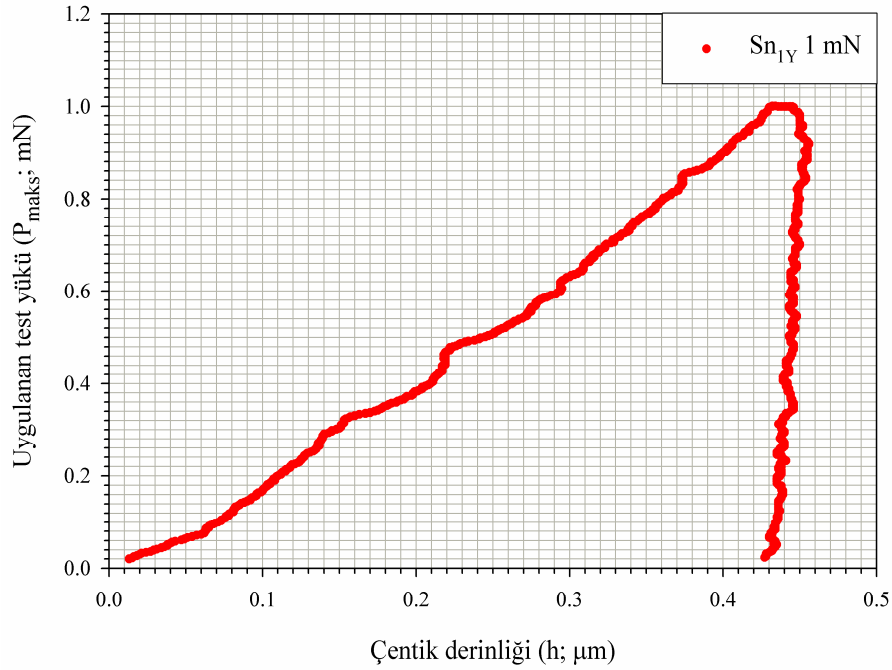
Şekil 4.49 Sn_{1Y} numunesi için $(P_{maks}-W)-h_c^2$ grafiği

Bu modelde yükten bağımsız sertlik değeri Denklem (1.27)

' $H_{HK} = 0.0378 \frac{(P_{maks} - W)}{h_c^2} = 0.0378 C_I$ ' ile hesaplanmaktadır. Şekil (4.49)'dan elde

edilen C_I değeri $1.849 \text{ mN}/(\mu\text{m})^2$ olup, $H_{HK} = 69.892 \text{ MPa}$ dır.

Elde edilen yükten bağımsız sertlik değeri her ne kadar plato değerine yakın gözükse de, Şekil (4.48)'den görüldüğü gibi, Sn_{1Y} numunesinde kalıcı deformasyon meydana getirmek için gerekli minimum yük değeri 3.486 mN'dur. Bu değer doğruluğunu kontrol etmek için, aynı numune üzerinde 1mN'luk yük için ilave bir deney yapılmıştır. Şekil (4.50)'den de görüleceği üzere 1 mN yükte, yükleme ve boşaltma kısımları oldukça belirgin bir şekilde ayrılmaktadır. Bu durum, incelenen numune (Sn_{1Y}) üzerinde kalıcı deformasyon meydana getirmek için başlangıç yükünün 1 mN'dan daha küçük olduğu anlamına gelmektedir. Plastik deformasyon meydana gelmesi için Hays-Kendall yaklaşımından elde edilen yük değeri kabul edilemeyecek kadar büyüktür. Bu sebeple bu yaklaşım ile mikrosertlik verilerinin analiz edilmesi uygun değildir.



Şekil 4.50 Sn_{1Y} numunesinde 1mN yük için uygulanan test yükü-çentik derinliği grafiği

4.2.3.3 Elastik/Plastik Deformasyon Modeline Göre Analiz

Çentik testleri esnasında kaydedilen yük-yerdeğiştirme eğrilerinden elde edilen çentik boyutu, h_c , elastik geri kazanımdan sonra ölçülen çentik boyutu olarak düşünülebilir. Literatürde, elastik geri kazanım ve çentici körlüğünden dolayı, (Denklem (1.29)'da ifade edildiği gibi), çentik boyutuna ilave bir terim, h_0 ,

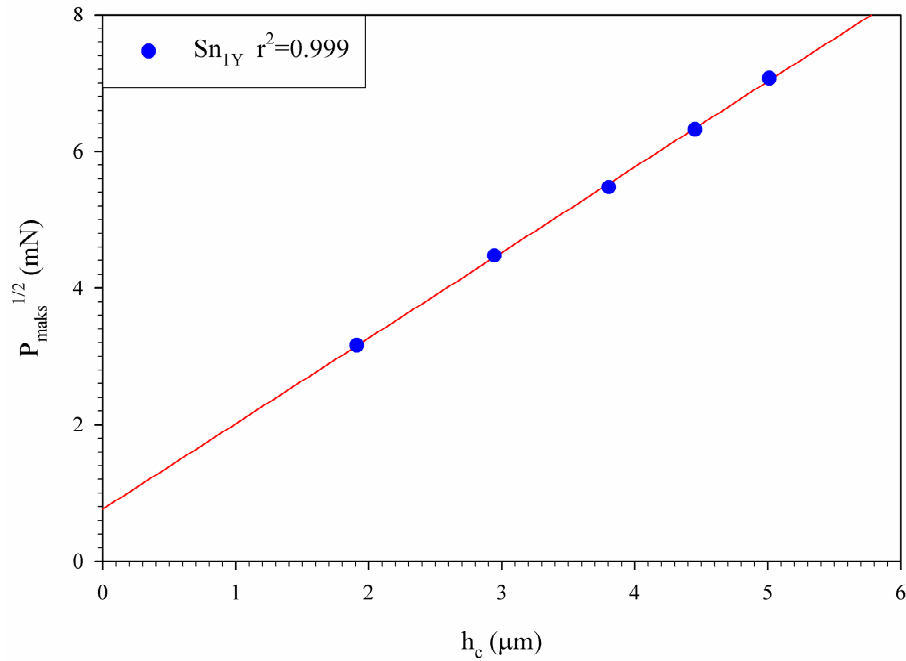
eklenilmesi gerektiği öne sürülmüştür ($H_{EP}=k \frac{P}{(h_c + h_0)^2}$) (Weiss., 1987; Bull vd.,

1989; Peng vd., 2004). Elastik toparlanma sebebi ile ifade edilen düzeltme teriminin pozitif olması gerektiği vurgulanmaktadır. Bu durum çentik boyutunun küçülmesi

anlamına gelmektedir. Elastik/plastik deformasyon ($P_{maks}^2 = \chi^2 h_c + \chi^2 h_0$) modeline

göre, Şekil (4.51)'de verilen $P_{maks}^2 - h_c$ grafiğinden h_0 ve χ parametreleri elde edilebilir (Tablo 4.15). Grafiğin korelasyon katsayısı $r^2=0.999$ olduğundan, verilerin

yüksek lineerlik gösterdiği açıkça görülmektedir. İlk bakışta (yüksek lineerlikten dolayı) bu modelin ISE davranışını açıklamada kullanılabileceği sonucuna varabiliriz. Fakat bu model ile hesaplanan düzeltme terimi, h_0 , özellikle düşük yüklerde elde edilen h_c ile kıyaslanırsa oldukça büyüktür. Diğer taraftan bu modelde yükten bağımsız sertlikler H_{EP1} ve H_{EP2} , Denklem (1.29), ve $\chi = \frac{H_{EP}}{k}$ denklemi ile iki farklı yoldan hesaplanabilmektedir.



Şekil 4.51 Sn_{1Y} numunesi için $P_{maks}^{\frac{1}{2}} - h_c$ grafiği

Sn_{1Y} numunesinin analiz sonuçları ve plato (yükten bağımsız bölge) değeri Tablo 4.15’de verilmektedir. Bu tablodan da görüleceği üzere \bar{H}_{EP1} ve H_{EP2} değerleri plato değerine oldukça uzaktır. Bu sebeple, her bir yönelim için Şekil 4.39-46’da gözlenen ISE davranışı bu model kullanılarak açıklanamaz. Ayrıca, elastik toparlanma ve çentici körlüğünden dolayı çentik boyutundaki hata, bu çalışmada gözlenen ISE davranışının tek kaynağı olamayacağı belirtilmelidir.

Tablo 4.15 Sn_{1Y} numunesinin elastik/plastik deformasyon modeline göre analizi

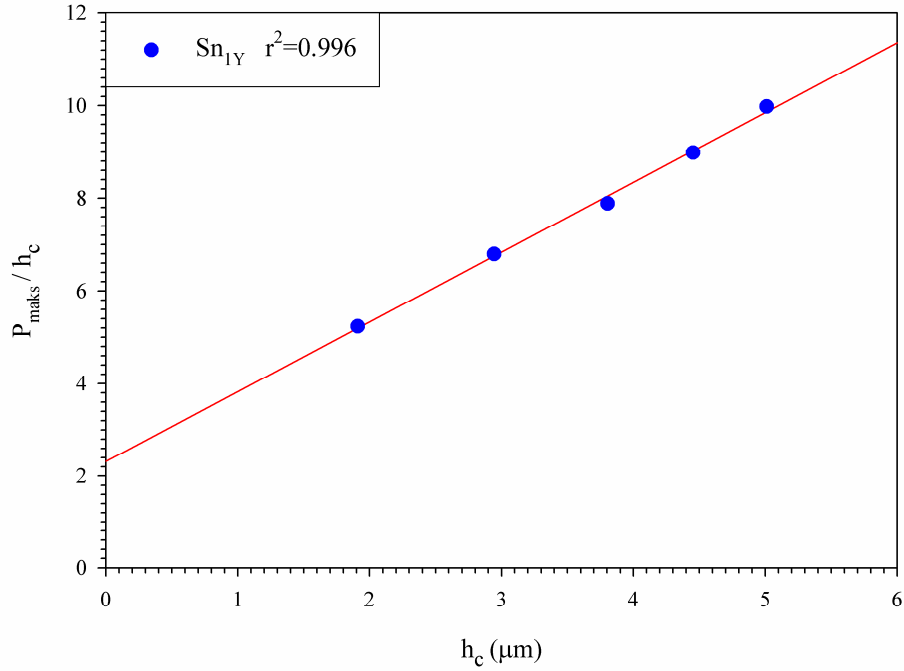
P _{maks} (mN)	H _{EP} parametreleri	$H_{EP1} = \frac{kP}{(h_c + h_0)^2}$ (MPa)	\bar{H}_{EP1} (MPa)	H _{EP2} = χk (MPa)	Sn _{1Y} numunesinin plato değeri (MPa)
10	h ₀ =0.610 μ m	59.574	59.306	59.232	74.940
20	k=1/26.43	59.857			
30	$\chi = 1.567$ [mN/ (μ m) ²]	58.231			
40		59.032			
50		59.840			

4.2.3.4 PSR Modeline Göre Analiz

ISE davranışını analiz etmede kullanılan alternatif bir öneri orantılı numune direnci (PSR) modelidir. Bu model Hays-Kendall yaklaşımının düzeltilmiş hali olarak düşünülebilir. Hays-Kendall yaklaşımı kalıcı deformasyon için malzeme direncinin sabit ($W=a_1h_c$) olduğunu ifade ederken, PSR modelinde çentik boyutu ile orantılı olarak değiştiği belirtilmektedir (Li ve Bradt., 1993). Li ve Bradt tarafından PSR modelinin farklı malzemeler üzerinde gözlenen ISE davranışını açıklamada memnun edici sonuçlar verdiği ifade edilmiştir. Bu modelin formülasyonu Denklem (1.32-34)'de verilmektedir. Denklem (1.33)'de ' $H_{PSR} = \frac{P_{etkin}}{26.43h_c^2} = \frac{P_{maks} - a_1h_c}{26.43h_c^2} = \frac{a_2}{26.43}$ '

Denklem (1.33)'de ' $H_{PSR} = \frac{P_{etkin}}{26.43h_c^2} = \frac{P_{maks} - a_1h_c}{26.43h_c^2} = \frac{a_2}{26.43}$ '

eşitliğin sağ tarafında, yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için iki farklı (H_{PSR1} ve H_{PSR2}) yol vardır. Yükten bağımsız sertlik değeri, H_{PSR1} , a_1 , P_{maks} ve h_c parametreleri kullanılarak hesaplanırken, H_{PSR2} , sadece a_2 , sabiti kullanılarak hesaplanmaktadır. Denklem (1.34)'e ' $\frac{P_{maks}}{h_c} = a_1 + a_2h_c$ ' göre $\frac{P_{maks}}{h_c} - h_c$ grafiği teorik olarak düz bir çizgi verecektir. Şekil 4.52'de verilen bu grafiğin eğimi a_2 , y-eksenini kestiği nokta a_1 değerini verecektir. a_1 değeri ile hesaplanan H_{PSR1} ve a_2 değeri ile



Şekil 4.52 Sn_{1Y} numunesi için P_{maks} / h_c - h_c grafiği

hesaplanan H_{PSR2} değerleri Tablo 4.16'da verilmektedir. Bu tablodan görüldüğü gibi \bar{H}_{PSR1} değeri (57.038), eşlenik değeri H_{PSR2} (56.942)'den kesinlikle sapma göstermektedir. Hays-Kendall modelinde malzeme direnci $W=3.486$ mN yük, PSR modelinde her bir yük için elde edilmektedir Tablo 4.16'dan da görüldüğü gibi yük değeri artışına paralel olarak bu dirençte artmaktadır. Ayrıca Hays-Kendall modelinde elde edilen W değeri, PSR modelinde elde edilen en küçük değerindeki $a_1 h_c$ den daha küçüktür.

Tablo 4.16 Sn_{1Y} numunesinin PSR modeline göre analizi

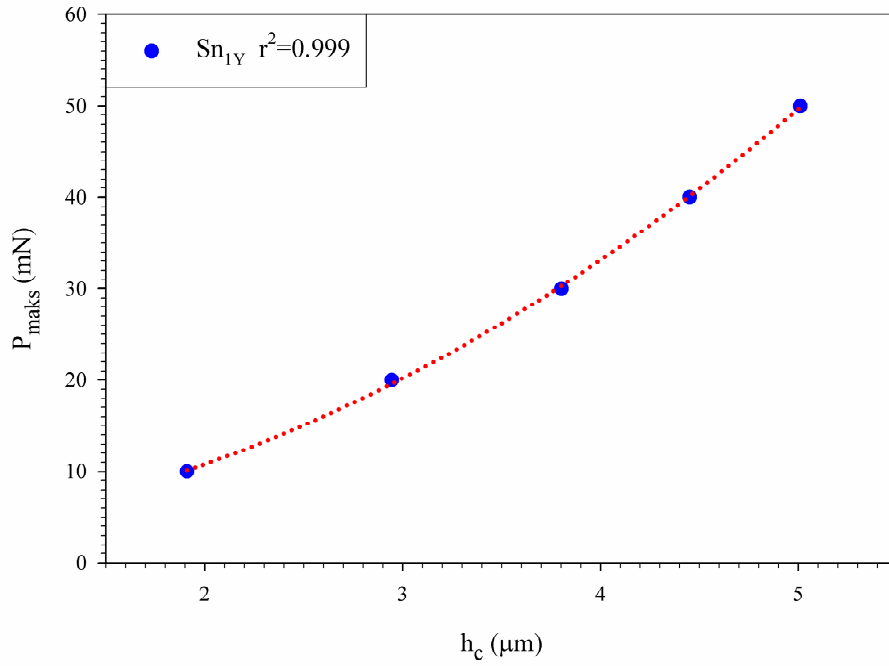
P_{maks} (mN)	H_{PSR} Parametreleri	$a_1 h_c$	$H_{PSR1} = \frac{(P_{maks} - a_1 h_c)}{26.43 h_c^2}$ (MPa)	\bar{H}_{PSR1} (MPa)	$H_{PSR2} = \frac{a_2}{26.43}$ (MPa)	Sn _{1Y} için plato değeri (MPa)
10	$a_1 = 2.321$ (mN/ μm)	4.430	57.819	57.038	56.942	74.940
20		6.833	57.480			
30	$a_2 = 1.505$ [(mN)/(μm^2)]	8.826	55.390			
40		10.330	56.662			
50		11.628	57.840			

Şekil (4.52) yakından incelendiğinde, daha önce ifade edilen teorik beklentiden farklı olarak belirgin bir şekilde lineerlikten sapma göstermektedir. Diğer taraftan Quinn ve Quinn (1997) tarafından, farklı seramik malzemelerin Vickers sertliklerinin test yüküne bağlı değişimleri incelenmiştir. Çalışmalarında, sertlik-test yükü eğrisinin bir platoda sabit sertlik değerine belirgin bir şekilde geçiş yaptığı gözlenmiş ve bu değer malzemenin gerçek sertlik değerine karşılık geldiğini öne sürülmüştür. Şekil (4.39)'dan S_{n1Y} numunesinin platoya geçiş değerinin yaklaşık 74.940 MPa olduğu açıkça görülmektedir. Quinn ve Quinn (1997) yaklaşımına göre PSR modeli ile hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerlerin (\bar{H}_{PSR1} ve H_{PSR2})'den oldukça uzaktır. Bu sebeple hâlihazırdaki durumu ile PSR modeli β -Sn tek kristallerinde gözlenen ISE davranışını açıklamada yetersizdir.

4.2.3.5 Geliştirilmiş PSR (MPSR) Modeline Göre Analiz

PSR modeline göre $h_c=0$ olduğunda test numunesinin direnci, $W=a_1h_c$, sıfır olmaktadır. Bu kalıcı deformasyon oluşturabilmek için gerekli olan minimum yükün sıfır olacağı anlamına gelir. Fakat Gong ve arkadaşları (1999) tarafından bu tanımlamanın mantıklı olmadığı ifade edilmiştir. Yüzey parlatılması ile mekaniksel işlemlere maruz kalan test numunesi, serbest bir yaydan daha ziyade sıkıştırılmış bir yay olarak düşünülebilir. Ayrıca, PSR modelinde P_{maks}/h_c-h_c grafiğindeki lineerlikten sapma, plastik deformasyon için test numunesi direncinin yanlış tanımlanmasından kaynaklanabilmektedir. Bu sebeple Gong ve çalışma grubu tarafından PSR modelinin düzeltilmiş hali, Denklem (1.35), MPSR önerilmiştir.

ISE davranışını analiz etmek için MPSR modelinin uygunluğu ile ilgili çalışmalar yapılmıştır. Bu modele göre a_1 ve a_2 parametrelerinin fiziksel anlamı PSR modelinde ifade edilenler ile aynıdır. Bu sebeple PSR modelinde olduğu gibi bu parametreler ile iki farklı yükten bağımsız sertlik (\bar{H}_{MPSR1} ve H_{MPSR2}) hesabı yapılabilir. a_1 ve a_2 değerleri $P(h)$ verilerinin $P_{maks}-h_c$ grafiğinden elde edilmektedir. $P_{maks}-h_c$ grafiği Şekil 4.53'de verilmektedir.



Şekil 4.53 Sn_{1Y} numunesi için $P_{\text{maks}}-h_c$ grafiği

MPSR modeli için a_1 , a_2 parametreleri ve bunlarla ilişkili yükten bağımsız sertlik değerleri Tablo 4.17’de verilmektedir. \bar{H}_{MPSR1} ve H_{MPSR2} değerlerinin her ikisi de plato değerine PSR modelinden hesaplanan ve Tablo 4.16’ da verilen değerlerden daha yakındır.

Tablo 4.17 Sn_{1Y} numunesini MPSR modeline göre analizi

P_{maks} (mN)	H_{MPSR} Parametreleri	$a_1 h_c$	$H_{MPSR1} = \frac{(P_{\text{maks}} - a_0 - a_1 h_c)}{26.43 h_c^2}$ (MPa)	\bar{H}_{MPSR1} (MPa)	$H_{MPSR2} = \frac{a_2}{26.43}$ (MPa)	Sn _{1Y} için plato değeri (MPa)
10	$a_0 = 2.752$ (mN)	0.887	66.031	67.378	67.461	74.940
20	$a_1 = 0.465$ (mN/ μm)	1.369	69.318			
30	$a_2 = 1.783$ [mN/(μm^2)]	1.768	66.654			
40		2.069	67.182			
50		2.329	67.709			

Literatürde farklı malzemeler üzerinde yapılan çalışmalarda (Quinn ve Quinn., 1997; Gong vd., 1999; 2000; Peng vd., 2004; Kölemen., 2006), yükten bağımsız sertlik değerinin plato bölgesine yakın olması gerektiği vurgulanmaktadır. Deneysel verilerin yüksek korelasyona sahip olması, elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin plato değerine oldukça yakın olması sebebiyle, MPSR modeli bu çalışmada kullanılan malzemelerin mikrosertlik analizinin yapılmasında kullanılabilir en uygun modeldir. MPSR modelinden elde edilen $a_1 h_c$ (Tablo 4.16) değerleri, PSR modelinde elde edilen $a_1 h_c$ (Tablo 4.17)'lerden ve Hays-Kendall yaklaşımından elde edilen W değerinden oldukça düşüktür. Diğer taraftan, Denklem (1.35)'de verilen a_0 parametresi, Hays-Kendall modelinde ifade edilen W ile aynı fiziksel anlama sahiptir. Yüzeyde kalıcı deformasyon oluşturmak için başlangıç yük değeri, a_0 , hala yüksektir (Şekil 4.50). Bu sebeple MPSR modelinin de 'Hays-Kendall modelinde olduğu gibi' başlangıç deformasyon yükünü belirlemede yetersiz kaldığı söylenebilir.

İncelenen modellerden elde edilen yükten bağımsız mikrosertlik değerleri Tablo 4.18'de verilmektedir. Tablodan da görüldüğü gibi plato değerine en yakın H_{HK} değeridir. Fakat bu modelin yetersizliği Kesim 4.2.3.2 de oldukça geniş anlatılmaktadır. Ayrıca, MPSR modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri diğer modeller ile kıyaslandığında plato değerine oldukça yakındır.

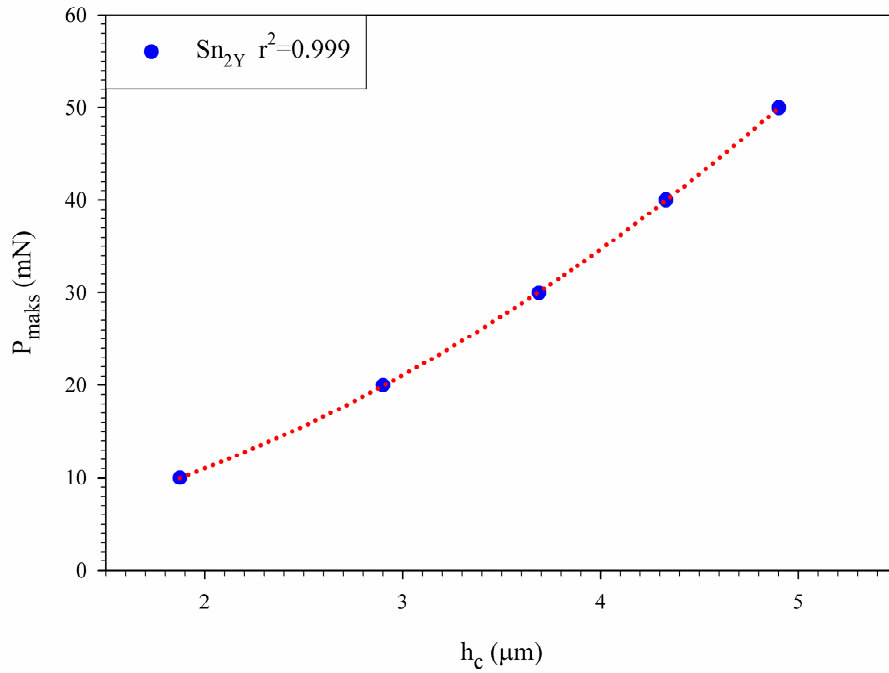
Tablo 4.18 Modellerden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri

Numune Kodu	H_{HK} (MPa)	\bar{H}_{EP1} (MPa)	H_{EP2} (MPa)	\bar{H}_{PSR1} (MPa)	H_{PSR2} (MPa)	\bar{H}_{MPSR1} (MPa)	H_{MPSR2} (MPa)	Plato değeri (MPa)
Sn _{1Y}	69.892	59.306	59.232	57.038	56.942	67.378	67.461	74.940

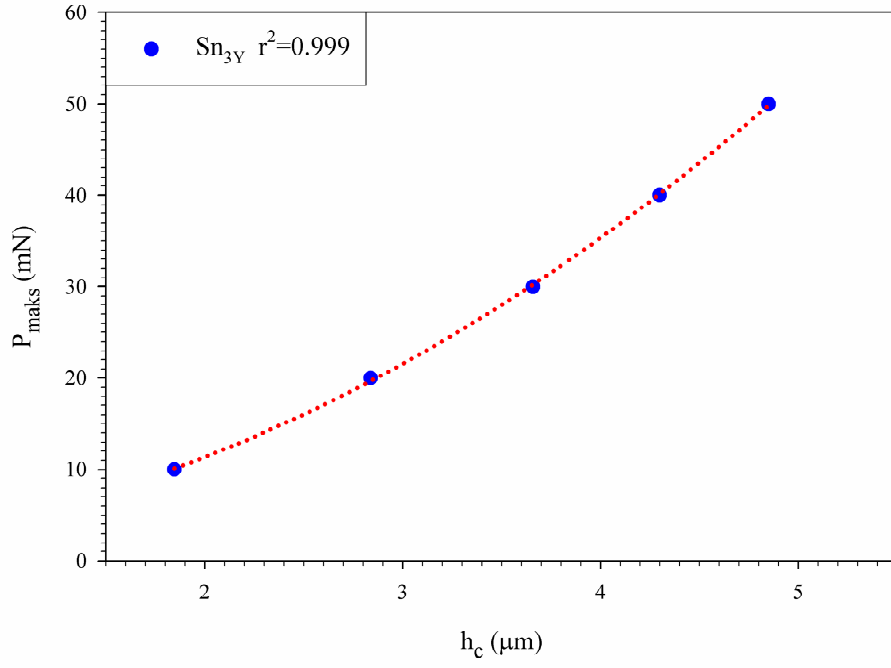
4.3 Geliştirilmiş PSR (MPSR) Modeline Göre Diğer Numunelerin Analizi

Kesim 4.2.3’de farklı modeller kullanılarak Sn_{1Y} numunesinde gözlenen ISE davranışının karşılaştırmalı analizi yapıldı. Bu analizlerden elde edilen verilerin (gerek yüksek korelasyona sahip olması ve gerekse platoya en yakın yükten bağımsız sertlik değerinin elde edilmesi), yükten bağımsız sertlik hesaplamalarında kullanılacak en iyi modelin MPSR olduğu tespit edildi. Bu nedenle farklı yönelimlere sahip Sn_{2Y} , Sn_{3Y} , Sn_{4Y} ve Sn_{1K} , Sn_{2K} , Sn_{3K} , Sn_{4K} numunelerinin yükten bağımsız sertlik değerleri bu model kullanılarak hesaplanacaktır.

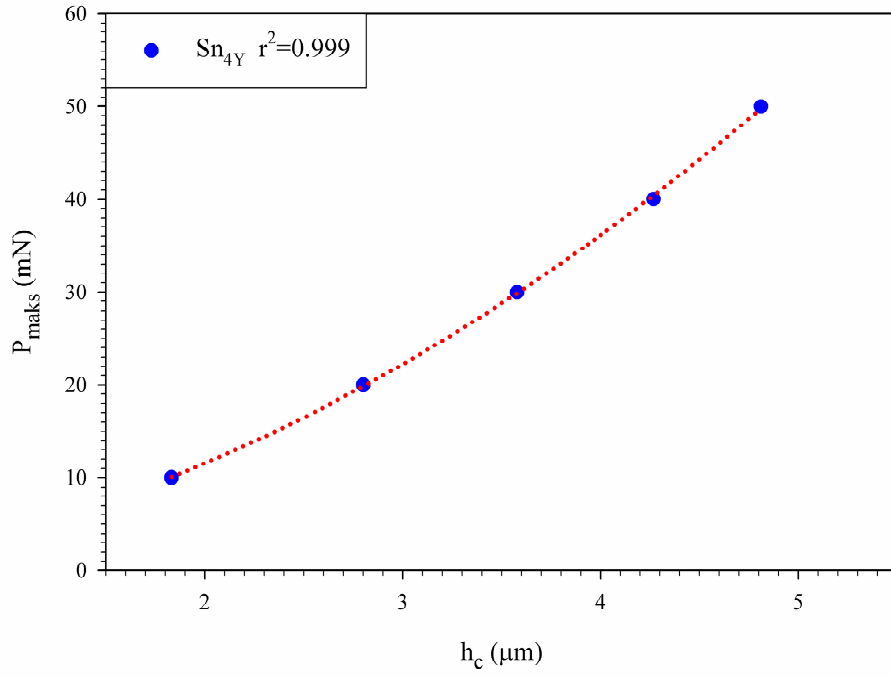
Her bir yönelim için (001) düzleminden elde edilen verilerin $P_{maks}-h_c$ grafikleri Şekil 4.54-56 sırası ile verilmektedir.



Şekil 4.54 Sn_{2Y} numunesinin $P_{maks}-h_c$ grafiği



Şekil 4.55 Sn_{3Y} numunesinin P_{maks} - h_c grafiği



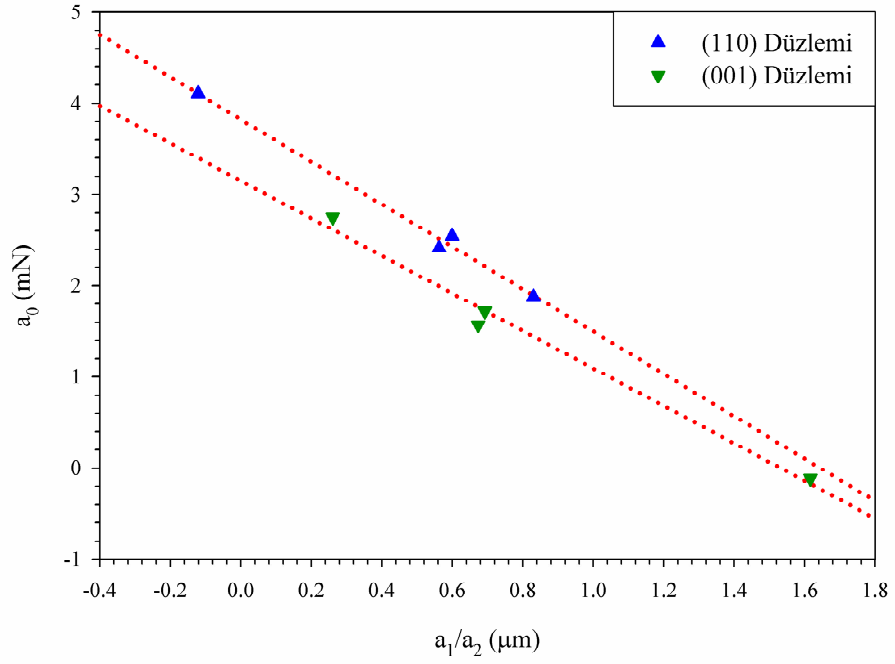
Şekil 4.56 Sn_{4Y} numunesinin P_{maks} - h_c grafiği

Yukarıdaki grafiklerin MPSR modeline göre yapılan analizlerinden elde edilen parametreleri Tablo 4.19'da verilmektedir. Bu parametrelerle ilgili farklı yorumlar Kesim 4.1.2'de verilmiştir. Ayrıca, Tablodan Sn_{4Y} numunesi için, a_0 değerinin negatif olduğu görülmektedir. Bu durum, yüzey zorlarının bazı numuneler için sıkıştırma, bazılarının ise çekme durumunda olduğu anlamına gelmektedir. Bu durum, Gong ve arkadaşları (2000) tarafından, mekaniksel işlemlerin numunenin yüzeye yakın bölgelerde sıkıştırma, yüzeyin altında çekme durumunda olduğu şeklinde ifade edilmektedir.

Tablo 4.19 (001) düzleminin MPSR modeline göre analizi

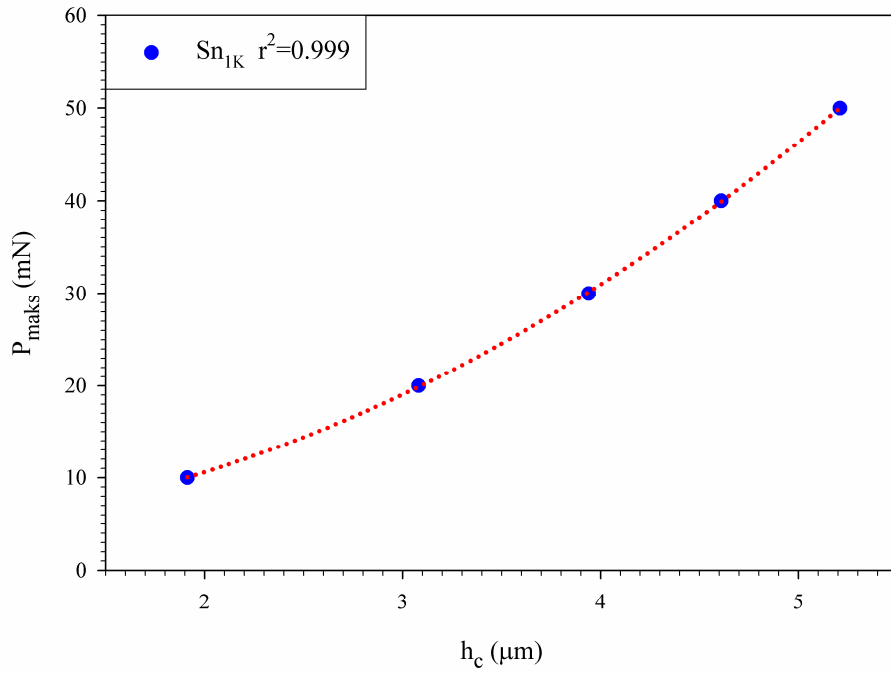
Numune kodu	a_0 (mN)	a_1 (mN/ μm)	a_2 [mN/(μm^2)]	\bar{H}_{MPSR1} (MPa)	H_{MPSR2} (MPa)	Plato değeri (MPa)
Sn _{1Y}	2.752	0.465	1.783	67.378	67.461	81.504
Sn _{2Y}	1.568	1.193	1.772	67.031	67.045	80.333
Sn _{3Y}	1.719	1.240	1.791	67.687	67.763	79.149
Sn _{4Y}	-0.114	2.608	1.614	60.944	61.066	74.940

Diğer taraftan Li ve Bradt (1993) tarafından, a_1 ve a_2 parametreleri sırasıyla malzemelerin elastik ve plastik özellikleri ile ilişkili olabileceği belirtilmektedir. Malzeme parametresi E/H (E ; elastik modül), çentik altındaki plastik bölge ve bu bölgeyi çevreleyen elastik bölge arasındaki uyumsuzluktan kaynaklanan çentik zoru büyüklüğünün bir ölçüsüdür (Lawn vd., 1980). Benzer şekilde a_1/a_2 oranı mekaniksel işlemlerden dolayı yüzeyde meydana gelen artık zorların ölçümü olarak ele alınabilir. Şekil (4.57)'de her iki düzlem için, a_0 değerlerinin a_1/a_2 oranına bağlı grafiği verilmektedir. Şekilden de görüldüğü gibi, bu parametreler arasında oldukça belirgin bir ilişki bulunmaktadır. Bu ilişki Denklem (4.7)'nin fiziksel anlamı üzerinde Kesim 4.1'de yapılan tartışmaları desteklemektedir. Ayrıca \bar{H}_{MPSR1} ve H_{MPSR2} değerlerinin birbirleriyle oldukça uyumlu ve plato değerine yakın olduğu görülmektedir.

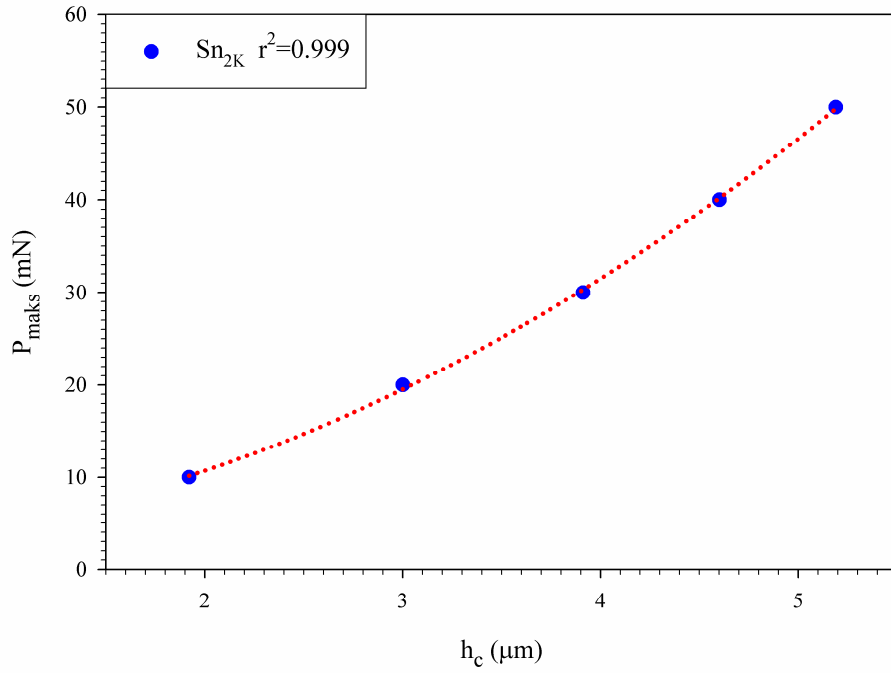


Şekil 4.57 a_0 -(a_1/a_2) eğrisi

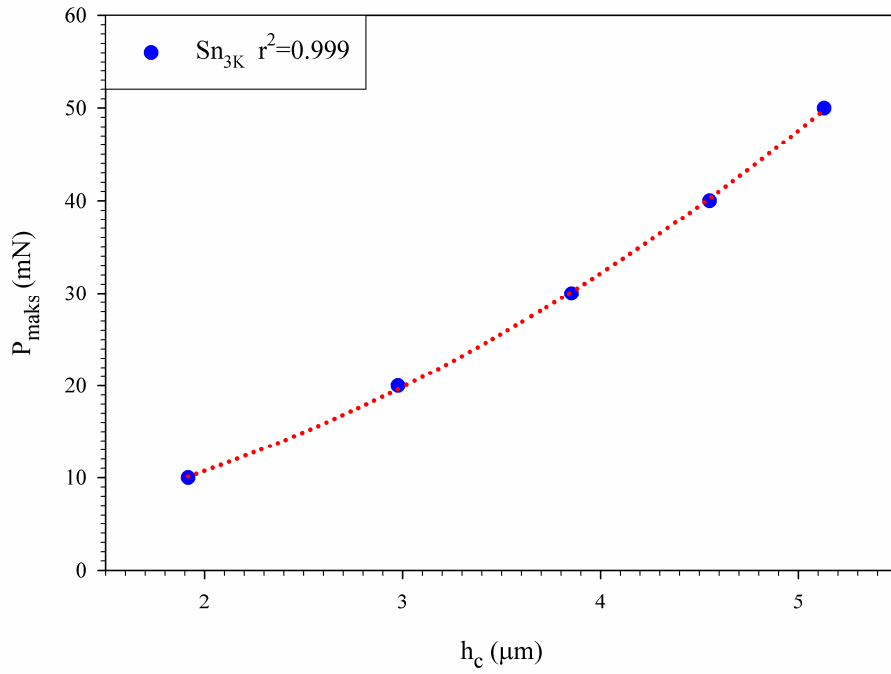
Diğer taraftan, (110) düzleminde her bir yönelim için P_{maks} - h_c grafikleri Şekil 4.58-61'de sırası ile verilmektedir.



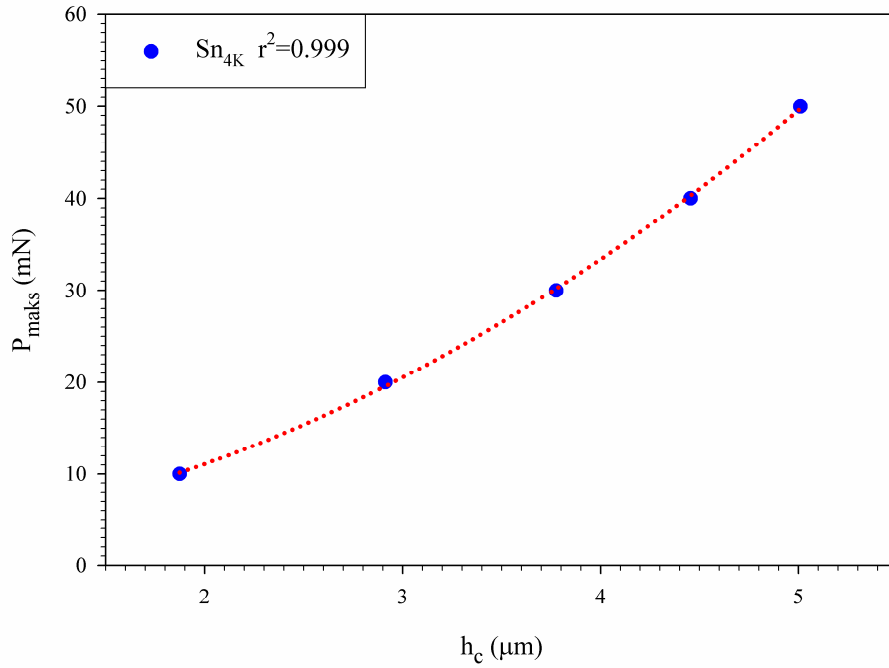
Şekil 4.58 Sn_{1K} numunesinin P_{maks} - h_c grafiği



Şekil 4.59 Sn_{2K} numunesinin P_{maks} - h_c grafiği



Şekil 4.60 Sn_{3K} numunesinin P_{maks} - h_c grafiği



Şekil 4.61 Sn_{4K} numunesinin $P_{\text{maks}}-h_c$ grafiği

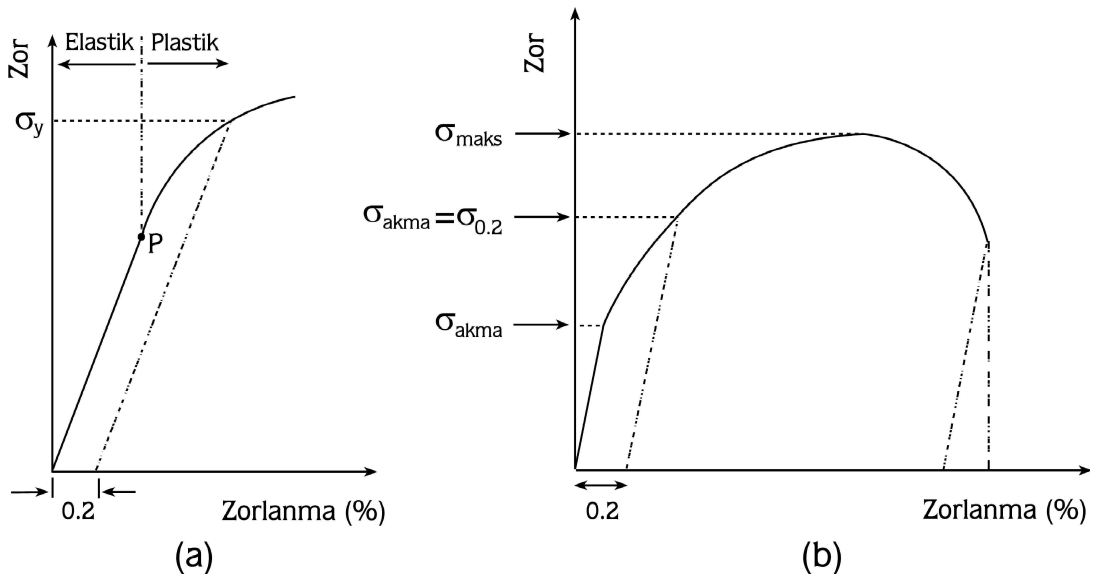
(001) düzleminde olduğu gibi (110) düzlemi için $P_{\text{maks}}-h_c$ deneysel verilerinin oldukça yüksek uyuma sahip olduğu görülmektedir. (110) düzleminden elde edilen her bir grafiğin MPSR modeline göre analiz parametreleri Tablo (4.20)'de verilmektedir. (110) düzleminden elde edilen $\bar{H}_{\text{MPSR}1}$ ve $H_{\text{MPSR}2}$ değerleri uyumlu ve plato değerlerine yakındır.

Tablo 4.20 (110) düzleminin MPSR modeline göre analizi

Numune kodu	a_0 (mN)	a_1 (mN/ μm)	a_2 [mN/(μm^2)]	$\bar{H}_{\text{MPSR}1}$ (MPa)	$H_{\text{MPSR}2}$ (MPa)	Plato değeri (MPa)
Sn _{1K}	4.106	-0.2151	1.773	65.537	67.082	74.806
Sn _{2K}	2.543	0.943	1.573	59.441	59.515	71.678
Sn _{3K}	1.878	1.302	1.568	59.233	59.326	70.138
Sn _{4K}	2.410	0.954	1.696	64.073	64.169	69.858

4.3.1 Çekme Etkisinde Davranış: Akma zoru ve Sertlik arasındaki ilişki

Çekme deneyleri malzemelerin mekaniksel özelliklerini belirlemek için kullanılan pek çok yoldan bir tanesidir. Bu deneylerden elde edilen bilgilerin analizi ile farklı yükler altında malzemelerin nasıl bir davranış sergileyeceği tahmin edilebilir. Elde edilen zor-zorlanma eğrilerinden: deformasyonun temel süreçlerinin anlaşılması, bu eğrilerden farklı malzemelerin fiziksel özelliklerinin karakterize edilmesinde kullanılır. Şekil 4.62’de genel zor-zorlanma grafikleri görülmektedir.



Şekil 4.62 Genel zor-zorlanma grafikleri

Cisimlerin büyük bir çoğunluğunda düşük gerilmeler altında şekil değiştirmeler elastik, diğer bir ifadeyle tersinirdir. Bu bölgede yük uygulanınca ekstansometre ibresi bir artış gösterir, yük kalkınca geri döner. Başlangıçta diyagram doğru şeklindedir. Gerilmeler şekil değiştirme ile orantılıdır. Bu orantı sabiti doğrunun eğimine eşit olup, elastiklik modülünü verir.

Kesim 1’de sertlik ve akma zoru arasındaki lineer ilişki ($H \approx C\sigma_y$) Denklem (1.19) ile verilmiştir. Polikristal malzemelerde bu lineer ilişki katsayısı C ’nin 1.5-3 arasında değişmektedir. Diğer taraftan Tabor (Tabor., 1986), tek kristallerde sertlik ve akma

zoru arasında bir ilişki olduğunu ifade etmektedir. Ayrıca Westbrook (1957) tarafından oldukça geniş bir yelpazedeki kristaller üzerinde yapılan çalışmada C değerinin 1.5-35 arasında değiştiği bulunmuştur.

Bu çalışmada, elde edilen akma zoru değerleri ile sertlik arasındaki ilişkiyi veren C sabitinin statik mikrosertlikler için 3.489-9.856 ve dinamik mikrosertlikler için 5.231-10.884 arasında değiştiği bulunmuştur. Elde edilen sonuçlar Westbrook'un verdiği sonuçlar ile uyum içerisindedir. Diğer yandan β -Sn kristalleri için tercihli büyüme doğrultusundan sapma açısının artması ile akma zoru değerlerinde bir artış gözlenmiştir. Yüzeyin değişmesi ile sertlik değerlerinde meydana gelen bu değişim, akma zoru değerlerinin de kristal yönelimine bağlı olduğu gözlenmektedir. Diğer yandan kristalin büyüme doğrultularının değişmesi (bu değişim kristale uygulanan kuvvetin yönünün değişmesi anlamına gelir) kristallerde ortaya çıkan kolay kayma sistemlerinin (bu sistemlerde akma zoru minimumdur) de açısı olarak değişmesi anlamına gelir. Bu çalışmada elde edilen büyüme doğrultusundan sapma açısının artması ile akma zorunun artması; kolay kayma sistemlerinden uzaklaşması anlamına gelmektedir.

5. SONUÇLAR

Giriş bölümünde de belirtildiği gibi bu çalışmada, gıda sektöründen, otomotiv sektörüne, hediyelik eşya yapımından, entegre devrelere, kadar uzanan birçok alanda karşımıza çıkan Sn malzemesi üzerine yapıldı. Çalışmada, oldukça geniş kullanım alanına sahip olması sebebiyle farklı özellikleri çalışılmasına rağmen, yönelime bağlı mikroyapı ve mekanik özelliklerin nasıl değiştiği gibi incelenmeyen yönleri üzerinde duruldu.

Geliştirilmiş Bridgman yöntemi ile (001) ve (110) düzlemleri üzerinde farklı yönelimlere sahip numuneler üzerinde yapılan statik ve dinamik mikrosertlik analizi sonucunda elde edilen sonuçlar, araştırma bulguları ve tartışma bölümünde ele alınan sıra ile maddeler halinde aşağıda şekilde özetlenebilir.

1. (001) düzleminde yapılan statik mikrosertlik analizleri sonucunda, tüm yönelimlerde çentik boyutu etkisi gözlenmesine rağmen, [110] büyüme doğrultusundan sapma açıları arttıkça mikrosertliğin arttığı gözlenmiştir. Meyer üssü ' n ' 1.6'dan büyük olup beklenenle uyum içerisindedir (Onitsch., 1947; Şahin vd., 2005; Kölemen., 2006). PSR modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri, H_{PSR} , plato bölgesinden uzak olması sebebiyle gözlenen çentik boyutu etkisini analiz etmede yetersiz kalmıştır. H_{LI} değerlerinin plato bölgesine oldukça yakın olması, deney verilerinde elde edilen yüksek uyum ile MPSR modeli gözlenen çentik boyutu etkisini açıklamada kullanılmıştır.

2. (110) düzleminin statik mikrosertlik analizinde, (001) düzlemine benzer şekilde çentik boyutu etkisi gözlenmiş, büyüme doğrultusundan sapma açısı artmasına paralel olarak mikrosertlik artmıştır. Fakat plato değerlerinin (001) düzleminden daha küçük olduğu bulunmuştur. Deneysel verilerin analizinde PSR modeli yetersiz kalmıştır. Mekaniksel parlatma etkilerini dikkate alan MPSR modeli kullanılarak yükten bağımsız sertlik hesabı yapılmıştır.

3. (001) düzleminde yapılan dinamik mikrosertlik (H_d) analizinde, yük-yerdeğiştirme eğrilerinin yükleme kısmının sonunda (sürünme başlangıcı) literatürde yapılan çeşitli numuneler üzerinde gözlenen kopukluklara benzer davranışlar gözlenmiştir (Zong ve Soboyejo, 2005; Navamathavan vd., 2005; 2006; Gaillard vd., 2006). Kopuklukların dislokasyon hareketlerinin başlangıcı olduğu düşünülmektedir. Yük-yerdeğiştirme eğrilerinden elde edilen h_p/h_m oranı kritik değer 0.7'den büyük olup, tüm yönelimler için yığılma durumu gözlenmiştir. Literatürde farklı çalışmacılar tarafından da gözlenen (Pharr, 1998; Zong ve Soboyejo., 2005) bu durum alınan SEM fotoğrafı ile desteklenmiştir (Şekil 4.5). Oliver-Pharr metodu ile elde edilen $H_{d(OP)}$, ISE davranışı ve E_r 'nin RISE davranışı gösterdiği bulunmuştur. E_r 'de gözlenen bu durum literatürle uyumlu olarak (Vlassak ve Nix., 1994; Rodríguez ve Gutierrez., 2003) numunelerin yapısına, yığılma ve çökme davranışlarına, ayrıca malzemenin yönelimine bağlı olduğu görülmüştür. $H_{d(OP)}$ değerlerinin aynı düzlem için elde edilen H_s değerlerinden büyük olduğu tespit edildi. Diğer taraftan Oliver-Pharr metodunda yapılan düzeltme ile elde edilen $H_{d(OP)d}$, $H_{d(OP)}$ değerlerinden küçük olup ISE davranışı gösterirken, elastiklik sabitleri ' $E_{d(OP)d}$ ' sabit bir değer etrafında toplandığı görülmüştür.

4. (110) düzleminin dinamik mikrosertlik davranışı, (001) düzleminde gözlenen davranış ile benzerlik göstermektedir. Yük-yerdeğiştirme eğrisinde gözlenen kopukluklar, h_p/h_m oranının kritik değer 0.7'den büyük olması, $H_{d(OP)}$ 'nin ISE, $E_{d(OP)}$ 'nin RISE ve $E_{d(OP)d}$ 'nin sabit bir değer etrafında dağılım göstermesi şeklinde özetlenebilir.

5. Hesaplanan gerek statik gerekse dinamik mikrosertlik anizotropiktir.

6. KAYNAKLAR

Abtew, M., Selvaduray, Guna 2000. Lead-free Solders in Microelectronics. Materials Science and Engineering R: A Review Journal, 27 (5-6), 95-141.

Adeva, P., Caruana, G., Ruano, O. A., Torralba, M., 1995. Microstructure and high temperature mechanical properties of tin. Materials Science and Engineering, A194, 17-23.

Armstrong, R. W., ve Robinson, W. H. 1974. Combined elastic and plastic deformation behaviour from a continuous indentation hardness test. New Zeland Journal of Science, 17, 429-433.

Armstrong, R. W., Jr. Ferranti Louis., ve Thadhani Naresh N., 2006. Elastic/plastic/cracking indentation behavior of hard materials. International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, 24 (1-2), 11-16.

Atkinson, M, 1991. Origin of the size effect in indentation of metals. Int. J. Mech. Sci. 33 (10), 843-850.

Aytaş, I., 1978. β -Sn Bikristallerinin Akma Noktasında (σ_k) çözülmüş makaslama zoru Değerlerinin dislokasyon yoğunluğuna Bağlı olarak Değişmesi, Doçentlik Tezi, Erzurum, (Yayınlanmamış).

Babini, G. N., Bellosi A., ve Galassi, C., 1986. Characterization of hot-pressed silicon nitride-based materials by microhardness measurements. J. Mater. Sci, 22 (5), 1687-1693.

Baker, S. P., ve Burnham, N. 2000. Measuring Mechanical Properties in the Nanometer Range. In Materials Research Society- Tutorial, Boston.

Banerjee, R. K. ve Feltham, P., 1974. Deformation and fracture of germanium single crystals. J. Mater. Sci. 9 (9), 1478-1482.

Beake, B. D., Leggett, G. J., 2002. Nanoindentation and nanoscratch testing of uniaxially and biaxially drawn poly(ethylene terephthalate) film. Polymer, 43 (2), 319-327.

Beake, B. D., ve Smith, J. F. 2002. High-temperature nanoindentation testing of fused silica and other materials. Philosophical Magazine A, 82 (10), 2179-2186.

Bekteş, M., Uzun. O., Aktürk, S., Ekinci, A. E., Uçar, N., 2004. Vickers microhardness studies of Fe-Mn binary alloys. Chinese journal of Physics, 42(6), 733-739.

Berzina, I. G., ve Savintsev P. A. 1965. Mutual solution of components during contact melting. Russian Physics Journal, 8 (1), 55-57.

- Bhushan, B., ve Koinkar, V. N. 1994. Nanoindentation hardness measurements using atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, 64 (13), 1653-1655.
- Briscoe, B. J., Fiori, L., ve Pelillo, E. 1998. Nano-indentation of polymeric surfaces. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 31, 2395–2405.
- Bolshakov, A., ve Pharr, G. M. 1998. Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. *Journal of Materials Research*, 13 (4), 1049-1058.
- Boussinesq, J. 1885. *Application des Potentials a letudes de l'équilibre et du mouvement des solides elastiques*. Paris, Gauthier-Villars.
- Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., Shorshorov, M. Kh., Ternovskii, A. P., Shnyrev, G. D., 1975. Determination of Young's modulus from the indenter penetration diagram *Zavod. Lab*, 41 (9), 1137-1140.
- Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., Shorshorov, M. Kh., Ternovskii, A. P., 1976. Mechanical properties of material studied from kinetic diagrams of load versus depth of impression during microimpression. *J. Prob. Prochn*, 9, 79-83.
- Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., 1987. Method of Kinetic Hardness and Microhardness Testing by Indentor Indentation. *Zavod Lab*, 53 (11), 76-80.
- Bull, S J; Page, T F; Yoffe, E H. 1989. An Explanation of the Indentation Size Effect in Ceramics. *Philos. Mag. Lett.* 59 (6), 281-288.
- Bückle, H. 1973. *The Science of Hardness Testing and Its Research Applications*, Westbrook, J. H., ve Conrad, H. Edited. Metals Park, OH, ASME, 456-491.
- Cahoon J. R., Broughton W. H., ve Katzuk A. R. 1971. Determination of Yield Strength from Hardness Measurements. *Metallurgical Transactions*, 2, 1979–1983.
- Callister, W. D. 2002. *Introduction to Materials science and Engineering*, Wiley, New York.
- Chowdhury S., E. de Bara., M.T. Laugier. 2004. Study of mechanical properties of CVD diamond on SiC substrates. *Diamond & Related Materials*, 13, 1625-1631.
- Chudoba, T., Richter, F., 2001. Investigation of creep behaviour under load during indentation experiments and its influence on hardness and modulus results. *Surface Coat. Technol*, 148, 191–198.
- Corcoran, S. G., Colton, R. J., Lilleodden, E. T., ve Gerberich, W. W. 1997. Anomalous plastic deformation at surfaces: Nanoindentation of gold single crystals. *Phys. Rev. B* 55, R16057–R16060.

Cripps-Fischer, A. C. 2001. Study of analysis methods of depth-sensing indentation test data for spherical indenters. *Journal of Materials Research*, 16 (6), 1579-1584.

Cripps-Fischer, A. C. 2002. *Nanoindentation*. First ed. Mechanical Engineering Series, ed. F. F. Ling, New York, NY: Springer-Verlag, 197.

Deng, X., Kopman, M., Chawla, N., Chawla, K. K. 2004. Young's modulus of (Cu, Ag)-Sn intermetallics measured by nanoindentation. *Materials Science and Engineering*, A364, 240-243.

Doerner, M. F., ve Nix, W. D., 1986. A method for interpreting the data depth-sensing indentation instruments. *Journal of Materials Research*, 1 (4), 601-609.

Düzgün, B., Uçar, N., ve Aytaş, S. I. 1996. The Dislocation Movement in White Tin Single Crystals. *T. J. of Physics*, 20 (5), 459-464.

Düzgün, B., Ekinci, A. E., Karaman İ., ve Uçar N. 1999. Investigation of Dislocation Movement and Deformation Characteristic in β -Sn Single Crystals. *Journal of the Mechanical Behaviour of Metals*, 10 (3), 187-203.

Ekinci, A.E., Uçar. N., Çankaya, G., Düzgün B. 2003. Flow Behaviour of β -Sn Single crystal. *Indian Journal of Engineering & Materials Science*, 10, 416-418.

Elmustafa, A. A., Stone, D., 2002. Indentation size effect in polycrystalline F.C.C. metals. *Acta Materialia*, 50 (14), 3641-3650.

Elmustafa, A. A., ve Stone, D. S. 2003. Nanoindentation and the indentation size effect: Kinetics of deformation and strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 51 (2), 357-381.

Elmustafa, A. A., ve Stone, D. S. 2003. Stacking fault energy and dynamic recovery: do they impact the indentation size effect? *Materials Science and Engineering A*, 358 (1-2), 1-8.

Feltham, P., ve Banerjee, R. K. 1992. Theory and application microindentation in studies of glide and cracking single crystals of elemental and compound semiconductors. *Mater. Sci.* 27 (6), 1626-1632.

Feng, G., Ngan, A. H. W., 2002. Effects of creep and thermal drift on modulus measurement using depth-sensing indentation. *J. Mater. Res.*, 17 (3), 660-668.

Feng, G., Ngan, A. H. W., 2001. *Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology II*, yayınlayan S.P. Baker, R.F. Cook, S.G. Corcoran, and N.R. Moody (Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 649, Warrendale, PA.), p. Q7.1.1.

Field, J. S., ve Svain, M. V. 1993. A Simple Predictive Model for Spherical Indentation. *Journal of Materials Research*, 8 (2), 297-306.

- Fraizier, E., ve Nadal, M. H. 2003. Noncontact determination of the elastic moduli of β -Sn up and through the melting point. *Journal of Applied Physics*, 93 (1), 649-654.
- Franco, A. R., Pintaúde G., Sinatora, A., Pinedo, C. E., Tschiptschin, A. P., 2004. The use of a Vickers indenter in depth sensing indentation for measuring elastic modulus and vickers hardness. *Materials Research*, 7 (3), 483–491.
- Fröhlich F., Grau P., ve Grellmann W. 1977. Performance and analysis of recording microhardness tests. *Physica Status Solidi (a)*, 42 (1), 79–89.
- Fujiwara, M. 1997. Deformation anisotropy of β -Sn crystals by microindenter. *Materials Science and Engineering*, A234-236, 991-995.
- Fujiwara, M., Otsuka, M. 2001. Indentation creep of β -Sn and Sn–Pb eutectic alloy. *Materials Science and Engineering*, A319-321, 929-933.
- Gaillard, Y., Tromas, C., ve Woïrgard, J. 2006. Quantitative analysis of dislocation pile-ups nucleated during nanoindentation in MgO. *Acta Materialia*, 54 (5), 1409-1417.
- Gane, N., ve Bowden, F. P. 1968. Microdeformation of Solids. *Journal of Applied Physics*, 39, 1432-1435.
- Gao, H., ve Huang, Y., 2003. Geometrically necessary dislocation and size-dependent plasticity. *Scripta Materialia*, 48, 113–118.
- Gong, J., Wu, J., ve Guan, Z. 1997. Analysis of the indentation size effect on the apparent hardness for ceramics. *Materials Letters*, 38 (3), 197-201.
- Gong, J., Wu, J., Guan, Z., 1998. Load dependence of the apparent hardness of silicon nitride in a wide range of loads. *Materials Letter*, 35, 58-61.
- Gong, J., Wu, J., Guan, Z. 1999. Examination of the indentation size effect in low-load vickers hardness testing of ceramics. *Journal of European Ceramic Society*, 19 (15), 2625-2631.
- Gong, J., Wu, J., Guan, Z., 1999. Examination of the indentation size effect in low-load Vickers hardness testing of ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 19, 2625-2631.
- Gong, J., Zhao, Z., Guan, Z., Miao, H. 2000. Load-dependence of Knoop hardness of Al_2O_3 -TiC composites. *Journal of the European Ceramic society*, 20, 1895-1900.
- Gong, J., Miao, H., Zhao, Z., Guan, Z.,. 2001. Load-dependence of the measured hardness of Ti(C,N)-based cermets. *Materials Sci. Eng A*. 303,179-186.
- Gouldstone, A., Koh, H. -J., Zeng, K. -Y., Giannakopoulos, A. E., ve Suresh, S. 2000. *Acta Materialia*, 48 (9), 2277-2295.

Güçlü, N., Kölemen, U., Uzun, U., ve Çelebi, S. 2005. Work of indentation approach for investigation of mechanical properties of YBCO bulk superconductor at cryogenic temperatures. *PhysicaC*, 433 (1-2), 115-122.

Hagihara, K., Nakano, T., Umakoshi, Y., 2003. Plastic deformation behaviour in Ni₃Ti single crystals with DO₂₄ structure. *Acta Materialia*, 51, 2623-2637.

Hays, C., ve Kendall, E. G. 1973. An Analysis of Knoop Microhardness. *Metallography*, 6 (4) 275–282.

Hertz, H. 1882. On contact of elastic solids. *J. Reine Angew. Math*, 92, 156-171.

Hermann, J., Inden, G., ve Sauthoff, G. 2003. Deformation behaviour of iron-rich iron-aluminum alloys at low temperatures. *Acta Materialia*, 51 (10), 2847-2857.

Hirth, J. P., Lothe, J. 1968. *Theory of Dislocations*. New York: John Wiley & Sons.

Hirokawa, T., ve Ojima, K. 1979. The Dislocation Movement in the Pre-Yield Region in White Tin Single Crystals by Using the Etch Hillock Technique. *Jr., Jpn. J. Appl. Phys*, 18 (4), 729-734.

[http://www.calce.umd.edu/general/Facilities/Hardness ad .htm](http://www.calce.umd.edu/general/Facilities/Hardness%20ad.htm)

<http://www1.shimadzu.com/products/test/hardness/duh201.html>

Honda K., ve Hirokawa, T. 1972. Dislocation Etch Hillock Formation in White Tin Single Crystals Jr., *Jpn. J. Appl. Phys*, 11 (12)1763-1774.

Horstemeyer, M. F., Bakes, M. I., ve Plimpton, S. J., 2001. Length scale and time scale effects on the plastic flow of fcc metals. *Acta Materialia*, 49, 4363–4374.

Hull, D., ve D. J. Bacon. 1984. *Introduction to Dislocations*. Third ed. International Series Materials Science and Technology, Vol. 37, Boston: Butterworth Heinemann.

Ihm, J., ve Cohen, M.L. 1981. Equilibrium properties and the phase transition of grey and white tin. *Phys. Rev. B* 23, 1576-1579.

Johnson, K. L. 1987. *Contact Mechanism*, Cambridge University Press.

Kailer, A., Gogotsi, Y. G., ve Nickel, K. G. 1997. Phase transformations of silicon caused by contact loading. *J. Appl. Phys.* 81 (7), 3057-3063.

Karan, S., Gupta, S.P. Sen. 2005. Vickers microhardness studies on solution-grown single crystals of magnesium sulphate hepta-hydrate. *Materials Science and Engineering A*, 398 (1-2), 198-203.

Kelchner, C. L., Plimpton, S. J., ve Hamilton, J. C. 1998. Dislocation nucleation and defect structure during surface indentation. *Phys. Rev. B* 58, 11085–11088.

Khambaty, A. F., 1995. Microhardness on the (100) and (111) planes of single crystal Silicon, University of Nevada, Reno, www.il.proquest.com.

Kölemen, U., Uzun, O., Aksan, M. A., Güçlü, N., Yakıncı E., 2006. An analysis of load-depth data in depth-sensing microindentation experiments for intermetallic MgB₂. *Journal of Alloys and Compounds*, 415 (1-2), 294-299.

Kölemen, U., 2006. Analysis of ISE in microhardness measurements of bulk MgB₂ superconductors using different models. *Journal of Alloys and Compounds*, Baskıda.

Kruger, J., 2001. in Buschow, K. H et al eds., *Encyclopedia of materials: Science and Technology*, Vol 10, Elsevier, Amsterdam, p. 9352.

Lal B., Bamzai, K. K., Kortu, P. N., Wanklyn, B. M., 2004. Microhardness, fracture mechanism and dielectric behaviour of flux-grown GdFeO₃ single crystals. *Materials Chemistry and Physics*, 85, 353-365.

Lawn, B. R., Evans, A. G., ve Marshall, D. B. 1980. Elastic/plastic indentation damage in ceramics: the median/radial crack system. *Journal of American Ceramic Society*, 63, 574-581.

Lawn, B. R., ve Howes, V. R. 1981. Elastic recovery at hardness indentations. *Journal of Materials Science*, 16 (10), 2745-2752.

Li, X., ve Bhushan, B. 2002. A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications. *Materials Characterization*, 48 (1), 11-36.

Li, H., Bradt, R. C., 1991. Knoop microhardness anisotropy of single-crystal LaB₆. *Materials Science and Engineering*, A142, 51–61.

Li, H., ve Bradt, R. C., 1991. Knoop microhardness anisotropy of single-crystal cassiterite (SnO₂). *Journal of American Ceramic Society*, 74, 1053-1060.

Li, H., Bradt, R. C., 1993. The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals. *Journal of Materials Science*, 28, 917-926.

Li. H., Han, Y. H., ve Bradt, R. C. 1994. Knoop microhardness of single crystal sulphur. *Journal of Materials Science*, 29, 5641-5645.

Li, H., Bradt, R. C. 1996. The effect of indentation-induced cracking on the apparent microhardness. *Journal of Materials Science*, 31 (4), 1065-1070.

Liu, Y., Ngan, A. H. W., 2001. Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation. *Scripta Materialia*, 44, 237–241.

- Lorenz, D., Zeckzer, A., Hilpert, U., Grau, P., Johansen, P., Leipner, H. S. 2003. Pop-in effect as homogeneous nucleation of dislocations during nanoindentation. *Phys. Rev. B* 67, 172101-172104.
- Lu, X., Zhang, B., Qin, Z., Zhang, Y., Ding, B., ve Hu, Z. 2003. Microstructure and mechanical properties of Fe–Mn–Ge Alloys. *Materials Science and Engineering*, A347, 258–264.
- Lysaght, V. E. 1949. *Indentation Hardness Testing*. New York NY; Reinhold Publishing Corp. 288.
- Ma, Q., ve Clarke, D. R. 1995. Size dependent hardness of silver single crystals. *Journal of Materials Research*, 10 (4), 853-863.
- Mann, A. B., Heerden, D. V., Pethica, J. B., Bowes, P., ve Weihs, T. P. 2002. Contact resistance and phase transformations during nanoindentation of silicon. *Philos. Mag. A* 82 (10), 1921-1929.
- McCann, M. M. 2004. *Nanoindentation of Gold Single Crystals*. Doctor of Philosophy Materials Science and Engineering, Blacksburg, Virginia
- Mott, B. 1956. *Micro-indentation Hardness Testing*, Butterworths, London.
- Mukerji, S., ve Kar, T. 2000. Knoop microhardness anisotropy and Young's modulus of L-arginine hydrochloride monohydrate and L-arginine hydrobromide monohydrate. *Materials Research Bulletin*, 35, 711-717.
- Navamathavan, R., Moon, Yong-Tae., Kim, Gwang-Seok., Lee, Tae Geol., Hahn, Jun-Hee., ve Park, Seong-Ju. 2005. 'Pop-in' phenomenon during nanoindentation in epitaxial GaN thin films on *c*-plane sapphire substrates. *Materials Chemistry and Physics*, Baskıda.
- Navamathavan, R., Kim, Kyoung-Kook., Hwang, Dae-Kue., Park, Seong-Ju., Hahn, Jun-Hee., Lee, Tae Geol., ve Kim, Gwang-Seok.,. 2006. A nanoindentation study of the mechanical properties of ZnO thin films on (0 0 0 1) sapphire. *Applied Surface Science*, Baskıda.
- Ngan, A. H. W., Tang, B., 2002. Viscoelastic effect during unloading in depth-sensing indentation. *J. Mater. Res*, 17 (10), 2604–2610.
- Ngan, A. H. W., Wang, H. T., Tang, B., Sze, K. Y., 2005. Correcting power-law viscoelastic effects in elastic modulus measurement using depth-sensing indentation. *International Journal of Solids and Structures*, 42, 1831-1846.
- Nix, W. D., ve Gao, H. 1998. Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46 (3), 411-425.

- Ojima, K., ve Hirokawa, T. 1979. The Relationship between Dislocation Density and Crystal Width in White Tin Single Crystals. Jr., *Jpn. J. Appl. Phys.*, 18 (5) 1631-1632.
- Ojima, K. 1981. Distribution of Obstacle Spacings to Dislocation Motion in the Pre-Yield Region in White Tin Single Crystals. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 20 (9), 1657-1664.
- Ojima, K., Hirokawa, T. 1983. Motions of Individual Dislocations in White Tin Single Crystals Deformed in Tension. *Jpn. J. Appl. Phys.* 22(1), 46-51.
- Oliver, W. C., Pharr, G. M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.*, 7 (6), 1564–1583.
- Onitsch, E. M. 1947. Uber die Makrohärte der Metalle. *Mikroskopie*, 2, 131.
- Pal, T., Kar, T. 2003. Vickers microhardness studies of L-arginine halide mixed crystals. *Materials Science and Engineering A*, 354 (1-2), 331-336.
- Pal, T., Kar, T., 2005. Studies of microhardness anisotropy and Young's modulus of nonlinear optical crystal L-arginine hydrochlorobromo monohydrate. *Materials Letters*, 59, 1400–1404.
- Peng, Z., Gong, J., ve Miao, H. 2004. On the description of indentation size effect in hardness testing for ceramics: Analysis of the nanoindentation data. *Journal of European Ceramic Society*, 24, 2193-2201.
- Pethica, J. B., Hutchings, R., Oliver, W. C., 1983. Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm. *Philosophical Magazine A* 48 (4), 593-606.
- Pharr, G. M., Oliver, W. C., 1989. Nanoindentation of silver-relations between hardness and dislocation structure. *Journal of Materials Research*, 4 (1), 94–101.
- Pharr, G. M., Oliver, W. C., Brotzen, F. R., 1992. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. *Journal of Materials Research*, 7 (3), 613-617.
- Pharr, G. M. 1998. Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation. *Materials Science and Engineering A*, 253 (1), 151-159.
- Qian, L., Li, M., Zhou, Z., Yang, H., ve Shi X. 2005. Comparison of nano-indentation hardness to microhardness. *Surface & Coating Technogly*, 195 (2-3), 264-271.
- Quinn, J. B., Quinn, V. D. 1997. Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach. *Journal of Materials Science*, 32, 4331-4346.

- Rayne, J. A., Chandrasechar, B. S., 1960. Elastic Constants of β Tin from 4.2°K to 300°K. *Phys. Rev*, 120, 1658–1663.
- Raman, V., Berriche, R., 1992. An investigation of the creep processes in tin and aluminyum using a depth-sensing indentation technique. *J. Mater. Res.* 7(3), 627.
- Ren, X. J., Hooper, R. M., Griffiths, C., ve Henshall, J. L., 2002. Indentation-size effect in single-crystal MgO. *Philosophical Magazine A*, 82 (10), 2113-2120.
- Rodríguez, R., Gutierrez, I., 2003. Correlation between nanoindentation and tensile properties: Influence of the indentation size effect. *Materials Science and Engineering*, A361, 377-384.
- Samuel, R., Chandrasekar, S., Farris Thomas N., ve Licht Robert H. 1989. Effect of Residual Stresses on the Fracture of Ground Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 72 (10), 1065-1070.
- Sangwal, K., 1971. Ph.D. Thesis, Sardar Patel University, Vallabh Vidyanagar, India.
- Sangwal, K., 1989. Microhardness of as-grown and annealed lead sulphide crystals. *J. Mater. Sci.* 24 (3), 1128-1132.
- Sangwal, K., 2000. On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids. *Materials Chemistry and Physics*, 63, 145-152.
- Sangwal, K., Surowska, B., P. Błaziak., 2003. Analysis of the indentation size effect in the microhardness measurement of some cobalt-based alloys . *Materials Chemistry and Physics*, 77, 511-520.
- Sangwal, K., Surowska, B., 2003. Study of indentation size effect and microhardness of SrLaAlO₄ and SrLaGaO₄ single crystals. *Mat. Res. Innovat*, 7(9), 91–104.
- Sangwal, K., Surowska, B., P. Błaziak., 2003. Relationship between indentation size effect and material properties in the microhardness measurement of some cobalt-based alloys. *Materials Chemistry and Physics*, 80, 428–437.
- Sargent, P. M., ve Page, T. F. 1978. The influence on the microhardness of ceramic materials. *Proc. Brit. Ceram. Soc.*, 26, 209-224.
- Sargent, P. M., 1986. Use of the indentation size effect on microhardness for metals characterization, P. J. Blau ve B. R. Lawn eds, American Society for Testing and Materials Philadelphia, PA, 160-174.
- Shorshorov, M. Kh., Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., 1982. Work of Plastic Deformation during Indenter Indentation, *Sov. Phys. Dokl*, 26 (8), 769-771.

- Simões, M. I., Fernande, J. V., Cavaleiro, A., 2002. The influence of experimental parameters on hardness and Young's modulus determination using depth-sensing testing. *Philosophical Magazine A*, 82 (10), 1911–1919.
- Sneddon, I. N., 1965. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq' problem for a punch of arbitrary profile. *International Journal of Science Engineering*, 3, 47-57.
- Stevenson, M. E., Kaji, M., Bradt, R. C., 2002. Microhardness anisotropy and the indentation size effect on the basal plane of single crystal hematite. *Journal of European Ceramic Society*, 22, 1137-1148.
- Stus, N.V., Dub, S. N., Stratiychuk, D. A., ve Lisnyak, V. V. 2005. Pop-in effect at nanoindentation of lithium tetraborate (1 0 0) face. *Journal of Alloys and Compounds*, 403 (1-2), 305-307.
- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., Düzgün, B., ve Uçar, N. 2005. Indentation size effect and microhardness study of β -Sn single crystals. *Chin. Phys. Lett*, 22 (12), 3137-3140.
- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., ve Uçar, N. 2006. Vickers Microhardness Studies of β -Sn single crystals. *Materials Characterization*. Baskıda.
- Tabor, D. 1951. *The Hardness of Metals*, London: Oxford University Pres; 1996, *Philosophical Magazine*. A 74, 1207
- Tabor, D. 1961. Elastic Recovery of conical indentations. *Phys. Proc. Soc.*, 78 (2), 169-179.
- Tabor, D. 1986. Indentation Hardness and its Measurement: Some Cautionary Comments . *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM STP 889, P. J. Blau ve B. R. Lawn, Eds, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 129-159.
- Tang, B., Ngan, A. H. W., 2003. Accurate measurement of tip-sample contact size during nanoindentation of viscoelastic materials. *J. Mater. Res*, 18 (5), 1141–1148.
- Tarkanian, M.L., Neumann, J.P., ve Raymond, L. 1973. Determination of the temperature dependence of {1 0 0} and {1 1 2} slip in tungsten from Knoop hardness measurements, in: J.H. Westbrook, H. Conrad (Eds.), *The Science of Hardness Testing and Its Research Applications*, American Society for Metals, Metal Park, OH, 187–198.
- Tate, D. R., 1945. A comparison of microhardness indentation test. *Transaction of American ceramic society*. *Transactions Of American Society For Metals* 35, 374–375.

Ternovskii, A. P., Alekhin, V. P., Shorshorov, M. Kh., Khrushchov, M. M., Skvortsov, V. N., 1973. Micromechanical Testing of Materials by Depression. *Zavod Lab*, 39, 1620-1624.

Timoshenko, S. G., ve J. N. 1951. *Theory of Elasticity*. New York: McGraw-Mill.

Tolansky, S., Nickols, D. G., 1949. Interferometric examination of hardness indentations of Tin. *Nature*, London, 164.

Tsui, Y. T., Pharr, G. M., 1999. Substrate effects on nanoindentation mechanical property measurement of soft films on hard substrates. *Journal of Materials Research*, 14 (1), 292–301.

Upit, G. P., ve Varchenya, S. A. 1973. The size effect in the hardness of single crystals, in J. H. Westbrook ve H. Conrad (eds), *The Science of Hardness Testing and Its Research Applications*, American Society for Metals, Metals Park, OH. 135-144.

Uzun, O., Karaaslan, T., Keskin, M., 2003. Hardness evaluation of Al–12Si–0.5Sb melt–spun ribbons . *Journal of Alloys and Compounds*, 358, 104-111.

Uzun, O., Karaaslan, T., Göğebakan, M., ve Keskin, M. 2004. Hardness and microstructural characteristics of rapidly solidified Al–8–16 wt.%Si alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 376 (1-2), 149-157.

Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi, S., ve Güçlü, N. 2005. Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic microindentation technique. *Journal of European Ceramic Society*, 25 (6), 969-977.

Vlassak, J. J., ve Nix W. D. 1994. Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments . *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 42 (8), 1223–1245.

Weaver, M. L., Stevenson, M. E., Bradt, R. C., 2003. Knoop microhardness anisotropy and the indentation size effect on the (100) of single crystal NiAl. *Materials Science and Engineering*, A345, 113-117.

Weiss, H. J. 1987. On deriving vickers hardness from penetration depth. *Phys. Stat. Sol. (a)*, 99, 491-501.

Westbrook, J. H. 1957. Microhardness at 57, 873 High Temperatures. *Proceeding of the American Society for Testing and Materials*.-897.

Wyatt, D. H. 1974. *Metals, Ceramic and Polymers*, London: Cambridge University Pres. Chapter 5 and 6.

Zong, Z., Soboyejo, W., 2005. Indentation size effect in face centered cubic single crystal thin films. *Materials Science and Engineering A* 404, 281-290.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Osman ŞAHİN

Doğum Yeri : Konya / Ilgın

Doğum Yılı : 13/03/1977

Medeni Hali : Evli, bir çocuk

Eğitim ve Akademik Durumu

Lise 1991-1994 Konya Gazi Lisesi

Lisans 1994-1998 Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi
Fizik Bölümü

Yüksek Lisans 1998-2001 Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Yabancı Dil İngilizce

İş Deneyimi

2000- Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Araştırma
Görevlisi