

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK EĞİTİMİ ANABİLİM DALI

β -KALAY MONOKRİSTALİNDE DİSLOKASYON YOĞUNLUĞU İLE KRİSTAL
KESİTİ ARASINDAKİ İLİŞKİ

İbrahim KARAMAN

Yönetici : Doç.Dr.Bahattin DÜZGÜN

Yüksek Lisans Tezi

ÖZET

Bu arařtırmada kullanılan β -Sn monokristalleri %99.99 saflıktadır. Kristaller yaklaşık 10^{-2} torr'luk bir basınçta modifiye Bridgman metodu kullanmak suretiyle eritilerek büyütölmüş ve geri-yansımali Laue metodu ile yönlendirilmiştir. Bu işlemler sonunda kristal yönelimlerinin hemen hemen [110] doğrultusuna paralel olduđu görölmüştür.

Büyütölen kristaldeki dislokasyon yoğunluđu tesbiti için dađlama tepeciđi tekniđi kullanılmıřtır. Bunun için kristaller terkipleri farklı solösyonlarda önce parlatılmıř, sonra dađlanmıřtır. Dađlama sonunda kristalin (001) yüzeyinde oluřan dađlama tepeciklerinin fotođrafları bir metal mikroskopu kullanılarak çekilmiştir. Bu fotođraflardan faydalanarak kristal kesiti ile dislokasyon yoğunluđu arasındaki iliřki arařtırılmıř, kristal kesiti arttıka dislokasyon yoğunluđununda arttıđı gözlenmiştir.

SUMMARY

β -Sn monocrystals used in this investigation were a purity of 99.99%. The crystals were grown from the melt by using the modified Bridgman method in a vacuum at about 10^{-2} torr and were oriented by back-reflection Laue method. As a result of these operations, it was seen that orientations of crystals were almost parallel to the [110].

Etch hillock technique was used in order to determine dislocation density of grown crystals. For this, crystals were first polished and then etched with a solutions that consist of different components. As a result of etching, photographs of etching hillocks occurring on the (001) surface of crystal were taken by means of metal microscope. The relationship between crystal crosscut and dislocation density was searched using those photographs and finally it was observed that dislocation density increases together with crystal crosscut.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışması olarak sunduğum bu araştırmada görüş ve yardımlarını esirgemeyen değerli tez hocam Sayın Doç.Dr.Bahattin DÜZGÜN'e teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca çalışma boyunca yaptığı yardımlardan dolayı Fen Fakültesi Fizik Bölümü öğretim elemanlarından Yrd.Doç.Dr. Nazım UÇAR'a ve Atatürk Üniversitesi Kâzım Karabekir Eğitim Fakültesi Fizik Eğitimi Bölümü elemanlarına ve tezin yazılmasında emeği geçen fakültemiz bilgisayar bürosu elemanlarına teşekkür ederim.



İÇİNDEKİLER

| | Sayfa | No |
|--|-------|----|
| ÖZET | i | |
| SUMMARY | ii | |
| TEŞEKKÜR | iii | |
| İÇİNDEKİLER | iv | |
| | | |
| 1. GİRİŞ | 1 | |
| | | |
| 2. TEORİK BİLGİLER | 5 | |
| 2.1. Giriş | 5 | |
| 2.2. Metalik Kalayın Özellikleri | 6 | |
| 2.3. Kristal Kusurları | 6 | |
| 2.3.1. Noktasal Kusurlar | 7 | |
| 2.3.2. Çizgisel Kusurlar (Dislokasyonlar)..... | 8 | |
| 2.3.3. Hacimsel Kusurlar | 17 | |
| | | |
| 3. MATERYAL VE YÖNTEM | 19 | |
| 3.1. Giriş | 19 | |
| 3.2. Deney Sistemi | 19 | |
| 3.3. Kristallerin Büyütülmesi | 19 | |
| 3.4. X-Işınları Difraktometresi ile Kristal Resimlerin Çekilmesi | 19 | |
| 3.5. Kristal Yönelimlerinin Tesbiti | 20 | |
| 3.6. Parlatma ve Dağlama Solüsyonlarının Hazırlanması | 21 | |
| 3.6.1. Dağlama ve Dağlama Tepeciklerinin Oluşması | 21 | |
| 3.6.2. Fotoğrafik Büyütme | 23 | |
| 3.7. Kristal Kesitine Bağlı Olarak Dislokasyon Yoğunluğunun Tesbiti | 24 | |
| | | |
| 4. SONUÇ VE TARTIŞMA | 25 | |
| | | |
| 5. KAYNAKLAR | 28 | |

1.GİRİŞ

Laue'nun 1912 yılında x-ışını difraksiyonu üzerinde yapmış olduğu çalışmalar sonucu metallerin kristal yapıya sahip olduğu anlaşıldı ve kristal yapı özellikleri deneysel olarak incelendi¹.1930'lu yıllarda Born ve arkadaşları tarafından mükemmel kristal teorisi geliştirildi^{1,2}. Bu teorinin, kristal cisimlerin bir kısım özelliklerini izah ettiği, bazılarını da izah edemediği görüldü. Bu ikinci tip özelliklere "yapıya hassas özellikler" denir. Mükemmel kristal teorisinden hareketle bazı malzemelerin plastik deformasyona başlaması için gerekli zorlanma, hem teorik hem de deneysel olarak hesaplandı. Bulunan teorik ve deneysel sonuçlar arasında birkaç büyüklük mertebesinde farkın olduğu gözlemlendi. Bunun üzerine araştırmacılar mükemmel kristal teorisinin eksik olabileceğini ve kristalin mükemmel olamayacağını düşünüp, bir kısmı hipotetik olmak üzere, teoriler geliştirdiler. 1934 yılında, birbirinden bağımsız olarak çalışan Orawan, Taylor ve Polanyi; deneysel ve teorik sonuçlar arasındaki farkın, "dislokasyon" denen lineer kristal kusurları ile izah edilebileceğini ileri sürdüler¹.

Dislokasyon kavramı, 1934 yılında tamamen teorik olarak kristallerin plastik deformasyonuna tatbik edilmekle birlikte, dislokasyonların varlığı ve davranışları hakkındaki bilgiler hep dolaylı yollarla açıklanabildi. 1953 yılında ilk kez, şeffaf iyonik kristallerde dislokasyonlar, dekorasyon tekniği ile direk olarak gözlemlendi. Bugün diğer tekniklerin gelişmesiyle dislokasyonlar, teorik kavramlar olmaktan çıkmış ve malzemelerin mekanik özelliklerini belirleyen unsurlar olarak bilim dünyasında gereken önemi kazanmıştır.

Kristallerdeki ferdi dislokasyon hareketleri dört ana teknikte araştırılmıştır³. Bunlardan yüzey tekniği, yüzeylerde ortaya çıkan dağlama tepesi ve dağlama

çukurcuklarının oluşması esasına dayanır. Düzgün'un⁴ yapmış olduğu bir çalışmada belirttiğine göre dağlama çukurcuklarının dislokasyonlara uygunluğu ilk defa 1949 yılında Chockley and Read⁵ tarafından teklif edilmiştir. Daha sonra yapılan araştırmalarda dağlama çukurcukları yanında dağlama tepesi tekniğinin de kullanılabiliceği gözlenmiş ve 1957 yılında Batterman⁶ dağlama tepesi tekniği ile bir çok araştırma yapmıştır. Ferdi dislokasyon hareketlerini araştırmada kullanılan ikinci teknik ise x-ışını topoğrafisi tekniğidir. Bu teknik; kristale gönderilen x-ışınlarının saçılması sonucunda oluşan saçılma deseni üzerinde, dislokasyon bulunan yerlerdeki bölgesel farklılıkların araştırılması olarak bilinir. Bir diğeri ise dekorasyon tekniğidir. Bu teknik ilk defa Hedges and Michell³ tarafından kullanılmış olup, bulk kristallerinden ışık geçirilerek dislokasyonların araştırılması esasına dayanır. Bu teknikler dışında elektron mikroskobu kullanmak suretiyle de dislokasyonlar gözlenmektedir. Ancak bu teknik için çok ince örneklerin hazırlanması (0,1-1 μ) gerektiğinden, örnek hazırlanırken, kristalin mekanik özelliklerinin bozulmamasına özen gösterilmelidir.

Düzgün⁴ tarafından yapılan bir araştırmada, β -Sn kristalleri üzerindeki çalışmaların 1923 yılına kadar uzanmakta olduğu ve son yıllarda özellikle Japonya da birçok çalışmanın yapıldığı belirtilmektedir. Yapılan çalışmalar genellikle β -Sn monokristallerinde ferdi dislokasyon hareketlerinin incelenmesine yöneliktir.

Young and Savage⁷, dağlama çukurcuğu tekniği kullanarak, düşük dislokasyon yoğunluklu kristallerde ferdi dislokasyon hareketlerini araştırmışlardır.

Hirokawa et al.⁸ modifiye çift dağlama tekniğini kullanarak, dağlama tepeliklerini araştırmışlar ve dağlama

tepeciklerinin dislokasyonlara karşı geldiğini belirtmişlerdir.

1985 yılında Düzgün⁴ tarafından yapılan bir araştırmada modifiye Birdgman yöntemi ile büyütülen β -Sn monokristallerinde, dağlama tepeciği tekniği ile dislokasyon yoğunluğu araştırılmıştır.

Ojima and Hirokawa⁹, 1979 yılında yapmış oldukları bir araştırmada, β -Sn monokristallerinde dislokasyon yoğunluğunun kristal genişliğine bağlılığını araştırmışlar ve kristal genişliği ile dislokasyon yoğunluğu arasında, kristal genişliği arttıkça dislokasyon yoğunluğunda azalma olduğunu gözlemişlerdir.

Antrasin kristallerinde dislokasyon yoğunluğunun kristal çapına bağlılığını araştıran Kojima et al.¹⁰ dislokasyon yoğunluğunun kristal çapına bağlı olarak arttığını ve belli bir tavlama sıcaklığında tavlama süresi artırılınca dislokasyon yoğunluğunda azalma olduğunu tesbit etmişlerdir.

Fujiwara and Hirokawa¹¹, yapmış oldukları bir araştırmada, Sn kristallerinin yüzey kısımlarına yakın tabakalar üzerine çok küçük zor uygulamak suretiyle bu bölgelerde plastik deformasyon oluşturarak yüzeyden iç kısımlara doğru dislokasyon yoğunluğunu araştırmışlar ve yüzeye yakın bölgelerde dislokasyon yoğunluğunun fazla, derinliğe inildikçe dislokasyon yoğunluğunda azalma ve nihayet sabit bir değere ulaştığını gözlemişlerdir.

Düzgün vd.¹² tarafından yapılan çalışmada, modifiye Bridgman yöntemiyle bir ucu yaklaşık üçgen şeklinde büyütülen Cd-tek kristalinde, kristal genişliğine bağlı olarak dislokasyon yoğunluğunu araştırılmış ve dislokasyon yoğunluğunun kristal genişliğine bağlı olarak değiştiği gözlenmiştir. Ayrıca bu çalışmalara benzer olarak Tsivisky¹³, Fukotomi and

Takatori¹⁴, Hyugaji et al.¹⁵ tarafından yapılan arařtırmalarda da, dađlama ukurcuđu tekniđi ile Cd-tek kristalinde dislokasyon yođunluđu arařtırılmıřtır.

Bu alıřmada, modifiye Bridgman yntemi ile farklı kesitlerde c β -Sn monokristali bytlmř ve dađlama tepeciđi tekniđi kullanılarak, dislokasyon yođunluđunun kristal kesitine bađlılıđı arařtırılmıřtır.



2. TEORİK BİLGİLER

2.1 GİRİŞ

Alman Fizikçi Röntgen tarafından x-ışınlarının keşfedilmesiyle, maddelerin iç yapısının incelenmesine imkan sağlanmıştır¹⁶. 20.yüzyılın başlarında, Laue'nun x-ışınları difraksiyonu metoduyla, metallerin kristal yapıya sahip olduğu anlaşılmıştır^{1,2}. Daha sonra bir çok araştırmacı tarafından kristal yapı özellikleri deneysel olarak incelenmiş ve kristal teorileri geliştirilmiştir.

Kristal, atom yada atom gruplarının üç boyutlu uzayda, periyodik olarak dizilmelerinden meydana gelir¹⁷. Bu tanıma uyan kristallere ideal kristal denir. Bu tanıma uyan kristalleri tabiatta bulmak zordur.

Kristal yapının en önemli özelliği simetrisidir⁴. Kristaller, simetrilerini bozan bir takım kusurlar ihtiva ederler. Bu kusurların miktarı, dağılım ve davranışlarının bilinmesi önem taşır. Bu yüzden bir kristal, gazlardan ve sıvılardan esaslı biçimde farklıdır. Sıvı ve gazlarda atom yada atom grupları arasında periyodiklik olmadığından, simetri özelliği de yoktur⁴. Bununla beraber bütün katılar kristal yapıda değildir. Cam, katı olmasına rağmen kristal yapıda olmadığından, atomlarının periyodik düzenlenmesi sözkonusu değildir. Ayrıca bir sıvı soğutulursa alçak sıcaklıklarda katılaşarak belli bir şekle ve hacme sahip olabilir. Bu şekilde ortaya çıkan katıda bazı kristolografik özellikler gözlenirse de bu tür katıların amorf yapıda olabilecekleri gözden uzak tutulmamalıdır¹⁸. Esasen amorf bir katı ile sıvı arasında esaslı bir fark olmayıp, tek fark vizkoziteleri arasındadır.

2.2 Metalik Kalayın Özellikleri

Tabiatta SnO_2 cevheri halinde bulunan kalay elementinin, atom numarası 50, atom ağırlığı 118.69'dur. Normalde dokuzu kararlı, onüçü kararsız olmak üzere toplam yirmiiki tane izotopu bulunan kalayın, ergime noktası 504.97 K, kaynama noktası 2543 K ve normal iyonlaşma potansiyeli ($\text{Sn} \rightarrow \text{Sn}^{2+} + 2e$ için) $E_0 = 0.136$ volt^{19,20} olan bir metaldir.

Küpik yapıllı α -Sn 286.2 K'e kadar ısıtılırsa β -Sn'ya dönüşür. β -Sn beyaz kalay olarak bilinir ve tetragonal yapıya sahip olup, yoğunluğu 7.31 g/cm^3 dür. Bazı araştırmacılar 434-504.79 K arasındaki sıcaklıklarda γ formunda bulunduğunu belirtmişlerdir^{19,20}.

Eğer kalay metali 286.2 K sıcaklığının altına düşürülecek olursa, beyaz kalay yavaşca griye dönüşür. Bu değişme Al, Zn gibi safsızlıklarla etkilenir ve az miktarda Sb ve Bi ilavesi ile önlenabilir. $\beta \rightarrow \alpha$ olan bu değişim "Kalay pesti" olarak bilinir.

Teknolojide kalay metali, yüksek dereceden parlatmaya müsait olmasından dolayı, metalin aşınmasını önlemek ve diğer kimyasal etkilerden korumak için kaplamada kullanılmaktadır. Kalay elementi ile yapılan alaşımlarda oldukça önemlidir. Örneğin Nb_3Sn alaşımı çok düşük sıcaklıklardaki, süper iletkenliğe katkıda bulunmaktadır. Bunlara ilaveten teknolojide birçok kullanım alanı bulunmaktadır.

2.3. Kristal Kusurları

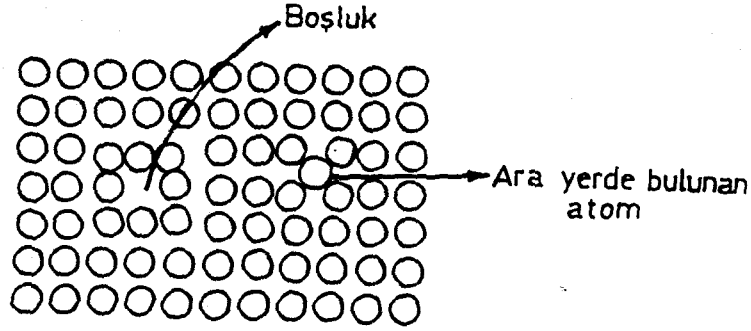
Katıhal fiziği kristal yapıdaki katılarla ilgilenir. Mükemmel kristalde, her atomun çevresi doludur ve atom düzlemlerinin sıralanmasında herhangi bir karışıklık yoktur. Mükemmel kristalin fiziksel ve kimyasal özellikleri, atomların yapısına ve atomik bağlanmanın tabiatına bağlıdır.

Kristalleşmiş katı cisimler birtakım kusurlar ihtiva ederler. Kristaldeki kusurlar atomların kristal yapıdaki periyodik düzeni az yada çok bozarlar. Kristal yapıyı oluşturan atomlar, kristal mutlak sıfırın üzerine çıkarıldığında sıcaklığa bağlı olarak bulunmaları gereken noktanın etrafında titreşim hareketi yaparlar. Bu durum bile kristaldeki periyodikliği ve simetriyi bozar. Ayrıca kristal yapıyı oluşturan atomların yerinde boşlukların olması veya yabancı atomların, yapıda bulunan atomların yerine geçmesi de periyodik düzeni bozar, yani kusur oluşturur. Esasen tabiatta bulunan tüm kristaller kusur ihtiva ederler. Bunlar noktasal kusurlar, hacimsel kusurlar ve çizgisel kusurlar olmak üzere üç grupta toplamak mümkündür ^{3,17}.

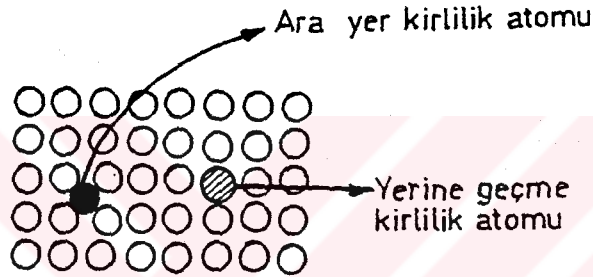
2.3.1 Noktasal Kusurlar

Elastik zorlanmalardan bağımsız, herhangi bir yöndeki birkaç atomik genişlikte olan bozukluklar, noktasal kusur olarak tanımlanır^{21,22,23}. Noktasal kusurlar, kristal yapı içerisinde bir atomun bulunması gereken yerde bulunmaması yada bulunmaması gereken yerde bulunması ile ortaya çıkan yapı bozuklukları olarak da tanımlanır¹⁷.

Saf bir metal için iki tip noktasal kusurdan söz edilebilir²¹. Bunlar sırasıyla "boşluk" ve "arayer atomu" nun oluşturduğu kusurlardır(Şekil 2.1). Kirlilik atomları da noktasal kusur olarak düşünülebilir⁴. Bunlar Şekil 2.2. de görüldüğü gibi kristal örgü içerisinde yer alan atomlardan birinin yerine, kirlilik atomlarından biri yerleşerek oluşur. Ayrıca kirlilik atomlarının atomlar arasında yerleşmesi suretiyle de noktasal kusur meydana gelebilir(Şekil 2.2.).



Şekil 2.1.Boşluk ve arayer atomu ile oluşan noktasal kusurları



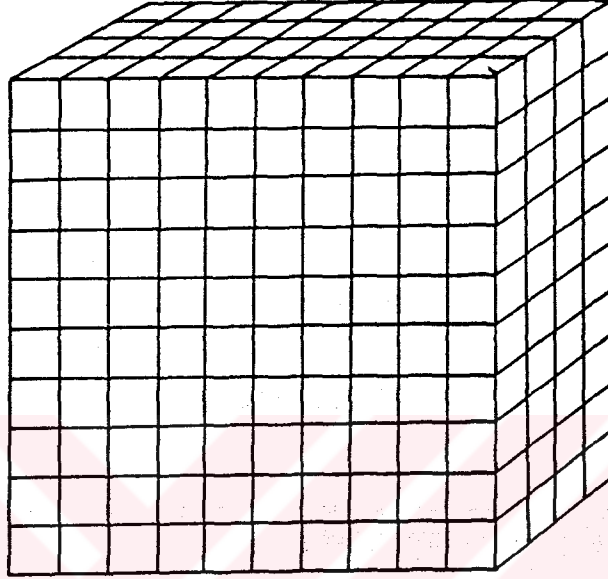
Şekil 2.2.Kirlilik atomlarının oluşturduğu noktasal kusurlar

2.3.2.Çizgisel Kusurlar (Dislokasyonlar)

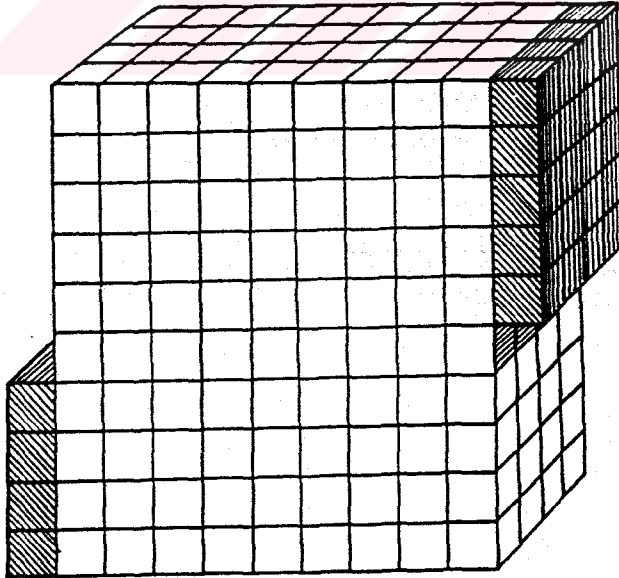
Kristal içinde çizgisel yapı kusuru olarak bilinen dislokasyonlar, örgü içerisinde uzun atomik boyutlarda ortaya çıkarlar. Kristalin mekanik özellikleri üzerinde büyük değişikliklere sebep olan dislokasyonlar, yapının zayıflık merkezleri olarak bilinir ve bir kristalin kırılabilirliğini 10^4 kat artırabilirler¹⁷.

Dislokasyon, kristal yapı içinde konumlarını değiştirmiş atomların oluşturduğu bir çizgi olarak da tanımlanabilir ¹⁸. Plastik deformasyona da sebep olan dislokasyonlar kristaller için önemli atomik mekanizmalardır. Kristaldeki kaymalar, dislokasyonlar sayesinde oluşmaktadır. Kayma, kristalin belirli bir düzleminin bir tarafındaki kısmının, diğer tarafındakine nazaran, kayma düzlemi içerisinde, bir

doğrultu boyunca öteleme vektörünün bir tam katı kadar ötelenmesine denir. Şekil 2.3 (a) ve (b) de kaymış ve kaymamış kübik bir kristal görünmektedir.



(a)



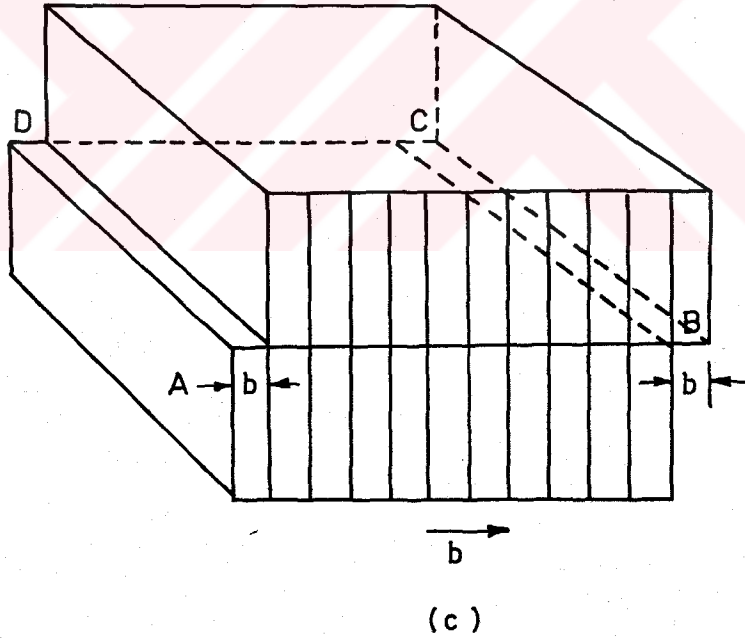
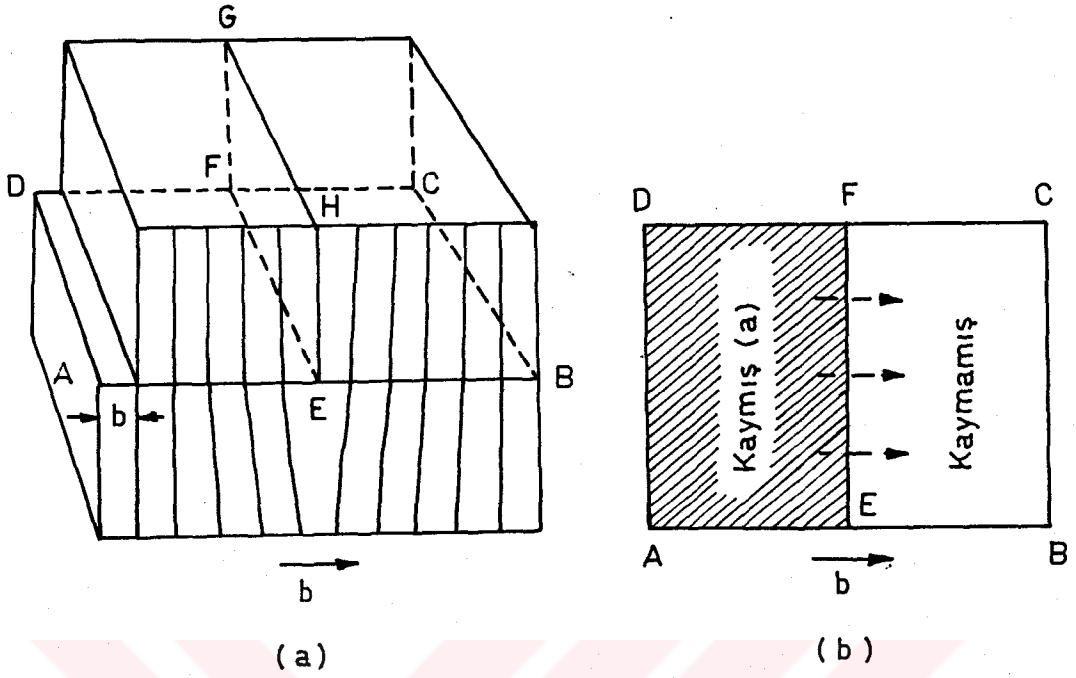
(b)

Şekil 2.3. Kaymanın oluştuğu kübik kristal
(a) Kaymamış (b) Kaymış

Bir dislokasyonu karakterize eden temel büyüklük Burgers vektörüdür. Dislokasyon hareket ederken, dislokasyonun şekli, doğrultusu ve uzunluğu değişebilir. Ancak Burgers vektörü değişmez. Burgers vektörü, Burgers çevriminin kapanma farkı olarak tarif edilir^{17,18}. Burgers çevrimi bir dislokasyon etrafındaki kristalde, her doğrultuda belli sayıda adım atarak dönmek suretiyle çizilir. Burgers çevrimi, dislokasyon ihtiva etmeyen veya başka bir kristal kusuru ihtiva eden bölgede kapanır, sadece dislokasyon etrafında kapanmaz.

Dislokasyonlar Burgers vektörünü dislokasyon çizgisine dik yada paralel olmasına göre sınıflandırılır. Eğer Burgers vektörü dislokasyon çizgisine dik ise "kenar dislokasyonu," paralel ise "vida dislokasyonu" adını alır. Her iki durumunda bulunduğu dislokasyon çizgilerine "karışık tip dislokasyon" denir.

Şekil 2.4 de Orawan, Taylor and Polanyi'nin²⁴ ileri sürdüğü kenar dislokasyonu adı verilen bir dislokasyon tipi ile kaymanın nasıl gerçekleştiği görülmektedir. Şekil 2.4(a) da ABCD kayma düzlemi üzerindeki kısmi kristalin üst ve alt yüzeyine tesir eden makaslama zoru tesirinde, kayma vektörü **b** doğrultusunda b kadar kaymıştır. Kayma henüz tamamlanmadığı için, kayma düzleminin üst kısmında EFGH fazla yarı düzlemi oluşmuştur. Fazla yarım düzlemin kristal içerisindeki kenara, "kenar dislokasyonu" denir. Kenar dislokasyonu Şekil 2.4(b) de ABCD kayma düzlemi üzerinde daha iyi görülmektedir. Burada EF dislokasyonu fazla yarı düzlemi kayma düzlemi üzerindeki izi olup kayma düzleminde kaymış ve kaymamış bölgelere ayrılmaktadır. Kaymış ve kaymamış bölgeleri ayıran sınır çigiye, şekli ve doğrultusu ne olursa olsun "dislokasyon" denir^{1,2,3,4,17,23,25}. Şekil 2.4(c) de ise kaymanın tamamlandığı görülmektedir.

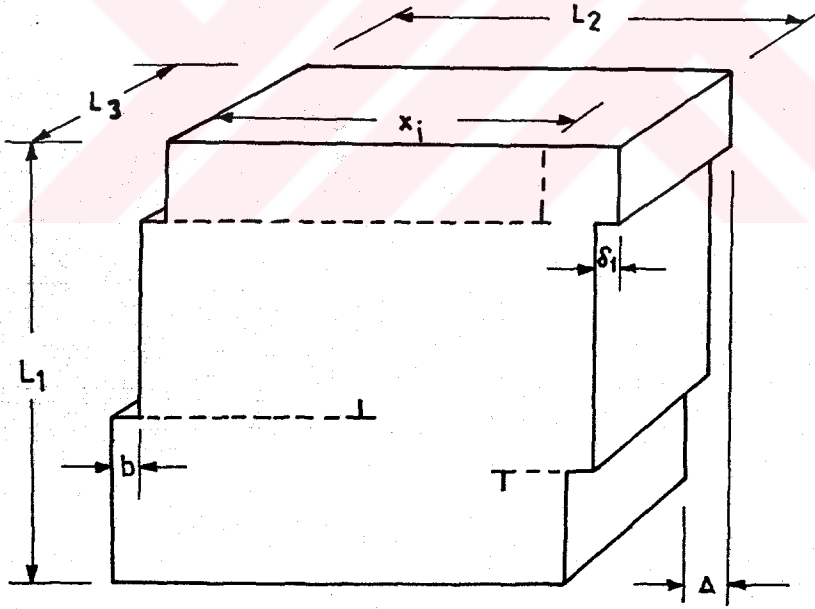


Şekil 2.4 Kenar dislokasyonu ile kaymanın meydana gelişi

- ABCD kayma düzlemi üzerindeki kısım b yönünde b kadar kaymıştır.
- Kaymış ve kaymamış bölge arasındaki sınır çizgi
- Kayma tamamlanmıştır

Fazla yarı düzlem kayma düzlemi üzerinde ise "pozitif kenar dislokasyonu" (\perp), kayma düzlemi altında oluşmuş ise "negatif kenar dislokasyonu" (\top) adını alır.

Dislokasyon hareketleri ile makroskobik kayma arasındaki ilişki yardımıyla dislokasyon yoğunluğu tesbit edilebilir. Bunun için Şekil 2.5 deki gibi kübik yapıda bulunan kristalin boyutları L_1 , L_2 , L_3 olsun ve dislokasyonlar kristal yüzeyinde, x kadar hareket etmiş olsun. Bu durumda her dislokasyon $x_i L_3$ kadar bir alan süpürür.



Şekil 2.5 Dislokasyon hareketleri ile makroskobik kayma arasındaki ilişki

Bir dislokasyonun meydana getirdiği kayma δ_i ile gösterilirse, değeri

$$\delta_i = \frac{x_i L_3}{L_2 L_3} b \quad (2.1)$$

ifadesi ile verilir. Toplam kayma Δ ise, N dislokasyon sayısı olmak üzere,

$$\Delta = \sum_N \delta_i = \frac{b L_3}{L_2 L_3} \sum_N x_i \quad (2.2)$$

dir. Ortalama dislokasyon hareketi x ile gösterilirse,

$$\Delta = \frac{b L_3}{L_2 L_3} N x \quad (2.3)$$

yazılabilir.

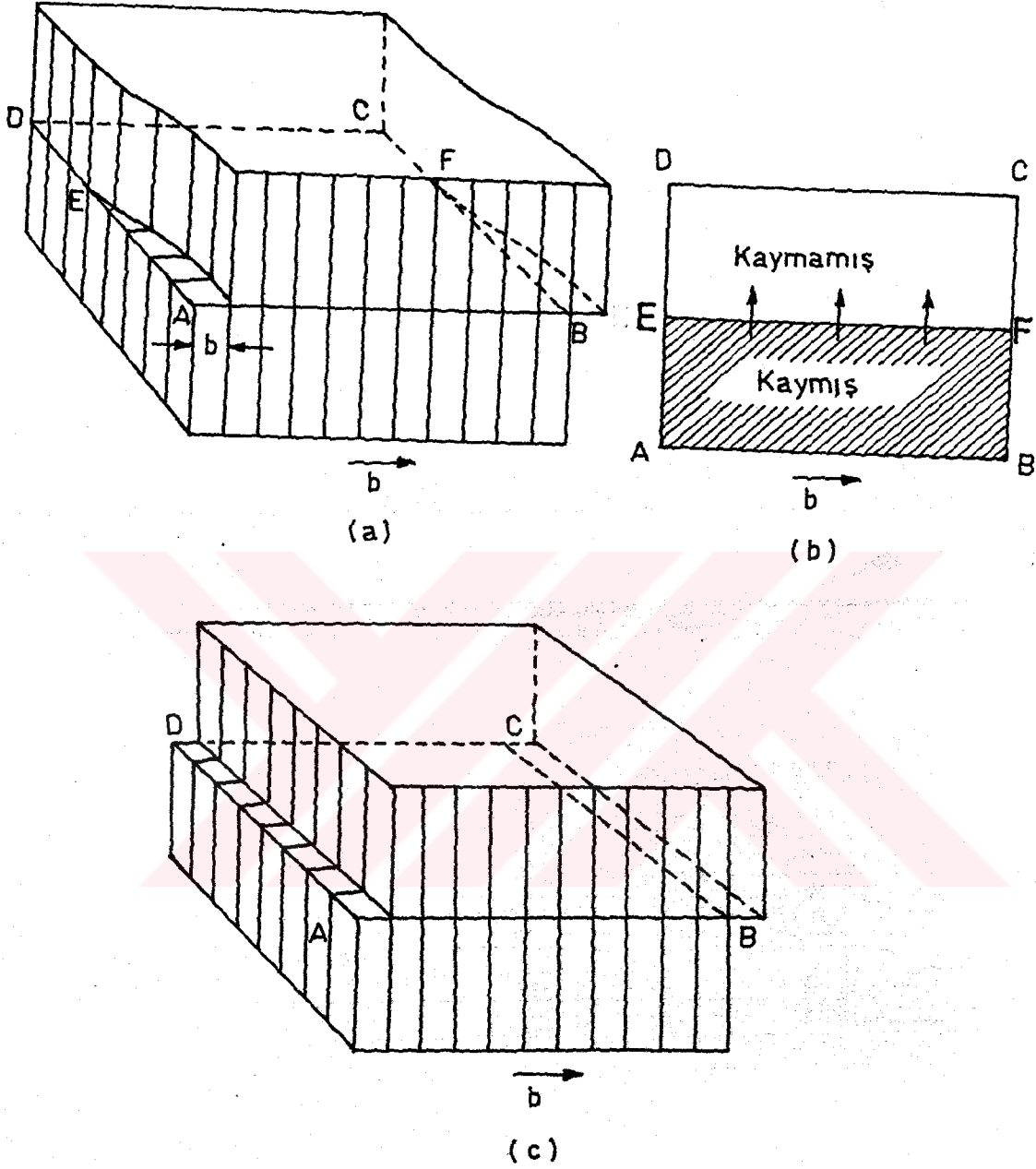
Biçim değişimi oranı γ sembolü ile gösterilirse,

$$\gamma = \frac{\Delta}{L_1} = \frac{N L_3}{L_1 L_2 L_3} b x \quad (2.4)$$

yazılabilir. Burada ρ dislokasyon yoğunluğu olmak üzere,

$$\rho = \frac{N L_3}{L_1 L_2 L_3} \quad (2.5)$$

gösterilir. Denklem (2.5) de görüldüğü gibi dislokasyonların toplam uzunluğunun, kristal hacmine oranı, dislokasyon yoğunluğu olarak bilinir. Birimi cm/cm^3 veya cm^{-2} dir^{1,3}. 1939 yılında kenar dislokasyonundan ayrı olarak vida dislokasyonu denilen, bir dislokasyon tipinin de kristalde meydana gelebileceği Burgers tarafından gösterilmiştir^{1,2}. Şekil 2.6 da kristalin Burgers vektörü yönünde, gösterilen tarzda



Şekil 2.6. Vida dislokasyonu ile kaymanın meydana gelişi

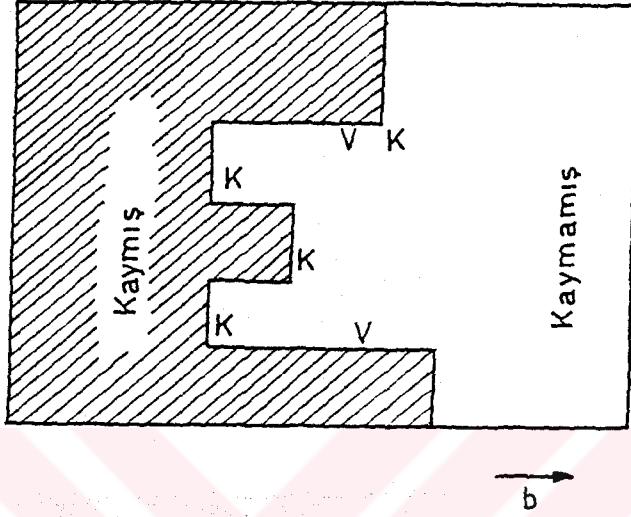
- ABCD kayma düzlemi üzerindeki kısım b yönünde b kadar kaymıştır.
- Kaymış ve kaymamış bölgeler arasındaki sınır çizgi
- Kayma tamamlanmıştır.

kayma ile vida dislokasyonunun meydana gelişi görülmektedir. Şekil 2.6(a) da, ABCD kayma düzlemi üzerindeki iz düşümü EF dislokasyon çizgisidir. Tarif gereğince, kaymış ve kaymamış bölgeleri ayıran sınır çizgi yine dislokasyondur. Şekil 2.6(b) de kaymış ve kaymamış bölgeleri ayıran EF sınır çizgi görülmektedir. EF bu kez Burgers vektörüne paralel olup, Burgers vektörüne dik hareket etmektedir. Bu tip dislokasyona vida denilmesinin nedeni, dislokasyon etrafındaki kristal düzlemlerinin vida dişi yüzeyi şeklinde olmasındandır. Eğer dislokasyonun yönü ile Burgers vektörünün yönü aynı ise bu tip dislokasyona pozitif veya sağ el vida dislokasyonu denir. Sağ el vida dislokasyonu denilmesinin nedeni, dislokasyon civarındaki atom düzlemlerinin, dislokasyonun pozitif yönünde ilerleyen bir sağ el vidanın dış düzlemine benzemesindedir. Şekil 2.6(c) de kayma tamamlanmış ve alt kayma düzlemine göre üst kısım b kadar kaymıştır. Görüldüğü gibi kayma, ister kenar tipi isterse vida tipi olsun, kayma miktarı b kadardır. Vida dislokasyonu da, kenar dislokasyonunda olduğu gibi fazla yarı düzlem olmadığı gibi, tırmanma hareketi de yoktur. Vida dislokasyonunda Burgers vektörü, dislokasyon çizgisine paralel olduğundan, kayma tek değildir. Vida dislokasyonu kendisinin bulunduğu her düzlemde kayabilir ve her hareketi kaymadır.

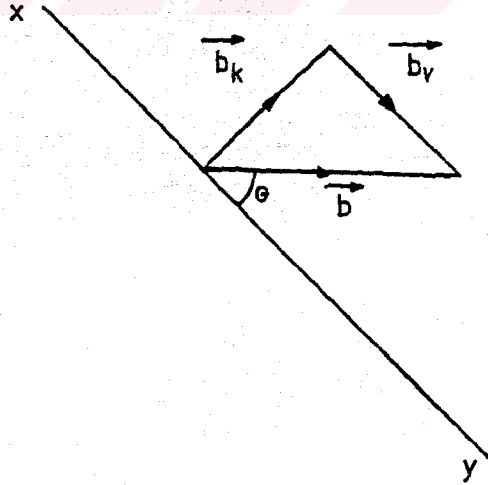
Karmaşık dislokasyonlar ise, hem kenar hemde vida dislokasyonunu bir arada bulunduran kristal düzlemlerinde görülür. Burada kaymış ve kaymamış bölgeleri ayıran sınır çizgi Şekil 2.7 de görüldüğü gibi çok sayıda kenar ve vida dislokasyonu ihtiva eder.

Şekil 2.8 deki gibi sonsuz küçük bir dislokasyon çizgisi, Burgers vektörü ile θ açısı yapmaktadır. $\theta=0^\circ$ ise, o bölge vida dislokasyonu, $\theta=90^\circ$ ise, o bölge kenar dislokasyonu olarak tamamlanır. θ bu değerlerin arasında ise, bu sonsuz küçük parça vida ve kenar dislokasyonu bileşenlerine

sahiptir. Bu bileşenlerin Burgers vektörleri, karışık dislokasyona ait vektörün dislokasyon çizgisine teğet ve normal bileşenleridir (Şekil 2.8). Böylece karışık dislokasyonda Burgers vektörü, $b = b_v + b_k$ ifadesi ile verilir.



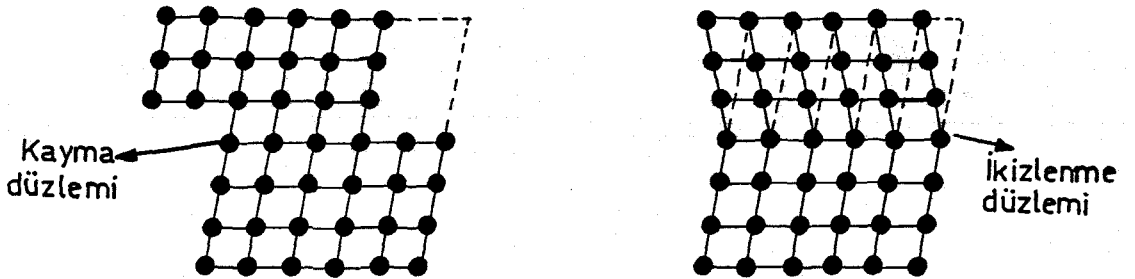
Şekil 2.7 Karmaşık dislokasyon



Şekil 2.8 XY Dislokasyonunun b Burgers vektörü b_k kenar ve b_v vida dislokasyonunun Burgers vektörlerinin karışımıdır

2.3.3. Hacimsel Kusurlar

Kristalde gözlenen hacimsel yapı bozukluklarının en çok görülen iki türü kayma ve ikizleme türü bozukluklardır ^{3,17}. Kayma türü yapı bozuklukları, kristali oluşturan atomik düzen bozulmaksızın, kristalin iki bölümünün kayma düzlemi olarak bilinen bir düzlem üzerinde atomik uzaklıklar mertebesinde, birbirlerine göre kaymaları şeklinde ortaya çıkar. Kayma oluşumu sırasında ortaya çıkan atomik yer değiştirme, atomlar arası mesafenin tam katları kadardır. İkizleme türü yapı bozuklukları ise, yine kristalin bir bölümü diğer bölümüne göre hacimsel olarak yer değiştirmiş olmakla birlikte, atomik yer değiştirme atomlar arası uzaklığın tam katları değildir. Bu tür yapı bozukluklarında kristalin bir miktar hacmi diğerine göre belirli bir açı altında döner, her iki hacimde aynı atomik düzeni korumakla birlikte birbirlerine göre bir açı kadar dönmüş olurlar. Kristal hacimlerin ayrı ayrı incelenmesi sonucunda gözlenen en belirgin özellik her iki hacmin de kristalin ideal atomik yerleşim düzenini korumuş olmasıdır. Ancak, sanki aynı kristal yapıda iki hacim birbirlerine göre belirli bir açı kadar döndürülerek bir kristal düzlemin içerisinde yapıştırılmış gibidirler, bu düzleme de ikizleme düzlemi denir. Kayma ve ikizleme türü hacimsel yapı bozuklukları Şekil 2.9 da şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.9. Kayma ve ikizleme türü yapı bozuklukları¹⁷

Her kristal yapı için ortaya çıkacak kayma ve ikizleme yapı bozukluklarının üzerinde oluşturdıkları düzlem ve oluş doğrultuları belirlidir. Bu tür hacimsel yapı bozukluklarını oluşum özellikleri dikkate alındığında, gelişigüzel herhangi bir düzlem üzerinde ve doğrultuda ortaya çıkamıyacakları hemen görülebilir¹⁷.

Kristal yapıda gözlenen hacimsel türdeki bozukluklar, çizgisel tür bozukluklar olan dislokasyonlarda yakından ilişkilidirler. Örneğin, kayma türü bir kristal yapı bozukluğu her zaman çizgisel bir yapı bozukluğu olarak bilinen dislokasyon oluşumuna neden olur.

Kayma türü yapı bozuklukları kristalin en çok atom ihtiva eden düzlemlerinde en kısa Burgers vektörü doğrultusunda oluşur. Hem kayma, hemde ikizleme türü yapı bozukluklarında bu tür bozuklukların üzerinde olduğu düzlem, bozukluğun oluşum doğrultusu ile birlikte verilir. Düzlem ve doğrultudan oluşan bu bilgi takımına o bozukluğun sistemi denir. Örneğin, yüz merkezli kübik yapıdaki bir kristalde, yukarıda tanımlandığı şekilde dört adet kayma düzlemi vardır. Yine aynı yapıda üç ayrı kayma doğrultusu bulunduğu düşünülecek olursa, $3 \times 4 = 12$ adet kayma sistemi bulunduğu sonucuna varılır. Hacim merkezli kübik yapıda bu sistemlerin sayısı $12 \times 4 = 48$ adettir¹⁷.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Giriş

Bu çalışmada kullanılan kalay %99.99 saflıkta olup, Merck Detinning şirketinden temin edilmiştir. Modifiye Bridgman yöntemi ile 10^{-2} torr'luk basınç altında, büyütülen β -Sn monokristallerinin yönelimleri geri-yansımali Laue metodu ile belirlenmiştir. Daha sonra kristaller, bileşenleri farklı olan iki solüsyonda önce parlatılmış, sonra dağlanmıştır. Bu işlemlerin sonucunda oluşan dağlama tepeciklerinden faydalanılarak, farklı kesitlerde büyütülen kristallerde kesite bağlı olarak dislokasyon yoğunluğu araştırılmıştır.

3.2. Kristal Büyütme Sistemi

Çalışmada, Düzgün⁴ tarafından geliştirilen ve Şekil 3.1. de gösterilen kristal büyütme sistemi kullanılmıştır.

3.3. Kristallerin Büyütülmesi

Kristaller modifiye edilmiş Bridgman yöntemi ile, Şekil 3.2'de belirtilen kristal büyütme sistemi kullanılarak 10^{-2} torr'luk bir basınç altında eritmek suretiyle büyütülmüşlerdir. Büyütülen β -Sn monokristal yüzeylerinin, metal mikroskobu ile incelemeye uygun olduğu görülmüştür. Büyütülen kristallerin kesitleri sırası ile 11.34 mm^2 , 22.05 mm^2 , 30.17 mm^2 olup, boyları ise 30-50 mm arasında değişmektedir.

3.4. X-Işınları Difraktometresi ile Kristal Resimlerinin Çekilmesi

Kristallerin monokristal olup olmadıklarını araştırabilmek için, Düzgün'un⁴ belirttiği şekilde her bir kristal yüzeyinden en az iki x-ışını filmi çekilmiştir. Çekilen bu



Şekil 3.1.Kristal büyütme sisteminin toplu görünüşü

filmlerdeki Laue lekelerinin karşılaştırılması sonucunda, kristallerin monokristal olup olmadığına karar verilmiştir.

3.5.Kristal Yönelimlerinin Tesbiti

Geri-yansımali Laue metodu ile elde edilen lekelerin stereografik iz düşümleri, kristal film uzaklığı 3 cm için hazırlanan Graninger kartı ve 30 cm çapındaki Wulf ağı kullanılarak Cullity¹⁶ tarafından verilen teknikte elde

edilmiştir. Bu teknikle belirlenen kutupların Miller indisleri Düzgün⁴ tarafından hazırlanan standart (001) stereografik iz düşün tabloları yardımıyla tesbit edilmiştir. Bu işlemler sonunda büyütülen kristallerin, büyüme doğrultuları hemen hemen [110] doğrultusuna paralel olduğu gözlenmiştir.

3.6.Parlatma ve Dağlama Solüsyonlarının Hazırlanması

Çalışmada kullanılan parlatma solüsyonu, bir kısım HNO₃, bir kısım CH₃COOH ve dört kısım gliserin'den, dağlama solüsyonu ise 100 cc %37 HCl, 100 g NH₄NO₃, 500 cc damıtık su, 5x10⁻⁵ mol CuSO₄5H₂O dan oluşmaktadır.

3.6.1.Dağlama ve Dağlama Tepeciklerinin Oluşması

Kristaller, terkibi kısım 3.6 da verilen parlatma solüsyonunda yaklaşık bir saat parlatma işlemine tabi tutulduktan sonra dağlama solüsyonunda 70 s dağlanmışlardır. Her iki işlem sonunda da kristaller saf su ile iyice yıkanmıştır. Kristaller dağlama ve parlatma esnasında hava ile hemen hemen hiç temas ettirilmemiştir. Zira dağlamanın başarılı olabilmesi için kristaller, parlatma ve dağlama periyodu boyunca, hava ile temas ettirilmemelidir^{4,26}.

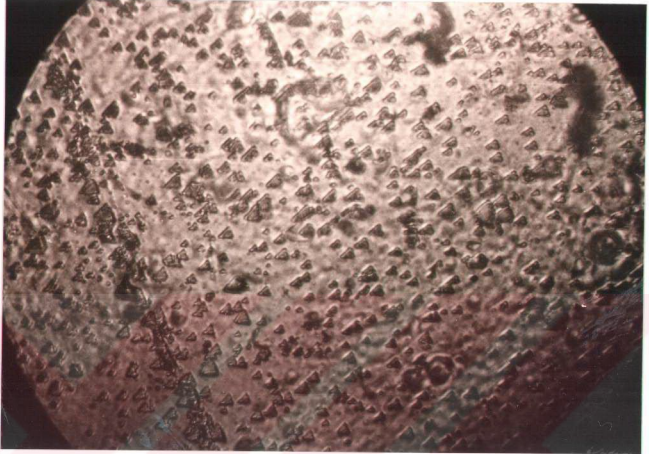
Bir kristalde safsızlık varsa, safsızlıklar dislokasyon çizgisi etrafında bir araya toplanarak kristal yüzeyi, dağlama solüsyonu ile temas ettiğinde, solüsyonun etkisini ya artırır yada azaltırlar^{4,26}. Solüsyonun etkisini azaltma durumunda dağlama tepecikleri artırma durumunda ise dağlama çukurcukları oluşur. Şekil 3.2(a), (b) ve (c), farklı kesitlerde büyütülen kristallerin (001) yüzeyinde oluşan dağlama tepeciklerini göstermektedir.



Şekil 3.2.(a) Kesiti 11.34 mm² olan kristal yüzeyinde oluşan dağlama tepecikleri, x2850



Şekil 3.2(b) Kesiti 22.05 mm² olan kristal yüzeyinde oluşan dağlama tepecikleri, x2850



Şekil 3.2. (c) Kesiti 30.17 mm^2 olan kristal yüzeyinde oluşan dağlama tepcikleri, x2850

3.6.2. Fotografik Büyütme

Kristal yüzeyinde, dağlama sonucu oluşan dağlama tepciklerinin tam bir değerlendirilmesi fotografik büyütme ile yapılmıştır. Kristal yüzeylerinden fotoğraf çekme işlemi Düzgün⁴ ve Aytaş²⁷ tarafından yapılan gerekli ilavelerle, fotoğraf çekme özelliği kazandırılan, metal mikroskobu kullanılmıştır. Fotoğraf çekme işleminde, her fotoğrafın anında değerlendirilmesi mümkün olmadığından, her çekim için mikroskobun büyütmesi, poz numarası ve kristal numarası kaydedilmiştir. Yapılan işlemler sonucunda çekilen fotoğraflar için toplam büyütme x2850 olarak bulunmuştur.

3.7. Kristal Kesitine Bağlı Olarak Dislokasyon Yoğunluğunun Tesbiti

Dislokasyon yoğunluğu birim hacim başına düşen dislokasyon uzunluğu olarak tanımlanır. İyi bir şekilde tavllanmış metal kristallerde dislokasyon yoğunluğu, genelde 10^6 - 10^8 cm^{-2} arasında değişmektedir. Son derece dikkatli işlemlerle dislokasyon yoğunluğu 10^2 cm^{-2} ye kadar düşürülebilmektedir³. Young ve Savage⁷ modifiye Bridgman yöntemi ile büyüttükleri Cu kristalinde dislokasyon yoğunluğunun 10^3 cm^{-2} ye kadar düşürülebileceğini göstermişlerdir. Ojima ve Hirokawa⁹ aynı teknikle beyaz kalay kristalinde dislokasyon yoğunluğunun 10^3 cm^{-2} bulmuşlardır. Bununla birlikte, Bridgman yöntemi ile dislokasyon yoğunluğunun 10^4 cm^{-2} nin altına indirmek Cu, Sn, Sb gibi kristaller ile Ge ve Si gibi yarı iletkenler dışında pek mümkün olmamaktadır².

Bu çalışmada büyütülen kristallerin dislokasyon yoğunlukları kısım 3.6.2 de belirtilen yöntemle çekilen ve Şekil 3.2 (a), (b), (c) de gösterilen fotoğraflar yardımı ile tesbit edilmiştir. Kesitleri 11.34 mm^2 , 22.05 mm^2 ve 30.17 mm^2 olan kristaller için sırası ile 2.6×10^6 cm^{-2} , 4.6×10^6 cm^{-2} ve 8.8×10^6 cm^{-2} olarak hesaplanan dislokasyon yoğunlukları Tablo 3.1 de gösterilmiştir. Tablodan da anlaşılacağı üzere kristal kesitine bağlı olarak, dislokasyon yoğunluğu da değişmektedir.

Tablo 3.1. Kristal kesitine bağlı olarak dislokasyon yoğunlukları

| Kristal Numarası | Kristal Kesiti (mm^2) | Dislokasyon Yoğunluğu (cm^{-2}) |
|------------------|-------------------------------------|---|
| 1 | 11.34 | 2.6×10^6 |
| 2 | 22.05 | 4.6×10^6 |
| 3 | 30.17 | 8.8×10^6 |

4.SONUÇ VE TARTIŞMA

Bu çalışmada Modifiye Bridgman yöntemi kullanılarak, farklı kesitlere sahip β -Sn monokristalleri büyütülmüş olup, büyütme işleminde değişik bir yol izlenmiştir. Normal Bridgman yöntemi ile büyütülen örnekleri, büyüme esnasında gözlemek mümkün olmamasına karşın, Düzgün⁴ tarafından yapılan değişikliklerle, deney başlangıcından sonuna kadar bütün işlemleri gözlemek mümkün olmuştur. Böylece büyütülen kristallerin yüzeyleri mikroskopla incelemeye uygun olmaması halinde, sistem durdurulmuş ve başka bir kristal büyütme üzere deney hazırlıklarına geçilmiş ve zamandan önemli derecede tasarruf sağlanmıştır.

Bu çalışmada büyütülen kristallerin yönelimleri, geriyansımalla Laue metodu ile [110] olarak tesbit edilmiştir. Honda^{28,29}, Ojima ve Hirokawa³⁰ nın yapmış oldukları araştırmalarda kristal yönelimlerinin [110] doğrultusuna paralel olduğu belirtilmektedir. Ayrıca Hirokawa ve Ojima³¹ tarafından yapılan başka bir çalışmada β -Sn da kristal yönelimi [110] doğrultusundan, 10° eğildiğini, Düzgün ve Aytaş³² ise yaptıkları araştırmada yönelimin [110] doğrultusundan yaklaşık 4° eğildiğini belirtmişlerdir.

β -Sn monokristalinde dislokasyon yoğunluğunu belirlemek için kristaller, terkibi kısım 3.6 da verilen solüsyonlarda önce parlatılmış daha sonra dağlanmışlardır. Bu işlemler sonucunda, dağlanan kristal yüzeylerinde, prizmatik ve pramit şeklinde dağlama tepecikleri oluşmuştur. Oluşan bu dağlama tepeciklerinin fotoğrafları metal mikroskobu yardımı ile çekilmiş ve Şekil 3.2 (a),(b),(c) de gösterilmiştir. Yapılan işlemler sonucunda dislokasyon yoğunluğunun, kristal kesitine bağlılığı gözlenmiş ve sonuçlar Tablo 3.1 de verilmiştir. Tablo 3.1 de de görüldüğü gibi kesitleri, 11.34 mm^2 , 22.05 mm^2 ve 30.17 mm^2 olan kristallerin dislokasyon

yoğunlukları sırası ile $2.6 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$, $4.6 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$, $8.8 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ olarak bulunmuştur. Görüldüğü gibi dislokasyon yoğunluğu kristal kesitine bağlı olarak değişmektedir. Bu bağlılık, kristalin büyütülme şartlarına bağlanabileceği gibi, daha ince kristallerde alt tane sınırlarının azlığı ve kristallerin daha yüksek kusursuzluğa sahip olması ile de izah edilebilir^{10,12}. Çünkü, kristal kesiti küçüldükçe noktasal kusurlar kolay bir şekilde kristal yüzeyine kaçarak dislokasyon yoğunluğunun azalmasına sebep olmaktadır. Antrasin kristalinde dislokasyon yoğunluğunun kristal çapına bağlılığını çalışan Kojima et al.¹⁰ çapın artması halinde, dislokasyon yoğunluğunun arttığını gözlemişlerdir. Aynı şekilde Düzgün ve arkadaşları¹² da, Cd monokristalinde, dislokasyon yoğunluğunun kristal genişliğine bağlılığını araştırmışlar ve kristal genişliğine bağlı olarak dislokasyon yoğunluğunda artma gözlemişlerdir.

Tablo 4.1, farklı araştırmacılar tarafından elde edilen sonuçları göstermektedir. Tablo 3.1 ile Tablo 4.1 karşılaştırıldığında bu çalışmada elde edilen sonuçların, bir kısım araştırmacı^{10,12,33} tarafından bulunan sonuçlarla uyum sağladığı, buna karşın Ojima et al.⁹ tarafından elde edilen sonuçlarla uyum içerisinde olmadığı görülmektedir. Ojima et al.⁹, yapmış oldukları çalışmada, bir ucu yaklaşık üçgen şeklinde olan, plaka şeklinde β -Sn kristalleri kullanmışlar ve kristal genişliğinin büyümesi halinde, dislokasyon yoğunluğunda azalma gözlemişlerdir. Bu durumun kristalin büyüme şartlarından ve büyütülen kristalin şeklinden kaynaklandığı belirtilmektedir³³. Plaka şeklinde büyütülen kristallerin, kristalleşme anında kristal yüzeylerinin pota ile etkileşmesi sonucu meydana gelen adhezyon kuvveti dislokasyon yoğunluğunu artırır^{9,34}. Ayrıca büyütülen kristallerin keskin köşelere sahip olması, büyüme anında, kristalde iç zorların doğmasına yol açar. Bu zorlar da kristalde plastik deformasyona sebep olur. Bunun sonucu olarak dislokasyon yoğunluğu artar^{4,9,10,33,34}. Bu çalışmada

kullanılan kristaller silindir şeklinde olup, keskin köşelere sahip değildir. Dolayısı ile kristalde oluşacak iç zorlar, plastik deformasyon için gerekli olan zor değerinden oldukça küçüktür ve dislokasyon yoğunluğu üzerine etkisi ihmal edilecek kadar azdır^{10,33}.

Tablo 4.1. Farklı araştırmalarda elde edilen çap ve genişliğe bağlı dislokasyon yoğunlukları

| Numune | Kristallerin çap ve genişlikleri (mm) | Dislokasyon yoğunlukları (cm ⁻²) | Kaynaklar |
|----------|---------------------------------------|--|---------------------------------|
| β-Sn | 2.1 | 8.2x10 ⁵ | Ojima and Hirokawa ⁹ |
| | 10.3 | 8.1x10 ⁴ | |
| | 29.6 | 4.0x10 ³ | |
| Antrasin | 1.6 Φ | 1.2x10 ⁶ | Kojima et al. ¹⁰ |
| | 4.0 Φ | 2.7x10 ⁶ | |
| | 7.5 Φ | 4.3x10 ⁶ | |
| Cd | 2.0 | 1.4x10 ⁶ | Düzgün vd. ¹² |
| | 6.3 | 5.8x10 ⁶ | |
| | 8.3 | 7.0x10 ⁶ | |
| | 9.2 | 9.2x10 ⁶ | |

Sonuç olarak, modifiye Bridgman yöntemi ile farklı kesitlerde büyütülen β-Sn monokristalinde, dağlama tepesi tekniği kullanılarak, dislokasyon yoğunluğunun kristal kesitine bağlılığı araştırılmış ve kristal kesiti arttığında dislokasyon yoğunluğunun da arttığı gözlenmiştir.

KAYNAKLAR

- 1- Doğan, E.G., 1965, Sürekli Ortamlar Mekaniği, i.T.Ü Yayınevi, İstanbul, s.15.
- 2- Read, W.T., 1953, Dislocation in Crystals, McGraw-Hill Press, New York, p.15-30.
- 3- Hull, D., 1965, Introduction to Dislocations, Pergamon Press, London, p.21.
- 4- Düzgün, B.,1985, β -Sn Monokristalinde Noktasal Kusurların Dislokasyonlar Üzerindeki Etkisi ve Zorlanma Tensörünün Hesaplanması, Doktora Tezi, Erzurum (Yayınlanmamış).
- 5- Chockly, W. and Read, W.T.,1949, Phys.Rev., 73, 692
- 6- Batterman, B.W., 1957 J.Appl.Phys., 28, 1236.
- 7- Young, F.W.and Savage, J.R., 1964, J.Appl.Phys.,33,1917.
- 8- Hirokawa, T., Yomogita, K.and Honda, K.,1970, Jpn.J. Appl.Phys., 9, 1210.
- 9- Ojima, K.and Hirokawa, T.,1979,Jpn.J.Appl.Phys., 18,1631.
- 10- Kojima, K., Okamoto, K. and Takeuchi, K., 1984, J. of Crys. Growth, 67, 152.
- 11- Fujiwara, M.and Hirokawa, T., 1986, Jpn.J.of Appl.Phys., 25, 1, 89-102.
- 12- Düzgün, B.,Uçar, N. ve Yoğurtçu, Y.K.,1990, Doğa-Tr.J.of Phys., 14.435-442.
- 13- Tsivinsky, S.T.,1976, Phys.Stat.Sol.(a), 36, 11.
- 14- Fukutomi, B.H., Takatori, H., 1982, Trans. of the Jap.Inst. of Metals,23, 10, 579.
- 15- Hyugaji, M.,Ogava, T.,Nittoni, O., 1984, Trans. of the Jap.Inst. of Metals, 25, 7, 467.
- 16- Cullity, B.D.,1956, Elements of X-Ray Diffraction, Addison Wesley.
- 17- Durlu, T.N.,1992, Katıhal Fiziğine Giriş, Ank.Üniv.Fen-Fak.Yay., Ankara, s.15-20.