

**T.C.
BOZOK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**

Yüksek Lisans Tezi

**Ti-Ni ÖTEKTİK ALAŞIMLARININ TERMAL VE
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Harun İBİŞ

**Tez Danışmanı
Doç. Dr. Mustafa EROL**

Yozgat 2014

**T.C.
BOZOK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**

Yüksek Lisans Tezi

**Ti-Ni ÖTEKTİK ALAŞIMLARININ TERMAL VE
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Harun İBİŞ

**Tez Danışmanı
Doç. Dr. Mustafa EROL**

Yozgat 2014

T.C.
BOZOK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

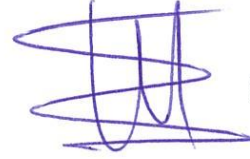
TEZ ONAYI

Enstitümüzün Fizik Anabilim Dalı 70110512006 numaralı öğrencisi Harun İBİŞ'in hazırladığı "Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Termal ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi" başlıklı YÜKSEK LİSANS tezi ile ilgili TEZ SAVUNMA SINAVI, Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği uyarınca 31/07/2014 Salı günü saat 13:00'te yapılmış, tezin onayına OY BİRLİĞİYLE karar verilmiştir.

Başkan : Doç. Dr. Uğur BÜYÜK



Üye : Doç. Dr. Mustafa EROL



(Danışman)

Üye : Yrd. Doç. Dr. Hatice KANBUR ÇAVUŞ



ONAY:

Bu tezin kabulü, Enstitü Yönetim Kurulu'nun ²⁸...../...../2014 tarih ve ⁰⁸..27. sayılı kararı ile onaylanmıştır.



Müdür
Yrd.Doç.Dr. Ramazan COŞKUN
Bozok Üniversitesi
Fen.Bil.Enst.Müd.V.

İÇİNDEKİLER

| | <u>Sayfa</u> |
|--|--------------|
| ÖZET | iii |
| ABSTRACT | iv |
| TEŞEKKÜR | v |
| TABLolar LİSTESİ | vi |
| ŞEKİLLER LİSTESİ | vii |
| KISALTMALAR LİSTESİ | x |
| 1.GİRİŞ.. | 1 |
| 1.1. Mikroyapı.. | 1 |
| 1.2. Kristal Yapı..... | 2 |
| 1.3. Mikrosertlik | 2 |
| 1.4. Termal Özellikler..... | 7 |
| 2. ÖTEKTİK ALAŞIMLAR | 12 |
| 2.1. Faz, Faz Diyagramı ve Bileşen Kavramı | 12 |
| 2.2. İkili Alaşımın Faz Diyagramları..... | 14 |
| 2.2.1. Ötektik Alaşım | 14 |
| 2.2.2. Peritektik Alaşım..... | 15 |
| 2.2.3. Monotektik Alaşım..... | 16 |
| 2.3. Ti-Ni Ötektik Alaşımaları..... | 17 |
| 3. DENEYSEL SİSTEM | 20 |
| 3.1. Arc-Melting Sistemi..... | 20 |
| 3.2. Numune Hazırlama | 21 |
| 3.3. SEM ve EDX Analiz Sistemi..... | 23 |
| 3.4. Optik Görüntüleme Sistemi..... | 24 |

| | |
|--|-----------|
| 3.5. XRD Sistemi | 25 |
| 3.6. Vickers Mikrosertlik Ölçüm Sistemi | 26 |
| 3.7. DSC Sistemi..... | 27 |
| 4. SONUÇLAR | 30 |
| 4.1. Hazırlanan Ti-Ni Ötektik Alaşımları | 30 |
| 4.2. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının SEM ile Mikroyapı Analizi..... | 30 |
| 4.3. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının EDX İle Kompozisyon Analizi..... | 33 |
| 4.4. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Optik Mikroskopla Mikroyapı Analizi | 35 |
| 4.5. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Büyüme Geometrisi | 39 |
| 4.6. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının XRD Analizi | 39 |
| 4.7. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Vickers Mikrosertlik Sertlik Ölçümü | 42 |
| 4.8. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Termal Özellikleri..... | 44 |
| 4.8.1. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Isı Akışı-Sıcaklık Eğrileri..... | 45 |
| 4.8.2. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Erime Sıcaklıkları | 47 |
| 4.8.3. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Erime Entalpileri | 51 |
| 4.8.4. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Öz Isıları | 55 |
| 5. SONUÇ ve TARTIŞMA | 57 |
| KAYNAKLAR | 59 |
| ÖZGEÇMİŞ..... | 61 |

Ti-Ni ÖTEKTİK ALAŞIMLARININ TERMAL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Harun İBİŞ

**Bozok Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi**

Temmuz 2014; Sayfa: 61

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Mustafa EROL

ÖZET

Bu çalışmada Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) ikili ötektik alaşımlarının mikroyapısı, mikrosertliği ve termal özellikleri incelendi. Numuneler arc-melting tekniği ile hazırlandı. Mikroyapı ve kompozisyon analizleri için bilgisayar kontrollü dijital taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDX) kullanıldı. Numunelerin yüzeyleri optik mikroskop ile görüntülendi. Numunelerin yapıları XRD tekniği ile incelendi. Alaşımların Vickers mikrosertlikleri (H_V) ölçüldü. Termal özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile analiz edildi ve farklı ısıtma hızları için ısı akışı-sıcaklık verileri, erime sıcaklıkları ve erime entalpileri elde edildi. Özısı kapasitelerinin sıcaklıkla değişimleri incelendi.

Anahtar Kelimeler: Ti-Ni Ötektik Alaşımları, Arc-melting, Mikroyapı, Mikrosertlik, Entalpi, Öz Isı

INVESTIGATION OF THERMAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF Ti-Ni EUTECTIC ALLOYS

Harun İBİŞ

**Bozok University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics
Master of Science Thesis**

July 2014; Pages: 61

Thesis Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Mustafa EROL

ABSTRACT

In this study, microstructures, microhardnesses and thermal properties of Ti-28wt%Ni, Ti-67wt%Ni and Ti-85wt%Ni binary eutectic alloys were investigated. Samples were prepared by arc-melting technique. Computer-controlled digital scanning electron microscope (SEM-EDX) is used to make microstructure and composition analysis. Sample surfaces' images were taken by optical microscope. Structures of the samples were investigated by XRD technique. Vickers microhardnesses of the alloys were measured. Thermal analyses of the alloys were made by differential scanning calorimeter (DSC) technique and heat flow - temperature data, melting temperatures and enthalpies of mixing for different heating rates were obtained. Temperature changes of specific heats of the samples were obtained.

Keywords: Ti-Ni Eutectic Alloys, Arc-melting, Microstructure, Microhardness, Entalpy, Specific Heat

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının planlanması, araştırılması, çalışılması ve oluşumunda yakın ilgi, destek ve emeğini esirgemeyen, tecrübelerinden faydalandığım, bilgilendirme ve yönlendirmeleriyle çalışmalarımı bilimsel olarak şekillendiren sayın hocam Doç. Dr. Mustafa EROL'a teşekkür eder, minnet ve şükranlarımı sunarım.

Çalışmamız süresince bilgi ve materyal desteğini esirgemeyen sayın hocam Doç. Dr. Uğur BÜYÜK'e de teşekkür ederim.

Alışmaların hazırlanması için sağladıkları imkanlardan dolayı Alman Havacılık ve Uzay Merkezi, Uzay Malzemesi Fiziği Enstitüsü'ne (German Aerospace Center – DLR, Institute of Materials Physics in Space) teşekkür ederim.

Bozok Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'ne de analizler süresince verdikleri destekten dolayı teşekkür ederim.

Çalışmalarım süresince her zaman yanımda olan, maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen aileme de en kalbi minnet ve şükranlarımı sunarım.

TABLolar LİSTESİ

| | <u>Sayfa</u> |
|---|---------------------|
| Tablo 1.1: Sertlik Ölçme Yöntemlerinin Karşılaştırılması..... | 7 |
| Tablo 2.1: Ti-Ni Alaşımının Faz Diyagramındaki Önemli Noktaların Açıklamaları..... | 18 |
| Tablo 3.1: Hazırlanan Alaşımlar..... | 22 |
| Tablo 4.1: Hazırlanan Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ), Ti-%85Ni(ağ), Alaşımlarının Kompozisyonları ve Ötektik Noktaları | 30 |
| Tablo 4.2: E3 Ti-%28Ni(ağ) alaşımının XRD verileri | 40 |
| Tablo 4.3: E2 Ti-%67Ni(ağ) alaşımının XRD verileri | 41 |
| Tablo 4.4: E1 Ti-%85Ni(ağ) alaşımının XRD verileri..... | 42 |
| Tablo 4.5: Vickers Mikrosertlik Ölçümü Sonuçları..... | 44 |
| Tablo 4.6: Saf Ti ve Saf Ni elementlerinin ve Alaşımların Sertlik Değerleri..... | 44 |
| Tablo 4.7: DSC'de Isı akışı elde etmek amacıyla Kullanılan Veriler... | 45 |
| Tablo 4.8: Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ), Alaşımlarının Erime Sıcaklıkları, Erime Entalpileri ve Literatürle Karşılaştırması..... | 55 |
| Tablo 4.9: Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ), Ti-%85Ni(ağ), Ni Alaşımlarının Öz ısı Değerleri..... | 56 |

ŞEKİLLER LİSTESİ

| | <u>Sayfa</u> |
|------------|--|
| Şekil 1.1. | Brinell Sertlik Ölçme Yönteminin Şematik Gösterimi..... 3 |
| Şekil 1.2. | (a) Vickers Sertlik Ölçme Yönteminin Şematik Gösterimi, (b) Batıcı Uçun Numune Yüzeyinde Bıraktığı İzin Fotoğrafı.. 4 |
| Şekil 1.3. | (a) Vickers İzi Geometrisi (b) Knoop İzi Geometrisi..... 5 |
| Şekil 1.4. | Rockwell Sertlik Ölçme Yönteminin Şematik Gösterimi..... 6 |
| Şekil 1.5. | Klasik Teoriye Göre C_v -T Değişimi..... 9 |
| Şekil 1.6. | Klasik, Einstein ve Debye Isı Kapasitesi Modellerinin Karşılaştırılması 10 |
| Şekil 2.1. | İkili Ötektik Faz Diyagramı 15 |
| Şekil 2.2. | Peritektik İkili Faz Diyagramı 16 |
| Şekil 2.3. | Titanyum-Nikel Monotektik Faz Diyagramı 17 |
| Şekil 2.4. | Ti-Ni Alaşımının Faz Diyagramı..... 18 |
| Şekil 3.1. | Arc Melting Sistemi..... 21 |
| Şekil 3.2. | Taramalı Elektron Mikroskopunun (SEM) Fotoğrafı (a) Dış Görünüş, (b) İç Görünüş..... 23 |
| Şekil 3.3. | Optik Mikroskop ve CCD Kameradan Oluşan Görüntü Sistemi..... 25 |
| Şekil 3.4. | PANalytical – Empryrean çok amaçlı X-Işını Difraktometresi (MP-XRD)..... 26 |
| Şekil 3.5. | Vickers Mikrosertlik Test Cihazının Fotoğrafı ve Şematik Görünümü 27 |
| Şekil 3.6. | SEIKO DSC 6300 Sistemi 28 |
| Şekil 4.1. | Ti-%28Ni(ağ) Ötektik Alaşımının Mikroyapısı a) 20K× b) 10K c) 5K ve d) 1K..... 31 |
| Şekil 4.2. | Ti-%67Ni(ağ) Ötektik Alaşımının Mikroyapısı a) 20K× b) 10K c) 5K ve d) 1K..... 32 |

| | | |
|--------------------|--|----|
| Şekil 4.3. | Ti-%85Ni(ağ), Ötektik Alaşımının Mikroyapısı a) 20K× b) 10K c) 5K ve d) 1K..... | 33 |
| Şekil 4.4. | Ti-%28Ni(ağ), Ötektik Alaşımının EDX Analizi (Genel Bölge Analizi)..... | 34 |
| Şekil 4.5. | Ti-%67Ni(ağ), Ötektik Alaşımının EDX Analizi a) Beyaz Bölge Nokta Analizi b) Genel Bölge Nokta Analizi c) Siyah Bölge Nokta Analizi..... | 34 |
| Şekil 4.6. | Ti-%85Ni(ağ), Ötektik Alaşımının EDX Analizi (Genel Bölge Analizi)..... | 35 |
| Şekil 4.7. | Ti-%28Ni(ağ), Alaşımının Optik Mikroskopla Çekilmiş Görüntüleri. a) 5x b) 10x c) 20x d) 50x e) 100x..... | 36 |
| Şekil 4.8. | Ti-%67Ni(ağ), Alaşımının Optik Mikroskopla Çekilmiş Görüntüleri. a) 5x b) 10x c) 20x d) 50x e) 100x..... | 37 |
| Şekil 4.9. | Ti-%85Ni(ağ), Alaşımının Optik Mikroskopla Çekilmiş Görüntüleri. a) 5x b) 10x c) 20x d) 50x e) 100x..... | 38 |
| Şekil 4.10. | Arc-melting Sistemi İle Hazırlanmış Ti-%85Ni(ağ) (E1) Ötektik Numunenin Kalıplanmadan Önceki SEM Görüntüsü | 33 |
| Şekil 4.11. | Arc-melting Sistemi İle Hazırlanmış Ti-%85Ni(ağ) (E1) Ötektik Numunenin Kalıplandıktan Sonraki SEM Görüntüsü | 39 |
| Şekil 4.12. | E3 Ti-%28Ni(ağ) Alaşımının XRD Grafiği..... | 40 |
| Şekil 4.13. | E2 Ti-%67Ni(ağ) Alaşımının XRD Grafiği..... | 41 |
| Şekil 4.14. | E1 Ti-%85Ni(ağ)Alaşımının XRD Grafiği..... | 42 |
| Şekil 4.15. | Sertlik Ölçümü İçin Alınan İzler..... | 43 |
| Şekil 4.16. | Ti-Ni Ötektik Alaşımının Isı Akışı – Sıcaklık Eğrileri a) E1 b) E2 ve c) E3..... | 46 |
| Şekil 4.17. | Ti-%85Ni(ağ) (E1) Ötektik Alaşımının Erime Sıcaklığının Tayini Deneyleri a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk..... | 48 |
| Şekil 4.18. | Ti-%67Ni(ağ) (E2) Ötektik Alaşımının Erime Sıcaklığının Tayini Deneyleri a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk..... | 49 |
| Şekil 4.19. | Ti-%28Ni(ağ) (E3) Ötektik Alaşımının Erime Sıcaklığının Tayini Deneyleri a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk..... | 50 |
| Şekil 4.20. | Ti-%85Ni(ağ) (E1) Ötektik Alaşımının Entalpisinin Tayini Deneyleri a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk..... | 52 |

| | | |
|--------------------|---|----|
| Şekil 4.21. | Ti-%67Ni(ağ) (E2) Ötektik Alaşımının Erime Entalpisinin Tayini Deneyleri a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk..... | 53 |
| Şekil 4.22. | Ti-%28Ni(ağ) (E3) Ötektik Alaşımının Erime Entalpisinin Tayini Deneyleri a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk..... | 54 |
| Şekil 4.23. | Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ), Ti-%85Ni(ağ) Ötektik Alaşımına Ait Öz Isı-Sıcaklık Eğrisi..... | 56 |

KISALTMALAR LİSTESİ

| | |
|------------|-------------------------------------|
| YMK | : Yüzey Merkezli Kübik |
| HMK | : Hacim Merkezli Kübik |
| SDH | : Sıkı Düzenli Hegzagonal |
| H_B | : Brinell Sertliği |
| H_V | : Vickers Sertliği |
| H_K | : Knoop Sertliği |
| P | : Yük |
| D | : Bilye Çapı |
| d | : İz Çapı |
| d_1 | : İz Köşegen Uzunluğu |
| d_2 | : İz Köşegen Uzunluğu |
| g | : Yer Çekimi İvmesi |
| DSC | : Diferansiyel Taramalı Kalorimetri |
| F | : Kuvvet |
| L | : İzin Eksenel Uzunluğu |
| ΔT | : Sıcaklık Değişimi |
| m | : Kütle |
| C | : Isı Kapasitesi |
| c | : Öz Isı |
| C_V | : Sabit Hacimdeki Isı Kapasitesi |
| C_P | : Sabit Basıncındaki Isı Kapasitesi |
| K | : Kelvin |
| T | : Sıcaklık |
| Q | : Isı Enerjisi |
| E | : Ötektik Nokta |
| AC | : Alternatif Akım |
| DC | : Doğru Akım |
| SEM | : Taramalı Elektron Mikroskobu |
| EDX | : Numunelerin elemental Analizi |
| XRD | : X-Işını Difraktometresi |

T_g : Camsı Geçiř Noktası

CCD : Y¼klenme İliřtirilmiř Araç

1. GİRİŞ

Gelişen teknoloji ve bilimsel ilerlemeler, ihtiyaç duyulan yeni malzemeleri geliştirmek için itici bir güç oluşturur. Bilimsel çalışmalar ve mühendislik uygulamalar yapılırken malzemelerin içeriği hakkında çok çeşitli bilgilere ihtiyaç duyulur. Malzemelerin bileşim ve iç yapılarının farklı olması fiziksel, kimyasal ve elektronik özelliklerini de değiştirmektedir. Dolayısıyla günümüzde malzemeleri daha iyi tanımak amacıyla birçok çalışma yapılmakta ve gün geçtikçe insanoğlunu şaşırtan yeni özellikler tespit edilmektedir ve malzemelerin mekanik, termal, manyetik ve elektriksel özelliklerinin tespit edilmesi büyük önem arz etmektedir. Çok daha iyi özelliklere sahip malzemeler üretmek için farklı yöntemler geliştirilmiştir. Bu sayede üretilen malzemeler, üstün mekanik, termal, elektriksel ve manyetik özelliklere sahip olabilmektedir.

Bu çalışmada Ti-Ni ikili ötektik alaşımların mikroyapıları, kristal yapıları, mikrosertlik özellikleri ve termal özellikleri inceleneceğinden, temel bazı kavramlar bu üniteye verilecektir.

1.1. Mikroyapı

Mikroyapı, malzemelerin faz ve tane yapısı gibi mikroskop yardımıyla gözlenebilen bir yapısal özelliktir ve malzemelerin performansını belirleyen önemli bir parametredir. Malzemelerin mikroyapısı imalat sürecinden etkilenir. Metallerin mikroyapısını inceleyen bilim dalına metalografi denir. Malzemelerin mikroyapılarının incelenmesi için kesme, kalıplama, zımparalama, temizleme, parlatma, dağlama, kurutma gibi ön hazırlıklar gereklidir. Hazırlanan numuneler SEM cihazıyla veya üstten ışık veren optik mikroskoplarla incelenerek mikroyapıları hakkında bilgi edinilir.

Ötektik alaşımların yönlendirerek katılaştırılması ile oluşan mikroyapıların sınıflandırılması ile ilgili olarak çok değişik görüşler öne sürülmüştür [1-9]. Scheil, ötektik mikroyapıların 'normal' ve 'anormal' olmak üzere iki ana gruba ayrılacağı görüşünü ortaya atmıştır [5]. Bu ayırımında bir ötektik kolonideki fazların dağılımında birbirine göre düzenlilik derecesi esas alınır.

Normal mikroyapılar iki fazın katı-sıvı arayüzeyinde yan yana, aynı hızda ve sıcaklıkta büyümeleriyle ortaya çıkar. Böylece düz bir katı-sıvı ara yüzeyi oluşur. Tipik normal mikroyapılar sürekli bir ana faz içine gömülmüş birbirine paralel levha veya fiber şeklindeki ikinci faz kristallerinden oluşur. Anormal ötektik mikroyapılar ise, öncekinin tersine fazların aynı hızda ve sıcaklıkta büyümediği bir katılaşma şekliyle ortaya çıkar. Bu nedenle katı-sıvı arayüzeyleri düz değildir [10].

1.2. Kristal Yapı

Kristal yapı atomların üç boyutta belirli bir düzene göre dizilerek hacim kafesi oluşturduğu yapıdır. Metaller, seramikler ve polimerler normal şartlar altında kristal yapıya sahiptirler. Metaller çok hızlı soğutulursa atomlar düzenli dizilişe kavuşmadan katılaşır ki bu yapıya amorf yapı denmektedir. Gazlarda kristal yapıdan bahsedilemez. Kristallerde Bravais kafesleri olarak da bilinen toplam 14 farklı kafes yapı olasılığı vardır. Metallerde en çok yüzey merkezli kübik (YMK), hacim merkezli kübik (HMK) ve sıkı düzenli hegzagonal (SDH) yapılara rastlanılır [11].

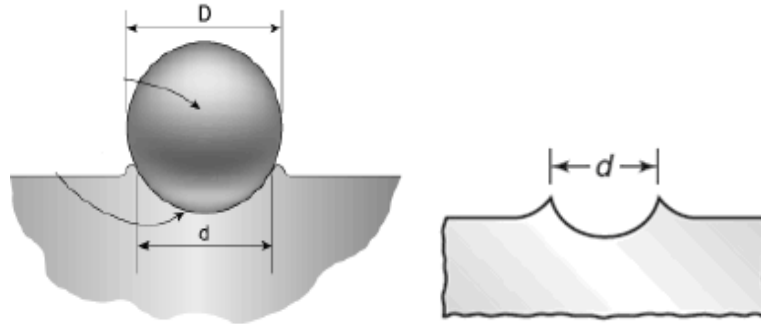
1.3. Mikrosertlik

Bir malzemenin çizilmeye, kesilmeye, aşınmaya ve delinmeye karşı gösterdiği dirence sertlik denir. Bir başka ifadeyle sertlik bir malzemenin yüzeyine batırılan sert bir cisme karşı gösterdiği dirençtir. Sertlik değerleri direk olarak malzemelerin dayanımları ile alakalı olduğu için büyük önem taşır ve dolayısıyla malzemelerin dayanımları ile ilgili bağıl değerler verir. Örneğin çeliklerde, çekme mukavemeti sertlik ile doğru orantılıdır; dolayısıyla, yapılan basit sertlik ölçümü neticesinde malzemenin mukavemeti hakkında bir fikir edinmek mümkündür. Sertlik ölçme genellikle, konik veya küresel standart bir ucun malzemeye batırılmasına karşı malzemenin gösterdiği direnci ölçmekten ibarettir. Uygun olarak seçilen sert uç, uygulanan yük altında malzemeye batırıldığında malzeme üzerinde bir iz bırakacaktır. Malzemenin sertliği, bu izin büyüklüğüyle ters orantılıdır Sertlik deneyleri malzemenin kökeni hakkında bilgi verir ve malzemenin işlenebilme özelliğini ortaya çıkarır [12].

Sertlik ölçüm yöntemleri malzemenin yapısına göre (elastik, plastik vb.) farklılık göstermektedir. Günümüz laboratuvarlarında kullanılan başlıca sertlik ölçme yöntemleri şunlardır:

- Brinell Sertlik Ölçme Yöntemi
- Vickers Sertlik Ölçme Yöntemi
- Knoop Sertlik Ölçme Yöntemi
- Rockwell Sertlik Ölçme Yöntemi

Brinell sertlik ölçme yönteminde, Şekil 1.1.'de görüldüğü üzere D çapındaki bilye, belirli bir P yüküyle malzemenin yüzeyine batırılır. Bilye numune üzerinden kaldırıldıktan sonra meydana gelen izin çapı (d) ölçülür. Sertlik değeri, uygulanan yükün malzeme üzerinde oluşan izin alanına bölünmesiyle elde edilir.



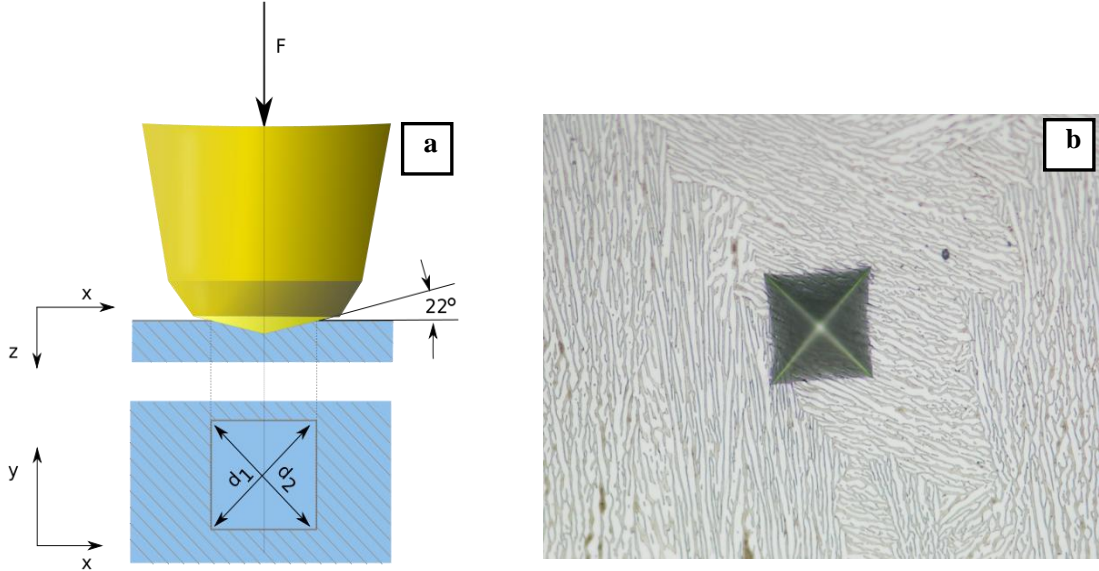
Şekil 1.1. Brinell Sertlik Ölçme Yönteminin Şematik Gösterimi [16].

Sertlik değeri

$$H_B = \frac{2P}{(\pi D)(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (1.1)$$

ile verilir. Burada H_B sertlik değeri, P yük, D bilye çapı ve d iz çapıdır. Brinell sertliğinin ölçüm sonucunun birimi kgf/mm^2 olarak elde edilir [13].

Vickers sertlik ölçme yönteminde; Şekil 1.2’de görüldüğü üzere piramit şeklindeki uç numune yüzeyine bastırılır ve meydana gelen izin köşegenleri cihaz mikroskobundan okunarak belirlenir. Numune yüzeyine uygulanan yük 10 g ile 1000 g arasında değişebilmektedir. Uç numuneye 5-30 s arasında değişen bir sürede uygulanır. Meydana gelen izin fotoğrafı Şekil 1.2 (b)’de verildiği gibidir [13].



Şekil 1.2. (a) Vickers Sertlik Ölçme Yönteminin Şematik Gösterimi, (b) Batıcı Ucun Numune Yüzeyinde Bıraktığı İz Fotoğrafı [13].

Vickers sertliği, aşağıdaki eşitlikte verildiği gibi kuvvetin iz alanına bölünmesiyle elde edilir.

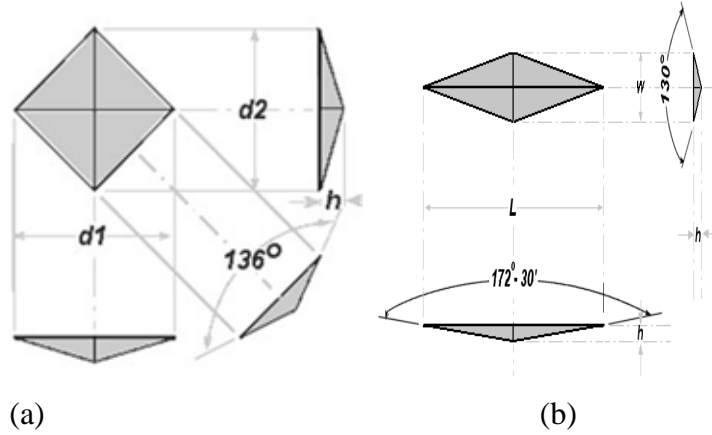
$$H_v = \frac{2F \sin(\theta/2)}{g \cdot d^2} \quad (1.2)$$

Burada F uygulanan kuvvet, g yerçekimi ivmesi, $d = d_1 \cdot d_2$ iz alanı olmak üzere, Vickers ölçüm sonucunun birimi kgf/mm^2 olarak elde edilir. Vickers sertliği ile çok ince bölge veya tabakaların bile sertliği hassas bir şekilde ölçülebildiğinden, mikrosertlik olarak da bilinir.

Bu yöntemde, batıcı uç olarak tepe açısı 136° olan elmas piramit kullanılır. Elmasın bilinen en sert malzeme olması nedeniyle, bu yöntem tüm malzemelere uygulanabilir. Kuvvet seçiminde malzeme kriteri yoktur. Elmas piramit belli bir

kuvvetle parça yüzeyine bastırıldıktan sonra yüzeyde oluşan kare şeklindeki izin köşegenleri mikroskopla ölçülür. Bu nedenle bu yöntemde mikrosertlik testi adı da verilir. Daha sonra ortalama köşegen boyu ölçülür ve Eşitlik 1.2’ den Vickers sertlik değeri hesaplanır.

Knoop mikrosertlik ölçümü, 1939 yılında National Bureau Standards (USA) tarafından geliştirilmiştir. Bu sertlik ölçüm yönteminde, Şekil 3.3 (b)’de görüldüğü gibi eşkenar piramit şeklinde bir elmas uç kullanılır. Knoop mikrosertlik ölçme yöntemi, özellikle çok ince ve kırılğan malzemelerin sertliklerinin ölçülmesi amacıyla kullanılır. Piramit şeklindeki elmas uç, belirli bir süre malzeme üzerine kuvvet uygulayarak iz bırakır.



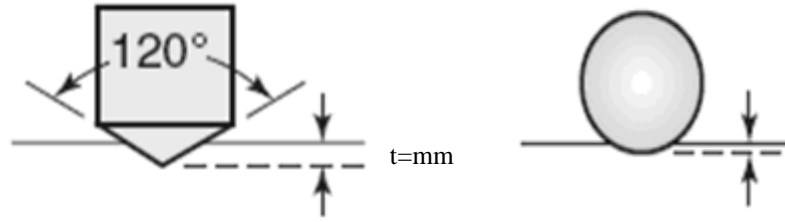
Şekil 1.3. (a) Vickers İzi Geometrisi (b) Knoop İzi Geometrisi [13].

Vickers mikrosertlik ölçme şekli 1925 yılında İngiltere’de geliştirilmiştir. Uygulanan yükün oluşturduğu derinlik köşegenin 1/7’si kadardır. Knoop ölçümü, Vickers sertlik ölçme yöntemine kıyasla daha az derin iz bırakır. Knoop sertliği H_K ile gösterilir ve aşağıdaki formülle ifade edilir.

$$H_K = \frac{P}{C_p L^2} \quad (1.3)$$

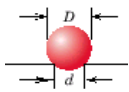
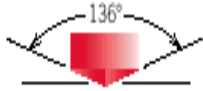
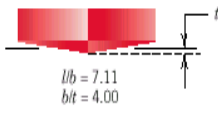
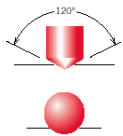
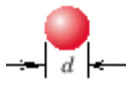
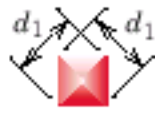
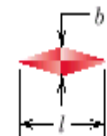

Burada L numune üzerindeki izin eksenel uzunluğu, C_p düzeltme faktörü ve P ; uygulanan yük miktarıdır. Knoop sertlik ölçüm sonucunun birimi kgf/mm^2 olarak elde edilir.

Rockwell sertlik ölçme yönteminde; konik bir batıcı uç ya da küresel çaplı çelik bilye kullanılır. Batıcı ucun şekli ve uygulama basıncı malzemenin cinsine göre farklılık göstermektedir. Sertlik ölçme cihazının hassasiyeti kontrol edildikten sonra sertliğini ölçmek istediğimiz malzemeye uygun ağırlık ve uç seçilir. Ön yükleme ile malzemeye temas sağlanır. Sertlik ölçümünde ön yükleme ile başlangıç noktası tespit edilmiş olur. Daha sonra cihazın ibresi sıfıra ayarlanarak kalan ağırlıklar yüklenir. Bu durumda ucun, sertliği ölçülen numuneye batması beklenir. Bir süre sonra son yüklenen ağırlık kaldırılarak sertlik değeri göstergeden okunur. Şekil 1.4'te Rockwell sertlik ölçme yönteminin şematik gösterimi verilmiştir. Şekildeki gibi batıcı uç numuneye batırılır ve batma derinliği ölçülür. Tablo 1.1' de sertlik ölçme yöntemleri karşılaştırılmıştır [14].



Şekil 1.4. Rockwell Sertlik Ölçme Yönteminin Şematik Gösterimi.

Tablo 1.1. Sertlik Ölçme Yöntemlerinin Karşılaştırılması [14]

| | Brinell | Vickers | Knoop | Rockwell |
|-------------------------------------|---|---|--|--|
| Batıcı Uç | 10 mm çelik veya volfram karbür küre | Elmas Piramit | Elmas Piramit | Elmas Koni 1/8 inç çapında çelik küre 1/16 inç çapında çelik küre |
| Batma İzinin Yandan Görünüşü |  |  |  |  |
| Batma İzinin Üstten Görünüşü |  |  |  |  |
| Yük | P | P | P | P |
| Sertlik Formülü | $H_B = \frac{2P}{(\pi D)(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$ | $H_V = \frac{2F \sin(\theta/2)}{g \cdot d^2}$ | $H_K = \frac{P}{C_p L^2}$ | $\left. \begin{array}{l} 60 \text{ kg} \\ 150 \text{ kg} \\ 100 \text{ kg} \end{array} \right\} \begin{array}{l} R_A = \\ R_C = \\ R_D = \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 60 \\ 150 \\ 100 \end{array}} \right\} 100-5001$ $\left. \begin{array}{l} 100 \text{ kg} \\ 8 \text{ Kg} \\ 150 \text{ kg} \\ 100 \text{ kg} \end{array} \right\} \begin{array}{l} R_A = \\ R_C = \\ R_D = \\ R_E = \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 100 \\ 8 \\ 150 \\ 100 \end{array}} \right\} 130-5001$ |

1.4. Termal Özellikler

Isıtılan metallerin birçok özelliği değişir. Metallerin farklı sıcaklıktaki davranışları termal analiz yöntemleri ile incelenmektedir. Termal analiz yöntemleri ile metallerin soğurduğu ya da açığa çıkardığı enerjisi, iletkenliği, öz ısısı gibi özellikleri sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçülür.

Malzemelerin öz ısılarını Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) tekniği ile ölçmek mümkündür. DSC tekniği E.S. Watson ve M.J. O'Neill tarafından 1960 yılında geliştirilmiştir [15]. DSC; numune ve referansın sıcaklıklarını kontrollü bir şekilde arttırarak aralarındaki ısı akışı değişimini sıcaklık ve zamanın bir fonksiyonu olarak ölçmeye, malzemelerin termal analizlerini yapmaya ve soğulan veya salınan enerji miktarını ölçmeye yarar. Temel uygulama alanları ekzotermik ve endotermik ayrışma gibi faz değişimleri üzerindeki çalışmalar olan DSC, faz ve hal değişimi ısısı, faz değişimi sıcaklığı, öz ısı ve tepkime ısısı gibi termal değişikliklerin

ölçümünde kullanılır. Buradaki geçişler enerji değişimi veya öz ısı değişimlerini içerir.

Aynı miktardaki cisimlerin sıcaklıklarını belirli bir miktar yükseltmek için gereken enerji maddeden maddeye değişmektedir. Bir cismin sıcaklığını 1 °C yükseltmek için gerekli ısı enerjisine o cismin ısı kapasitesi denir. 'C' ile gösterilir. Bu tanıma göre, cisme Q birimlik ısı verildiğinde, cismin sıcaklığı ΔT kadar değişir. O zaman,

$$Q=C \cdot \Delta T \quad (1.4)$$

olur. Herhangi bir cismin ısı kapasitesi, cismin kütlesi ile doğru orantılıdır. Bu nedenle, ısı kapasitesini, birim kütle başına düşen ısı kapasitesi olarak tanımlamak daha uygun olur; buna öz ısı veya özgül ısı denir ve 'c' ile gösterilir.

Isı kapasitesi tanımına göre, m kütleli bir madde ile bu maddenin çevresi arasında oluşan Q ısı enerjisi transferi, sıcaklık değişimi $\Delta T=T_s-T_i$ olmak üzere;

$$Q=mc\Delta T \quad (1.5)$$

olarak ifade edilebilir [16].

Isı kapasitesi, sabit basınç altında (C_p) ve sabit hacim altında (C_v) olmak üzere iki şekilde tanımlanır:

$$C_p = \left(\frac{\partial E}{\partial T} \right)_p, \quad C_v = \left(\frac{\partial E}{\partial T} \right)_v \quad (1.6)$$

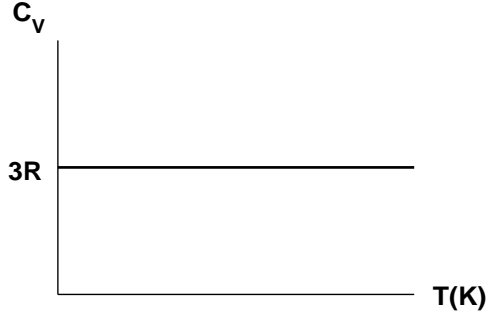
Deneysel çalışmalarda metalik malzemelerin hacimlerini sabit tutmak mümkün olamayacağı için öz ısı kapasitesi sabit basınç altında ölçülür. Öz ısı teorik çalışmalarda ise sabit hacim altında incelenir.

Malzemelerin ısı kapasitelerini hesaplamak için günümüze kadar üç farklı model önerilmiştir. Bu modeller sırasıyla Klasik, Einstein ve Debye modelleridir.

Klasik teoriye göre sabit hacimdeki ısı kapasitesi;

$$C_V = 3N_a \cdot k_B \quad (1.7)$$

olarak verilir. Burada C_V sıcaklıktan bağımsızdır. $N_a = 6,02 \cdot 10^{23}$, $k_B = 1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K olduğundan; $C_V = 3R \approx 25$ J/mol.K olur.



Şekil 1.5. Klasik Teoriye Göre C_V -T Değişimi

Einstein modeline göre sabit hacimdeki ısı kapasitesi yüksek sıcaklıklarda $C_V = 3N_k$ olarak bulunur. $N_a \cdot k_B = R$ olduğu için;

$$C_V = 3R \quad (1.8)$$

olur. Yüksek sıcaklıklarda Einstein modeli klasik model ile uyumludur.

Düşük sıcaklıklarda ise

$$C_V = 3N_a k_B e^{\frac{-\hbar \omega}{kT}} \quad (1.9)$$

olarak bulunur. Einstein ısı kapasitesi teorisi yüksek sıcaklıklarda klasik teori ile uyum gösterirken, düşük sıcaklıklarda uyuşmamaktadır. Deneysel sonuçlar da Einstein teorisinin daha başarılı olduğunu göstermiştir.

Einstein modelindeki en büyük aksaklık; fiziksel olarak gerçeklere aykırı bir temele dayanmış olmasıdır. Çünkü model başlangıçta bir katı içerisindeki bütün salınıcıların frekanslarını eşit kabul etmektedir. Bu kabul bütün parçacıklar birbirinden bağımsız hareket ediyorsa doğru olabilir. Ancak fiziksel olarak katı içerisinde böyle bir durum düşünülemez [17].

Deneysel sonuçlar düşük sıcaklıklarda C_v 'nin T^3 ile orantılı olduğunu göstermektedir. Oysaki bu sonucu ne klasik teori ne de Einstein teorisi tam olarak izah edememektedir. Bunun için Debye bir teori geliştirmiştir.

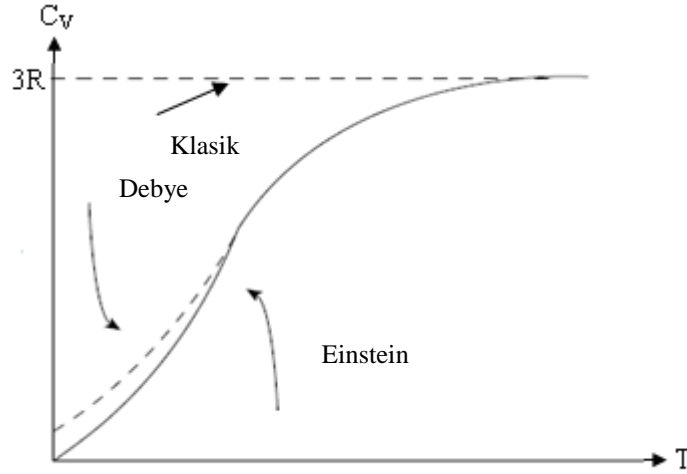
Debye modeline göre ısı sığası yüksek sıcaklıklarda

$$C_v = 3Nk_B \quad (1.10)$$

olarak bulunur. Yüksek sıcaklıklarda Debye teorisi klasik teori ve Einstein teorisi ile uyumludur. Düşük sıcaklıklarda ise

$$C_v = \left(\frac{\partial E}{\partial T} \right)_v = \frac{12}{5} Nk\pi^4 \left(\frac{T}{\theta_D} \right)^3 \quad (1.11)$$

olarak elde edilir. Bu bağıntı 'Debye T^3 kanunu' adını alır ve yalıtkan katılarda çok düşük sıcaklıklarda elde edilen deneysel sonuçları doğrular [13].



Şekil 1.6. Klasik, Einstein ve Debye Isı Kapasitesi Modellerinin Karşılaştırılması [18]

Böylece Debye modeli hem düşük, hem de yüksek sıcaklıklarda deneysel sonuçlarla uyumludur. Yüksek sıcaklıklarda (oda sıcaklığı ve üzeri) klasik teori deneysel sonuçlarla uyumlu olduğu için geçerlidir. Isı kapasitesi hemen hemen tüm maddeler için;

$$C_v = 3N_a k_B \quad (1.12)$$

şeklindedir ve değeri 25 J/mol.K'dir.

Düşük sıcaklıklarda (0-200 K) ise kuantum teorisinin kullanılması gerekmektedir. Çünkü klasik teori deneysel sonuçlarla uyum göstermemektedir. Deneysel çalışmalarda C_v 'nin T^3 ile orantılı olduğu bulunmuştur ve bu durumu en iyi Debye teorisi açıklamaktadır.

2. ÖTEKTİK ALAŞIMLAR

2.1. Faz, Faz Diyagramı ve Bileşen Kavramı

Alaşım elde etmek için elementler eritildiği zaman atomların hareketi yüksek sıcaklık nedeni ile çok artar. Elementler birbirinin kristal kafesi içine yerleşip soğuma sonunda katı eriyik içerebilirler. Bazı elementler kimyasal bileşik meydana getirebilir. Bazı elementlerde diğer elementlerle ne katı eriyik, ne de bileşik yapmazlar. Böylece sıcaklık, basınç ve kimyasal bileşime bağlı olarak herhangi bir alışımda bir veya birden fazla katı eriyik, kimyasal bileşik, saf element veya bunların birkaçı birden bulunabilir. Alışımın içinde bu çeşitli yapılardan kimyasal ve fiziksel özellikleri aynı olanlara bir “Faz” denir. Bir alışım belirli sıcaklık ve basınçta bir veya birden fazla faza sahip olabilir. Sıcaklık, basınç değıştikçe alışımın faz sayısı, fazların büyüklüğü ve şekli değışebilir. Faz kavramını daha iyi açıklayabilmek için pratik bir örnek verelim: Sıcak bir çaya çok miktarda şeker atılıp karıştırılırsa şekerin hepsi erir. Çay, her tarafı aynı bileşimde, aynı fiziksel ve kimyasal özellikte homojen bir karışım haline gelmiştir. Bu durumda tek fazlıdır. Çay soğuduğu zaman eriyen şekerin bir kısmı çökelir. Bu durumda bir bardak dolusu çay iki fazlı hale gelmiştir. Yani sıcaklıkla faz sayısı değışmiştir. Benzer durum metal alışımlarında da görülür. İki metalik element yüksek sıcaklıkta birbiri içinde erimişse, sıcaklık azalınca biri diğerinin yanında çökebilir. Bu olayı çayın içinden şekerin çökeldiğini gördüğümüz gibi çıplak gözle izleyemeyiz. Ancak mikroskop ile veya X-ışınları ince yapı analizi ile belirlemek mümkün olur. Fazları belirlemek için çeşitli yöntemler vardır. Bunlar birbirlerinin aynı zamanda tamamlayıcılarıdır. En çok baş vurulanı, pratikliği açısından metalografik yöntemdir. Yüksek sıcaklıktaki bir numune oda sıcaklığına çok hızlı soğutulursa, yüksek sıcaklık fazı oda sıcaklığında mikroskop altında incelenebilir. Fakat bu işlem metallerde her zaman olmayabilir. Metal atomlarının difüzyon hızı yüksek olduğundan, yüksek sıcaklık fazı yüksek soğutma hızında bile oda sıcaklığına gelene kadar dönüşebilir. İkinci yöntem x - ışınları difraksiyonudur. Bu yöntemde numune içindeki fazların sayısı ve yüzdeleri belirlenir. Fazların şekli ve dağılımı hakkında fikir vermediğinden metalografik yöntemle beraber kullanıldığı zaman numunenin iç yapısı hakkında yeterli bilgi elde

edilir. Bir üçüncü yöntem ısıl analizdir. Soğuma sırasında zaman – sıcaklık ilişkisinden faz dönüşümü olup olmadığı anlaşılır [19].

Bir alaşım sabit sıcaklık, sabit basınç ve sabit kimyasal bileşimde durumunu uzun süre hiç değiştirmiyorsa alaşım “denge durumunda”dır. Denge durumu kendisini belirleyen değişkenlerle bir diyagram üzerinde belirtilebilir. Buna “faz diyagramı” adı verilir. Teknikte genellikle sabit basınçta çalışıldığından faz diyagramını ifade etmek için geriye % bileşim ve sıcaklık değişkenleri kalır. Faz diyagramları genellikle çok yavaş soğuma sonunda deneysel olarak elde edildiğinden, deney sırasında termodinamik dengenin oluştuğu kabul edilir. Bu nedenle “denge diyagramı” adını alır [19].

Faz diyagramları, maddenin farklı basınç, sıcaklık ve bileşimdeki mikroyapısını gösteren haritalardır [20].

Faz; homojen maddenin bir parçasıdır. Bir fazın mekanik olarak bölünmesiyle özellikleri bakımından birbiriyle aynı olan küçük parçalar oluşur. Fazlar arasındaki temel fark, atomik dizilişlerindeki ve kristal yapılarındaki farklılıktır. Bir faz farklı sıcaklık ve bileşimlerde oluşabilir fakat kristal yapıları hep aynıdır. Bir faz tek bir maddeden oluşmak zorunda değildir. Örneğin gazlar bir başka gaz ile istenilen oranda karıştırılarak tek faza sahip yeni bir gaz oluşturulabilir. Sıvı veya katıların fazlarının sayısı ise birbiri içerisindeki çözünürlüklerine bağlıdır. Örneğin zeytinyağı ve su birbirleri ile karışmazlar. Zeytinyağı üstte su altta olmak üzere iki farklı faz oluştururlar. Bununla beraber alkol ve su birbirleri içerisinde hangi oranda karıştırılırlarsa karıştırılırsın çözünürler ve bunların karışımından tek bir faz oluşur. Benzer şekilde su ve tuz karıştırılırsa tek fazlı bir karışım elde edilir. Fakat su içerisine atılan tuz miktarı çözünürlük sınırını aşarsa fazla gelen tuz suyun tabanına çöker ve bu sefer iki fazlı bir karışım elde edilir [21]. Bir alaşım sistemi için herhangi bir sıcaklık ve bileşimde tek bir sıvı faz vardır fakat pek çok katı faz olabilir [22].

Faz sistemleri tek bileşenli, iki bileşenli (ikili), üç bileşenli (üçlü) olarak sınıflandırılabilir. Bir faz sistemi içerisindeki bileşenlerin sayısı, sistem içerisindeki bütün fazları tanımlayabilen en küçük atom ve molekül sayısıdır. Bu ifadeyi örneklerle açıklayalım. Buz, su ve su buharı tek bileşenli bir sistemdir. Su bileşeninin

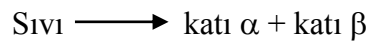
(H₂O) oksijen ve hidrojenin birleşmesi sonucunda oluşmuş olması suyun tek bileşen olması gerçeğini değiştirmez. Çünkü normal şartlar altında oksijen ve hidrojenin birbirinden ayrılması mümkün değildir. Bakır-Çinko metalik alaşım sistemi iki bileşenli bir sistemdir. Bakır-Çinko metalik alaşım sisteminin farklı kristal yapıya sahip altı fazı vardır fakat bütün fazlar bakır ve çinkonun cinsinden ifade edildiği için bu sistem iki bileşenlidir [20].

2.2. İkili Alaşımların Faz Diyagramları

2.2.1. Ötektik Alaşım

Ötektik kelimesinin kökeni, Yunanca ‘eutektos’ kelimesidir. Kolayca eriyen anlamına gelir. Ötektik alaşımlar, kendini oluşturan elementlerin erime sıcaklıklarının altındaki bir sıcaklıkta erirler. Bu önemli durum ötektik alaşımları, döküm teknolojisinin vazgeçilmez materyalleri haline getirir. Ötektikler kontrollü katılaştırıldıklarında, mikron düzeyinde mekanik ve elektronik özelliklere sahip mikro yapılar verirler. Böylece ötektik alaşımlar makine parçalarından elektronik elemanlarına kadar değişen çok yaygın bir uygulama alanı bulurlar. Ötektik katılma olayı son derece önemli ve geniş araştırmalara konu olmuştur [10, 23].

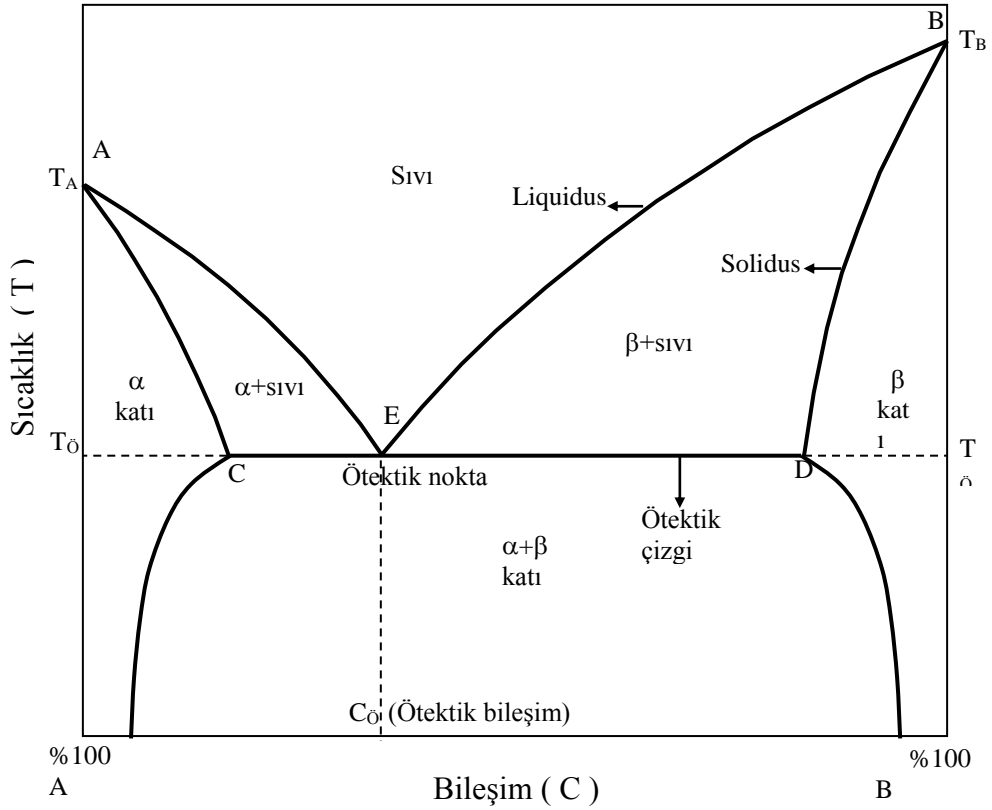
Örneğin saf haldeyken alüminyumun erime sıcaklığı 660 °C, silisyumun erime sıcaklığı 1430 °C ’dir. Al-Si alaşımının ötektik erime sıcaklığı ise 577 °C ’dir. Ötektik nokta; faz diyagramında V şeklinde olan liquidus eğrilerinin tabanındaki noktadır. Ötektik noktaya karşılık gelen bileşime ise ötektik bileşim denir. Ötektik bileşime sahip bir alaşım, saf maddelerde olduğu gibi ötektik sıcaklıkta aniden erir [24, 25]. Ötektik bileşimdeki sıvı faz soğutulursa aynı anda iki farklı katı faz elde edilir. Yani sıvı alaşımın katılaştırılması neticesinde α ve β katı fazlarının karışımı elde edilir. Böylece ötektik reaksiyon,



şeklinde tanımlanır [22, 25].

Şekil 2.1’de ikili ötektik bir faz diyagramı gösterilmektedir. Şekil 2.1’de A noktası saf haldeki A maddesinin erime sıcaklığını, B noktası ise saf haldeki B maddesinin

erime sıcaklığını göstermektedir. E noktası ötektik noktadır. AE ve BE eğrileri liquidus eğrileridir ve bu eğrilerin üzerinde sadece sıvı faz vardır. CD doğrusu ise ötektik çizgidir ve bu çizginin altında α ve β fazlarına ait katı fazlar birlikte bulunur. Solidus, liquidus ve ötektik çizgi arasındaki bölgelerde ise katı ve sıvı fazlar birlikte bulunur [23].

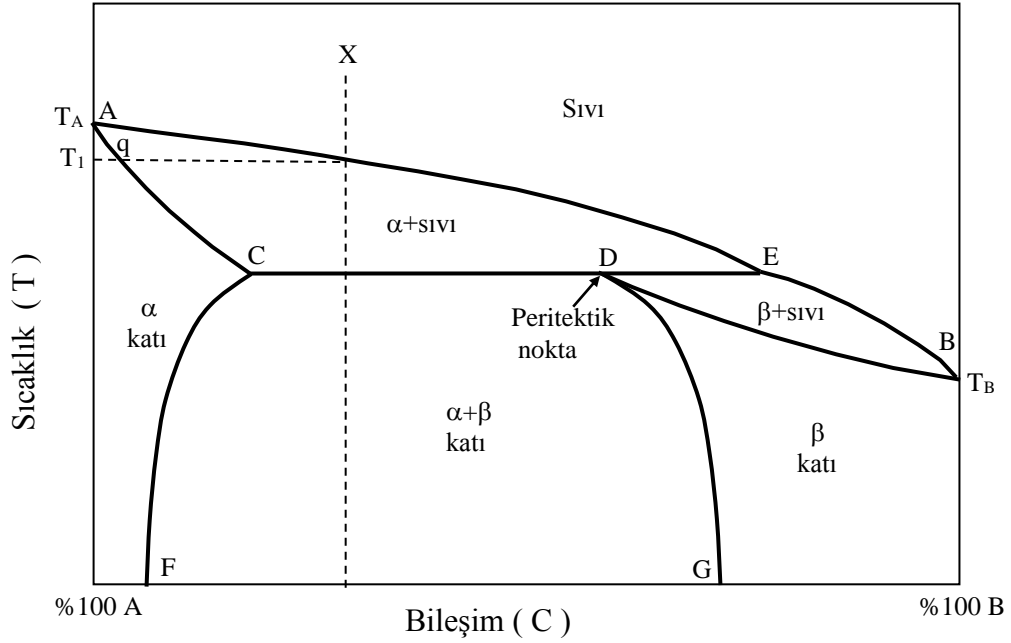


Şekil 2.1. İkili Ötektik Faz Diyagramı [24, 25]

2.2.2. Peritektik Alaşım

Peritektik alaşım; alaşımı meydana getiren iki maddenin saf haldeki erime sıcaklıklarının arasında bir erime sıcaklığına sahip olan alaşıma denir. Örneğin saf haldeki Nikel erime sıcaklığı 1455 °C, Titanyumun erime sıcaklığı 1670 °C 'dir [26]. Ti-Ni alaşımının peritektik erime sıcaklığı ise 984 °C 'dir [27]. Şekil 2.2' de metalik ikili alaşımlarda peritektik faz diyagramı gösterilmiştir. Şekilde A noktası A maddesinin erime sıcaklığını, B noktası ise B maddesinin erime sıcaklığını göstermektedir. AEB eğrisi liquidus eğimini, ACDB eğrisi ise solidus eğrisini göstermektedir. FC ve GD eğrileri ise çözünürlük (solvus) eğrileridir. CDE yatay

doğrusu peritektik çizgi, D noktası ise peritektik nokta olarak adlandırılır [21, 28, 29].



Şekil 2.2. Peritektik İkili Faz Diyagramı [21]

Şimdi Şekil 2.2'deki X kompozisyonuna sahip sıvının soğutulmasını düşünelim. Sistem soğutulduğunda T_1 sıcaklığında katılaşma başlayacak ve q bileşiminde α kati fazı oluşacaktır. Katılaştırmaya devam edildiğinde sıvının bileşimi liquidus eğrisini takip ederek E noktasına kadar, katının kompozisyonu ise solidus eğrisini takip ederek C noktasına kadar ilerleyecektir. Peritektik sıcaklığa yaklaşıldığında E bileşimindeki sıvı, C bileşimindeki α katısı ile dengededir. Peritektik sıcaklıktaki bu iki faz birbirleriyle reaksiyona girerek β kati fazını oluştururlar. Bu reaksiyon,



şeklinde gösterilebilir. İşte bu reaksiyona peritektik reaksiyon denir [20, 24].

2.2.3. Monotektik Alaşım

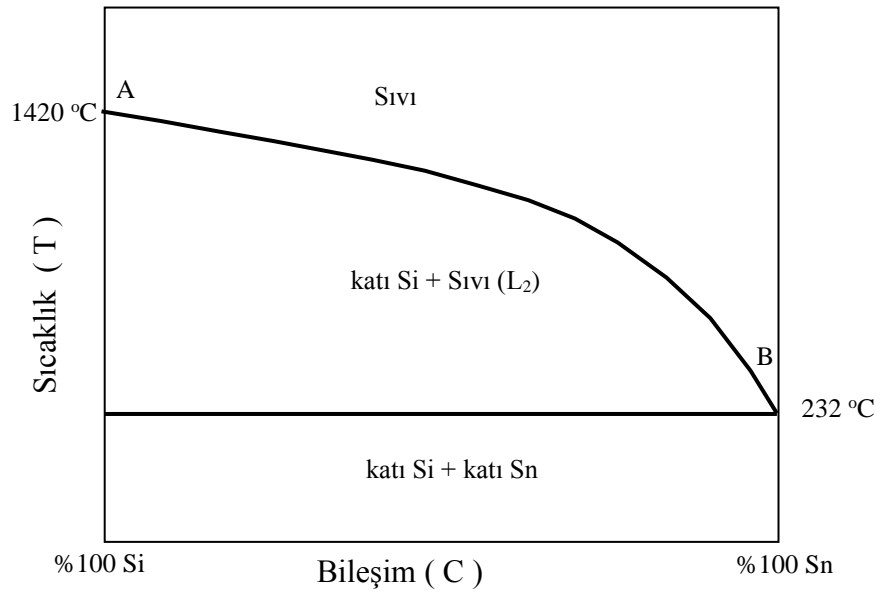
Liquidus çizgisi A maddesinin erime sıcaklığından B maddesinin erime sıcaklığına kadar devam eden ve sürekli bir eğri şeklinde olan ikili alaşımlara monotektik alaşım

denir [24]. Monotektik reaksiyon; L₁ sıvı fazının aynı anda S katı fazı ile L₂ sıvı fazının oluşmasına neden olmasına denir. Yani monotektik reaksiyon,



şeklinde gerçekleşir [28].

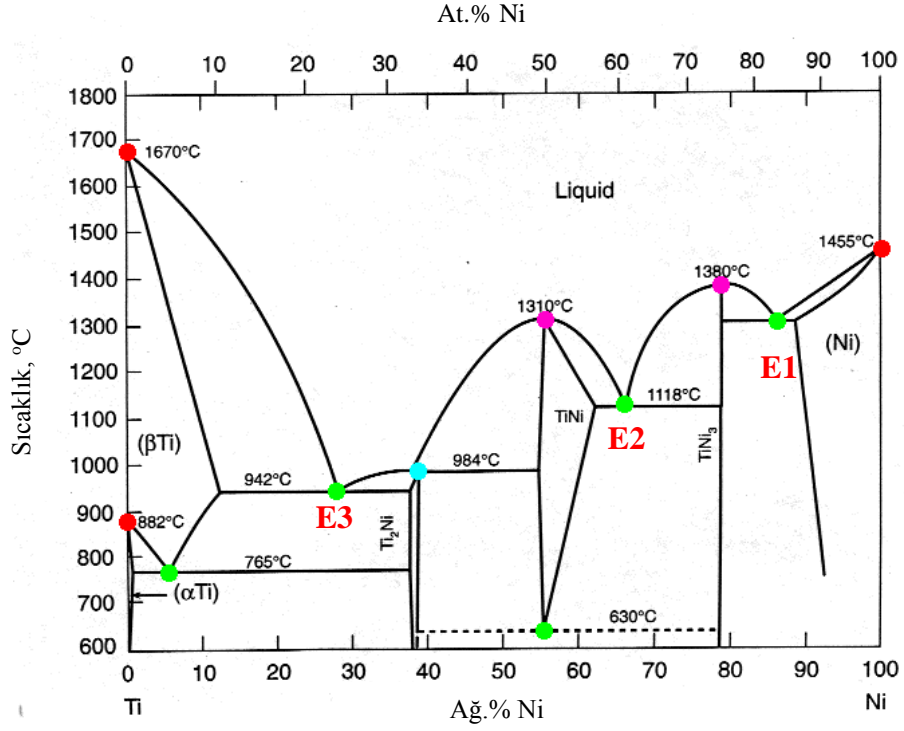
Şekil 2.3'de Silisyum-Kalay metalik ikili alaşımına ait monotektik faz diyagramı görülmektedir [20].



Şekil 2.3. Silisyum-Kalay Monotektik Faz Diyagramı [20, 24]

2.3. Ti-Ni Ötektik Alaşımları

Titanyum 1670°C'de Nikel ise 1455°C'de erir. Titanyum-Nikel ikili metalik alaşımının 3 tane ötektik noktası bulunmaktadır. Ti-Ni alaşımının üç tane ötektik noktası bulunmaktadır. Şekil 2.4.'te E1, E2 ve E3 olarak belirtilen bu noktalarda alaşımın erime sıcaklıkları E1=1300°C, E2=1118°C ve E3=942°C şeklinde bulunmuştur.



Şekil 2.4. Ti-Ni Alaşımının Faz Diyagramı [27]

Ti-Ni faz diyagramındaki önemli noktaların açıklamaları da Tablo 2.1’de verilmiştir.

Tablo 2.1. Ti-Ni Alaşımının Faz Diyagramındaki Önemli Noktaların Açıklamaları [27].

| Sıcaklık | Kompozisyon | Açıklama |
|----------------|----------------|--|
| 1670 °C | 0ağ%Ni | Saf metal erime noktası (Değişmez) |
| 882 °C | 0ağ%Ni | Saf metal kristal yapı değişimi (Değişmez) |
| 786 °C | 5ağ%Ni | Ötektoid |
| 942 °C | 28ağ%Ni | Ötektik |
| 984 °C | 38ağ%Ni | Peritektik |
| 630 °C | 55ağ%Ni | Ötektoid |
| 1310 °C | 55ağ%Ni | Congruent Erime Noktası |
| 1118 °C | 67ağ%Ni | Ötektik |
| 1380 °C | 78ağ%Ni | Congruent Erime Noktası |
| 1300 °C | 85ağ%Ni | Ötektik |
| 1455 °C | 100ağ%Ni | Saf metal erime noktası (Değişmez) |

Bu alıřmada Ti-Ni alařımının tektik noktalarına odaklanılacak ve arařtırmalar bu noktalar zerine yapılacaktır. Alařımların mikroyapıları, sertlikleri ve termal zellikleri incelenecektir.

3. DENEYSEL SİSTEM

3.1. Arc-Melting Sistemi

Birden fazla metalin birlikte ergitilerek karıştırılması yoluyla alaşım elde edilmesi işlemi çeşitli usullerle yapılmaktadır. Bu usuller enerji kaynağı olarak katı, sıvı ve gaz yakıt veya elektrik enerjisi kullanılmasına bağlı olarak farklılık gösterirler. Vakumlu ortamda yüksek oranda homojen alaşım elde edilebilen metotlardan birisi de arc-melting metodudur. Arc melting metodunda ısı, iki hareketli elektrot arasında bir elektrik arkının oluşması ile meydana gelmektedir. Bu yöntem, eriyen elektrot ile eriyen malzeme arasında oluşan darbeli ark sayesinde, metal eritme fırınlarında kullanılmaktadır. AC ve DC arklar kullanılabilir ve ark voltajının ani düşüşü, düşük değerlerde olduğundan (bazen 50 V' un altında) gerekli sıcaklığı meydana getirmek için çok yüksek akımlara ihtiyaç duyulur. Ark, hareketli elektrot ve eriyen malzeme arasında darbelidir. Darbe erime esnasında ark boyunu korumakta yardımcı olur. Bu olay genellikle bir tristörlü motor vasıtasıyla kontrol edilmektedir. Ergime olması için, metal ile temas halinde bulunan hareketli bir elektrot sayesinde, ark darbeli hale gelir. Hareketli elektrot arkın korunması için kontrol edilir ve ark uzunluğunu ayarlanır. Eğer ark sönerse, hareketli elektrot, tekrardan ark oluşturması için metale temas ettirilir [17].

Bu çalışmada Şekil 3. 1'de gösterilen arc-melting sistemi kullanılmıştır. Arc-melting yöntemi ile bir alaşım hazırlamak amacıyla, önce vakumlanmış olarak bekletilen numune tutucu bölgenin kapağının açılabilmesi için iç bölgeye argon gazı verilir (back filling) ve kapak açılır. Numune tutucu aşağıya indirilir, numunelerin yerleştirileceği tutucu temizlenir ve alaşımı oluşturacak malzemeler yerleştirilir. Numune tutucu bakırdan yapılmış 12 adet haznesi bulunan bir plakadır, yuvarlaktır ve hazneler yarı küreseldir. Haznelerden birine, sistemdeki oksijeni üzerine toplayıp diğer numunelerin oksitlenmesini engellemek için 'oksijen tutucu' olarak saf titanyum yerleştirilir. Diğer 11 hazneye de çalışılacak asıl numuneler cımbızla dikkatlice yerleştirilir, tutucu sabitlenir ve numuneler karışmaması için kodlanır. Eritme yapılmadan önce sistem uzun süre (yaklaşık 1 gün) vakumlanır ve iç bölgedeki basıncın değerinin 10^{-6} mbar'a kadar düşmesi beklenir.

Tutucu ve eritme pedalının iğnesinin soğutulması amacıyla su soğutması düzeneği açık tutulur. Eritme işlemi öncesi sisteme 980 mBar argon verilir.



Şekil 3.1. Arc Melting Sistemi

Eritmeye başlamadan önce şu adımlar izlenir: Güvenlik amaçlı gözlük takılır. Ark pedalı yavaşça yukarı kaldırılır, emniyet silindiri alınır ve pedala elektrik verilir. Eritme pedala ayakla basarak yapılır. İlk ark kenardan alınır ve eritmeye ark ucundaki oksidi alması bakımından titanyum ile başlanır. Her erime sonrası ark iğnesi tekrar titanyuma getirilir ve iğnenin ucu oksitlerden temizlenir. İğne, hazneler arası hareket ettirilirken ara yollardan gidilir ve bu sırada elektriği azaltmak için ayak pedaldan yavaşça çekilir. Tutucu tabakanın çok ısınmaması için birbirinden uzak numuneler sırayla eritilir. Eritme sonrası su soğutma sistemi kapatılır. Ortam tekrar vakumlanır, vakumlama sonrası vidalar dengeli bir şekilde çıkarılarak sistem dikkatlice açılır.

3.2. Numune Hazırlama

Bu çalışmada, faz diyagramı Şekil 2.1’de verilen Ti-Ni alaşımının üç ayrı ötektik noktası olan Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) (E3, E2 ve E1) kompozisyonlarının mikroyapısı, mikrosertliği ve termal özellikleri incelendi. Bu

ötektik alaşımlar arc-melting metodu ile hazırlandı. Çalışılacak alaşımlar belirlendikten sonra yüksek saflıktaki Ti (Alfa Aesar, %99,99 saflıkta, 6,4 mm uzunluğunda ve 4,506 g/cm³ yoğunluğunda rod) ve Ni (Alfa Aesar, %99,999 saflıkta, 5 mm uzunluğunda ve 8,90 g/cm³ yoğunluğunda rod) temin edildi.

Ti-Ni alaşımının Şekil 2.1 ve Tablo 2.1’de E1, E2 ve E3 olarak belirtilen ötektik noktalarında (3 ayrı kompozisyon) kütleleri 1000-1400 mg ve çapları 6-8 mm arasında değişen toplam 11 adet numune hazırlandı. Hazırlanan alaşımlar, kullanılan Ti ve Ni elementlerin ve elde edilen alaşım numunelerin kütleleri ve çapları Tablo 3.1’de verilmiştir.

Tablo 3.1 Hazırlanan Alaşımlar

| | Ötektik (E1) Ti-%85Ni(ağ) | Ötektik (E2) Ti-%67Ni(ağ) | Ötektik (E3) Ti-%28Ni(ağ) |
|-------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| m_{total} (mg) | 1006 | 991 | 783 |
| D (mm) | 6,28 | 6,59 | 6,59 |
| m_{Ti} (mg) | 150,8 | 332,98 | 563,59 |
| m_{Ni} (mg) | 855,94 | 657,91 | 219,14 |
| m_{total} (mg) | 1173 | 1176 | 973 |
| D (mm) | 6,61 | 6,93 | 7,08 |
| m_{Ti} (mg) | 175,92 | 388,10 | 700,24 |
| m_{Ni} (mg) | 997,04 | 787,78 | 272,18 |
| m_{total} (mg) | 1252 | 1262 | 1189 |
| D (mm) | 6,75 | 7,10 | 7,57 |
| m_{Ti} (mg) | 187,75 | 417,37 | 856,80 |
| m_{Ni} (mg) | 1064,19 | 846,73 | 333,05 |
| m_{total} (mg) | 1496 | 1390 | - |
| D (mm) | 7,16 | 7,33 | - |
| m_{Ti} (mg) | 224,38 | 458,74 | - |
| m_{Ni} (mg) | 1271,59 | 931,13 | - |

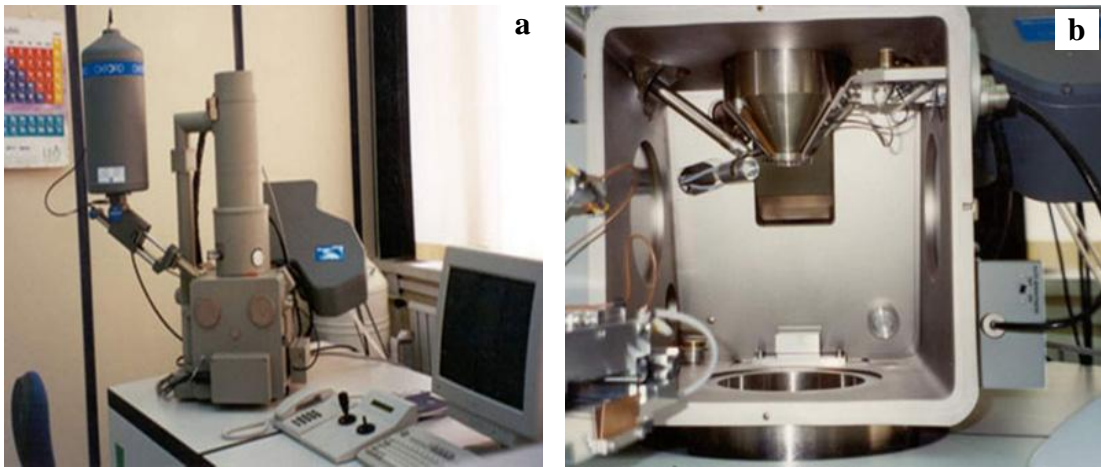
Yapısı incelenecek numuneler WELL DIAMOND WIRE SAW kıl testere ile kesildi. Kesilen numuneler etanol ile yıkandı ve kurulandı. Kütleleri METTLER TOLEDO AT20 ile tartıldı. Eğer numune düz değilse, düz bir zemin elde etmek için yüzeyi ve kenarları BUEHLER PHOENIX BETA cihazı ile zımparalandı. Zımparalanan

numuneler FAUST TRANSSONIC 460/H ile ultrasonik temizleme aleti ile 4'er dakika süreyle temizlendi ve kurulandı. Tüm bu işlemler yapıldıktan sonra numunenin kütlesi hassas terazide tartıldı. STRUERS LABOPRESS-1 cihazı kullanılarak Poly fast phenoic hot moulding resin ile kalıplandı.

3.3. SEM ve EDX Analiz Sistemi

Taramalı elektron mikroskobu'nda (SEM) sıvı olmayan ve sıvı özellik taşımayan her türlü iletken ve yalıtkan numune incelenebilir. Her çeşit metallere, tekstil ürünleri, fiberler, plastikler polimerler, parçacıklar (kum, çakıl, polen)..vs incelenebilir. İletken olmayan numuneler çok ince (yaklaşık 3 Å/saniye) iletken malzemeyle kaplanarak incelenebilir hale getirilebilir. Biyolojik numuneler sıvı ihtiva ettiğinden, inceleyebilmek için 'critical point drier' sayesinde numunenin yapısı ve şekli bozulmadan kurutularak mikroskopta incelemeye elverişli hale getirilmelidir. İncelemeye geçmeden önce ortam vakumlanır ve böylelikle numunenin yüzey şeklinin resmi alınabilir. Bu cihazlarla numunelerin elementel analizi de (EDX) yapılır bu işlem yaklaşık 3 dk. sürer.

Çalışmamızdaki ötektik alaşımların SEM görüntülerinin alınmasında LEO 440 model bilgisayar kontrollü dijital taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanıldı. Bu mikroskobun büyütme kapasitesi $5 \times 300000 \times$ ve hızlandırma voltajı 40 kV'dur. Şekil 3.2'de kullanılan SEM mikroskobunun fotoğrafı verilmiştir.



Şekil 3.2. Taramalı Elektron Mikroskobunun (SEM) Fotoğrafi (a) Dış Görünüş, (b) İç Görünüş.

LEO 440 model SEM sisteminin tabaka film çekme ünitesi ve video-copy baskı ünitesi vardır. Elektron kaynağı tungsten filamenttir. ‘Secondary’ ve ‘Backscattered’ elektron dedektörüne sahiptir. Yüzey mikroyapısını görüntüleyerek tanecik boyutu ve farklı kristolografik fazları dedekte etme kabiliyetine sahiptir. 5 eksen motorize kartezyen kontrolü (X=100mm, Y=120mm, Z=60mm, Tilt=0-90°, Dönme=360°) ile çalışmaktadır. Geniş numune çemberi (270mm x 270mm x 250mm) vardır. EDX ve WDX 600i X-Ray analiz spektrometreleri bulunmaktadır. EDX analizi Be-U arasındaki elementler için nitel (kalitatif) elemanter analiz özelliğine sahiptir. 10-WDX 600i analizi 45 çeşit standart, 5 difraksiyon kristalli nicel (kantitatif) elemanter analiz yapılabilmektedir. Örnek yüzeylerindeki “grain boundry”lerin özellikleri belirlenebilmektedir.

Numuneler hazırlanırken öncelikle büyüklüğü cihaza uygun olmayan numuneler Alüminyum veya Elmas uçlu bıçakla kesilir. Parlatma işleminde veya mikroskoba monte etme işleminde zorluk çekilecek küçük numuneler kalıplanarak hem otomatik parlatma diskine sığacak hale getirilir, hem de daha kolay monte işlemi sağlanır. Parlatma cihazı ile analizi yapılacak numunelerin yüzeyleri 1 mm mertebesinde parlatılabilir ve daha pürüzsüz bir yüzey elde edilebilir. Püskürtme (Sputtering) cihazı ile iletken olmayan numuneler iletken bir tabaka (C, Au, Pd) ile kaplanır. Numune vakum altına alınır.

3.4. Optik Görüntüleme Sistemi

Numunelerin optik fotoğrafları Olympus DP12 tipi dijital kamera monte edilmiş Olympus BX51 tipi optik ışık mikroskobu ile çekilmiştir. Mikroskop, farklı büyütmelerde gözlem yapabilmek için 7 farklı ($\times 2.5$, $\times 5$, $\times 10$, $\times 20$, $\times 50$, $\times 100$ ve $\times 200$) objektife sahip olup 5000 kata kadar büyütme yapabilmektedir. Görüntü sisteminde kullanılan CCD kameranın x ve y yönündeki çözünürlükleri aynı orandadır. Optik mikroskop ve CCD kameradan oluşan görüntü sisteminin fotoğrafı Şekil 3.3’de verilmiştir.



Şekil 3.3. Optik Mikroskop ve CCD Kameradan Oluşan Görüntü Sistemi

3.5. XRD Sistemi

X-Işını Difraktometresi (XRD), toz ve katı numunelerin faz ve yapısal analizlerinde kullanılan bir tekniktir. Çok amaçlı XRD sisteminde, hızlandırılmış elektron demetinin bakır levhaya çarptırılmasıyla elde edilen karakteristik x-ışını demeti toz, ince film, nanomateryal ya da katı numuneler üzerine gönderilerek yansıyan veya geçen ışınlar dedektör yardımıyla incelenir ve her maddeye özgü oluşan kırınım deseni incelenerek yapısal ve kimyasal özellikleri belirlenir. X-ışınları ölçümleri ile malzemedeki kristale zarar vermeksizin malzemedeki fazlar, fazların miktarı, kristal boyutu, örgü parametreleri, yapıdaki değişimler, kristal yönelmesi ve atom pozisyonları hakkında bilgi alınabilir. Birçok alanda kullanılan çok amaçlı XRD sistemi ile reflektivite (yansıma) ve küçük açı x-ışını saçınımı (SAXS) ölçümleri, ince film kalınlığı, yoğunluğu ve yüzeyin pürüzlülüğü, tekstür ve stres analizleri ile Rietveld (yapı çözümlenme) analizleri yapılabilmektedir.

XRD sistemi, metal ve alaşım analizlerinde, jeolojide minerallerin ve kayaçların tanımlanmasında, seramik ve çimento sanayiinde, ince film kompozisyonu tayininde, polimerlerin analizinde, ilaç endüstrisinde belli bir malzeme içindeki polimorfların ve safsızlıkların tespitinde, sentezlenen malzemenin yapısal analizinde, malzeme

biliminde, arkeolojide tarihi yapıları oluşturan malzemelerin tayini gibi birçok bilimsel ve araştırma-geliştirme alanlarında kullanılmaktadır.

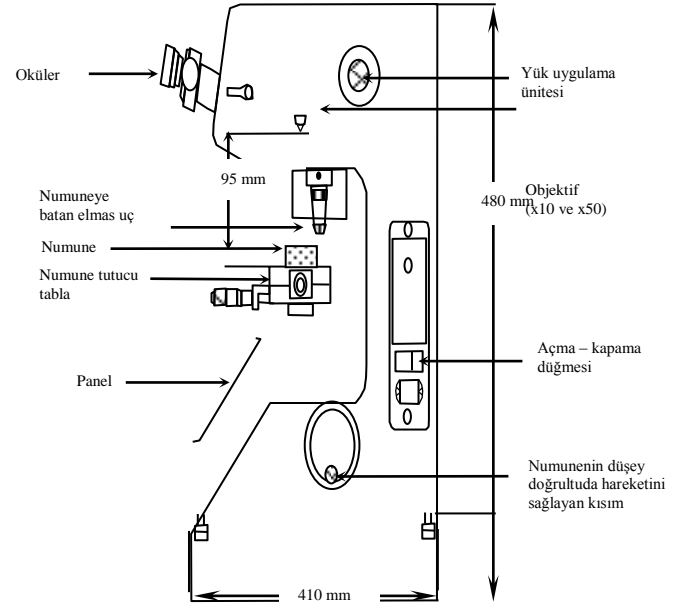
Numunelerin XRD analizleri Şekil 3.4'te gösterilen PANalytical – Empyrean çok amaçlı X-Işını Difraktometresi (MP-XRD) ile yapılmıştır. Sistem, ayırma gücü yüksek katı hal tipinde üç boyutlu piksel tabanlı (pixel3D) dedektörüne sahiptir. Bu dedektör, 0D modda noktasal dedektör, 1D modda çizgisel dedektör ve 2D modda alansal dedektör olarak 2 boyutlu Debye halkalarının gözlenmesinde kullanılmaktadır. Sistemin en küçük adım büyüklüğü $0,0001^\circ$, Tarama açısı aralığı $111^\circ < 2\theta < 168^\circ$, tarama hızı $0,0001- 70^\circ/\text{dk}$ ve $15^\circ/\text{s}$ ' ye kadar çıkabilmekte ve sıcaklık kontrol ünitesi ile 1200°C ' ye kadar ölçüm alınmaktadır.



Şekil 3.4. PANalytical – Empyrean çok amaçlı X-Işını Difraktometresi (MP-XRD)

3.6. Vickers Mikrosertlik Ölçüm Sistemi

Sertlik; bir metalin kalıcı şekil değiştirmeye karşı gösterdiği direncinin bir ölçüsüdür. Numune ne kadar sert ise işlenebilirlik de o derece zor olacaktır. Vickers sertlik ölçme metodu en sert malzemelerde dahi kullanıma elverişli olan ile ölçme yöntemidir [30]. Bu yöntem çok sert malzemelerde veya hassas ölçüm yapılmak istenen malzemelerde kullanılır. Bu çalışmadaki Vickers mikrosertlik değerleri Future-Tech marka FM-700 model dijital mikrosertlik test cihazı ile elde edilmiştir. Metalik malzemelerin mikrosertlik ölçümlerinde kullanılan bu cihazın fotoğrafı ve şematik yapısı ise Şekil 3.5'de görülmektedir.



Şekil 3.5. Vickers Mikrosertlik Test Cihazının Fotoğrafi ve Şematik Görünümü [30].

Vickers sertlik ölçümünde kullanılan batıcı uç, yüzeyleri arasında 136° açı bulunan bir elmas piramittir. Darbelere karşı daha hassas olduğundan en sert malzemeler bile bu metotla ölçülebilir. Uygulanan yük 1 g ile 1000 g arasında değişmektedir. Batıcı uç numuneye 5-30 saniye zarfında uygulanarak, numunede piramit şeklinde iz oluşturulmaktadır. İzin köşegen boyutları (d), cihaz mikroskobundan okunarak alan belirlenir. Vickers sertliği (H_V), uygulanan kuvvetin iz alanına bölünmesi ile belirlenir.

3.7. DSC Sistemi

Bu tez çalışmasında numune alaşımların termal özellikleri SEIKO DSC 6300 sistemi ile incelendi. Sistem bir DSC cihazı, azot ve argon tüpleri, gaz kontrol ünitesi, transformatör, bilgisayar ve yazıcıdan oluşur. DSC sistemi Şekil 3.6'da gösterilmiştir [17].



Şekil 3.6. SEIKO DSC 6300 Sistemi [17].

SEIKO DSC 6300 cihazının çalışma sıcaklık aralığı; oda sıcaklığı ile 1600°C arasındadır. Cihazın diferansiyel termal analiz ısı akışı heat flux tipindedir. Heat Flux tipi DSC’de numune kabı ve referans kabı aynı fırın içine yerleştirilir, numunede hal veya faz değişimi gerçekleştiğinde referans ile numune arasında sıcaklık farkı oluşur. Bu fark ortadan kalkana kadar numune ısıtılır ve ısı akışı-sıcaklık verileri kaydedilir. Sıcaklık programlama hızı 0,01-50 °C/dakika arasındadır. Analiz sonrası soğutma hızı 1000°C’den 50°C’ye düşüşü 30 dakika içinde gerçekleşir. Sistemin fırını sayesinde, numune ve referans parametreler bilgisayara girildikten sonra istenen sıcaklıklara ısıtılabilir. Transformatör voltajı 110 volta düşürmek içindir. Gaz akışı göstergesi sistemde gaz olup olmadığını kontrol etmek amacıyla kullanılır.

Sistemde inert gaz sağlayan iki adet tüp bulunmaktadır. Bunlardan biri Azot, diğeri Argon gazı ile doludur. Sistemdeki tüpler sayesinde numune ortamına reaktif gaz gönderilir. Argon yüksek sıcaklıklar için yapılan analizlerde tercih edilmektedir. Bu gazların sisteme verilmesinin kontrolü yazılımdan otomatik olarak yapılır. Gaz akışı sıcaklık programı ile eşzamanlı programlanabilmektedir, ayrıca otomatik temizleme programı da bulunmaktadır. Elde edilen verilerin rapor formatı tamamen kullanıcının istediği şekilde ayarlanabilmekte ve istenen formatta kaydedilebilmektedir.

Ölçüm sonucunda verilerin kağıda dökülmüş haline termogram denir. Termogram üzerinde endotermik/egzotermik reaksiyon, varsa camsı geçiş noktası (T_g), erime

noktası, kristalizasyon noktası, termal dekopozisyon gibi termal reaksiyonlar tespit edilebilir ve reaksiyon enerjileri ile reaksiyon sıcaklıkları termogram üzerinde gösterilebilir. Sistemde 1. ve 2. dereceden türev, baseline düzeltmesi, pürüzsüzleştirme ve farklı termogramların tek pencerede gösterilmesi gibi veri işlemleri yapılabilir. Analiz sırasında iki eğri aynı anda termogramda izlenebilir, hafızaya kaydedilebilir ve veri işleme fonksiyonları uygulanabilir.

Hazırlanan numune kaplarını DSC'nin fırınına yerleştirmek için fırın asansörü açılır. Numune kabı sağda, boş kap solda olacak şekilde kaplar fırına yerleştirilir ve fırın asansörü kapatılır. Kapların içine numune yerleştirilirken dikkat edilmelidir. Numune kaba temiz bir yüzeyde ve mümkün olduğu kadar tabana iyi yayılacak şekilde yerleştirilmelidir. DSC sistemini çalıştırmadan önce sisteme gaz verilir. Basınç ayarı 3 Bar'a ayarlanır. Transformator ve DSC cihazı açılır. Cihaz hazır olana kadar beklenir ve yazılım açılır. Burada numuneye ait bilgiler (numunenin ağırlığı, adı, kullanılan gaz, kullanılan kap), ölçüm sıcaklık aralığı ve tarama hızı gibi parametreler girilir. Tarama hızının yüksek girilmesi zararlıdır, 10-20 C/dk. uygundur. Isıtma ve soğutma komutları girilir. Tüm bilgiler eksiksiz girildikten sonra deney başlatılır.

Deney esnasında fırının normalden fazla ısınması, aşırı gaz kokusu duyulması, cihazdan farklı bir ses gelmesi gibi durumlarla karşılaşılabilir. Bu gibi durumlarda bilgisayar ekranında devam eden ölçüm sayfası kapatılmalıdır. Eğer cihaz kapanmazsa cihazın arkasında bulunan düğme yardımıyla cihaz kapatılabilir, elektrik bağlantısı kesilir. Cihazın fırını dışarıda ve korumasızdır. Deney esnasında cihaza fazla yaklaşılmamalı, sıcak fırının suyla teması kesinlikle engellenmelidir. Fırın sıcaklığı yüksekken bir damla su dahi fırının alüminasının çatlamasına sebep olabilir. Fırın asansörü, sıcaklık 100°C'nin altına düşmeden açılmamalıdır, aksi halde fırının çatlamasına neden olunur.

Deney tamamlandıktan sonra cihazı kapatmadan önce cihazın sıcaklığının 100°C'nin altına düşmesi beklenir. Uygun sıcaklığa düşülünce yazılım penceresi kapatılır. Pencere kapanınca cihazda otomatik olarak kapanır.

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) ötektik alaşımlarının mikroyapısı, mikrosertliği ve termal özellikleri incelenmiştir.

4.1. Hazırlanan Ti-Ni Ötektik Alaşımları

Ti-Ni alaşımlarının faz diyagramı Kesim 2.3’de ve numunelerin hazırlanışı da Kesim 3.2’de verilmiştir. Yoğunluğu 4,506 g/cm³ olan titanyum ve yoğunluğu 8,90 g/cm³ olan Nikel numuneler arc-melting sisteminde 8 mm çapında ve 7 mm derinliğindeki yarı küresel haznelere yerleştirildi. Arc melting metodu ile eritme yapılarak homojen Ti-%85Ni(ağ) (E1), Ti-%67Ni(ağ) (E2) ve Ti-%28Ni(ağ) (E3) ötektik alaşımları elde edildi. Bu çalışma için hazırlanan ötektik alaşımların kompozisyonları da Tablo 4.1’de verilmiştir.

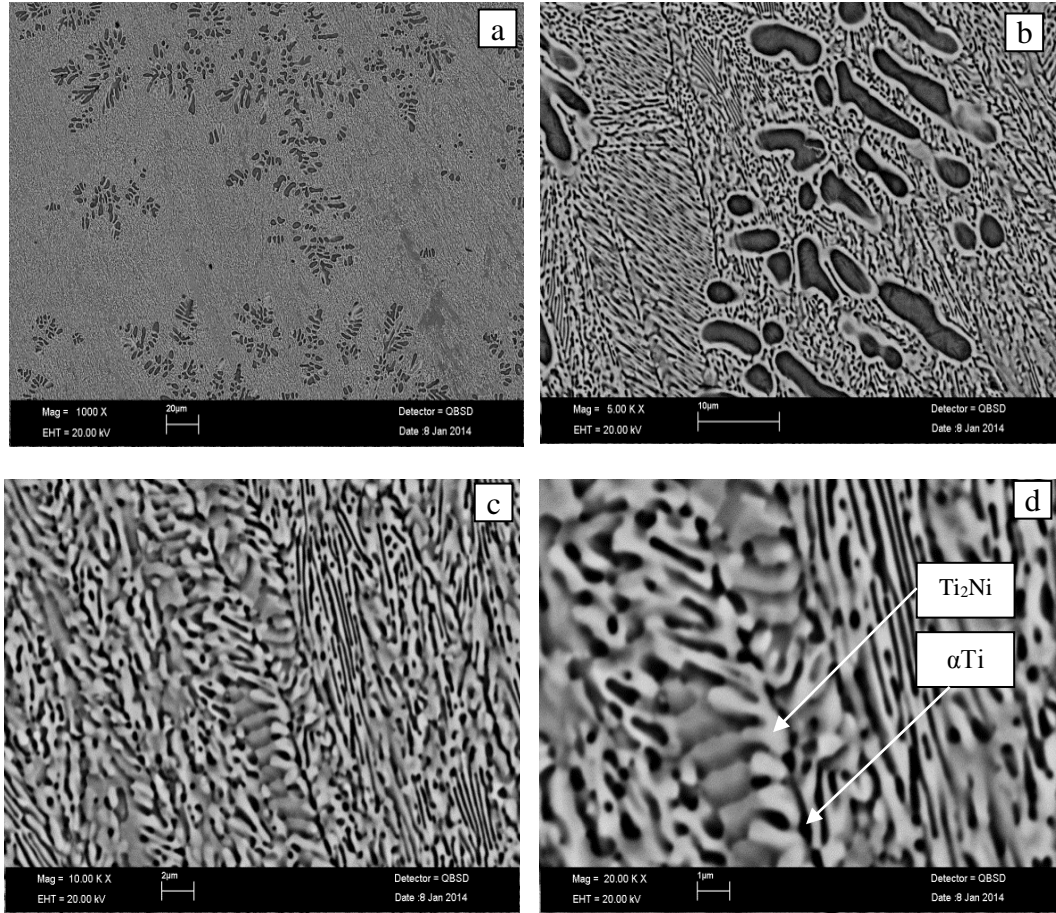
Tablo 4.1. Hazırlanan Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) Alaşımlarının Atomik ve Ağırlıkça Kompozisyonları ve Ötektik Nokta Sıcaklıkları

| Alaşım | Ağırlıkça | | Atomik | | Ötektik Sıcaklık (°C) [27] |
|-----------------------|-----------|----|--------|-------|----------------------------|
| | Ti | Ni | Ti | Ni | |
| Ti-Ni Ötektik (E1) | 15 | 85 | 11,78 | 88,22 | 1300 |
| Ti-Ni Ötektik (E2) | 33 | 67 | 37,65 | 62,35 | 1118 |
| Ti-Ni Ötektik (E3) | 72 | 28 | 75,92 | 24,08 | 942 |

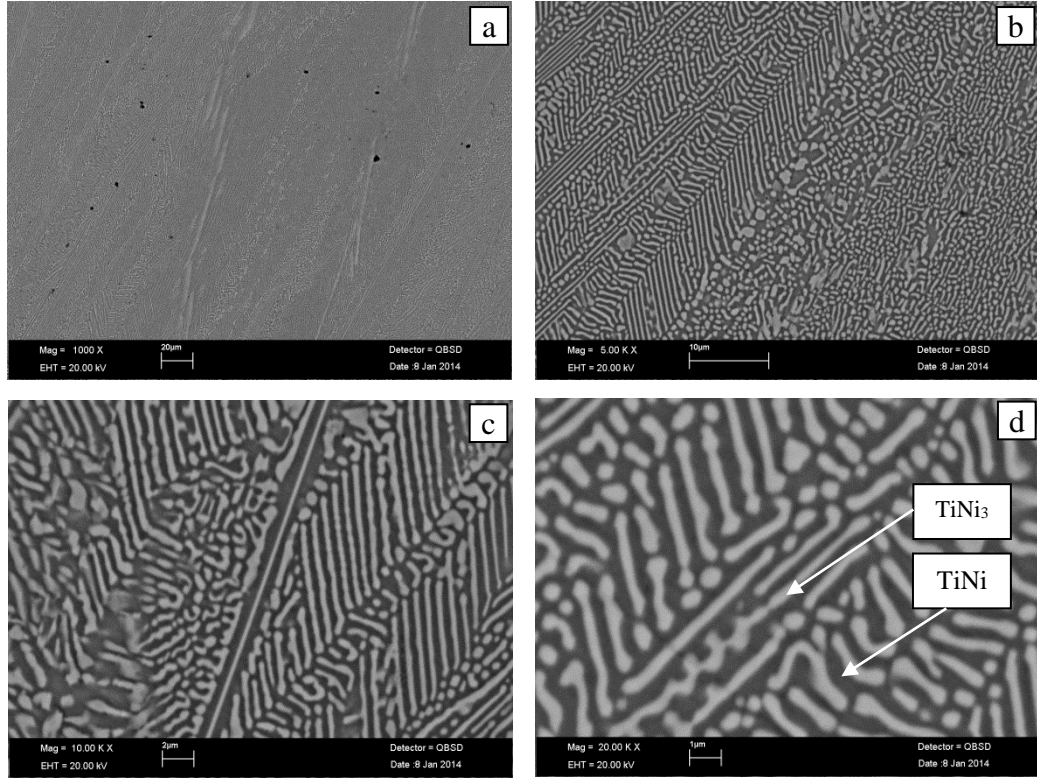
4.2. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının SEM ile Mikroyapı Analizi

Hazırlanan Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) ötektik alaşımlarının mikroyapıları Kesim 3.3’de anlatılan LEO 440 model bilgisayar kontrollü dijital taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı ile incelendi. Ti-%28Ni(ağ) alaşımının mikroyapı analizinde Şekil 4.1’de görülen düzensiz ötektik (yarı ötektik) faz elde edildi. Buradaki beyaz bölge Ti₂Ni, siyah bölge ise α Ti fazıdır. Ti-%67Ni(ağ) alaşımının mikroyapı analizi sonuçları Şekil 4.2’de verilmiştir. Şekil 4.2.’den koyu renkle gösterilen nikel anafaz içinde gri titanyum lamellerinin büyüdüğü görülmektedir. Bu SEM görüntülerinden elde edilen fazın tam ötektik faz olduğu, ötektik lamellerin birbirine paralel olduğu anlaşılmaktadır. Buradaki beyaz bölge

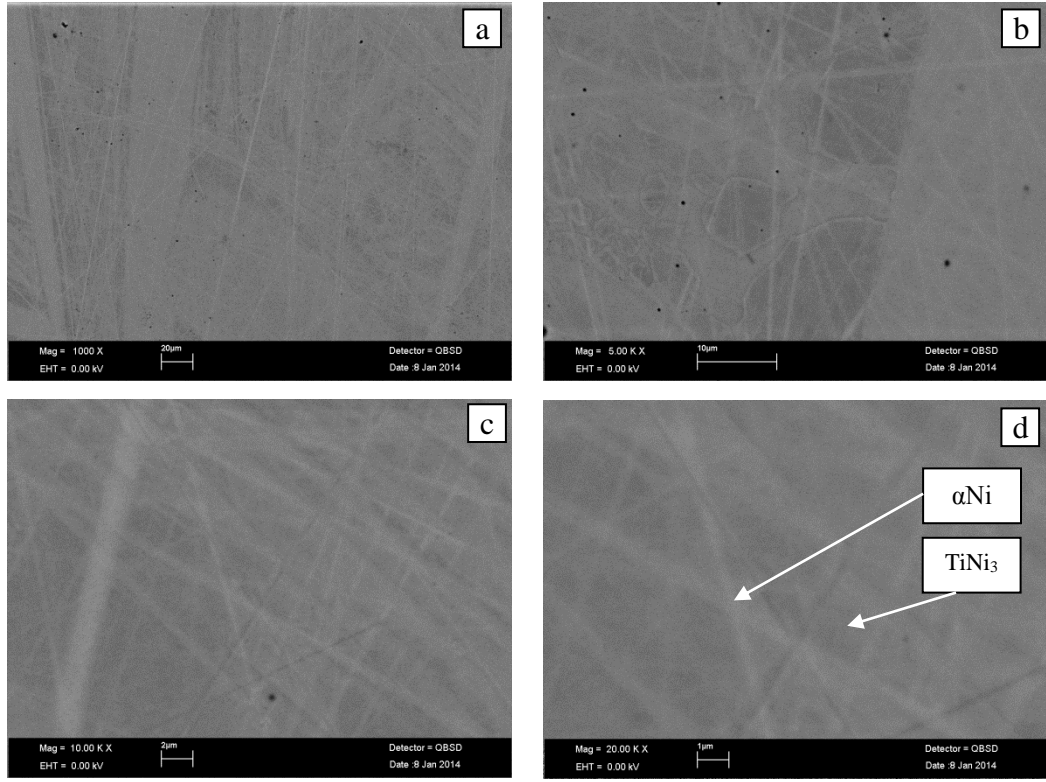
TiNi₃, siyah bölge ise TiNi fazıdır. Ti-%85Ni(ağ) alaşımının mikroyapı analizi sonuçları Şekil 4.3'te verilmiştir. Buradaki beyaz bölge αNi, siyah bölge iseTiNi₃ fazıdır.



Şekil 4.1. Ti-%28Ni(ağ) Ötektik Alaşımının Mikroyapısı a) 1K×b) 5K× c) 10K× d) 20K×



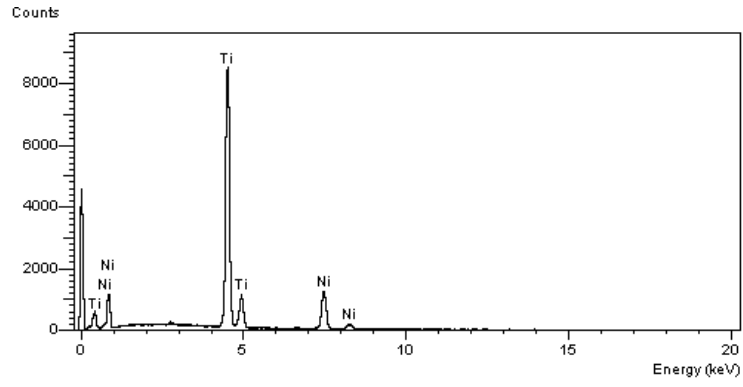
Şekil 4.2. Ti-67Ni(ağ) Ötektik Alaşımının Mikroyapısı a) 1K× b) 5K× c) 10K× d) 20K×



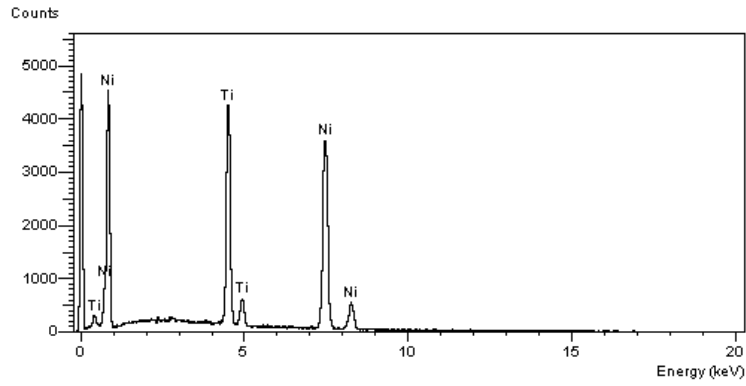
Şekil 4.3. Ti-%85Ni(ağ) Ötektik Alaşımının Mikroyapısı a) 1K× b) 5K× c) 10K× d) 20K×

4.3. Ti-Ni Ötektik Alaşımının EDX ile Kompozisyon Analizi

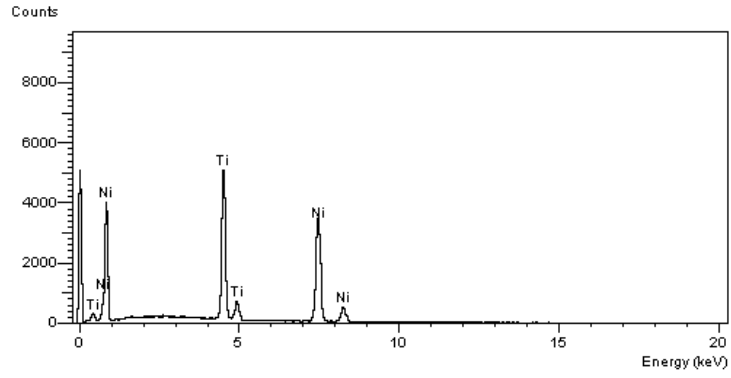
Değişik fazlardaki bileşim tespiti için EDX (Energy dispersive X-ray spectroscopy) analizi yapıldı. Hazırlanan ötektik alaşımlarının kompozisyon analizleri LEO 440 model bilgisayar kontrollü dijital taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazına entegre EDX sistemi ile yapıldı. Şekil 4.4.'te Ti-%28Ni(ağ) Şekil 4.5'de Ti-%67Ni(ağ) ve Şekil 4.6'da Ti-%85Ni(ağ) ötektik alaşımlarının EDX analiz sonuçları verilmiştir. Analizlerde detektör olarak Si-Li kullanıldı, sistem çözünürlüğü 81 eV ve ivmelendirme voltajı 20,00 kV olarak ayarlandı. Kuantitatif metot ZAF (2 iterasyon) ile ve Ti K, Ni K standartlarıyla analizler yapıldı.



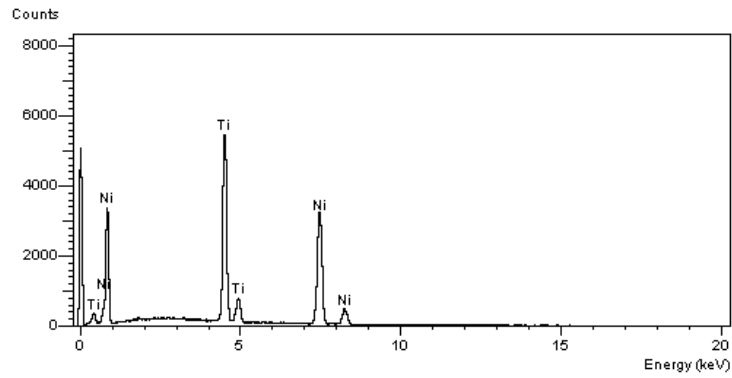
Şekil 4.4. Ti-%28Ni(ağ) Ötektik Alaşımının EDX Analizi (Genel Bölge Analizi).



(a)

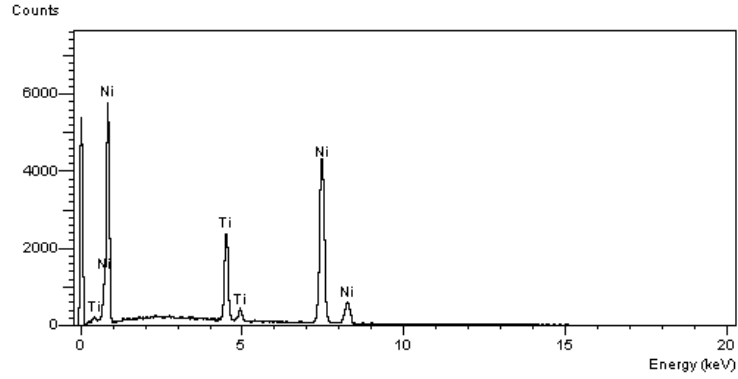


(b)



(c)

Şekil 4.5. Ti-%67Ni(ağ) Ötektik Alaşımının EDX Analizi a) Beyaz Bölge Nokta Analizi b) Genel Bölge Nokta Analizi c) Siyah Bölge Nokta Analizi

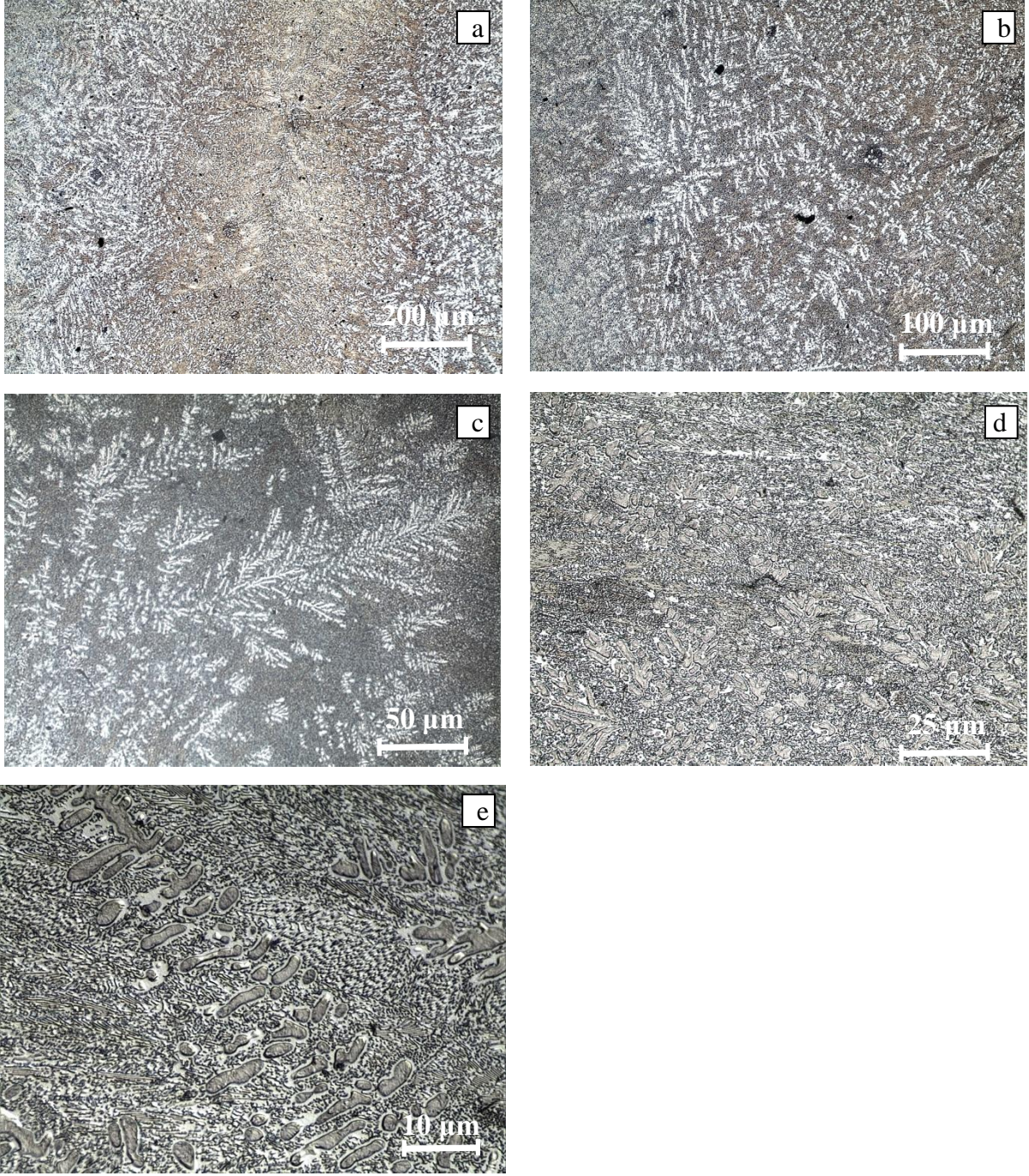


Şekil 4.6. Ti-%85Ni(ağ) Ötektik Alaşımının EDX Analizi (Genel Bölge Analizi)

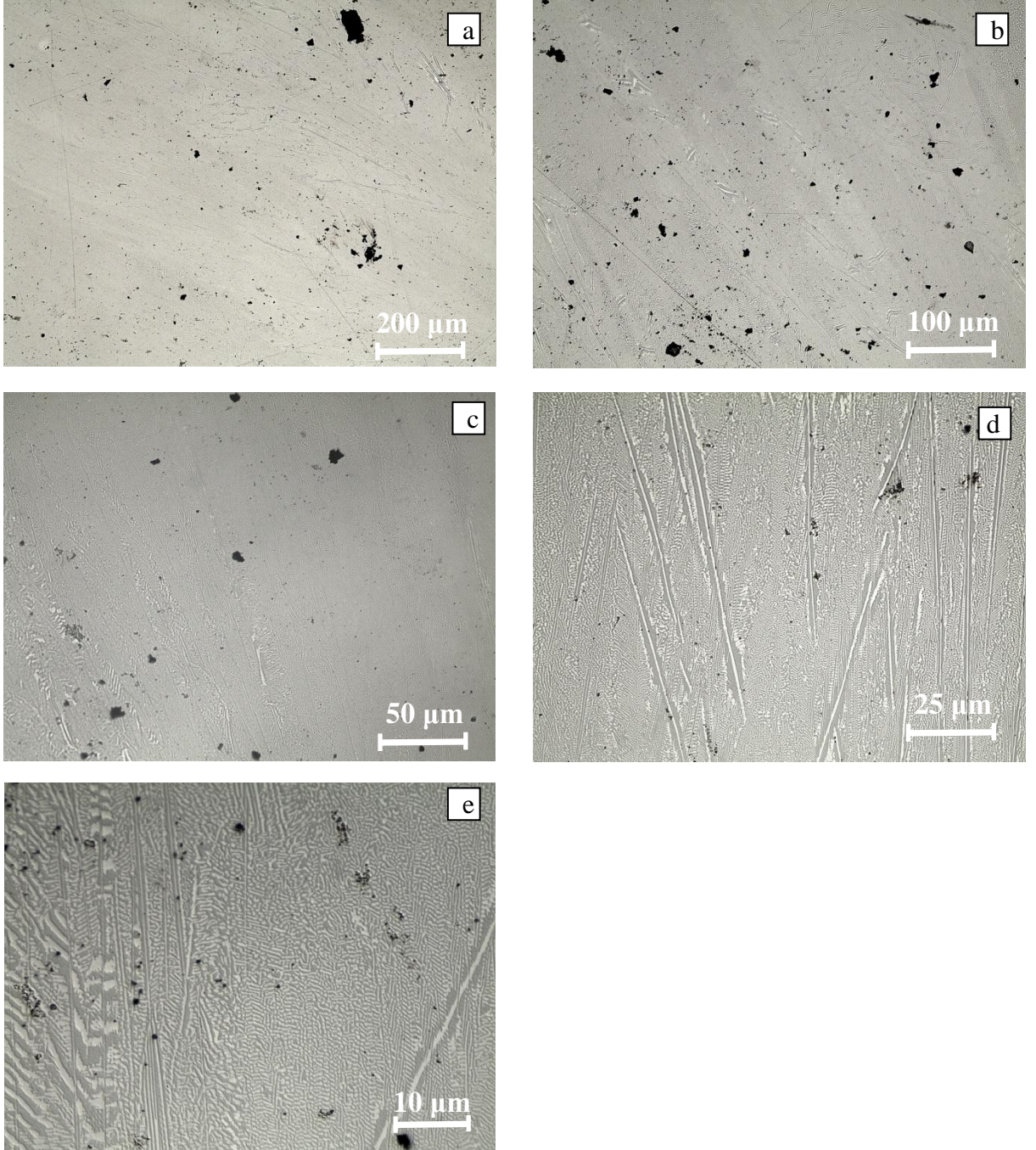
EDX ile genel bölge kompozisyon analizi sonuçları şu şekilde elde edilmiştir: Ti-%28Ni(ağ) ötektik alaşımı için ağırlıkça % 71,75 Ti ve ağırlıkça % 28,25 Ni, Ti-%67Ni(ağ) ötektik alaşımı ağırlıkça % 34,32 Ti ve ağırlıkça % 65,68 Ni ve Ti-%85Ni(ağ) ötektik alaşımı için ise ağırlıkça % 16,08 Ti ve ağırlıkça % 83,92 Ni olarak bulunmuştur. Bu sonuçlar Şekil 2.4'deki faz diyagramı verileriyle oldukça uyumlu verilerdir. İstenen kompozisyonlara ortalama %2,6 oranında yaklaşmıştır.

4.4. Ti-Ni Ötektik Alaşımının Optik Mikroskopla Mikroyapı Analizi

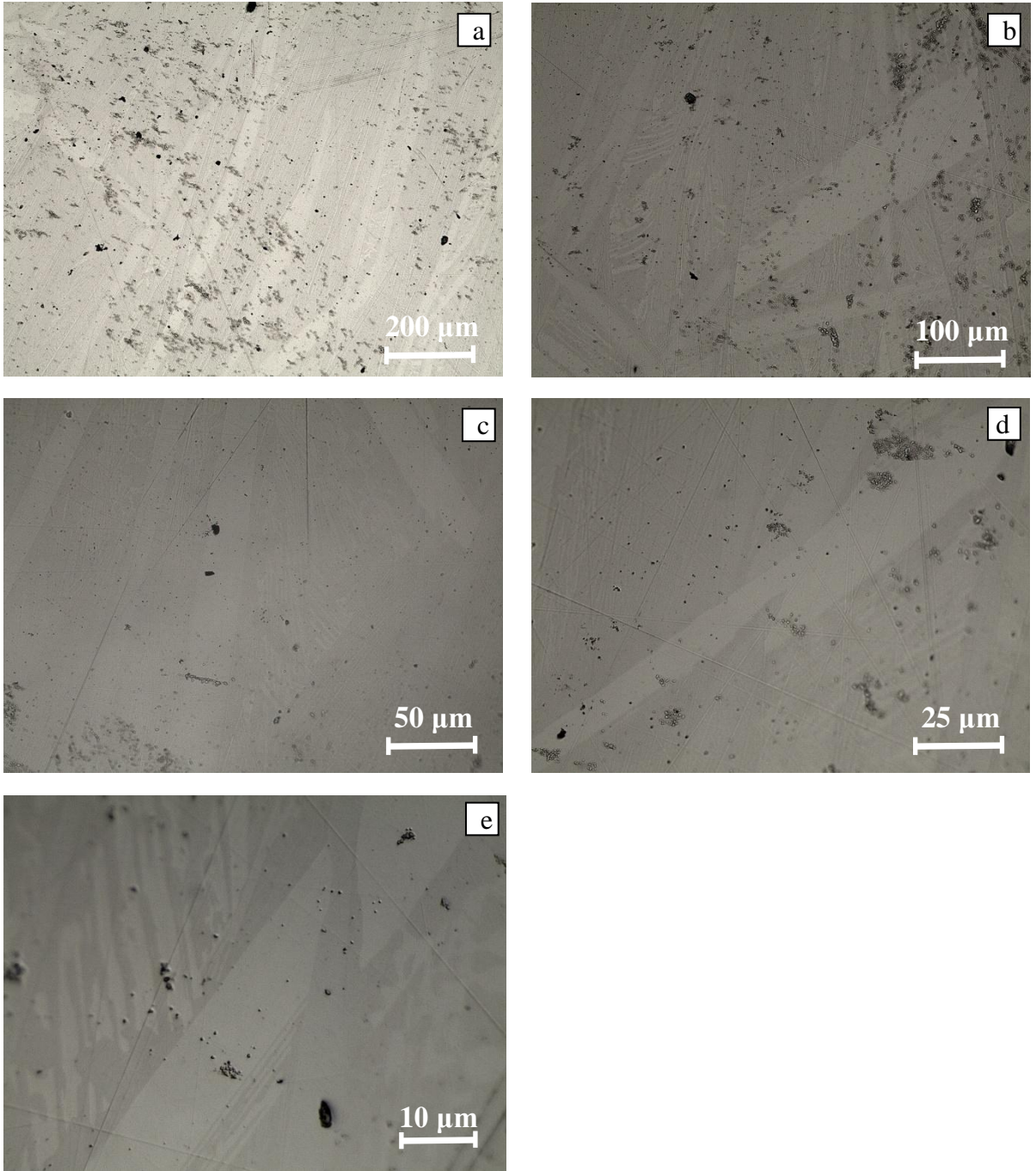
Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) ötektik alaşımının optik görüntüleri Olympus BX51 mikroskop ile çekildi ve elde edilen sonuçlar sırasıyla Şekil 4.7, Şekil 4.8 ve Şekil 4.9'da verilmiştir. Açık renk fazlar Ni, koyu renk fazlar ise Ti ağırlıklıdır.



Şekil 4.7. Ti-%28Ni(ağ) Alaşımının Optik Mikroskopla Çekilmiş Görüntüleri. a) 5x b) 10x c) 20x d) 50x e) 100x



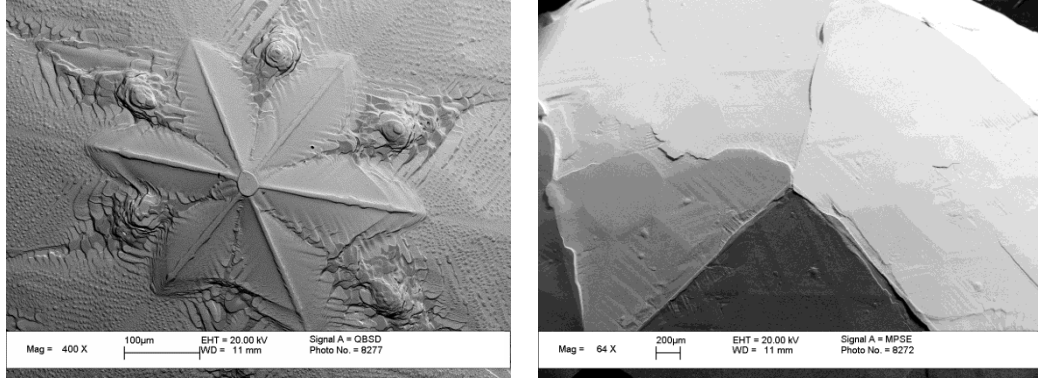
Şekil 4.8. Ti-%67Ni(ağ) Alaşımının Optik Mikroskopla Çekilmiş Görüntüleri. a) 5x
b) 10x c) 20x d) 50x e) 100x



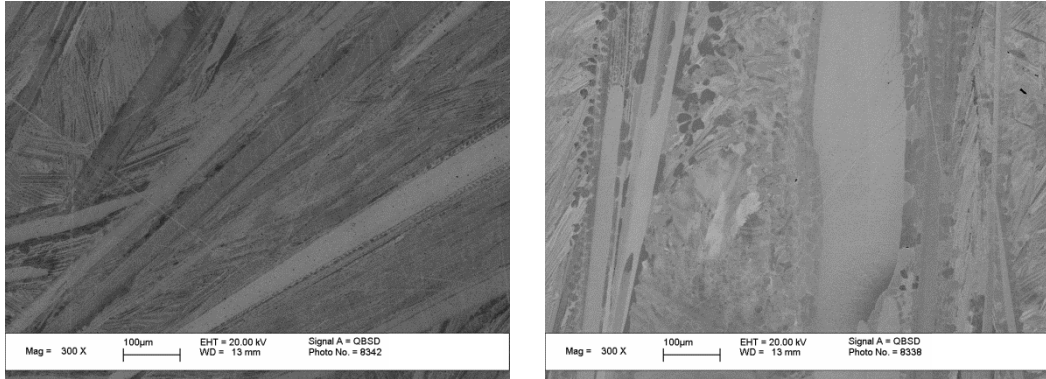
Şekil 4.9. Ti-%85Ni(ağ) Alaşımının Optik Mikroskopta Çekilmiş Görüntüleri. a) 5x
b) 10x c) 20x d) 50x e) 100x

4.5. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Büyüme Geometrisi

Arc-melting sistemi ile hazırlanmış Ti-%85Ni(ağ) (E1) ötektik alaşım numunesinin kalıplanmadan önce SEM ile çekilmiş büyüme geometrileri Şekil 4.10'da ve kalıplandıktan sonra SEM ile çekilmiş büyüme geometrileri Şekil 4.11'de verilmiştir.



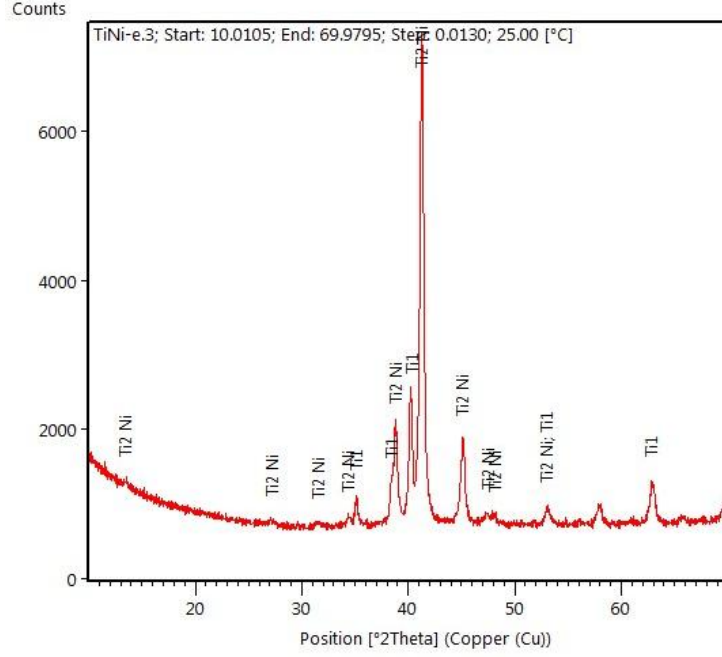
Şekil 4.10. Arc-melting Sistemi İle Hazırlanmış Ti-%85Ni(ağ) (E1) Ötektik Numunenin Kalıplanmadan Önceki SEM Görüntüsü



Şekil 4.11. Arc-melting Sistemi İle Hazırlanmış Ti-%85Ni(ağ) (E1) Ötektik Numunenin Kalıplandıktan Sonraki SEM Görüntüsü

4.6. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının XRD Analizi

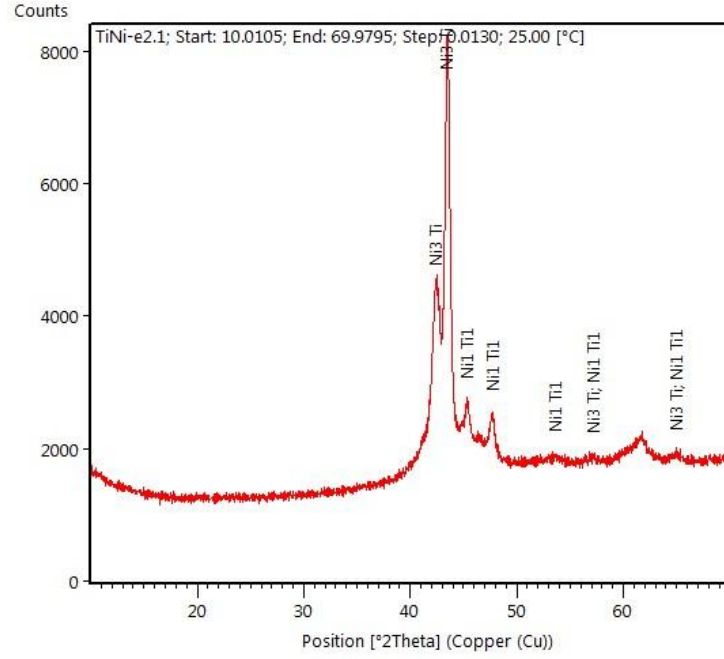
Numunelerin XRD analizleri Şekil 3.4'te gösterilen PANalytical – Empyrean çok amaçlı X-Işını Difraktometresi (MP-XRD) ile yapılmıştır. E3 (Ti-%28Ni(ağ)) alaşımının XRD grafiği Şekil 4.12'de ve analizlerde elde edilen veriler Tablo 4.2'de verilmiştir. E2 (Ti-%67Ni(ağ)) alaşımının XRD grafiği Şekil 4.13'de ve analizlerde elde edilen veriler Tablo 4.3'de verilmiştir. E1 (Ti-%85Ni(ağ)) alaşımının XRD grafiği Şekil 4.14'de ve analizlerde elde edilen veriler Tablo 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.12. E3 (Ti-%28Ni(ağ)) Alaşımının XRD Grafiği

Tablo 4.2. E3 (Ti-%28Ni(ağ)) Alaşımının XRD Verileri

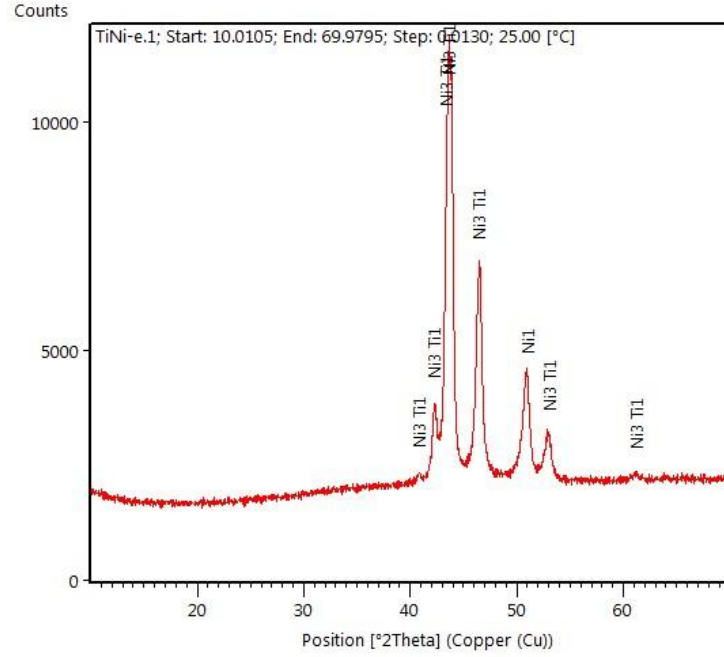
| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] | Tip Width | Crystallite Size [Å] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|-----------|----------------------|
| 13.4894 | 65.60 | 0.3070 | 6.56422 | 1.00 | 0.3684 | -1179.82200 |
| 27.2374 | 48.41 | 0.6140 | 3.27418 | 0.74 | 0.7368 | -1246.63200 |
| 31.5085 | 52.00 | 0.4093 | 2.83942 | 0.79 | 0.4912 | -1255.33400 |
| 34.3501 | 120.37 | 0.2558 | 2.61076 | 1.83 | 0.3070 | -1260.22500 |
| 35.1412 | 376.66 | 0.1535 | 2.55378 | 5.72 | 0.1842 | -1259.09100 |
| 38.3757 | 466.01 | 0.1535 | 2.34565 | 7.08 | 0.1842 | -1271.62500 |
| 38.8578 | 1197.15 | 0.0768 | 2.31765 | 18.18 | 0.0921 | -1270.27700 |
| 40.2866 | 1564.71 | 0.0895 | 2.23869 | 23.76 | 0.1075 | -1276.24800 |
| 41.2598 | 6585.50 | 0.1560 | 2.18630 | 100.00 | 0.1872 | 1481.44200 |
| 45.1124 | 1127.48 | 0.2184 | 2.00813 | 17.12 | 0.2621 | 806.218200 |
| 47.4648 | 125.43 | 0.3744 | 1.91395 | 1.90 | 0.4493 | 376.625200 |
| 48.0740 | 90.55 | 0.3744 | 1.89111 | 1.37 | 0.4493 | 377.589900 |
| 53.0163 | 228.79 | 0.4368 | 1.72587 | 3.47 | 0.5242 | 317.724200 |
| 57.8887 | 244.02 | 0.4368 | 1.59166 | 3.71 | 0.5242 | 325.768000 |
| 60.8574 | 2.34 | 0.7488 | 1.52093 | 0.04 | 0.8986 | 175.213100 |
| 62.8485 | 556.79 | 0.1248 | 1.47745 | 8.45 | 0.1498 | 3112.717000 |
| 65.8032 | 82.52 | 0.6240 | 1.41808 | 1.25 | 0.7488 | 222.350500 |



Şekil 4.13. E2 (Ti-%67Ni(ağ)) Alaşımının XRD Grafiği

Tablo 4.3. E2 (Ti-%67Ni(ağ)) Alaşımının XRD Verileri

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] | Tip Width | Crystallite Size [Å] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|-----------|----------------------|
| 42.3313 | 2503.61 | 0.1279 | 2.13517 | 40.55 | 0.1535 | -1285.550000 |
| 43.4369 | 6173.69 | 0.0640 | 2.08335 | 100.00 | 0.0768 | -1286.966000 |
| 45.3223 | 673.91 | 0.3582 | 2.00098 | 10.92 | 0.4298 | -1306.401000 |
| 47.7439 | 558.99 | 0.2558 | 1.90499 | 9.05 | 0.3070 | -1310.712000 |
| 53.6776 | 11.48 | 0.8187 | 1.70757 | 0.19 | 0.9824 | -1355.581000 |
| 57.1572 | 63.06 | 0.6140 | 1.61161 | 1.02 | 0.7368 | -1357.332000 |
| 61.7506 | 297.22 | 0.3070 | 1.50230 | 4.81 | 0.3684 | -1356.928000 |
| 65.0101 | 79.20 | 0.8187 | 1.43464 | 1.28 | 0.9824 | -1387.481000 |



Şekil 4.14. E1 (Ti-%85Ni(ağ)) Alaşımının XRD Grafiği

Tablo 4.4. E1 (Ti-%85Ni(ağ)) Alaşımının XRD Verileri

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] | Tip Width | Crystallite Size [Å] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|-----------|----------------------|
| 40.8438 | 129.30 | 0.3070 | 2.20943 | 1.34 | 0.3684 | -1287.516000 |
| 42.2979 | 1492.30 | 0.2047 | 2.13678 | 15.45 | 0.2456 | -1288.664000 |
| 43.4451 | 7493.72 | 0.1092 | 2.08126 | 77.56 | 0.1310 | 4260.983000 |
| 43.6425 | 9661.45 | 0.1092 | 2.07230 | 100.00 | 0.1310 | 4265.645000 |
| 46.5134 | 4504.43 | 0.3744 | 1.95086 | 46.62 | 0.4493 | 375.159200 |
| 51.0267 | 2076.06 | 0.2496 | 1.78839 | 21.49 | 0.2995 | 671.962900 |
| 53.0663 | 822.11 | 0.1872 | 1.72436 | 8.51 | 0.2246 | 1093.367000 |
| 61.2090 | 86.98 | 0.3744 | 1.51303 | 0.90 | 0.4493 | 403.989400 |
| 62.4091 | 7.79 | 0.1560 | 1.48679 | 0.08 | 0.1872 | 1695.357000 |

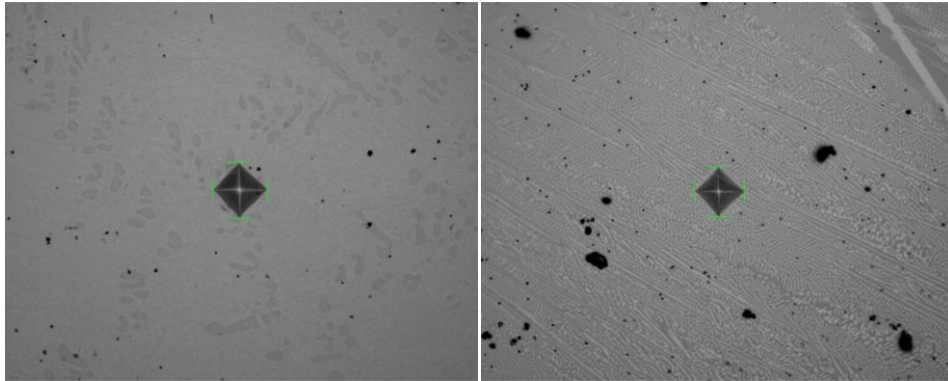
XRD kristallenme pikleri E3 için $41,26^\circ$, E2 için $43,44^\circ$ ve E1 için ise $43,6^\circ$ 'de elde edilmiştir. Bu değerler literatürle uyumludur [31].

4.7. Ti-Ni Ötektik Alaşımının Vickers Mikrosertlik Sertlik Ölçümü

Malzemelere sert bir ucun batırılması sonucu gösterdiği dirence sertlik denir. Sertlik deneylerinde genellikle standart bir uç, sabit bir kuvvetle cisme bastırılır. Bu batma

ile malzemedede kalıcı (plastik) bir iz oluşur. Oluşan izin büyüklüğü malzemenin kalıcı şekil değiştirmeye gösterdiği direncin bir ölçütü olarak değerlendirilir. Ölçülen sertlik değerleri sadece karşılaştırma sayılarıdır. Bu deneyler küçük bir iz bırakarak malzemenin dayanımı ve aşınma davranışı hakkında bilgi sağladığı ve kolayca yapılabildiği için özellikle kalite kontrol işlerinde çok kullanılır.

Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) alaşımlarının Vickers sertlik (HV) ölçümü Future-Tech marka FM-700 model dijital mikrosertlik test cihazı ile yapıldı. Numuneler sırasıyla test cihazına bağlanarak, Vickers yöntemiyle çok sayıda ölçüm alındı. Vickers sertlik ölçme yöntemi ile yapılan analizlerde, uygulanan yük 100 g'dır. Batıcı uç numuneye 7 s zarfında uygulanarak numune yüzeylerinde Şekil 4.15' deki gibi piramit şeklindeki izler oluşturuldu. İzin köşegen boyutları (d), cihaz mikroskobundan okunarak alan belirlendi. Uygulanan kuvvetin iz alanına bölünmesi ile Vickers sertlik değeri ölçüldü. Her bir ötektik alaşım için ölçümler 3'er defa tekrarlanarak elde edilen ortalama mikrosertlik ölçüm değerleri Tablo 4.5'de verildi.



Şekil 4.15. Sertlik Ölçümü İçin Alınan İzler

Tablo 4.5. Vickers Mikrosertlik Ölçümü Sonuçları

| Numune | Sertlik (MPa) | Ortalama Sertlik (MPa) |
|---------------|----------------------|-------------------------------|
| Ti-%28Ni(ağ) | 548 | |
| Ti-%28Ni(ağ) | 491 | 530 |
| Ti-%28Ni(ağ) | 552 | |
| Ti-%67Ni(ağ) | 494 | |
| Ti-%67Ni(ağ) | 460 | 475 |
| Ti-%67Ni(ağ) | 472 | |
| Ti-%85Ni(ağ) | 447 | |
| Ti-%85Ni(ağ) | 407 | 441 |
| Ti-%85Ni(ağ) | 468 | |

Tablo 4.6' da saf Ti ve saf Ni elementlerinin sertlik değerleri verilmiştir. Sertlik değerleri genel olarak alaşımın sertlik değerleriyle uyum içerisindedir [32]. Titanyum oranı artıkça sertlik artmaktadır. Bu durum titanyumun sertliğinin nikel göre fazla olması dolayısıyla tutarlıdır.

Tablo 4.6. Saf Ti ve Saf Ni Elementlerinin ve Alaşımların Sertlik Değerleri

| Numune | Sertlik (MPa) |
|---------------------------|----------------------|
| Ni [32] | 638 |
| Ti [32] | 970 |
| Ti-%28Ni(ağ) [Bu çalışma] | 530 |
| Ti-%67Ni(ağ) [Bu çalışma] | 475 |
| Ti-%85Ni(ağ) [Bu çalışma] | 441 |

4.8. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Termal Özellikleri

Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) bir termal analiz yöntemidir. Termal analiz; sıcaklık değişimi ile numunenin özelliklerinde gerçekleşen değişimlerin analiz

edilmesidir ve malzemelerin karakterizasyonu için büyük önem taşır. Seiko DSC 6300 cihazı ile deneysel bir numunenin ısı akışı-sıcaklık grafiği, camsı geçiş, erime sıcaklığı, entalpi değeri, öz ısı değeri (C_p) ve aktivasyon enerjisi hesaplanabilir.

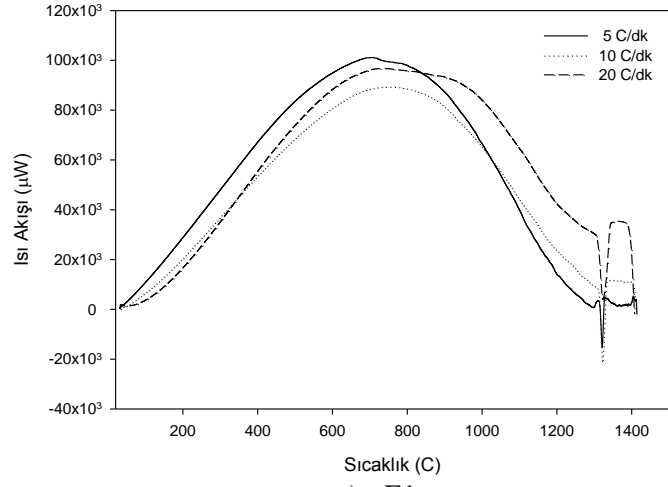
Bu çalışmada öncelikle Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) alaşımları Kesim 3.1’de anlatıldığı şekilde arc-melting metodu ile hazırlandı. Bu alaşımlardan 10 mg civarında kesilerek numuneler hazırlandı. Sağlıklı sonuçlar alabilmek için numuneler krozelerin tabanına iyi yayılacak şekilde zımparalandı. Numune kroze yerleştirilmeden önce etanol ile temizlendi ve kurutuldu. DSC ile bir analize başlamadan önce analiz yapılacak numune, cihazın haznelere (kroze, kap) Kesim 3.7’de anlatıldığı şekilde yerleştirilmelidir. Fırına yerleştirirken numune sağa, boş kap sola kondu ve fırın asansörü kapatıldı. Alümina kaplar 1500°C’ye kadar çıktıkları ve numunelerle reaksiyona girmedikleri için tercih edildi [17]. Analizlerde argon gazı kullanıldı.

4.8.1. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Isı Akışı-Sıcaklık Eğrileri

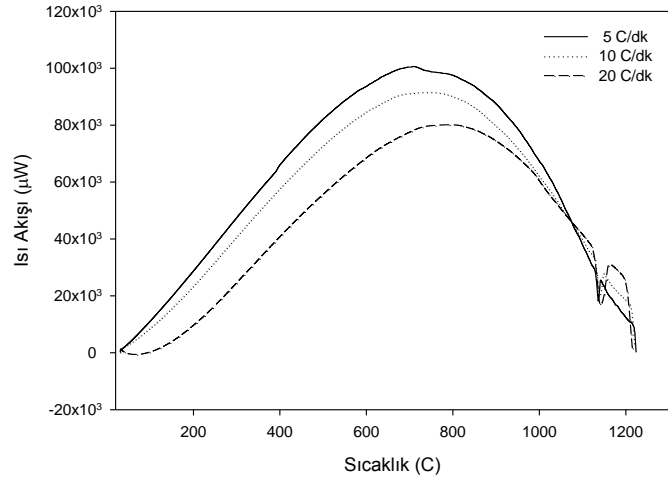
Bu çalışmada Ti-Ni ötektik alaşımlarının termal özellikleri incelendi, analizler SEIKO DSC 6300 sistemi ile yapıldı. Analizler tamamlandıktan sonra ısı akışı-sıcaklık eğrileri elde edildi. Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) alaşımlarına ait ısı akışı-sıcaklık verilerini elde etmek için kullanılan numunelerin kütleleri, numune kapları, sıcaklık aralıkları, ısıtma hızları ve inert gazlarla ilgili parametreler Tablo 4.7’de ve sonuçlar Şekil 4.16’da verilmiştir.

Tablo 4.7.DSC’de Isı Akışı Elde Etmek Amacıyla Kullanılan Veriler

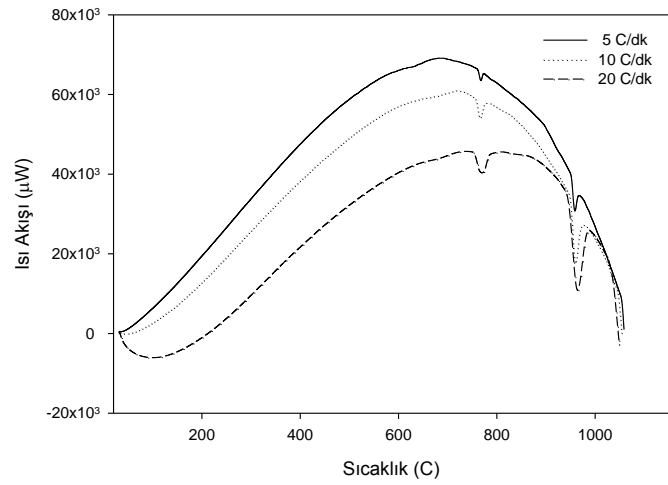
| Numune | Kütle (mg) | Sıcaklık Aralığı (°C) | Isıtma Hızı (°C/dk) |
|-------------------|------------|-----------------------|---------------------|
| Ti-%85Ni(ağ) (E1) | 11,6 | 30 – 1380 | 5 |
| Ti-%85Ni(ağ) (E1) | 10,8 | 30 – 1380 | 10 |
| Ti-%85Ni(ağ) (E1) | 9,7 | 30 - 1380 | 20 |
| Ti-%67Ni(ağ) (E2) | 8,4 | 30 - 1200 | 5 |
| Ti-%67Ni(ağ) (E2) | 7,7 | 30 - 1200 | 10 |
| Ti-%67Ni(ağ) (E2) | 11,5 | 30 - 1200 | 20 |
| Ti-%28Ni(ağ) (E3) | 10,7 | 30 - 1040 | 5 |
| Ti-%28Ni(ağ) (E3) | 10,7 | 30 - 1040 | 10 |
| Ti-%28Ni(ağ) (E3) | 11,3 | 30 - 1040 | 20 |



a) E1



b) E2

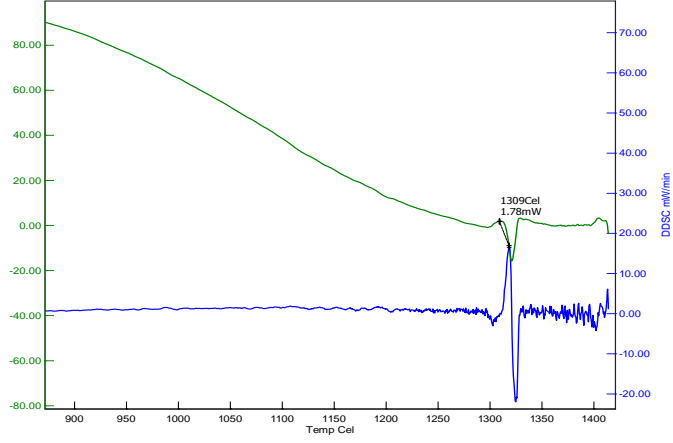


c) E3

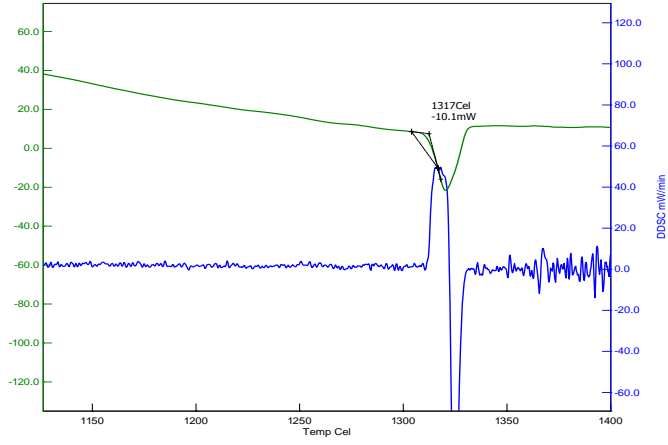
Şekil 4.16. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Isı Akışı – Sıcaklık Eğrileri a) E1 b) E2 ve c) E3

4.8.2. Ti-Ni Ötektik Alaşımalarının Erime Sıcaklıkları

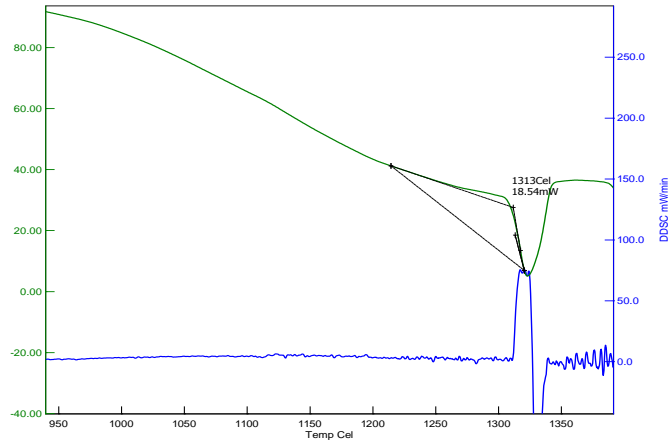
DSC sistemi ile ölçüm yapılan bir numunenin erime sıcaklığını bulabilmek için ısı akışı-sıcaklık grafiği üzerinde önce ısı akış hızı eğrisinin (Türev) döndüğü nokta, sonra türevin tepe noktasının eğriyi kestiği nokta bulundu. Eğriye teğetler çizildi ve kesişim noktasında erime sıcaklığı bulundu Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) alaşımlarının erime sıcaklıklarının tayini sırasıyla Şekil 4.17, Şekil 4.18 ve Şekil 4.19' da gösterilmiştir. Farklı hızlarda elde edilen erime sıcaklıkları ve literatürle karşılaştırılması da Tablo 4.8' de verilmiştir. Ötektik alaşımlarının erimeye başladığı sıcaklık değerleri kabaca literatürle uyumludur.



a) E1, R=5 C/dk

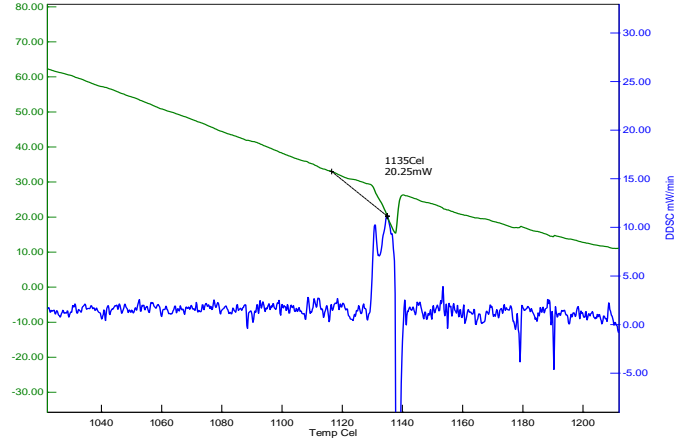


b) E1, R=10 C/dk

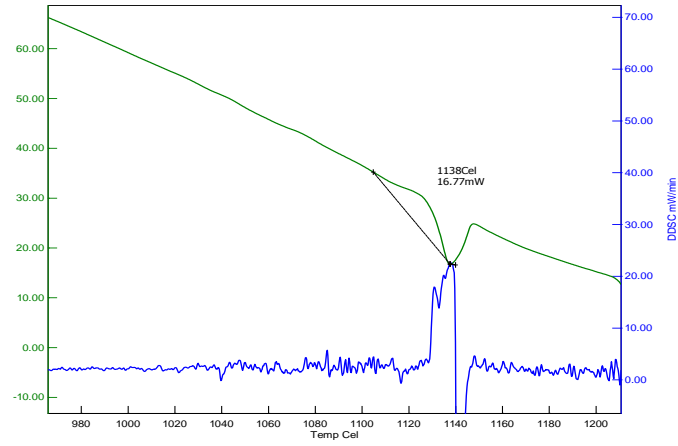


c) E1, R=20 C/dk

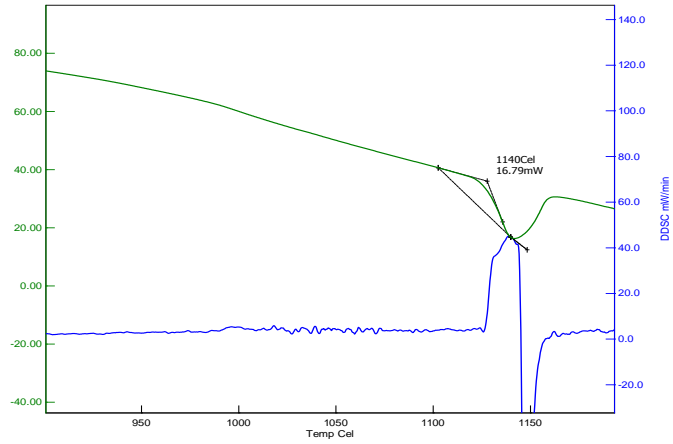
Şekil 4.17. Ti-%85Ni(ağ) (E1) Ötektik Alaşımının Erime Sıcaklığının Tayini Deneyleri a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk



a) E2, R=5 C/dk

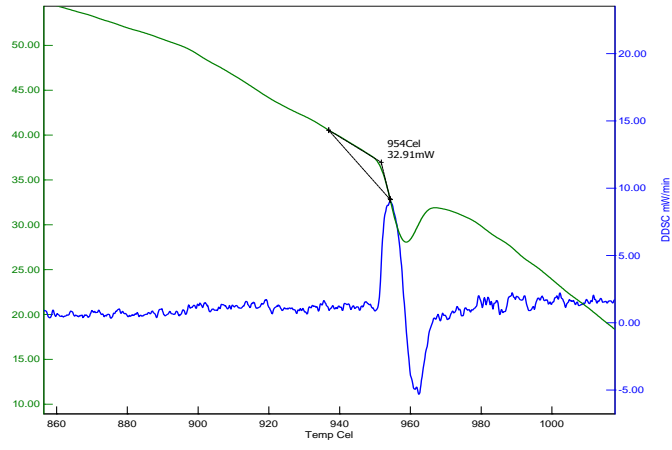


b) E2, R=10 C/dk

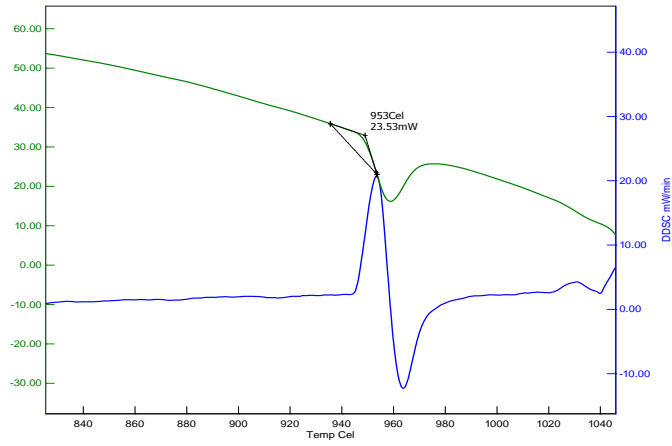


c) E2, R=20 C/dk

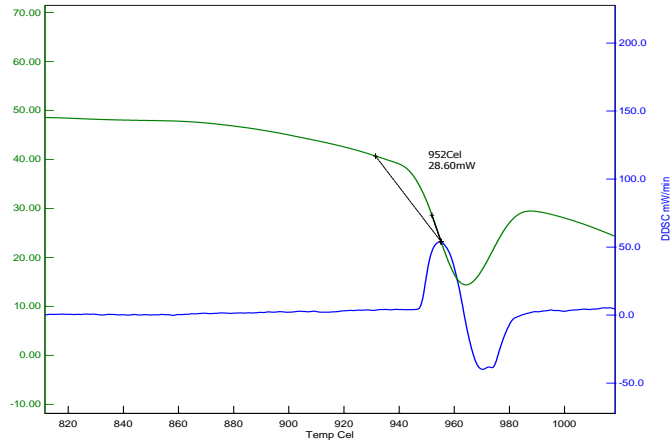
Şekil 4.18. Ti-%67Ni(ağ) (E2) Ötektik Alaşımının Erime Sıcaklığının Tayini Deneyleri a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk



a) E3, R=5 C/dk



b) E3, R=10 C/dk

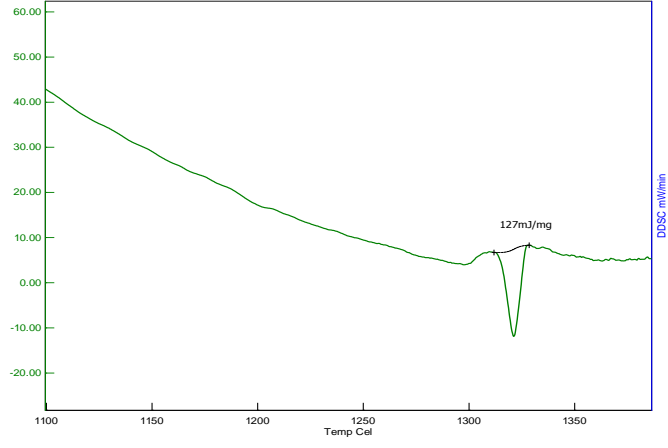


c) E3, R=20 C/dk

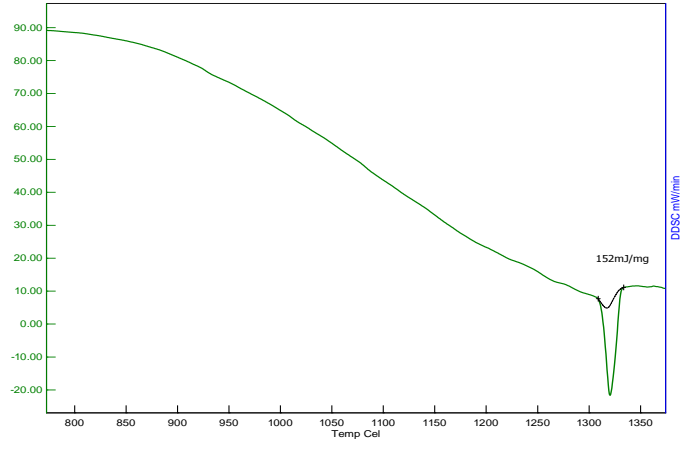
Şekil 4.19. Ti-%28Ni(ağ) (E3) Ötektik Alaşımının Erime Sıcaklığının Tayini Deneyleri a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk

4.8.3. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Erime Entalpileri

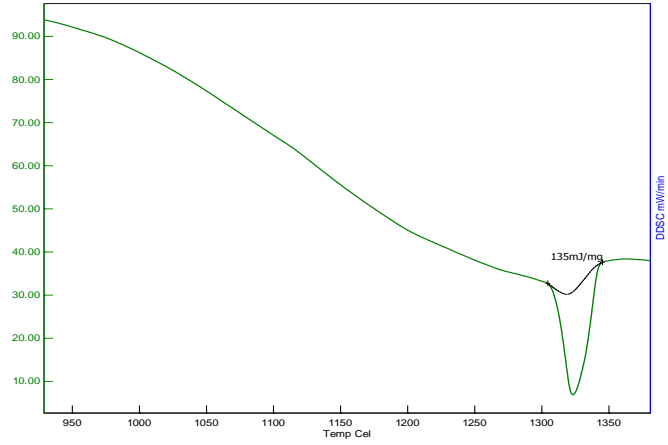
Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) ötektik alaşımlarının entalpilerini hesaplamak içinde ısı akışı-sıcaklık eğrilerinden yararlanıldı. Ölçüm yapılan numunenin ısı akışı-sıcaklık grafiği üzerinde erime bölgesinden önce ve sonra iki nokta belirlendi. Arada kalan bölgenin alanı integrasyon yöntemi ile hesaplanarak buradan entalpi değeri hesaplandı. Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) alaşımlarının entalpi verilerinin tespiti sırasıyla Şekil 4.20, Şekil 4.21 ve Şekil 4.22’de gösterildi. Elde edilen entalpi değerleri Tablo 4.8’de verilmiştir. Erime entalpisi değerlerinde de literatürle bir uyum söz konusudur.



a) E1, R=5 C/dk

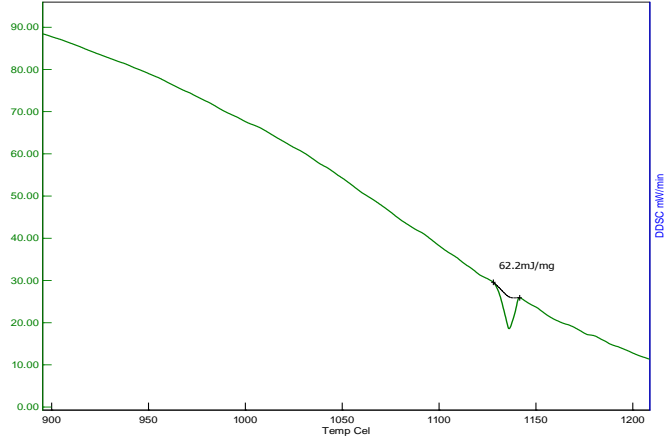


b) E1, R=10 C/dk

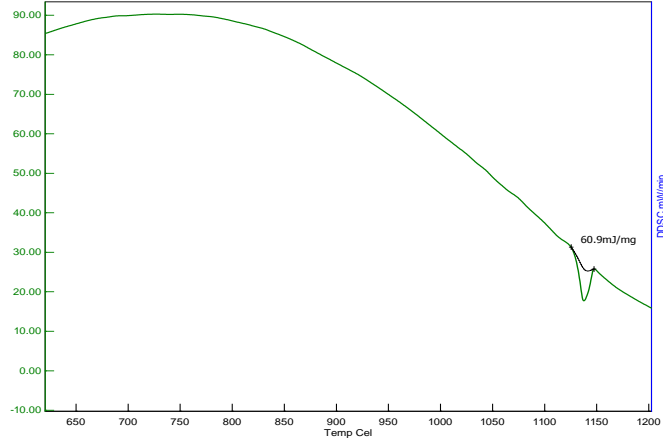


c) E1, R=20 C/dk

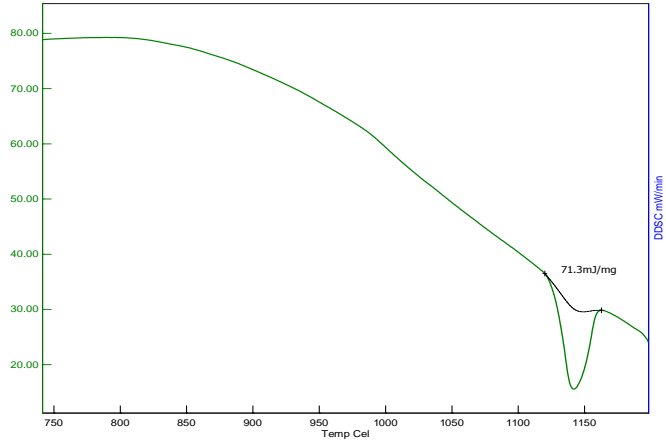
Şekil 4.20. Ti-%85Ni(ağ) (E1) Ötektik Alaşımının Entalpisinin Tayini Deneyleri
a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk



a) E2, R=5 C/dk

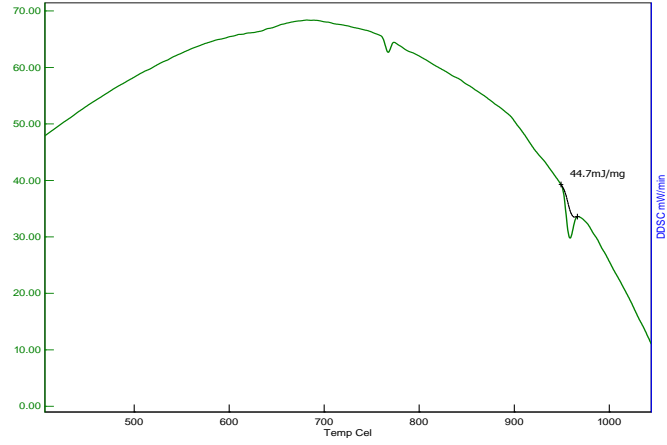


b) E2, R=10 C/dk

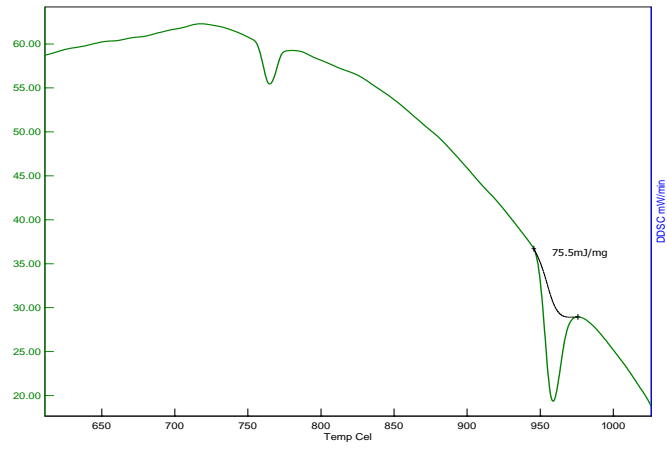


c) E2, R=20 C/dk

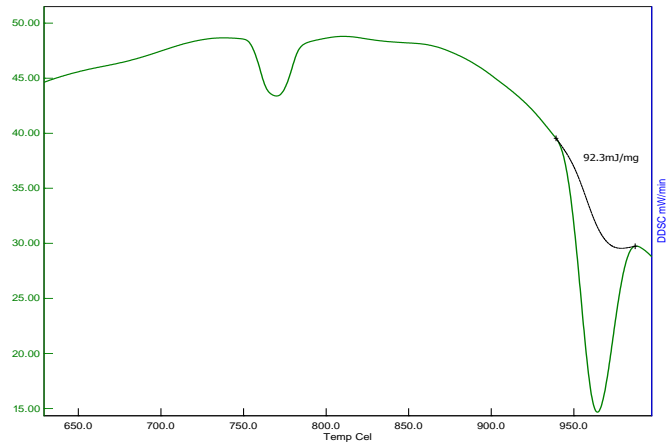
Şekil 4.21. Ti-%67Ni(ağ) (E2) Ötektik Alaşımının Erime Entalpisinin Tayini Deneyleri a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk



a) E3, R=5 C/dk



b) E3, R=10 C/dk



c) E3, R=20 C/dk

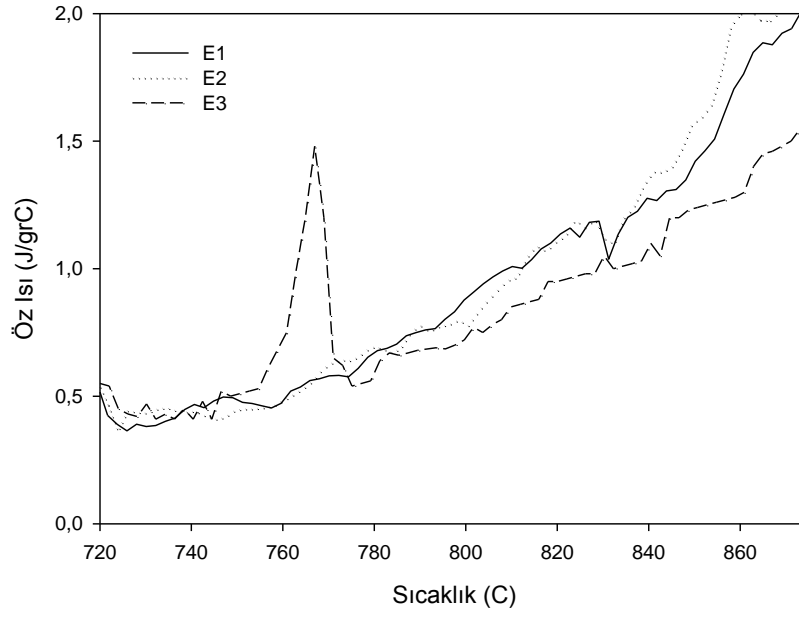
Şekil 4.22. Ti-%28Ni(ağ) (E3) Ötektik Alaşımının Erime Entalpisinin Tayini Deneyleri a) R=5 C/dk b)R=10 C/dk c)R=20 C/dk

Tablo 4.8. Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) Alaşımlarının Erime Sıcaklıkları, Erime Entalpileri ve Literatürle Karşılaştırması

| Alaşım Sistemi | Ötektik Numune | Isıtma Hızı (°C/dk) | Erime Sıcaklığı (°C) (Bu çalışma) | Erime Sıcaklığı (°C) (Literatür) | Erime Entalpisi (mJ/mg) |
|----------------|-------------------|---------------------|-----------------------------------|----------------------------------|-------------------------|
| | Ti-%85Ni(ağ) (E1) | 5 | 1309 | | 127 |
| Ti-Ni | Ti-%85Ni(ağ) (E1) | 10 | 1317 | 1300 [27] | 152 |
| | Ti-%85Ni(ağ) (E1) | 20 | 1313 | | 135 |
| | Ti-%67Ni(ağ) (E2) | 5 | 1135 | | 62,2 |
| Ti-Ni | Ti-%67Ni(ağ) (E2) | 10 | 1138 | 1118 [27] | 60,9 |
| | Ti-%67Ni(ağ) (E2) | 20 | 1140 | | 71,3 |
| | Ti-%28Ni(ağ) (E3) | 5 | 954 | | 44,7 |
| Ti-Ni | Ti-%28Ni(ağ) (E3) | 10 | 953 | 942 [27] | 75,5 |
| | Ti-%28Ni(ağ) (E3) | 20 | 952 | | 92,3 |

4.8.4. Ti-Ni Ötektik Alaşımlarının Öz Isıları

Ötektik kompozisyondaki Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) alaşımlarının öz ısıları hesaplanırken Kesim 3.7’de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı ve öz ısıları hesaplandı. Numunelerin öz ısılarını hesaplayıp analizlerini yapabilmek amacıyla ısı akışı-sıcaklık eğrilerinden yararlanıldı Ölçümler 10°C/dak. ısıtma hızlarında 700 °C ile 900 °C arasında yapıldı. Referans olarak safir kullanıldı. Analizlerde argon gazı ve numune kabı olarak da alümina kap kullanıldı. Alümina kap numunelerle reaksiyona girmediğinden ve yüksek sıcaklıklara dayanıklı olduğu için tercih edildi. Öz ısının sıcaklıkla değişimi Şekil 4.23’de verildi. 800 °C’deki Cp değerleri için de Tablo 4.9 hazırlandı. E3 numunesinin 766 °C’de kristallendiği gözlemlendi. Bu durum ilgili alaşımın ısı akış grafiğinde de gözlenmiştir.



Şekil 4.23. Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) Ötektik Alaşımlarına Ait Öz Isı-Sıcaklık Eğrisi

Tablo 4.9. Ti-%28Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%85Ni(ağ) Ni Alaşımlarının 800 °C'deki Öz Isı Değerleri

| Alaşım Kompozisyonu | Ölçüm Sıcaklık Aralığı (°C) | β Isıtma Hızı (°C/dak.) | C_p (J/g.C) |
|---------------------|-----------------------------|-------------------------------|---------------|
| Ti-%85Ni(ağ) (E1) | 700-900 | 10 | 0,88 |
| Ti-%67Ni(ağ) (E2) | 700-900 | 10 | 0,77 |
| Ti-%28Ni(ağ) (E3) | 700-900 | 10 | 0,72 |

5. SONUÇ VE TARTIŞMA

Bu çalışmada Ti-%85Ni(ağ), Ti-%67Ni(ağ) ve Ti-%28Ni(ağ) ötektik alaşımları arc-melting yöntemi ile elde edildi. Bu ikili ötektik alaşımların mikroyapısı, mikrosertliği ve termal özellikleri incelendi ve aşağıdaki sonuçlara ulaşıldı.

- 1) Mikroyapı ve kompozisyon analizleri için LEO 440 bilgisayar kontrollü dijital taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDX) kullanıldı. Ti-%28Ni(ağ) alaşımının mikroyapı analizinde düzensiz ötektik (yarı ötektik) faz elde edildi ve Ti_2Ni ve αTi fazlarının bir arada büyüdüğü tespit edildi. Ti-%67Ni(ağ) alaşımının mikroyapı analizi sonucunda tam ötektik faz elde edildi ve $TiNi_3$ ve $TiNi$ fazlarını beraber büyüdüğü gözlemlendi. Ti-%85Ni(ağ) alaşımının mikroyapı analizinde ise αNi ve $TiNi_3$ fazları büyümüştür.
- 2) EDX analizleri yapıldı ve istenen kompozisyonlara ortalama %2,6 oranında yaklaşılmıştır.
- 3) Numunelerin yüzeyleri optik mikroskop ile görüntülendi. Elde edilen dendritik yapılar ve fazlar literatürle uyumludur. Ayrıca SEM ile büyüme geometrileri de elde edilmiştir.
- 4) Numunelerin XRD analizleri PANalytical – Empyrean çok amaçlı X-Işını Difraktometresi (MP-XRD) ile yapılmıştır. Literatürdeki faz diyagramlarındaki fazlar aynen elde edilmiştir.
- 5) Alaşımların Vickers mikrosertlikleri (H_v) Future-Tech FM-700 model dijital mikrosertlik test cihazı ile ölçüldü. Titanyum oranı arttıkça sertlik artmıştır, bu beklenen bir sonuçtur.
- 6) Termal özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile analiz edildi ve farklı ısıtma hızları için ısı akışı-sıcaklık verileri, erime sıcaklıkları ve erime entalpileri elde edildi. Özısı kapasitelerinin sıcaklıkla değişimleri incelendi. DSC cihazı yüksek sıcaklığa çıktığı için elde edilen veriler değerlidir, literatürde az bulunan verilerdir.

Bazı metallerin termal analizini yapabilmek için yüksek sıcaklıklara ($>1600^\circ C$) çıkabilen DSC cihazı gerekir. DSC ile metallerin termal analizi yapılırken malzeme hakkında birçok bilgi elde edilir, malzemelerin öz ısı, aktivasyon enerjisi,

entalpisi, erime sıcaklıkları bulunabilir. Malzeme hakkında elde edilen bilgiler sayesinde gerek sanayi ve teknolojik gerekse de günlük hayattaki ihtiyaçlara çözümler bulunabilmektedir. Gelecekte yüksek sıcaklık verileri merak edilen başka değerli ikili ve üçlü alaşımlar incelenebilir, Çok bileşenli değerli alaşımlar kontrollü bir şekilde üretilebilir ve yüksek sıcaklık davranışları araştırılabilir.

KAYNAKLAR

1. Chadwick G.A, Progress in Materials Science, 12(1964) 97.
2. Hunt J.D and Jackson K.A, Trans. AIME, 236(1966) 843.
3. H.W.Kerr and W.C. Winegard, Int. Conf.on “Crystal Growth”, 20-24 June 1966, Boston, Ed.H.S.Peiser, Pergamon Press, 1967, s.179.
4. Rumball W.M. and Kondic V, Int. Conf. On “The Solidification of Metals”, Iron and Steel Institue, London, 1968,s.149.
5. E. Scheil, Giesserei Tech Wiss. ,24(1959) 1313.
6. J.A.E.Bell and W.C. Winegard,J. Metals, 93(1964-65) 457.
7. V.L. Davies, J. Inst.Metals,93 (19665) 10.
8. H.W.Kerr and W.C. Winegard, J. Metals, (1966) 563
9. V.A.Filonenko, Russian Metallurgy (Metally),6 (1971) 111.
10. Atasoy, A., Ötektik Alaşımlar Katılaşma Mekanizmaları ve Uygulamaları, İstanbul Teknik Üniversitesi Yayını, Yayın no 3/1990, İstanbul, 1990.
11. AKTAŞ M.Uşak Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makina Mühendisliği Bölümü TÜRKİYE <http://kisi.deu.edu.tr/mehmet.aktas/MMD-1.pdf>
12. Ahmet Türk, Salim Şahin, Hülya Durmuş, Malzeme Laboratuvarı Ders Notları Celal Bayar Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Bölümü Manisa 2013
13. Korkmaz, S., Fe40Ni40B20 Metalik Camının Mekanik, Termal, Elektriksel ve Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi,Yüksek Lisans Tezi, Bozok Üniversitesi, Yozgat, 2011.
14. Hayden., H.W., W.G.Moffat, and J. Wulff, The Structure and Properties of Materials, Vol. III, Mechanical Behavior. John Wiley & Sons, New York, 216 pp,1987.
15. United States Patent Office, Patent No:3,263,484, Patented August 2, 1966
16. Serway, R.A., For Scientists with Modern Physics, s. 530,1992.
17. DEDE D., “Bazı ikili Gümüş Alaşımalarının Isı Kapasitelerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Bozok Üniversitesi, Yozgat, 2013. Ref.3.1.
18. Linder, B., Thermodynamics and Introductory Statistical Mechanics, 2004.
19. http://gemlik.uludag.edu.tr/wp-content/gallery/ders_notu/Atomun

Yapısal Özellikler

20. BÜYÜK U., "İkili Saydam Organik Alaşımların Katı-Sıvı Ara Yüzey Enerjilerinin Ölçümü", Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2005.
21. V. B. John, Understanding Phase Diagrams, 2-3, Macmillan Press, London, 1974.
22. W. D. Callister, Material Science And Engineering, Chapter 9 Wiley, Chichester, 1997.
23. KEŞLİOĞLU K., "Katı-sıvı arayüzey enerjisinin ölçümü, Doktora Tezi" Erciyes Üniversitesi Kayseri (2002)
24. V. B. John, Understanding Phase Diagrams, 33-45, Macmillan Press, London, 1974.
25. John, V.B., Understanding Phase Diagrams, Macmillan Press, London, 1974.
26. <http://www.ptable.com/?lang=tr#Property/MeltingPoint>
27. <http://oregonstate.edu/instruct/engr321/Homework/HomeworkW00/HW5.html>
28. J. D. Hunt and S. Z. Lu, "Handbook of Crystal Growth", V. 2, 1113-1167, Editör D. T. J. Hurle, Elsevier, 1994.
29. D. H. StJohn, The Peritectic Reaction, Acta Metall. Mater., V. 38, 631-636, (1990).
30. ENGİN S. "Çoklu Alaşımların Doğrusal Katılaştırılması, Mekaniksel, Elektrik ve Termal Özelliklerinin İncelenmesi ", Doktora Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2013.
31. WENHUI Z., WANG R. JIN S. ZE Z. LI, T. YANG D., HAN x. Microstructure of TiNi shape-memory alloy synthesized by explosive shock-wave compression of Ti-Ni powder mixture JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE 32 (1997) 4723-4729
32. www.ptable.com

ÖZGEÇMİŞ

Harun İbiş 15.05.1976 tarihinde Yozgat'ta doğdu. İlköğrenimini Cumhuriyet ilkokulu ve Merkez ortaokulunda (Celal Atik) tamamladı. Orta öğrenimini ise Yozgat Lisesinde bitirdi. Yüksek öğrenimini Erciyes Üniversitesi Yozgat Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde 2004 yılında tamamladı. 2012 Yılında Bozok Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans eğitimine hak kazandı. Halen aynı bölümde yüksek lisans eğitimine devam etmektedir.

İletişim Bilgileri:

Adres: Bilal Şahin Mah. Ahmet Yesevi Cad. Kentpark Sitesi No:10 Merkez / Yozgat

Tel: 0505 705 53 21

E-posta: harunibis1@hotmail.com