

T.C.
NİĞDE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

**(BiPb)SrCaCuO SÜPERİLETKENİNİN GERÇEK SERTLİK DEĞERİNİN
FARKLI MODELLERLE HESAPLANMASI**

AHMET TOPLU

Yüksek Lisans Tezi

Danışman

Yrd.Doç.Dr.İbrahim KARACA

Eylül 2010

Onay Sayfası

Yrd.Doç.Dr.İbrahim KARACA danışmanlığında Ahmet TOPLU tarafından hazırlanan “(BiPb)SrCaCuO Süperiletkeninin Gerçek Sertlik Değerinin Farklı Modellerle Hesaplanması” adlı bu çalışma jürimiz tarafından Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Doç.Dr.Uğur KÖLEMEN (Gaziosmanpaşa Üniversitesi)

(Ünvan, Adı ve Soyadı) (Üniversite)

Üye : Doç.Dr.Orhan YALÇIN (Niğde Üniversitesi)

(Ünvan, Adı ve Soyadı) (Üniversite)

Üye :Yrd. Doç.Dr.İbrahim KARACA (Niğde Üniversitesi)

(Ünvan, Adı ve Soyadı) (Üniversite)

ONAY:

Bu tez, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca belirlenmiş olan yukarıdaki jüri üyeleri tarafından/...../20.... tarihinde uygun görülmüş ve Enstitü Yönetim Kurulu'nun/...../20.... tarih ve sayılı kararıyla kabul edilmiştir.

...../...../200..

Doç. Dr. Nurettin ACIR

Enstitü Müdür

ÖZET

(BiPb)SrCaCuO SÜPERİLETKENİNİN GERÇEK SERTLİK DEĞERİNİN FARKLI MODELLERLE HESAPLANMASI

TOPLU, Ahmet
Niğde Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman :Yrd. Doç. Dr. İbrahim KARACA

Eylül 2010, 61 sayfa

Sıvı yöntem ile üretilmiş (BiPb)SrCaCuO süperiletkeninin mikrosertlik davranışı dinamik mikroiz tekniği ile araştırıldı. (BiPb)SrCaCuO numunelerinin iz yük-yer değiştirme eğrileri 200 ile 1800 mN aralığında farklı yük pik yük seviyeleri için çizildi. Yükleme-boşaltma eğrilerinden hesaplanan mikrosertlik değerleri pik yüküne bağlılık gösterdi; İz Boyutu Etkisi(İBE). İz boyut etkisi, Meyer kanunu, Hays-Kendal yaklaşımı, Orantılı Numune Direnç (OND) Modeli, ve Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnç (GOND) Modeli ile incelendi. Sonuç olarak, (BiPb)SrCaCuO süperiletkeninin mikrosertlik değerinin belirlenmesinde en etkili metodun GOND olduğu bulundu.

Anahtar sözcükler: Sıvı Yöntem, (BiPb)SrCaCuO, İz Boyutu Etkisi(İBE), Zn İlavesi, Gerçek Sertlik.

SUMMARY

THE CALCULATION OF THE TRUE HARDNESS VALUE OF THE (BiPb)SrCaCuO SUPERCONDUCTOR BY DIFFERENT MODELS

TOPLU, Ahmet

Nigde University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physic

Supervisor : Assistant Professor Dr. İbrahim KARACA

Sept. 2010, 61 pages

Microhardness behaviour of (BiPb)SrCaCuO superconductor prepared by a wet method was investigated by dynamic microindentation technique. The indentation load-displacement curves of the (BiPb)SrCaCuO samples were drawn by different peak load levels ranging from 200 to 1800 mN. Microhardness values calculated from loading-unloading curves exhibited peak load dependance, i.e., indentation size effect. The indentation size effect (ISE) was analysed by using the Meyer's law, the Hays-Kendal approach, the Proportional Specimen Resistance (PSR) model, and the Modified Proportional Specimen (MPSR) model. Consequently, MPSR model was found to be the most effective one for determination of microhardness value of (BiPb)SrCaCuO superconductor.

Keywords: Wet method, (BiPb)SrCaCuO, Indentation Size Effect (ISE), Zn Addition, True Hardness.

ÖNSÖZ

Teknolojik uygulama alanında, yüksek özellikli malzemelerin mekanik özelliklerinin bilinmesi ile kullanım yerleri ve uygun ortamların belirlenmesinde oldukça önemlidir. Bu sebeple, yüzyılın keşiflerinden süperiletken seramiklerin mekanik özelliklerinden birisi olan gerçek sertlik değerinin bilinmesi oldukça önem kazanmaktadır. Bu çalışmada, BiPbSrCaCuO seramiğine molar olarak Zn katkısı yapılmış numuneler kullanılmıştır. Numunelerin mikro sertlik ölçümleri kullanılarak sonuçlar değişik modellerle analiz edilerek gerçek sertlik değerleri Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnci (GOND) modeli için hesaplanmıştır. BSCCO süperiletken malzemenin mekaniksel özellikleri üzerine yapılan bu çalışmanın, teknolojik uygulamalara ve akademik çalışmalara katkı sağlamasını dilerim.

TEŐEKKÜR

Bu alıőmada, deęerli danıőmanım Yrd. Do. Dr. İbrahim KARACA'nın destek ve yardımlarına, ayrıca modelleme alıőmalarında yardımlarını esirgemeyen ve tez alıőmasına esas teőkil eden verilerin alındığı, deneysel ölçümleri gerekleőtiren GOP Üniversitesi Fizik Bölümü öğretim üyelerinden Do. Dr. Uęur KÖLEMEN ve alıőma arkadaşlarına da akademik hayatlarında başarılar diler, teőekkürü bir bor biliriz.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iii
SUMMARY	iv
ÖNSÖZ	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
KISALTMA VE SİMGELER	xii
BÖLÜM I TEMEL KAVRAMLAR	1
1.1 Giriş	1
1.2 Elastik ve Plastik Deformasyon	1
1.2.1 Elastik malzeme	2
1.2.2 Plastik malzeme	2
1.2.3 Elastoplastik malzeme	3
1.2.4 Vizkoelastik malzeme	3
1.2.5 Young katsayısı	4
1.3 Sertlik Kavramı	5
1.4 İz Boyutuna Göre Mekanik Özellikler	6
1.5 Sertlik Ölçme Sistemleri	7
1.6 Mohs Sertlik Ölçeği	9
1.7 Mikro İz Test Ölçüm Sistemi	10
BÖLÜM II SERTLİK TESTİ	12
2.1 Giriş	12
2.2 Brinell Sertliği	12
2.3 Meyer Sertlik	14
2.4 Vickers Sertliği	15
2.5 Sertlik ve Akış Eğrileri Arasındaki İlişki	17
2.6 Mikrosertlik Testi	18
BÖLÜM III YÜKE VE DERİNLİĞE DUYARLI İZ ANALİZİ VE LİTERATÜR ...	19
3.1 İz Analizinin Gelişim Süreci	19
3.2 Derinlik Duyarlı İz Analizi	21

3.3 Elastik Modülü ve Sertlik Gelişimi	25
3.4 Mikro/Nano-İz Tekniği ve İze Duyarlı Derinlik Analiz	28
3.5 Meyer Kanunu	31
3.6 Hays–Kendall Yaklaşımı	31
3.7 Orantılı Numune Direnç (OND) Modeli.....	32
3.8 Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnç (GOND) Modeli.....	32
3.9 Literatürde Mikrosertlik	35
BÖLÜM IV MATERYAL VE METOT	38
4.1. Malzemenin Üretimi	38
4.2. Malzemenin Hazırlanması ve Parlatılması.....	39
4. 3. Malzemelerin Mekaniksel Özelliklerin İncelenmesi	40
4. 3. 1. Yükleme metodu.....	41
4.3.2 Numunenin yüzey analizi	42
BÖLÜM V ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMALAR	43
5.1 Yük-Yerdeğiştirme Eğrilerinin Analizi	43
5.2 Meyer Yasasına Göre Analiz	47
5.3 Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz	49
5.4 Orantılı Numune Direnç(OND) Modeline Göre Analiz	51
5.5 Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnç(GOND) Modeline Göre Analiz	52
7. ÖNERİLER.....	56
KAYNAKLAR	57

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1 Minarallerin sertlik sıralaması.....	9
Çizelge 1.2 Farklı sertlik testleri ve parametreleri	11
Çizelge 3.1 Çeşitli bataçlara ait geometrik şekiller.....	29
Çizelge 4.1. Başlangıç tozlarının özellikleri.....	38
Çizelge 5.1: Meyer yasasına göre inceleme sonuçları.....	48
Çizelge 5.2 Hays-Kendall yaklaşımına bağlı grafik sonuçları.....	50
Çizelge 5.3 OND modeline bağlı grafik sonuçları.....	52
Çizelge 5.4 GOND modeline bağlı grafik sonuçları.....	54

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1 Elastik deformasyon.....	2
Şekil 1.2 Plastik deformasyon	2
Şekil 1.3 Elastoplastik deformasyon	3
Şekil 1.4 Viskoelastik deformasyon	3
Şekil 1.5 Malzemeye yük uygulanması;a) yük-uzama değişimi, b) gerilme-birim şekil değiştirme.	4
Şekil 1.6 Elastik ve Plastik malzeme	4
Şekil 1.7 Bir batacın oluşturduğu plastik deformasyonun iz boyutuna göre değişiminin şematik gösterimi	6
Şekil 1.8 Mohs Sertlik ölçeği.....	10
Şekil 1.9 İz oluşumuna dayalı deney düzeneği	10
Şekil 2.1 Brinell testindeki temel parametreler	13
Şekil 2.2 Vickers sertlik ölçme yöntemi	16
Şekil 2.3 Yük (1.96 N) uygulanmasında $Bi_{1.8}Pb_{0.35}Sr_{1.9}Ca_{2.1}Cu_3Gd_xO_y$ (Gd_4 numunesi) için iz görünümü	16
Şekil 2.5 Brinell batacının oluşturduğu plastik bölge	17
Şekil 2.6 Bataç ucunun yüzeye batması	17
Şekil 3.1 Yaygın kullanılan sertlik testleri ve ilgili bataç şekillerinin tarihsel süreci ...	21
Şekil 3.2 Tipik bir iz testi için a) Yükleme profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi	22
Şekil 3.3 Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük yerdeğiştirme eğrileri a) İdeal elastik b)Elastoplastik c) Katı plastik numune	23
Şekil 3.5 P yükünün bataç yerdeğiştirmesi h'a karşı değişiminin şematik gösterimi, (a)başlangıç yüzeyi; (b)yük boşalıktan sonraki yüzey profili; (c)bataç; (d)Yük etkisindeki yüzey profili	26
Şekil 3.6 Küresel bir iz görünümü	27
Şekil 3.7 Bataç ile malzeme etkileşmesinin şematik gösterimi	30
Şekil 3.8 İBE karakteristiğinin şematik gösterimi	31
Şekil 3.11 Test malzemeleri için iz büyüklüğünün uygulanan yükü değişimi	35
Şekil 4.1 Dinamik ultra mikrosertlik test cihazı (Shimadzu, DUH-W201)	40
Şekil 4.2 Yükleme Prensibinin Şematik Gösterimi	41
Şekil 4.3 Test yükü üretim ünitesinin Şematik gösterimi	42

Şekil 5.1 B0 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer değiştirme eğrisi.	43
Şekil 5.2 B1 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer değiştirme eğrisi.	44
Şekil 5.3 B2 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer değiştirme eğrisi.	44
Şekil 5.4 B3 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer değiştirme eğrisi.	45
Şekil 5.5 B4 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer değiştirme eğrisi.	45
Şekil 5.6 B5 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer değiştirme eğrisi.	46
Şekil 5.7 Oliver-Pharr yöntemine göre mikrosertlik değerlerinin uygulanan maksimum yüke göre değişimi.	46
Şekil 5.8 B0 numunesi için $\ln P_{maks} - \ln h_k$ grafiği.	48
Şekil 5.10 B0 numunesi için 10mN için yük yerdeğiştirme eğrisi.....	50
Şekil 5.11 B0 numunesi için $P_{maks} / h_k - h_k$ grafiği.	51
Şekil 5.12 B0 numunesinin $P-h_k$ grafiği.....	53
Şekil 5.13 Numunelerin gerçek sertlik değerinin Zn ilavesiyle değişimi.....	54

KISALTMA VE SİMGELER

KISALTMA/SİMGE

d	Köşegensel ortalama uzunluk, mm
θ	Elmasın ters yüzü arasındaki açı
HRC	Rockwell sertlik değeri
σ	Gerilme
ε	Birim şekil değişimi
E	Young katsayısı,
F	Cisme uygulanan kuvvet
A_0	Kuvvetin uygulandığı birim alan
L_0	Cismin başlangıç uzunluğu
BHN	Brinel sertlik sayısı
P	Uygulanan yük
D	Bilyenin çapı
σ_0	Zorlanmanın bitiş 0.2 yüzdesi
VHN	Vicker sertlik sayısı
A_P	İzin yansıtılmış alanı
S	Kontak katılığı
δP	Yükteki artış
δh	Yerdeğiştirmedeki artış
A_c	Kontak alanı
P_{mak}	Maksimum yük,
h_{mak}	Maksimum yerdeğiştirme,
h_k	Temas yerdeğiştirmesi
E_{eff}	Efektif elastik modül
h_p	Plastik deformasyon kalıntısıdır
W	Plastik deformasyonun başlaması için gerekli minimum test yükü
OND	Orantılı numune direnci (Proportional specimen resistance)
GOND	Geliştirilmiş orantılı numune direnci (Modified PSR)
İBE	İz büyüklüğü etkisi

BÖLÜM I

TEMEL KAVRAMLAR

1.1 Giriş

Teknoloji ve uygulama alanlarında malzemelerin kullanım yerlerine bağı olarak farklı zorlamalara dayanabilmesi istenir. Başka bir deyişle malzemelerin maruz kaldığı yük ve kuvvetlere karşı koyması, kullanılan malzemenin mekanik özellikleri sayesinde olmaktadır. Her malzemenin zorlamaya karşı koyabilme yeteneğini tanımlayan bir sertlik değeri vardır.

Malzemelerin uygulanan mekanik zorlamalar altındaki davranışı, mekanik özellikler olarak adlandırılır. Mekanik özellikler esas olarak atomlar arası bağ kuvvetlerinden kaynaklanır, ancak bunun yanında malzemenin içyapısının da büyük etkisi vardır ve içyapısal değişiklikler yapılarak mekanik özellikler önemli oranda geliştirilebilir. Her malzeme için karakteristik bir “gerilme–şekil değiştirme” ilişkisi vardır; bu eğri genellikle çekme deneyi ile saptanır ve malzemenin mekanik davranışı ile ilgili özellikleri hakkında çok önemli bilgiler içerir[1].

1.2 Elastik ve Plastik Deformasyon

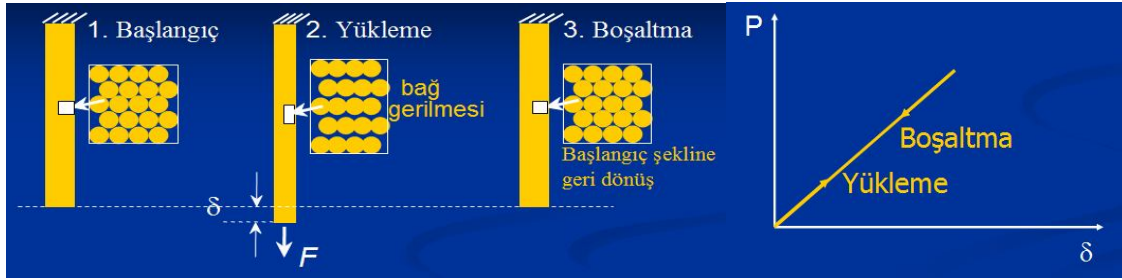
Bir malzemeye yeterli kuvvetin uygulanması, malzemenin şeklinin değişmesine sebep olur. Bu şekil değişikliği, deformasyon olarak adlandırılır. Kuvvet kaldırıldıktan sonra kendi kendine tersine dönen geçici şekil değişikliği yani cismin orijinal boyutlarına geri döndüğü şekil değişikliği, elastik deformasyon olarak adlandırılır. Diğer bir deyişle, elastik deformasyon, zorlanma kaldırıldığında eski haline dönebilir olan, düşük zorlanmalarla meydana gelen şekil değişikliğidir. Bu tür deformasyon, bağların gerilmesini içerir; fakat atomlar birbirleri üzerinde kaymazlar [2].

Zorlanmanın, malzeme şeklini kalıcı olarak değiştirmeye yeterli olduğu şekil değişikliklerine plastik deformasyon denir. Plastik deformasyonda, dislokasyonların hareketi dolayısıyla atomik bağlarda kopmalar meydana gelir. Şunu hatırlamak gerekir ki bir kristal düzlemindeki tüm atomların bağlarını ilk anda kırmak için gereken kuvvet

çok büyüktür. Buna rağmen dislokasyonların hareketi, kristal düzlemlerindeki atomların daha düşük zorlanma seviyelerinde birbirleri üzerinde kaymasını sağlar. Atomların en yoğun olduğu düzlemlerde hareket için gerekli olan enerji miktarı en düşük olmakla beraber, dislokasyonlar tercihli olarak bir tane içinde hareket etmeye yönelir. Bu da tane içindeki paralel düzlemler boyunca meydana gelen kaymaya sebep olur. Bu paralel kayma düzlemlerinin birleşmesiyle, optik mikroskopla görülebilen kayma bantları oluşur[2].

1.2.1 Elastik malzeme

Elastik malzeme; uygulanan yük uzaklaştırıldığı zaman orijinal şekline geri dönen malzemedir.



Şekil 1.1 Elastik deformasyon[2].

1.2.2 Plastik malzeme

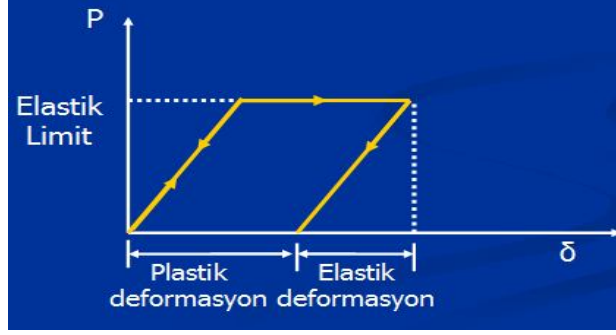
Plastik Malzeme; belirli bir limit değerinde yük uygulamasına kadar deformasyonun gözükmediği, ancak bu limit yük değeri aşıldığı zaman kalıcı deformasyonun olduğu malzemedir.



Şekil 1.2 Plastik deformasyon[2].

1.2.3 Elastoplastik malzeme

Elastoplastik Malzeme; bir limit yük değerine kadar elastik özellik gösterir. Bu limit değerindeyken yük derindeyken eğer yük uzaklaştırılırsa malzeme orijinal şekline geri döner. Eğer bu limit yük değeri aşılabacak olursa plastik deformasyon oluşur.



Şekil 1.3 Elastoplastik deformasyon[2].

1.2.4 Vizkoelastik malzeme

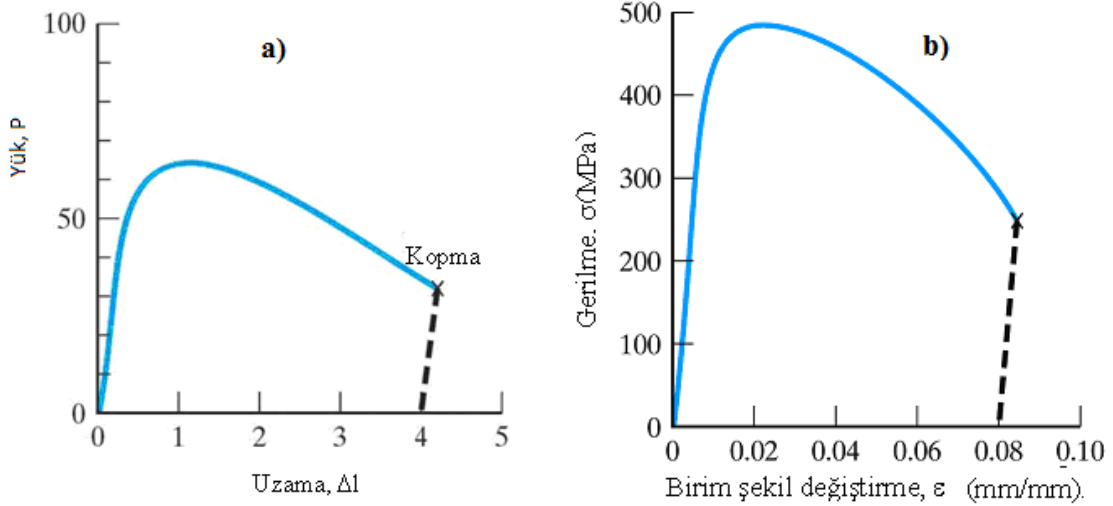
Vizkoelastik Malzeme; uygulanan yükün malzeme üzerinde oluşturduğu deformasyonun zaman bağımlılığı var ise bu tür malzemelere denir.



Şekil 1.4 Viskoelastik deformasyon[2].

Gerilme= Çekme yükü / Yüke dik kesit alanı ($\sigma=F/A_0$)

Birim şekil değiştirme=Uzama miktarı /İlk ölçü boyutu ($\epsilon= \Delta l/l_0$)

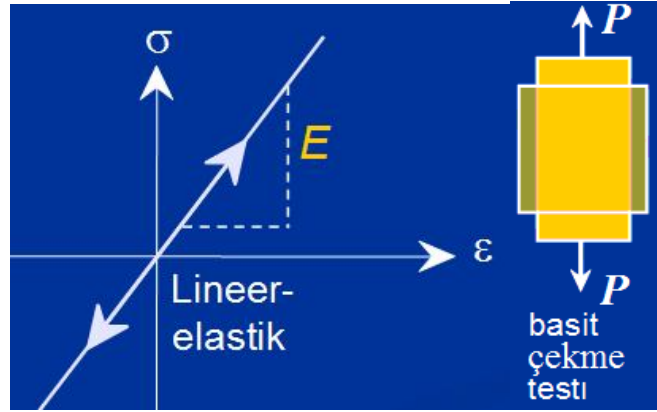


Şekil 1.5 Malzemeye yük uygulanması; a) yük-uzama değişimi, b) gerilme-birim şekil değiştirme.

Elastik şekil değişimi, σ - ϵ diyagramının doğrusal olarak değiştiği ilk bölümünde gerçekleşmektedir ($\sigma \leq \sigma_a$). Burada uygulanan gerilme ve bu gerilmenin meydana getirdiği elastik birim şekil değişimi arasında Hooke kanunu geçerlidir

Hooke Kanunu: Elastik malzemeler için, gerilme (σ , zor) ile birim şekil değiştirme (ϵ , zorlanma) arasında doğrusal bir oran vardır ve zamandan bağımsızdır[3].

Elastikiyet Modülü, E : $\sigma = E \epsilon$



Şekil 1.6 Elastik ve Plastik malzeme[2].

1.2.5 Young katsayısı

Yogun madde fiziğinde bir katının sertliğini ölçmede kullanılan bir birimdir. Aynı zamanda elastikiyet katsayısı, gerilme katsayısı olarak da bilinir. Farklı zorlanmalara bağlı olarak değişen farklı gerilmelerin oranı olarak tanımlanır. Bu bir numune üzerinde

yapılan gerilme testleri sonucunda çıkarılan gerilme-birim şekil deęiřtirme grafięine baz alınarak karar verilen bir olgudur.

Young katsayısı 18.yy İngiliz bilimci Thomas Young tarafından bulunmuř olmasına raęmen kavram olarak 1727'de Leonhard Euler tarafından oluřturulmuř ve Young katsayısını kullanan ilk deneyler İtalyan bilimci Giordano Riccati tarafından 1782 de yapılmıřtır. Young katsayısı, E , gerilimin şekil deęiřtirmeye bölünmesinden elde edilir [4]:

$$E \equiv \frac{\text{Çekme gerilmesi}}{\text{Birim şekil deęistirme}} = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{P/A_0}{\Delta L/L_0} = \frac{PL_0}{A_0\Delta L} \quad (1.1)$$

Burada, E : Young katsayısı (elastikiyet katsayısı), P : cisme uygulanan kuvvet; A_0 : kuvvetin uygulandıęı birim alan; ΔL : cismin deęiřen uzunluęu; L_0 : cismin bařlangıç uzunluęudur[4].

1.3 Sertlik Kavramı

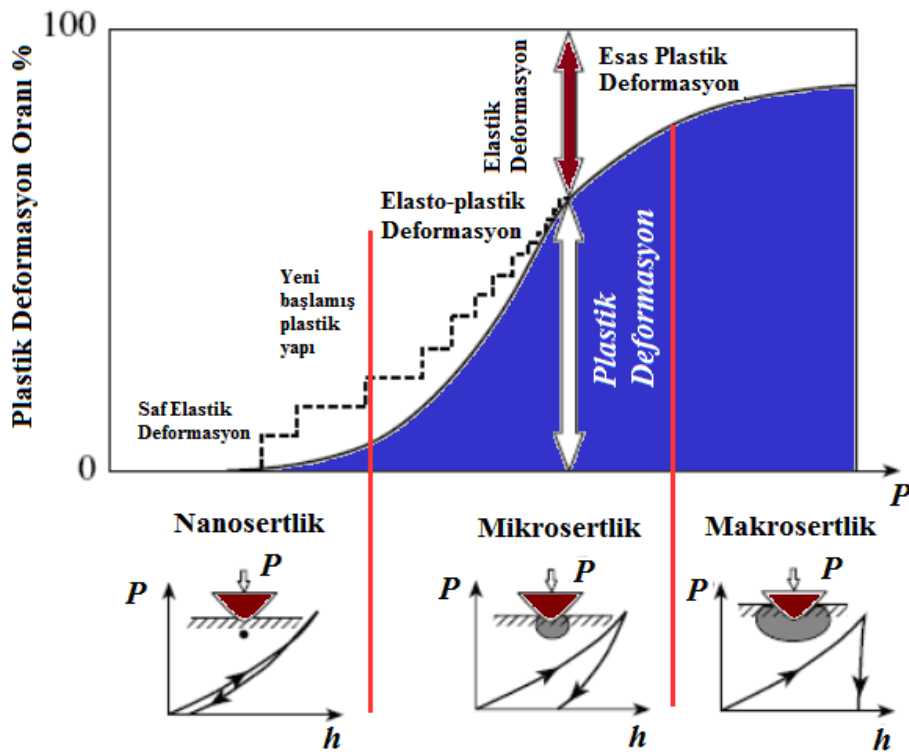
Sertlik testi, günümüzde metaller ve dięer malzemelerin mekanik özelliklerinin arařtırılmasında yaygın olarak kullanılan oldukça güvenilir bir testtir. Malzemelerin sertlięi genellikle sürekli bir bataca karřı gösterilen direnç olarak ifade edilir. Genel olarak, bir bataç metalin yüzeyine baskı uyguladıęı zaman oluřan iz derinlięinin büyüklüęünün ölçümüdür. Sertlik testi ölçüm prensiplerinin amacına uygun malzeme seçimi veya kısmi uygulamalar için hangi malzemenin seçilmesi gerektięi önemlidir. Bu konu için metal veya alařımlarda sertlik testi yapılırken hangi metodun seçileceęi de önem kazanmaktadır. Sertlik testi niçin bu kadar deęerlidir? Genellikle, sertlik testi ile malzemelerin dięer özelliklerinin sertlik özellięi ile iliřkilerinin açıklanabilmesinden dolayı önemlidir. Örneęin, sertlik testi ve gerilim testi bir metal için plastik akıřa karřı gösterilen direnci ölçer. Bu sebepten testlerin her ikisinde de sonuçlar, birbirine oldukça paralel yakınlıktadır. Sertlik testinin tercih edilme sebebi onun basit, kolay ve nispeten incelenen numuneye en az tahribatı veren bir test olmasıdır.

Pratikte sertlik iki sınıfa ayrılır: makrosertlik ve mikrosertlik. Makrosertlik, 1 kg veya daha fazla yük uygulanmasıyla yapılan testi belirtir. Mikrosertlik İz Boyut Etkisi (İBE) 0.0125 mm'den ařaęı ince malzemelerde 1 kg'dan az yük uygulanmasıyla yapılan

testtir. Bu yüzey parlatması gibi çeşitli mekaniksel yollarla yüzeyi sertleştirilmiş ve yüzeyi düzleştirilmiş malzemenin oldukça küçük parçalar üzerinde her bir parçasının ayrı ayrı incelenmesiyle yapılır [5].

1.4 İz Boyutuna Göre Mekanik Özellikler

Malzemelerin yerel mekanik özelliklerinin incelenmesinde karakteristik iz boyutuna göre yapılmış yaygın olarak kullanılan sınıflandırma i) Makroiz, ii) Mikroiz, iii) Nanoiz, iv) Pikoiz olarak verilir.



Şekil 1.7 Bir batacın oluşturduğu plastik deformasyonun iz boyutuna göre değişiminin şematik gösterimi[6].

Malzemelerdeki deformasyon elastik(tersinir) ve plastik(tersinmez-kalıcı) olmak üzere iki farklı yolla gerçekleşir. Elastik deformasyon, angstrom ölçeğinde ($1\text{\AA}=10^{-10}\text{m}$) gerçekleşen tersinir işlemdir. Başka bir deyişle elastik deformasyon, cisim üzerine etki eden kuvvet ortadan kaldırıldığında cisim başlangıçtaki ilk haline geri dönmektedir. Bu sebeple başlangıçta bir kusura sahip olmadıkça elastik deformasyon büyüklük bağımlılığı göstermez[7]. Plastik deformasyon tepkisi, mikron veya daha aşağı

aralıklardaki kusur boyutlarında, büyüklük etkileri belirgin olduğunda dislokasyon gibi hareket kusurlarının etkisiyle oluşur.

Mekanik testlerde yaygın olarak son yıllarda karşılaşılan testler:

- Derinliğe Duyarlı İz Testi, DDI(depth sensing indentation)
- Sürekli kaydedilebilen iz testi(continuous recording indentation)
- Nanoiz veya oldukça düşük yük iz testi (nanoindentation or ultra low load indentation)

Bu testlerde yüksek çözünürlüklü cihazlarla sürekli bir kontrol sağlanır ve bir bataca ait yük ve yerdeğiştirme sürekli görüntülenip kaydedilebilir. Nanometrik ölçekte mekanik davranışların karakterizasyonunda kullanılan bu metot 1992 yılında elastik ve sertlik modülünün ölçümüyle ortaya çıkmıştır[8].

1.5 Sertlik Ölçme Sistemleri

Malzemelerin üretim teknolojilerinde ve benzeri endüstri kurumlarında üretilen her parçanın çalışma yeri ve konumuna göre sertliğinin bilinmesi gerekmektedir. Bir malzeme, kullanıma alınmadan önce farklı işlem basamaklarından geçmektedir. Döverecek şekil verilebilir, üzerinden talaş kaldırılabilir, tavlabilir ve su verme işlemiyle sertleştirilebilir. Bu ve benzeri durumlarda, malzemenin fiziksel yapı özelliği ve buna bağlı olarak da sertliği değişir. Çalışma yeri ve konumuna göre bütün malzemelerin sertliği, daha önce standartları belirlenmiş metotlarla ölçülür ve uygun olup olmadığı belirlenir. Bu nedenle, üretimi yapılan malzeme sertliğinin belirlenmesi önem taşımaktadır. Sertlik deneyleri basit ve tahribatsız deneyler olduğundan, malzemenin diğer özellikleri hakkında, malzemeyi elden çıkarmadan bir fikir edinilebilir. Daha sonra örnek üzerinde diğer deneyler yapılabilir.

Malzemelere uygulanan sertlik ölçme yöntemleri şunlardır:

1. Mohs sertlik ölçme yöntemi,
2. Eğeyle sertlik ölçüm yöntemi,
3. Brinell sertlik ölçme yöntemi,
4. Rockwell sertlik ölçme yöntemi,
5. Vickers sertlik ölçme yöntemi,
6. Shore Sertlik ölçme yöntemi

7. Knoop Sertlik ölçme yöntemi,
8. Mikro-sertlik ölçme yöntemi,
9. Berkovich sertlik ölçme yöntemi
10. Nano-sertlik ölçme yöntemi

Sertlik ölçmeleri yapılırken kullanılan ölçme yöntemi ne olursa olsun, numunelerin üzerinde birkaç ölçme yapıp ortalamasının alınması gerekir. Yapılan sertlik ölçümlerindeki değerler birbirinden çok farklı ise, farklı değer ortalamaya katılmayıp bu farkın mevcudiyeti mutlaka belirtilmelidir.

Sertlik, bir malzemenin kendisine batmaya çalışan daha sert bir malzemeye karşı göstermiş olduğu direnç olarak tanımlanır[5]. Sertlik izafi bir ölçü olup sürtünmeye, çizmeğe, kesmeğe ve plastik deformasyona karşı direnç olarak ta tarif edilir. Laboratuarlarda özel cihazlarla yapılan sertlik ölçümlerindeki değer, malzemenin plastik deformasyona karşı gösterdiği dirençtir.

Bir malzemenin sertliği denince genellikle aşağıdaki hususlar göz önünde bulundurulmalıdır[5]:











- Kesme Sertliği: Kesme işleminde malzemenin kesici alete karşı göstermiş olduğu direnç.
- Aşınma Sertliği: Dönmeye veya kaymaya çalışan malzemenin aşınmaya karşı göstermiş olduğu direnç.
- Çekme Sertliği: Malzemenin minimum ve maksimum çekme kuvvetine karşı göstermiş olduğu elastikiyet direnci.
- Esneme Sertliği: Malzemenin çekilmeye ve basılmaya karşı göstermiş olduğu elastikiyet direnci.
- Batma Sertliği: Malzemenin, kendisine batmaya çalışan daha sert başka bir malzemeye karşı göstermiş olduğu direnç.
- Şekil Değiştirme Sertliği: Malzemenin çarpılmaya veya şekil değiştirmeye karşı göstermiş olduğu direnç.

Sertlik ölçme genellikle, konik veya küresel Standard bir ucun malzemeye batırılmasına karşı malzemenin gösterdiği direnci ölçerek yapılır. Uygun olarak seçilen sert uç, tatbik edilen bir yük altında malzemeye batırıldığında malzeme üzerinde bir iz bırakacaktır[5].

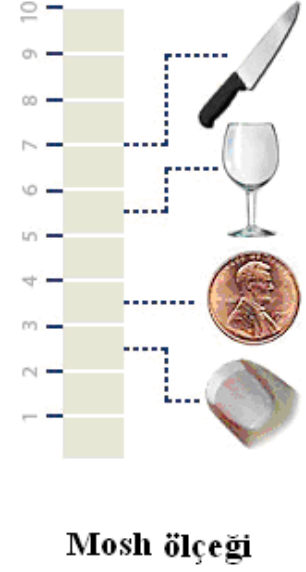
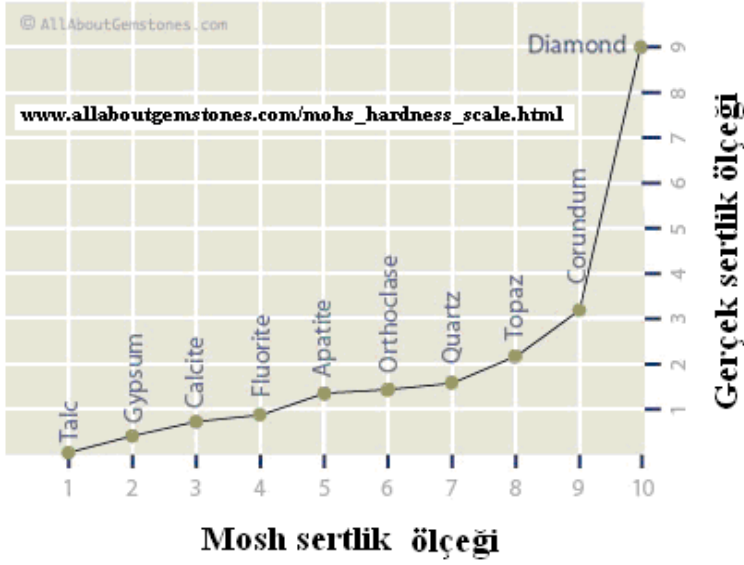
1.6 Mohs Sertlik Ölçeđi

Bu yöntemde, bir cismin kendisinden daha sert bir cisim tarafından çizilip çizilmediđi kontrol edilir. Bu şekilde birbirinden farklı iki cisim mukayese edilerek sertlik ölçümü yapılmış olur. Mohs sertliđi ölçmede kullanılan, talk, cip (alçı taşı), kalsit, florit, apatit, ortoklaz, kuvars, topaz, koronden ve elmas sertlik derecelerine göre sıralanırlar (Çizelge 1.1 ve Şekil 1.8'de verilmektedir).

Çizelge 1.1 Minarallerin sertlik sıralaması [9].

	1. Talk sertlik: 1 Kimyasal bileşimi: $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$		6. Ortoklaz sertlik: 72 Kimyasal bileşimi: $KAlSi_3O_8$
	2. Alçı taşı sertlik: 2 Kimyasal bileşimi: $CaSO_4 \cdot 2H_2O$		7. Kuvars sertlik: 100 Kimyasal bileşimi: SiO_2
	3. Kalsit sertlik: 9 Kimyasal bileşimi: $CaCO_3$		8. Topaz sertlik: 200 Kimyasal bileşimi: $Al_2SiO_4(OH, F)_2$
	4. Florit sertlik: 21 Kimyasal bileşimi: CaF_2		9. Koronden sertlik: 400 Kimyasal bileşimi: Al_2O_3
	5. Apatit sertlik: 48 Kimyasal bileşimi: $Ca_5(PO_4)_3(OH, Cl, F)$		10. Elmas sertlik: 1600 Kimyasal bileşimi: C

Mohs ölçeđine göre kuvars'ı çizebilen, topaz'ı çizemeyen bir maddenin sertliđi Mohs ölçeđine göre 7-8 Mohs sertliđindedir.

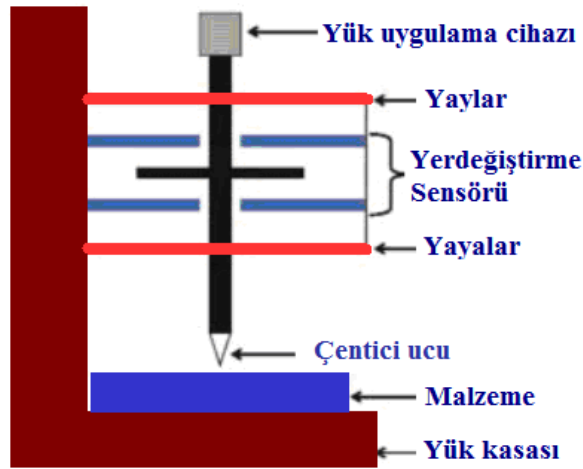


Şekil 1.8 Mohs Sertlik ölçeği[9].

Örneğin, sert çelik 6.5, alüminyum 2, normal cam 5.5 Mohs sertliğindedir. Malzemenin Mohs çizelgesine göre sertliği belirlenirken bir mineralin diğerini çizdiğinden emin olunmalıdır. Yüzeyi tozlu, gevşek parçacıklar içeren malzemeler üzerinde yapılan çizme işlemi yanıltıcı olabilir[9].

1.7 Mikro İz Test Ölçüm Sistemi

İz oluşumuna dayalı deney düzeneği için şematik bir görünüm Şekil 1.9'da verilmektedir[10].



Şekil 1.9 İz oluşumuna dayalı deney düzeneği[10].

İz oluşumuna dayalı deney düzeneği üç ana kısımdan oluşmaktadır:

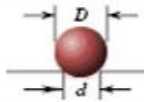

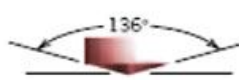

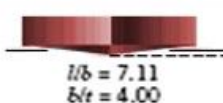
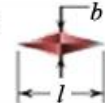
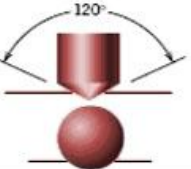

1. Özel bir geometriye sahip bataç
2. Gerçek bir kuvvet uygulanması
3. Batacın yer deęiřtirmesini ölçen sensör.

Sistemin en önemli parçalarından birisi probun ucu veya kullanılacak bataç tipidir. Günümüzde farklı malzemeler için farklı bataçlar kullanılmaktadır. Elmas bataçlar, bataç deformasyonunu minimuma indirmesi ve yüksek sertliğe sahip olmasından dolayı genellikle tercih edilmektedir. Şekilleri bakımından bataçlar dört guruba ayrılmaktadır.

- Piramid şekilli bataçlar, nano iz tekniğinde üç-yüzeyle Berkovich bataç tercih edilir. Mikro izlerde ise dört yüzeyle Vickers piramidi kullanılır.
- Küresel bataçlar, temas gerilmesi başlangıçta ufak ve sadece elastik deformasyon oluşturur.
- Küp köşeli bataçlar, bir kübün köşelerine benzer şekilde düzenlenmiş iki taraflı düşey yüzleri olan üç yüzeyle piramid biçimindedir.
- Konik bataçlar, batacın keskin köşesinin oluşturulmasının güçlüğü sebebiyle nadiren kullanılır.

Nanoiz tekniklerinde genellikle Berkovich elmas bataç ve küresel safir bataç kullanılmaktadır. Farklı sertlik testleri ve parametreleri Çizelge 1.2’de verilmektedir[11].

Çizelge 1.2 Farklı sertlik testleri ve parametreleri [11].

Deney	Uç	İz Şekli		Yük	Sertlik Denklemi
		Yan Görünüş	Üst Görünüş		
Brinell	10mm çelik veya tungsten küre			P	$HB = \frac{2P}{\pi D[D - \sqrt{D^2 - d^2}]}$
Vickers mikrosertlik	Elmas Piramit			P	$HV = 1.854P/d_1^2$
Knoop mikrosertlik	Elmas Piramit			P	$HK = 14.2P/l^2$
Rockwell ve Superficial Rockwell	Elmas koni $\frac{1}{16}, \frac{1}{8}, \frac{1}{4}, \frac{1}{2}$ in. çapta çelik küreler			60 kg 100 kg 150 kg 15 kg 30 kg 45 kg	Rockwell Superficial Rockwell

BÖLÜM II

SERTLİK TESTİ

2.1 Giriş

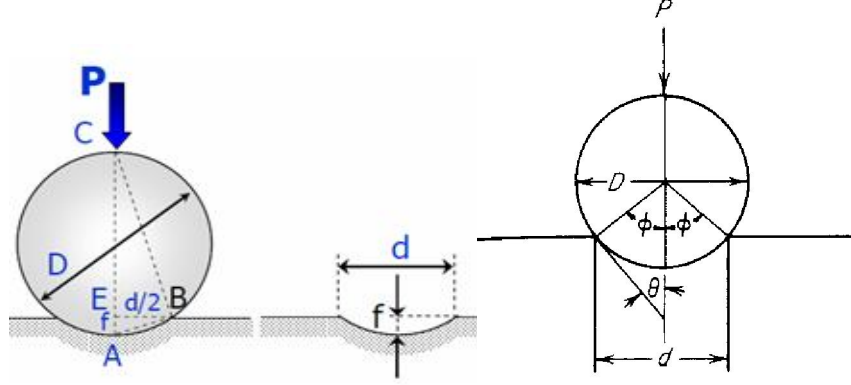
Genel olarak sertlik deformasyona karşı gösterilen direnci ifade eder ve metallerin gösterdiği direncin ölçüsüdür. Malzemelerin mekanik testleriyle ilgilenen birisi için, sertlik genellikle bataca(indenter) karşı gösterilen direnç anlamındadır. Test sistemi ölçüm yapısına bağlı olarak sertlik ölçümleri genelde Kazıma sertliği, iz sertliği ve dinamik Sertlik olmak üzere üç tiptir[10]. Bunlardan iz sertliği pek çok mühendis için önem taşımaktadır. Kazıma sertliği minerologların bilgi sahasına girer. Bu sertlik ölçümü mineral ve diğer malzemeler hakkında bilgi edinilmesini sağlar. Bu sertlik ölçümü mineralin ve diğer materyalin birinin diğeri üzerinde kazımayla oluşturduğu iz bırakabilmesinin bir ölçüsüdür. Kazıma sertliği Mohs ölçeğine göre ölçülür. Kazıma özelliğine bağlı olarak bu 10 standart minerali içermektedir. Yumuşak mineraller bu ölçeğinde talktır(Kazıma sertliği 1), elmas ise 10 sertliğine sahiptir. Bir ayak tırnağının sertliği 2, tavlanmış bakırın sertliği 3 ve martensitin sertliği 7'dir. Mohs ölçeği metaller için yüksek sertlik basamaklarında geniş aralığa sahip olmadığından iyi sonuçlar vermektedir. Pek çok sert metalin Mohs sertlik ölçek aralığı 4-8'dir. E.B Bergsman[12] tarafından tanımlanan diğer sertlik tipi: belirli bir yük altında yüzey üzerinde elmas batacın yüzey üzerinde bıraktığı kazımanın genişliği veya derinliğinin ölçüsüdür. Mikro oluşuma sahip yapıların göreceli sertliğinin ölçülmesinde oldukça kullanışlıdır.

2.2 Brinell Sertliği

İlk kabul edilmiş standartlaştırılması yapılmış iz-sertlik testi 1900 yılında J.A Brinell tarafından önerildi. Brinell sertlik testi 10 mm çapında çelik bir bilyenin (3000 kg'lık yük uygulanarak) metal yüzeyinde bıraktığı iz'den oluşmaktadır[10].

Yumuşak metaller için yükün aşırı çökme etkisinden kaçınmak için 500kg kadar düşürülür ve pek çok sert metalde tungsten karbit bilyesi, izin bozulmasını en aza indirmek için kullanılır. Yük genellikle 30 sn olmak üzere belli bir zaman standartında uygulanır, ve iz çapı mikroskop altında yük uzaklaştırıldıktan sonra ölçülür. Doğru

açılar altındaki etkinin çapının iki defa okunmasıyla ortalaması alınmalıdır. İz üzerindeki yüzey düzgün ve kirliliklerden arındırılmış olmalı. **Brinell Sertlik Sayısı (BSS)**, P yükünün izin yüzey alanına bölünmesiyle elde edilir.



Şekil 2.1 Brinell testindeki temel parametreler[10].

Bu çıkarım[10] formül olarak;

S küresel izin alanı $S = \pi Df$ ise Brinell sertliği(BSS);

$$BSS = \frac{P}{S} \quad (2.1a)$$

tanımları ve (AEB) üçgeninin (CEB) üçgenine benzerliğinden

$$\frac{f}{d/2} = \frac{d/2}{D-f} \quad (2.1.b)$$

gerekli düzenlemeler yapılarak

$$BSS = \frac{P}{(\pi D)(D - \sqrt{D^2 - d^2})} = \frac{P}{\pi D t} \quad (2.1.c)$$

burada P ; uygulanan yük (kg), D ; bilyenin çapı (mm), d ; iz çapı(mm), t ; etki derinliği, (mm)' dir.

Brinell Sertlik Sayısı(BSS)'nin biri mm^2 başına kgf 'dır ($1\text{kgf}/\text{mm}^2=9.8\text{ MPa}$). Bununla birlikte BSS iz yüzeyi üzerindeki basınç anlamında Eşitlik 2.1.c ifadesi fiziksel olarak tam bir durum tanımlamamaktadır. Şekil 2.1' den görüleceği gibi $d=D\sin\phi$ değeri Eşitlik 2.1'de yerine yazılarak farklı bir Brinell Sertlik Sayısı

$$BSS = \frac{P}{(\pi D/2)(D^2(1 - \cos\phi))} \quad (2.2)$$

Standart olmayan yük veya yarıçap ile benzer BSS ifadeleri elde etmek için geometrik benzer izleri oluşturmak gerekir. Bu da simülasyonda 2ϕ açısının sabit kaldığı sürece başarılabilir. Eşitlik 2.2'den ϕ ve BSS için sabit yük ve top yarıçapında aşağıdaki oranı göstermektedir.

$$\frac{P_1}{D_1^2} = \frac{P_2}{D_2^2} = \frac{P_3}{D_3^2} \quad (2.3)$$

(P/D^2) sabit değer olarak alınmadıkça BSS genellikle deneysel çalışmalarda yük ile değişim gösterecektir. BSS'daki yük değişimi, bir aralıkta bir maksimum yük değerine ulaşır. Böylece metaller için tek bir yük ile tamamen geniş bir sertlik ölçüm aralığını elde etmek mümkün olmaz. Diğer sertlik testlerinden farklı olarak, Brinell testi yüzey kazımlarından az etkilenir ve kaba bir değer verir[10].

2.3 Meyer Sertlik

Meyer[13], Brinell'in yüzey etki alanının görünümü üzerine dayalı önerisinden farklı olarak sertlik önerdi. İz yüzeyi ile iz arasındaki ortalama basıncın anlamı, yükün iz alanının görünümüne bölünmesiyle elde edilir.

$$p_m = \frac{P}{\pi r^2} \quad (2.4)$$

Meyer ortalama basıncın sertliğin ölçüsü olarak alınabileceğini önerdi. Böylece Meyer sertliği;

$$\text{Meyer sertlik} = \frac{4P}{\pi d^2} \quad (2.5)$$

Brinell sertliğine benzer şekilde Meyer sertliğinin birimi mm^2 başına kg 'dır. Meyer sertlik testi, Brinell sertliğine göre uygulanan yüke duyarlıdır. Soğuk üretilmiş maddeler için Meyer testi temel bir sabit olup yükten bağımsızdır. Halbu ki Brinell sertliği artan yüklerle azalır. Tavlanmış metaller için Meyer sertliği sürekli uygulanan yük ile artar. Çünkü iz tarafından oluşturulan gerilme sertliğin bir ölçüsüdür. Bununla birlikte Brinell sertliği yüklerle orantılıdır ve oldukça yüksek yük uygulamalarında azalır. Meyer sertliği, iz ölçümlerinde temel yapıyı oluşturur. Ancak, pratik sertlik ölçümlerinde nadiren kullanılır. Meyer, iz genişliği ve yük arasında deneysel bir ilişki önerir. Bu ilişki genellikle Meyer kanunu olarak adlandırılır.

$$P_{mak} = kd^n \quad (2.6)$$

burada P; uygulanan yük(kg), d; iz yarıçapı(mm), n; metalin zorlanma sertliği ile ilgili sabit, k; girmeye karşı metal direncini gösteren sabittir.

Metalin zorlanma sertliği ile ilgili sabiti(n) değeri $\log P_{mak}$ nin $\log d$ 'ye karşı çizilen grafiğinin eğiminden bulunur. Ayrıca k değeri d=1 alındığında P_{mak} 'nin değerine eşittir. Tavlanmış metaller için n yaklaşık değeri 2.5 ve zorlanmayla sertleştirilmiş metallerde ise 2 değerini almaktadır. Bu parametre gerçek-gerilme ile gerçek- zorlanma(birim şekil değiştirme) eğrilerinin eksponansiyel denkleminin sabitiyle alakalıdır. Meyer kanunundaki üstel ifade yaklaşık olarak pozitif 2 değerine eşittir.

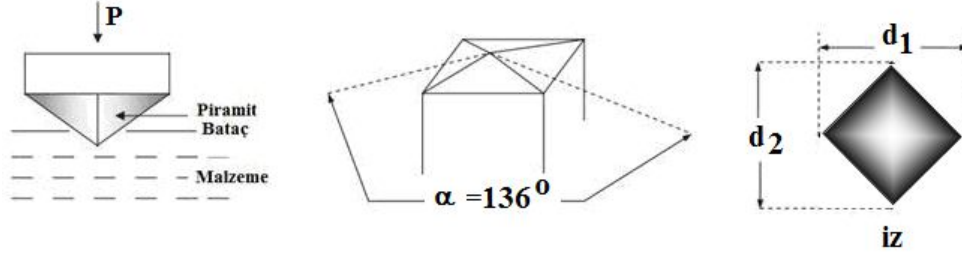
Meyer kanunu, yük uygulamasında bir düşük yük limitine sahiptir. Eğer yük çok düşük olursa iz etrafındaki deformasyon tamamen plastik şekilde gerçekleşmeyeceğinden Eşitlik 2.6'ya uymaz. Bu düşük yük limit malzemenin sertliğine bağlıdır. 10mm çaplı top şekilli bataç ile bakır malzemeye 50kg yük uygulanırsa BSS değeri 100'ü ve çelik malzeme için 1500kg yük uygulandığında BSS değeri 400'ü aşmaktadır. Farklı yarıçaplardaki top şekilli bataçlar için kritik yük değeri batacın yarıçapının karesiyle orantılıdır[10].

2.4 Vickers Sertliği

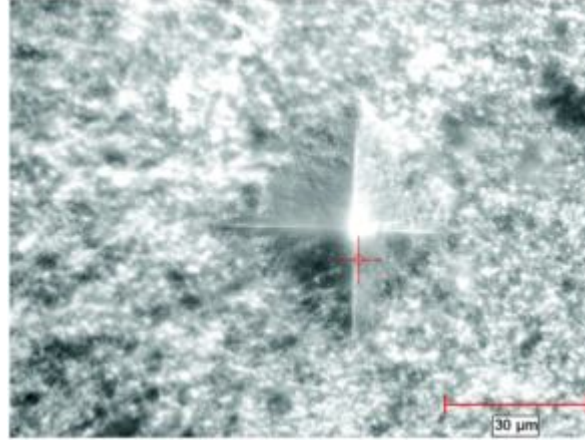
Vickers sertliğinde batac olarak kare şekilli elmas pramit kullanılır. Pramidin ters yüzleri arasındaki açı 136° 'dir. Bu açının, Brinell sertlik testinde iz çapının top çapına oranının alınması oldukça uygun bir yaklaşım olacaktır. Batacın şekli genellikle elmas-pramid olarak kullanılmasından dolayı Elmas-Pramid Sertlik sayısı (EPS) veya Vicker Sertlik Sayısı (VSS, veya VPS); uygulanan yük değerinin izin sınırladığı alana bölümü olarak tanımlanır. Pratikte bu alan mikroskop altında yükün malzeme yüzeyünde oluşturduğu izin köşegensel uzunluğunun ölçülmesiyle hesaplanır. VSS aşağıdaki eşitlikle hesaplanır;

$$VSS = \frac{2P \sin(\theta/2)}{d^2} = \frac{1.854P}{d^2} \quad (2.7)$$

burada P; uygulanan yük, d; köşegensel ortalama uzunluk, θ ; elmasın ters yüzü arasındaki açı(= 136°)'dır[10].



Şekil 2.2 Vickers sertlik ölçme yöntemi[14].



Şekil 2.3 Yük (1.96 N) uygulanmasında $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{Gd}_x\text{O}_y$ (Gd_4 numunesi) için iz görünümü [15].

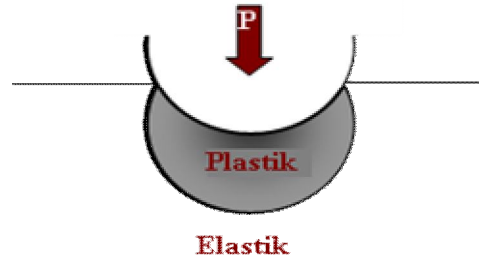
Vickers sertlik testinin arařtırmacılar tarafından yanđın olarak kullanılmasının sebebi pek çok yumuřak metal için verilen bir yük için VSS deđeri 5 ile oldukça sert malzemeler için VSS deđeri 1500 aralıđında sürekli bir sertlik skalası vermesindedir. Brinell sertlik testi genellikle sertlik skalasındaki aynı noktada yükün veya batacın deđiřtirilmesini gerektirir, bu yüzden skalanın ekstrem(uç) noktalarında alınan veriler karřılařtırmada kullanılmaz. Çünkü piramid Őekilli batacın oluřturduđu etki, onların büyüklüđu ile iliřkili olmayan benzer bir geometriye sahiptir. Burada VSS yükten bađımsızdır. Bu durum hafif yüklerin dıřında genel olarak bulunabilir. Test edilecek metalin sertliđine bađlı olarak uygulanacak yük genellikle 1kg ile 120 kg aralıđındadır. Bu avantajlarına rađmen Vickers sertlik testi statik ölçümlerde henüz yaygın olarak kullanılan rutin bir test deđildir çünkü numune yüzeyinin dikkatli hazırlanmasını gerektirir ve köřegensel ölçümü yapan kiřinin oldukça dikkatli ölçümler yapması gerekir. Vickers sertlik testi E92-72 ASTM standartlarında tanımlanır[10].

2.5 Sertlik ve Akış Eğrileri Arasındaki İlişki

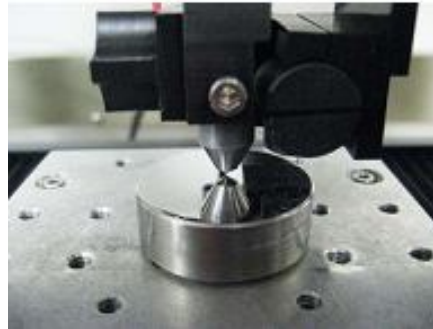
Tabor[16] gerçek gerilme eğrilerinin, plastik bölgenin sertlik iz ölçüleriyle hesaplanabileceği bir metot önerdi. Bu metot akış eğrisindeki şekil benzerliklerinin oluşması gerçeğine dayanmaktadır ve eğri Meyer sertliği artan plastik gerilme miktarı ile alakalı boşluk sayılarının ölçümüne dayanmaktadır. Bu metot pek çok metal için iyi bir uyum göstermektedir. Ayrıca bu, çekme özelliklerinin ölçümünün mümkün olmadığı durumlarda akış verilerinin elde edilmesiyle ilgili olmalıdır. Bir bataç tarafından malzemede oluşturulan yer değiştirmelerin plastik-elastik modeli tamamen, elastik malzemenin hacminin azaltılmasıyla yapılabilir. Bu batacın malzeme etrafındaki akışlar için gerekli geri çekme ile olur. Ayrıca bu yukarı yöndeki akışın sadece küçük miktarlarında görülen durumlarla uyum içerisindedir. Bir küresel top batacı için plastik-elastik analizleri, sınırlama faktörü $C=3.0$ sonucunu verir. Gerçek gerilme (akış gerilmesi) Eşitlik 2.8'den elde edilir,

$$P_m = C\sigma_0 = 3\sigma_0 \quad (2.8)$$

burada σ_0 gerçek gerilme değeriyle verilen akış gerilmesiyle alakalıdır.



Şekil 2.5 Brinell batacının oluşturduğu plastik bölge [17].



Şekil 2.6 Bataç ucunun yüzeye batması[18].

Tabor[16], izlerdeki deformasyon çalışmalarından d/D oranıyla orantılı gerçek gerilmeyi hesapladı;

$$\varepsilon = 0.2(d/D) \quad (2.9)$$

Böylece eşitlik 2.9 ve 2.8 kullanılarak tamamen plastik bölgedeki büyük değerler için en küçük değerlerden d/D değişimi şartları altında sertliği ölçtü.

Brinell sertliği ve gerçek tensile zorluğu arasında güzel bir uyum vardır. Bu uyum ısıtılmış düzlem karbon ve orta-çelik alaşımı arasındaki Gerçek tensil zorluğu $MPa = 3.4(BHN)$ 'dir[10].

2.6 Mikrosertlik Testi

Pek çok malzeme bilimi sertlik testi hesaplamalarında oldukça küçük alanlarda çalışılmaktadır[17]. Parlatılmış yüzeydeki sertlik değişimlerinin ölçümleri, mikro yapının her bir parçasının sertliğinin hesaplanmasıdır. Bu amaç için kazıma-sertlik testi kullanılması ilk kullanılan yöntemdir. Fakat iz-sertlik testi oldukça kullanışlı bulunmaktadır[18]. Bureau ulusal standartları tarafından Knoop batacın geliştirilmesi ve 25 g'a düşürülmüş kontrol edilebilen yükler için Tukon test sisteminin sunulması, mikrosertlik ölçümlerini laboratuvarlarda rutin işlem haline getirmektedir.

Mikrosertlik testleri düşük yük kullanıldığında, testin tüm aşamalarında yüksek seviyede dikkat gerektirir. Ölçümü yapılacak malzemenin yüzeyi dikkatlice hazırlanmalıdır. Genellikle metalografik parlatma gereklidir. Parlatma sırasında yüzeyin sertleştirilme işlemi sonuçlar üzerinde oldukça etkilidir. Knoop etkisinin uzun köşegeni, 300 g'dan daha büyük yükler için elastik toparlanma aslında etkili değildir. Bununla birlikte, hafif yüklerde elastik toparlanma önemli hale gelir. Dahası, hafif yüklerin oluşturduğu küçük izlerdeki oluşacak bölgesel hataların açığa çıkmasında daha da önemli hale gelir. Bu durumda yüksek sertlik değerleri açığa çıkar. Böylece yük 300 g'dan daha aşağı seçilirse, Knoop sertlik sayısının arttığı görülür. Tarasov ve Thibault[19], 100 g'dan aşağı yüklerde hata düzeltmeleri elastik toparlanmada yapılırsa Knoop sertlik sayısının bir sabit değer olduğunu gösterdiler[10].

BÖLÜM III

YÜKE VE DERİNLİĞE DUYARLI İZ ANALİZİ VE LİTERATÜR

3.1 İz Analizinin Gelişim Süreci

19. yüzyılın sonlarında malzeme bilimciler tarafından, metaller ve alaşımlar gibi katı malzemelerin başarılı bir şekilde üretilmesi ve özelliklerinin incelenmesine yönelik açılımlara yol açan önemli teknolojik bilgiler bilinmekteydi. İsveçli metalorjist Brinell, demir ve çelik üzerindeki yoğun çalışmaları sonucunda sertlik testini geliştirdi. Test ile ilgili makalesi[20] 1900 yılında yayımlandı. Bu test, 10 mm çapında sertleştirilmiş çelik bilyanın malzeme içerisine 3000 kg lık yükün 30 sn etki ettirilmesi sonrasında sonuç izinin yüzey alanının ölçümü yapılarak metal ve alaşımların göreceli sertliğinin ölçümünü mümkün kılmaktadır. Yıllar boyunca bu metodun geliştirilmesine rağmen kaşifinin ismi ile anılacak olan Brinell Sertlik Testi olarak adlandırılmaktadır.

1919 yılında, Rockwell iz gelişiminde ileri bir adım attı. Rockwell, bir başlangıç ön-yük ve ilave test yükü olmak üzere iki sabit yükün malzeme içerisine bataç kullanılarak girdiği yeni sertlik testini geliştirdi. İki yük arasındaki girme derinliği farkı sertlik ölçüsünü vermektedir. Sertlik aralığı farklı olan pek çok Rockwell ölçeği vardır[21]. Bunlardan en yaygın olanları çelik bilya bataç ile oluşmuş B ölçeği, koni şekilli elmas bataç ile oluşmuş C ölçeğidir. Bu ölçeklerden hiçbiri malzemelerin tam bir sertlik aralığını kapsamaz ve Brinell sertlik sayılarıyla da orantılı değildir.

1925 yılında, Smith ve Sandland Vickers testi olarak adlandırdıkları, Brinell testiyle sertlikleri tahmin edilemeyecek kadar sert olan mataller için yeni bir iz test geliştirdiler. 136°'lik açığa sahip yüzeyi olan kare şekilli elmas piramidin bataç olarak kullanıldığı düzeneği geliştirdiler. Geometriyi öyle seçtiler ki, ölçülen sertlik sayıları Brinell sayılarına oldukça yakın ve malzede kullanılan bataç tüm malzemeler için sürekli olacak bir ölçek oluşturmasına izin vermektedir. Bu akıllıca bir seçim, Vickers sertlik testinin kolayca kabul görmesini sağladı. Daha önceki testlere göre Vickers testi, oldukça küçük ölçekli iz ölçümlerinin yapılabilmesini mümkün kılmıştır. Brinell testinde olduğu gibi Vickers sertlik sayıları, uygulanan yük geri çekildikten sonra elastik

toparlanmanın olmadığını kabul ederek yansıtılmış alandan ziyade, izin yüzey alanının hesaplanması prensibine dayanmaktadır. Bununla birlikte gerçekte, elastik toparlanma oluşur ve pek çok durumda etkisi büyüktür.

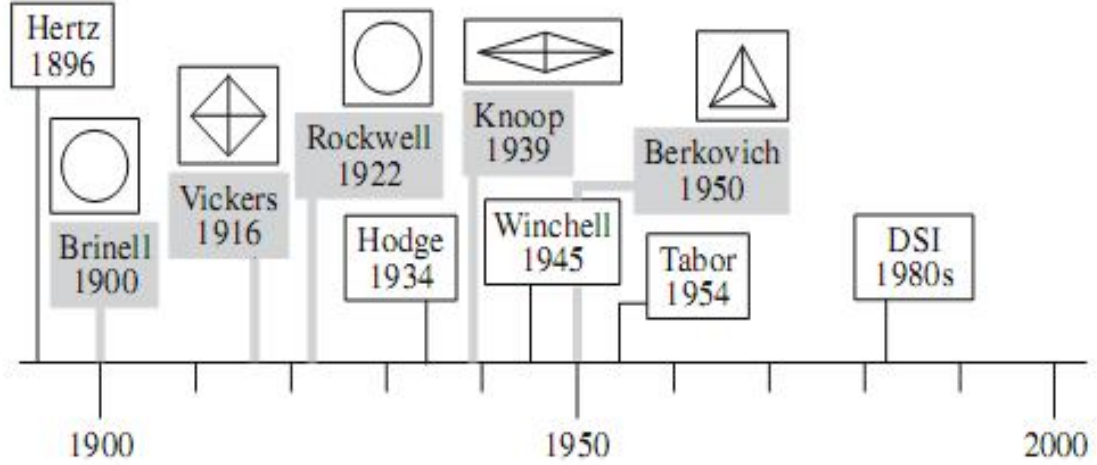
1939 yılında Knoop ve arkadaşları, Vickers testine alternatif olarak, rombohedral şekilli elmas bataç ile düşük yük iz testini geliştirdiler. Diğerlerine göre bu batacın köşegen uzunluğu 7.114 defa küçüktür. Böyle bir bataç geometrisiyle elastik toparlanmanın minimum olacağına inanılmaktadır. Bazı araştırmacıların Knoop izlerinin elastik toparlanmaya sahip olmadığını söylese de bu doğru değil, çünkü uzundan kısaya köşegen oranını tahmin etmek genelde ideal 7.114 değerinden farklı düşünülebilecek sonuçlarla açıklanır. Birkaç yıl sonra, Tabor ve yardımcıları, farklı geometrik şekilli bataçlar için yük geri çekildikten sonra malzemelerin elastik olarak gevşeyeceklerini ifade ettiler[10].

20. yüzyılın ortalarında, iz teknikleri büyük bir ilgi çekti ve malzeme bilimcileri arasında popülaritesi arttı. Bu bilimciler bu teknikler yardımıyla çeşitli katılar için deformasyon özelliklerini araştırmada yeni gelişmelere yol açtılar[22]. İz tekniği kolay uygulanımsından oldukça cazip hale geldi. Çünkü oldukça küçük ve ince malzemelere uygulanacak bir alan ortaya koymaktadır. Bu geniş inceleme alanı mikrosertlik testi olarak bilinmektedir[23,24]. Bu teste piramit bataç kullanılarak oldukça küçük malzemelerin özellikleri başarılı şekilde araştırılabilmektedir. Böylece mikrosertlik, elverişli cihazlar ile olabildiği kadarıyla katıların kırılma özelliklerinin araştırılmasına imkan sağlamaktadır[25].

1970'li yıllarda gelindiğinde, iz oluşumunun kısmi aşamalarında elastik özellik baskın ise bir tek iz testinden hem malzemenin sertliği hemde elastik modülü araştırılabilmektedir[26]. Elastik etkiyi araştırmak için, gerekli olduğu kadar malzemede batacın iz oluşturmasının sağlandığı sırada yüklerin bataç üzerine uygulanmasının ve batacın yerdeğiştirmesinin görüntülenmesi gerekmektedir. İz oluşumunun görüntülenmesi malzeme içinde batacın oluşturduğu temas alanının tahmin edilmesi ve bir artık alanın optik olarak ölçülmesini de sağlar.

1980'lerde bu alanda oluşan araştırma dalgası pek çok farklı test metodunun ortaya çıkmasını sağladı. Bu günlerde oldukça yaygın olarak kullanılan ve kabul görmüş metod Oliver ve Pharr[27] tarafından önerilmiştir. Bu metod Loubet ve arkadaşları[28] ile

Doerner ve Nix[29] tarafından geliştirilmiş fikirlere dayanan ve genellikle **nanoiz (nanoindentation) testi** olarak veya yük ve Derinliğe Duyarlı İz(DDİ) olarak adlandırılmaktadır.



Şekil 3.1 Yaygın kullanılan sertlik testleri ve ilgili bataç şekillerinin tarihsel süreci[25].

3.2 Derinlik Duyarlı İz Analizi

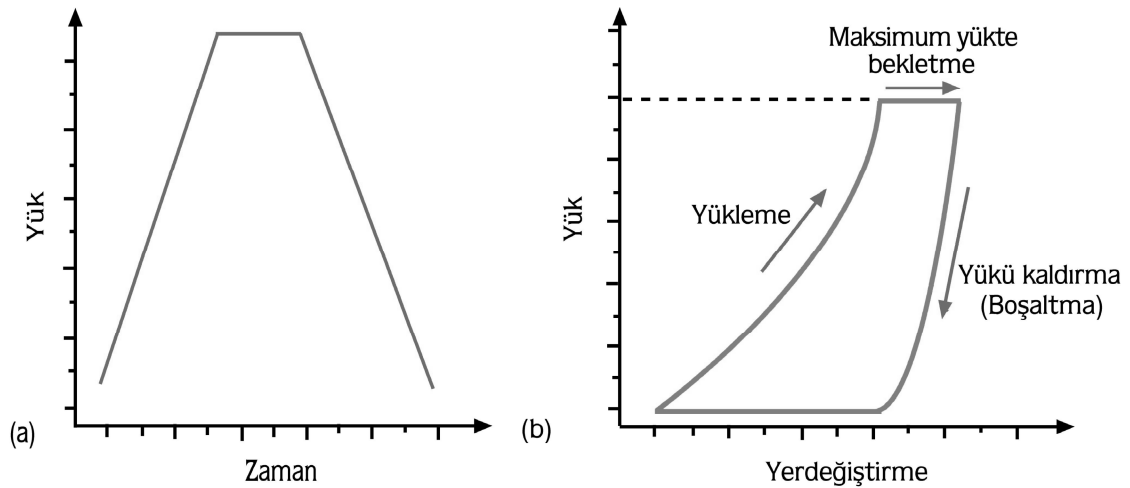
İz testleri, yaygın olarak malzemelerin sertlik analizi için kullanılmaktadır. Geleneksel sertlik testleri ile Derinlik Duyarlı Mikrosertlik (DDM) analizleri arasında farklılıklar olsa da, her ikisinde de amaç aynıdır. Geleneksel sertlik testlerinde, Bataç vasıtasıyla uygulanan yükün kaldırılmasından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

$$H_{\text{makro}} = \frac{P_{\text{uygulanan}}}{A_{\text{kalan}}} \quad (3.1)$$

Bu ifadeden elde edilen sertlik değeri, malzemenin uygulanan yüke gösterdiği plastik tepkidir. Kontak alanının hassas bir şekilde belirlenebilmesi, izi görüntülemek için kullanılan mikroskobun ayırma gücüne bağlıdır. Optik mikroskobun ayırma gücünden daha küçük ölçeklerde, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ya da Taramalı Uç Mikroskobu (SPM) kullanılması gerekir. Nanometre boyutundaki ölçümler için ise bu tekniklerin hiçbirisi uygun olmayıp, daha çok Atomik Kuvvet Mikroskopları (AFM) kullanılmaktadır[30].

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

Nanoiz deneylerinde, yükün uygulanması (yükleme) ve kaldırılması (boşaltma) süreçlerinde, yerdeğiştirme verileri sürekli olarak kaydedilmektedir. Bu ölçümler en az 0.1 nm yerdeğiştirme çözünürlüğüne ve $0.1 \mu\text{N}$ yük duyarlılığına sahip cihazlarla yapılmaktadır. Şekil 3.2’de, derinlik duyarlı mikrobataçlar için bir yüklenme profili ve bu profile karşılık gelen yük-yerdeğiştirme eğrisi görülmektedir. İz testi, uç sürüklenmesi belli bir değerin (tipik olarak 0.1 nm/s den daha az) altında İBE başlayacaktır. Eğrinin yüklenme kısmı, batmaya karşı olan direncin bir ölçüsüdür. Yüklenme eğrisinin eğimi, öncelikli olarak numuneye, batacın şekline ve boyutuna bağlıdır[30].

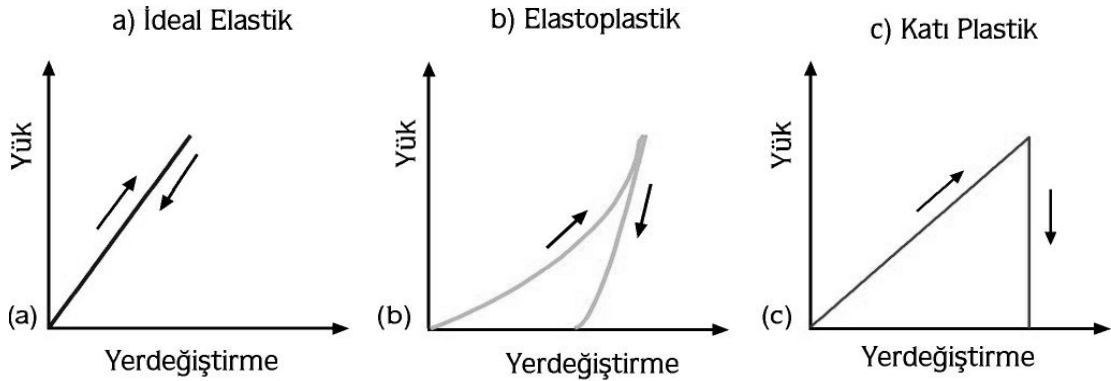


Şekil 3.2 Tipik bir iz testi için a) Yüklenme profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi[30].

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

Elastik olarak deforme edilmiş bir malzemede, yükleme sırasında açılan iz, yükün kaldırılması sırasında ortadan kalkacaktır. Bu durum, yük-yerdeğiştirme eğrisinde, boşaltma eğrisinin, yükleme eğrisi üzerinden geri dönmesi şeklinde gözlenecektir. (Şekil 3.3a) Elastoplastik bir malzemeye ait yük-yerdeğiştirme eğrisi ise Şekil 3.3b’de görülmektedir. Bu tür malzemeler, hem plastik hem de elastik davranışın bir karışımını sergiler. Plastik deformasyona uğramış bir malzemede, hemen hemen hiçbir geri kazanım gözlenmez (Şekil 3.3c). Kauçuk gibi tamamen elastik özellik gösteren bir malzemenin, geleneksel iz yöntemleri ile sertliği ölçüldüğünde, belirli bir sertlik değeri elde edilemeyecektir. Çünkü numune tamamen kendini toparlayacak ve geride bir iz izi kalmayacaktır. Bu sebeple, derinlik duyarlı çentik testleri, geleneksel yöntemlerle belirlenemeyen elastiklik özelliklerinin incelenmesine imkân vermesinden dolayı, büyük avantajlar sağlamaktadır[30].

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



Şekil 3.3 Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük yerdeğiştirme eğrileri a) İdeal elastik b)Elastoplastik c) Katı plastik numune[30].

Yükü kaldırma kısmı ise malzemenin elastik geri kazanımını göstermektedir. Yükleme, boşaltma ve maksimum yükte bekletme eğrilerinin incelenmesi, pratikte plastiklik ve kontak alanı arasındaki ilişkiler hakkında pek çok kabul gerektirir. Kullanılan modele en az bağımlılık göstermesinden dolayı, iz eğrisinin boşaltma kısmının kullanıldığı teknikler, en yaygın kullanıma sahiptir.

Nanoiz deneylerinden elde edilen verilerin yorumlanması amacıyla kullanılan teknikler, genel olarak dört varsayım üzerine kurulmuştur. Bu varsayımlara göre;

- (i) batacin eğrilik yarıçapının numune yüzeyi ile karşılaştırıldığında çok küçük olduğu,
- (ii) batacin ve numune boyutlarının kontak alanına kıyasla çok büyük olduğu,
- (iii) iz boyutunun, tüm sistemle karşılaştırıldığında çok küçük olduğu ve
- (iv) kontak halindeki cisimlerin sürtünmesiz olduğu ve sadece normal doğrultudaki kuvvetin numuneye iletiildiği kabul edilmektedir [31].

Elastikliğin deformasyon mekanizması üzerindeki etkisinin araştırılması, günümüzde kullanılan yeni test tekniklerinin geliştirilmesinden çok daha önce başlamıştır. 1961 yılında Stillwell ve Tabor konik bataçlar kullanarak elastik toparlanmayı ve bunların mekanik özellikler üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Armstrong and Robinson, malzemelerin birleştirilmiş elastik ve plastik deformasyonlarını Lawn and Howes ise, elastik toparlanmayı irdelemişlerdir [30]. Kontak alanını, yük-yerdeğiştirme eğrilerinin boşaltma kısmını kullanarak belirleyen ilk araştırmacılar, Bulychev, Alekhin, Shorshorov and Ternovskii'dir [32]. Doerner ve Nix, iz boyutunun optik aletler kullanılarak ölçülemeyecek kadar küçük olduğu milinewton (mN) yük aralığında, DDM tekniğini ilk kez kullanmışlardır. Oliver ve Pharr ise, bu tekniği tamamen düzelterek daha kullanışlı bir hale getirmişlerdir. Benzer bir analiz tekniği, Field and Swain tarafından, küresel bataçlar üzerine odaklanarak geliştirmiştir. 2001 yılında ise, bu son iki tekniğin aynı teknik olduğu gösterilmiştir[33]. Yukarıda kısaca özetlenen iz teknikleri, idealize edilmiş katı bir küre ile düz bir yüzeyin kontağının incelenmesi esasına dayanır. Sneddon, çeşitli geometrilerdeki katı bataçlar ile izotropik elastik yarı uzay arasındaki kontak için aşağıdaki basit ifadeyi geliştirerek, kontak katılığının (Contact stiffness; S), yükteki artışın (δP), yerdeğiştirmedeki artışa (δh) oranı olarak tanımlanabileceğini gösterdi.

$$S = \left. \frac{\delta P}{\delta h} \right|_{\text{elastik}} \quad (3.2)$$

Yük-yerdeğiştirme eğrisindeki yükün kaldırılması kısmının başlangıcı ile ilişkili olan bu oran, boşaltma kısmının başlangıcının tamamen elastik olduğu kabulüne dayanır. Çoğu malzeme, hem elastik hem de plastik tarzda deforme olsa da, yükün boşaltılmasına bağlı

geri kazanımın büyük bir kısmının elastik olduğu varsayılır. Geride kalan (artık) deformasyon, en son derinlikle (h_p) ilgili olan plastikliği temsil eder. Aynı zamanda, bataç ucun ideal bir katı olduğu varsayılır. Bununla birlikte, bataçta meydana gelebilecek herhangi bir elastik deformasyonun, indirgenmiş elastiklik sabitinin hesaplanmasında dikkate alındığının hatırlanması yararlı olacaktır. Bu bağlamda, kontak katılığı, maksimum yükteki indirgenmiş elastiklik modülü ve kontak alanının ($A_c=A_k$) bir fonksiyonu olarak aşağıdaki şekilde ifade edilir .

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_k} \quad (3.3)$$

Bu ilişki, Sneddon'un katılık denklemi olarak adlandırılır. Kontak alanı bataç ucun şekline bağlı olup, her bataç için girme derinliğine bağlı iyi tanımlanmış bir alan fonksiyonu vardır. Denklemden kolayca görüleceği üzere, boşaltma eğrisinin eğimi, malzemenin elastiklik sabiti ve kontak alanının karekökü ile orantılıdır[30].

Nanoiz deneylerinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri kullanılarak sertlik ve elastiklik sabitinin belirlenmesi amacıyla, literatürde farklı metotlar geliştirilmiştir. Bunlardan en yaygın olarak kullanılanı Oliver-Pharr metodudur [27].

3.3 Elastik Modülü ve Sertlik Gelişimi

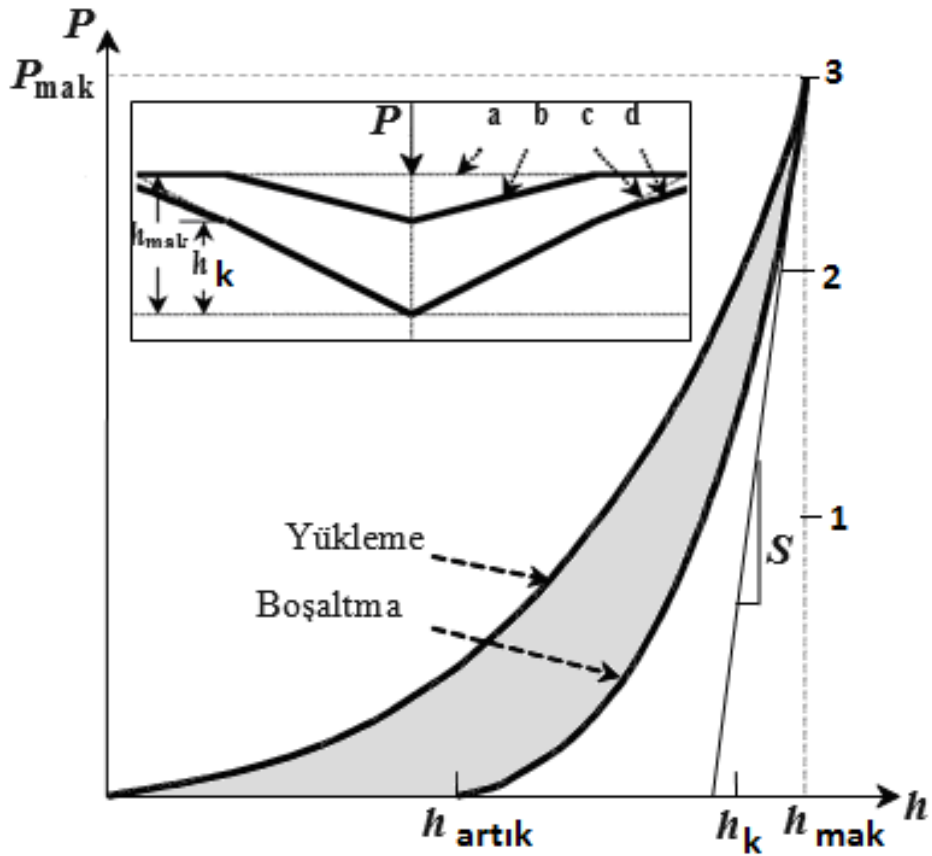
Oliver ve Pharr metodunda, yük(P) ve yerdeğiştirmenin oluşturduğu iz deneysel işlem tamamlanmasına kadar yükün uygulanması ve yükün boşaltılması süresinde sürekli kaydedilir[30]. Şekil 3.5'de yükleme-boşaltma histeresizinin görüldüğü yük-yerdeğiştirme eğrisi verilmektedir. Histeresiz, sertlik ve elastik(Young's) modülü hesaplamalarında kullanabilecek iki eğriyi içermektedir. Anahtar parametreler, maksimum yük (veya pik yükü) , P_{mak} , maksimum yük altında batacın yerdeğiştirmesi, h_{mak} , ve boşaltma eğrisinin başlangıç kısmından 1/3'ünü kesecek doğrunun eğimini temsil eden temas katılığı(contact stiffness), $S = dP/dh$ dir. Bu ölçüm işleminin fiziksel doğası aşağıdaki gibi gelişir. Yük uygulanırken batacın sekline bağlı olarak bir sertlik baskısının oluşumuyla sonuçlanan boşluk içerisinde hem elastik hem de plastik deformasyon oluşabileceği gibi her bir deformasyon tek başına da oluşabilir. bir miktar temas yerdeğiştirmesi(veya temas derinliği, contact depth) $h_k=h_c$, etkisinin sonucu bu baskı, bir yansıtılmış temas alanı A' ya sahiptir. Yük boşaltma işlemi sırasında sadece yerdeğiştirmenin elastik bölümünde toparlanma oluşur. Bu gerçek elastik temas

çözümleri için iz oluşumu sırasında model için temas işleminin kullanılmasına izin verir. Veri analizleri Oliver ve Pharr tarafından başlatılmış olup boşaltma eğrisinin davranışı aşağıdaki gibi önerilmiştir.

$$P=B(h-h_{son})^m \quad (3.4)$$

Burada B ve m ampirik olarak hesaplanmış ayar parametrelerdir. Boşaltma katılığı S maksimum girme derinliği h_{mak} değeri için Eşitlik 3.4'ün diferansiyelinden hesaplanabilir,

$$S = \frac{dP}{dh}(h = h_{mak}) = mB(h_{mak} - h_{son})^{m-1} \quad (3.5)$$



Şekil 3.5 P yükünün bataç yerdeğiřtirmesi h'ya karřı deęişiminin řematik gösterimi.

(a) başlangıç yüzeyi; (b) yük boşalttıktan sonraki yüzey profili; (c) bataç; (d) Yük etkisindeki yüzey profili[27].

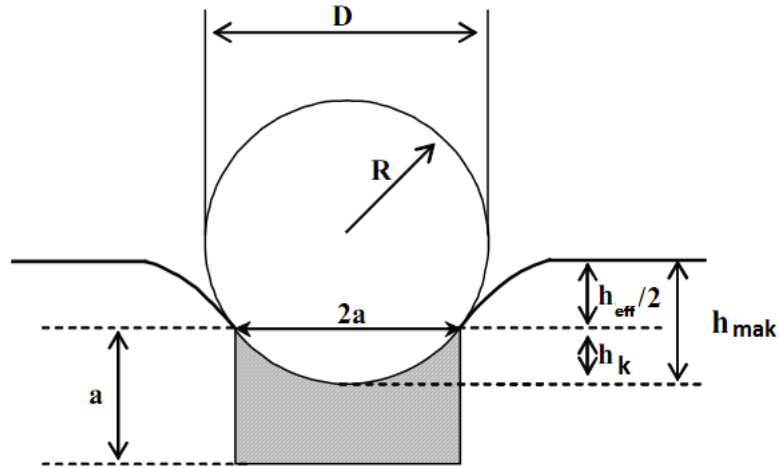
Temas yerdeğiřtirmesi, boşaltma eğrisinden aşağıdaki gibi bulunabilir,

$$h_k = h_{mak} - \varepsilon \frac{P_{mak}}{S} \quad (3.6)$$

burada ε bataç geometrisine baęlı bir sabittir. Ampirik çalıřmalar, Berkovich batacı için $\varepsilon=0.75$ olduğunu göstermektedir. Temas yerdeğiřtirmesinin bilinmesi, yansıtılmıř temas alanı bataç ve malzeme parçasının Berkovich batacının gerçek geometrisinden aşağıdaki gibi hesaplanarak bulunur,

$$A = 24.5h_k^2 \quad (3.7)$$

Gerçek bir bataç için h_k 'deki tipik bir polinom, uç yuvarlaklıęı gibi[34] bataçtaki kusurlar dikkate alınarak kullanılabilir ve yansıtılmıř temas alanı hesaplanabilir.



řekil 3.6 Kúresel bir iz görünümü[35]

Önce yansıtılmıř temas alanı hesaplanır ve efektif (veya indirgenmiř) elastik modül E_{eff} aşağıdaki ifadeden hesaplanabilir,

$$E_{eff} = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (3.8)$$

Burada β , sonlu parçacık metodu kullanılarak King [36] tarafından bulunan, bir Berkovich batacı için batacın geometrisine baęlı deęeri 1.034 olan bir sabittir. Eřitlik 3.8, farklı bataç geometrilerine iyi uyum saęladığı Bulychev ve arkadaşları[32] tarafından gösterildięi gibi elastik temas teorisinin temel yapısını bulundurur. İndirgenmiř elastik modül, hem malzeme parçası hemde bataçta oluřan deformasyon

sebebiyle kullanılan malzeme parçasının elastik modülüyle ilişkilidir ve aşağıdaki gibi verilir,

$$\frac{1}{E_{\text{eff}}} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (3.9)$$

Bu eşitlikte malzeme parçasının E Young's modülünü ve ν ise Poisson oranını ifade etmekte, E_i ve ν_i ifadeleri elmadan yapılmış bataç için benzer niceliklerdir. Elmas için $E_i=1141\text{GPa}$ ve $\nu_i=0.07$ değerindedir[37].

Sonuç olarak sertlik H tanımlaması

$$H = \frac{P_{\text{mak}}}{A_k} \quad (3.10)$$

eşitliğiyle ifade edilir.






Oliver ve Pharr metodunda, Berkovich geometrisine sahip elmas bataç kullanılır, Çizelge 3.1'de görülmektedir. Bataç yüzey ve yükleme eksenini arasında 65.3° eğim açısına sahip üç-yüzlü bir piramittir[38]. Genelde geometrik olarak Berkovich üçgensel piramit yapısına benzeyen keskin bataçlar bir malzemenin oldukça küçük mümkün olan ölçekte özelliklerinin araştırılmasında kullanılır[30].

3.4 Mikro/Nano-İz Tekniği ve İze Duyarlı Derinlik Analiz

İze duyarlı derinlik, malzemedeki derinliğin bir fonksiyonu olarak sürekli ölçülen keskin uçla girmeye karşı malzemenin direncinin bulunmasıyla malzemelerin mekanik özelliklerinin tahmin edildiği yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Deneysel sonuçlar, malzemenin tepkisini tanımlayan malzemeye yükün uygulandığı ve uygulanan yükün kaldırıldığı kesimleri bulduran bir yük-yerdeğiştirme karakteristiğidir. Son yıllarda, cihazlar ölçüm işlemlerini yer değiştirme ölçümlerini nanometrenin ve yük değerlerinde ise mikro-Newton'un da altında duyarlılıkta ölçebilecek şekilde geliştirilmektedir[39]. Diğer önemli bir gelişme de test esnasında sürekli olarak her noktada temas etkisini ölçebilecek iz metotları geliştirilmektedir. Bu yeni cihazlar sayesinde nano-iz ile ince filmler ve nano malzemelerin mekanik özellikleri çalışmaları tamamen ilgi odağı haline geldi. Mikro ve nano ölçekli üç kenarlı Berkovich uçlu bataç kullanılarak yapılan test işlemidir. Bu uç geometrisi, keski benzeri noktalar oluşturan

dört kenarlı Vickers bataçlarının aksine yüzey üzerinde oldukça belirgin ve net iz oluşumunu sağlar. Diğer bataç geometrileri çizelge 3.1’de görülmektedir.

Çizelge 3.1 Çeşitli bataçlara ait geometrik şekiller [40].

Paremetre	Berkovich	Küp-köşe	Koni	Küresel	Vickers
Şekil					
C-f açısı	63.35°	35.264°	—	—	68°
Temas alanı	24.5600 d ²	2.5981 d ²	πa^2	πa^2	24.5044 d ²

Malzeme içerisine batacın ilerlemesi işlemi aşağıdaki gibi tanımlanabilir. Temas gerçekleştikten sonra yük hem sabit uç yer değiştirme oranı hem de bir sabit gerilme oranı korunarak uygulanır. İlk olarak, deformasyon sadece malzemede elastik yer değiştirmeyi oluşturur, öyle ki hızlı bir şekilde artan yük miktarıyla kalıcı veya plastik deformasyonu oluşumunu içerir. Böylece elastik ve plastik deformasyon bölgeleri, giren ucu genellikle ucun civarında oluşan plastik yapıyla çevreler ve elastik yapı plastik bölgenin ön kısmının ilerisinde oluşur. Bu durum elastik ve plastik deformasyonun kompleks etkileşmelerini en iyi şekilde tanımlar. Maksimum girmeden sonra yükün kaldırılması işlemi başlar. Bataç üzerindeki yük azaltılarak malzemenin elastik toparlanması batacı yukarı yönde harekete zorlar. Yükün kaldırılması işleminin sonucu yük-yön değiştirme çizimi sadece malzemenin elastik özelliğini ile yönetilir.

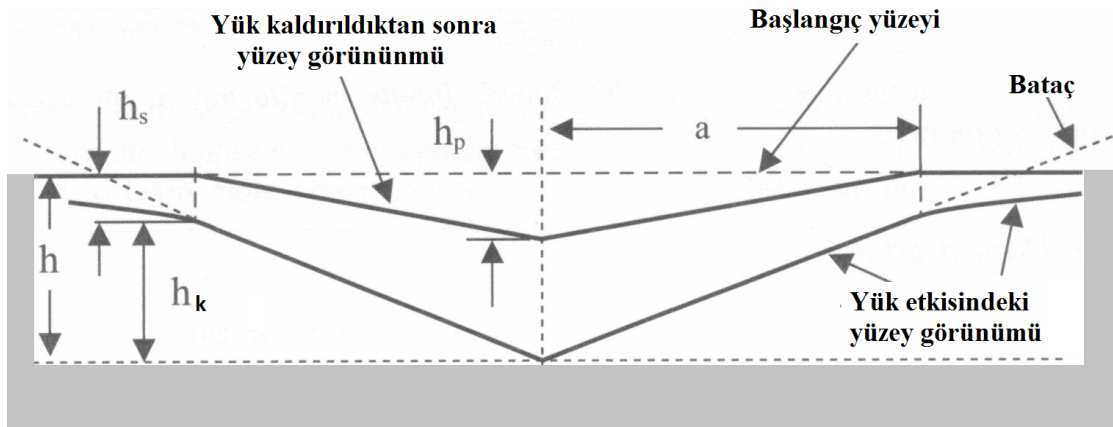
Nanoiz(nanoindentation) kavramı: Derinliğine Duyarlı İz(DDİ)(Depth Sensing Indentation=DSI) tekniğinin hacim bakımından oldukça küçük malzemelerin mekanik özelliklerinin bulunmasında kullanılmasını belirtir. Geometrisi bilinen bir bataç ile geleneksel iz testi, malzeme yüzeyini özel olarak test edecek normal bir değerden belirli bir maksimum(P_{mak}) değerinde yükün uygulanmasıyla gerçekleştirilen incelemedir. Malzemenin tamamen veya kısmen gevşeyeceği ana kadar yük aşamalı olarak azaltılır. Burada h_{mak} maksimum girme izi, $h_k = h_c$ temas derinliği, h_p plastik deformasyon kalıntısıdır. Her bir yükün uygulanması veya yükün kaldırılması çevrimi için, uygulanan yük değerine karşılık batacın bulunduğu konumun grafiği çizilir[36].

Sonuçlandırılmış yük-mesafe eğrisinden sertlik, Young modülü, gerilme-zorlanma çalışmaları zamana bağımlı sürüklenme ölçümleri, yapısal dayanıklılık, plastik ve elastik enerji gibi özellikler örnek malzemenin mekanik özelliklerinin hesaplanması için gerekli analizler yapılabilir. Genellikle nicel olarak sertlik ve modüle edilmiş değerlerin hesaplanmasında yaygın olarak kullanılan yerleşik model: Oliver ve Pharr hesaplama metodudur[37]. Biz de bu metodu kullandık.

Oliver & Pharr analizlerinde sertlik açık bir şekilde

$$H = \frac{P_{mak}}{A_k} \quad (3.11)$$

olarak tanımlanır. Burada F_{mak} maksimum uygulanan yük ve $A_k (h_k)$ bir yükün etkisiyle malzemede oluşan girme derinliği h_k (temas derinliği olarak adlandırılır) ile bataç arasındaki temas alanıdır. A_k değeri yükün kaldırılması ile elde edilen verilerin analizinden bulunur. Bu sertlik tanımlaması elastik veya plastik herhangi bir bataç deformasyonuna karşı cismin gösterdiği direncin bir ölçüsüdür[36].

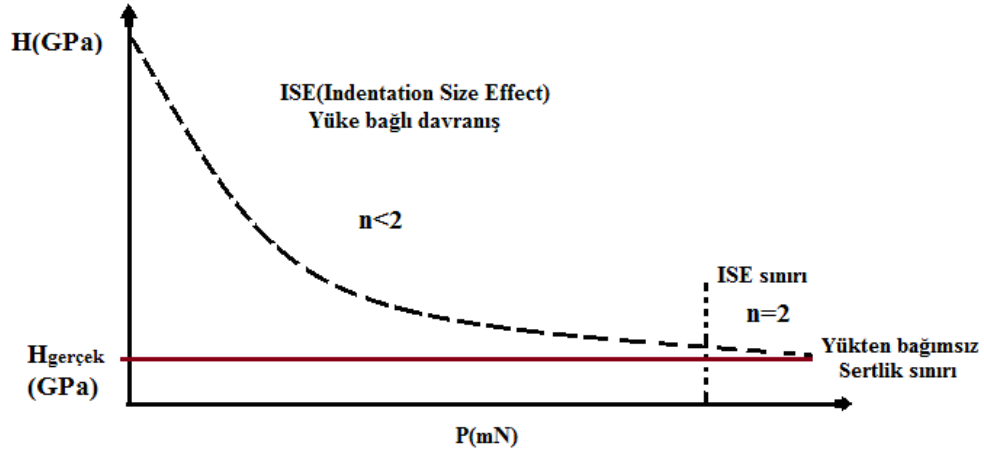


Şekil 3.7 Bataç ile malzeme etkileşiminin şematik gösterimi[36].

Sertlik malzemenin tersinmez deformasyonunun direncini ölçmek için kullanılır. Sertlik iz testi, malzemenin küçük bir kısmında mekanik özellikleri araştırmak anlamına gelir. Geometrisine bağlı olarak farklı bataçlar, örneğin Vickers batacı yaygın olarak kullanılmaktadır. Elmas piramit şekilli bataç ile oluşan Vickers sertlik değeri(H); uygulanan yükün(P_{mak}), piramit biçimli temas alanı($A_c=A_k$)'na oranı olarak tanımlanır;

$$H = 0.0378 \frac{P_{\text{mak}}}{h_k^2} \quad (3.12)$$

Eşitlik 3.12 ile verilmekte olan sertlik değeri hesaplamaları ilgili arařtırmalar, *İz Boyutu Etkisi (İBE)* bakımından yük bağımlılığı Şekil 3.8’da gösterilmektedir. Literatürde İBE davranışını tanımlamak için uygulanan iz test yükü P_{mak} ile girme derinliği h_k arasındaki ilişkinin araştırıldığı görülmektedir.



Şekil 3.8 İBE karakteristiğinin şematik gösterimi[38].

3.5 Meyer Kanunu

Bu kanun basitçe iz yükü P ile iz boyutu h_k arasındaki ilişkiye ait eşitliği tanımlar,

$$P_{\text{mak}} = a_0 h_k^n \quad (3.13)$$

buradaki n , Meyer sayısıdır ki İBE’in bir ölçüsüdür ve a bir sabittir. Eğer $n=2$ değerini alacak olursa o zaman geliştirilmiş Meyer kanunu Kick kanununa[41] dönüşür ,

$$P_{\text{mak}} = a_0 h_k^2 \quad (3.14)$$

burada a_0 izin geometrisine ve test malzemesinin özelliğine bağlı bir sabittir.

3.6 Hays–Kendall Yaklaşımı

Hays–Kendall Yaklaşımı, deformasyona karşı direnç etkisini malzemenin gösterdiği bir Newtonian direnç basıncı olarak düşünür[42].

$$P_{\text{effektif}} = P_{\text{mak}} - W = a_1 h_k^2 \quad (3.15)$$

burada a_1 yükten bağımsız bir sabit ve W plastik deformasyonun başlaması için gerekli minimum test yüküdür ki bunun aşağılarında elastik deformasyon oluşur. $(P_{mak}-W)$ ise efektif iz yükü. Eşitlik 3.12’de P ile $(P_{mak}-W)$ ’yi yer değiştirerek yükten bağımsız (gerçek) sertlik değeri hesaplanabilir,

$$H_{HK} = 0.0378 \frac{(P_{maks} - W)}{h_k^2} = 0.0378a_1 \quad (3.16)$$

3.7 Orantılı Numune Direnç (OND) Modeli

OND modeli Li ve arkadaşları[43] tarafından önerildi. P uygulanan test yükü ve h_k temas derinliği olmak üzere

$$P_{maks} = a_1 h_k + a_2 h_k^2 \quad (3.19)$$

burada a_1 ve a_2 malzemeye ait sabitler. Li ve Bradt’ın analizlerine göre a_1 elastik özellikler ve a_2 plastik özelliklerle ilişkilendirilebilir. Özellikle a_2 ’nin gerçek sertlik(true hardness) H_{OND} olarak adlandırılabilceğini önerdiler. Vickers mikroiz testi için H_{OND} değeri doğrudan a_2 cinsinden aşağıdaki ifade ile belirtilir.

$$H_{OND} = \frac{P_{mak} - a_1 h_k}{26.43 h_k^2} = \frac{a_2}{26.43} \quad (3.20)$$

Diğer bir ifadeyle, eşitlik 3.19’u P_{mak}/h_k ’nin h_k ile değişim grafiğinden a_1 ve a_2 yi hesaplamak için eşitlik 3.20 olarak yeniden düzenlenebilir:

$$\frac{P_{maks}}{h_k} = a_1 + a_2 h_k \quad (3.21)$$

İBE incelemelerinde OND modeline bir uygulaması olarak gerçek sertlik değeri iki

farklı şekilde $H_{OND1} = \frac{P_{mak} - a_1 h_k}{26.43 h_k^2}$ ve $H_{OND2} = \frac{a_2}{26.43}$ olarak hesaplanabilir.

3.8 Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnç (GOND) Modeli

Deneysel sonuçlardan OND modeline göre P/h_k ile h_k arasındaki ilişkiden yapılacak açıklamalar, kalıcı deformasyona karşı test malzemesinin direncinin tanımlanması bu modele göre hatalı olacaktır[44].

Belirtmek gerekir ki, eşitlik 3.16'da yapılan tanımlamaya göre $h_k=0$ değeri için test malzemesinin direnci sıfır değerini alacaktır ($W=a_1h_k=0$). İncelenen malzeme için minimum yük uygulaması bir plastik iz oluşturmasını sıfır yapacaktır. Bu kabul edilebilir olarak görünmektedir. Gerçekte aynı zamanda Li ve Bradt[45] da, Gane ve Bowder tarafından rapor edilen yük seviyesinde altın numunenin yüzeyine ani olarak bataç girmesinde karşılaştıkları deneysel özelliği belirtmektedirler. Kırılgan seramikler için, minimum yük aşağısında izin oluşmaması sebebiyle kalıcı deformasyonda sıfır olamayan durumlar için pek çok sonuç vardır. Yani, sıfır olmayan minimum yük bu çalışmalarda kullanılan yük seviyeleriyle karşılaştırıldığında oldukça küçük olabilir ve test-numunesi direncinin iz bağlı hesaplamalarında ihmal edilebilir.

Seramiklerin yapımı ve parlatılması işlemlerinin tamamı test-numunesi direncini etkileyecek önemli bir faktördür. Bu işlemler boyut kontrolü ve yüzey kalite kontrolü bir seramik parçalarını ve boyutlarının iyi seçilmesini gerektirir. Yüzeysel işlemler ve parlatma işlemi malzeme yüzeyi yakınlarında plastik deformasyonlar ve çatlaklar oluşturabilir[46]. Lown ve önceki araştırmacılar[47, 48], bir keskin bataç malzemenin küçük bir hacminde plastik deformasyon oluşturduğunu belirttiler. Çünkü plastik olarak elementlerin hacımsal deformasyonu her bir yiv ufalmasının diğerini örtmesine eşlik eder, bir baskı yapma işleminde yüzeyin tamamı plastik olarak deforme olur [46]. Buna rağmen, sertlik ölçümlerinde yüzeyin plastik deformasyonu ile alakalı etkilerin ilişkilendirildiği nicel analizler hala yetersizdir. Bu durumda plastik olarak yüzeyi deforme edilmiş malzemenin direnci bir yayın elastik direncine benzer olarak düşünülebilir. Burada yay, ize maruz kalmadan önceki durumda gerilimden uzak olmasından ziyade sıkıştırılmış olmalıdır. Li ve Bradt[45], OND modeline göre test numunesinin direnciyle ilgili olarak $W=a_1h_k$ şeklindeki önerileri yeniden düzenlenirse

$$W=a_0+a_1h_k \quad (3.22)$$

burada a_0 , test numunesinde artık yüzey gerilmesiyle alakalıdır.

Eşitlik 3.22'yi Eşitlik 3.15'de yerine yazılarak:

$$P= a_0+a_1h_k + a_2h_k^2 \quad (3.23)$$

Eşitlik 3.23, OND modelinin düzenlenmiş hali olarak alınır. Böylece eşitlik 3.23'de ki a_1 ve a_2 parametrelerinin fiziksel anlamı Eşitlik 3.19'da ki ile benzer olduğu ortaya çıkar. OND modeline benzer şekilde, Geliştirilmiş OND modeli Eşitlik 3.24 de verildiği gibi gerçek sertlik değerini hesaplamının iki farklı yolu

$$H_{GOND1} = \frac{P_{maks} - a_0 - a_1 h_k}{26.43 h_k} \text{ ve } H_{GOND2} = \frac{a_2}{26.43} \quad (3.24)$$

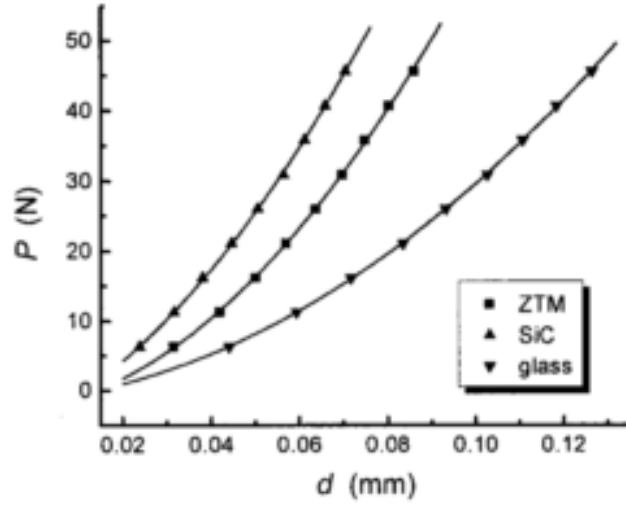
vardır.

Li ve Bradt[45]'a göre sırasıyla a_1 ve a_2 parametreleri malzemenin elastik ve plastik özellikleriyle ilişkilendirilebilir. İBE sonuçlarına göre test malzemesinin iz-büyükliği ile orantılı direnci a_1 tarafından tanımlamakta ve a_2 terimi de doğrudan yükten bağımsız sertlik ile ilişkilidir. Test malzemesi ile bataç yüzeyleri arasındaki sürtünmenin etkisi ve test malzemesinin elastik direnci, orantılı malzeme direncine katkı sağlayan faktörlerdir. Malzemenin E/H parametresi plastik ve elastik matrisin çevrelediği bölgenin eğriliğinin sonucu olan izin artık gerilmesinin büyüklüğünün ölçüsüdür[24]. Benzer olarak, a_1/a_2 değeri, yapım ve parlatma sebebiyle oluşan artık gerilimin yaklaşık ölçüsü olarak alınabilir.

Eşitlik-2 ile verilen Li ve Bradt[45] tarafından önerilen OND modeli, ve Geliştirilmiş OND modelleri, Bückle tarafından önerilen İBE'de yük uygulamasıyla oluşan ize ait bir polinom serisi şeklinde kullanımı ile aynı formdadır. Eşit 3.23, a_0 terimi ile Eşit 3.19'dan farklı bir görünümüdür. Pek çok malzemede görüldüğü gibi İBE'de Bückle eşitliği kullanıldığı zaman Li ve Bradt gibi pek çok araştırmacı[48,49]da a_0 terimini sıfır almaktadır.

Orantılı Numune Direnci(OND) modeli aslında Li ve Bradt[45] tarafından ortaya kondu. Onlar uygulanan test yükünün minimum seviyesinin varlığını fikrini kabul ettiler ve onu test malzemesinin direnci($W=a_1 h_k$) olarak adlandırdılar. Minimum seviyenin aşağılarında, izin oluşturduğu kalıcı deformasyon başlamaz ancak sadece elastik deformasyon oluşur.

Gong ve arkadaşları[50]'nın önerdiği OND modeline göre malzeme yüzeyi gerilimsiz olamaz, malzemenin yapım ve parlatılması esnasında benzer gerilimlerden daha fazla etkilenmiştir. Bu gerilimler malzemenin direnç parametresini ($W=a_0+a_1 h_k$)'ye değiştirir, burada a_0 , küçük bir negatif değerle artık yüzey gerilmeleriyle alakalı ve a_1 ise kalıcı deformasyona karşı malzeme direnci ile alakalı pozitif bir değere sahiptir. Vickers sertliği verileri için benzer bir incelemede regrasyon analizinde korelasyon sabiti 0.9984 ve 1 arasında olduğu görülür.



Şekil 3.11 Test malzemeleri için iz büyüklüğünün uygulanan yükü değişimi[46].

3.9 Literatürde Mikrosertlik

Yaptığı çalışmada Yamak[31], geleneksel katıhal tepkime yöntemi ile üretilmiş MgB_2 süperiletken numunesi kullanılarak, malzemenin dinamik mikrosertlik verileri farklı modellerle analiz etmiştir. Yapılan analizler sonucunda, diğer süperiletkenlere benzer şekilde MgB_2 süperiletkeni iz boyutu etkisi gösterdiğini belirledi. Meyer yasasının, deneysel verilerin orijininin açıklanmasında yetersiz olduğunu tespit etti. Hays-Kendall yaklaşımıyla tahmin edilen başlangıç kalıcı deformasyonu oluşturmak için gerekli olan minimum yükün (W) oldukça yüksek olduğu kabul edileceğini öne sürdü. Elastik-Plastik deformasyon modelinin ortaya koyduğu iz boyutu düzeltme faktörü h_0 'ın özellikle düşük yüklerde kabul edilebilir bir değer olmadığını öne sürdü. OND modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin (H_{OND1} ve H_{OND2}) plato bölgesinin altında olmasından dolayı, MgB_2 süperiletkeninde gözlenen İBE davranışının analizinde OND modelinin başarısız olduğu sonucuna vardı, yüksek korelasyon sabiti göz önünde bulundurulduğunda, geliştirilmiş OND modeliyle hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerlerinin, diğer modellerden elde edilen sertlik değerlerinden daha uygun olduğunu söylemenin mümkün olduğunu belirtti ve geliştirilmiş OND modelinin kalıcı deformasyonu oluşturmak için gerekli olan minimum eşik yükü (a_0) değerini belirlemede yetersiz olduğunu ortaya koydu.

Gong ve arkadaşları [50], Si_3N_4 seramiklerinin sertliklerinin değişimini, geniş bir yük aralığında incelemiştir. Deneysel verilerin tanımlanmasında, *OND* modelinin uygun olmadığını ifade etmişlerdir. Uygulanan yük ile çentik boyutu arasındaki ilişki için yarı deneysel bir denklem önererek, sertlik ölçümlerinde yüzey etkilerini ön plana çıkarmışlardır.

Khalil [52], geleneksel katıhal tepkime yöntemi ile $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ($x=0.0, 0.18, 0.22, 0.25, 0.3, 0.35, \text{ ve } 0.5$) süperiletkeni üretmişlerdir. Pb miktarındaki artma ile birlikte, Young modülü, akma mukavemeti ve sertlikte kademeli bir artışın olduğunu bildirmişlerdir. Bütün bu parametrelerin yüksek değerlerinin $x=0.3$ katkısında gerçekleştiğini belirtmişlerdir. Bu sonuçları, taneler arası bağların mukavemeti ve malzemenin daha homojen bir yapıya sahip olmasıyla ilişkilendirmişlerdir. $x=0.3$ 'den sonraki katkılardaki azalmanın İBE taneler arası zayıf bağlardan ileri geldiğini rapor etmişlerdir.

Uzun ve arkadaşları [53], eriyik döndürme yöntemi (melt spinning) ile hızlı katılaştırılmış Al-Si şeritleri üretmişlerdir. Hazırladıkları şeritlerin Vickers mikrosertliklerini 0.098–1.96 N yük aralığında incelemiştir. Sertliğin, kritik bir yük değerine (0.49 N) kadar uygulanan yüklerle arttığı, bu değerden sonra İBE azaldığını bildirmişlerdir. Ayrıca, katılaştırma hızının artışı ile mikro sertlik değerinin büyük ölçüde arttığını vurgulamışlardır.

Pinheiro ve arkadaşları[54], ab- ve a(b)c düzlemlerinde eritme-yönlendirme yöntemiyle ürettikleri $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ yapıya katkılayarak mekanik özelliklerini incelediler. %5'lik Er katkısının süperiletkenlik özelliklerini değiştirmedeğini rapor ettiler. ab- ve a(b)c- düzlemlerinin sertlik özelliğinde bir değişiklik gözlemediler. Ayrıca %5'lik Er katkılı numunenin saf $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ile karşılaştırıldığında mekanik özelliklerini ciddi bir şekilde etkilemediğini rapor ettiler.

Seki ve arkadaşları[55], $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ yapıyı elde etmek için Y_2BaCuO_5 tozları ve polivinil alkolü su ortamında bir tutkal olarak karıştırdılar. Polivinil alkol karışımı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ yapının sertliğinin saf olandan fazla olduğunu rapor ettiler.

Terziođlu C.[15], $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{Gd}_x\text{O}_y$ süperiletken numunelere $x=0.0, 0.1, 0.3$ ve 0.5 olamk üzere Gd katkısı yaparak özelliklerini inceledi. Gd katkısının süperiletken özellikleri özellikle T_c ve J_c yi düşürdüğünü, ayrıca H_v sertliğinin yüke bağımlı olduğunu rapor etti. Yükten bağımsız(gerçek) mikrosertlik değerlerini Kick's kanunu, OND modeli, GOND modeli ve Hays-Kendall yaklaşımıyla inceledi ve sonuçlarını karşılaştırdı. Sonuç olarak Gd katkısının süperiletkenlik ve mekanik özellikleri kötüleştirdiğini rapor etti.

Kim ve arkadaşları[56], Şerit biçimli Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O üretimini yaparak Ag yerine Au, Pd, Mg ve Al ilavelerinin sertlik ve dayanımını artırdığını rapor ettiler.

Yoshino ve arkadaşları[57], YBCO süperiletkeninin sertlik özelliklerini 40-293 K sıcaklık aralığında incelediler. Sıcaklığın düşmesiyle sertlik değerinin 18,000+/- 2500MPa' ayükseldiğini rapor ettiler.

Miyamoto ve arkadaşları[58], Y-Ba-Cu-O ve Sm-Ba-Cu-O için Ag katkısının etkilerini araştırdılar. Yaptıkları çalışmada Ag katkısının Y-Ba-Cu-O ve Sm-Ba-Cu-O için mekanik özelliklerini oldukça etkili bir şekilde artırdığını rapor ettiler.

BÖLÜM IV

MATERYAL VE METOT

4.1. Malzemenin Üretimi

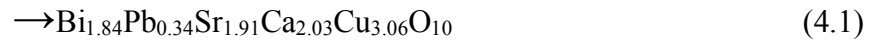
Süperiletken malzemelerin hazırlanması genelleştirilmiş $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ sistemi içinde $n=3$ sistemine benzer şekilde seçilen, $\text{Bi}_{1.84}\text{Pb}_{0.34}\text{Sr}_{1.91}\text{Ca}_{2.03}\text{Cu}_{3.06}\text{O}_{10}$ kompozisyona uygun olarak yapıldı. Deney işlemlerinde kullanılmış olan başlangıç tozlarının saflık dereceleri ve molekül ağırlıkları Tablo 4.1’de verilmektedir.

Çizelge 4.1. Başlangıç tozlarının özellikleri

Bileşik	Saflık derecesi (%)	Molekül ağırlığı (gr)
Bi_2O_3	99.9	465.96
PbO	99.9	223.19
SrCO_3	98	147.63
CaO	99.95	56.08
CuO	98	79.54

Seçilen başlangıç kompozisyonunun üretiminde Eşitlik 4.1 kullanıldı.

$$(0.92).(\text{Bi}_2\text{O}_3)+(0.34).(\text{PbO})+(1.91).(\text{SrCO}_3)+(2.03).(\text{CaO}) +(3.06).(\text{CuO})$$



Eşitlik 4.1’e uygun olacak şekilde Bi_2O_3 , PbO, SrCO_3 , CaO ve CuO başlangıç tozları 0,0001g hassasiyete sahip terazi yardımıyla tartılarak, bir kap içerisinde karıştırıldı. Sonra, en az başlangıç tozlarının ağırlığı kadar olmak üzere amonyum nitrat ilave edildi. Malzeme, ısıtma hızı $5^\circ\text{C}/\text{dakika}$ olacak şekilde elektrikli ısıtıcı kullanılarak ısıtma işlemine tabi tutuldu. Homojen bir karışım elde edebilmek için ısıtma işlemi süresince paslanmaz çelikten yapılmış bir karıştırıcı kullanılarak karıştırma işlemi yapıldı. Bu sırada bir Kromel–Alumel termoçift yardımıyla karışımın sıcaklığının 180°C olduğu ölçüldü. Isıtma hızı küçük adımlarla artırılarak yaklaşık $10\text{-}15^\circ\text{C}/\text{dakika}$ ’ya ulaşıldığında karışımın sıcaklığının 240°C olduğu ölçüldü. Bu sırada açık kahve renkli

yoğun bir gaz çıkışı ile karışımın sıcaklığının ani olarak yaklaşık 400 °C'ye ulaştığı ve sıvı karışımının siyah renkli toz halini aldığı görüldü[59].

Dört defa ara öğütme ile 700, 700, 750, 780 °C sıcaklıklarda sırasıyla 10 dak, 30 dak, 20 saat, 3 saat olmak üzere kalsinasyon işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra 1gr'lık tabletler yaklaşık 250MPa basınç altında hava ortamında tablet haline getirilmiştir. Tabletler 820°C deki fırın içerisine konulmuş ve 0,03°C/dak ısıtma hızı ile 848°C' de 100 saat sinterlemeye tabi tutulduktan sonra 0,03°C/dak ile 830°C'ye soğutulmuş ve bu sıcaklıktan doğrudan oda sıcaklığına alınmıştır.

Sinterleme işlemi sonrasında bir ara öğütme yapılarak 1gr'lık tabletler halinde saf ve %3;5;10;20;30;50 molar oranlarında Zn ilavesi yapıldı. Hazırlanan tabletler tavlama işlemi için 755°C sıcaklığında fırına konarak 0,01°C/dak hızla 770°C sıcaklığına çıkarılmış ve bu sıcaklıkta 12 saat bekletilerek ortama O₂ verilmiştir. Daha sonra 0,1°C/dak hızla fırının sıcaklığı 790°C'ye çıkarılırken O₂ verme işlemine devam edilmiştir. 790°C'de 100 saat tavlandıktan sonra direkt olarak hava ortamına çıkarılmıştır. Bu aşama sonrasında süperiletken üretimi tamamlanmış ve özellikleri incelemeye hazır hale gelmiştir[60].

4.2. Malzemenin Hazırlanması ve Parlatılması

Numuneler iz işleminden önce kalıplama ve parlatma işlemi olarak iki aşamadan geçirildi.

Kalıplama: Soğuk kalıplama işleminin kullanıldığı bu aşamada, 15 birim epoksi ve 2 birim sertleştirici karışım haline getirildi ve bu karışım 15 dakika boyunca karıştırıldı. İçinde kabarcıkların oluşmaması için, karışımın tek yönde ve yavaşça karıştırılmasına dikkat edildi. Daha sonra hazırlanan bu sıvı karışım, önceden kalıp içine konulmuş numunelerin üzerine döküldü ve tamamen sertleşmesi için yaklaşık 18 saat bekletildi[30].

Parlatma: Bu aşama bir dizi parlatma aşamalarını içerir. Her kademenin numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon ve çizdiği minimuma indirmek için, her kademedede bir öncekinde kullanılan aşındırıcıdan daha ince aşındırıcı kullanıldı. Parlatma işlemi

Gribo-2V cihazında yapıldı. İlk olarak numuneler sırasıyla 1000, 1200, 2400, 4000 meshlik zımpara kâğıtlarına tutuldu. Bu işlemler esnasında, numunenin ısınmasını önlemek için zımpara kâğıtlarına sürekli su tatbik edildi. Daha sonra, nihai parlatma için suyla süspansiyon halinde bulunan farklı tane boyutlarına sahip elmas tanecikler kullanıldı. Sırasıyla, 15 μ m, 9 μ m, 6 μ m, 3 μ m, 1 μ m ve 0.25 μ m boyutlarındaki elmas süspansiyonları farklı çuhaların üzerine uygulandı. Bu aşamada malzemenin ısınmasını önlemek için su yerine lubricant sıvısı kullanıldı[30].

Bütün parlatma kademelerinde çarkın devir hızı 320 devir/dk. olarak ayarlandı. Her kademededen sonra, numune yüzeyinde kalan parçacıkların bir sonraki kademedeki çizici etkisini engellemek için, numuneler bol suyla yıkandı. Aynı zamanda numune yüzeyindeki tek yönlü aşınmayı önlemek için belirli aralıklarla malzemenin çark üzerindeki tutulma yönü değiştirildi. Bir sonraki daha ince olan kademeye geçildikçe numunelerin çarka tutulma süreleri uzatıldı. Numune yüzeylerine her bir aşamadan sonra optik mikroskopla bakılarak, aşınma miktarları kontrol edildi[31].

4. 3. Malzemelerin Mekaniksel Özelliklerin İncelenmesi

Vickers bataç olarak dinamik ultra mikro sertlik test cihazı (Shimadzu, DUH-W201) kullanıldı(Şekil 4.1). Değişik derinliklerde malzemenin davranışını kolayca yorumlayabilmek için düzenli aralıklarla 200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN maksimumluk kuvvetler kullanıldı. Yükleme hızı olarak 23.5mN/s seçildi. Oluşabilecek deneysel hatalara karşı, her bir yük için ortalama 5-6 ölçüm alındı[31].



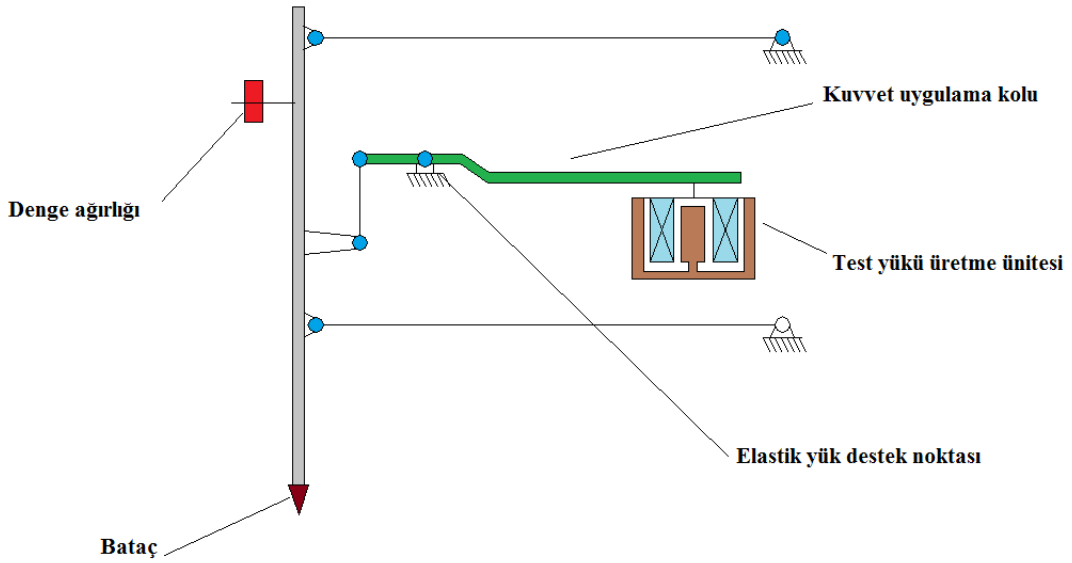
Şekil 4.1 Dinamik ultra mikrosertlik test cihazı (Shimadzu, DUH-W201)[31].

4. 3. 1. Yükleme metodu

Yükleme sistemi prensibinin şematik gösterimi Şekil 4.2’de verilmiştir. Yükleme sistemi, test yükü üretme ünitesi, kuvvet uygulama kolu (lever), elastik yük destek noktası, denge ağırlığı ve bataçdan oluşmaktadır.

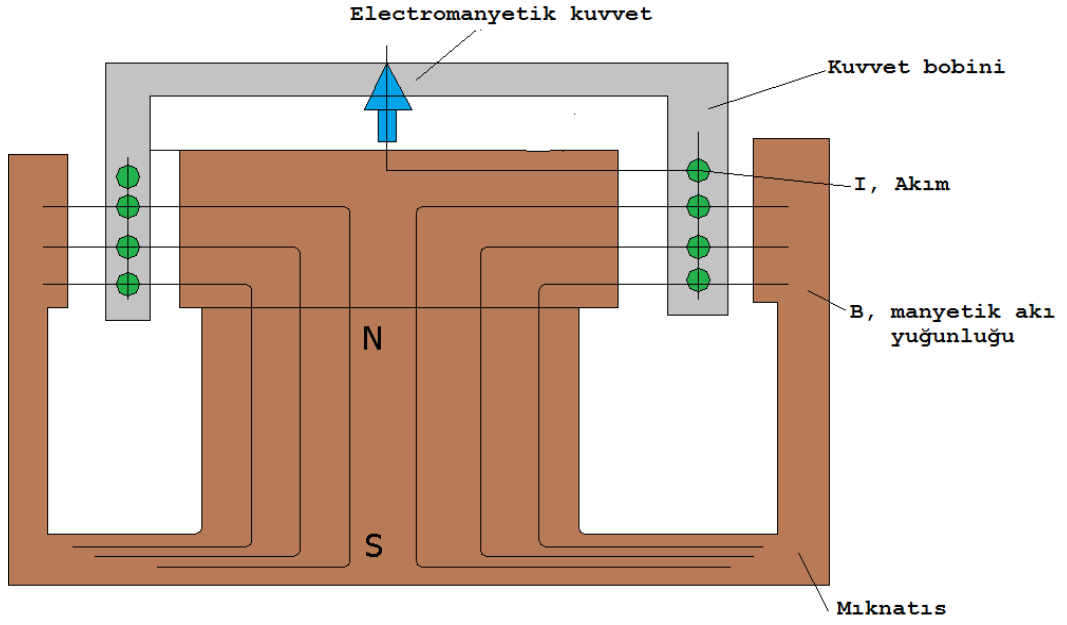
Test yükü üretme ünitesi (Şekil 4.2), elektromanyetik yükleme metodunu kullanır ve 9.8×10^{-5} N’luk düşük test yükü uygulayabilmeyi mümkün kılmaktadır. Şekil 4.2’den de görüldüğü gibi test yükü üretim ünitesi, sürekli (permanent) magnet ve kuvvet bobini ihtiva eder. Sürekli magnet sabitlenmiş, kuvvet bobini İBE hareketlidir. Bobin üzerinden bir akım geçtiği zaman, elektromanyetik kuvvet (F), bobinden geçen akımla (I) orantılı olarak elde edilecektir,

$$\vec{F} = 2 \pi r n \vec{B} I \quad (4.2)$$



Şekil 4.2 Yükleme Prensibinin Şematik Gösterimi[31].

Eşitlik 4.2’de r bobininin yarıçapı, n , bobinin sarım sayısı ve B mıknatısın manyetik akı yoğunluğudur. Sertlik test cihazı, bobin üzerindeki akımın kontrol edilmesiyle elde edilen elektromanyetik kuvvet yardımı ile belirli bir yük uygulayabilir. Elektromanyetik kuvvet üretim ünitesinde oluşturulan bu kuvvet (EMK), bataça kuvvet uygulama kolu yardımıyla ve bataç destek kolu aracılığı ile taşınır. Cihaz, bataçın örnek yüzeyine dikey olarak batırıldığı elastik yük destek noktasını kullanan Rovberval mekanizmasından yararlanır. Uygulanan kuvvet 0.1 mN dan 1961 mN arasında ayarlanabilir[30].



Şekil 4.3 Test yükü üretim ünitesinin Şematik gösterimi[31].

4.3.2 Numunenin yüzey analizi

İz derinlik ölçüm metoduna dayanan sertlik testi, numune yüzeyinden iz derinliğini ölçtüğü için, numune yüzeyinin pozisyonu doğru bir şekilde analiz edilmelidir.

DUH serisi sertlik test cihazları, elektromanyetik yükleme mekanizması özelliğini kullanarak, numune yüzeyinin tam olarak analiz edilmesini sağlar. Numune yüzeyini analiz etmek için, DUH serisi bataçın batma hızındaki değişimi analiz eder. Yük bobini boyunca akan akım sabit hızla artırıldığı zaman bataç örneğe doğru üretilen elektromanyetik kuvvetten dolayı sabit hızla aşağıya doğru iner.

Bataç, numune yüzeyine temas edinceye kadar sadece elastik yükleme destek noktasındaki küçük bir deformasyon direnci ve hava direncine maruz kalır ve yüksek bir hızla numune yüzeyine yaklaşır. Bataç numune yüzeyine temas ettiği anda, numune deformasyonu tarafından yüzey direnci ortaya çıkar, bu noktada bataçın iniş hızı hızlı bir şekilde azalır. DUH serileri bataç düşüş hızındaki değişimi algıladığı gibi numune yüzeyini de analiz eder[30].

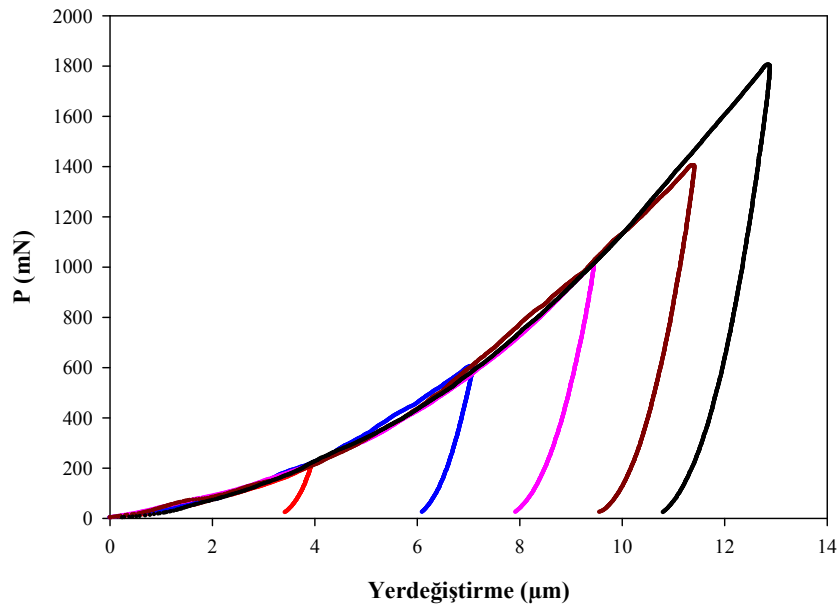
BÖLÜM V

ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMALAR

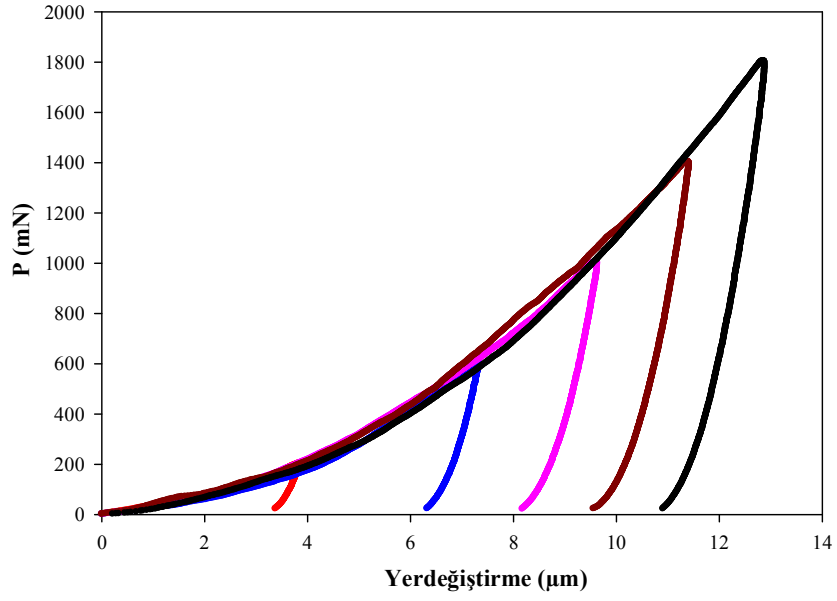
Bu çalışmada, amonyum nitrat yöntemiyle üretilmiş BSCCO numunelere Zn ilavesi yapılarak, malzemenin yük-yer değiştirme eğrilerini farklı modellerle analiz edilerek bu malzemelere ait gerçek sertlik değerleri hesaplanmıştır.

5.1 Yük-Yerdeğiştirme Eğrilerinin Analizi

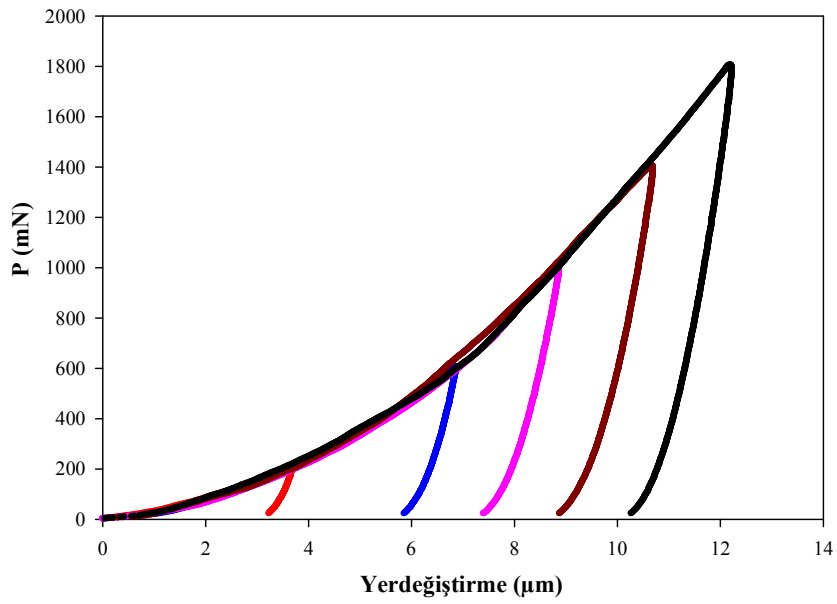
Aşağıda, farklı numuneler için (B0, B1, B2, B3, B4 ve B5) farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altında yükün artırılıp azaltılması ile yük-yerdeğiştirme eğrileri elde edilmiş ve elde edilen eğriler Şekil 5.1-6 'da verilmiştir. Şekilden de açık bir şekilde görüldüğü gibi, farklı maksimum pik yükleri altındaki yükleme eğrilerinin üst üste gelme karakterinden dolayı tek bir eğri şeklinde fit edilebileceği açıktır. Eğer, son derinlikler dikkate alınacak olursa, boşaltma eğrilerinin de benzer davranış gösterdiği açıkça ortadadır. Ayrıca, numuneler mekaniksel özellik bakımından elasto-plastik bir davranış göstermektedir.



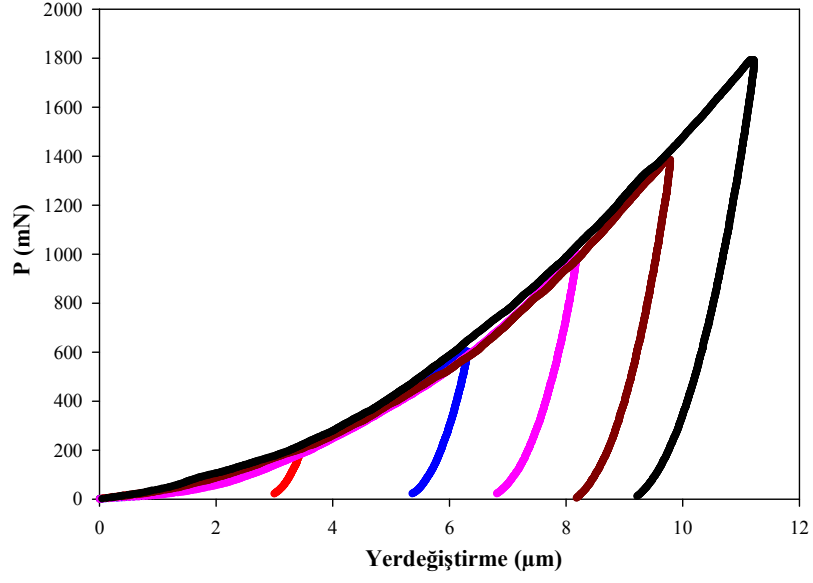
Şekil 5.1 B0 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer değiştirme eğrisi.



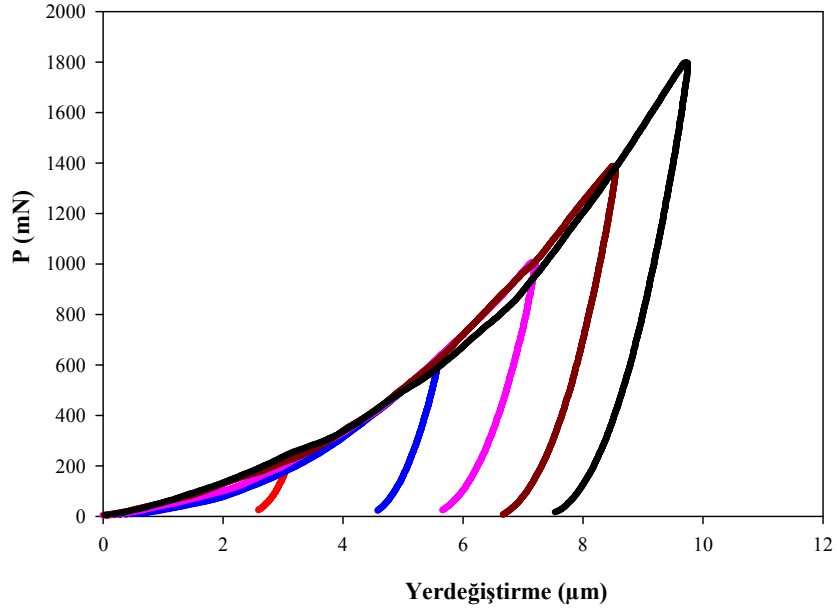
Şekil 5.2 B1 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer deęiřtirme eęrisi.



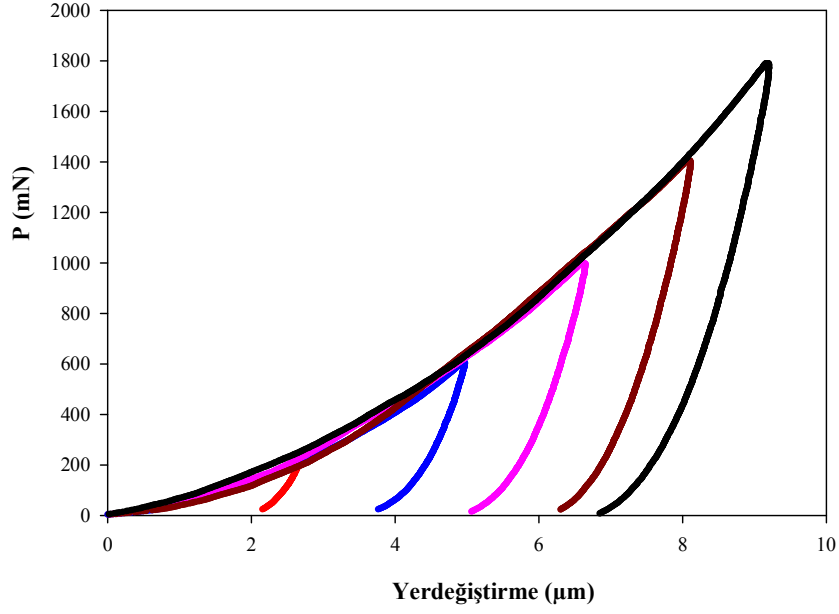
Şekil 5.3 B2 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer deęiřtirme eęrisi.



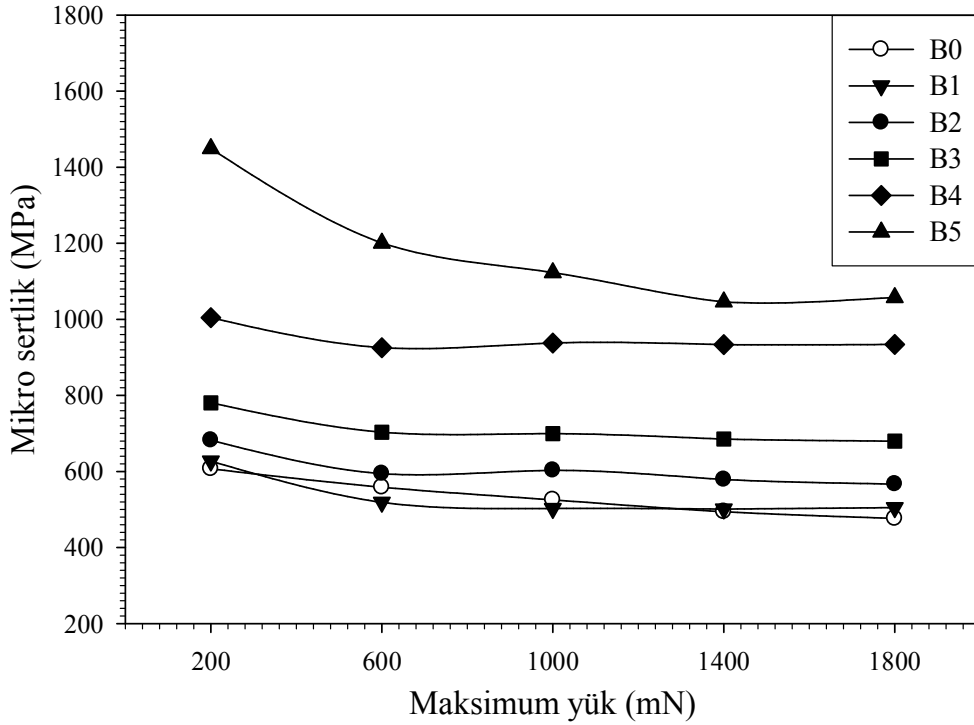
Şekil 5.4 B3 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer deęiřtirme eęrisi.



Şekil 5.5 B4 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer deęiřtirme eęrisi.



Şekil 5.6 B5 numunesinin farklı maksimum yükler (200, 600, 1000, 1400 ve 1800 mN) altındaki yük-yer değıştirme eğrisi.



Şekil 5.7 Oliver-Pharr yöntemine göre mikrosertlik değęerlerinin uygulanan maksimum yüke göre değışimi.

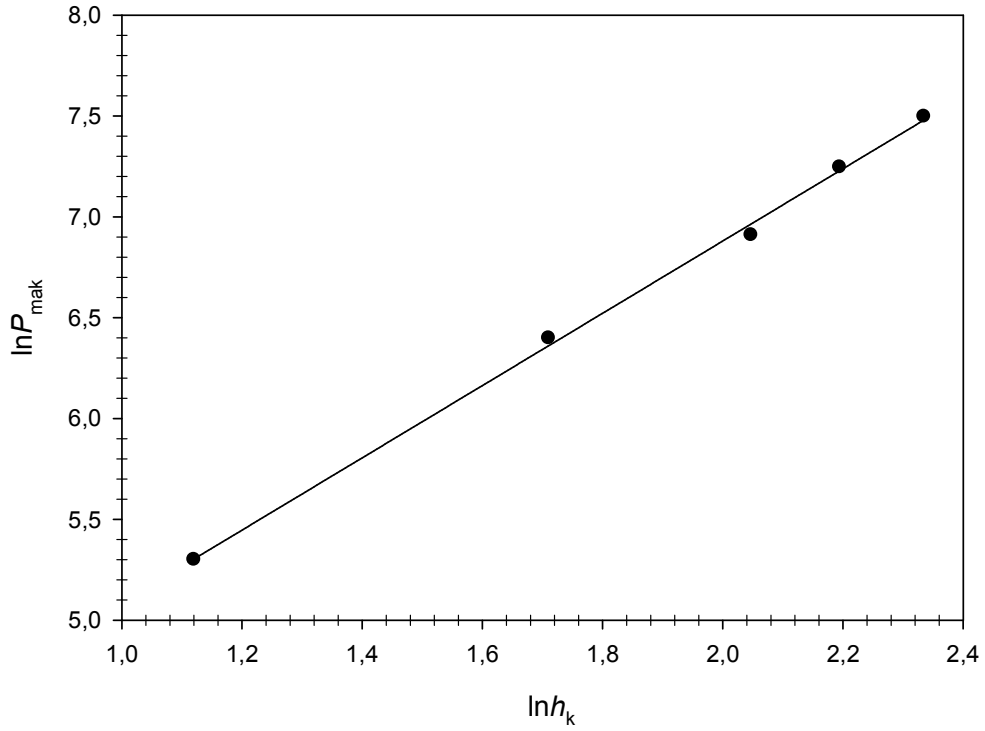
Bununla birlikte farklı yüklerdeki mikrosertlik değerleri Oliver-Pharr yöntemi ile hesaplandı. Uygulanan yük ile mikrosertlik değerlerinin değişimi Şekil 5.7’de gösterildi. Şekilden de görüldüğü gibi, % Zn miktarı ile birlikte BSCCO malzemesinin sertliğinin arttığı ve aynı zamanda yaklaşık 1400 mN’a kadar uygulanan yüklerle birlikte mikrosertlik değerlerinin lineer olmayan bir biçimde azaldığı ve daha sonra İBE doyuma ulaşma eğiliminde olduğu görülmektedir. Lineer olmayan bu davranış tipi YBCO ve BSCCO süperiletkenleri içinde gözlenmiştir. Bu olay genelde literatürde çok iyi bilinen İz Boyut Etkisi; İBE davranışına karşılık gelmektedir[61,62].

Ayrıca, literatürde bu davranışı açıklamak ve üzerinde çalışılan malzemelerin gerçek sertlik değerlerini belirlemek üzere bir çok model (Meyer yasası, Hays-Kendall yasası, Orantılı Numune Direnci; OND modeli ve Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnci; GOND modeli) ortaya konulmuştur. Bu çalışmamızda literatürde karşılaştırılmalı olarak verilen bu modelleri bizim numunelerimizi üzerinde de uygulayarak numunelerimiz için geçerli olacak olan gerçek sertlik değerlerini elde etmeye çalıştık.

5.2 Meyer Yasasına Göre Analiz

Meyer Yasası, İBE davranışını tanımlamak için en yaygın kullanılan bir denklemdir. Basit bir yük yasası olarak bu denklem ($P_{maks}=a_0h_k^n$), yerdeğiştirme h_k ve test yükü P_{mak} ile ilişkilidir. Denklemdaki a_0 ve n deneysel verileri, $lnP_{mak}-lnh_k$ grafiğine bir eğrinin fit edilmesinden direk olarak elde edilen sabitlerdir. Özellikle “ n ” üssü Meyer indisi olarak adlandırılır ve genellikle İBE davranışının bir ölçüsü olarak düşünülür. Bu çalışmada, incelenen numunelerden B0 malzemesi için mikro iz verileri $lnP_{mak}-lnh_k$ grafiğine göre çizimi Şekil 5.8’de verilmektedir.

Şekil 5.8’den de görüldüğü gibi veriler lineer bir ilişki gösterdi ve bu lineer ilişki dolayısıyla, Meyer yasasının mikroiz verilerini tanımlamak için uygun olduğu anlaşıldı. Bu eğrinin regresyon analizinden, a_0 ve n parametrelerinin en iyi fit değerleri elde edildi ve sonuçlar çizelge 5.1’de verildi.



Şekil 5.8 B0 numunesi için $\ln P_{maks} - \ln h_k$ grafiği.

Çizelge 5.1: Meyer yasasına göre inceleme sonuçları.

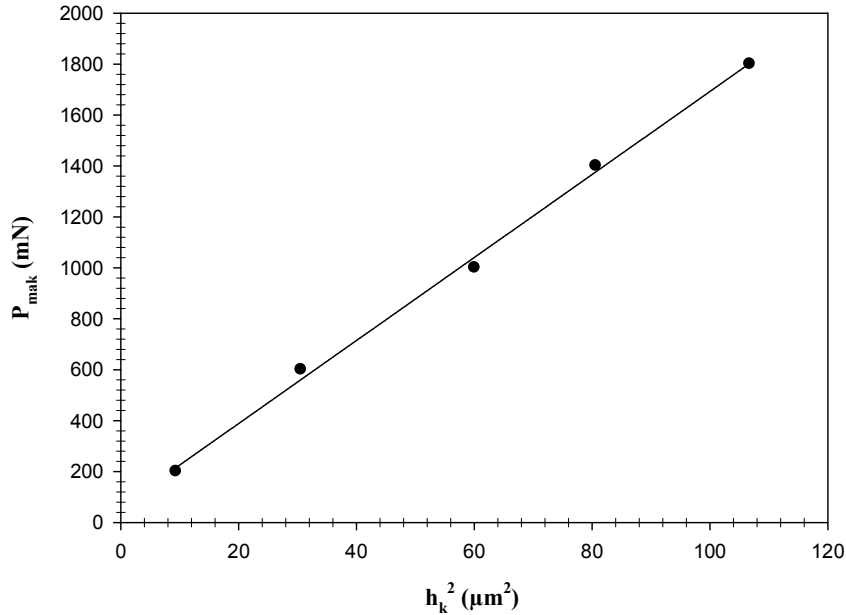
Numune	n	$\ln(a_0)$	R^2
B0	1,7917	3,2967	0,9983
B1	1,7974	3,2605	0,9973
B2	1,7802	3,4137	0,9978
B3	1,8398	3,4335	0,9989
B4	1,8860	3,5788	0,9994
B5	1,7532	4,0066	0,9990

Bu çizelgedende görüldüğü gibi, n değerlerinin 2'den küçük olması, İBE'nin varlığını da ortaya koymaktadır[30, 50, 61, 63]. Bu ayrıca, Şekil 5.7 den de yaklaşık 1400mN civarında görülen düzlüğe(platoya) geçişle açık bir şekilde doğrulanmaktadır. Bu düzlüğe geçiş noktası literatürden de iyi bilinen iki bölgeyi (yükte bağlı bölge ile yükten bağımsız bölge) birbirinden ayırmaktadır. Meyer kanunu yükten bağımsız bölge için elde edilen sabit sertlik değerini belirleyememekte ve bu geçişi tanımlayamamaktadır. Ayrıca bu kanun, İBE davranışının temelindeki sebeplerin anlaşılmasında yeterli

olamamaktadır[50,55,64-66]. Bundan dolayı, çalışmamızda kullanılan BSCCO numunelerinin sabit bir sertlik değerini tespit etmek ve İBE davranışının temelindeki sebepleri ortaya koyabilmek için Meyer kanuna ek olarak diğer modeller ile incelemeler yapılmıştır.

5.3 Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz

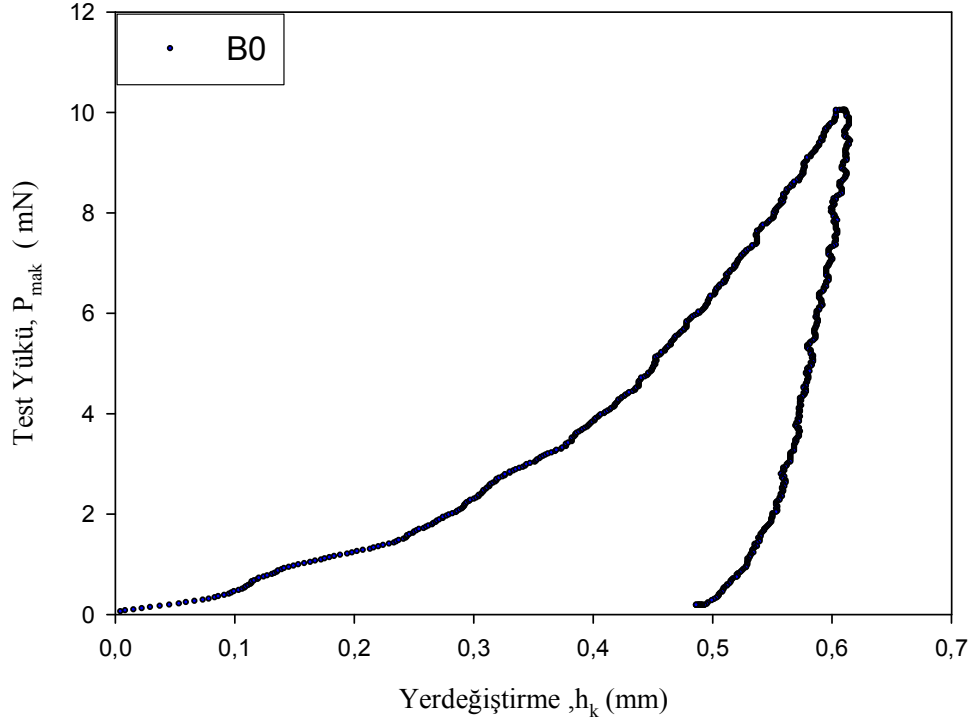
Hays ve Kendall (1973) tarafından çok sayıda malzeme üzerinde yapılan mikro sertlik testlerinde gözlenen İBE davranışı için, uygulanan test yükünün belirli bir limit değerinin altında sadece elastik deformasyon, bu değer üstünde İBE plastik deformasyon meydana geldiği ortaya konulmuştur. Ayrıca, test yükünün artmasına rağmen kritik yük değerine ulaşmadan izin büyüklüğünün artmadığı gözlenmiştir. Hays-Kendall tarafından, deneysel olarak ölçülen izin büyüklüğünün, uygulanan test yükü P_{mak} yerine etkin yük $P_{ektin}=P_{mak}-W$ ile orantılı olduğu Eşitlik 3.15’de verilmiştir. Bu denkleme göre $P_{mak}-h_k^2$ grafiği düz bir çizgi verecektir. Şekil 5.9’de B0 numunesi için verilen bu grafiğin uyum (korelasyon) katsayısı ($r^2=0.9975$) oldukça yüksektir.



Şekil 5.9 B0 numunesi için Hays-Kendall yaklaşımına göre, P_{mak} 'ın h_k^2 ye göre eğrisi.

Şekilden elde edilen fit değerleri İBE çizelge 5.2’de verilmiştir. Buradaki W değerlerine bakıldığında B0, B1, B2, B3, B4 ve B5 numuneleri için plastik deformasyonun oluşmasını sağlayacak minimum kuvvet değerleri (W) 28,8677 mN’den 80,3821 mN’a

kadar değişmektedir. Bu yük değerlerinin doğruluğunu tespit etmek için numunelerin üzerinde en küçük yük değeri(28,8677 mN) olan değerden daha küçük olan bir yük değeri için (10mN) ek bir deney yapılmış ve şekil 5.10'da sadece B0 numunesi için deneysel ölçüm sonucu verilmiştir.



Şekil 5.10 B0 numunesi için 10mN için yük yerdeğiřtirme eğrisi

Çizelge 5.2 Hays-Kendall yaklaşımına bağı grafik sonuçları.

Numune	C_1	W(mN)	R^2
B0	16,3011	62,6311	0,9975
B1	16,2784	44,1125	0,9980
B2	18,6160	41,0107	0,9984
B3	21,9688	28,8677	0,9979
B4	27,7906	41,8568	0,9982
B5	32,7794	80,3821	0,9971

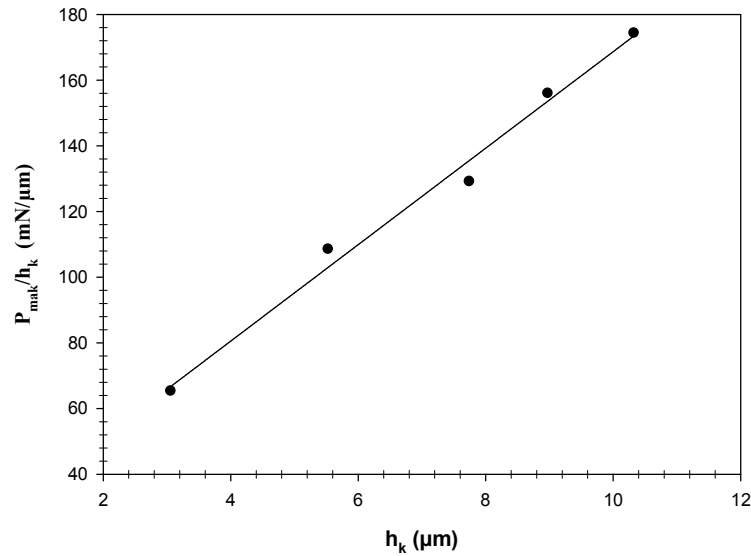
Bu yük değerinde dahi plastik deformasyonu oluştuğu tespit edilmiş ve Şekil 6.10'da görüldüğü gibi yükleme ve boşaltma kısımları belirgin bir şekilde birbirinden farklı yollar izlediği görülmüştür. Plastik deformasyon meydana gelmesi için Hays-Kendall yaklaşımından belirlenen yük değerleri kabul edilmeyecek kadar büyük olduğundan dolayı bu yaklaşım ile mikrosertlik verilerinin analiz edilmesi uygun değildir.

5.4 Orantılı Numune Direnç(OND) Modeline Göre Analiz

Orantılı Numune Direnç(OND) modeli, İBE davranışını analiz etmek için kullanılan Hays-Kendall yaklaşımını geliştirilmiş bir şeklidir. Bu model kalıcı deformasyona karşı numune direncini iz boyutunun bir fonksiyonu olarak (yani $W = a_1 h_k$) tanımlar. Li et al.[43], bu modelin farklı malzemeler için mikrosertlik testlerinde gözlenen İBE davranışının orijinini başarılı bir şekilde açıklayabileceğini ortaya koymuşlardır. Bu modele göre yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamanın iki yolu vardır. Birincisi

$$H_{OND1} = \frac{P_{maks} - a_1 h_k}{26.43 h_k^2} \text{ ve ikincisi ise } H_{OND2} = \frac{a_2}{26.43} \text{ dir.}$$

Bu hesaplama yolları incelendiğinde, H_{OND1} değeri a_1 , P_{maks} ve h_k parametreleri kullanılarak hesaplanırken, H_{OND2} değeri sadece a_2 sabitine bağlı bir değer verir. Bu teoriye göre P_{maks}/h_k 'ye göre h_k eğrisi teorik olarak düz bir çizgi verir (şekil 5.11).



Şekil 5.11 B0 numunesi için $P_{maks}/h_k - h_k$ grafiği.

Şekil 5.11'den eğrinin eğimi ve y eksenini kestiği nokta dikkate alınarak a_1 ve a_2 parametreleri kolaylıkla elde edilebilir, en iyi fit parametreleri (a_1 ve a_2) ve aynı zamanda yükten bağımsız sertlik değerleri (H_{OND1} ve H_{OND2}) Çizelge 5.3'de verilmiştir. Çizelgedende görüldüğü gibi, H_{OND1} ve H_{OND2} değerleri 554,9 MPa'dan 1107,1 MPa'a kadar değerler almaktadır. Bu değerler beklenildiği gibi birbiri ile uyum içerisindedir. Ayrıca korellasyon sabiti İBE oldukça yüksektir.

Çizelge 5.3 OND modeline bağlı grafik sonuçları.

Numune	a_1 (N/ μm)	a_2 (N/ μm^2)	R^2	H_{OND1} (GPa)	H_{OND2} (GPa)
B0	21,8019	14,6859	0,9890	0,5549	0,5556
B1	17,2654	14,9058	0,9912	0,5661	0,5639
B2	20,0820	16,7755	0,9914	0,6375	0,6347
B3	15,9959	20,3508	0,9930	0,7718	0,7699
B4	15,0942	26,5759	0,9954	1,0047	1,0055
B5	35,9972	29,2624	0,9945	1,1064	1,1071

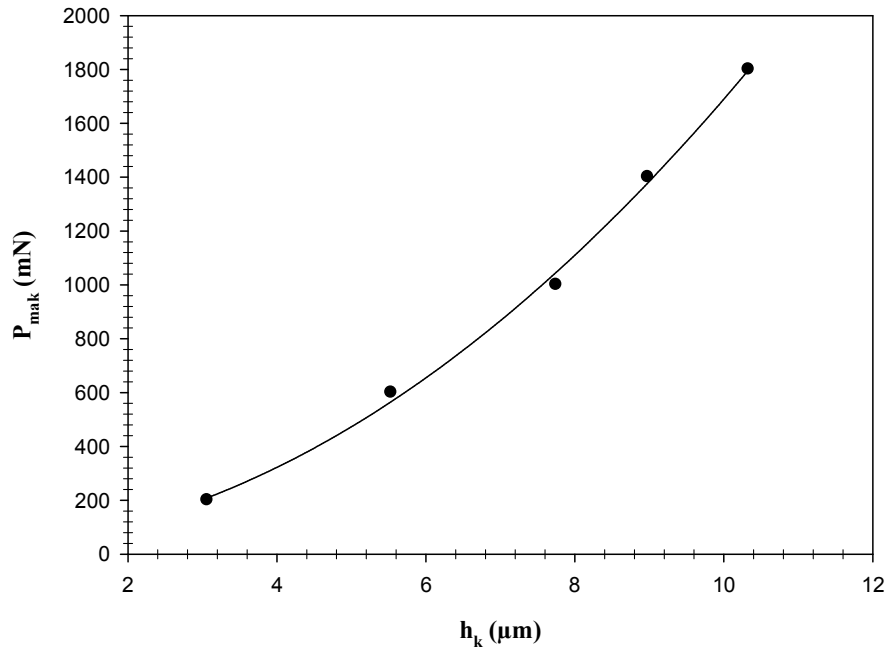
Diğer bir yandan, OND modeli kullanarak hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerlerinin bazılarının plato değerlerinin (Şekil 3.10) üzerinde bazılarının İBE plato değerlerinin altında olduğu görüldü. Quinn ve Quinn yaklaşımı ışığında, gerçek sertlik değerinin plato değeri olduğu bilinmektedir. Bu sebeple, çalıştığımız BiPbSrCaCuO malzemeleri için OND modelinden hesaplanan sertlik değerlerinin uygun olmayacağı ve üzerinde çalıştığımız malzemelerde gözlenen İBE davranışının açıklanmasında OND modelinin yetersiz olabileceği sonucuna varıldı.

5.5 Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnç(GOND) Modeline Göre Analiz

Orantılı Numune Direnç(OND) modeline göre $h_k=0$ olduğu zaman, test numune direnci ($W=a_1h_k$) sıfır olur. Bu da malzemede kalıcı deformasyon üretebilmek için gerekli olan minimum yükün sıfır olması gerektiğini ifade eder. Oysaki, Gong ve arkadaşları [50] bu durumun uygun olmayacağını ve zımparalama ve parlatma işlemine tabi tutulan test numune yüzeyinin sıkıştırılmış bir yay gibi düşünülebileceğini rapor etmişlerdir. Ayrıca, OND modelindeki (P_{maks}/h_k)'nin h_k ' ye göre grafiğindeki lineerlikten sapmanın

plastik deformasyona karşı test numune direncinin yanlış tanımlanmasından kaynaklanabileceğini ve bu yüzden, OND modelinin geliştirilebileceğini önermişlerdir.

İBE davranışını analiz etmek için GOND modelinin uygulanabilirliği ile ilgili birçok çalışma yapılmıştır. Bu modele göre, a_2 parametresi Eşitlik 3.21'deki a_2 parametreleriyle aynı fiziksel anlama sahiptir. Bu yüzden, bu parametre daha önce bahsedilen OND modelindeki gibi H_{GOND} yükten bağımsız sertlik değerlerini elde etmemizi sağlar ve a_2 parametreleri deneysel olarak elde edilen P_{mak} 'ın h_k 'ya göre grafiğinden hesaplanabilir. a_2 parametresi tıpkı OND modelinde olduğu gibi GOND modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değeriyle ilişkilidir. B0 malzemesi için P_{maks} 'ın h_k 'ya göre grafiği Şekil 5.12'de gösterilmiştir. Bu eğriden tahmin edilen en iyi fit parametreleri a_0 , a_1 , a_2 ve R^2 değerleri çizelge 5.4'de verilmiştir.



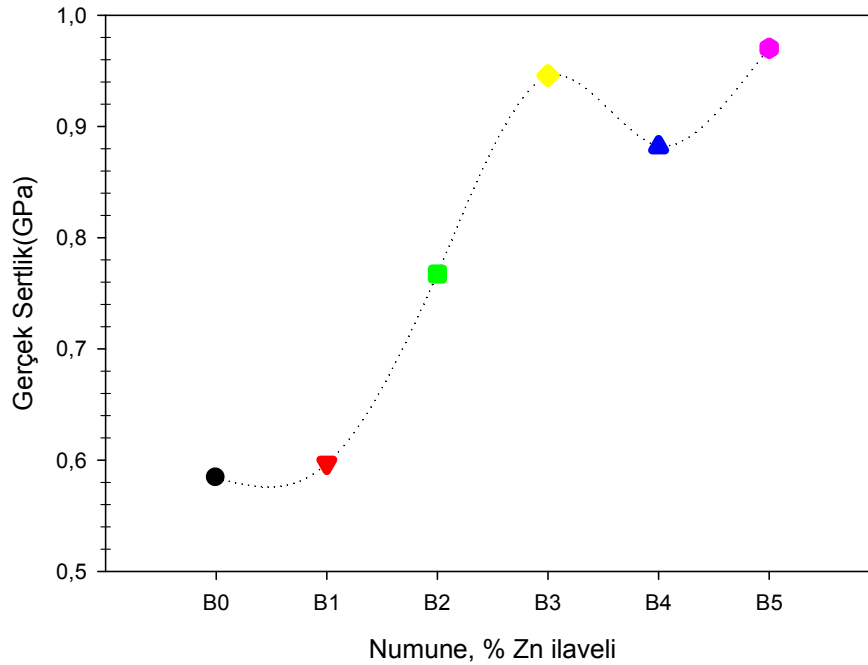
Şekil 5.12 B0 numunesinin P- h_k grafiği.

Çizelge 5.4'den de görüleceği gibi eğrinin korelasyon sabiti oldukça yüksektir. Aynı zamanda, yükten bağımsız sertlik değerleri literatürle uyum içerisindedir[15,62]. Bununla birlikte, plato değerlerine bakıldığında, GOND modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin OND modelinden elde edilenlere göre plato bölgesine daha yakın olduğu görülmüştür.

Çizelge 5.4 GOND modeline bağlı grafik sonuçları.

Numune	$P_{mak} = a_0 + a_1 h_k + a_2 h_k^2$ Denklemde Yer Alan Sabitler				H_{GOND} (GPa) {= $a_2 / 26,43$ }
	a_0 (mN)	a_1 (mN/ μm)	a_2 (mN/ μm^2)	R^2	
B0	28,2802	11,7874	15,4363	0,9976	0,5840
B1	23,7387	6,8885	15,7780	0,9980	0,5969
B2	99,0597	-21,2885	20,2831	0,9986	0,7674
B3	120,3574	-35,9079	24,9971	0,9984	0,9457
B4	-69,8453	47,9578	23,3117	0,9989	0,8820
B5	-60,4491	68,5503	25,6456	0,9985	0,9703

Bu sebepten dolayıdır ki gerçek sertlik değerinin (yükten bağımsız sertlik) bulunması için GOND modelinin, literatürde farklı malzemeler üzerinde yapılan çalışmalar da[50, 61] dikkate alındığında bunları destekler biçimde, BSCCO malzemelerinin gerçek sertlik değerlerini belirlemede en geçerli model olabileceği sonucuna varılmıştır. Süperiletken numunelerin gerçek sertlik değerinin artan Zn ilavesiyle değişimi Şekil 5.13’de vrilmektedir.



Şekil 5.13 Süperiletken numunelerin gerçek sertlik değerinin artan Zn ilavesiyle değişimi.

Bununla birlikte yapılan arařtırmalar sonucunda elde edilen sonuçlar ařađıdaki gibi özetlenebilir.

1. %Zn miktarı ile birlikte BSCCO süperiletkeninin sertliđi artmıřtır.
2. Diđer süperiletkenlere (MgB_2 ve $YBaCuO$) benzer řekilde $BiPbSrCaCuO$ süperiletkeninde iz boyutu etkisi gösterir. Yani ölçülen sertlik deđerleri iz yükünün artmasıyla ekspozansiyel olarak azalan bir eğilim göstermektedir.
3. Meyer yasası, deneysel verilerin tanımlanmasında çoğunlukla yeterli olmaktadır. Ancak, gözlenen İBE davranıřının olup olmadıđı noktasında bize bilgi verir fakat bu davranıřın orijini hakkında bilgileri ortaya koymakta başarılı deđildir.
4. Hays-Kendall modelinin, bařlangıç deformasyonunu oluřturmak için gerekli olan minimum yük miktarı (W) deđerinin belirlenmesinde yetersiz olduđu açıkça ortaya konulmuřtur.
5. OND modelinden elde edilen yükten bađımsız sertlik deđerlerinin, bazılarının plato bölgesinin üstünde bazılarının İBE plato bölgesinin altında kalması sonucu, bu modelin BSCCO malzemesinde gözlenen İBE davranıřının analizinde yetersiz kalacađı kabul edilmiřtir.
6. Yüksek korelasyon sabiti ve plato bölgesine yakın deđerler göz önünde bulundurulduđunda, Geliřtirilmiř Orantılı Numune Direnci (GOND) modeliyle hesaplanan gerçek sertlik (yükten bađımsız sertlik) deđerlerinin, diđer modellerden elde edilen sertlik deđerlerine göre daha uygun olduđu ortaya konulmuřtur.

7. ÖNERİLER

Birçok malzemede gözlenen İz Boyut Etkisi (İBE) davranışının orijinini açıklayabilecek ve farklı malzemelerin gerçek sertlik değerini ortaya koyabilecek daha iyi bir modelin bulunması üzerindeki çalışmalar bilime önemli bir katkı sağlayacaktır. Ayrıca, literatürdeki bazı araştırmacılar tarafından yapılan farklı çalışmaların sonuçların karşılaştırılması bu alanda yapılan çalışmalara destek sağlayacaktır. Bununla birlikte, BiPbSrCaCuO süperiletken malzemesine değişik katkılar yapılarak bu malzemenin mekaniksel özelliklerinde meydana gelecek değişiklikler, bu malzemenin teknolojiye kullanım alanlarını genişletecektir.

KAYNAKLAR

- [1] Callister, W.D., Fundamentals of Materials Science and Engineering, 5th ed., John Wiley & Sons Inc. 2005.
- [2] Callister W.D. Materials Science and Engineering: An Introduction, 7th ed., John Wiley & Sons, Inc. 2007.
- [3] Askeland D.R., The Science and Engineering of Materials, Nelson Thornes Ltd. London, 2001.
- [4] http://tr.wikipedia.org/wiki/Young_katsay%C4%B1s%C4%B1, 2010
- [5] Howard E. Boyer, Hardness Testing, ASM International Metals Park, Ohio, 44073, USA.
- [6] Rovira, D.J.J.R., Mechanical properties of HTSC at micro/nanometric scale, Doktora tezi, University of Barcelona Faculty of Chemistry Department of Materials Science and Metallurgical Engineering, Barcelona, 2010.
- [7] Choi Y., Van Vliet, K. J., Li, J. ve Suresh, S., Size effects on the onset of plastic deformation during nanoindentation of thin films and patterned lines, J. Applied Physics, 94, 9, 6050-6058, 2003.
- [8] Oliver, W. C. and Pharr, G. M., An Improved Technique For Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments, J. Mater. Res., 7, 6, 1564-1583, 1992.
- [9] http://www.allaboutgemstones.com/mohs_hardness_scale.html, 2010.
- [10] Dieter, G.E., Mechanical Metallurgy, McGraw Hill, New York, Toronto, London, 1961.
- [11] Smith, W.F., Malzeme Bilmi ve Mühendisliği, Çev. Kınıkoğlu N.G., Literatür Yayınları, İstanbul, 2001.
- [12] Bergsman, E.B., The Micro-hardness Tester, Victor pettersons, Bokindustriaktiebolag, Stockholm, 1945.
- [13] Meyer E., Untersuchungen iiber Hartepriiung und Harte, VDI Z., 50 645-654, 740-748, 835-844, 1908.
- [14] Shaw, M.C. and DeSalvo, G.J., Anew Approach to Platicly and its Application to Blunt Two-Dimentional İndenters, Trans.ASME J.Eng. Industry, 92, 469-479, 1970.
- [15] Aydin, H., Cakiroglu, O., Nursoy, M., and Terzioglu, C., Mechanical and Superconducting Properties of the $\text{Bi}_{1.8} \text{Pb}_{0.35} \text{Sr}_{1.9} \text{Ca}_{2.1} \text{Cu}_3 \text{Gd}_x \text{O}_y$ System, Chinese Journal of Physics, 47, 2, 2009.

- [16] Tabor, D., *The Hardness of Metals*, Oxford university Pres, New York, J.Inst. Met., 79, 1, 1951.
- [17] Cahoon, J.D., Broughton, W.H. and Kutzak, A.R., *The Determination of Yield Strength From Hardness Measurements*, Metallurgical Transactions , 2, 7, 1979-1983, 1971.
- [18] Kölemen, U., Çelebi, S., Karal, H., Öztürk, A., Çevik,U., Nezir, S., ve Görür, O., *Superconducting and Vickers Hardness Properties of ZnO-added YBCO Polycrystalline Superconductors* , Phys. Stat. Sol. (b) 241, No. 2, 274 – 283, 2004.
- [19] Franco, A. R., Pintaúde, G., Sinatoraa, A., Pinedoc, C. E., Tschiptschina, A. P., *The Use of a Vickers Indenter in Depth Sensing Indentation for Measuring Elastic Modulus and Vickers Hardness*, Materials Research, 7, 3, 483-491, 2004.
- [20] Chanya, C., Pojjanut, B., and Paitoon, D., *Effect of Indentation load and Time on Knoop and Vickers Microhardness Tests for Enamel and Dentin.*, Mat. Res., 12, 4, 473-476,2009.
- [21] Crow, T.B. and Hinsley, J.F., *J. Inst. Met.* 72, 461–485,1946.
- [22] ASTM Standart E334-69 <http://www.ndt-ed.org/GeneralResources/Standards/ASTMStandards.htm>.
- [23] Bückle H., *In Science of Hardness Testing and its Research Applications*, ed. J. H. Westbrook and H. Conrad, p. 453, American Society for Metals, Metals Park, OH,1971.
- [24] Tarasov, L. P. and Thibault, N. W., *Determination of Knoop Hardness Numbers Independent of Load*,Trans. Am. Soc. Metals, 38, 331-353,1947.
- [25] Carter, C. B., Norton, M.G., *Ceramic Materials*, Springer,2007.
- [26] Brinell, J.A., 2ième Congres. Internationale Méthodes d’Essai, Paris, 1900.
- [27] Oliver, W. C. and Pharr, G. M., *An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments*, J. Mater. Res., 7, 6, 1564-1583,1992.
- [28] Loubet, J.L., Georges, J.M., Marchesini, O. and Meille, G., *Vickers Indentation Curves of Magnesium Oxide (MgO)*, J. Tribology 106, 43,1984.
- [29] Doerner, MF and Nix, WD., *A Method for Interpreting the Data From Depth-Sensing Indentation Instruments*, J. Mater. Res. 14, 601-609,1986.
- [30] Şahin, O., *Beta-Sn Tek Kristallerinin Bazı Mekaniksel Özellikleri ile Kristal Yönelimi Arasındaki İlişki*, Doktora tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta, 2006.

- [31] Yamak, E., MgB₂ Süperiletkeninin Gerçek Sertlik Değerinin Dinamik Mikrosertlik Tekniğiyle İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, GOP Üniv. Fen Bilimleri Enstitüsü, Tokat, 2007.
- [32] Bulychev, S.I., Alekhin, V.P., Shorshorov, M.Kh., Ternovskii, A.P. and Shnyrev, G.D., *Zavod Lab.* 41, 1137,1975.
- [33] Cripps-Fischer, A. C. Study of Analysis Methods of Depth-Sensing Indentation Test Data for Spherical Indenters, *Journal of Materials Research*, 16 (6), 1579-1584,2001.
- [34] Pharr, G.M, Measurement of Mechanical Properties by Ultra-Low Load Indentation, *Mater. Sci. Eng. A* 253, 151–159,1998.
- [35] Roa, J.J., JiménezPiqué, E., Capdevila, X. G. and Segarra, M., J. *Eur. Ceram. Soc.*, 2009.
- [36] King, R.B., Elastic Analysis of Some Punch Problems for a Layered Medium, *Int. J. Solids Struct.*, 23, 1657–1664,1987.
- [37] Simmons, G. and Wang, H., *Single Crystal Elastic Constants and Calculated Aggregate Properties: A Handbook*, MIT Press, Cambridge, MA, 1971.
- [38] Ashcroft, I.A. and Spinks, GM., A method of monitoring water absorption in polymers using a depth sensing indentation system. *J Mater Res.*,11:529–536,1996.
- [39] Bolshakov, A., ve Pharr, G. M. Influences of Pileup on The Measurement of Mechanical Properties by Load and Depth Sensing Indentation Techniques. *Journal of Materials Research*, 13 (4), 1049-1058,1998.
- [40] Zagoulaev, S., Monod, P., and Jegoudez, J., Magnetic and Transport Properties of Zn-doped YBa₂Cu₃O₇ in the Normal State, *Phys. Rev. B* 52, 10474,1995.
- [41] Mott, B.W., *Microindentation Hardness Testing*, Butterworths Scientific, London 101–139,1956.
- [42] Hays, C. and Kendall, E.G., An analysis of Knoop microhardness, *Metall* 6, 275-282,1973.
- [43] Li, H., Han, Y.H. and Bradt, R.C., Knoop microhardness of single crystal sulphur ,*J. Mater. Sci.*, 29 ,5641–5645,1994.
- [44] Lee, W. C., *J. Korean Phys. Soc.*, 27, 714 ,1994.
- [45] Li, H. and Bradt, R. C., The Microhardness Indentation Load/Size Effect in Rutile and Cassiterite Single Crystals, *J. Mater. Sci.*, 28, 917-926,1993.

- [46] Samuel, R., Chandrasckar, S., Farris, T. N. and Licht, R. H., Effect of Residual Stresses on the Fracture Strength of Ground Seramics, *J. Am. Ceram. Soc.*, 72, 1960-1966,1989.
- [47] Lawn, B. R. and Wilshaw, T. R., Indcntation Fracture Principles and Applications. *J. Mater. Sci.*, 10, 1049—1081,1975.
- [48] Lawn, B. R. and Marshall, D. B., Indentation Fracture and Strength Degradation in Ceramics, In *Fracture Mechanics of Ceramics 3*, cd. R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange. Plenum, New York, 205—230,1978.
- [49] Frohlich, F., Grau, P. and Wrellmann, W., Performance and Analysis of Rercording Microhardness Tests. *Physics Status Solidi*, 42, 79—89,1977.
- [50] Gong, J., Wu, J., ve Guan, Z., Examination of the indentation size effect in low-load vickers hardness testing of ceramics, *Journal of European Ceramic Society*, 19 (15), 2625-2631,1999.
- [52] Khalil, S.M., Enhancement of Superconducting and Mechanical Properties in BSCCO with Pb Additions, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 62, 457-466,2001.
- [53] Uzun, O., Karaaslan,T., Keskin M., Hardness evaluation of $Al_2Si_{10}Sb$ Melt Spun Ribbons, *J. Alloys and Compd.*, 358, 104-111,2003.
- [54] Pinheiro L.B.de L.G., Jurelo A.R., Serbena F.C., Jr.Rodrigues P., Foerster C.E. ve Chinelatto A. L., Mechanical Characterization of Melt-Textured $Y_{0.95}Er_{0.05}Ba_2Cu_3O_{7-8}$ Superconductor Prepared in Air, *Physica C: Superconductivity*, Volume 470, Issues 11-12, 465-469,2010.
- [55] Seki, H., Wongsatanawarid, A., Kobayashi, S., Ikeda, Y. ve Murakami, M., Effects of Binder Addition on the Mechanical Properties of Bulk Y–Ba–Cu–O Superconductors, *Physica C*, 470, 1177–1180,2010.
- [56] Kim, T.W., Joo J., Nah, W., Yoo, K., ve Lee, S.H., Development and Characterization of Sheath Alloys for Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Superconductor Tape, *Applied Superconductivity*, 10, 1,1186–1189,2000.
- [57] Yoshino, Y., Iwabuchi, A., Noto, K., Sakai, N., Murakami, M., Vickers Hardness Properties of YBCO Bulk Superconductor at Cryogenic Temperatures, *Physica C*, 357, 796-798,2001.
- [58] Miyamoto, T., Nagashima, K., Sakai, N. ve Murakami, M., Mechanical Properties of Bulk Superconductors, *Supercond. Sci. Technol.*, 13 816,2000.

- [59] Karaca, I., Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerin Üretimi ve Katkı Maddelerinin Fiziksel Özellikler Üzerine Etkisi, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, 2001.
- [60] Karaca, I., Çelebi, S., Kölemen, U., Öztürk, A., Amonyum Nitrat Yöntemi ile Üretilen Bi-Pb-Sr-Ca- Cu-O Süperiletken Yapıya Zn İlavesinin Etkisinin X-Işını Kırınım Desenleri ve Mikroyapı Analizi, II. Ulusal Yüksek sıcaklık süperiletkenler Sempozyumu, Malatya, 2001.
- [61] Kölemen, U., Analysis of İBE in Microhardness Measurements of Bulk MgB₂ Superconductors Using Different Models, J. Alloys and Compd., 425 429-435,2006.
- [62] Yilmazlar, M., Özturk, O., Aydın H., Akdoğan, M.,ve Terzioglu, C., The Effect of Sm→Ca Substitution on Mechanical Properties of BSCCO Superconductors, Chinese journal of physics, 45, 2-1, 2007.
- [63] Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi, S. And Güçlü, N., Modulus and Hardness of Polycrystalline Superconductors by Dynamic Microindentation Technique, J. Eur. Ceram. Soc., 25, 969-977, 2005.
- [64] Peng, Z., Gong, J.and Miao, H., On the Description of Indentation Size Effect in Hardness Testing for Ceramics: Analysis of the Nanoindentation Data, Journal of the European Ceramic Society, 2004.
- [65] Weiss, H.J., On Deriving Vickers Hardness from Penetration Depth, Physica Status Solidi (a), 1987.
- [66] Çelebi, S., Kölemen, U., Malik, A. I. and Öztürk, A., Effects of ZnO additions on the Magnetic Behaviour in YBCO Superconductors, Physica Status Solidi A, 194, 260-270, 2002.