

Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Nigde Omer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

> ISSN: 2564-6605 Araştırma / Research



SICAKLIK GRADYENTİNİN MİKROYAPI VE MİKROSERTLİĞE ETKİSİ

Sevda ENGİN^{1,*} 10, Uğur BÜYÜK² (10, Necmettin MARAŞLI³ (10)

¹ Dumlupınar Üniversitesi, Simav Teknoloji Fakültesi, Enerji Sistemleri Mühendisliği, Kütahya, Türkiye ² Erciyes Üniversitesi, Eğitim Fakültesi, Matematik ve Fen Bilimleri Eğitimi Bölümü, Kayseri, Türkiye ³ Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya ve Metalurji Fakültesi, Malzeme ve Metalurji Mühendisliği, İstanbul, Türkiye

ÖZET

Al–6.5Ni–1.5Fe (ağ.) ötektik bileşiminde hazırlanan alaşım sabit katılaştırma hızında (V = 16.57 μ m/s) ve beş farklı sıcaklık gradyentinde (G = 3.23–8.52 K/mm) Bridgman Tipi fırın yardımıyla kontrollü doğrusal katılaştırılarak sıcaklık gradyentinin (G) alaşımın mikroyapı (λ) ve mikrosertlik (HV) özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Yapılan deneyler sonucunda oluşan mikroyapılar arası mesafe ve mikrosertlik değerleri ölçülerek sıcaklık gradyentinin mikroyapı ve mikrosertlik üzerine etkisi ortaya çıkarılmıştır. Bu fiziksel özellikler arasındaki ilişki ise lineer regresyon analizi ile belirlenerek benzer deneysel sonuçlarla elde edilen veriler kıyaslanmıştır.

Anahtar kelimeler: Kontrollü katılaştırma, Sıcaklık gradyenti, Mikroyapı, Mikrosertlik.

THE EFFECT OF TEMPERATURE GRADIENT ON MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS

ABSTRACT

Al-6.5Ni-1.5Fe (wt.) alloy was directionally solidified upward at a constant growth rate (V = 16.57 μ m/s) and with five different temperature gradients (G = 3.23–8.52 K/mm) by using a Bridgman type directional solidification furnace. In this way it was investigated effect of temperature gradient (G) on microstructure (λ) and microhardness (HV). The distance between microstructures and microhardness values were measured and the effect of temperature gradient on microstructure and microhardness was determined. The relationship between physical properties was determined by linear regression analysis and with the data obtained similar experimental results were compared.

Keywords: Solidification, Temperature gradient, Microstructure, Microhardness.

1. GİRİŞ

Endüstride kullanılan pek çok malzeme katılaştırma ve katılaştırma sonrası uygulanan işlemler neticesinde istenilen özelliklere ulaştırılan alaşımlardır. Alaşımların ise genellikle çok bileşenli yapıya sahip olmaları nedeniyle, alaşımı oluşturulacak elementlerin bileşen miktarları (C_0), işlem parametreleri (sıcaklık gradyenti G, katılaştırma hızı V) ve bunların nasıl kontrol edileceği malzeme biliminin temel zorluklarını oluşturmuştur.

Katılaştırma süreci, temelde saf malzemelerde tek fazlı büyütme işlemi için veya ikili ötektik ve peritektik sistemlerde oluşan iki fazlı sistemlerde meydana gelen reaksiyonları anlamak için öncülük etse de çok bileşenli malzemeleri incelemek için de kullanılan yöntemler arasındadır [1–22]. Bu nedenle özellikle son zamanlarda çok bileşenli alaşımların katılaştırılması ve alaşımların katılaştırma sürecindeki davranışları, malzemelerin farklı özelliklerini anlamak bakımından oldukça dikkat çekmektedir [22]. Bu amaç doğrultusunda literatürde yapılan çalışmalara bakıldığında farklı katılaştırma hızlarında, sabit bileşen ve sabit sıcaklık gradyentinde hazırlanmış oldukça fazla çalışma görülmekle birlikte sıcaklık gradyentinin alaşımların fiziksel özelliklerini nasıl etkilediğini inceleyen çalışmalar daha sınırlıdır [1–21].

Son yıllarda alüminyum içerisine farklı oranlarda elementler katkılanarak oluşturulan alaşımların yüksek sıcaklıklarda dayanımın, mekanik mukavemetini, iletkenlik özelliğini çok etkilenmeden korozyon özelliklerini artırmak için kullanılabileceği belirtilmektedir [23–26]. Katkı oranlarının düşük olması maliyeti de çok artırmayacağı için ticari olarak katkılı Al alaşımlarının kullanımını ayrıca artırmaktadır [23–26]. Özellikle endüstride yapılacak işlem ve kullanılacakları bölgelere göre alaşımların özelliklerini bilmek malzemeleri kullanacak mühendisler için çok büyük önem taşımaktadır.

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: sevda.engin@dpu.edu.tr

Geliş / Recieved: 11.10.2019 Kabul / Accepted: 27.01.2020 doi: 10.28948/ngmuh.632128

Ayrıca malzemelerin özelliklerini belirleyebileceğimiz simülasyonlar ve teorik modeller geliştirilebilmesi için veri tabanlarını oluşturacak bilgiler toplanmış olacaktır. Böylece özel şartlar için kullanılacak malzemelerin verileri önceden belirleneceğinden endüstride zaman ve maliyet kazanımı sağlayacaktır [22].

Verilen bilgiler kapsamında bu araştırmanın amacı Al–Fe–Ni (Al–ağ.%6.5Ni– ağ.%1.5Fe) ötektik alaşımı kontrollü katılaştırma yöntemi ile sabit katılaştırma hızında beş farklı sıcaklık gradyentinin etkisinde kontrollü doğrusal katılaştırılarak alaşımın mikroyapı ve mikrosertlik değerleri belirlemektir. Özellikle ötektik bileşim tercih edilerek aynı zamanda alaşım içerisinde meydana gelen mikroyapı (λ), mikroyapının düzeni, oluşan intermetalik bileşiklerin alaşımın mikrosertlik değerine katkısı incelenecektir.

2. DENEYSEL SÜREÇ

2.1. Alaşımın Hazırlanması, Doğrusal Katılaştırma ve Metalografi

Bu çalışma kapsamında faz diyagramı ile belirlenen Al–%6.5ağ.Ni–%1.5ağ.Fe ($T_e = 638$ °C) ötektik bileşime göre stokiyometrik hesaplamalar yapılarak elementlerin kütlece miktarları belirlenmiştir. Ötektik bileşime ait alaşımı oluştururken *Alfa Aesar* marka %99.99 saflıktaki alüminyum, %99.95 saflıktaki nikel ve %99.97 saflıktaki demir elementleri kullanılmış ve *AND GX 600* markalı hassas terazi ile tartılmıştır. Kütle miktarları belirlenen ve ergime sıcaklığı en düşük olan alüminyum elementi ($T_e = 660$ °C) silindir biçimli grafit kalıba (dış çapı 40 mm, iç çapı 30 mm ve 250 mm uzunluğunda) konularak Şekil 1.(a)'da şematik gösterimi verilen vakumlu ergitme firmi içine yerleştirilmiştir. Bu süreçte vakumlu ergitme firmin sıcaklığı Al–Ni–Fe ötektik alaşımın erime sıcaklığının 100–150 °C üzerindeki sıcaklığa ayarlanmıştır. Vakumlu ergitme firmi içerisinde ergiyen alüminyuma belirlenen miktarlardaki nikel ($T_e = 1455$ °C) ve demir ($T_e = 1538$ °C) sırasıyla eklenmiş ve 20 dakikalık aralıklarla homojen alaşım oluşuncaya kadar grafit çubuk ile karıştırılmıştır. Böylece vakum altında elementler oksitlenmeden alaşım haline getirilmiştir. Vakumlu ergitme firmi için ayrıntılı bilgi kaynak [27]'de verilmiştir.

Numunelerin kalıp malzemesi, alaşımı hazırlamak için kullanılan potalar ve karıştırıcı olarak ise *Morgan* marka grafit tercih edilmiştir. Çünkü grafit, tornada işlenebilir dolayısıyla istenilen özelliklerde kalıp haline getirilebilir, metal malzemelerle tepkimeye girmez ve erime sıcaklığının oldukça yüksek olması nedeniyle alaşım hazırlanırken yüksek sıcaklık çalışma imkânı sağlar.

Vakumlu eritme firini içerisinde alaşım oluşturulurken iç çapı 4 mm, dış çapı 6.35 mm ve 200 mm uzunluğunda 6 adet silindir şeklindeki numune kalıplarına aynı anda oluşturulan alaşımı doldurabilmek için Şekil 1(b)'de şematik gösterimi verilen döküm firini kullanılmıştır. Döküm firininin üst isiticisi oluşturulan alaşımın erime sıcaklığının 100–150 °C üzerindeki sıcaklığa ayarlanırken, alt isiticisi alaşımın erime sıcaklığının 50 °C üzerindeki sıcaklığa ayarlanarak vakum firini içerisinde alaşım oluşturuluncaya kadar numune kalıplarının da döküm firini içerisinde isinması sağlanmıştır.

Vakum firini yardımıyla hazırlanan sıvı homojen alaşım, ısıtılan numune kalıpları içerisine huni şeklindeki grafit pota (Şekil 1(b)) yardımıyla doldurulmuştur. Numune kalıpları içerisinde hava boşluğu oluşmasını önlemek ve kalıpların tam dolumunu yapabilmek için ise doldurulan kalıpların altındaki silindirik su kazanına sürekli su giriş çıkışı sağlanmasıyla kontrolsüz soğuma hızı ile alttan üste doğru katılaşması sağlanmıştır.

Hazırlanan her bir numune Şekil 2'de şematik gösterimi verilen Bridgman tipi firin içine sabit katılaştırma hızında (V = 16.57 μ m/s) farklı sıcaklık gradyentlerinde (G = 3.23, 4.48, 6.05, 7.65, 8.52 K/mm) tek yönlü kontrollü katılaştırılmak üzere ayrı ayrı yerleştirilmiştir. Numunelere uygulanan farklı sıcaklık gradyentleri; Bridgman firini içerisine yerleştirilen her bir numuneye Şekil 2(b)'de tanımlı sıcak bölgede sıcaklık kontrolcüsü vasıtasıyla ± 0.1 °C hassasiyetle ergime sıcaklığının üzerinde sabit bir sıcaklık (750, 800, 850, 900 ve 950 °C) uygulanırken, Şekil 2(b)'de tanımlı soğuk bölge ise *Struers* marka sirkülatör vasıtasıyla 5 °C'de sabit tutularak sağlanmıştır.



Şekil 1. (a) Vakumlu ergitme fırını şematik gösterimi ve (b) döküm fırını şematik gösterimi [28].



Şekil 2. (a) Bridgman tipi kontrollü katılaştırma fırınının şematik gösterimi, (b) fırının içyapısı, sıcak ve soğuk bölgeleri, (c) numune kalıbı.

S: Engin, U. Büyük, N. Maraşlı



Şekil 3. Al-Ni-Fe ötektik alaşım sisteminin sabit katılaştırma hızında (V = 16.57 µm/s) farklı sıcaklık gradyentlerinde (G = 3.23, 4.48, 6.05, 7.65, 8.52 K/mm) tek yönlü kontrollü katılaştırılan numunelerinin (a)-(e) boyuna kesit mikroyapı SEM fotoğrafları, (f)-(j) enine kesit mikroyapı SEM fotoğrafları, (k) enine ve boyuna kesitlerin epoksi-reçine kalıplanmıs hali.

Fırın içindeki numune üzerinde sıcaklık gradyentinin termalçiftler vasıtasıyla sabit kaldığı belirlendikten sonra numuneler Şekil 2(b)'de tanımlanan sıcak bölgeden soğuk bölgeye senkronize motorlar vasıtasıyla çekilerek kontrollü doğrusal katılaştırmaları yapılmıştır. Bridgman firını içerisindeki numunelerin her birinin 100–120 mm kontrollü katılaşmaları sağlandıktan sonra senkronize motorlardan bağımsız olarak çok hızlı bir şekilde sıcak bölgeden soğuk bölgeye çekilerek ani soğutma (quenching) işlemleri gerçekleştirilmiştir. Farklı şartlarda kontrollü katılaştırmaları gerçekleşen numunelerin oluşan mikroyapılarını belirleyerek mikroskop altında düzgün fotoğraflarını çekebilmek ve mikrosertlik ölçümlerini gerçekleştirebilmek için grafit kalıplarından çıkararak katı-sıvı arayüzeyine en yakın 10–12 mm bölgelerinden enine ve boyuna kesit olacak şekilde epoksi-reçine ile kalıplanmıştır (Şekil 3(k)). *Struers TegraPol–15* marka zımparalama ve parlatma cihazı vasıtasıyla metalografik işlemleri gerçekleştirilen numuneler üzerindeki mikroyapıları tam olarak ortaya çıkarabilmek için ise 5 ml hidroflorik asit + 95 ml su ile hazırlanan çözeltiyle 10–15 saniye kadar dağlanmıştır.

2.2. Katılaştırma Parametrelerinin Ölçümü ve Mikroyapının Gözlenmesi

Bridgman tipi firm içerisindeki numunelerin katılaştırma süresince sıcaklık gradyentini ve katılaştırma hızını ölçebilmek için K-tipi 0.25 mm çapındaki üç termalçift Şekil 2(c)'de belirtildiği gibi 10 mm aralıklarla numune içerisine yerleştirilmiştir. Katı-sıvı arayüzeyinin katılaşma hızı (V = $\Delta X/\Delta t$) ve sıvı fazın sıcaklık gradyenti (G = $\Delta T/\Delta X$) her bir numune için ΔT , ΔX ve Δt değerlerinin belirlenmesiyle hesaplanmıştır. ΔT , ΔX ve Δt değerleri sırasıyla termalçiftlerin ölçtüğü sıcaklık, termalçiftler arası mesafe ve katı-sıvı arayüzeyinin iki termal çift aralığını tamamlama süresi olarak tanımlanmıştır. Katılaştırma parametrelerinin ölçümlerinin ayrıntılı bilgisi kaynak 26, 27 ve 28'de verilmiştir.

Bridgman fırınında tek yönlü kontrollü doğrusal katılaştırma yapılarak katılaştırma hızı sabit tutulmuş ve yalnızca alaşım üzerinde sıcaklık gradyentinin etkisi ortaya çıkarılmıştır. Deneysel süreçleri tamamlanan her bir numunenin hem enine hem de boyuna kesitleri *LEO* model SEM (Scanning Electron Microscope) cihazıyla fotoğraflanarak mikroyapıları gözlemlenmiştir.

Mikroskop altında ötektik bir mikroyapıya sahip olduğu belirlenen numunelerde her bir fazı belirlemek için ise EDX (Energy Dispersive X–Ray) analizleri yapılmıştır. Şekil 4'te verilen EDX sonuçlarına göre Al ana fazı üzerinde Al₃Ni çubuk (rod) ve Al₉NiFe pul (flake) intermetalik fazları gözlemlenmiştir.



Şekil 4. Al-Ni-Fe ötektik alaşımının kimyasal bileşim analizi (EDX), ana faz, pul ve çubuk intermetalik fazlar.

2.3. Mikrosertlik Değerinin Ölçülmesi

Bu çalışmanın amaçlarından biri de sıcaklık gradyentine bağlı olarak değişen mikroyapının mikrosertlik değerleri üzerine etkisini ortaya koymaktır. Bu nedenle kontrollü katılaştırılması ve metalografi işlemleri yapıldıktan ötektik bileşimdeki Al–Ni– Fe alaşımının *Future–Tech FM–700* model Vickers sertlik ölçüm cihazı kullanılarak numune üzerine 500 g'lık yükün 10 s uygulanmasıyla meydana gelen 40–60 µm'lik iz yardımıyla her bir numunenin mikrosertlik değeri belirlenmiştir. Bu işlem en az 10 kez tekrarlanıp ortalama değer alınarak ölçümün güvenilirliği sağlanmıştır.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Sıcaklık Gradyentinin Ötektik Mikroyapıya Etkisi

Tablo 1'de Al–Ni–Fe ötektik alaşım sistemi için sabit katılaştırma hızında, farklı sıcaklık gradyentlerinde üretilen numunelerden ölçülen ötektik mesafe değerleri verilmiştir. Şekil 3'ten de görüldüğü gibi ötektik mikroyapılar düşük sıcaklık gradyentinde Al₉NiFe pul intermetalik fazları arasında Al₃Ni çubuk fazlarından oluşan ötektik koloniler şeklinde gözlemlenmiştir. Sıcaklık gradyenti arttıkça Al₉NiFe pul intermetalik fazları küçülmüş ve Al₃Ni çubuk fazlarından oluşan koloniler daha baskın hale gelmiştir.

 Tablo 1. Al-Ni-Fe ötektik alaşımı için sabit katılaştırma hızı, farklı sıcaklık gradyentlerinde elde edilen ötektik mesafeler ve mikrosertlik değerleri.

Alaşım (% ağ.)	Katılaştırma Parametreleri		Ötektik Mesafeler		Mikrosertlik Değerleri	
	V (µm/s)	G (K/mm)	λ _(Al₃Ni) (μm)	λ _(Al₉NiFe) (μm)	HV (kg/mm²)	
_		3,23	2,62	12,01	51,92	
Al-6.5Ni-1.5Fe		4,47	2,21	10,12	52,41	
	16,57	6,05	1,95	8,65	54,11	
		7,65	1,71	7,13	55,92	
		8,52	1,59	6,87	57,14	

 $\lambda_{(Al,Ni)}$: Numunelerin enine kesitindeki Al₃Ni intermetalik fazlar arası ölçülen ötektik mesafeler

 $\lambda_{(Al,NiFe)}$: Numunelerin enine kesitindeki Al9NiFe intermetalik fazlar arası ölçülen ötektik mesafeler

Bu çalışmada kullanılan en yüksek sıcaklık gradyentinde (G = 8.52 K/mm) elde edilen mikroyapılar da ise ötektik koloniler tamamen ana faz içerisinde homojen hale gelirken Al₉NiFe pul intermetalik fazları çok daha büyük ve seyrek yapılar halinde gözlemlenmiştir. Bu durum Drevet ve ark. [29] tarafından yapılan çalışmada mikroyapısal bozukluk olarak tanımlanmış ve yüksek hız ve sıcaklık gradyentlerinde oluşan fazların bölünerek yeni bir faz oluşturmasından kaynaklandığı belirtilmiştir. Bu durum yeni oluşan fazların çekirdeklenme sürecinden kaynaklanmıştır. Katı sıvı arayüzeyindeki kimyasal dengenin sapmasının dengede olmayan büyüme koşullarına yol açabileceği belirlenmiştir.

Yapılan kontrollü katılaştırma deneyleri neticesinde Tablo 1 ve Şekil 5'te görüldüğü gibi sıcaklık gradyenti arttıkça ötektik mesafe değerinin azaldığı görülmektedir. En büyük ötektik mesafe değeri en düşük sıcaklık gradyentinde (G = 3.23 K/mm, V = 16.57 µm/s) ve en küçük ötektik mesafe değeri ise en yüksek sıcaklık gradyentinde (G = 8.52 K/mm, V = 16.57 µm/s) elde edilmiştir.

Al-Ni-Fe ötektik alaşım sistemi için lineer regresyon yöntemiyle tespit edilen sıcaklık gradyenti ve ötektik mesafeler arası bağıntı ise;

(1)

$$\lambda = k_1 G^{-n_1}$$

şeklinde tanımlanmıştır. Burada k₁ denklem sabiti, n₁ ise sıcaklık gradyentinin üstel değeridir. Yapılan hesaplamalar incelendiğinde sabit katılaştırma hızında sıcaklık gradyenti arttıkça $\lambda_{Al_3Ni} = 152.53G^{-0.50}$ ve $\lambda_{Al_9NiFe} = 1447.41G^{-0.59}$ denklemlerinden de anlaşıldığı üzere ötektik mesafeler 0.50 ve 0.59 üstel değerleriyle azalmıştır. Denklem sabitleri (k) ise 152.53 K^{0.50}.µm^{0.50} ve 1447.41 K^{0.59}.µm^{0.41} olarak hesaplanmıştır. Bu üstel değerler (0.50 ve 0.59) Jackson–Hunt teorik modeline [30] göre ötektik ikili alaşımlar için 0.50 olması beklenmektedir. Tablo 2'de verilen ikili ve üçlü alaşım sistemleri için sıcaklık gradyenleri üstel değerleri (0.42 – 0.62) ile kıyaslandığında elde edilen sonuçların Jackson–Hunt teorik modeline göre uyumlu olduğu görülmektedir. Jackson–Hunt teorik modeli ötektik mesafelerin tespiti üzerine kurulmuş en kapsamlı model olarak tanımlanmaktadır. Bu model, ikili düzenli çubuk veya pul şeklinde büyüyen ötektik alaşımlar için oluşturulmuş olsa da birçok araştırmacı gerek üçlü bileşikler için gerekse ikili ötektik üstü ve altı bileşiklerde sonuçları kıyaslamak amacıyla kullanmışlardır (Tablo1).



Şekil 5. Doğrusal katılaştırılmış Al–Ni–Fe ötektik alaşım sistemi için ötektik mesafelerin sıcaklık gradyenti ile değişimi ve lineer regresyon bağıntısı.

Al₉NiFe pul intermetalik fazları için elde edilen üstel değer Jackson–Hunt teorik modelinin [30] belirlediği değerin biraz üzerindedir. Çünkü Şekil 3'ten de görüldüğü üzere Al₉NiFe pul fazları mikroyapısal olarak çok düzenli bir sırada oluşmamış olması ya da düzenli oluşumun bozulduğu görülmektedir. Diğer bir deyişle değişen sıcaklık gradyenti ile Al₃Ni çubuk fazlarının düzenli oluşumları devam ederken Al₉NiFe pul intermetalik fazlarının düzeninin bozulduğu gözlemlenmiştir. Düşük sıcaklık gradyentleri için numune içerisinde Al₉NiFe pul intermetalik fazları kolonilerin tane sınırları etrafında oluşurken yüksek sıcaklık gradyentlerinde tane sınırlarının yanı sıra Al₃Ni çubuk fazların üzerinde ve tane sınırları oluşan yapılardan daha büyük hallerde meydana geldiği belirlenmiştir (Şekil 3j). Bu durum Al₉NiFe pul intermetalik fazlarının üstel değerinde Jackson–Hunt teorik modelinin öngürdüğü değerden sapmaya sebebiyet verdiği düşünülmektedir. Bununla birlikte bu çalışmada elde edilen değerler, benzer şartlarda yapılan araştırmalarda [11, 13, 15], ötektik mesafenin sıcaklık gradyentine bağlı üstel bağıntıları ile yakın değerlerde olduğu belirlenmiştir. (Tablo 1).

Tablo 2. Al-Ni-Fe ötektik ala	ışımı için sabit katılaştırm	a hızında farklı sıcal	klık gradyentlerinde eld	e edilen bağıntılar ve
literatürdeki benzer	çalışmalardan elde edilen	bağıntılar.		

Alaşım (ağ.)	Sıcaklık Gradyenti	Katılaştırma Hızı	Mikroyapı	Mikro sertlik	Kaynak
	(K\mm)	(µm\s)		1111 15 (0 00 10	
Al–Ni–Fe	3.23-8.52	16.57	$\begin{split} \lambda_{Al_3Ni} &= 152.53 G^{-0.50} \\ \lambda_{Al_9NiFe} &= 1447.41 G^{-0.59} \end{split}$	$HV = 45.68G^{-0.19}$ $HV = 245.87\lambda_{Al_3Ni}^{-0.19}$ $HV = 252.69\lambda_{Al_9NiFe}^{-0.17}$	Bu çalışma
Al-0.1Ti	3.8-9.1	8.3-166.0	$\lambda = 4.83G^{-0.51}$ $\lambda = 114.8V^{-0.27}$		[1]
Al-0.5Ti	5.1-10.3	8.3-165.0	$\lambda = 5.50G^{-0.54}$ $\lambda = 112.2V^{-0.25}$		[1]
Al-0.1Ti	2.20-5.82	8.30-498.60	$\lambda = 16.22G^{-0.47} \\ \lambda = 371.53V^{-0.26}$		[2]
Al-0.1Ti	3.8-9.1	8.3-166.0		$HV = 24.66G^{0.17}$ $HV = 46.45V^{0.06}$ $HV = 18.28\lambda^{-0.25}$	[3]
Al-0.5Ti	5.1-10.3	8.3-165.0		$HV = 28.32G^{0.21}$ $HV = 54.95V^{0.07}$ $HV = 18.03\lambda^{-0.30}$	[3]
Al-2Li	3.11-6.06	8.32-164.7		$HV = 23.39G^{0.14}$	[3]

S: Engin, U. Büyük, N. Maraşlı

				$HV = 37.49V^{0.05}$	
			$\lambda = 0.30 G^{-0.45}$	$HV = 10.37\lambda^{-0.21}$	
Al-5.7Ni	0.83-4.02	8.32-483.25	$\lambda = 10.76V^{-0.50}$		[4]
Al-5.7Ni	0.83-4.02	8.32-483.25		$HV = 33.65G^{0.14}$ $HV = 66.13V^{0.10}$	[5]
Sn-3Cu	4.24-8.09	2.24-133.33	$\lambda = 0.17G^{-0.53} \ \lambda = 8.87V^{-0.50}$	$HV = 7.78\lambda^{-0.13}$	[6]
Sn-3Cu	4.24-8.09	2.24-133.33		$HV = 12.70G^{0.11}$ $HV = 19.86V^{0.07}$	[7]
Sn-1.2Cu	2.69-8.88	2.78-136.36	$\lambda = 0.15G^{-0.52}$ $\lambda = 7.81V^{-0.50}$		[8]
Zn-0.7Cu	3.85-9.95	8.30-436		$HV = 46.03G^{0.14}$ $HV = 70.15V^{0.07}$ $HV = 35.81\lambda^{-0.23}$	[9]
Zn-1.5Cu	1.99-7.81	8.41-661.11		$HV = 56.62G^{0.09}$ $HV = 74.64V^{0.05}$	[10]
Zn-1.5Cu	1.99-7.81	8.41-661.11	$\lambda = 341.97G^{-0.57}$ $\lambda = 255.04V^{-0.26}$ $\lambda_{ci} = 5.57G^{-0.42}$		[11]
Al-11.1Si-4.2Ni	2.11-5.82	4.60-243.33	$\begin{split} \lambda_{Al_2Ni} &= 4.31 G^{-0.45} \\ \lambda_{Si} &= 12.58 V^{-0.50} \\ \lambda_{Al_2Ni} &= 7.94 V^{-0.47} \end{split}$		[12]
Al-17.57Cu-42.17Ag	3.99-8.79	1.83-498.25	$\lambda_{\alpha} = 11.14G^{-0.49}$ $\lambda_{\beta} = 4.43G^{-0.52}$ $\lambda_{\gamma} = 6.02G^{-0.58}$ $\lambda_{\alpha} = 11.22V^{-0.49}$ $\lambda_{\beta} = 5.21V^{-0.50}$ $\lambda_{\gamma} = 5.12V^{-0.50}$		[13]
Al-17.6Cu-42.2Ag	3.99-8.79	1.83-498.25	,	$HV = 169.823G^{0.12}$ $HV = 181.97V^{0.10}$ $HV = 309.03\lambda_{\alpha}^{-0.25}$ $HV = 251.19\lambda_{\alpha}^{-0.24}$ $HV = 309.03\lambda_{\alpha}^{-0.21}$	[14]
Zn-7Al-4Cu	7.17-11.04	11.62-230.77	$\lambda_{Zn-Al} = 4.57G^{-0.46}$ $\lambda_{CuZn_4} = 32.35G^{-0.62}$ $\lambda_{Zn-Al} = 5.49V^{-0.42}$ $\lambda_{CuZn_4} = 35.48V^{-0.56}$	$HV = 70.79G^{0.08}$ $HV = 67.60V^{0.07}$	[15]
Sn-3.5Ag-0.9Cu	2.48	3.89-173.61	$\begin{split} \lambda_{plate} &= 12.58 V^{-0.51} \\ \lambda_{rod} &= 10.47 V^{-0.51} \end{split}$	$HV = 26.91V^{0.09} HV = 6.30\lambda_{plate}^{-0.18} HV = 6.16\lambda_{rod}^{-0.18}$	[16]
Sn-3.5Ag-0.9Cu	2.48-6.34	7.20	$\lambda_{plate} = 0.35G^{-0.44}$ $\lambda_{rod} = 0.23G^{-0.46}$	$HV = 14.79G^{0.12}$ $HV = 3.89\lambda_{plate}^{-0.27}$ $HV = 4.16\lambda^{-0.25}$	[17]
Sn-3.7Ag-0.9Zn	4.33-12.41	3.38-220.12	$\lambda = 0.27G^{-0.48}$ $\lambda = 10.42V^{-0.53}$	nv = niovrod	[18]
Sn-23Bi-5Zn	1.78-3.99	8.3-478.6		$HV = 186.97G^{0.16}$ $HV = 206.34V^{0.06}$	[19]
In-25.14Bi-19.37Sn	0.91-2.85	3.2	$\lambda = 8.43G^{-0.40}$	$HV = 6.81G^{0.11}$ $HV = 10.96\lambda^{-0.23}$	[20]
Bi-Cd	1.93-4.74	8.33-167.32	$\lambda = 0.09G^{-0.47}$ $\lambda = 5.03V^{-0.46}$		[21]

3.2. Sıcaklık Gradyentinin Mikrosertliğe Etkisi

Tablo 1'de Al-Ni-Fe ötektik alaşım sistemi için sabit katılaştırma hızında, farklı sıcaklık gradyentlerinde üretilen numunelerden ölçülen mikrosertlik değerleri verilmiştir. Al-Ni-Fe ötektik alaşım sistemi için lineer regresyon yöntemiyle tespit edilen sıcaklık gradyenti ve mikrosertlik arası bağıntı ise;

$$HV = k_2 G^{n_2} \tag{2}$$

ve Al-Ni-Fe ötektik alaşım sistemi için lineer regresyon yöntemiyle tespit edilen ötektik mesafeler ve mikrosertlik arası bağıntı ise;

$$HV = k_3 \lambda^{-n_3} \tag{3}$$

şeklinde tanımlanır. Burada k₂ ve k₃ denklem sabitleri, n₂ ve n₃ ise sıcaklık gradyenti ve ötektik mesafelerin üstel değerleridir. Şekil 6'da görüldüğü gibi sıcaklık gradyenti arttıkça ötektik mesafe küçülmüş ve ötektik mesafe küçüldükçe mikrosertlik değeri artmıştır. Logaritmik değişim grafiği incelendiğinde, artan sıcaklık gradyentine bağlı olarak mikrosertlik değeri, $HV = 45.68G^{0.10}$ ifadesiyle değişirken azalan ötektik mesafe değerlerine bağlı olarak mikrosertlik $HV = 245.87\lambda_{Al_3Ni}^{-0.19}$ ve $HV = 252.69\lambda_{Al_9NiFe}^{-0.17}$ değerleri ile değişmiştir. Denklem sabitleri ise 45.68 kg.mm^{-1.9} K^{-0.10}, 245.87 kg.mm^{-1.81} ve 252.69 kg.mm^{-1.83} olarak hesaplanmıştır.



Şekil 6. Doğrusal katılaştırılmış Al–Ni–Fe ötektik alaşım sistemi için ötektik mesafe ve sıcaklık gradyentinin mikrosertlik ile değişimleri ve lineer regresyon bağıntıları.

Bu çalışma kapsamında yapılan hesaplamalar neticesinde elde edilen mikrosertlik değerinin sıcaklık gradyentine bağlı bağıntısı için elde dilen 0.10 üstel değeri, Tablo 2'de verilen ikili ve üçlü alaşım sistemleri için elde edilen üstel değerlerle (0.08 – 0.21 [1-21]) kıyaslandığında literatürde verilen aralık kapsamında olup benzer çalışmalarla uyum göstermektedir. Benzer şekilde yapılan hesaplamalar neticesinde elde edilen mikrosertlik değerinin ötektik mesafeye bağlı bağıntısı için elde dilen 0.19 ve 0.17 üstel değeri, Tablo 2'de verilen ikili ve üçlü alaşım sistemleri için elde edilen üstel değerlerle kıyaslandığında (0.13– 0.25 [1-21]) literatürde verilen aralık kapsamında olup benzer çalışmalarla uyum göstermektedir.

Mikrosertlik konusunda baskın olan durum oluşan mikroyapılar ve mikroyapıların (çubuk, hücre, pul, dendirit gibi) durumları ve düzenleridir. Bu nedenle aynı alaşım sisteminde oluşan farklı yapılar ya da intermetalikler mikrosertlik değerini etkileyecektir. Alaşım sistemi içerisinde oluşan mikroyapılar inceldikçe ya da tane boyutları küçüldükçe alaşım içerisindeki tane sayısı da artacaktır. Böylece dış kuvvetlerin oluşturacağı deformasyon daha çok taneye dağılacağından daha üniform bir plastik deformasyon oluşacaktır. Bunun yanı sıra tane boyutları küçüldükçe dayanım da artacaktır. Ayrıca oluşan Al₃Ni, Al₉NiFe intermetalik fazlar yüksek ergime noktasına ve yüksek mukavemet özelliklerine sahip intermetalik bileşikler olması nedeniyle alaşım içerisinde dayanımı artırıcı özellik sergilerler.

KAYNAKLAR

- M. Gündüz, H. Kaya, E. Çadırlı, N. Maraşlı, K. Keslioglu, B. Saatci, "Effect of solidification Processing parameters on the cellular spacings in the Al–0.1 wt% Ti and Al–0.5 wt% Ti alloys", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 439, no. 1–2, pp.114–127, 2007.
- [2] H. Kaya, E. Çadırlı, U. Böyük, N. Maraşlı, "Investigation of directional solidified Al-Ti alloy". *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol.355 no. 22–23, pp. 1231–1239, 2009.
- [3] H. Kaya, M. Gündüz, E. Çadırlı, N. Maraşlı, "Dependency of microindentation hardness on solidification Processing parameters and cellular spacing in the directionally solidified Al based alloys." *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 478 no. 1–2, pp. 281–286, 2009.
- [4] H. Kaya, U. Böyük, E. Çadırlı, N. Maraşlı, "Unidirectional solidification of aluminium-nickel eutectic alloy." *Kovove Materialy–Metallic Materials*, vol. 48–5, pp. 291–300, 2010.
- [5] H. Kaya, U. Böyük, E. Çadırlı, N. Maraşlı, "Measurements of the microhardness, electrical and thermal properties of the Al–Ni eutectic alloy." *Materials & Design*, vol. 34, pp. 707–712, 2012.
- [6] E. Çadırlı, U. Böyük, S. Engin, H. Kaya, N. Maraşlı, K. Keslioglu, A. Ulgen, "Investigation of the effect of solidification Processing parameters on the rod spacings and variation of microhardness with the rod spacing in the Sn–Cu hypereutectic alloy." *Journal of Materials Science–Materials in Electronics*, vol. 21, no.6, pp. 608–618, 2010.
- [7] E. Çadırlı, U. Böyük, S. Engin, H. Kaya, N.Maraşlı, M. Arı, "Investigation of microhardness and thermo-electrical properties in the Sn-Cu hypereutectic alloy." *Journal of Materials Science-Materials in Electronics*, vol. 21, no. 5, pp. 468–474, 2010.
- [8] E. Çadırlı, U. Böyük, S. Engin, H. Kaya, N. Maraşlı, A. Ülgen, "Experimental investigation of the effect of solidification Processing parameters on the rod spacings in the Sn-1.2 wt.% Cu alloy." *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 486, no.1–2, pp. 199–206, 2009.
- [9] H. Kaya, U. Böyük, S. Engin, E. Çadırlı, N. Maraşlı, "Measurements of Microhardness and Thermal and Electrical Properties of the Binary Zn-0.7wt.%Cu Hypoperitectic Alloy." *Journal of Electronic Materials*, vol. 39, no.3, pp. 303– 311, 2010.
- [10] U. Böyük, H. Kaya, E. Çadırlı, N. Maraşlı, A. Ülgen, "Investigation of the effect of solidification Processing parameters on microhardness and determination of thermo-physical properties in the Zn-Cu peritectic alloy." *Journal of Alloys* and Compounds, vol. 491, no. 1–2, pp. 143–148, 2010.
- [11] U. Böyük, S. Engin, H. Kaya, E. Çadırlı, N. Maraşlı, K. Keslioglu, "A study of microstructure and solidification behaviour of Zn-Cu alloy." *Kovove Materialy-Metallic Materials*, vol. 48, no. 2, pp. 117–126, 2010.
- [12] U. Böyük, S. Engin, N. Maraşlı, "Microstructural Characterization of unidirectional solidified eutectic Al–Si–Ni alloy." *Materials Characterization*, vol. 62, no. 9, pp. 844–851, 2011.
- [13] U. Böyük, N. Maraşlı, H. Kaya, E. Çadırlı, K. Keslioglu, "Directional solidification of Al-Cu-Ag alloy." *Applied Physics A-Materials Science & Processing*, vol. 95, no. 3, pp. 923–932, 2009.
- [14] U. Böyük, N. Maraşlı, E. Çadırlı, H. Kaya, K. Keslioglu, "Variations of microhardness with solidification parameters and electrical resistivity with temperature for Al-Cu-Ag eutectic alloy." *Current Applied Physics*, vol. 12, no. 1, pp. 7– 10, 2012.
- [15] U. Böyük, S. Engin, N. Maraşlı, "Directional Solidification Of Zn–Al–Cu Eutectic Alloy By The Vertical Bridgman Method." *Journal of Mining and Metallurgy Section B–Metallurgy*, vol. 51 no. 1, pp. 67–72, 2015.
- [16] U, Böyük, N. Maraşlı, "The microstructure parameters and microhardness of directionally solidified Sn-Ag-Cu eutectic alloy," *Journal of Alloys and Compounds*, 485 (1–2), 264–269, 2009.
- [17] U. Böyük, N. Maraşlı, "Dependency of eutectic spacings and microhardness on the temperature gradient for directionally solidified Sn-Ag-Cu lead-free solder." *Materials Chemistry And Physics*, vol. 119, no. 3, pp. 442–448, 2010.
- [18] U. Böyük, S. Engin, N. Maraşlı, H.Kaya, "Effect of solidification parameters on the microstructure of Sn-3.7Ag-0.9Zn solder." *Materials Characterization*, vol. 61, no. 11, pp. 1260–1267, 2010.
- [19] E. Çadırlı, U. Böyük, H. Kaya, N. Maraşlı, "Determination of mechanical, electrical and thermal properties of the Sn-Bi-Zn ternary alloy." *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 357, no. 15, pp. 2876–2881, 2010.
- [20] H. Kaya, U. Böyük, E. Çadırlı, Y. Ocak, S. Akbulut, K. Keslioglu, "Dependency of Microstructural Parameters and Microindentation Hardness on the Temperature Gradient in the In–Bi–Sn Ternary Alloy with a Low Melting Point." *Metals And Materials International*, vol. 14, no. 5, pp. 575–582, 2008.
- [21] H. Kaya, E. Çadırlı, M. Gündüz, "Eutectic growth of unidirectionally solidified bismuth-cadmium alloy." Journal of Materials Processing Technology, vol. 183, no. 2–3, pp. 310–320, 2007.
- [22] U. Hecht, L. Granasy, T. Pusztai, B. Bottger, M. Apel, V. Witusiewicz, L. Ratke, J. De Wilde, L. Froyen, D. Camel, B. Drevet, G. Faivre, S. G. Fries, B. Legendre, S. Rex, "Multiphase solidification in multicomponent alloys." *Materials Science and Engineering R*, vol. 46, pp. 1–49, 2004.

- [23] M. L. Mondolfo, "Aluminium alloys: structure and properties." Butterworths, London, 1979.
- [24] R. M. K. Young, T. W. Clyne, "An Al–Fe intermetallic phase formed during controlled solidification." *Scr. Metall.* vol. 15, pp. 1211–1216, 1981.
- [25] P.R. Goulart, K. S. Cruz, J.E. Spinelli, I.L. Ferreira, N. Cheung, A. Garcia, "Cellular growth during transient directional solidification of hypoeutectic Al–Fe alloys" *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 470, no. 1–2, pp. 589, 2009.
- [26] S. Engin, "Kontrollü Katılaştırılan Çok Bileşenli Ötektik Alaşımların, Mekanik ve Elektriksel Özelliklerinin Katılaştırma Parametrelerine Bağlılığının İncelenmesi." Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Katıhal Fiziği, Kayseri 2013.
- [27] E. Çadırlı, "İkili Metalik Alaşımların Doğrusal Katılaştırılması." Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Katıhal Fiziği Kayseri 1997.
- [28] U. Böyük, "Üçlü Metalik Alaşımların Kontrollü Doğrusal Katılaştırılması ve Mikrosertliğinin İncelenmesi." Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Katıhal Fiziği Kayseri 2009.
- [29] B. Drevet, D. Camel, M. Dupuy, J. J. Favier, "Microstructure of the Sn-Cu₆Sn₅ fibrous eutectic and its modification by segregation." Acta Mater. vol. 44, pp. 4071–4084, 1996.
- [30] K. A. Jackson, J.D. Hunt, "Lamellar and Rod Eutectic Growth." Trans. Metall. Soc. A.I.M.E. vol. 236, pp.1129, 1966.

