

**SERAMİK-METAL KOMPOZİTLERİNİN
SEM-EBSD TEKNİKLERİ İLE
KARAKTERİZASYONU**

Tolun UĞUZ
Yüksek Lisans Tezi

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı – Nanoteknoloji
Bilim Dalı
Eylül-2010

Bu tez çalışması TÜBİTAK tarafından desteklenmiştir. Proje No: 108M194

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Tolun UĞUZ' un “**Seramik-Metal Kompozitlerinin SEM-EBSD Teknikleri İle Karakterizasyonu**” başlıklı **İleri Teknolojiler** Anabilim Dalı **Nanoteknoloji** Bilim Dalındaki, Yüksek Lisans tezi 28.07.2010 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	Adı-Soyadı	İmza
Üye (Tez Danışmanı)	: Prof. Dr. Servet TURAN
Üye	: Doç. Dr. Ender SUVACI
Üye	: Doç. Dr. Bülent ASLAN

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
..... tarih ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

SERAMİK-METAL KOMPOZİTLERİNİN SEM-EBSD TEKNİKLERİ İLE KARAKTERİZASYONU

Tolun UĞUZ

**Anadolu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
İleri Teknolojiler Anabilim Dalı – Nanoteknoloji Bilim Dalı**

**Danışman: Prof. Dr. Servet TURAN
İkinci Danışman: Doç. Dr. Gürsoy ARSLAN
2010, 116 sayfa**

Seramik-metal kompozitler, seramiklerin düşük yoğunluk, yüksek elastik modülü, sertlik ve dayanımları ile metallerin yüksek süneklik ve tokluk özelliklerinin birleştiği ve monolitik seramiklere göre daha ucuz üretime olanak tanıyan, bu özellikleri nedeniyle savunma sanayinde ve diğer pek çok sanayi dalında yaygın kullanım alanı bulabilecek özellikte malzemelerdir. Seramik-metal kompozitlerinin balistik ve mekanik özellikleri içerdikleri fazlara ve bu fazların yapıdaki dağılımlarına bağlıdır. Bu çalışmada, basınçsız tepkin emdirme yöntemiyle üretilen seramik-metal kompozitlerdeki fazların tespitinin özellikle Taramalı Elektron Mikroskobu-Geri Saçınan Elektron Kırınımı (SEM-EBSD) teknikleri kullanılarak gerçekleştirilmesi amaçlanmıştır. Faz analizinde uygun olan çalışma yönteminin X-ışını Kırınımı (XRD), SEM-EBSD ve Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) tekniklerinin birbirini destekler şekilde kullanılması olduğu belirlenmiştir. Çok küçük tane boyutuna sahip fazların tespitinde EBSD tekniği yerine XRD ve/veya TEM tekniklerinin kullanılmasının daha uygun olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Seramik-metal kompozitler, basınçsız tepkin emdirme yöntemi, XRD, SEM-EBSD

ABSTRACT

Master of Science Thesis

CHARACTERISATION OF CERAMIC-METAL COMPOSITES

BY SEM-EBSD TECHNIQUES

Tolun UĞUZ

**Anadolu University
Graduate School of Sciences
Advanced Technologies - Nanotechnology Program**

**Supervisor: Prof. Dr. Servet TURAN
Co-supervisor: Assoc. Prof. Dr. Gürsoy ARSLAN
2010, 116 pages**

The ceramic-metal composites combine the low-density, high elastic modulus, hardness and strength properties of ceramics and high ductility and toughness properties of metals with lower production cost compared to monolithic ceramics. Therefore, they can find widespread use in defense and many other industries. Ballistic and mechanical properties of a ceramic-metal composite depend on its phases and their distribution in microstructure. The aim of this study was to determine the phases of ceramic-metal composites produced by pressureless reactive melt infiltration by using Scanning Electron Microscopy-Electron Backscatter Diffraction (SEM-EBSD) techniques. It was determined that for phase analysis X-Ray Diffraction (XRD), SEM-EBSD and Transmission Electron Microscopy (TEM) techniques must be used in combination. It was concluded that XRD and/or TEM techniques are more suitable than EBSD to determine phases with tiny particle sizes.

Keywords: Ceramic-metal composites, pressureless reactive melt infiltration method, XRD, SEM-EBSD

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam süresince bilgi, deneyim ve olumlu eleştirileriyle çok önemli katkılarını esirgemeyen danışmanlarım Prof. Dr. Servet TURAN ve Doç. Dr. Gürsoy ARSLAN'a en derin saygı ve şükranlarımı sunarım.

Deneysel çalışmalarım boyunca eğitim süresindeki desteklerinden ötürü Öğr. Gör. Orkun TUNÇKAN, Araş. Gör. Hilmi YURDAKUL ve Didem ÜNAL'a,

Başta, TEM analizlerini gerçekleştiren Pınar KAYA olmak üzere tüm Elektron Mikroskopi Gurubu'na, Uzm. Sinem KAYHAN ve Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü'ne,

FIB cihazı ile TEM numunelerinin hazırlandığı BİLKENT-UNAM'a teşekkürü borç bilirim.

Her zaman olduğu gibi, çalışmalarım süresince de desteklerini hep yanımda hissettiğim aileme ve arkadaşım Didem CÖMERTPAY'a teşekkür ederim.

Tolun UĞUZ

Eylül-2010

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
2. SERAMİK-METAL KOMPOZİTLER	3
2.1. Seramik-Metal Kompozitlerin Genel Özellikleri	3
2.2. B ₄ C-Al, Si ₃ N ₄ -Al ve SiC-B ₄ C-Al Kompozitleri	4
3. EBSD TEKNİĞİ VE MALZEMELERDE FAZ ANALİZİ	6
3.1. EBSD Tekniği	6
3.1.1. Sistem bileşenleri	6
3.1.2. Desen oluşumu	7
3.1.3. Desenlerin yorumlanması.....	7
3.1.4. Nokta analizi	9
3.1.5. Kristal yönlenme haritalaması.....	9
3.1.6. Desen kalite haritalaması	9
3.2. EBSD Tekniği ile Faz Analizi	10
3.3. Seramik-Metal Kompozit Malzemelerde EBSD Tekniği ile Faz Analizi	11
3.4. Amaç ve Önem.....	16
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	18
4.1. Basıncsız Tepkin Emdirme Yöntemi ile Numune Üretimi	18
4.2. Numunelerin XRD Analizleri İçin Hazırlanması ve XRD Analizlerinin Gerçekleştirilmesi	24
4.3. Numunelerin EBSD Analizleri İçin Hazırlanması	25

4.3.1. Kesme işlemi	25
4.3.2. Kalıba alma işlemi.....	25
4.3.3. Kaba ve ince parlatma işlemi	26
4.3.4. Mikro parlatıcı cihazı ile numune hazırlama.....	26
4.3.5. Kesit parlatma (CP)	27
4.3.6. Isıl dağlama ile numune hazırlama.....	27
4.3.7. Kimyasal dağlama ile numune hazırlama	27
4.3.8. Numune yüzeyinin karbon kaplanması	28
4.4. TEM Numunelerinin Hazırlanması	28
4.4.1. Numunelerin odaklanmış iyon demeti (FIB-Lift-out) ile hazırlanması	28
4.4.2. Numunelerin iyon dilimleme (Ion-slicer) ile hazırlanması	28
4.4.3. Numunelerin iyon inceltici (Ion beam thinner) ile hazırlanması	29
4.5. Numunelerin SEM-EDX ve SEM-EBSD Teknikleriyle İncelenmesi.....	29
4.6. Numunelerin TEM Teknikleriyle İncelenmesi.....	30
5. BULGULAR VE TARTIŞMA	31
5.1. B ₄ C-Al Kompozit Malzeme	31
5.1.1. B ₄ C-Al kompozit malzemenin XRD analizleri	31
5.1.2. B ₄ C-Al kompozit malzemenin genel karakterizasyonu	35
5.1.3. B ₄ C-Al kompozit malzemenin EBSD analizleri	45
5.1.4. B ₄ C-Al kompozit malzemenin TEM analizleri	60
5.2. Si ₃ N ₄ -Al Kompozit Malzeme Sistemi	65
5.2.1. Si ₃ N ₄ -Al kompozit malzemenin XRD analizleri.....	65
5.2.2. Si ₃ N ₄ -Al kompozit malzemenin genel karakterizasyonu	66
5.2.3. Si ₃ N ₄ -Al kompozit malzemenin EBSD analizleri	68
5.2.4. Si ₃ N ₄ -Al kompozit malzemenin TEM analizleri.....	71
5.3. SiC-B ₄ C-Al Sistemleri	73
5.3.1. 50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozit malzeme	73
5.3.1.1. 50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozit malzemenin XRD analizleri	73

5.3.1.2. 50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozit malzemenin genel karakterizasyonu	75
5.3.1.3. 50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozit malzemenin EBSD analizleri	81
5.3.1.4. 50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozit malzemenin TEM analizleri	84
5.3.2. 85kSiC-15iB ₄ C-Al kompozit malzeme	86
5.3.2.1. 85kSiC-15iB ₄ C-Al kompozit malzemenin XRD analizleri	86
5.3.2.2. 85kSiC-15iB ₄ C-Al kompozit malzemenin genel karakterizasyonu	87
5.3.2.3. 85kSiC-15iB ₄ C-Al kompozit malzemenin EBSD analizleri	92
5.4. SiC-B ₄ C-AlN-Al-Si Sistemleri	96
5.4.1. 30kSiC-30iB ₄ C-40SN kompozit malzeme	96
5.4.1.1. 30kSiC-30iB ₄ C-40SN kompozit malzemenin XRD analizleri	96
5.4.1.2. 30kSiC-30iB ₄ C-40SN kompozit malzemenin genel karakterizasyonu	97
5.4.1.3. 30kSiC-30iB ₄ C-40SN kompozit malzemenin EBSD analizleri	101
6. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER	108
KAYNAKLAR	111

ŞEKİLLER DİZİNİ

3.1.	(a) Nikele ait kırınım deseni, (b) kırınım deseninin etiketlenmesi, (c) kırınım desenlerindeki (2-20) ve (020) Kikuchi bantlarına tekabül eden düzlemlerin etiketlenmesi	8
3.2.	A numunesine ait SEM/EBSD görüntüsü	13
3.3.	Mekanik olarak deforme olmuş WC/Co numunesine ait (a) ikincil elektron, (b) forescatter geri saçınan, (c) ters kutup figür+desen kalite, (d) desen kalite görüntüsü	13
3.4.	Geleneksel parlatma tekniği ile hazırlanmış alümina numunesinin, (a) geri saçınan elektron görüntüsü, (b) desen kalite haritası	14
3.5.	Al-Si döküm alaşımında oluşan intermetalik parçacıklara ait SEM-BSE görüntüsü ve EDX spektrumu (a) α -fazı, (b) β -fazı	15
3.6.	HKL Channel 5 yazılımı ile indekslenen α ve β fazlarına ait EBSD desenleri, (a) $Al_{19}(Fe,Mn)_5Si_2$ olarak indekslenen α , (b) $Al_3(Fe,Mn)Si_2$ olarak indekslenen β fazları	15
3.7.	Al-Si alaşımına ait, (a) SEM görüntüsü, (b) orijinal EBSD faz haritası, (c) EDX ve EBSD analizlerinin eş zamanlı yapılması ile elde edilen EBSD haritası	16
4.1.	Deneysel çalışmalara ait akım şeması	19
4.2.	Üretim deneylerinde kullanılan fırın düzeneği	20
4.3.	Yığın haldeki numunelerin XRD analizleri için hazırlanışı	24
4.4.	Kesit parlatma cihazının ana bileşenleri	27
5.1.	(a) B_4C tozunun, B_4C -Al bulk (yığın) numunesinin (b) alt, (c) orta, (d) üst bölgelerinin, (e) B_4C -Al numunesinin bütününden elde edilen tozun XRD sonuçları	32
5.2.	B_4C -Al yığın numunesinin kesitinin üst, orta, alt bölgelerinin nicel XRD sonuçları	34
5.3.	B_4C -Al kompozitinin kesitinden hazırlanan numunenin (a) üst, (b) orta, (c) alt bölgelerine ait SEM-BSE görüntüleri	36
5.4.	B_4C -Al kompozitinin, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) 1, (c) 2, (d) 3,	

	(e) 4 numaralı bölgelerinden alınan EDX nokta analizleri,	
	(f) nicel sonuçlar	38
5.5.	B ₄ C-Al kompozitinin kesitinden hazırlanan numunenin (a) üst, (b) orta, (c) alt bölgelerine ait SEM-BSE görüntülerinin analizi,	
	(d) faz miktarları	40
5.6.	B ₄ C-Al kompozitinin (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) Zn, (c) Cu, (d) Fe, (e) Mn, (f) Si, (g) Al, (h) Mg, (i) O, (j) C, (k) B elementlerine ait EDX haritalama sonuçları	41
5.7.	B ₄ C-Al kompozitinde EDX çizgi analizi yapılan bölgeye ait, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) genel sonuçlar, (c) Cu, (d) Si, (e) Al, (f) O, (g) C, (h) B elementlerinin çizgi analizi boyunca değişim grafikleri	43
5.8.	B ₄ C-Al kompozitinde B ₄ C taneleri çevresindeki şerit halinde çukurlaşmayı gösteren SEM-SE görüntüsü	45
5.9.	B ₄ C-Al kompozitinin üst bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik	48
5.10.	B ₄ C-Al kompozitinin orta bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik	52
5.11.	B ₄ C-Al kompozitinin alt bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik	55
5.12.	B ₄ C-Al kompozitinin orta bölgesinin toleranslar değiştirilerek elde edilen EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik	58
5.13.	SEM-BSE görüntüsünde çerçeve içindeki bölgelerden alınan, (a ve b) B ₄ C-Al arayüzünü, (c ve d) B ₄ C-Al ₃ BC arayüzünü içeren FIB numuneleri.....	62
5.14.	(a) FIB ile hazırlanan B ₄ C-Al arayüzeyi genel STEM HAADF görüntüsü, (b) Al matristen alınmış STEM HAADF görüntüsü, (c) arayüzün B ₄ C'e yakın kısmından alınmış STEM HAADF	

	görüntüsü, (d) arayüzden alınmış STEM HAADF görüntüsü	63
5.15.	(a) B_4C-Al_3BC arayüzeyi FIB numunesi genel STEM HAADF görüntüsü, (b) B_4C-Al_3BC arayüzeyine yakın bölgedeki, (c) uzak bölgedeki çökeltilerin STEM HAADF görüntüsü	64
5.16.	Si_3N_4-Al yığın numunesinin kesitinin orta bölgesinden alınan, (a) XRD spektrumu, (b) nicel XRD sonuçları	65
5.17.	Si_3N_4-Al kompozitinin, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) EDX alan analiz sonuçları	66
5.18.	Si_3N_4-Al kompozitinin, (a) Cu, (b) Fe, (c) Si, (d) Al, (e) N elementlerine ait EDX haritalama sonuçları	67
5.19.	Si_3N_4-Al kompozitinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) desen kalite haritası, (c) faz haritası, (d) fazları ve miktarlarını gösteren grafik	69
5.20.	Al-Si faz diyagramı	71
5.21.	Si_3N_4-Al kompozitinin farklı bölgelerden çekilen STEM-HAADF görüntüleri (a) 200 kX, (b) 400 kX	72
5.22.	(a) Başlangıç tozu olarak kullanılan SiC'ün, (b) 50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozitinin XRD spektrumu ve (c) 50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozitinin nicel XRD sonuçları (toz numune).....	73
5.23.	50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozitinin kesitinden hazırlanan numunenin, (a) üst, (b) orta ve (c) alt bölgelerine ait SEM-BSE görüntüleri	76
5.24.	50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozitinin, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) 1, (c) 2, (d) 3 numaralı bölgelerinden alınan EDX nokta analizleri, (e) nicel sonuçlar	77
5.25.	50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozit sisteminde EDX çizgi analizi yapılan bölgeye ait, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) genel sonuçlar, (c) Si, (d) Al, (e) O, (f) C, (g) B elementlerinin çizgi analizi boyunca değişim grafikleri	78
5.26.	50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozitinin, (a) BSE görüntüsü, (b) Si, (c) Al, (d) C ve (e) B elementlerine ait EDX haritalama sonuçları	80
5.27.	50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozitinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası,	

	(d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik	82
5.28.	İyon dilimleme yöntemi ile hazırlanan 50kSiC-50iB ₄ C-Al numunesinin genel STEM HAADF görüntüleri	85
5.29.	85kSiC-15iB ₄ C-Al kompozitinin (a) XRD spektrumu, (b) nicel XRD sonuçları (toz numune).....	86
5.30.	85kSiC-15iB ₄ C-Al kompozitinin kesitinden hazırlanan numunenin, (a) üst, (b) orta ve (c) alt bölgesine ait SEM-BSE görüntüleri	89
5.31.	85kSiC-15iB ₄ C-Al kompozitinin, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) 1, (c) 2, (d) 3, (e) 4, (f) 5, (g) 6 numaralı bölgelerinden alınan EDX nokta analizleri, (h) nicel sonuçlar	90
5.32.	85kSiC-15iB ₄ C-Al kompozitinin, (a) BSE görüntüsü, (b) Si, (c) Al, (d) C ve (e) B elementlerine ait EDX haritalama sonuçları	91
5.33.	85kSiC-15iB ₄ C-Al kompozitinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik	93
5.34.	30kSiC-30iB ₄ C-40SN kompozitinin, (a) XRD spektrumu, (b) nicel XRD sonuçları (toz numune)	96
5.35.	30kSiC-30iB ₄ C-40SN kompozitinin kesitinden hazırlanan numunenin, (a) üst, (b) orta ve (c) alt bölgelerine ait SEM-BSE görüntüleri	98
5.36.	30kSiC-30iB ₄ C-40SN kompozitinin, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) 1, (c) 2, (d) 3, (e) 4 numaralı bölgelerinden alınan EDX nokta analizleri, (f) nicel sonuçlar.....	99
5.37.	30kSiC-30iB ₄ C-40SN kompozitinin, (a) BSE görüntüsü, (b) Cu, (c) Si, (d) Al, (e) N, (f) C ve (g) B elementlerine ait EDX haritalama sonuçları	100
5.38.	30kSiC-30iB ₄ C-40SN kompozitinin orta bölgesinden otomatik parlatma ile hazırlanan numunenin, (a) SEM-SE görüntüsü ve (b) desen kalite haritası	102
5.39.	30kSiC-30iB ₄ C-40SN kompozitinin kesitinin orta bölgesinden kesit parlatma ile hazırlanan numunenin EBSD ve EDX analiz sonuçları, (a) BSE görüntüsü, (b) SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası,	

(d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik, (f) 1 ve 2 numaralı bölgelerden alınan EDX nokta analiz sonuçları103

ÇİZELGELER DİZİNİ

4.1. Kullanılan 2024 ve 7075 Al alaşımlarının bileşimi	20
4.2. Başlangıç tozlarının lazer kırınım yöntemi ile ölçülen tane boyutları	20
4.3. Kaba B ₄ C tozu kullanılarak 2024 Al alaşımıyla üretilen numunenin yoğunluk ve açık gözenek oranları	20
4.4. α-Si ₃ N ₄ tozu kullanılarak, 2024 ve 7075 Al alaşımlarıyla üretilen numunelerin yoğunluk ve % açık gözenek oranları	22
4.5. SiC-B ₄ C-Al ve SiC-B ₄ C-Si ₃ N ₄ -Al sistemlerinde tasarlanan yığın bileşimleri	22
4.6. Üretimi gerçekleştirilen karma yapılarda kullanılan Al alaşımı, emdirme sıcaklıkları ve bu sıcaklıklarda bekleme süreleri	23
4.7. Üretilen karma yapıların yığınsal yoğunluk değerleri ve % açık gözenek oranları	24
4.8. Otomatik parlatma süreç koşulları	26
4.9. 50kSiC-50iB ₄ C-Al kompozitinin TEM analizleri için iyon dilimleme cihazı ile hazırlama koşulları	29
4.10. EBSD yazılımına eklenen kristalografik veriler	30

1. GİRİŞ

Seramik malzemeler, genel olarak yüksek mekanik dayanıma ve sertliğe sahip, düşük yoğunluklu malzemelerdir. Seramiklerin bu özelliklerinden yararlanmak ve nispeten düşük olan kırılma tokluğu değerlerini yükselterek savunma, elektronik, otomotiv, havacılık ve refrakter sanayilerinde kullanılmalarını sağlamak amacıyla seramik-metal karma yapılar üretilmektedir. Karma yapılar, toz metalurjisi ve basınçlı emdirme yöntemleriyle üretilebildiği gibi, yüksek seramik oranına sahip seramik-metal karma yapı üretimi daha ucuz ve basit bir yöntem olan basınçsız tepkin emdirme yöntemiyle başarıyla gerçekleştirilebilmektedir. Çalışmalarımızda Bor karbür (B_4C) ve Silisyum Karbür (SiC) seramik malzemeleri kullanılmıştır. B_4C seramikleri, hafiflikleri, güçlü kovalent bağ karakterleri ve üstün mekanik özellikleri nedeniyle, aşınma ve darbe direnci gerektiren özellikle zırh uygulamalarında geniş kullanım alanı bulmaktadır. Ancak, kovalent bağlı bir seramik malzeme olan B_4C 'ün düşük kırılma tokluğu ve yüksek üretim maliyeti, bu malzemenin kullanımının daha fazla yaygınlaşmasını önlemektedir. SiC güçlü bir kovalent karaktere, yüksek sertlik, mükemmel yüksek sıcaklık sürünme direnci, yüksek ısı iletkenlik ve mükemmel oksidasyon/korozyon direnci özelliklerine sahiptir. SiC seramiklerinin en büyük olumsuz yanıysa düşük kırılma tokluğuna sahip olmalarıdır.

Bu çalışmada, seramik bünyelere basınçsız tepkin emdirme yöntemiyle farklı Al alaşımları emdirilerek Si_3N_4 -Al, B_4C -Al, SiC - B_4C -Al ve SiC - B_4C - Si_3N_4 -Al seramik-metal kompozitler üretilmiş ve kompozitlerde oluşan fazların tespiti özellikle Geri Saçınan Elektron Kırınımı (EBSD) teknikleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar X-Işını Kırınım (XRD) ve Geçirimli Elektron Mikroskop (TEM) analizleri ile desteklenmiştir.

EBSD tekniği, genel olarak, Taramalı Elektron Mikroskopunda (SEM) incelenen bir numuneden kristalografik bilgi elde etmek amacıyla kullanılan bir tekniktir. Bu teknik, ticari olarak ulaşılabilen ilk sistemin tanıtıldığı 1994 yılından bu yana, özellikle son yıllarda kaydedilen teknolojik gelişmelerle birlikte, malzemelerde mikroyönlenme tayini, fazların belirlenmesi, tane sınırı ve deformasyon mikroyapılarının incelenmesi gibi malzeme biliminde önemli konuların incelenmesinde gün geçtikçe daha da yaygınlaşarak kullanılmaktadır.

Teknięe karşı her geen gn artan ilginin en byk nedeni, yukarıda bahsi geen analizleri TEM ve XRD tekniklerine gre daha kısa srede gerekleřtirmeye olanak tanınması ve herhangi bir taramalı elektron mikroskopuna kolayca eklenebilen donanım/yazılımla elde edilebilen dolayısıyla az maliyet gerektiren bir teknik olmasıdır.

2. SERAMİK-METAL KOMPOZİTLER

2.1. Seramik-Metal Kompozitlerin Genel Özellikleri

Seramik-metal kompozitler (seramik ve metal-matris kompozitler), monolitik seramiklerin kırılma kaynağı düşük güvenilirlik problemlerinin üstesinden gelebilmek, böylece roket ve jet motorları, gaz türbinleri, uzay araçlarının ısı kalkanları, hava araçlarının frenleri, ısı işlem fırınları ve reaktörler gibi zorlu koşullar altındaki yapısal parçalarda kullanılmalarını sağlamak bakış açısıyla geliştirilen kompozit malzemelerdir [1].

Seramik-metal kompozitlerin üstünlükleri gün geçtikçe ortaya çıkmaktadır. Örneğin ileri teknoloji ürünü motorlarda kullanımının motorun daha yüksek sıcaklıklarda çalışabilmesine izin vererek verimi arttıracak bunun yanında soğutma suyu kullanımını azaltacak düşünülmektedir. Süperalaşımın yerini alarak, önemli ölçüde ağırlık avantajı sağlaması tasarlanmaktadır [1].

Bu özellikleriyle pek çok mühendislik uygulamasında yaygın kullanım alanı bulması beklenen seramik-metal kompozitlerin uygulamada yaygın olarak kullanılmasının önündeki en büyük engeller, uygun takviye malzemelerinin az bulunur olması, üretim zorlukları, güvenilir malzeme veri bankalarının olmayışı, ürün ömrü ve maliyet ile ilgili problemlerin varlığıdır [1].

Seramik-metal kompozitler, devamlı ve kesikli takviye malzemeleri kullanılarak üretilirler. Halen devam etmekle birlikte, kompozitler üzerine ilk çalışmalar sürekli fiber takviye malzemelerinin kullanılması üzerine yapılmıştır. Fakat devamlı fiber malzemelerin üretim maliyetleri, karmaşık üretim yollarıyla beraber üretimin sınırlı olması, üstün performans gereken uygulamalarda kullanımlarını sınırlandırmıştır. Bu durum süresiz takviye malzemeleri ile üretilen kompozitlerin geliştirilmesine ön ayak olmuştur. Günümüzde parçacık takviyeli seramik-metal kompozitler, hafif olmaları, düşük maliyetleri, yüksek elastik modül ve dayanımları, yüksek aşınma dirençleri ve kolay üretilebilir olmaları ile ticari üretim aşamasına gelmiş bulunmaktadır [2].

Parçacık takviyeli kompozitler izotropik malzeme özelliği gösterebilirler. Takviye malzemesinin hacimce oranı, parçacıkların boyutu ve aralarındaki boşluk kompozit malzemenin dayanımını etkileyen başlıca özelliklerdir [3].

Seramik malzemeler parçacık formunda ulaşılabilir malzemelerdir ve kompozit malzemelerde takviye malzemesi olarak geniş bir kullanım alanına sahiptirler. İhtiyaç duyulan uygulamaya bağlı olarak kullanılacak üretim yöntemi, matris alaşımı ve takviye malzemeleri seçilebilir [4].

Parçacık takviyeli seramik-metal kompozitlerin üretimi için döküm, emdirme ve sıvı faz sinterlemesi yöntemleri bulunmaktadır [5].

2.2. B₄C-Al, Si₃N₄-Al ve SiC-B₄C-Al Kompozitleri

B₄C, düşük yoğunluğu (2,51 g/cm³), mükemmel kimyasal dayanımı ve sertliği ile farklı yapısal ve fonksiyonel uygulamalar için ideal ve ilgi çekici bir malzemedir [6]. Yüksek ergime sıcaklığı (2447°C), yüksek elektriksel iletkenlik (0,1-10 Ω.cm) ve yüksek sıcaklık termoelektrik özellikler bu malzemeyi yüksek performans uygulamaları için uygun bir malzeme haline getirmektedir [7-10].

Yüksek nötron soğurma özelliğiyle de nükleer uygulamalar için değerli bir malzemedir. Bu özelliklerine rağmen monolitik bor karbür seramikleri, ileri yapısal seramikler olarak gerçek potansiyelinde kullanılamamaktadır. Şok yüklemeler sırasında meydana gelen yüksek gerinme hızlarında bölgesel amorflaşma sorunu bor karbür seramiklerinde görülen bir sorundur [11]. Bu sorun kırılma tokluğunu azaltmakta ve böylece malzemenin servis koşullarında kullanımı sınırlanmaktadır. Bu noktada, B₄C ile alüminyum gibi bir metali bir araya getirip birleştirerek düşük kırılma tokluğu sorununu azaltmak bilinen bir yöntemdir [12-16].

Metalik malzeme olarak Al'un seçilmesinin bazı faydaları vardır ki bunlar Al metalinin düşük yoğunluklu ve kolay bulunabilir oluşu, yüksek sıcaklıklarda Al'un B₄C'ü ıslatmasının iyi olmasıdır. B₄C ve sıvı Al'un teması ile farklı ikili ve üçlü fazlar ortaya çıkar (Al₃BC, AlB₁₀ ve Al₄C₃ gibi) [17-19].

Bunlardan en çok görülen faz Al₃BC'dir ki bu faz pek çok farklı emdirme sıcaklıklarında ve sürelerinde görülür. Bu fazlar sıvı Al'un B₄C'ü ıslatmasına yardımcı olmalarına rağmen, genel olarak üretilen kompozitin özelliklerini olumsuz etkilerler. Bu nedenle bu fazların oluşumunun mümkün olduğunca sınırlandırılması gerekir. Özellikle Al₄C₃ oluşumu bu fazın havadaki nem ile kolayca tepkimeye girmesi nedeniyle önlenmelidir [19]. Genel olarak, sıvı Al'un

seramik parçacıkları ıslatma kabiliyeti azdır [20]. Bunun nedeni olarak, seramik parçacık yüzeyini kaplayan kirlilik, nem ya da gaz tabakası gösterilir. Örneğin, Al parçacığını saran Al_2O_3 tabakası ya da SiC parçacığını saran SiO_2 tabakası sıvı metalin asıl tanecikle temasını engeller [21-24].

Sıvı metal ile seramik tanenin ıslatılmasını sağlayan/destekleyen birkaç yöntem vardır. Bunlar şu şekilde gruplandırılabilir: (a) sıvı metalin sıcaklığını arttırmak [25], (b) Mg, Li, Ca, Ti veya Zr gibi yüzey aktif/pasif elementleri matris alaşımına eklemek [26,27], (c) seramik parçacıkları oksitlemek ya da kaplamak [28-31], (d) ön ısıtma gibi bir yöntemle seramik taneciklerin yüzeylerini temizlemek [32-34]. Tüm bu yöntemler katının yüzey enerjisini arttırmak, sıvı alaşımın yüzey gerinmesini düşürmek, katı-sıvı arayüz enerjisini düşürmek prensiplerine dayalıdır [35].

Si_3N_4 bazlı sistemlerde pek çok takviye fazı mekanik, elektriksel ve ısı özellikleri geliştirmek için kullanılır. Bu amaçla değişik üretim yöntemleri seçilebilir. Örneğin, kompozit yaklaşımı ile farklı fazlar bir araya getirilir ya da farklı kimyasallar istenen fazları oluşturmak için eklenebilir [36].

B_4C -Al kompozitleri özellikle balistik uygulamalarda kullanım potansiyeline sahip aday malzemelerdir. Kompozitin üretimi için basınçsız tepkin emdirme gibi düşük maliyetli üretim tekniklerinin varlığına rağmen B_4C tozunun pahalı bir toz olması, bu kompozitlerin yaygın kullanımını olumsuz etkilemektedir. Diğer yandan SiC, yüksek miktarlarda üretilen ve B_4C 'e nazaran daha çok uygulama alanına sahip bir seramik malzemedir. SiC tozunun maliyeti B_4C tozuna göre çok daha düşüktür ve bununla beraber balistik performansı B_4C 'e yakındır. Bu nedenle mümkün olduğunca az miktarda B_4C tozu kullanılan SiC- B_4C -Al kompozitleri basınçsız tepkin emdirme yöntemi ile üretilmektedir. Bu çalışmalarda B_4C tozunun Al sıvı metalinin SiC tozunu ıslatabilirliğini de arttırdığı görülmüştür. Bu nedenle SiC tozlarının oksitlenmesi veya kaplanması da gerekmemektedir [37]. SiC- B_4C -Al sistemine Si_3N_4 ilavesi ile havadaki nem ile kolayca reaksiyona girebilen ve kompozitin servis koşullarında kullanımını olumsuz etkileyen Al_4C_3 fazının oluşumu engellenebilir [57].

3. EBSD TEKNİĞİ VE MALZEMELERDE FAZ ANALİZİ

3.1. EBSD Tekniđi

EBSD tekniđi, malzemelerden kristallografik bilgi edinmeyi sađlayan, taramalı elektron mikroskopi tekniklerinden biridir. Taramalı elektron mikroskobunda, elektron tabancasından ıkan elektron demetinin, numune haznesi ierisinde eđimli bir Őekilde konumlandırılmıŐ olan hedef numuneye arpması sonucu, numune ve numuneye arpan elektron demeti arasında meydana gelen etkileŐim, malzemedeki kristallerin rg dzlemlerinden yansiyarak, kırınımına uđramıŐ elektronların elde edilmesini sađlar. Bu elektronların EBSD dedektrnn n yznde bulunan fosfor ekrana dŐmesi sonucu bir kırınım deseni elde edilir. Bu desen, malzemenin elektron demeti ile etkileŐime giren blgesindeki kristal yapısı hakkında bilgi veren karakteristik bir yapıdadır ve bu blgedeki;

- Kristal ynlenmesi,
- Tane sınırı ynlenmesi,
- Farklı fazların tespiti,
- Kristal mkemelliđinin tespiti ve lmnde kullanılır.

EBSD tekniđi, elektron demetinin numune yzeyini taramasıyla, yukarıda sıralanan ve malzemenin her bir noktasından ayrı ayrı elde edilen bilgilerin birleŐimi sonucu, numune genelindeki tanelerin ynlenmesi, morfolojisi ve tane sınırlarının nitel ve nicel analizinde kullanılan bir teknik olarak karŐımıza ıkar [38].

3.1.1. Sistem bileŐenleri

AlıŐılagelen SEM donanımına ek olarak EBSD sistem bileŐenleri kısaca Őu Őekilde sıralanabilir:

- Yatayla 70° aı yapacak Őekilde numune konumlandırmayı sađlayacak numune tutucu,
- zerinde numunenin karakteristik kırınım deseni oluŐacak fosfor ekran,
- Fosfor ekran zerinde oluŐan kırınım desenini grntleyecek yksek hassasiyete sahip kamera,

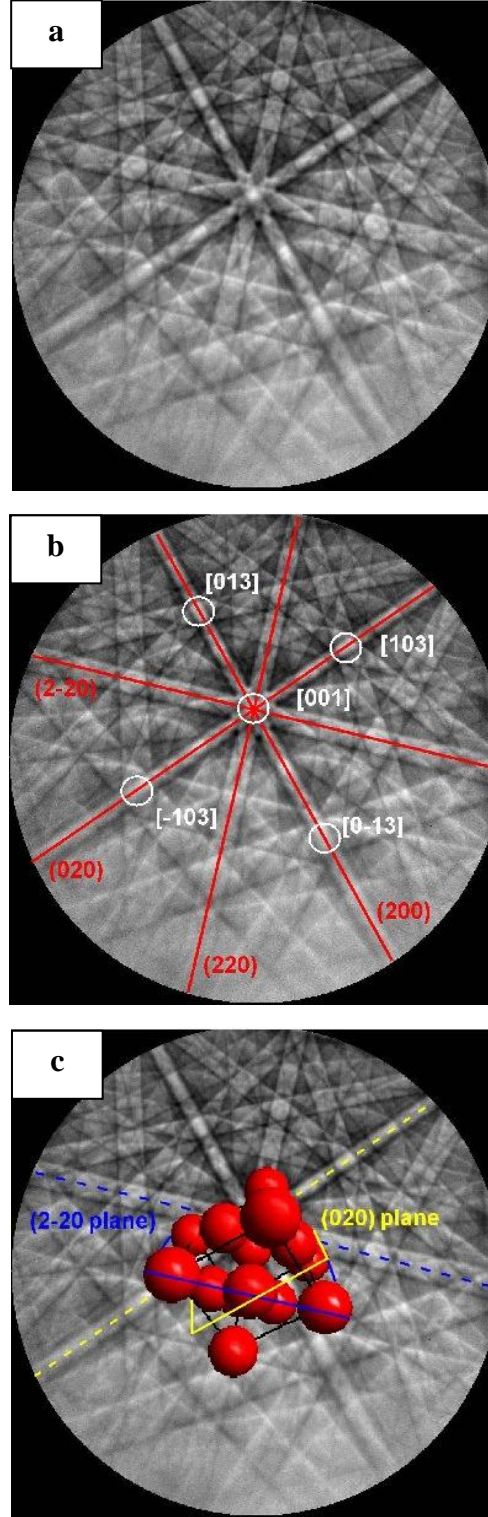
- EBSD dedektörünün kumanda edilmesine yarayan yazılım ve donanım,
- EBSD analizlerinin yapılması, kırınım deseninin tespit edilmesi, işlenmesi ve sonuçların görüntülenmesini sağlayan yazılım.

3.1.2. Desen oluşumu

Numune elektron etkileşimi sonucu, inelastik saçınım gerçekleşir. Meydana gelen saçınım az miktarda enerji kaybına yol açar ve bu enerji kaybı ile malzeme yüzeyine çok yakın olan bölgede farklı enerjiye sahip bir elektron kaynağı oluşmasına sebep olurlar. Bu elektronların bir kısmı atomik düzlemlere Bragg açılarında gelirler. Bragg açılarında gelen elektronlar, kırınıma uğrar ve kırınıma uğradıkları düzlemlere karşılık gelen yüksek açılı konik eşler oluştururlar. Kırınım sonucu oluşan bu koniler arasında oluşan, elektron şiddetlerinin birbirlerini desteklediği bölgelerin, floresan ekran üzerine yansımaları Kikuchi bantlarının oluşturduğu karakteristik kırınım deseni oluşur (Şekil 3.1 (a)).

3.1.3. Desenlerin yorumlanması

Kikuchi bantlarının merkez çizgileri, kırınım düzlemlerinin fosfor ekran üzerindeki karşılığıdır. Böyle olunca, Kikuchi bantları kendilerini oluşturan düzlemlerin Miller indisleri olarak etiketlenebilir. Fosfor ekran üzerinde oluşan her nokta, kristal yönlerinin ekranla kesişme noktalarıdır. Özellikle Kikuchi bantlarının kesişimleri, kristaldeki zone eksenlerinin fosfor ekranla kesişim noktalarına tekabül eder. Bu noktalar zone eksenleri için kristal yönleri ile etiketlenebilir (Şekil 3.1 (b)). Kikuchi bantlarının pozisyonlarından yararlanılarak, kristallerin yönlenmeleri tespit edilebilir (Şekil 3.1 (c)). Etiketleme işlemleri sistem tarafından otomatik olarak yapılmaktadır. Bu işlemde Kikuchi bantlarının pozisyonları Hough dönüşümü yardımıyla otomatik olarak belirlenir.



Şekil 3.1. (a) Nikele ait kırınım deseni, (b) kırınım deseninin etiketlenmesi, (c) kırınım desenlerindeki (2-20) ve (020) Kikuchi bantlarına tekabül eden düzlemlerin etiketlenmesi [38]

Faz analizi dışında, nokta analizi, kristal yönlenme ve desen kalite haritalamaları diğer EBSD tekniklerini oluşturmaktadırlar.

3.1.4. Nokta analizi

Nokta analizi, elektron demetinin numune üzerindeki belli bir noktaya odaklanması sonucu buradan kırınım deseni elde edilmesi ve bu noktanın yönlenme hesaplamasında kullanılır. Numune yüzeyindeki farklı bölgeler bu şekilde incelenerek numunenin geneli hakkında hızlıca yönlenme dağılımı ve kristalinite hakkında bilgi edinilir.

3.1.5. Kristal yönlenme haritalaması

Numune yüzeyinde analizi yapılacak bölgenin elektron demeti tarafından nokta nokta taranması ve çok ayrıntılı bir şekilde numunedeki tanelerin ve bu tanelerin yönlerinin tespit edilmesinde kullanılan bir tekniktir.

3.1.6. Desen kalite haritalaması

Taramalı elektron mikroskopunda ikincil elektron ya da geri saçılan elektron görüntüleme teknikleriyle tespit edilemeyen, tane sınırı ve yüzeydeki çizik v.b. hasarları tespit etmeyi sağlayan bir tekniktir. Desen kalite haritası (ya da Image Quality Map, IQ), farklı noktalardan elde edilen geri saçılan elektron kırınım desenlerinin kalitesini tanımlayan ve farklı gerinme bölgelerine göre değişme gösteren bir analizdir. Mükemmel kristallerden çok yüksek desen kalitesi elde edilirken, yüksek gerinmeye sahip tane sınırı gibi bölgelerden elde edilen desen kalitesi düşük olmaktadır. Bu analiz tipi, numunede bulunan tane ve tane sınırlarının nitel analizi ile diğer hataların tespit edilmesinde kullanılır [39].

Desen kalite haritalaması, faz analizi ile ilgili olmakla birlikte, nokta ve kristal yönlenme analiz teknikleri çalışmanın konusu dışında olduğundan ayrıntılı bir şekilde yer verilmemiştir.

3.2. EBSD Tekniđi ile Faz Analizi

Faz analizi optik mikroskop, XRD, EBSD ve TEM teknikleri kullanılarak gerekleřtirilebilir [43].

EBSD tekniđi ile faz tespitinde incelenen blgedeki farklı fazlardan elde edilen kırınım desenleri, nceden belirli (yazılımda yer alan) kırınım desenleri ile karřılařtırır ve en iyi rtuřenler “numunede bulunan faz” olarak seilir ve sonu olarak verilir [43].

EBSD tekniđinin diđer faz analizi tekniklerine gre bazı avantajları ve dezavantajları bulunmaktadır. Genel olarak tekniđin faz analizindeki yeri ve neminin belirtilebilmesi amacıyla EBSD tekniđi ve faz analizine imkn veren diđer teknikler ařađıdaki gibi karřılařtırılabilir:

EBSD yntemi, hem ynlenme miktarının tespitinde hem de faz analizinde XRD yntemini tamamlayıcı bir yntemdir. EBSD tekniđi malzemenin yapısında bulunan fazların tespiti, birbirinden ayırt edilmesi ve miktarlarının belirlenebilmesini sađlar [43].

XRD yntemi, numunede ynlenme miktarının fazla olduđu durumlarda ve ayrıca kelti fazlarının kk olduđu durumlarda gvenilir bir teknik deđildir. Bu gibi durumlarda EBSD tekniđi daha gvenilirdir [40].

Nicel metalurji aısından, EBSD tekniđinin optik mikroskoptan stnlđ, daha yksek znrlk, daha kesin sonular ve daha btnsel bir mikroyapı karakterizasyonuna imkn vermesidir [41].

EBSD tekniđinin geliřtirilmesinden nce, mikron boyutundaki fazların tespitinde kullanılabilen ve elektron kaynađı kullanan tek cihaz, TEM ve TEM’de elektron kırınımı prensibine dayalı Yakınsak Demet Elektron Kırınımı (CBED) ve Seilmiř Alan Elektron Kırınımı (SAED) teknikleriydi. EBSD tekniđiyle faz analizi, TEM teknikleri ile elde edilen sonuları tamamlayıcıdır [42].

EBSD ynteminin TEM’den stnlđ:

- İncelenecek malzemededen, malzemenin btnn yansıtacak kadar uygun numune hazırlamanın ok zahmetli olduđu TEM’e gre, ok daha kolay hazırlanan bir numune ile analize imkn tanınması,
- ok geniř alanlardan ve malzemenin genelinin mikroyapısını veren analizler yapılmasına izin vermesi,

- TEM'in aksine, kırınım desenlerinin çok hızlı bir şekilde elde edilip analiz edilmesine ve böylece tek bir haritalama ile binlerce tanenin analizine olanak tanınması,
- TEM'den çok daha ucuz donanım gereksinimine ihtiyaç duyması olarak sıralanabilir.
- Bunun yanında tekniğin TEM'e göre dezavantajları da vardır ve bunlar;
- Daha düşük çözünürlük,
- Bağımsız dislokasyon ve hataları görüntüleyememe,
- Veri elde etmenin çok uzun sürmesi olarak sıralanabilir [41,42].

Ayrıca, Enerji Saçılımlı X- ışını Spektroskopisi (EDX) ve Dalgaboyu Saçılımlı X- ışını Spektroskopisi (WDX) teknikleri, fazların içerisinde bulunan elementleri kimyasal olarak saptamakta kullanılan teknikler olarak, faz tespitinde EBSD tekniğine yardımcı teknikler olarak kullanılabilirler. Fakat EDX analizleri ile hafif elementlerin tespitinin zorluğu göz önünde bulundurulmalı ve değerlendirmeler buna göre yapılmalıdır [42].

3.3. Seramik-Metal Kompozit Malzemelerde EBSD Tekniği ile Faz Analizi

Seramik-metal kompozit malzemelerde (sermet), fazların kompozisyonlarının belirlenmesi, tanelerin boyut ve morfolojilerinin belirlenmesi, kompozisyon farklılıkları gösteren bölgelerin tespiti sıklıkla uygulanan mikroyapı analizleridir [43-47].

Roebuck ve Gee [48], optik mikroskopi, XRD, SEM-BSE, Taramalı Geçirimli Elektron Mikroskop-Elektron Enerji Kayıp Spektroskopisi (STEM-EELS), İkincil İyon Kütle Spektroskopisi (SIMS), Auger Elektron Spektroskopisi (AES) ve Atom Prob Alan İyon Mikroskopi (APFIM) teknikleri üzerine yaptıkları çalışmada, tane boyutu 1 μm 'nin altında olan malzemelerde kompozisyon değişimlerinin belirlenmesinin zorluklarını belirtmişlerdir. Bu gibi malzemelerde kimyasal kompozisyonun belirlenmesinde Enerji Filtreli Geçirimli Elektron Mikroskopi (EFTEM) tekniğinin uygun olduğu belirtilmektedir [49]. Fakat bu ve diğer TEM tekniklerinin çok küçük bir hacimden veri elde etmeleri ve dolayısıyla numune geneli hakkında güvenilir bir bilgi veremeyeceği vurgulanmaktadır [41,42,49].

Houska [50,51], yaptığı çalışmalarda, tane boyutu 1 μm 'nin altında olan malzemelerde kimyasal kompozisyon ve faz tespitinde XRD tekniğini basit ve güvenilir bir teknik olarak göstermiştir. Fakat tekniğin düşük çözünürlüğe sahip olduğu vurgulanmıştır.

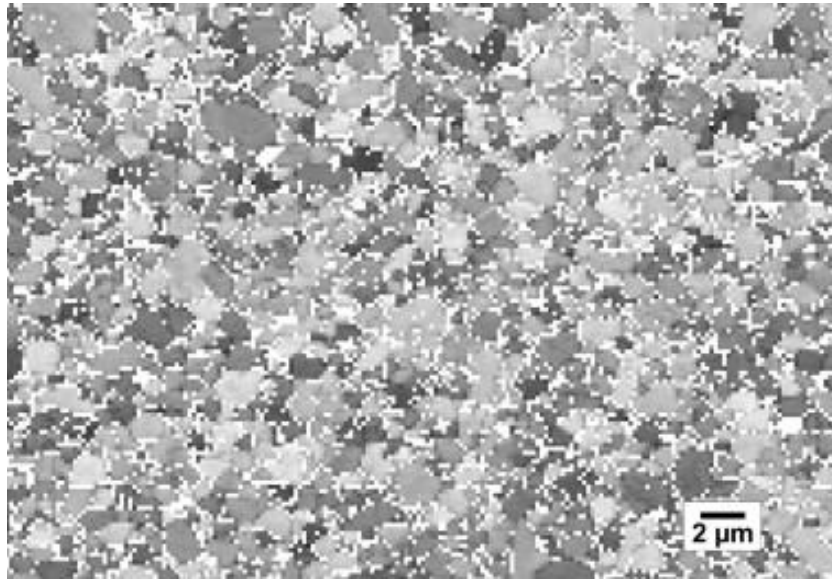
XRD tekniğinin, malzemelerde var olan fazları belirlerken, bu fazların bulunduğu yer ve yapı içinde dağılımları ile ilgili herhangi bir bilgi vermemesi de bu tekniğin faz analizindeki yetersizliklerinden biri olarak gösterilmektedir. Bu sebeple, XRD, SEM-EDX ve SEM-EBSD teknikleri bir arada kullanılarak sermetlerin genel mikroyapı analizleri ve faz analizi daha doğru ve güvenilir bir şekilde gerçekleştirilmiştir [52]. Fakat EBSD faz haritalarına yer verilmemiş, bunun yerine kristal yönlenme haritaları verilmiştir (Şekil 3.2).

WC/Co seramik-metal kompozitleri üzerine yapılan bir çalışmada ise, EBSD tekniği kullanılarak, mekanik testler uygulanmış malzemedeki plastik gerinme oluşumu tespit edilmiştir. Bu tespit, EBSD tekniğiyle numunedeki bant kontrast görüntüsünün (diğer bir ifade ile desen kalite haritasının ya da görüntü kalite haritasının) elde edilmesi ve genel olarak koyu renkli bir harita elde edilmesinden yola çıkılarak ve bu sonucun plastik gerinme ile ilgili bir durum olduğu açıklanarak yapılmıştır [53]. Her ne kadar bu çalışmada faz haritaları verilmemiş olsa da, elde edilen desen kalite ve yönlenme haritaları göz önüne alındığında (Şekil 3.3), alınacak bir faz haritasının da yüksek bir çözünürlüğe sahip olmayacağı açıktır. Çünkü daha önceden de verilen bilgilerden rahatça anlaşılacağı gibi tüm EBSD analiz tekniklerinin doğru ve anlamlı sonuçlar verebilmesi için gerekli olan temel faktör yüksek bant kontrastı elde edilmesi yani yüksek desen kalitesine sahip kırınım desenleri elde edilebilmesidir. Şekil 3.4'de yüksek bant kontrastı elde edilen seramik numunenin SEM-BSE ve desen kalite görüntüsü verilmiştir [54].

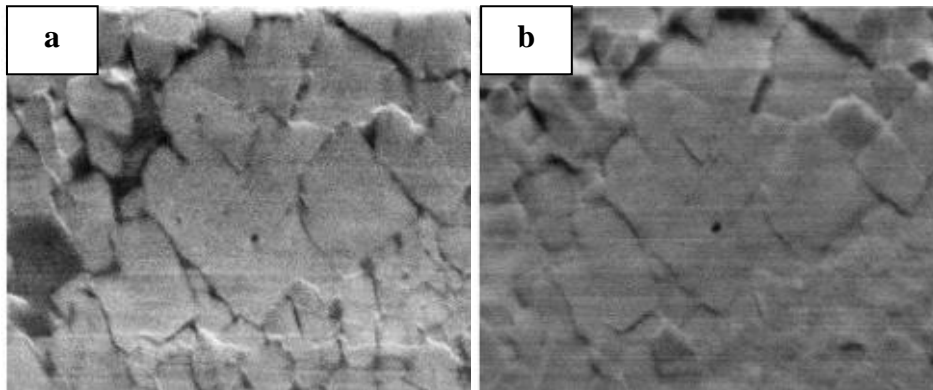
Sermetler arasında değerlendirilmese de, faz analizi üzerine yapılan bir diğer çalışmada, kum kalıba döküm yöntemiyle üretilmiş Si-Al alaşımında oluşan intermetalik fazların tespiti amacıyla EBSD yöntemi kullanılmıştır [55]. Bu çalışma, oluşan fazların seramik-metal kompozitlerde oluşan arafazlarla benzerlik göstermesi açısından bu bölümde değerlendirilmiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde, faz analizinin, SEM-BSE görüntüleri ve EDX analizlerinden yola

çıkılarak gerçekleştirildiği ve farklı kontrasta sahip herhangi iki bölgeden birer nokta analizi ile elde edilen Kikuchi desenleri üzerinden yapıldığı görülmüştür (Şekil 3.5 ve 3.6). Diğer çalışmalar gibi, bu çalışmada da genel bir faz haritası verilmediği görülmektedir.

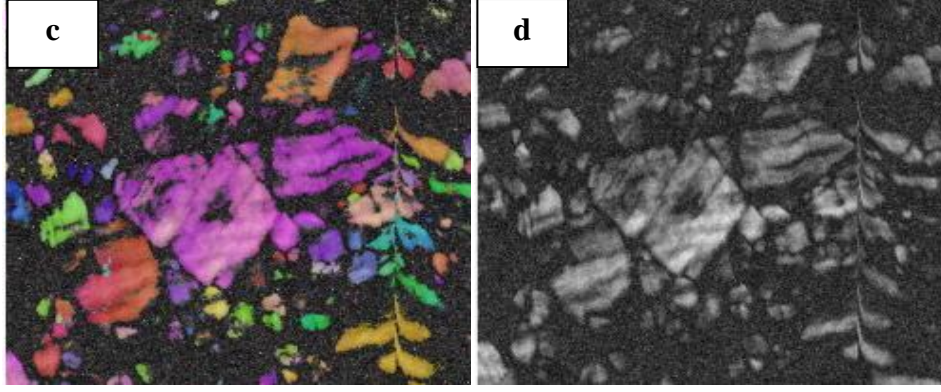
Al-Si alaşımlarında intermetalik fazların tespiti ile ilgili yapılan çok güncel bir çalışmadan elde edilen sonuçlar incelendiğinde (Şekil 3.7), faz haritalama analizleri için EDX ve EBSD tekniklerinin eş zamanlı olarak kullanılmasının çok daha doğru sonuçlar verdiği görülmüştür [56].



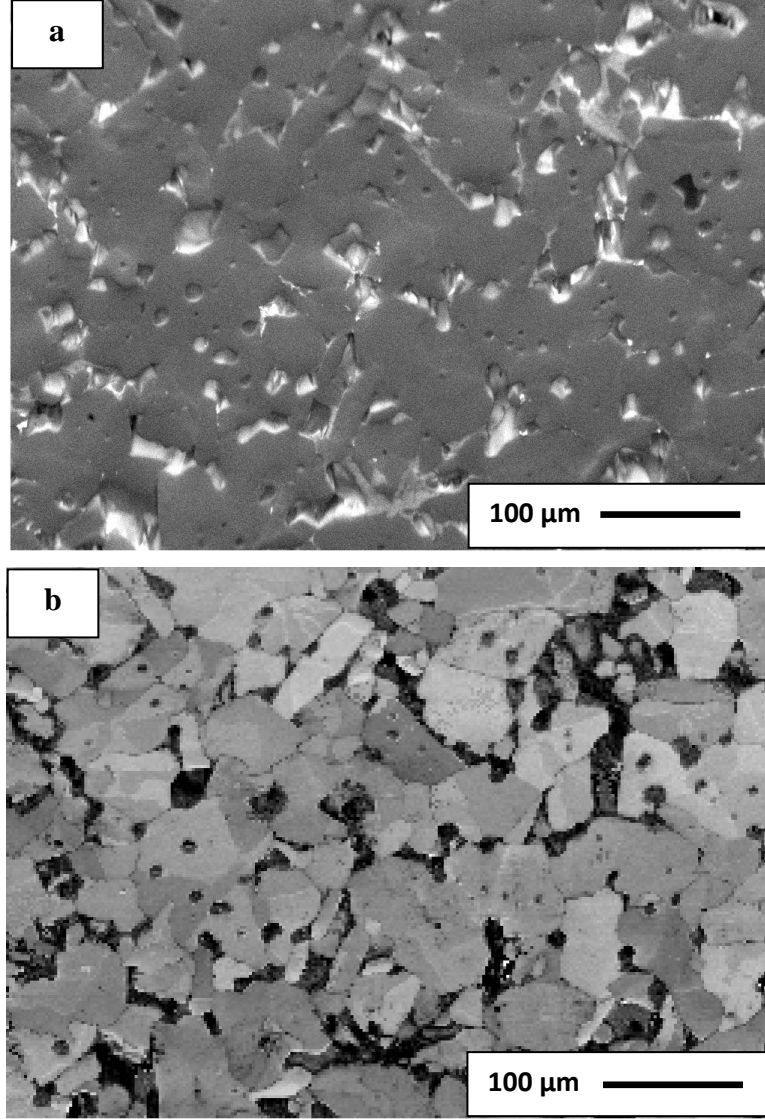
Şekil 3.2. A numunesine ait SEM/EBSD görüntüsü (Beyaz bölgeler Cu-Ni bağlayıcı ve farklı kontrasta sahip gri bölgeler tane veya tane sınırlarındaki farklı yönelme miktarlarını göstermektedir) [52]



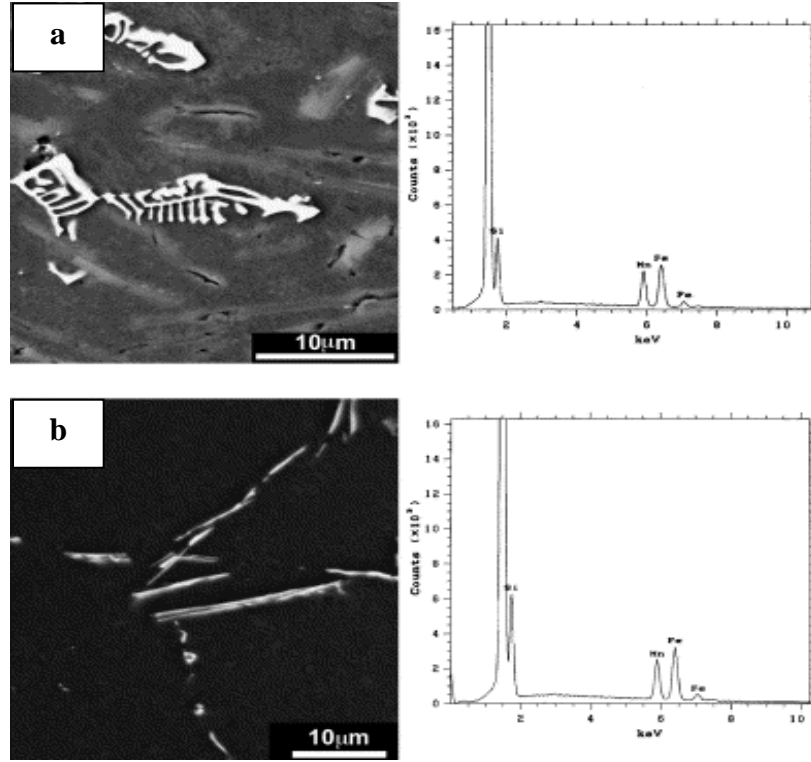
Şekil 3.3. Mekanik olarak deforme olmuş WC/Co numunesine ait (a) ikincil elektron, (b) forescatter geri saçılan, (c) ters kutup figür+desen kalite, (d) desen kalite görüntüsü [53]



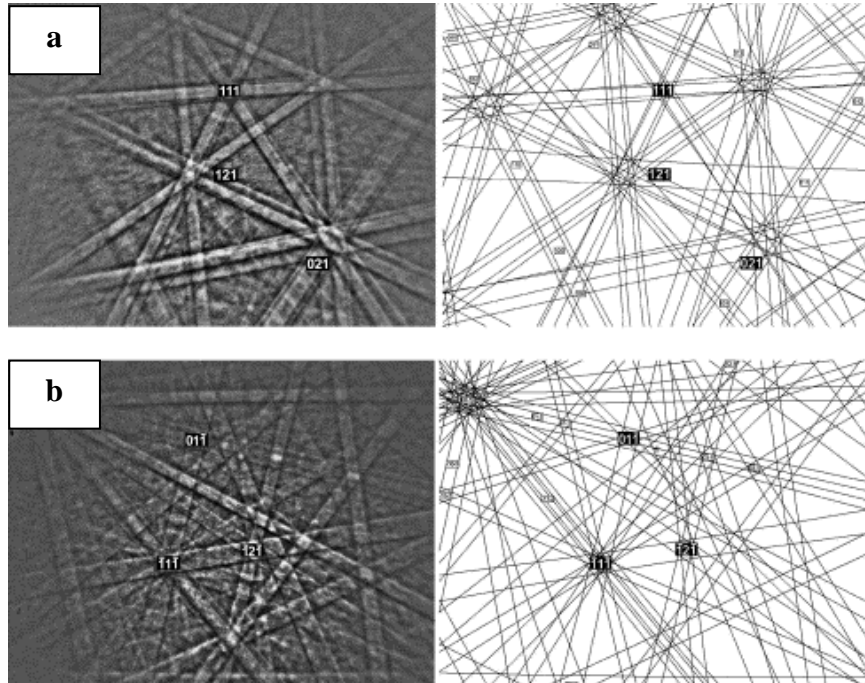
Şekil 3.3. Mekanik olarak deforme olmuş WC/Co numunesine ait (a) ikincil elektron, (b) forescatter geri saçınan, (c) ters kutup figür+desen kalite, (d) desen kalite görüntüsü [53] (devam)



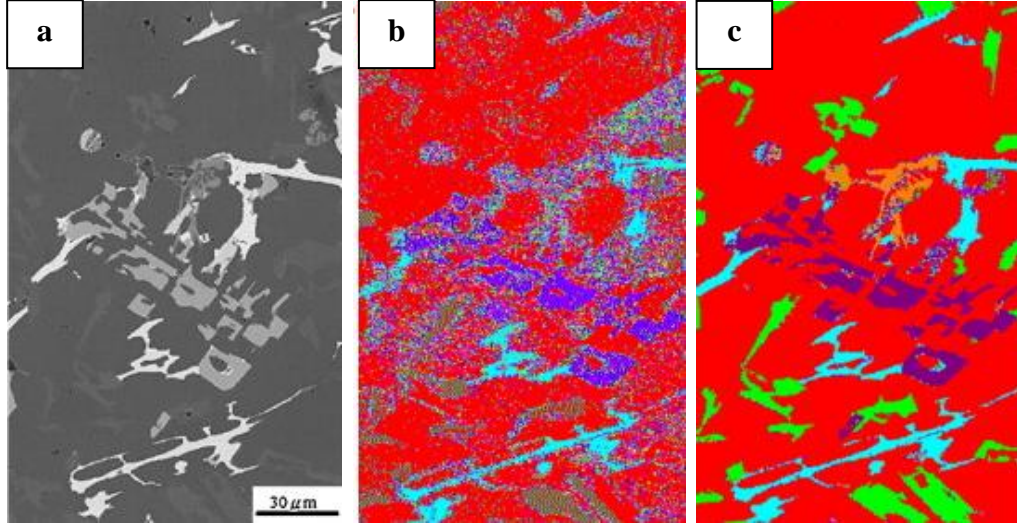
Şekil 3.4. Geleneksel parlatma tekniği ile hazırlanmış alümina numunesinin, (a) geri saçınan elektron görüntüsü, (b) desen kalite haritası [54]



Şekil 3.5. Al-Si döküm alaşımında oluşan intermetalik parçacıklara ait SEM-BSE görüntüsü ve EDX spektrumu (a) α -fazı, (b) β -fazı [55]



Şekil 3.6. HKL Channel 5 yazılımı ile indekslenen α ve β fazlarına ait EBSD desenleri, (a) $\text{Al}_{19}(\text{Fe},\text{Mn})_5\text{Si}_2$ olarak indekslenen α , (b) $\text{Al}_3(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}_2$ olarak indekslenen β fazları [55]



Şekil 3.7. Al-Si alaşımına ait, (a) SEM görüntüsü, (b) orijinal EBSD faz haritası, (c) EDX ve EBSD analizlerinin eş zamanlı yapılması ile elde edilen EBSD haritası (Al, Si, Al₉FeNi, Al₇Cu₄Ni, Al₅Cu₂Mg₈Si₆) [56]

3.4. Amaç ve Önem

Bu çalışmanın amacı, basınçsız tepkin emdirme yöntemiyle üretilen farklı kompozisyonlara sahip seramik-metal karma yapılarda oluşan fazların, özellikle EBSD tekniği kullanılarak tespit edilmesidir. Bu çalışma ile elde edilmesi planlanan çıktılar;

- Literatürde az sayıda rastlanılan, kompozitler üzerinde EBSD tekniğinin faz analizi amacıyla verimli bir şekilde kullanılıp kullanılmadığının tespiti,
- Çok ince mikroyapıya sahip malzemelerde (kompozitlerde) EBSD tekniğinin uygulanabilirliğinin tespiti,
- Karma yapılarda, EBSD tekniği ve diğer faz analizi tekniklerinin bir arada kullanılmasıyla faz analizinin tam ve doğru olarak yapılabilirliğinin sağlanması,
- SEM-EBSD teknikleriyle karma yapılara ait mikroyapının analiz edilmesi ile numunelerde meydana gelen tepkimelerin ve tepkime ürünlerinin geçirimli elektron mikroskopi teknikleri ile belirlenmesi ve bunların termodinamik açıklamalarının yapılarak özelliklerinin geliştirilmesine yardımcı bir ön çalışma yapılmasıdır.

Mevcut literatür incelendiğinde, seramik-metal karma yapılar üzerine bu denli kapsamlı bir çalışmaya rastlanmamıştır. Ayrıca, bu çalışmanın yapılması esnasında karşılaşılan ve çözüm yöntemleri üzerinde çalışılan bazı konuların, literatüre dâhil olan yeni çalışmalar ve sonuçlarıyla açıklanabilir duruma gelmesi, çalışılan konunun güncelliğinin ve evrensel boyutta yapılan çalışmalarla eş zamanlı olduğunun görülmesi bakımından önemlidir.

Ülkemiz için henüz çok yeni bir teknik olan EBSD tekniği, bu ve bunun gibi çalışmalarla tanınıp daha iyi anlaşılacak ve ülkemizin bilimsel bilgi birikimine katkı yapacaktır. Ayrıca, endüstriyel alanda, AR-GE ve kalite kontrol çalışmalarında kullanılmak üzere çok büyük bir potansiyele sahip olan bu tekniği kullanacak kişiler için yol gösterici olması bakımından çalışmanın önemi son derece yüksektir.

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Basıncsız tepkin emdirme yöntemi ile üretilen kompozit malzemeler üzerine, numune hazırlama aşamasından başlayarak EBSD analiz sonuçlarının elde edilmesine değin yapılan çalışmalar aşağıda açıklanmıştır. Şekil 4.1’de tüm aşamaları sırası ile gösteren akım şeması yer almaktadır.

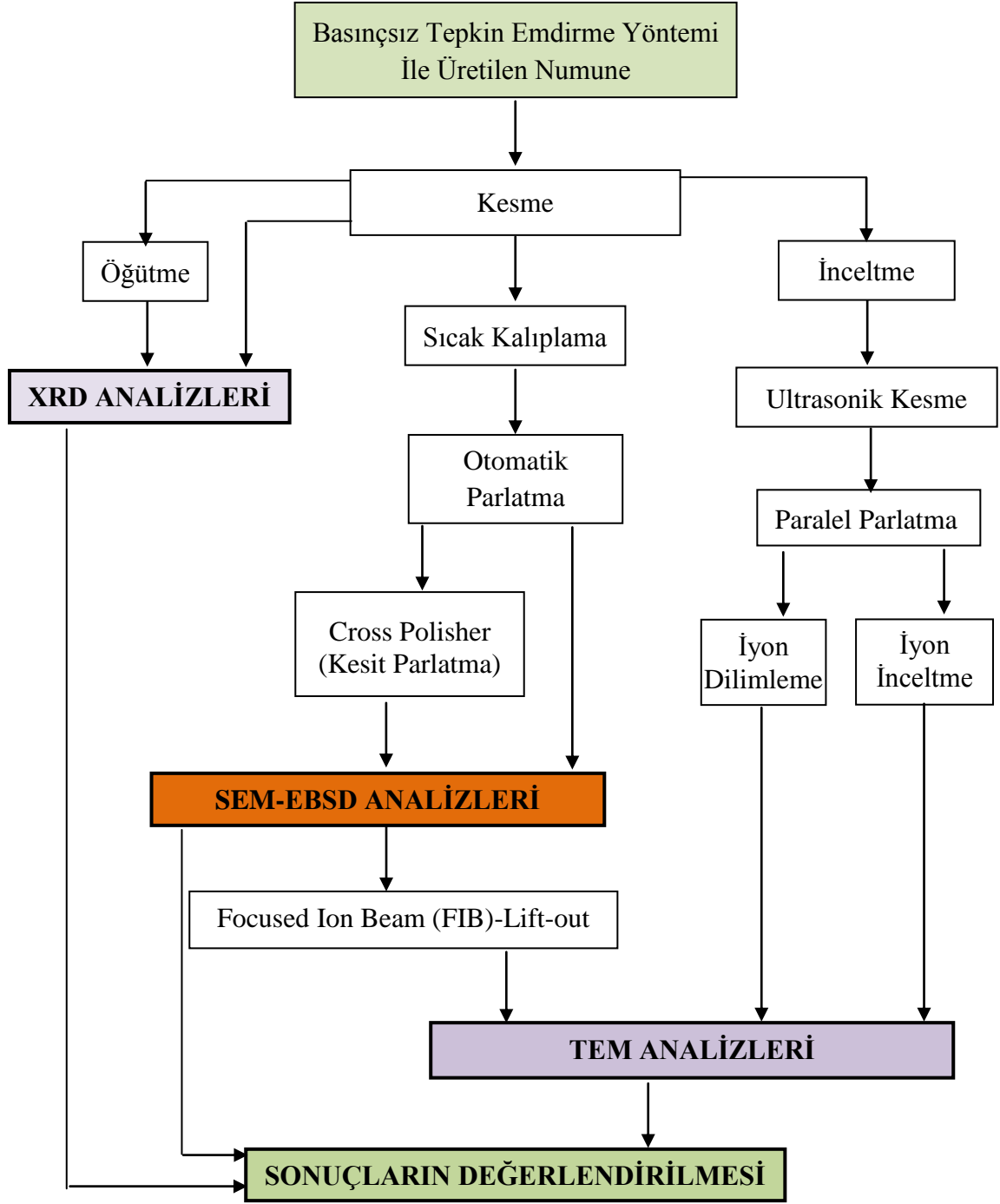
Gerçekleştirilen deneysel çalışmalarda kullanılan Al alaşımlarında yer alan alaşım elementleri ve miktarları Çizelge 4.1’de sunulmaktadır.

4.1. Basıncsız Tepkin Emdirme Yöntemi ile Numune Üretimi

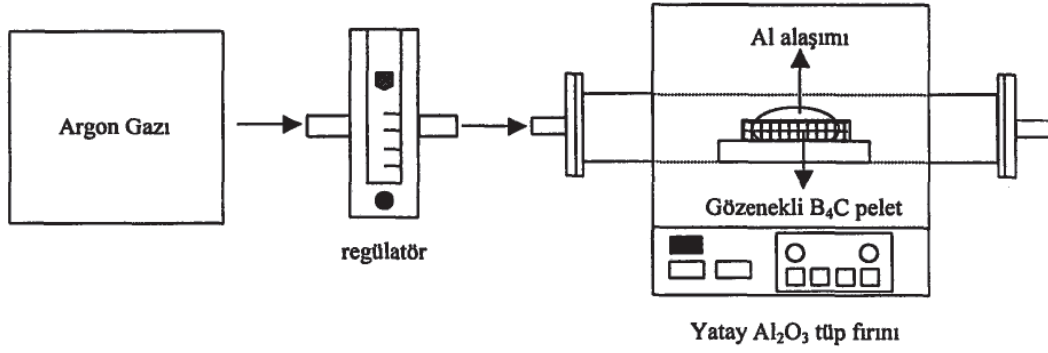
Karma yapıların üretiminde Si_3N_4 (Silzot HQ $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$), B_4C (Alfa Aesar) ve SiC (Aldrich kaba SiC ve H.C. Starck ince SiC) tozları kullanılmıştır. Bu tozların lazer kırınım yöntemiyle tane boyut ölçüm cihazı (Mastersizer 2000) ile ölçülen tane boyutları Çizelge 4.2’de sunulmuştur [57].

B_4C -Al kompozit malzemesinin üretiminde, B_4C ile Al arasındaki tepkime kinetiğini yavaşlatmak için B_4C tozları izopropil alkol ile karıştırıldıktan sonra yüzeyleri amorf SiO_2 tabakası ile kaplanmıştır. Bütün sızdırma deneylerinde B_4C peletlerin şekillendirilmesi için 2080 soğuk iş çeliğinden yapılmış olan $5 \times 5 \text{ cm}^2$ ’lik kare kalıp kullanılmıştır. Numuneler tek yönlü pres ile 20 MPa yük altında şekillendirilmiştir [58].

B_4C -Al kompozit malzemesinin üretimi 1035°C ile 1370°C arasında değişen sıcaklıklarda gerçekleştirilmiştir. Tek yönlü pres ile şekillendirilmiş B_4C peletler alçı döküm ile şekillendirilmiş Al_2O_3 krozenin üzerine yerleştirilmiştir. Bu seramik peletler üzerine uygun boyutlarda kesilmiş ve zımparalama ile yüzey oksit tabakaları uzaklaştırılmış olan 2024 Al alaşım blokları konulmuştur (Şekil 4.2). Uygulanacak fırın eğrisinin programı yüklendikten sonra, tüp fırının her iki ucu sızdırmazlığı sağlamak üzere yüksek sıcaklığa dayanıklı viton halkalar ve silindir şeklindeki paslanmaz çelik kapaklarla kapatılmıştır. Al alaşımının emdirme süresince oksitlenmesini önlemek için % 99,999 saflıkta Ar gazı kullanılmıştır [58]. EBSD analizlerinde kullanılan, kaba B_4C tozu kullanılarak 2024 Al alaşımıyla üretilen numunenin yoğunluk ve açık gözenek oranları Çizelge 4.3’de verilmiştir.



Şekil 4.1. Deneysel çalışmalara ait akım şeması



Şekil 4.2. Üretim deneylerinde kullanılan fırın düzeneği [58]

Çizelge 4.1. Kullanılan 2024 ve 7075 Al alaşımlarının bileşimi

2024		7075	
Element	ağ. %	Element	ağ. %
Cu	3,80 - 4,90	Cu	1,30
Mn	1,20 - 1,80	Zn	5,30
Mg	0,30-0,90	Mg	2,30
Fe, Si, Zn	0,50	Fe	0,44
Ti,Cr	0,30	Cr	0,25

Çizelge 4.2. Başlangıç tozlarının lazer kırınım yöntemi ile ölçülen tane boyutları [57]

Tane Boyutu	α -Si ₃ N ₄	İnce B ₄ C	Kaba B ₄ C	İnce SiC	Kaba SiC
d₁₀, (µm)	1,6	0,6	30,4	0,5	15,0
d₅₀, (µm)	2,0	1,5	47,1	1,0	23,0
d₉₀, (µm)	5,5	3,4	74,5	2,1	38,0

Çizelge 4.3. Kaba B₄C tozu kullanılarak 2024 Al alaşımıyla üretilen numunenin yoğunluk ve açık gözenek oranları [58]

Emdirme Sıcaklık ve Süresi (°C - dakika)	Yoğunluk (g/cm ³)	Açık Gözenek (%)
1225 - 10	2,6	1,5

Si_3N_4 -Al sisteminde farklı alaşımlar kullanılarak, 1200 ile 1350°C arasında değişen sıcaklıklarda farklı sürelerde emdirme çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Seramik toz ya da toz karışımlarının tek yönlü presle şekillendirilmesi sonrasında elde edilen gözenekli seramik pelete, Al_2O_3 tüp fırınında ve grafit altlık içerisinde Ar gazı ortamında Al alaşımları herhangi bir dış basınç uygulanmaksızın emdirilmiştir [57].

α - Si_3N_4 tozuyla hazırlanan silindirik peletlere, Al alaşımlarının emdirilmesi sonucu üretilen kompozitlerin yoğunluk ve açık gözenek miktarları Çizelge 4.4'de verilmektedir. Üretilen karma yapıların yoğunluklarının kullanılan alaşımın yoğunluğuna bağlı olarak bir miktar değiştiği ($2,87 - 2,90 \text{ g/cm}^3$) ancak gerek 2024 gerekse 7075 Al alaşımı kullanıldığında üretilen yapıların oldukça yoğun olduğu ve açık gözenek miktarının %1'in altında olduğu belirlenmiştir.

$\text{SiC-B}_4\text{C-Al}$ ve $\text{SiC-B}_4\text{C-Si}_3\text{N}_4\text{-Al}$ sistemlerinde tasarlanan yığınların bileşimleri Çizelge 4.5'de sunulmaktadır. $\text{SiC-B}_4\text{C-Al}$ ve $\text{SiC-B}_4\text{C-Si}_3\text{N}_4\text{-Al}$ sistemlerinde başlangıç tozlarının karıştırılması yaş süreçle gerçekleştirilmiştir. Yığın hazırlanırken belirlenen oranlardaki başlangıç malzemeleri izopropil alkol ortamında, 100 devir/dakika hızla 15 dakika süreyle ve 6 mm çapında küresel Si_3N_4 bilyalar kullanılarak aksel değirmende (FRITSCH Pulverisette 5) karıştırılmıştır. Hazırlanan çamur döner kurutucuda 55°C'de kurutularak izopropil alkol sistemden uzaklaştırılmıştır [57].

Hazırlanan toz karışımlarına ağı. %12 oranında polietilen glikol bağlayıcı çözeltisi (PEG 4000, ağı. %50'lik çözelti) agat havan içerisinde karıştırma yoluyla katılmıştır.

Seramik toz karışımları 170 MPa'lık basınç altında tek yönlü preslemeyle şekillendirilerek ~6 mm kalınlığında ve çapı 1,8 cm olan silindirik ve gözenekli seramik peletler hazırlanmıştır.

Çizelge 4.4. α -Si₃N₄ tozu kullanılarak, 2024 ve 7075 Al alaşımlarıyla üretilen numunelerin yoğunluk ve % açık gözenek oranları [57]

2024 Al Alaşımı		
Emdirme Sıcaklık ve Süresi (°C - dakika)	Yoğunluk (g/cm³)	Açık Gözenek Oranı (%)
1350 - 60	2,90	0,61
1300 - 120	2,90	0,50
1300 - 90	2,90	0,53
1300 - 60	2,90	0,38
1300 - 30	2,92	0,63
Ortalama	2,90 ± 0,01	0,53 ± 0,10
7075 Al Alaşımı		
1300 - 120	2,86	0,47
1300 - 90	2,86	0,63
1300 - 60	2,85	0,65
1300 - 30	2,88	0,51
1200 - 60	2,89	0,54
Ortalama	2,87 ± 0,02	0,56 ± 0,08

Çizelge 4.5. SiC-B₄C-Al ve SiC-B₄C-Si₃N₄-Al sistemlerinde tasarlanan yığın bileşimleri [57]

Bileşim	İnce SiC	Kaba SiC	İnce B₄C	Si₃N₄
50iS50iB	50	---	50	---
50kS50iB	---	50	50	---
85kS15iB	---	85	15	---
95kS15iB	---	95	5	---
30iS30iB40SN	30	---	30	40
30kS30iB40SN	---	30	30	40

S: SiC, B: B₄C, SN: Si₃N₄, k: kaba ve i: ince

SiC-B₄C-Al ve SiC-B₄C-Si₃N₄-Al sistemlerinde tasarlanan bileşimlerdeki peletlerle gerçekleştirilen emdirme çalışmalarında, emdirme süresi 10 dakika ve 1 saat olarak belirlenmiştir. Seçilen bileşimler için gerçekleştirilen denemeler sonucu belirlenen emdirme sıcaklığı ve süreleri Çizelge 4.6'da sunulmaktadır [57].

Üretilen kompozitlerin yoğunluk ve açık gözenek miktarları Çizelge 4.7'de sunulmaktadır. Kompozitlerin yoğunluğu 2,74-2,89 g/cm³, açık gözenek miktarları ise % 0,13-0,72 aralığında değişmektedir [57].

50kS50iB ve 50iS50iB numunelerinin yoğunlukları karşılaştırıldığında ince SiC kullanılan numunenin yoğunluğunun biraz daha düşük olduğu görülmektedir. Bunun nedeni SiC tane boyutunun azalmasıyla birlikte SiC-Al arasında meydana gelen tepkime hızının artması ve SiC'e oranla daha düşük bir yoğunluğa sahip olan Al₄C₃ (2,97 g/cm³) fazının yapıda daha çok miktarda oluşmasıdır [57].

Çizelge 4.6. Üretimi gerçekleştirilen karma yapılarda kullanılan Al alaşımı, emdirme sıcaklıkları ve bu sıcaklıklarda bekleme süreleri [57]

Bileşim	Al alaşımı	Sıcaklık (°C)	Bekleme süresi (dk)
50iS50iB	7075	1150	60
50kS50iB	7075	1050	10
85kS15iB	7075	950	60
95kS5iB	7075	1130	60
30iS30iB40SN	2024	1100	60
30kS30iB40SN	2024	1100	60

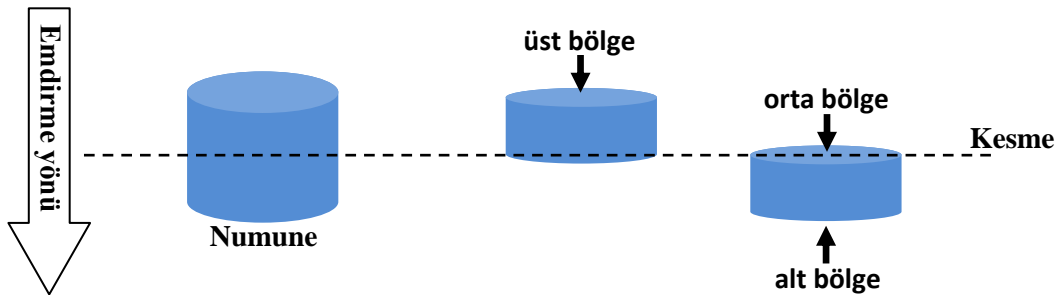
Çizelge 4.7. Üretilen karma yapıların yığınsal yoğunluk değerleri ve % açık gözenek oranları [57]

Bileşim	Yoğunluk* (g/cm ³)	Açık gözenek* (%)
50iS50iB	2,74±0,02	0,23±0,09
50kS50iB	2,77±0,01	0,5±0,2
85kS15iB	2,86±0,00	0,50±0,3
95kS5iB	2,86±0,01	0,72±0,1
30iS30iB40SN	2,87±0,01	0,18±0,1
30kS30iB40SN	2,89±0,02	0,13±0,1

* : 3 ölçümün ortalaması

4.2. Numunelerin XRD Analizleri İçin Hazırlanması ve XRD Analizlerinin Gerçekleştirilmesi

Emdirme işlemi sona eren numunelerin hem yığın (bulk) hem de toz halde XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. Yığın haldeki numuneler Şekil 4.3'deki gibi kesilerek analiz yapılacak yüzeyler hazırlanmıştır. Toz numuneler için ise yığın haldeki kompozitler çelik bir çekiç yardımıyla kırılarak agat havanda öğütülecek boyutlara indirilmiştir. Agat havanda 2 dakika süre ile öğütülerek toz haline getirilen numuneler, 63µm'lik elekten geçirilmiş ve toz numune tutucu yardımı ile XRD (Rigaku-Rint 2000) cihazına yerleştirilip analizi yapılmıştır. Analizler için CuK_α ışınımı ($\lambda = 1,54046 \text{ \AA}$) kullanılmış, çekimler x-ışını tüpüne 40 kV voltaj ve 30 mA akım değerleri uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Yarık genişliği 0,3 mm ve tarama hızı 1°/dakika olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.3. Yığın haldeki numunelerin XRD analizleri için hazırlanışı

4.3. Numunelerin EBSD Analizleri İçin Hazırlanması

Analizi yapılacak numuneler sırasıyla kesme, kalıba alma, parlatma işlemlerinden geçirilmiştir. Kırınım desenlerinin, numunenin yalnızca yüzeyi ve yüzeyinden birkaç on nanometre derinliklerinden elde edilebilmesi nedeniyle her bir aşama büyük bir özen ve dikkat gösterilerek gerçekleştirilmiştir. Her bir aşamada yapılan çalışmalar aşağıda sırasıyla verilmektedir:

4.3.1. Kesme işlemi

Kesme işleminde, numune yüzeyinde aşırı deformasyona sebebiyet vermemek için mümkün olan en yavaş dönme hızı ve en düşük yük uygulanmıştır. Hazırlanan numunelerin sert ve yumuşak fazları bir arada bulundurması nedeniyle, disk seçimi zor ve önemlidir. Metal malzemeler için önerilen disk seçimleri (SiC ve Al₂O₃ bağlı bakalit kesme diskleri), seramik kısımlar üzerinde etkisiz kaldığından, disk seçimi seramik malzemeler için önerilen, metal bağlı elmas diskler tarafından gerçekleştirilmiştir. Kesme işlemlerinde hassas kesme cihazı (BUEHLER ISOMET 1000) kullanılmıştır. Analizi yapılacak numuneler, tercihli yönlenme oluşturacak bir üretim yöntemi ile oluşturulmadığından ve çalışmada amaçlanan yönlenme tayini değil faz analizi olduğundan, kesme yönü dikkate alınmamıştır. Fakat üretim yöntemi olarak seçilen basınçsız tepkin emdirmeye, emdirmenin başladığı yüzey ve en son gerçekleştiği yüzey arasında makro ve mikroyapısal farklılıklar olduğu/olabileceği bilindiğinden, bu durum dikkate alınarak numuneler kesilmiştir. Burada amaçlanan, numunenin bütününi yansıtan bir örnek üzerinde çalışabilmektir.

4.3.2. Kalıba alma işlemi

Sıcak kalıp malzemelerinin soğuk kalıba göre daha iyi aşınma karakterine sahip olması ve numunelerin sığağa ve basınca karşı aşırı hassas olmaması nedeniyle, kalıplama işlemi sıcak kalıba alma ile gerçekleştirilmiştir. Kalıp malzemesi olarak Bakalit tozu (STRUERS Condufast) kullanılmıştır.

4.3.3. Kaba ve ince parlatma işlemi

Kesilen ve kalıba alınan numunelerin, kaba ve ince parlatma aşamalarından sonra optik mikroskop (NIKON ECLIPSE MA100) ile yüzey görüntüleri kaydedilmiştir (10x). Manuel parlatma, sırasıyla P320, P600, P800, P1000, P1200 ve P2500 SiC zımpara kâğıtlar ile kabadan inceye gidecek şekilde uygulanmış, parlatma işlemi boyunca kullanılan her bir kâğıt, azami verim elde etmek amacıyla en fazla 45 saniye kullanılmıştır. Otomatik parlatma işlemi otomatik parlatma cihazı (STRUERS TegraPol-25) ile yapılmış ve kesme işleminden kaynaklı deformasyonlara ilave deformasyonlara sebep olmamak için minimum kuvvet uygulanmaya çalışılmıştır. Otomatik parlatma süreçleri, Çizelge 4.8’de verilmiştir.

4.3.4. Mikro parlatıcı cihazı ile numune hazırlama

Mikro parlatıcı cihazı (BUEHLER-Minimet 1000) kullanılarak geleneksel parlatma yöntemine benzer şekilde gerçekleştirilen parlatma işleminde, numuneler sırasıyla 1000’lik ve 2400’lük SiC keçeleriyle parlatılmış ve ardından otomatik parlatmada kullanılan kimyasal solüsyonlar ile ince parlatma yapılmıştır.

Çizelge 4.8. Otomatik parlatma süreç koşulları

Kullanılan Kağıt/Keçe	Sıvı / Çözelti	Süre (dakika)	Dönme Hızı (devir/dk)	Kuvvet (N)
Piano 1200	Su	¼-2	80-150	10-20
UltraPlan	15 µm’lik elmas çözeltisi	3-5	80-150	10-20
Largo	Largo (9 µm)	3-10	80-150	10-20
UltraPad	6 µm’lik elmas çözeltisi	3-10	80-150	10-20
Dac	Dac (3 µm)	3-20	80-150	10-20
Nap	Nap (1 µm)	3-35	80-150	10-20
Chem	Kolloidal Silika (0,05 µm)	10-60	80-150	10-20

4.3.5. Kesit parlatma (CP)

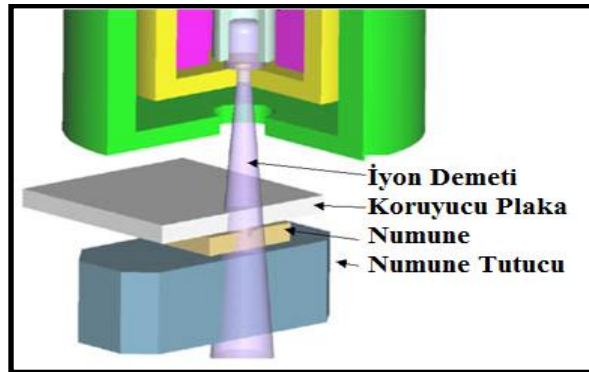
Kesit parlatma (cross polishing) işlemi, özellikle mekanik yollarla numune hazırlamanın zor olduğu durumlarda kullanılan bir yöntemdir ve numune yüzeyini iyon bombardımanına maruz bırakarak malzeme kaldırılması şeklinde tanımlanabilir. Şekil 4.4’de kesit parlatma cihazının (JEOL SM-09010) ana bileşenleri gösterilmiştir. Kesit parlatma işleminde değiştirilebilecek ana değişkenler uygulanacak voltaj ve süredir. Kesit parlatma cihazında her tür malzeme parlatılabilir ancak numune tutucu kısmın kapasitesi gereği mükemmel (ideal) numune şeklinin 10x10x2 mm boyutlarında ve koruyucu plaka (shielding plate) ile tam bir temas sağlayacak yüzey düzgünlüğüne sahip olması gerekmektedir. Uygun ebatlarda kesilen numune kaba ve ince parlatma işlemleri yapıldıktan sonra kesit parlatma işlemine tabi tutulmuştur.

4.3.6. Isıl dağlama ile numune hazırlama

Numune yüzeyleri parlatıldıktan sonra 1,5 saat, 200°C’de Al₂O₃ tüp fırında (PROTHERM PTF 14/75) ısıl dağlama yapılmıştır.

4.3.7. Kimyasal dağlama ile numune hazırlama

Parlatma işlemleri sona eren numuneler, uygun bir çözelti (H₃PO₄: HNO₃: CH₃COOH: H₂O = %73: %3,1: %3,3: %20,6 (hacimce)) kullanılarak dağlanmıştır. Kullanılan asitler sulu çözelti durumundadır (H₃PO₄* = %85 H₃PO₄/H₂O çözeltisi, HNO₃* = %70 HNO₃/H₂O çözeltisi, CH₃COOH* = %99 CH₃COOH/H₂O çözeltisi). Dağlama işlemi oda sıcaklığında uygulanmıştır.



Şekil 4.4. Kesit parlatma cihazının ana bileşenleri

4.3.8. Numune yüzeyinin karbon kaplanması

Belirlenen otomatik parlatma süreç koşullarından sonra, numune yüzeyleri karbon sputtering kaplama ünitesinde (BAL-TEC MED 020) kaplanmıştır.

4.4. TEM Numunelerinin Hazırlanması

SEM-EBSD teknikleriyle numunelerin karakterizasyonuna destek verici çalışmaların TEM teknikleriyle yapılabilmesi için numuneler hazırlanmıştır. Hazırlanan numunelerin içyapısı ve kimyasal bileşimleri TEM (JEOL 2100F) cihazında farklı yöntemler kullanılarak incelenmiştir. Numune hazırlama tekniği olarak, Odaklanmış İyon Demeti (FIB), İyon ile Dilimleyici (Ion Slicer) ve İyon Demeti ile İnceltici (Ion Beam Thinner) teknikleri kullanılmıştır. FIB tekniği için numunelerin özel bir ön hazırlama işlemine tabi tutulması gerekmezken Ion Slicer ve Ion Beam Thinner cihazlarına konulacak numuneler ön hazırlama işlemlerine tabi tutulmalıdır.

TEM numunesi hazırlanacak olan karma yapılardan öncelikle hassas kesici (BUEHLER ISOMET 1000) kullanılarak ince bir numune kesilmiştir. Yaklaşık olarak 800 µm kalınlığında kesilen dilimler sırasıyla 120 ve 180 numaralı SiC zımpara kâğıtlarıyla aşındırılarak ~150 µm kalınlığa kadar indirilmiştir. Daha sonra bu dilimler ultrasonik disk kesme (South Bay Technology) cihazında 3 mm çapında ince diskler halinde kesilmiştir. Bu aşamadan sonra numune üçayaklı (tripod) numune parlatma aparatı ile sırasıyla 9, 6 ve 3 µm'lik elmas parlatma keçeleri kullanılarak ~50 µm kalınlığa kadar inceltilmiştir.

4.4.1. Numunelerin odaklanmış iyon demeti (FIB-Lift-out) ile hazırlanması

Seramik-metal kompozitlerden B₄C-Al numunesinde EBSD tekniğiyle fazların saptanmasından sonra, bu fazları içeren kısımlardan istenen bölgelerden FIB (FEI-Nova 600i Nanolab) ile TEM numuneleri hazırlanmıştır.

4.4.2. Numunelerin iyon dilimleme (Ion-Slicer) ile hazırlanması

İyon dilimleme cihazı için numune 2,8 mm uzunluğunda 0,5 mm genişliğinde olmalıdır. Hassas paralel numune parlatma cihazı (disc grinder) kullanılarak sırasıyla 9, 6 ve 3 µm'lik elmas parlatma film ile 65 µm kalınlığa inceltilen numune iyon dilimleme cihazı (JEOL EM 09100IS) ile TEM

incelemeleri için uygun hale getirilmiştir. İyon dilimleme işlemi ile numune hazırlama koşulları Çizelge 4.9’da verilmektedir.

Çizelge 4.9. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin TEM analizleri için iyon dilimleme cihazı ile hazırlama koşulları

İşlem	Değişkenler		
	Voltaj (kV)	Açı(Derece)	Süre(dakika)
Yüzeyden inceltme	8	0	150
Delik oluşturma	8	2,5	30
Hassas inceltme	2	2	10

4.4.3. Numunelerin iyon inceltici (Ion Beam Thinner) ile hazırlanması

İyon inceltme aşamasında Si₃N₄-Al ve SiC-B₄C-AlN-Al-Si sistemleri için inceltme sürecine 6 kV tabanca hızlandırma voltajı ve 15° iyon demeti geliş açısı ile başlanmış, 5 kV - 10° koşullarıyla devam edilmiş ve delinme işlemi 3 kV - 8° ile sonlandırılmıştır. Uygulanan voltaj, açı ve delinme süresi sistemin içerdiği fazlara göre değişkenlik gösterebilmektedir. Numuneler delindikten sonra iletkenlik sağlamak üzere yüzeyleri 2,5 dakika süreyle iyon inceltme cihazında (BAL-TEC RES 101) karbon ile kaplanmıştır.

4.5. Numunelerin SEM-EDX ve SEM-EBSD Teknikleriyle İncelenmesi

Numunelerin genel içyapı karakterizasyonlarının yapılabilmesi için, taramalı elektron mikroskopunda (ZEISS SUPRA 50VP), ikincil elektron (SE) ve geri saçınan elektron (BSE) görüntüleri alınmış, kimyasal analizleri Enerji Saçılımlı X-Işını (EDX-Oxford INCA) dedektörü kullanılarak yapılmıştır. İletken olmayan numuneler değişken basınç altında incelenmiş, analitik EDX analizleri için çalışma mesafesi 8 mm, hızlandırma voltajı 20 kV ve açıklık 30 µm olarak seçilmiştir.

Genel SEM karakterizasyonları tamamlanan numuneler, EBSD (Oxford INCA HKL Channel 5) tekniğiyle incelenmiş ve numunede var olduğu XRD analizleri ile saptanan fazların kristalografik yapıları, kaynak taraması yapıldıktan

sonra [59] EBSD yazılımına eklenmiştir. Çizelge 4.10'da yazılıma eklenen kristalografik veriler özetlenmiştir.

4.6. Numunelerin TEM Teknikleriyle İncelenmesi

EBSD analizlerinden elde edilen verileri desteklemek ve faz haritalarında çözümlenemeyen kısımlara neden olan etkenlerin belirlenebilmesi için TEM tekniklerine başvurulmuş, uygun teknikler kullanılarak sonuçta daha doğru faz analizi yapılması sağlanmıştır.

Çizelge 4.10. EBSD yazılımına eklenen kristalografik veriler

Faz	Uzay Grubu	Kristal Sistemi	Örgü Değişmezleri (Å)	Molekül (Atom) Sayısı Z	Birim Hücre Hacmi (Å ³)	Yoğunluk (g/cm ³)
Al	FM3M	Kübik	a=b=c=4,05	4	66,43	2,697
Si	FD3M	Kübik	a=b=c=5,431	8	160,2	2,329
AlN	P63MC	Hegzagonal	a= 3,082 c= 4,945	2	40,68	3,35
Al ₃ BC	P63/MMC	Hegzagonal	a=3,491 c=11,541	2	121,8	2,83
B ₄ C	R-3M	Hegzagonal	a= 5,6 c= 12,086	9	328,3	2,515
SiC	P63MC	Hegzagonal	a= 3,087 c= 1,512	6	123,3	3,218
CuAl ₂	I4/MCM	Tetragonal	a= 6,065 c= 4,873	4	179,3	4,358
Al ₄ C ₃	R-3M	Hegzagonal	a= 3,338 c= 24,996	3	241,3	2,972

5. BULGULAR VE TARTIŞMA

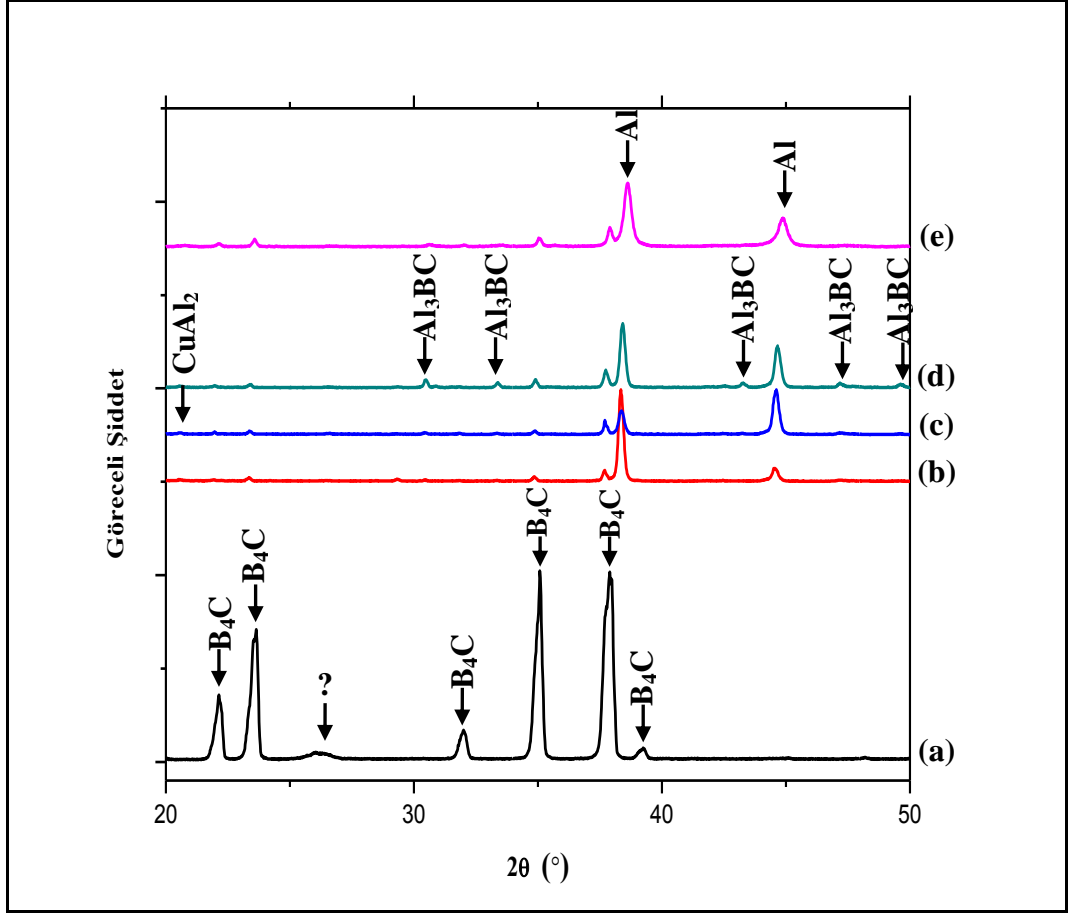
5.1. B₄C-Al Kompozit Malzeme

5.1.1. B₄C-Al kompozit malzemenin XRD analizleri

B₄C-Al kompozit malzemesi, Al metalinin, tek eksenli preste peletlenerek şekillendirilmiş B₄C tozuna 1225°C’de emdirilmesiyle üretilmiştir. Uygun sıcaklıkta ergiyen Al alaşımının peletin en üst ve en alt kısımlarına temas (ıslatma) süresinin farklı olması, Al ve B₄C arasında ıslatmadan kaynaklı tepkime ürünlerinin miktar ya da niteliklerinin elde edilen kompozitin üst ve alt kısımlarında farklılıklar gösterebilmesine sebep olur. Ayrıca, tek eksenli pres ile peletlenerek şekillendirilen seramik tozlarda, basınç değişimleri ve yoğunluğu yüksek tozların daha alt kısımlarda toplanması gibi nedenlerle fiziksel olarak farklı bölgeler oluşur. Dolayısıyla, üretilen numunelerin üst, orta ve alt kısımlardan ayrı ayrı yığın halde ve ayrıca numunenin bütününe öğütülmesi ile elde edilen tozdan XRD çekimleri gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.1). Elde edilen XRD spektrumları ışığında, yapıda bulunan fazlar B₄C, Al, bunların reaksiyona girmesi sonucu oluşan Al₃BC ve kullanılan Al alaşımından kaynaklı Cu ile Al’nin tepkime ürünü CuAl₂’dir.

Kompozit malzeme üretiminde kullanılan B₄C tozu “Norbide” olup XRD spektrumu Şekil 5.1 (e)’de verilmektedir. Şekilde soru işareti ile gösterilen doruk herhangi bir faz ile eşleştirememiş olup, Norbide yapısındaki B₄C’e ait PDF kartı (00-035-0798) incelendiğinde burada malzemenin doruk vermeyeceği görülmüştür. Dolayısıyla, buradaki durumun kullanılan tozdan gelen safsızlık olduğu sonucuna varılabilir.

XRD spektrumlarının şiddet değerleri eşitlendiğinde, Al₃BC fazının miktarının numunenin üst, orta ve alt kısımlarında birbirlerinden farklı olduğu görülür. Bir sıralama yapmak gerekirse, numunenin üstünden alt kısmına doğru giderek azalan miktarda Al₃BC bulunduğu söylenebilir. Ayrıca, yapıdaki Cu’ın tek kaynağının kullanılan Al alaşımı olmasından ötürü CuAl₂ fazının miktar olarak az olması beklenmektedir. Numunenin orta kısımlarında, Al fazının (200) yönünde yönelmiş olduğu ($2\theta=44,739$), bu kısımdan alınan XRD spektrumundan yola çıkılarak söylenebilir.



Şekil 5.1. (a) B_4C tozunun, B_4C -Al bulk (yığın) numunesinin (b) alt, (c) orta, (d) üst bölgelerinin, (e) B_4C -Al numunesinin bütününden elde edilen tozun XRD sonuçları

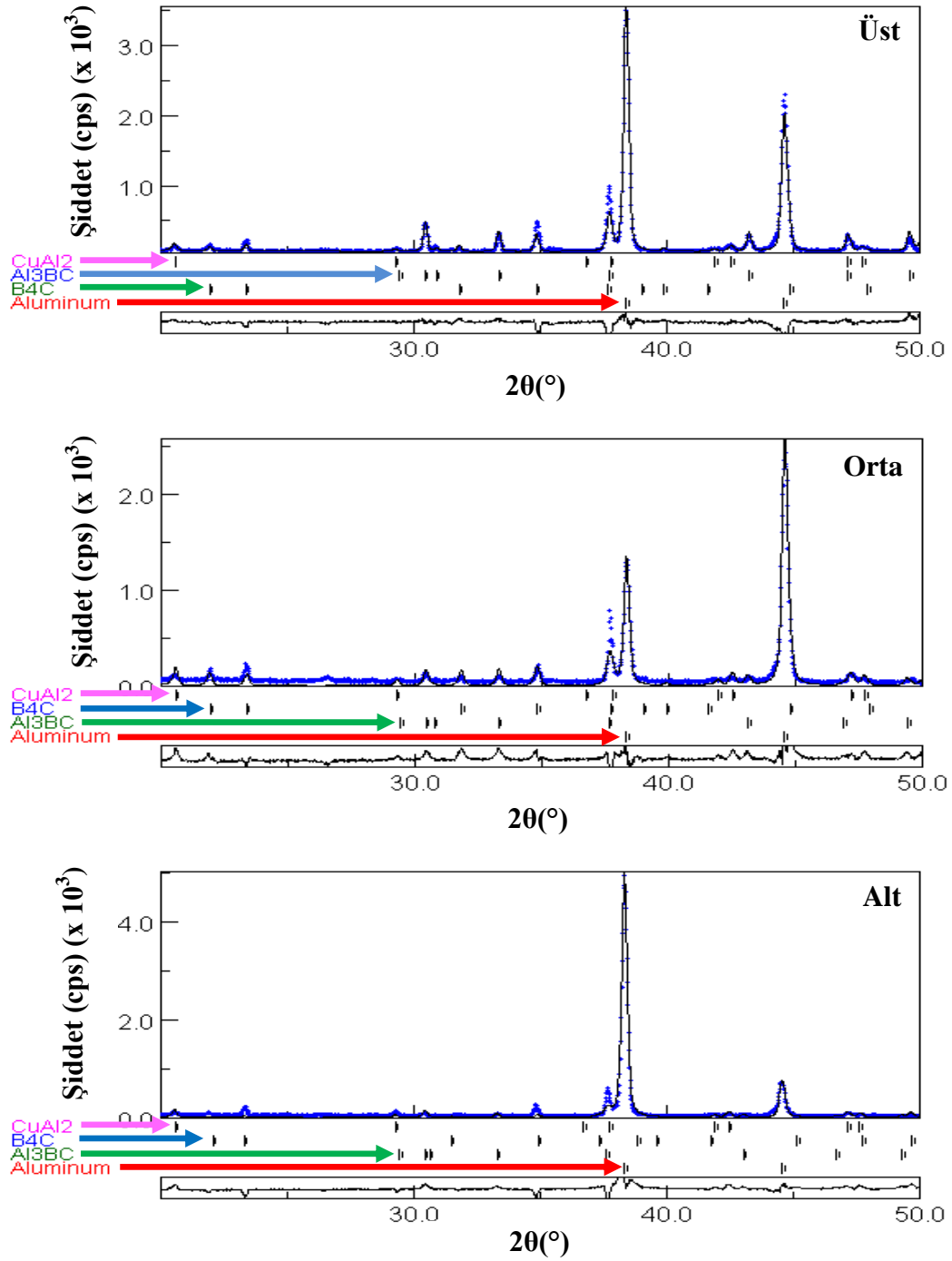
EBSD yöntemiyle fazların ve miktarlarının belirlenmesine yönelik ve tez çalışmasının asıl amacını oluşturan çalışmalara bir yön verebilmek, elde edilen sonuçların birden fazla teknikte doğruluklarını ortaya koyabilmek amacıyla, XRD çalışmaları derinleştirilmiş ve Rietveld yöntemi ile nicel analizde kullanılan MAUD yazılımı ile numunenin farklı kısımlarında bulunan fazların miktarsal oranları belirlenmiştir. Bu kısımda yapılan çalışmalar çok ayrıntılı olmakla birlikte sırasıyla şu şekilde özetlenebilir:

- Belirlenen parametreler içerisinde XRD çekimi yapılır ve malzemede bulunan fazlar tespit edilir ve bunların kristalografik özelliklerini belirten PDF kartları alınır,
- XRD analiz sonuçları uygun formatta MAUD programına yüklenir,
- MAUD programına XRD analiz sonuçlarında verilen fazların özellikleri teker teker girilir,

- XRD doruklarının doğru eşleştirilebilmesi için fazlar üzerinde gerekli modifikasyonlar yapılır,
- Fazların miktarları yazılıma hesaplattırılır.

Bu çalışmalar sonucunda B₄C-Al kompozit sisteminin kesitinde yukarıdan aşağıya doğru farklı bölgelerde elde edilen faz miktarları Şekil 5.2’de verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, tepkime ürünü olarak sistemde bulunan Al₃BC fazının miktarında numunenin farklı bölgelerinde çok farklı sonuçlar elde edildiği görülmüştür. Buna göre, numunenin en üst kısmında Al₃BC miktarının (% ağırlık) orta kısımdan ~3 kat, alt kısımdan ise ~5 kat daha fazla olduğu görülmektedir. B₄C faz miktarındaki değişim incelendiğinde, orta kısım B₄C fazının en fazla bulunduğu noktadır. En fazla tepkime ürününün (Al₃BC) üst kısımda oluştuğu ve tepkime ürününün girenler kısmında B₄C’nin yer aldığı dikkate alındığında orta kısımda üste göre daha fazla B₄C miktarı elde edilmesi beklenen bir durum olarak değerlendirilmiştir. Al fazında üstten ortaya azalış şeklinde bir değişim görülmemiştir. B₄C, üretimden önce preslenerek ön şekil verildikten sonra fırına konur ve üretim boyunca sürekli tükenen malzemedir. Buna karşın, Al preslenmiş B₄C tozunun üzerine konan parça şeklindedir ve Al ergimeye başladıktan sonra ve ergime devam ettikçe peletin içine sızar ve üstten alta doğru kademeli olarak B₄C ve Al tepkimesi meydana gelir. Yani bu şekilde yapılan üretim yöntemi gereği Al sürekli seramik pelet içine besleniyormuş gibi düşünülebilir. Ayrıca, numunenin üst kısmı ergimiş Al ile en uzun süre temas halinde duran ve dolayısıyla tepkime ürünü ortaya çıkmasına en elverişli kısımdır.

Alt kısımlara doğru gidildikçe Al sıvı hale geçip B₄C ile temas etmesine rağmen tepkimeyi oluşturacak yeterli süre oluşmadığından, daha önce de belirtildiği gibi alt kısımlarda tepkime ürünü azdır. Buna paralel olarak B₄C ile alta doğru giderek daha az tepkimeye giren, yani daha az tükenen Al’un numunenin aşağılarına doğru miktarca artış gösterme eğilimi de gayet açıktır. B₄C’ün neden alt kısımlara doğru daha fazla yer almadığı sorusu bu durumda akla gelen bir sorudur. Bunun nedeni presleme sırasında burada bölgesel olarak yaş yoğunluğun düşük olması olarak gösterilebilir. Yoğunluğu sistemde bulunan diğer fazlara göre çok yüksek ($d=4,358 \text{ g/cm}^3$) olan CuAl₂’nin alt bölgelerde toplanması öngörülmesine rağmen orta kısımda daha fazla bulunduğu tespit edilmiştir.



Bölge	% Ağırlık			
	B ₄ C	Al	Al ₃ BC	CuAl ₂
Üst	24,96 +- 1,39	40,35 +- 1,74	34,68 +- 1,64	Eser Miktarda
Orta	30,58 +- 2,01	53,72 +- 2,09	11,79 +- 1,84	3,91 +- 0,52
Alt	26,32 +- 2,06	64,70 +- 1,88	7,32 +- 1,23	1,65 +- 0,29

Şekil 5.2. B₄C-Al yığın numunesinin kesitinin üst, orta, alt bölgelerinin nicel XRD sonuçları

5.1.2. B₄C-Al kompozit malzemenin genel karakterizasyonu

Numune mikroyapısının ayrıntılı bir şekilde incelenmesi için sırasıyla SEM-BSE ve SEM-EDX analizleri gerçekleştirilmiştir.

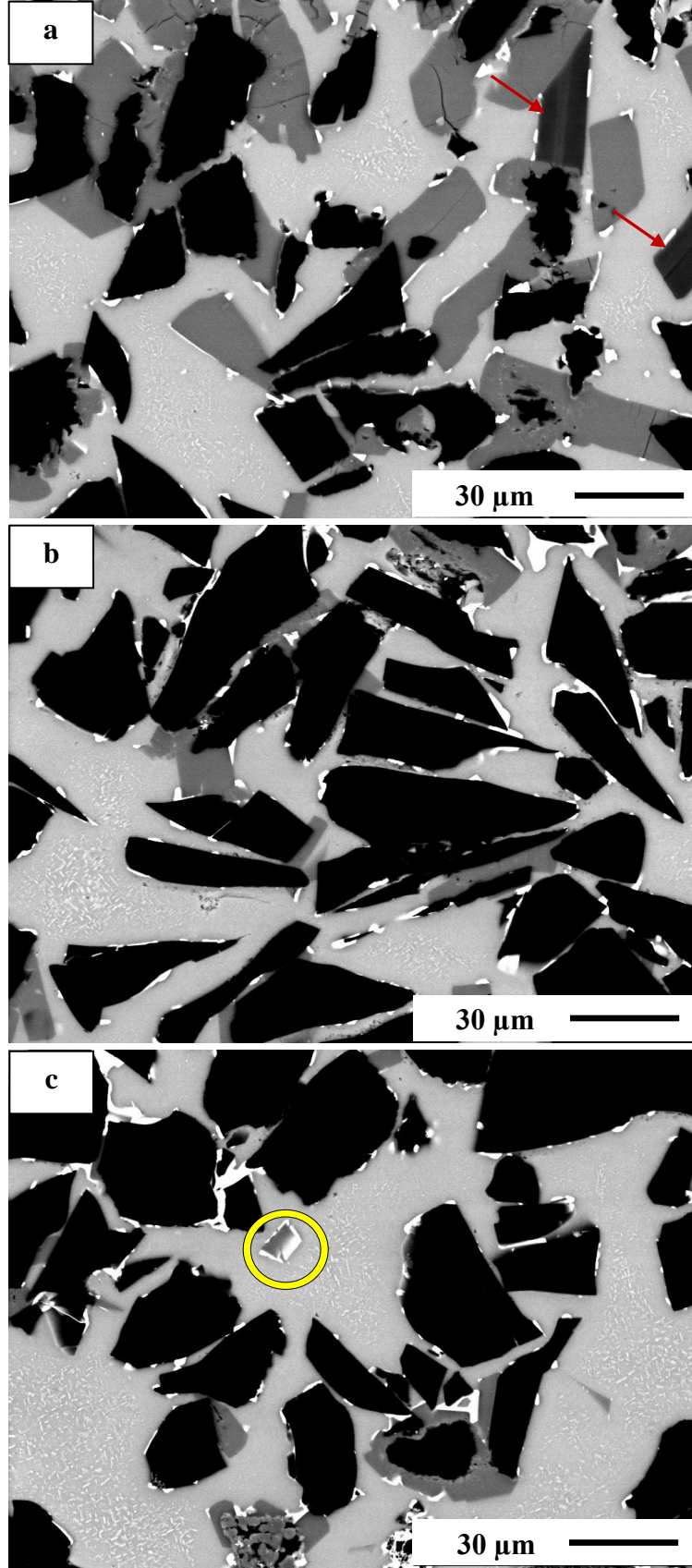
SEM ile içyapı karakterizasyonu, numunede emdirmenin başladığı yüzeyden, bittiği yüzeye doğru alınan kesitten yapılmıştır. Buna göre kesit boyunca içyapıda farklı kompozisyona sahip bölgeler olduğu görülmüştür (Şekil 5.3). XRD sonuçları ile değerlendirildiğinde, numunede kesit boyunca farklı mikroyapı ve kompozisyona sahip bölgelerin varlığı beklenen bir durumdur.

SEM-BSE görüntülerine göre, yapı genel olarak siyah, koyu gri, açık gri ve beyaz olmak üzere dört farklı kontrasta sahip bölge ya da bir başka deyişle dört farklı kompozisyona sahip faz barındırmaktadır. Fakat dikkatli bir inceleme yapıldığında, yer yer daha farklı tonların da yapıda bulunduğu görülmektedir (Şekil 5.3 (a)'da kırmızı ok ile gösterilen bölgeler). Bu durum yapıda bulunan fazların aslında daha çok olduğunun, katı çözümlü bölgelerinin olduğunun ya da aynı elementlerden oluşmalarına rağmen farklı kimyasal kompozisyonlara sahip olduklarının bir göstergesi olabilir.

Numune üretiminde kullanılan hammaddeler ve XRD sonuçları göz önünde bulundurulduğunda, siyah tanelerin, en hafif elementler olan B ve C'ü içeren B₄C fazına, koyu gri tanelerin ağır ve hafif elementleri içeren tepkime ürünü Al₃BC'e, açık gri fazın Al'a ve beyaz tanelerin ise CuAl₂ fazına ait olabileceği söylenebilir.

Şekil 5.3 (a)'da B₄C fazının çözüldüğü ve çözünme ile birlikte matris fazını oluşturan Al ile yeni bir reaksiyon fazı (Al₃BC) oluşturduğu ve bu yeni fazın neredeyse B₄C miktarı kadar fazla olduğu görülmektedir. CuAl₂'nin, Al₃BC ve yer yer de B₄C tanelerini çevrelediği, bu fazlardan daha uzak kısımlarda yani matrisin bu yapılardan uzak kısımlarında ise mikron seviyesinin de altında küçük çökelti fazları halinde bulunduğu görülmektedir.

Şekil 5.3 (b)'de daha farklı bir mikroyapı karşımıza çıkmaktadır. B₄C'ün çok az bir kısmının çözünmüş olduğu, genel olarak bütünlüğünü koruduğu görülmektedir. Dolayısıyla B₄C'ün çözünüp matris ile reaksiyona girmesi sonucu oluşan Al₃BC miktarı olarak, kesitin üst kısmına göre çok çok azdır. Ayrıca, üst bölge ile karşılaştırıldığında, CuAl₂'nin daha çok B₄C çevresinde toplandığı görülmektedir.

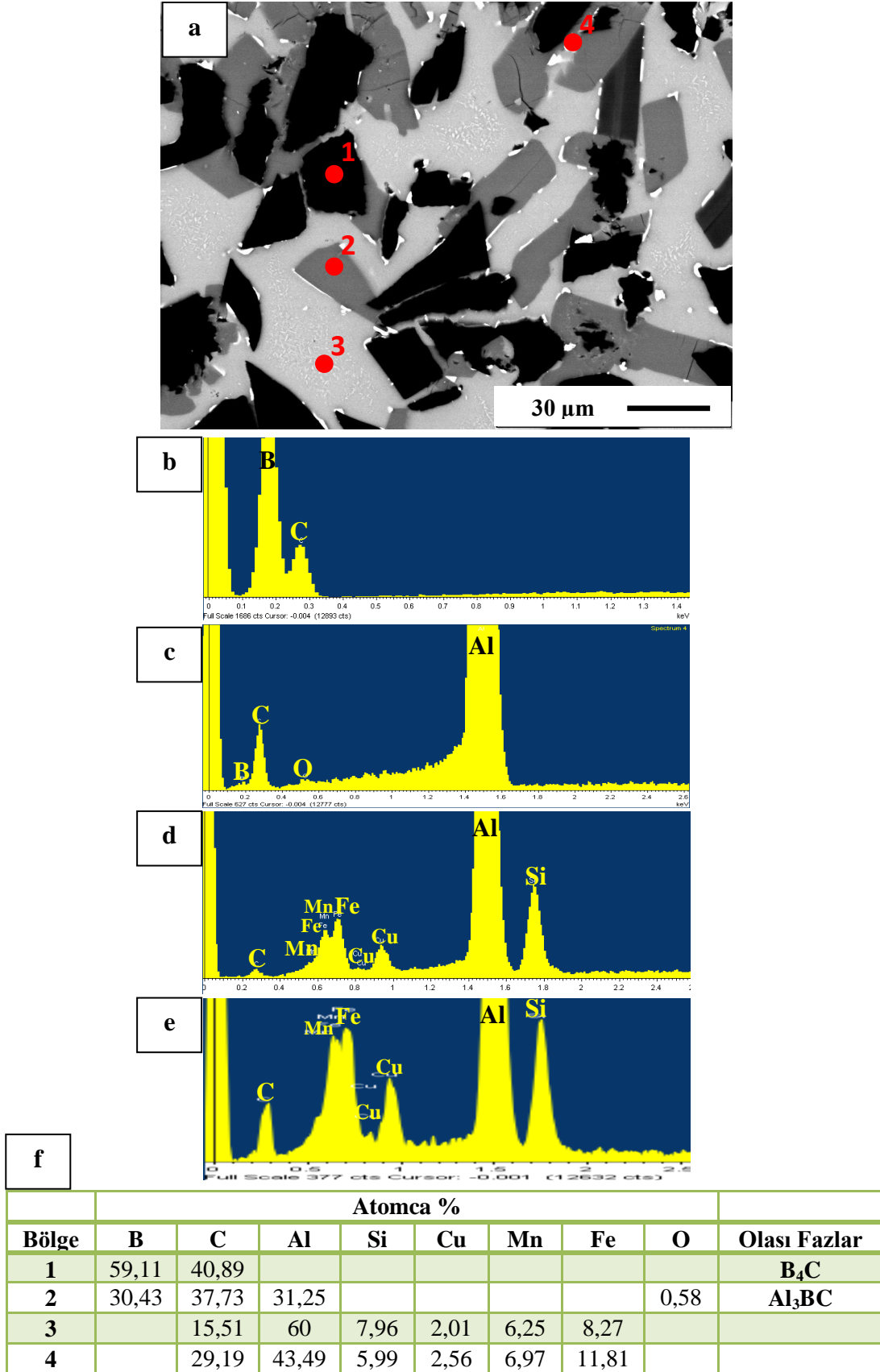


Şekil 5.3. B₄C-Al kompozitinin kesitinden hazırlanan numunenin (a) üst, (b) orta ve (c) alt bölgelerine ait SEM-BSE görüntüleri

Bu durumda, üst ve orta bölgelerden alınan görüntüler birlikte değerlendirildiğinde, tepkime ürünü Al_3BC 'nin B_4C üzerinde çekirdeklenip büyüdüğü ve muhtemelen $CuAl_2$ 'nin tepkime ürününün yayılmasını engelleyici bir rol oynadığı ve aynı şekilde $CuAl_2$ 'nin B_4C 'ü sardığı noktalarda reaksiyon ürünü oluşmadığı görülmektedir. Şekil 5.3 (c)'de işaretli bölge (sarı renkli çember içindeki yapı) incelendiğinde, bu durum daha belirgin bir haldedir.

EDX nokta analizleri (Şekil 5.4), numune kesitinden alınan SEM-BSE görüntülerinin daha doğru ve ayrıntılı yorumlanmasına imkan tanımıştır. XRD analizleri ile desteklenen EDX analizleri değerlendirildiğinde, mikroyapıda görünen siyah tanelerin B_4C taneleri olduğu kesinleşir. Koyu gri fazlar da Al_3BC fazı ile eşleşmektedir. Her ne kadar EDX analizlerinden elde edilen atomca yüzdelere hafif elementlerin varlığından dolayı fazların stokiometrik oranlarına eşit ya da yakın olmasa da, XRD sonuçlarının da ışığında fazların doğruluğu neredeyse tamamen açıklığa kavuşturulmuş olur. Ayrıca, EDX analizleri göstermiştir ki, beyaz kısımlar her yerde $CuAl_2$ fazına işaret etmemektedir. SEM-BSE görüntülerinde açık renkli kısımlar, Al-2024 alaşım elementlerinin katı çözeltileri görünümündedir. Matris yapıda dağılmış halde bulunan ve çubuksu görünümde olan açık renkli çökeltilerin kimyasal analizi, boyutlarının çok küçük olmasından ötürü SEM-EDX analizleri ile gerçekleştirilememiştir. Bu ve benzeri yapılar, ileriki kısımlarda sonuçları verilen TEM analizleri ile tespit edilip kimyasal yapıları açıklığa kavuşturulmaya çalışılmıştır.

Kesitin en üst bölgesinden alınan SEM-BSE görüntüsü incelendiğinde, B_4C tanelerinin, yüksek miktarda çözünüp Al_3BC fazını oluşturmak üzere Al matris ile tepkimeye girmesi sonucu, yapının orta kısmındaki aynı faza ait tanelere göre belirgin bir şekilde küçülmüş oldukları görülür. Tanelerin küçülmesiyle birlikte tepkime ürününün oluşmasına yardımcı olacak yeni yüzeyler de ortaya çıkmaktadır. Sonuç olarak, emdirme süresinin uzun olması ve B_4C tanelerinin çözünüp tepkimeye girdikçe yüzey alanlarında meydana gelen artışın da katkısıyla üst bölgede tepkime ürünü oluşumunun diğer bölgelere nazaran çok daha fazla meydana geldiği şeklinde bir yorum yapılabilir. Numunenin altında da, tepkime ürününün az miktarda bulunmasına karşın, B_4C tanelerinin küçük olduğu görülür. Buradaki durum B_4C tanelerinin tepkimeye girmesinden ziyade, B_4C tozunun üretimden önce preslenmesi esnasında basınç altında kırılıp ufalanması nedeniyle karşımıza çıkmaktadır.



Şekil 5.4. B_4C -Al kompozitinin, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) 1, (c) 2, (d) 3, (e) 4 numaralı bölgelerinden alınan EDX nokta analizleri, (f) nicel sonuçlar

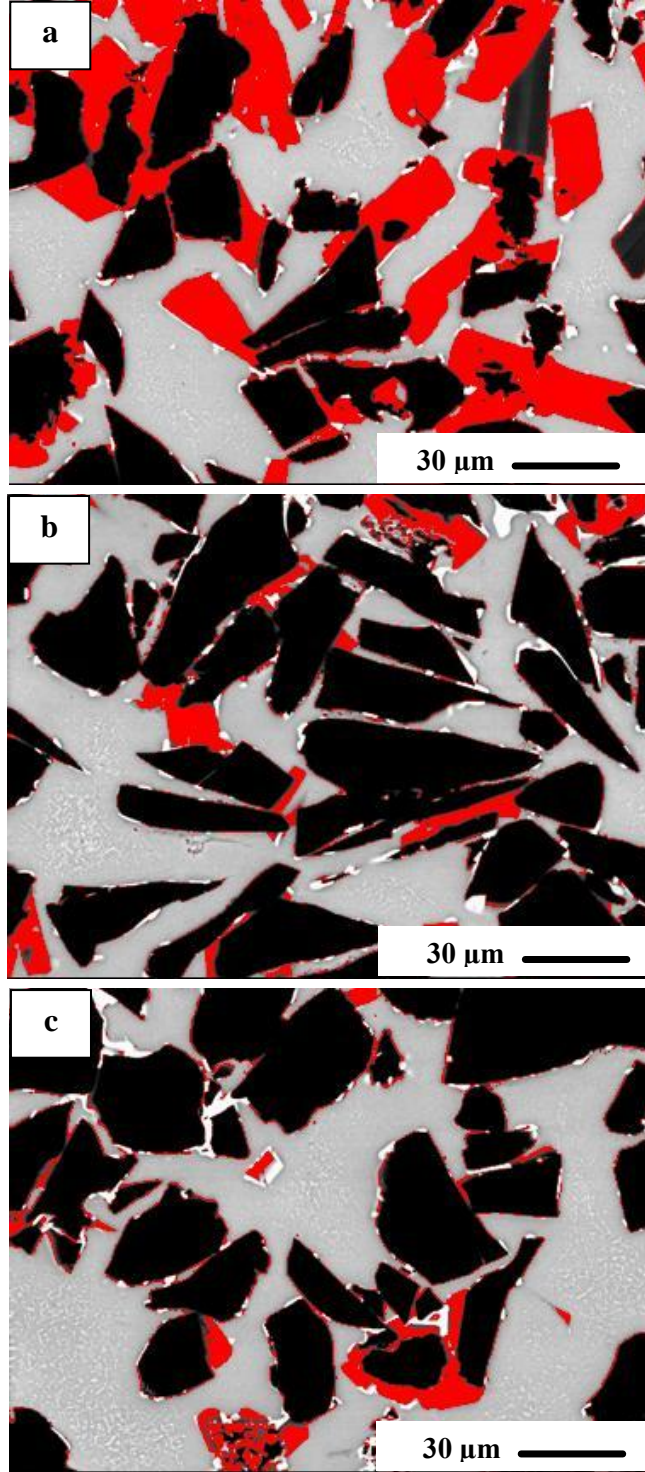
Kullanılan B₄C tozunun d₅₀ değerinin 47 µm olması da göz önünde bulundurulmalı, küçük tanelerin bir kısmının kullanılan tozdan kaynaklı olduğu unutulmamalıdır (d₁₀=30,1 µm).

Sonuç olarak, sıcaklığın her yerde sabit olduğu düşünülürse, tepkime ürünlerinin oluşumu B₄C tozunun tane boyutuna, Al metali ile temas süresine ve Al alaşım elementlerinin varlığına bağlıdır.

SEM-BSE görüntülerinde farklı kontrasta sahip bölgeler üzerinde gerçekleştirilen SEM-EDX analizlerine ek olarak farklı kontrast ve kimyasal özelliklere sahip bu bölgelerin (fazların) miktarları ile ilgili bir çalışma ile mikroyapı daha da anlaşılır duruma getirilmiş ve bu amaçla ImageJ görüntü analiz programı ile farklı kontrasta sahip bölgelerin alansal olarak miktarları tespit edilmiştir. Kesit boyunca faz miktarlarında meydana gelen değişim Şekil 5.5’de hem görsel hem de sayısal olarak verilmiştir. Görüntü analizinin doğası gereği, farklı kontrast aralıklarındaki taneler aynı fazlar olarak değerlendirildiğinden, bu sonuçların şu aşamaya kadar verilen analiz sonuçlarını destekleyici ve tıpkı onlar gibi nihai hedef olan EBSD analizlerinin yapılmasına ve yorumlanmasına bir yol gösterici olarak yapıldığı unutulmamalı, bu anlamda görüntü analiz sonuçlarının hiçbir şekilde kesin sonucu vermediği/vermeyeceği bilinmelidir.

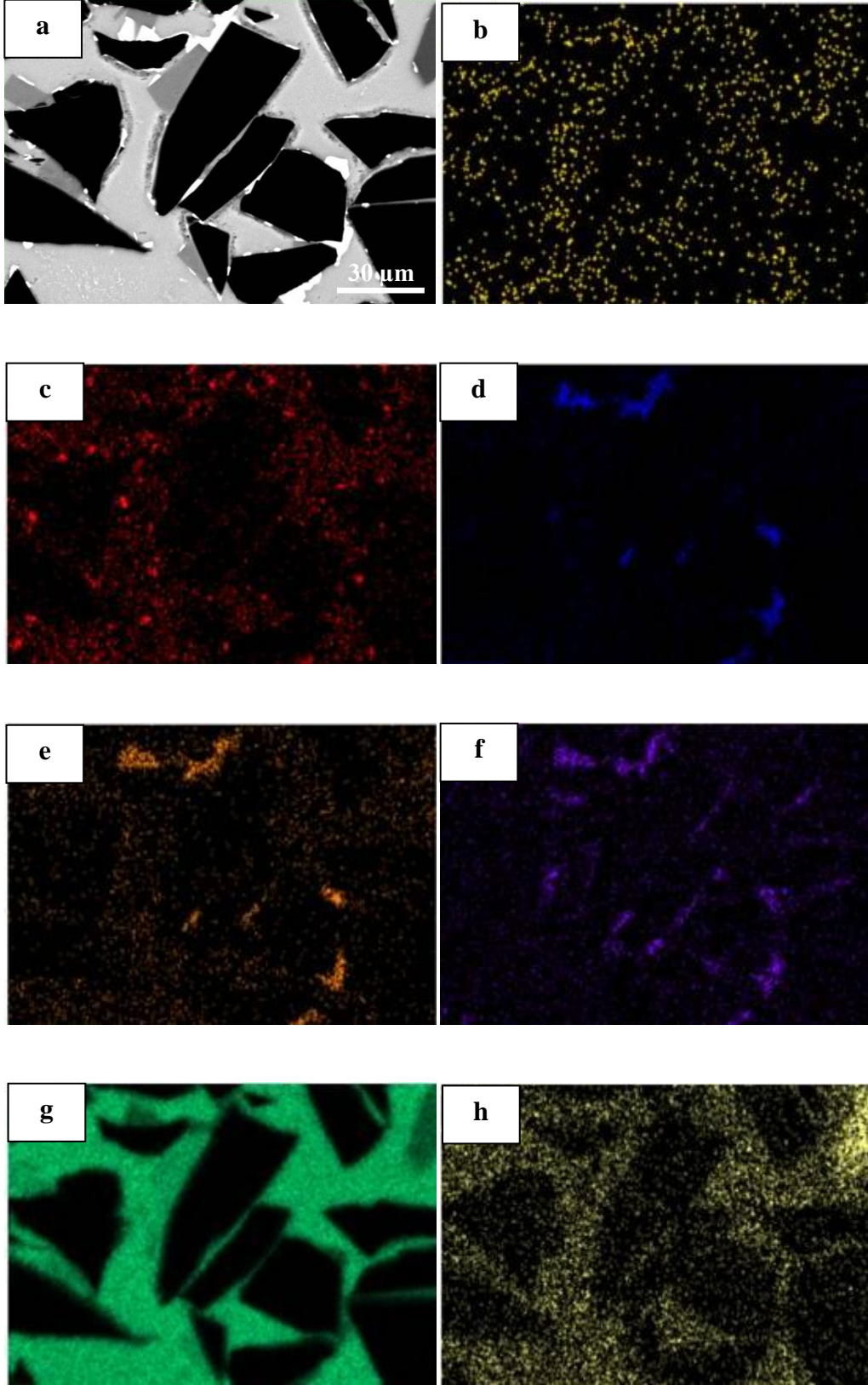
Çalışma sırasında çok ayrıntılı bir şekilde gerçekleştirilen SEM-EDX analizlerinin tümü yukarıda bahsedilen mantık dâhilinde ileriki aşamalarda elde edilecek EBSD analizlerinin bilinçli bir şekilde değerlendirilmesini sağlamak amacıyla yapılmış olup, EDX harita ve çizgi analiz sonuçları Şekil 5.6 ve 5.7’de verilmiştir.

EDX harita analiz sonuçlarına göre (Şekil 5.6), elde edilen iki önemli veriden biri, SEM-BSE görüntüsünde beyaz renkli görünen kısımlardan boyutsal olarak daha büyük olanların genelde ağır elementlerin toplandığı bölgeler olduğu, boyutsal olarak daha küçük olanların ise muhtemelen CuAl₂ fazını işaret ettiği. Diğer önemli veri ise özellikle B₄C tanelerini sarmış görünümde olan bir diğer fazın varlığı ve oksijence zengin olduğudur. Yer yer ince bir şerit halinde B₄C tanelerinin çevresinde bitişik olarak toplanmış Si metalinin varlığı da harita analiz sonuçlarından görülebilir.

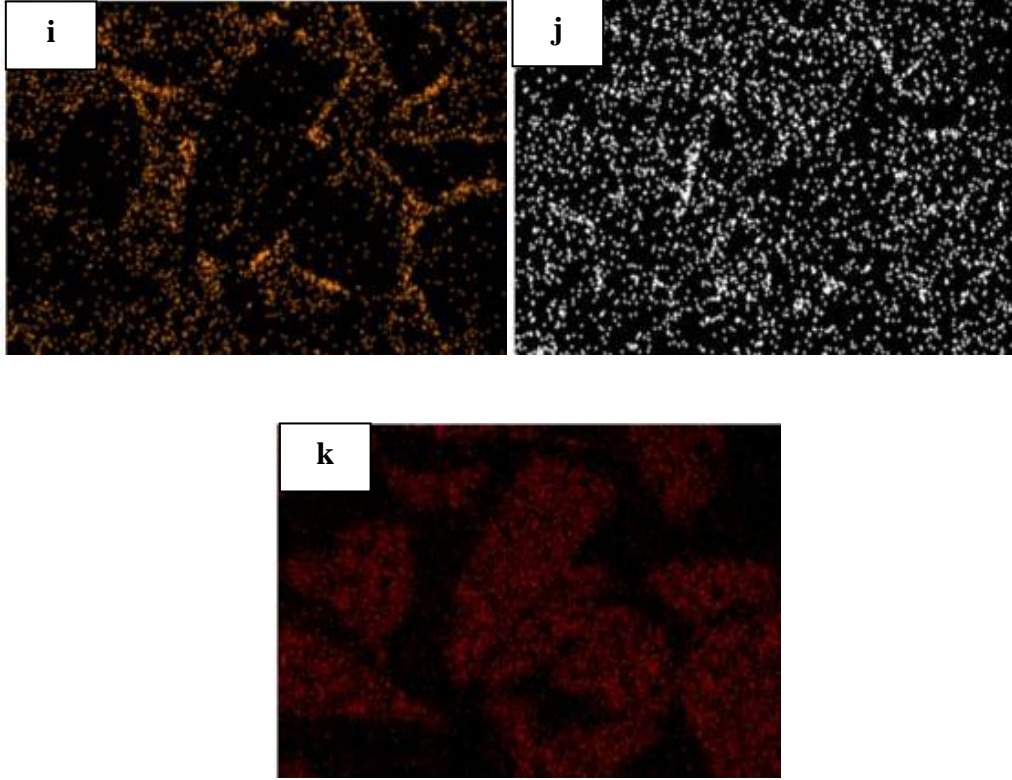


d	Bölge	% Alan		
		B ₄ C	Al	Al ₃ BC
	Üst	27,9	39,4	24,4
	Orta	48,6	42,3	6,5
	Alt	43,5	45,7	5,4

Şekil 5.5. B₄C-Al kompozitinin kesitinden hazırlanan numunenin (a) üst, (b) orta, (c) alt bölgelerine ait SEM-BSE görüntülerinin analizi, (d) faz miktarları (Kırmızı bölgeler Al₃BC fazını göstermektedir)



Şekil 5.6. B₄C-Al kompozitinin (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) Zn, (c) Cu, (d) Fe, (e) Mn, (f) Si, (g) Al, (h) Mg, (i) O, (j) C, (k) B elementlerine ait EDX haritalama sonuçları

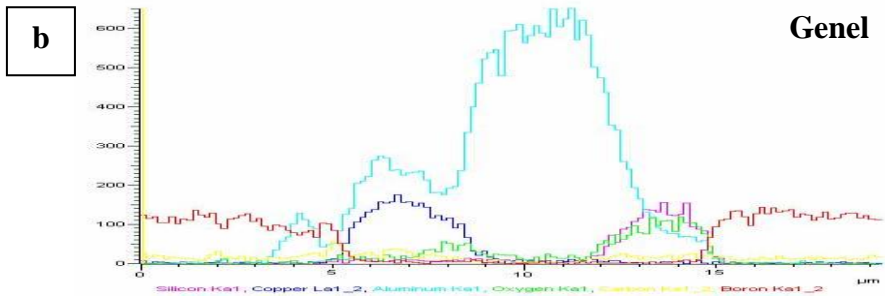
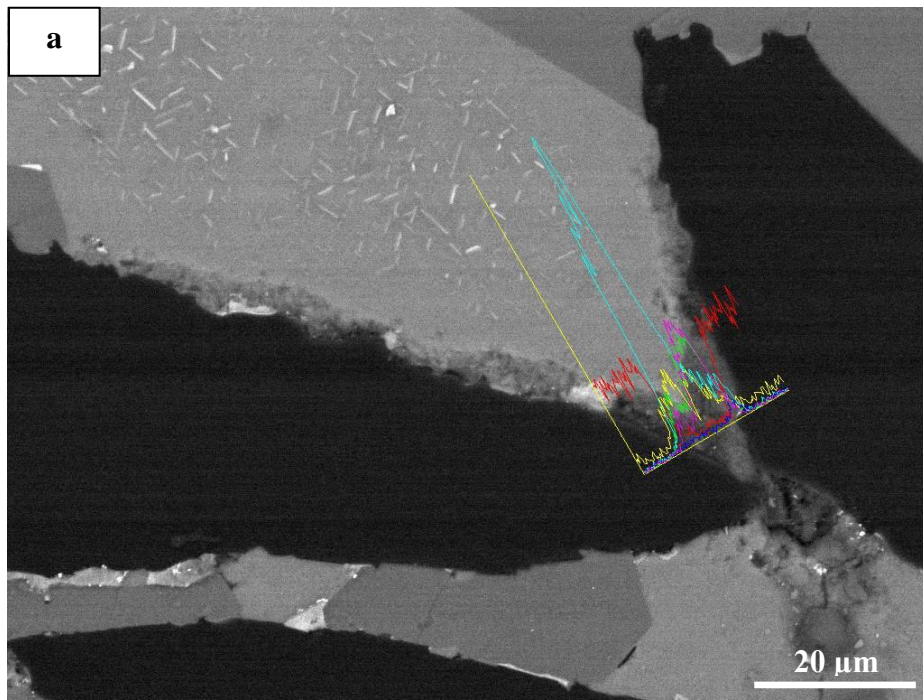


Şekil 5.6. B₄C-Al kompozitinin (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) Zn, (c) Cu, (d) Fe, (e) Mn, (f) Si, (g) Al, (h) Mg, (i) O, (j) C, (k) B elementlerine ait EDX haritalama sonuçları

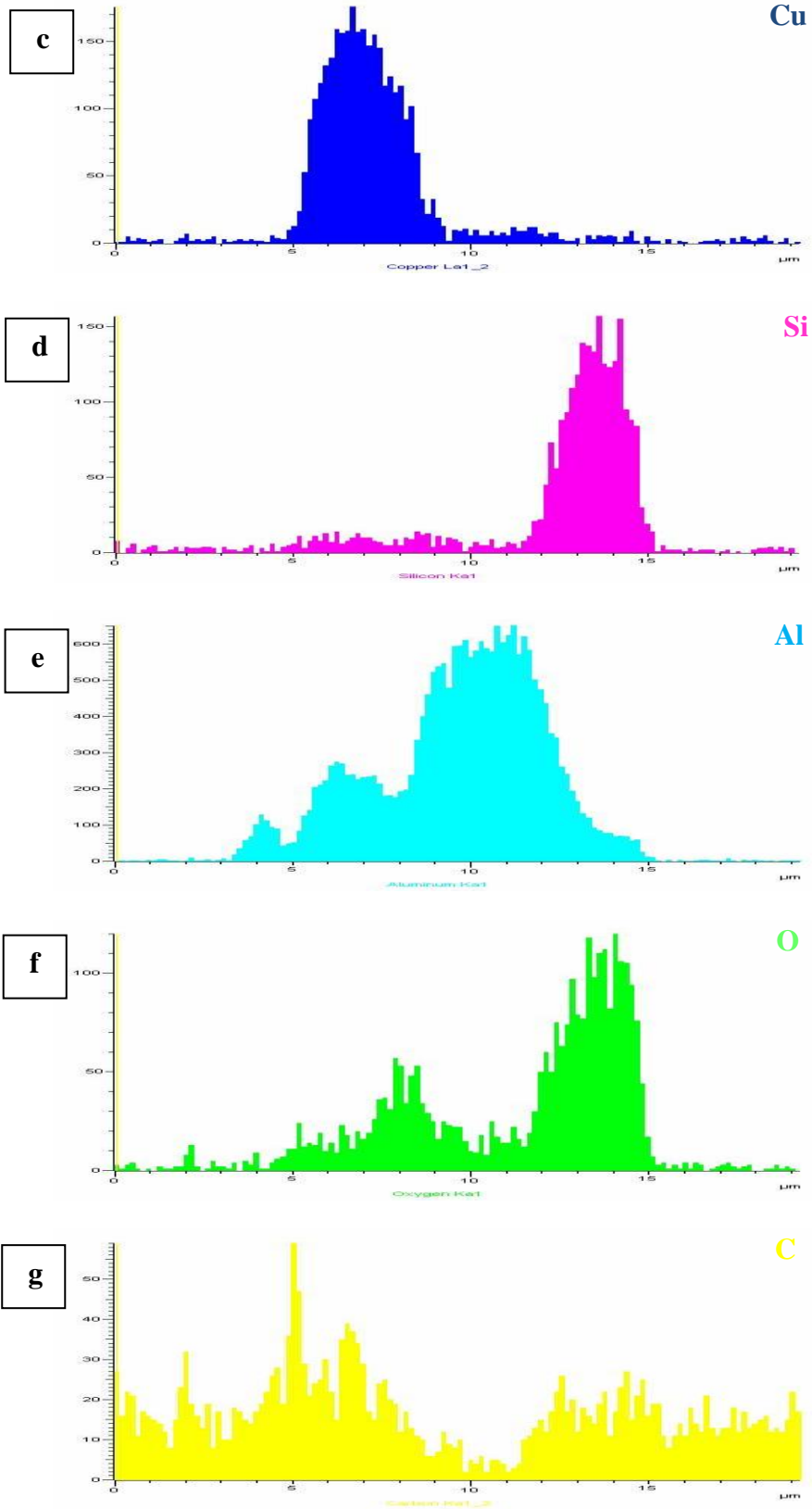
EDX çizgi analizleri B₄C fazının çevresinde bulunan ve taneleri saran bir görünümde olan bölgeler üzerinde odaklanarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.7). EDX çizgi analizleri de buralarda oksijence zengin ince bir tabaka halinde bir faz bulunduğunu gösterir niteliktedir. Oksijen dışında elde edilen elementler Si, Cu ve Al'dur. Bu yapıyı oluşturan bölgelerin konumlarından ötürü sağlıklı nicel nokta analizleri buralarda yapılamamıştır. Fakat oksijen gibi hafif bir elementin yükseklik farkından ileri gelen bir yanılsama sonucu tespit edilip edilmediğinin anlaşılması bakımından bu tip bölgelerin SEM-SE görüntüleri alınmış ve topografya incelenmiştir (Şekil 5.8).

Sonuç olarak B₄C çevresinde çukur bir şerit olduğu görülmüştür. Bu noktada sorunun parlatmadan ileri gelmiş olabileceği, daha açık bir şekilde burada mekaniksel olarak zayıf ince bir tabaka halinde B₄C tanelerini saran bir fazın olduğu ve numune hazırlama sırasında buradan oluşan fazın uzaklaşmış olabileceği düşünülmektedir. Fakat, asıl amacı EBSD tekniği ile faz analizi olan

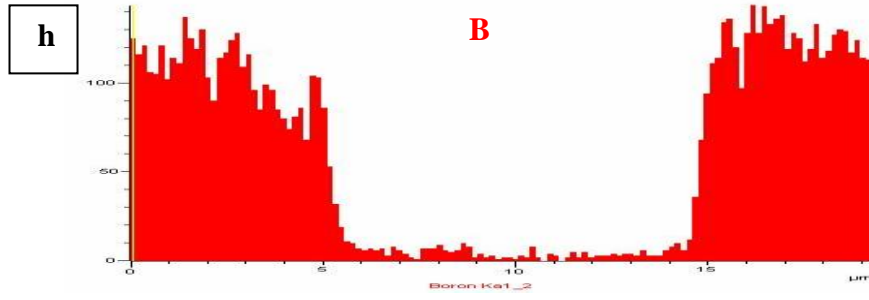
çalışmanın zaman olarak çok büyük bir kısmını kaplamış olan optimum numune hazırlama prosedürü ile hazırlanmış numunede dahi böylesine bir topografik yapının (çukurlaşmanın) oluşması engellenememiştir. Dolayısıyla, SEM numune hazırlama ve analiz teknikleri olayı açıklığa kavuşturmakta yetersiz kalmıştır. Bu nedenle FIB-lift-out tekniğiyle bu bölgeden alınan bir numune TEM teknikleriyle incelenerek burada bir başka fazın mı oluştuğu, yoksa sonucun topografyadan mı ileri geldiği aydınlatılmaya çalışılmıştır.



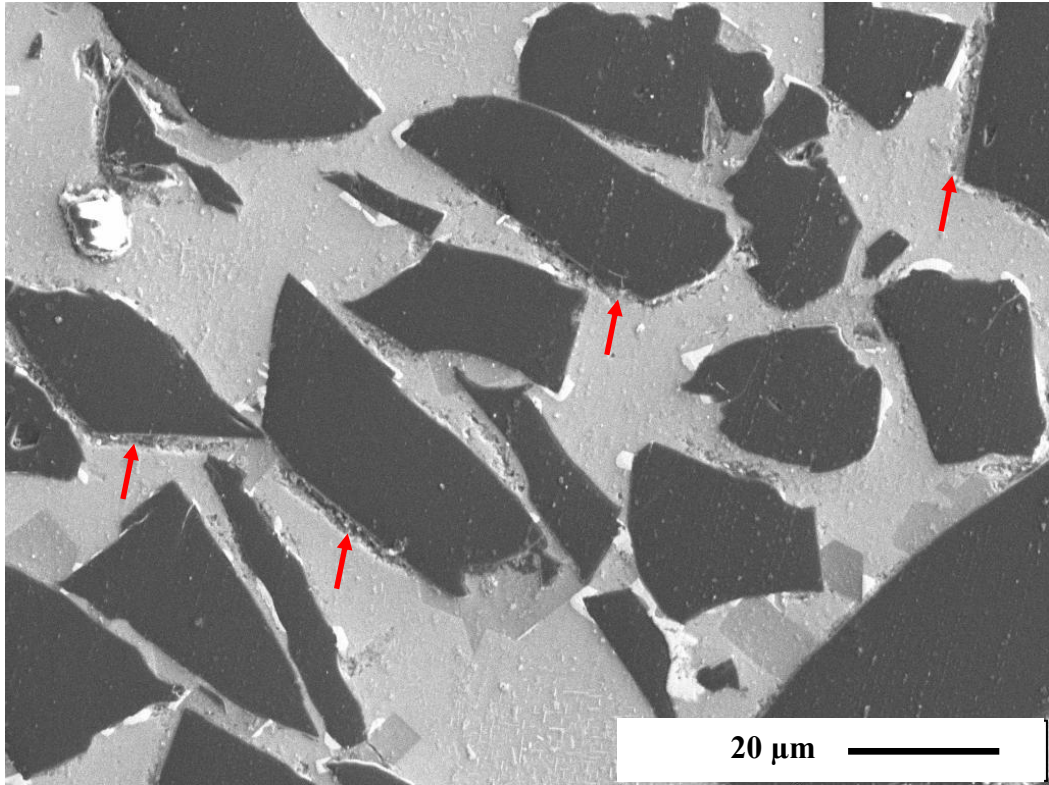
Şekil 5.7. B₄C-Al kompozitinde EDX çizgi analizi yapılan bölgeye ait, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) genel sonuçlar, (c) Cu, (d) Si, (e) Al, (f) O (g) C, (h) B elementlerinin çizgi analizi boyunca değişim grafikleri



Şekil 5.7. B₄C-Al kompozitinde EDX çizgi analizi yapılan bölgeye ait, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) genel sonuçlar, (c) Cu, (d) Si, (e) Al, (f) O (g) C, (h) B elementinin çizgi analizi boyunca değişim grafikleri (devam)



Şekil 5.7. B₄C-Al kompozitinde EDX çizgi analizi yapılan bölgeye ait, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) genel sonuçlar, (c) Cu, (d) Si, (e) Al, (f) O (g) C, (h) B elementinin çizgi analizi boyunca değişim grafikleri (devam)



Şekil 5.8. B₄C-Al kompozitinde B₄C taneleri çevresindeki şerit halinde çukurlaşmayı gösteren SEM-SE görüntüsü

5.1.3. B₄C-Al kompozit malzemenin EBSD analizleri

Daha önce Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü'nde gerçekleştirilen bir çalışmada EBSD analizleri üzerinde etkili olan parametreler belirlenmiştir [54].

Numune yüzeyinin pürüzsüz ve parlak olması gerekliliği EBSD analizlerinin yüksek verimlilikle gerçekleştirilebilmesinde olmazsa olmazlardandır. Bu amaçla ilk çalışmalar incelenecek malzemeye uygun optimum numune hazırlama prosedürünün oluşturulmasına yöneliktir. Bu anlamda otomatik parlatma, kesit parlatma ve Micropol Polisher cihazı ile parlatma teknikleri uygulanmıştır. Numune yapısında bulunan fazların B_4C , Al_3BC ve Al gibi çok farklı mekanik özelliklere sahip fazlar olmaları ve parlatma esnasında çok farklı hızlarda aşınmaları nedeniyle, tüm numune hazırlama yöntemlerinde karşılaşılan en büyük sorun numune yüzeyinde oluşan yüksek miktarda topografya olmuştur. Topografyanın asgari düzeye indirilmesi otomatik parlatma tekniği ile mümkün olmuş, pek çok farklı malzeme üzerinde başarılı sonuçlar veren kesit parlatma tekniği ile numune hazırlamada uzun uğraşlara rağmen düzgün yüzeyler elde edilememiştir.

Otomatik parlatma süreç koşullarının eniyilemesi gerçekleştirildikten sonra, numune yüzeyinde parlatmadan kaynaklı oluşması muhtemel deformasyon tabakasının giderilmesine yönelik kimyasal ve ısıl dağlama teknikleri uygulanmıştır. Fakat farklı numune hazırlama tekniklerinde ve her bir numune hazırlama aşamasında karşılaşılan numunede bulunan fazların fiziksel ve kimyasal özelliklerinin çok farklı olmasından kaynaklı sorunlar, burada da baş göstermiştir. Numunede bulunan fazların tümü için ortak bir ısıl dağlama ya da kimyasal dağlama süreci bulunmadığından, deneme yanılma yöntemiyle yapılan çalışmalar da sonuçsuz kalmıştır.

Bunun üzerine en iyi sonucu veren parlatma prosedürü uygulanmış numuneler daha sonra C sputtering kaplama ile kaplanarak EBSD analizlerine geçilmiştir.

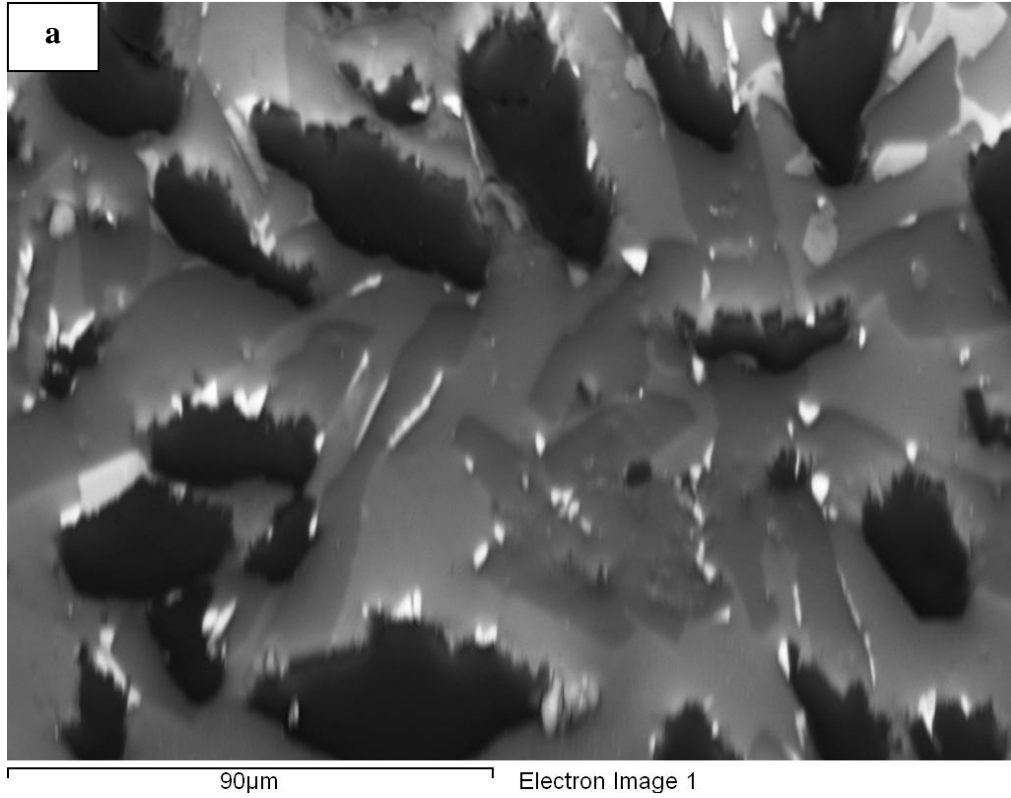
B_4C - Al sisteminde XRD analizleri ile üst, orta ve alt bölgelerde farklı miktarlarda fazların bulunduğu belirlendiğinden, EBSD ile faz analizleri bu bölgelerden ayrı ayrı yapılmıştır.

B_4C - Al kompozitinin en üst kısmında uygulanan EBSD analiz sonuçları incelendiğinde (Şekil 5.9), SEM-BSE görüntüsünde, yapının siyah, koyu gri, açık gri ve beyaz renkli farklı kompozisyona sahip bölgelerden oluştuğu görülmektedir. XRD ve SEM analizlerinin (SEM-SE-BSE, EDX) yanı sıra,

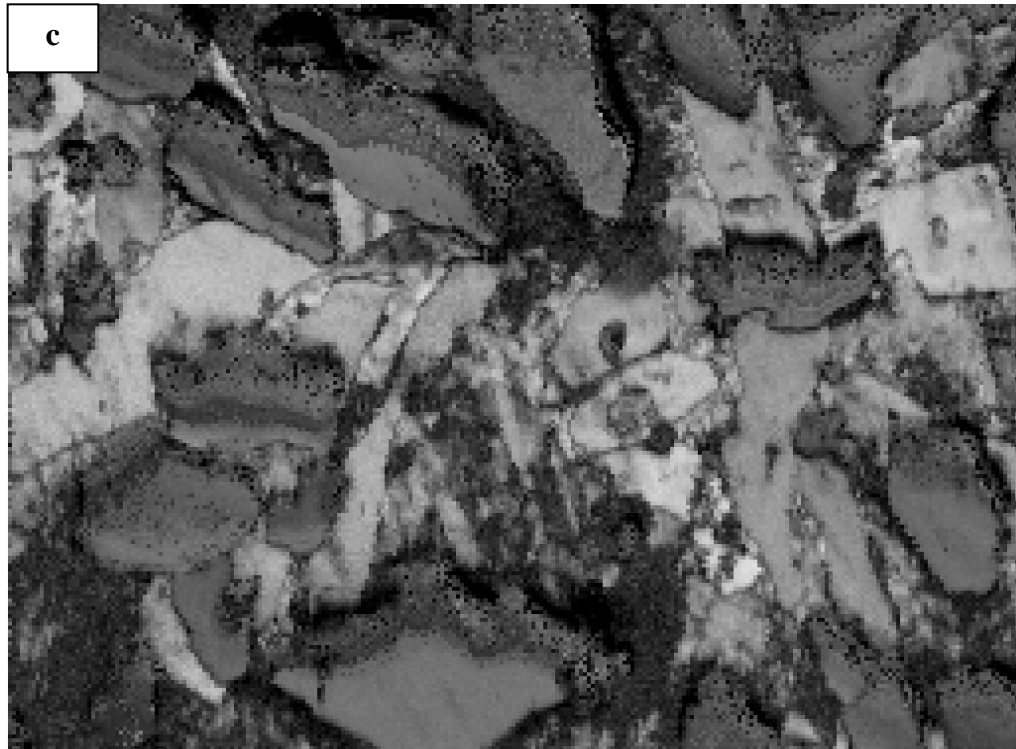
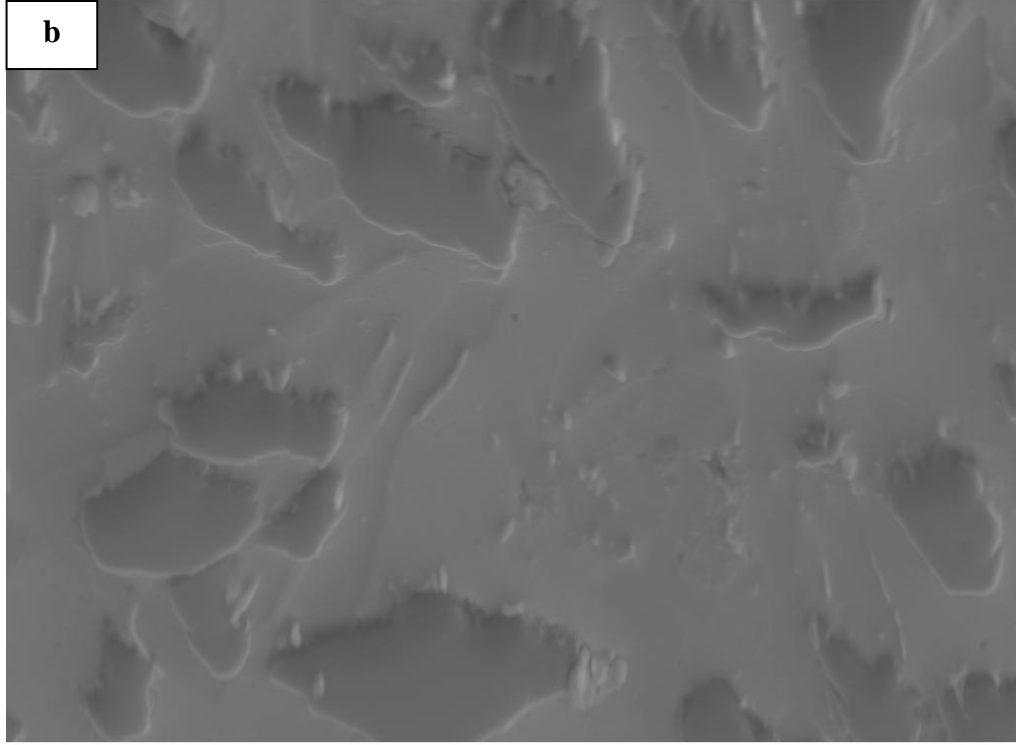
görüntü analiz programı vasıtasıyla ayrıntılı şekilde incelenen (sonuçları tezin önceki kısımlarında verilen) kompozit sisteminin mikroyapısı tanınmaktadır. Dolayısıyla, farklı kontrasta sahip bölgelerin hangi fazları ya da kimyasal yapıları gösterdiği büyük oranda bilinmektedir. Buna göre EBSD analizi yapılacak bölgeden alınan SEM-BSE görüntüsünden fazların mikroyapıdaki yer ve dağılımları öngörülebilir. Aynı bölgeden alınan SEM-SE görüntüsü buradaki topografya hakkında bizi aydınlatmaktadır. Bu görüntüden yola çıkarak, numune yüzeyinde farklı kimyasal yapıların bulunduğu bölgelerde yükseklik farklılıklarının olduğu söylenebilir. Fakat daha önceden de zaman zaman aktarıldığı gibi sistemde elde edilen en düzgün yüzeylerin topografik yapısı bu şekilde olmaktadır.

EBSB faz haritasında sarı bölgeler Al_3BC , kırmızılar B_4C ve morumsu pembe kısımlar Al fazını göstermekte ve sonuç daha önce yapılan XRD ve SEM analizlerini destekler niteliktedir. XRD nicel analiz sonuçları ile karşılaştırma yapılırken, EBSD analizleri ile belirlenen faz miktarlarının alansal (% alan) olduğu dikkate alınmalıdır. Faz haritasında herhangi bir faz ile eşleştirilemeyen ve siyah renkli kısımlar çözümlenemeyen kısımlar olup, örneğin numunenin üst bölgesinin en üst kısımlarında çokça bulunmaktadır. Bu ve benzeri bölgelerin oluşma sebebi SEM-SE görüntüsü incelendiğinde açığa çıkar (Şekil 5.9 (b)). Buralardaki, topografik değişimin fazlalığı, yani yükseklik farkları buralardan yüksek kalitede Kikuchi desenleri elde edilmesine imkân vermemiş, gölge efekti nedeniyle faz analizini de imkânsız kılmıştır. Desen kalite haritasında beyaz kısımlar desen kalitesinin yani elde edilen Kikuchi desen şiddetinin en yüksek olduğu kısımlardır. Desen kalite haritasında, faz haritasında çözümlenememiş bu bölgelerden elde edilen Kikuchi desenlerinin çok zayıf olduğu/hiç olmadığı görülebilir (Şekil 5.9 (c)). Dolayısıyla, numunedeki topografya çok net bir faz haritasının alınmasına imkân tanımamıştır. SEM-SE görüntüsünden yola çıkılarak numunede var olan yüzey pürüzlülüğünün çok fazla olduğu düşünülebilir. Burada unutulmaması gereken nokta şudur ki, EBSD analizi yapılacak numune yatayla 70° 'lik bir eğimle konumlandırılmıştır ve bu yüzden yüzey topografyası bu denli yüksek görünmektedir. Ayrıca, eğim dışında, görüntü üzerinde negatif etkiye sahip bir diğer faktör açıklık aralığının $120\ \mu m$ oluşudur.

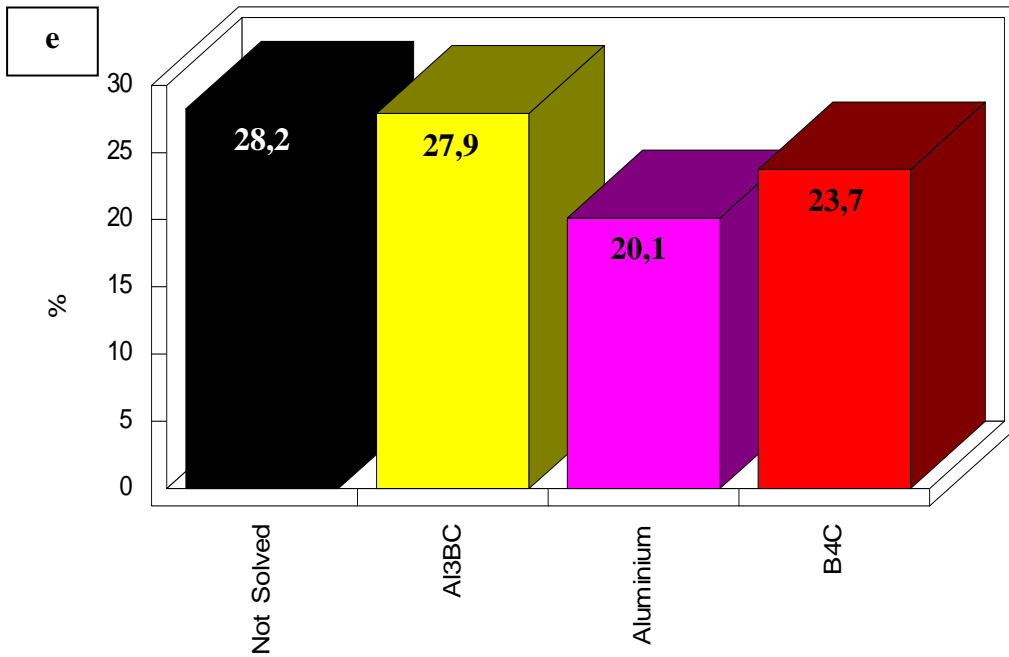
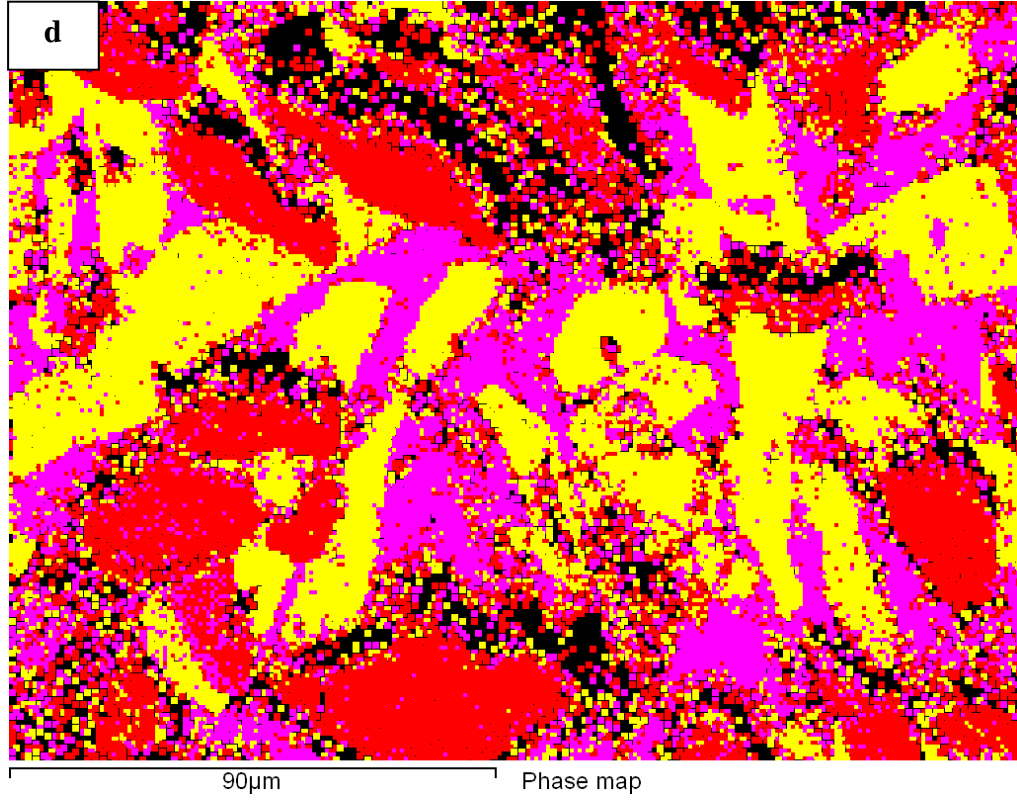
Dikkatli bir inceleme yapıldığında faz haritasında tespit edilen fazların bir biri içerisinde geçmiş bir halde bulunduğu görülür. Bunun başlıca sebebi topografya olduğu gibi bir diğer neden numune yapısıdır. Örneğin Al matris içinde yayılmış şekilde bulunan çökelti fazlarının varlığından önceden bahsedilmişti. Ayrıca, sistemde var olan kimyasal kompozisyon değişimi de çok çeşitlidir. SEM-BSE görüntüsü (ve daha önce yapılan analizler) incelendiğinde, yapıda bulunan fazlar içerisinde yer yer farklı kompozisyon değişimlerini gösteren bölgelerin varlığı görülmektedir. Bu ve benzeri gölgelerde kalan soruların cevapları TEM analizlerinde aranmış ve sonuçlar ileride verilmiştir.



Şekil 5.9. B₄C-Al kompozitinin üst bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5)



Şekil 5.9. B₄C-Al kompozitinin üst bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 μm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)



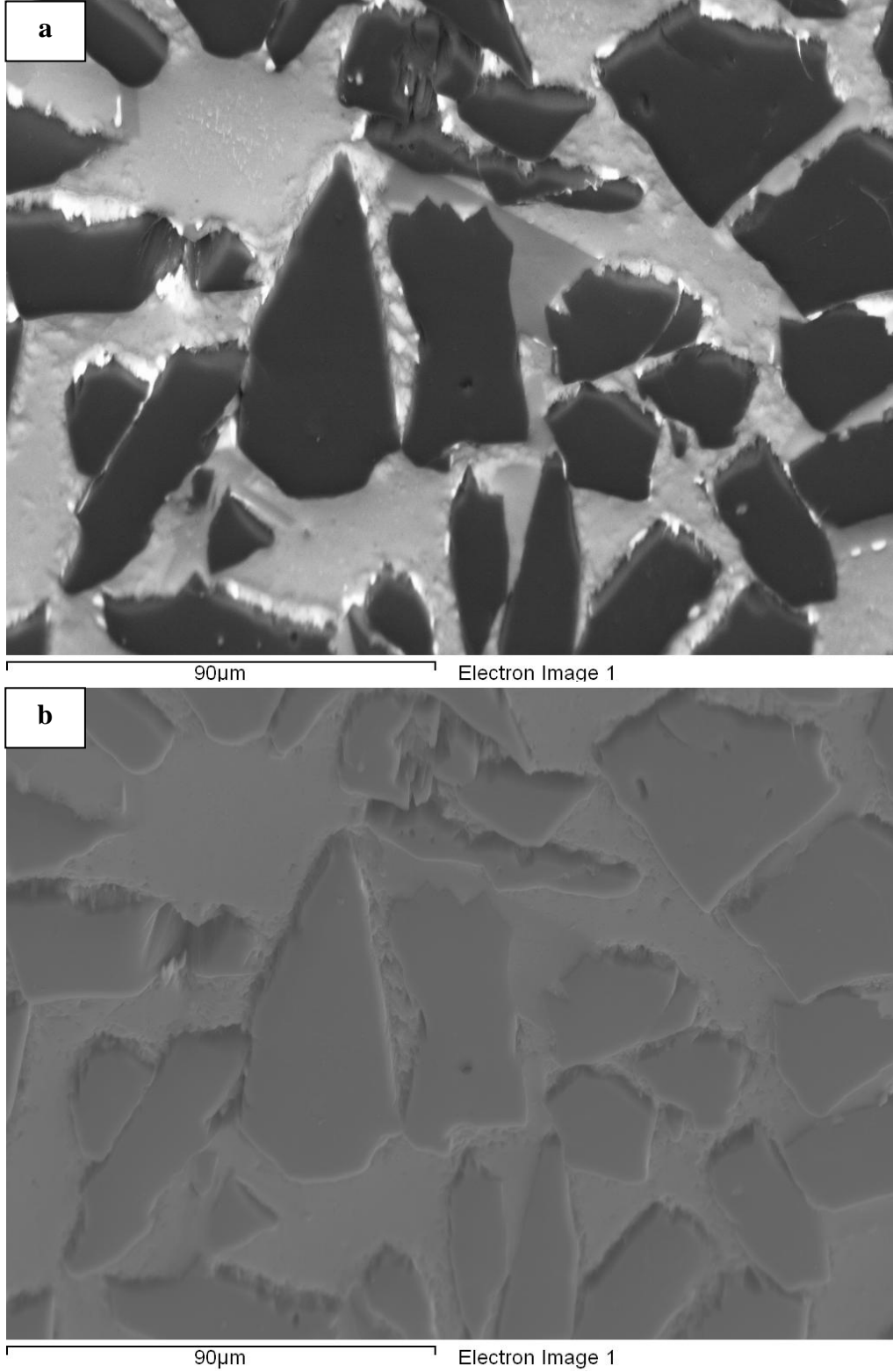
Şekil 5.9. B₄C-Al kompozitinin üst bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 μm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)

Numune kesitinin ortasında uygulanan EBSD analiz sonuçları Şekil 5.10'da verilmektedir. EBSD çalışmaları öncesinde ayrıntılı bir şekilde incelenen mikroyapı tanınmakta, buna göre siyah renkli tanelerin B_4C , koyu gri bölgelerin tepkime ürünü Al_3BC , gri bölgelerin ise Al matris fazına ait olduğu bilinmektedir.

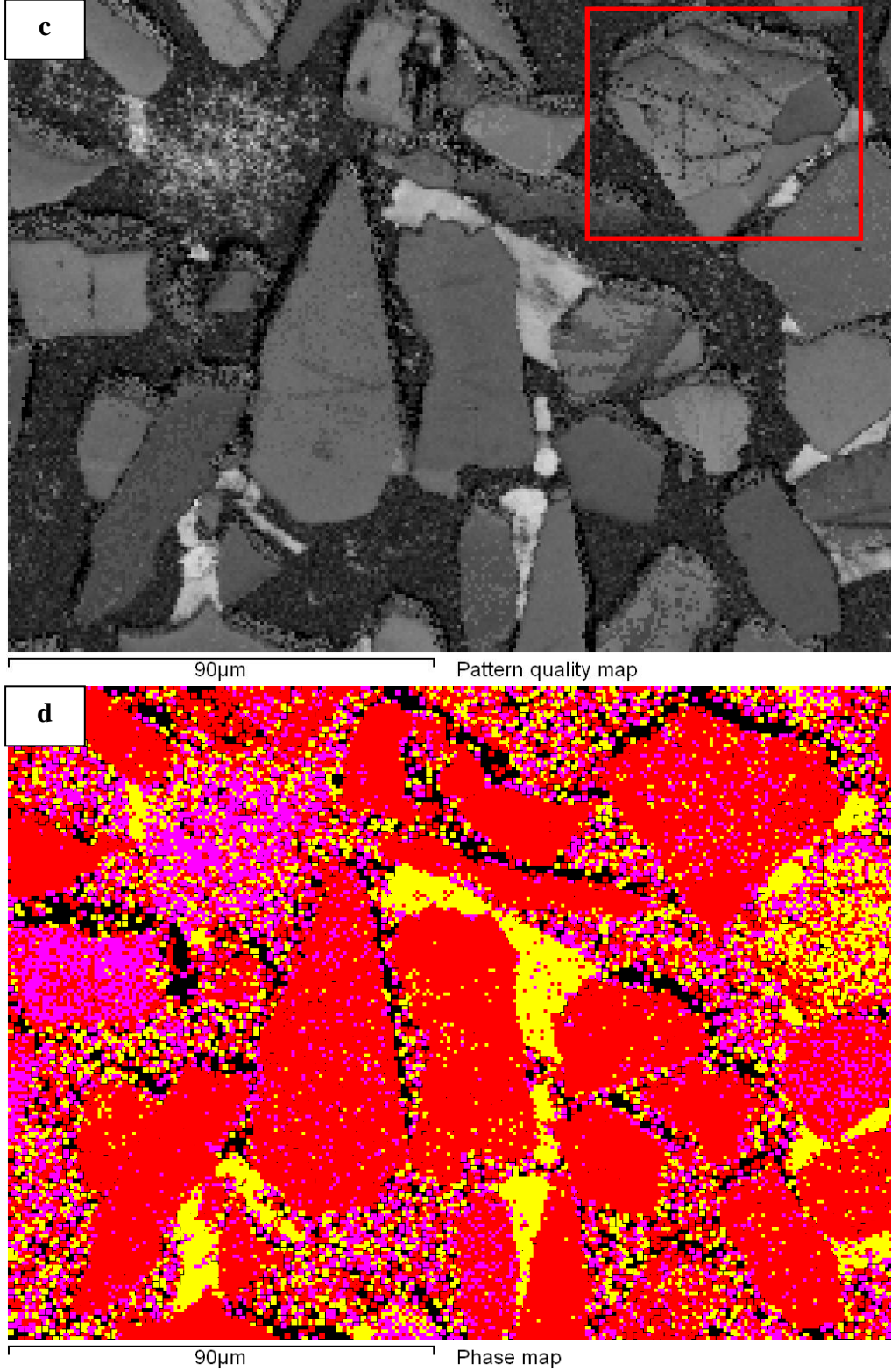
SEM-SE görüntüsü, tıpkı üst bölgedeki gibi parlatma sırasında B_4C tanelerinin az aşındığı buna rağmen matris ve tepkime sonucu oluşan fazın daha hızlı aşınarak B_4C tanelerinden daha derinde kaldıklarını göstermektedir. B_4C fazı çevresinde oluşan çukur şerit ve genel numune topografyası EBSD faz analizi sonuçlarına olumsuz yönde etki edecektir.

Nitekim faz analiz sonucu incelendiğinde, numune topografyasının büyük farklılıklar gösterdiği bölgelerde faz analizinin yapılamadığı görülmüştür. Buna rağmen faz analiz sonucu genel olarak fazların bulunduğu yerlerin net bir şekilde görülebilmeye olanak tanımaktadır. Özellikle Al_3BC fazının yüksek oranda tespit edilebildiği görülür. Dolayısıyla bu faz için miktarsal anlamda doğru yorumlar yapılabilmektedir. Buna göre Al_3BC miktarında numunenin üst kısmına göre bariz bir azalma söz konusudur. Bu sonuç XRD nicel analiz sonuçlarını destekler niteliktedir.

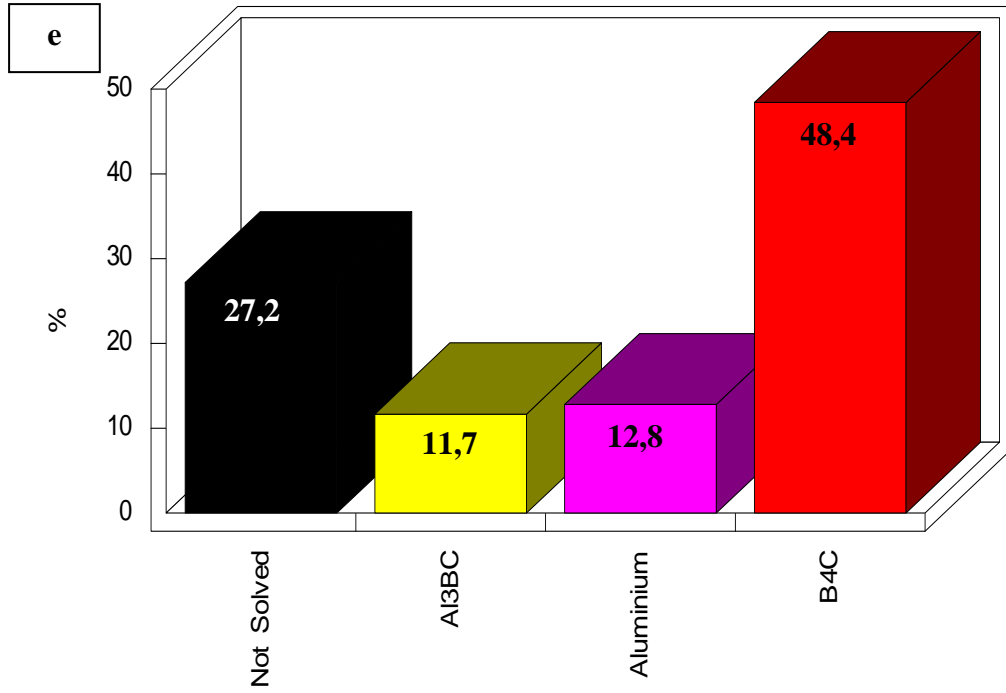
Desen kalite haritası, SEM-BSE ve SEM-SE görüntüleri ile tespit edilemeyen bazı bilgileri içermektedir. Şekil 5.10 (c)'de verilen desen kalite haritasında çerçeve içindeki B_4C tanesinin tek bir parça halinde olmadığı gibi bir durum görülmektedir. Bunun nedeni B_4C 'ün kısmi olarak Al ile reaksiyona girmiş olması, tek bir tane olarak görünen tanenin aslında birden fazla taneden oluşması ya da tanenin kendi içinde değişik yönlenme bölgeleri içeriyor olması olabilir. Ayrıca bazı taneler üzerinde parlatma aşamalarından kalma çizikler desen kalite haritasında görülebilmektedir. Ayrıca, Al_3BC fazının tespit edildiği kısımlara denk gelen desen kalite değerlerinin oldukça yüksek olduğu açık renklerden de anlaşılmaktadır.



Şekil 5.10. B₄C-Al kompozitinin orta bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5)



Şekil 5.10. B₄C-Al kompozitinin orta bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)



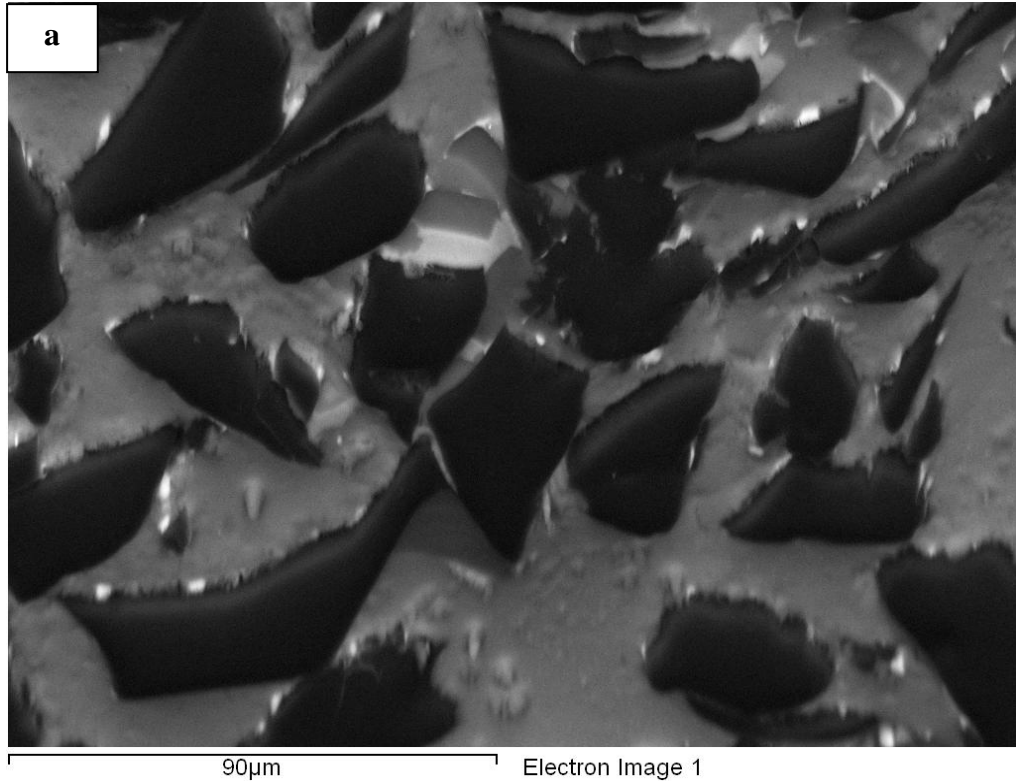
Şekil 5.10. B₄C-Al kompozitinin orta bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)

Şekil 5.11’de numune kesitinin en altından elde edilen EBSD analiz sonuçları verilmektedir. SEM-BSE görüntüsü incelendiğinde, yapıda Al₃BC oluşumunun çok az olduğu görülmektedir. SEM-SE görüntüsü incelendiğinde özellikle B₄C tanelerinin birbirlerine çok yakın olduğu bölgelerde kalan matris fazında yüzey pürüzlülüğünün çok fazla olduğu görülmektedir. Buradan yola çıkarak daha önce de değinilen çok sert olan B₄C fazının varlığının diğer kısımların düzgün parlatılmasına engel olduğu bir kez daha görülebilir.

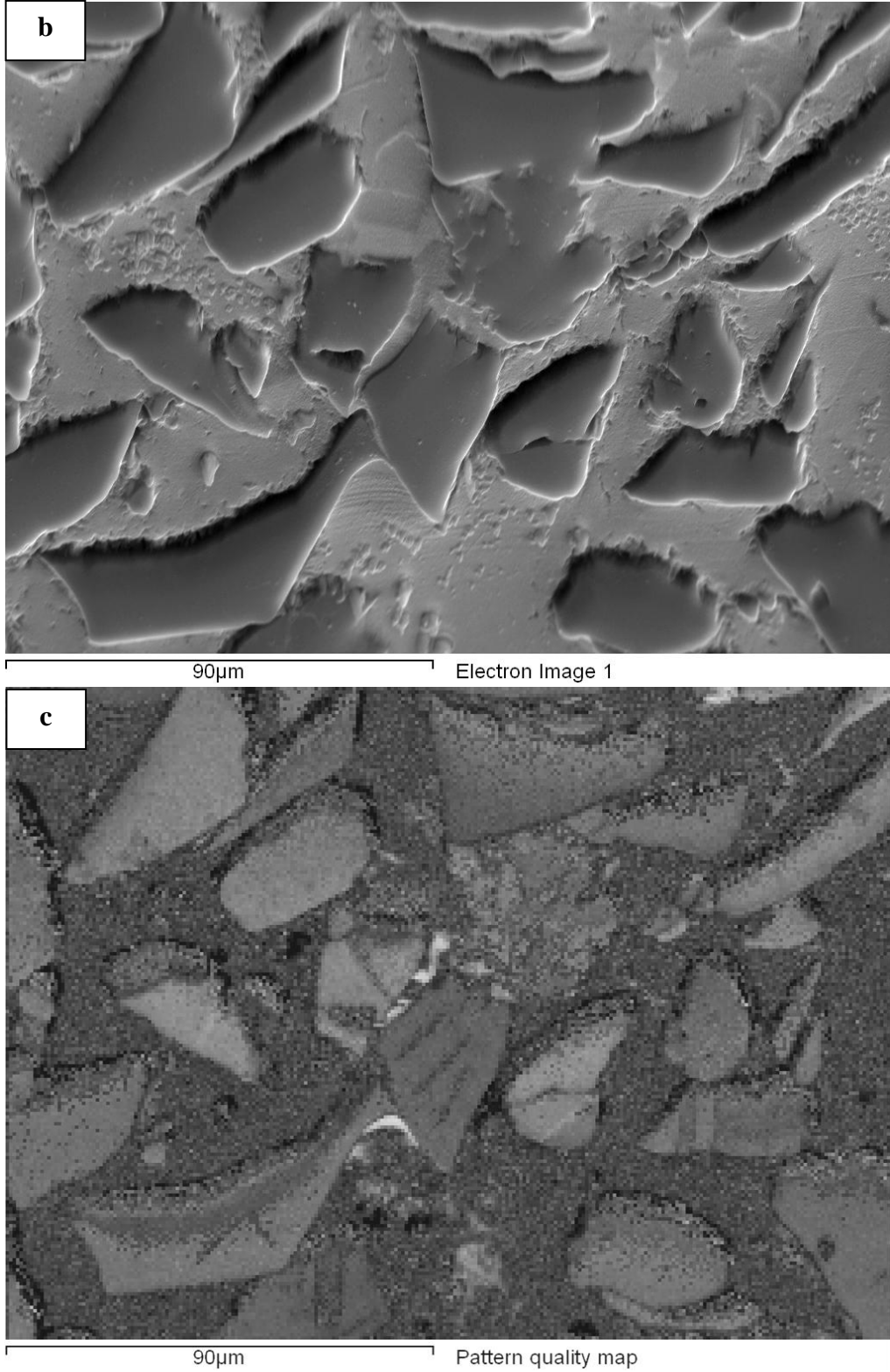
Faz haritası incelendiğinde, B₄C tanelerinin yüksek doğrulukla tespit edilebildiği, diğer yandan Al matrisin hemen hiç çözülmediği görülür. Bir önceki paragrafta açıklanan durum nedeniyle, yani yine yüzey topografyasının olumsuz etkisiyle, Al matrisi düşük oranda çözümlenebilmiştir. B₄C taneleri arasındaki boşluğun biraz fazla olduğu bir bölgede, matrisin daha pürüzsüz olduğu ve sonuçta faz haritasında bu bölgeye karşılık gelen alanda Al fazının daha yüksek oranda çözümlenebildiği tespit edilmiştir. Topografya etkisi tam olarak

aşılmadığı müddetçe verimli EBSD analizlerinden bahsedebilmenin imkânsızlığı bir kez daha görülmüştür.

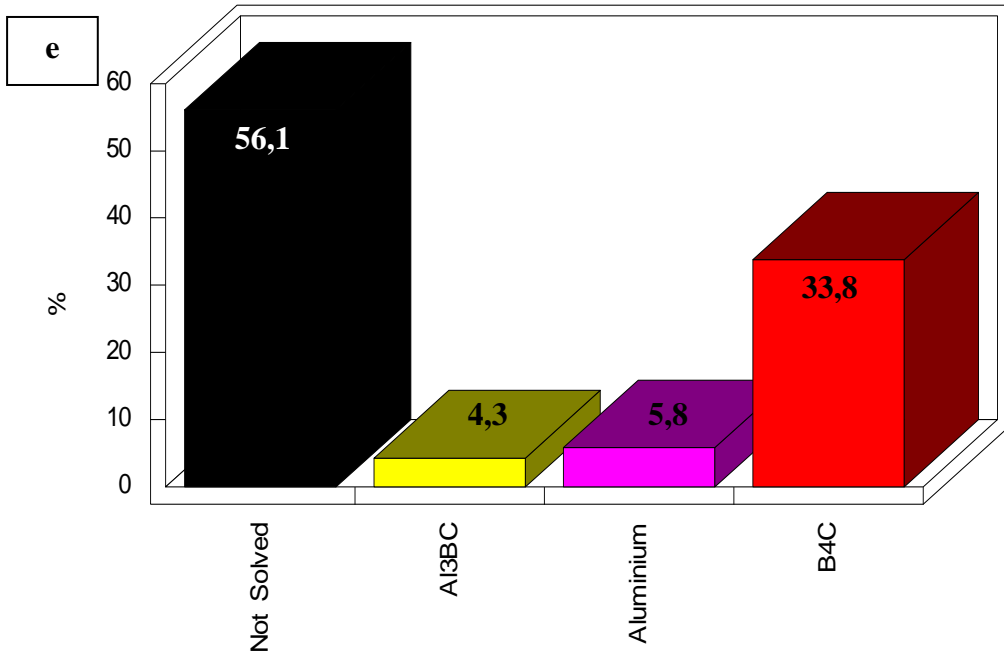
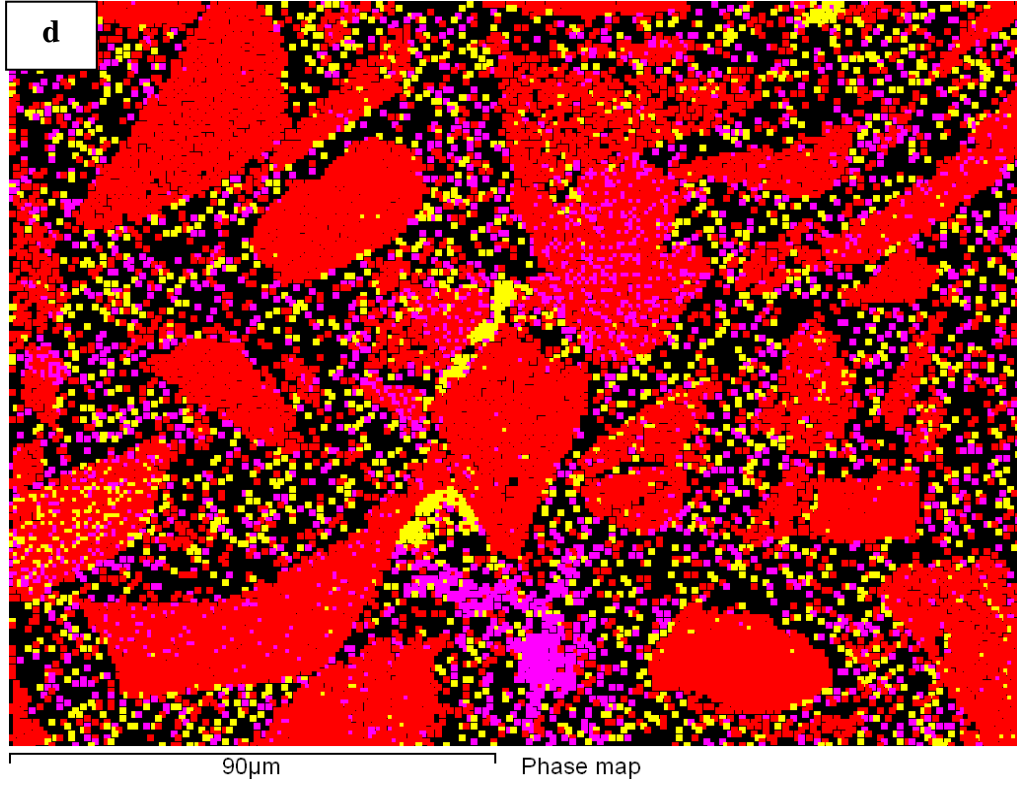
Topografya uygun olmadığı zaman geriye sadece EBSD yazılım ayarlarının değiştirilmesi seçeneği kalır. Yapılan değişiklikler numuneden elde edilen Kikuchi desenlerinin yazılımda kayıtlı Kikuchi desenleri ile karşılaştırılması sırasındaki hata toleranslarının aralıklarının artırılması şeklindedir. Tolerans aralıkları artırıldığında önceden her hangi bir faz ile eşleştiremeyen desen eşleştirebilir hale gelmektedir. Bu durumda yapının genelinde faz tespiti yapılabilir fakat sonuçlar güvenilir olmamaktadır. Şekil 5.12’de EBSD yazılım ayarları değiştirilerek yapılan bir analiz sonucu örnek olarak verilmiştir. Burada çözümlenemeyen faz miktarı azaltılmış olmasına rağmen (Şekil 5.12 (e)), faz haritası incelendiğinde ve SEM-SE, BSE görüntüleri ile karşılaştırıldığında, B_4C fazı hariç, sonucun güvenilirliğinin az olduğu görülür.



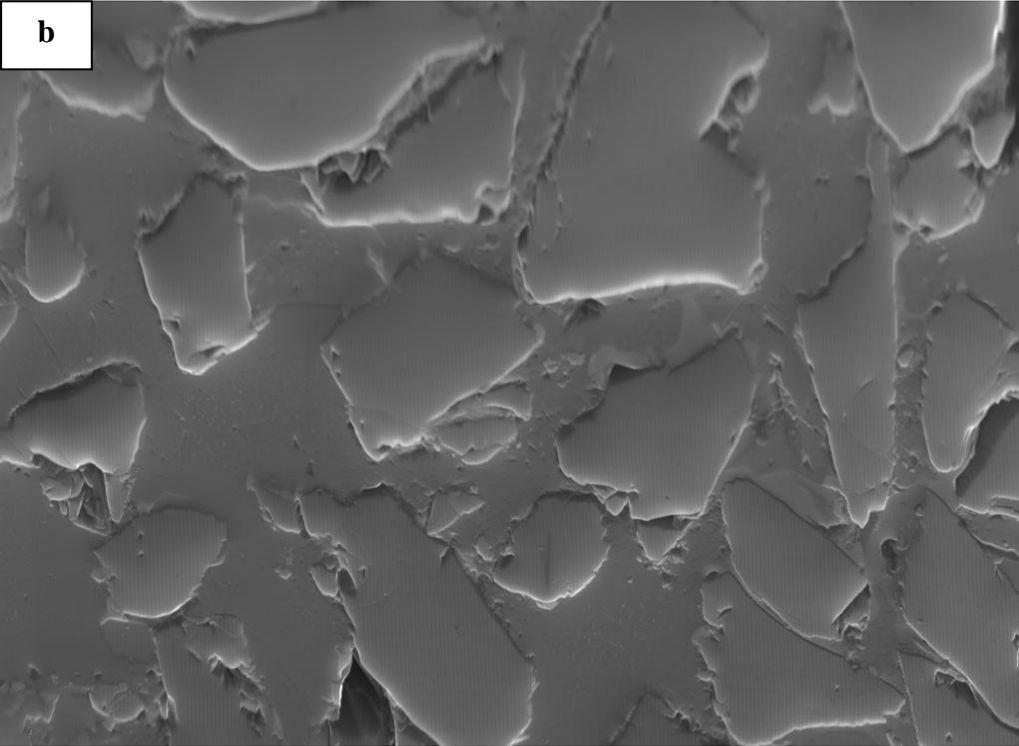
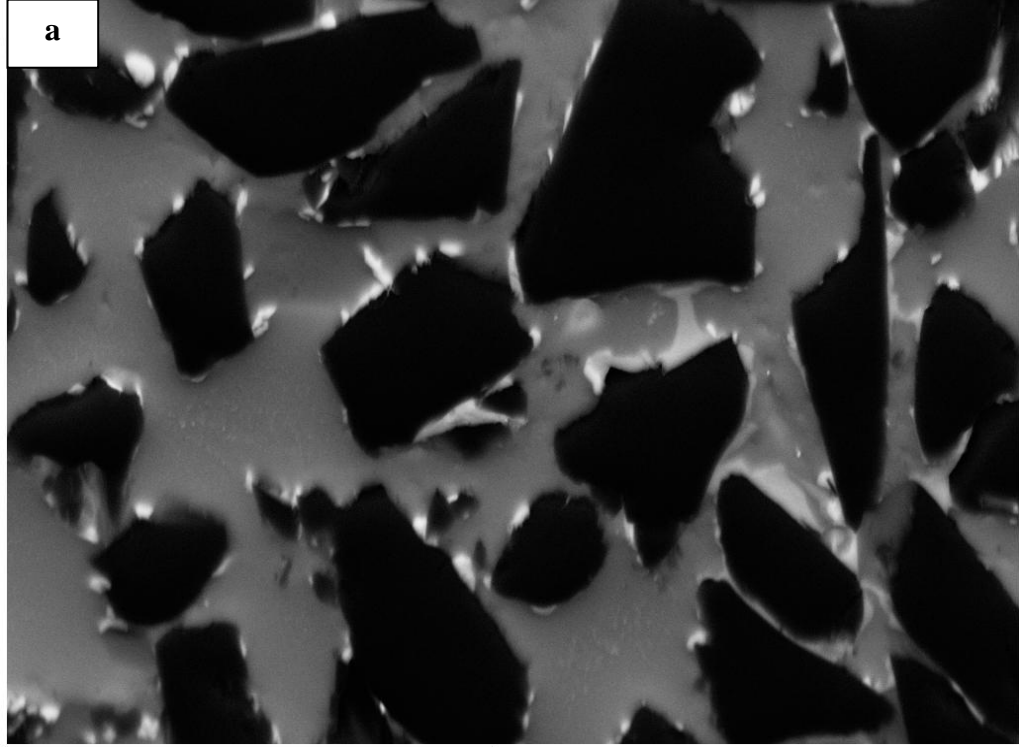
Şekil 5.11. B_4C -Al kompozitinin alt bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 μ m, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5)



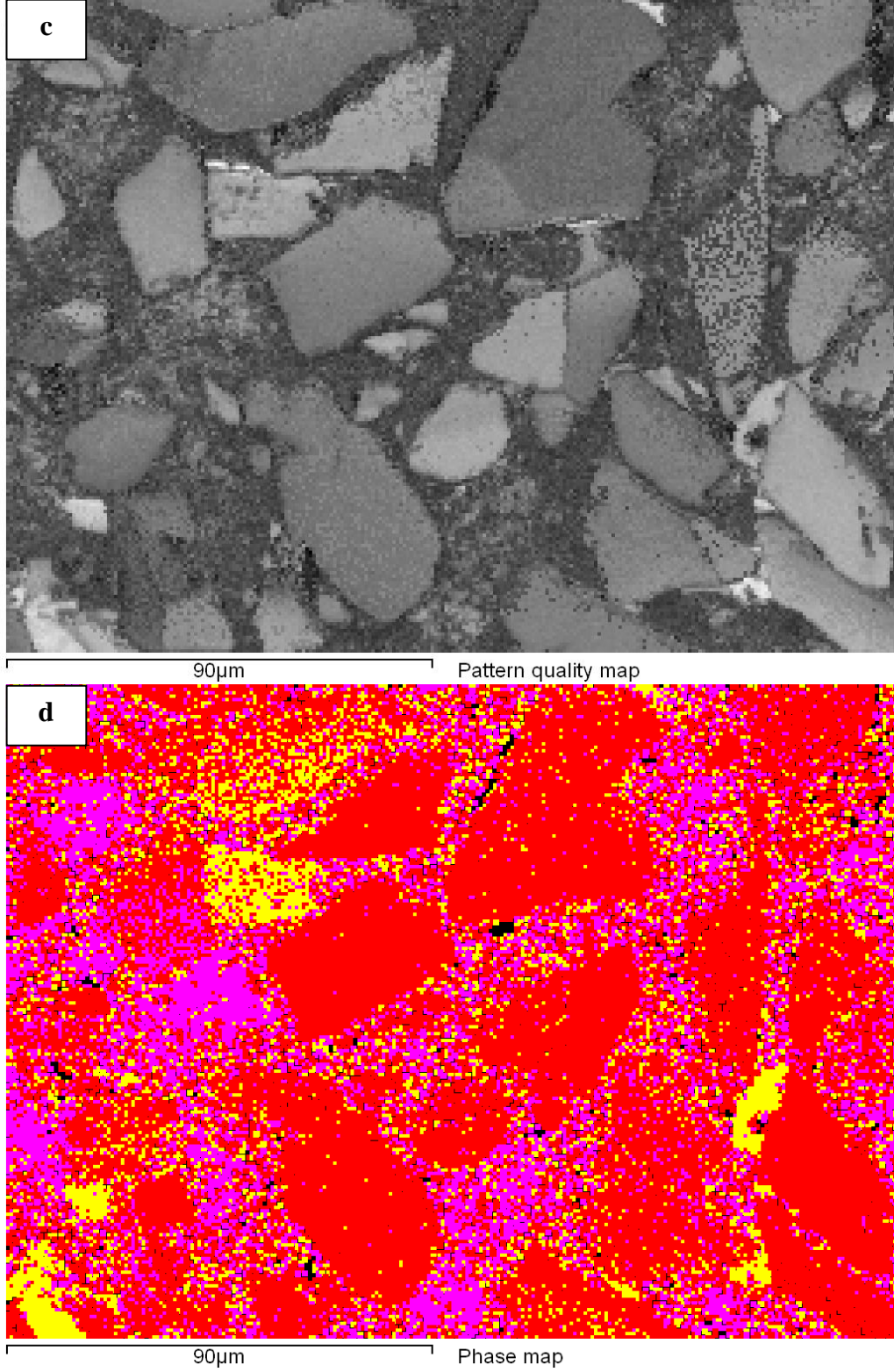
Şekil 5.11. B₄C-Al kompozitinin alt bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)



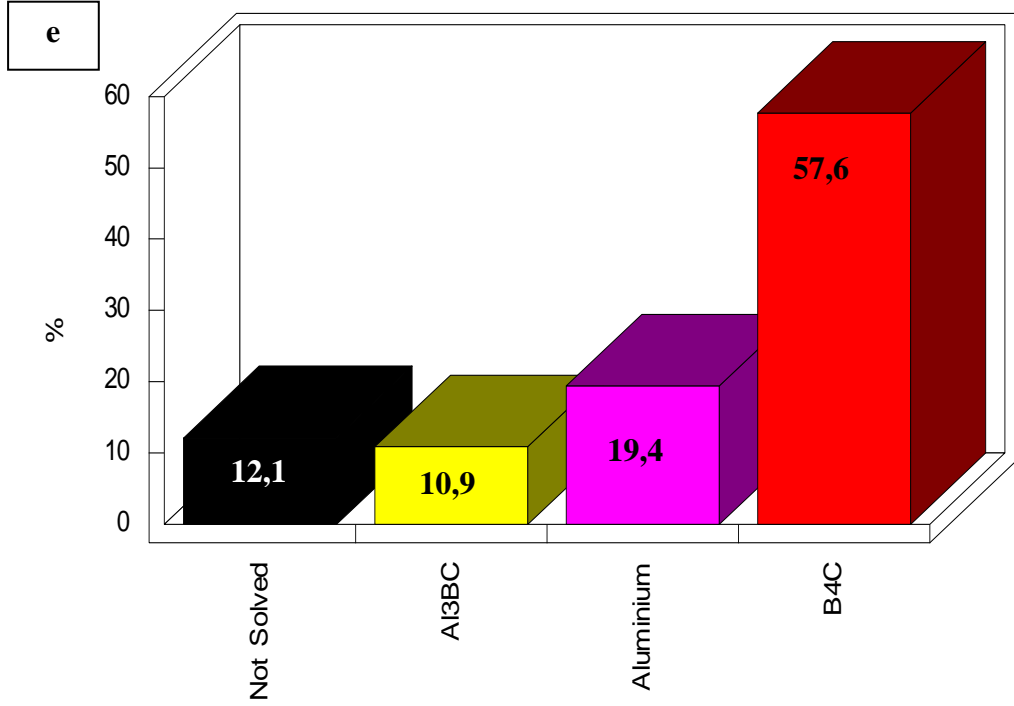
Şekil 5.11. B₄C-Al kompozitinin alt bölgesinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 μm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)



Şekil 5.12. B₄C-Al kompozitinin orta bölgesinin toleranslar değiştirilerek elde edilen EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 3) (devam)



Şekil 5.12. B₄C-Al kompozitinin orta bölgesinin toleranslar değiştirilerek elde edilen EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 3) (devam)



Şekil 5.12. B₄C-Al kompozitinin orta bölgesinin toleranslar değiştirilerek elde edilen EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 3) (devam)

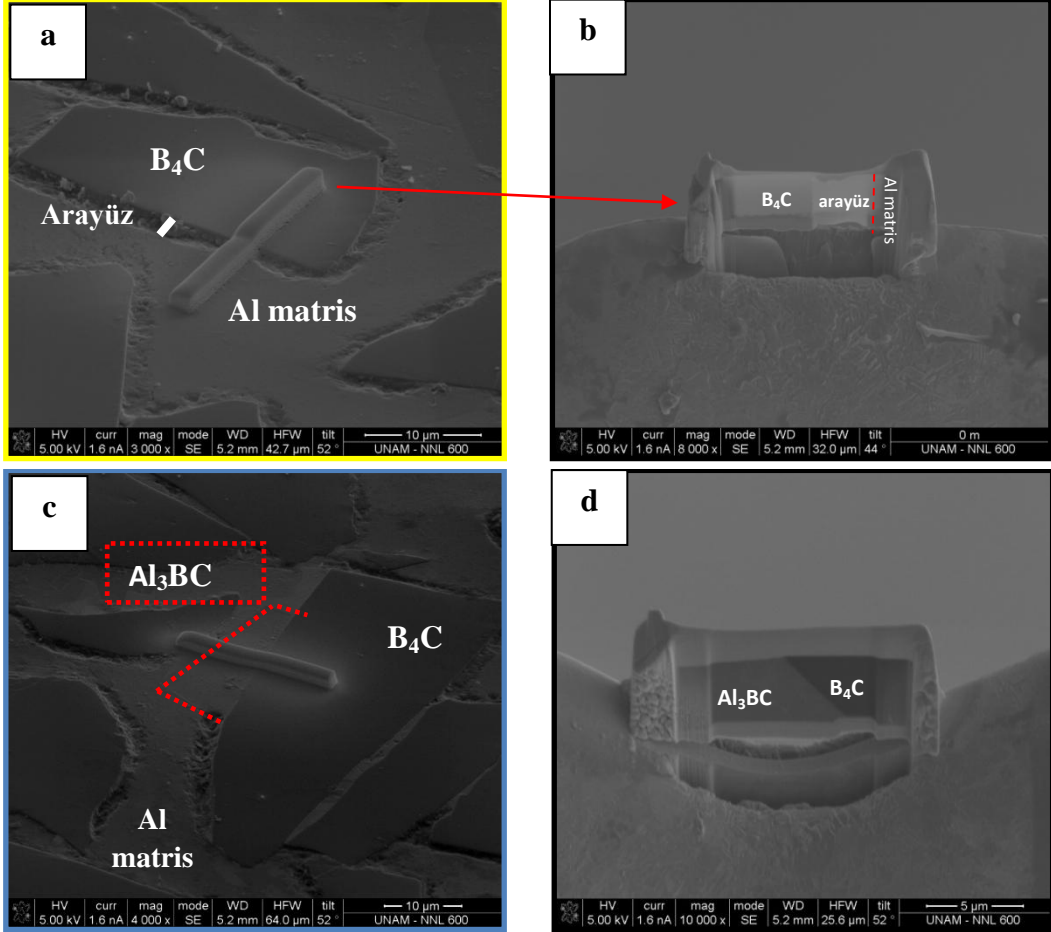
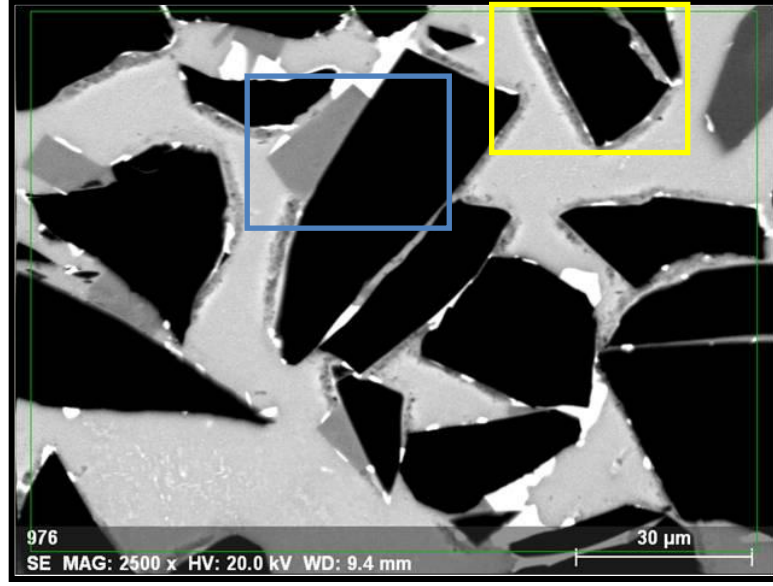
5.1.4. B₄C-Al kompozit malzemenin TEM analizleri

TEM analizleri ile amaçlanan, EBSD analiz sonuçlarında açıklanamayan durumların aydınlatılmasını sağlamaktır. Farklı bölgelerden elde edilen faz haritalarında, fazların birbiri içerisinde çözülmüş bir yapıdaymış gibi olduğu görülmektedir. Bunun nedenlerinden ilgili kısımlarda bahsedilmiştir. Ayrıca, literatür araştırmaları sırasında buna benzer durumlarda farklı sistem konfigürasyonları (EBSD ve EDX analizlerinin eş zamanlı yapılmasına olanak tanıyan sistem) gerektiği bildirilmektedir [56]. Buna rağmen, numunenin mikroyapısal incelemelerinden yola çıkılarak, sorunun başka nedenlerden kaynaklanabilme olasılığının bulunduğu görülmüştür. Örneğin matris fazında geniş alanlara yayılmış durumda bulunan çökelti fazları, numuneden faz analizlerinin doğru bir şekilde yapılması için gerekli olan yüksek kalitede desen elde edilmesini engellemiş olabilir. Çökelti fazlarının çok küçük boyutlu olmaları

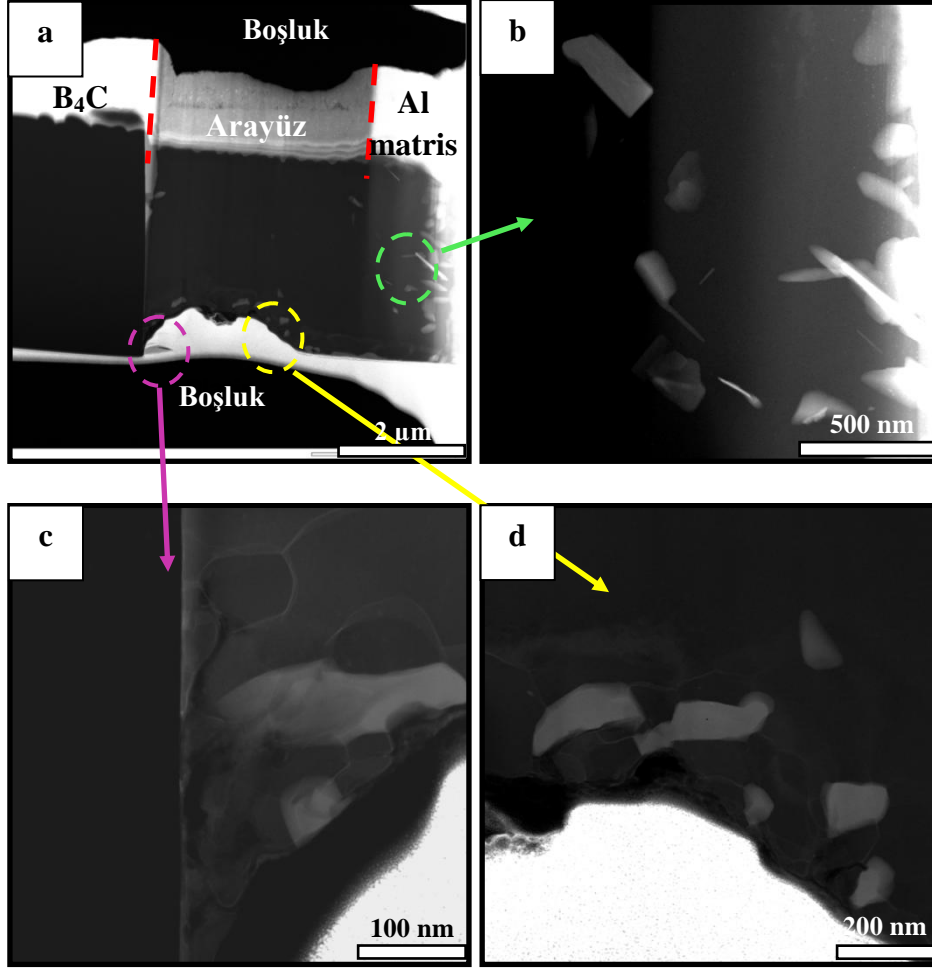
nedeniyle kimyasal yapıları SEM-EDX analizleri ile tespit edilememiştir. XRD analizlerinde bulunan CuAl_2 fazının bir kısmının matris içinde yayılmış durumda bulunan çökelti fazlarına ait olduğu düşünülmele birlikte, bu bölgelerin TEM teknikleri ile analiz edilip, EBSD sonuçlarının eksiksiz olarak yorumlanabilmesini sağlamak tezin konusu gereği zorunlu olan bir durum olarak kendini göstermiştir. Ayrıca, yapıda matris fazı dışında çözümlenemeyen bölgeler bulunmaktadır. Bir başka durum, örneğin B_4C tanelerinin tam olarak tespit edilemeyip yapıda bulunan başka fazların bu bölgelerde görünmesi gibi sorunların varlığıdır. İlgili kısımda tespit edilen, B_4C fazını çevreleyen bir yapının ayrı bir faz ya da kompozisyonca değişik bir bölge mi olduğu yoksa yükseklik farkından kaynaklı bir yanılsamaya mı sebep olduğunun belirlenebilmesi için de TEM tekniklerinin kullanımı zorunlu olmuştur.

Şekil 5.13’de B_4C -Al kompozit malzemesinin farklı kontrasta sahip ve daha önce incelenmiş bölgelerinden (Bkz. Şekil 5.6) FIB-lift-out tekniği ile TEM analizleri için alınan numuneler görülmektedir. Burada amaç, varsa arayüzdeki fazların araştırılması olduğu kadar, diğer fazların içerisindeki farklı kompozisyonların da tespit edilebilmesini sağlamaktır.

FIB ile hazırlanan B_4C -Al arayüzeyinin genel mikroyapısını gösteren STEM HAADF görüntüsü ve bu görüntünün farklı bölgelerinden alınmış STEM HAADF görüntüleri gösterilmiştir (Şekil 5.14). Fazların içerisinde dağılmış halde bulunan pek çok çökelti tespit edilmiştir. Özellikle Şekil 5.14 (b)’de Al matristen alınan STEM HAADF görüntüsünün Al matris içindeki arayüzden uzak olan kısımları incelendiğinde nano boyutlu yoğun çökelti fazlarının varlığı net bir biçimde görülebilmektedir. B_4C tanelerini saran bir yapının varlığından da söz edilebilir (Şekil 5.14 (c) ve (d)).

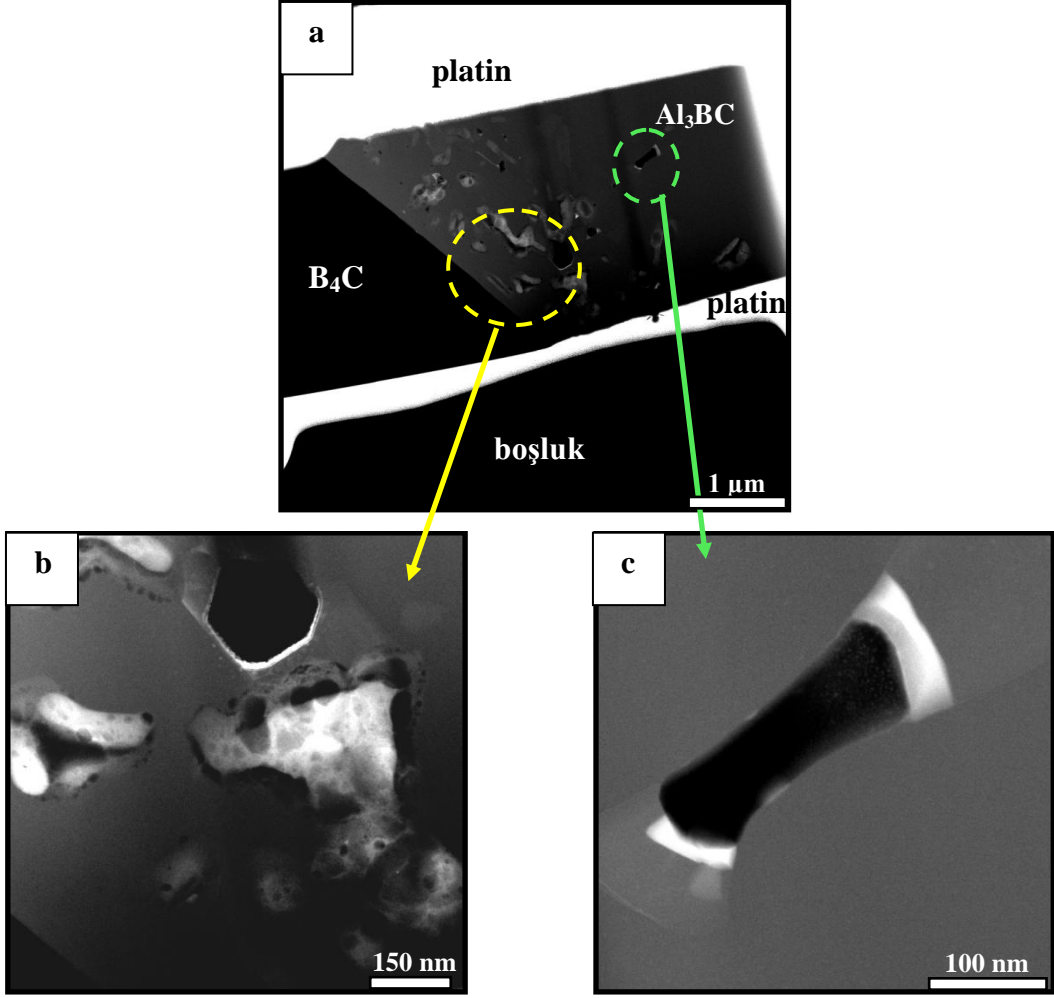


Şekil 5.13. SEM-BSE görüntüsünde çerçeve içindeki bölgelerden alınan, (a ve b) B_4C -Al arayüzünü, (c ve d) B_4C - Al_3BC arayüzünü içeren FIB numuneleri



Şekil 5.14. (a) FIB ile hazırlanan B₄C-Al arayüzeyi genel STEM HAADF görüntüsü (b) Al matristen alınmış STEM HAADF görüntüsü (c) arayüzün B₄C'e yakın kısmından alınmış STEM HAADF görüntüsü, (d) arayüzden alınmış STEM HAADF görüntüsü [60]

B₄C-Al₃BC arayüzünü içeren FIB numunesi üzerinde de benzer çalışmalar yapılmıştır. STEM HAADF görüntüleri incelendiğinde, özellikle Al₃BC fazının B₄C fazına yakın olduğu bölgelerde yoğun çökelti oluşumu tespit edilmiştir (Şekil 5.15). Çökelti Al₃BC fazına doğru gidildikçe daha seyrek olur.



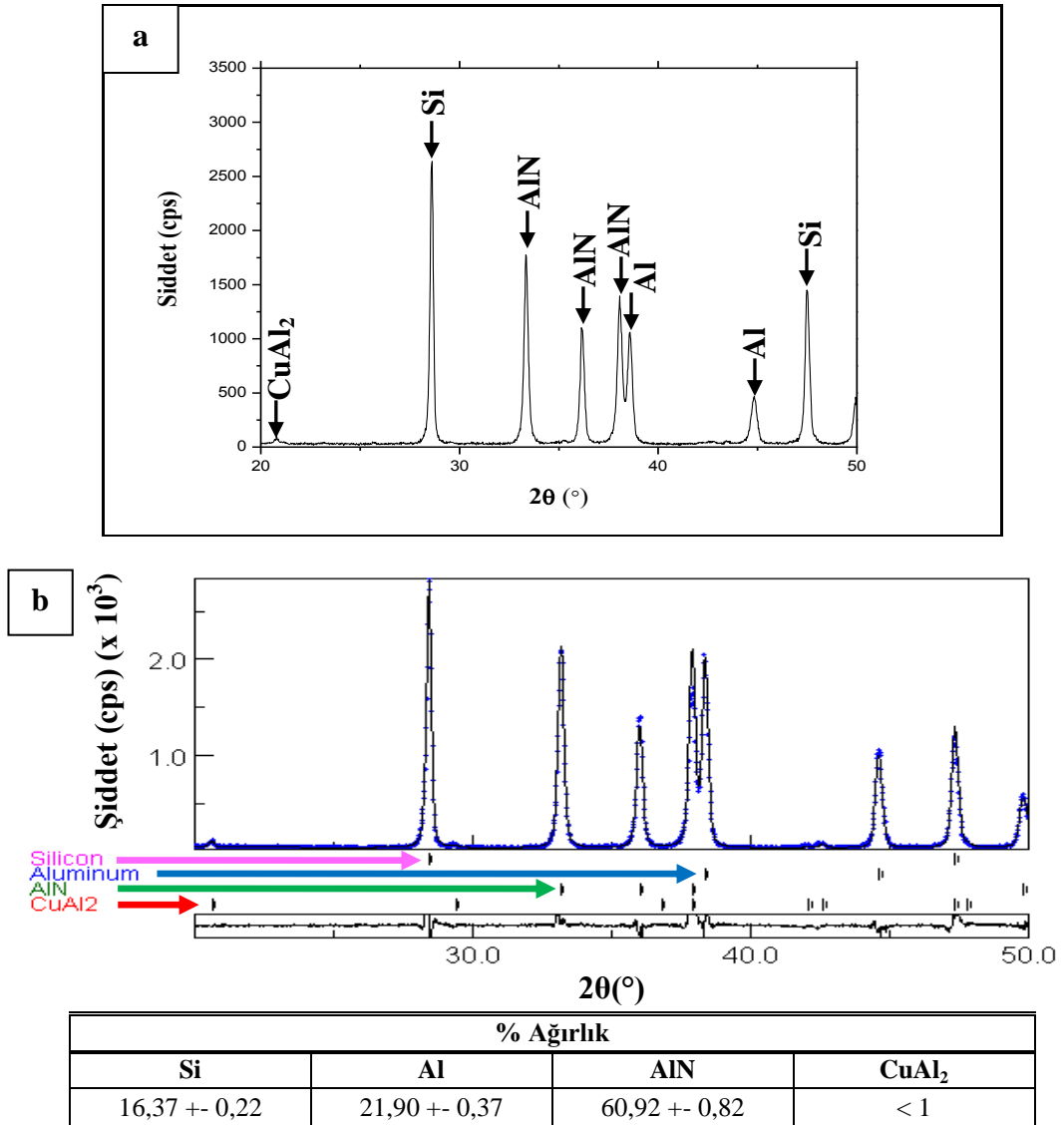
Şekil 5.15. (a) B₄C-Al₃BC arayüzeyi FIB numunesi genel STEM HAADF görüntüsü, (b) B₄C-Al₃BC arayüzeyine yakın bölgedeki, (c) uzak bölgedeki çökeltilerin STEM HAADF görüntüsü [60]

TEM analizleri genel olarak değerlendirildiğinde, numune mikroyapısının nanometre boyutunda pek çok çökelti içerdiği görülmüştür. Topografya etkisi göz ardı edildiğinde, SEM analizleri ile sadece matris fazında gözlemlenebilmiş çökelti oluşumu nedeniyle bu bölgelerde yanlış indeksleme ve çözümlenemeyen kısımlar açıklanabilmişti. TEM analizleri göstermektedir ki çökelti fazları ve kimyasal kompozisyon değişimleri numunenin genelinde rastlanılan bir durumdur. Bu sonuca göre, bu oluşumların desen eldesi ve indekslenmesinde olumsuz etkiler yaratması ve EBSD faz haritalarına etki etmesi olasıdır.

5.2. Si₃N₄-Al Kompozit Malzeme Sistemi

5.2.1. Si₃N₄-Al kompozit malzemenin XRD analizleri

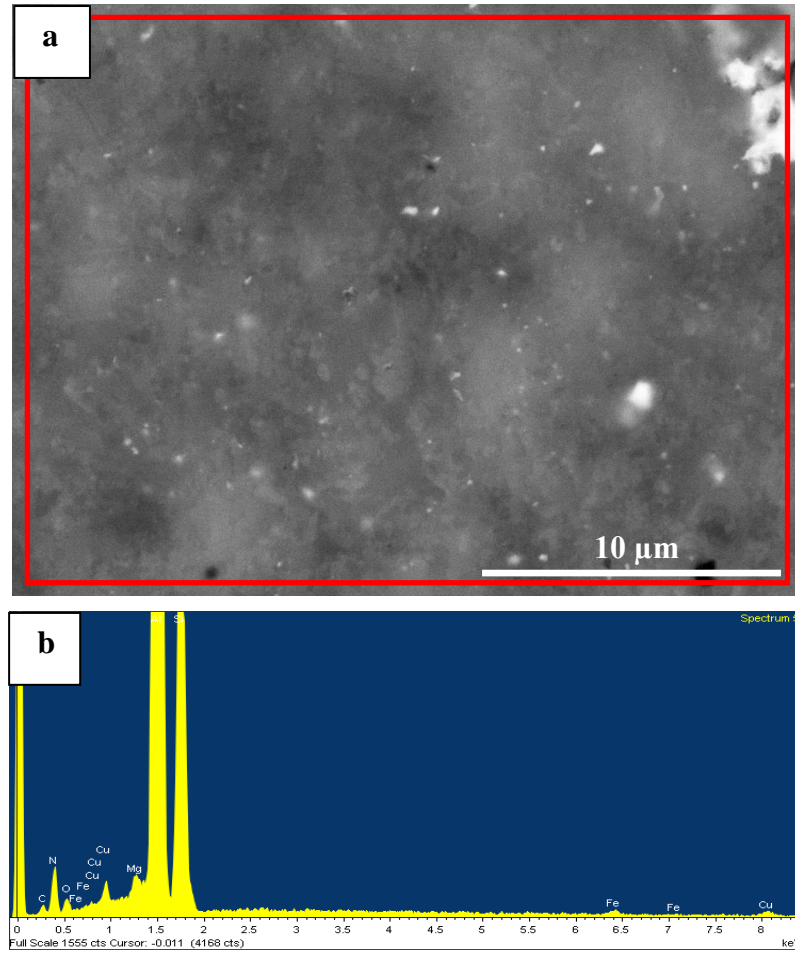
1200°C’de 1 saat emdirme yapılmış numunenin XRD analiz sonuçlarına göre yapıda AlN, Al, Si ve CuAl₂ fazları yer almaktadır (Şekil 5.16). Başlangıç tozu olarak kullanılan Si₃N₄’ün emdirme sırasında Al ile tepkimeye girerek tamamen tüketildiği görülmüştür. XRD analiz sonuçlarında tespit edilen Si da bu reaksiyonun ürünü olarak karşımıza çıkar. CuAl₂ fazı, kullanılan Al-7075 alaşımından gelen Cu ile emdirme sırasında yapıya giren Al’un reaksiyonu sonucu oluşan bir tepkime ürünü olup yapıda çok az miktarda bulunmaktadır.



Şekil 5.16. Si₃N₄-Al yığın numunesinin kesitinin orta bölgesinden alınan, (a) XRD spektrumu, (b) nicel XRD sonuçları

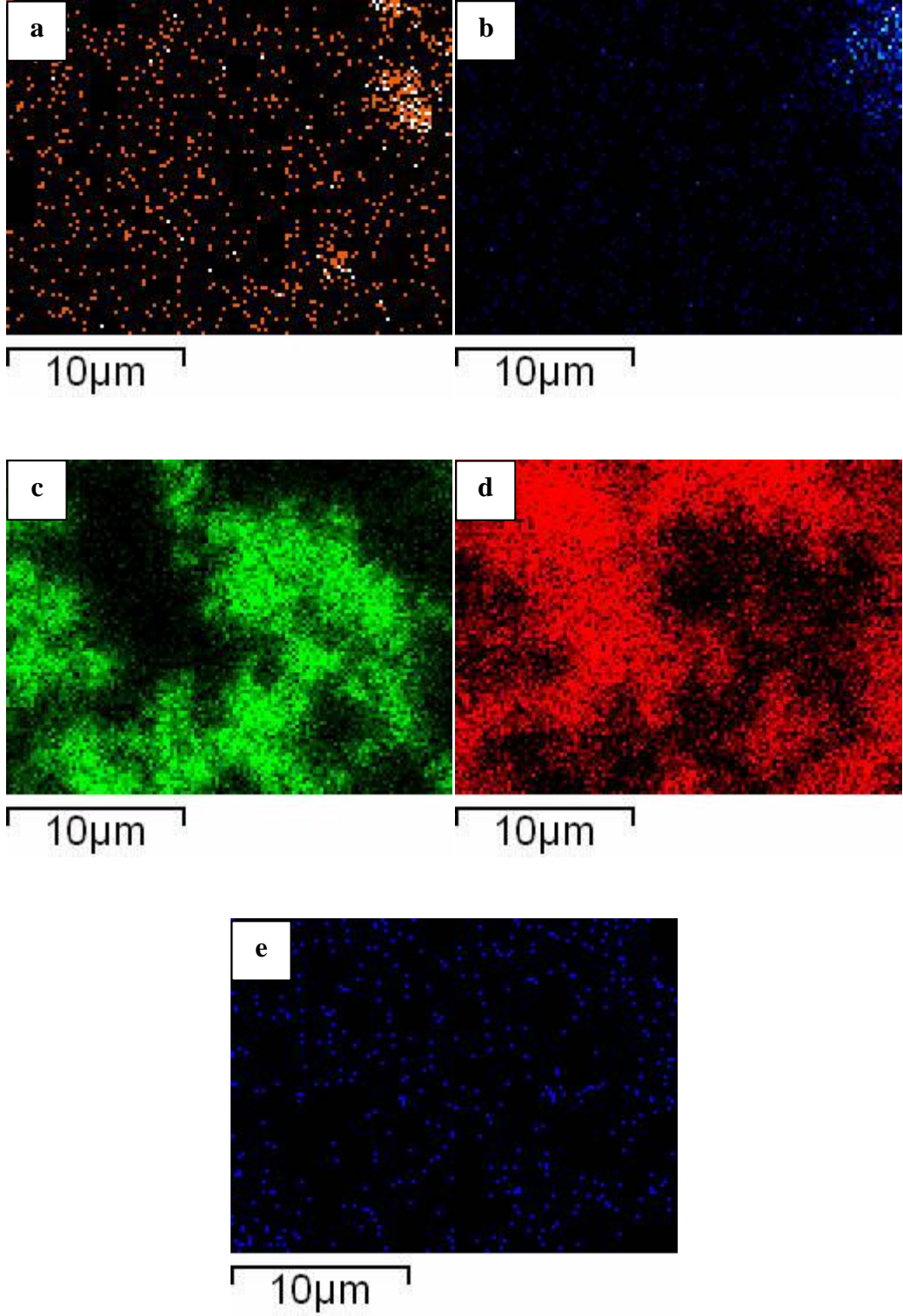
5.2.2. Si₃N₄-Al kompozit malzemenin genel karakterizasyonu

Şekil 5.17’de Si₃N₄-Al kompozitine ait SEM-BSE görüntüsü ve EDX alan analiz sonuçları verilmektedir. Görüldüğü üzere karma yapıda tane boyutu çok incedir (nm boyutlarında). Tane boyutunun çok ince olması ve numunedeki kimyasal kompozisyon geçişlerinin net olmaması nedeniyle bu numunede ayrıntılı EDX analizleri uygulanmamıştır. EDX alan analizlerinin yapıldığı bölgeden alınan harita analiz sonuçlarında, Cu ve Fe alaşım elementlerince zengin bölgeler ile Al ve Si elementlerinin yapıdaki dağılımı görülmektedir (Şekil 5.18).



Atomca %							
Al	N	Si	C	O	Cu	Mg	Fe
38,54	32,16	16,17	8,64	3,7	0,35	0,26	0,18

Şekil 5.17. Si₃N₄-Al kompozitinin, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) EDX alan analiz sonuçları

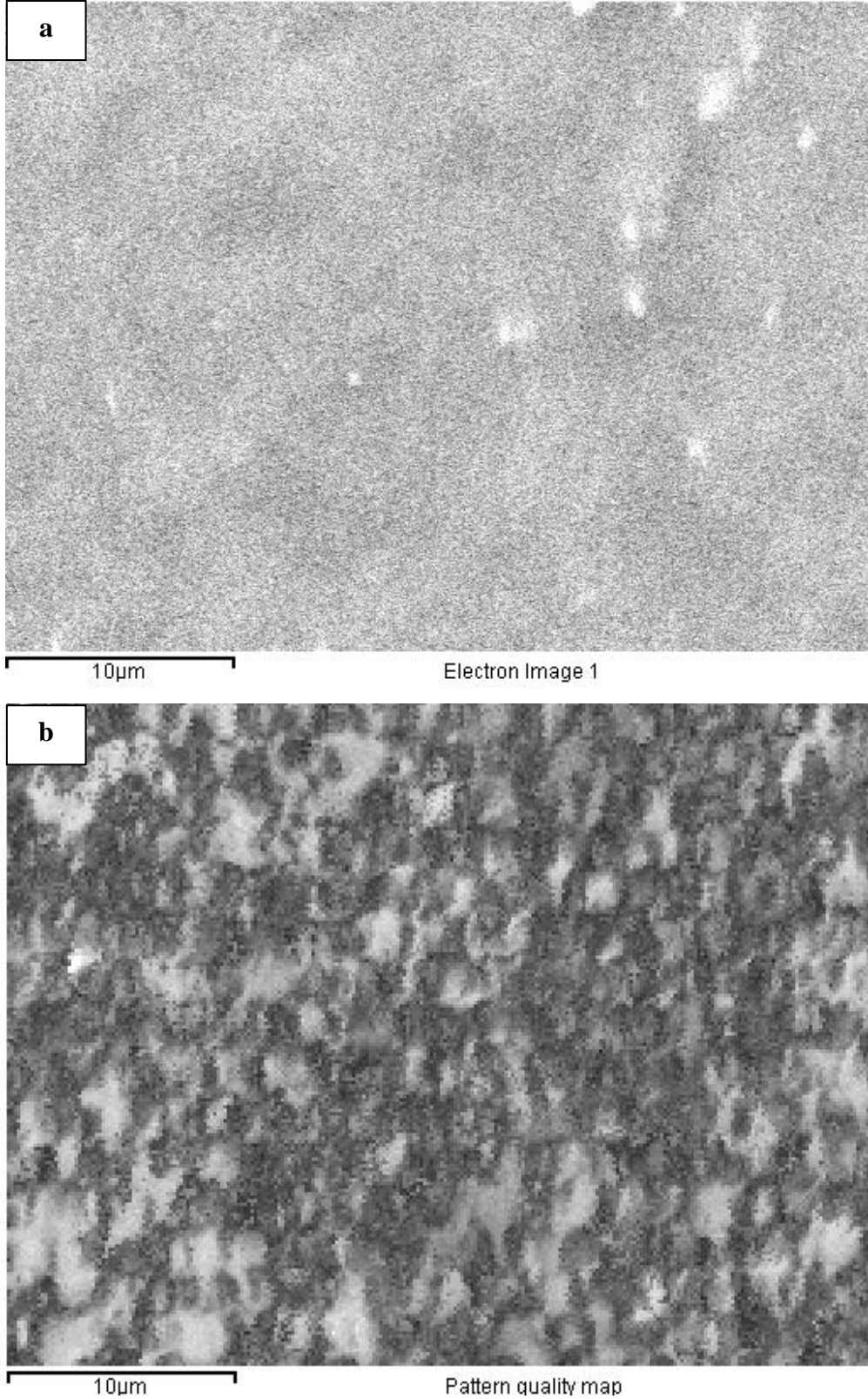


Şekil 5.18. $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}$ kompozitinin, (a) Cu, (b) Fe, (c) Si, (d) Al, (e) N elementlerine ait EDX haritalama sonuçları

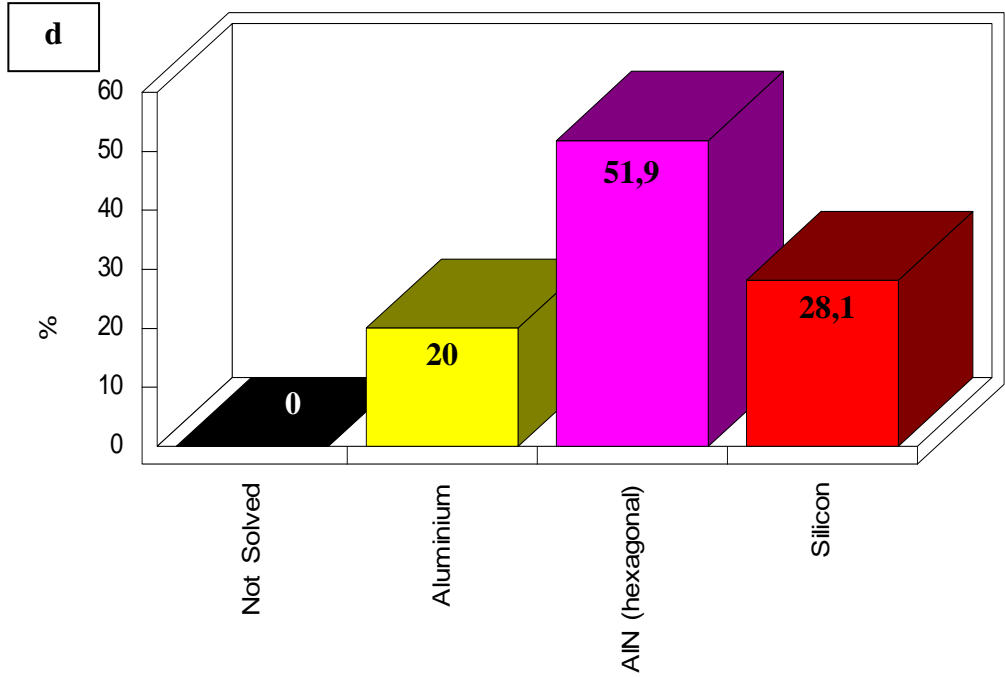
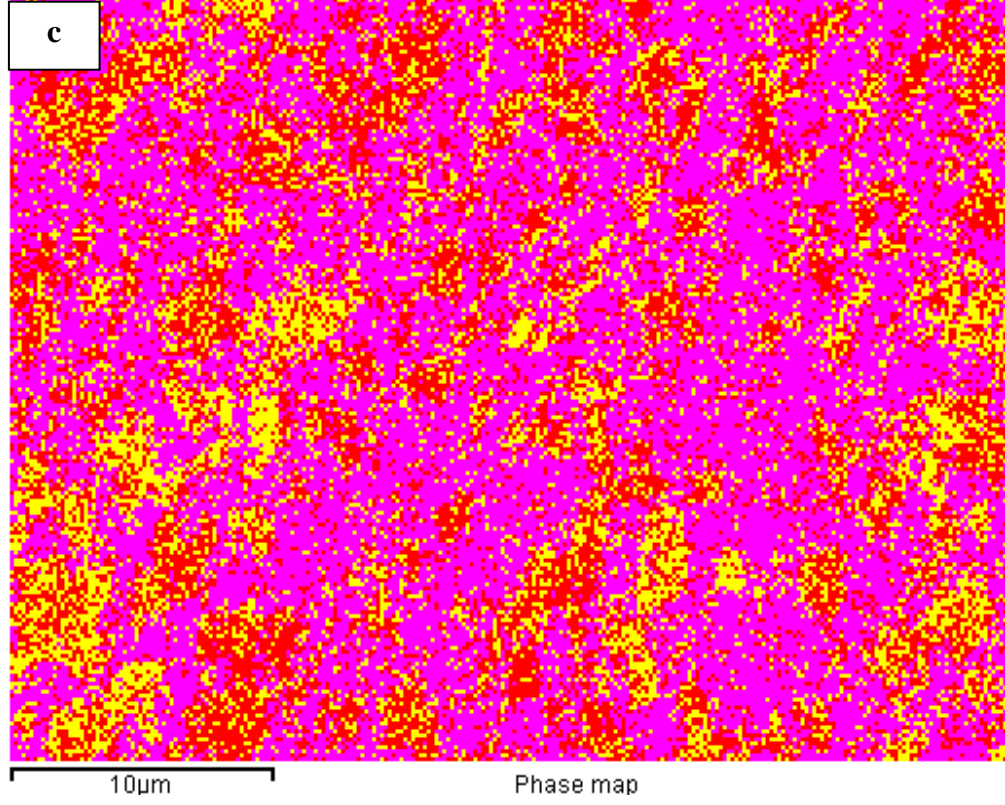
5.2.3. Si₃N₄-Al kompozit malzemenin EBSD analizleri

Şekil 5.19’da Si₃N₄-Al kompozitinin EBSD analiz sonuçları verilmektedir. Numune mikroyapısı son derece incedir, Al ve Si elementlerinin atom numaralarının peş peşe (sırasıyla 13 ve 14) oluşu nedeniyle SEM-BSE görüntülerinde elde edilecek kontrast farkı çok azdır. Numunenin bu özelliklerine ek olarak, EBSD analizi yapılacak numunenin 70° eğimli konumlandırılmış olması, çalışma aralığının çok yüksek oluşu ve 120 µm açıklık aralığında görüntülemenin yapılmış olması nedeniyle SEM-BSE görüntüsünden net veriler almak ve yorumda bulunmak zordur. Aynı şekilde, numuneden elde edilen desen kalite haritasında da hangi fazın/fazların bulunduğu bölgelerden yüksek desen kalitesi elde edildiği anlaşılamamaktadır. EBSD faz haritası ile eşleştirme yapıldığında AlN olarak tespit edilen bölgelerde düşük desen kalitesi, diğer fazların bulunduğu kısımlarda ise daha yüksek desen kalitesi elde edildiği görülse de elde edilen fazların varlığını gösteren net verilerin farklı tekniklerle birbirini doğrular şekilde elde edilemeyişi nedeniyle yorum yapmaktan kaçınılmaktadır. Si ve Al’un birbirleri içerisinde çözünürlüklerinin yüksek oluşu (Şekil 5.20) nedeniyle Si-Al katı çözeltilisinin çok farklı değerlerdeki kompozisyonları için teker teker faz tanımlayıp EBSD yazılımına eklemenin pratikte imkânsız olması, EBSD yazılımında tolerans değerlerinin oldukça yüksek tutulmasını zorunlu kılmıştır. Tolerans değerleri düşük tutulduğunda çözümlenemeyen alan miktarı çok fazladır. Fakat girilen tolerans değerleri genel karakterizasyon sonuçları ile çelişmeyecek şekilde, mantıklı sonuçlar alınmasını engellemeyecek ve spekülatif sonuçlara neden olmayacak aralıklarda tutulmuştur. Sonuç olarak, Si ve Al fazları arasında EDX-EBSD eş zamanlı analizi olmadan doğru faz tespitinin yapılamayışı [56], tane boyutu bu denli ince numunelerdeki kimyasal kompozisyonun belirlenmesinde yalnızca TEM tekniklerinin geçerli olması [49] ve yukarıda açıklanan diğer nedenlerden ötürü Si₃N₄-Al kompoziti için EBSD tekniğiyle faz analizinin uygun olmadığı belirlenmiştir.

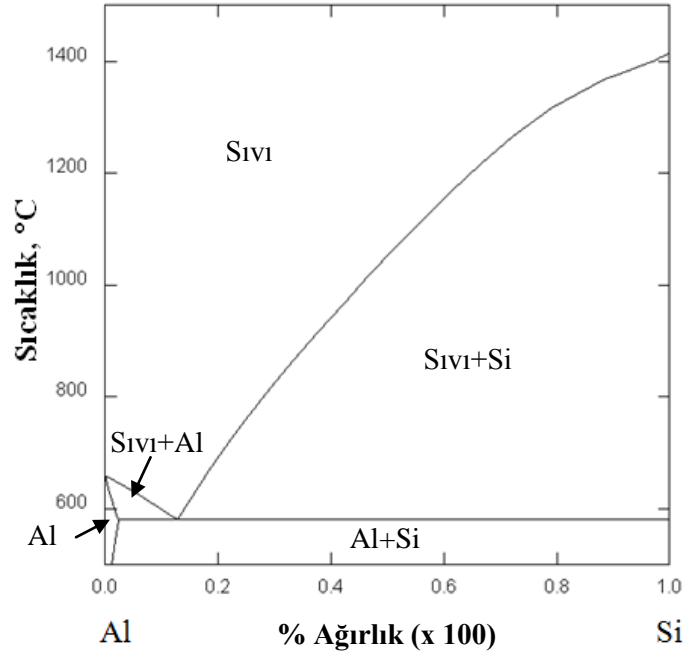
Mikroyapının daha anlaşılır hale gelmesi ve numunedeki farklı kimyasal kompozisyona sahip bölgelerin analizlerinin gerçekleştirilebilmesi amacıyla TEM tekniklerine başvurulmuştur.



Şekil 5.19. Si₃N₄-Al kompozitinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) desen kalite haritası, (c) faz haritası, (d) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 25kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 5)



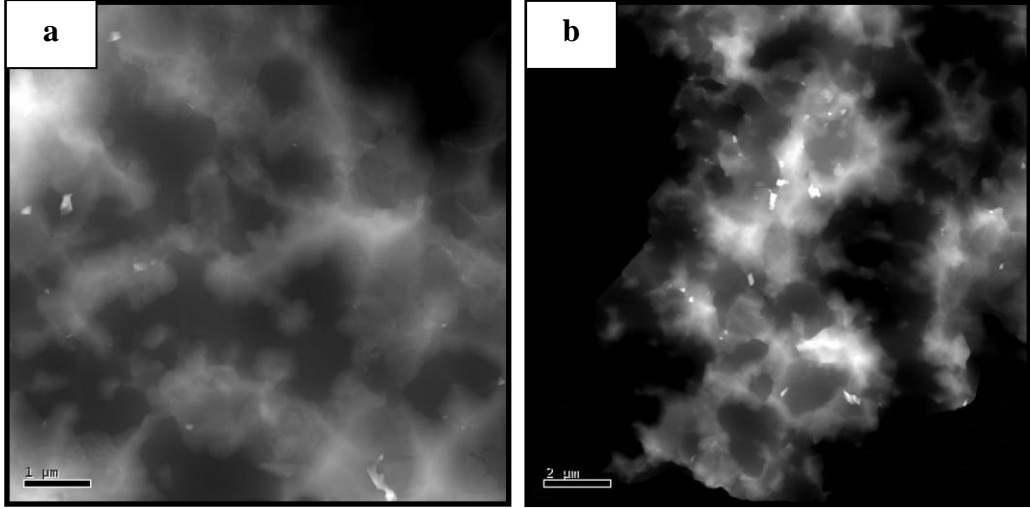
Şekil 5.19. $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}$ kompozitinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) desen kalite haritası, (c) faz haritası, (d) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 25kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 5) (devam)



Şekil 5.20. Al-Si faz diyagramı

5.2.4. Si₃N₄-Al kompozit malzemenin TEM analizleri

Si₃N₄-Al sisteminde üretilen karma yapılardan elde edilen EBSD analiz sonuçlarının güvenilir olup olmadığının belirlenebilmesi amacıyla TEM tekniklerine başvurulmuştur. Şekil 5.21 (a) ve (b)'de incelenen karma yapıdan elde edilen STEM-HAADF görüntüleri sunulmaktadır. Şekil 5.21'de görüldüğü üzere bu bölgede numunede oldukça fazla miktarda metal faz bulunmaktadır. Mevcut seramik tanelerin ise tane boyutu oldukça incedir. Böylesine ince yapılı ve farklı kimyasal kompozisyonlara sahip bölgelerin EBSD analizleri ile tespitinin olanaksız olduğu ve böyle durumlar için TEM tekniklerinin tek güvenilir yöntem olduğu belirtilmiştir [49]. Numunede bulunan fazların mikroyapıdaki dağılımları EBSD analizleri ile genel olarak ortaya konulabilmiş ve elde edilen nicel sonuçlar XRD analiz sonuçları ile de desteklenebilecek nitelikte olsa da, sonuçların geçerliliği TEM analizleri ile ortaya konulamamıştır. Böyle bir numunede genel bir bilgi elde etmek amacıyla yapılan faz analizinde uygun tekniğin XRD olduğu, nanometre boyutundaki fazların ise tespit edilip ayrı ayrı kimyasal kompozisyonlarının belirlenebilmesi için geçerli tekniklerin TEM teknikleri olduğu sonucuna ulaşılmıştır.



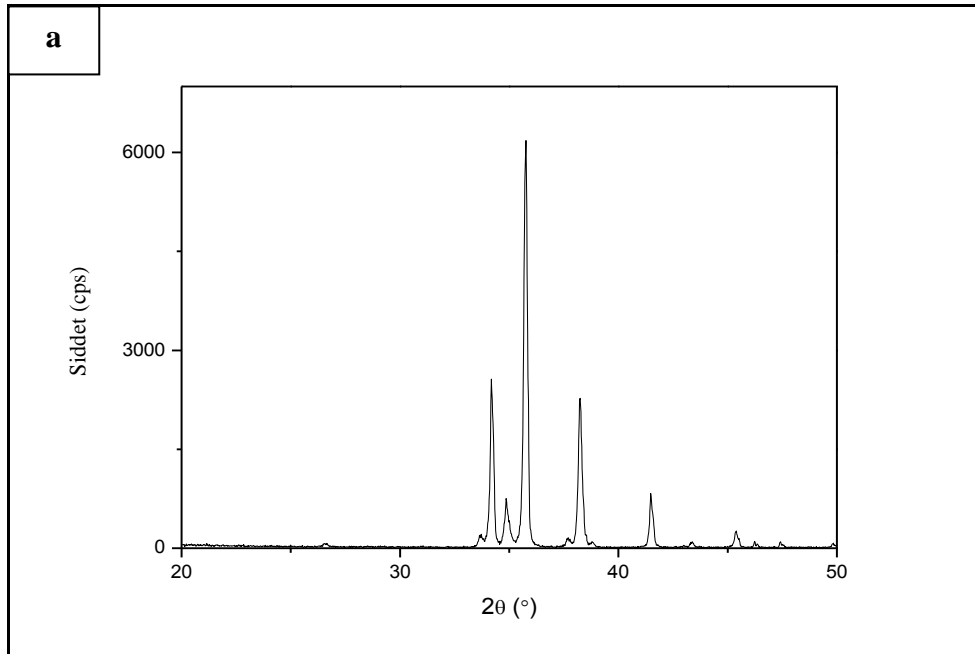
Şekil 5.21. Si₃N₄-Al kompozitinin farklı bölgelerden çekilen STEM-HAADF görüntüleri (a) 200 kX, (b) 400 kX [60]

5.3. SiC-B₄C-Al Sistemleri

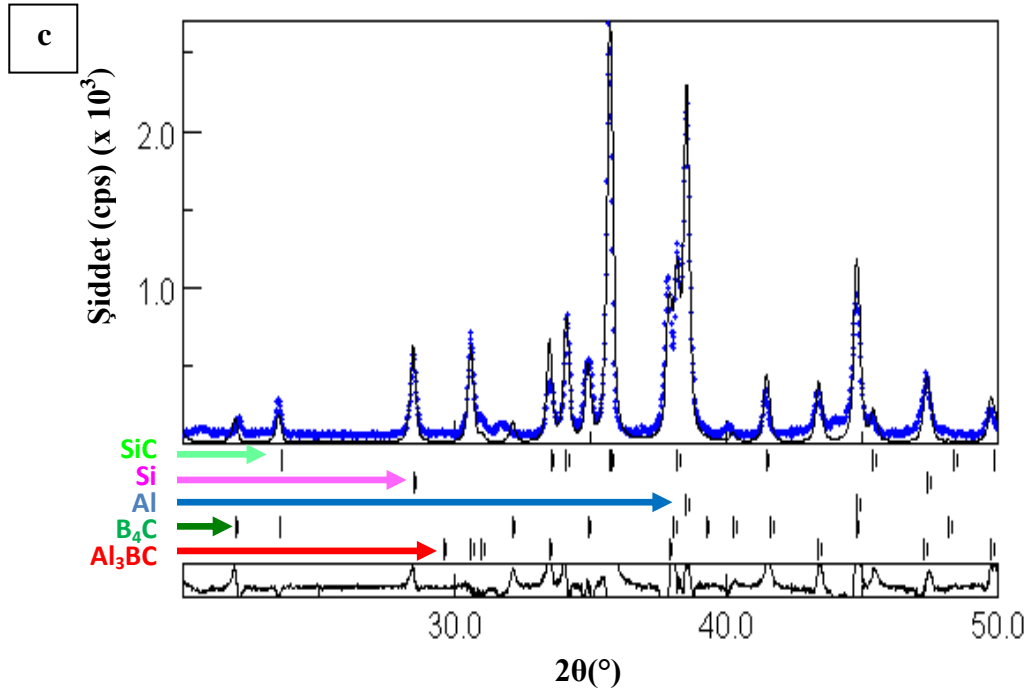
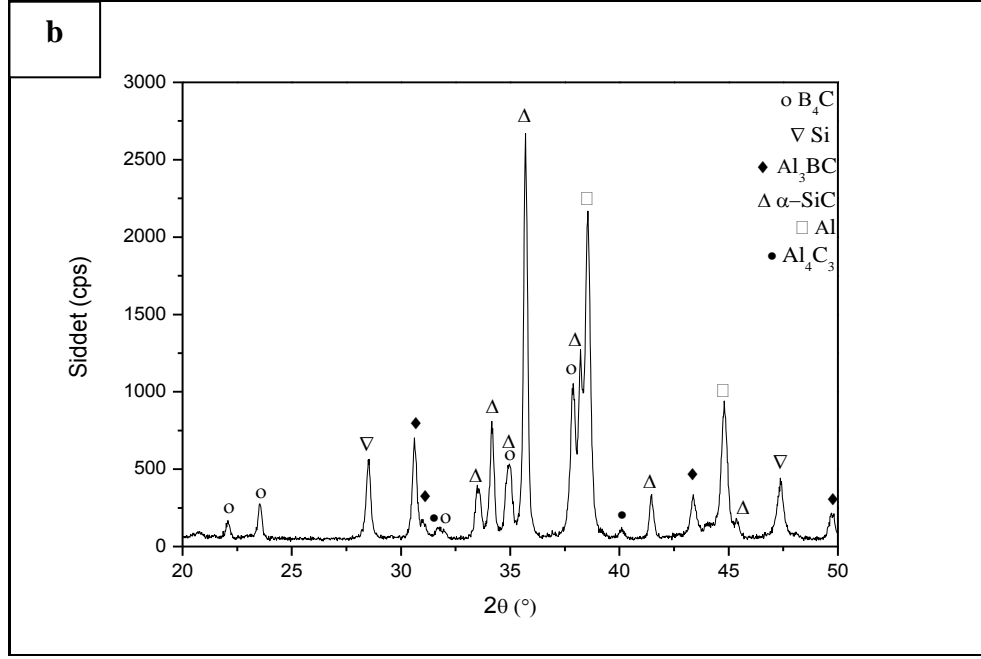
5.3.1. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozit malzeme

5.3.1.1. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozit malzemenin XRD analizleri

Kompozit malzeme üretiminde kullanılan SiC tozu yüksek miktarda Moissanite-6H fazından oluşup, XRD spektrumu Şekil 5.22(a)'da verilmektedir. Kompozit malzemede XRD analiz sonuçlarına göre, SiC, Al, Si, Al₃BC, B₄C ve Al₄C₃ fazları yer almaktadır (Şekil 5.22(b)). Nicel XRD sonuçlarına göre tepkime ürünü olan Al₄C₃ fazının oluşumu çok azdır. Emdirme işlemi öncesi hazırlanan peletlerde kullanılan B₄C ve SiC tozlarının ağırlıkça oranları % 50-50'dir. Bu durum dikkate alındığında emdirme sırasında yapıda bulunan SiC'ün daha fazla tüketilip tepkime ürünü oluşumuna katıldığı söylenebilir. Emdirme işleminde Si metalinin kullanılmaması yani sisteme metalik olarak sadece Al girişi olduğunun bilinmesi, nicel sonuçlarda ortaya çıkan Si metalinin tamamen SiC'ün kimyasal ayrışımı sonucu ortaya çıktığının bir göstergesidir.



Şekil 5.22. (a) Başlangıç tozu olarak kullanılan SiC'ün, (b) 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin XRD spektrumu ve (c) 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin nicel XRD sonuçları (toz numune)



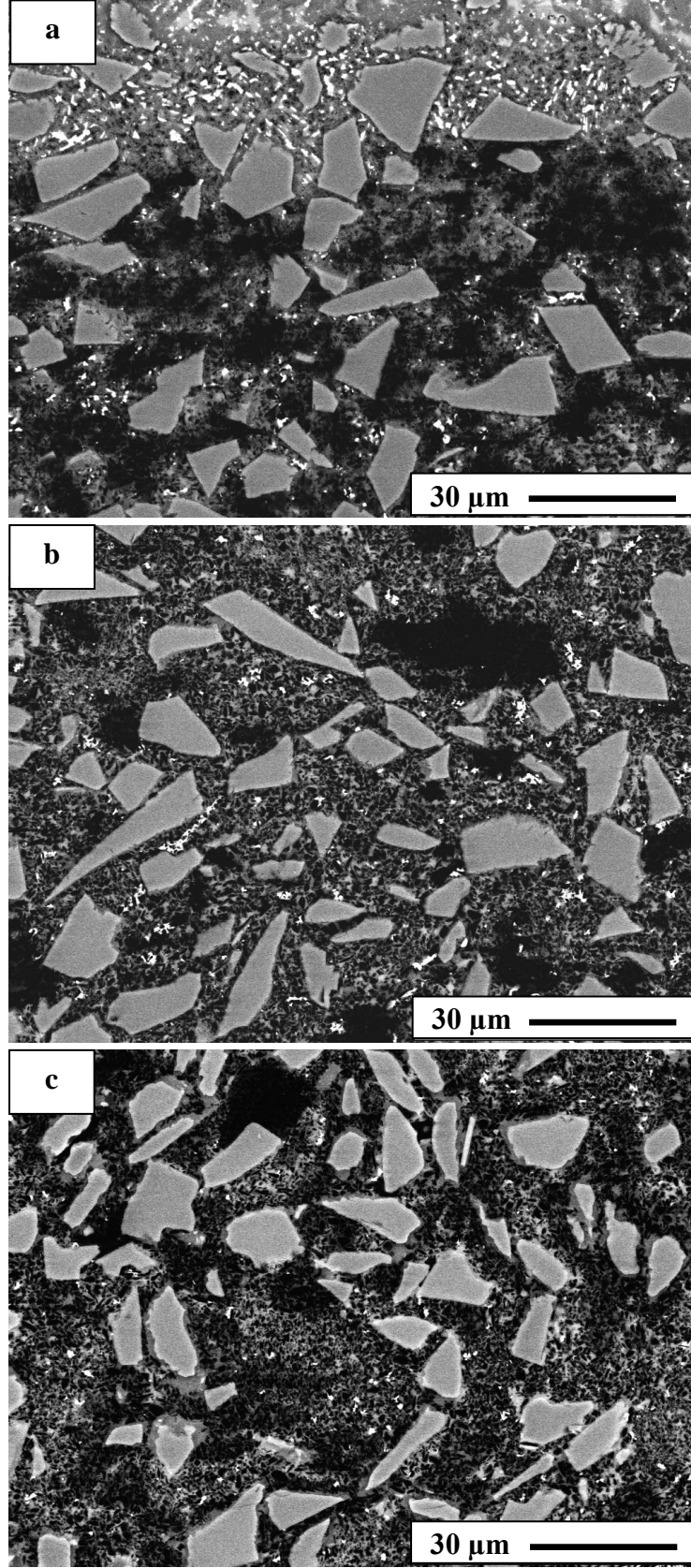
% Ağırlık					
B ₄ C	Al	SiC	Al ₃ BC	Si	Al ₄ C ₃
44,94 +- 2,04	18,20 +- 0,76	14,69+- 0,51	11,38 +- 0,44	10,77+- 0,45	< 1

Şekil 5.22. (a) Başlangıç tozu olarak kullanılan SiC'ün, (b) 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin XRD spektrumu ve (c) 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin nicel XRD sonuçları (toz numune) (devam)

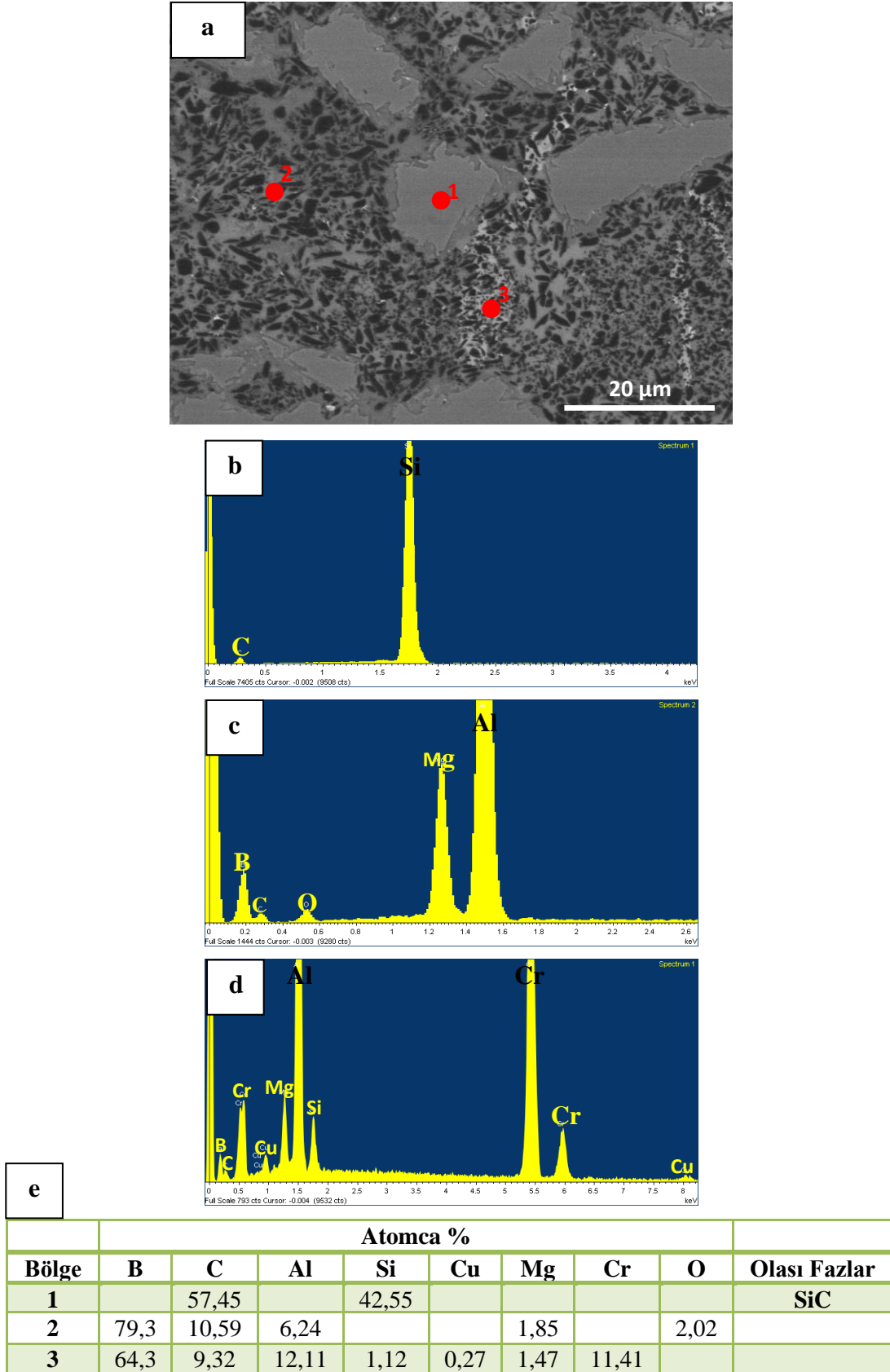
5.3.1.2. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozit malzemenin genel karakterizasyonu

SEM-BSE görüntüleri incelendiğinde, kaba tanelerin yapının geneline homojen bir şekilde yayıldığı görülmektedir. Bununla birlikte ince tanelerin yapının üst ve alt kısımlarında küçük öbekler oluşturduğu, orta kısımda ise bu öbeklerin daha büyük yapıda oldukları görülmektedir. Kimyasal analiz aşamasına geçilmeden, SEM-BSE görüntülerindeki kontrast farkından ve üretimde kullanılan SiC tozunun kaba, B₄C tozunun ince tane boyutuna (sırasıyla, 23 ve 1,5 µm (d₅₀)) sahip olduğu bilindiğinden kaba ve ince taneler, sırasıyla, SiC ve B₄C taneleridir denebilir (Şekil 5.23). En üst kısımdan alınan BSE görüntüsü, yapının bu bölgesinde Al alaşım elementlerinin neredeyse bir tabaka halinde birikmiş olduğunu göstermektedir (Kullanılan alaşım Al 7075 olup Çizelge 4.1’de içerdiği alaşım elementleri verilmektedir). Buralarda reaksiyon fazlarının da oluştuğu açıkça görülmekle birlikte orta ve alt bölgelerde nerelerde oluştukları yapının inceliğinden ötürü görülememektedir (Şekil 5.23).

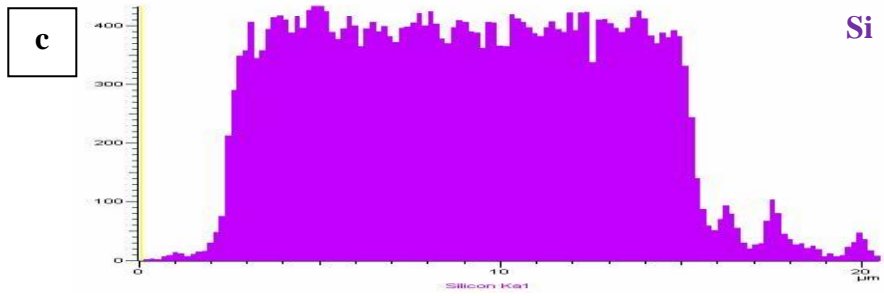
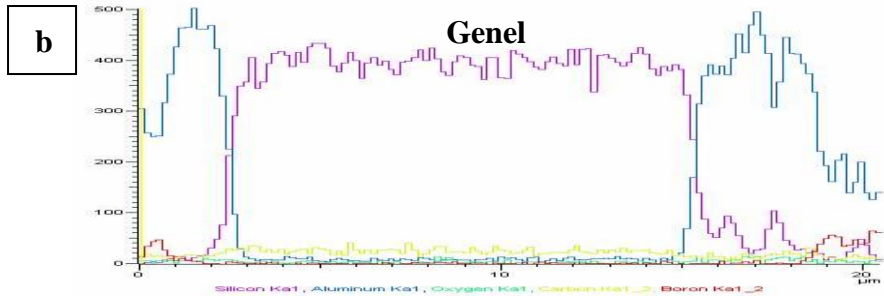
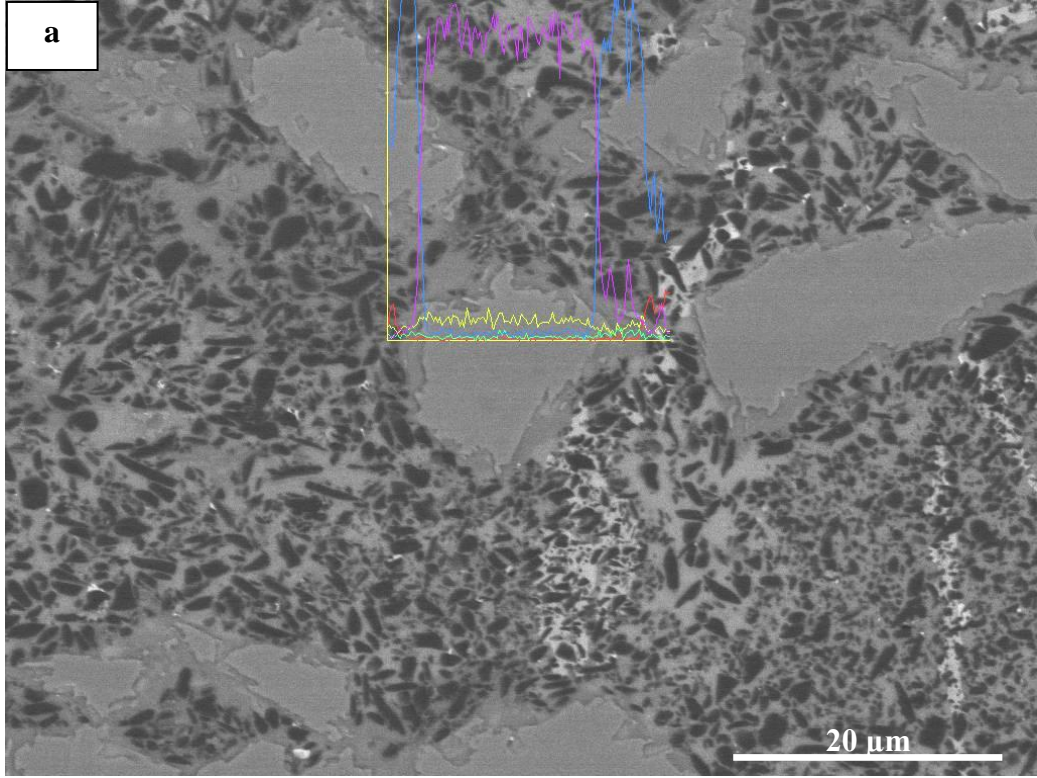
EDX nokta analiz sonuçlarına göre (Şekil 5.24), yapıda yer alan büyük tanelerin SiC, ince yapıli tanelerin B₄C oldukları kimyasal analiz ile desteklenmektedir. Bu tanelerin arasında, alaşım elementlerinin öbekleşmiş çökeltiiler halinde yer aldığı ve yer yer kontrast değişimlerinden B₄C taneleri ile iç içe geçmiş tepkime ürünlerinin oluştuğu görülmektedir. Ayrıca, SiC tanelerinin ince bir faz tabakası ile sarıldığı ve B₄C tanelerinin bu tabakadan sonra geldiği görülmektedir (Şekil 5.24). Bu tip bölgelerden yapılan EDX çizgi analizleri, SiC tabakasını saran yapının Al olduğunu göstermektedir (Şekil 5.25). EDX haritaları da özellikle SiC tanelerinin yerlerini Si haritası yardımıyla göstermiştir. C haritası, bu elementin yapının tamamında bol miktarda var olması ve ayrıca hafif bir element oluşu nedeniyle, anlamlı değildir (Şekil 5.26).



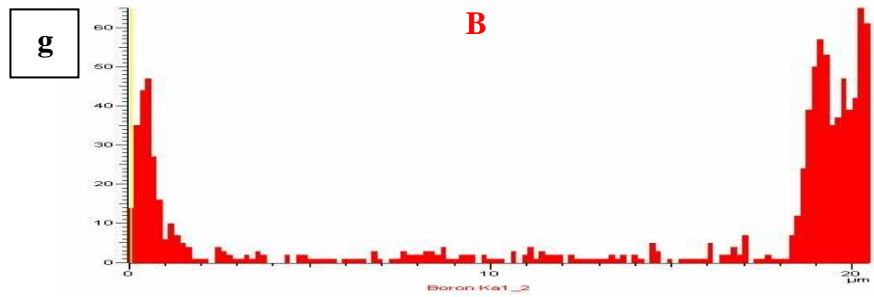
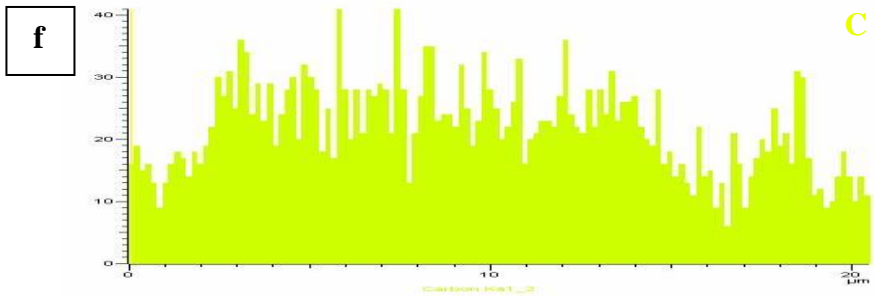
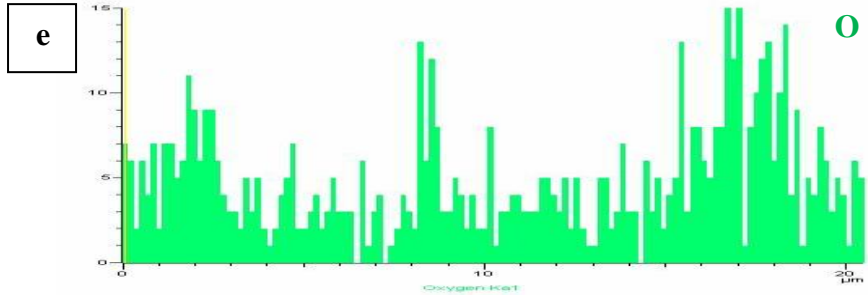
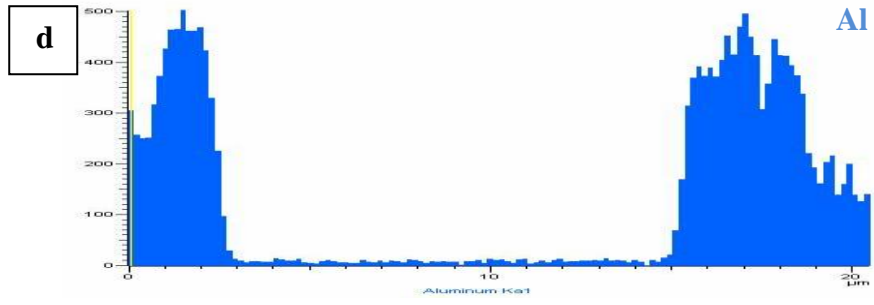
Şekil 5.23. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin kesitinden hazırlanan numunenin, (a) üst, (b) orta ve (c) alt bölgelerine ait SEM-BSE görüntüleri



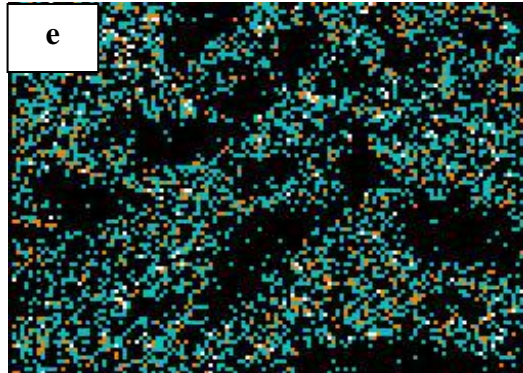
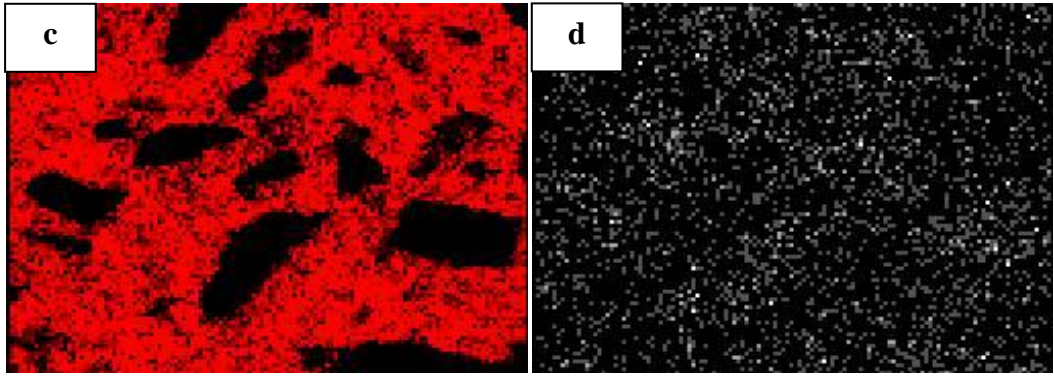
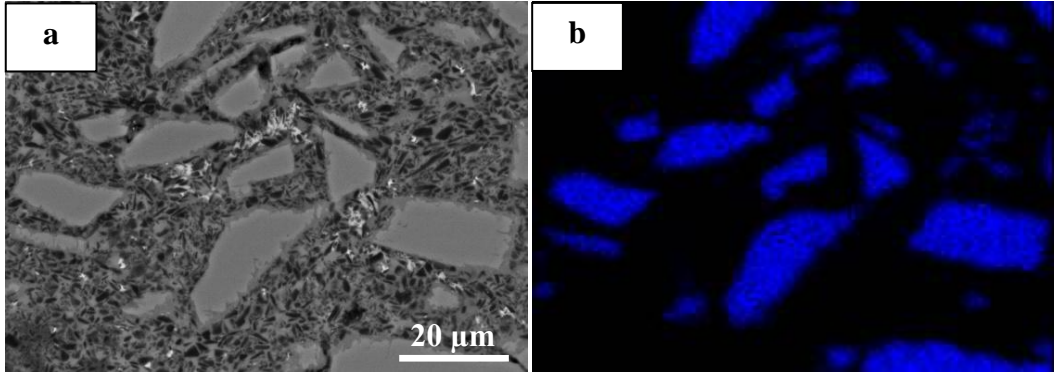
Şekil 5.24. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) 1, (c) 2, (d) 3 numaralı bölgelerinden alınan EDX nokta analizleri, (e) nicel sonuçlar



Şekil 5.25. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozit sisteminde EDX çizgi analizi yapılan bölgeye ait, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) genel sonuçlar, (c) Si, (d) Al, (e) O, (f) C, (g) B elementlerinin çizgi analizi boyunca değişim grafikleri



Şekil 5.25. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozit sisteminde EDX çizgi analizi yapılan bölgeye ait, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) genel sonuçlar, (c) Si, (d) Al, (e) O, (f) C, (g) B elementlerinin çizgi analizi boyunca değişim grafikleri (devam)



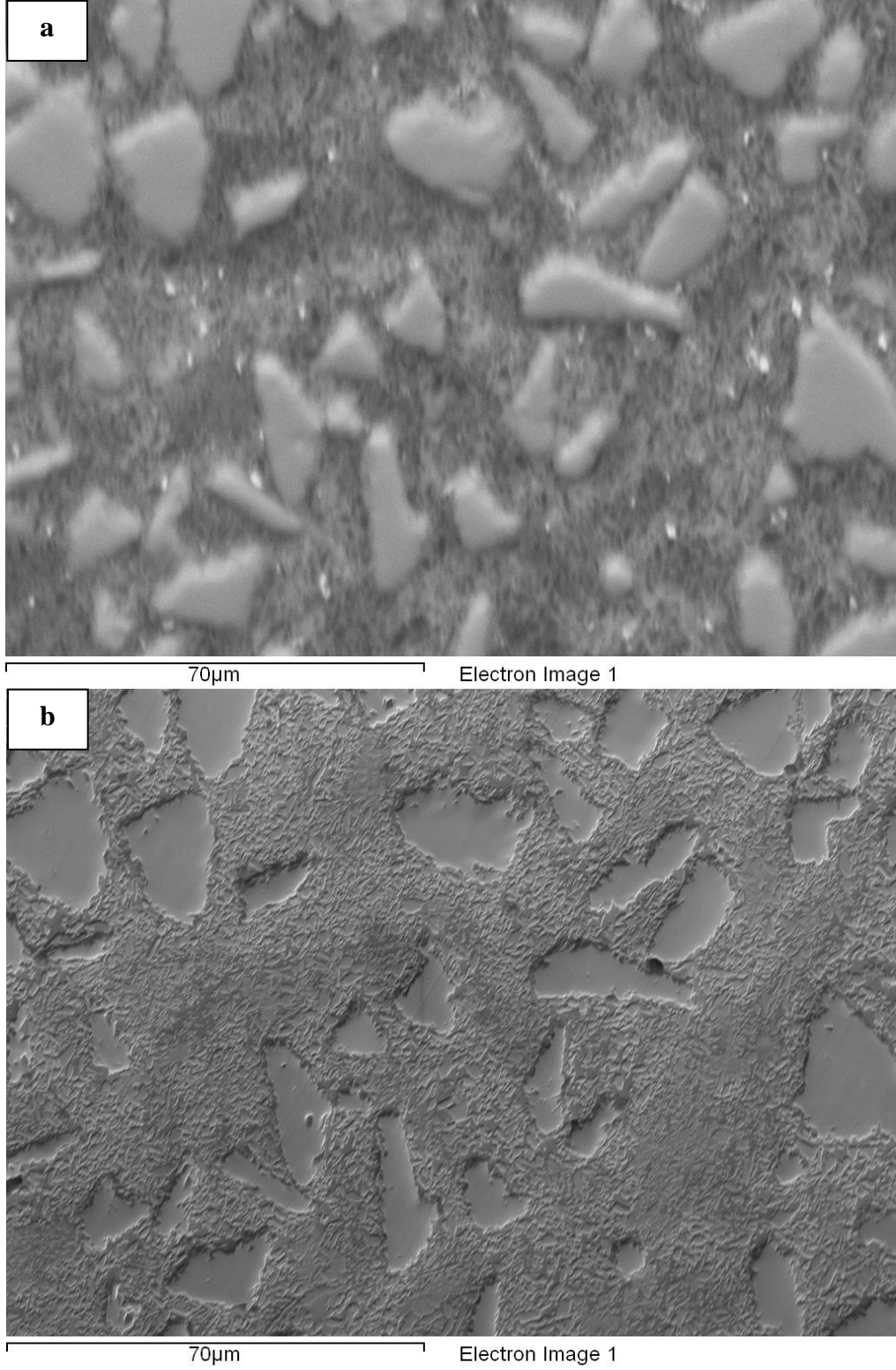
Şekil 5.26. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin, (a) BSE görüntüsü, (b) Si, (c) Al, (d) C ve (e) B elementlerine ait EDX haritalama sonuçları

5.3.1.3. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozit malzemenin EBSD analizleri

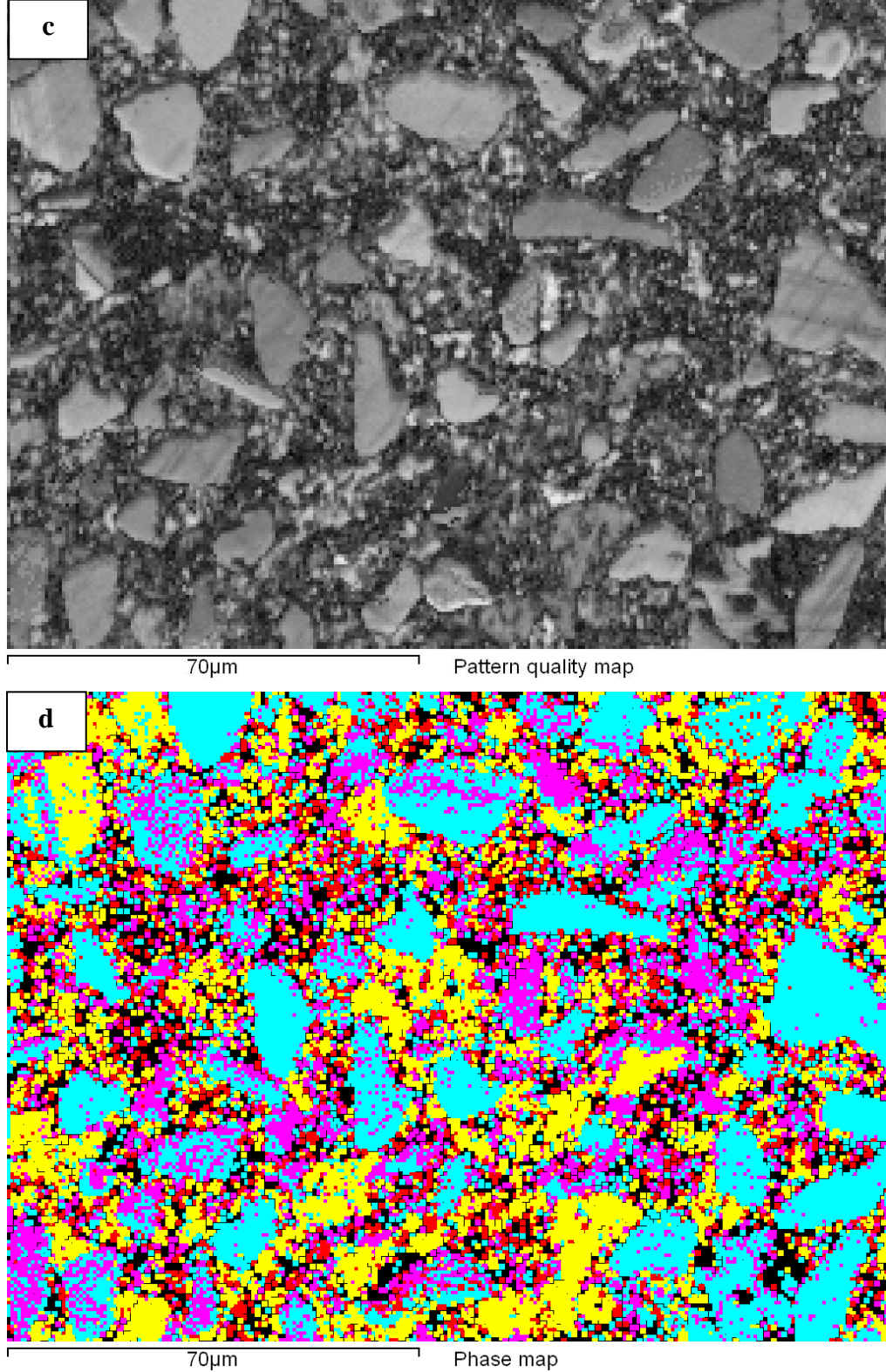
50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin EBSD analizi yapılan bölgesinin SEM-BSE görüntüsü Şekil 5.27(a)'da verilmektedir. SEM-SE görüntüsü (Şekil 5.27(b)), uygulanan otomatik parlatma prosedürü sonucu elde edilen numune yüzeyi hakkında bilgi verir. Buna göre parlatma prosedürünün uygun olduğu söylenebilir.

B₄C-Al sisteminde kesit boyunca mikroyapıdaki kompozisyon değişiminin bu sistemde daha az görülmesinden ötürü EBSD analizleri yalnızca kesitin orta bölgesinden yapılmıştır. Nicel XRD analizlerinde miktarca % 1'in altında olduğu tespit edilen Al₄C₃ fazı EBSD analizlerinde yer almamaktadır. EBSD faz haritası incelendiğinde (Şekil 5.27(d)), yapının genelindeki fazların tespit edilebildiği görülmektedir. Bu durum büyük oranda yüzey kalitesine (en azından farklı fazlar arası yükseklik farkının çok olmayışına) bağlıdır. B₄C-Al sisteminde özellikle matristeki fazların görsel olarak ayrıntılı bir şekilde tespit edilemeyişinin sebeplerinden en önemlisi bu bölgelerde yüzeyin iyi bir şekilde parlatılamayışı olmuştur. B₄C tanelerinin yüksek aşınma direnci nedeniyle az aşınıp yüzeylerinin yüksekte kalması sorunu yüzey kalitesini önemli ölçüde düşürmüştür. 50kSiC-50iB₄C-Al sisteminde ise bu sorun B₄C-Al sistemindeki kadar açığa çıkmamıştır. Buna rağmen ~%36 (alansal) çözümlenemeyen faz miktarı ortaya çıkmıştır (Şekil 5.27(e)). Desen kalite haritasında (Şekil 5.27(c)) matris bölgelerinde düşük desen kalitesi ve faz haritasında özellikle bu bölgelerin çözümlenemeyişini birlikte değerlendirildiğinde sonucun bu bölgelerden elde edilen desen kalite değerlerinin düşük olmasından ortaya çıktığı açıktır.

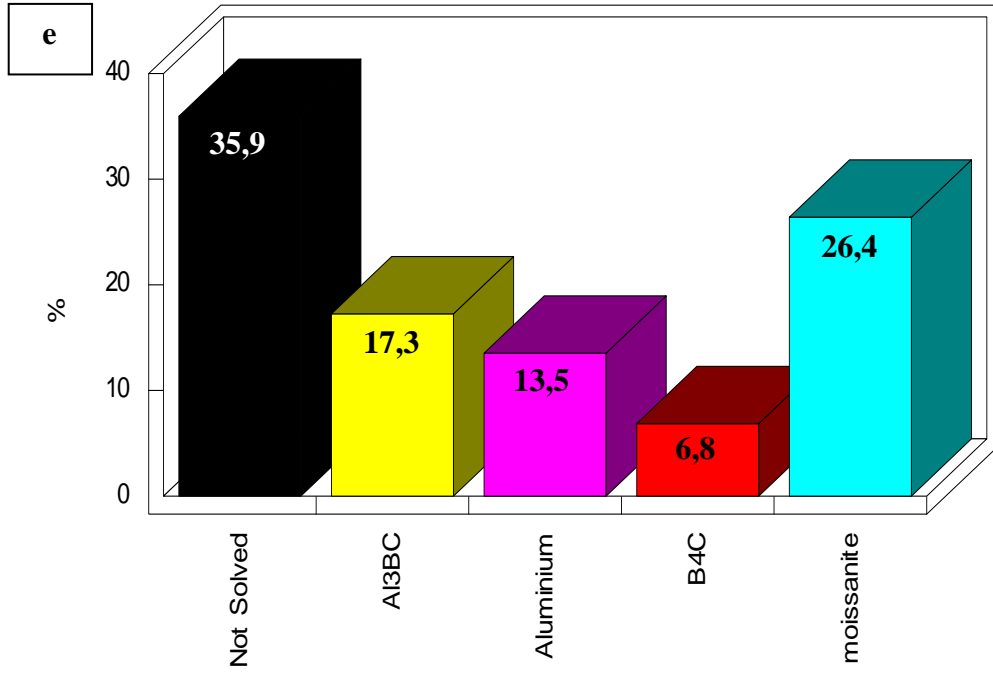
Şekil 5.27(e)'de verilen miktarsal sıralama ile nicel XRD sonuçlarının uyumlu olmadığı görülmektedir. Yukarıda da açıklandığı gibi, çözümlenemeyen fazlar matriste bulunan fazlardır ki B₄C fazı tam olarak tespit edilemeyen asıl fazdır. Çözümlenemeyen kısmın büyük bölümünün matris (Al ve Si) ve B₄C'e ait olduğu hesaba katılıp bu miktar tespit edilen B₄C ve Al miktarına eklenirse sıralamanın tıpkı XRD sonuçlarındaki gibi olacağı öngörülmektedir. Ayrıca, XRD sonuçlarında faz miktarlarının % ağırlık olarak verildiği de unutulmamalıdır.



Şekil 5.27. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 25kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5)



Şekil 5.27. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 25kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)



Şekil 5.27. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 25kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)

5.3.1.4. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozit malzemenin TEM analizleri

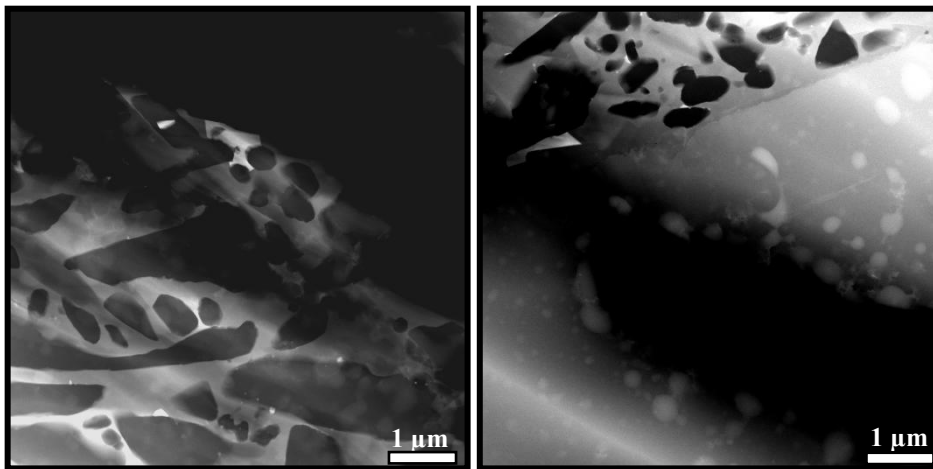
EBSD faz analizleri sonucunda sistemde bulunan fazların tam olarak çözümlenemediği görülmüştür. Bunun nedenleri mevcut veriler ışığında ilgili kısımlarda açıklanmıştır. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitine ait SEM-BSE görüntüleri ve SEM-EDX sonuçları numune mikroyapısının çok karmaşık olduğu sonucunu vermektedir.

B₄C-Al sisteminde yapılan TEM analizleri yapının geneline yayılmış en az bir boyutu 1 µm'den küçük ve çok çeşitli kimyasal kompozisyona sahip fazların bir arada bulunduğunu kanıtlamıştı. Bu durumun EBSD faz analizinde çözümlenemeyen miktarı arttırdığı geçerli gerekçeleri ile birlikte verilmişti. Yapısındaki fazların tamamının çok çok ince tane boyutuna sahip olduğu tespit edilen Si₃N₄-Al sistemi için ise EBSD tekniği ile faz analizinin uygun olmadığı belirtilmişti (Bakınız bölüm 5.1 ve 5.2). 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinde de benzer bir durum olup olmadığının araştırılması ve EBSD faz analizlerinde

çözümlemeyen kısımda muhtemel sorunun/sorunların daha iyi açıklanabilmesi amacıyla TEM analizleri gerçekleştirilmiştir. B₄C-Al kompozitinin daha kaba bir mikroyapıya sahip oluşu sadece TEM analizine ihtiyaç duyulan bölgelerin FIB-lift-out tekniği ile hazırlanıp incelenmesine olanak tanımıştır. 50kSiC-50iB₄C-Al kompozitinde numune hazırlama yöntemi olarak iyon dilimleme tercih edilmiştir. Bunun nedeni yapının çok daha ince ve karmaşık olmasıdır. Böyle bir numunede SEM analizleri sonucu belirlenebilen spesifik bir bölgenin olmayışı FIB-lift-out tekniği ile numune hazırlamayı anlamsız kılmıştır.

STEM HAADF görüntülerindeki farklı kompozisyona sahip bölgelerden yapı kimyasal olarak karmaşık olduğu görülebilmektedir (Şekil 5.28). Fazların büyük bölümünün mikron altı tane büyüklüklerine sahip oluşları, SEM tekniklerindeki numune-elektron demeti etkileşimi göz önünde bulundurulduğunda, çevrelerinden ayrı kimyasal analizlerini de imkânsız hale getirmektedir. Ayrıca, farklı fazların üst üste geldiği bölgelerde, yine numune-elektron demeti etkileşimine göre, her iki fazdan da kırınım deseni eldesi mümkündür. SEM teknikleri ile incelemede bu durumun olma olasılığı, çok açıktır ki TEM teknikleri ile analize göre çok daha yüksektir. Buna rağmen STEM HAADF görüntüleri incelendiğinde, kalınlık etkisinden ötürü alt tabakalardaki kimyasal değişimler görülebilmektedir.

TEM analizleri ile dahi kimyasal analizin çok uygulanabilir görünmediği bu tip bir numunede özellikle kaba tane boyutuna sahip fazlar dışında EBSD tekniği ile faz analizinin uygun bir teknik olmadığı yargısına varılmıştır.



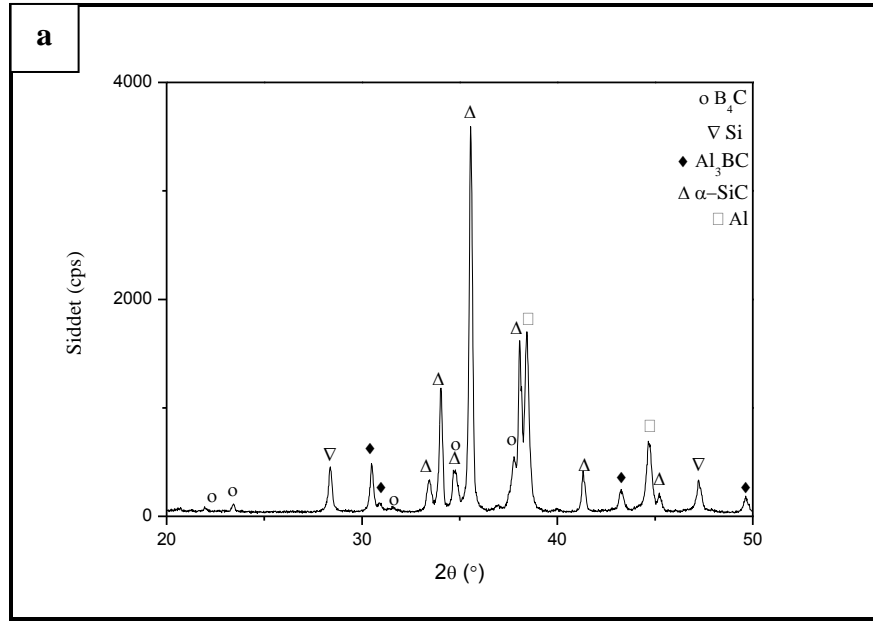
Şekil 5.28. İyon dilimleme yöntemi ile hazırlanan 50kSiC-50iB₄C-Al numunesinin genel STEM HAADF görüntüleri [60]

5.3.2. 85kSiC-15iB₄C-Al Kompozit Malzeme

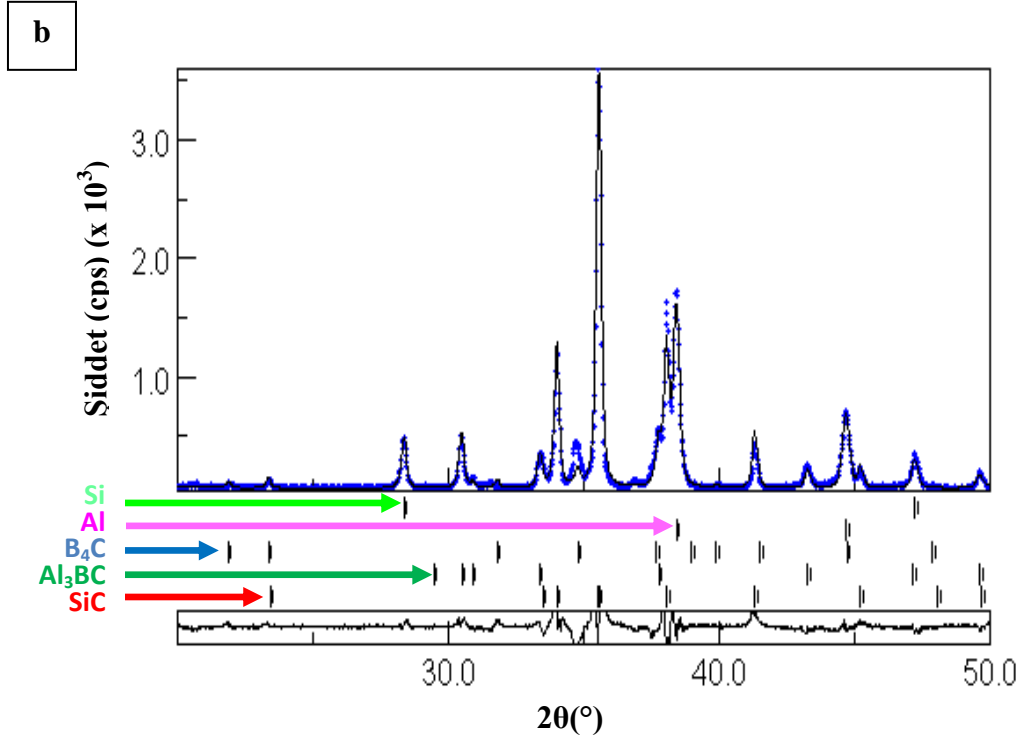
5.3.2.1. 85kSiC-15iB₄C-Al kompozit malzemenin XRD analizleri

Kompozit malzemede kullanılan SiC tozu 50kSiC-50iB₄C-Al sisteminde de kullanılan tozdur (Şekil 5.22(a)). XRD analiz sonuçlarına göre, SiC, Al, Si, Al₃BC ve B₄C fazları yapıda yer almaktadır (Şekil 5.29).

Emdirme işlemi öncesi hazırlanan peletlerde kullanılan B₄C ve SiC tozlarının ağırlıkça oranları % 85-15'dir. Bu durum nicel analiz sonuçlarında dikkate alındığında, 50kSiC-50iB₄C-Al sistemindekine benzer şekilde emdirme sırasında yapıda bulunan SiC'ün daha fazla tüketilip tepkime ürünü oluşumuna katıldığı söylenebilir. Emdirme işleminde Si metalinin kullanılmaması yani sisteme metalik olarak sadece Al girişi olduğunun bilinmesi, nicel sonuçlarda ortaya çıkan Si metalinin tamamen SiC'ün kimyasal ayrışımı sonucu ortaya çıktığının bir göstergesidir (Şekil 5.29).



Şekil 5.29. 85kSiC-15iB₄C-Al kompozitinin (a) XRD spektrumu, (b) nicel XRD sonuçları (toz numune)



% Ağırlık				
B ₄ C	Al	SiC	Al ₃ BC	Si
11,69 +- 0,85	11,70 +- 0,53	60,40 +- 2,06	10,15 +- 0,42	6,04 +- 0,26

Şekil 5.29. 85kSiC-15iB₄C-Al kompozitinin (a) XRD spektrumu, (b) nicel XRD sonuçları (toz numune) (devam)

5.3.2.2. 85kSiC-15iB₄C-Al kompozit malzemenin genel karakterizasyonu

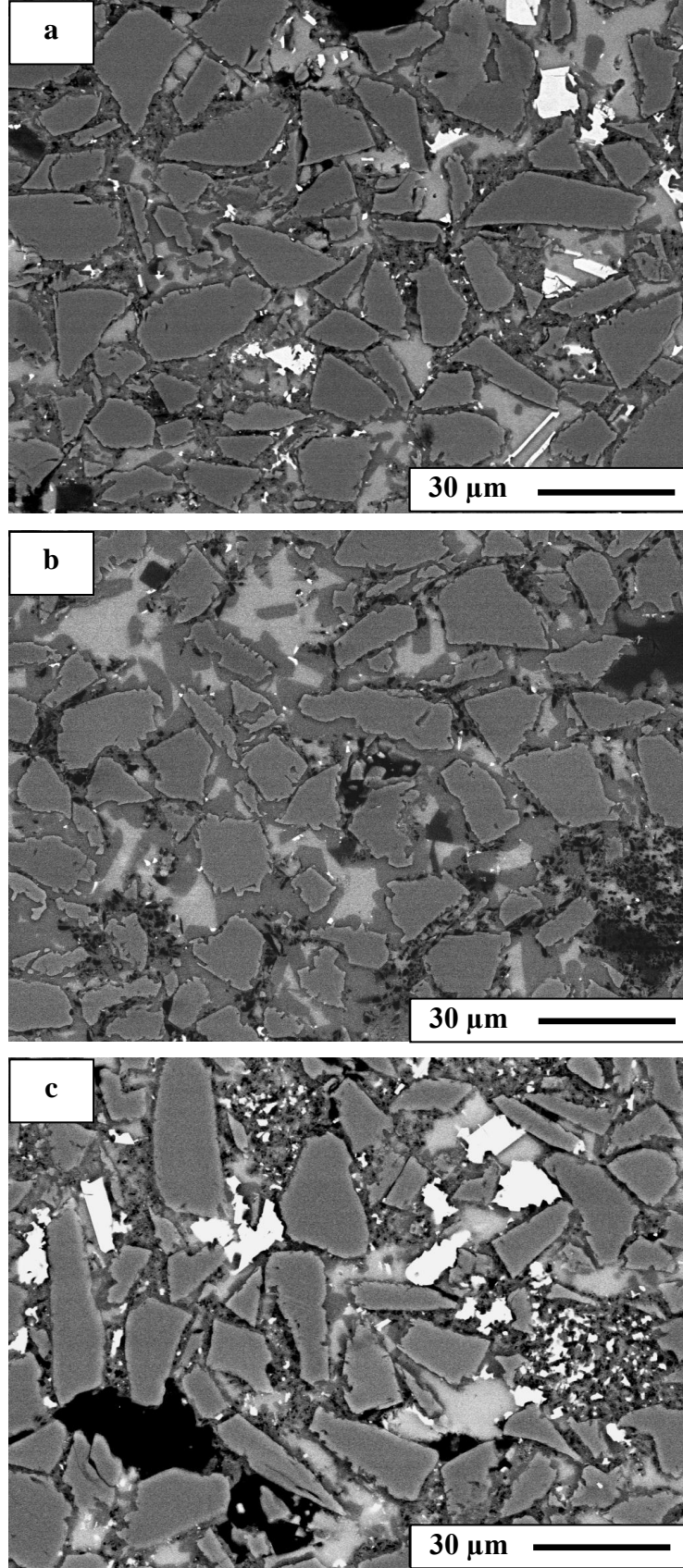
85kSiC-15iB₄C-Al kompoziti 50kSiC-50iB₄C-Al kompoziti ile aynı başlangıç tozları ve Al alaşımı kullanılarak üretildiğinden, genel mikroyapı yorumlarında sadece SEM-BSE görüntülerindeki karşıtlık farklılıkları ve yapıların tane boyutlarından faydalanarak fazlar/taneler isimlendirilmiştir. İsimlendirme için kimyasal analiz sonuçlarına ihtiyaç duyulmamıştır.

Karma yapının SEM-BSE analiz sonuçları incelendiğinde (Şekil 5.30), ince tane boyutuna sahip B₄C tanelerinin yer yer kümelenmiş olmalarının yanında genel olarak yapı homojendir. Yapının bazı bölgelerinde Al alaşım elementlerinin bir araya geldiği görülmektedir. Yapının orta kısmında reaksiyon sonucu oluşan fazların miktarının ve büyüklüğünün daha fazla olduğu söylenebilir. Üst bölgede,

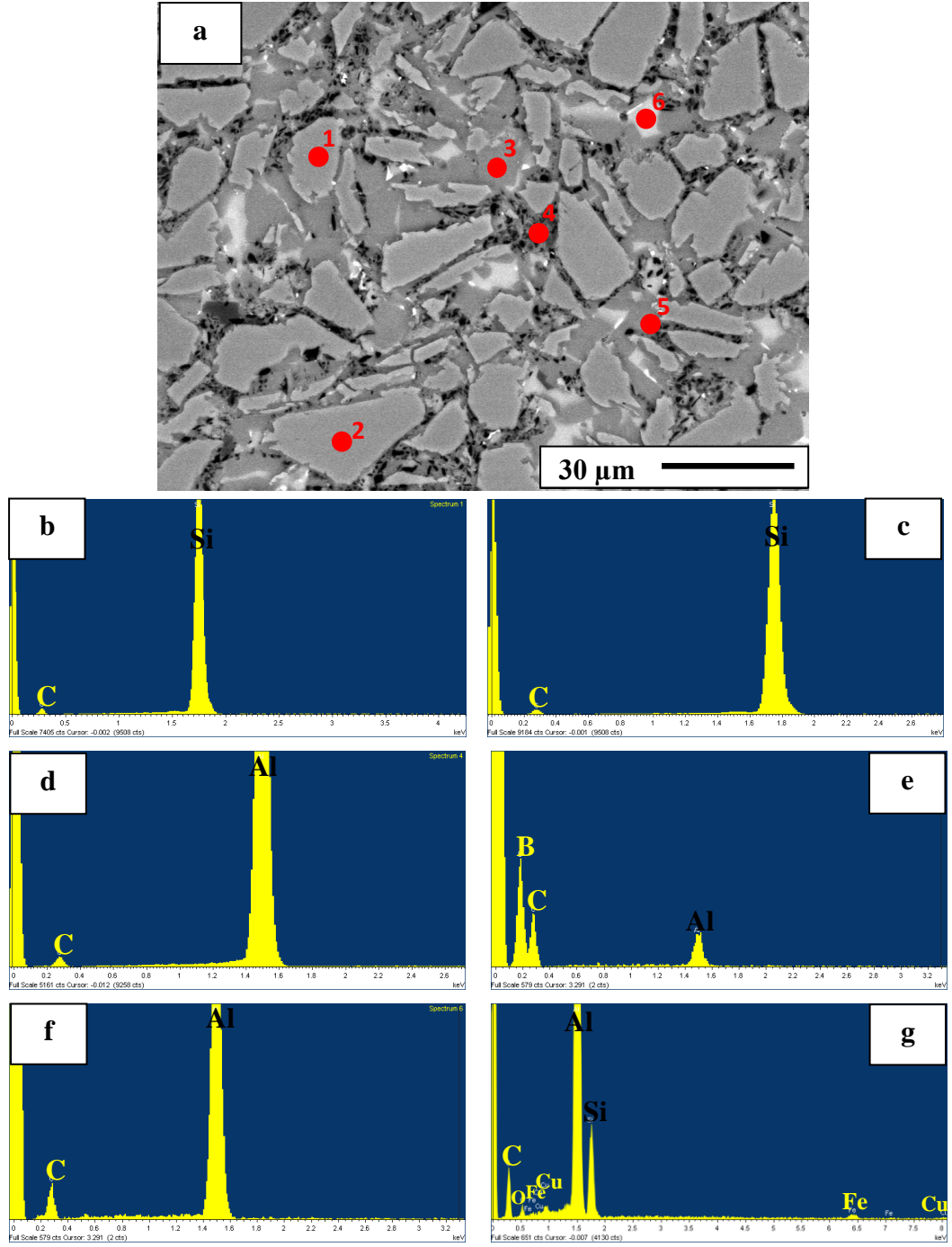
reaksiyon fazlarının orta kısımdakilere göre çok daha küçük olduğu ve tüm yapıya yayılmış olduğu görülmektedir. Orta kısımda, alaşım elementlerinin oluşturduğu çökeltilerin çok az miktarda oluşu ve bunun yanında reaksiyon ürünlerinin fazlalığı dikkat çekmektedir. Tüm bunlara rağmen, kesit boyunca B_4C -Al sistemindeki kadar mikroyapısal değişim gözlenmemektedir. B_4C -Al sisteminde, alaşım elementlerinin, oluşan reaksiyon ürünlerinin büyümesini engellemiş olabileceği görüntüsü vardı ve bu yönde yorum yapılmıştı. $85kSiC$ - $15iB_4C$ -Al sisteminde de benzer bir durumun varlığından söz edilebilir. En üst ve en alt bölgelerden alınan görüntüler, orta kısma ait görüntü ile karşılaştırıldığında bu yorum yapılabilmektedir.

EDX nokta analizi sonuçları incelendiğinde (Şekil 5.31), farklı karıştılgıya sahip bölgelerin kimyasal kompozisyonlarından yola çıkarak yapıdaki fazların nerelerde bulunduğu öngörülebilmektedir. Özellikle EDX-haritalama sonuçları (Şekil 5.32), büyük tane boyutuna sahip fazlar hakkında ön bilgi vermektedir. Hafif elementlerin EDX yöntemiyle tespit edilmesindeki zorluk ve hafif elementlerin oluşturduğu fazların ince yapılı tanelerden oluştuğu göz önüne alındığında bu sonuç beklenen bir sonuçtur.

EDX analiz sonuçları ve SEM-BSE görüntüleri bir arada değerlendirildiğinde, yapıda görülen reaksiyon ürünlerinin hem SiC hem de B_4C fazlarının çözünmesi ve matris fazı olan Al ile tepkimeye girmesi sonucu oluştuğu söylenebilir. Bu durumda SiC fazının çözünmesi ile ortaya çıkan az miktarda Si'un da Al matrisi içine girerek Al-Si katı çözeltilisi oluşturma ihtimalinin yüksek olduğu söylenebilir. Al alaşım elementlerinin B_4C -Al sisteminde görünenden farklı olarak, büyük bölgeler halinde, daha az öbek oluşturduğu, genel olarak reaksiyon ürünlerinin çevresini sarma gibi bir eğilim içinde olmadığı görülmektedir.

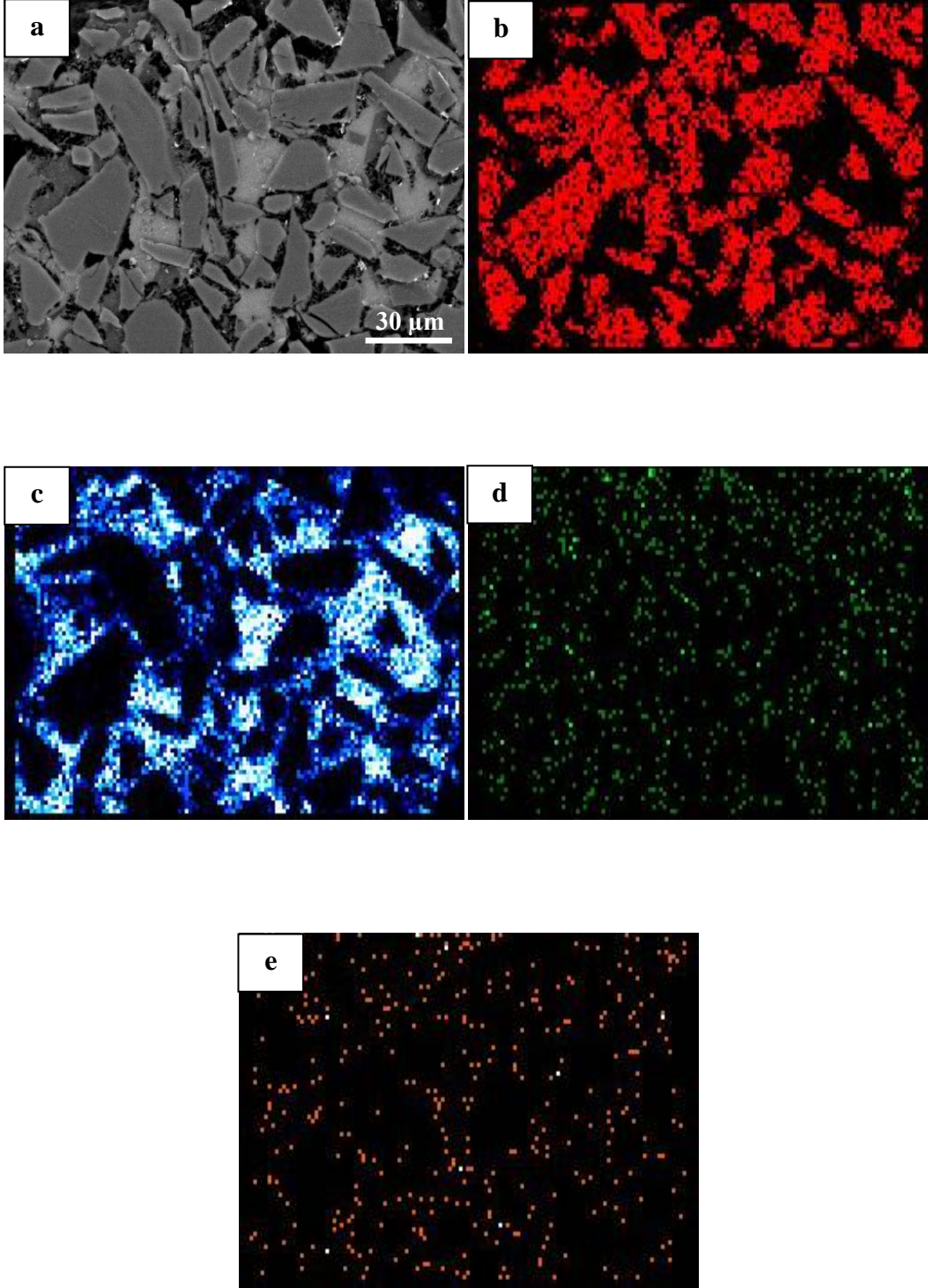


Şekil 5.30. 85kSiC-15iB₄C-Al kompozitinin kesitinden hazırlanan numunenin, (a) üst, (b) orta ve (c) alt bölgesine ait SEM-BSE görüntüleri



h	Atomca %							Olası Fazlar	
	Bölge	B	C	Al	Si	Cu	Fe		O
	1		66,28		33,72				SiC
	2		57,98		42,02				SiC
	3		48,55	51,45					Al ₄ C ₃
	4	58,09	40,49	1,41					Al ₃ BC
	5		33,78	66,22					Al ₄ C ₃
	6		58,11	32,9	4,89	0,16	0,38	3,56	

Şekil 5.31. 85kSiC-15iB₄C-Al kompozitinin, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) 1, (c) 2, (d) 3, (e) 4, (f) 5, (g) 6 numaralı bölgelerinden alınan EDX nokta analizleri, (h) nicel sonuçlar

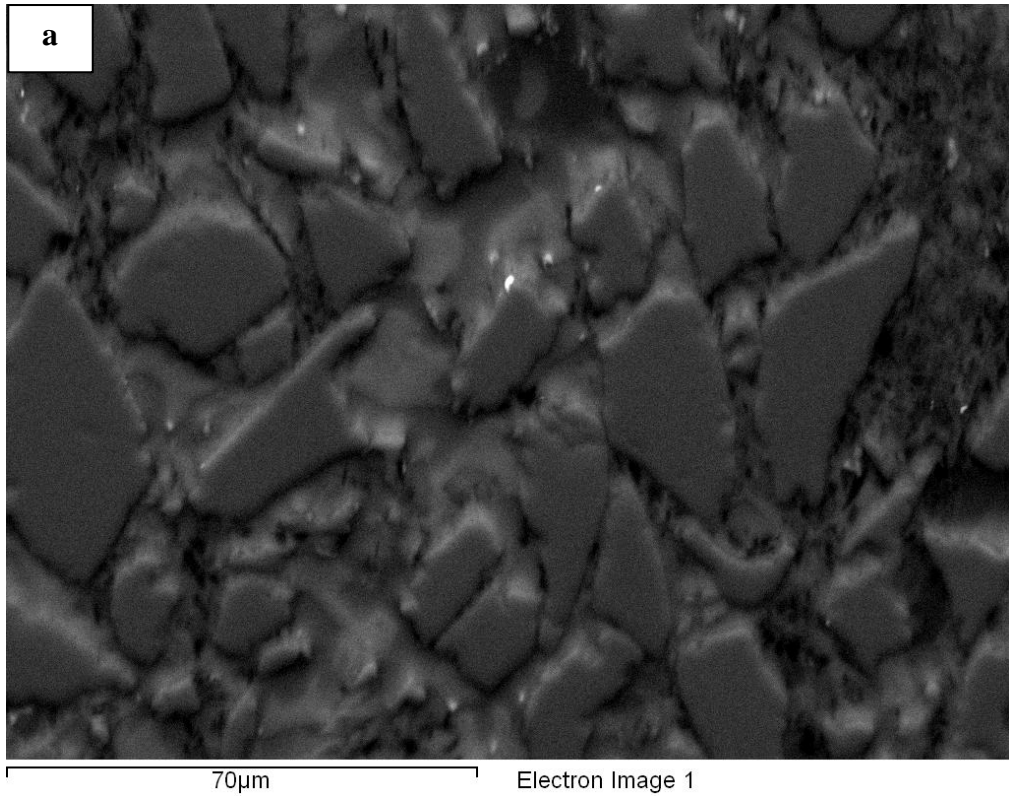


Şekil 5.32. 85kSiC-15iB₄C-Al kompozitinin, (a) BSE görüntüsü, (b) Si, (c) Al, (d) C ve (e) B elementlerine ait EDX haritalama sonuçları

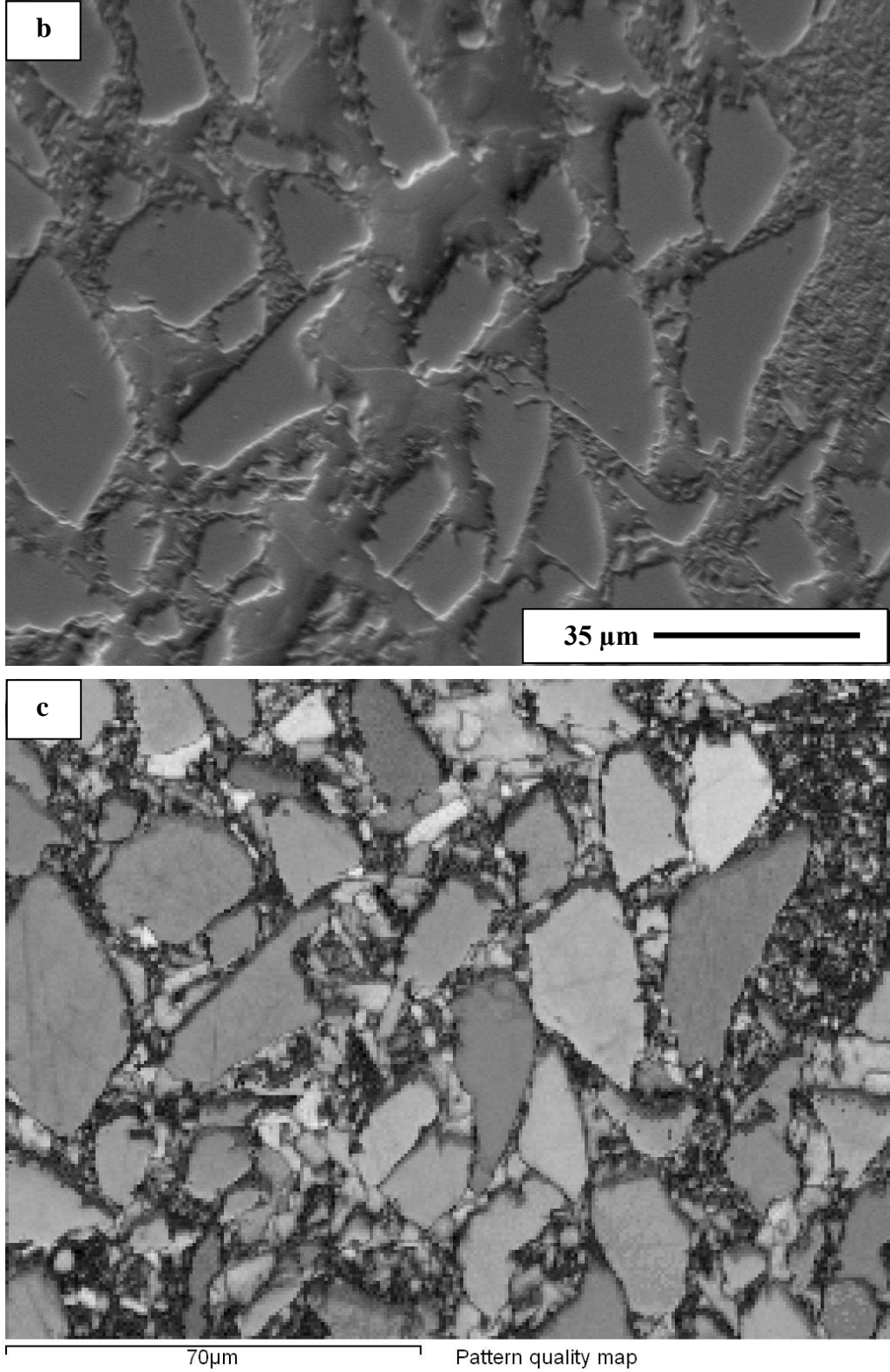
5.3.2.3. 85kSiC-15iB₄C-Al kompozit malzemenin EBSD analizleri

EBSA analiz sonuçları değerlendirildiğinde (Şekil 5.33), fazların çözümlenemediği kısımlarda genel olarak çok düşük desen kalitesi elde edildiği görülmektedir. Düşük desen kalitesine sahip bu bölgeler, metalik fazların bulunduğu matris kısımları ya da çok ince tane yapısına sahip B₄C tanelerinin bulunduğu kısımlardır. Bu kısımlarda, büyük olasılıkla oluşan katı çözeltiler bunun nedeni olmakla birlikte, B₄C-Al sisteminde olduğu gibi daha yumuşak olan matrisin parlatma esnasında fazla aşınarak seramik fazlardan daha çukurda kalması da başka bir nedendir. Desen kalite haritası, tane yapısı ve deformasyonlar hakkında SEM analizlerine göre daha ayrıntılı bilgiler verir. Buna göre, matrisi oluşturan kısımların ne kadar ince tane yapısına sahip olduğu ve SiC taneler üzerinde yer yer parlatmadan kaynaklı deformasyonların olduğu görülmektedir. Yığın hazırlama için kullanılan SiC tozu, genel olarak moissanite-6H yapısında olmakla birlikte, tamamen bu yapıda değildir. Dolayısıyla, EBSD analizlerinde tüm SiC taneleri tam olarak tespit edilememiştir. Numunenin EBSD analizi yapılan bölgesine ait SEM-BSE görüntüsünün, 70° eğim (tilt), 120 µm açıklık ve yapıdaki topografyanın da etkisi ile çok net olmaması nedeniyle görüntü analiz programları ile yapıdaki karışıklık farkına dayalı faz tespiti yapılamamıştır. Ayrıca ve de en önemlisi, analizlerde kullandığımız mikroskop konfigürasyonu EDX ve EBSD'nin eş zamanlı analizine imkân tanımamaktadır. Çalıştığımız numunelerin çok iyi parlatmaya imkân tanımaması ve kimyasal kompozisyon olarak da çok büyük farklılıklar göstermesi nedeniyle her ne kadar yazılım da dâhil tüm ayarlar ve analiz şartları doğru olarak ayarlanırsa da zaman zaman elde edilen Kikuchi desenlerinin indekslenmesi yanlış olabilmektedir. İşte EDX ve EBSD analizlerinin eş zamanlı olarak kullanılabilmesi özellikle kaba tane boyutuna sahip fazların tespitinde bu gibi hataların minimuma inmesini sağlar. Üzerinde çalışılan numune bazında değerlendirme yapılırsa, örneğin EBSD faz haritasında çok yerde karşımıza çıkan SiC taneleri ile Al fazının iç içe geçmiş bir şekilde tespiti EDX-EBSD eş zamanlı analizi ile bertaraf edilebilecek bir durumdur. Çünkü EDX analiz sonuçları bir bütün olarak değerlendirildiğinde (Şekil 5.31), SiC tanelerinden Al sinyali tespit edilmediği görülür. O takdirde eş zamanlı analiz uygulandığında EDX sisteminden gelen elementel veriler ile

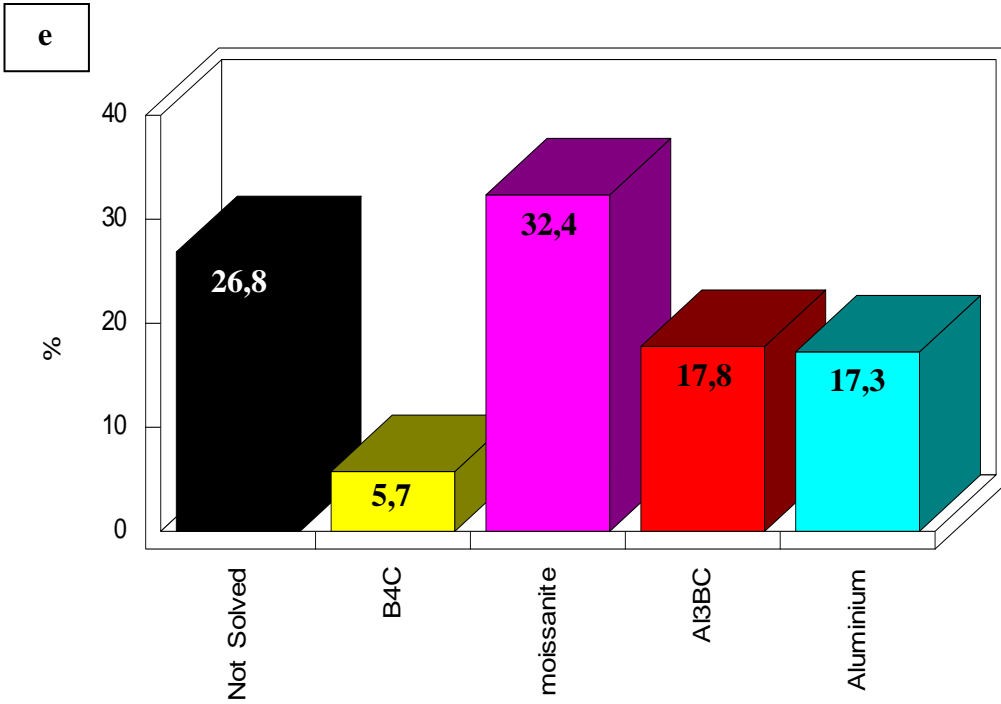
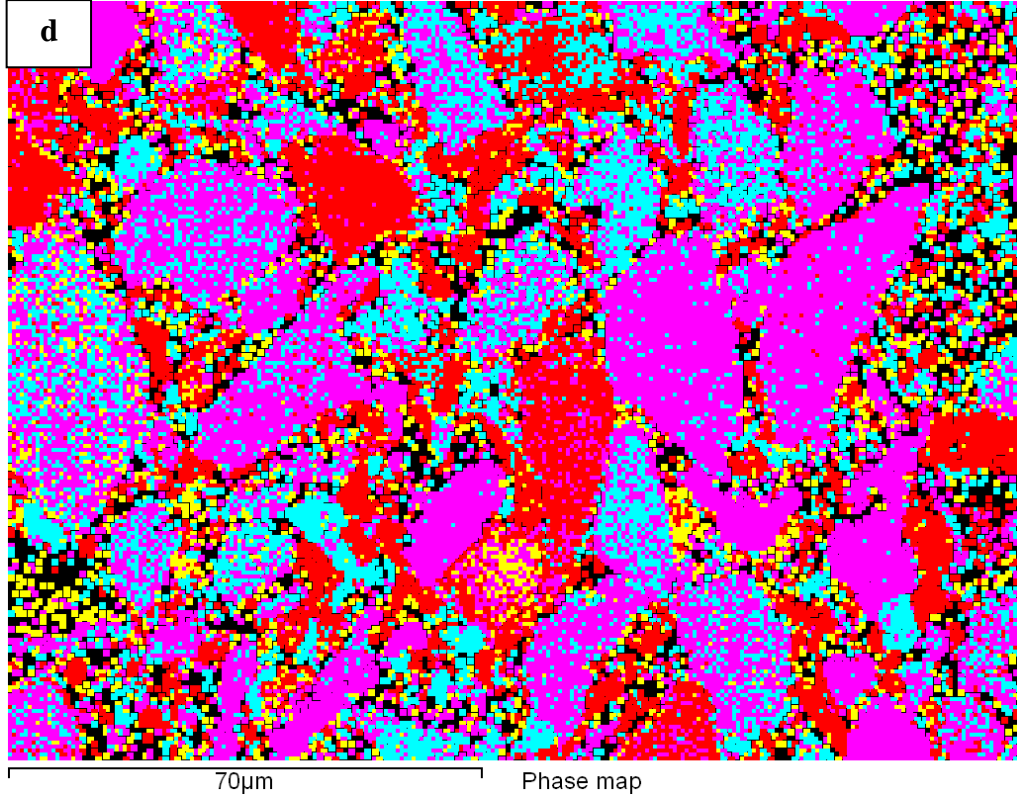
EBSD sisteminde numuneden elde edilen kırınım desenlerinin indekslenmesi sırasında meydana çıkabilen kırınım deseni çakışmalarının (noktasal yönlenme, yüzey kalitesinin düşüklüğü ya da çok küçük safsızlık v.b. nedeniyle) otomatik yazılım yardımı ile karşılaştırılarak engellenmesi söz konusudur. Çalışmalarımızda otomatik olarak gerçekleştirilemeyen eş zamanlı analiz yerine, ayrı ayrı yapılan EDX ve EBSD analizleri bir arada değerlendirilmiştir. EBSD faz haritaları bu şekilde yorumlandığında deneylerin yüksek verimlilikle gerçekleştirildiği sonucuna varılır. Bazı SiC tanelerinin kesme ve parlatma işlemlerinden ötürü sadece yüzeyde çok ince bir tabaka halinde kalmış ve elektron demeti-numune etkileşimi sonucu alt kısımlardaki Al fazından sinyal alınmış olma ihtimali de olasılıklar arasındadır. Fakat böyle bir durumun birkaç istisna dışında oluşmadığı öngörülerek analiz sonuçları yorumlanmıştır.



Şekil 5.33. 85kSiC-15iB₄C-Al kompozitinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5)



Şekil 5.33. 85kSiC-15iB₄C-Al kompozitinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)



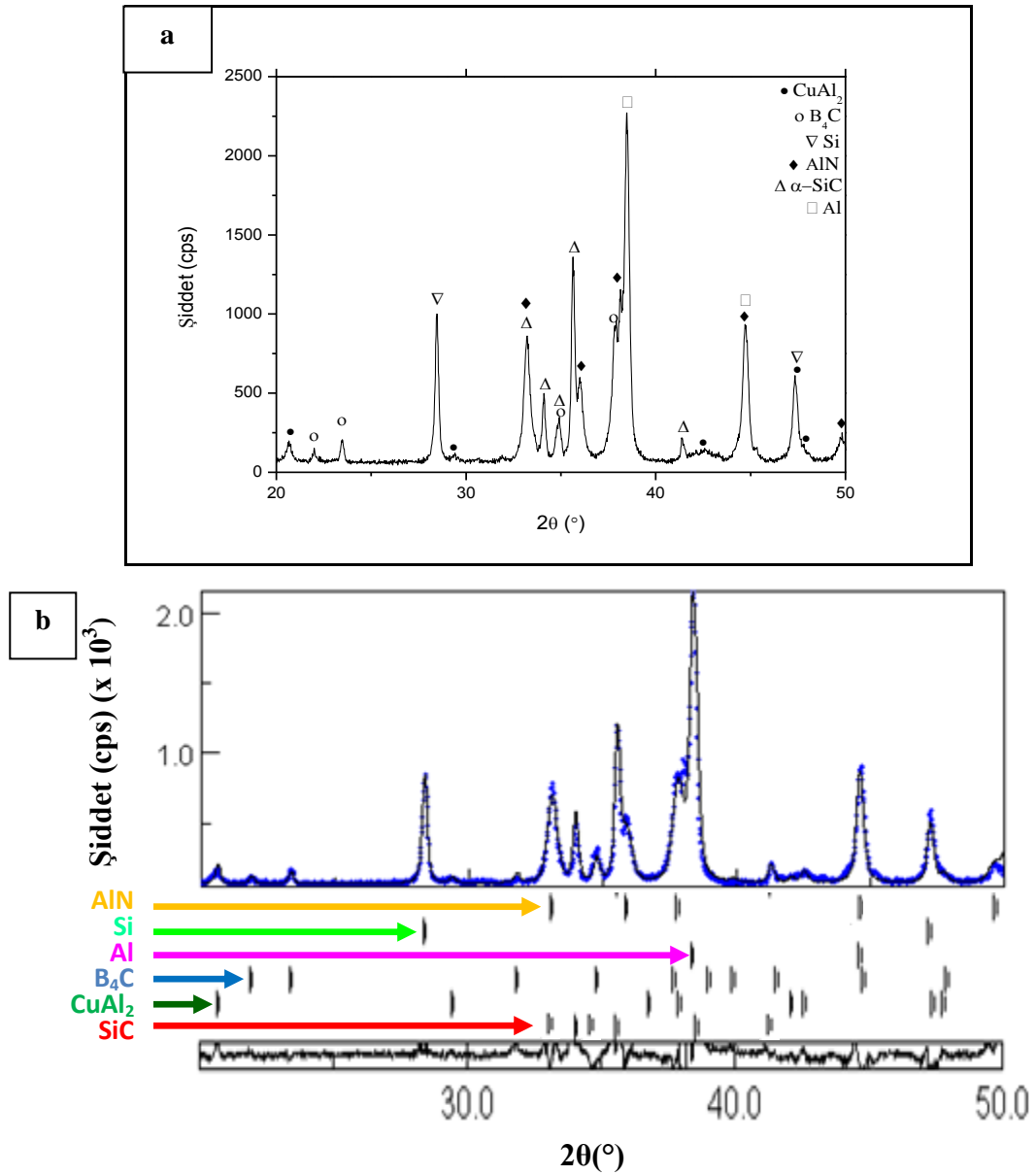
Şekil 5.33. 85kSiC-15iB₄C-Al kompozitinin EBSD analiz sonuçları, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) SEM-SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık: 120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)

5.4. SiC-B₄C-AlN-Al-Si Sistemi

5.4.1. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozit malzeme

5.4.1.1. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozit malzemenin XRD analizleri

Kompozit malzemede XRD analizleri ile tespit edilen fazlar CuAl₂, B₄C, Si, AlN, α-SiC ve Al fazlarıdır (Şekil 5.34). AlN fazı, başlangıç tozu olarak kullanılan Si₃N₄'ün Al ile reaksiyonu sonucu oluşmaktadır. Si fazı bu tepkimenin ürünü olarak ortaya çıkmaktadır.



Şekil 5.34. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin, (a) XRD spektrumu, (b) nicel XRD sonuçları (toz numune)

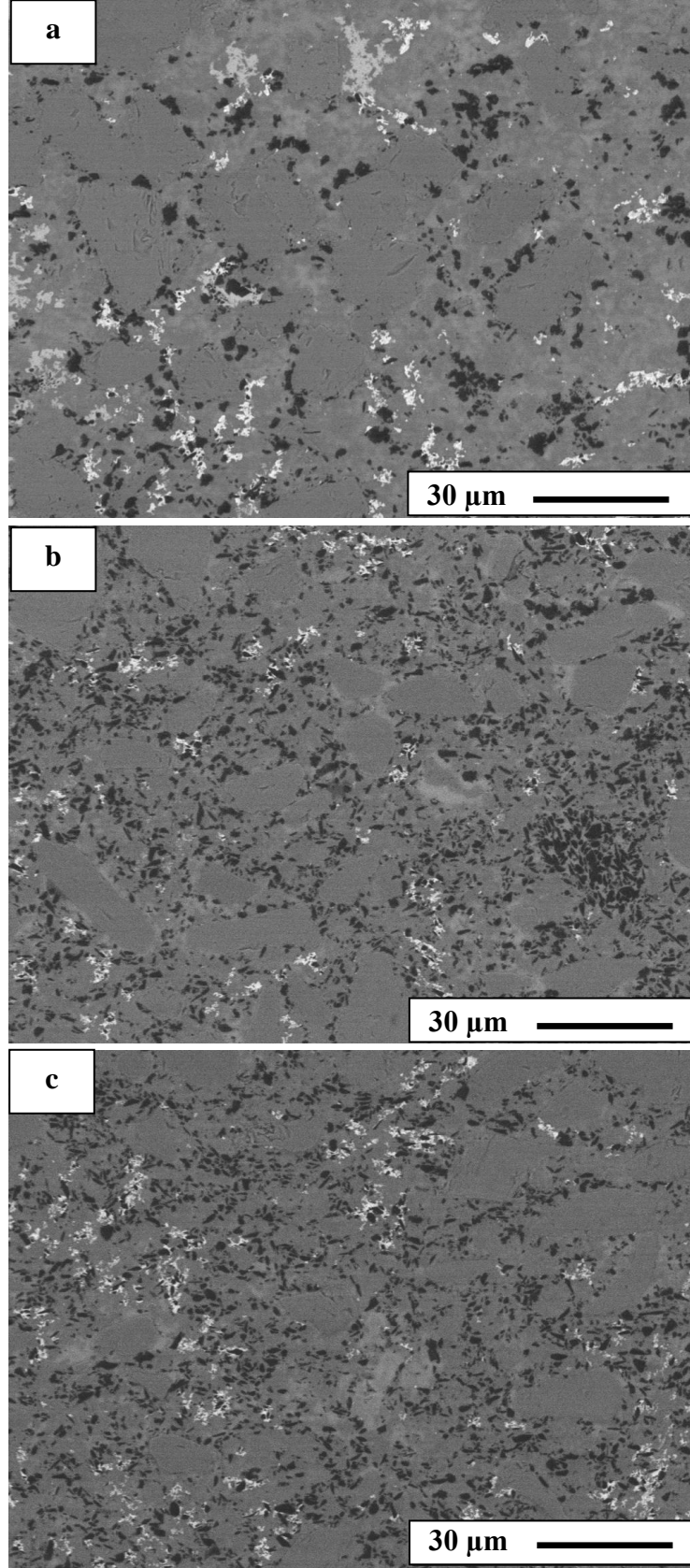
% Ağırlık					
SiC	B ₄ C	AlN	Al	Si	CuAl ₂
12,96+-1,25	6,23 +- 1,79	39,69+- 0,94	26,88 +- 0,59	11,40 +- 0,35	2,81 +- 0,51

Şekil 5.34. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin, (a) XRD spektrumu, (b) nicel XRD sonuçları (toz numune) (devam)

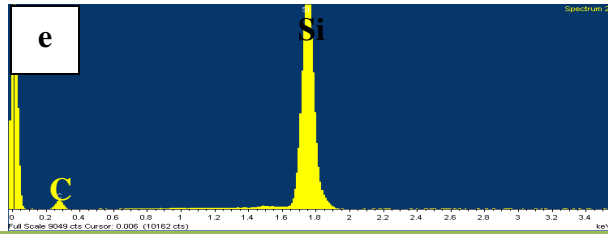
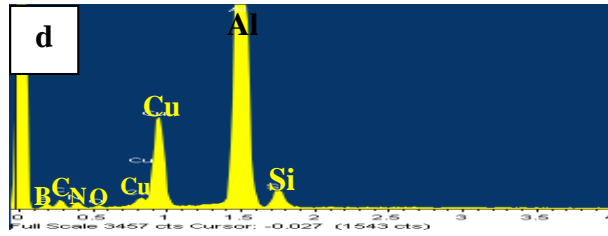
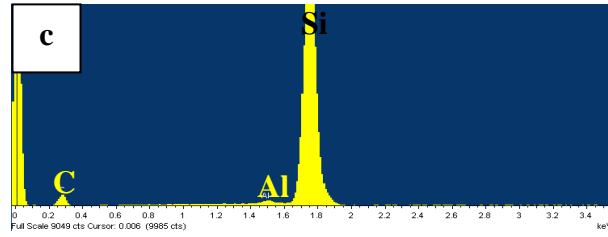
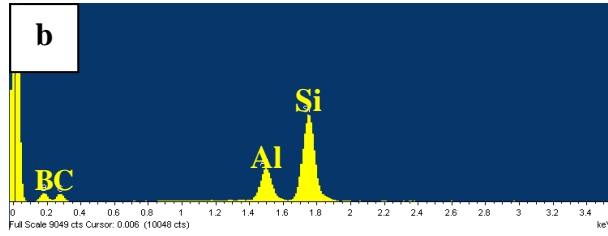
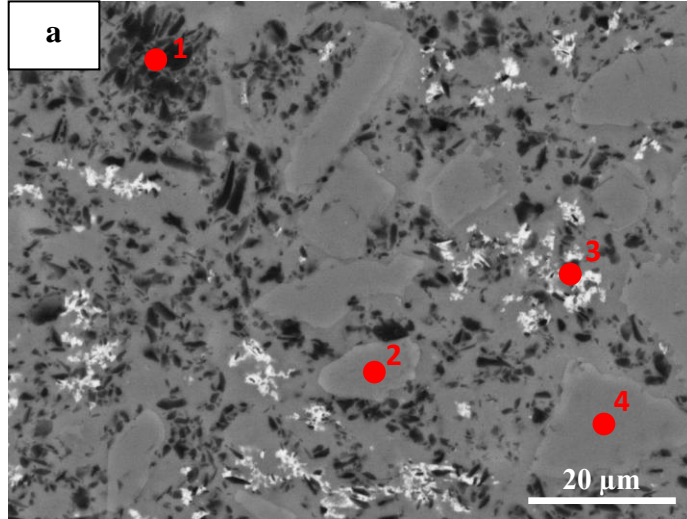
5.4.1.2. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozit malzemenin genel karakterizasyonu

Şekil 5.35’de 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin kesitinden alınan SEM-BSE görüntüleri yer almaktadır. Daha önceki kompozisyonlarda da kullanılan tozlardan, B₄C tozunun tane boyutunun inceliği ve hafif elementlerden oluşması, SiC tozunun ise sistemdeki en kaba tane boyutlu toz olmasından ötürü kimyasal analizler yapılmadan B₄C ve SiC fazlarının mikroyapıdaki dağılımları görülebilmektedir. Üst, orta ve alt bölgelerden alınan görüntüler incelendiğinde, en üst bölgede B₄C fazının daha az miktarda bulunduğu buna paralel olarak tepkime ürünlerinin daha çok miktarda olduğu görülmektedir. Her üç bölgeden alınan görüntülere bakarak, matrisin çok çeşitli kimyasal kompozisyon dağılımı içerdiği görülmektedir. Tepkime ürünlerinin olduğu bölgeler çok ince tane boyutuna sahip olup belirgin bir şekilde görülememektedir. Alaşım elementlerinden kaynaklı ağır elementlerin ve bunların yer aldığı fazların yapının muhtelif bölümlerine dağılmış durumda bulunduğu görülmektedir.

Şekil 5.36’da verilen SEM-BSE görüntüsü ve EDX nokta analiz sonuçları, yapının genelinde kimyasal kompozisyon değişiminin çok çeşitli olduğunu göstermektedir. Şekil 5.37’de verilen EDX haritalama sonuçları, SiC tanelerinin olduğu kısımlar ve alaşım elementlerinden Cu’ın yapıdaki dağılımı hakkında net bilgiler verir. SiC ve Si₃N₄ fazlarının reaksiyona girmesi sonucu açığa çıkan Si’un matrise dağılımı görülmektedir. Burada Si metalinin üretim esnasında emdirilen ya da başka bir kaynaktan gelen metal olmadığı, XRD sonuçlarında elde edilen Si fazının tek kaynağının numunede bulunan Si içeren yapılar olduğu göz önünde bulundurulmalıdır.



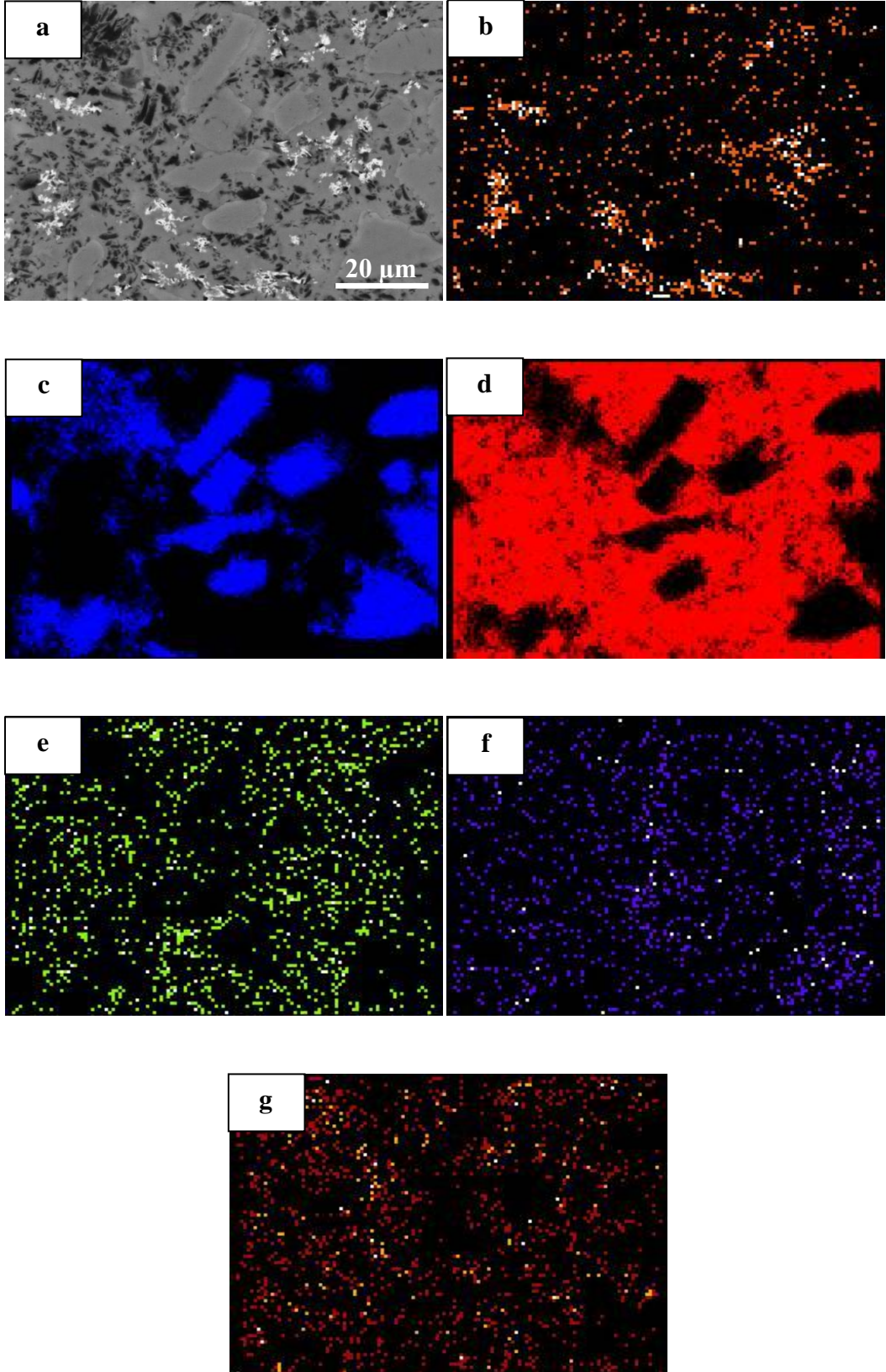
Şekil 5.35. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin kesitinden hazırlanan numunenin, (a) üst, (b) orta ve (c) alt bölgelerine ait SEM-BSE görüntüleri



f

	Atomca %							
Bölge	B	C	Al	Si	Cu	N	O	Olası Fazlar
1	58,96	34,72	1,55	4,77				
2		66,59	0,24	33,17				SiC
3	46,97	20,85	15,6	0,99	2,98	11,74	0,88	
4		66,14		33,86				SiC

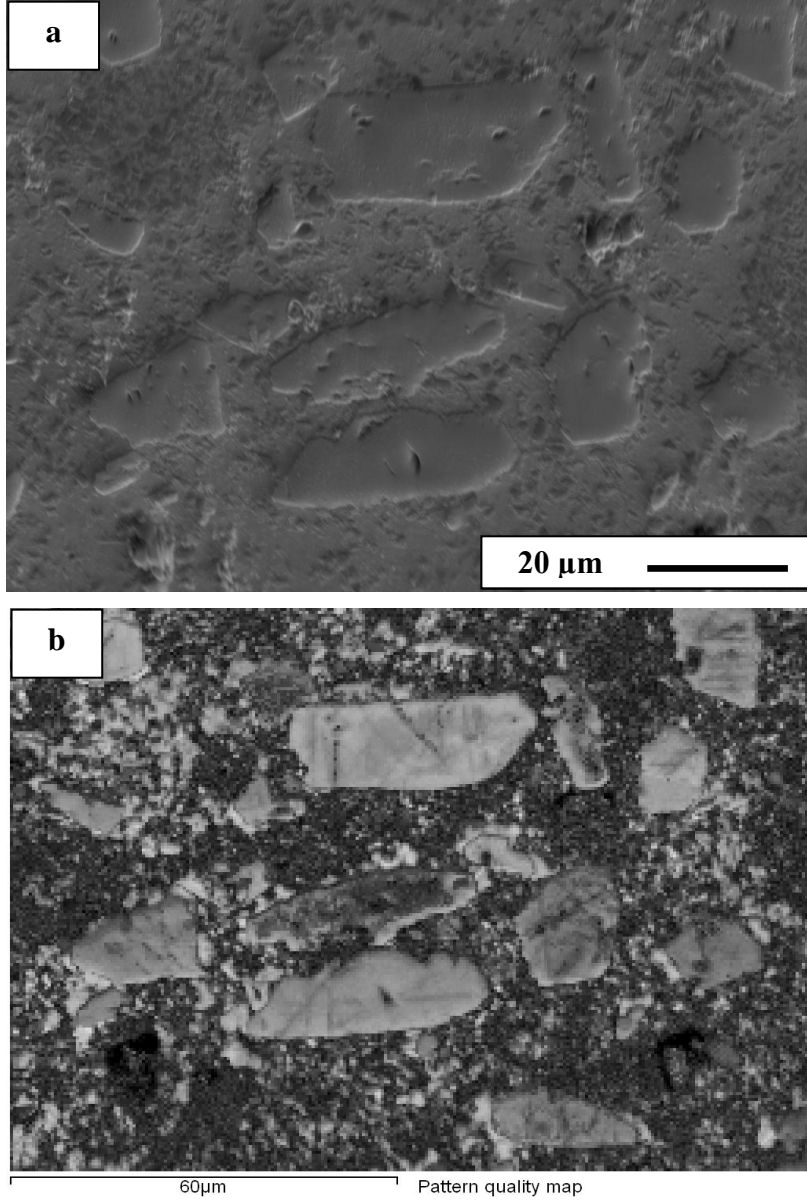
Şekil 5.36. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin, (a) SEM-BSE görüntüsü, (b) 1, (c) 2, (d) 3, (e) 4 numaralı bölgelerinden alınan EDX nokta analizleri, (f) nicel sonuçlar



Şekil 5.37. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin, (a) BSE görüntüsü, (b) Cu, (c) Si, (d) Al, (e) N, (f) C ve (g) B elementlerine ait EDX haritalama sonuçları

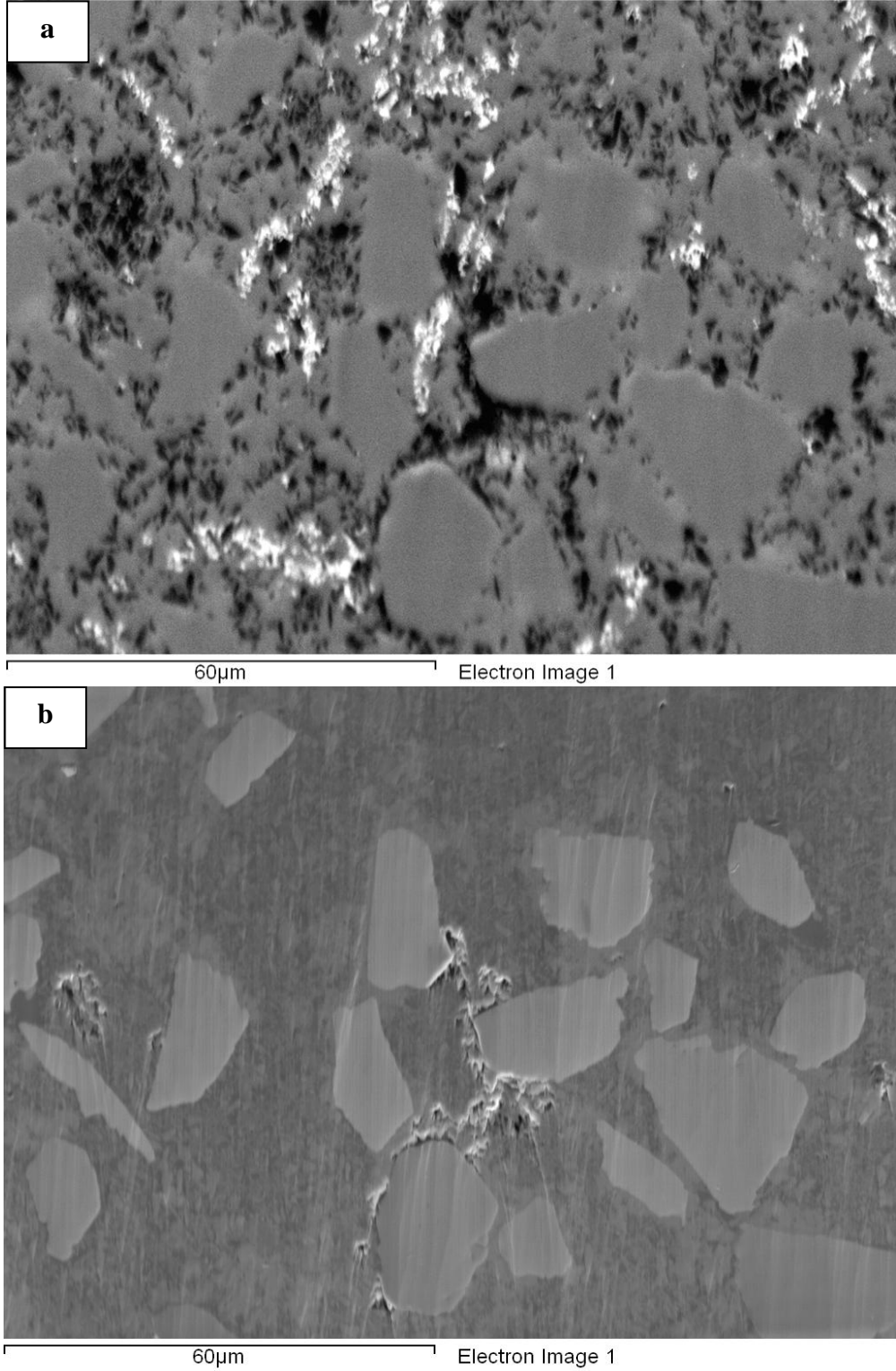
5.4.1.3. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozit malzemenin EBSD analizleri

30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin EBSD analizleri, kesit parlatma ile hazırlanmış numuneden yapılmıştır. Çizelge 3.3, 3.4 ve 3.7 incelendiğinde 30kSiC-30iB₄C-40SN numunesinin açık gözenek miktarının diğer numunelere göre çok daha az olduğu görülür. Tez çalışması boyunca, farklı numunelerle yapılan denemelerde kesit parlatmanın gözeneksiz (ya da az gözenekli) numunelerde daha başarılı sonuçlar verdiği görülmüştür. Ayrıca, numunelerde bulunan fazların sayı ve dağılımları da kesit parlatma ile elde edilen yüzey düzgünlüğünü etkilemektedir. Gözenek miktarı ve fazların mekanik özellikleri arasındaki farklar arttıkça elde edilen yüzeyin kalitesi düşmektedir. Tek fazlı numunelerde gözenek miktarı çok olsa da uygulanan tekniklerin tümüyle, göreceli olarak düzgün yüzeyler elde edilebilmektedir ya da en azından bu yüzeylerden EBSD analizleri için yeterli kalitede desen alınabilmektedir (Bakınız Şekil 3.4). Kesit parlatma, temelde, yüksek enerjili Ar iyon demetinin numune yüzeyinden atom kaldırması ve böylece çok hassas parlatma yapılması prensibiyle çalışır. Yapılan deneyler sonucu iyon demetinin numunede aşınması zor taneler ve gözeneklerden saçılmakta olduğu ve daha yumuşak ve pürüzsüz yüzeylerden yoluna devam ettiği anlaşılmıştır. Bu durumda numunelerde çok farklı topografyaya sahip bölgeler oluşmaktadır. İyon demetinin numune yüzeyinde meydana getirdiği deformasyon bölgeleri derin birer kanal oluşturmakta, bu kısımlardan yüksek yüzey deformasyonu ve gölge etkisi gibi nedenlerle desen elde edilememektedir. Bu sorun kesit parlatma uygulanacak numunelerin çok hassas ön parlatma işlemine tabi tutulması ile bir nebze olsun azaltılmıştır. Ayrıca, numuneye farklı açılardan iyon demeti gelmesini sağlayan bir düzenekle (rotation holder) deneyler gerçekleştirilmiş, bu işlem ile desen eldesi yönünde olumlu hiç bir sonuç alınamamıştır. Bu sorunlar, 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinde diğer kompozitlere göre çok daha az görülmüştür ve sonuç olarak elde edilen yüzeyden alınan desen kalitesi, otomatik parlatma ile elde edilenden daha iyi olduğundan EBSD analizleri kesit parlatma uygulanmış numuneden yapılmıştır. Otomatik parlatma ile elde edilen yüzey ve desen kalite haritası Şekil 5.38'de verilmektedir.

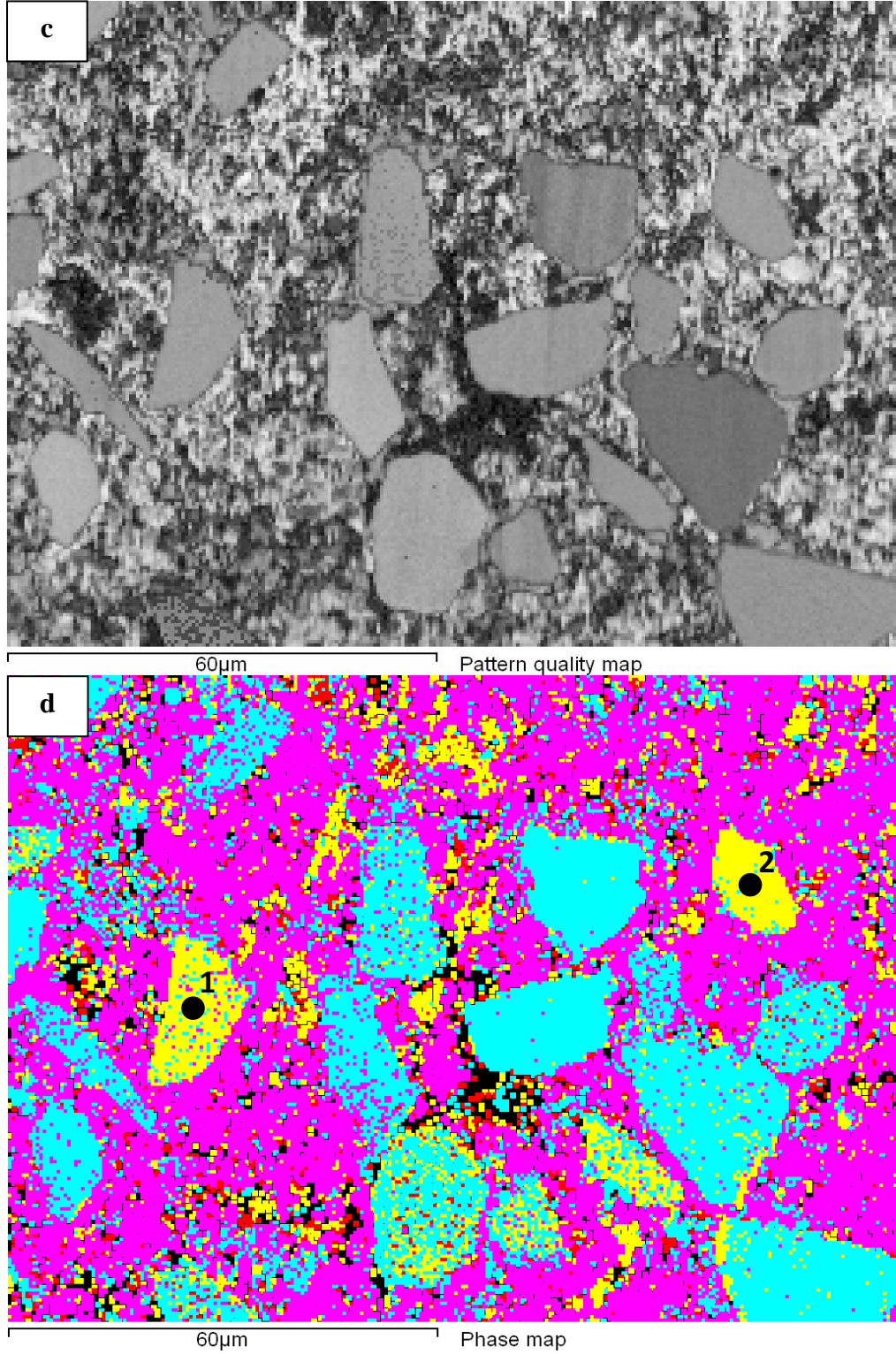


Şekil 5.38. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin orta bölgesinden otomatik parlatma ile hazırlanan numunenin, (a) SEM-SE görüntüsü ve (b) desen kalite haritası (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık:120 μm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5)

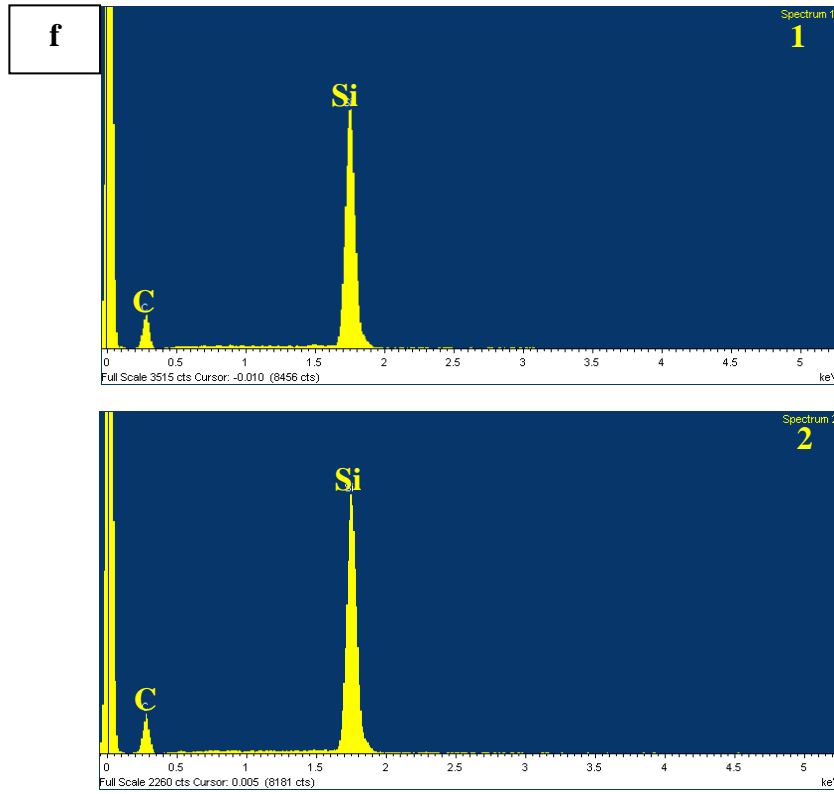
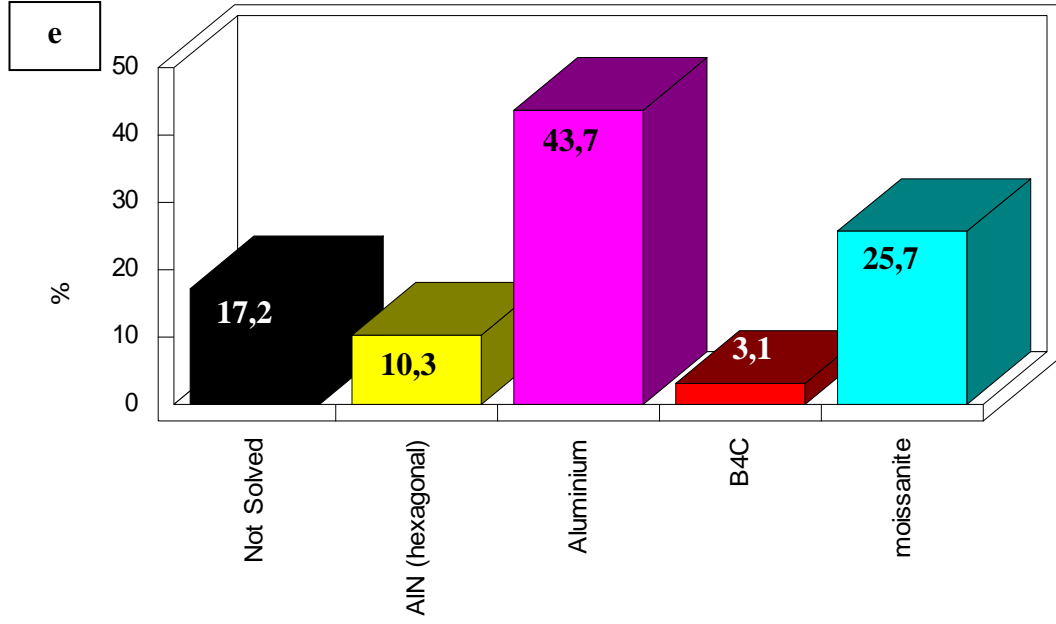
Numune kesitinin ortasından yapılan analiz sonuçları incelendiğinde (Şekil 5.39), kesit parlatma uygulanan numunenin SEM-SE görüntüsünde topografya değişimleri görülmekle birlikte genel olarak numuneden elde edilen desen kalite ve faz haritaları daha nettir. Gözenekli bölgeler dikkatlice incelendiğinde, gözenek varlığının elde edilen yüzey kalitesine nasıl etki yaptığı daha net ve anlaşılır bir biçimde görülebilir.



Şekil 5.39. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin kesitinin orta bölgesinden kesit parlatma ile hazırlanan numunenin EBSD ve EDX analiz sonuçları, (a) BSE görüntüsü, (b) SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik, (f) 1 ve 2 numaralı bölgelerden alınan EDX nokta analiz sonuçları (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık:120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5)



Şekil 5.39. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin kesitinin orta bölgesinden kesit parlatma ile hazırlanan numunenin EBSD ve EDX analiz sonuçları, (a) BSE görüntüsü, (b) SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik, (f) 1 ve 2 numaralı bölgelerden alınan EDX nokta analiz sonuçları (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık:120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)



Şekil 5.39. 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin kesitinin orta bölgesinden kesit parlatma ile hazırlanan numunenin EBSD ve EDX analiz sonuçları, (a) BSE görüntüsü, (b) SE görüntüsü, (c) desen kalite haritası, (d) faz haritası, (e) fazları ve miktarlarını gösteren grafik, (f) 1 ve 2 numaralı bölgelerden alınan EDX nokta analiz sonuçları (Hızlandırma voltajı: 20kV, Açıklık:120 µm, yüksek akım, değişken basınç altında, en az indekslenen bant sayısı: 6, en çok çözünürlük hatası: 2,5) (devam)

Daha önceki kompozitlere ait EBSD analiz sonuçlarında da görülen yanlış eşleştirme durumu burada da karşımıza çıkmaktadır. SiC taneleri bazı yerlerde AlN olarak eşleştirilmişse de genel olarak tanelerin açıkça tespit edildiği görülmektedir. Yanlış eşleştirme sorununun çözümünün daha önce de belirtildiği gibi EBSD-EDX eş zamanlı analizine imkân tanıyan bir yapılandırma ile mümkün olabileceği öngörülmektedir. Bu öngörünün haklılığını kanıtlamak için Şekil 5.39'da analiz sonuçları verilen numunenin EBSD analizinin yapıldığı bölgeden EDX analizleri yapılmıştır. EDX analizlerinin yapıldığı noktalar EBSD faz harita görüntüsü üzerinde verilerek elde edilen sonuçların daha kolay anlaşılır olması hedeflenmiştir. EBSD faz haritasında AlN olarak eşleştirilen tanelerden alınan EDX-nokta analiz sonuçlarında Al ve/veya N elementine rastlanmamış, öngörüldüğü gibi Si ve C elementel sonuçlarına ulaşılmıştır. Bu sonuç göstermiştir ki kullanılan mikroskop sistemi EBSD ve EDX analizlerinin eş zamanlı yapılmasına imkân verse, yanlış faz eşleştirme problemi ortadan kaldırılmış olacak ve sonuçların doğruluğu daha da artacaktır.

EBSD analiz sonuçlarında elde edilen Al miktarı, XRD analizleri ile tespit edilen (Şekil 5.34) miktardan çok daha fazladır. Bunun nedenlerinden biri EBSD analiz sonuçlarında Al miktarı olarak gösterilen değer, aslında Al ve Si miktarının toplamı olmasıdır. Daha önceden de değinildiği gibi, EBSD ve EDX analizleri eş zamanlı yapılmadığında Al ve Si fazları birbirlerinden ayrılamamaktadır [56]. Ayrıca, Si ve Al'un birbirleri içerisindeki çözünürlükleri oldukça fazladır (Şekil 5.20). Bu nedenlerle çalışmalarımızda Al ve Si faz miktarları ayrı ayrı tespit edilmemiştir.

XRD analiz sonuçları incelendiğinde, Al ve AlN doruklarının çakıştığı görülür. Bu çakışma nicel XRD analiz sonuçlarının doğruluğunu etkileyebilir niteliktedir. Bu nedenle numunede var olan Al ve AlN miktarları XRD analizleri ile belirlenen miktarlardan farklı olabilir. EDX analizlerinde de numune genelinde N tespit edilmemiştir ve Al ve N elementlerinin bir arada bulunduğu bölgeler numune geneline yayılmış durumda değildir. Bu sonuç da XRD nicel analiz sonuçlarının doğru olup olmadığı sorusunu bir kez daha ortaya çıkarmıştır. Al miktarı beklenenden fazla iken AlN miktarının daha düşük çıkmasının nedenlerinden biri de XRD analiz sonuçlarının % ağırlık, EBSD analiz

sonularının ise % alan olmasıdır. Ayrıca EBSD analizlerinde kimyasal bilginin belirli bir derinlikten de elde edildiđi hesaba katılırsa sonular hacimsel sonulara yakındır. AlN'ün yoğunluk olarak Al'dan daha yüksek olduđu (sırasıyla ~3,32 ve 2,7 g/cm³) göz önünde bulundurulduğunda aynı hacimde AlN'ün Al'den daha ağır olacağı, dolayısıyla XRD ve EBSD sonularındaki farkın belirli oranda buna dayandıđı düşünülebilir.

Desen kalite ve faz haritalama sonuları deđerlendirildiđinde, EBSD faz haritasında AlN olarak tespit edilen bölgelerin desen kalite deđerlerinin diđer bölgelere oranla daha düşük olduđu görülür (Şekil 5.39). Bu da AlN miktarının EBSD analizleri ile beklenenden daha düşük çıkmasında bir başka etkidir.

6. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Seramik-metal karma yapılarda SEM-EBSD teknikleriyle faz analizi amacıyla yapılan çalışmadan elde edilen sonuçlar ve değerlendirme iki farklı tema altında yapılabilir:

- (i) Numune hazırlama ve mikroskop ile ilgili sonuçlar,
- (ii) İncelenen numunelerle ilgili sonuçlar.

(i) Numune hazırlama ve mikroskop ile ilgili sonuçlar:

- Seramik-metal kompozitlerinde EBSD analizleri için uygun numune hazırlama prosedürlerinin oluşturulması zorlu ve zaman alan bir süreç olup, seramik ve metalik malzemelerin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin birbirlerinden çok farklı oluşu, her türlü numune hazırlama tekniğinde sorunun kaynağını oluşturmaktadır. EBSD analizlerine en uygun şekilde hazırlanan numunelerde bile yüzey düzgünlüğü EBSD analizleri için mükemmel değildir.
- EBSD tekniği ile faz analizinde temel çalışma yöntemi, XRD, SEM ve TEM tekniklerinin birbirlerini destekleyici biçimde kullanılmasıdır.
- Çok ince tane boyutuna sahip fazların tespiti, tek başına EBSD analizleri ile mümkün olmamaktadır. SEM teknikleri içindeki diğer kimyasal analiz tekniklerinde de görülen elektron-numune etkileşiminden kaynaklı derinlemesine ve yanal çözünürlük sınırları, ince tane boyutlu fazların tespitini engellemektedir. Bu gibi numuneler için genel sonuçlar veren XRD ya da çok yüksek çözünürlükte fakat çok küçük bir bölge hakkında bilgi veren TEM teknikleri kullanılmalıdır. Ancak XRD tekniğinin görüntüleme tekniği olmadığı unutulmamalıdır.
- Kimyasal kompozisyonu çok değişkenlik gösteren ve çok düzgün yüzeyler elde edilemeyen numunelerde desen eldesi ve indekslenmesi yavaş ve hataya elverişlidir. Bu gibi numunelerde EBSD tekniklerinin diğer tekniklere kıyasla avantajlarından biri olarak gösterilen çok hızlı ve pratik analiz yapma imkânı olmamaktadır.

(ii) **İncelenen numunelerle ilgili sonuçlar:**

- B_4C -Al kompozit malzemesinin üst, orta ve alt bölgelerinden ayrı ayrı XRD analizleri yapılmış, elde edilen nicel sonuçlar değerlendirildiğinde numunenin üst bölgesinden elde edilen Al_3BC miktarının alt bölgesine göre çok daha fazla olduğu sonucuna ulaşılmıştır. SEM görüntüleri ve kimyasal analiz sonuçları ile desteklenen EBSD analizleri de XRD analiz sonuçlarını doğrulamıştır. Sonuç olarak, numunenin üst bölgesinde bulunan B_4C taneleri ile Al sıvı metalinin temas süresinin numunenin diğer bölgelerindekinden daha fazla olmasından dolayı burada Al_3BC oluşumu en fazladır. Nicel EBSD sonuçlarında çözümlenemeyen bölge miktarının nedeni yüzey topografyası olduğu kadar numunenin kimyasal kontrastının çok çeşitli olmasıdır. TEM analizleri göstermiştir ki, tepkime ürünleri numune geneline yayılmıştır ve fazlar iç içe geçmiş durumdadır. Bu durumda net Kikuchi desenleri elde etmek ve daha doğru faz analizi yapabilmek imkânsızdır.
- Si_3N_4 -Al kompozit malzemesinin XRD ve EBSD sonuçlarının ikisinde de yapıda en fazla miktarda olduğu tespit edilen faz AlN fazıdır ve her iki yöntemle elde edilen sonuçlar birbirlerini destekler niteliktedir. Fakat Si ve Al fazlarının EBSD analizleri ile belirlenen miktarlarının doğruluğundan emin olunamamıştır. Bunun nedeni numunenin üretiminin gerçekleştiği sıcaklıklarda Si ve Al'un birbirleri içerisindeki çözünürlüğünün çok yüksek oluşu ve yapıda katı çözeltili halinde bulunmalarındır. Ayrıca literatürden elde edilen bilgiler ışığında, EDX ve EBSD analizlerinin eş zamanlı yapılamayışının bu durumda etkili olması muhtemeldir. Numune mikroyapısının çok ince olmasından ötürü faz analizi ancak TEM teknikleri ile mümkün olabilir.
- SiC - B_4C -Al sistemlerinde de, yapının kimyasal olarak çok farklı bölgeler içermesi ve fazların birbiri içerisinde dağılmış durumda bulunmaları sebebiyle EBSD teknikleriyle faz analizi özellikle ince tane yapısına sahip bölgeler için çok uygun olmamıştır. Kaba SiC taneleri ise çok yüksek bir oranda tespit edilebilmiştir.

- 30kSiC-30iB₄C-40SN kompozitinin EBSD analiz sonuçları ile nicel XRD sonuçları arasında farklılıklar vardır. Özellikle EBSD analizleri ile tespit edilen Al miktarı XRD ile tespit edilen miktardan çok daha fazladır. EBSD analiz sonuçlarında Al miktarı olarak verilen değerin Al ve Si fazlarının toplam miktarı olması ve muhtemelen Al ve AlN fazlarına ait dorukların çakışması nedeniyle nicel XRD sonuçlarının hata payının yüksek olması bunun nedenidir.
- Kesit parlatma işleminin tek fazlı numunelerde düzgün ve parlak yüzeyler hazırlamak için uygun bir teknik olduğu tespit edilmiştir. Çok fazlı numunelerde ise fazların mekanik özellikleri arasındaki farklılıklar ve gözenek miktarı azaldıkça daha düzgün yüzeyler elde edilebildiği görülmüştür. Kesit parlatma yapılacak numunelerin komşu yüzeyleri arasındaki açılar tam 90° olması ve parlatılacak bölgenin bulunduğu yüzeyin ön parlatma işlemleri uygulanarak olabildiğince pürüzsüz hale getirilmesi, kesit parlatma işlemiyle daha düzgün yüzeyler elde edilmesi için önerilmektedir.
- Kimyasal olarak çok farklı kompozisyonlar ve özellikle de farklı elementlerin oluşturduğu fazlar içeren numunelerin EBSD faz analizleri için, EBSD ve EDX analizlerinin eş zamanlı yapılmasının daha doğru sonuçlar vereceği öngörülmekte ve bir öneri olarak sunulmaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] Naslain, R., “*Ceramic Matrix Composites*”, European White Book on Fundamental Research In Materials Science, 213-216, 2001.
- [2] Lloyd, D. J., “*Particle reinforced aluminum and magnesium matrix composites*”, International Materials Review, **39**, 1-39, 1994.
- [3] Kerider, K. G., “*Composite Materials*”, **4**, Academic Press, London, 1974.
- [4] Mordike, B. L. ve Kainer, K.U., “*Manufacture and Characterisation of Magnesium Composite Materials*”, Trans. Indian Inst. Met., **50**, 665-674, 1997.
- [5] Huiqiang, C., “*Fabrication of Magnesium Matrix Composites Using a Spontaneous Infiltration Technique*”, MSc Thesis, McGill University, Faculty of Graduate Studies and Research, Department of Mining, Metals and Materials, 2002.
- [6] Thevenot, F., “*Boron Carbide- A comprehensive review*”, J. Eur. Ceram. Soc., **6**, 205-225, 1990.
- [7] Bougoin, M. ve Thevenot, F., “*Pressureless sintering of boron carbide with an addition of polycarbosilane*”, J. Mater. Sci., **22**, 109–114, 1987.
- [8] Spohn, M. T., “*Boron Carbide*”, Am. Ceram. Soc. Bull., **72**, 88-89, 1993.
- [9] Telle, R., “*Structure and Properties of Ceramics*”, Materials Science and Technology, **11**, VCH publishers, Weinheim, Germany, 1994.
- [10] Chen, M., McCauley, J.W. ve Hemker, K.J., “*Shock-induced localized amorphization in boron carbide*”, Science, **299**, 1563–1566, 2003.
- [11] Weimer, A., “*Carbide, Nitride, and Boride Materials Synthesis and Processing*”, Chapman and Hall, New York, **7**, 1997.
- [12] Pyzik, J.A. ve Aksay, I.A., “*Multipurpose boron carbide-aluminum composite and its manufacture via the control of the microstructure*”, ABD, Patent no: 4702770, 1987.
- [13] Pyzik, J.A. ve Nilsson, R.T., “*B₄C/Al cermets and method for making same*”, ABD, Patent no: 5039633, 1991.
- [14] Halverson, D.C. ve Landingham, R.L., “*Infiltration processing of boron carbide-, boron-, and boride-reactive metal cermets*”, ABD, Patent no: 4,718,941, 1988.

- [15] Gazza, G.E., “*Ceramic-metal systems by infiltration*”, ABD, Patent no: 3864154, 1975.
- [16] Pyzik, J.A., Deshmukh, U.V., Dummead, S.D., Allen, T.L. ve Rossow, H.E., “*Light weight boron carbide/aluminum cermets*”, ABD, Patent no: 5521016, 1996.
- [17] Halverson, D.C., Pyzik, J.A., Aksay, I.A. ve Snowden, W.E., “*Processing of Boron Carbide-Aluminum Composites*”, J. Am. Ceram. Soc., **72**, 775-780, 1989.
- [18] Viala, J.C. ve Bouix, J., “*Phase equilibria at 1000°C in the Al-C-Si-Ti quaternary system: An experimental approach*”, J. Mater. Sci., **229**, 95-113, 1997.
- [19] Arslan, G., Kara, F. ve Turan, S., “*Quantitative X-ray diffraction analysis of reactive infiltrated boron carbide–aluminium composites*”, J. Eur. Ceram. Soc., **23**, 1243–1255, 2003.
- [20] Hashim, J., Looney, L. ve Hashmi, M. S. J., “*The atomic arrangement in glass*”, J. Mater. Process. Technol., **119**, 329–335, 2001.
- [21] Ray, S., “*Casting of composite components*”, In Proceedings of the 1995 Conference on Inorganic Matrix Composites, 69–89, 1996.
- [22] Zhou, W. ve Xu, Z. M., “*Casting of SiC reinforced metal matrix composites*”, J. Mater. Process. Technol., **63**, 358–363, 1997.
- [23] Warren, R. ve Anderson, C. H., “*Silicon carbide fibres and their potential for use in composite materials*”, Composites, **15**, 101–111, 1984.
- [24] Eustathopoulos, N., Joud, J. C., Desre, P. ve Hicter, J. M., “*The wetting of carbon by aluminium and aluminium alloys*”, J. Mater. Sci., **9**, 1233–1242, 1974.
- [25] Levi, C. G., Abbaschian, G. J. ve Mehrabian, R., “*Interface interactions during fabrication of aluminum alloy–alumina fiber composites*”, Metall. Trans. A, **9**, 697–711, 1978.
- [26] Dellanney, F., Rozen, L. ve Deryterre, A., “*The wetting of solids by molten metals and its relation to the preparation of metal–matrix composites*”, J. Mater. Sci. Lett., **22**, 1–16, 1987.

- [27] Kimura, Y., “*Compatibility between carbon fiber and binary aluminum alloys*”, J. Mater. Sci., **19**, 3107–3114, 1984.
- [28] Kulkarni, A. G., Pai, B. C. ve Balasubramanian, N., “*The cementation technique for coating carbon fibres*”, J. Mater. Sci., **14**, 592–598, 1979.
- [29] Pai, B. C. ve Rohatgi, P. K., “*Copper coating on graphite particles*”, Mater. Sci. Eng., **21**, 161–167, 1975.
- [30] Abdul-Lattef, N. I., Ismael, K. A. R. ve Goel, G. K., “*Preparation of Al–Al₂O₃–MgO cast particulate composites using MgO coating technique*”, J. Mater. Sci. Lett., **4**, 385–388, 1985.
- [31] Rocher, J. P., Quinisset, J. M. ve Naslain, “*A new casting process for carbon (or SiC-based) fibre-aluminium matrix low-cost composite materials*”, J. Mater. Sci. Lett., **4**, 1527–1529, 1985.
- [32] Banerji, A., Rohatgi, P. K. ve Reif, W., “*Role of wettability in the preparation of metal matrix composites*”, Metallurgy, **38**, 656, 1984.
- [33] Rohatgi, P. K., Asthana, R. ve Das, S., “*Solidification, structures, and properties of cast metal–ceramic particle composites*”, Int. Met. Rev., **31**, 115–139, 1986.
- [34] Krishnan, B. P., Surappa, M. K. ve Rohatgi, P. K., “*UPAL process: a direct method for producing cast aluminum alloy graphite composites*”, J. Mater. Sci., **16**, 1209–1216, 1981.
- [35] Pai, B. C., Satyanarayana, K. G. ve Robi, P. S., “*Effect of chemical and ultrasound treatment on the tensile properties of carbon fibres*”, J. Mater. Sci. Lett., **11**, 779–781, 1992.
- [36] Y. G. Gogotsi, “*Particulate silicon nitride-based composites*”, J. Mater. Sci., **29**, 2541–2556, 1994.
- [37] Arslan, G. ve Kalemantas, A., “*Processing of silicon carbide–boron carbide aluminium composites*”, Journal of the European Ceramic Society, **29**, 473–480, 2009.
- [38] Anonim, <http://www.ebsd.com>
- [39] Humphreys, F.J., Bate, P.S. ve Hurley, P.J., “*Microtexture Determination and its Applications*”, J. Microscopy, **2**, 138, 2003.

- [40] Klimek, L. ve Pietrzyk, B., “*Electron backscatter diffraction as a useful method for alloys microstructure characterization*”, Journal of Alloys and Compounds, **382**, 17-23, 2004.
- [41] Humphreys, F. J., “*Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD)*”, Scripta Materialia, **51**, 771-776, 2004.
- [42] Schwartz, A. J. ve Kumar, M., “*Electron Backscattered Diffraction in Materials Science*”, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 2000.
- [43] Chen, L., Lengauer, W. ve Dreyer, K., “*Advances in modern nitrogen containing hardmetals and cermets*”, Int. J. of Refractory Metals and Hard Materials, **18**, 153–161, 2000.
- [44] Andre'n, H.O., “*Microstructures of cemented carbides*”, Mater. Design., **22**, 491–498, 2001.
- [45] Wollein, B., Bohn, M. ve Lengauer, W., “*X-ray mapping of microstructures in hardmetals and cermets*”, Surf. Interface Anal., **34**, 343–345, 2002.
- [46] Lengauer, W., “*Diffusional control of the near-surface microstructure in functional gradient hardmetals*”, Mat-wiss Werkstofftech, **36**, 460–466, 2005.
- [47] Östberg, G. ve Andre'n, H.O., “*Microstructure changes during wear by plastic deformation of cemented carbide and cermet cutting inserts*”, Metal Mater. Trans. A., **37**, 1495–1506, 2006.
- [48] Roebuck, B. ve Gee, M.G., “*TiC and Ti(C,N) cermet microstructures*”, Proceedings of the 12th international Plansee seminar, **2**, 1–29, Innsbruck: Tyrolia, 1989.
- [49] Zackrisson, J. ve Larsson A., “*Energy-filtered transmission electron microscopy in hard materials research*”, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, **19**, 275–284, 2001.
- [50] Houska, C.R., “*X-ray diffraction from a binary diffusion zone*”, J. Appl. Phys., **41**, 69–75, 1970.
- [51] Tenney, D.R., Carpentier, J.A. ve Houska, C.R., “*X-ray diffraction technique for investigation of small diffusion zones*”, J. Appl. Phys., **41**, 4485–4492, 1970.

- [52] Rafaja, D., Dopita, M., Masimov, M., Klemm, V., Wendt, N. ve Lengauer W., “*Analysis of local composition gradients in the hard-phase grains of cermets using a combination of X-ray diffraction and electron microscopy*”, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, **26**, 263-275, 2008.
- [53] Gee, M., Mingard, K. ve Roebuck, B., “*Application of EBSD to the evaluation of plastic deformation in the mechanical testing of WC/Co hardmetal*”, Int. J. of Refractory Metals and Hard Materials, **27**, 300-312, 2009.
- [54] Ünal, D., “*Karbon Nanotüp Üretimi İçin Kullanılan Demir Katkılı Alüminada Tane Yönlenme Miktarının Belirlenmesi*”, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İleri Teknolojiler Anabilim Dalı- Nanoteknoloji, 2009.
- [55] Kral, M. V., McIntyre, H. R. ve Smillie, M. J., “*Identification of intermetallic phases in a eutectic Al–Si casting alloy using electron backscatter diffraction pattern analysis*”, Scripta Materialia, **51**, 215-219, 2004.
- [56] Chen, C.L. ve Thomson, R.C., “*The combined use of EBSD and EDX analyses for the identification of complex intermetallic phases in multicomponent Al–Si piston alloys*”, Journal of Alloys and Compounds, **49**, 293–300, 2010.
- [57] Kalemtaş, A., “*Bazı Oksit Dışı Seramik-Alüminyum Karma Yapıların Basınçsız Emdirme Yöntemiyle Üretimi ve Karakterizasyonu*”, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı, 2009.
- [58] Arslan, G., “*Bor Karbür-Alüminyum Kompozitlerinin Üretimi ve Karakterizasyonu*”, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı, 2001.
- [59] Villars, P. ve Calvert L.D., “*Pearson's handbook of crystallographic data for intermetallic phases*”, ASM International, Materials Park, OH, 1991.
- [60] Kaya, P., “*Bor Karbür- Alüminyum Karma Yapıların Geçirimli Elektron Mikroskobu ile Nitelendirilmesi*”, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu

Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İleri Teknolojiler Anabilim Dalı-
Nanoteknoloji, 2010.