

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**KATODİK ARK PLAZMA İŞLEMİ İLE Al-Cu-Fe ÜÇLÜ BİLEŞİKLERİNİN
ELDE EDİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Seda ARPACI

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Mühendisliği Programı

**Anabilim Dalı :
Programı :**

**Herhangi Mühendislik, Bilim
Herhangi Program**

AĞUSTOS 2014

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**KATODİK ARK PLAZMA İŞLEMİ İLE Al-Cu-Fe ÜÇLÜ BİLEŞİKLERİNİN
ELDE EDİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Seda ARPACI
(506111428)**

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Mühendisliği Programı

AĞUSTOS 2014

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 506111428 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Seda ARPACI**, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “**KATODİK ARK PLAZMA İŞLEMİ İLE Al-Cu-Fe ÜÇLÜ BİLEŞİKLERİNİN ELDE EDİLMESİ**” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Ahmet TOPUZ**
Yıldız Teknik Üniversitesi

Doç. Dr. Kürşat KAZMANLI
İstanbul Teknik Üniversitesi

Teslim Tarihi : **21 Ağustos 2014**
Savunma Tarihi : **26 Ağustos 2014**

Aileme,

ÖNSÖZ

Tez çalışmam boyunca bilgi birikiminden, tecrübelerinden yararlanma imkanı bulduğum değerli hocam Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN'e en derin teşekkürlerimi sunarım.

Tezimin her aşamasında görüş ve önerilerinden yararlanmamı sağlayan Doç. Dr. Kürşat KAZMANLI'ya teşekkür ederim.

Kaplama sistemleri konusunda yardımcı olan, hiçbir zaman yardımını esirgemeyen, lügatında hayır kelimesini bulundurmeyen Erkan KAÇAR'a teşekkür ederim.

Yardımlarından dolayı Uzman Talat ALPAK'a, Sevgin TÜRKEİ'ye, Hasan Hüseyin SEZER'e teşekkürlerimi sunarım. Benden tez süresince desteklerini esirgemeyen laboratuvar arkadaşlarım Nagihan SEZGİN'e, Sinem ERASLAN'a, Münevver UZUN'a, Dilek DEMİROĞLU'na, Pınar YAVUZ'a, Sinan AKKAYA'ya teşekkür ederim. Yardımlarını esirgemeyen Barış YAVAŞ'a ve Mustafa Güven GÖK'e teşekkür ederim.

Her zaman desteğiyle yanımda olan, moral veren Sercan SAYDAM'a, benden yardımlarını esirgemeyen, ne zaman istesem yardımına koşan Ayten Kübra TÜRKMEN'e, kedim Nonnik'e teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca maddi manevi yanımda olan aileme, özellikle ablam Setenay ARPACI'ya sevgilerimi ve teşekkürlerimi sunarım.

Ağustos 2014

Seda Arpacı
(Fizik Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR	xi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİL LİSTESİ.....	xv
ÖZET.....	xvii
SUMMARY	xix
1. GİRİŞ	1
2. KATODİK ARK FBB VE ELEKTRONLARLA ISITMA TEKNİĞİ	3
2.1 Katodik Ark Fiziksel Buhar Biriktirme.....	3
2.2 İyon-Yüzey Etkileşimleri	4
2.2.1 Balistik karışım	5
2.2.2 Isıl odaklar.....	5
2.2.3 Radyasyon destekli difüzyon	6
2.3 Katottan Yayılan Elektronların Kullanımı	6
3. KUAZİKRISTALLER	9
3.1 Kuaziperiyodik Yapılar	10
4. Fe-Al SİSTEMİ	15
5. Al-Cu SİSTEMİ.....	19
5.1 Al-Cu Denge Diyagramının Alüminyumca Zengin Kesimi($0 < \text{at.}\% \text{Cu} < 40$) ...	19
5.2 Al-Cu İkili Denge Diyagramının Orta Kesimi ($40 < \text{at.}\% \text{Cu} < 68$).....	20
5.3 Al-Cu İkili Denge Diyagramının Bakırca Zengin Kesimi ($68 < \text{at.}\% \text{Cu} < 100$) .	21
6. Fe-Cu SİSTEMİ	23
7. ALÜMİNYUM-BAKIR-DEMİR SİSTEMİ VE AlCuFe ESASLI KUAZİKRISTALLER.....	25
7.1 Al-Cu-Fe Faz Diyagramı.....	25
7.2 Al-Cu-Fe Approximant Fazları	29
7.3 Al-Cu-Fe Kuazikristal Filmlerinin Üretim Yöntemleri.....	30
7.3.1 Döküm yoluyla üretim	30
7.3.2 Tek kristal olarak üretme	32
7.3.3 Kaplama yoluyla üretim.....	33
7.4 Al-Cu-Fe Kuazikristallerinin Uygulama Alanları.....	35
8. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	41
8.1 Karakterizasyon Çalışmaları	42
8.1.1 X-ışınları difraktometresi ile faz tayinleri.....	42
8.1.2 Yüzey ve kesit incelemeleri	42
9. DENEYSEL SONUÇLAR.....	43
9.1 Çelik Üzerine Al/Cu Deneyleri	43
9.1.1 Karakterizasyon sonuçları.....	44
9.2 Çelik Üzerine Cu/Al Deneyleri	48
9.2.1 Karakterizasyon sonuçları.....	49
10. SONUÇLAR	57
KAYNAKLAR	59

ÖZGEÇMİŞ.....	65
----------------------	-----------

KISALTMALAR

KA-FBB	: Katodik Ark Fiziksel Buhar Biriktirme
CA-EMIT	: Cathodic Arc Electron Metal Ion Treatment
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	: X-Işınları Difraktometresi
EDS	: Enerji Dağılımlı X-Işınları Spektrometresi
AC	: Alternatif Akım
DC	: Doğru Akım
IQC	: İkozahedral Kuazikristal

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 3.1: Kuazikristal olarak elde edilebilen bazı alaşım türleri	10
Çizelge 4.1: Fe-Al sistemi fazları, kristal yapısı ve kararlı olduğu aralık	16
Çizelge 5.1: Al-Cu ikili sisteminin orta kesiminde yer alan fazlar.....	21
Çizelge 5.2: Al-Cu ikili sisteminin bakırca zengin kesiminde yer alan fazlar	22
Çizelge 9.1: Bakır kaplama/yayındırma parametreleri	44
Çizelge 9.2: KTF-561 numunesinin EDS analizi	46
Çizelge 9.3: KTF-564 numunesinin EDS analizi	47
Çizelge 9.4: KTF-566 numunesinin EDS analizi	48
Çizelge 9.5: Alüminyum kaplama/yayındırma parametreleri	49
Çizelge 9.6: KTF-572 numunesinin EDS analizi	50
Çizelge 9.7: KTF-574 numunesinin EDS analizi	51
Çizelge 9.8: KTF-575 numunesinin EDS analizi	53
Çizelge 9.9: KTF-586 numunesinin EDS analizi	54

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1: Makro partikül oluşumunun şematik gösterimi	3
Şekil 2.2: İyon-yüzey etkileşimleri.....	5
Şekil 2.3: İyon ile yüzeyin balistik etkileşimleri	6
Şekil 2.4: AC bias kullanılması durumunda akım-gerilim karakteristiği.....	7
Şekil 3.1: Al-Mn alaşımasının difraksiyon desenleri. Soldan sağa doğru; 2-katlı, 3- katlı, 5-katlı simetri	9
Şekil 3.2: Kristal örgü ve birim hücre	11
Şekil 3.3: İki boyutlu uzayın farklı çokgenlerle kaplanması	11
Şekil 3.4: Fibonacci dizisi	12
Şekil 3.5: Penrose karoları.....	12
Şekil 3.6: İkozahedral kuazikristal	13
Şekil 4.2: Fe ₂ Al ₅ intermetalik fazının uzantılı yapısı	17
Şekil 5.1: Al-Cu faz diyagramının alüminyumca zengin kısmı	19
Şekil 5.2: Al-Cu faz diyagramının orta kesimi	20
Şekil 5.3: Al-Cu faz diyagramının bakırca zengin kısmı	21
Şekil 7.1: Al-Cu-Fe faz diyagramı 700 °C izotermal kesit.....	25
Şekil 7.2: İkozahedral fazın oluştuğu kompozisyon aralığı, (o) kuazikristal faz.	26
Şekil 7.3: Faudot tarafından ifade edilen Al-Cu-Fe diyagramı	27
Şekil 7.4: 870°C’de izotermal kesit	28
Şekil 7.5: 700°C’de izotermal kesit	28
Şekil 7.6: İkozahedral fazın at.% Al, Cu ve Fe’e göre miktarı.....	29
Şekil 7.7: Al-Cu-Fe-Si 1/1 kübik approximant.....	29
Şekil 7.8: Al-Cu-Fe approximant fazlarının şematik gösterimi	30
Şekil 7.9: Eriyik savurma tekniği	31
Şekil 7.10: Czochralski yöntemi.....	32
Şekil 7.11: Bridgman tekniği şeması	33
Şekil 7.12: (1) Çok tabakalı (2) Eşzamanlı film üretimi şematik gösterimi.....	34
Şekil 7.13: Pişirme takımlarında kullanılan standart malzemeler ile kuazikristallerin sertlik-adhezyon grafiği	36
Şekil 7.14: Kuazikristallerin ve bazı standart malzemelerin ısı iletkenlikleri.....	36
Şekil 7.15: Al esaslı alaşımların SiC kullanıldığında(içi boş nokta) ve i-AlCuFe tozları kullanıldığında(içi dolu nokta) sertlik ve sürtünme katsayısı değerleri.....	37
Şekil 7.16: Geleneksel alüminyum alaşımları ile içerisinde ikozahedral parçacık veya amorf parçacık içeren alüminyum alaşımlarının çekme dayanımı-% uzama grafiği	38
Şekil 7.17: Nanokuazikristal içeren Al esaslı alaşımlar ile içermeyen Al esaslı alaşımların mekaniksek özelliklerinin karşılaştırılması	39
Şekil 9.1: Al _{77,2} Fe _{22,8} ve Al _{42,5} Cu _{57,5} arasındaki izoplek	43

Şekil 9.2: Çelik üzerine 60 dk, 70 A katot akımı ile 750°C’de Al yayındırılan KTF-560 numunesinin XRD deseni.....	44
Şekil 9.3: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 700°C’de Cu yayındırılan KTF-561 numunesinin XRD deseni	45
Şekil 9.4: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 700°C’de Cu yayındırılan KTF-561 numunesinin SEM görüntüsü.....	45
Şekil 9.5: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 1000°C’de Cu yayındırılan KTF-564 numunesinin XRD deseni	46
Şekil 9.6: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 1000°C’de Cu yayındırılan KTF-564 numunesinin SEM görüntüsü.....	47
Şekil 9.7: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 1200°C’de Cu yayındırılan KTF-566 numunesinin XRD deseni	47
Şekil 9.8: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 1200°C’de Cu yayındırılan KTF-566 numunesinin SEM görüntüsü.....	48
Şekil 9.9: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 500°C’de Al yayındırılan KTF-572 numunesinin XRD deseni.....	49
Şekil 9.10: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 600°C’de Al yayındırılan KTF-574 numunesinin XRD deseni.....	51
Şekil 9.11: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 600°C’de Al yayındırılan KTF-574 numunesinin SEM görüntüsü	51
Şekil 9.12: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 700°C’de Al yayındırılan KTF-575 numunesinin XRD deseni.....	52
Şekil 9.13: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 700°C’de Al yayındırılan KTF-575 numunesinin SEM görüntüsü	53
Şekil 9.14: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 800°C’de Al yayındırılan KTF-586 numunesinin XRD deseni.....	54
Şekil 9.15: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 800°C’de Al yayındırılan KTF-586 numunesinin SEM görüntüsü	54
Şekil 9.16: KTF-572-574-575-586 numunelerinin XRD analizi.....	55

KATODİK ARK PLAZMA İŞLEMİ İLE Al-Cu-Fe ÜÇLÜ BİLEŞİKLERİNİN ELDE EDİLMESİ

ÖZET

Al-Cu-Fe kuazikristalleri sertlik, yüksek aşınma direnci, düşük elektrik iletkenliği gibi pek çok özelliğe sahiptir. Genellikle kitlesel ve tek kristal olarak üretilmekle beraber yüzeylerde kaplama olarak üretilmesine yönelik çalışmalar çok eskiye dayanmamaktadır. Bu malzemelerin yüzeylerde kaplama yolu ile üretilmesinin sağlanması bu malzemelerin en önemli dezavantajı olan kırılganlıkları nedeni ile sınırlı olan kullanımlarını genişletme potansiyeline sahiptir. Bu çalışma kapsamında Al-Cu-Fe kuazikristalinin ve bileşiklerinin katodik ark fiziksel buhar biriktirme temelli bir yöntemle kalın film olarak üretilmesi amaçlanmıştır. Yöntem geleneksel KA-FBB yöntemlerinden farklı olarak doğru akım (DC) hızlandırma gerilimi yerine alternatif akım (AC) hızlandırma gerilimi (bias) kullanılarak bu gerilimin negatif değerlerinde kaplama, pozitif değerlerinde ise elektronlarla ısıtılan yüzeyde hızlı ve kontrollü yayınma sağlanması ilkesine dayanmaktadır. Yöntemin geçerliliği daha önce grubumuzda gerçekleştirilen Cu-Al, Nb-Ti, Ti-Al ikili sistemlerinde başarı ile ortaya konmuş ve taban malzeme katodik ark yöntemi ile buharlaştırılarak yüzeye kaplanan metal ile hızlı ve kontrollü bir şekilde alaşımlandırılmıştır. Bu çalışmada ise daha önceki sistemlerden farklı olarak üçlü bir sistem (Fe-Cu-Al) kullanılarak Al-Cu-Fe kuazikristallerin üretilmesi amaçlanmıştır. Taban olarak kullanılan çelik malzeme ile üzerine kaplanan bakır veya alüminyum katodik ark alüminyum veya bakır plazması kullanılarak AC hızlandırma gerilimi yardımı ile alaşımlandırılmıştır. Bu çalışma kapsamında daha önce Al-Cu-Fe kuazikristalleri kaplama yolu ile üretmeye yönelik çalışmalardan farklı olarak, kullanılan çelik malzemenin kuazikristal yapısı için gerekli olan demir kaynağı olarak kullanılması planlanmıştır.

Çalışmanın ilk bölümünde çelik altlık üzerine 750°C sıcaklıkta 60 dk boyunca, 70A katot akımıyla, AC hızlandırma gerilimi uygulanarak Al biriktirilmiş, ve yüzeyde üç katlı ve Fe₂Al₅, FeAl₃ ve metalik Al fazlarından oluşan alaşım katmanı elde edilmiştir. Daha sonra bu numunelerin üzerine farklı sıcaklıklarda bu kez katot malzeme olarak bakır kullanılarak AC gerilim altında bakırın bu yapıya yayındırılmasına çalışılmıştır. Bu süreçlerde taban malzemenin sıcaklıkları numuneye uygulanan AC hızlandırma gerilimi büyüklüğü değiştirilerek kontrollü bir şekilde ayarlanabilmiştir. XRD, SEM ve EDS analizleri sonuçlarına göre 500°C’de AC bias uygulanarak, 20 dk süreyle Cu yayındırılan çalışmalarda yüzeyde Al-Cu-Fe üçlü ve ikili fazlarını içeren analizi zor bir difüzyon bölgesi oluşmuştur. Bu bölgenin altında alüminyumca zengin Fe-Al fazlarını içeren difüzyon bölgesi yer alırken Cu’n içeriye yayınmadığı görülmüştür. İçeriye yayınan Cu miktarını artırmak için sıcaklığın 1000°C’ye çıkmasıyla yüzeyde bakırca zengin bir difüzyon bölgesi oluşmuş, bakırın yayınması artmış fakat yine çeliğe yakın bölgede oluşan alüminyumca zengin Fe-Al intermetalikleri tarafından engellenmiştir. Fe₂Al₅ intermetalik fazının ergime sıcaklığının üzerine çıkılmasıyla(1200°C) bakırın içeriye yayınması bir miktar artmış fakat bu sıcaklık aynı zamanda demirin yüzeye doğru yayınmasını da artırmış ve FeAl fazı oluşmuştur.

Çalışmanın ikinci kısmı çelik altlık üzerine önce bakırın, daha sonra alüminyumun kaplandığı/yayındırıldığı çalışmalardan oluşmaktadır. İstenilen kompozisyonu elde etmek için 7:2 (Al:Cu) kalınlık oranına göre kaplamaların yapıldığı literatür çalışmalarından faydalanılmış, 20 dk süreyle DC bias uygulanarak altlık üzerine Cu kaplanarak, daha sonra bu numunelerin üzerine 500, 600, 700 ve 800°C sıcaklıklarda 70 dk boyunca, AC bias uygulanarak Al yayındırılmıştır. XRD, SEM ve EDS analizlerine göre 500°C sıcaklıkta θ -Al₂Cu, Al ve düşük yoğunlukta ω -Al₇Cu₂Fe piklerine rastlanmıştır. 4 farklı difüzyon bölgesinin olduğu numunelerde yüzeye yakın bölgede Al, onun altında sırasıyla alüminyumca zengin Al-Cu fazlarını içeren difüzyon bölgesi, oldukça dar Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren difüzyon bölgesi, altlığa yakın bölgede ise alüminyumca zengin λ -Al₁₃Fe₄ fazını içeren bölge yer almaktadır. Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren difüzyon bölgesinin kalınlığı 2,25 mikron olup, toplam kalınlık 16,7 mikrondur.

Sıcaklık 600°C'ye çıktığında Al pikleri kaybolmuş, θ -Al₂Cu fazının piklerinin şiddetleri azalırken ω -Al₇Cu₂Fe piklerinin şiddetleri ve yoğunluğu artmıştır. Bunun yanı sıra XRD paterninde ikozahedral faz pikleri görülmeye başlanmıştır. 4 difüzyon bölgesinin olduğu sıcaklıkta yüzeyde alüminyumca zengin Al-Cu fazlarını içeren difüzyon bölgesi oluşmuştur. Sıcaklığın artmasıyla Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren difüzyon bölgesi ve altlığa yakın olan bölgede alüminyumca zengin Al-Fe fazlarını içeren difüzyon bölgesi genişlemiştir. Bu sıcaklıkta altlığa yakın olan bölgede Fe₂Al₅ fazı, onun üst bölgesinde ise oldukça ince λ -Al₁₃Fe₄ fazı oluşmuştur. Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren difüzyon bölgesinin kalınlığı 12,75 mikron iken, toplam difüzyon bölgesi kalınlığı 29,25 mikrondur.

700°C sıcaklıkta θ -Al₂Cu fazı kaybolmuş, ω -Al₇Cu₂Fe piklerinin şiddeti artmış, ikozahedral faz piklerinin şiddetlerinde ise artış gözlenmiştir. Bu sıcaklıkta yine 4 farklı difüzyon bölgesi oluşmuş, sıcaklığın 700°C'ye çıkmasıyla λ -Al₁₃Fe₄ difüzyon bölgesi genişlerken, Fe₂Al₅ faz bölgesi daralmıştır. Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren difüzyon bölgesinde daralma gözlenmiştir. Al-Cu-Fe fazlarını içeren difüzyon bölgesi kalınlığı 9,76 mikron, toplam difüzyon bölgesi kalınlığı ise 23,27 mikrondur. Sıcaklığın 800°C'ye çıktığı numunelerde ise şiddeti ve yoğunluğu artan ikozahedral faz piklerinin yanında ω -Al₇Cu₂Fe, λ -Al₁₃Fe₄ ve Fe₂Al₅ piklerine rastlanmıştır. Bu sıcaklıkta yüzeyde Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren difüzyon bölgesi, λ -Al₁₃Fe₄ faz bölgesi ve altlığa yakın bölgede Fe₂Al₅ fazını içeren bölge olmak üzere 3 farklı difüzyon bölgesi oluşmuştur. Yüzeye yakın bölgede oluşan Al-Cu-Fe 3'lü faz bölgesinin genişliği daralırken, λ -Al₁₃Fe₄ fazını içeren difüzyon bölgesinin 600 ve 700°C ile kıyaslandığında oldukça genişlediği görülmüştür. Bu sıcaklıkta Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren difüzyon bölgesinin kalınlığı 5,19 mikron iken, toplam difüzyon bölgesi kalınlığı 25,19 mikrondur.

Al-Cu-Fe kuazikristal yapıyı oluşturmak için uygulanan bu yöntem alternatif bir üretim yöntemi olma potansiyeline sahiptir. Bu yöntem yardımı ile ek bir ısıl işleme gerek duymaksızın kuazikristal yapılar içeren yüzey filmleri elde edilebilmektedir.

PRODUCTION OF TERNARY Al-Cu-Fe COMPOUNDS WITH CATHODIC ARC PLASMA TREATMENT

SUMMARY

Quasicrystal materials are a new form of matter which are structurally different from crystalline and amorphous materials. These structures possess a new type of noncrystallographic orientational order and long-range translational order. They have 5, 8, 10 and 12-fold symmetries forbidden for crystals. This structural difference also effects the chemical, mechanical and physical properties of these materials. Their electrical conductivity is lower than metals, thus they have low thermal conductivity, and they are hard and brittle. One of the most widely studied quasicrystalline materials is the ternary compound of Al-Cu-Fe. Their structural stability, non-toxicity, easy availability and low cost make them more attractive among other quasicrystalline material systems. The potential applications of these material are thermal barrier, low friction and wear resistant coatings, catalysts, solar absorbers etc.

Al-Cu-Fe system is very complex and the formation of Al-Cu-Fe icosahedral phase is temperature and composition dependent. A single icosahedral phase is obtainable if $\text{Al}_{61,75-64}\text{Cu}_{24-24,5}\text{Fe}_{12-12,75}$ composition is satisfied. This compound is formed by a peritectic reaction between AlFe_3 and the liquid at 745°C , between $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\beta\text{-AlFe(Cu)}$ and liquid at 860°C , between $\lambda\text{-Al}_3\text{Fe}$ and liquid at 820°C . Obtaining single icosahedral phase is difficult, because quasicrystals exist in complex intermetallic alloy system, they possess narrow stability ranges and numerous phases in close compositional area. Thus, this phase is generally obtained in equilibrium with other crystalline phases like $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, $\beta\text{-Al(Cu,Fe)}$, $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\phi\text{-Al}_{10}\text{Cu}_{10}\text{Fe}$ and $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ or should be kept metastable by quenching.

Quasicrystals can be formed through various processes and techniques like mechanical alloying, rapid solidification, crystallization of melt-quenched amorphous ribbons etc. Bulk and single crystal icosahedral phase have been studied extensively but studies related to the production of them as films are relatively new. The production of quasicrystals as coating on a tough substrate is expected to extend their applications by overcoming the inherent brittleness problem.

In this thesis, we aim to produce quasicrystalline Al-Cu-Fe films using a new method, namely, cathodic arc, electron metal ion treatment (CA-EMIT). In this method instead of DC bias, AC bias is applied to the substrate contrary to conventional CA-PVD systems. During cathodic arc discharges, due to the high power density the metal plasma is fully ionized and it often contains multiply charged ions. With this method substrate is coated in negative region of AC voltage by metal ions and heated by electrons in the positive cycle that ensure the diffusion between substrate and coating. The magnitude of AC bias voltage is tuned for achieving the required substrate temperature. This method has been developed and corroborated in the previous studies conducted on Ni-Al, Ti-Al and Nb-Ti systems within our group.

For the production of quasicrystals low carbon steel plates have been used as substrates, the required iron content of the quasicrystal is expected to be supplied from the steel substrate. Other elements of the quasicrystal are deposited on the steel by standard cathodic –arc PVD method. Depending on the route followed either aluminium is deposited on the surface by utilizing AC bias and forming Al-Fe intermetallic and then copper is deposited in similar manner or copper is first deposited and during aluminium coating interdiffusion is achieved by the help of AC bias applied to the substrate.

Prior to coating-diffusion process, surfaces of the steel substrates are mechanically grinded than degreased in alcohol and acetone prior to insertion into the CA-PVD system.

Characterization studies have been conducted for the investigation of the structure and properties of Al-Cu-Fe films. For the determination of structural properties, XRD method is used. XRD was performed with Philips PW-3710 x-ray diffraction equipment with Cu-K α radiation at 40 kV and 40mA. Surface and cross sections of the samples are analysed with Jeol 5410 scanning electron microscope (SEM) equipped with an energy dispersive x-ray spectrometer (EDS).

In the first part of the study, Al deposited on steel substrate at 750°C using AC bias, and a three-layered structure composed of Al, λ -Al₁₃Fe₄ and Fe₂Al₅ phases were obtained. Then Cu deposited on this samples at various temperatures. According to XRD, SEM and EDS analysis, in the experiments conducted at 700°C, two diffusion layers formed: Al-Fe binary phases were near the substrate, Al-Cu-Fe ternary and binary Cu-Al phases were near the surface. At this temperature, copper atoms didn't diffuse deeply because of Fe₂Al₅ intermetallic phase. When the temperature was increased to 1000°C, the surfaces of samples consisted of Cu-rich binary Al-Cu phases and ternary Al-Cu-Fe which couldn't be simply analysed. Fe₂Al₅ intermetallic phase formed near the substrate restrained the diffusion of copper. When the temperature exceeded the melting point of this intermetallic phase (1200°C), the diffusion rate of Cu increased; however, at this temperature, the diffusion rate of Fe also increased as well and FeAl phase formed.

In the second part of the study, at first Cu deposited on substrate applying DC bias and then Al deposited applying AC bias at different temperatures such as 500, 600, 700 and 800°C. In order to obtain the intended composition, duration of copper and aluminium deposition were set with a ratio of 7:2. At 500°C, θ -Al₂Cu, Al and ω -Al₇Cu₂Fe phases were obtained. Top layer consisted of almost pure aluminium, under which a layer that contains Al-rich Al-Cu phases was present. Below this layer a thin diffusion region that includes Al-Cu-Fe ternary phases took part respectively. Near the substrate the region Al-rich λ -Al₁₃Fe₄ phase was formed. The total thickness of the diffusion layer was 16,7 micron. The thickness of ternary alloy layer was measured as 2,25 micron.

When the treatment temperature was increased to 600°C, Al peaks disappeared, the intensities of θ -Al₂Cu phase decreased, the intensities of ω -Al₇Cu₂Fe increased on the XRD patterns. On the other hand some indications of icosahedral phases were started to be observed in the XRD patterns. SEM cross sectional investigations revealed the presences of four diffusion regions. The top layer consisted of Al-rich Al-Cu phases. Below this region Al-Cu-Fe ternary phases and near the substrate the region which contains Al-rich Al-Fe phases were present that consisted of thinner λ -Al₁₃Fe₄ and

thicker Fe_2Al_5 . The total thickness of the diffusion layer was 29,25 micron. The thickness of ternary alloy layer was measured as 12,75 micron.

After treatment at 700°C , $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ phase totally disappeared and the intensities of $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ and icosahedral phase increased in the XRD patterns. SEM cross sectional investigations also revealed the presences of four diffusion regions for theses samples. With the increasing of temperature to 700°C , $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ diffusion region expanded, Fe_2Al_5 and Al-Cu-Fe diffusion region tightened. The total thickness of the diffusion layer was 23,27 micron. The thickness of ternary alloy layer was measured as 9,76 micron.

When the treatment temperature was increased to 800°C , only $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ and Fe_2Al_5 with icosahedral phase were detected in the XRD patterns. The intensities of isocohedral and ternary phases increased after this treatment. SEM investigations revealed the presence of three different diffusion layers; Al-Cu-Fe ternary phases at top, Fe_2Al_5 phase at bottom and $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ phase between them. The thickness of the ternary alloy layer was lower than the one obtained at 700°C . The total thickness of the diffusion layer was 25,19 micron. The thickness of ternary alloy layer was measured as 5,19 micron

The results of this revealed the possibility of production of ternary Al-Cu-Fe compounds by the CA-EMIT process. By further tuning of deposition and treatment temperature, layers with higher contents of icosahedral phases can be obtained.

1. GİRİŞ

Kuazikristal yapılar 1984 yılında Al-Mn alaşımı üzerinde çalışan Shechtman ve arkadaşlarının keşfiyle beraber [1] üzerinde çok çalışılan intermetalik bileşiklerden biri haline gelmiştir. Kuazikristalleri, diğer kristalin yapılardan bu kadar ayrıcalıklı kılan özellikleri sahip olduğu kendine has atomik yapıdır. Belirli bir kristal yapısı olmayan amorf malzemelere baktığımız zaman uzun mesafe periyodikliği göstermediğini görürüz. Bunun yanında kristal malzemelerde amorf malzemelerden farklı olarak malzemenin tüm yapısında periyodiklik hakimdir. Kristal yapılar 1-, 2-, 3-, 4- ve 6- katlı dönme simetrisi eksenlerine sahiptir. Amorf yapılardan ve kristal yapılardan farklı olarak kuazikristal yapılar 5-katlı(ikozahedral), 8-katlı(dekagonal), 10-katlı(oktagonal) ve 12-katlı(dodekagonal) simetri eksenlerine sahiptir [2]. Kristalin malzemeler kadar periyodik bir yapıya sahip olmayan kuazikristaller amorf malzemeler ile kristal malzemeler arasında yer almaktadır. Bu nitelikleri nedeni ile pek çok araştırmacının ilgisini çekmiştir.

Kuazikristaller sahip oldukları kendine has atomik yapıları nedeni ile metallere kıyaslanırsa oldukça serttirler. Al-Cu-Fe kuazikristal yapının sertliği 800-1000 Vickers civarındadır [2,3].

Kuazikristaller düşük ısı iletkenliğine sahiptir. Alüminyum 202W/mK, bakır 387 W/mK ve düşük karbonlu çelik 50 W/mK ısı iletkenliğine sahipken, Al-Cu-Fe kuazikristallerinin ısı iletkenliği değeri 1.3 W/mK'dir [4,50].

Bunların dışında kuazikristaller düşük sürtünme katsayısı, yüksek elektrik direnci, korozyon direnci gibi mühendislik açısından önemli özelliklere sahiptirler.

Kuazikristal yapılar içerisinde üzerinde en çok çalışılan yapı Al-Cu-Fe yapısıdır. Bu malzemeler, değişik endüstriyel uygulamalarda halen kullanılmakta, yeni kullanım alanlarına yönelik araştırmalar da devam etmektedir.

Kuazikristaller ile ilgili ilk uygulama yemek pişirme kaplarının kaplanmasıdır. Al-Cu-Fe ikozahedral yapının yüzey enerjisi 28mJ/m² olup teflona çok yakındır [5,6]. İlk olarak Fransız firması Sitram tarafından denenilen uygulama [7] tuzun kuazikristal

yapıyı dađlaması nedeniyle devam ettirilmemiřtir. Bunun dıřında potansiyel önemli bir kullanım alanı solar sođruculardır. Yapılan alıřmalar kuazikristallerin yüksek solar sođurma ve düşük yayınım gösterdiğini ortaya koymuřtur. Optik özelliklerinin yanısıra yüksek sıcaklıklarda kararlı olmaları sođurucu olarak kullanılmalarının nedenlerindendir. Son zamanlarda Al-Cu-Fe kuazikristaller asetabuler protezlerde aşınma direncini artırmak için kullanılmaya başlanmıřtır. Yüksek sıcaklıklarda kararlı olan kuazikristaller katalizör uygulamalarında gelecek vaat etmektedir. Al-Cu-Fe ise fiyat açısından uygun olmasının yanında iyi bir katalizör özelliđi göstermektedir. Sıcaklıđa bađlı olan elektrik iletkenliğinden dolayı Al-Cu-Fe ikozahedral alařımlar termometre yada ısı akıř dedektörü olarak da kullanılabilme potansiyeline sahiptir. Ayrıca, yüksek sertliğe ve düşük sürtünme katsayısına sahip olmaları nedeni ile motor uygulamalarında piston kaplama ve silindir gömleđi olarak kullanılabilme potansiyelleri de vardır [2].

Deđiřik yöntemler kullanılarak genellikle kitlesel ve tek kristal olarak üretilen kuazikristallerin ince film olarak üretilmesi alıřmaları ok eski deđildir. İnce film olarak üretilen yapılar ya tek kaynaktan, yada eşzamanlı olarak birikme yoluyla elde edilmektedir.

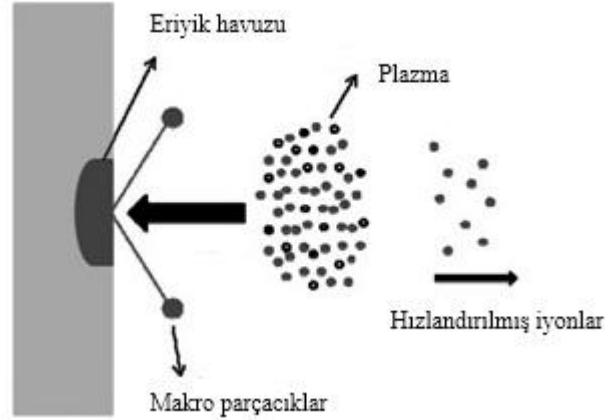
Bu alıřmada Al-Cu-Fe kuazikristallerinin grubumuzda daha önce geliştirilen modifiye edilmiř katodik ark plazma yöntemi kullanılarak üretilmesi amaçlanmıřtır. Daha önceki alıřmalardan farklı olarak kullanılan elik malzemenin kuazikristal yapısı için gerekli olan demir kaynađı olarak kullanılması planlanmıřtır. Kuazikristali oluřturan diđer alařım elementleri, Cu ve Al, kaplama yolu ile elik malzeme üzerine biriktirilirken eş zamanlı olarak elektron demeti ile ısıtılan elik tabanla yayınma yolu ile etkileřime girerek istenilen bileřimde Al-Cu-Fe kuazikristallerin üretilmesi hedeflenmiřtir.

2. KATODİK ARK FBB VE ELEKTRONLARLA ISITMA TEKNİĞİ

Katodik ark eski fakat endüstride hala önemli bir yere sahip olan fiziksel buhar biriktirme yöntemidir. İlk olarak 1987 yılında Wright tarafından kullanılmıştır. 20. Yüzyılın ikinci yarısında Sovyetler Birliği mühendisleri tarafından metal film kaplaması yapılmıştır. O zamandan sonra katodik ark ile üretim hız kazanmış ve ince filmlerin üretiminden, nano yapıların üretimine pek çok uygulamada yerini almıştır.

2.1 Katodik Ark Fiziksel Buhar Biriktirme

Katodik ark yönteminde hedef malzeme ark ile buharlaştırılır ve iyonize olur. Hedef malzeme katot, kaplanacak malzeme ise anot olarak yerleştirilir. Düşük akım, yüksek voltaj ile katot üzerinde ark meydana getirilir. Ark spotu küçüktür (10^{-8} - 10^{-10} m), akım yoğunluğu oldukça yüksek (10^6 - 10^{12} A/m²) ve katot yüzeyindeki dolaşım hızı oldukça fazladır (10^2 m/s²). Katodun kompozisyonu, gaz basıncı, manyetik alanın uygulanma şekli ark spotu hızını etkileyen faktörlerdendir [8].



Şekil 2.1: Makro partikül oluşumunun şematik gösterimi [9].

Arkın meydana geldiği noktalarda sıcaklık yaklaşık 2500°C'ye kadar ulaşır, böylece bu noktalarda ergime ve buharlaşma meydana gelir. Ark katot üzerinde sürekli yer değiştirir ve katodun homojen olarak buharlaşması sağlanır. Ayrıca katı veya ergimiş parçalar katot yüzeyinden kopar. Buhar fazı katot önünde çarpışmalar sonucu iyonize olur ve iyonlar hızla kaplanacak yüzeye taşınır.

Endüstride yaygın olarak DC katodik ark kullanılmaktadır. Bu sistemler yüksek birikme hızına sahiptir ve ucuzdur. Uygulanan ark akımı 40 ile 150 A arasındadır. 150 A'den fazla akım uygulanabilir fakat bu durumda hedef malzemeyi ve altlığı soğutmada güçlüklerle karşılaşılır.

DC ark kaynakları rastgele ve yönlendirilmiş olmak üzere 2'ye ayrılır. Rastgele ark yönteminde katot arkasına yerleştirilen sabit manyetik alanlar sayesinde ark katot yüzeyinde rastgele dolaşır. Yönlendirilmiş ark yönteminde katot arkasına değişen manyetik alanlar uygulanır, böylece katot yüzeyinde oluşan ark hareketi bu manyetik alan ile kontrol edilir. Rastgele arka göre daha az makro partikül oluşur .

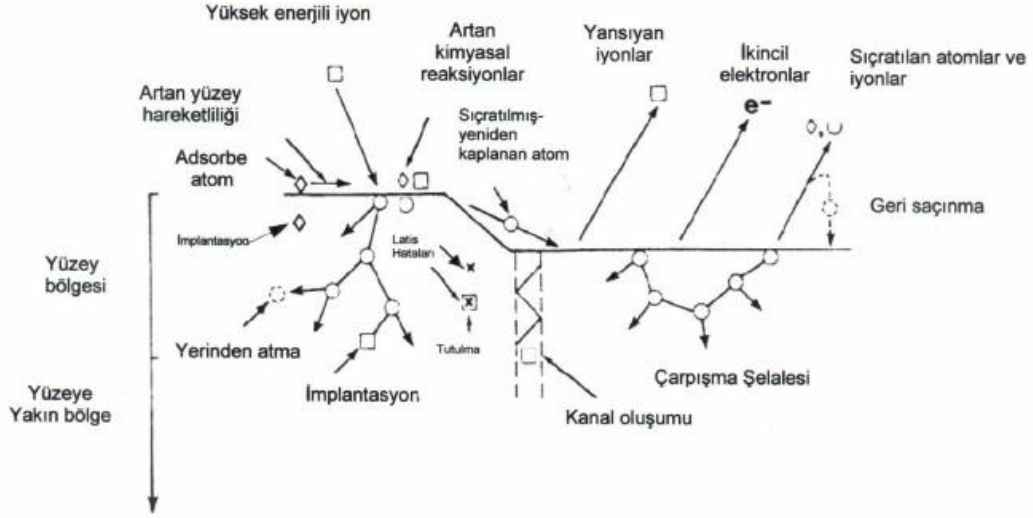
Bir diğer katodik ark yöntemi darbeli (pulsed) katodik arktır. Bu yöntemde ark kesikli olarak meydana gelir. Yüksek akımların uygulanmasına olanak sağlar. Altlık daha az ısınır ve DC katodik arka kıyaslanırsa yüksek birikme hızına sahiptir. Sıcaklıktan etkilenen malzemelerin kaplamasında kullanılabilir [10].

Katodik ark FBB sisteminin pek çok avantajı bulunmaktadır. Katot malzemesinin uzun süre kullanılabilmesi, uygun altlık seçimiyle kaplamanın yapışabilirliğinin iyi olması, ucuz olması, katotun katı fazdan buhar faza direk geçebilmesi, birikme hızının fazla olması avantajlarından bazılarıdır. En önemli dezavantajı ise droplet oluşumudur. Mikrodropletlerin boyutu katot malzemesinin seçiminden, sistemin ayarlarından etkilenmektedir. Bu dropletler film kalitesini büyük oranda bozmaktadır [11]. Bu sorunu çözmek için arkın dolaştığı yerlerin manyetik alanla yönlendirilmesi ve manyetik filtre uygulamaları olmuştur. Fakat kullanılan bu filmler film birikme hızını önemli ölçüde düşürmektedir [12].

2.2 İyon-Yüzey Etkileşimleri

1963'te Mattox tarafından tanıtılan iyon kaplama altlığın enerjiye sahip parçacıklarla kaplama süresince bombardıman edilmesi olarak tanımlanır. Altlığa uygulanan negatif voltaj iyonize plazma yaratır ve iyonları altlığa doğru hızlandırır.

Yüzeye gelen bu iyonlar çeşitli etkileşimlere yol açar. Bombardımandan sonra gelen bu iyonlar geri saçılabilir, yüzey atomlarını sıçratabilir, yüzey hasarlarına, yüzeyde boşluk hatası gibi değişikliklere yol açabilir [8].



Şekil 2.2: İyon-yüzey etkileşimleri [13].

2.2.1 Balistik karışım

Enerjiye sahip olan iyonlar katı içerisine nüfuz ederken kinetik enerjilerinin bir kısmını hedef atomlarına çarparak transfer eder (birincil çarpışma). Bu atomlar diğer atomlara çarpar ve geri tepilir. Bu işlem süresince hedef atomları kafes pozisyonlarından ayrılabilir ve birkaç kafes pozisyonu öteleyebilir. Balistik karışım, geri tepme ve şelale karışımı olmak üzere 2'ye ayrılabilir.

İyon yüksek enerji ile altlık atomuna çarptığı zaman altlık atomları kafes pozisyonlarını değiştirir. Bu durum geri tepme olarak adlandırılır ve balistik karışımın en basit halidir.

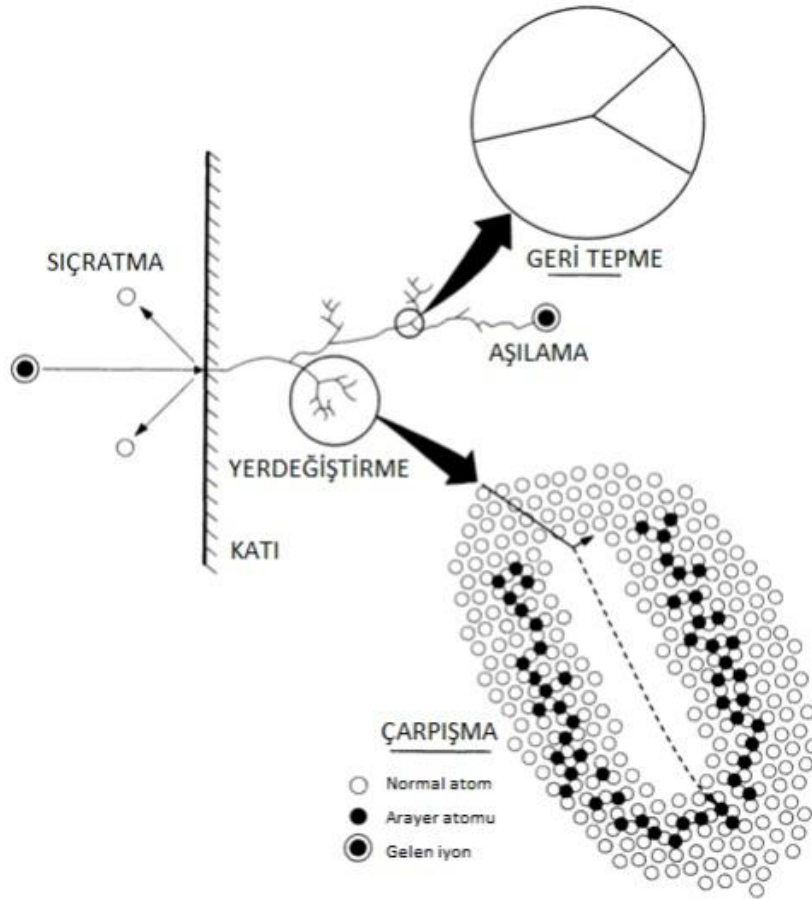
Bir iyon birden fazla atoma çarparak ötelenirse geri tepme karışımından farklı olarak çok sayıda düşük enerjili atom etkileşime girer ve ötelenir. Bu durum şelale karışımı olarak adlandırılır [14].

2.2.2 Isıl odaklar

Şelale karışımı ile altlık içerisinde düzensiz ve çok ısınmış bölgeler olur. Yüzeyde bölgesel olarak sıcaklığın artmasını sağlayan bu olay ısı odaklarının oluşması olarak bilinir. Isıl odaklar aynı zamanda aşılama bölgesi altında oluşan geçici ergimeler olarak da tanımlanmaktadır. Bu ergime sonrasında amorf katı yapılar oluşabilir. Isıl odaklar atom numarası 20'nin altında olan sistemlerde görülmemektedir [15].

2.2.3 Radyasyon destekli difüzyon

Yüzeye çarpan iyonlar enerjilerini aktararak altlık malzemenin ısınmasına neden olurlar. Sıcaklığın artışıyla birlikte boşluk ve arayer atomları gibi yapısal hatalar difüzyona uğrayabilir.



Şekil 2.3: İyon ile yüzeyin balistik etkileşimleri [13].

2.3 Katottan Yayılan Elektronların Kullanımı

Katodik ark fiziksel buhar biriktirme yönteminde ark nedeniyle yüksek miktarda elektron emisyonu gerçekleşir. Bu elektronlar uygulanan elektrik ve manyetik alanlarla iyonizasyonu artırmada kullanılabilir.

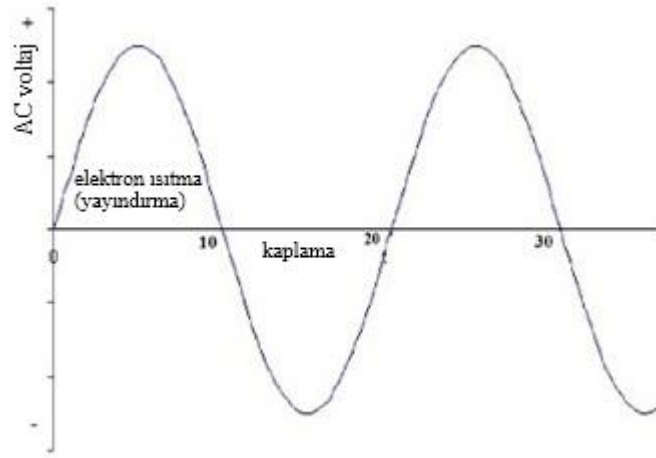
Katodik ark plazmasında kaplama ve iyon bombardımanı ile yayınma daha önce Ti-Al, Al-Cu, Fe-Cr gibi sistemlerde denenmiş ve başarıyla uygulanmıştır [9,13,16,17]. Bu çalışmalarda saniyeler mertebesinde değişen düşük ve yüksek negatif hızlandırma gerilimleri taban malzemeye uygulanarak kaplama ve yayındırma işlemi yapılmıştır. Düşük bias gerilimi uygulandığında biriktirme, yüksek bias uygulandığında ise yayındırma işlemi gerçekleşmiştir. Fakat bu çalışmalarda işlem sırasında sıcaklık sabit

kalmamaktadır. Öncel bu sıcaklık değişimini ortadan kaldırmak amacıyla saniyeler mertebesinde değişen DC gerilim uygulamak yerine, darbeli DC uygulamıştır [18].

Bias gerilimi 0 olduğunda birikme olayı gerçekleşirken, yüksek voltaj (-) konumunda olduğunda ise yayınma olayı gerçekleşmektedir. Yapılan diğer çalışmalardan farkı kaplama ve yayındırma toplam çevriminin 20 ile 200 mikrosaniye gibi çok kısa sürelerde tamamlanması ve bununla birlikte işlem süresince sıcaklığın sabit kalmasıdır.

Kaplama esnasında altlık üzerine biriken filmin yayındırma aşamasında sıçramasından dolayı istenilen kalınlıkta filmler elde edilememiş ve bunun üzerine çalışmanın ilerleyen safhalarında taban malzemeye düşük voltaj alternatif akım verilmiştir. Yapılan bu çalışmayla taban malzemenin sıcaklığının kısa sürede çok yüksek değerlere ulaştığı ve sabit kaldığı gözlemlenmiştir [18].

AC bias uygulandığında negatif bölgede kaplama gerçekleşirken, pozitif bölgede ise katottan yayılan elektronlar ile anot olarak davranan taban malzeme ısıtılmaktadır.

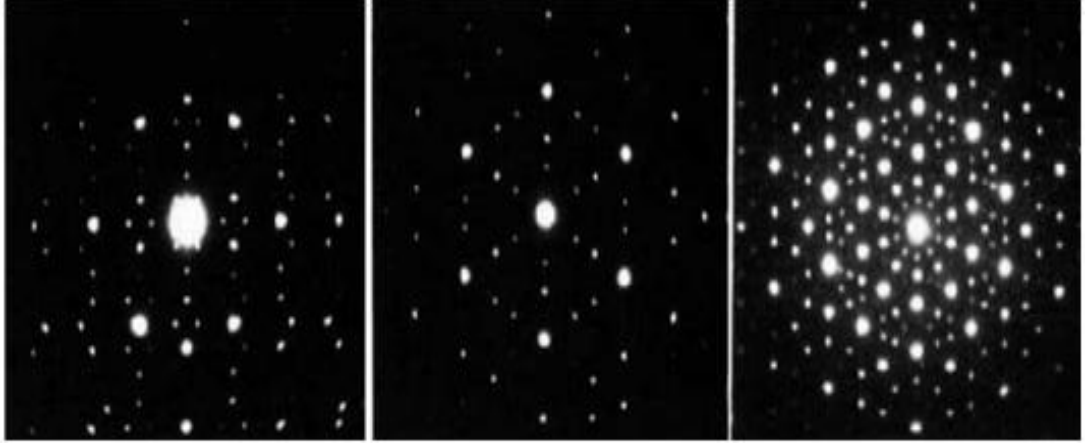


Şekil 2.4: AC bias kullanılması durumunda akım-gerilim karakteristiği [18].

AC bias uygulanarak verimli kaplama ve yayındırma yapılması daha sonra Kaçar tarafından Nb-Ti sisteminde denenmiş ve başarıyla uygulanmıştır [19].

3. KUAZİKİSTALLER

Shechtman, Blech, Gratias ve Cahn'ın 1984'te Al-Mn alaşımı üzerine yaptıkları çalışmayla ortaya çıkan kuazikristal yapılar o zamandan beri pek çok araştırmanın konusu olmuştur [1]. Shechtman ve arkadaşlarının ortaya çıkardığı bu yeni yapı belirli açılardan bakıldığında 2-katlı, 3-katlı ve 5-katlı simetri eksenlerine sahipti. 5-katlı simetrinin görülmesi araştırmacıların ilgisini çekti, çünkü kristal yapılarda böyle bir simetri gözlenmemekteydi.



Şekil 3.1: Al-Mn alaşımının difraksiyon desenleri. Soldan sağa doğru; 2-katlı, 3-katlı, 5-katlı simetri [1].

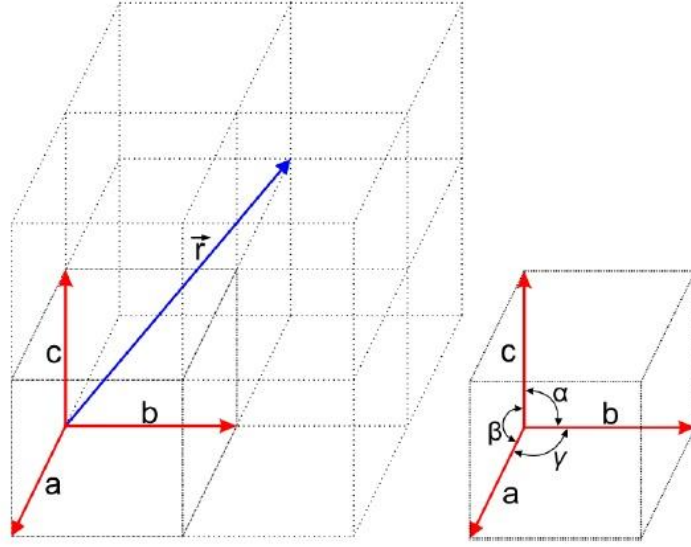
Kristal yapılarda normalde gözlenmeyen 5-katlı simetrinin varlığı araştırmacıların ilgisini çekerek bu konudaki araştırmaları hızlandırmış ve yeni bir malzeme grubu olarak kuazikristaller ortaya çıkmıştır. Al-Mn kuazikristalinin keşfinden sonraki dönüm noktası 1986 yılında dengede kalabilen $\text{Al}_6\text{Li}_3\text{Cu}$ ikozahedral fazının elde edilmesidir [20]. Çalışmalar 1987 yılında Al-Cu-Fe sisteminde kuazikristal yapının keşfi [21] ve 1990 yılında Al-Pd-Mn kuazikristallerinin keşfiyle [22] devam etmiştir. Yapılan çalışmalarda 5-katlı simetrinin dışında, 8-katlı (oktagonal), 10-katlı (dekagonal) ve 12-katlı (dodekagonal) simetri yapıları gözlenmiştir. İkozahedral, oktagonal, dekagonal ve dodekagonal simetriye sahip olan bazı 2'li, 3'lü ve 4'lü sistemler Çizelge 3.1'de verilmiştir.

Çizelge 3.1: Kuazikristal olarak elde edilebilen bazı alaşım türleri [2].

Kuazikristal Yapı	Alaşımlar
İkozaedral	Al-Cu-Fe, Al-Mn, Al-Mn-Si, Al-Mn-Zn, Al-Cu-Ru, Al-Cu-Os, Al-Cr, Al-V-Si, Al-Pd-Ru, Al-Pd-Mn, Al-Pd-Re, Al-Pd-Mg, Al-Li-Cu, Al-Mg-Zn, Al-Rh-Si, Ti-Fe-Si, Ti-Zr-Ni, Mg-Li-Al Mg-Zn-Y
Oktagonal	Ni-Cr-Si, Ni-V-Si, Mn-Si
Dodekagonal	Ni-Cr, Ni-V-Si, Ta-Te, Co-Cu, Al-Co-Fe-Cr
Dekagonal	Al-Mn, Al-Fe, Al-Pd, Al-Pd-Fe, Al-Pd-Ru, Al-Pd-Os, Al-Os, Al-Co-Ni, Al-Cu-Co, Al-Cu-Fe-Co, Al-Cu-Co-Si, Al-Co-Fe-Cr-O, Al-Cr-Si, Al-Ni-Fe, Al-Ni-Rh, Al-Cu-Rh, Zn-Mg-Y, Zn-Mg-Sm, Zn-Mg-Ho

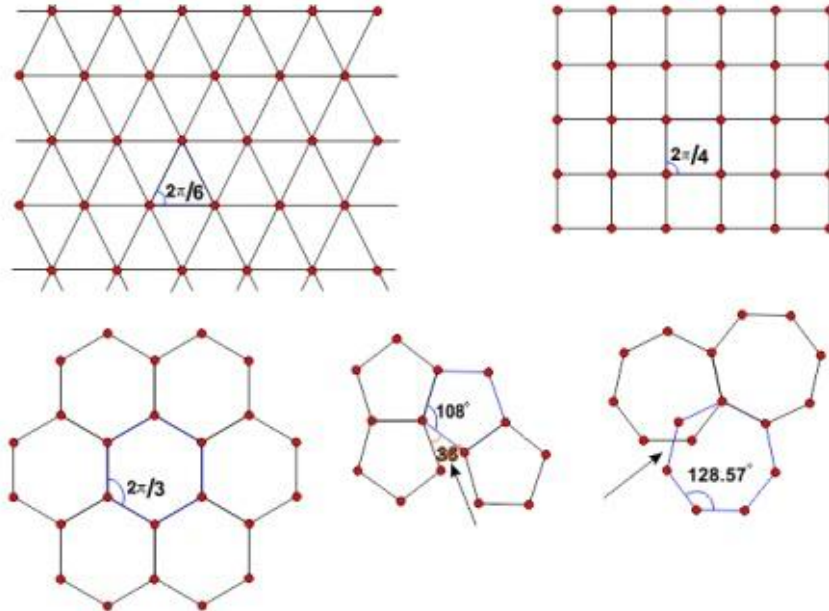
3.1 Kuaziperiyodik Yapılar

Amorf yapılarda atomlar gelişigüzel dizilmiştir ve bir düzen yoktur Kristal yapılar ise üç boyutlu uzayda periyodik olarak tekrarlanan atomlardan oluşmaktadır. Atomların üzerinde bulunduğu varsayılan noktaların oluşturduğu yapıya örgü denir ve kristal örgüsü 3 boyutta öteleme simetrisi gösterir. Kristal örgüde atomların sıralanışı a , b ve c öteleme vektörleri olmak üzere r konumlu yerde nasıl ise $r' = r + x_1a + x_2b + x_3c$ olan konumda da aynıdır (Şekil 3.2).



Şekil 3.2: Kristal örgü ve birim hücre [23].

Öteleme simetrisi dışında kristallerde görülen bir başka simetri dönme simetrisidir. Bir örgü bir eksene dik bir düzlemde $2\pi/n$ kadar bir açıyla döndürüldüğünde örgü noktaları yine kendisi ile çakışıyorsa bu örgünün o dönme noktasına göre n -katlı dönme simetrisi vardır denir. $n=1, 2, 3, 4, 6$ değerlerini alırken 5 değerini alamaz. Kristal $2\pi/5$ 'lik dönmeler altında boşluk kalmayacak şekilde bütün uzayı dolduramaz (Şekil 3.3).

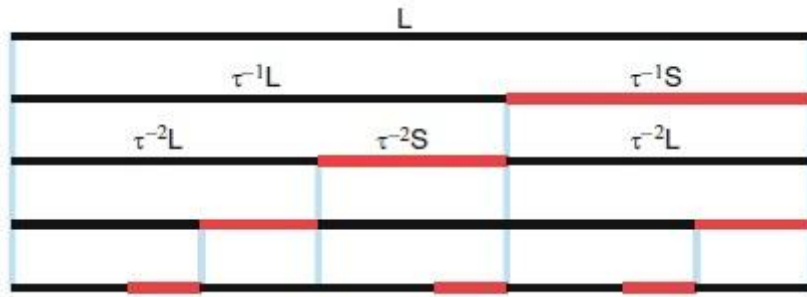


Şekil 3.3: İki boyutlu uzayın farklı çokgenlerle kaplanması [23].

Kuazikristaller uzun mesafe düzenliliği (kuaziperiyodiklik) gösterirken, kristalin yapılarda görülen öteleme simetrisini göstermezler. En yaygın bilinen kuaziperiyodik

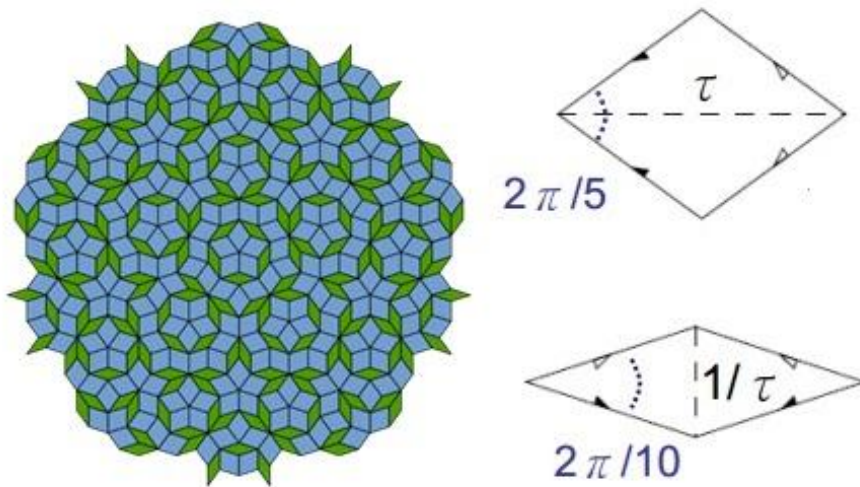
yapılar tek boyutta Fibonacci Zinciri, iki boyutta Penrose Karoları ve üç boyutta ikozahedral fazdır.

Fibonacci zinciri tek boyutlu kuaziperiyodik dizilişin bir örneğidir. Fibonacci dizisinin rakamları 1, 2, 3, 5, 8, n_i ile ifade edilir. Her rakam kendinden önceki iki rakamın toplamına eşittir ($n_i = n_{i-2} + n_{i-1}$). Rakamlar arasındaki oran altın oran (τ) olarak tanımlanan 1,618'i verir. Bu oran ikozahedral simetride de görülmektedir. Düzgün bir beşgende köşeden merkeze olan mesafenin kenardan merkeze olan mesafeye oranı altın oranın yarısıdır. Fibonacci dizisi mükemmel bir düzene sahiptir fakat periyodik tekrarı yoktur. Temel olarak 2 element barındırır, L(large) ve S(small). $L \rightarrow LS$ ve $S \rightarrow L$ sırasını takip eder [24].



Şekil 3.4: Fibonacci dizisi [24].

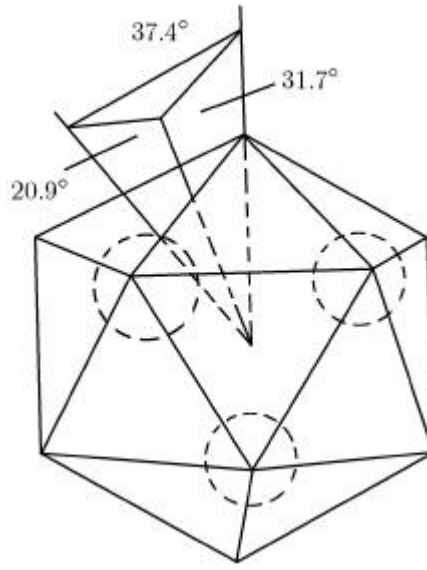
Penrose karoları ise iki boyutlu kuaziperiyodik yapı örneğidir. Bu karoların en önemli özelliği düzlemi sonsuza kadar kaplayabilmeleri fakat periyodik olarak kaplamalarının imkansız olmasıdır.



Şekil 3.5: Penrose karoları [27,28].

Penrose bunun için açıları 90° 'den büyük ve 90° 'den küçük olan iki eşkenar dörtgen kullanmıştır [24]. 8-katlı (oktagonal), 10-katlı (dekagonal) ve 12-katlı (dodekagonal) kuazikristal yapıları iki boyutta kuaziperiyodiklik gösterirler [25]. $V_{15}Ni_{10}Si$, Mn_4Si , $Cr_{15}Ni_3Si_2$ iki boyutta oktagonal fazında, Al_4Fe , $Al_{75}Cu_{10}Ni_{15}$ dekagonal fazında, $V_{15}Ni_{10}Si$, V_3Ni_2 dodekagonal fazında elde edilen sistemlere örnektir [26].

3 boyutlu kuaziperiyodik yapı ise Mackay tarafından ifade edilmiştir. İkozahedral simetrisinin içerisinde çokgenler vardır. Şekildeki ikozahedral kuazikristal yapı 12 tane 5-katlı simetri eksenini, 20 tane 3-katlı simetri eksenini ve 30 tane 2-katlı simetri eksenini barındırır (Şekil 3.6) [29].

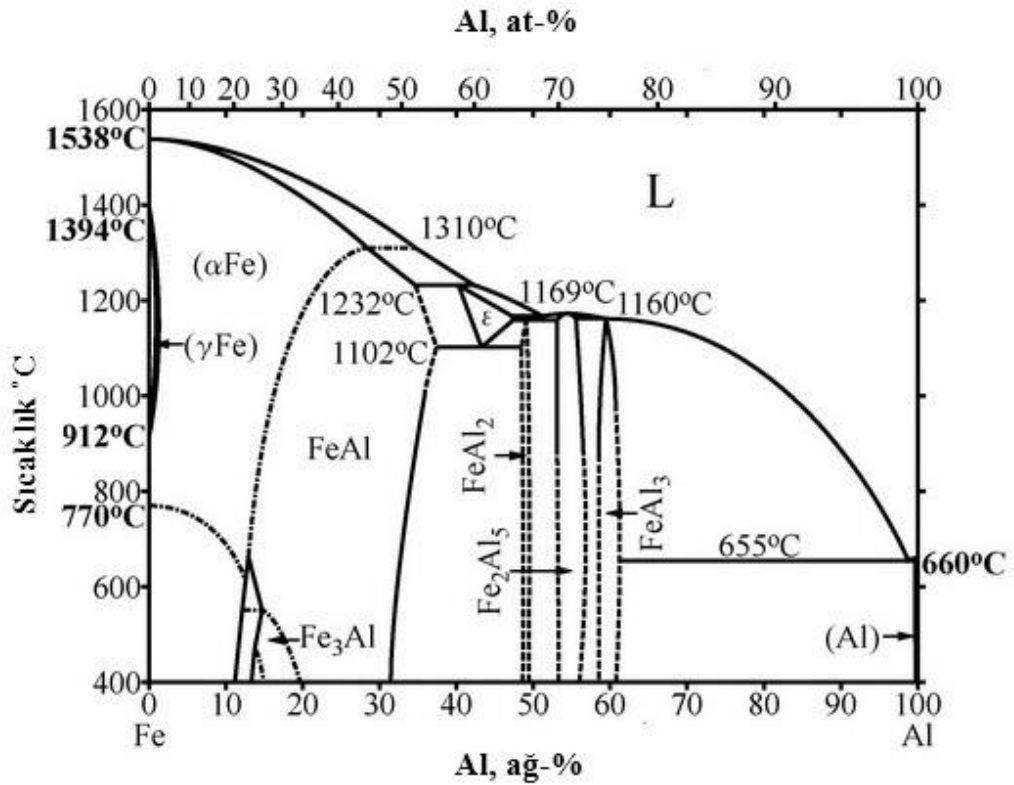


Şekil 3.6: İkozahedral kuazikristal [29].

4. Fe-Al SİSTEMİ

1890'lı yıllarda demir içerisine katkılanan alüminyumun yüksek sıcaklık oksidasyon direncine olumlu etkisinin ortaya çıkmasıyla birlikte Fe-Al alaşımları üzerine fazların kararlılığı, oluşma enerjileri, fonon spektrumları, nokta kusurları ağırlıklı olmak üzere pek çok çalışma yapılmıştır.

Fe-Al intermetalikleri yüksek mukavemet ve tokluk, yüksek sertlik ve erime noktası, düşük yoğunluk ve sergilemiş olduğu yüksek oksidasyon direnci nedeniyle mühendislik uygulamalarında geniş yer alan alaşımlardır [30].



Şekil 4.1: Fe-Al faz diyagramı [31].

Fe-Al sistemi; Fe-Al eriyiği, hacim merkezli kübik demir içerisinde alüminyum katı eriyiği, yüzey merkezli kübik alüminyum içerisinde demir katı eriyiği, Fe₃Al, FeAl, FeAl₂, Fe₂Al₅, FeAl₃ intermetalik alaşımları içeren bir sistemdir. Fe ve Al'un atomik yarıçapları arasındaki fark büyüktür. Fe hacim merkezli kübik yapıya sahipken, Al sıkı

paket yüzey merkezli kübik yapıya sahiptir. Bunun sonucunda faz diyagramının demirce zengin olan bölgesi basit yapıda ve oldukça geniş bir bölgede yer alan Fe_3Al ve FeAl fazlarını içermekteyken, alüminyumca zengin olan bölgesinde karmaşık yapıya sahip ve birbirlerine yakın aralıklarla yer alan FeAl_2 , Fe_2Al_5 , FeAl_3 fazları yer almaktadır [32].

Yüksek alüminyum kompozisyonuna sahip FeAl_2 , Fe_2Al_5 ve FeAl_3 alaşımlarının göstermiş olduğu yüksek kırılma dezavantajı bu alaşımların kullanım alanlarını sınırlamaktadır.

Fe-Al faz diyagramına bakıldığında Al'un YMK γ -Fe içerisindeki çözünürlüğünün at. %1.3 ile sınırlı olmakla birlikte, düzensiz HMK α -Fe içerisindeki çözünürlüğünün at. %45 Al'a kadar yükseldiği görülmektedir. B2 düzenine sahip FeAl at. %23-55 Al aralığında oluşmaktadır. DO_3 düzenine sahip Fe_3Al at. %23-34 Al aralığında oluşurken, 760°C üzerinde düzensiz yapıya dönüşür. Yüksek sıcaklıklarda (1102 - 1232°C) ϵ - Fe_5Al_8 fazı kararlıdır.

Çizelge 4.1: Fe-Al sistemi fazları, kristal yapısı ve kararlı olduğu aralık [33].

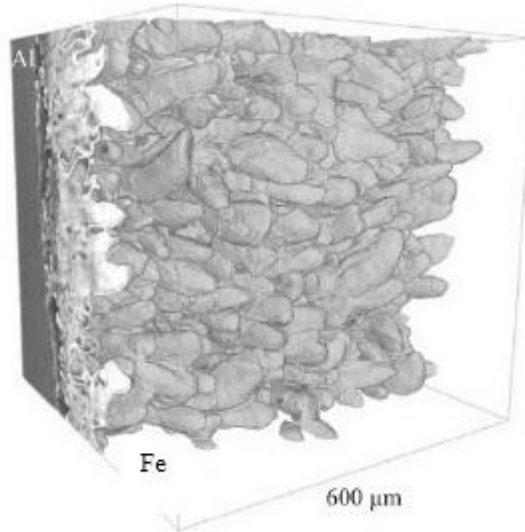
Fazlar	Kristal Yapı	Kararlı olduğu aralık(%at)
Fe katı eriyiği	HMK	0-45
γ -Fe	YMK	0-1.3
FeAl	HMK	23-55
Fe_3Al	DO_3	23-34
Fe_2Al_3	Kübik	58-65
FeAl_2	Triklinik	66-66.9
Fe_2Al_5	Ortorombik	70-73
FeAl_3	Monoklinik	74.5-76.5
Al katı eriyiği	YMK	99.9-100

1232°C 'de $\text{L} + \text{FeAl} \leftrightarrow \text{Fe}_2\text{Al}_3$ peritektik reaksiyonu gerçekleşir. 1165°C 'de $\text{L} \leftrightarrow \text{Fe}_2\text{Al}_3 + \text{Fe}_2\text{Al}_5$ ötektik, 1160°C 'de $\text{L} \leftrightarrow \text{Fe}_2\text{Al}_5 + \text{FeAl}_3$, 1156°C 'de $\text{Fe}_2\text{Al}_3 + \text{Fe}_2\text{Al}_5 \leftrightarrow \text{FeAl}_2$ peritektoid, 655°C 'de $\text{L} \leftrightarrow \text{FeAl}_3 + \text{Al}$ ötektik reaksiyonu, 1102°C 'de $\text{Fe}_2\text{Al}_3 \leftrightarrow \text{FeAl} + \text{FeAl}_2$ ötektoid reaksiyonları gerçekleşmektedir.

Fe-Al sisteminde bulunan intermetalik fazların oluşumu ve ilerlemesiyle ilgili pek çok araştırma yapılmıştır. Shatynski ve arkadaşları [34] intermetalik fazların oluşumunu difüzyon teorisiyle açıklayıp, intermetalik fazların parabolik büyüme gösterdiğini söylerken, Yeremenko [35] ve Eggeler [36] yaptıkları çalışmalarda uzun reaksiyon sürelerinde parabolik davranıştan negatif sapmalar gözlemlemiştir. Denner ve Jones [37] bu sapmanın nedenini ergimiş alüminyum içerisindeki demir içeriğinin

zenginleşmesine bağlamışlardır. Dybkov [38] daha sonra paslanmaz çelik ve sıvı alüminyum arasındaki ilişkiyi araştırmış ve oluşan tabakalar arasındaki difüzyon hızıyla birlikte bu tabakaların arayüzleri arasındaki kimyasal ilişkinin büyüme karakteristiğini önemli ölçüde etkilediğini ifade etmiştir.

Fe-Al alaşımlarının serbest oluşum enerjilerine bakıldığında zaman FeAl_2 fazının en düşük serbest oluşum enerjisine sahip olduğu ve bunu Fe_2Al_5 ve $\text{Fe}_4\text{Al}_{13}$ fazlarının takip ettiği görülmektedir. Fakat Fe-Al alaşımları arasındaki difüzyon çalışmalarında ilk oluşan fazın $\text{Fe}_4\text{Al}_{13}$ fazı olduğu görülmüştür. Kinetik olarak öncelikli olan bu faz demir atomlarının alüminyum tabakası içerisine yayınması ile oluşur [39]. $\text{Fe}_4\text{Al}_{13}$ fazından sonra oluşan alüminyumca zengin Fe_2Al_5 fazıdır. Bu faz demir ve alüminyum fazları arasındaki direkt reaksiyonla oluşmaktadır ($5/2\text{Al} + \text{Fe} \rightarrow \text{Al}_{5/2}\text{Fe}$) [40]. Demire yakın bölgede oluşan Fe_2Al_5 fazı uzantılı bir yapıya (tongue-like) sahiptir (Şekil 4.2) Araştırmacıların bir kısmı bu uzantılı yapının demirin tane boyutuyla alakalı olduğunu ifade ederken [41], diğer kısmı ortorombik Fe_2Al_5 yapısının c eksenı boyunca Al atomlarının difüz etmesinden kaynaklandığını belirtmişlerdir [42]. Bu uzantılı yapının şekli sıcaklıkla yada eklenen elementlerle değişebilir [43].



Şekil 4.2: Fe_2Al_5 intermetalik fazının uzantılı yapısı [41].

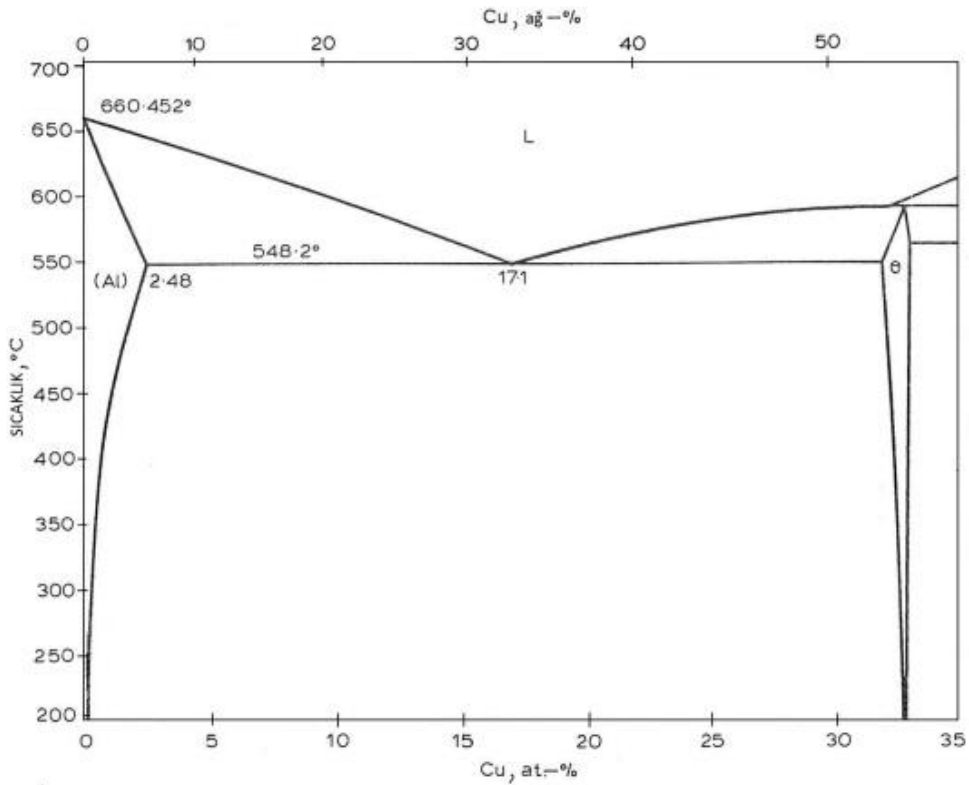
Ergimiş alüminyum ve katı demir arasındaki etkileşim incelendiğinde oluşan Fe_2Al_5 fazı parabolik büyüme gösterirken FeAl_3 fazı lineer büyüme gösterir [42]. Sıcaklık 800°C 'den küçük olduğunda Fe_2Al_5 intermetalik fazı oluşurken sıcaklığın 900°C 'ye yükselmesiyle FeAl intermetalitiği oluşur [43]. FeAl intermetalitiğinin oluşumu demirin Fe_2Al_5 fazının içerisine yayınması ile kontrol edilir [44].

5. Al-Cu SİSTEMİ

Al-Cu sistemini alüminyumca zengin, orta kısım ve bakırca zengin olmak üzere 3 kısımda incelemek mümkündür.

5.1 Al-Cu Denge Diyagramının Alüminyumca Zengin Kesimi($0 < \text{at.}\% \text{Cu} < 40$)

Al-Cu ikili faz diyagramının bu bölgesine baktığımız zaman sıvı, α -Al katı eriyiği ve θ -Al₂Cu intermetalizi olmak üzere 3 fazın mevcut olduğu görülür. Alüminyumun ergime sıcaklığı 660.3°C'dir. % 17.1 Cu içeriğine sahip sıvı 548°C'de ötektik dönüşümle α -Al + θ -Al₂Cu fazlarına ayrışır. α -Al katı eriyiği içerisinde max. %2.48 Cu çözer. θ -Al₂Cu fazı ise max. at.%31.9-32.9 Cu'ı ötektik sıcaklıkta çözer.

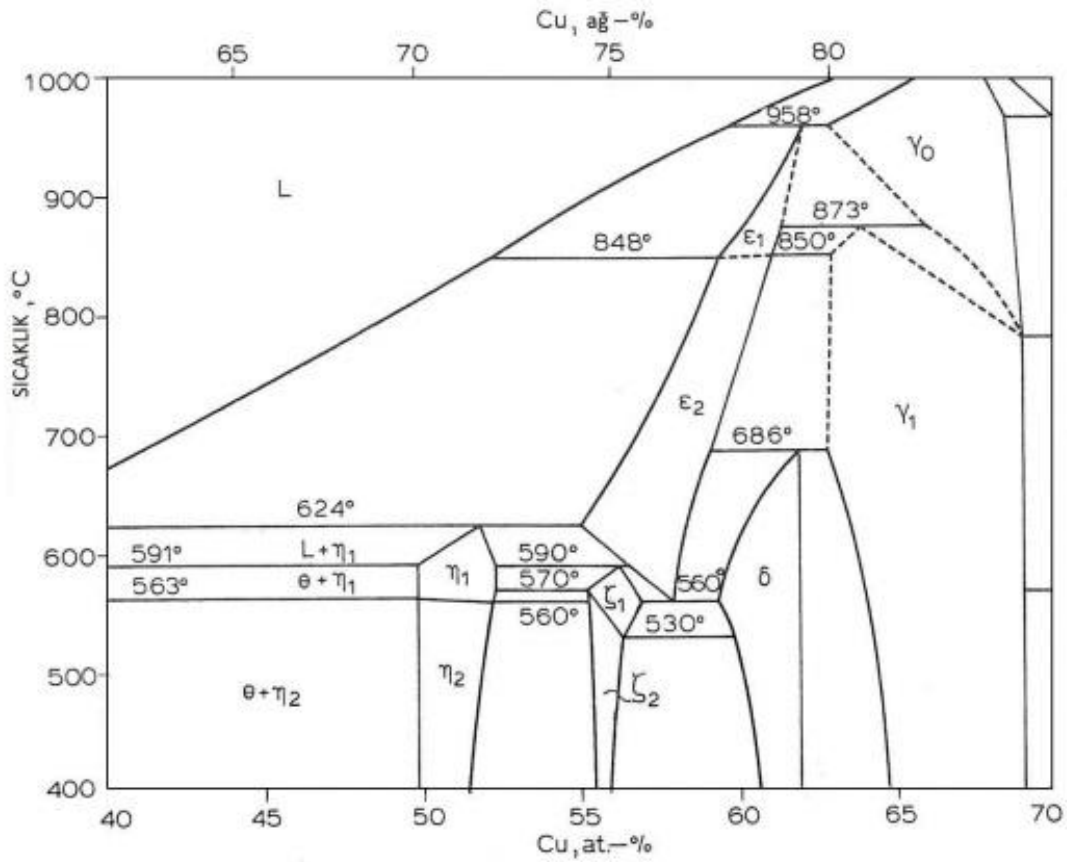


Şekil 5.1: Al-Cu faz diyagramının alüminyumca zengin kısmı [45].

θ -Al₂Cu fazı at. %31.9-33 aralığında Cu içermektedir. Tetragonal olan bu faz I4/mcm uzay grubuna sahiptir.

5.2 Al-Cu İkili Denge Diyagramının Orta Kesimi (40<at.%Cu<68)

Al-Cu denge diyagramının orta kesiminde ϵ_1 , ϵ_2 , γ_0 , γ_1 , δ , η_1 , η_2 , ζ_1 ve ζ_2 fazları bulunmaktadır. 958°C’de peritektik reaksiyon ile sıvı+ γ_0 fazı at. %59.4-62.1 Cu içeren ϵ_1 fazına ayrışır. 873°C’de peritektoid reaksiyon ile γ_0 + ϵ_1 fazı at. %52.5-59 Cu içeren γ_1 fazına ayrışır. 850°C’de ϵ_1 + γ_1 ↔ ϵ_2 peritekteoid ayrışması, 848°C’de ϵ_1 +sıvı↔ ϵ_2 ötektik ayrışması, 686°C’de γ_1 + ϵ_2 ↔ δ peritektik ayrışması, 624°C’de sıvı+ ϵ_2 ↔ η_1 peritektik ayrışması, 590°C’de ϵ_2 + η_1 ↔ ζ_1 peritekteoid ayrışması, 560°C’de η_1 ↔ η_2 + ζ_2 ve ϵ_2 ↔ ζ_1 + δ ötektoid ayrışması ve 530°C’de ζ_1 ↔ ζ_2 + δ ötektoid ayrışmaları görülmektedir.



Şekil 5.2: Al-Cu faz diyagramının orta kesimi [45].

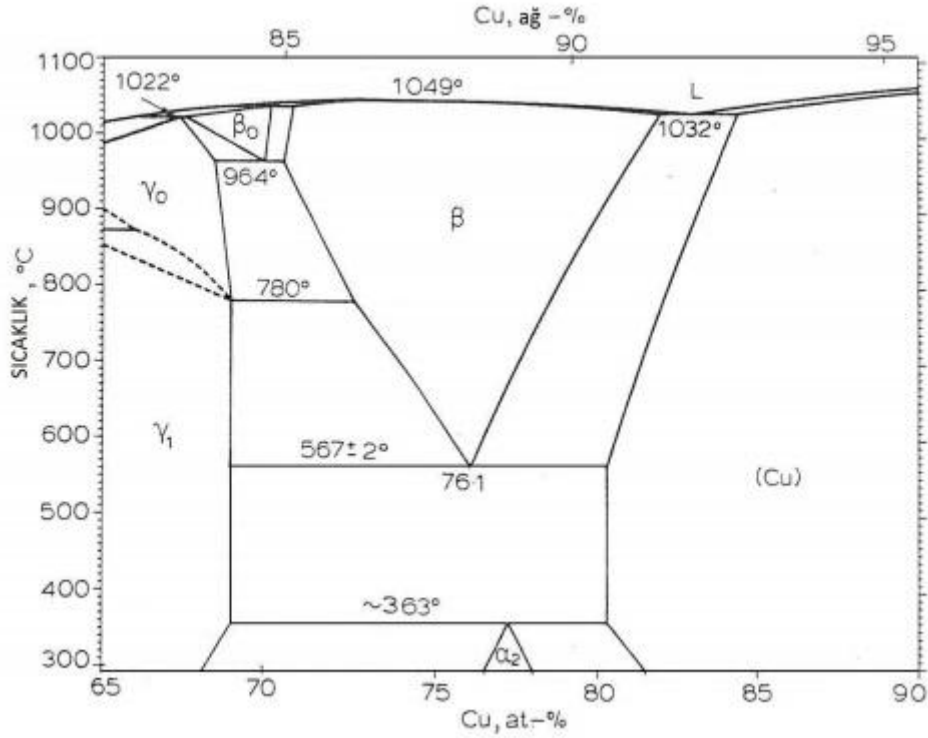
Al-Cu faz diyagramının orta kesiminde yer alan fazların kompozisyon aralığı ve yapı tipleri Çizelge 5.1’de verilmiştir.

Çizelge 5.1: Al-Cu ikili sisteminin orta kesiminde yer alan fazlar [46].

Faz	Kompozisyon Aralığı (%at)	Strüktür tipi
ϵ_1	59.4-62.1	-
ϵ_2	55.0-61.1	NiAs
γ_0	59.8-69.0	Cu_5Zn_8
γ_1	52.5-59.0	Al_4Cu_9
δ	59.3-61.9	$\text{Al}_4\text{Cu}_9(\text{r})$
η_1	49.8-52.4	-
η_2	49.8-52.3	AlCu
ζ_1	55.2-59.8	Al_3Cu_4
ζ_2	55.2-56.3	$\text{Al}_3\text{Cu}_{4-5}$

5.3 Al-Cu İkili Denge Diyagramının Bakırca Zengin Kesimi (68<at.%Cu<100)

1084 ve 1049°C’de $\text{sıvı} \leftrightarrow \alpha$ ve $\text{sıvı} \leftrightarrow \beta$ dönüşü gerçekleşir. 1037°C’de $\text{sıvı} + \beta \leftrightarrow \beta_0$ peritektoid ayrışması, 1022°C’de $\text{sıvı} + \beta_0 \leftrightarrow \gamma_0$ peritektik ayrışması, 964°C’de $\beta_0 \leftrightarrow \beta + \gamma_0$ ötektoid ayrışması, 567°C’de $\beta \leftrightarrow \alpha_1 + \gamma_1$ ötektoid ayrışması ve 363°C’de $\gamma_1 + \alpha_1 \leftrightarrow \alpha_2$ peritektoid ayrışması görülür.



Şekil 5.3: Al-Cu faz diyagramının bakırca zengin kısmı [45].

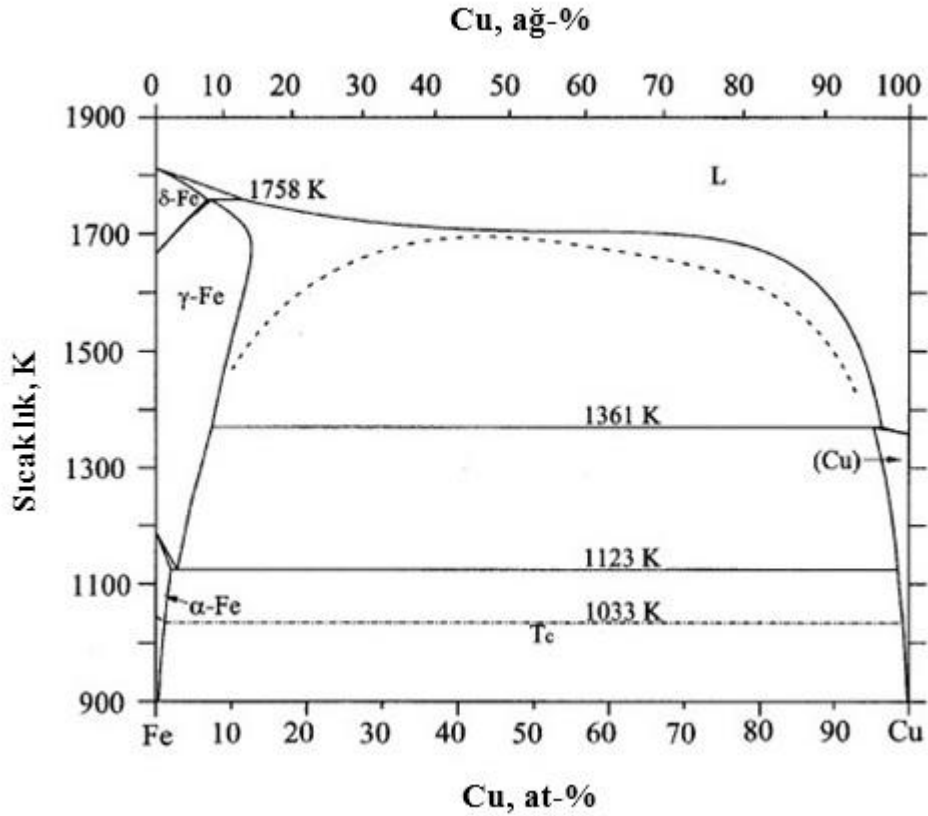
Bakırca zengin kısımda yer alan β fazı, β_0 ve α_2 fazlarının kompozisyon aralığı ve strüktür tipleri Çizelge 5.2’de verilmiştir.

Çizelge 5.2: Al-Cu ikili sisteminin bakırca zengin kesiminde yer alan fazlar [46].

Faz	Kompozisyon aralığı at. %	Strüktür tipi
β	70.6-82.0	W
β_0	67.6-70.2	-
α_2	76.5-78	Cu_3Au

6. Fe-Cu SİSTEMİ

Nükleer santrallerde kullanılan çeliğin mekanik özellikleri üzerinde Cu çökeltilerinin etkisi olduğundan dolayı Fe-Cu sistemi üzerinde pek çok çalışma yapılmıştır [47]. Fe-Cu sisteminde sıvı faz, yüzey merkezli bakırca zengin katı çözelti ϵ -Cu, demirce zengin yüksek sıcaklık katı çözeltisi δ -Fe, demirce zengin yüzey merkezli kübik γ -Fe çözeltisi ve düşük sıcaklık demirce zengin hacim merkezli kübik α -Fe fazları dengededir. α -Fe içerisinde maksimum ağırlıkça %2.2 Cu çözer. 850°C'de γ -Fe ötektoid dönüşümle α -Fe ve Cu'a ayrışır. γ -Fe içerisinde maksimum ağırlıkça %13 Cu çözer. 1485°C'de içerisinde ağırlıkça %8.1 Cu içeren δ -Fe+sıvı çözeltisi peritektik dönüşümle γ -Fe fazına ayrışır. δ -Fe fazı içerisinde maksimum ağırlıkça %7.6 Cu içerir [48].



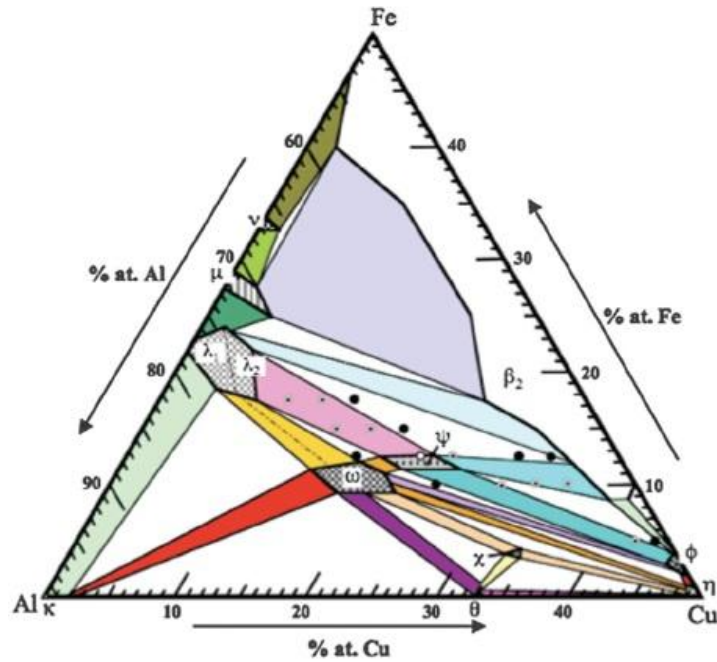
Şekil 6.1: Fe-Cu faz diyagramı [49].

7. ALÜMİNYUM-BAKIR-DEMİR SİSTEMİ VE AlCuFe ESASLI KUASİKİSTALLER

Kuazikristallerin bu kadar ilgi görmesinin nedeni mekanik özelliklerinin, manyetik özelliklerinin, korozyona karşı dirençlerinin iyi olmasıdır. Bunun yanı sıra düşük elektrik iletkenliğine sahip olmaları ve optik özelliklerinin iyi olması dolayısıyla ilgi odağı olmuşlardır. Kuazikristal yapıyı oluşturan elementlerin bazıları zehirlidir ya da pahalıdır. Bunların içerisinde Al-Cu-Fe sistemi elementlerin zehirli olmaması, kolay ulaşılabilir olması ve pahalı olmaması nedeniyle ilgi çekicidir.

7.1 Al-Cu-Fe Faz Diyagramı

Al-Cu-Fe faz dengesi ile ilgili ilk geniş kapsamlı çalışma Bradley ve Goldschmidt tarafından yapılmıştır.



Şekil 7.1: Al-Cu-Fe faz diyagramı 700 °C izotermal kesit [51].

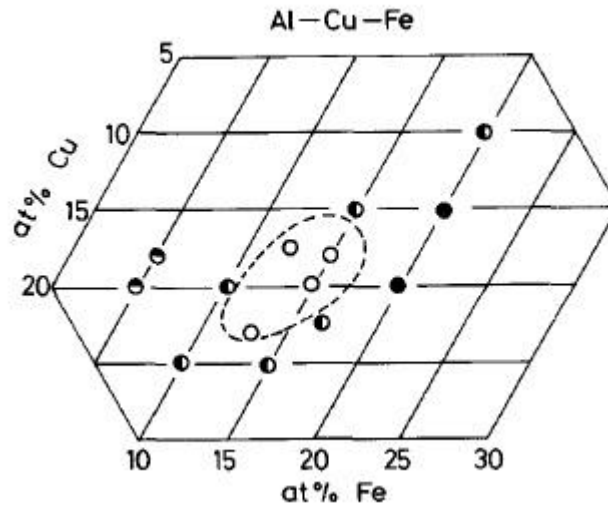
Bradley ve Goldschmidt yaptıkları çalışmada ϕ -Al₁₀Cu₁₀Fe, β -Al(Cu,Fe), χ -Al₁₈Cu₁₀Fe, ω -Al₇Cu₂Fe ve ψ -Al₆Cu₂Fe üçlü fazlarını ortaya çıkarmışlar fakat ψ -Al₆Cu₂Fe fazının yapısını açıklayamamışlardır. Sonraki yıllarda Calvayrac ve

arkadaşları ψ fazının aslında Tsai ve arkadaşları tarafından bulunan ikozahedral faz olduğunu onaylamışlardır [50].

Al-Cu-Fe sisteminde yer alan ϕ -Al₁₀Cu₁₀Fe fazının yapısı monoklinik Cu₄Al₃ yapısına benzemekte ve birim hücresi 21 atom içermektedir. Fmm2 uzay grubuna sahip olup, oda sıcaklığından 640 °C sıcaklığa kadar karardır [52]. Bu faz 480 °C'de Al₃Cu₄, AlCu, β -AlFe fazlarının birbiriyle reaksiyona girmesiyle oluşup, direnci oda sıcaklığında 110 $\mu\Omega\text{cm}$ 'dir [53]. β -AlFe(Cu) fazı (kübik (CsCl), uzay grubu Pm3m; a=0,294nm) Al₅₀Fe₅₀ bileşiğine benzemektedir. Kafes parametresi içerdiği bakır miktarı arttıkça artmaktadır. Kompozisyonu Al (75-30 at. %), Cu (40-0 at. %), Fe (50-25 at. %) arasında değişen geniş bir aralığa sahiptir [54]. λ fazı monoklinik Al₁₃Fe₄ fazıdır (a=1,5489 nm, b=0,80831 nm, c=1,2476 nm ve β =107,72°C), atomik olarak %6 Cu içerebilir [55]. ω -Al₇Cu₂Fe fazı tetragonal bir faz olup (a=0,633 nm, c=1,481 nm), uzay grubu P4/mnc'dir.

İkozahedral Al-Cu-Fe fazı peritektik reaksiyonla oluşmaktadır. Literatürde bu reaksiyonlar β_1 -AlFe₃ fazı ile sıvı faz arasında, 860°C'de λ -Al₁₃Fe₄, β -AlFe ve sıvı faz arasında, 820°C'de λ -Al₃Fe ile sıvı faz arasında gerçekleştiği ifade edilmiştir [9].

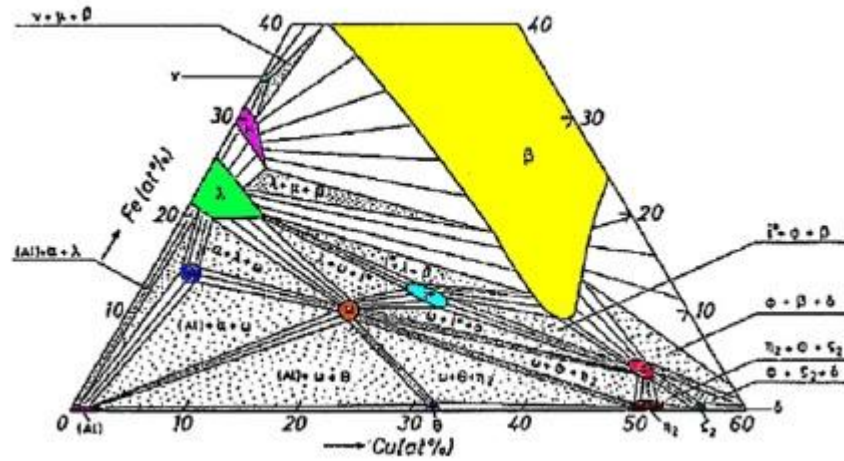
İlk olarak Tsai ve arkadaşları Al-Cu-Fe sisteminde kararlı kuazikristal yapıları ortaya çıkarmış ve bu fazın 16-24 % at. Cu, 11-17 % at. Fe kompozisyon aralığında oluştuğunu ifade etmişlerdir [56].



Şekil 7.2: İkozahedral fazın oluştuğu kompozisyon aralığı, (o) kuazikristal faz [56].

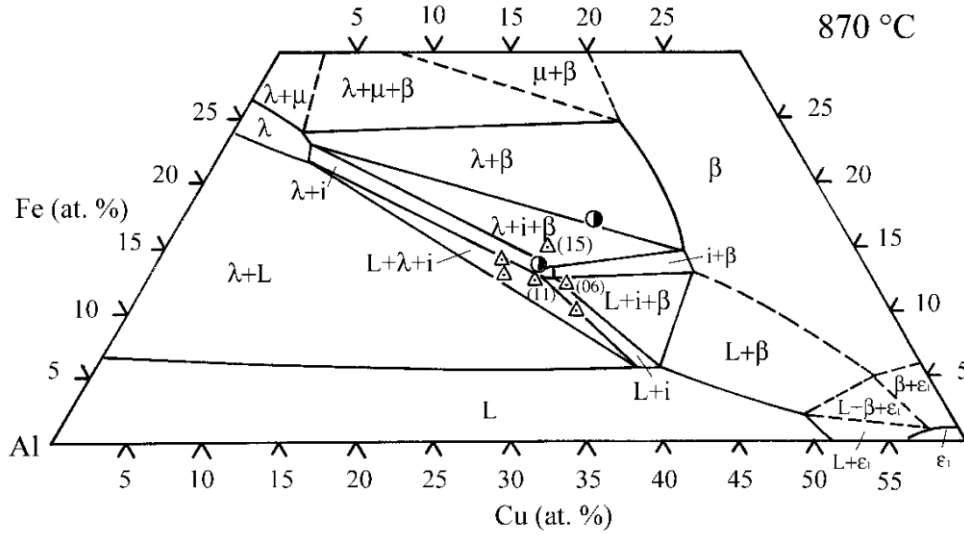
Sonraki yıllarda Faudot ve arkadaşları yaptıkları çalışmada icosahedral fazın 20-28 %at. Cu ve 10-14 % at. Fe kompozisyon aralığında oluştuğunu, kararlı olduğu

kompozisyon aralığının 24-26 % at. Cu, 12-13 % at. Fe olduğunu ifade etmişlerdir. Düşük Cu (20-24 % at.) ve Fe (10-12 %at.) konsantrasyonlarında ikozahedral faz ile birlikte ω fazı kararlıyken, yüksek Cu (26-28 %at.) ve Fe (13-14 %at.) konsantrasyonlarında ikozahedral fazla birlikte β fazı kararlıdır [57]. Yapılan çalışmalar Al-Cu-Fe kuazikristal fazı için ideal kompozisyon değerinin $\text{Al}_{62,5}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12,5}$ olduğunu göstermiştir [58,59]. Bu kompozisyon değerinde ısıtılma işlem sıcaklığının 600°C yada 800°C olmasına bakılmaksızın ikozahedral faz oluşmaktadır.

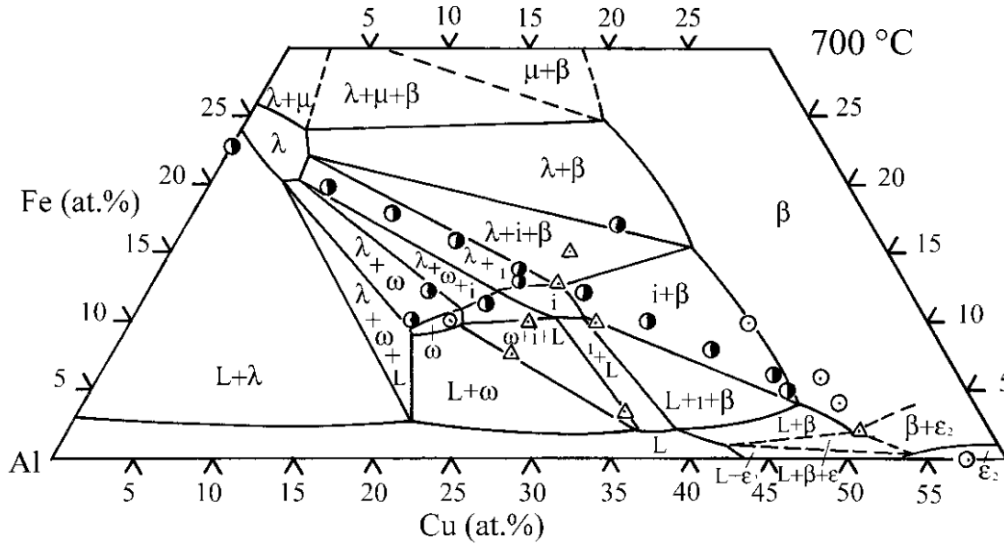


Şekil 7.3: Faudot tarafından ifade edilen Al-Cu-Fe diyagramı [57].

Al-Cu-Fe faz sistemiyle ilgili pek çok araştırma yapılmasına rağmen tanımlanmayan kısımları bulunmaktadır. Prevarskiy ve arkadaşları 600°C'den 800°C'ye üçlü faz sistemini incelemişler ve χ fazı dışında ω , β , ϕ fazlarının varlığını tespit etmişlerdir, fakat bu fazların kompozisyon aralığı Bradley ve Goldschmidt'in ifade ettiklerinden farklıdır. Gayle ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada ise ϕ fazı saptanmamıştır. Al-Cu-Fe faz sistemiyle ilgili geniş kapsamlı çalışma Zhang ve arkadaşları tarafından yapılmıştır [60-64]. Yaptıkları çalışmada 560°C'den 900°C'ye kadar pek çok sıcaklıkta Al-Cu-Fe sisteminin izotermal kesitlerini incelemişlerdir. 900°C'de ikozahedral faz gözlemlenmezken, λ , β ve sıvı fazları dengededir. 870°C'de ikozahedral faz çok dar bir kompozisyon aralığında oluşmaktadır (Şekil 7.4). İkozahedral faz ile birlikte λ , β ve sıvı fazları dengededir. 800°C'de ikozahedral faz bölgesi düşük Fe içeriği olan bölgeye doğru genişlerken, ikozahedral faz ile birlikte yine λ , β ve sıvı fazları dengededir. 700°C'de ikozahedral faz ile dengede olan fazlar λ , β ve sıvı fazın yanında ω fazıdır (Şekil 7.5). ω fazı 745°C'de peritektik reaksiyon ile oluşmaktadır. 560°C'de yeni bir üçlü faz bölgesi, $\omega + \phi + \eta$ oluşmaktadır.



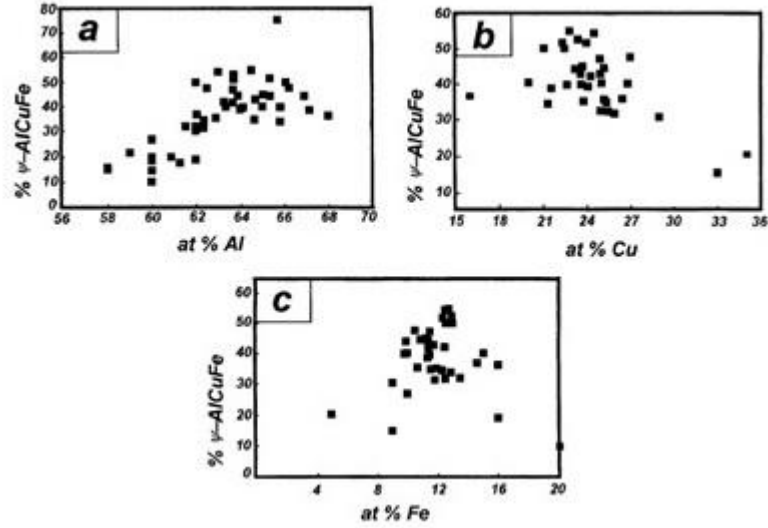
Şekil 7.4: 870°C’de izotermal kesit [60].



Şekil 7.5: 700°C’de izotermal kesit [62].

İkozahedral fazın miktarı önemli ölçüde Fe konsantrasyonuna bağlıdır ve kompozisyon aralığı 10-12.5 %at. Fe ‘dir (Şekil 7.6)

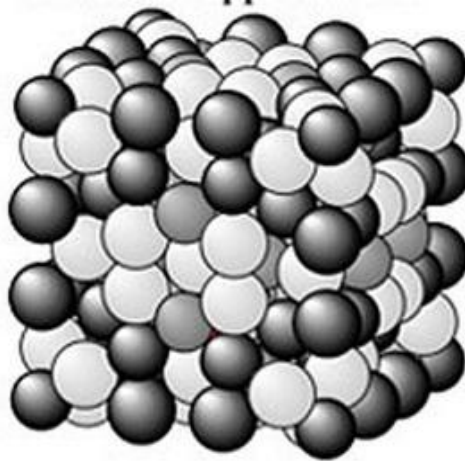
10 %at. Fe konsantrasyonunda tek ikozahedral faz bölgesi bulunmazken, 11 %at. Fe konsantrasyonunda ikozahedral faz bölgesi oluşmaya başlamaktadır ve bu faz sadece düşük sıcaklıklarda kararlıdır. 12 %at. Fe’de tek ikozahedral faz bölgesi yüksek sıcaklık bölgesine doğru genişlerken, 12,5 %at. Fe’de ikozahedral faz 700 ile 845°C sıcaklıkları arasında bulunmaktadır. 700°C’nin altında $\lambda+\beta+i$ fazları kesişir [61].



Şekil 7.6: İkozahedral fazın at.% Al, Cu ve Fe'e göre miktarı [54].

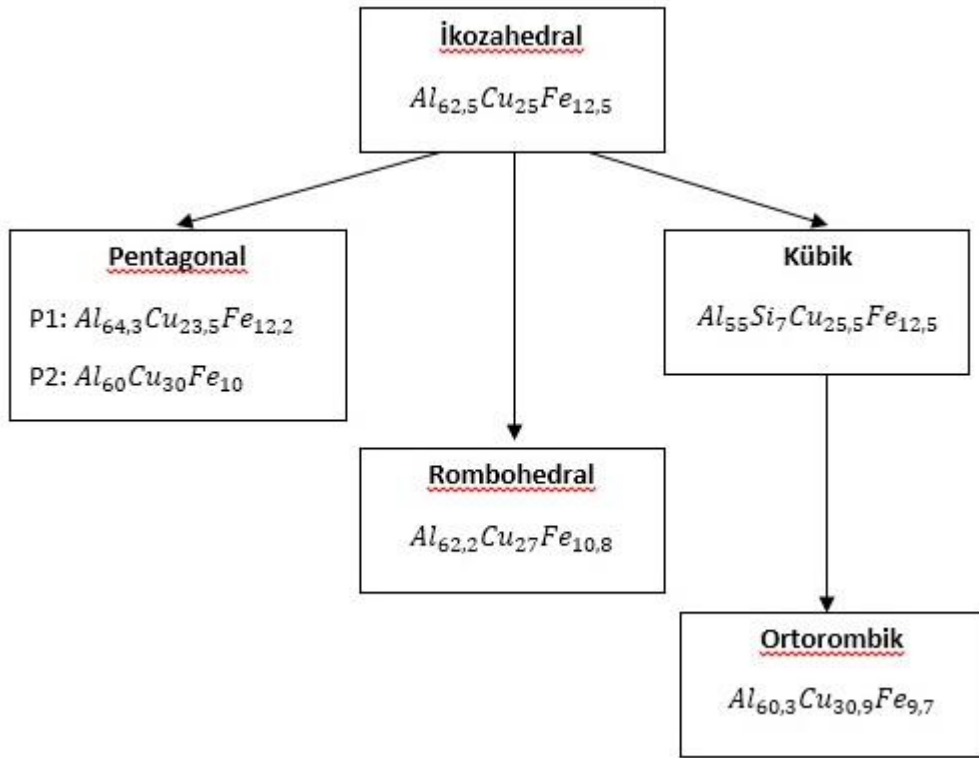
7.2 Al-Cu-Fe Approximant Fazları

Approximant terimi ilk olarak Elser ve Henley tarafından Mn-Al sisteminde bulunan kristal fazların bir kısmını tanımlamak için kullanılmıştır. Approximant fazlar kristal yapıya sahiptirler ve birim hücre içerisindeki atomların dizilişi kuazikristal yapıya benzemektedir. bunun sonucunda pek çok fiziksel özellikleri benzerdir [65]. Termodinamik ve kimyasal kararlılıkları kuazikristal fazlardan daha yüksektir [66].



Şekil 7.7: Al-Cu-Fe-Si 1/1 kübik approximant [67].

Al-Cu-Fe sisteminde tanımlanan approximant fazlar pentagonal, rombohedral, kübik ve ortorombik approximant fazlardır. Bu fazların kompozisyonları ikozahedral faz kompozisyonuna oldukça yakındır (Şekil 7.8)



Şekil 7.8: Al-Cu-Fe approximant fazlarının şematik gösterimi [66].

Rombohedral, pentagonal ve ortorombik fazlar yüksek sıcaklıkta ikozaedral faza dönüşmektedir. 715 °C ile 740 °C aralığında kompozisyona bağlı olarak ikozaedral faza dönüşen bu fazlar, 680 °C'nin altında rombohedral faza dönüşmektedir.

Rombohedral ve ikozaedral faz arasında tersinir dönüşüm vardır. Bu iki faz arasındaki dönüşüm ilk olarak Bancel ve arkadaşları tarafından ifade edilmiştir. 735 °C'de rombohedral fazdan ikozaedral faza dönüşüm hızlı bir şekilde gerçekleşirken, rombohedral faza dönüş ise oldukça yavaş gerçekleşmektedir [68].

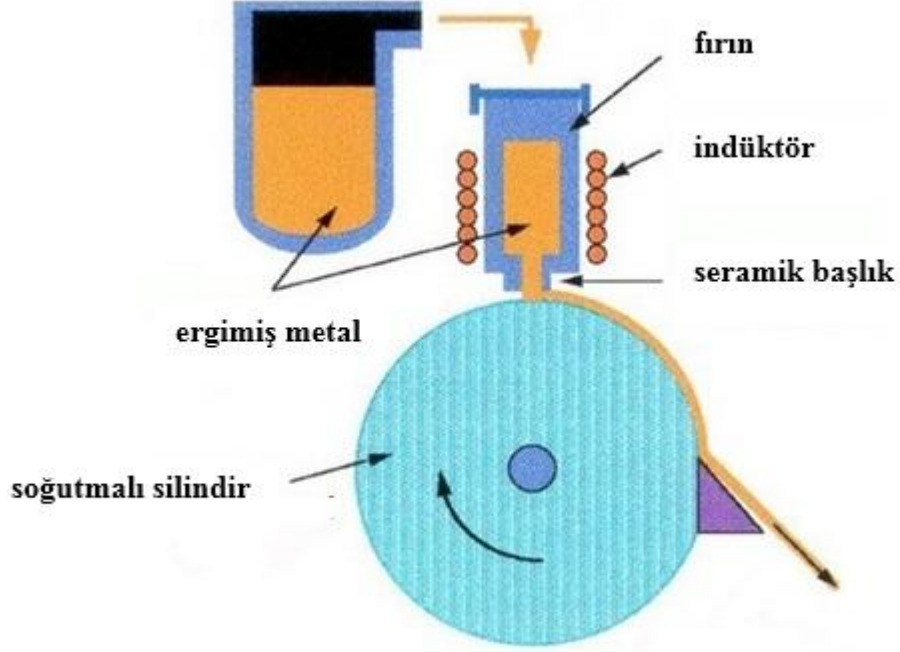
7.3 Al-Cu-Fe Kuazikristal Filmlerinin Üretim Yöntemleri

Kuazikristaller döküm, tek kristal ve kaplama yöntemleriyle üretilmektedir.

7.3.1 Döküm yoluyla üretim

Hızlı katılaştırma kuazikristal üretim yöntemlerinden bir tanesidir. Bu yöntemde madde eriyik hale getirilir, daha sonra bu eriyik hızlı bir biçimde soğutulur. Üretim tekniğine bağlı olarak elde edilen ürünlerin şekli değişir. Eriyik savurma kuazikristal üretiminde sıklıkla kullanılan bir hızlı katılaştırma tekniğidir. Bu teknikte eritilmiş sıvı ısı iletim katsayısı yüksek olan bir malzemedan yapılmış döner bir disk üzerine püskürtülür. Soğuma hızı yüksek sıcaklık denge fazlarının çekirdeklenmesini

engellemek için 10^5 ile 10^9 K s⁻¹ arasındadır. Birkaç µm kalınlığında ve birkaç mm genişliğinde şeritler elde edilir. Uygulanan basınç, pota deliğinin genişliği ve dönen diskin hızı oluşan bu şeritlerin yapısına ve geometrisine etki eder [26].



Şekil 7.9: Eriyik savurma tekniği [69].

Yine normal katılaştırma da kuazikristal üretimde kullanılan yöntemlerdendir. Bu yöntemde eritilen alaşım bir pota içerisinde katılaşmaya bırakılır. İşlem süresi birkaç dakikadan birkaç güne kadar sürebilir. Bu yöntemde sıvı fazın oksijen ile reaksiyona girmesi engellenmelidir. Normal katılaştırma yöntemiyle üretilen kuazikristaller ayrışmalar ve homojensizlikler içerebilir. Bu kusurlar ısıtma işlemiyle giderilebilir [26].

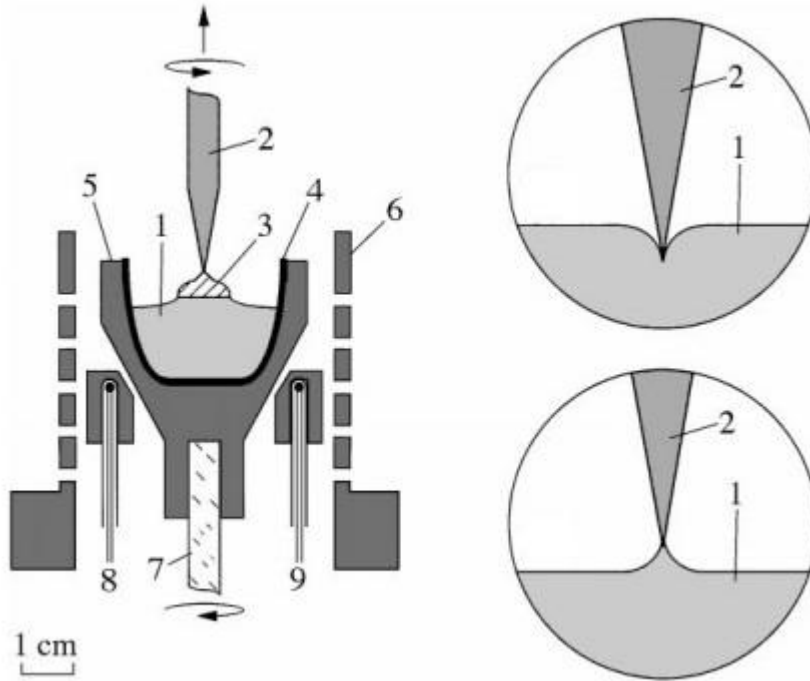
Mekanik alaşımlama oldukça ekonomik ve malzeme üretiminde oldukça kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem kuazikristal yapıların elde edilmesinde de kullanılır. Bu yöntem bir katılaşma prosesi tekniğidir ve faz diyagramlarının engelleri bu işlemde ortadan kalkar.

Mekanik alaşımlamada alaşımlanmak istenen toz kompozisyonu hazırlanır ve çelik bilyelerle birlikte öğütücüye konur. Bu işlemde kullanılan tozlardan bir tanesi kaynaklaşmayı kolaylaştırmak için yumuşak olmalıdır. Öğütme işlemi sırasında bilyelerin arasında kalan tozlar levhalaşır, birbirleriyle kaynaşır, kırılır ve tekrar kaynaşır [70].

7.3.2 Tek kristal olarak üretme

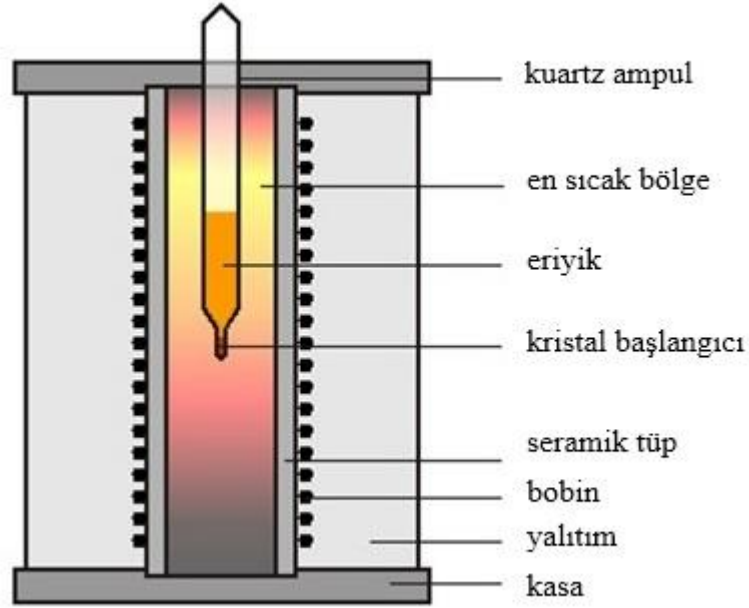
Tek kristal üretmek için kullanılan yöntemler sıvıdan direk olarak katılaşma yöntemleridir. Pek çok kuazikristal tek kristal üretme yöntemleriyle başarılı olarak elde edilebilmektedir.

Czochralski Yöntemi kuazikristal elde etmek için kullanılan bilinen yöntemlerdendir. Bu yöntemde malzeme silindirik şeklindeki pota içerisinde eritilir. Pota eksenal olarak yerleştirilmiş hareket edebilen ısıtıcı tarafından ısıtılır. İçerisinde erimiş madde olan pota dönerken 10 cm uzunluğa ve yaklaşık 0,5 cm çapa sahip çekirdek pota içerisindeki eriyik içerisine daldırılır. Sıvının sıcaklığı düşürülürken çekirdek kristal döndürülerek çekilir. Eriyik ve çekirdek arayüzeyinde kristalleşme meydana gelir. Bu yeni malzemenin kristal yapısı çekirdek kristalin kristal yapısının aynısı olur [71].



Şekil 7.10: Czochralski yöntemi [72].

Bir diğer teknik Bridgman Tekniği'dir. Bu teknikte büyütülmek istenen malzeme kuartz ampul içerisine yerleştirilir. Bu malzeme kristal büyütme fırınının sıcak bölgesinde eriyik haldedir. Kristalleşmenin başlaması için fırın ile ampul arasında ampulün alt ucunda sıcaklık azalmasıyla sonuçlanan göreceli bir hareket başlar. Dipteki sıcaklığın erime sıcaklığının altına düşmesiyle kristalleşme başlar [73].



Şekil 7.11: Bridgman tekniği şeması [74].

7.3.3 Kaplama yoluyla üretim

Kitlesel üretimleri oldukça çok iken ince film araştırmaları yenidir. Lazer biriktirme, termal buharlaştırma, elektron demeti ve manyetik alan sıçratma ince film kuazikristal yapıları elde etmede kullanılan yöntemlerdendir.

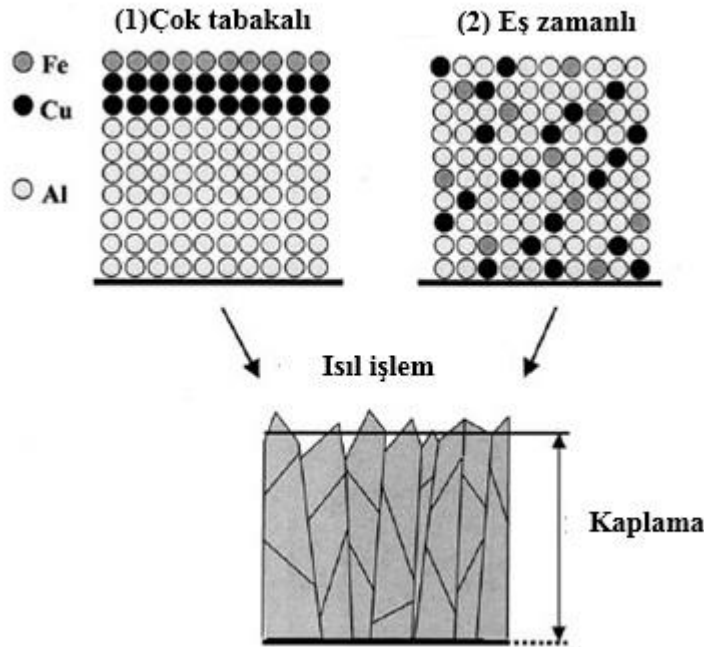
İnce filmlerin PVD ile üretim yöntemlerinin bir kısmı film üretmek için istenilen kompozisyondaki alaşım hedefler hazırlanarak yapılır. Kaplama işleminden sonra istenilen i-fazı elde etmek için ısıtım işlemi uygulanır.

Pulse lazer ark biriktirme yönteminde altlık olarak silisyum wafer, hedef malzeme olarak ise kitlesel üretilen AlCuFe kuazikristallerini kullanan Sedao ve arkadaşları [75] 1100V'tan 900V'a değişen farklı bias voltajları uygulayarak, değişik kompozisyonlarda, 130 nm kalınlığında Al-Cu-Fe filmler üretmişler ve bu filmlere 400°C'de argon gazı ile 4 saat in-situ ısıtım işlemi uygulamışlardır. Isıtım işlemi uygulanmadan önce elde edilen faz amorfudur. 980V uygulayarak elde ettikleri 65-23-12 % at. Al-Cu-Fe kompozisyonuna sahip filmlerde ikozahedral fazla birlikte kübik β -Al(Fe,Cu) fazını elde etmişlerdir.

Sales ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada [76] Al-Cu-Fe filmleri e-demeti yöntemi ile üretmişlerdir. $Al_{63}Cu_{25}Fe_{12}$ ve $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$ kompozisyonlarında ingot kullanılarak, paslanmaz çelik altlık üzerine kalınlıkları 40µm ile 70µm arasında değişen filmlerin biriktirildiği çalışmada, kaplama süresince altlık sıcaklığı 650°C olarak ölçülmüştür.

$\text{Al}_{63}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}$ kompozisyonuna sahip hedef malzemenin kullanıldığı kaplamalarda ψ fazı ile birlikte β fazına rastlanırken, $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ kompozisyonuna sahip hedef malzeme kullanıldığında kaplamanın üst kısmında $30\mu\text{m}$ kalınlığında bir ψ faz bölgesi elde edilmiş, bu fazın altında ψ fazı ile birlikte $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ fazına, altlığa yakın olan bölgede ise $\text{Al}_{50,4}\text{Cu}_{34,2}\text{Fe}_{15,4}$ kompozisyonuna sahip β fazı elde etmişlerdir.

Termal buharlaştırma yöntemiyle (dolaylı yoldan ısıtma ve elektron demeti ile ısıtma) üretilen Al-Cu-Fe filmler kuartz altlık üzerine biriktirilmiştir [77]. İşlem sonrasında amorf filmler üretilmiştir. Hedef malzemenin dolaylı yoldan ısıtıldığı çalışmalarda 100nm kalınlığında filmler elde ederlerken, elektron demeti ile ısıtılarak yapılan kaplamalarda 200nm kalınlığında filmler elde etmişlerdir. $\text{Al}_{50}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{30}$ kompozisyonuna sahip hedef malzemenin (800°C 'de 2 sa ısıtma işlemi) dolaylı yoldan ısıtılarak altlık üzerine biriktirilmesi ve ardından uygulanan 700°C 'de 1 sa yapılan ısıtma işlemi sonrası ikozahedral faz ile birlikte $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, $\text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$ fazları elde edilmiştir. $\text{Al}_{40}\text{Cu}_5\text{Fe}_{55}$ kompozisyonuna sahip hedef malzeme elektron demeti ile ısıtılarak altlık üzerine biriktirildiğinde ise yapılan ısıtma işlemi sonrasında ise ikozahedral faz elde etmişlerdir.



Şekil 7.12: (1) Çok tabakalı (2) Eş zamanlı film üretimi şematik gösterimi [78].

Bir diğer üretim yöntemi Al-Cu-Fe yapısını çok katmanlı olarak elde ettikten sonra, ikozahedral fazı elde etmek için ısıtma işlemi uygulamaktır.

Simon Olsson ve arkadaşları [79] Al/Cu/Fe çok tabakalı ince filmi DC manyetik alanda sıçratma yöntemini kullanarak Si(001) ve Al₂O₃(0001) altlıklar üzerinde biriktirmişlerdir. Al için 50mA(440V), Cu için 40mA(270V) ve Fe için 100mA(320V) akımın kullanıldığı sistemde, toplam kalınlığın 2nm ile 400nm arasında değiştiği, Al:Cu:Fe arasındaki kalınlık oranının 7:2:1 olduğu filmler üretilmiştir. 290°C'den 710°C'ye farklı sıcaklıklarda ısıtılma işlemi uygulandığı numunelerde, 290°C'de Cu ile Al reaksiyona girerek ilk olarak θ -Al₂Cu ve γ -Al₄Cu₉ fazlarını oluşturmuştur. Sıcaklık 390°C'ye yükseldiğinde η -AlCu fazıyla birlikte ω -Al₇Cu₂Fe fazının oluştuğu görülmüş, 480°C'de ω -faz pikleri artmıştır. 570°C'de ikozahedral fazın yanında ω fazı piklerine rastlanmıştır. 710°C'de uygulanan ısıtılma işlemi sonrasında ω fazı kaybolurken ikozahedral faz yanında düşük şiddetlerde β -Al(Cu,Fe) fazı elde edilmiştir.

Klein [80] çok katmanlı yapılarda tabaka sırasının önemli olduğunu ifade ederken, sonraki yapılan çalışmalar [81,82] Al/Cu/Fe sırasının önemli olmadığını açıklamıştır. Çok katmanlı yapılarda, tabakaların sırasının kuazikristal yapı oluşumuna etkisinin incelemek için yapılan çalışmada [81], Al/Cu/Fe, Al/Fe/Cu, Fe/Al/Cu sırasına göre biriktirilen filmler e-Beam yöntemi ile üretilmiştir. Altlık olarak alümina kullanılmıştır. 2100Å Al, 600Å Cu, 300Å Fe olmak üzere toplam 3000Å kalınlığındaki filmlere 205°C'den 700°C'ye farklı sıcaklıklarda ısıtılma işlemi uygulanmış, oluşan fazlar analiz edilmiştir. Tabaka sırasına bakılmaksızın sırasıyla oluşan fazlar, Al₂Cu, AlCu₃, AlCu, Al₁₃Fe₄, AlFe(Cu), Al₇Cu₂Fe ve son olarak ψ fazıdır.

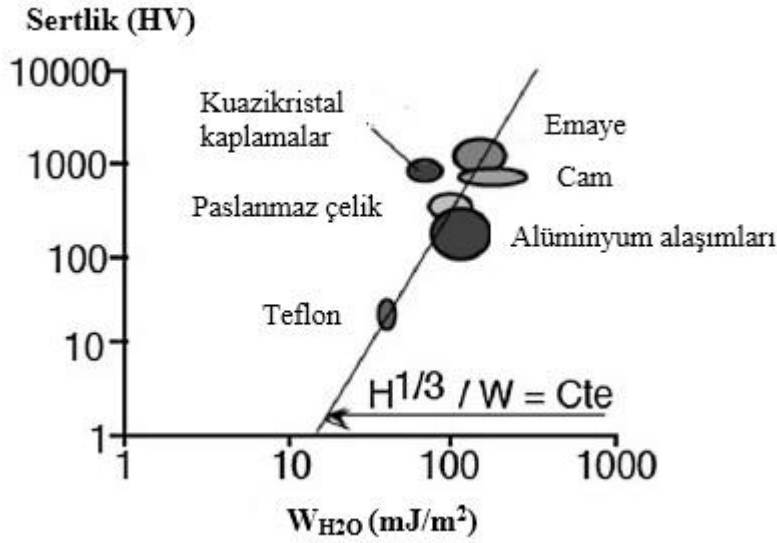
7.4 Al-Cu-Fe Kuazikristallerinin Uygulama Alanları

Kuazikristallerin yüksek kırılma indisiye sahip olmaları teknolojik uygulamalarda önemli bir dezavantaj olsa da yüksek sertlik ve aşınma direnci gibi pek çok özelliğinden dolayı teknolojiye geniş yer alacak malzemelerden bir tanesidir.

Al-Cu-Fe kuazikristallerinin optik iletkenliği frekansın artmasıyla lineer olarak artmaktadır. Bu özellikleri bu malzemelerin soğurucu olarak kullanılmalarına olanak sağlamaktadır. Örneğin bakır üzerine 50nm Al₂O₃, 10nm i-AlCuFe ve 70 nm Al₂O₃ biriktirilmesi ile oluşturulan filmlerde güneş ışığının soğurulmasını %90'a kadar artırmaktadır [66].

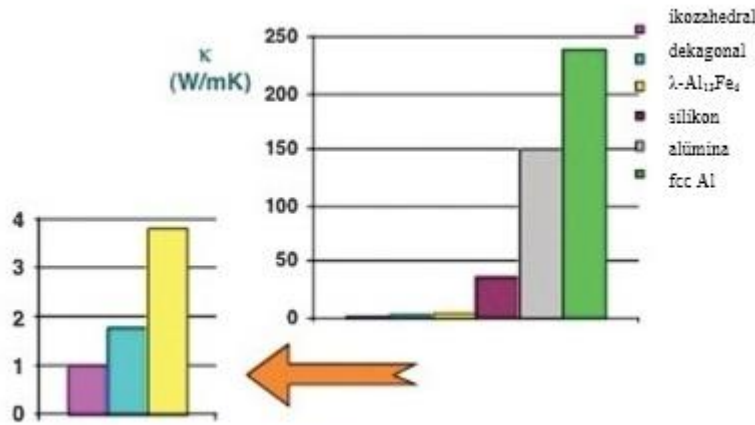
Kuazikristaller ile ilgili ilk uygulama yemek pişirme kaplarının kaplanmasıdır. Al-Cu-Fe ikozahedral yapının yüzey enerjisi 28mJ/m² olup teflona çok yakındır (Şekil 7.13)

[5,6]. İlk olarak Fransız firması Sitram tarafından denenen uygulama [7] tuzun kuazikristal yapıyı dağlaması nedeniyle devam ettirilmemiştir.



Şekil 7.13: Pişirme takımlarında kullanılan standart malzemeler ile kuazikristallerin sertlik-adhezyon grafiği [51].

Kuazikristaller düşük ısı iletkenliğine ($\kappa=1 \text{ W mK}^{-1}$) sahiptir. Bu özellik helikopterlerin türbin kanatlarında bir termal bariyer olarak kullanılmalarına olanak sağlamaktadır (Şekil 7.14)

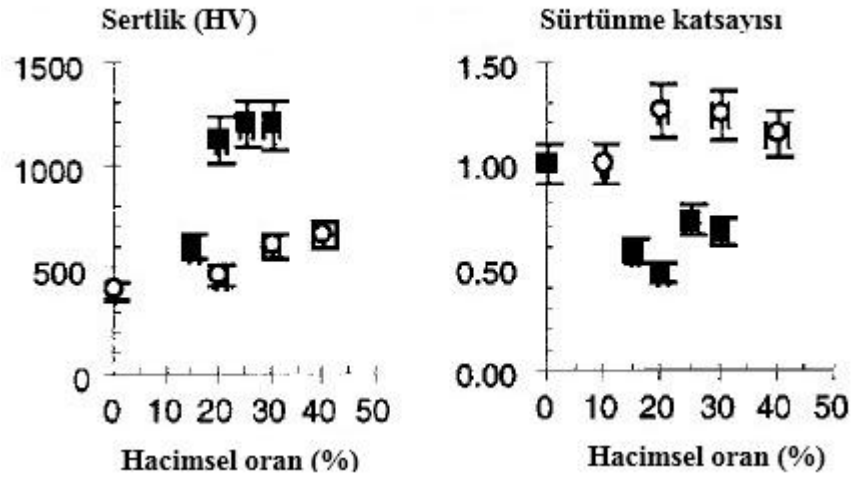


Şekil 7.14 : Kuazikristallerin ve bazı standart malzemelerin ısı iletkenlikleri [51].

Yüksek sıcaklıklarda kararlı olan kuazikristaller katalizör uygulamalarında gelecek vaat etmektedir. Pd içeren pek çok kuazikristal test edilmiş ve hepsi katalizör uygulamalarına uygun görülmüştür. İçerdiği yüksek Pd miktarından dolayı Al-Pd-Mn iyi bir katalizör olmasına rağmen fiyat/ performans bakımından dezavantaja sahiptir.

Al-Cu-Fe ise fiyat açısından uygun olmasının yanında iyi bir katalizör özelliği göstermektedir [83]. Sıcaklığa bağlı olan elektrik iletkenliğinden dolayı Al-Cu-Fe ikozahedral alaşımlar termometre yada ısı akış dedektörü olarak da kullanılabilir [84].

Saf ticari alüminyumun sertliği alüminyum matris içerisine dağılan %25 oranında ikozahedral tanecikler ile sertlik değeri yaklaşık 5 katına çıkmaktadır. İkozahedral tanecikler yerine ω -Al₇Cu₂Fe fazı da sertlikte ikozahedral faz kadar bir artışa neden olmaktadır. Al esaslı alaşımlarda sıklıkla kullanılan SiC fiberlerle kıyaslandığında, Al-Cu-Fe kuazikristal tozları ile sağlamlaştırılan Al esaslı alaşımların yüksek sertlik yanında düşük sürtünme katsayısına sahip olduğu tespit edilmiştir (Şekil 7.15) [66].

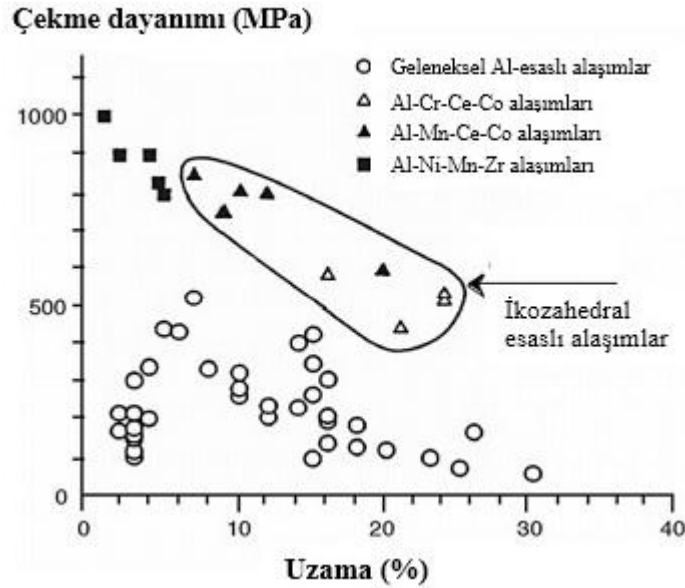


Şekil 7.15 : Al esaslı alaşımların SiC kullanıldığında (içi boş nokta) ve i-AlCuFe tozları kullanıldığında (içi dolu nokta) sertlik ve sürtünme katsayısı değerleri [66].

Al-Cu-Fe kuazikristallerin pek çok potansiyel uygulama alanı bulunmaktadır. Al-Cu-Fe kuazikristalleri dışında diğer kuazikristal malzemeler de gelecek vaad etmektedir. Örneğin; kuazikristaller yeni maryaşlandırma (maraging) çeliklerinin üretiminde kullanılmaktadır. Maryaşlandırma çelikleri düşük karbonlu ancak çok yüksek dayanımlı çeliklerdir. Yüksek miktarda Ni, Co, Cr içeren çeliklerde yüksek dayanım intermetalik çökeltilerden kazanılır. Bu çeliklere ısıtma ile östenit oluşumunu, soğutma ile martenzit oluşumunu ve yaşlandırma ile martenzitin ayrışmasını içeren bir dizi ısıtma işlem uygulanır. Sandvik Çelik şirketi farklı kompozisyona sahip yeni bir maryaşlandırma (maraging) çeliği geliştirmiştir. 475°C'de ısıtma işlem gören çeliklerin sertliğinin ısıtma süresinin artmasıyla arttığını gözlemlemişlerdir. 4 sa ısıtma işlem gören çeliklerde homojen bir şekilde dağılan 1nm çapındaki çökeltiler, 475°C'de 100

sa ısıtıl işleminden sonra maksimum 50nm boyutuna ulaşmıştır [66]. Yapılan kristalografik analiz bu çökeltilerin ikozahedral yapılar olduğunu göstermiştir. Bu ikozahedral çökeltiler yeni maryaşlandırma çelikleri 700HV sertliğe ve 3000 MPa akma mukavemetine sahip olmaktadır. Korozyon direnci de oldukça yüksek olan bu çelikler ameliyat malzemelerinde kullanılmaktadır [85].

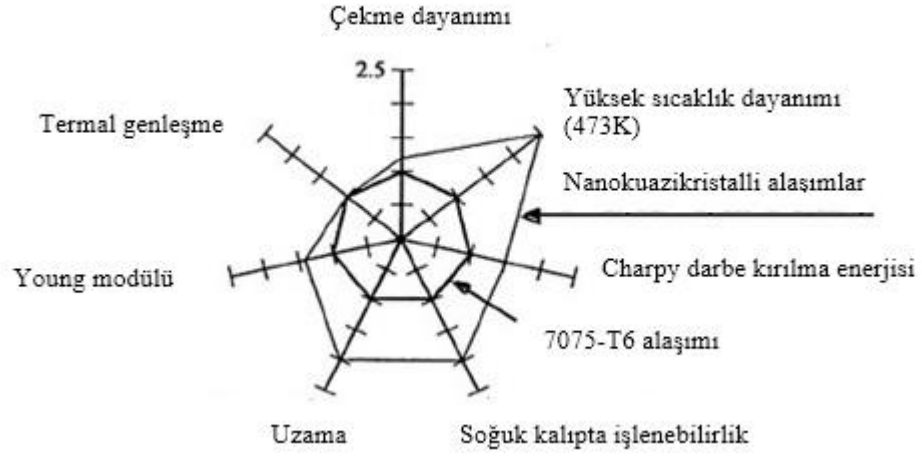
Otomotiv ve havacılık sanayiinde sıklıkla kullanılan alüminyum esaslı alaşımların fiziksel özelliklerini geliştirmek amacıyla çalışmalar yapan Akihisa Inoue hızlı katılaştırma veya atomizasyon yöntemiyle üretilen alüminyumca zengin alaşımlarda YMK yapıdaki alüminyum matris içerisinde nanometre boyutunda kuazikristal parçacıkların dağıldığını görmüştür. Bu numunelerde yüksek çekme dayanımı ve plastik uzama gözlenmiştir (Şekil 7.16) [51].



Şekil 7.16 : Geleneksel alüminyum alaşımları ile içerisinde ikozahedral parçacık veya amorf parçacık içeren alüminyum alaşımlarının çekme dayanımı-% uzama grafiği [51].

Kuazikristal yapılar, yüksek sertliğe ve düşük sürtünme katsayısına sahip olmaları nedeni ile motor uygulamalarında piston kaplama ve silindir gömleği olarak kullanılabilme potansiyelleri vardır [2].

Al esaslı alaşımlar ile haddeden çekilmiş nanokuazikristal malzemeler içeren Al esaslı alaşımlar karşılaştırıldığında nanokuazikristal malzemelerin uzama, çekme dayanımı, yüksek sıcaklıklara dayanma mukavemeti gibi mekanik özelliklerinin daha iyi olduğu görülmüştür (Şekil 7.17)



Şekil 7.17 : Nanokuzikristal içeren Al esaslı alařımlar ile içermeyen Al esaslı alařımların mekaniksek özelliklerinin karşılaştırılması [51].

8. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Çalışmada KA-FBB yöntemi kullanılarak Al-Cu-Fe üçlü fazlarının ve ikozahedral kuazikristal fazın elde edilmesi amaçlanmıştır. Kuazikristal fazlar döküm, tek kristal ve kaplama yöntemleriyle üretilmektedir. Döküm ve tek kristal yöntemi ile üretme çalışmaları oldukça çok iken kaplama yöntemiyle üretim çalışmaları yenidir. Pek çok avantaja sahip olan kuazikristal fazların en önemli dezavantajı kırılğan olmalarıdır. Bu nedenle uygun altlık üzerine kaplama yöntemleri kullanılarak bu fazı elde etmek, kullanım alanlarının artmasına neden olmaktadır. Bu yöntemde düşük karbonlu çelik altlık üzerine alüminyum ve bakır biriktirilmesi ve birikme esnasında elektron bombardımanı ile ısıtılarak kuazikristal yapıyı kaplama sonrasında kullanılan ısıtılma işlemi gerek duymadan elde etmek amaçlanmıştır.

Kaplamalarda taban malzeme olarak 1018 düşük karbonlu çelik kullanılmıştır. 3,4x3,4 cm boyutunda kesilen numuneler kaplama öncesi metalografik olarak parlatma işlemine tutulmuşlardır. Bu amaçla numune yüzeyleri Struers Rotopol 25 numune hazırlama ve parlatma ünitesinde 240 numaralı SiC zımparadan başlayarak sırasıyla 320-500-800 ve 1200 numaralı zımparalar kullanılarak numune yüzeyi kaplamaya uygun hale getirilmiştir. Daha sonra numuneler izopropil alkol ve asetonda ultrasonik olarak temizlenmiştir.

KA-FBB sisteminde değişken bias gerilimi kullanılarak yayındırma işlemi daha önce Ürgen, Şireli, Çorlu ve Arpat'ın çalışmalarında kullanılmıştır. Geleneksel KA-FBB biriktirme yöntemlerinden farklı, bias olarak alternatif akım kullanılarak kaplama/yayındırma çalışmaları ise Öncel, Turutoğlu ve Kaçar'ın çalışmalarında Al-Ni, Al-Ti ve Nb-Ti sistemlerinde başarıyla uygulanmıştır.

Bu sistemde uygulanan AC bias'ın negatif bölgesinde altlık malzeme katot olarak davranır ve kaplama gerçekleşir. Pozitif bölgesinde ise anot olarak davranan altlık malzeme katot tarafından yayılan elektronlar tarafından ısıtılır ve bu ısınma altlık ve kaplama arasında difüzyon olayının gerçekleşmesine neden olur.

Kaplama ve bombardıman çalışmalarında Öncel İleri Malzeme ve Yüzey Teknolojileri modifiyeli Rus Novatec SIE marka NVT 12 KA-FBB ünitesi kullanılmıştır. Kaplama esnasında numune sıcaklığı DIAS Pyrospot DG 10 optik infrared pirometre ile 1 sn aralıklarla ölçülmüş ve kaydedilmiştir. Kaplama süresince sıcaklığın istenen değerde kalması için ototransformatör (varyak) kullanılmıştır.

8.1 Karakterizasyon Çalışmaları

Kaplama/yayındırma işlemi ile üretilen numunelerin karakterizasyon çalışmalarında kullanılan yöntemler ve bu yöntemlerin detayları aşağıda verilmektedir.

8.1.1 X-ışınları difraktometresi ile faz tayinleri

Numunelerin x-ışınları ile faz tayininde Philips PW3710 XPert Pro XRD model x-ışınları difraktometresi kullanılmıştır. Faz tayinlerinde 40kV ile 40mA'de üretilen CuK_α radyasyonu kullanılmıştır. Tarama için θ -2 θ modu seçilmiştir. Taramalar 10°-120° aralığında yapılmıştır. Elde edilen x-ışını paterni JCPDS(Joint Committee on Powder Diffraction Standards) veri dosyasındaki standart paternlerle karşılaştırılarak kaplamaların içerisindeki faz yapıları tespit edilmiştir. Sunulan difraktogramların tümü en yüksek şiddete göre normalize edilerek ilgili fazların oranları hakkında kalitatif bilgi edinilmeye çalışılmıştır.

8.1.2 Yüzey ve kesit incelemeleri

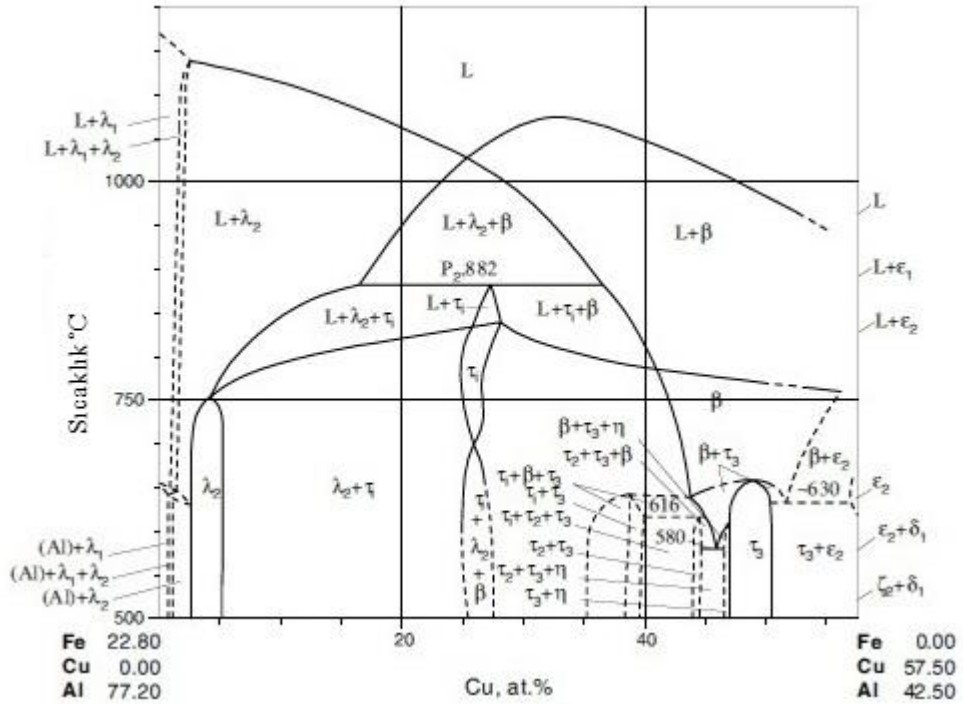
Numunelerin elementel içeriklerinin tayini ve yüzey ve kesit incelemeleri için JEOL JSM-5410 model taramalı elektron mikroskobu ile çalışan EDS analiz sistemi kullanılmıştır. Kesit incelemeleri için numuneler kesilip vakuma uygun sıcak epoksi bakalite alınmıştır. Bakalite alınan numuneler 240 grid SiC zımparadan başlayarak sırasıyla 320, 500, 800 ve 1200 gridlik zımparalarla zımparalanmıştır. Sonrasında 3 μm ve 1 μm 'lik alümina pastalar ile parlatılmıştır.

9. DENEYSEL SONUÇLAR

Deneysel sonuçlar iki alt başlık altında toplanmıştır. Çalışmanın ilk bölümünde 1018 çelik altlık (%0,003 C) üzerine önce alüminyum, daha sonra bakır kaplanıp yayındırılırken, ikinci bölümünde ise altlık üzerine önce bakır, daha sonra alüminyum kaplanıp yayındırılmıştır.

9.1 Çelik Üzerine Al/Cu Deneyleri

Bu çalışmanın amacı Bradley'in ortaya koyduğu (Şekil 9.1) $\text{Al}_{77,2}\text{Fe}_{22,8}$ ve $\text{Al}_{42,5}\text{Cu}_{57,5}$ arasındaki izoplet çiziminden yola çıkarak alüminyumca zengin $\lambda_2\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ (FeAl_3) fazını elde etmek, daha sonra bu fazın içerisine Cu yayınımları ile Al-Cu-Fe ikozahedral fazını elde etmektir.



Şekil 9.1: $\text{Al}_{77,2}\text{Fe}_{22,8}$ ve $\text{Al}_{42,5}\text{Cu}_{57,5}$ arasındaki izoplet [50].

Bu amaçla zımparalanıp temizlenen çelik altlıklar tutucuya asılmış ve KA-FBB sistemi içerisine yerleştirilmiştir. Kaplama odası 10^{-5} Torr'a kadar vakuma alınmış, yüzeydeki oksitleri ve kirleri temizlemek için altlık kaplama öncesinde 1000V bias

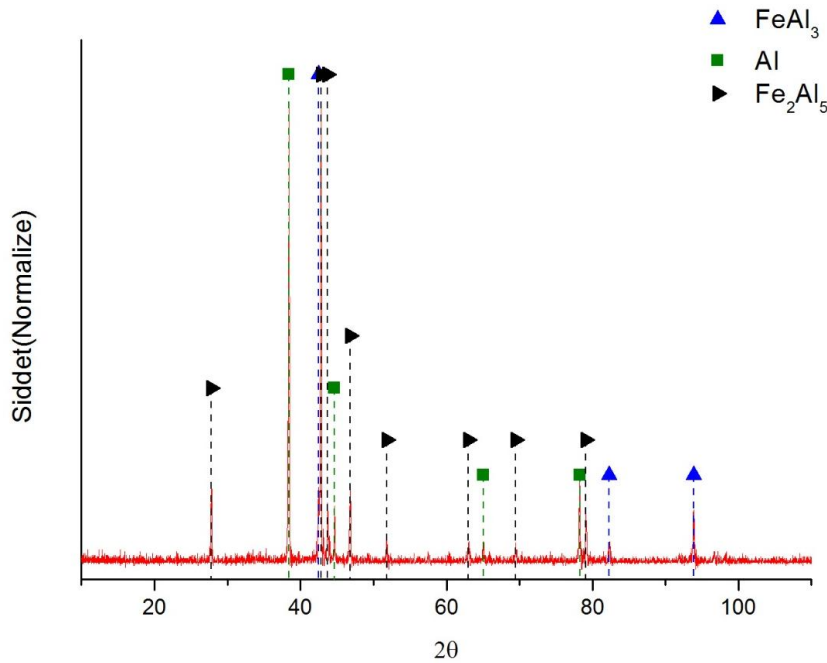
gerilimi uygulanarak 3 dk boyunca Ar plazmasında temizlenmiştir. Altlık üzerine 70A katot akımı ile AC bias uygulanarak (14V) 60 dk boyunca 750°C’de Al yayındırılmıştır. Al-Cu-Fe ikozahedral fazını elde etmek için bu numunelere daha sonra farklı sıcaklıklarda Cu yayındırılmıştır. Cu kaplama/yayındırma parametreleri Çizelge 9.1’de verilmiştir.

Çizelge 9.1: Bakır kaplama/yayındırma parametreleri.

Numune	Katot akımı(A)	AC Bias gerilimi(V)	Süre(dk)	Sıcaklık(°C)
KTF-561	70	20	20	700
KTF-564	70	38	20	1000
KTF-566	70	44	20	1200

9.1.1 Karakterizasyon sonuçları

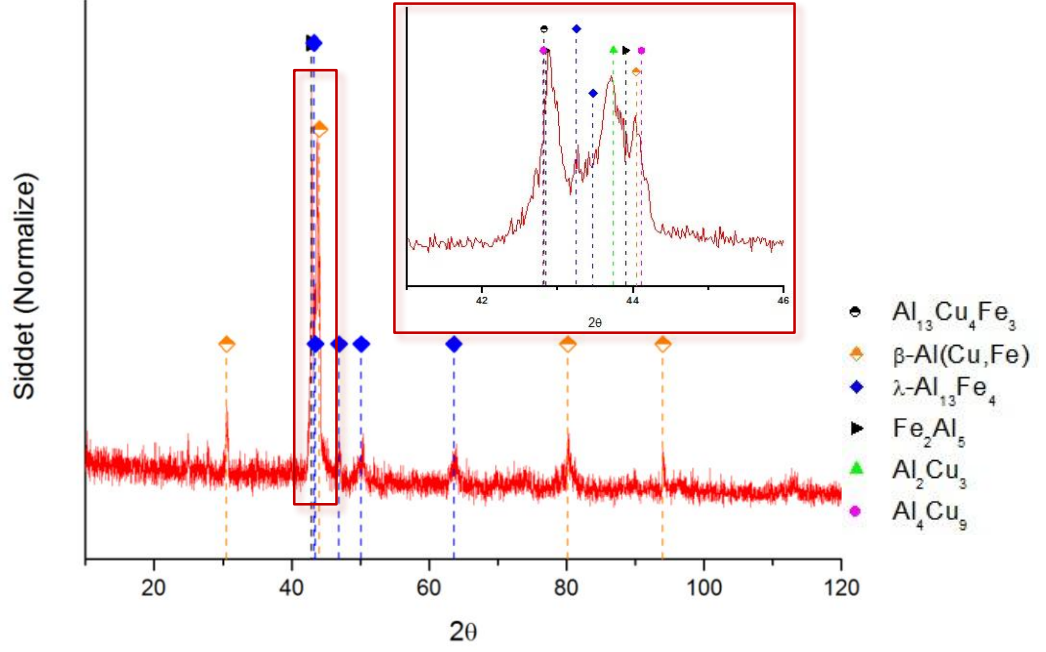
70A katot akımı ile 750°C’de AC bias uygulanarak 60 dk Al yayındırılan numunelerin XRD analizinde α -Al , Fe_2Al_5 ve FeAl_3 fazlarına rastlanmıştır.



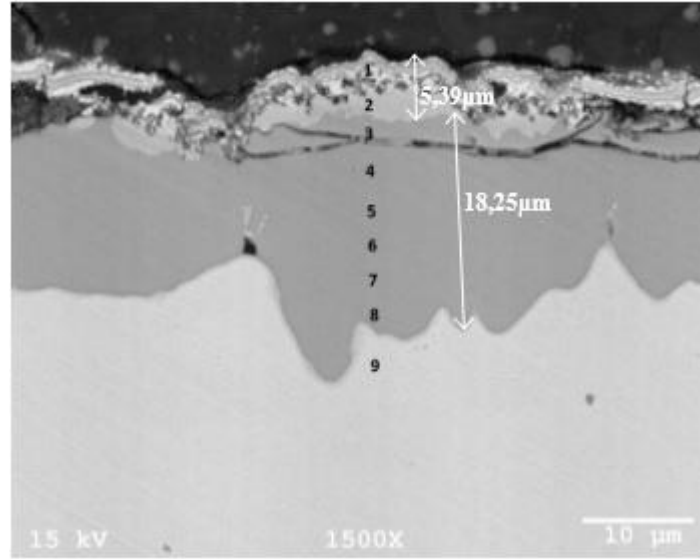
Şekil 9.2: Çelik üzerine 60 dk, 70 A katot akımı ile 750°C’de Al yayındırılan KTF-560 numunesinin XRD deseni.

Ergimiş alüminyum ile katı demir arasındaki etkileşim incelendiğinde demire yakın olan bölgede Fe_2Al_5 intermetalik fazı oluşurken, alüminyuma yakın bölgede ise FeAl_3 fazının olduğu daha önce yapılan çalışmalarda ifade edilmiştir. Alüminyumun demir içerisine difüzyonu demirin alüminyum içerisine difüzyonundan daha hızlı olduğu için Fe_2Al_5 fazının difüzyon bölgesinin ilerlemesi FeAl_3 fazına göre daha hızlıdır.

700°C’de 20 dk AC bias uygulanarak Cu yayındırılan numunenin XRD analizi yapıldığında λ -Al₁₃Fe₄, kübik β -AlFe(Cu), Al₁₃Cu₄Fe₃, Al₄Cu₉ fazlarının piklerine rastlanırken ikozahedral faz piki gözlenmemiştir.



Şekil 9.3: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 700°C’de Cu yayındırılan KTF-561 numunesinin XRD deseni



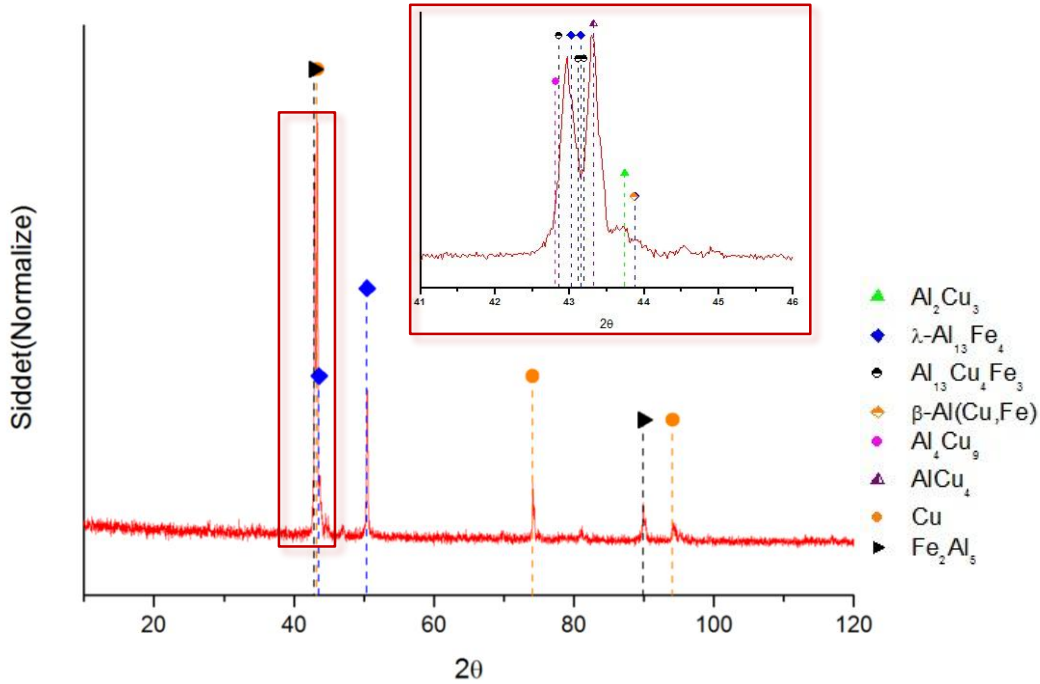
Şekil 9.4: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 700°C’de Cu yayındırılan KTF-561 numunesinin SEM görüntüsü

Çizelge 9.2: KTF-561 numunesinin EDS analizi.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
%at.Al	56,96	58,97	72,8	71,3	68,5	55,2	24,2	24,4	1,3
%at.Cu	31,08	15,57	1,1	3,5	4,6	2,4	3,6	5,7	0,5
%at.Fe	11,95	25,46	26,1	25,09	29,9	44,4	72,2	69,9	98,2

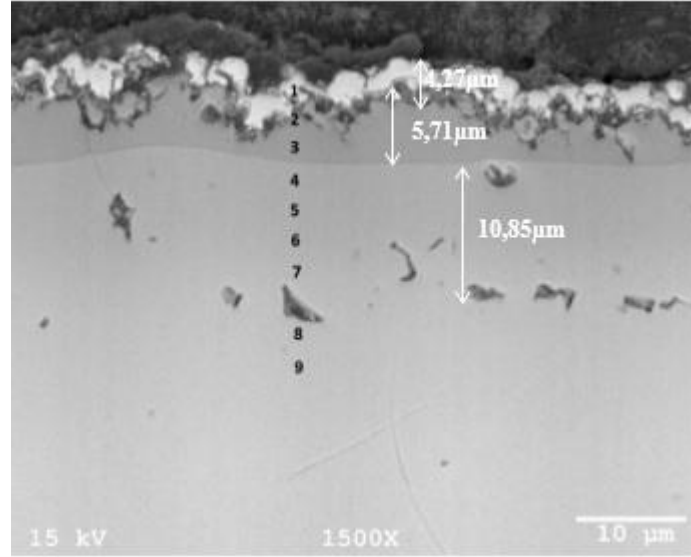
SEM sonuçlarına bakıldığında ise 2 farklı difüzyon bölgesi görülmektedir. Yüzeye yakın olan katmanın EDS sonuçları bu bölgenin Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren bir kompozisyona sahip olduğunu göstermektedir. 2. katman alüminyumca zengin Al-Fe faz bölgesidir. 60 dk AC bias uygulanarak Al yayındırılan numunelerde elde edilen Fe_2Al_5 intermetalik fazı bakırın içeriye yayınmasını engellemiştir.

1000°C’de yapılan deneylerin ise XRD sonuçları analiz edildiğinde $Al_{13}Cu_4Fe_3$, $Al_{13}Fe_4$, Cu katı eriyiği, Al_4Cu_9 , Fe_2Al_5 faz piklerine rastlanmıştır.



Şekil 9.5: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 1000°C’de Cu yayındırılan KTF-564 numunesinin XRD deseni

SEM sonuçlarına bakıldığı zaman bu sıcaklıkta yüzeye yakın bölgede bakır konstantrasyonunun fazla olduğu görülmektedir. 2. difüzyon bölgesi kalınlığı 2 ile 5 μm arasında değişen Al-Cu fazlarını içeren bir bölgedir. Altılığa yakın olan bölgede Kirkendal boşluklarının olduğu gözlenirken bu boşlukların üst bölgesinde içerisinde düşük miktarda bakır çözen FeAl fazı oluşmuştur.

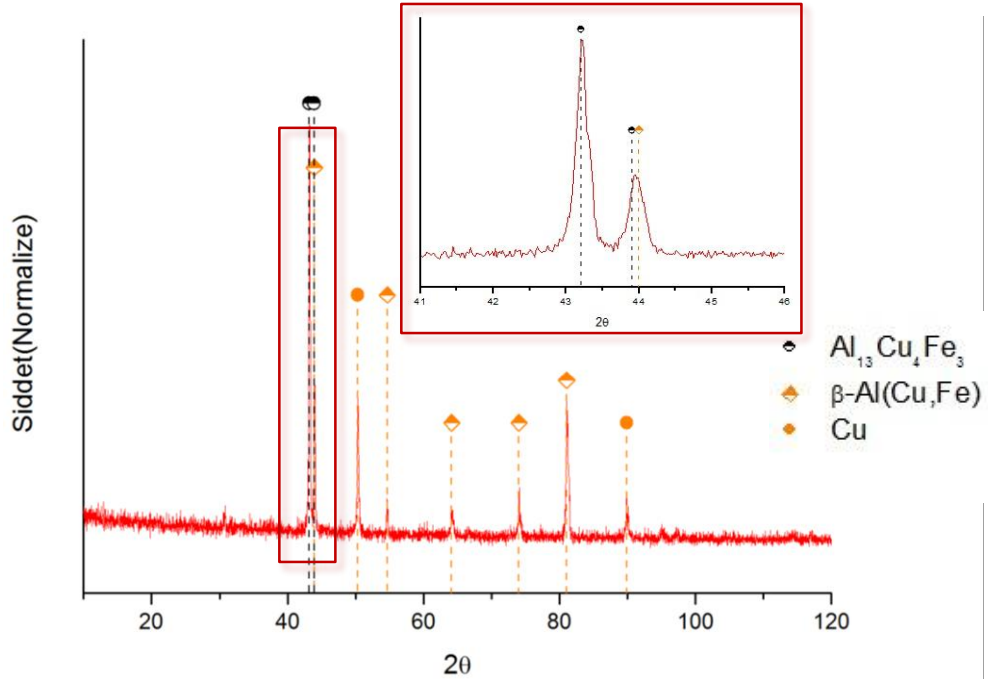


Şekil 9.6: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 1000°C’de Cu yayındırılan KTF-564 numunesinin SEM görüntüsü

Çizelge 9.3: KTF-564 numunesinin EDS analizi.

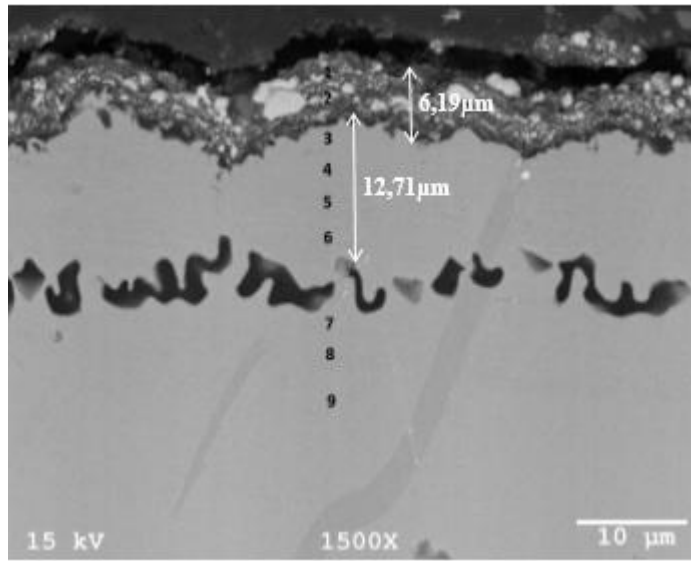
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
%at.Al	8,8	42,4	63,3	69,7	46,5	40,5	40,2	29,7	25,7
%at.Cu	84,2	50,7	24,2	6,4	4,7	2,9	3,9	2,7	2,6
%at.Fe	6,9	6,8	12,4	23,8	48,6	56,5	55,8	67,5	71,6

Bakırın yayınmasını artırmak için Fe_2Al_5 fazının ergime sıcaklığının üzerine çıkmış, AC bias uygulayarak 1200°C’de yayındırma gerçekleştirilmiştir.



Şekil 9.7: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 1200°C’de Cu yayındırılan KTF-566 numunesinin XRD deseni

Bakırın difüzyonunu artırmak için difüzyona engel olan Fe_2Al_5 intermetalığının ergime sıcaklığının üstüne çıkıldığı numunenin SEM ve EDS sonuçlarına bakıldığında yüzeye yakın olan katmanın bakırca zengin olduğu, altlığa yakın olan tabakada ise bakır konsantrasyonunun arttığı fakat sıcaklığın artmasıyla birlikte demirin difüzyonunun hızlandığı ve demir konsantrasyonunun da arttığı gözlenmiştir. Böylece oldukça geniş bir FeAl faz bölgesi oluşmuştur. SEM sonuçlarında Kirkendall boşluklarının olduğu görülmektedir. FeAl oluşumu sırasında Fe/FeAl ve FeAl/ Fe_2Al_5 arayüzlerinde Kirkendall boşlukları oluşmaktadır. Fe/FeAl arayüzeyinde demirin yayınma hızı oldukça yüksektir ($\sim 10^4$) [86].



Şekil 9.8: KTF-560 numunesi üzerine 60 dk, 70A katot akımı ile, 1200°C’de Cu yayındırılan KTF-566 numunesinin SEM görüntüsü

Çizelge 9.4: KTF-566 numunesinin EDS analizi.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
%at.Al	9,6	48,2	45,4	47,05	43,9	43,2	32,3	31,3	26,1
%at.Cu	83,1	47,7	7,1	8,3	8,5	6,4	4,1	0,9	0,3
%at.Fe	7,3	3,9	47,5	44,6	47,4	50,2	63,5	67,6	73,4

9.2 Çelik Üzerine Cu/Al Deneyleri

Çelik üzerine önce 750°C’de 60 dk AC bias ile Al yayındırıldığında FeAl_3 fazı ile birlikte Fe_2Al_5 fazı elde edilmiştir. Bu yapının içerisine 700, 1000 ve 1200°C sıcaklıklarda 20 dk boyunca AC bias ile Cu yayındırılmaya çalışılmış fakat Fe_2Al_5 fazının yayınmaya engel olduğu, bu fazın ergime sıcaklığının (1160°C) üzerine çıkıldığında ise demirin difüzyonunun oldukça hızlandığı görülmüştür.

Bunun üzerine çelik altlık üzerine ilk önce Cu kaplayıp daha sonra Al yayındırma çalışmaları yapılmıştır. Çalışmanın bu bölümünde zımparalanıp temizlenen çelik altlıklar, KA-FBB sistemi içerisine yerleştirilmiş ve 10^{-5} Torr'a kadar vakuma alınmıştır, yüzeydeki oksitleri ve kirleri temizlemek için altlık kaplama öncesinde 1000V bias gerilimi uygulanarak 3 dk boyunca Ar plazmasında temizlenmiştir. 1018 çelik altlık üzerine önce 50V bias ve 70 A katot akımı ile 20 dk boyunca Cu kaplanmıştır. Kaplama süresince arkın sürekliliğini sağlamak için 8.3-10 sccm arası argon verilmiş, basınç $4,5 \times 10^{-4}$ Torr'a çıkarılmıştır.

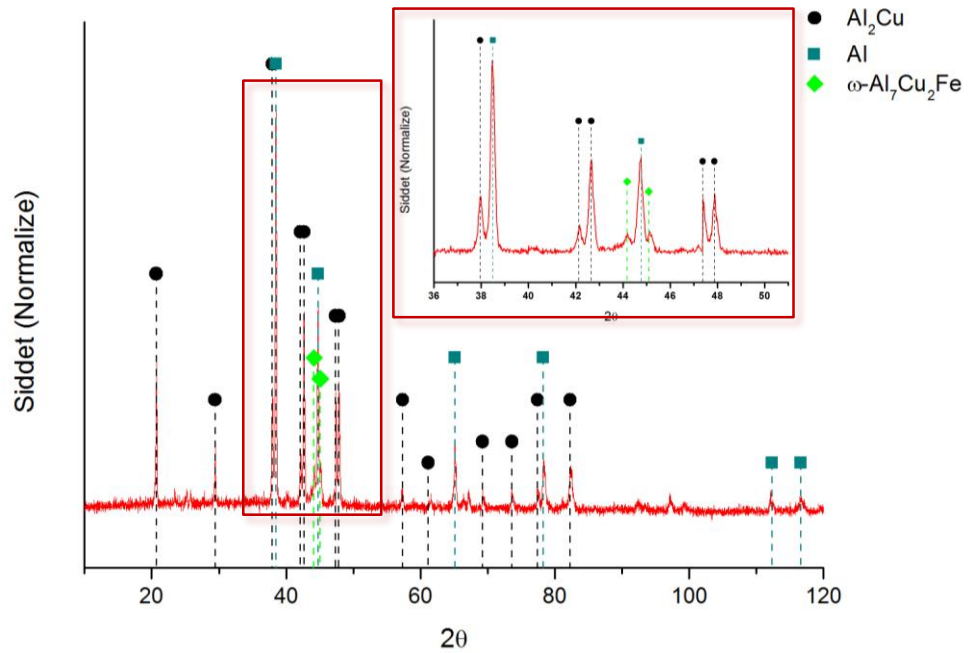
Cu ile kaplanan altlıkların üzerine daha sonra AC bias uygulanarak Al kaplanmış ve yayındırılmıştır. Kaplama-yayındırma parametreleri çizelgede verilmiştir.

Çizelge 9.5: Alüminyum kaplama/yayındırma parametreleri.

Numune	Katot akımı(A)	AC Bias gerilimi(V)	Süre(dk)	Sıcaklık(°C)
KTF-572	70	7	70	500
KTF-574	70	11	70	600
KTF-575	70	19	70	700
KTF-586	70	27	70	800

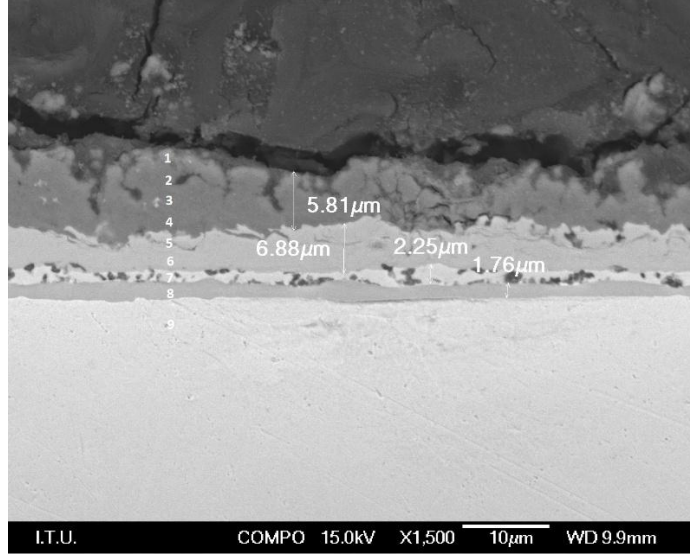
9.2.1 Karakterizasyon sonuçları

XRD sonuçları 500°C'de Al yayındırılan numunelerde α -Al, θ -Al₂Cu ve az miktarda ω -Al₇Cu₂Fe fazının olduğunu göstermektedir.



Şekil 9.9: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 500°C'de Al yayındırılan KTF-572 numunesinin XRD deseni

Bu numunelerin SEM sonuçlarına bakıldığında 4 difüzyon katmanı görülmektedir. Yüzeye yakın olan katman alüminyumca oldukça zengindir. 2. katman alüminyumca zengin Al-Cu fazlarını içerirken, altında 1,5-1,8 μ m kalınlığında Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren katman bulunmaktadır. Altlığa yakın bölgede oluşan ve alüminyumca zengin Al-Fe fazlarını içeren difüzyon bölgesi oldukça dardır. Bu durum katı alüminyum-katı demir arasındaki difüzyonun oldukça yavaş olmasından kaynaklanmaktadır.



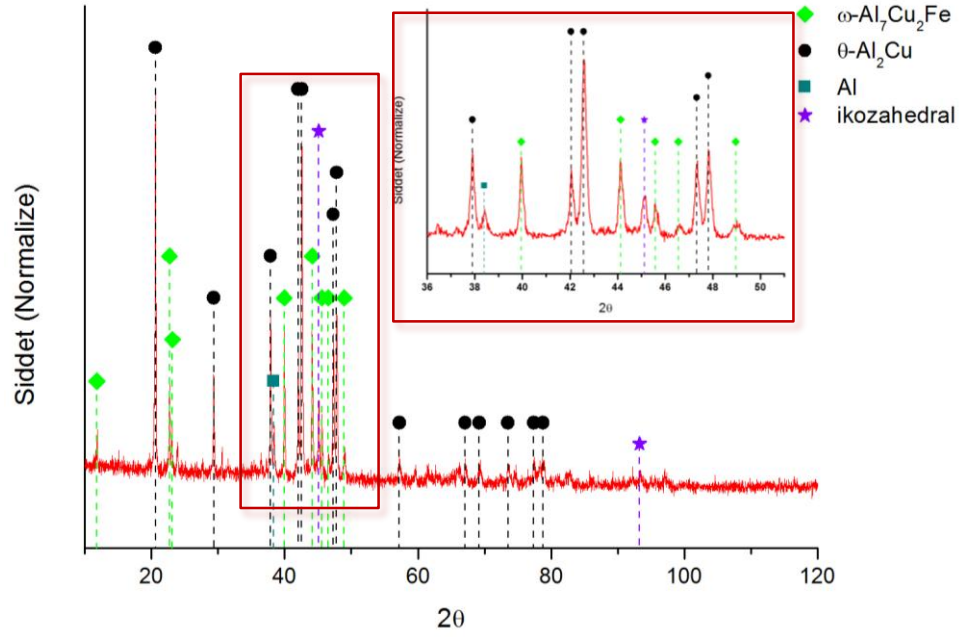
Şekil 9.9: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 500°C’de Al yayındırılan KTF-572 numunesinin SEM görüntüsü

Çizelge 9.6: KTF-572 numunesinin EDS analizi.

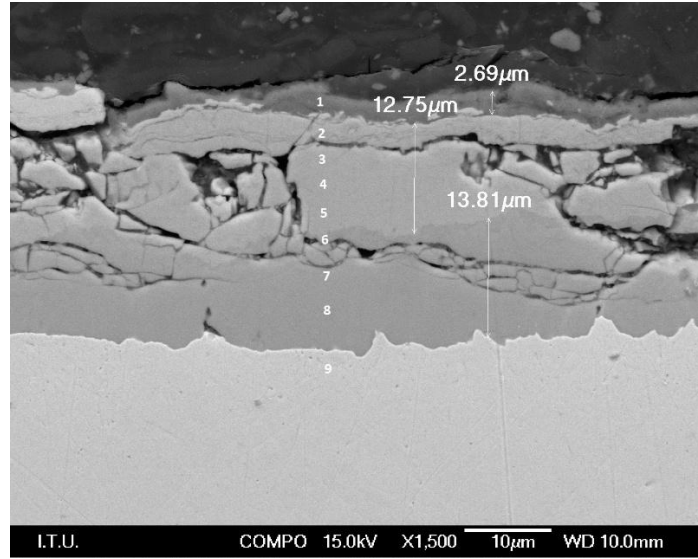
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
%at.Al	98	96	99,1	96,4	79,5	76,4	66,2	72,6	0,5
%at.Cu	1,6	3,7	0,3	2,7	19,4	22,3	24,1	1,1	0,9
%at.Fe	0,4	0,3	0,6	0,9	1,1	1,3	9,7	26,3	98,6

600°C’de 70 dk AC bias uygulanarak Al yayındırılan numunelerin XRD sonuçlarında ikozahedral faz piklerinin olduğu görülmüş ($\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$), bunun yanında ω - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, θ - Al_2Cu ve Al piklerine rastlanmıştır. SEM sonuçlarına bakıldığında ise 4 difüzyon bölgesi olduğu görülür. Üstteki tabaka alüminyumca zengin Al-Cu tabakasıdır ve içerisinde çok az miktarda Fe bulundurmaktadır. Sıcaklığın artmasıyla ω - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ piklerinde artış, θ - Al_2Cu ve Al piklerinde ise azalma gözlenmiştir. 600°C’de ikozahedral faz ω , λ , β ve ϕ fazı ile dengededir. EDS analizlerine göre bu sıcaklıkta elde edilen kompozisyon ω - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ veya üçlü Al-Cu-Fe fazlarına ait olabilir (λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, β - $\text{Al}(\text{Fe},\text{Cu})$). 500°C ile kıyaslandığı zaman altlığa yakın olan

bölgedeki alüminyumca zengin Al-Fe faz bölgesinin sıcaklığın artmasıyla alüminyum ve demir arasındaki difüzyonun hızlanmasından dolayı genişlediği görülmektedir.



Şekil 9.10: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 600°C’de Al yayındırılan KTF-574 numunesinin XRD deseni

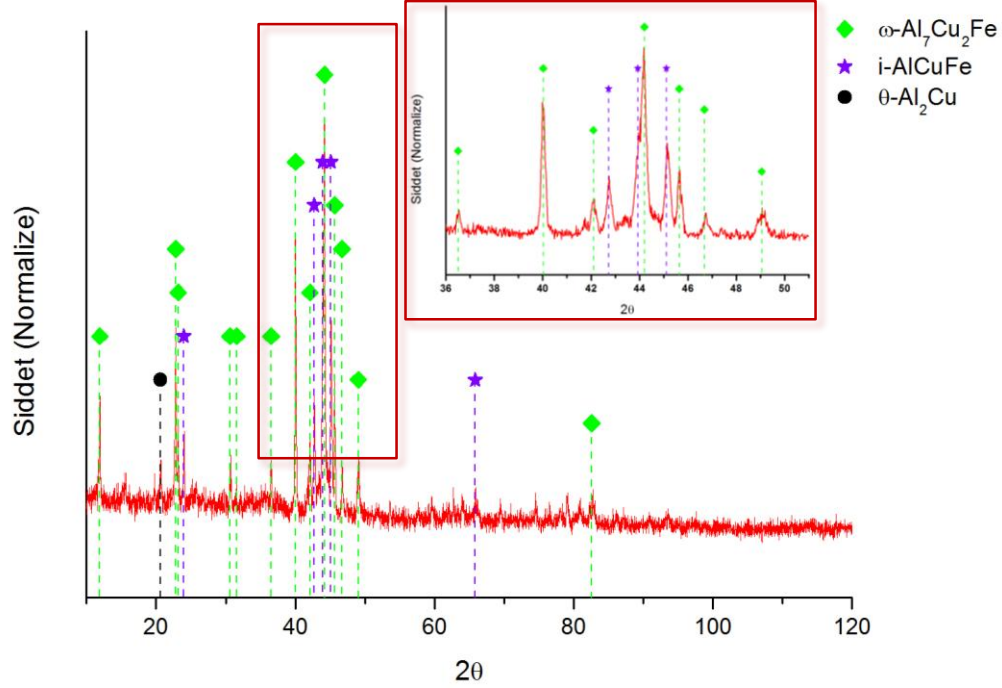


Şekil 9.11: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 600°C’de Al yayındırılan KTF-574 numunesinin SEM görüntüsü

Çizelge 9.7: KTF-574 numunesinin EDS analizi.

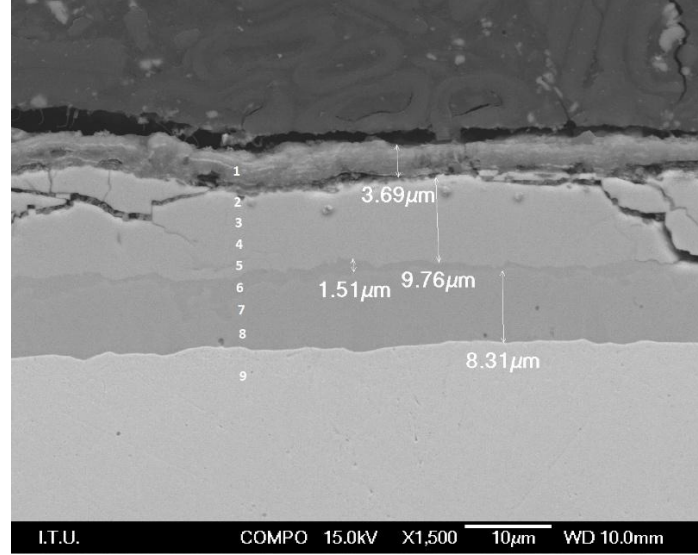
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
%at.Al	82,3	74,8	76,3	76,9	77,9	72,1	79,2	76,4	0,4
%at.Cu	14,9	16,1	15,4	14,7	13,5	1,8	1,4	1,1	1,2
%at.Fe	2,8	9,1	8,3	8,4	8,6	26,1	19,4	22,5	98,4

20 dk DC bias uygulanarak Cu kaplanan altlıklara 700°C’de 70 dk AC bias uygulanarak Al yayındırılan numunelerin XRD sonuçları incelendiğinde i-AlCuFe ($\text{Al}_{60,3}\text{Cu}_{30}\text{Fe}_{9,7}$) ve ω - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ faz pikleri ve düşük şiddette θ - Al_2Cu ve Fe_2Al_5 pikleri görülmüştür. Sıcaklığın artmasıyla Al pikleri kaybolmuş, i-AlCuFe ve ω - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ faz piklerinde artış gözlenmiştir.



Şekil 9.12: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 700°C’de Al yayındırılan KTF-575 numunesinin XRD deseni

SEM sonuçları incelendiğinde bu sıcaklıkta yapılan deneylerde 4 farklı difüzyon bölgesi olduğu görülmektedir. Üst kısımda alüminyumca zengin 3,5-3,7µm kalınlığında bir tabaka bulunur. 700°C’de Al-Cu-Fe faz diyagramına göre bu sıcaklıkta ikozahedral faz ile birlikte ω , β , λ ve sıvı fazları dengededir. $L+\omega+\lambda$, $\lambda+i+\omega$, $L+\omega+i$ üçlü faz bölgeleri kesişmektedir. 2. difüzyon bölgesi Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren bir bölgedir ve faz diyagramı göz önünde bulundurulduğunda bu bölgenin kompozisyonu $\omega+i$ faz bölgesine karşılık gelmektedir. Çeliğe yakın olan bölgenin kompozisyonuna bakıldığında parabolik büyüme gösteren Fe_2Al_5 fazının olduğu görülmektedir. Parabolik büyüme gösteren bu tabakanın üst kısmında ise lineer büyüme gösteren FeAl_3 tabakası bulunmaktadır.



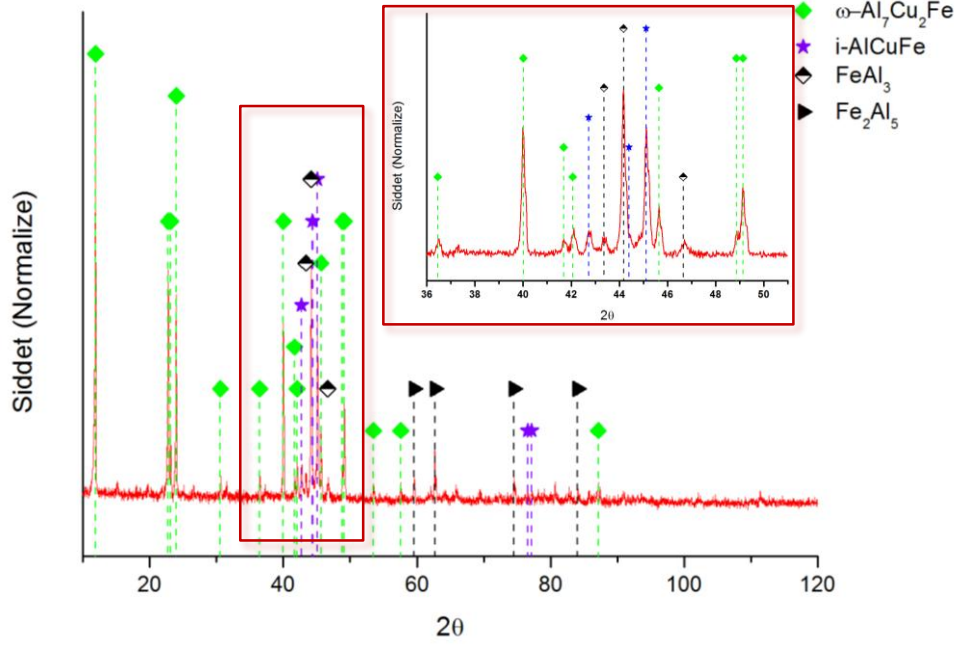
Şekil 9.13: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 700°C’de Al yayındırılan KTF-575 numunesinin SEM görüntüsü

Çizelge 9.8: KTF-575 numunesinin EDS analizi.

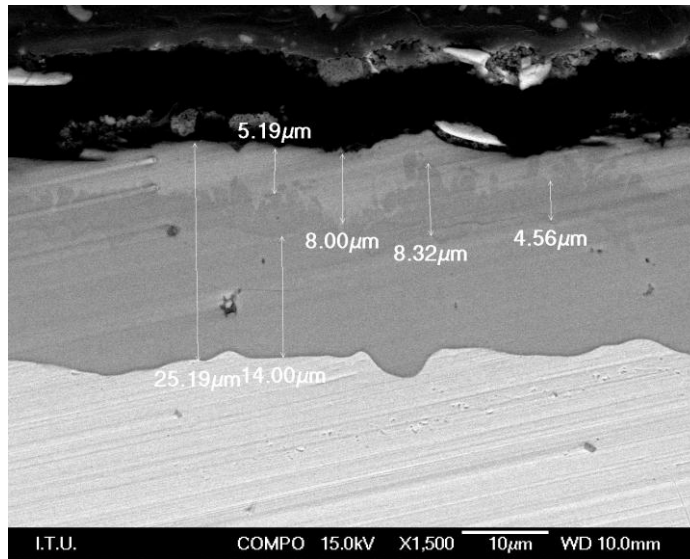
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
%at.Al	86,8	67,4	67,6	68,2	69,3	72,9	68,9	67,8	0,2
%at.Cu	10,1	21,4	20,9	20,2	15,4	1,9	3,3	2,4	0,1
%at.Fe	3,1	11,2	11,5	11,6	15,3	25,2	27,8	29,8	99,7

AC bias uygulanarak 70 dk, 800°C’de Al kaplanan/yayındırılan numunelerin XRD sonuçlarına bakıldığında şiddeti ve yoğunluğu artan ikozahedral fazın($\text{Al}_{60,3}\text{Cu}_{30}\text{Fe}_{9,7}$) yanında, ω - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, Fe_2Al_5 ve λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ faz pikleri görülmüştür.

SEM sonuçlarına göre 800°C’de işlem gören numunelerde 3 difüzyon katmanı olduğu görülmektedir. Kalınlığı 5 ile 8 μm arasında değişen yüzeye yakın olan katman Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içermektedir. Al-Cu-Fe faz diyagramının 800°C’deki izotermal kesitine bakıldığı zaman bu sıcaklıkta ikozahedral faz ile birlikte λ , β ve sıvı fazın dengede olduğu görülmektedir. 745°C’de $L \leftrightarrow \lambda + \omega$ ötektik reaksiyonuyla oluşan ω fazının soğuma esnasında oluştuğu düşünülmektedir. 2. difüzyon katmanı alüminyumca zengin, Fe-Al fazlarını içermektedir. EDS analizine bakıldığında bu fazın FeAl_3 fazı olduğu görülmektedir. Sıcaklığın 800°C’ye çıkmasıyla bu tabakanın kalınlığı artmıştır. Altılığa yakın olan 3. difüzyon bölgesi yine alüminyumca zengin Fe-Al fazlarını içermektedir. Bu faz lineer büyüme gösteren FeAl_3 fazı oluşuktan sonra oluşan ve parabolik büyüme gösteren Fe_2Al_5 fazıdır. Sıcaklığın artmasıyla bu tabakanın kalınlığı 14 μm ’ye kadar çıkmıştır.



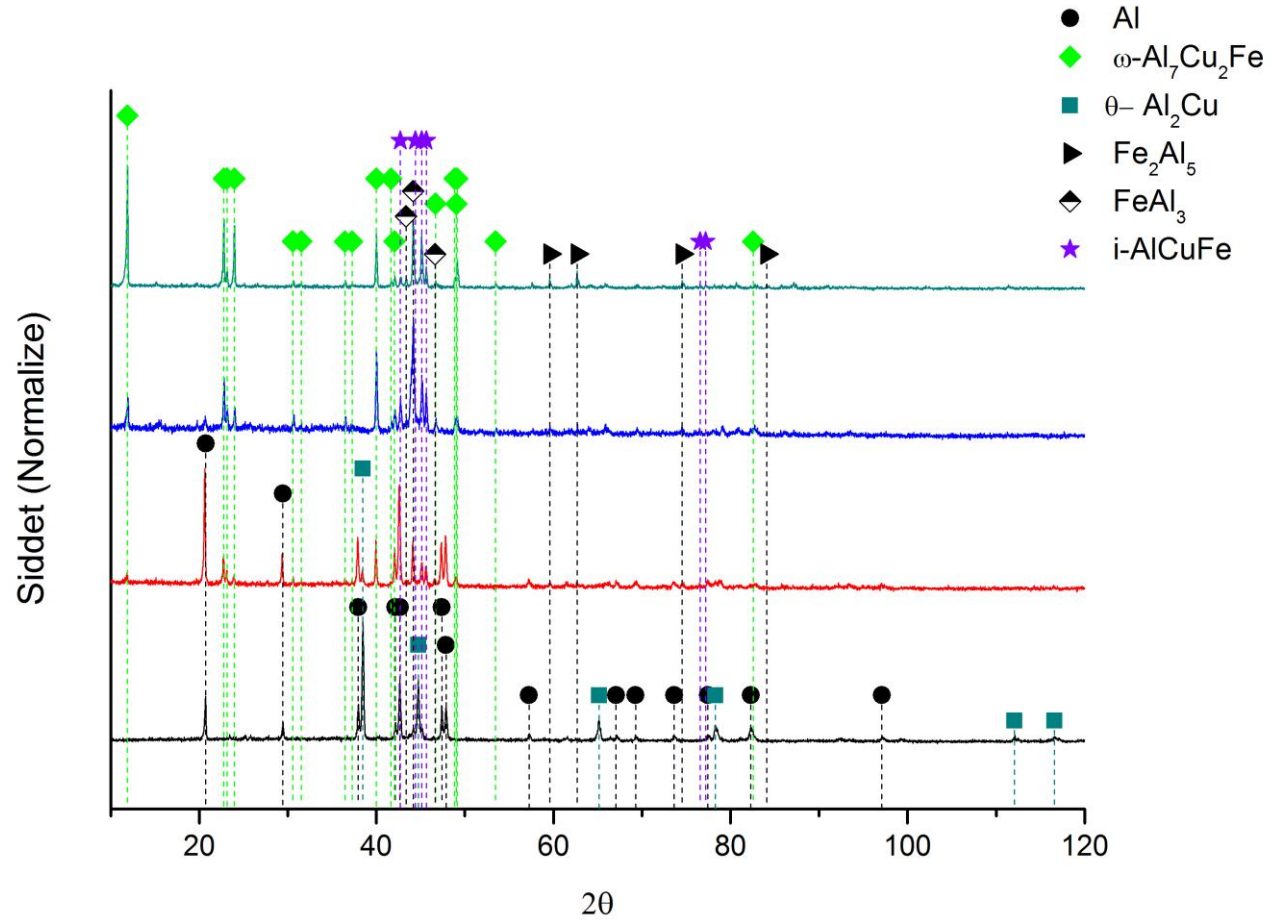
Şekil 9.14: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 800°C’de Al yayındırılan KTF-586 numunesinin XRD deseni



Şekil 9.15: 70A katot akımı ile 70 dk AC bias ile 800°C’de Al yayındırılan KTF-586 numunesinin SEM görüntüsü

Çizelge 9.9: KTF-586 numunesinin EDS analizi.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
%at.Al	72,9	72,3	75,4	74,6	71,6	71,2	70,8	70,9	0,1
%at.Cu	16,9	17,3	1,9	2,3	2,1	2,3	2,3	2,5	0,1
%at.Fe	10,2	10,4	22,7	23,1	26,3	26,5	26,9	26,6	99,8



Şekil 9.16: KTF-572-574-575-586 numunelerinin XRD analizi

10. SONUÇLAR

Bu çalışma kapsamında Al-Cu-Fe üçlü sistemi Katodik Ark Elektron Metal İyon Bombardımanı (CA-EMIT) yöntemi ile üretilmeye çalışılmıştır. Demir kaynağı olarak taban çelik malzeme kullanılır iken bileşiğin bakır ve alüminyum içerikleri kaplama yolu ile sağlanmıştır. İstenilen üçlü bileşikler işlem sırasındaki sıcaklığın taban malzemeye uygulanan alternatif akım geriliminin büyüklüğü, istenilen bileşim ise yapılan bakır ve alüminyum kaplamaların kalınlığı ile ayarlanmaya çalışılmıştır.

Çalışmanın ilk bölümünde 750°C’de çelik altlık üzerine alternatif akım ile hızlandırma gerilimi uygulanarak Al biriktirildiğinde Al, Fe₂Al₅ ve FeAl₃ fazları oluşmuştur. Bu numunelerin üzerine farklı sıcaklıklarda Cu yayındırmaya çalışıldığında yüzeyde bakırca zengin bir tabaka oluşurken, Fe₂Al₅ intermetalik fazının bakır difüzyonunu sınırladığı görülmüştür. Fe₂Al₅ intermetalik fazının ergime sıcaklığının üzerine çıkılmasıyla demirin difüzyonu artmış ve FeAl intermetalığı oluşmuştur. Çelik taban malzeme üzerine alternatif akım uygulanarak önce alüminyumun daha sonra bakırın biriktirildiği çalışmalarda Al-Cu-Fe intermetalik fazı için gerekli olan Cu kompozisyonu elde edilememiştir.

Çalışmanın ikinci bölümü alüminyumun bakır içerisine yayılması kolay olduğu için taban malzeme üzerine doğru akım hızlandırma gerilimi uygulanarak önce bakırın biriktirildiği, daha sonra bu numuneler üzerine alternatif akım ile farklı sıcaklıklarda alüminyumun yayındırıldığı çalışmalardan oluşmuştur. 500°C işlem sıcaklığında θ -Al₂Cu, Al ve düşük şiddette ω -Al₇Cu₂Fe fazının varlığı tespit edilmiştir. Sıcaklığın 600°C’ye çıkmasıyla Al fazı kaybolmuş, θ -Al₂Cu fazının şiddetinin azaldığı, ω -Al₇Cu₂Fe fazının şiddetinin ise arttığı gözlenmiştir. XRD paterninde ikozahedral faz piklerinin de görüldüğü bu sıcaklıkta, yüzeye yakın bölgede alüminyumca zengin Al-Cu fazlarını içeren difüzyon bölgesi oluşurken, Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren difüzyon bölgesi genişlemiş, altlığa yakın olan bölgede ise sırasıyla Fe₂Al₅ ve FeAl₃ fazlarını içeren difüzyon bölgeleri oluşmuştur. 700°C’de θ -Al₂Cu fazı tamamen kaybolurken, ω -Al₇Cu₂Fe ve ikozahedral faz piklerinde artış görülmüştür. 800°C’de yapılan çalışmalarda ise yoğunluğu artan ikozahedral fazın yanında, ω -Al₇Cu₂Fe,

FeAl_3 ve Fe_2Al_5 fazının oluşmuştur. Yüzeye yakın bölgede Al-Cu-Fe üçlü fazlarını içeren difüzyon bölgesi oluşmuş ve bu difüzyon bölgesinin 600 ve 700°C ile kıyaslandığında oldukça dar olduğu tespit edilmiştir. Altılığa yakın bölgede oluşan sırasıyla Fe_2Al_5 ve FeAl_3 faz bölgeleri ise genişlemiştir. Yapılan bu çalışmalar çelik taban üzerine biriktirilen bakırın içerine alüminyumun yayınarak $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$, Al_4Cu_9 ve son olarak AlCu fazlarını oluşturduğunu, daha sonra içerisinde demirin çözünürlüğünün fazla olduğu AlCu fazının demir arayüzeyinde oluşmasıyla içerisine demir alarak üçlü Al-Cu-Fe fazlarını oluşturduğu düşünülmektedir.

Kullanılan bu yöntemle kuazikristallerin kaplama yoluyla üretiminde, kaplama işleminden sonra uygulanan ısıtma işlemi gerek duymaksızın yayınma yoluyla Al-Cu-Fe üçlü fazları elde edilmiştir. Bu yöntemin uygulanmasıyla zamandan tasarruf edilirken aynı zamanda işlem maliyetinin de düşmesi sağlanabilecektir.

KAYNAKLAR

- [1]Shechtman, D., Blech, I., Gratias, D., Cahn, J.W. (1984). Metallic Phase with Long-Range Orientational Order and No Translational Symmetry, *Physical Review Letters*, **53**, 1951-1953
- [2]Saarivirta, E. H. (2004). Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al-Cu-Fe alloys: a review. *Journal of Alloys and Compounds*, **363**, 154-178
- [3]Laplanche, G., Bonneville, J., Joulain, A., Gauthier-Brunet, V., Dubois, S. (2014). Mechanical properties of Al-Cu-Fe quasicrystalline and crystalline phases: An analogy. *Intermetallics*, **50**, 54-58
- [4]Beardsley, M.B. (2008). Potential use of Quasicrystalline materials as thermal barrier coatings for diesel engine components. *Doktora Tezi*, Iowa State Üniversitesi, Iowa
- [5]Tcherdynysev, V.V., Kaloshkin, S.D., Shelekhov, E.V., Salimon, A.I., Sartori, S., Principi, G. (2005). Quasicrystalline phase formation in the mechanically alloyed Al-Cu-Fe system. *Intermetallics*, **13**, 841-847
- [6]Url-1 <<http://www.surface-tension.de/solid-surface-energy.htm>>, 19.02.2014.
- [7]Sordelet, D.J. Widener, S.D., Tanga, Y., Besser, M.F. (2000). Characterization of a commercially produced Al-Cu-Fe-Cr quasicrystalline coating. *Materials Science and Engineering*, **294-296**, 834-837
- [8]Johnson, P.C. (1991). *The Cathodic Arc Plasma Deposition of Thin Films*. Vossen J.L., Kern, W. (ed) , *Thin Film Processes II* içinde. Academic Press, 210-242
- [9]Çorlu, B. (2010). Alloying of Aluminum Surfaces with Cathodic Arc Copper and copper surfaces with cathodic arc aluminum plazma. *Doktora Tezi*, İTÜ, İstanbul, Türkiye.
- [10]Mattox, D.M. (1998). *Handbook of Physical Vapor Deposition(PVD) Processing*. Noyes Publications, 406-417
- [11]Amitiesh, P., Gupta, A., Chaudhari, S.M., Phase, D.M., Ghosh, S., Avasthi, D.K. (1999). Swift heavy ion-irradiation effects on magnetoresistance of Fe/Cr multilayers. *Nuclear Instrumments and Methods in Physics Research Section B*. **156**, 158-161
- [12]Olbrich, W., Fessman, J., Kampschulte, G. (1991). Improved control of TiN coating properties using cathodic arc evaporation with a pulsed bias. *Surface and Coatings Technology*, **49**, 258-262
- [13]Arpat, E. (2011). Bakırın katodik ark plazma işlemi ile Al-Cu bileşiklerinin üretimi. *Doktora Tezi*, İTÜ, Türkiye

- [14]**Cheng, Y.-T.** (1990). Thermodynamic and fractal geometric aspects of ion-solid interactions. *Materials Science Reports*, **5**, 45-97
- [15]**Nastasi, M., Mayer, J.W.** (1994). Ion beam mixing in metallic and semiconductor materials. *Materials Science and Engineering*, **R12**, 1-52
- [16]**Turutoglu, T.** (2013). Titanyum yüzeylerin katodik ark alüminyum plazması ile alaşımlanması. *Doktora Tezi*, İTÜ, Türkiye
- [17]**Şireli M.,E.** (2007). Katodik ark fiziksel buhar biriktirme yöntemi ile krom kaplanmış düşük karbonlu çeliğe uygulanan krom iyonu bombardımanının etkileri. *Doktora Tezi*, İTÜ, Türkiye
- [18]**Öncel, S.** (2013). Alüminyum katodik ark plazması ile Ni-Al termal bariyer bağ katmanlarının üretilmesi. *Doktora Tezi*, İTÜ, Türkiye
- [19]**Kaçar, E.** (2013). Katodik ark fiziksel buhar biriktirme yöntemi ile Niyobyum-Titanyum alaşımlarının üretimi. *Yüksek Lisans Tezi*, İTÜ, Türkiye
- [20]**Loiseau, A., Lapasset, G.** (1986). Organization of defects in first cubic approximant of the quasicrystal Al_6Li_3Cu . *Journal of Physics*, **47**, 97-110
- [21]**Tsai, A.-P., Inoue, A., Masumoto, T.** (1987). A stable quasicrystal in Al-Cu-Fe system. *Japanese Journal of Applied Physics*, **26**, 1505-1507
- [22]**Tsai, A.-P.** (1990). Chemical order in an Al-Pd-Mn icosahedral quasicrystal. *Philosophical Magazine Letters*, **62**, 95-100
- [23]**Tükel, C.** (2012). Bazı kuazikristal yapıların x-ışını saçılma ve x-ışını kırınım yöntemleri ile incelenmesi. *Yüksek Lisans Tezi*, Hacettepe Üniversitesi, Türkiye.
- [24]**Steurer, W., Deloudi, S.** (2009). *Crystallography of Quasicrystals*, Springer, London, 10-23
- [25]**Yamamoto, A.** (2008). Software package for structure analysis of quasicrystals. *Science and Technology of Advanced Materials*, **9**, 013001
- [26]**Avar, B.** (2007). Al-Cu-Fe kuazikristal alaşımların mekaniksel öğütme, normal katılaştırma ve hızlı katılaştırma ile üretilmesi ve özelliklerinin incelenmesi. *Yüksek Lisans Tezi*, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Türkiye
- [27]**Url-2** <<http://altrogiornale.org/i-quasi-cristalli-nuova-forma-della-materia/>> 19.05.2014
- [28]**Url-3** <<http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Penrose-tiles.svg>> 04.03.2014
- [29]**Fan, T.** (2011). *Mathematical theory of elasticity of quasicrystals and its applications*. Science Press Beijing and Springer, 159
- [30]**Gasior, W., Debski, A., Moser, Z.** (2012). Formation entalpy of intermetallic phases from Al-Fe system measured with solution calorimetric method. *Intermetallics*, **24**, 99-105
- [31]**Ozaki, H., Kutsuna, M.** (2010). *Laser roll welding of dissimilar metal joint of zinc coated steel to aluminum alloy by laser roll welding*. **Kovocevic, R.** (ed), *Welding Processes* içinde, InTech Publications, 35

- [32]**Temizel, G.** (2006). Intermetallic phase formation at Fe-Al film interfaces. *Yüksek Lisans Tezi*, ODTÜ, Türkiye
- [33]**Shahverdi, H.R., Ghomashchi, M.R., Shabestari, S., Hejazi, J.** (2002). Microstructural analysis of interfacial reaction between molten aluminium and solid iron. *Journals of Material Processing Technology*, **124**, 345-352
- [34]**Shatynski, S.R., Hirth, J.P., Rapp, R.A.** (1976). A theory of multiphase binary diffusion. *Acta Metallurgica*, **24**, 1071–1078
- [35]**Yeremenko, V.N., Natanzon Y.V., Dybkov V.I.** (1981). The effect of dissolution on the growth of the Fe₂Al₅ interlayer in the solid iron -liquid aluminium system. *Journal of Materials Science*, **16**, 1748-1756
- [36]**Eggeler, G., Auer W., Kaesche H.** (1986). On the influence of silicon on the growth of the alloy layer during hot dip aluminizing. *Journal of Materials Science*, **21**, 3348-3350
- [37]**Denner, S.G., Jones R.D.** (1977). Kinetic interactions between Al and Iron/Steel. *Metals Technology*, **4**, 167-174
- [38]**Dybkov, V.I.** (1990). Interaction of 18Cr-10Ni stainless steel with liquid aluminium. *Journal of Materials Science*, **25**, 3615-3633
- [39]**Kobayashi, S., Yakou, T.** (2002). Control of intermetallic compound layers at interface between steel and aluminum by diffusion-treatment. *Materials Science and Engineering A*, **338**, 42-53
- [40]**Jindal, V., Srivastava, V.C., Das, A., Ghosh, R.N.** (2006). Reactive diffusion in roll bonded iron-aluminum system. *Materials Letters*, **60**, 1758-1761
- [41]**Pasche, G., Scheel, M., Schaublin, R., Hebert, C., Pappaz, M., Hessler-Wyser, A.** (2013). Time-Resolved X-Ray Microtomography observation of intermetallic formation between solid Fe and liquid Al. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **44**, 4119-4123
- [42]**Bouayad, A., Gerometta, C., Belkebir, A., Ambari, A.** (2003). Kinetic interactions between solid iron and molten aluminium. *Materials Science and Engineering A*, **363**, 53-61
- [43]**Yousaf, M., Iqbal, J., Ajmal, M.** (2011). Variables effecting growth and morphology of the intermetallic layer Fe₂Al₅. *Materials Characterization*, **62**, 517-525
- [43]**Sasaki, T., Yakou, T.** (2006). Features of intermetallic compounds in aluminized steels formed using aluminum foil. *Surface&Coatings Technology*, **201**, 2131-2139
- [44]**Paris, S., Gaffet, E., Bernard, F.** (2013). Control of FeAl composition produced by SPS reactive sintering from mechanically activated powder mixture, *Journal of Nanomaterials*, 1-11
- [45]**Murray, J.L.** (1985). The aluminum-copper system. *International Metals Reviews*, **30**, 211-233
- [46]**Ponweiser, N., Lengauer, C.L., Richter, C.W.** (2011). Re-investigation of phase equilibria in the system Al-Cu and structural analysis of the high-temperature phase η_1 -Al₁₋₈Cu. *Intermetallics*, **19**, 1737-1746

- [47]Minov, B., Terentyev, D., Van Renterghem, W., Osetsky, Y., Konstantinović, M.J. (2014). Effect of low-temperature phase transition on mechanical behavior of Fe–Cu alloys, *Material Science Engineering A*, 597, 46–51
- [48]A. S. M. International, *ASM Metals Handbook Volume 3 Alloy Phase Diagrams*.
- [49]Wang, C. P., Liu, X. J., Ohnuma, I., Kainuma, R., Ishida, K. (2004). Thermodynamic Database of the Phase Diagrams in Cu-Fe Base Ternary Systems, *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 25, 320–328
- [50]Trebin, H. –R., (2003). *Quasicrystals Structure and Physical Properties*. Wiley-VCH, 26-43
- [51]Dubois, J.–M. (2012). Properties and applications of quasicrystals and complex metallic alloys. *Chemical Society Reviews*, 41, 6760-6777
- [52]Zhang, L., Schneider, J., Lück, R. (2005). Phase transformations and phase stability of the AlCuFe alloys with low-Fe content. *Intermetallics*, 13, 1195-1206
- [53]Haidara, F., Mangelinck, D., Duployer, B., Record, M.C. (2012). Phase formation of $Al_{10}Cu_{10}Fe$ in thin films. *Materials Chemistry and Physics*, 133, 977-980
- [54]Rosas, G., Perez, R. (2001). On the relationships between isothermal phase diagrams and quasicrystalline phase transformations in AlCuFe alloys. *Materials Science and Engineering A*, 298, 79-83
- [55]Widjaja, E.J., Marks, L.D. (2003). Microstructural evolution in Al-Cu-Fe quasicrystalline thin films. *Thin Solid Films*, 441, 63-71
- [56]Tsai, A.P., Inoue, A., Masumoto, T. (1987). Preperation of a new Al-Cu-Fe quasicrystal with large grain sizes by rapid solidification, *Journal of Material Science Letters*, 6, 1402-1405
- [57]Faudot, F., Quivy, A., Calvayrac, Y., Gratias, D., Harmelin, M. (1991). About the Al-Cu-Fe icosahedral phase formation. *Materials Science and Engineering A*, 133, 383-387
- [58]Calvayrac, Y., Quivy, A., Bessiere, M., Lefebvre, S., Cornier-Quiquandon, M., Gratias, D. (1990). Icosahedral AlCuFe alloys: towards ideal quasicrystals. *Journal de Physique*, 51, 417-431
- [59]Bessiere, M., Quivy, A., Calvayrac, Y. (1991). Thermal stability of Al-Cu-Fe icosahedral alloys, *Journal de Physique*, 1, 1823-1836
- [60]Zhang, L.M., Lück, R. (2003).Phase diagram of the Al-Cu-Fe quasicrystal-forming alloy system, Part I. *Zeitschrift Metallkunde*, 94, 91-97
- [61]Zhang, L.M., Lück, R. (2003). Phase diagram of the Al-Cu-Fe quasicrystal-forming alloy system, Part II, *Zeitschrift Metallkunde*, 94, 99-107
- [62]Zhang, L.M., Lück, R. (2003). Phase diagram of the Al-Cu-Fe quasicrystal-forming alloy system, Part III. *Zeitschrift Metallkunde*, 94, 108-115
- [63]Zhang, L.M., Lück, R. (2003). Phase diagram of the Al-Cu-Fe quasicrystal-forming alloy system, Part IV. *Zeitschrift Metallkunde*, 94, 341-344

- [64]**Zhang, L.M., Lück, R.** (2003). Phase diagram of the Al-Cu-Fe quasicrystal-forming alloy system, Part V. *Zeitschrift Metallkunde*, **94**, 774-781
- [65]**Quivy, A., Quiquandon, M., Calvayrac, Y., Faudot, F., Gratias, D., Berger, C., Brand, R.A., Simonet, V., Hippert, F.** (1996). A cubic approximant of the icosahedral phase in the (Al-Si)-Cu-Fe system. *Journal of Physics: Condensed Matter*, **8**, 4223-4234
- [66]**Dubois, J.M.** (2005). *Useful Quasicrystals*, World Scientific Publishing, 46
- [67]**Takeuchi, T. , Shinmei, M.** (2007). Low thermal conductivity of Al-based icosahedral quasicrystals and their approximants. *26th International Conference on Thermoelectrics*
- [68]**Quivy, A., Quiquandon, M., Calvayrac, Y., Faudot, F., Defaud, J., Lefebvre, S., Bessiere, M.** (1995). Quasicrystal and approximant structures in the Al-Cu-Fe system. *Journal of Physics: Condensed Matter*, **8**, 2487-2512
- [69]**Url-4** <<http://eng.thesaurus.rusnano.com/wiki/article3657>>, 14.06.2014
- [70]**Söyler, A. U.** (2008). Mekanik alaşımlama yöntemleri ile üretilmiş Al-Fe tabanlı SiC ve Y₂O₃ pekiştiricili kompozitlerin geliştirilmesi ve karakterizasyonu. *Yüksek Lisans Tezi*, İTÜ, Türkiye
- [71]**Baran, V.** (2013). Czochralski tekniğiyle katkısız ve Sb katkılı Ge tek kristallerinin büyütülmesi ve elektriksel karakterizasyonu. *Yüksek lisans tezi*, Gazi Üniversitesi, Türkiye
- [72]**Dreier, M.G., Scholpp, T.** (1999). Large single-grain AlCoNi quasicrystals grown by the Czochralski method. *Journal of Crystal Growth*, **207**, 95–101
- [73]**Aksoy, M.** (2014). InSe ve InSe:Zn yarıiletkenlerin Bridgman/Stockbarger tekniğiyle büyütülmesi ve yapısal karakterizasyonu. *Yüksek Lisans Tezi*, Atatürk Üniversitesi, Türkiye
- [74]**Url-5** <<http://web.stanford.edu/group/scintillators/scintillators.html>>, 03.07.2014
- [75]**Sedao, Shao, T., Mou, H., Hua, M.** (2005). Preparation of AlCuFe quasicrystalline film by pulsed laser arc deposition. *Thin Solid Films*, **483**, 1-5
- [76]**Sales, M., Merstallinger, A., Ustinov, A.I., Polishchuk, S.S, Melnichenko, T.V.** (2007). Effect of the addition of crystalline β - phase in Al-Cu-Fe quasicrystalline coatings on their tribological properties. *Surface&Coating Technology*, **201**, 6206-6211
- [77]**Kanjilal, A., Tiwari, U., Chatterjee, R.** (2002). Preparation of Al-Cu-Fe thin films by vapor deposition technique from a single source. *Materials Research Bulletin*, **37**, 343-351
- [78]**Bonasso, N., Petitot, C., Rouxel, D., Pigeat, P.** (2005). In situ control of AlCuFe thin film crystallization using optical pyrometry. *Thin Solid Films*, **485**, 8-15
- [79]**Olsson, S., Eriksson, F., Birch, J., Hultman, L.** (2012). Formation of α -approximant and quasicrystalline Al-Cu-Fe thin films. *Thin Solid Films*, **526**, 74-80

- [80]**Klein, T., Symko, O.** (1994). Formation of AlCuFe quasicrystalline thin films by solid state diffusion. *Applied Physics Letters*, **64**, 431
- [81]**Grenet, T., Giroud, F., Loubet, C., Joulaud, J.L., Capitan, M.** (2000). Real time study of the quasicrystal formation in annealed Al-Cu-Fe metallic multilayers. *Materials Science and Engineering*, **294-296**, 838-841
- [82]**Haidara, F., Duployer, B., Mangelinck, D., Record, M.** (2012). In-situ investigation of the icosahedral Al-Cu-Fe phase formation in thin films. *Journals of Alloys and Compounds*, **534**, 57-51
- [83]**Yoshimura, M., Tsai, A.P.** (2002). Quasicrystal application on catalyst. *Journal of Alloys and Compounds*, **342**, 451-454
- [84]**Janot, C.** (1996). Conductivity in quasicrystals via hierarchically variable-range hopping. *Physical Review B*, **53**, 181-191
- [85]**Liu, P., Stigenberg, A.G., Nilsson, J.-O.** (1995). Quasicrystalline and crystalline precipitation during isothermal tempering in a 12Cr-9Ni-4Mo maraging stainless steel. *Acta Metallurgica et Materialia*, **43**, 2881-2890

ÖZGEÇMİŞ

Ad Soyad : Seda Arpacı
Doğum Yeri ve Tarihi : Kayseri, 24.11.88
E-Posta : arpaci.seda@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2010, Ankara Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Fizik Mühendisliği

YAYINLAR

Osten, J., Potzger, K., Levin, A.A., Shalimov, A., Talut, G., Reuther, H., **Arpacı, S.**, Burger, D., Schmidt, H., Nestler, T., Meyer, D.C. (2011). Defect-induced ferromagnetism in crystalline SrTiO₃. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **323(11)**, 1551-1562