

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**Zr-ESASLI KÜTLESEL METALİK CAMIN DÖKÜM SONRASI KALINTI
GERİLME ANALİZİ VE ÜRETİM SORUNLARI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Burcu HASDEMİR

Makina Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme ve İmalat Programı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Mustafa BAKKAL

MAYIS 2013

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**Zr-ESASLI KÜTLESEL METALİK CAMIN DÖKÜM SONRASI KALINTI
GERİLME ANALİZİ VE ÜRETİM SORUNLARI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Burcu HASDEMİR
(503101302)**

Makina Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme ve İmalat Programı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Mustafa BAKKAL

MAYIS 2013

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 503101302 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Burcu HASDEMİR**, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “**Zr-Esaslı Kütlesel Metalik Camın Döküm Sonrası Kalıntı Gerilme Analizi ve Üretim Sorunları**” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Doç. Dr. Mustafa BAKKAL**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Yrd. Doç. Dr. Ali GÖKŞENLİ**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Yrd. Doç. Dr. Murat ÇELİK
Boğaziçi Üniversitesi

Teslim Tarihi : **03 Mayıs 2013**
Savunma Tarihi : **06 Haziran 2013**

Biricik kardeşime,

ÖNSÖZ

Yapılan bu çalışma boyunca bilgi birikimini ve deneyimini benimle paylaşan, çalışmanın her aşamasında yol gösteren değerli danışmanım Doç.Dr. Mustafa BAKKAL'a teşekkürlerimi sunarım.

Tez aşamasında olduğu gibi yüksek lisans eğitimim boyunca da bana destek olan, değerli bilgilerini ve yardımlarını esirgemeyen Öğr.Gör.Dr. S. Ergün BOZDAĞ'a teşekkürü borç bilirim.

Bu tez çalışmasında bir kısım deneysel çalışmalarda birlikte çalıştığım arkadaşım Azmi TİMUR'a teşekkür ederim.

Deneysel çalışmalarla ilgili yardımlarından dolayı Doç. Dr. Cevat Bora DERİN, Ar.Gör. Ali Taner KUZU ve İTÜ Makina Fakültesi'nin değerli teknisyenlerine teşekkür ederim.

Son olarak çalışmalarım süresince beni destekleyen, bende sonsuz emeği olan ve her zaman yanımda olan kardeşim Burçak HASDEMİR'e ve Umut Caner KUZU'ya teşekkürlerimi sunarım.

Mayıs 2013

Burcu HASDEMİR
Metalürji ve Malzeme Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR	xi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİL LİSTESİ.....	xv
ÖZET	xix
SUMMARY	xxiii
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Metalik Camların Tarihi.....	3
1.1.1 İlk metalik cam.....	3
1.1.2 Yıllara göre gelişimi.....	4
1.2 Kritik Döküm Kalınlığı.....	6
1.3 Cam Oluşturma.....	7
2. KÜTLESEL METALİK CAMLARIN ÖZELLİKLERİ.....	11
2.1 Kütleli Metalik Camların Kristalizasyonu.....	13
2.2 Mekanik Özellikleri.....	14
2.3 Akustik ve Elastik Özellikleri.....	20
2.4 Manyetik Özellikleri.....	22
2.5 Ekstrem Koşullardaki Diğer Özellikleri.....	24
2.6 Şekillendirme ve Birleştirme.....	25
3. METALİK CAMLARIN ÜRETİMİ.....	27
3.1 Hızlı Soğutma Prosesinin Temelleri.....	27
3.2 Flaks Ergitme Tekniği.....	28
3.3 Kirliliğin Etkisi.....	28
3.4 Su Verme.....	30
3.5 Ergiyik Savurma.....	32
3.6 Kütleli Metalik Cam Üretim Yöntemleri.....	34
3.6.1 Mekanik alaşımlama yöntemi.....	34
3.6.2 Yüksek basınçlı döküm yöntemi.....	34
3.6.3 Bakır kalıba döküm yöntemi.....	36
3.6.4 Kapak döküm yöntemi.....	39
3.6.5 Emme döküm yöntemi.....	40
3.6.6 Sıkıştırılmalı döküm yöntemi.....	41
3.6.7 Ark ergitme yöntemi.....	42
3.6.8 Tek yönlü alan ergitme yöntemi.....	43
3.6.9 Elektromanyetik titreşim yöntemi.....	45
4. METALİK CAMLARIN UYGULUMA ALANLARI	47
5. KALINTI GERİLME.....	57
5.1 Giriş.....	57
5.2 Kalıntı Gerilme Ölçümünün Gerekliliği.....	59
5.3 Kalıntı Gerilmelerin Tabiatı.....	61

5.4 Kalıntı Gerilmelerin Ölçümü.....	62
5.4.1 Delik delme yöntemi.....	62
5.4.2 Halka çıkartma yöntemi.....	64
5.4.3 Tabaka kaldırma yöntemi.....	65
5.4.4 Kesit alma yöntemi.....	66
5.4.5 X-ışını kırınımı yöntemi.....	68
5.4.6 Nötron kırınımı yöntemi.....	70
5.4.7 Ultrasonik yöntemler.....	70
5.4.8 Manyetik yöntemler.....	71
5.4.8.1 Barkhausen parazit yöntemi.....	71
5.4.8.2 Mıknatıssal büzülme yöntemi.....	72
5.4.9 Kalıntı gerilme ölçüm yöntemlerinin karşılaştırılması.....	73
6. DENEYSEL ÇALIŞMA	77
6.1 Delik Delme Yöntemiyle Kalıntı Gerilme Ölçümü.....	77
6.1.1 İş parçası ve özellikleri.....	77
6.1.2 Kalıntı gerilme ölçüm düzeneği.....	78
6.1.3 Kalıntı gerilme ölçümü işlem basamakları.....	83
6.1.3.1 Yüzey hazırlama ve gerinim ölçerin yapıştırılması.....	83
6.1.3.2 Kablo lehimleme.....	86
6.1.3.3 Delik delme ve gerinim ölçümü.....	89
6.1.4 Kalıntı gerilmelerin hesaplanması.....	92
6.1.5 Kalıntı gerilme hesaplama sonuçları.....	99
6.2 Metalik Cam Üretimi.....	103
7. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	115
KAYNAKLAR.....	121

KISALTMALAR

KMC	: Kütlesel metalik cam
Ln	: Lantanit metal
GM	: Geçiş grubu metaller
VFT	: Vogel-Fulcher-Tamman
MEMS	: Mikro elektro mekanik sistemler
DSTD	: Devamlı soğuma transformasyon diyagramı
DTK	: Diferansiyel tarama kalorimetresi
KEP	: Kinetik Enerji Penetratörü

ÇİZELGE LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 1.1 : Kütlesel metalik camlar ve geliştirilme yılları.....	6
Çizelge 2.1 : Vitreloy 1 alaşımının mekanik özellikleri.....	15
Çizelge 2.2 : Tipik kütlesel metalik camlar ve oksit camlar için elastik ve akustik veriler.....	21
Çizelge 3.1 : Su verme yöntemiyle üretilmiş metalik cam numunelerin çap, kritik soğuma hızı ve üretim yılları.....	31
Çizelge 4.1 : KMC'ların olası uygulama alanları.....	47
Çizelge 5.1 : Farklı tekniklerin genel karşılaştırılması.....	74
Çizelge 5.2 : Malzemeler ve geometrik sınırlamalar açısından yöntemlerin karşılaştırılması.....	75
Çizelge 6.1 : $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ bileşiminde Zr-bazlı kütlesel metalik cam malzemenin mekanik ve ısı özellikleri.....	77
Çizelge 6.2 : α açısının yön doğrulaması.....	98
Çizelge 6.3 : Hesaplanan σ_{maks} , σ_{min} ve β değerleri.....	100
Çizelge 6.4 : Deneysel sonucu hesaplanan her delik için σ_{maks} , σ_{min} ve β değerleri.....	101
Çizelge 6.5 : Edmund Bühler mini ark ergitme makinasının özellikleri.....	103
Çizelge 6.6 : Deneysel çalışmada kullanılan malzemeler ve saflıkları.....	104
Çizelge 6.7 : $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ alaşımında 15 gr'lık numune üretimi için kullanılan malzeme miktarları.....	104
Çizelge 6.8 : $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ alaşımında 15 gr'lık numune üretimi için kullanılan malzeme miktarları.....	107
Çizelge 6.9 : XRF sonuçları ($Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ (%at)).....	109
Çizelge 6.10 : XRF sonuçları ($Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımı).....	109

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1 : (a) Kristalin malzeme atomik diziliminin şematik gösterimi, (b) amorf metalik malzeme atomik diziliminin şematik gösterimi.....	2
Şekil 1.2 : Liquidmetal Teknolojileri'nde üretilen Zr bazlı bir metalik cam örneği.....	3
Şekil 1.3 : Yıllara göre, camsı alaşımların kritik döküm kalınlıkları.....	5
Şekil 2.1 : Üç farklı tip kütleli metalik camın atomik konfigürasyonları.....	11
Şekil 2.2 : Vitreloy 1 malzemesi için hem amorf hem kristal yapıda, farklı ısınma hızlarında sıcaklık değişimiyle oluşan zaman – sıcaklık profilinin türevi şekilde görülmektedir.....	14
Şekil 2.3 : Tipik KMC'ler ile bazı mühendislik malzemelerinin (a) çekme dayanımı ($\sigma_{t,f}$) - Young modülü (E), (b) sertlik (H_v) ve Young modülü (E) karşılaştırmaları.....	18
Şekil 2.4 : Çekme numunesi yüzeyi.....	18
Şekil 2.5 : Kompozit mikroyapısının taramalı elektron mikroskop fotoğrafı.....	19
Şekil 2.6 : Silindirik kompozit numunede basma deneyinden elde edilen gerilme-gerinim eğrisi.....	20
Şekil 2.7 : Sürtünme kaynağı yapılmış kütleli metalik cam numunesi.....	26
Şekil 3.1 : $Zr_{52,5}Ti_5Cu_{17,9}Ni_{14,6}Al_{10}$ KMC alaşımının oksijen oranına göre farklı sıcaklıklarda zamanın fonksiyonu olarak kristalizasyon süreci.....	29
Şekil 3.2 : Zr - esaslı camsı alaşımda; T_g , T_x ve oksijen içeriğinin birbiriyle olan ilişkisi.....	29
Şekil 3.3 : $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ alaşımında, su verme tekniğiyle üretilmiş 72 mm çapındaki silindir numune.....	32
Şekil 3.4 : Ergiyik savurma yönteminin şematik gösterimi.....	33
Şekil 3.5 : Zr,Cu,Ni,Al,Ti tozlarıyla yapılan mekanik alaşımlama işleminin ilk aşamalarında elemental tabakalar oluşturmalarının optik mikroskobu.....	34
Şekil 3.6 : Inoue ve ekibi tarafından tasarlanan ve kullanılan yüksek basınçlı döküm ekipmanının şematik diyagramı.....	35
Şekil 3.7 : Yüksek basınçlı döküm yöntemiyle üretilmiş, $Mg_{65}Cu_{25}Y_{10}$ alaşımındaki farklı çaplardaki çubuk ve plakalar.....	36
Şekil 3.8 : Bakır kalıplı kamalı döküm tekniği ekipmanının şematik gösterimi.....	37
Şekil 3.9 : $Zr_{60}Al_{10}Ni_{10}Cu_{15}Pd_5$ alaşımı için (a) Numune boyunun (d_c) dikey kama açısına (θ) göre değişimi, (b) Numune boyunun (d_c), sıcaklık değişimine göre değişimi.....	38
Şekil 3.10 : Ark ergitme yöntemi (a), tilt döküm (b) ve kapak döküm (c) tekniklerinin karşılaştırılması.....	39
Şekil 3.11 : Kapak döküm yöntemiyle üretilmiş $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ alaşımının yüksek çözünürlüklü transmisyon elektron.....	40

Şekil 3.12 : Emme döküm yönteminin şematik gösterimi.....	41
Şekil 3.13 : Inoue ve ekibi tarafından kullanılmış alan ergitme yöntemi ekipmanının şematik gösterimi, (a) ön görünüş, (b) yan görünüş.....	44
Şekil 3.14 : Tek eksenli alan ergitme yöntemiyle üretilen numunenin optik mikrografı.....	45
Şekil 4.1 : Liquid Metal Technologies firmasında üretilmiş bazı parçalar.....	48
Şekil 4.2 : Liquid Metal Technologies tarafından üretilen golf sopası örnekleri.....	48
Şekil 4.3 : (a) Andre Agassi tarafından kullanılan Head Radical tenis raketi, (b) Head reklam afişi.....	49
Şekil 4.4 : Kasası metalik camdan imal edilmiş harici bellek örneği.....	50
Şekil 4.5 : Bilyalama işleminde kullanılan metalik cam küreler.....	50
Şekil 4.6 : (a) Metalik cam stent kullanılarak yapılan stenoz işlemi, (b) metalik cam malzemeden yapılan stentler için ince tel üretimi.....	52
Şekil 4.7 : Omega firması tarafından metalik cam kullanılarak üretilen saat modeli.....	53
Şekil 4.8 : (a) GENESIS uzay aracının solar rüzgar parçacıkları toplamak için açılmış görüntüsü, (b) GENESIS uzay aracının toplayıcı levhalarını gösteren Andy Stone (Jet Propulsion Laboratuvarı).....	54
Şekil 5.1 : Boyutlarına göre kalıntı gerilme tipleri.....	57
Şekil 5.2 : Kalıntı gerilme tiplerinin çekme ve basma davranışları	58
Şekil 5.3 : Kalıntı gerilmeler ve uygulanan gerilmelerin superpozisyon ilkesine dayanarak toplanması.....	59
Şekil 5.4 : Farklı tipteki makro ve mikro kalıntı gerilmeler.....	59
Şekil 5.5 : Petrol sondaj platformunda taşınabilir X – ışını kırınımı ekipmanlarıyla kalıntı gerilme ölçümü.....	60
Şekil 5.6 : Kalıntı gerilme büyüklüklerinin ve dağılımlarının 650 MPa akma mukavemetine sahip çelik için değişimleri.....	61
Şekil 5.7 : Delik delme metodunun şematik gösterimi.....	62
Şekil 5.8 : Halka çıkarma metodunun şematik gösterimi.....	64
Şekil 5.9 : Tabaka kaldırma esnasında kalıntı gerilmelerin dağılımı.....	65
Şekil 5.10 : Kaynaklanmış levhadan kesit alma yöntemiyle parça çıkartılması.....	66
Şekil 5.11 : Çevresinden kaynak geçen borunun gerinim ölçerler yardımıyla kesitler alınarak kalıntı gerilmelerinin ölçümü.....	67
Şekil 5.12 : Kesit alma yöntemi örneği.....	68
Şekil 5.13 : X-ışını kırınımı yönteminde gelen ve yansıyan ışınlar.....	69
Şekil 5.14 : Minyatür X-ışını kırını ölçüm aleti (tek açılı ölçüm yöntemi için).....	69
Şekil 5.15 : (a) Kalınlık boyunca ölçüm yöntemi, (b) Eğimli kalınlık boyunca ölçüm yöntemi, (c) Yüzey ölçüm yöntemi.....	71
Şekil 5.16 : Çok kristalli yapıdaki domenlerin şematik olarak gösterimi.....	72
Şekil 5.17 : Barkhausen parazit yöntemi ölçüm cihazı.....	72
Şekil 5.18 : Ferromanyetik parçada manyetizasyon eğrisi.....	73
Şekil 6.1 : Zr-bazlı metalik cam numune.....	77
Şekil 6.2 : Kalıntı gerilme numunesi x-ışını kırınımı test sonucu.....	78
Şekil 6.3 : Delik delme yöntemi.....	79
Şekil 6.4 : Vishay RS-200 Kalıntı Gerilme Ölçüm Cihazı.....	79
Şekil 6.5 : Gerinim ölçer yapıştırma kiti.....	80
Şekil 6.6 : Vishay EA-06-031RE-120 Gerinim ölçer.....	81
Şekil 6.7 : Vishay-P3 gerinim gösterici.....	81
Şekil 6.8 : Kalıntı gerilme ölçüm deney düzeneği.....	82

Şekil 6.9 : Nikon SMZ800 optik mikroskopu.....	82
Şekil 6.10 : (a) Yağ giderici, (b) Şartlandırıcı, (c) Nötrleştirici.....	83
Şekil 6.11 : M-Bond 200 yapıştırıcı ve katalizör.....	84
Şekil 6.12 : Gerinim ölçer yapıştırma adımları.....	85
Şekil 6.13 : Gerinim ölçerleri yapıştırmış numune.....	85
Şekil 6.14 : Tellerin lehimlendiği numune.....	86
Şekil 6.15 : Gerinim ölçer rozetinin numaralandırılması.....	87
Şekil 6.16 : Kablolama işlemi tamamlanmış numune.....	87
Şekil 6.17 : Çeyrek Wheatstone köprüsü.....	88
Şekil 6.18 : Üretici firma (Vishay) tarafından verilen gerinim ölçer bilgileri.....	88
Şekil 6.19 : Gerinim gösterici üzerinde çeyrek Wheatstone köprüsü bağlantısı.....	89
Şekil 6.20 : Delik delme düzeneğinin sabitlenmiş hali.....	89
Şekil 6.21 : Mikroskop kullanılarak delici ucun merkezlenmesi.....	90
Şekil 6.22 : Deneylerde kullanılan rozet gerinim ölçer için önerilen delik çapları.....	90
Şekil 6.23 : Titanyum kaplamalı 0,8 mm uç çapındaki kesici uç.....	91
Şekil 6.24 : Deneylerde kullanılan hava basıncı regülatörü.....	91
Şekil 6.25 : Deney için hazırlanmış düzeneğin genel görünüşü.....	91
Şekil 6.26 : Kesici ucun sıfırlanması.....	92
Şekil 6.27 : Deneylerde kullanılan mikrometre.....	92
Şekil 6.28 : (a) Deliksiz ince plakanın ilk gerilme hali, (b) Delinmiş ince plakanın gerilme hali.....	93
Şekil 6.29 : Delik yüzeyinde uzaklaştıkça gerilme değerlerinin değişimi ($\alpha=0^\circ$ ve $\alpha=90^\circ$ için).....	95
Şekil 6.30 : ASTM E837'ye göre kör delik delme için boyutsuz katsayılar.....	97
Şekil 6.31 : ASTM E837 standardına göre uniform gerilme olma koşulu.....	99
Şekil 6.32 : Merkez noktadan elde edilen gerinim değerlerine göre çizilen eğri.....	99
Şekil 6.33 : Deneyler esnasında hasar gören gerinim ölçer.....	99
Şekil 6.34 : Delik delme deneyleri tamamlanmış numune.....	100
Şekil 6.35 : Optik mikroskop ile delik delme sonrası numunenin incelenmesi.....	101
Şekil 6.36 : Ölçülen gerinimlerin teorik ve deneysel verilerinin karşılaştırılması.....	102
Şekil 6.37 : Elde edilen deliklerin yüzeyden olan derinliğe bağlı olarak asal kalıntı gerilmeleri.....	102
Şekil 6.38 : Edmund Bühler marka mini ark ergitme makinesi.....	103
Şekil 6.39 : Deneylerde kullanılan hassas terazi.....	105
Şekil 6.40 : (a) Zr talaşı ve kullanılan bakır, su soğutmalı kalıp, (b) Zr ve toz malzeme.....	105
Şekil 6.41 : Elde edilen numune ($Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ (%at) alaşımı).....	108
Şekil 6.42 : Elde edilen numune ($Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımı).....	108
Şekil 6.43 : Kristal ve amorf fazlar için karakteristik x-ışını kırınımı grafikleri.....	110
Şekil 6.44 : $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ Kütlesel metalik camı için elde edilen x-ışını kırınımı grafiği.....	110
Şekil 6.45 : X-ışını kırınımı sonucu $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ alaşımı - numune 1.....	111
Şekil 6.46 : X-ışını kırınımı sonucu $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ alaşımı - numune 2.....	111
Şekil 6.47 : X-ışını kırınımı sonucu $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ alaşımı - numune 3.....	111
Şekil 6.48 : X - ışını kırınımı sonucu $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ alaşımı - numune 1 (a) Üst yüzey, (b) alt yüzey.....	112
Şekil 6.49 : X - ışını kırınımı sonucu $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ alaşımı - numune 2 (a) Üst yüzey, (b) alt yüzey.....	113
Şekil 6.50 : X - ışını kırınımı sonucu $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ alaşımı - numune 3 (a) Üst yüzey, (b) alt yüzey.....	114

Zr-ESASLI KÜTLESEL METALİK CAMIN DÖKÜM SONRASI KALINTI GERİLME ANALİZİ VE ÜRETİM SORUNLARI

ÖZET

Kütlesel metalik camlar, normal soğutma koşullarında kristalleşen metalik alaşımların, kristal yapıya gelmesi için gerekli atomik düzenlemelere vakit tanımayacak hızlarla soğutulması ve amorf yapıda katılaştırılmalarıyla elde edilen özel malzemelerdir. Metalik camların kütlesel olarak adlandırılabilmesi için kalınlıklarının 1 mm üzerinde olması gerekmektedir.

Kütlesel metalik camların kristal yapıda olmaması, malzemede kristal yapıdan kaynaklı dislokasyon ya da tane sınırları gibi hataların, zayıf bölgelerin oluşmasını da engellemektedir. Bu nedenle kütsel metalik camlar, aynı alaşımın kristalin haline göre oldukça iyi mekanik özellikler sergilemektedirler. Bu malzemeler yüksek mukavemet, yüksek elastik uzama limiti, yüksek sertlik, yüksek aşınma ve korozyon dayanımı ve bazı uygulamalar için oldukça uygun olan manyetik özellikleri sebebiyle ilgi çekici bir araştırma konusu olmaktadır. Bu iyi mekanik özellikleri nedeniyle farklı uygulamalar için kullanımı söz konusu olmaktadır.

Kütlesel metalik cam üretiminin zorluğu, yapının amorf şekilde katılaştırılabileceği kritik soğuma hızlarına çıkılablmesinin güçlüğüdür. Metalik camların keşfinde (1960) 10^6 K/s gibi kritik soğuma hızlarından bahsedilirken günümüzde geliştirilen daha uygun alaşımlarla kritik soğuma hızları 1 K/s mertebesine indirilmiştir. Bu sayede kütlesel metalik camların üretilbilmesi mümkün olmuştur.

Metalik camların üretiminde yaşanan en büyük sorunlardan bir diğeri de yüksek saflıktaki malzeme ihtiyacından kaynaklanan maliyettir. Yapının camsı olarak katılaştırılması esnasında safsızlıklar sorunlara neden olmaktadır, bu nedenle çalışmalarda %99,5 ve üstündeki saflıklarda malzemeler kullanılmaktadır. Maliyet sorunu, kütlesel metalik camların ticari ölçekli kullanımının sınırlandırılmasına sebep olmuştur. Bu nedenle ticari saflıklardaki malzemelerden metalik cam üretimine imkan verecek tekniklerle ilgili çalışmalar günümüzde halen devam etmektedir.

Bahsedilen üretim zorlukları sebebiyle kütlesel metalik camların üretimi için farklı teknikler geliştirilmiştir. Bunlardan yaygın olarak kullanılanları çeşitli döküm yöntemleri ve ark ergitme yöntemi olmaktadır. Bu yöntemler kütlesel metalik cam oluşumu için gerekli olan kritik soğuma hızlarına çıkılmasını sağlamaktadır.

Kalıntı gerilmeler, neredeyse bütün imalat proseslerinin sonucunda ya da çeşitli dış etkenler nedeniyle yapılarda meydana gelen gerilmelerdir. Bu gerilmeler büyüklüklerine, dağılımlarına ya da parçanın kullanım yerine göre iyi ya da kötü etkiler yapabilirler.

Bu çalışmada, $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ bileşimindeki, 44 mm çapında ve 3 mm kalınlığındaki, döküm yöntemiyle üretilmiş, zirkonyum esaslı kütlesel metalik cam numune kullanılmıştır. Numune üzerinde, herhangi bir işlem uygulanmadan, merkezinden uzaklaştıkça kalıntı gerilme dağılımı gözlenmesi amaçlanmıştır.

Kütlesel metalik cam malzemelerin, doğası gereği kristal yapıda olmamaları nedeniyle tahribatsız yöntemler tercih edilememiştir. Yarı tahribatlı yöntemlerden delik delme ve halka çıkarma yöntemleri arasında ise seçim delik delme yöntemi olmuştur. Bunun nedenleri; delik delme yönteminin işlem adımları olarak daha kolay uygulanabilir olması, gerekli ekipmanın standartlaştırılmış olarak ticari şekilde bulunabiliyor olması ve yöntemin ASTM tarafından E837 numaralı standart ile standartlaştırılmış olmasıdır.

Delik delme yöntemiyle kalıntı gerilme hesaplanması parçanın yüzeyine oldukça küçük bir delik delinmesi, bu sayede parçada hapsolmuş kalıntı gerilmelerin serbest bırakılması ve bu gerilmelerin neden olduğu gerinimlerin ölçülmesi esasına dayanmaktadır. Bu yöntem nispeten düşük maliyetlerle uygulanması mümkün olan ve yüksek doğruluk veren bir yöntemdir. Bu yöntem, oluşabilecek bölgesel akmalara yanlış sonuçlar verebileceği göz önüne alınarak, sadece akma sınırının %60'ının altında kalan ölçümler elde edildikçe geçerli sayılmaktadır. Yapılan deneylerde alınan 5 farklı geçerli değer bu sınırın altında kalmıştır. Bu nedenle delik delme yönteminin bu numune için doğru bir yöntem olduğu söylenebilir.

Ölçüm sonrası optik mikroskop altında yapılan incelemelerle delik çapları ve eş merkezliliği kontrol edilmiştir. Sonuç olarak yapılan ölçüm yönteminin Zr-esaslı kütlesel metalik cam malzeme için uygun olduğu ve sonuçların geçerli aralıkta kalması nedeniyle deneylerin başarılı olduğu söylenebilir.

Yapılan ikinci deneysel çalışmada ise $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ (%at) ve $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) bileşimlerinde kütlesel metalik camın düğme şeklinde üretilmesi amaçlanmıştır. Bu deneyler esnasında su soğutmalı bakır kalıp üzerinde ark ergitme yapılmıştır. Deneyde argon atmosferi yaratılarak üretimde kullanılan yüksek saflıktaki malzemelere impüriteler karışması önlenmesi amaçlanmıştır. Deneylerde kullanılan malzemeler, safsızlıkların camlaşma kabiliyetini düşürmesi sebebiyle, $\geq 99,5$ saflıkta tercih edilmiştir. Küçük boyutlarda üretim yapılması ve hassas bir şekilde yüzdelerin ayarlanabilmesi amacıyla malzemeler toz olarak tercih edilmiştir. Malzemelerin toz olarak seçilmiş olması deneyler esnasında uçuşmaya yol açtığı için bazı sorunlara neden olmuştur.

Üretim deneylerinde farklı sayıda ve sürelerde ergitme, farklı şiddetlerde ark, farklı sayılarda vakuma alma, alaşım oranlarında değişiklik yapma gibi parametre değişiklikleri yapılarak yüksek camlaşma elde edilmeye çalışılmıştır.

Kütlesel metalik camın üretiminde karşılaşılan en büyük problem, malzemelerin bir kez birlikte katılaştırıldıktan sonra tekrar ergitmeye çalışılırken arkla temas etmesinden kısa süre sonra çatlayarak parçalanması olmuştur. Bu durum bahsedilen iki alaşım için de geçerlidir. Nedeni tam anlaşılmış olmamakla beraber, bu durumun yapıda oluşan kristal bölgeler ile amorf bölgelerin yoğunluk farkları ve ısınma etkisiyle farklı oranlarda genleşmeleri sonucu oluştuğu düşünülmektedir.

Üretim esnasında karşılaşılan bir diğer sorun ise tozların ark sebebiyle uçuşması olmuştur. Bu sorunu aşmak için soğuk izostatik pres yardımıyla tozların aglomere edilmesi denenmiştir fakat tozların, pres için kullanılan kalıba yapışması sebebiyle vazgeçilmiştir. Bunun üzerine ark çok düşük şiddette başlatılarak tozların uçuşması engellenmiş ve proses yavaş ve uzun bir şekilde gerçekleştirilmiş, tozların uçuşmayacak dereceye gelmesi ardından ark arttırılmıştır.

Sonuçta elde edilen numunelerden, iki alaşım için de beklenen parlak yüzeye en yakın yüzey veren üçer tanesi seçilmiştir ve bunların üzerinde x-ışını floresans

spektrometresi ile bileşim oranı ve x-ışını kırınımı ile kristalizasyon sinyali verilip verilmediğine bakılmış ve analizler sonucu elde edilen diyagramlar üzerinden camı yapı elde edilip edilmediği kontrol edilmiştir. X-ışını floresans spektrometresi sonuçları incelendiğinde uçuşma oranı en yüksek olan alüminyum yüzdesinde oldukça büyük sapmalar görülmüştür. X-ışını kırınımı ile yapılan ölçümler sonucu elde edilen grafikler incelendiğinde ise kristalizasyon olduğunu belirten Bragg pikleri gözlenmiştir. Tamamen camlaşma sağlanamamasının sebebinin; uçuşma sebebiyle oluşan bileşim sapmaları ve ölçülememiş olmasına rağmen kalıp sayesinde yapılan soğutmanın sadece alttan olması sebebiyle parçanın tamamında gerekli kritik soğuma hızlarına çıkılamamış olması olduğu düşünülmektedir.

RESIDUAL STRESS ANALYSIS OF Zr-BASED METALLIC GLASS MANUFACTURED BY SUCTION CASTING AND MANUFACTURING PROBLEMS

SUMMARY

Bulk metallic glasses are distinctive materials, obtained by solidifying metallic alloys, that would become crystalline solids in normal cooling conditions, in such high rates which does not allow them to have crystalline atomic arrangement and become amorphous solids. The term of bulk can only be used if the material has a thickness of 1mm or more.

The absence of crystalline structure in bulk metallic glasses prevents formation of fragile zones caused by dislocations or grain boundaries, which are results of crystalline structures. For this exact reason, bulk glass materials exhibit much better mechanical performances compared to the crystal forms of the same alloy. These materials attract attention due to their high strength, high elastic strain limit, high hardness value, high resistance against erosion and corrosion and their magnetic properties which are very suitable for certain applications. These mechanical features allow bulk metallic glasses to be used in many different practices.

Obtaining cooling rates that are high enough to reach the critical level required for amorphous solidification is the main issue and difficulty for bulk metallic glass production. At the time when metallic glasses were discovered in 1960s, critical cooling rates as high as 10^6 K/s were thought to be needed however thanks to the novel alloys developed in recent times, the critical cooling rates are reduced around 1 K/s and this allowed production of bulk metallic glasses.

Another one of the major problems in production of metallic glasses is the high costs caused by the requirement of high purity raw materials. Impurities prevent proper vitreous solidification of the material, thus raw materials with minimum purity of 99,5% must be used to obtain desired results. This cost problems limit the commercial usage of bulk metallic glasses. For this reason, researches are being conducted to allow production of bulk metallic glasses by using commercial purity grade raw materials.

Due to the aforementioned production difficulties, new techniques had been developed for production of bulk metallic glasses. Various casting methods and arc melting method are the most commonly used techniques for this matter. These methods provide high cooling rates required to achieve bulk metallic glasses.

Residual stresses are inner stresses caused by almost all types of production processes or various external factors. These stresses can have positive or negative effects on materials according to their magnitudes, distribution or the place of usage of the material.

In this study, a zirconium based bulk metallic glass, produced by casting method, which has the composition of $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$, radius of 44mm and thickness

of 3mm was used. The goal was to observe and measure residual stress distribution according to distance from the center of the sample, without applying any new procedures.

Due to the non-crystalline nature of the bulk metallic glasses, nondestructive testing methods were not preferred. From semi destructive methods including hole drilling and ring coring, hole drilling method was preferred. This method preferred because it has relatively simple process steps, necessary standardized equipment is commercially available and the testing process is standardized by ASTM with the E873 numbered standard.

Calculation of residual stresses by using drilling method is based on drilling very small holes on the sample, which leads to releasing of residual stresses, and measurement of the strains caused by the released residual stresses. This method is relatively low cost and has a high accuracy in results. Considering the local yields caused by this method may result in inaccurate outcomes, only measurements under 60% of the yield stress were accepted. In conducted tests all 4 different acceptable hole values were under this limit. This shows that hole drilling method is the right method for this sample.

After the measurements, diameters of the holes and their concentricity were examined using an optical microscope. As an outcome, this measurement method is found appropriate for the Zr based bulk metallic glass material and as the results were between valid values, it can be said that the experiments were successful.

In the second experimental study, production of a button shaped bulk metallic glass with the atomic proportion of $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ and $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ were intended. During these experiments arc melting over a water cooled copper cast was used and an argon atmosphere was created to prevent spoilage of the high purity raw materials. Used raw materials had over 99,5% purity because low purity materials may result in loss of the glassification ability of the final product. For small scale production and delicate adjustment of mass proportions, powder raw materials were preferred but flitting of the powder materials caused some problems during the production processes.

During the production experiments, parameters such as count and duration of the melting, arc density, vacuum environment and alloy proportions were varied to achieve desired high amorphous structure.

The main problem of producing a bulk metallic glass with both of these compositions was cracking and fragmentation of the material when a second arc is applied to melt the material for a second time. This cracking occurred right after the arc contacted the material. Although the reason for this problem is not clearly understood, occurrence of different zones with crystalline and amorphous structures and density and thermal expansion rate differences between these zones are thought to be the reason.

Another problem encountered during the production is the flitting of the powders because of the arc. To overcome this problem, powders were meant to be agglomerated using cold isostatic pressing but this method was abandoned due to the adhesion of the powders to the cast of the press. In response, the arc was applied with low density in the beginning of the process to prevent the flitting of the powders. Arc density was raised when the powders were heated to the level where flitting is no longer possible. This caused a relatively long and slow production process.

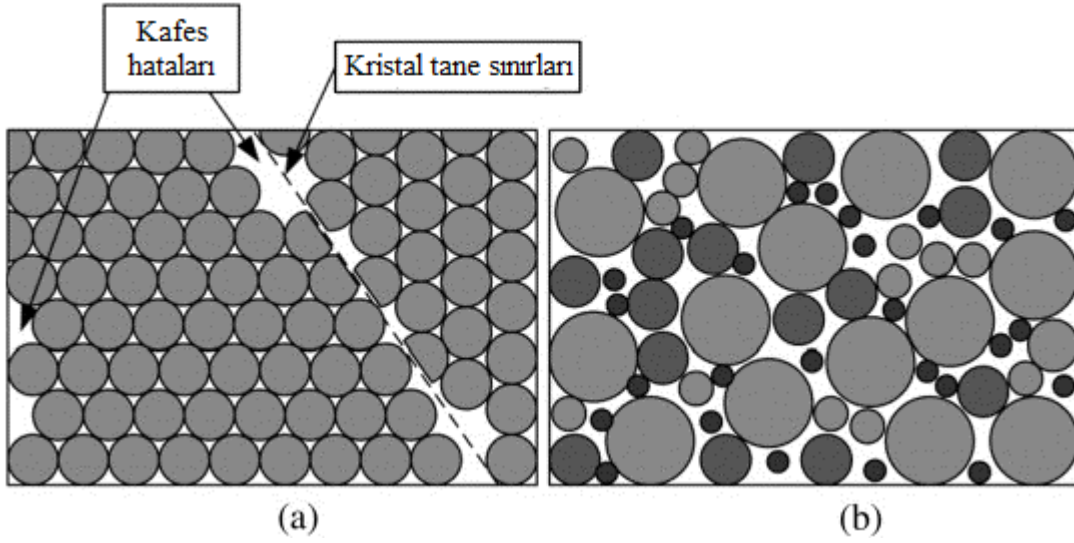
After production process, specimens of both alloy were examined visually and the most proper specimens selected based on surface radiance. The selected specimen is subjected to x-ray fluorescence spectroscopy and x-ray diffraction to determine crystallization ratio. As an outcome, composition of the specimen exhibit deviation especially in aluminium rate. The XRD patterns of specimen does not exhibit only a broad scattering peak characteristic of metallic glass it also exhibit sharp Bragg characteristic peaks of crystalline phases, suggesting that there are crystallizations during the formation of the sample. The fliting of the powders and inadequate cooling of the molten metal are thought to be the reason of crystallization.

1. GİRİŞ

21. yüzyılda bile metal ve alaşımları malzemelerin en önemli sınıfını oluşturmaktadır ve hem yapısal hem de fonksiyonel olmak üzere çok geniş bir alanda kullanılmaktadır [1]. Geleneksel bir metal veya alaşım soğuyarak en düşük enerji durumuna geçmeye çalışır. Bir metalik sıvı, sıradan soğutma hızlarında soğutulduğunda -ki buna örnek olarak 1 K/s verilebilir- sıvı her zaman kristalin bir yapı olarak katılaşmaktadır [2]. Bu olay yüzyıllar boyunca metalik alaşımların kullanımındaki temel mekanizma olmuştur. Bu nedenle kütleli metalik malzemeler üç boyutlu olarak 1990'lı yıllara gelene kadar binlerce yıl boyunca hep kristalin metalik alaşımlar şeklinde kullanılmıştır [1].

Cam ise devamlı soğutma ile sıvı haldeki malzemenin kristalin olmayan bir katı haline getirilmesiyle elde edilen malzemedir. Metalik camlar da yapısal açıdan temelde silikat - oksit camlardan ya da organik polimerlerden farklı değildir [3]. İyonik, kovalent, Van Der Waals, hidrojen ya da metalik gibi ana bağ tipleri içeren katı hal malzemeleri değişik yöntemlerle amorf katı hale getirilebilir. Metalik amorf alaşımlar, ki metalik camları bu kategoriye sokabiliriz, amorf malzemeler grubunun en yeni üyelerindendir [4]. 1960 senesinde yaklaşık 10^6 K/s soğuma hızına çıkılarak düzensiz bir atomik konfigürasyon elde edilmiş ve sıvıya benzer şekilde katılaşma sağlanarak oda sıcaklığında bu yapının korunabileceği keşfedilmiştir. Bu kadar yüksek soğuma hızlarının gerekmesi, geleneksel metalik alaşımlardaki atomların yüksek mobilitelerindendir. Bu nedenle bahsedilen gelişme ilk aşamada sadece çok ince kritik kalınlıklar için söz konusu olmuştur [5]. Şekil 1.1'de kristal malzeme ile amorf metalik cam malzemenin atomik yapısı şematik olarak gösterilmiştir.

Son 20 yılda yapılan çalışmalar sayesinde döküm gibi geleneksel metal prosesleriyle üretilen, 1°C/s - 100°C/s soğuma hızlarında camlaşabilen, polimerler gibi kolay yöntemlerle şekillendirilebilen amorf metal alaşımları keşfedilmiştir. Bu alaşımlar çelikten iki kat mukavim, çok yüksek korozyon ve aşınma direncine sahip, seramiklerden tok, bunun yanında çok yüksek elastisiteye sahip alaşımlardır.



Şekil 1.1 : (a) Kristalin malzeme atomik diziliminin şematik gösterimi, (b) amorf metalik malzeme atomik diziliminin şematik gösterimi [6].

Tane sınırları, malzemede olması gereken atomik paketin oluşmadığı, çatlak ve korozyonun oluşmaya başladığı zayıf noktalar. Atomların yanlış yerleşmiş düzlemleri yeterli gerilme ve sıcaklık altında kolayca kayarak dislokasyonların hareket etmesine olanak vermektedir. Bu nedenle metaller teorik olarak sahip oldukları mukavemetten daha düşük bir mukavemete sahiptirler. Ayrıca burada oluşan şekil değiştirme plastiktir, yani kalıcıdır. Buna karşılık cam oldukça yavaş kristal oluşumuna ve sıvının, cam geçiş sıcaklığına erişmeden ergime noktasının çok daha altına soğutulmasına imkan veren kinetik özelliklere sahiptir. Bütün bunlar, camın, kristalleşmeden camsı bir halde katılaşmasına neden olmaktadır. Atomlar gelişigüzel bir dağılıma sahiptirler, uzun vadede tekrar eden bir paket düzeni yoktur ve cam gevrek. Bunun yanında metalik camlar, gerilmeler altında daha az enerji absorbe eder ve elastik geri sıçrama sayesinde ilk şekline hızla dönerler. Kristal hatalarının olmaması sayesinde elde edilen malzeme aşağıdaki özelliklere sahiptir;

- Yüksek mukavemet (çeliğin iki katı)
- Yüksek sertlik (özellikle yüzey kaplamalarında)
- Tokluk (seramiklere göre kırılmaya çok daha dayanıklı)
- Elastiklik (yüksek akma sınırı)

Tane sınırlarının olmayışı malzemenin korozyon ve aşınmaya dayanıklı olmasının yanında yumuşak manyetik özelliklere (özellikle de B, Si, P gibi cam yapıcı

alaşımlarda ve manyetik geiş elementlerinde (Fe-Co-Ni)) sahip olmasına neden olmaktadır. Yüksek elektriksel diren düşük eddy akımı kaybı olmasını saęlar. Kolay manyetize etme ve demanyetize etme de kayıpları azaltmaktadır [2].

Yukarıda bahsedilen özellikleri sayesinde, metalik camlar, günümüzde ilgi çeken bir konudur ve birçok devletin ve NASA gibi kuruluşların destekledięi birçok projeyle bu alandaki araştırmalar devam etmektedir.

1.1 Metalik Camların Tarihi

1.1.1 İlk metalik cam

İlk metalik cam, Caltech çatısı altında, 1960 yılında Duwez ve ekibi tarafından $Au_{80}Si_{20}$ ergiyięinin hızlı soęutulmasıyla elde edilmiştir [5]. Bu çalışmalar göstermiştir ki, bazı alaşımlar için çekirdeklenme ve kristalin fazın büyümesi prosesleri kinetik olarak atlanabilir ve katılaşma, sıvıdaki dağılım deęişmeden saęlanabilir [4]. Yani üniform ve yeterince hızlı bir şekilde (örneğin 10^6 °C/s) soęutulması durumunda, heterojen atomların kristal taneler oluşturabilecek kadar zaman ve enerjiye sahip olmadığını anlaşılmıştır [2]. Bu şekilde elde edilen malzemeler metalik camlardır. Duwez'in çalışmalarının önemi, bu yöntemin buhar biriktirme gibi yöntemlere göre daha büyük hacimlerde alaşımların camsı hale dönüştürülebilmesini saęlamasıdır [4]. Ergiyik, cam geiş sıcaklığına ulaşarak metalik cam olarak katılaşmıştır. Elde edilen bu malzeme oksit cama göre çok daha az gevrek, opak gri, parlak ve düzgün yüzeyli bir metal görüntüsündedir [2]. Liquidmetal firması tarafından üretilmiş Zr-esaslı metalik cam örnekleri Şekil 1.2'de görülebilmektedir.



Şekil 1.2 : Liquidmetal Teknolojilerinde üretilen Zr bazlı bir metalik cam örneęi [2].

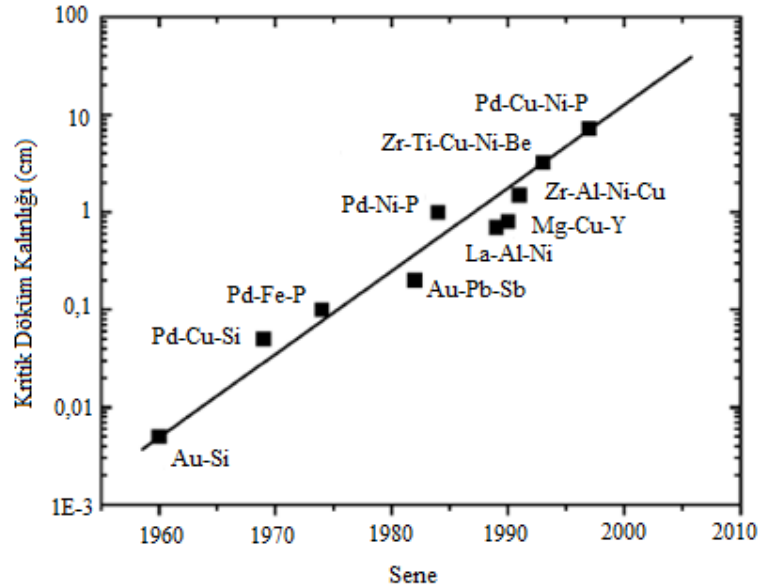
1.1.2 Yıllara göre gelişimi

Hızlı soğutma teknikleri, değişik metalik cam çeşitleri elde edebilmek adına ayrıntılı şekilde araştırılmış ve geliştirilmiştir. Bu çalışmalar özellikle 70'lerin başı ve 80'lerde, metalik camların ticari şekilde; şeritler, levhalar, teller halinde devamlı dökülebilmesiyle ivme kazanmıştır [7]. Bu süreçte akademik ve endüstriyel araştırmalarda büyük bir artış yaşanmıştır. Buna rağmen gereken yüksek soğuma hızları, üretilebilir geometriyi ince şeritler ve levhalarla sınırlamıştır. Bu nedenle de kullanım alanları sınırlı kalmıştır [4].

Akademik olarak Turnbull ve ekibi tarafından yapılan çalışmalar oldukça önemlidir [8,9]. Bu çalışmalarda Turnbull ve ekibi metalik camlarla metalik olmayan silikat, seramik, camlar ve polimerlerin benzerliklerini incelemiştir [4]. Chen ve Turnbull tarafından Pd-Si-N alaşımı küreler elde edilmiştir (burada N=Ag,Cu ya da Au'dur) [10]. Pd_{77.5}Cu₆Si_{16.5} alaşımı 0,5 mm çapında camsı halde üretilebilmiştir [11]. Bu çalışmalar göstermiştir ki geleneksel camlarda gözüken cam geçiş davranışı, hızlı soğutmayla üretilen metalik camlar için de geçerlidir [8,9]. Bazı üçlü Pd-Cu-Si ve Pd-Ag-Si alaşımlarında, ilk kristalizasyon sıcaklığı ve cam geçişi arasındaki fark (aşırı soğutulmuş sıvı bölgesi) 40 K'e kadar genişlemiştir ki bu da yazarların metalik camlarda yapılan ilk detaylı kristalizasyon çalışmasını yapabilmelerine olanak tanımıştır. Bunun yanında Chen Pd-T-P (T=Ni, Co, Fe) alaşımları üzerinde sistematik araştırmalar yaparak 1974 senesinde kritik döküm kalınlığı 1 mm olan parçalar üretmiştir [12]. 1982 senesinde Au₅₅Pb_{22.5}Sb_{22.5} alaşımıyla bahsedilen döküm kalınlığının çok az üzerine çıkılabilmektedir [13]. Bahsedilen bu geleneksel metalik camların kalınlıkları ve yıllara göre artışı Şekil 1.3'de gösterilmektedir [11].

1980'lerin başında Turnbull ve ekibi Pd-Ni-P alaşımlarıyla ilgili çalışmalarına geri dönerek numuneleri yüzey dağlaması ve sonrasında ısıtma ve soğutma çevrimine tabi tutmuşlar, bu sayede heterojen çekirdeklenmeyi azaltmayı başarmış ve Pd₄₀Ni₄₀P₂₀ alaşımıyla 5mm çapında ingotlar üretebilmişlerdir. 1984 senesinde aynı grup boron oksit altında ergitme yaparak 1 cm kritik döküm kalınlığını elde edebilmişlerdir. Bu çalışmalarda elde edilen Pd-Ni-P numuneleri ilk kütleli metalik cam olarak adlandırılabilir [14]. Maalesef bu aşamada insanlar kütleli metalik camların potansiyelini farkedememişlerdir [11]. 1980lerin sonunda, Inoue ve grubu nadir toprak elementlerinin Al ve Fe elementleriyle alaşımlandırılması üzerine

çalışmışlardır. Bu sistemlerde hızlı soğutma üzerine çalışılırken La-Al-Ni ve La-Al-Cu alaşımlarının cam oluşturma kabiliyetinin yüksekliği farkedilmiştir [15]. 5mm çaplara kadar çıkan $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ (daha sonra $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{10}\text{Cu}_{10}$ alaşımıyla 9 mm'ye kadar) alaşımıyla silindirik örnekler ve benzer kalınlıklarda tabakalar tamamen camlaşmış şekilde bakır kalıplara dökülebilmişlerdir. 1991 senesinde aynı grup camsı Mg-Cu-Y ve Mg-Ni-Y alaşımlarını geliştirmişler ve en gelişmiş cam oluşturma kabiliyetini $\text{Mg}_{65}\text{Cu}_{25}\text{Y}_{10}$ alaşımında elde etmişlerdir [16]. Aynı zamanda Inoue ve grubu da Zr bazlı Zr-Al-Ni-Cu alaşımlarını geliştirmişlerdir ki bu alaşımlar yüksek cam oluşturma kabiliyetine ve termal stabiliteye sahiplerdir [17]. Bu alaşımlarda elde edilen döküm kalınlıkları aşırı soğutulmuş sıvı bölgesinin 127 K'e kadar genişlemesi sayesinde 15 mm kalınlıklara kadar çıkılabilmektedir ($\text{Zr}_{65}\text{Al}_{7.5}\text{Ni}_{10}\text{Cu}_{17.5}$ alaşımı için) [11].



Şekil 1.3 : Yıllara göre, keşfedilen camsı alaşımların kritik döküm kalınlıkları [11].

1993 senesinde Peker ve Johnson beş bileşenli $\text{Zr}_{41.2}\text{Ti}_{13.8}\text{Cu}_{12.5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{22.5}$ $[(\text{Zr}_3\text{Ti})_{55}(\text{Be}_9\text{Cu}_5\text{Ni}_4)_{45}]$ alaşımını geliştirmiştir ki bu alaşım Vitreloy 1 ticari adıyla bilinmektedir [18]. Bu alaşımla birkaç santimetrelik döküm kalınlıklarına erişilebilmiştir. Sonraki 10 yılda Vitreloy 1'in özellikleri üzerine geniş çalışmalar yapılmıştır [11].

1997 senesinde ise Inoue ve grubu $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$ alaşımına bir geri dönüş yapmıştır fakat alaşımdaki %30'luk Ni yerine Cu ilavesi yapmışlardır. Bu çalışmanın sonucu olarak kritik döküm kalınlığı 72 mm olan bir alaşım elde etmişlerdir [19]. Pd-Cu-Ni-P ailesi o tarihte bilinen en iyi cam oluşturma kabiliyetine sahip metalik sistemdi.

İlk olarak Duwez'in çalışmalarıyla başlayan ve diğerleriyle gelişimi devam eden metalik camların kalınlıkları 40 yılda üç merteye artmıştır. Çizelge 1.1'de metalik camların bileşimleri ve geliştirilme yılları verilmiştir [4].

Çizelge 1.1 : Kütlesel metalik camlar ve geliştirilme yılları [4].

BİLEŞİM	GELİŞTİRİLME YILI
Pd-Cu-Si	1974
Pt-Ni-P	1975
Au-Si-Ge	1975
Pd-Ni-P	1982
Mg-Ln-Cu (Ln=Lantanit metal)	1988
Ln-Al-GM (GM= Geçiş grubu metaller)	1989
Zr-Ti-Al-GM	1990
Ti-Zr-GM	1993
Zr-Ti-Cu-Ni-Be	1993
Nd(Pr)-Al-Fe-Co	1994
Zr-(Nb,Pd)-Al-GM	1995
Cu-Zr-Ni-Ti	1995
Fe-(Nb,Mo)-(Al,Ga)-(P,C,B,Si,Ge)	1995
Pd-Cu(Fe)-Ni-P	1996
Co-(Al,Ga)-(P,B,Si)	1996
Fe-(Zr,Hf,Nb)-B	1996
Co-Fe-(Zr,Hf,Nb)-B	1996
Ni-(Zr,Hf,Nb)-(Cr,Mo)-B	1996
Ti-Ni-;Cu-Sn	1998
La-Al-Ni-Cu-Co	1998
Ni-Nb	1999
Ni-(Nb,Cr,Mo)-(P,B)	1999
Zr- esaslı camsı kompozitler	1999
Zr-Nb-Cu-Fe-Be	2000
Fe-Mn-Mo-Cr-C-B	2002
Ni-Nb-(Sn,Ti)	2003

1.2 Kritik Döküm Kalınlığı

Bahsedilen bu malzemelerin ısı iletimi oldukça düşüktür, bu nedenle gereken soğuma hızlarında elde edilebilen döküm kalınlığı oldukça sınırlıdır. Bu durum kütlesel üretimi engellemektedir, bu da yapısal uygulama alanlarını kısıtlamaktadır. Yüksek yoğunluklu oksijen yakıt termal sprey uygulamasıyla Fe, Al ve Ti gibi malzemelere düşük sürtünme, yüksek sertlikte yüzey kaplaması uygulayarak korozyona, aşınmaya ve ısıya karşı dirençli hale getirerek denizcilik ekipmanları, sondaj makineleri ve borular gibi zorlu uygulama alanları için uygun hale getirmek mümkündür.

Kaplamalar kullanıldıkça daha sert, kaygan ve aşınmaya karşı daha dirençli hale gelmektedirler. Yüzey sertliği elektrolizle kaplanmış kromdan %10-20 mertebesinde daha fazladır. Bunun yanında termal genleşmesi çeliğe oldukça yakındır, ısı ve yük çevrimlerine karşı direçlidir.

1970'lerde AlliedSignal, metalik camları şekillendirmek için yeni bir yöntem geliştirdi. Ergimiş Fe-Ni-P-B alaşımı döner döküm makinesine dökülerek on mikron mertebesinde kalınlıklarda sürekli şerit üretimi yapıldı. Bu proses düşük enerji kayıplı güç dağıtım dönüştürücülerinin çekirdeği gibi manyetik uygulamalarda kullanılmak üzere Metglas adıyla 1980'li yılların başında ticarileştirildi. Buna alternatif olarak, damlacıklar soğuk bir yüzeyde hızla katılaştırılarak püskürtme yoluyla üretildi. Kütlesel üretimi mümkün kılmak adına gerekli soğutma hızlarının azaltılması, böylece döküm kalınlığının arttırılması üzerinde yoğunlaşıldı [2].

1.3 Cam Oluşturma

Başlangıçta metalik camların üretimi amprik olarak ilerliyor ve belli kurallara dayandırılmıyordu, çalışmalar ilerledikçe yavaş yavaş bazı özellikler anlaşılmaya başlandı ve 1-100 K/s soğuma hızlarında bile metalik cam üretimi yapılabilmeye başlandı. Bu yavaş hızlara ulaşılması daha büyük parçalar oluşturulabilmesine olanak sağladığı için oldukça önemlidir. Yeni tipteki metalik camlar için soğuma hızı gibi dış etkenlerden çok; element sayısı, saflıkları ve atom çapları gibi alaşımın iç yapısıyla ilgili etkenler önem kazanmıştır. Genel olarak bileşen sayısı arttıkça alaşımın cam oluşturma kabiliyeti de artmaktadır. Buna 'karmaşa prensibi' adı verilmiştir [20]. Karmaşa prensibi bir sistemin ne kadar çok bileşen içerirse kristalizasyona karşı o kadar dirençli hale geleceğinden bahsetmektedir [4]. Yavaş kristalleşme kinetiği, buna bağlı olarak stabilize bir aşırı soğutulmuş sıvı hal ve yüksek camlaşma kabiliyeti için Inoue aşağıdaki anahtar kriterleri öne sürmüştür, [2]

- Üç ya da daha fazla elementten oluşan çok bileşenli alaşımlar oluşturmak. Bu sayede karmaşıklık ve birim kristal hücrenin boyutu artar, bu da düzenli bir yapı oluşturmak için gerekli enerjinin artmasına neden olarak camlaşma kabiliyetini yükseltir.
- Element atomlarının çaplarının birbirinden %12 ve üstünde oranlarda farklı olması. Bu sayede sıvı halde yüksek paket yoğunluğuna ve düşük boş hacime

neden olarak kristalleşme için daha büyük bir hacim artışına, doğal olarak daha çok enerji harcanmasına sebep olur.

- Ana elementleri arasında negatif karışma ısısı olacak şekilde seçmek. Bu durum katı sıvı arayüzeyinde enerji bariyerini arttırarak atomik difüzyonu zorlaştırır, bu da bölgesel atomik düzenlenme ve kristal çekirdeklenme hızını düşürür
- Düşük sıcaklıklarda kararlı sıvı oluşturan derin ötektiğe yakın bir alaşım kompozisyonu tercih etmek.

Cam oluşumunu anlamak için kristalizasyonu hem termodinamik hem de kinetik açıdan anlamak gerekmektedir. Metalik sıvıların cam oluşturma kabiliyeti ile ilgili temel parametre cam geçiş sıcaklığı T_g ile likidus sıcaklığı T_{liq} (bazen düşürülmüş cam geçiş sıcaklığı olarak da anılır) arasındaki orandır [11]. Cam geçişi, soğuma hızı değiştikçe sadece az miktarda değişen, oldukça belli bir sıcaklıkta gerçekleşmektedir [10]. Turnbull bu değişimi tahmin etmek adına bu oranı kullanmayı önermiştir;

$$T_{rg} = T_g / T_m \quad (1.1)$$

Burada T_g cam geçiş sıcaklığını, T_m ise ergime sıcaklığını ifade etmektedir. Bu orana ise indirgenmiş cam geçiş sıcaklığı adı verilmiştir. Bu oran cam oluşturma kabiliyetinin bir ölçüsü olarak da kullanılabilir [21]. Turnbull kriterine göre $T_g/T_m = 2/3$ ise kristalizasyon süresince oldukça durgun bir yapı oluşmaktadır ve sadece az bir sıcaklık aralığında kristalizasyon gerçekleşmektedir. Bu gibi bir sıvı düşük soğuma hızlarında bile camsı hale soğutulabilmektedir. Şu ana kadar cam oluşturma kabiliyetini tahmin etmek için Turnbull'un bu kriterinden daha iyi bir öneri sunulmamıştır [22]. Eğer sıvı ergime noktasının altındaki bir sıcaklığa soğutulmuşsa, sıvı ve kristal arasındaki serbest enerji farkı kristal çekirdeklenmesi için bir itici güç olarak davranırken, sıvı ve kristal ara yüzeyi pozitif arayüz enerjisi oluşturarak çekirdeklenmeyi engelleyici etki yapar. Bu da çekirdek oluşturmak için aşılması gereken bir enerji bariyeri gibi davranır. Çekirdeğin büyümesini sağlayabilmek için sıvı içindeki atomların yeniden düzenlenmesi gerekmektedir. Bu atomik taşınım, atomik difüzyonla (D) ya da viskoziteyle (η) tanımlanabilir. Sonuçta elde edilen birim hacime çekirdeklenme oranı (I_v) termodinamik bir sonuçtur [11].

$$I_v = \frac{A_v}{\eta(T)} \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \quad (1.2)$$

Burada A_v 10^{32} Pa s/(m³s) ve k_B Boltzmann sabitidir [11]. Ayrıca;

$$\Delta G^* = (16/3)\pi\sigma^3 / [\Delta g(T)]^2 \quad (1.3)$$

ΔG^* : Küresel çekirdekler oluşturabilmek için geçilmesi gereken enerji bariyeri, Δg : Gibbs serbest enerjisi (birim hacim başına) ve σ : sıvı ve çekirdek arasındaki ara yüz enerjisidir. Cam oluşumunu etkileyen kinetik parametre viskozitedir. Viskozite ve difüzyon genellikle Stokes-Einstein bağlantısıyla bağdaştırılır [11];

$$D = k_B T / (3\pi\eta l) \quad (1.4)$$

Burada l ortalama atomik çaptır. Sıvıların viskozitesi genellikle Vogel-Fulcher-Tamman (VFT) bağlantısının modifikasyonu ile tanımlanır. Bahsedilen bu bağıntı aşağıdaki gibidir [23];

$$\eta(T) = \eta_0 \exp\left(\frac{D^* T_0}{T - T_0}\right) \quad (1.5)$$

Burada D^* kırılgenlik parametresidir ($1 \leq D^* \leq 100$), T_0 VFT sıcaklığıdır ve η_0 ise molar hacime ters orantılı bir katsayıdır. Fiziksel olarak T_0 akışa bağlı bariyerin sonsuz olduğu sıcaklıktır. Bir sıvı için kırılgenlik tanımı aşırı soğutulmuş sıvının viskozite açısından Arrhenius davranışından çıktığı durum olarak yapılabilir. Bunu tanımlamak adına sıvılar kırılgen ve güçlü olarak sınıflandırılır. Sıvılar genel olarak $D^* < 10$ olduğu durumda kırılgen, $D^* > 20$ olduğunda ise güçlü olarak tanımlanırlar [11]. Kütlesel metalik camlar üzerinde yapılan viskozite ölçümleri göstermiştir ki VFT sıcaklığı oldukça düşüktür, örneğin $Zr_{41.2}Be_{22.5}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10}$ alaşımı için VFT sıcaklığı cam geçiş sıcaklığının %60'ı kadardır [24].

Kütlesel metalik camlarda güçlü sıvı davranışı hem çekirdeklenmeyi hem de büyümeyi engelleyici bir etki yaparak kristallenme oranını düşürmektedir. Bu da cam oluşturma kabiliyetine büyük katkıda bulunmaktadır [11].

Kütlesel metalik camlar çok bileşenli alaşımlardır, ayrıca belli elementlerin katılmasıyla likidus sıcaklığı düşmektedir. Bu da cam oluşturma kabiliyetini arttırmaktadır (T_{rg} artmaktadır). Bununla beraber kimyasal ve topolojik (atomik ve valans) olarak alaşımın bileşenlerinden farklı özelliklerde bir element eklendiğinde kristal oluşumu zorlaşmaktadır. [22] numaralı referanstaki çalışmada Johnson, yapının karmaşıklığı ve yüksek derecede kristal yapılardaki birim hücre boyutlarının, periyodik olarak düzenlenmiş bir yapının getirdiği enerjisel avantajı büyük ölçüde yok ettiğini anlatmıştır.

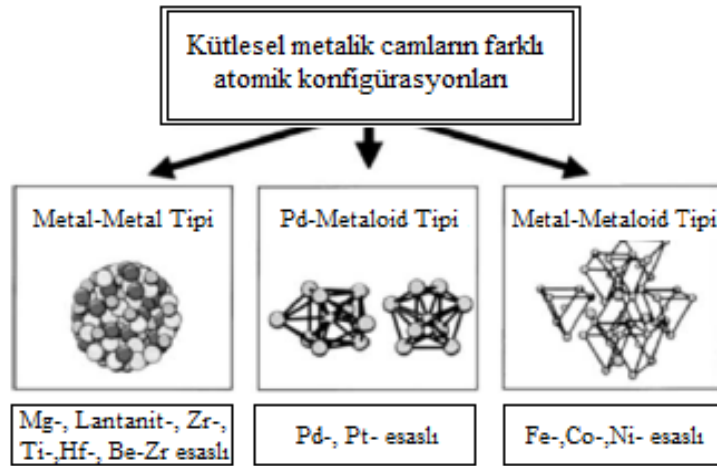
Özetlersek, cam oluřturma kabiliyetini arttırıcı önemli parametreler;

- Cam geiş sıcaklıęı ve likidus sıcaklıęı arasındaki yüksek oran
- Bileřen sayısının fazla olması (atomik boyut ve valans elektronlarının farklı olması da önemlidir)
- Güçlü sıvı davranıřı ve buna baęlı yüksek ergiyik viskozitesi eřitlięi
- Bunun yanında faz ayrıřtırılması da cam oluřturma kabiliyetini etkileyebilmektedir [11].

2. KÜTLESEL METALİK CAMLARIN ÖZELLİKLERİ

Inoue'nin yaptığı yoğunluk ölçümleri göstermiştir ki kristalin haldeki malzeme ile metalik cam halindeki malzeme arasındaki yoğunluk farkı %0.3 ile %1.0 arasındadır ki bu daha önceki çalışmalarda belirtilen %2 oranından çok daha azdır [25-27]. Bu ufak fark göstermektedir ki metalik camlar daha yoğun bir gelişigüzel paketlenmiş atomik konfigürasyona sahiptir.

Inoue kütleli metalik camları üç farklı tip olarak sınıflandırmıştır; metal – metal tipi alaşımlar, metal – metaloid tipi alaşımlar ve Pd – metaloid tip alaşımlar [28]. Bu sınıflardan herbirinin konfigürasyonu farklıdır ve bu farklar Şekil 2.1'de görülebilmektedir.



Şekil 2.1 : Üç farklı tip kütleli metalik camın atomik konfigürasyonları [28].

Metal – metal alaşımlarının; yüksek çözünürlükte geçirimli elektron mikroskobu, X ışını kırınımı ve nötron difraksiyonu çalışmaları göstermiştir ki cam yapı yirmi eşkenar üçgenden oluşan kümeler içermektedir [29,30]. Yirmi eşkenar yüzlü kümeden, yirmi eşkenar yüzlü faz yapısına geçiş kritik boyutu yaklaşık 8 nm civarındadır [28]. Kütleli metalik cam, aşırı soğutulmuş sıvı bölgesine getirildiğinde, birincil kristalizasyon basamağı olarak yirmi eşkenar üçgen yüzlü kristal benzeri faz (faz I) oluşur. Daha yüksek sıcaklıklara çıkılırsa da I-fazı stabil kristalin faza dönüşür [29-32]. I-fazı oluşumu metalik camın kalıtımı gibidir. Yirmi eşkenar üçgen yüzlü kümelerin varlığı I-fazı oluşumunu başlatır. Çekirdeklenme

teorisi baz alınarak yapılan analizler göstermiştir ki I-fazı çekirdeklenmesi için gerekli aktivasyon enerjisi, aşırı soğutulmuş alaşım ergiyiğinde kristal çekirdeklenmesi için gerekenden daha düşüktür [33].

Yapısal özellikler incelendiğinde kütleli metalik camların mükemmel cam oluşturma kabiliyetlerini destekleyecek mantıklı açıklamalar bulunabilmektedir. Düşük cam oluşturma kabiliyetine sahip geleneksel metalik camlar yapılarında bu duruma sebep olan kristalin bileşenler içermektedirler [34]. Bu alaşımlar için soğuma hızı, kristalin fazın çekirdeklenme ve büyümesini kontrol eden en önemli etkidir. Kütleli metalik cam oluşturuu alaşımlar için ise kritik soğuma hızları çok daha düşük olabilmekte ve bölgesel mikroyapı karakteristikleri cam oluşturma yeteneği için belirleyici etken olmaktadır. Amorf durumdaki yirmi eşkenar üçgen yüzlü kümeleri kristalin fazların oluşumuna ekstra bir bariyer gibi davranmaktadır. I-fazı beşli dönel simetriye sahipken normal kristalin faz translasyon simetrisine zıttır. Bu nedenle kristalin faz oluşabilmesi için önce bu yapının dağılması gerekmektedir. Kinetik açısından bakarsak kütleli metalik camda kristalizasyon oluşabilmesi için, bileşenlerin, yirmi eşkenar yüzlü sıvı içerisinde hatırı sayılır bir yeniden düzenlenmeye ihtiyacı vardır. Aşırı soğutulmuş haldeki, yüksek yoğunluklu, gelişigüzel paketlenmiş yapıdaki kütleli metalik cam aşırı derecede düşük atomik hareket edebilme yeteneğine sahiptir [25]. Bu da, büyük ölçekte, atomların yeniden düzenlenmesini oldukça zorlaştırmaktadır. Kristalin ve amorf yapıdaki bu temel yapısal süreksizlik, aşırı soğutulmuş sıvıda kristalin fazın çekirdeklenmesi ve büyümesini baskılayarak mükemmel cam oluşturma kabiliyetine yol açar.

Metal – metaloid tip camsı alaşımlar ise, örneğin Fe(Co)-Nb-B , üçgen prizmalardan oluşan bir atomik konfigürasyona sahiptir ki bahsedilen bu prizmalar birbirine Zr, Nb, Ta ya da lantanitlerden biri ile bağlanmıştır. [4]

Fe bazlı kütleli metalik camlar ise karmaşık yüzey merkezli kübik Fe₂₃B₆ birincil kristallerinden bir faz oluşturuu ki bu fazın 1.1 nm gibi büyük kafes parametresi vardır ve birim hacimde 96 atom içermektedir [35].

Pd bazlı kütleli metalik camlar daha önce bahsedilen, Inoue tarafından öne sürülmüş üç kurala uymamaktadır. Yapısal araştırmalar göstermektedir ki Pd-Cu-Ni-P bileşenlerinden oluşan kütleli metalik camlar iki büyük küme; Pd-Ni-P için üç yarım sekizyüzlü başlıklı üçgen prizma ve Pd-Cu-P için tetragonal oniki yüzlülerden

oluşan kümeler şeklindedir. Bahsedilen bu durum Şekil 2.1’de görülebilmektedir. Pd-Ni-Cu-P ve Pd-Ni-P arasındaki belirgin cam oluşturma kabiliyeti göstermektedir ki Pd bazlı alaşımlar için bu iki kümenin varlığı aşırı soğutulmuş yapının stabilizasyonu için önemli bir rol oynamaktadır. Bu durum da metal-metaloid atomik çiftinin güçlü bağ yapısına ve iki farklı tipteki kümenin yeniden düzenlenmesinin zorluğuna bağlıdır.

Kütlesel metalik camlar düşük hacimsel boşluğa sahip yoğun sıvılardır, bununla beraber saf metallerden bir kaç kuvvet daha büyük viskoziteye sahiplerdir. Belli bir değerde elektron yoğunluğunun iletimini sağlayan elektronik konfigürasyon da camı sıvının stabilitesini destekleyen bir etki yapmaktadır. Mikroyapıda eşsiz atomik düzen söz konusudur ki bu da geleneksel metalik camlardan belirgin şekilde farklıdır. Termodinamik açıdan, bu ergiyik, diğer metalik ergiyiklere göre kristalin yapıya enerjisi açısından daha yakındır. Bu faktörler yavaş kristalizasyon kinetiği ve yüksek cam oluşturma kabiliyetine neden olmaktadır [4].

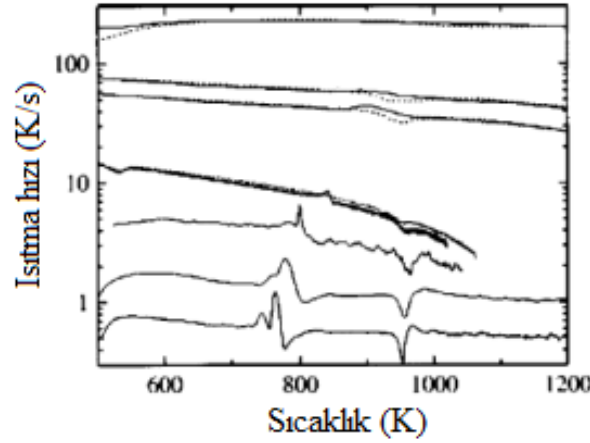
2.1 Kütlesel Metalik Camların Kristalizasyonu

Yüksek termal stabilite ve mükemmel cam oluşturma kabiliyetinin temelini anlayabilmek için aşırı soğutulmuş sıvının kristalizasyon davranışlarını anlamak oldukça önemlidir. Oldukça stabil aşırı soğutulmuş sıvı halinde ve kristalizasyona karşı oldukça yüksek termal stabiliteye sahip kütlesel metalik camlar, çekirdeklenme ve kristal büyümesinin farklı koşullar altında incelenebilmesi için zaman ve sıcaklık açısından geniş deneysel veri sunmaktadır. Kütlesel metalik camlardaki kristalizasyon prosesi üzerine geniş araştırmalar yapılmıştır ve birçok ilginç özellik bulunmuştur. Sonuçlar birçok açıdan oldukça önemlidir ki bunlar şu şekilde sıralanabilir;

1. Metalik aşırı soğutulmuş sıvıda çekirdeklenmenin anlaşılması,
2. Cam oluşturma kabiliyetinin ve ergiyik termal stabilitesinin değerlendirilmesi
3. Kütlesel nanokristalin ve kompozitlerin kontrol edilmiş kristalizasyonla elde edilebilmesi [36-48].

Vitreloy ve Pd-Ni-Cu-P alaşımları üzerine geniş çalışmalar yapılmıştır ve aşırı soğutulmuş sıvıdaki çekirdeklenme ve büyüme özellikleri incelenmiştir. Bu özellikler yüksek yoğunluk ve durgun büyüme kinetiğidir [38-42].

Düşük sıcaklıklarda (T_g 'ye yakın) kristalizasyon olabilmesi için önceden çekirdeklerin olması gerekmektedir. Fakat bir çekirdeklenme mekanizması bütün bir aşırı soğutulmuş sıvı bölgesinin çekirdeklenme prosesini yeterli derecede açıklayamaz. Diğer bir özellik de çekirdeklenme ve büyüme hızının maksimum noktaları arasındaki farktır. Vitreloy1 için maksimum büyüme hızı 985K'de gerçekleşirken çekirdeklenme hızı maksimumu 840K'de olmaktadır. Bununla beraber, aşırı soğutulmuş sıvıda oluşan çekirdekler düzgün ısıtma ve soğuma hızlarında değişik büyüme hızları göstermiştir. 10 K/s soğuma hızı kristalizasyonu baskılamak ve soğutmada tamamen amorf yapı elde etmek için yeterlidir. Buna ters olarak yaklaşık 200 K/s civarındaki ısınma hızları kristalizasyondan kaçınmak için gerekli olmaktadır. Bu durum Şekil 2.2'de görülebilmektedir [38].



Şekil 2.2 : Vitreloy1 malzemesi için hem amorf hem kristal yapıda, farklı ısınma hızlarında sıcaklık değişimiyle oluşan zaman-sıcaklık profilinin türevi şeklinde görülmektedir. (düz çizgiler amorf, kesikli çizgiler kristal malzemeyi göstermektedir) [38].

2.2 Mekanik Özellikleri

Üstün mekanik özellikleri kütleli metalik camları uygulamalar için ümit verici hale getirmektedir. Dislokasyon mekanizmasının olmaması nedeniyle metalik camlar yüksek dayanım malzemeleridir [11].

Metalik camların manyetik özelliklerinde olduğu gibi mekanik özellikleri de kristalin hallerine göre üstün özellikler göstermektedir. Çekme yüklemesinde elastik şekil değiştirme limiti ϵ_{el} yaklaşık %2 değerindedir ki bu da bilindik kristalin metalik alaşımlardan ($\epsilon_{el} \leq \%1$) çok daha yüksektir. Bu nedenle amorf alaşımların akma dayanımları çekmede ve basmada nispeten daha yüksektir [11]. Vitreloy 1 için

çekme akma dayanımı $\sigma_y=1,9$ GPa'dır, Young modülü ise (Y) 96 GPa'dır. Vitreloy 1'in mekanik karakteristik özellikleri Çizelge 2.1'de özetlenmiştir [49].

Çizelge 2.1 : Vitreloy 1 alaşımının mekanik özellikleri [49].

Özellik	Değer
Elastik uzama limiti (ϵ_{el})	%2
Akma mukavemeti (σ_a)	1.9 GPa
Young modülü (Y)	96 GPa
Kesme modülü (G)	34.3 GPa
Poisson oranı (ν)	0,36
Vickers sertliği	534 kg/mm ²
Kırılma tokluğu (K_{Ic})	55-59 MPa m ^{1/2}
Isıl genleşme katsayısı	10,1 x 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Yoğunluk	6,11 g/cm ³

Akma açısından baktığımızda, metalik camların genellikle plastik akma gösterdiği söylenebilir. Bu özellik pekleşme mekanizmasının olmaması ve deformasyon yumuşaması sonucunda bölgesel kesmeler oluşmasına dayanmaktadır. Çekme koşulları altında plastik akmanın kesme bantları oluşturması toplam plastisite sınırını belirgin şekilde düşürür, bu durum genellikle geri dönüşü olmayan hasara yol açarak bir baskın kesme bölgesinden hasarla sonuçlanır [11]. Bu olumsuz özellik, kompozit metalik camların geliştirilmesiyle, metalik cam matrisin içine sünek kristal parçacıkların katılması sonucunda yatıştırılmıştır. Inoue ve grubu, plastisitesi basma koşullarında %2,5 civarında olan, tavllanmış bir camsı alaşım elde etmişlerdir. Vitreloy 1'e benzer bir alaşım ($Zr_{56.2}Ti_{13.8}Nb_5Cu_7Ni_{5.5}Be_{12.5}$) içinde oluşan mikrometre boyutlarında, yüksek sıcaklıklarda kullanılmaya uygun β -ZrTi (hacim merkezli kübik) faz oluşmuş ve kalan sıvının Vitreloy 1'e çok yakın şekilde kalmasını sağlamıştır. Sonuç olarak çöken fazdan sonra kalan sıvı kütsel metalik cam olarak katılaşmıştır. Nb eklenmesi sünek fazın α -ZrTi (hekzagonal sıkı paket) olarak katılıp daha stabil bir hale geçmesini sağlamaktadır. Sonuçta elde edilen iki fazlı mikroyapı, kesme bandı oluşumu ve dağılımını etkin bir şekilde değiştirir. Çoklu kesme bantlarının yüksek yoğunluğu yüklemeye beraber oluşmaktadır ki bu

sayede; süneklik, tokluk ve darbe dayanımı monolitik camla karşılaştırılabilir hale gelmektedir. Bu kompozitin genel plastik şekil değiştirmesi (çekme ve basma) yaklaşık %5 civarındadır [50]. Çekme sünekliği kütleli metalik camların yapısal mühendislik malzemesi olarak kullanılabilmesi için önemli bir parametredir. Bunun yanında Ti bazlı bir kompozit 2000’li yıllarda geliştirilmiştir. Yazarlar orijinali $Ti_{50}Cu_{23}Ni_{20}Sn_7$ olan alaşımı %40 oranında amorf kompozisyon yerine Ti_3Ta ya da Ti_3Nb alaşımıyla değiştirerek yeni bir alaşım elde etmişlerdir. Ti elementi; Ta ve Nb ile tamamen karışabilir. Sonuç olarak içerisinde sünek β -Ti (Ta,Sn) dendritik parçacıkları, nanoyapılı matris içerisinde oluşmuştur ki elde edilen malzeme %14,5 e kadar çıkan basma plastik şekil değiştirmesi göstermektedir [51].

Kütleli metalik camların yüksek elastik şekil değiştirme limiti ϵ_{el} , yüksek akma dayanımı (σ_y) ve kırılma tokluğu K_{Ic} ile birleşince metalik camları yüksek yoğunlukta elastik enerjinin depolanması gereken uygulamalar için ideal hale getirir. Maksimum elastik enerji yoğunluğu $\sigma_y \epsilon_{el}/2$ ($=Y \epsilon_{el}^2/2$ basmada) geleneksel kristalin metallere göre 4 kat civarındadır. Bu özellik kütleli metalik camların golf sopası başlarında ve yüksek performans yaylarda kullanılmasını sağlamıştır. Yüksek dayanım, elastisite, sertlik ve aşınma dayanımının kombinasyonu malzemenin geniş bir aralıktaki ürünlerin üretimi için uygun hale gelmesini sağlamaktadır. Bu uygulamalar arasında elektronikler için kasalar, cep telefonu kasaları, spor malzemeleri, ameliyat aletleri, kemik implantları ve diğer medikal ürünler vardır [52].

Benzer gerinim limiti, karşılaştırılabilir işlenebilirlik ve çok daha yüksek akma dayanımı sayesinde kütleli metalik camlar bazı alanlarda polimerlerin yerini alabilecek niteliktedir. Ayrıca, kristal oluşmaması ve katılaşma büzülmesi olmaması da amorf malzemeleri nanometre boyutlarında mikroyapıların üretilmesi için uygun hale getirir. Bu da mikro elektro mekanik sistemler (MEMS) gibi yüksek hassasiyet gerektiren alanlarda kullanılması için uygun olduğu anlamına gelmektedir. Bunun yanında birçok kütleli metalik cam nispeten yüksek korozyon direncine sahiptir fakat teknolojik işlenmesi alaşımın kırılgan hale gelmesine neden olabilmektedir.

Literatürde verilen cam oluşumu ile ilgili kritik döküm kalınlıkları genel olarak laboratuvar koşulları altında elde edilen değerlerdir. Bu kalınlık yüksek miktarda malzemeler üretilmeye çalışıldığında düşmektedir. Bunun sebepleri oksidasyon, kompozisyondaki değişimler, düşük maliyetli malzemelerin kullanılmak istenmesi

gibi etkenlerdir [11]. Laboratuvar ortamında birkaç milimetrenin altında kritik döküm kalınlığına sahip alaşımlar teknolojik üretim süreçlerinde intermetalik kristalin benzeri fazlar oluşturmaktadırlar. Bu durum da son derece yüksek gevrekliğe neden olmaktadır. Benzer şekilde Vitreloy 1 ve Vitreloy 105 gibi yüksek cam oluşturunca alaşımlar bile soğutma esnasında faz ayrışmasına uğrayabilmekte ve bu da gevrekliğe neden olabilmektedir. Bazı durumlarda Vitreloy 1 ve Vitreloy 105'in daha düşük cam oluşturma yeteneği ama daha yüksek termal stabiliteye ve daha düşük faz ayrışması olasılığına sahip türevleri kullanılarak Tc ile Tg arasındaki fark azaltılmaya çalışılmıştır. Amorf alaşımlarda oluşan kırılmalığın sebebi anlaşılamamıştır. Dahası Vitreloy 1 aşırı soğutulmuş sıvı halde tavlandığında kırılma tokluğu 55'den 1 Mpa*m^{1/2} 'a kadar düşmektedir [53]. Gelecekte yapılabilecek uygulamalar için yeni yapısal amorf malzemeler üretebilmek adına, yapısal gelişmeler ve mekanik özellikler arasındaki etkileşim daha detaylı incelenmelidir. Kritik döküm kalınlığının yapısal mühendislik malzemesi geliştirme konusunda belirleyici faktör olmadığı açıktır. Aslında ikincil sünek fazın oluşturulmasıyla tokluk sağlanması daha önemlidir. Bu bağlamda Caltech'ten bir grup ve Dresden'den bir grup tarafından yapılan çalışmalar dikkat çekicidir [54].

Şekil 2.3'de bazı tipik kütleli metalik camların Young modülü ile çekme kırılma dayanımı $\sigma_{t,f}$ arasındaki ilişki ve Vickers sertliği H_v değerleri verilmektedir [55,56]. Bu şekil incelendiğinde çekme kırılma dayanımı ve H_v ile Young modülü arasında neredeyse lineer bir ilişki vardır ki bu da aşağıdaki gibi ifade edilebilir;

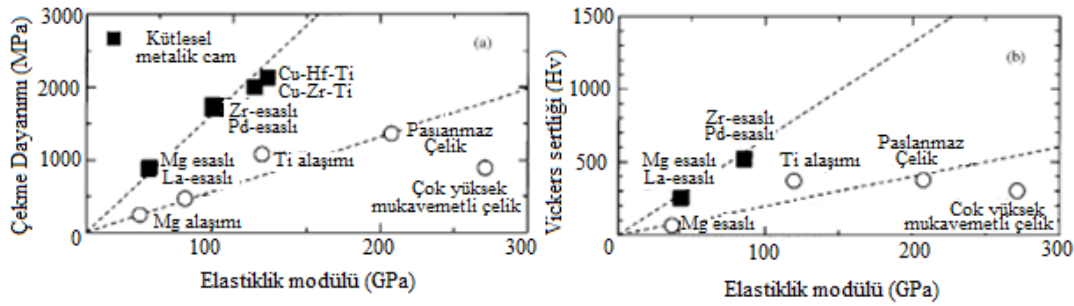
$$\sigma_{t,f} = 0,002E \quad (2.1)$$

$$H_v = 0,06E / 9,8 \quad (2.2)$$

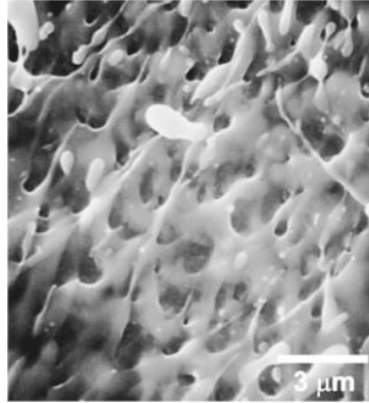
Vitreloy1 için E=90 GPa, $\sigma_{t,f}$ = 1,9 GPa [22,57], 0,002 değeri elastik şekil değıştirme limitidir. Sıradan kristalin alaşımlar için de benzeri bir durum söz konusudur fakat metalik camlar için lineer bölge daha dik eğimlidir ki bu da metalik camların elastik limitinin daha büyük olduğunu göstermektedir [58,59]. Yapı ne kadar homojen olursa bahsedilen lineer bölgeler o kadar düzgündür.

Özetlemek gerekirse kütleli metalik camların, kristalin malzemelere göre çok daha büyük çekme dayanımı ve çok daha düşük Young modülüne sahip olduğu söylenebilir. Bu değerlerdeki farklar %60'lara kadar çıkabilmektedir. Mekanik özelliklerdeki bu belirgin farkın deformasyon ve kırılma mekanizmasındaki

farklılıktan kaynaklandığı düşünülmektedir. Metalik camlardaki plastik deformasyon genellikle oldukça bölgesel, homojen olmayan kesme bantlarında akmayla gerçekleşir [4]. Şekil 2.4’de çekme deneylerinden bir kırılma fotoğrafı görülebilmektedir. Bu fotoğrafa bakarak yüksek uzama değerlerinde bölgesel ergimeler oluşarak stabil olmayan kırılma gerçekleştiğini söyleyebiliriz [60]. Düşük yüklemelerde bile damarlı bir kırılma yüzeyi oluşmaktadır ki bu da camın viskozitesinde bir düşüş olduğunu anlatmaktadır. Akmanın oldukça bölgesel olması ve mikroyapısal elemanların eksikliği (tane sınırı vs.) genelde tam hasara yol açar. Kesmenin bölgeselliği olası deformasyon yumuşamalarının ve termal yumuşamaların varlığı ile ilişkilendirilebilir [4].



Şekil 2.3 : Tipik kütleli metalik camlar ile bazı mühendislik malzemelerinin (a) çekme dayanımı($\sigma_{t,f}$) -Young modülü (E), (b) sertlik (H_v) ve Young modülü (E) karşılaştırmaları [4].

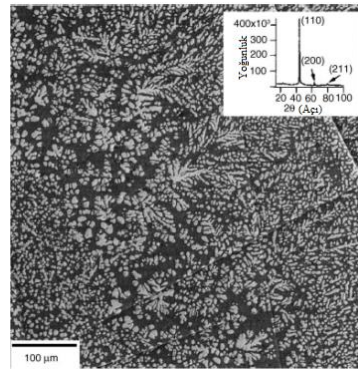


Şekil 2.4 : Çekme numunesi yüzeyi [4].

Zr bazlı metalik camlar yüksek statik mekanik dayanımın yanı sıra oldukça yüksek Charpy darbe kırılma enerjisine de sahiptir ki bu 110 -140 kJ/m² aralığında değişmektedir. Yorulma limiti de neredeyse kristalin alaşımlarla aynıdır. Çekme kırılma davranışlarına bakınca ise kristalin alaşımlara göre metalik camların iki kat dayanımlı olduğu söylenebilir, yorulmaya karşı direnme seviyesi de metalik camlar için çok daha yüksektir. Ayrıca çalışmalarda görülmüştür ki kristalin yapı ile metalik

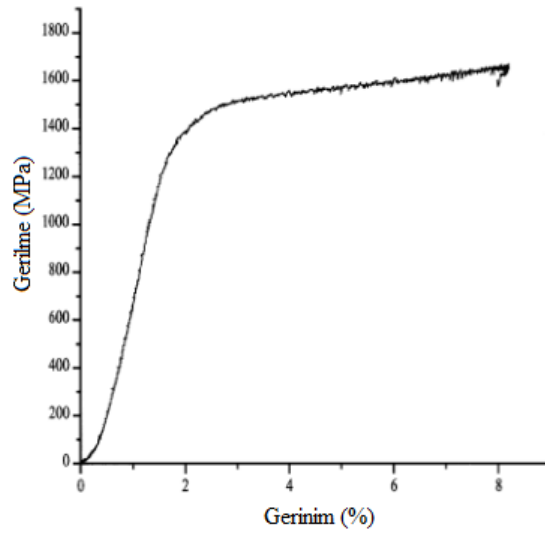
cam arasındaki farklılıklar yorulma çatlağı oluşumunda önemli bir rol oynamamaktadır. Buna rağmen aksinel olmayan yüklemelerde deformasyon ve kırılma davranışı kristalin malzemelerdekinden oldukça farklıdır [35]. Metalik camların aksine kristalin metaller gerilme altında azımsanmayacak plastik şekil değiştirmeye maruz kalır ve sonunda akmaya uğrarlar. Fakat metalik camlar genelde kırılmandır ve plastisite göstermezler [61]. Vitreloyda yapılan yorulma ve kırılma tokluğu testleri sonuçları, bu malzemenin spor malzemelerinden öte, uzun süreli, zorlu endüstriyel uygulamalar için kullanılması düşüncesine gölge düşürmektedir. Camsı metalin yüksek kırılma tokluğuna sahip olduğu doğrulanmıştır fakat ufak bir miktar kristalizasyon toklukta büyük bir düşüşe neden olabilmektedir. Bu da cam sıcaklığının üstündeki sıcaklıklardaki uygulamaların, en azından uzun süreli uygulamalar için, sınırlı olması anlamına gelmektedir. Kesme bantlarının geometrik engellenmesi genel plastisiteyi belirgin şekilde arttırabilir [22]. Plastisiteyi geliştirmek için metalik cam kompoziti oluşturmaya yönelik çalışmalar yapılmaktadır. Bazı metalik cam kompozitleri de yapıda cam fazın yanında kristalin ikincil bir faz oluşturmak suretiyle yapılabilir.

Şekil 2.5 Zr-Ti-Nb-Cu-Ni-Be kompozit mikroyapısının, (iç grafik: X-ray difraksiyon paterni) geri saçılımlı taramalı elektron mikroskobu görselini göstermektedir [62]. Birincil dendrit büyümesi ve ergimiş durumdaki çözünme durumu, Zr-Ti-Nb-Cu-Ni-Be kütleli metalik cam matris içerisinde, sünek kristalin - hacim merkezli kübik yapıda Ti-Zr-Nb β -fazı oluşmasına neden olur.



Şekil 2.5 : Kompozit mikroyapısının taramalı elektron mikroskop fotoğrafı [4].

Şekil 2.6 silindirik kompozit numune için basma $\sigma - \epsilon$ eğrisini göstermektedir. %8 üzerindeki toplam uzama hasara neden olmaktadır. Bu da göstermektedir ki sünek metal ile desteklenmiş metalik cam kompozitte; hasara kadar plastik şekil değiştirme, darbe dayanımı ve tokluk belirgin şekilde artmıştır [63].



Şekil 2.6 : Silindirik kompozit numunede basma deneyinden elde edilen -- gerilme-gerinim eğrisi [63].

2.3 Akustik ve Elastik Özellikleri

Metalik camların akustik, elastik ve termal özellikleri üzerine yapılan çalışmalar yapısal ve titreşimsel karakteristik hakkında önemli bilgi sağlamaktadır [63-65]. Bir katının hal eşitliği (basınç-hacim bağlantısı) yoğun madde fiziğinde önemli bir yer tutmaktadır çünkü hal eşitliğinin bilinmesi yoğun maddelerin uygulamaları ve davranışlarının genel olarak anlaşılabilmesi için oldukça önemlidir [65]. Hal eşitliğinin metalik camlar için elde edilmesi daha da zordur çünkü kütsel numune oluşturmak zordur [4].

Metalik camların yapısal ve fiziksel özelliklerinin basınç ve sıcaklığa bağımlılığı ultrasonik metotla belirlenebilir. Buna ek olarak ultrasonik metot, temel elastik ve termal davranışları test etmenin yanında mikroyapısal özellikleri araştırmak için de güçlü bir araçtır. Akustik özellikler mikroyapıya belirli ölçüde hassas olduğu için cam geçişinde yapılan, sıcaklığa bağlı akustik hız ölçümleri, mikroyapısal karakteristiği ve dönüşümlerle ilgili de elastik ve termal özellikleri hakkında olduğu gibi bilgi vermektedir. Bu yöntem metalik camların cam geçiş özelliğinin, camsı ve aşırı soğutulmuş sıvı halindeki doğasını anlamak için oldukça güçlü bir yöntemdir. Kütsel metalik camlar üzerinde yapılan sistematik ultrasonik incelemelerle metalik camların ve oksit camların, cam geçişinin doğası incelenmiştir [66-80]. Metalik camların akustik özellikleri ölçülerek diğer camlarla karşılaştırılmıştır. Çizelge 2.2’te bu akustik veriler ve elastik katsayılar hem tipik metalik camlar hem de oksit camları için verilmektedir [81].

Çizelge 2.2 : Tipik kütleli metalik camlar ve oksit camlar için elastik katsayılar ve akustik veriler [81].

Numune	ρ (g/cm ³)	v_1 (km/s)	v_s (km/s)	E (GPa)	G (GPa)	K (GPa)	σ	θ_D (K)	v_1/v_s	K/G
Zr ₄₁ Ti ₁₄ Cu _{12,5} Ni ₁₀ Be _{22,5}	6,125	5,174	2,472	101	37,4	114,1	0,35	327	2,09	3,06
Zr _{46,75} Ti _{8,25} Cu _{7,5} Ni ₁₀ Be _{27,5}	6,014	5,182	2,487	100,5	37,2	111,9	0,350	327	2,08	3,01
Zr _{45,4} Ti _{9,6} Cu _{10,15} Ni _{8,6} Be _{26,25}	6,048	5,171	2,485	100,9	37,3	111,9	0,350	327	2,08	3,00
Zr ₄₈ Nb ₈ Cu ₁₂ Fe ₈ Be ₂₄	6,436	4,994	2,338	95,7	35,2	113,6	0,359	306	2,13	3,22
Cu ₆₀ Zr ₂₀ Hf ₁₀ Ti ₁₀	8,135	4,620	2,108	101,1	36,9	128,2	0,368	282	2,02	3,47
Pr ₆₀ Cu ₂₀ Ni ₁₀ Al ₁₀	6,900	3,030	1,406	37,2	13,6	45,2	0,363	160	2,16	3,31
Pd ₃₉ Ni ₁₀ Cu ₃₀ P ₂₁	9,152	4,74	1,96	98,2	35,1	159,1	0,40	280	2,42	4,52
Yüzdürme cam	2,518	5,85	3,47	74,5	30,3	45,7	0,23	320	1,69	1,5
Ti-cam	2,196	5,745	3,615	67,3	28,7	34,2	0,17	330	1,59	1,2
Pencere camı	2,421	5,593	3,385	67,2	27,7	38,7	0,211	-	1,65	1,40
Kuvars camı	2,201	5,96	3,75	72,7	31,0	36,9	0,17	496	1,59	1,16
Mikrokristal cam	2,556	6,490	3,666	87,0	34,4	61,9	0,266	-	1,77	1,80
Borasilikat camı	2,32	5,64	3,28	61,90	24,9	40,52	0,24	-	1,72	1,6
Karbon camı	1,56	3,88	2,407	21,4	9,01	11,4	0,187	338	1,61	1,26

Bir takım kütleli cam için σ değerleri 0,3 ile 0,4 arasında değişmektedir ki bu değerler kristalin metallerinkine oldukça yakındır [82]. Örneğin bakır için 0,37 olan bu değer kristalin bir bakır alaşımı olan Monel için 0,33'dür. Diğer yandan bu değerler geleneksel metalik camlar için daha yüksektir (~0,40) [83], tipik oksit camlar için ise bu değerler 0,15 ile 0,25 arasında değişmektedir. Oksit camlar gevrekçektir çünkü atomlar ya da moleküller kesme şekil değiştirmelerine karşı bağ

konfigürasyonlarını zorlukla değiştirirler. Buna ters şekilde yüksek σ değerlerine sahip metalik camlardaha yüksek plastik deformasyon değerlerine sahiptir ki bu da bu amorf malzemeler için atomik yeniden düzenlenmelerin daha kolay olduğu anlamına gelmektedir. Cam oluşturma yeteneği ayrıca bir cam oluşturabilir sistemin σ değeriyle de bağlantılıdır. Geleneksel metalik camlar düşük cam oluşturma yeteneğine sahiptir (kritik soğuma hızı, R_c , ki bu bir alaşımın cam oluşturabilme yeteneğini temsil etmektedir, $10^4 - 10^7$ arasındadır.). Kütlesel metalik camların cam oluşturma kabiliyetleri ise (R_c 1-100 K/s arasında değişmektedir. Vitreloy 1 için bu değer 1 K/s'den bile düşüktür) geleneksel metalik camlara göre çok daha iyidir ve R_c değeri 1 K/s'den az olan oksit camlara yaklaşmaktadır [22]. Daha küçük bir σ değeri cam oluşturu bir sistemde yüksek cam oluşturma kabiliyeti anlamına gelmektedir [4].

2.4 Manyetik Özellikleri

Manyetik camların uygulamaları temel olarak gelişmiş yumuşak manyetik özelliklerine dayanmaktadır. Ürün koruma/güvenlik sistemleri amorf metallerin önemli bir uygulama alanı olmuştur. Aynı nedenle yüksek frekans dönüştürücüleri için çekirdekler de camsı kompozit malzemelerden üretilmektedir. İnce tabakalar ilk olarak eriyik savurma ve ardarda tavlama ile üretilmiştir ki bu da nanokristalin oluşumuna neden olmuştur. Bu nanokompozitler yumuşak manyetik özelliklerini korumaktadırlar fakat pür amorf malzemeye göre daha yüksek manyetik doyma ve daha düşük mıknatıssal büzülmeye sahiptir [11]. Buna verilebilecek en ünlü örnek FINEMET ticari adıyla anılmaktadır. Bu alaşım demirce zengin Fe-Si-B alaşımına az miktarda Cu ve Nb eklenmesiyle elde edilmektedir. Yüksek frekans uygulamalarında ince tabakaların kullanılması avantajlıdır çünkü eddy akımları bu sayede düşürülebilmektedir. Varolan tabakalar yaklaşık 30 μm kalınlıktadır. Bu tarz uygulamalar için ise optimum kalınlık 100 μm civarındadır [84].

1988 yılından önce ince taneli sistemlerin (süperparamanyetik limitin üstünde parçacık boyutuna sahip) genellikle sert mıknatıslı özellik gösterirler. Parçacık boyutunun düşürülmesi artık mıknatıslanım özelliğini arttırmanın iyi bilinen bir yoludur ki bunu malzemenin tek bölgeyi parçacıklarını alt bölgelere bölerek yapmaktadır. Bu durumda manyetiklenme sadece bölgecik dönmesiyle (bölgecik duvarı hareketiyle değil) artık mıknatıslanım özelliği belirgin şekilde artmaktadır.

FINEMET malzemesi için yumuşak manyetik özelliklerin olmasıysa şaşırtıcıdır [84]. Herzer ise nanokristal parçalarının Fe bazlı nanokompozitlerde olduğu gibi bölgecik duvarının genişliğinden daha küçük olduğuna dikkat çekmiştir. Komşu taneler bu özellikleri sayesinde onların gelişigüzel anizotropilerini daha fazla taklit edemezler [85]. Bu aşamada etkin anizotropi, manyetik olarak ilişkilendirilmiş tanelerin anizotropisine düşürülür ki bu da artık mıknatıslanım özelliğini belirgin şekilde düşürürken tane boyutunu da düşürmektedir. Bu yazarlar ayrıca komşu taneler arası manyetik ilişkilendirme uzunluğunu manyetik düşük açılı nötron saçılımı ile mikroskopik ölçekte ölçmüşlerdir ve Herzer'in yaklaşımını doğrulamakla kalmamış aynı zamanda bu yaklaşımı genişletmişlerdir [11].

Manyetik nanokompozitlerin ince şeritleri ve pür cam malzemeden oluşmuş şeritler transformatör çekirdeği olarak manyetik sensorlerde kullanılmaktadır. Bazı manyetik kütsel metalik camlar yakın zamanda keşfedilmiş olsa da bu malzemelerin hiçbirisi şimdiye kadar umut verici uygulamalara sahip değildir. Manyetik kütsel camların üretilmesindeki zorluklar Fe, Co, Ni ve Gd gibi ferromanyetik elementlerden kaynaklanmaktadır. Bu malzemeler oksidasyona yatkındır ki bu da heterojen çekirdeklenmeye yol açmaktadır. Gerçekten de referans [43]'de Fe-Ni-P-PB (Metglass) alaşımlarında çekirdeklenme hızının dört kuvvete kadar azaltılabildiğinin heterojen çekirdeklenmenin flakslama teknikleriyle minimize edilmesiyle mümkün olduğu rapor edilmiştir [11].

Bazı direkt kanıtlar göstermektedir ki metalik camlar eriyikten çekilmiş ipler şeklinde üretildiklerinde belirgin bir cam geçişi göstermezler ve yumuşak manyetik özelliklere sahiptirler, bunun yanında aynı kompozisyonda üretilen kütsel metalik camlar sert manyetik özelliklere sahiptirler ve cam geçişi gösterirler [86]. Nd(Pr)-bazlı kütsel metalik camların sert manyetik özelliklerinden sorumlu mekanizmalar ve mikroyapıyla manyetik özellikler arasındaki ilişki hala tam olarak bilinmemektedir.

1995'den beri Fe ve Co bazlı kütsel metalik camlar üzerinde yapılan oda sıcaklığında ferromagnetizasyon elde etme çalışmaları genelde bakır kalıba döküm ya da su verme ile başarılmıştır [35,87,88]. Çok bileşenli Fe ve Co bazlı kütsel metalik camların oluşumu ve özellikleri endüstriyel alandaki potansiyeli nedeniyle ilgi çekmektedir. Fe ve Co bazlı kütsel metalik cam alaşımlarının ana tipleri şunlardır; [87]

Fe-(Al, Ga)-(P, C, B, Si, Ge); Fe-GM (GM =IV-VIII grup geiş elementleri)-B; Fe(Co)-(Al, Ga)-(P, C, Si, B); Fe-(Co, Ni)-M-B ($M\frac{1}{4}$ Zr, Hf, Nb, Ta, Mo, W); Fe-Co-Ln-B; Fe-(Nb, Cr, Mo, Ni)-(P, C, B); Co-Fe-(Zr, Hf, Nb)-B yumuřak manyetik kütlesel metalik camlardır. Metaloid ve geiş elementlerinin eklenmesi (Si, G, Nb, Mo, Cr, Co) doygunluk mıknatıslılığını iyileřtirir, artık mıknatıslanım giderici kuvvetini düşürür ve $Fe_{77}Ga_3P_{12-x}C_4B_4Si_x$ ve $Fe_{78}Ga_2P_{12-x}C_4B_4Si_x$ kütlesel metalik camlarının cam oluřturma kabiliyetini arttırır [89].

Fe ve Co bazlı metalik cam řeritlerle karřılařtırıldığında kütlesel metalik camların řu avantajları vardır;

1. Yüksek elektriksel diren (oda sıcaklığında 200-250 $\mu\Omega$ cm)
2. Düşük artık mıknatıslanım giderici kuvvet (2-4 A/m)
3. Daha yüksek bařlangı mıknatıs geirgenliğı
4. Döküm ve soğuma prosesi kontrol edilerek bölge duvarı yapısının kontrol edilebilir yeniden düzenlenmesi
5. İyi yüksek frekans geirgenliğı
6. Ařırı soğutulmuř sıvı bölgesinde iyi mikro řekillendirilebilme özelliğı

Bunun yanında negatif özellikleri de söz konusudur ki onlar da řu řekilde sıralanabilir;

1. Daha yüksek cam oluřturma kabiliyeti elde edebilmek için gerekli alařım elementlerinin maliyetleri
2. Büyük orandaki çözünen madde nedeniyle düşük doygun manyetik akı yoğunluğı (gü transformatörü kullanımı için önemli bir engeldir)

2.5 Kütlesel Metalik Camların Ekstrem Kořullardaki Diğeri Özellikleri

Kütlesel metalik camların geniř řekilde arařtırılmamıř özellikleri vardır ki bunlardan önemli bir tanesi de mükemmel korozyon direncidir. Ařırı koroziif ortamlarda bile kütlesel metalik camların pasif kaldığı gözlenmiřtir. P içeren kütlesel metalik camlar en yüksek korozyon direncine sahip metalik camlardır. Fe bazlı olanları ise pratik olarak korozyona direnli malzeme olarak kullanılmak için yeterli korozyon direncine sahiptir [88].

Kütlesel metalik camların düşük sıcaklık, yüksek basınç, yerçekimsiz ortam gibi ekstrem koşullardaki davranışları da diğer ilgi çeken konulardır. Ancak bu konularda şimdiye kadar çok fazla çalışma yapılmamıştır. Daha fazla kütlesel metalik cam sistemi geliştirildikçe, bu malzemelerin yeni fonksiyonel özellikleri de ortaya çıkacak ve metalik camlar özel ticari uygulamalar için tercih edilecektir.

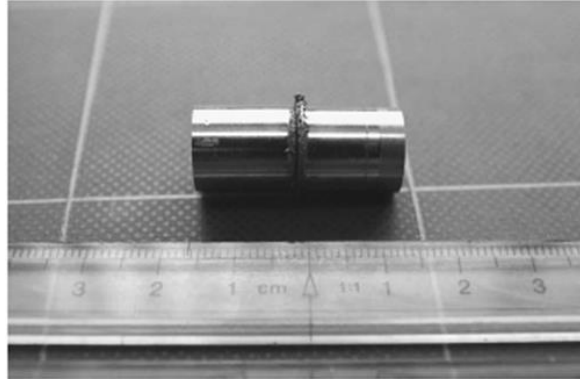
2.6 Şekillendirme ve Birleştirme

Özellikleri ve alaşım kompozisyonlarıyla ilgili birçok çalışma bulunmasına rağmen kütlesel metalik camların endüstriyel işlenmesi hakkında çok az yayın vardır. Birçok ticari olarak bulunabilir kütlesel metalik cam istenen boyutlarda üretilebilmesi amacıyla vakum altında kalıba dökümle üretilmektedir. Geleneksel kristalin malzemelerin dökümünde olduğu gibi metalin akmasını kolaylaştırmak için kalıbın ısıtılması gibi yöntemlere başvurulamaz çünkü amorf yapıyı elde edebilmek için hızlı soğumaya ihtiyaç vardır. Bu nedenle karışık ve çok ince parçaların dökümü de büyük parçaların dökümü gibi zordur. Bununla beraber kişisel elektronik uygulamalar için kasalar gibi parçaların üretimi uygundur.

Döküme ek olarak, aşırı soğutulmuş sıvı bölgesinde kütlesel metalik camların şekillendirilmesi de oldukça yapılabilir bir prosestir [4]. Kawamura ve ekibi Zr bazlı kütlesel metalik camların viskoz akış davranışları üzerine geniş incelemeler yapmıştır [91-94]. Zr bazlı kütlesel metalik camlardan elde edilen numunelerle, uygun şartlar altında, $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ şekil değiştirme hızında ve 673 K'de yapılan deneylerde, %300'e kadar çıkan maksimum uzamalara ulaşılmıştır. Hatta 5mm çaplı silindirik numune için 10^6 uzama rapor edilmiştir [28]. Bu büyük şekillendirilebilirlik değerleriyle sadece ufak makine parçaları değil aynı zamanda mikro ölçekli parçalar da mikro şekillendirmeye üretilmektedir [94]. Aşırı soğutulmuş sıvı haldeki alaşımlar Newtonyan davranış gösterirler ve ekstrüzyon yardımıyla 100µm boyutlarındaki kalıpları bile doldurabilirler.

Kütlesel metalik camların özellikleri birçok uygulama için oldukça çekici olmakla beraber elde edilebilen boyutlar sınırlı olduğu için hala geniş kullanım alanı bulamamaktadırlar. Bunun yanında kütlesel metalik camlardan yapılan parçaların makine yapısına ya da başka ürünlere integre edilebilmesi için kütlesel metalik camların kendileriyle ya da kristalin metallerle birleştirilebilmesi gerekmektedir. Bu konudaki ana katkı Kawamura tarafından [95-99] yapılmıştır. Kawamura birtakım

kaynak proseslerini kütlesel metalik camlara uygulayabilmiştir. Bunlar; sürtünme kaynağı, spark kaynağı, elektron ışık kaynağıdır. Kütlesel metalik camların kaynağıyla ilgili ana problem birleştirme işleminden sonra da camsı fazın korunup korunmadığıdır çünkü bu işlemler genelde ısı uygulamak suretiyle yapılmaktadır. Kawamura ve onunla beraber Wong ve Shek tarafından yapılan çalışmalar göstermiştir ki proses parametrelerinin düzgün kontrolü sonucunda birleşim noktaları amorf kalabilmektedir ve dayanım da metalik cam dayanımıyla karşılaştırılabilir değerlerde kalmaktadır. Wong ve Shek tarafından elde edilen numune Şekil 2.7’de görülebilmektedir.



Şekil 2.7 : Sürtünme kaynağı yapılmış kütlesel metalik cam numunesi [4].

3. METALİK CAMLARIN ÜRETİMİ

Metalik camların üretimi ve sentezlenmesinden bahsederken kullanılabilecek birçok yöntem söz konusu olmaktadır. Kütlesel halde üretim endüstriyel ölçekli uygulamalar için bir gerekliliktir ve bu nedenle yapılan çalışmalar sayesinde ‘kütlesel metalik cam’ denen malzemeler keşfedilmiştir. Metalik cam üretimi ise hızlı soğutma prosesi sayesinde mümkün olmuştur. Bu nedenle metalik cam üretiminde önemli bir yer tutan hızlı soğutma prosesi ile ilgili bilgi edinmek yerinde olacaktır. Günümüzde ise düşük katılaşma hızları problem değildir fakat cidar kalınlığı ve uygun alaşım sistemi kompozisyonu düzgün bir şekilde belirlenmelidir. Chen, ilk kütlesel metalik camı 1-3mm çapında ve birkaç cm kalınlıklarında Pd ve Pt bazlı alaşımları su verme ile soğutarak üretmiştir [12].

3.1 Hızlı Soğutma Prosesinin Temelleri

Metalik camlar ilk olarak %25 Si - %75 Au alaşımıyla Pol Duwez ve ekibi tarafından 1960 senesinde üretilirken kullandıkları yöntem hızlı soğutma olmuştur [5]. Tabanca tekniği adı verilen bir teknikle metalik ergiyikleri 10^6 K/s hızlarla soğutarak katılaştıran bu teknikte ufak miktardaki ergiyik metal şok dalgası kullanılarak ısı ileten bir katman üzerine püskürtülmekte ve kalınlığı yaklaşık 20-50 μ m civarında olan ince tabakalar halinde katılaştırılmaktadır. Burada bahsedilen ısı ileten katman da bakır bir parçadır ve soğutma bu katmanla sağlanmaktadır. Sonuçta ergiyik metal çok hızlı bir şekilde katılaşmaktadır. Bu noktada gerekli çok yüksek kritik soğuma hızlarını elde edebilmek için gerekli temel parametreler aşağıdaki gibidir;

- Ergiyiği ince bir tabaka halinde (film ya da şerit) tabakaya aktarabilmek
- Sıvı haldeki metalden iyi ısı iletkenliğe sahip katmana, ısının çok hızlı şekilde aktarılmasını sağlayacak yakın bir termal temas sağlanabilmesi

Genelde ulaşılan soğutma hızı R, elde edilen katılaşmış metalin kalınlığının karesiyle ters orantılıdır. Yani x kalınlığındaki bir katı elde edilmesi için;

$$R = \frac{A}{x^2} \quad (3.1)$$

Burada x katının cidar kalınlığıyken A malzeme özelliklerinin ve ilk sıcaklığın bir fonksiyonu olan bir sabittir fakat x 'e de bağımlıdır [3].

A değeri ideal soğutma durumunda (yani ısı transferi katsayısının sonsuz olduğu durumda) $8,1 \times 10^{-3} \text{ m}^2\text{K/s}$ değerlerinde, ideal olmayan durumlar için ise daha düşük değerlerde olmaktadır.

Ergiyik savurma ve kütleli metalik cam elde etmek için kullanılan yöntemler arasındaki önemli farklardan biri gereken soğuma hızıdır. Kütleli metalik cam üretmek için gerekli kritik soğutma hızı $\leq 102 \text{ K s}^{-1}$ olduğundan, gerekli soğuma hızlarına ulaşmak için kullanılan teknikler de farklı olmaktadır.

3.2 Flaks Ergitme Tekniği

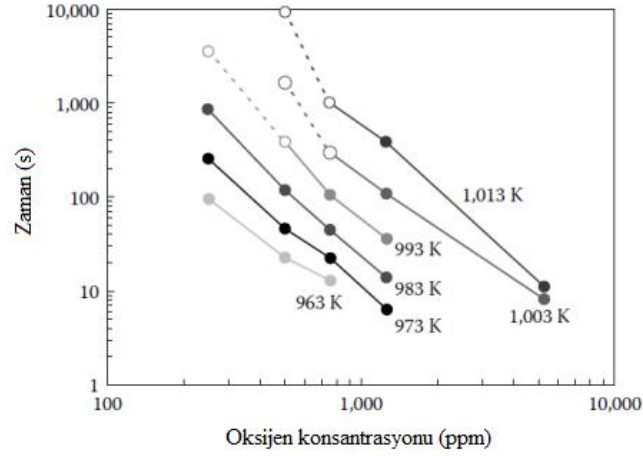
Drehman tarafından yapılan çalışma açıkça göstermiştir ki heterojen çekirdeklenme bölgelerinin uzaklaştırılması kristalin faz çekirdeklenmesini baskılamak için oldukça önemli bir etki yapmaktadır [100]. Alaşım içerisindeki safsızlıkları uzaklaştırmanın bir diğer yolu da ergimiş metalin ısıtılıp soğutulması esnasında ergimiş oksit flaks içerisinde tutulmasıdır. Yerçekimi segregasyonu sonrasında alaşımda bulunan safsızlıklar ergimiş oksit flaks içerisinde çözünürler. Eğer safsızlıkları alan flaks, T_g sıcaklık aralığında, henüz sıvı haldeyken alaşımdan uzaklaştırılabilirse alaşımın saflığı artmış olur, bu da daha düşük soğuma hızlarında da camlaşmanın sağlanabileceği anlamına gelmektedir. Bu da aynı koşullar altında daha büyük cidar kalınlıkları elde edilebilmesine imkan vermektedir.

Camsı çubukların çapları gün geçtikçe artmıştır. Bu başlarda alaşımın bileşenleri değiştirilerek yapılan deneylerle sağlanırken günümüzde ise atom çapları, kimyasal etkileşimler, faz diyagramları gibi bilgiler incelenerek alaşım dizaynı yapılması ile sağlanmaktadır. 1997 senesinde üretilen 72 mm çapındaki tamamen camsı $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ alaşımından çubuk şimdiye kadar elde edilen en büyük çaplı çubuktur.

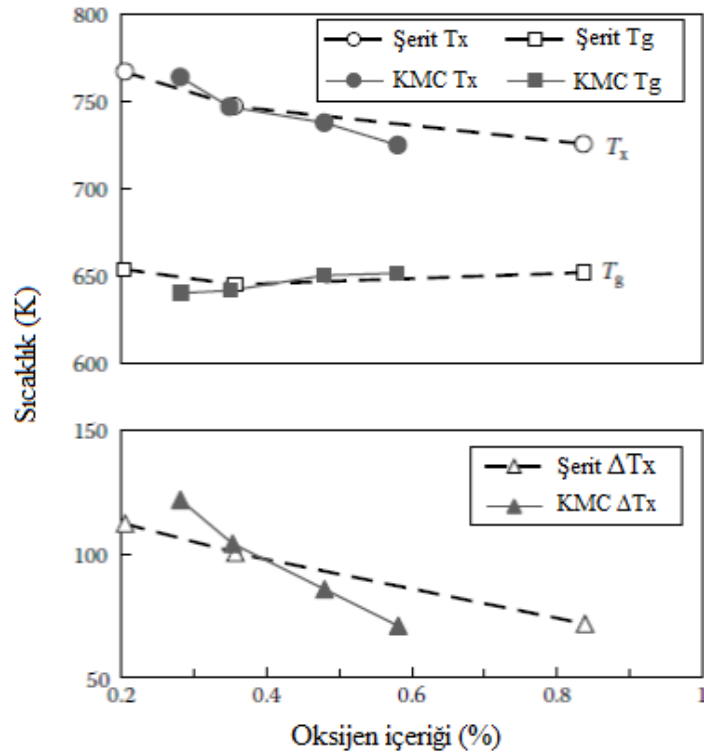
3.3 Kirliliğin Etkisi

Lin tarafından $\text{Zr}_{52.5}\text{Ti}_5\text{Cu}_{17.9}\text{Ni}_{14.6}\text{Al}_{10}$ (kritik soğuma hızı 10 K/s) camsı alaşımı üzerinde yapılan çalışmalar göstermiştir ki oksijen seviyesi kristalizasyon kinetikleri üzerinde çok büyük etki yapmaktadır [101]. 250 ppm ile 5250 ppm oksijen içeren

alaşımlar incelendiğinde oksijen içeriğinin artmasıyla kristalizasyonu engelleyen stabilitenin düşmekte olduğu ve kristalizasyonun oluşum süresinin de üstel biçimde bir değişim gösterdiği görülmüştür. Şekil 3.1 kristalizasyon oluşum süresinin farklı sıcaklıklardaki değişimini oksijen içeriğinin bir fonksiyonu olarak gösterirken Şekil 3.2 Zr bazlı camsı alaşımda T_g , T_x ve oksijen içeriğinin birbiriyle olan ilişkisini göstermektedir.



Şekil 3.1 : $Zr_{52,5}Ti_5Cu_{17,9}Ni_{14,6}Al_{10}$ kütlesel metalik cam alaşımının oksijen konsantrasyonuna göre farklı sıcaklıklarda zamanın fonksiyonu olarak kristalizasyon süreci [101].



Şekil 3.2 : Zr-esaslı camsı alaşımda; T_g , T_x ve oksijen içeriğinin birbiriyle olan ilişkisi [3].

3.4 Su Verme Tekniđi

Bu yöntem yüzyıllardır yumuřak haldeki östeniti martenzit faza dönüřtürmek için kullanılan su verme methodudur. Çeliđi sertleřtirmek için katı halde olan çelik ısıtılarak östenit hale getirilir, bu sıcaklıkta biraz tutulduktan sonra sıcak haldeki parça hızlıca sođutma sıvısına (ki bunun için genellikle su kullanılır) sokularak hızla sođutulur ve bu sayede martenzit oluřturması sađlanır. Burada ısı hızla parçadan sıvıya aktarılırken difüzyon engellenerek yapı martenzite dönüşmektedir. Isının uzaklařtırılma hızı önemli bir parametredir, bunu etkileyen özellikler ise řu řekilde sıralanabilir;

- Sıvının ısı iletim katsayısı
- Parçanın boyutu ve yüzey alanı
- Parçanın ısı iletim katsayısı

Bu yöntemle elde edilen sođuma hızları tipik olarak 10–100 K/s arasında deđiřmektedir. Elde edilen 1-3 mm çap aralıđına çıkabilmiř ilk camsı alařım $((Pd_{1-x}M_x)_{0.835}Si_{0.165}, (Pd_{1-x}TM_x)_{1-x}P_{xP}$ ve $(Pt_{1-x}Ni_x)_{1-x}P_{xP}$ ($0.20 \leq xP \leq 0.25$, $M = Cu, Ag, Au, Fe, Co$ ya da Ni ve $TM = Fe, Co$ ya da Ni)) su verme ile üretilebilmiřtir [19].

Su verme yönteminin ayırt edici avantajlarından biri nispeten yavař sođuma hızlarıyla beraber elde edilen parçanın nispeten düşük kalıntı gerilme içermesidir. Çizelge 3.1 camsı halden su verme ile üretilmiř bazı alařımları listelemektedir. Su verme tekniđi gayet basittir, geleneksel yöntemlerle –örneğin ark ocađında ya da indüksiyonla ertitmeyle- alařımlar hazırlanır, hazırlanan bu alařımlar daha sonra kuvars bir tüp içine konarak flakslama işlemleri yapılır (B_2O_3 gibi bir oksit eklenerek cam oluřturma kabiliyeti artırılır) ve gerekliyse likidüs sıcaklıđının da üstüne çıkılarak alařım tamamen ertitilir. Ergimiř metalin içinde bulunduđu kuvars tüp suya batırılır hatta bazı durumlarda suda hareket ettirilerek sođuma hızlandırılır. Kuvars tüpün çapı deđiřtirilerek elde edilebilecek maksimum çapı bulmaya yönelik çalışmalar yapılabilir. Bahsedilen kuvars tüpün cidar kalınlıđı tipik olarak 1 mm civarındadır. Bu yöntemle elde edilen sođuma hızı yaklaşık 10^2 K/s civarındadır ve bu yöntem sadece yüksek cam oluřturma kapasitesine sahip alařımlarda kullanılabilmektedir çünkü elde edilen düşük sođuma hızlarında ancak bu gibi alařımlar camlařabilmektedir [3].

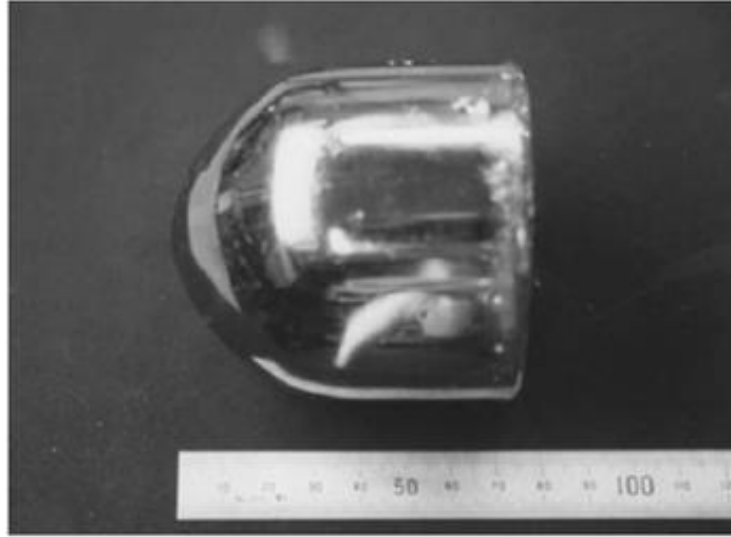
Çizelge 3.1 : Su verme yöntemiyle üretilmiş metalik cam numunelerin çap, kritik soğuma hızı ve üretim yılları [3].

Alaşım sistemi	Numune çapı	Kritik soğuma hızı (Ks^{-1})	Üretim yılı
$(Pd_{1-x}M_x)_{0,835}Si_{0,165}$	1-3	$<10^3$	1974
$(Pd_{1-x}T_x)_{1-xp}P_{xp}$	1-3	$<10^3$	1974
$(Pd_{1-x}Ni_x)_{1-xp}P_{xp}$	1-3	$<10^3$	1974
$Pd_{40}Ni_{40}P_{20}$	5-6	~ 1	1982
$Pd_{40}Ni_{40}P_{20}$ (Flakslama yapılmış)	10	-	1984
$Zr_{65}Al_{7,5}Ni_{10}Be_{22,5}$	<16	1,5	1993
$Zr_{41,2}Ti_{13,8}Cu_{12,5}Ni_{10}Be_{22,5}$	14	<10	1993
$Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$	40	1,57	1996
$Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ (Flakslama yapılmış)	50-72	0,1	1997
$Pd_{40}Ni_{40}P_{20}$	7	100	1999
$Pd_{40}Ni_{32,5}Fe_{7,5}P_{20}$	7	100	1999
$Pd_{40}Ni_{20}Fe_{20}P_{20}$	7	100	1999
$Mg_{65}Y_{10}Cu_{15}Ag_5Pd_5$	12	-	2001
$Y_{56}Al_{24}Co_{20}$	1,5	-	2003
$Y_{36}Sc_{20}Al_{24}Co_{20}$	25	-	2003
$Pt_{60}Cu_{20}P_{20}$	<4	-	2004
$Pt_{60}Cu_{16}Co_2P_{22}$ (flakslama yapılmış)	16	-	2004
$Pt_{57,5}Cu_{14,7}Ni_{5,3}P_{22,5}$ (flakslama yapılmış)	16	-	2004
$Pt_{42,5}Cu_{27}Ni_{9,5}P_{21}$ (flakslama yapılmış)	20	-	2004

Her ne kadar kuvars tüp malzemesi olarak en yaygın kullanımda olan malzeme olsa da Amiya ve Inoue kuvars kullanarak Mg bazlı alaşımlar üzerinde yaptıkları çalışmalarda 4mm üzerinde bir çap elde edemedikten sonra farklı malzemelerde

tüpler kullanmayı denemiş ve bu yöntemle 12 mm çapında camsı çubuklar elde etmişlerdir [102].

Şekil 3.3 72 mm çapındaki $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ alaşımından su vermeyle üretilmiş olan silindirin fotoğrafıdır. Silindir iyi parlaklığa ve oldukça düzgün bir yüzeye sahiptir ki bunlar da camsı metalik alaşımların belirgin özelliklerindendir.

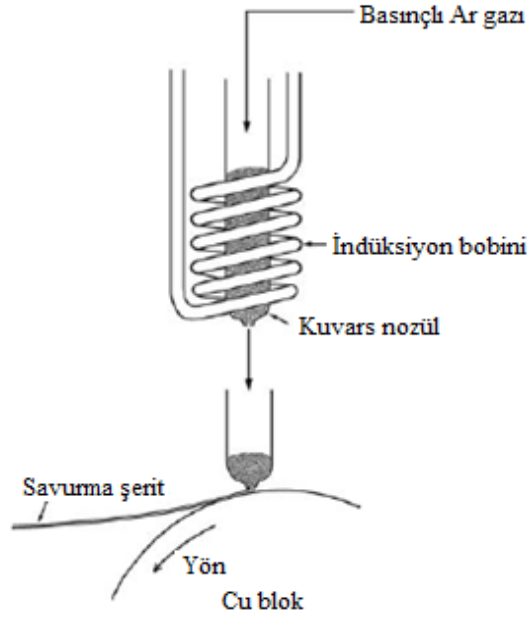


Şekil 3.3 : $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ alaşımında, su verme tekniğiyle üretilmiş 72 mm çapındaki silindir numune [3].

3.5 Ergiyik Savurma

Ergiyik savurma yöntemi uzun ve sürekli, hızlı soğutulmuş şerit, tel ve filaman üretimi için en geniş şekilde kullanılan metot olmuştur. Bu yöntem hakkında geniş bilgi edinmek için [103-105] numaralı referanslar incelenebilir.

Ergiyik savurma yöntemi adını ergimiş metalin ekstrüze edilerek ince lifler halinde üretilmesinin sentetik tekstil ipliklerinin üretimine benzemesinden almaktadır. Bu proseste ergimiş metal bir ağızdan püskürtülerek ya havada ya da püskürtülmüş olduğu tabakada soğur. Eğer ergiyik havada katılaşıyorsa buna Serbest Uçuş Ergiyik Savurma, eğer çil üzerinde (soğutma tabakasında) katılaştırılıyorsa Çil Blok Ergiyik Savurma adını almaktadır. Bu iki yöntemden çil blok ergiyik savurma çok daha yaygın kullanılmaktadır. Bu yöntem ilk olarak Strange ve Pim tarafından patentlenmiş sonrasında ise Pond tarafından geliştirilmiştir [106,107]. Bu proseste ergiyik metal jeti, soğuk, dönen bir ısı havuzuna yöneltilmektedir ve katılma bu bölgede olur. Katılma başladığı anda şerit hızla dönmekte olan ısı havuzunun yüzeyinden ayrılır. Şekil 3.4 bahsedilen bu sistemi şematik olarak göstermektedir.



Şekil 3.4 : Ergiyik savurma yönteminin şematik gösterimi [3].

Bu yöntemde kullanılan nozüller genelde daireseldir ve çapları genellikle 50 ile 1250 μm arasında değişmektedir ve uygun refrakter malzemelerden yapılmaktadır. Kullanılan nozül malzemelerinden bazıları alümina, grafit, SiC, safir ve pyrex camdır. Püskürtme basınçları genelde 5–70 kPa arasında değişmektedir. Yüksek basınçlarda yapılan işlemlerde daha iyi bir termal temas elde edilebilmektedir. Nozül çapı küçüldükçe işlem için gerekli basınçlar artmaktadır.

Ergiyik savurma tekerlekleri (soğutma tabakası) birçok malzemenin yapılabilir. Bunlara örnek olarak bakır, paslanmaz çelik, krom, molibden verilebilir ama en geniş kullanımı olan bakırdır. Tekerleğin birincil amacı ısıyı şeritten mümkün olduğunca çabuk uzaklaştırmaktır. Tekerleğin soğutulması da özellikle uzun süren çalışma periyotlarında önemlidir. Ergiyikle temas eden tekerlek yüzeyi parlatılmıştır çünkü elde edilen şeritlerin yüzeyi neredeyse bu yüzeyin parlaklığıyla aynı olmaktadır. Tekerler hızı da şeritin kalınlığını belirlemek için önemli parametrelerden biridir, tekerlek ne kadar hızlı dönerse şerit o kadar ince olmaktadır.

Ergiyik savurma işlemi vakum ortamında ya da inert atmosferde yapılmaktadır. Elde edilen soğutma hızlarıysa tipik olarak 10^5 – 10^6 K s^{-1} civarındadır. Elde edilen tipik şerit boyutları da 2–5 mm genişliğinde ve 20–50 μm kalınlığındadır.

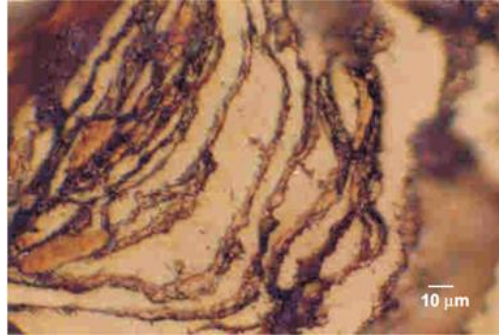
Bahsedilen yüksek soğutma hızları nedeniyle bu yöntemle bir çok alaşım camı şeklinde üretilmektedir. Prosesin eksisi ise cidar kalınlığının sınırlı olmasıdır.

Şeritlerin genişliği değişik püskürtmelerle arttırılabilse de cidar kalınlığıyla ilgili bir artış sağlanamamaktadır [3].

3.6 Kütlesel Metalik Cam Üretim Yöntemleri

3.6.1 Mekanik alaşımlama

Mekanik alaşımlama Murty ve Ranganathan tarafından 1998’de rapor edilmiştir. Bu yöntemde düzensiz yapıyı elde edebilmek amacıyla ergitme uygulanmaz. Bu proseste birçok parametre söz konusudur; öğütme enerjisi, öğütme hızı, top/toz oranı, öğütme atmosferi bunlardan bazılarıdır. Zr–Cu–Ni–Al ve Zr–Cu–Ni–Al–Ti alaşımları mekanik öğütme yöntemi kullanılarak amorf yapı elde edilmiştir [Madge, 1999]. Öğütme sırasında mikroyapısal değişim gözlenmiştir, Şekil 3.5’de Zr–Cu–Ni–Al–Ti tozlarının mekanik öğütme işlemi başlarındaki optik mikrografi görülmektedir. Basit katmanlar başlangıç evrelerinde oluşurken bunlar işlem devam ettikçe incelerek nihayetinde amorflaşır [108].



Şekil 3.5 : Zr-Cu-Ni-Al-Ti tozlarıyla yapılan mekanik alaşımlama işleminin ilk aşamalarında elemental tabakalar oluşturmalarının optik mikrografi [3].

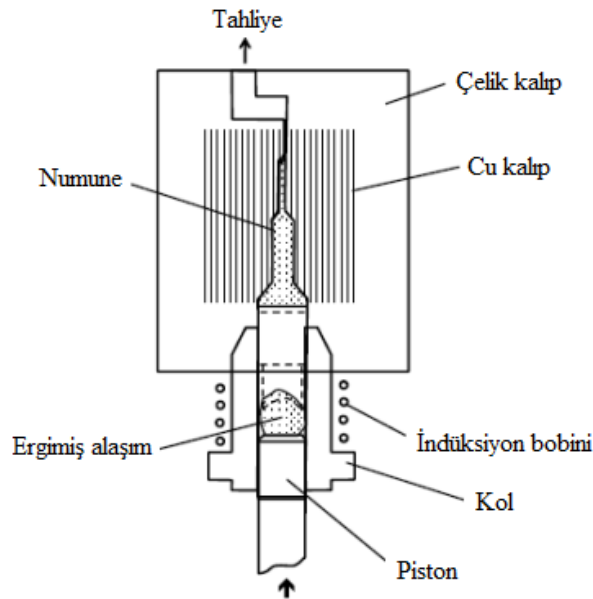
3.6.2 Yüksek basınçlı döküm

Yüksek basınçlı kalıba döküm metodu değişik parçaların üretimi için endüstride yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Geleneksel kum kalıba döküm yöntemiyle karşılaştırıldığında bu yöntemde çok daha yüksek soğuma hızları söz konusu olmaktadır çünkü metal kalıplarının ısı iletimi daha yüksektir. Aynı zamanda bu yöntemle daha kompleks parçalar üretilebilmektedir. Bu nedenle bu yöntem birçok farklı alaşımdaki kütlesel metalik camın üretimi konusunda birçok araştırmada kullanılmıştır.

Şekil 3.6 Inoue tarafından tasarlanan ve Mg bazlı kütlesel metalik camların üretimi çalışmalarında kullanılan yüksek basınçlı kalıba döküm ekipmanlarını şematik olarak

göstermektedir [109]. Ekipmanlar asıl olarak; alaşımın ergitildiği kol, ergimiş metali hidrolik presle bakır kalıba doğru iten piston ve ergiyiği katılaştırmak için kullanılan bakır kalıptan oluşmaktadır. Bütün bu parçaların olduğu bölümler de vakuma alınarak ergiyiğin gaz kapması engellenmiştir ki bu da saflıkla ve döküm kalitesiyle ilgili sorunlar yaşanmasını engellemek adına yapılmaktadır.

Kol olarak bahsedilen kısım ve piston ısıya dayanıklı takım çeliğinden yapılmıştır (SKD61). Metalik alaşım argon atmosferine alınmış kolun içinde yüksek frekans indüksiyonla ergitilmiştir. Alaşım ergitildikten sonra piston hidrolik pres yardımıyla bakır kalıba aktarılır ve ergiyik metal burada oldukça iletken olan bakıra temas ettiğinde katılaşır. Genelde yağlayıcı kullanılması gerekmez fakat parçanın kalıptan çıkarılmasının zor olduğu bazı durumlarda kullanılması söz konusu olabilir. Bu yöntem hızlı katılaştırma için gerekli parametrelere ulaşılmasına imkan vermektedir. Hem katılaşma milisaniyeler içerisinde tamamlanmaktadır hem de yüksek basınç sayesinde ergiyik ve kalıp arasındaki temas iyidir, bu durum da soğumaya yardımcı olmaktadır. Bunun yanında bu yöntem sayesinde kompleks parçaların üretimi yüksek viskoziteye sahip alaşımlar için bile mümkün olabilmektedir. Ayrıca kalıpları değiştirmek suretiyle çubuk ya da levha gibi parçaların üretimi de mümkün olabilmektedir. Geleneksel hızlı soğutma prosesleriyle karşılaştırıldığında bu yöntemin avantajı ise daha büyük parçaların üretimine imkan vermesiyle kütleli metalik camların üretimine oldukça uygun olmasıdır.

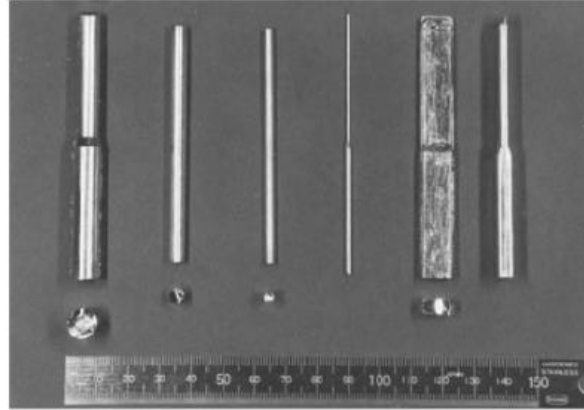


Şekil 3.6 : Inoue ve ekibi tarafından tasarlanan ve kullanılan yüksek basınçlı döküm ekipmanının şematik diyagramı [109].

Inoue bu tekniği kullanarak Mg–Cu–Y ve La–Al–GM alaşım sistemlerinde kütleli metalik camlar üretmiştir [24,110]. Bu çalışmalarda 63 MPa basınç ve 1.7 m/s hızda bir piston kullanılmıştır. Bakır kalıp su soğutmalıdır. Bu yöntemle ve bu şartlarda ürettikleri parçalar ise 40 ve 80 mm uzunluğunda çapları 1 ile 9 mm arasında değişen parçalar olmuştur. Bunun yanında levha numuneleri de üretilmiştir ki bunlar da 0,5 ve 0,9 mm kalınlığında ve 80mm boyunda üretilmiştir.

Şekil 3.7’de bahsedilen Mg-Cu-Y alaşımından olan parçalar görülebilmektedir. Görüldüğü gibi dökümde elde edilen parçaların yüzeyleri pürüzsüz ve parlaktır ve herhangi bir yüzey kusuru gözlemlenmemektedir. Parçaların kesitleri incelendiğinde ise eğer bir porozite varsa bunun merkeze yakın kısımlarda olduğu gözlemlenmiştir. Bu tip kusurlar parçanın mukavemeti gibi mekanik özelliklerini değiştireceği için mutlaka yok edilmelidir. Bunun için de daha uygun parametrelerde bir işlemle üretim yapılmalıdır [24].

Bu teknikte elde edilebilen soğuma hızları tipik olarak 10^3 K/s civarındadır. Bu değer de kütleli metalik cam üretimi için uygun bir değerdir. Bu yöntem kullanılarak üretilen bazı alaşımlar; Mg–Ni–Ln, Mg–Cu–Ln, La–Al–GM, ve Zr–Al–GM. Bunların yanında düşük kritik soğuma hızına sahip alaşımlardaki kütleli metalik camlar da bu yöntemle üretilirler [3].

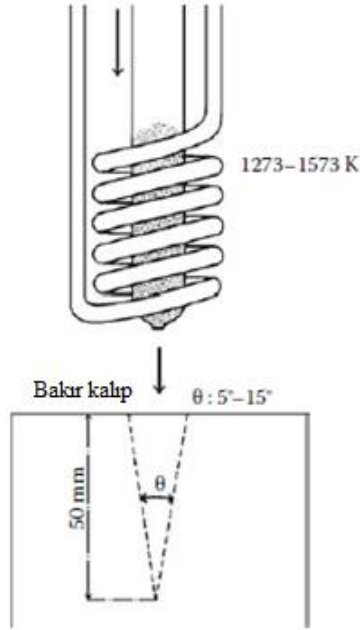


Şekil 3.7 : Yüksek basınçlı döküm yöntemiyle üretilmiş, $Mg_{65}Cu_{25}Y_{10}$ alaşımındaki farklı çaplardaki çubuk ve plakalar [3].

3.6.3 Bakır kalıba döküm

Farklı alaşım sistemlerindeki kütleli metalik camların üretimi için en yaygın kullanılan metodun bakır kalıba döküm olduğu söylenebilir. Şekil 3.8 bu yöntemde kullanılan ekipmanları şematik halde göstermektedir [111]. Basitçe anlatmak gerekirse bu yöntemde metalin ergitilip termal iletim katsayısı yüksek olan bakır

kalıpla temas etmesi durumunda hızla soğuması temeldir. Ergitme işlemi kuvars, boron nitrid, grafit ya da boron nitrit kaplı grafit gibi değişik malzemelerden yapılmış potalarda yapılır. Genel olarak ergitme işlemi indüksiyonla yapılırken bazı durumlarda arkla ergitme de yapılabilmektedir. Ergitme işlemi defalarca tekrarlanarak homojen bir alaşım elde edilmesi sağlanmaktadır. Bu yöntem Inoue grubu ve Kim tarafından oldukça yaygın şekilde kullanılmıştır [112,113].



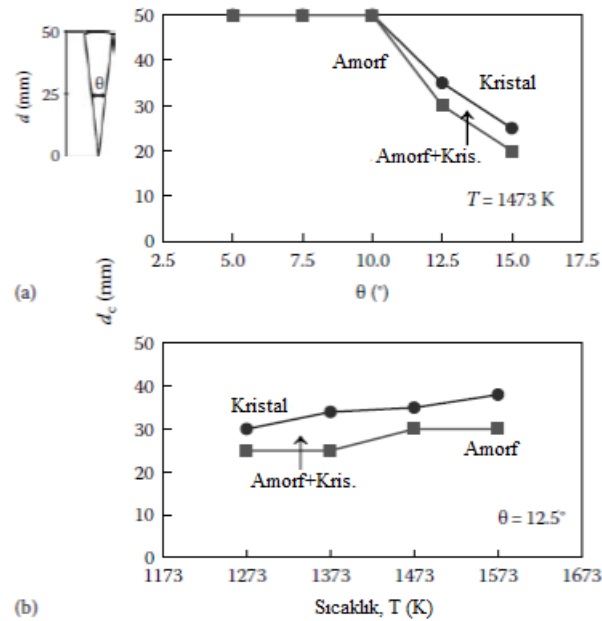
Şekil 3.8 : Bakır kalıplı kamalı döküm tekniği ekipmanının şematik gösterimi [111].

Ergitme işlemi tamamlandıktan sonra, ergimiş metal bakır kalıba alınır, bu işlem genellikle 0,05 MPa gibi düşük bir basınç altında gerçekleştirilir. Bu noktada kalıp tamamen dolana kadar metalin sıcaklığını koruması önemlidir. Döküm işlemi havada, vakumda, inert atmosferde ya da argon altında yapılabilir. Kullanılan kalıp değişik şekillerde olabilir fakat en yaygın kullanılan da silindirik çubuk şeklindeki kalıplardır. Bu şekildeki kalıplarla üretilebilecek kütleli metalik cam için maksimum çapı öğrenilebilir. Bu farklı çapta kalıp boşluğuna sahip kalıplarla farklı çaplarda numuneler üretmek gerekmektedir. Farklı çaplardaki kalıpların kullanılması gerekliliği koni şeklinde bir kalıp kullanılarak ortadan kaldırılabilir. Bu deneme sayesinde tek numune üretimi sonucu hangi çapa kadar tamamen camlaşma sağlanabildiği öğrenilebilir. Inoue tarafından da bu yöntem kullanılmıştır (50 mm uzunluk ve 5° ile 15° arasında değişen açı kullanılmıştır) [111]. Park ve Kim tarafından yapılan çalışmada ise 45 mm uzunlukta bir koni kullanılmıştır. Bu koninin üst çapı 6mm iken alt çapı ise 15mm olarak seçilmiştir [114].

Inoue yaptığı çalışmasında platinyum ve platinyum-rodyum ısı çiftleri farklı yerlere yerleştirerek soğuma hızlarını ölçmüş ve bu sayede de devamlı soğuma transformasyon diyagramını (DSTD) elde edebilmiştir. Dökülen numunenin gerçekten camlaştığı x-ray difraksiyonu, optik mikroskop, saçılım elektron mikroskobu ve DTK yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir ve elde edilen veriler kristalin hale geçme davranışları üzerine çalışmalar yapmak için de kullanılmıştır.

Şekil 3.9 (a) ergitilmiş $Zr_{60}Al_{10}Ni_{10}Cu_{15}Pd_5$ alaşımının koni şekilli bakır kalıba 1473 K sıcaklıkta aktarılması durumundaki faz ilişkisini göstermektedir. Alaşımın yapısının; boya (d) ve dikey açısı (θ) değişimi bu grafikten görülebilir. Buradan farklı noktlarda farklı fazlar olduğu görülebilmektedir. Neredeyse bütün θ değerleri için 20mm boya kadar camsı faz gözlenmektedir. Benzer olarak bütün boyu camsı hale getirebilmek için de 10° 'ye kadar olan açılar kullanılmalıdır. Bu değerlerin dışına çıkıldığında kristalin fazla karşılaşılabilmektedir. Tabii ki bu diyagram belli bir alaşım kompozisyonunun, belli bir sıcaklıktaki hali için geçerlidir., parametreler değiştikçe değerler de farklılık gösterecektir [3].

Şekil 3.9 (b) ise kritik çap (tam camlaşma elde edilen maksimum çap) d_c ile ergiyik sıcaklığının belli bir θ (12.5°) açısı için faz ilişkilerini göstermektedir. Burada tamamen camlaşmanın 25-30mm boya kadar elde edilebildiği gözlenmektedir [3].

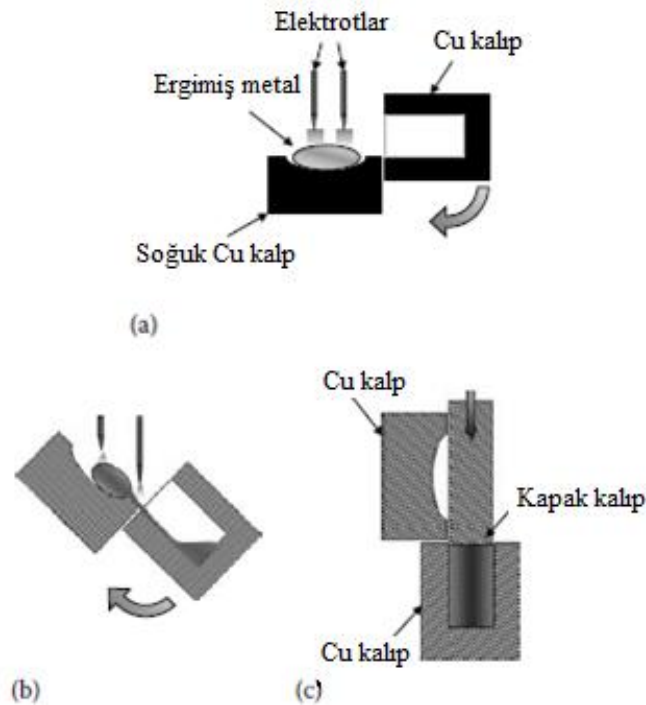


Şekil 3.9 : $Zr_{60}Al_{10}Ni_{10}Cu_{15}Pd_5$ alaşımı için (a) Numune boyunun (d_c) dikey kama açısına (θ) göre değişimi, (b) Numune boyunun (d_c), sıcaklık değişimine göre değişimi [3].

3.6.4 Kapak döküm yöntemi

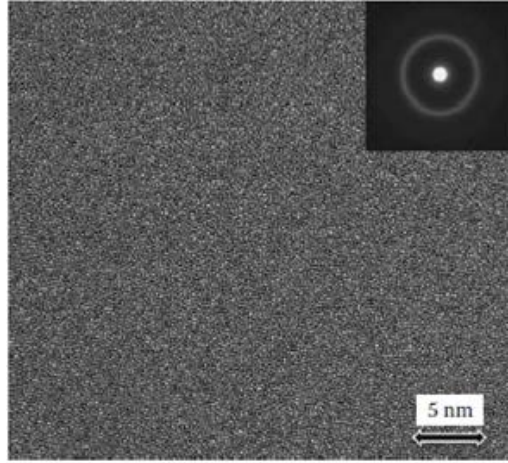
$Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ kütleli metalik cam alaşımları yüksek mukavemet, yüksek kırılma tokluğu, yüksek yorulma mukavemeti gibi mükemmel mekanik özelliklere sahiptir ve mikro parçalı motorlar, basınç sensörleri, golf sopaları ve optik parçalar gibi yerler için uygun bir malzeme olduğu söylenebilir. Fakat geleneksel yöntemlerle üretilen maksimum döküm çapı 16 mm'dir. Bu değeri büyütmek adına Yokoyama kapak döküm tekniğini geliştirmiştir [115].

Şekil 3.10 Ark eritme, tilt döküm ve kapak döküm tekniklerini karşılaştırmaktadır. Kapak döküm tekniği şematik olarak Şekil 3.10 (c)'de görülebilmektedir, ergiyik bakır bir kalıba dökülmektedir ve üst kısmına metalik bir kapak gelerek hızlı soğutmaya yardımcı olmaktadır. Burada kapağı aşağı indirmek için 1kN'luk bir basınç uygulanmaktadır. Bu tekniğin en büyük avantajı yüksek soğuma hızlarına sadece yan duvarlarda ve tabanda değil üst yüzeyde de ulaşılabilmesi olmasıdır.



Şekil 3.10 : Ark eritme yöntemi (a), tilt döküm (b) ve kapak döküm (c) tekniklerinin karşılaştırılması [3].

Şekil 3.11'de kapak döküm yöntemiyle üretilmiş $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ alaşımındaki, numunenin yüksek çözünürlüklü transmisyon elektron mikrofotografisi görülebilmektedir. Bahsedilen bu numune 30 mm çapındadır ve görüntü numune merkezinden alınmıştır. Mikrograf incelendiğinde nanometre boyutlarında bile farklı bölgeler gözükmemektedir ki bu durum da tamamen camlaşma olduğuna işarettir.



Şekil 3.11 : Kapak döküm yöntemiyle üretilmiş $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ alaşımındaki, 30mm çapındaki metalik cam numunenin, yüksek çözünürlüklü transmisyon elektron mikrofisi (görüntü numune merkezinden alınmıştır) [3].

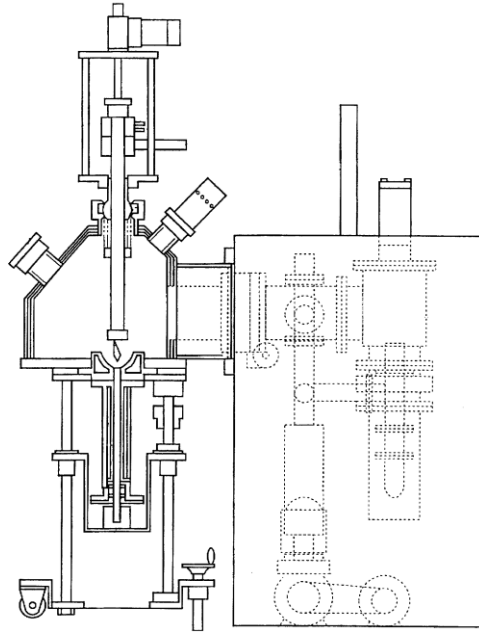
3.6.5 Emme döküm yöntemi

Bu da kütleli metalik camların üretimi için kullanımı geniş olan yöntemlerden biridir. Bu yöntemde ergimiş metali kalıba almak için basınç farkından ya da yer çekiminden yararlanılarak emme işlemi yapılır [116]. Bu teknikle ilgili çalışmış olan Inoue, Figueeroa ve Gu'nun çalışmaları incelenerek de yöntemle ilgili bilgiler edinilmesi mümkündür [117-119]. Wall ise çalışmasında metodun gelişimini ayrıntılı bir şekilde anlatmıştır [120].

Bu tekniği, ergimiş metali emme prensibi yerine kalıba damlatarak uygularsak yöntemle 'damla döküm' adı verilmektedir. Damla döküm, çapı 6mm üzerinde olan parçaları üretmek için kullanılırken emme döküm yöntemi ise çapı 6mm'den küçük olan parçaları üretmek için tercih edilir. Nispeten küçük çaplardaki çubukların dökümünde karşılaşılan kalıba doldurmadaki zorluğu yenebilmek adına basınç farkı kullanılmaktadır. Damla döküm yöntemi ise Shen tarafından çapı 16mm'ye kadar çıkmakta olan $Fe_{41}Co_7Cr_{15}Mo_{14}C_{15}B_6Y_2$ alaşımından çubukları üretmek için kullanılmıştır [121].

Emme döküm sistemi iki hazneden oluşmaktadır; bir üst haznede alaşım ergitilir ve bir alt haznede dökümün yapıldığı bakır kalıp bulunur. Bahsedilen bu sistem Şekil 3.12'de görülebilir. İki hazne birbirine genelde 2mm çapında bir açıklıkla bağlıdır fakat bazı durumlar için bu açıklık 16mm boyutlarına kadar çıkabilir [117,119]. Kalıbın tabanı bir vakum kaynağına bağlıdır, serbest bırakıldığında bir basınç farkına neden olur ki bu da ergiyiği kalıba doğru iter. Serbest bırakmak için iki hazneyi birbirinden ayıran piston hareket ettirildiğinde iki hazne arasındaki basınç farkı

ergiyik metalin döküm haznesine emilmesine neden olarak bakır kalıba aktarılıp katılaşmasını sağlar.



Şekil 3.12 : Emme döküm yönteminin şematik gösterimi [116].

Bu yöntemde alaşım genellikle su soğutmalı bakır bir parça üzerinde ergitilir ki bu parça Ar atmosferinde (5×10^{-4} Pa) ark akımı transferi esnasında anot görevi görerek katottan gelen akımı iletir.

Ergitme için kullanılacak ısı kaynağı belli bir tipte sınırlandırılmamıştır. Burada tek kriter ergitmeyi başarıyla sağlayabilecek sıcaklıklara çıkılabilesidir. Bu nedenle en yaygın olarak ark ile ergitme kullanılırken plazma ile ergitme, elektron ışını veya lazerle ergitme de yapılabilir. Gerekli durumlarda birden fazla ısı kaynağı kullanılabilir [116].

Metalin inme hızı ise genellikle 50 mm/s ya da daha fazla olarak ayarlanmaktadır. Hız istenilen ayarda seçilebilir, buradaki tek kriter kalıptan çıkan metalin katılaşmış halde olmasıdır. Bu yöntemle genel olarak silindirik veya dikdörtgen kesitli çubuk, levha, silindirik veya dikdörtgen kesitli boru gibi parçalar üretilir [116].

3.6.6 Sıkıştırılmalı döküm yöntemi

Bazen dökümle üretilen kütsel metalik cam alaşımları içerisinde porozite bulunabilmektedir. Sıkıştırılmalı dökümde ergimiş metal hidrolik bir pres yardımıyla yüksek basınç altında kapalı bir kalıpta gerçekleştirilir [121]. Zhang ve Inoue bu tekniği 1998 senesinde Zr-Ti-Al-Ni-Cu alaşımından ürettikleri 2,5 mm

kalınlığındaki, 3,5 mm enindeki ve 80mm boyundaki camsı tabakaların üretiminde kullanmıştır [122]. Üretilen tabakanın parlak ve pürüzsüz bir yüzeyi vardır. Kristalin faza işaret edecek belirgin bir görüntü değişimi gözlenmemiştir. Ayrıca tabakanın herhangi bir döküm hatası da bulunmamaktadır. Farklı bölgelerden yapılan testler sonucu da mekanik özelliklerinin oldukça üniform olduğu görülmektedir, özellikle de kırılma tokluğu için bu söz konusudur ki oluşabilecek döküm kusurları en çok bu özelliğin değişmesine neden olmaktadır. Ayrıca bu mekanik özellikler üretilen farklı parçalar için de oldukça homojen sonuçlar vermiştir ki bu da malzemenin güvenilir bir şekilde üretimine olanak sağlamaktadır. Bu yöntem Inoue tarafından 4-5 mm kalınlığında golf sopası yüzeyi imalatı için kullanılmıştır.

Kang ise bu yöntemi $Mg_{65}Cu_{15}Ag_{10}Y_{10}$ alaşımını kütleli metalik cam halinde üretmek için kullanmıştır [123]. Bu yöntemde alaşım vakum altında indüksiyon yardımıyla tekrar ergitilmiş ve 10 mm çapında, 75 mm uzunluğunda su soğutmalı bir kalıp hidrolik pres yardımıyla doldurulmuştur. Kalıp tamamen doldurulduktan sonra, basınç 100 MPa ulaşmışken, 2 dakika boyunca korunarak alaşımın tamamen katılaşması beklenir. Bu yöntemle elde edilen yüzeyler kalıbı neredeyse birebir kopyalayan parlak bir pürüzsüzlüktedir. Boşluk ya da delikler gözlenmez.

Katılaşma esnasında uygulanmaya devam edilen basınç sayesinde kalıp ile alaşım arasında iyi bir yüzey teması sağlanır. Bu da hızlı bir ısı aktarımına imkan verir, böylece yüksek soğuma hızları elde edilir. Ayrıca basınç uygulanması nedeniyle artan ergime sıcaklıkları göz önüne alındığında aşırı soğumanın da daha yüksek bir sıcaklıkta gerçekleşeceği söylenebilir. Bunun yanında katılaşmanın yüksek basınç altında gerçekleştiği bu yöntemle üretilen parçaların bazı avantajları vardır;

- Ergiyik ile kalıp arasındaki ısı transferi katsayısının yükselmesi
- Katılaşma sıcaklığının çok daha altında aşırı soğutma
- Büzülme ve gaz boşluklarının tamamen yok edilmesi.

Böylece son mamüle yakın üretimleri, kalıbın iç yüzeyini tamamen kopyalayarak, porozitesiz bir şekilde tam yoğunlukla elde etmek mümkün olmaktadır.

3.6.7 Ark ergitme yöntemi

Bu metod düşük kritik soğuma hızına sahip alaşımların camsı hale getirilmesi için kullanılabilir. Buradaki ana prensip ark ergitmenin bakır bir kalıpta yapılmasıdır.

Alaşım ergitildikten sonra ise bakır kalıp ısıyı emen bir görev yapar ve soğutmaya yardımcı olur. Bu tekniğin şematik gösterimi Şekil 3.10 (a)'da gözlemlenebilir. Bu proses ayrıca metal kalıba geleneksel dökümle benzerlikler taşımaktadır [124,125].

Katılaşma mikroyapısı geleneksel döküm için üç tiple sınıflandırılabilir. İlk tip kalıp duvarıyla temas halindedir ve oldukça çabuk katılaşır, buna bağlı olarak oldukça yüksek bir çekirdeklenme söz konusudur, bu bölgeye çil bölgesi denir, oldukça ince taneli bir yapıya sahiptir. Bunu takip eden kolon yapısı oluşmaktadır. Bunun nedeni katı-ergiyik arayüzündeki sıcaklık gradyanının ters olmasıdır. Son tip ise normal boyutlarda eş eksenli tane yapısıdır.

Ark ergitme yapılan alaşımlar için de bu üç katılaşma bölgesinin varlığı düşünülebilir. İlk iki tip yine yukarıda açıklandığı gibidir fakat merkezde bulunan eş eksenli tane yapısı yerine merkezde camsı faz bölgesi bulunmaktadır. Camsı fazın soğutmayı sağlayan bakır kalıptan uzak bölgelerde, soğuma hızının daha düşük olduğu bölgelerde oluştuğu söylenebilir. Fakat bu düşük soğuma hızı bazı alaşımları camsı hale getirmek için yeterlidir. Bu yöntemle işte bu soğuma hızlarında camsı hale gelebilen alaşımların camsı halde üretimleri söz konusu olmaktadır [3].

Optik mikrograflara bakıldığında ark ergitme dökümü ile elde edilen numunelerde çil ve kolon bölgesi dökümün kenarları için oldukça belirgindir [126]. Bu mikrograflardaki dikkat çeken nokta ise camsı ve kristalin fazlar arasındaki arayüzün oldukça düzgün olmasıdır. Bu durum katı-sıvı arayüzü hızının (v_i), difüzyon oranından (elementlerin difüzitesi (D_i)/kristalin faz oluşumu için gereken düzenleme için gerekli difüzyon mesafesi (δ_i)) çok daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Yani;

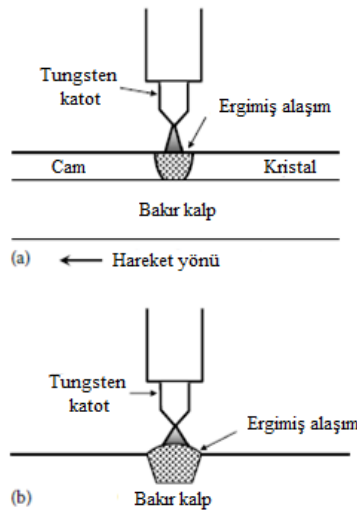
$$v_i \gg D_i/\delta_i \quad (3.2)$$

Bu yöntemin önemli bir dezavantajı ufak çaplı kristalin fazlardan tamamen kaçınmanın çok zor olmasıdır, en azından yüzey için oldukça zordur. Bunun nedeni de alaşımin taban kısmında tam olarak ergitilememesinin bir sonucu olarak heterojen çekirdeklenmenin oldukça kolay olmasıdır [127].

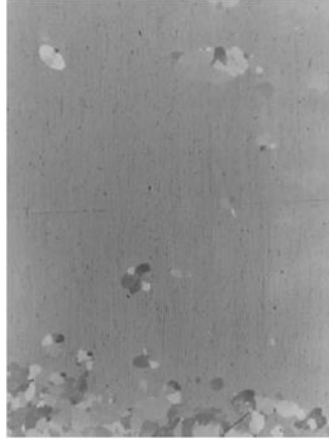
3.6.8 Tek yönlü alan ergitme yöntemi

Bu yöntem esas olarak yüksek saflıkta tek kristalli parçaların elektronik uygulamalar için üretiminde tercih edilmektedir [128]. Bu yöntemde uzun, saf olmayan metal bir

bar ergitilir ve bu işlem bir uçtan öbür uca doğru gerçekleştirilir. Genellikle çözünen konsantrasyonu sıvı hal için katı hale göre daha yüksektir. Buna bağlı olarak metal içinde bulunan safsızlıklar, ergimiş bölge çubuğun bir ucundan bir ucuna doğru ilerletilirken devamlı olarak sıvı faza geçer ve geride kalıp katılaştıran metal daha saf kalır. Eğer bu proses birkaç defa tekrarlanırsa sonuçta çok yüksek saflıkta bir metal çubuk elde edilebilir, bütün safsızlıklar metal çubuğun en son katılaştıran ucunda kalmış olur. Bu metot esas olarak transistor uygulamalarında kullanılan silikon ve germanyum kristallerini saflaştırmak için tercih edilmektedir fakat saflaştırılması gereken herhangi bir metal için de kullanılabilir. Bu teknik Zr bazlı kütleli metalik camlar üretmek üzere Inoue tarafından başarılı şekilde kullanılmıştır [129]. Şekil 3.13 Inoue tarafından kullanılan yöntem ekipmanlarını şematik şekilde göstermektedir [130]. Dikdörtgen şekilli 10x12x170 mm boyutlarındaki $Zr_{60}Al_{10}Ni_{10}Cu_{15}Pd_5$ alaşımından bir ingot, önceden hazırlanmış ingotun su soğutmalı bakır kalıp içinde tek yönlü alan ergitmesine tabi tutularak saflaştırılmasıyla elde edilmiştir. [130]. X ışını kırınımı paternleri incelendiğinde elde edilen parçanın camsı tabiatta olduğu görülmüştür. Fakat ingotun orta bölümünün kesiti optik mikroskopla incelendiğinde camsı ana fazın içinde az miktarda kristallere rastlanmıştır (yaklaşık 200 μm boyutlarında). Bahsedilen durum Şekil 3.14’de görülebilir. Bu durum özellikle alt (kalıba yakın) kısımlar için geçerlidir. Bu da diğer durumlar için de geçerli olabilen bakır kalıba yakın kısımların tam anlamıyla ergitilememesi nedeniyle kristalin faz oluşumunun tamamen engellenememesi nedeniyle ortaya çıkmaktadır.



Şekil 3.13 : Zr-esaslı kütleli metalik camların üretimi için kullanılan alan ergitme yönteminin şematik gösterimi, (a) ön görünüş, (b) yan görünüş [130].



Şekil 3.14 : Tek eksenli alan ergitme yöntemiyle üretilmiş $Zr_{60}Al_{10}Ni_{10}Cu_{15}Pd_5$ alaşımındaki numunenin optik mikrografı [130].

Yokoyama ve Inoue [131] bu şekilde ürettikleri Zr bazlı alaşımın katılaşma karakteristiğini incelemiştir. Katı-sıvı arayüzeyinin hızı (v) ve yine bu arayüzeydeki sıcaklık gradyanı (G) ölçülerek bu değerlerden soğuma hızını $v \times G$ olarak hesaplamıştır. Hesaplanan bu soğuma hızının maksimum katı-sıvı arayüzeyinde 40 K s^{-1} 'e kadar çıkabildiği görülmüştür ki bu da camsı faz oluşumu için yeterli olmuştur [66]. Bu durum da $Zr_{60}Al_{10}Ni_{10}Cu_{15}Pd_5$ alaşımı için daha önceden verilmiş olan 110 K s^{-1} değerindeki kritik soğuma hızının çok daha düşük olabileceği anlamına gelmektedir [111]. Fakat bu noktada şuna dikkat edilmelidir; bahsedilen 40 K s^{-1} değeri katı-sıvı arayüzü için geçerli bir değerken DSTD ile hesaplanan daha önceki 110 K s^{-1} değeri bütün parçanın ortalama kritik soğuma hızı olarak hesaplanmıştır. Böyle bakıldığında katı-sıvı arayüzünün kritik soğuma hızı çok daha yüksek olmalıdır fakat bu yazarlar tarafından bunun tam aksini gösteren bir sonuç elde edilmiştir. Ayrıca $Zr_{65}Al_{10}Ni_{10}Cu_{15}$ alaşımı ile yapılan deneylerle, ark ergitme esnasındaki ergitme sayısının (yani ergiliğin temizliğinin) R_c değerini örneğin $N = 3$ iken 100 K s^{-1} olurken $N=7$ için 12 K s^{-1} değerine kadar düştüğü gözlemlenmiştir [130].

3.6.9 Elektromanyetik titreşim yöntemi

Metal alaşımının camsı halde katılaştırılabilmesi için belli bir soğuma hızının üstüne çıkılması gerektiği bilinmektedir. Fakat kritik soğuma hızı dışında da camlaşmayı etkileyen faktörler söz konusudur. Bunların arasında elektrik ve manyetik alan etkisi büyük ölçüde göz ardı edilmiş faktörlerdendir. Tamura elektromanyetik titreşimler yaratarak katılaşma esnasında oluşan kristal topluluklarının oluşmasını engellediği bir çalışma yapmıştır. Kristal fazın yok edilmesiyle camlaşabilirlik de artmıştır [132].

Bu çalışmada iyi camlaşma özelliğine sahip $Mg_{65}Cu_{25}Y_{10}$ alaşımı kullanılmıştır. 2 mm çapında ve 12 mm uzunluğunda alaşım numunesi alümina bir tüp içinde, iki molibden elektrod arasına yerleştirilmiştir. Numune ergitilmiş ve bu sıcaklıkta iki dakika tutulmuş, daha sonrasında ise su püskürtülerek soğutma sağlanmıştır. Manyetik akıyı ve uygulama zamanını değiştirerek yaptıkları çalışmalar sonucunda optimum değerler elde edilmiştir. Manyetik akı uygulanmadığı süreçte bu şekilde üretilen alaşım tamamen kristalin iken (0 T) manyetik akı yoğunluğu değiştirilerek (10 T) tamamen camsı yapı elde edilebilmiştir. Benzer şekilde bu manyetik titreşimler 10 saniye boyunca uygulandığında tamamen camsı faz elde edilirken bundan kısa sürelerde kristal+camsı faz elde edildiği görülmüştür. Bunlar dışında ergiyik halde bekletme süresi kısaldıkça daha iyi camlaşma kabiliyeti gösterdiği de tespit edilmiştir.

Mg elementi ergiyik haldeyken içerisindeki diğer elementlerle beraber yüksek düzenlilikte bölgesel kümeler oluşturma meyilindedir. Bu bölgeler katılaşma esnasında kristalin fazlar oluşması için çekirdek görevi görmektedir, bu durum da camlaşma kabiliyetini düşürmektedir. Elektromanyetik titreşimler bahsedilen bu bölgelerin oluşumunu önleyerek camlaşma kabiliyetini arttırmaktadır. Bu nedenle bu proses, parametrelerin uygun hale getirilmesiyle daha büyük ölçekli kütleli metalik camlar oluşturmaya yönelik çalışmalar yapılması için önü açık bir prosestir [3].

4. METALİK CAMLARIN UYGULAMA ALANLARI

Kendine özgü karakteristikleriyle kütleli metalik camlar birçok alandaki uygulamalara adapte edilmişlerdir. Kütleli metalik camların en büyük avantajlarından biri enjeksiyon yoluyla karışık parçaların üretimini mümkün kılmasıdır. Şimdiye kadar, kütleli metalik camlar birçok uygulamada kullanılmışlardır. Çizelge 4.1 kütleli metalik camların şimdiki ve ileride olası uygulamalarını özetlemektedir [4].

Çizelge 4.1 : KMC'ların olası uygulama alanları [4].

ÖZELLİK	UYGULAMA ALANI
Yüksek mukavemet	Yapısal makine elemanları
Yüksek sertlik	Kesme malzemeleri
Yüksek kırılma tokluğu	Kalıp malzemeleri
Yüksek darbe kırılma enerjisi	Takım malzemeleri
Yüksek yorulma dayanımı	Bağlantı malzemeleri
Yüksek elastik enerji	Spor ekipmanları
Yüksek korozyon direnci	Korozyon direnci istenen malzemeler
Yüksek aşınma direnci	Yazma aletleri
Yüksek yansıtma oranı	Optik hassas malzemeler
Yüksek hidrojen depolama	Hidrojen depolama malzemeleri
Yumuşak manyetiklenme özelliği	Yumuşak manyetik malzemeler
Yüksek frekans geçirgenliği	Yüksek mıknatıssal büzülüm malzemeleri
Etkin elektrot	Elektrod malzemeleri
Yüksek vizkoz akma	Kompozit malzemeler
Yüksek akustik sönümlenme	Akustik absorpsiyon malzemeleri
Kendinden keskinleşme	Penetratör
Yüksek aşınma dayanımı ve işlenebilirlik	Medikal parçalar

California Institute of Technology çatısı altında kurulan Liquid Metal Technologies (ABD) kütleli metalik camların ticari olarak üretimine geçen ilk firmalardan birisidir. Liquid Metal Technologies tarafından üretilen bazı parçalar Şekil 4.1'de görülebilmektedir [133].



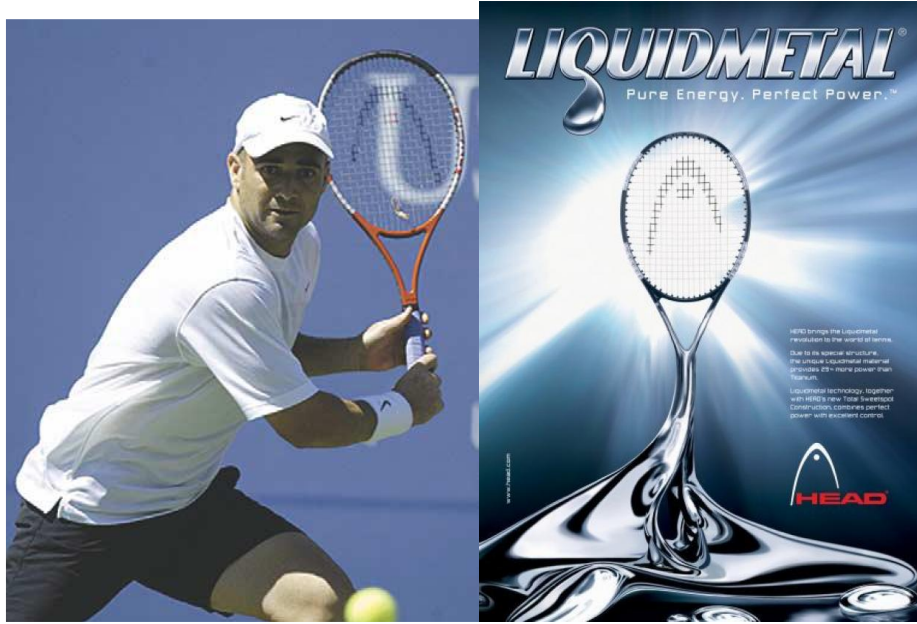
Şekil 4.1 : Liquid Metal Technologies firmasında üretilmiş bazı parçalar [133].

Kütlesel metalik camların ilk kullanım alanlarından biri golf sopası kafası olmuştur. Ti kafalara göre iki kat daha sert ve dört kat daha elastiktir. Uygulanan enerjinin %99'u topa aktarılmaktadır ki Ti kafalarla karşılaştırıldığında (%70) oldukça yüksek bir orandır. Daha yüksek dayanım/yoğunluk oranı kütlenin daha farklı dağıtılmasına olanak sağlamıştır ki bu da daha değişik şekil ve boyutlarda kafaların üretilmesine olanak sağlamıştır. 1997 senesinde Liquidmetal Golf adı altında bir kuruluş kurulmuş ve uyarlanmış bir vakum kalıp döküm prosesiyle kafalar üretilmeye başlanmıştır. Fakat yüksek üretim maliyetleri nedeniyle Liquidmetal firması lisans vererek bu işi golf sopası üreticilerine devretmiştir [2]. Firmanın ürettiği golf sopası örnekleri Şekil 4.2'de görülmektedir.



Şekil 4.2 : Liquid Metal Technologies tarafından üretilen golf sopası örnekleri [134].

Liquidmetal Teknolojileri iyi geri tepmenin işe yarayacağı hobi malzemeleri üzerine yönelmeyi hedeflemiştir. Bunun üzerine 2004 mayıs ayında Rawlings Spor Ekipmanları firmasıyla beysbol ve softbol sopaları üretimi için bir ortaklığa girdi. 2003 Temmuzunda ise HEAD markası 4 farklı bölümünde Vitreloy kullandığı, 200-250\$ arasında fiyatları değişen tenis racketlerini piyasaya sundu. Yükselen rijitliğin enerji aktarımını %29 arttırdığı söylenmektedir. Radical adı verilen model, Andre Agassi gibi ünlü tenisçiler tarafından tercih edilen model, Fortune and Business Week dergisi tarafından 2003 yılının en iyi yeni ürünü seçildi. Head markalı racket örnekleri Şekil 4.3’de görülmektedir [2].



Şekil 4.3 : (a) Andre Agassi tarafından kullanılan Head Radical tenis racketi, Head reklam afişi [133].

Metalik camlar kişisel kullanıma sunulan elektronik ürünler için daha hafif, mukavemetli ve daha kolay kalıplanabilen kasalar yapmakta kullanılmıştır. Liquidmetal, Güney Kore’de 45 milyon dolarlık bir üretim tesisi kurarak telefonlarda bulunan LCD ekranlar için kasa parçaları üretmeye başlamıştır fakat yine yüksek maliyet sebebiyle ürünlerini kendi üretmek yerine; teknoloji lisanslama, stratejik ve finansal eş bulma, ortak üretim ve geliştirme ve ürün dağıtım bağlantıları kurarak daha hızlı ve etkili ticarileşme sağlama yoluna gitmiştir. Liquidmetal Teknolojileri’ne ait bu kasalar OQO Inc. tarafından el yapımı kişisel bilgisayar ekranlarında kullanılmaya devam etmiştir. Sony ile de dijital fotoğraf makineleri kasaları üretimi için bir anlaşma yapılmıştır. Ayrıca Ideo isimli bir tasarım firmasıyla da Vitreloy ile kaplanmış, bir kağıt gibi kıvrılabilen bir laptop tasarımı üzerinde

alışılmıştır [2]. Kasası metalik cam kullanılarak yapılan bir elektronik rn rneęi olarak harici bellek ekil 4.4’de grlebilmektedir.



ekil 4.4 : Kasası metalik camdan imal edilmiř harici bellek rneęi [135].

Geliřtirilen uygulama alanlarından biri de etkin enerji transferi zellięini kullanarak bilyalı yzey dvme iřlemi iin ktlesel metalik cam krelerin kullanılmasıdır [136]. Dięer yandan, ince cidar kalınlıęında retilbilmesi elektronik alanında magnezyum alařımlarıyla rekabet etmektedir. Bu iřlemdede kullanılan bilyalar ekil 4.5’de grlebilmektedir.



ekil 4.5 : Bilyalama iřleminde kullanılan metalik cam kreler [137].

Savunma sanayiindeki kullanımı ise en zorlu ve yksek performans bekleyen uygulamalarıdır. Yksek gvenilebilirlik ve tařınabilirlik ana beklentilerdir nk herhangi bir hata lmle sonulanabilir ve ciddi kayıplara neden olabilir. Ktlesel metalik camların dayanımı ve hafiflięi, dayanımı azaltmadan boyut kltme ve aęırlık azaltmaya imkan saęlamaktadır. Mhimmat paralarındaki, ince cidarlı kasalar ve elektronik paralar, hava aracı baęlantı paraları gibi uygulama rneklere sz konusudur. Liquidmetal Teknolojileri ile Amerikan Savunma Departmanı (DoD) tarafından yapılan iřbirlięi kapsamında řu paraların retimi ile ilgili alışmalar yapılmaktadır [138],

- Sigortalar ve mühimmat bileşenleri
- Kompozit zırhlar
- Askeri mühimmatlar için hafif kasalar
- MEMS için kasalar ve parçalar
- Elektronikler için ince cidarlı kasalar ve bileşenler
- Optik cihazlar ve gece görüş aletleri için kasalar
- Füze parçaları; kanatçıklar, burun külahları, yalpa çemberleri ve gövdeler
- Daha hafif parça tesirli aletler
- Hava taşıtı bağlantı parçaları
- Elektromanyetik koruma ve parazitlenme kalkanları

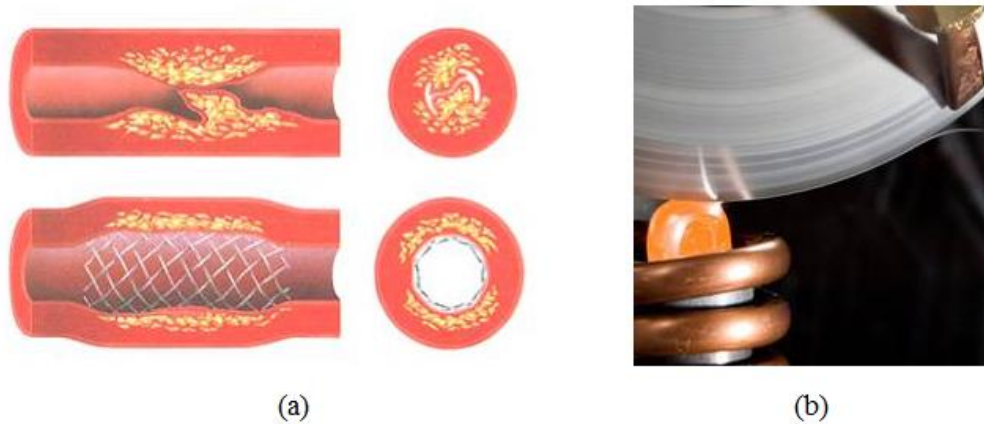
Gelecekte takviyelenmiş kütleli metalik cam kompozitlerinden zırh delici mermi yapılarak uranyum delicilerin yerine geçirilmesi üzerine çalışmalar yapılmaktadır çünkü benzer yoğunluk ve kendini bileme özelliklerini göstermektedir. Kristalin metal mermilerin tersine dinamik yük altında düzleşmek yerine sirvrilerek daha iyi bir penetrasyon sağlar. Bu anlaşmalardan çevreyle uyumlu, takviyelendirilmiş metalik camdan KEP (Kinetik Enerji Penetratörü) üretimini de kapsamaktadır. KEP bir çeşit mermi gibi görev gören bir silah türüdür, hedefine patlama değil çarpma etkisiyle zarar verir. Bu silah seyriltilmiş uranyumla üretilen tank zırhı delici benzeri silahın yerine kullanılabilir çünkü hem benzeri yoğunluklar hem de birçok çarpma esnasında düzleşen kristalin metalin aksine çarpma anında sivri kalabilme yetisine sahiptirler. Bu bağlamda US Air Force ile Liquidmetal ortak bir çalışmaya imza atmış ve ‘Warhog’ adındaki kara birliklerine, yakın hava desteği sağlamaya yönelik hava aracı için KEP geliştirmiştir. Firma aynı zamanda US Navy ile hafif segment bombalarının kasaları için bir geliştirme, Lockheed Martin füze ve ateşleme sistemleri ile de, daha hafif ve güçlü kompozit metalik cam zırh parçası üretme üzerine çalışmalar yapmıştır [2].

Kütleli metalik camlar iyi biyo uyumlulukları ve alerjik olmayan yapıları sayesinde protez uygulamaları ve ameliyat aletleri üretiminde kullanılabilir. Ortopedik uygulamalar için kütleli metalik camların sunduğu eşsiz özellikler söz konusudur ki bunlar şu şekilde sıralanabilir;

1. Biyouyumluluk
2. Mükemmel aşınma dayancı
3. Yüksek dayanım/yoğunluk oranı
4. Titanyum ya da paslanmaz çelikle karşılaştırıldığında iki kattan fazla dayanım
5. Son mamül (net shape) dökümüne imkan sağlaması ve verdiği yüzey kalitesiyle ikincil işlemlere ihtiyaç duymamasıdır.

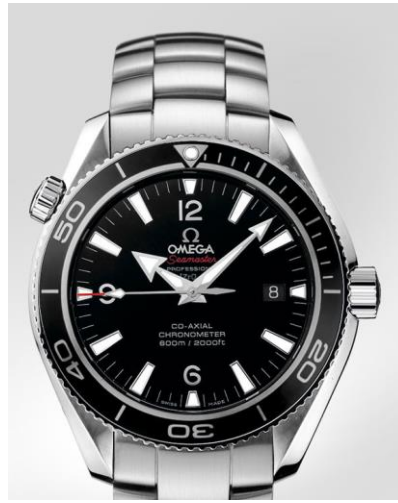
Bu özelliklerden yararlanan bazı uygulamalar şu şekildedir; yeniden yapılandırma parçaları, kırık sabitleme parçaları, spinal implantlar. Medikal uygulamalar için bir diğer imkan da oftalmik, katarakt ameliyatlarıdır [4]. Örneğin DePuy Orthopaedics Inc. diz implantlarında bu malzemeyi kullanmıştır. Bunun dışında kalp ritmini ayarlayıcı alet kasalarının üretimi de metalik cam ile yapılmıştır. 2002 senesinde Surgical Specialities markası oftalmik neşter bıçakları üretimi için Vitreloy'u kullanmıştır. Bu neşterler elmadan daha ucuz ve daha yüksek kalitede, bunun yanında çelikten daha keskin ve daha uzun ömürlüdürler ayrıca daha kararlı boyutlarda üretilebilirler çünkü tek bir kalıptan tekrar tekrar son mamül olarak üretimleri mümkündür. Bu nedenle de bıçak ve jilet yapımı gibi uygulamalarda da kullanılmıştır [2].

Biyomalzeme olarak kullanılması alanındaki avantajlarından biri de biyo çözünebilir metalik camların varlığıdır. Bu malzemeler sayesinde ikinci bir ameliyat yapılması gereği ortadan kaldırılarak kendi kendine çözünebilmektedir. Şekil 4.6'da biyomalzeme olarak Mg-bazlı metalik camdan üretilen damar stent uygulaması şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 4.6 : (a) Metalik cam stent kullanılarak yapılan stenoz işlemi, (b) metalik cam malzemeden yapılan stentler için ince tel üretimi [139].

Sonuncu olarak bahsedilebilecek alan ise mücevherat endüstrisidir ki bu sektör de kütleli metalik camların benzersiz özelliklerinden faydalanmaktadır. Bu sektör için en önemli özellikleri hem oldukça sert, çizilmeye dirençli hem de oldukça düzgün bir yüzey bitirmeyle estetik görünüme sahip olan bir malzeme olmasıdır. Üstelik son mamül şeklinde üretilebilmesi ve ekstrüzyonla şekillendirilebilmesi sayesinde geleneksel metallerle elde edilemeyen şekiller elde edilebilmektedir. Vitreloy bunun yanında nikel ve diğer alerjik reaksiyonlar oluşturabilen metallerin yerini alması için saat kasaları ve mücevherat yapımında da kullanılmıştır. Omega firması tarafından metalik camdan üretilen saat Şekil 4.7’de görülebilmektedir.



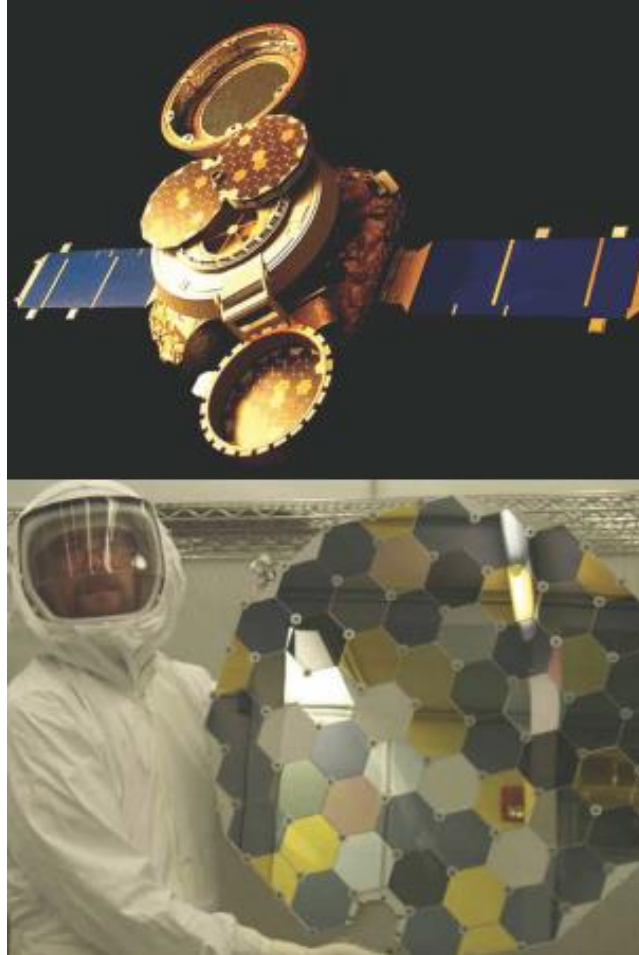
Şekil 4.7 : Omega firması tarafından metalik cam kullanılarak üretilen saat modeli [139].

Kütleli metalik camlar MEMS uygulamaları için de çok uygun malzemelerdir çünkü hem bu derece küçük boyutlarda düşük işleme bölgesi ve düşük süneklik önemini yitirmektedir hem de yüksek akma uzamaları, rezilyans, iyi bir yorulma dayanımı ve düşük kayıp katsayısı istenen özelliklerdir, metalik camlar bu özellikleri karşılamaktadırlar. MEMS için hayati önem taşıyan bir diğer özellikleri de şudur ki ince filmler halinde yapılan metalik cam üretimlerinde kütleli metalik camlar için mümkün olana göre daha büyük bir aralıkta alaşım amorf halde katılaştırılabilmektedir [140].

En çok pratikte kullanılmaya başlanan kütleli metalik cam uygulamaları ise bazı demir, nikel ve kobalt bazlı amorf alaşımların kristalin yapı eksikliğinden kaynaklanan beklenmedik manyetik özellikleridir. Amorf alaşımlar düşük koersiviteye sahiptir çünkü tane sınırlarının olmaması manyetik bölge duvarlarının arasında engelleyici bir yapı olmaması anlamına gelmektedir ve manyeto-kristalin

anizotropi sergilememektedir. Ayrıca genellikle metalik camların akma direnci kristalin alaşımlara göre daha yüksektir. Bu durum eddy-akımı kayıplarının minimize etmeye yardımcı olur çünkü malzeme hızla manyetize ve demanyetize olabilmektedir.

Şekil 4.8’de NASA tarafından yürütülen Genesis uzay aracı diğer yüksek saflıktaki malzemelerle birlikte kütleli metalik cam tabakaları da içermektedir. Bu tabakalar solar rüzgar (Nitrojen ve oksijenin yüksek enerji izotopları) [4,141] toplamak üzere kullanılmaktadır. Metalik camların yüzeyleri özel asit dağlama teknikleriyle eşit bir şekilde çözünmektedir, böylece hapsedilen iyonlar eşit katmanlar halinde salınır. Bu da Genesis’in kompozisyon açısından farklı tabakalarla, hangi malzemenin daha verimli olduğunu test etmesini sağlamaktadır.



Şekil 4.8: (a) GENESIS uzay aracının solar rüzgar parçacıklarını toplamak için açılmış görüntüsü, (b) GENESIS uzay aracının toplayıcı levhalarını gösteren Andy Stone (Jet Propulsion Laboratuvarı) [4].

Metalik camların bütün pozitif özelliklerinin yanında bahsedilmesi gereken bazı negatif özellikleri de bulunmaktadır. Bunlar şu şekilde sıralanabilir; [141]

- Metalik camlar özellikle de boyutlar arttıkça, gevrek şekilde kırılmaya meyillidir. Bu süneklik eksikliği kayma bantlarını belli bölgelerde toplanmasından ileri gelmektedir.
- Yorulma çatlaklarına karşı düşük büyüme direnci göstermektedirler.
- Birçok bilinen alaşıma göre yüksek maliyetlidir.

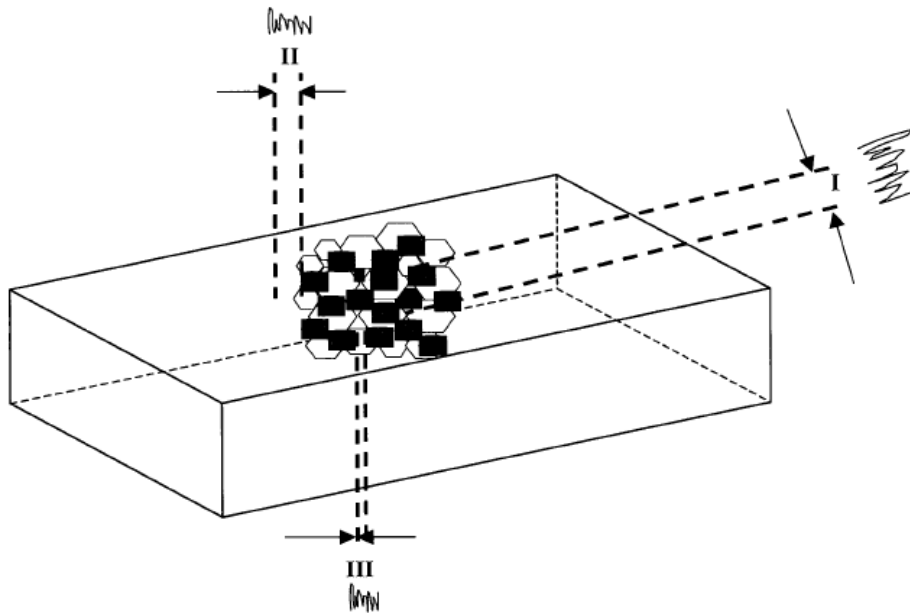
Sünekliği arttırmak için sunulan çözüm yollarından birisi üretim esnasında ya da ısıtma işlemleriyle yapı içinde fazlar yaratılarak kompozit yapı elde edilmesi olmuştur. Diğer bir öneri ise ikincil faz parçalarını metalik camlar birleştirilerek kompozit yapı elde etmektir. Günümüzde daha ucuz malzemelerden kütleli metalik cam üretimiyle ilgili çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmaların iyi sonuçlar vermesi kütleli metalik camların şu anki yüksek teknoloji - özel segment ürünlere yoğunlaşan kullanım aralığından çıkarak günlük kullanıma imkan verecek hale gelmesinin anahtarıdır. Yakın gelecekte bu alandaki bilim ve teknoloji geliştikçe kütleli metalik camların önemi daha iyi anlaşılacak ve daha fazla uygulamada kendine yer bulacaktır [4].

5. KALINTI GERİLME

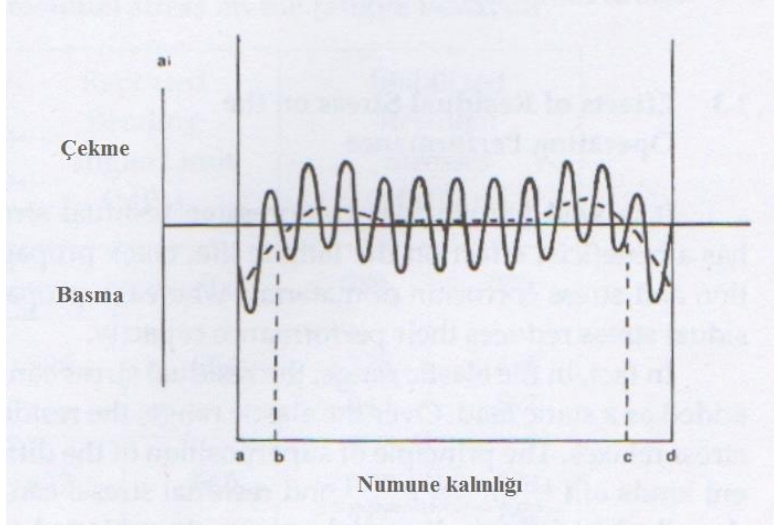
5.1 Giriş

Kalıntı gerilmeler, dışarıdan bir yükleme ya da termal etki olmadan varlığını sürdürmeye devam eden, yapıda kilitli kalmış gerilmelerdir. Bir başka deyişle yapısal bir malzeme ya da parçada, herhangi bir çalışma ya da yükleme durumunda olmadan var olan gerilmelerdir [142].

Genel olarak 3 tip kalıntı gerilmeden bahsetmek mümkündür. İlk tip kalıntı gerilmeler makroskopik ölçeklidir ve büyük bir bölgeye yayılan doğadadırlar. Genelde birkaç taneye ya da daha büyük bir bölgeye yayılmaktadırlar. İkinci tip kalıntı gerilmeler genelde yapısal mikro gerilme olarak adlandırılmaktadırlar ve tek tane ya da bir tanenin belli bir kısmında kendini göstermektedirler. Bu tip gerilmeler farklı fazlar ya da farklı fiziksel karakteristiklerin birleştiği noktalarda ya da inklüzyon bölgelerinde görülebilirler. Üçüncü tip kalıntı gerilmeler ise birkaç atom boyutundadırlar ve bir tanenin sadece çok küçük bir kısmını kaplamaktadırlar. Şekil 5.1’de bu boyutlandırma şematik olarak gösterilirken, Şekil 5.2’de düz çizgi ikinci ve üçüncü tip, kesikli çizgi ise birinci tip kalıntı gerilme davranışını göstermektedir.



Şekil 5.1 : Boyutlarına göre kalıntı gerilme tipleri [153].

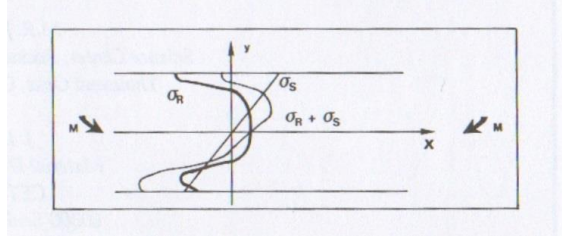


Şekil 5.2 : Kalıntı gerilme tiplerinin çekme ve basma davranışları (düz çizgi ikinci ve üçüncü tip, kesikli çizgi birinci tip kalıntı gerilme davranışını göstermektedir) [143].

Kalıntı gerilmeler herhangi bir mekanik yapıda birçok sebeple var olabilir. Gerçekte, döküm, kaynak, talaşlı imalat, kalıplama, ısıt işlemler, plastik şekil verme gibi bütün imalat prosesleri kalıntı gerilme oluşumuna neden olabilmektedir. Bunun yanında bilyalama ya da yüzey sertleştirme gibi bazı yüzey işlemleri, birden çok malzemeden oluşmuş bir parçada farklı termal genleşmeler oluşması ya da döküm esnasında oluşan büzölmeler gibi durumlar da kalıntı gerilmeye neden olmaktadır.

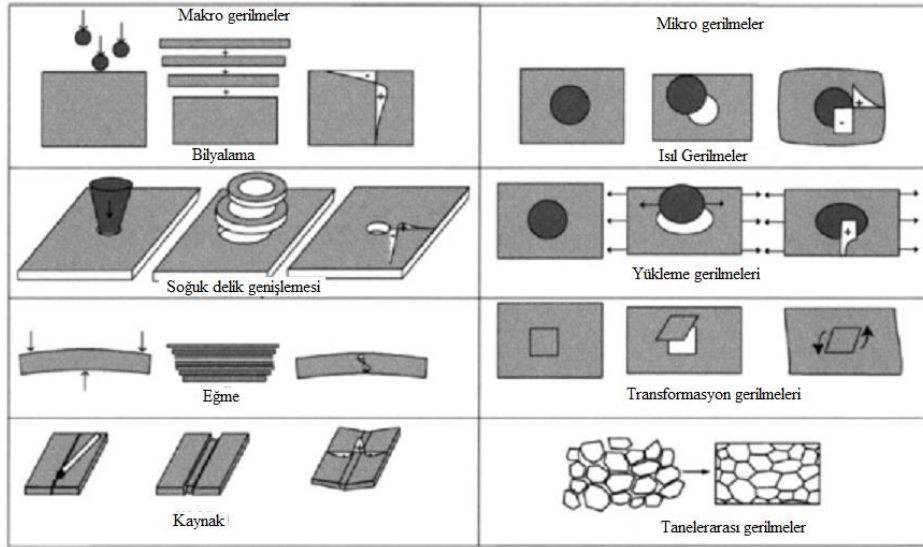
Yapıda kalıntı gerilme varlığı her zaman negatif etki yapmamaktadır. Bunun en güzel örneklerinden biri bisiklet tekerleğidir. Bisiklet jantı oldukça hafif olmasına ve az malzeme içermesine rağmen yapıdaki kalıntı gerilmeler sayesinde gerekli yükü taşıyabilmektedir. Jant telleri radyal bir şekilde dizilmiştir ve tellerin sıkıştırılması, radyal çekme gerilmelerine neden olmaktadır. Teller jant çemberini içe doğru çekmektedir. Başka bir deyişle orta noktada bağlı oldukları yeri dışarı doğru çekmektedirler. Eğer bu ince teller ön yüklemeye maruz bırakılmazlarsa, bisiklet tekerlekleri sürücüsünü taşıyacak desteği sağlamayacaklardır [142].

Yukarıda bahsedildiği gibi bazı durumlarda kalıntı gerilmeler pozitif etkiler yapabilmektedir. Bazı çekmeye çalışılan durumlarda basma kalıntı gerilmeleri pozitif etki yaparak çatlak oluşmasını engelleyebilir ve kullanım süresini uzatabilir. Bunun nedeni süperpozisyon ilkesinin geçerli olmasıdır. Süperpozisyon ilkesine göre, bir parça, çekme yükü altında çalışırken kendisine uygulanan net gerilme, kendisinde statik olarak bulunan kalıntı gerilmeler ve üzerine iş esnasında uygulanan gerilmelerin toplamına eşit olmaktadır. Şekil 5.3’de bunu şematik olarak görebiliriz.



Şekil 5.3 : Kalıntı gerilmeler ve uygulanan gerilmelerin superpozisyon ilkesine dayanarak toplanması [143].

Fakat Şekil 5.3’de görülen basitleştirilmiş diyagramın uygulanması bazı durumlarda kalıntı gerilmelerin serbest kalabilmesi nedeniyle zor olmaktadır. Kalıntı gerilmeler mekanik ya da ısıl enerji verildiğinde serbest kalabilirler. Rahatlama mekanizması birçok etkene bağlıdır. Bahsedilen bu pozitif etkinin tersine durumlar da söz konusu olabilmektedir, örneğin çekme kalıntı gerilmesi olan bir parça çekmeye çalışırsa gerilmelerin toplamı daha da büyük olacak ve hasar oluşumunu kolaylaştıracaktır. Yapılan çalışmalar göstermiştir ki, hasar oluşumunu engellemek için kalıntı gerilmeleri hesaba katmak gerekmektedir. [144-150]. Şekil 5.4’de gerilme türleri görülmektedir.



Şekil 5.4 : Farklı tipteki makro ve mikro kalıntı gerilmeler [151].

5.2 Kalıntı Gerilme Ölçümünün Gerekliği

Kalıntı gerilmelerin bilinmesi önemlidir çünkü;

- Genel olarak yorulma, gerilmeli korozyon, korozyon yorulması ve hidrojen kırılğanlığı sanılan hasarlar kalıntı gerilmeler nedeniyle olabilmektedir.
- Parçanın kullanım ömrü gibi tahminlerin yapılabilmesi.

- Parçanın imalatı esnasında distorsiyona uğramasına neden olabilmektedir.
- Parçaların depoda bekleme süresinde distorsiyona uğramasına neden olabilmektedir.

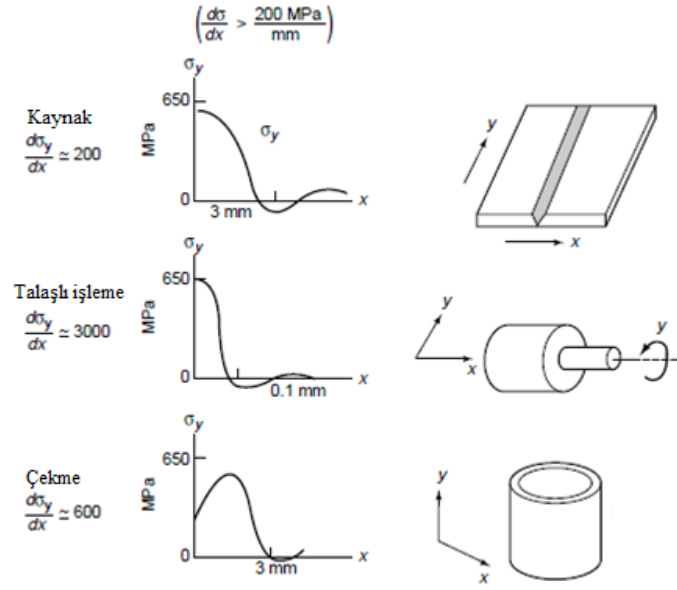
Birçok durumda, tehlike teşkil edecek boyuttaki kalıntı gerilme bölgeleri, imalat prosesinde ya da tamir esnasında oluşmaktadır fakat bazı ağır çalışma koşulları ya da kazalar da kalıntı gerilme bölgelerine neden olabilmektedir [152]. Bazı durumlarda ise kalıntı gerilmelerin sebebi belli değildir ve nedenleri araştırılmaktadır. Bu gibi durumlarda ölçüm tekniği ve noktalarına karar vermek için konusunda uzman insanların yayınları incelenmelidir ve karar buna göre belirlenmelidir.

Kalıntı gerilme ölçümüne dair birçok yöntem önerilmiş olmasına rağmen genel kullanım için kabul edilebilecek olan yöntem sayısı çok daha düşüktür. En genel kullanılabilir, kabul görmüş yöntemler X-ışını kırınımı ve delik delme yöntemidir. Önerilmiş olan bazı yöntemlerde iş parçasının ölçüm düzeneğine götürülmesi gerekmektedir fakat taşınabilir yöntemler de geliştirilmiştir. Şekil 5.5’de taşınabilir X-ışını difraksiyonu ekipmanıyla ölçüm düzeneği görülmektedir. Yinede bazı durumlarda iş parçasından bir parça kesip onun üzerinde ölçüm yapılması daha makul olmaktadır. Bu parça çıkarma işlemi çok dikkatli bir şekilde yapılmalıdır çünkü hatalı parça çıkarma işlemi yeni kalıntı gerilmelerin oluşmasına ya da varolan ve ölçülmek istenen kalıntı gerilmelerin serbest bırakılmasına sebep olabilir.



Şekil 5.5 : Petrol sondaj platformunda taşınabilir X-ışını kırınımı ekipmanlarıyla kalıntı gerilme ölçümü [153].

İmalat esnasında oluşan kalıntı gerilmeler Şekil 5.6’da görüldüğü gibi oldukça dik değişimler göstermektedir. Bu dik değişimler, hasarlı ölçüm yöntemleriyle, X ışını kırınımı ile elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığında birbiriyle örtüşmemektedir. Ruud ve ekibi tarafından yapılan çalışmalar göstermiştir ki delik delme yöntemi ve X ışını kırınımı yöntemi birbiriyle tutarlı sonuçlar vermektedir [153].



Şekil 5.6 : Kalıntı gerilme büyüklüklerinin ve dağılımlarının 650 MPa akma mukavemetine sahip çelik için değişimleri [153].

X ışını kırınımı yöntemiyle saniye mertebelerinde ölçüm yapmak mümkün olabilmektedir. Bu sayede otomatik bir şekilde gerilme haritalaması yapılabilmektedir [154].

5.3 Kalıntı Gerilmelerin Tabiatı

Kalıntı gerilmeler imalat sonucu kaçınılmaz gerilmelerdir. Bu şekilde oluşan kalıntı gerilmeler genelde üniform olmayan bir yapıdadır ve yüksek bir gerilme gradyanine sahiptir. Şekil 5.6, 650 MP akma mukavemetine sahip, tipik çelik için kalıntı gerilme büyüklük ve dağılımlarını göstermektedir. Yüksek gerilme gradyeni sebebiyle bir parçadaki maksimum gerilme noktasını ve büyüklüğünü bulabilmek için birçok ölçüm yapmak gerekebilmektedir.

Kalıntı gerilmelerin üniform olmayan ve yüksek gradyenli gerilmeler olması sebebiyle ya gerilme haritası hakkında önceden fikir sahibi olunması ya da ölçümlerin birden fazla parça için uygulanması uygun olacaktır. Ölçüm yapılmak istenen parça çoğu durumda laboratuvara getirilemeyecek büyüklüklerdedir ya da parçayı yerinden sökmek mantıksız olmaktadır. Uygulama noktasından çıkarılan parçalarda ya da parça kesip çıkarılarak yapılmak istenen ölçümlerde parçanın ölçülmek istenen gerilme değerlerinde farklılıklar olabileceği unutulmamalıdır. Bu gibi durumlarda, delik delme, X ışını kırınımı ve ultrases ile ölçümü gibi taşınabilir ölçüm cihazları olan yöntemler tercih edilmelidir [154-157].

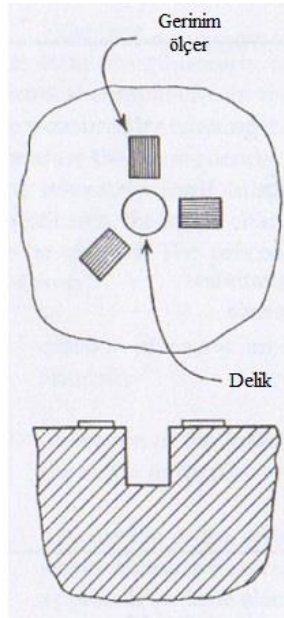
5.4 Kalıntı Gerilmelerin Ölçümü

Kalıntı gerilmelerin ölçümü için birçok yöntem ortaya atılmıştır. Fakat gerilme direkt olarak ölçülebilir bir büyüklük değildir. Kalıntı gerilmelerin belirlenmesi için elastik uzamalar ölçülerek bunlar çeşitli denklemler yardımıyla gerilmelerin hesaplanması için kullanılır.

5.4.1 Delik delme yöntemi

Bu yöntemden ilk defa 1934 tarihinde Mathar bahsetmiştir [158]. Mathar çalışmalarında mekanik uzama ölçerler kullanmıştır fakat daha sonra 1951 senesinde Soete ve Vancrombrugge [159] tarafından günümüzde kullanılan prensipte elektrikli uzama ölçerler kullanılarak yöntemin daha doğru sonuçlar vermesi mümkün olmuştur.

Delik delme yöntemi, çapı ve derinliği genellikle birbirine eşit (genellikle 0,8 – 4 mm arasında değişmektedir), ufak bir delik delinmesi ve bu yöntem için özel olarak üretilmiş uzama ölçer rozetleriyle serbest kalan kalıntı gerilmelerin neden olduğu uzamaların kaydedilmesi ve elde edilen bu verilerin denklemler yardımıyla kalıntı gerilmelerin hesaplanması için kullanılması esasına dayanmaktadır. Şekil 5.7’de delik delme yöntemi şematik olarak görülebilmektedir.



Şekil 5.7 : Delik delme metodunun şematik gösterimi [143].

Bu yöntem sınıflandırma olarak yarı hasarlı yöntem sınıfındadır. Parçadan uzaklaştırılan malzeme miktarı oldukça küçüktür ve çoğu durumda parçanın

kullanımına negatif bir etkisi olmaz. Bu da diğer yöntemlere göre bir avantajdır. Ayrıca yapılan ölçüm oldukça bölgeseldir ve sadece delik bölgesindeki kalıntı gerilme değerlerini vermektedir. Fakat şekil değiştirmelerin büyüklüğü delikten uzaklık değiştikçe değişmektedir (uzaklaşıldıkça azalmaktadır) ve bu da rozet yerleşiminin deliğe olabildiğince yakın yapılmasını gerektirmektedir. Ayrıca ölçülen değerlerin, deliğe olan uzaklığa göre değişmesi merkezlemenin de önemini arttırmaktadır. Yeterince iyi yapılmayan merkezleme sonucu, bir delikte, uzama ölçerlerin ölçtükleri değerlerin birbiriyle bağımsız olmasını, yanlış sonuçlar vermesini sağlayabilir [143].

Bahsedilen bütün bu iyi özellikleriyle delik delme yöntemi en çok kullanılan yöntemdir. Bunun en önemli sebebi yöntemin geniş kullanım olanakları (farklı malzemeler üzerinde kullanılabilir) ve üzerine birçok çalışma yapılarak standardize edilmiş olmasıdır. Bunun yanında bahsedilen negatif özelliklerini ortadan kaldırmaya yönelik özel ekipmanlara ticari olarak ulaşmak mümkündür. Kısaca özetlemek gerekirse bu yöntemin en çok tercih edilen yöntem olmasının sebepleri şunlardır;

- Daha az numune hasarı
- Daha bölgesel ölçüm
- Daha kolay ölçüm prosedürü
- Yöntemin standardize edilmiş olması.
- Geniş literatür.

Yöntemin sınırlayıcı yönleri ise şunlardır;

- Yüksek gerilme gradyanına sahip bölgelerden kaçınılmalı çünkü bu yöntemde delik çapı boyunca sabit gerilme olduğu kabul edilmektedir.
- Gerilmelerin malzemenin akma mukavemetinin $1/3$ 'ünü aşması durumunda bölgesel akmalar görülebileceğinden böyle durumlardan kaçınılmalıdır.
- Parça kalınlığı delik çapının en az 3 katı kadar olmalıdır.
- Delme işlemi esnasında parçada ısınma meydana gelebilmektedir.
- Delinen deliklerin birbirinden uzaklığı en az 8 delik çapı kadar olmalıdır.
- Ölçülmek istenen bölgeler ekipmanların kullanılamayacağı geometrilerde olmamalıdır.

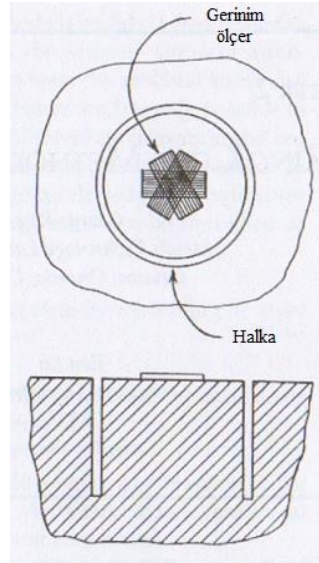
- Uzama ölçerler yapıştırılırken uygulanan yüzey hazırlama işlemleri esnasında dikkat edilmezse kalıntı gerilme değerleri değişkenlik gösterebilir. [160]

Yöntem ASTM E 837 standardı ile standardize edilmiştir [161].

5.4.2 Halka çıkartma yöntemi

Halka çıkartma yöntemi ilk olarak Mildbradt tarafından 1951’de ortaya atılmıştır. Gunnert (1955) ve Hast (1958) tarafından geliştirilerek daha modern hale getirilmiştir [162-164].

Bu yöntem de delik delme yöntemi gibi yarı hasarlı bir yöntemdir. Halka çıkarma yöntemi delik delme yöntemine benzemekle beraber ana prensibi 15-150 mm iç çapında bir bölgenin halka şeklinde delinmesi ve bu şekilde kalıntı gerilmelerin serbest bırakılmasıdır. Bu yöntemde serbest kalan kalıntı gerilmelerin oluşturduğu şekil değişimi, halkanın ortasında kalan bölgeden yapılmaktadır. Şekil 5.8’de halka çıkarma yöntemin şematik olarak verilmektedir.



Şekil 5.8 : Halka çıkarma metodunun şematik gösterimi [143].

Bu yöntemde delinen halkanın derinliği, iç çapının %25-150’si arasında seçilmektedir. Halka çıkarma yöntemi, delik delme yöntemine göre oldukça hassastır çünkü yüzeydeki kalıntı gerilmelerin neredeyse tamamının serbest bırakılması söz konusudur. Bu yöntemde de uzama ölçerlere olan uzaklık oldukça hassas olarak eşit tutulmalıdır yoksa elde edilen veriler gerçekçi olmayacaktır.

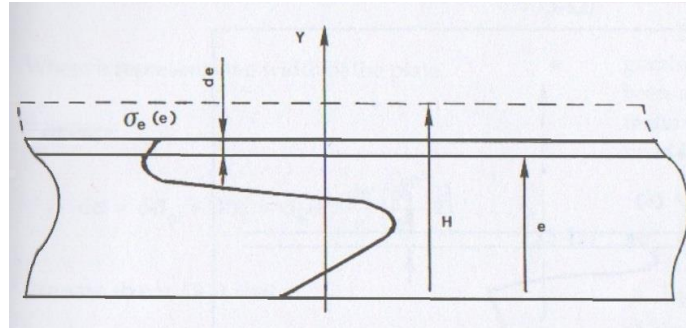
Halka çıkarma yönteminde oluşturulan halka çok daha büyüktür be bu da daha fazla kalıntı gerilmenin serbest bırakılması anlamına gelmekle beraber ölçümün daha geniş

bir bölgeye yayılması anlamına da gelmektedir. Bu yöntemin en büyük dezavantajı, delme işleminin yapılabilmesi için uzama ölçerlerin ölçüm cihazından sökülmesi gerekliliğidir. Bu yöntem daha çok büyük parçalarda yapılacak ölçümlerde tercih edilmektedir [143]. Delik delme yöntemindeki sınırlayıcı etmenler bu yöntem için de geçerlidir [153].

5.4.3 Tabaka kaldırma yöntemi

Bu yöntemin prensibi, kalıntı gerilmeler içeren düzlemsel bir parçanın iç moment ve kuvvetlerinin dengesini etkilemeyecek şekilde deforme edilmesine dayanmaktadır. Deformasyon sonucu kaldırılan tabakayla beraber belli bir şekil değişimi olmaktadır ve bu şekil değişimi de bize kalıntı gerilmeler hakkında fikir vermektedir.

Bu yöntem Şekil 5.9'da şematik olarak gösterilmektedir. Burada H ile parça kalınlığı, $(H - e)$ ile kaldırılan tabaka kalınlığı ve d_e de serbest kalan kalıntı gerilmelerin neden olduğu şekil değişimini ifade etmektedir. Yüzeyde varolan kalıntı gerilmelerin serbest bırakılmasıyla, iç kuvvetlerin eşitliği bozulmaktadır ve şekil değişimi bunu tekrar dengelemeye yönelik oluşmaktadır.



Şekil 5.9 : Tabaka kaldırma esnasında kalıntı gerilmelerin dağılımı [143].

Deneyde ölçülmesi gereken değişim sadece parça kalınlığı olduğundan, bu ölçümü μm boyutunda yapabilecek bir ölçüm aleti ve düzgün bir şekilde tabaka kaldırmayı sağlayacak ekipman yöntemin uygulanması için yeterli olacaktır. Bu yöntemde tabaka kaldırma işlemi genellikle kimyasal yöntemlerle gerçekleştirilmektedir.

Yöntemde numune ne kadar inceyse ölçüm de o kadar hassas olmaktadır. Fakat numune üzerinde yapılacak işlemler kalıntı gerilmeleri etkileyebileceğinden numune inceltilmeye çalışılmamalıdır.

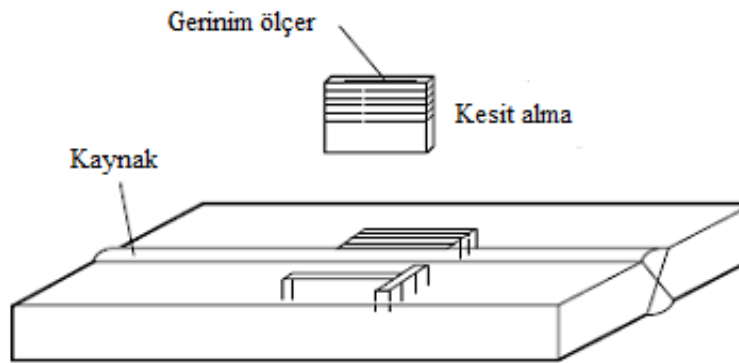
Bu yöntem özellikle yüzey kaplamalarıyla ilgili ölçümler için uygundur, sadece yüksek doğrulukta sonuçlar vermekle kalmaz farklı yüzey kaplama parametrelerinin

etkilerinin incelenmesine de olanak verir. Yöntemin dezavantajı ise bir çok noktadan ölçüm alınması gerekliliği ve bilgisayarla yapılması gereken hesaplamalarıdır.

5.4.4 Kesit alma yöntemi

Bu yöntem ilk olarak çubuk şeklindeki parçaların, uzunlamasına kalıntı gerilmelerinin tespit edilmesi amacıyla 1911 yılında Heyn ve Bauer tarafından ortaya atılmıştır [165]. Heyn ve Bauer yaptıkları çalışmalarda çubuğun dış çapının küçültülmesi durumunda boyunda oluşan değişiklikleri incelenmiştir. Daha sonra Mesgner 1919’da bu yöntemi aksisimetrik gerilme bölgelerine uyarlamıştır. 1927 senesinde ise Sachs kalın silindir teorisini bu yöntemle bağdaştırmıştır [143].

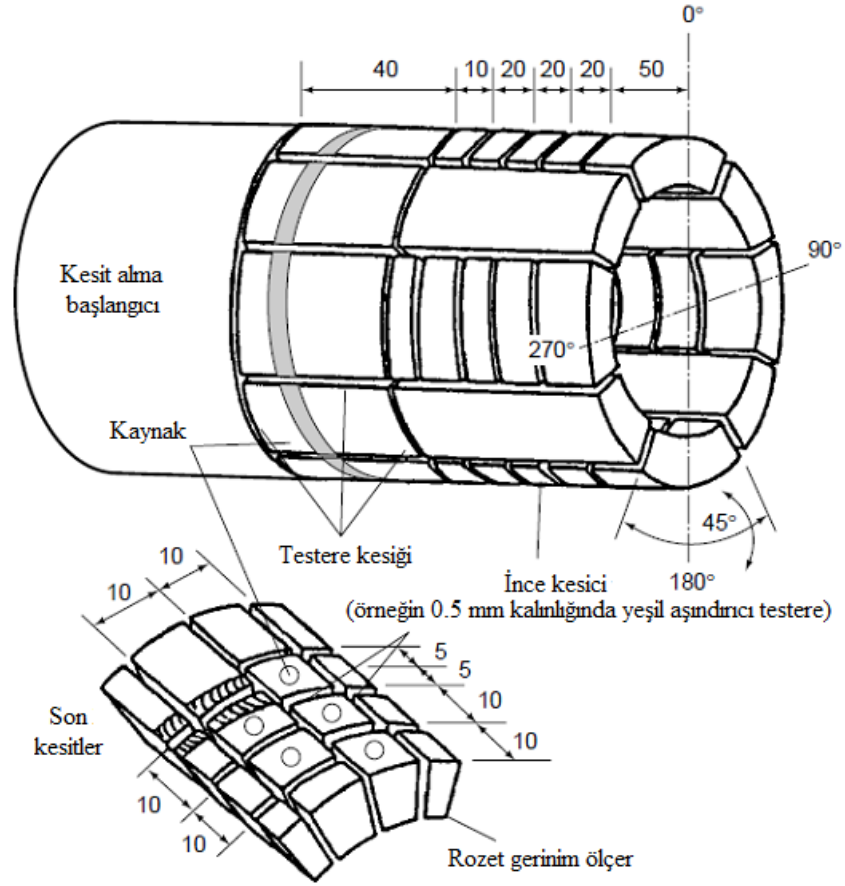
Bu yöntem temelde kalıntı gerilmelerin serbest bırakılmasına dayanmaktadır. Yöntem üzerine uzama ölçer yapıştırılmış dar bir blok parçanın, bir tabakadan kesilerek çıkartılması, çıkartılan parçanın da alt ve üst kısımlarında uzama ölçer yapıştırılmış halde ortadan ikiye kesilmesi, daha sonrasında bu parçaların da uzama ölçerden uzak kalan yüzeylerinden uzama ölçerlere doğru devam edecek şekilde tabaka tabaka kesilmesi şeklinde uygulanmaktadır. Bu işlem yarım blok parçasının kalınlığı 0,25mm’ye düşene kadar devam ettirilir. Kalınlık 0,25 mm’ye ulaştığında işlem durdurulur ve uzama ölçerler sökülüp en az iki noktadan x ışını yardımıyla yüzey gerilemeleri ölçülür. Bu durum Şekil 5.10’da şematik olarak gösterilmektedir [153].



Şekil 5.10 : Kaynaklanmış çelik levhadan kesit alma yöntemiyle parça çıkartılması [153].

Bu yöntemin borular için farklı bir uygulama çeşidi daha vardır ki bu da Şekil 5.11’de görülebilmektedir. Borularda üç boyutludan çok düzlemsel şekil değişimi olmaktadır. Bu nedenle kesitler bu gerilmeleri serbest bırakmaya yönelik şekilde alınmaktadır. Kesit alma işlemine geçilmeden önce, boru üzerinde kesilecek yerler

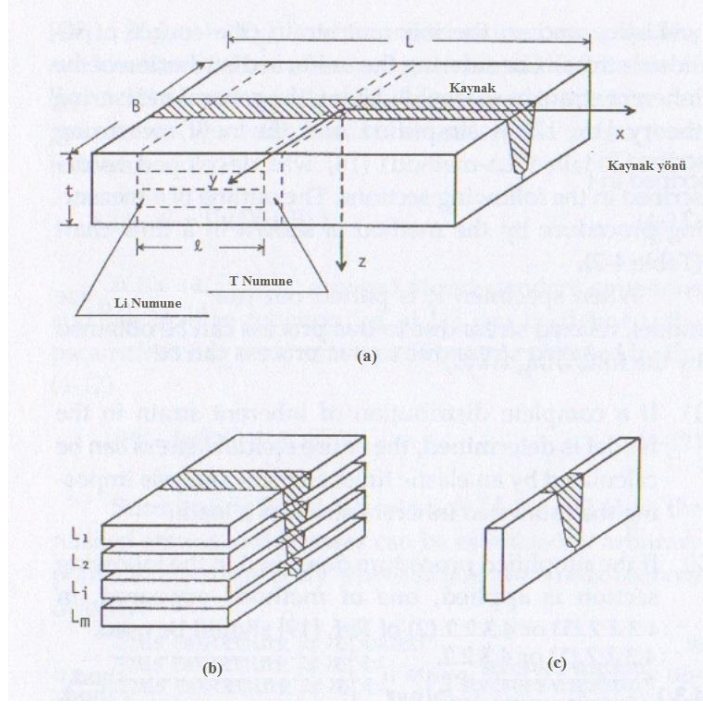
belirlenip elde edilecek parçaların ortasına, kesme işleminden önce gerinim ölçerler yapıştırılmalıdır.



Şekil 5.11 : Çevresinden kaynak geçen borunun gerinim ölçerler yardımıyla kesitler alınarak kalıntı gerilmelerinin ölçümü [153].

Gelişen dünyada sonlu elemanlar analizlerinin de yardımıyla yöntem daha doğru sonuçlar almaya başlamıştır. Her ne kadar sonlu elemanlar analizleri sayesinde daha doğru sonuçlar alınabilse de hala ölçüm hataları söz konusu olabilmektedir.

Kesit alma yöntemi daha sonra Ueda ve Fukuda tarafından geliştirilerek 1975 yılında kalın kaynaklı parçalarda, boru ve silindirlerde ölçüm yapabilecek hale getirilmiştir [166]. Bu yöntemde ölçüm prensibi dış etkenlere maruz bırakılmayan bir parçanın ‘içsel uzama’ adı verilen uzamaların ölçülmesiyle hesaplanması söz konusudur. İçsel uzamaya örnek vermek gerekirse; bir çubuğun sadece belli bir kısmına ısı verilerek ısı gerilmeler yaratılması durumunda buralarda oluşan ısıl uzamalara içsel uzamalar denmektedir. Bu konuda daha geniş bilgiler [167-171] kaynaklarından elde edilebilir. İçsel gerilmelere sahip bir parça, yeni plastik uzamalara neden olmadan kesilirse, gerilmeler serbest kalır ve bu uzamalar ölçülerek hesaplamaları yapılabilir. Bu yöntemin şematik olarak gösterimi Şekil 5.12’de görülebilmektedir.



Şekil 5.12 : Kesit alma yöntemi örneği [143].

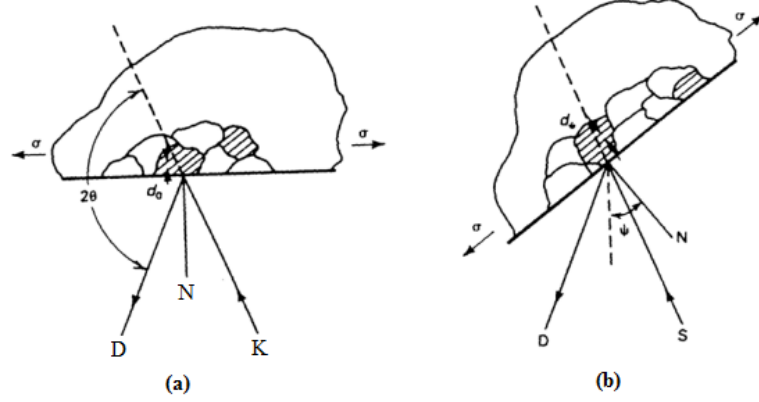
5.4.5 X-ışını kırınımı yöntemi

Bu yöntemi diğer kalıntı gerilme ölçüm yöntemlerinden ayıran özelliği hasarsız bir yöntem olmasıdır. Bu yöntem özellikle yorulma ömrü hesabı yapılmak istenen iş parçalarında tercih edilmektedir. X-ışını kırınımı yöntemi ile kalıntı gerilme hesaplanırken yapılan ölçümler oldukça bölgesel ve gerçek zamanlı olmaktadır.

Yöntem ilk olarak 1925 yılında Lester ve Aborn tarafından önerilmiş olsa da Sachs ve Weerts tarafından yapılan çalışmalarla, diğer yöntemlerle yarışabilecek hale gelmiştir. Günümüzde makroskobik gerilmeler ve kristal kafeslerin deformasyonu arasındaki bağı daha net anlaşılmasıyla bu yöntemde de büyük bir yol katedilmiştir. Bunun yanında X-ışını teknolojisi de o günlerden bu yana büyük gelişmeler göstermiştir ve uzuma ölçerle yarışabilecek hale gelmiştir [143].

X-ışını kırınımı yönteminin prensibi şu şekilde açıklanabilir; x-ışını katı bir malzemeye gönderildiğinde, katının içinde varolan atomlar nedeniyle saçılır. Mükemmel bir kristalin malzemede atomlar düzgün ve kendini tekrar eden bir şekilde dizilmişlerdir ve bu düzen sayesinde saçılan ışınlar da görülür ışıklara benzer bir optik kırınım paterni oluştururlar. Bu durum şematik olarak Şekil 5.13’de verilmektedir. Bütün bunlara dayanarak x-ışını kırınımı yönteminin, malzemenin iç yapısıyla yakından ilişkili olduğu söylenebilir [143]. Bu yöntemde, metalin gerilme altındayken (iç gerilmeler ya da dışarıdan uygulanan yüklemeler nedeniyle) oluşan

elastik uzamaların, metalik kristal yapıdaki atomik düzlemlerin uzaklıklarının değişime uğramasına neden olması bilgisinden faydalanır. Böylece malzemedeki toplam gerilmeye ulaşılabilir [153].



Şekil 5.13 : X-ışını kırınımı yönteminde gelen ve yansıyan ışının şematik gösterimi [153].

Burada N numunenin normal açısı, K x-ışını kaynağı ve D ise yansıyan ışını algılayan dedektördür. Bu yöntem daha çok laboratuvar şartlarında uygulanmakla beraber 80'li yıllardan beri sahada ölçüm yapılabilmesini sağlayacak ekipmanların geliştirilmesi için çalışmalar devam etmektedir. Ruud tarafından yayınlanmış çalışmada x ışını kırınımı ekipmanlarıyla ilgili geniş bilgi bulunmaktadır [172]. Şekil 5.14'de günümüzde kullanılan portatif bir cihaz örneği görülmektedir. Şekil 5.14'de görülmekte olan ölçüm aleti Ruud-Barrett pozisyona hassas ışına dedektörü içermektedir ve gerekli durumlarda 100 mm çapındaki yerlerde iç ölçümler almaya da uygundur.



Şekil 5.14 : Minyatür X-ışını kırınımı ölçüm aleti (tek açılı ölçüm yöntemi için) [173].

Bu yöntemin en büyük dezavantajı malzemenin karmaşık mikroyapısının bilinmesi gerekliliğidir. Ayrıca elde edilen verilerin okunması ve değerlendirilmesi nispeten daha karmaşıktır. Bunlara ek olarak x-ışını kırınımı yöntemi yüzeysel gerilmelerin hesaplanmasıyla sınırlanmış bir yöntemdir, sadece 0,025 mm derinliğe kadar ölçüm alınabilmektedir fakat buna rağmen en çok kullanılan hasarsız kalıntı gerilme ölçüm

teknikidir çünkü bu yöntem bulunduğu tarihten beri binlerce mühendis ve bilim adamı tarafından yapılan çalışmalarla dökümanite edilmiştir. Yapılan en kapsamlı ve en eski çalışmalardan biri 1960'larda Bolstad ve ekibi tarafından Boeing uçağı üzerinde yapılan çalışmadır [174].

5.4.6 Nötron kırınımı yöntemi

Bu yöntem de x-ışını kırınımı yöntemi gibi kristalografik düzlemler arasındaki mesafeyi ölçmektedir ki bu mesafe gerilmelerin etkisi altında değişim göstermektedir [145]. Fakat nötronların mühendislik malzemelerine penetrasyonu ile deneysel uygulamalar farklılaşmaktadır. Bu özelliğı nedeniyle daha iç bölgelerdeki kalıntı gerilmelerin ölçülmesi için daha uygun bir yöntem olmaktadır. X-ışını kırınımı yüzeyden birkaç mikron içeriye kadar olan bölgede etkili olmaktadır [143]. Bahsedilen düzlemler arası mesafeye ϕ , nötron radyasyonunun geliş açısına θ , ve dalga boyuna λ dersek;

$$\lambda = 2d \sin\theta \quad (5.1)$$

olarak Bragg yasası tanımlanmıştır. Geliş açısı düzlemlerarası mesafeyle bağlantılıdır. Bu yasayı elastik uzamaya bağlarsak;

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} = \frac{\sin \theta_0}{\sin \theta - \sin \theta_0} \quad (5.2)$$

Burada d_0 gerilmesiz kristalografik düzlemlerarası mesafe değeridir. Bu bağlantı yardımıyla kalıntı gerilmeler hesaplanabilmektedir. Bu da belli bir hataya sahip olmaktadır çünkü ölçüm yapılan nokta için bahsedilen d_0 değeri tam anlamıyla bilinmemektedir. Bu da belli bir hataya sebep olmaktadır. Ayrıca işlem için nükleer reaktör gerekmektedir ki bu da oldukça maliyetlidir.

5.4.7 Ultrasonik yöntemler

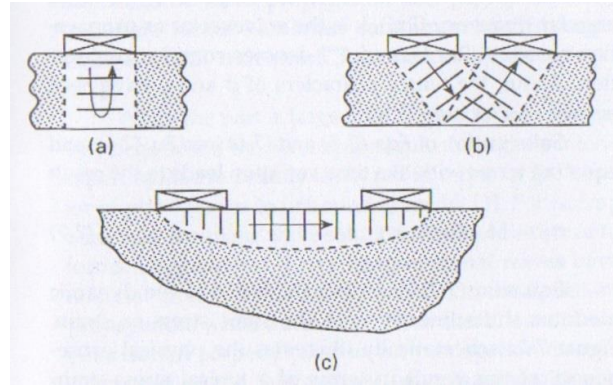
Ultrasonik yöntemler temelde dalga hızlarından yararlanılarak gerilmelerin ölçülmesi işlemine dayanmaktadır. Bu ilişki aşağıdaki gibi açıklanabilir;

$$V = V_0 + K\sigma \quad (5.3)$$

Burada V_0 ilk hız, σ gerilme, K malzemeye bağlı akustik elastik katsayıdır. Şekil 5.15'de farklı deney düzenekleri görülebilmektedir. Şekil 5.15 (a) ve Şekil 5.15 (b)'de görülmekte olan tekniklerle malzemenin bütün kalınlığındaki gerilmelerle

ilgili bilgi edinilebilir. Şekil 5.15 (c)'deki düzeneikle ise yüzeye yakın bölgede bir ölçüm söz konusu olmaktadır. Ölçüm alınan tabakanın derinliği dalga boyuna bağlıdır.

Bu yöntemin diğer avantajları ekipmanın kullanımının kolay, taşınabilir, nispeten ucuz ve radyasyon hasarı vermeyecek şekilde olmasıdır. Dezavantajları ise düşük boyutsal çözünürlük vermesi, mikroyapısal ve sıcaklık değişimlerine karşı duyarlılığıdır.



Şekil 5.15 : (a) Kalınlık boyunca ölçüm yöntemi, (b) Eğimli kalınlık boyunca ölçüm yöntemi, (c) Yüzey ölçüm yöntemi [143].

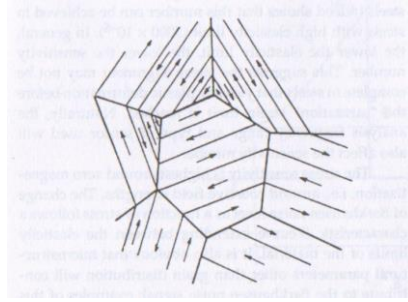
5.4.8 Manyetik yöntemler

Ferromanyetik malzemeler için mıknatıslama ve elastik uzamalar arasında bir bağ olduğu uzun süredir bilinmektedir. Deneyler göstermektedir ki çelik bir tel mıknatıslandığında, mıknatıslama yönünde bir uzama göstermektedir. Bu olay mıknatıssal büzülme nedeniyle oluşmaktadır. Kafes yapısındaki uzamalar en kolay kristalografik doğrultuda yaşanmaktadır.

5.4.8.1 Barkhausen parazit yöntemi

Bu yöntem 1919 senesinde Barkhausen tarafından ferromanyetik bölgelerin keşfedilmesi ile ortaya atılabilmektedir. Ferromanyetik malzemeler mikroskobik, manyetik açıdan düzenli domenlerden oluşmaktadır. Her domenin belli bir “kolay doğrultusu” vardır. Çok kristalli yapıdaki domenler Şekil 5.16’da görülebilmektedir. Bir parçanın manyetizasyonu, içindeki bütün domenlerin manyetizasyonunun ortalamasına eşittir. Böyle bir yapıya manyetik alan ya da mekanik gerilme uygulanması bölgelerdeki dipollerin ya da domen duvarlarının yer değiştirmesiyle sonuçlanır. Eğer iletken telden yapılmış bir bobin, bu değişim esnasında yakında olursa, bobinde bir elektrik sinyali olduğu gözlenmiştir. Bu gözlem Barkhausen

tarafından yapılmıştır [175]. Oluşan elektrik sinyalleri toplandığında parazit benzeri bir sinyal elde edilir ve buna da Barkhausen parazit sinyali adı verilir.



Şekil 5.16 : Çok kristalli yapıdaki domenlerin şematik olarak gösterimi [143].

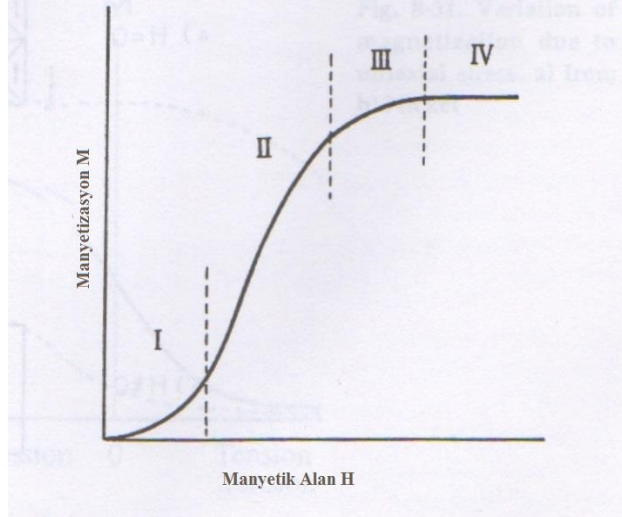
Domen duvarlarının hareketi, buna bağlı olarak da Barkhausen sinyali, malzeme mikroyapısında bulunan gerilmelere bağlıdır. Düzgün kalibre edildiği sürece, bu yöntem, hızlı, hasarsız bir ölçüm yöntemi olmaktadır. Yöntemin doğruluğu yüzey ve mikroyapısal parametrelerin çok iyi bilinmesiyle artmaktadır. Şekil 5.17’de Barkhausen yönteminde kullanılan ölçüm cihazı görülebilmektedir.



Şekil 5.17 : Barkhausen parazit yöntemi ölçüm cihazı [176].

5.4.8.2 Mıknatıssal büzülme yöntemi

Bu yöntemle ilgili sistematik çalışmalar Ship Research Institute of Japan’da gerçekleştirilmiştir. Fakat çalışmalar Japonca yayınlandığı için diğer ülkelere incelenememiştir [136]. Belli bir ferromanyetik parçanın mıknatıslanması ile ilgili grafik Şekil 5.18’de görülebilmektedir. Bu eğri 4 bölümden oluşmaktadır. Bölüm I’de sadece hareketli manyetik bölge duvarları hareket etmekte ve mıknatıslanmaktadır. Bölüm II’de mıknatıslanma hızla artış göstermektedir. Bölüm III’de duvar hareketleri bitmiş ve manyetik momentler, mıknatıslanma doğrultusuna dönmüştür. IV. bölümde ise bütün manyetik momentler aynı doğrultuda yönlenmiştir ve bu nedenle manyetik bölgeler yok olmuştur.



Şekil 5.18 : Ferromanyetik parçada manyetizasyon eğrisi [143].

5.4.9 Kalıntı gerilme ölçüm yöntemlerinin karşılaştırılması

Kalıntı gerilme ölçümü yapılacağı kararlaştırıldıktan sonra, daha önceki bölümlerde anlatılan farklı ölçüm yöntemlerinin hangisinin seçileceği konusu oldukça önemlidir. Bütün problemleri çözebilen ve her durum için kabul edilebilir bir teknik yoktur. Fakat uygulama yapılmak istenen malzeme ve ortama göre en uygun yöntemi seçmek mantıklı olacaktır. Bu kararın verilebilmesi için öncelikle aşağıdaki parametrelerin belirlenmesi gerekir;

1. Kalıntı gerilmelerin tipi (makro ölçekli mi mikro ölçekli mi?)
2. Kalıntı gerilme gradyeni (yüzeyden içeri girildikçe değişim)
3. Parça geometrisi ve ölçüm yapılacak alan ve yüzey özellikleri
4. Ölçüm yeri (laboratuvar koşulları mı yoksa uygulama yerinde mi?)
5. Ölçüm yönteminin hasarlı olup olmayacağı
6. Ölçüm hızı (test süresi)
7. Yöntemin kesinliği ve tekrarlanabilirliği
8. Maliyet (gerekli ekipman ve ölçüm maliyeti)

Mekanik gerilme rahatlama yöntemleri (delik delme, tabaka kaldırma vs.) genellikle 1. tip kalıntı gerilmelerin hesaplanması için tercih edilmektedir ve hasarsız olarak gerçekleştirilemezler.

Nötron kırınımı yöntemi, nötron kaynağına ihtiyaç duymaktadır ki bu da oldukça pahalı bir ekipmandır. Bu gibi bir yöntemi endüstriyel problemler için kullanmak

mantıklı olmayacaktır. Fakat katma değeri yüksek, örneğin yeni bir ürün geliştirilmesi gibi durumlarda kullanımı mantıklı olabilmektedir.

Bu durumda geriye üç adet hasarsız yöntem kalmaktadır; x-ışını kırınımı, ultrasonik ve manyetik yöntemler. Bu yöntemlerin üçü de mikroyapıya oldukça hassastır. Kalibrasyon iyi yapılmadığı takdirde bu yöntemlerden alınacak ölçümler pek gerçekçi olmayacaktır ve sadece malzemelerin karşılaştırılması için kullanılabilir düzeyde olacaklardır. Bahsedilen hasarsız yöntemlerden en geniş kullanıma sahip olanı x-ışını kırınımı yöntemidir ve bu yöntem hasar söz konusu olmadığı takdirde sadece yüzeysel kalıntı gerilmelerin hesaplanabilmesine imkan vermektedir.

Kalıntı gerilmelerin ölçülmesi ihtiyacı gün geçtikçe artmaktadır. Endüstriyel olarak üretilen birçok ürün için (krank milleri, valfler, otomobil endüstrisindeki dişliler, motor parçaları, kompresör bıçakları, uçak parçaları, bazı borular, nükleer endüstrisi...) kullanım ömrü hesapları hayati önem taşımaktadır ve kalıntı gerilmeler ömür hesabı yapılırken gözardı edilmemelidir. Çizelge 5.1 ve Çizelge 5.2’de yöntemlerin karşılaştırılmaları görülmektedir.

Çizelge 5.1 : Farklı tekniklerin genel karşılaştırılması [143].

YÖNTEM	DELİK DELME	KESİT ALMA	X-IŞINI KIRINIMI	NÖTRON KIRINIMI	ULTRASONİK YÖNTEMLER	MANYETİK YÖNTEMLER
TEMEL HİPOTEZ	Delik yüzeyindeki çift eksenli uniform gerilmeler	3 boyutlu gerilme alanları	İzotropik, homojen, ince taneli, polikristalin malzemeler	İzotropik, homojen, polikristalin malzeme	İzotropik, homojen malzeme, homojen gerilmeler	Ferromanyetik malzemeler
KALINTI GERİLME TİPİ	1. tip	1. Tip	1. ve 2. ya da 3. Tip	1. ve 2. Tip	1.-2.-3. Tip	1.-2.-3. Tip
ÖLÇÜLEN PARAMETRELER	Yüzeyde oluşan uzamalar ya da yer değişimleri	Yüzeyde oluşan uzamalar ya da yer değişimleri	Polikristalin malzemelerde düzlemlerarası boşlukların değişimi	Polikristalin malzemelerde düzlemlerarası boşlukların değişimi	Ultrasonik dalga hızındaki değişimler	Barkhausen sinyali ya da manyetik geçirgenlik
MİNİMUM YÜZEY GEREKSİNİMİ	0,5 mm ²	100 mm ²	0,5 mm ²	4 mm ³	0,1 - 30 mm ²	1- 100 mm ²

Çizelge 5.1 (Devam) : Farklı tekniklerin genel karşılaştırılması [143].

YÖNTEM	DELİK DELME	KESİT ALMA	X-IŞINI KIRINIMI	NÖTRON KIRINIMI	ULTRASONİK YÖNTEMLER	MANYETİK YÖNTEMLER
EKİPMAN MALİYETİ (\$)	10.000 - 50.000	15.000	100.000 - 200.000	Milyon mertebesinde	40.000 - 200.000	10.000 - 60.000
HASSASLIK	± 20 Mpa	± 10 Mpa	± 20 Mpa	± 30 Mpa	± 10 - 20 Mpa	± 10 - 20 Mpa
TEK ÖLÇÜM SÜRESİ	40 dk	40 dk	20 dk	2 saat	Birkaç dakika	Anında
MUAYENE DERİNLİĞİ	0,02 - 15 mm	1mm üzerinde	1-50 µm (hasarsız)	2 - 50 mm	0,015 - 3 mm ya da parça kalınlığı	0,1 - 1 mm

Çizelge 5.2 : Malzeme ve geometrik sınırlamalar açısından yöntemlerin karşılaştırılması.

YÖNTEM	DELİK DELME HALKA ÇIKARMA	KESİT ALMA	X-IŞINI KIRINIMI	NÖTRON KIRINIMI	ULTRASONİK YÖNTEMLER	MANYETİK YÖNTEMLER
Büyük taneli yapının sorun olması	Olmaz	Olmaz	Olur	Olmaz	Olur	Olur
Uzama sertleşmesine hassaslık	Düşük	Düşük	Yüksek	Orta	Yüksek	Yüksek
Çok fazlı malzemeler	Bütün fazlarda asal gerilmeler	Bütün fazlarda asal gerilmeler	Yeterince büyük her fazda gerilmeler	Yeterince büyük her fazda gerilmeler	Bütün fazlarda asal gerilmeler	Bütün ferromanyetik fazlarda asal gerilmeler
Amorf malzemeler	Uygun	Uygun	Uygun değil	Uygun değil	Uygun	Ferromanyetik fazlar için uygun
Düşük eğrilik çapı olan yüzeyde	r > 5 mm olmalı	Uygun değil	r > 0,5 mm olmalı	Yüzeyden uygun	Uygun sensör olmalı	r > 5 mm olmalı

Çizelge 5.2 (devam) : Malzeme ve geometrik sınırlamalar açısından yöntemlerin karşılaştırılması [143].

YÖNTEM	DELİK DELME HALKA ÇIKARMA	KESİT ALMA	X-IŞINI KİRİNİMİ	NÖTRON KİRİNİMİ	ULTRASONİK YÖNTEMLER	MANYETİK YÖNTEMLER
Kaynaklı yapılar	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun
Kaplama ölçümü (kaplama kalınlığı)	> 50 µm	> 2 mm	Bütün kalınlıklarda	> 2 mm	0,1 - 3 mm (porozite olmamalı)	0,01 - 1 mm
Polimer	Uygun	Uygun	Uygun (kristalinse)	Uygun (kristalinse)	Uygun değil	Uygun değil
Titanyum alaşımları	Uygun	Uygun	β fazı sorun yaratmaktadır	Uygun	Uygun	Uygun değil
Kompozitler	Uygun	Uygun değil	Matris kristalinse uygun	Matris kristalinse uygun	Uygun değil	Matris ferromanyetikse
Talaşlı işlem görmüş parçalar	Uygun	Uygun değil	Uygun	Uygun değil	Uygun	Uygun
Mekanik yüzey sertleşmesi yapılmış parçalar	Uygun	Uygun değil	Uygun	Uygun değil	> 2 mm ise uygun	Uygun
Termomekanik ısıtıl işlem görmüş parçalar	Uygun	Uygun değil	Uygun	Uygun değil	Yüzey gerilmeleri için uygun değil	Uygun

6. DENEYSEL ÇALIŞMA

6.1 Delik Delme Yöntemiyle Kalıntı Gerilme Ölçümü

6.1.1 İş parçası ve özellikleri

Daire şeklindeki, emme döküm yöntemiyle üretilmiş kütleli metalik cam malzemenin delik delme yöntemiyle kalıntı gerilmelerinin 5 noktadan ölçülmesi ve bölgesel olarak karşılaştırılması amacıyla yapılan bu çalışmada 44 mm çapında ve 3 mm kalınlığında, $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) bileşimine sahip Zr-bazlı kütleli metalik cam malzeme kullanılmıştır. Bu numune deneyler esnasında üretilmemiş, numune olarak Caltech'den edinilmiştir. Zr-bazlı kütleli metalik camın mekanik ve ısı özellikleri Çizelge 6.1'de görülebilmektedir;

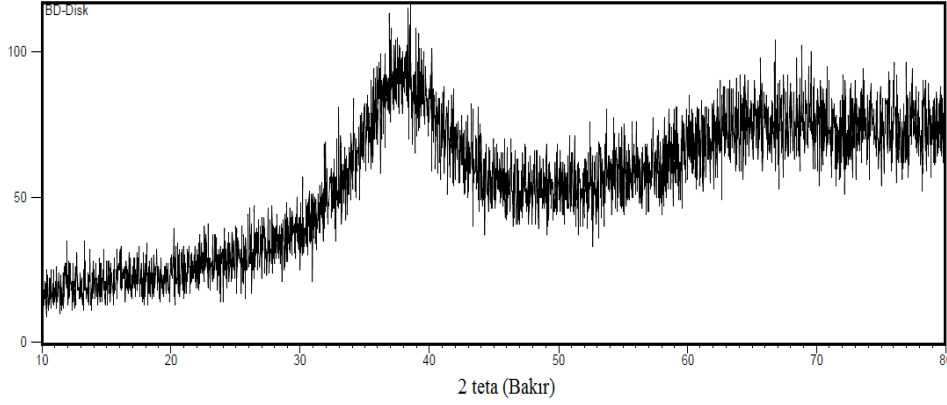
Çizelge 6.1 : $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ bileşimine sahip Zr-bazlı kütleli metalik cam malzemenin mekanik ve ısı özellikleri [138].

Elastisite Modülü (GPa)	Poisson oranı (ν)	Çekme Dayanımı (MPa)	Kopma Uzaması (%)	Kırılma Tokluğu (MPa*m ^{1/2})	Sertlik (HRA)	Pekleşme Üsteli
96	0,36	1900	2	40-55	77	~0

Bu çalışmada kullanılan Zr-bazlı kütleli metalik cam numunesi Şekil 6.1'de görülebilmektedir. 44 mm çapında ve 3 mm'de kalınlığındaki kütleli metalik cam numune üzerinde kalıntı gerilme testleri uygulanmıştır. Numunenin karakterizasyonu için x-ışını kırınımı testi uygulanmış ve numunenin amorf yapıda olduğu teyit edilmiştir.



Şekil 6.1 : Zr-bazlı metalik cam numune.



Şekil 6.2 : Kalıntı gerilme numunesi x-ışını kırınımı test sonucu.

Deneylere başlamadan önce yapılması gereken ilk adım metalik cam malzeme için uygun kalıntı gerilme yöntemini bulmaktır. Bu konuda seçim yapılırken genel olarak kabul görmüş kalıntı gerilme ölçüm yöntemleri incelenmiş ve literatür yardımıyla amorf yapıda olan bu malzeme için delik delme yönteminin uygun olacağına karar verilmiştir. Kalıntı gerilme ölçümü için en yaygın kullanılan, literatür açısından zengin ve standartize edilmiş olan iki yöntem üzerinde durulmuştur ki bunlar tahribatsız x-ışını kırınımı yöntemi ve yarı tahribatlı delik delme yöntemleridir. Bu noktada numunenin iç yapısı sebebiyle x-ışını kırınımı yöntemiyle ölçüm almak mümkün olmadığından delik delme yönteminde karar kılınmıştır.

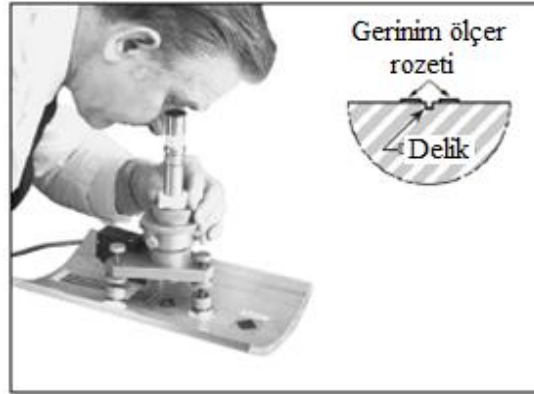
6.1.2 Kalıntı gerilme ölçüm düzeneği

Bu çalışmada döküm yöntemiyle üretilmiş kütleli metalik cam malzemenin herhangi bir işleme tabi tutulmadan, imalat prosesinin neden olduğu kalıntı gerilmelerin yüzey boyunca değişim gösterip göstermediğinin belirlenmesi amaç edinilmiştir.

Bu yöntem en yaygın kullanılan, modern, rahatlatma temelli kalıntı gerilme ölçme yöntemidir. Şekil 6.3’de yöntem şematik olarak gösterilmektedir [180]. Bu yöntemin ana prensibi kalıntı gerilme ölçülmek istenen yüzeye rozet uzama ölçer yapıştırılması, uzama ölçerin merkezinde bir delik delinmesi ve şekil değişimini ölçerek bu verilerden kalıntı gerilme değerinin çeşitli eşitlikler yardımıyla hesaplanmasıdır.

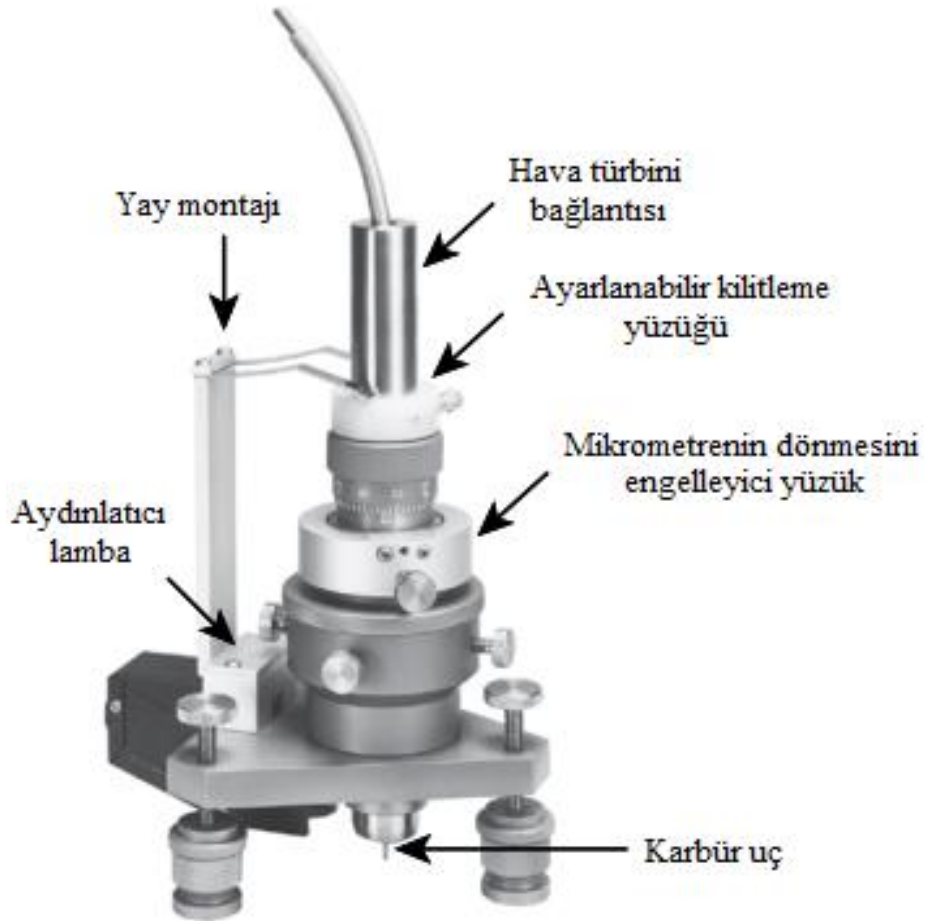
Delik delme yöntemi nispeten basit bir yöntemdir ve ASTM E837 standardı ile standartlaştırılmıştır. Ticari olarak satın alınabilir ekipmanlarla ve standartta verilen bilgilere uyulması koşuluyla bu teknik rutin olarak uygulanabilir. Delik delme

yöntemi çoğunlukla yarı hasarlı bir yöntem olarak anılır, birçok durumda oluşturulan delik boyutları parçanın yapısal bütünlüğünü bozmayacak büyüklüktedir. [143].



Şekil 6.3 : Delik delme yöntemi [180].

Yapılan deneysel çalışmalarda Vishay marka RS-200 hava tahrikli delik delme cihazı kullanılmıştır. Şekil 6.4’de RS-200 hava tahrikli delik delme cihazı görülebilmektedir.



Şekil 6.4 : Vishay RS-200 Kalıntı Gerilme Ölçüm Cihazı [180].

Delik delme yöntemi için gerekli olan ekipmanlar şu şekilde sıralanabilir;

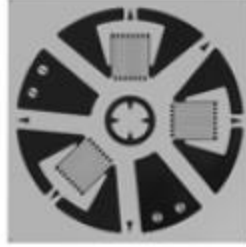
- Numune üzerinden ölçüm alabilmek için, delik delme yöntemine özel üretilmekte olan uzama ölçer rozetler.
- Uzama ölçerlerin numune üzerine monte edilebilmesi için gerekli yapıştırma seti (Bu set Şekil 6.5’de görülebilmektedir).
- Uzama ölçerlerin gerinim göstericiye bağlanabilmesi için uygun yalıtımlı teller, terminaller, kablolar, özel lehim aleti ve işlemleri yaparken uzama ölçerlere zarar verilmemesi için uygun büyüteç.
- Numunenin işlem esnasında hareket etmesini engelleyecek tabla.
- İşlemin gerçekleştirilmesi için gerekli (Vishay RS-200) delme düzeneği ve delici uç.
- Gerekli tahriği sağlamak için basınçlı hava kaynağı.
- Ölçülen gerinimleri gösterecek cihaz.



Şekil 6.5 : Gerinim ölçer yapıştırma kiti [180].

Yukarıda bahsedilen gerekli ekipmanlar temin edildikten sonra delik delme yönteminin ilk adımı olarak kalıntı gerilme ölçümü yapılacak olan yüzeye kalıntı gerilme için ortasına delik delinebilecek şekilde özel üretilen Şekil 6.6’da gösterilen gerinim ölçerler yapıştırılır. Sonrasında Vishay RS-200 kalıntı gerilme cihazı kullanılarak yüksek hızda, malzemede ilave kalıntı gerilme oluşturmada delik delinir ve bu esnada ortaya çıkan şekil değişimleri ölçülür. Alınan ölçümler

sonrası standartta belirtilen şekilde hesaplamalar yapılarak kalıntı gerilme değerlerine ulaşılır. Bu uzama değerlerinin ölçülebilmesi için, düzgün şekilde yapıştırılmış olan gerinim ölçerler Şekil 6.7’de görülmekte olan Vishay P3 gerinim göstericiye bağlanır.



Şekil 6.6 : Vishay EA-06-031RE-120 Gerinim ölçer [180].



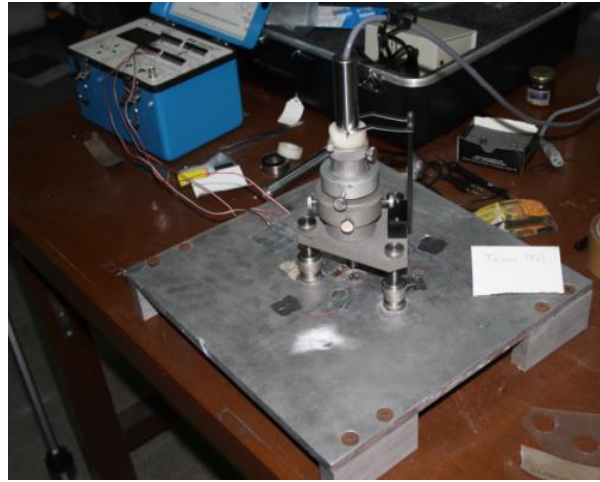
Şekil 6.7 : Vishay-P3 gerinim gösterici [180].

Burada gerinim ölçer seçimi önemli bir husustur. Bu çalışmada genel kullanıma uygun üç gerinim ölçer içeren ($0^\circ, 90^\circ, 135^\circ$) rozetlerin uygun olacağı saptanmıştır. Fakat bu rozetleri ticari olarak farklı boyutlarda bulmak mümkündür. Testlerin uygulanacağı numunenin küçük ve kalınlığının düşük olması, delinecek derinlik-çap ilişkisi de düşünüldüğünde Vishay EA-06-031RE-120 gerinim ölçerler tercih edilmiştir. Bunun yanında yapılan testlerin laboratuvar ölçekli olması nedeniyle hassas yapıştırma işlemlerinden kaçınılmayıp daha bölgesel, daha yüksek doğrulukta ölçümler gerçekleştirilmesi hedeflenmiştir. Bu gerinim ölçerler için uygun delik çapı aralığı üretici firma tarafından verilen tavsiyelere göre 0,8-1 mm’dir.

Bahsedilen delik oldukça küçük çaptadır ve gerinim ölçerlerden okunan değerler deliğe olan uzaklığa göre değişmektedir. Bu sebeple merkezleme işlemi oldukça

önemlidir, alınan ölçümlerin doğru olması için merkezlemenin iyi bir şekilde yapılması gerekmektedir. Standartta verilen tolerans aralığı %3'tür. Bu çalışmada kullanılan, delik delme işleminden önce RS-200 cihazına monte edilebilen mikroskop yardımıyla eksenel kaçıklık istenen tolerans aralığında tutularak merkezleme yapılabilmektedir.

Bu ölçüm yönteminde merkezleme yapılması önemli olduğu gibi delik delme işlemi esnasında çıkılan yüksek hızlarda parçanın sabit tutulması da önemlidir. Bu çalışmada kullanılan Zr-esaslı kütsel metalik cam malzeme deney düzeneğinin direkt olarak üstüne yapıştırılabileceği kadar büyük olmadığından numune bir tabla yardımıyla sabitlenmiştir. Aynı zamanda Vishay RS-200 kalıntı gerilme ölçüm cihazı da ölçümler esnasında bu tablaya sabitlenmiştir. Şekil 6.8'de tabla ve ona sabitlenmiş deney düzeneği görülebilmektedir. Delik delme işlemleri sonrası delinen deliklerin çapları ve merkezleme kontrolü Şekil 6.9'da görülen Nikon SMZ800 optik mikroskopi kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.8 : Kalıntı gerilme ölçüm deney düzeneği.



Şekil 6.9 : Nikon SMZ800 optik mikroskopi.

6.1.3 Kalıntı gerilme ölçümü işlem basamakları

Delik delme yönteminin adımları, yüzeyin hazırlanarak gerinim ölçerlerin yapıştırılması, gerinim ölçerlere tellerin ve kabloların lehimlenmesi, ekipmanlar yardımıyla merkezlemenin yapılması, 8 adımda delme işleminin tamamlanması ve son olarak standartta anlatılan şekilde ve H-Drill isimli bilgisayar yazılımı yardımıyla hesaplamaların yapılarak kalıntı gerilmelerin hesaplanması şeklindedir.

6.1.3.1 Yüzey hazırlama ve gerinim ölçerin yapıştırılması

Delik delme yöntemiyle kalıntı gerilme hesaplanması yönteminde, doğruluğun sağlanması için en önemli noktalardan biri gerinim ölçerlerin yapıştırılmasıdır. Gerinim ölçerlerin uygun şekilde yapıştırılabilmesi için yüzey şartlarının uygun olması gerekmektedir. Gerinim ölçerlerin yapıştırılması için ilk aşama yüzeyin yağdan arındırılmasıdır. Bunun için Şekil 6.10 (a)'da görülen yağ giderici yardımıyla yüzey yağdan arındırılır. Sadece numune yüzeyi değil, gerinim ölçerin yapıştırılması esnasında kullanılacak olan pleksiglas plaka da yağdan arındırılmalıdır. Metalik cam malzemeler doğaları gereği oldukça pürüzsüz bir yüzeye sahiplerdir ki bu da gerinim ölçerlerin yüzeye yapışmasını zorlaştırabilir. Bu sebeple yüzeye zarar vermekten kaçınarak çok ince bir şekilde zımparalama yapılmalıdır. Bu sebeple numune sırasıyla 220, 320 ve 400 numaralı zımparalar ile zımparalanır. Bu işlemler tamamlandıktan sonra gerinim ölçerler cımbız yardımıyla kutularından çıkarılarak, lehim yapılacak yüzeyleri üstte kalacak şekilde, pleksiglas plaka üzerine yerleştirilir ve hava kalmamasına dikkat edilmek suretiyle üzerine bant yapıştırılır. Yapıştırmanın iyi olması için yüzeyin pH değeri 7 olmalıdır. Bunun için Şekil 6.10 (b)'de görülen asidik özelliğe sahip şartlandırıcı ile yüzey pH değeri düzenlenir. Şartlandırıcının pamukla temizlenmesi, yüzeyde kurumaması oldukça önemlidir. Daha sonra gerinim ölçer yapıştırılacak noktalar belirlenip işaretlenir ve yüzeye Şekil 6.10 (c)'de görülen nötrleştirici kimyasal uygulanarak işlem tamamlanmış olur.



Şekil 6.10 : (a) Yağ giderici, (b) Şartlandırıcı, (c) Nötrleştirici.

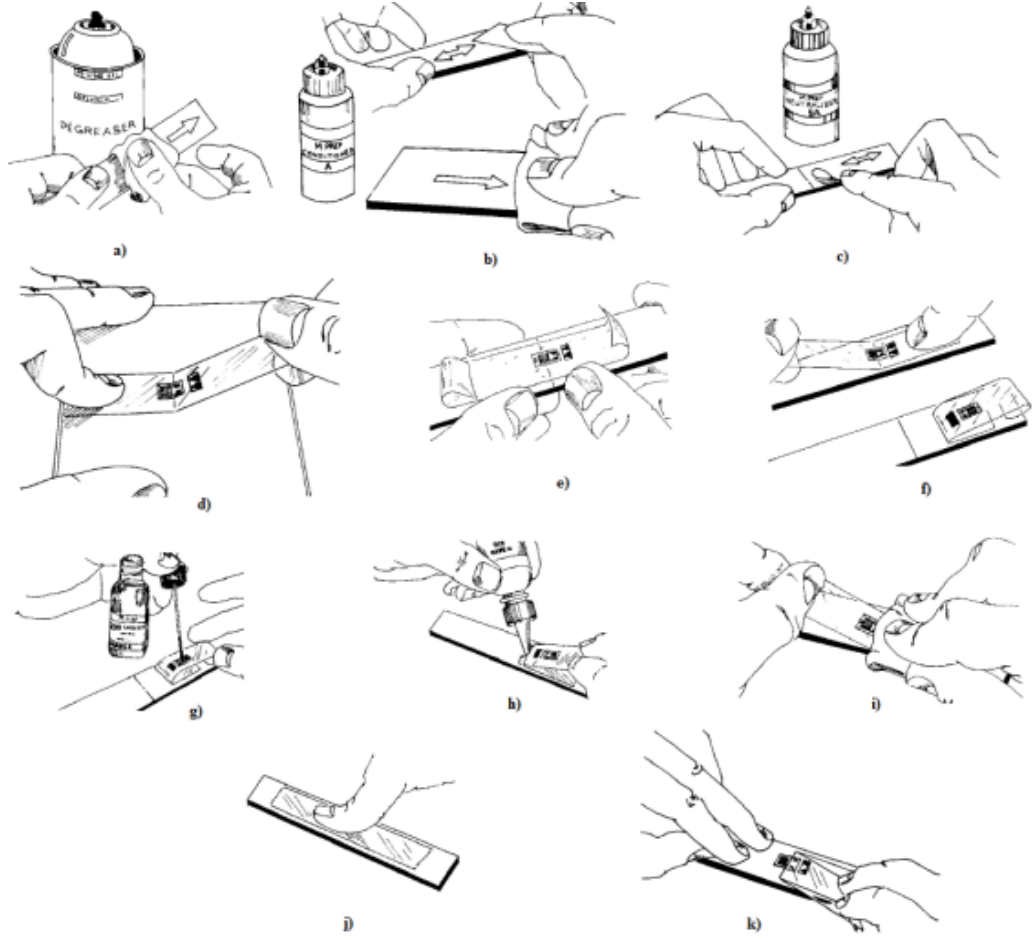
Yüzey hazırlıklarının tamamlanmasının ardından pleksiglas plaka üzerinde bantla yapıştırılmış olan gerinim ölçer, yüzeyle 45° açı yapacak şekilde yavaşça kaldırılır ve numune üzerinde yapıştırılmak istenen noktaya, yine hava kalmamasına dikkat edilerek bantla sabitlenir. Sabitleme işlemi yapıldıktan sonra bant yine yüzeyle 45° açı yapacak şekilde kaldırılarak gerinim ölçerin alt kısmına katalizör, yapıştırılacak noktaya ise yeterli miktarda M-Bond 200 yapıştırıcı uygulanır. Bu işlem için kullanılan yapıştırıcı ve katalizör özel olarak üretilmektedir ve Şekil 6.11’de görülebilmektedir.



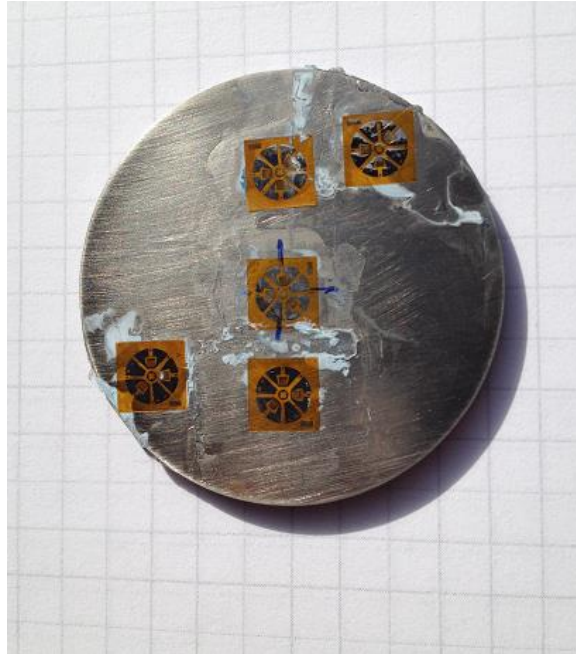
Şekil 6.11 : Gerinim ölçerler için özel olarak üretilmiş M-Bond 200 yapıştırıcı ve katalizör.

Yapıştırıcı ve katalizör uygulaması tamamlandıktan sonra, teflon bant yardımıyla, gerinim ölçer ile numune arasında hava kalmasını engelleyecek şekilde yapıştırma yönünde başparmakla bastırılarak iki dakika boyunca sabit şekilde basınç uygulanır. Burada uygulanan basıncın çok olması durumunda aradaki yapıştırıcı kurumadan gerinim ölçerin altından uzaklaştırılabilir ki bu da yetersiz yapışmaya neden olabilir, yine gereği kadar uygulanamayan basınç da fazla yapıştırıcı kalmasına sebep olabilir. Bu konu dikkat edilmesi gereken bir husustur. Bunun yanında gerinim ölçer ile numune arasında hava kabarcığı kalması durumunda, gerinim ölçerin üzerinde bulunan, çok ince tellerden oluşmuş ızgara kısımlarının zarar görmesine neden olunabilir. Bu da gerinim ölçer yapıştırılması esnasında dikkat edilmesi gereken bir diğer husustur. Bu işlemler tamamlandıktan ve yapıştırıcının tamamen kurduğundan emin olduktan sonra üzerindeki bant, zarar vermeden, yavaşça kaldırılarak yapıştırma işlemi tamamlanmış olur. Yapılacak testler laboratuvar ortamında gerçekleştirileceği ve herhangi bir zorlayıcı şarta maruz kalmayacağı için üzerine koruyucu bir tabaka uygulanmamıştır, zorlayıcı şartlar olması durumunda koruyucu da uygulanabilmektedir. Gerinim ölçerin yapıştırılma adımlarının şematik gösterimi

Şekil 6.12’de, gerinim ölçer yapıştırılması tamamlanmış numune ise Şekil 6.13’de görülmektedir.



Şekil 6.12 : Gerinim ölçer yapıştırma adımları [153].



Şekil 6.13 : Gerinim ölçerleri yapıştırmış numune.

6.1.3.2 Kablo lehimleme

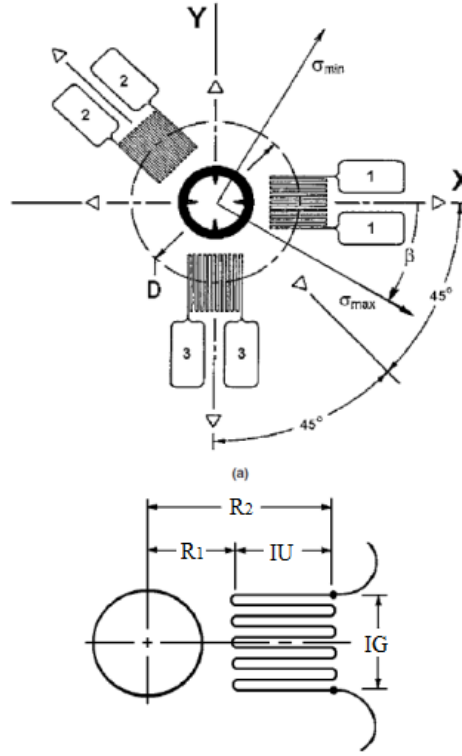
Yapıştırma işlemi tamamlanmış olan gerinim ölçerlerin ölçüm alınacak gerinim gösterici cihaza bağlanabilmesi gerekmektedir. Bunun için kablolama işleminin yapılması gereklidir. Yapılan deneyde, kablolama işleminin zorluğu, kabloların oldukça küçük boyutlardaki gerinim ölçere göre kalın kalması gibi sorunlar göz önünde bulundurularak terminal ile ara bağlantı yapılması uygun görülmüştür. Bunun için önce yalıtımlı teller yardımıyla çeyrek köprü oluşturacak şekilde gerinim ölçerler ile terminaller arasında bağlantı yapılır. Şekil 6.14’de tellerin lehimlendiği numune görülmektedir. Bu teller oldukça incedir ve gerinim ölçer boyutlarıyla uyum gösterebilmektedir. Her gerinim ölçer tek tek lehimlenerek tellerin hazır hale getirilmesinden sonra, numunenin boyutlarının çok küçük olması sebebiyle terminallerin numune üzerine yapıştırılması mümkün olmamıştır. Bu sebeple numune sabitleyici tablaya yerleştirilip terminal yapıştırma işlemi de tabla üzerine yapılmıştır. Bu adımlar esnasında multimetre yardımıyla devamlı olarak kontroller yapılmıştır ve ölçülmesi gereken 120 Ω direnç değerinin okunduğundan emin olunmuştur.



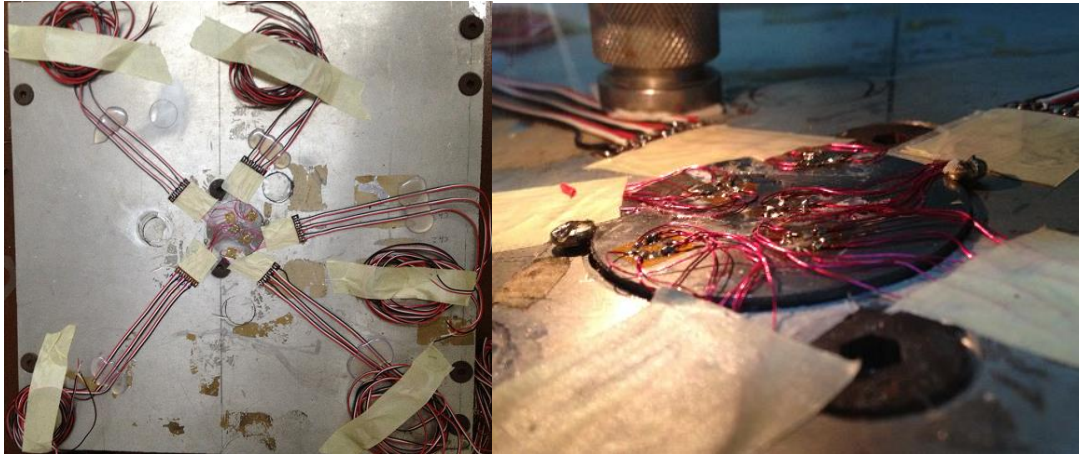
Şekil 6.14 : Tellerin lehimlendiği numune.

Tellerin gerinim ölçerlere lehimlenmesi başarıyla tamamlandıktan sonra terminallere de çeyrek köprü oluşturacak şekilde lehimlenmişlerdir. Burada her rozet için dokuz adet yuva bulunan terminaller kullanılmıştır. Bu işlemin ardından gerinim göstericiye bağlanacak kablolar terminallere lehimlenmiş ve standartta geçen şekilde, saat yönünde rozet yerleşimi göz önüne alınarak numaralandırılmışlardır. Bu numaralandırma Şekil 6.15’de görülmektedir. Buna dikkat edilmesinin sebebi,

özellikle de tek ölçüm alınmaması sebebiyle sonradan gerinim gösterciden okunan değerlerin sıralamasının karıştırılması ve bu karışıklığın da yanlış hesaplamalara yol açabilecek olmasıdır. Kablolama işlemi tamamlanmış numune Şekil 6.16'da görülebilmektedir.

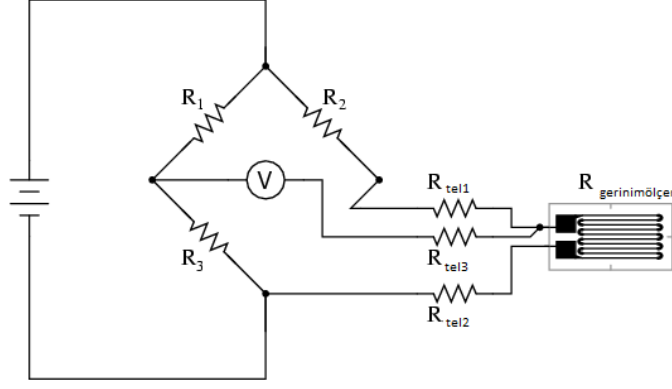


Şekil 6.15 : Gerinim ölçer rozetinin numaralandırılması [161].



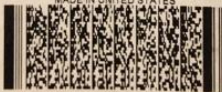
Şekil 6.16 : Kablolama işlemi tamamlanmış numune

Bu noktadan sonra lehimleme işlemi tamamlanmış kablolar tel dizilimlerine dikkat edilerek gerinim gösterciyeye bağlanır. Burada Şekil 6.17'de gösterildiği gibi çeyrek Wheatstone köprüsü oluşturulur. Şekil 6.17'de gösterilen gösterimle R_{tel2} gerinim göstercisi üzerinde P+, R_{tel1} S- ve R_{tel3} ise D120 girişlerine bağlanır.



Şekil 6.17 : Çeyrek Wheatstone köprüsü [181].

Bu noktada gerinim ölçer cihaz açılır ve ilk olarak kullanılacak kanallar aktif hale getirilir. Yapılan çalışmada üç gerinim ölçerli rozetler kullanıldığı için, ölçüm yapılacak rozetin kabloları, her bir gerinim ölçerin kabloları bir kanala gidecek şekilde, standartta bahsi geçen sıralamayla bağlanmıştır. Aktif hale getirilen kanallardan belli değerler okunabilir halde olmalıdır. Bu noktada her bir kanal için K gerinim ölçer faktörleri girilir. Bu değerler, üretici firma tarafından, gerinim ölçerlerin kutularında belirtilmektedir. Deneylerde kullanılan gerinim ölçerlerin, üretici firma tarafından verilmiş olan bilgileri Şekil 6.18’de görülmektedir. Buradan da görüldüğü gibi gerinim ölçer faktörleri bu rozet için 1,97’dir. Bu değerler her kanal için tek tek ayarlanır ve çeyrek Wheatstone köprüsü tanımlaması yapılır. Böylece ölçüme hazır hale getirilen düzeneğe balans işlemi yapılarak ölçülen değerler sıfırlanır. Balanslama işlemi yapılmış ve çeyrek Wheatstone köprüsü bağlantısı yapılmış gerinim ölçer cihazı Şekil 6.19’da görülmektedir.

		VISHAY MICRO-MEASUREMENTS & SR-4® <i>Residual Stress</i> STRAIN GAGES FOR COMPLETE TECHNICAL DATA, VISIT WWW.VISHAY.COM/REF/STRAIN/GAGES	
GAGE RESISTANCE IN OHMS		TC OF GAGE FACTOR, 1/100°C	
120.0 ± 0.2%		(+1.2 ± 0.2)	
GRD	GAGE FACTOR @ 24°C	TRANSVERSE SENSITIVITY	
1	1.97 ± 1.0%	(+1.3 ± 0.2)%	
2	1.97 ± 1.0%	(+1.5 ± 0.2)%	
3	1.97 ± 1.0%	(+1.8 ± 0.2)%	
NOM	1.97 ± 1.0%		
THERMAL OUTPUT COEFFICIENTS FOR 1018 Steel			
ORDER	FAH/RES/SET	CELSIUS	
0	-2.44E+2	-9.56E+1	
1	+5.86E+0	+6.32E+0	
2	-4.12E-2	-1.05E-1	
3	+9.53E-5	+5.09E-4	
4	-6.27E-8	-6.58E-7	
FOL LOT NUMBER		BATCH NUMBER	
A66BD826		VF467542	
ITEM CODE	QUANTITY	CODE	
552	5	191122	
MADE IN UNITED STATES			
			
EA-06-031RE-120			

Şekil 6.18 : Üretici firma (Vishay) tarafından verilen gerinim ölçer bilgileri.



Şekil 6.19 : Gerinim gösterici üzerinde çeyrek Wheatstone köprüsü bağlantısı.

6.1.3.3 Delik delme ve gerinim ölçümü

Yukarıda bahsedilen adımlar tamamlandıktan sonra düzenek ölçüm almaya hazır hale gelmiştir. Bu noktadan sonra delik delme aparatı yerleştirilmiştir. Bunun için ayakların yerini belirten şablon kullanılarak diğer gerinim ölçerler ve bağlantılarına zarar vermeyecek şekilde ayakların yerleri belirlenir. Yer belirlendikten sonra ayaklar sabitlenerek işlem esnasında oynama olmaması sağlanır. Sabitlenen düzenek Şekil 6.20’de görülmektedir.



Şekil 6.20 : Delik delme düzeneğinin sabitlenmiş hali.

Sabitleme işleminden sonra, delik delme setiyle birlikte, aparata uygun olarak edinilen mikroskop monte edilerek merkezleme işlemi yapılır. Bu işlem esnasında Şekil 6.21’de görüldüğü gibi aydınlatıcı kullanılır. Mikroskop üzerinde bulunan

merkezleme çizgileri sayesinde bu işlem kolay bir şekilde yapılabilir. Aparat üzerinde bulunan civatalar sayesinde odak noktası ayarı yapılarak sabitlenir. Daha önce de bahsedildiği gibi sonuçların doğruluğu açısından merkezleme büyük önem taşımaktadır. Standartlarda verilen tolerans aralığı %3'tür ki deneylerde kullanılan delik delme seti; Vishay RS-200 bu tolerans aralığının içinde kalacak merkezleme yapılabilecek özelliklere sahiptir. Bu % 3'lük hata metallerde yaklaşık ± 20 MPa kalıntı gerilme ölçüm hatasına denk gelmektedir.



Şekil 6.21 : Mikroskop kullanılarak delinecek deliğin gerinim ölçer merkezine merkezlenmesi.

Merkezleme işlemi de tamamlandıktan sonra mikroskop aparattan sökülerek yerine hava türbinli delik delme aparatı takılır. Bu noktada delik delme işlemi için kullanılacak delici uç seçimi önemlidir. Bunun için kullanılan rozet gerinim ölçer için, üretici firma tarafından verilen tavsiyelere uyulmuştur. Üretici firmanın önerileri Şekil 6.22'de görülebilmektedir. Burada delik çapının 0,8 ile 1 mm arasında olması gerektiği bilgisi alınmıştır. Bu noktada titanyum kaplamalı, 0,8 mm uç çapına sahip, 450000 d/dk hızda çalışmaya uygun delici ucun uygun olacağına karar verilmiştir. Deneylerde kullanılmış olan uç tipi Şekil 6.23'de görülebilmektedir.

Gerinim ölçer şekli ve kodu	Direnç (ohm)	DIMENSIONS					
		Ölçer Uzunluğu (inç/mm)	Izgara Çapı (inç/mm)	Tipik Delik Çapı		Matris	
				Min (inç/mm)	Maks. (inç/mm)	Uzunluk (inç/mm)	Genislik (inç/mm)
EA-XX-031RE-120 EA-XX-031RE-120/SE 	120 $\pm$ 0.2% 120 $\pm$ 0.4%	0.031	0.101	0.03	0.04	0.29	0.29
		0.79	2.56	0.8	1.0	7.4	7.4
		Küçük boyutlar nedeniyle ufak bir merkezleme hatası büyük hatalar verecektir. Bu nedenle genel kullanım amaçlı uygulamalarda önerilmez					

Şekil 6.22 : Üretici firma tarafından, deneylerde kullanılan rozet gerinim ölçer için önerilmiş delik çapları [180].

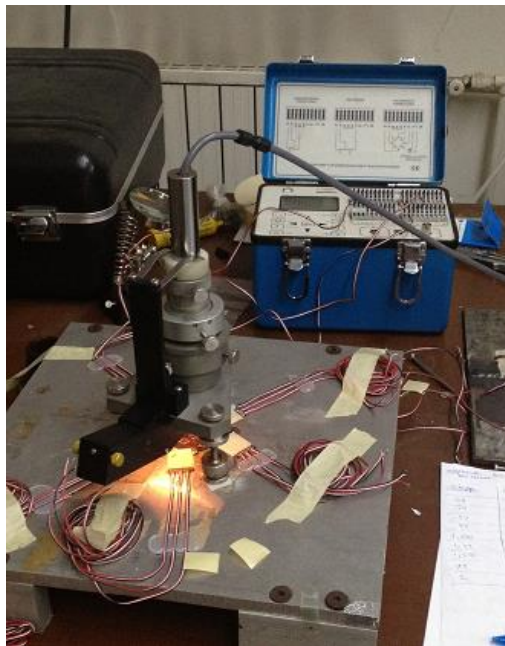


Şekil 6.23 : Deneylerde kullanılan titanyum kaplama 0,8 mm uç çapında kesici uç.

Uç ve delici matkap hazırlandıktan sonra hava bağlantıları yapılarak Şekil 6.24’de gösterilen basınç regülatöründen, hava kompresöründen gelen basınç 6 Bar’a gelecek şekilde ayarlanır. Bu basınçlarda matkap hızı 400.000 d/d’ya kadar çıkmaktadır. Bu kadar yüksek hızlara çıkılmasının amacı, delme nedeniyle kalıntı gerilmelerin oluşmasını engellemektir. Şekil 6.25’de deney için hazırlanmış düzeneğin genel görünüşü verilmiştir.



Şekil 6.24 : Deneylerde kullanılan hava basıncı regülatörü.



Şekil 6.25 : Deney için hazırlanmış düzeneğin genel görünüşü.

Ölçüm alınmadan önce yapılması gereken son işlem sıfırlama işlemidir. Bunun için matkap yüzeyden yukarıda bir noktadayken çalıştırılarak yüzeyi hafifçe çizerek noktaya kadar indirilir. Sıfırlama işlemi Şekil 6.26'da görülmektedir. Bu işlem sonucunda balanslama tekrar edilerek bu değerler 0 noktası olarak kabul edilir. Bu noktada deney düzeneği ölçüm alabilecek hale getirilmiştir. Her gerinim ölçer için bu işlem basamakları tekrarlanmıştır. Her delik 8 adımdan oluşacak şekilde her seferinde 0,125 mm'lik adımlarla gerçekleştirilmiş ve toplam delik derinliği 1mm olacak şekilde ölçümler alınmıştır. Adım ölçüleri düzeneğinden kendisinde bulunan mikrometre ile ayarlanır ve her adımda işlem durdurulup en az 5 saniye ısıl etkilerin ortadan kalkması için beklenir ve üç gerinim ölçer için okunan değerler kaydedilir. Deneylerde kullanılan mikrometre Şekil 6.27'de görülebilmektedir.



Şekil 6.26 : Kesici ucun sıfırlanması.



Şekil 6.27 : Deneylerde kullanılan mikrometre.

6.1.4 Kalıntı gerilmenin hesaplanması

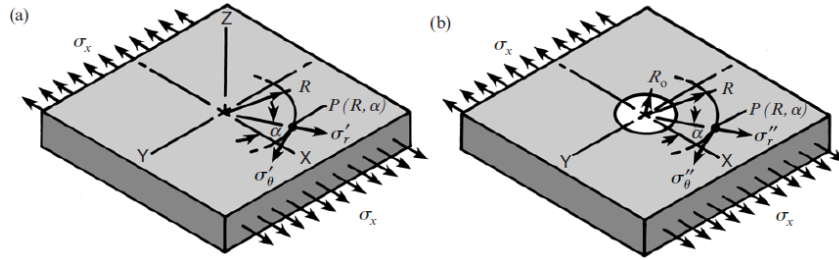
Şekil 6.28 (a)'da gösterilen ince bir plaka halindeki parçanın, uniform gerilmeye tabi tutulması (σ_x) durumunda, $P(R, \alpha)$ kutupsal koordinatlarında herhangi bir noktada başlangıç gerilme durumu aşağıdaki gibi ifade edilmektedir;

$$\sigma_r' = \frac{\sigma_x}{2} (1 + \cos 2\alpha) \quad (6.1a)$$

$$\sigma_\theta' = \frac{\sigma_x}{2} (1 - \cos 2\alpha) \quad (6.1b)$$

$$\tau_{r\theta}' = -\frac{\sigma_x}{2} \sin 2\alpha \quad (6.1c)$$

Şekil 6.28 (b)'de ise bahsedilen parçanın üzerine ufak bir delik açıldıktan sonraki durumu göstermektedir. Bu delik delme işlemi sonrası, delik çevresindeki bölgede varolan gerilme durumu önceki haline göre oldukça farklıdır. Delinen bu delik sayesinde parçadan belli bir kısım uzaklaştırılmıştır ve daha önce dengede olan iç gerilmelerin bir kısmı serbest bırakılmıştır. Parçanın yeni durumunda da iç gerilmeler dengelenmeli ve bütün yüzeylerde gerilme değeri sıfır olmalıdır, bu nedenle delik yüzeyindeki her noktada da σ_r, σ_θ ve $\tau_{r\theta}$ değerleri sıfır olmalıdır.



Şekil 6.28 : (a) Deliksiz ince plakanın ilk gerilme hali, (b) Delinmiş ince plakanın gerilme hali [180].

Bu durumdaki hesaplamalar için Kirsch 1898 senesinde bir çözüm önermiştir. Bu çözüme göre parça yüzeyindeki herhangi bir $P(R, \alpha)$ noktasında gerilme durumu aşağıdaki gibidir;

$$\sigma_r'' = \frac{\sigma_x}{2} \left(1 - \frac{1}{r^2}\right) + \frac{\sigma_x}{2} \left(1 + \frac{3}{r^4} - \frac{4}{r^2}\right) \cos 2\alpha \quad (6.2a)$$

$$\sigma_\theta'' = \frac{\sigma_x}{2} \left(1 + \frac{1}{r^2}\right) - \frac{\sigma_x}{2} \left(1 + \frac{3}{r^4}\right) \cos 2\alpha \quad (6.2b)$$

$$\tau_{r\theta}'' = \mp \frac{\sigma_x}{2} \left(1 - \frac{3}{r^4} + \frac{2}{r^2}\right) \sin 2\alpha \quad (6.2c)$$

Burada bahsedilen r değeri;

$$r = \frac{R}{R_0} \quad (R \geq R_0) \quad (6.3)$$

R_0 = Delik çapı

R = Hesaplanmak istenen noktanın, dairenin merkezine göre uzaklığı

Böylece delik delinmeden önceki ve sonraki gerilme durumları elde edilebilmektedir. Bu durumda son gerilme halinden ilk gerilme halini çıkartarak bahsedilen nokta için gerilme rahatlamasını bulmak mümkün olmaktadır.

$$\Delta\sigma_r = \sigma_r'' - \sigma_r' \quad (6.4a)$$

$$\Delta\sigma_\theta = \sigma_\theta'' - \sigma_\theta' \quad (6.4b)$$

$$\Delta\tau_{r\theta} = \tau_{r\theta}'' - \tau_{r\theta}' \quad (6.4c)$$

Eğer parçanın yapıldığı malzeme, izotropik ve homojen bir malzeme ve gerilme gerinim açısından da lineer elastik davranıştaysa, yukarıda bahsedilen eşitlikler Hooke yasasına göre iki eksenli duruma uyarlanabilirler. Bu durumda aşağıdaki eşitlik elde edilir;

$$\varepsilon_r = - \frac{\sigma_x (1+\nu)}{2E} \left[\frac{1}{r^2} - \frac{3}{r^4} \cos 2\alpha + \frac{4}{r^2(1+\nu)} \cos 2\alpha \right] \quad (6.5a)$$

$$\varepsilon_\theta = - \frac{\sigma_x (1+\nu)}{2E} \left[-\frac{1}{r^2} + \frac{3}{r^4} \cos 2\alpha - \frac{4}{r^2(1+\nu)} \cos 2\alpha \right] \quad (6.5b)$$

Burada ‘ ν ’ Poisson oranı, ‘E’ elastiklik modülüdür. Daha önce verilen eşitlikler belli bir nokta için verilmiştir. Oysa delik merkezine, eşit uzaklıktaki (R) noktalardan oluşan daire boyunca bu değerler radyal ve teğetsel olarak şu şekilde sadeleştirilebilir;

$$\varepsilon_r = \sigma_x (A + B \cos 2\alpha) \quad (6.6a)$$

$$\varepsilon_\theta = \sigma_x (-A + C \cos 2\alpha) \quad (6.6b)$$

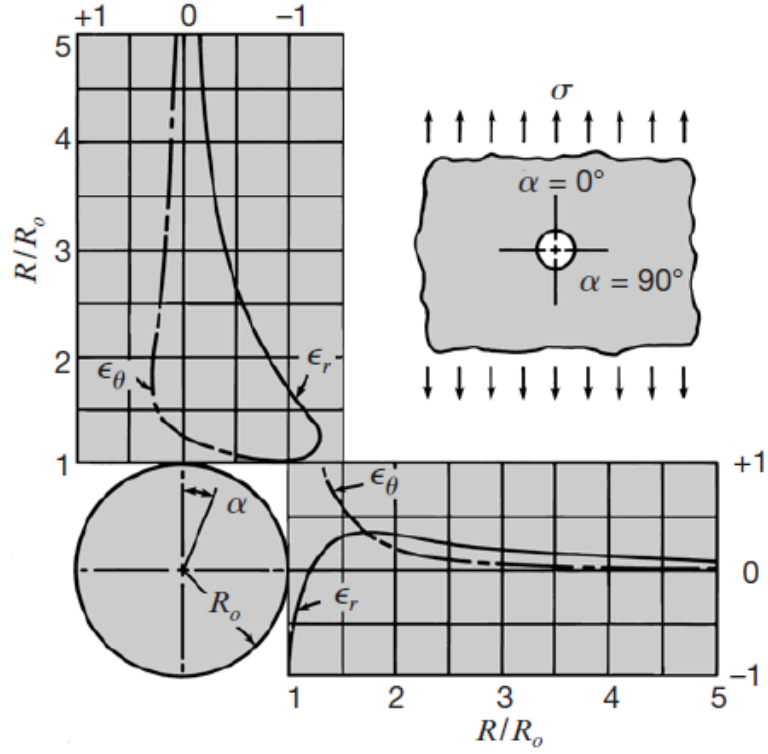
Burada geçen A, B ve C katsayıları aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır;

$$A = - \frac{1+\nu}{2E} \left(\frac{1}{r^2} \right) \quad (6.7a)$$

$$B = - \frac{1+\nu}{2E} \left[\left(\frac{4}{1+\nu} \right) \frac{1}{r^2} - \frac{3}{r^4} \right] \quad (6.7b)$$

$$C = - \frac{1+\nu}{2E} \left[- \left(\frac{4}{1+\nu} \right) \frac{1}{r^2} + \frac{3}{r^4} \right] \quad (6.7c)$$

Gerilmeler delikten uzaklaştıkça oldukça karmaşık bir şekilde değişmektedir. Bu değişim $\alpha=0^\circ$ ve $\alpha=90^\circ$ için Şekil 6.29’da verilmiştir. Şekil incelendiğinde, delikten uzaklaştıkça gerilme değerlerinin azaldığı görülmektedir. Delik çevresine çok yakın bölgede ise parazit etkiler çoktur. Bu nedenle optimal bir uzaklıktan ölçümler yapılmalıdır. Bunun için r değerinin 0,3 ile 0,45 arasında olması tercih edilmektedir.



Şekil 6.29 : Delik yüzeyinde uzaklaştıkça gerilme değerlerinin değişimi [180].

Şekil 6.29’da $\alpha=0^\circ$ doğrultusunda ϵ_r değerinin, ϵ_θ değerine göre oldukça büyük olduğu görülmektedir. Bu nedenle, delik delme yöntemi için özel olarak üretilen rozetlerde gerinim ölçerler radyal şekilde dizilmişlerdir ve radyal gerilmeleri ölçmeyi amaç edinmişlerdir. Bu sebeple sadece eşitlik 5.a’nın göz önünde bulundurulması yeterli olacaktır. Pratikte bu kadar ideal durumlar söz konusu değildir ve çoğu durumda iki eksenli kalıntı gerilmeler ve sıfıra eşit olmayan iki asal gerilme varolmaktadır. Bu noktada daha önce X-eksenindeki gerilme için yazdığımız (1) ve (2) eşitlikleri, Y-ekseni için de “ $\cos 2\alpha$ ” yerine “ $-\cos 2\alpha$ ” yazılarak elde edilebilir. Bu durumda süperpozisyon ilkesinden yararlanılarak eşitlik (1) ve (2) aşağıdaki gibi düzenlenebilir ve böylece iki eksenli düzlemsel rahatlama gerinimleri elde edilir;

$$\epsilon_r^y = \sigma_y (A - B \cos 2\alpha) \quad (6.8a)$$

$$\epsilon_r^x = \sigma_x (A + B \cos 2\alpha) \quad (6.8b)$$

$$\epsilon_r = A(\sigma_x + \sigma_y) + B(\sigma_x - \sigma_y) \cos 2\alpha \quad (6.8c)$$

Elde edilen ϵ_r eşitliği delik delme yöntemi ile kalıntı gerilme hesaplama yönteminin temelini oluşturmaktadır. Bu eşitlikte üç bilinmeyen vardır ve bu bilinmeyenleri bulmak için her σ_x , σ_y , α değeri için üç farklı gerinim ölçümü yapılmalıdır. Bu rozetler daha önce de belirtildiği gibi 0° , 90° ve 135° olmak üzere üç adet uzama

ölçerin radyal şekilde yerleştirilmesiyle elde edilmiştir. Bu yerleşim Şekil 6.15’de görülebilmektedir. Bu durumda her rozet için aşağıdaki eşitlikler elde edilir;

$$\varepsilon_1 = A(\sigma_x + \sigma_y) + B(\sigma_x - \sigma_y) \cos 2\alpha \quad (6.9a)$$

$$\varepsilon_2 = A(\sigma_x + \sigma_y) + B(\sigma_x - \sigma_y) \cos 2(\alpha + 45^\circ) \quad (6.9b)$$

$$\varepsilon_3 = A(\sigma_x + \sigma_y) + B(\sigma_x - \sigma_y) \cos 2(\alpha + 45^\circ) \quad (6.9c)$$

Bu eşitlikler çözüldüğünde asal gerilmeler ve bunların bir numaralı gerinim ölçere göre olan yerleşimi aşağıdaki gibi bulunmaktadır;

$$\sigma_{\max} = \frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_3}{4A} - \frac{1}{4B} \sqrt{(\varepsilon_3 - \varepsilon_1)^2 + (\varepsilon_3 + \varepsilon_1 - 2\varepsilon_2)^2} \quad (6.10a)$$

$$\sigma_{\min} = \frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_3}{4A} + \frac{1}{4B} \sqrt{(\varepsilon_3 - \varepsilon_1)^2 + (\varepsilon_3 + \varepsilon_1 - 2\varepsilon_2)^2} \quad (6.10b)$$

$$\tan 2\alpha = \frac{\varepsilon_1 - 2\varepsilon_2 + \varepsilon_3}{\varepsilon_1 - \varepsilon_3} \quad (6.10c)$$

Bulunan α değerinin hangi asal gerilmenin 1 numaralı gerinim ölçere uzaklığını gösterdiğini belirlemek için ise aşağıdaki kabuller kullanılmaktadır. Burada;

$\varepsilon_3 > \varepsilon_1$: α , $\sigma_{\max}$ ile ilişkilidir,

$\varepsilon_3 < \varepsilon_1$: α , $\sigma_{\min}$ ile ilişkilidir,

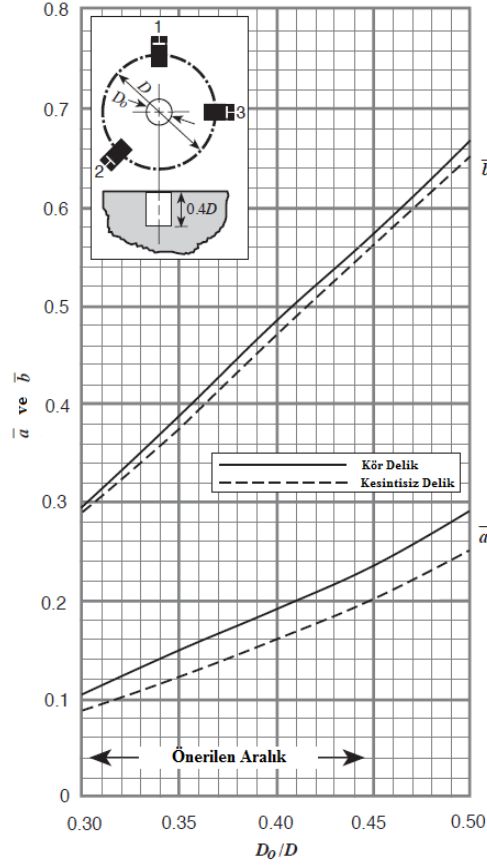
$\varepsilon_3 = \varepsilon_1$: $\alpha = \pm 45^\circ$

$$\varepsilon_2 < \varepsilon_1 : \sigma_{\max} + 45^\circ$$

$$\varepsilon_2 > \varepsilon_1 : \sigma_{\max} - 45^\circ$$

Bu şekilde elde edilen değerler kesintisiz delik delme durumu için geçerlidir fakat deneylerde kör delik uygulaması yapılmıştır. Bu sebeple kör delik delinmesi durumu için geçerli denklemlerin elde edilmesi gereklidir. Bu durum oldukça karmaşık bir gerilme durumunu beraberinde getirmektedir ve elastisite teorisinde net bir çözümü bulunmamaktadır. Bu sebeple sonlu elemanlar analizleri ve deneysel çalışmalarla A ve B katsayılarının kör delik için geçerli versiyonları $\bar{A}$ ve $\bar{B}$ olarak ASTM E837 standartı ile, ticari olarak satılmakta olan belli boyutlardaki delik delme yöntemi rozetleri için standartlaştırılmıştır. Burada $\bar{A}$ ve $\bar{B}$ katsayıları malzeme özelliklerine bağlıdır. Bu nedenle, bu katsayıların genel kullanımı sağlanması amaçlanmış ve malzeme özelliklerinden bağımsız hale getirilerek $\bar{a}$ ve $\bar{b}$ olarak Şekil 6.30’da

boyutsuz delik çapına göre değişimleri verilmiştir. Bu katsayılar kullanılan rozet tipine göre değişmektedir. Burada deneylerde kullanılan 0° , 90° ve 135° 'lik rozet gerinim ölçer için geçerli olan grafik verilmiştir.



Şekil 6.30 : ASTM E837'ye göre kör delik delme için boyutsuz katsayılar [161].

Bu katsayılar grafikten edinildikten sonra aşağıdaki eşitliklerden yararlanılarak $\bar{A}$ ve $\bar{B}$ katsayıları hesaplanır.

$$\bar{a} = - \frac{2E\bar{A}}{1+\nu} \quad (6.11a)$$

$$\bar{b} = -2E\bar{B} \quad (6.11b)$$

Ölçümlerden alınan değerler yardımıyla her bir adım için p, q ve t değerleri saptanır;

$$p = (\epsilon_3 + \epsilon_1) / 2 \quad (6.12a)$$

$$q = (\epsilon_3 - \epsilon_1) / 2 \quad (6.12b)$$

$$t = (\epsilon_3 + \epsilon_1 - 2\epsilon_2) / 2 \quad (6.12c)$$

Belirlenen $\bar{a}$ ve $\bar{b}$ katsayıları ve yardımıyla P, Q ve T değerleri hesaplanır. P izotropik gerilme, Q 45° kesme gerilmesi ve T_{xy} kesme gerilmesi değerleridir.

$$P = - \frac{E}{1+\nu} \frac{\sum(\bar{a} \cdot p)}{\sum(\bar{a}^2)} \quad (6.13a)$$

$$Q = - E \frac{\sum(\bar{b} \cdot q)}{\sum(\bar{b}^2)} \quad (6.13b)$$

$$T = - E \frac{\sum(\bar{b} \cdot t)}{\sum(\bar{b}^2)} \quad (6.13c)$$

Bu değerler de elde edildikten sonra aşağıdaki eşitlikler yardımıyla asal gerilmeler; σ_x , σ_y , β , τ_{xy} ve σ_{maks} , σ_{min} değerleri hesaplanarak ölçüm tamamlanmış olur. Burada β 3 numaralı gerinim ölçere saat yönünde olan uzaklıktır. Uzaklığın pozitif mi negatif mi olduğunu belirlemek için Çizelge 6.2 kullanılır.

$$\sigma_x = P - Q \quad (6.14a)$$

$$\sigma_y = P - Q \quad (6.14b)$$

$$\tau_{xy} = T \quad (6.14c)$$

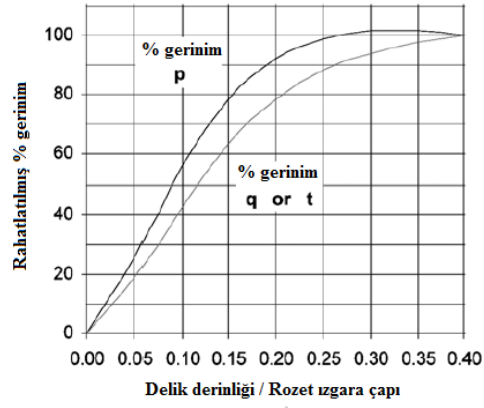
$$\sigma_{maks}, \sigma_{min} = P \mp \sqrt{Q^2 + T^2} \quad (6.14d)$$

$$\beta = \frac{1}{2} \arctan \left(\frac{-T}{-Q} \right) \quad (6.14e)$$

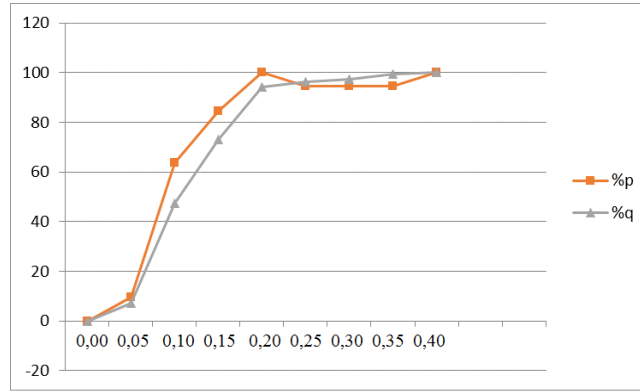
Çizelge 6.2 : α açısının yön doğrulaması [161].

	Q>0	Q=0	Q<0
T<0	45°< β <90°	45°	0°< β <45°
T=0	90°	Tanımlı değil	0°
T>0	-90°< β <-45°	-45°	-45°< β <0°

Bu hesaplamalarda kalıntı gerilmelerin derinlikle düzgün bir değişim gösterdiği kabul edilmelidir. ASTM E837 standardında, bu kabulün yapılabilmesi için elde edilen %p, %q ve %t değerlerinin derinlikle değişimleri bir grafiğe aktararak karşılaştırma yapılmalıdır. Şekil 6.31’de referans grafik ve elde edilen grafik karşılaştırıldığında yeterli tolerans aralığında kalmadığı görülebilmektedir. Bu nedenle gerilmelerin üniform olmayan değişim gösterdiği varsayımıyla yapılmıştır. Bu hesaplamalar oldukça karmaşıktır ve yapılabilmesi için sonlu elemanlar analizleriyle elde edilen birçok katsayıya ihtiyaç duyulmaktadır. Bu sebeple bahsedilen hesaplamalar H-Drill adlı bilgisayar yazılımı yardımıyla yapılmıştır.



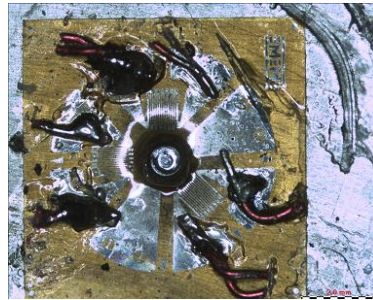
Şekil 6.31 : ASTM E837 standardına göre uniform gerilme olma koşulu [161].



Şekil 6.32 : Merkez noktadan elde edilen gerinim değerlerine göre çizilen eğri.

6.1.5 Kalıntı gerilme hesaplama sonuçları

Deneysel çalışma esnasında toplamda 6 adet delik delme testi yapılmıştır. Bunlardan ikisi tolerans değerlerine uymamıştır. Bu delikler 2 ve 4 numaralı deliklerdir. 2 numaralı delik gözle muayene edildiğinde gerinim ölçer ızgaralarının hasar görmüş olduğu tespit edilmiştir. Şekil 6.33’de hasara uğrayan gerinim ölçerin fotoğrafı görülmektedir. Izgaraların delik yakınlarında kalan bölümlerinin zarar görmüş olduğu açıkça görülebilmektedir. Delik delme işlemleri tamamlandıktan sonra numune Şekil 6.34’deki halini almıştır. Bu şekil incelendiğinde delik çapının tolerans aralığının dışında kaldığı tespit edilmiştir.



Şekil 6.33 : Deneyler esnasında hasar gören gerinim ölçer.



Şekil 6.34 : Delik delme deneyleri tamamlanmış numune.

Sonuçta elde edilen verilerden yararlanılarak hesaplanan σ_{maks} ve σ_{min} ve β değerleri Çizelge 6.3’deki gibi hesaplanmıştır.

Çizelge 6.3 : Deneyler sonucu hesaplanan σ_{maks} , σ_{min} ve β değerleri.

Merkezden uzaklık: 0 mm										
Derinlik	ϵ_1	ϵ_2	ϵ_3	σ_{maks}	σ_{min}	τ_{maks}	B	Sx	Sy	Txy
mm	$\mu\epsilon$	$\mu\epsilon$	$\mu\epsilon$	Mpa	Mpa	Mpa	°	Mpa	Mpa	Mpa
0.000	1	0	0	270	44	113	-15	255	59	56
0.125	-47	5	0	371	-2	187	-24	312	57	137
0.250	-309	13	2	480	-56	268	-27	369	55	217
0.375	-443	57	35	591	-112	351	-29	426	53	298
0.500	-559	167	67	702	-168	435	-30	483	51	378
Merkezden uzaklık: 8 mm										
Derinlik	ϵ_1	ϵ_2	ϵ_3	σ_{maks}	σ_{min}	τ_{maks}	B	Sx	Sy	Txy
mm	$\mu\epsilon$	$\mu\epsilon$	$\mu\epsilon$	Mpa	Mpa	Mpa	°	Mpa	Mpa	Mpa
0.000	0	0	0	120	-12	66	-48	46	61	66
0.125	-8	0	0	144	21	61	-61	50	115	52
0.250	-30	-1	-110	181	42	69	-74	53	170	38
0.375	-21	-4	-170	227	53	87	-82	56	224	24
0.500	-15	-31	-218	279	59	110	-87	60	278	10
Merkezden uzaklık: 12 mm										
Derinlik	ϵ_1	ϵ_2	ϵ_3	σ_{maks}	σ_{min}	τ_{maks}	B	Sx	Sy	Txy
mm	$\mu\epsilon$	$\mu\epsilon$	$\mu\epsilon$	Mpa	Mpa	Mpa	°	Mpa	Mpa	Mpa
0.000	0	0	0	162	-471	316	60	-312	3	-274
0.125	94	-46	-40	173	-208	190	59	-105	69	-169
0.250	136	-206	-80	185	52	66	52	102	136	-64
0.375	94	-231	-110	323	188	67	-19	309	202	41
0.500	47	-280	-154	583	200	192	-25	516	268	146
Merkezden uzaklık: 16 mm										
Derinlik	ϵ_1	ϵ_2	ϵ_3	σ_{maks}	σ_{min}	τ_{maks}	β	Sx	Sy	Txy
mm	$\mu\epsilon$	$\mu\epsilon$	$\mu\epsilon$	Mpa	Mpa	Mpa	°	Mpa	Mpa	Mpa
0.000	0	0	0	895	-40	468	-23	747	108	342
0.125	-220	45	33	521	-28	274	-24	430	63	204
0.250	-450	36	14	147	-16	82	-27	113	18	67
0.375	-437	43	7	-1	-229	114	71	-204	-26	-71
0.500	-439	53	10	11	-603	307	69	-521	-71	-209

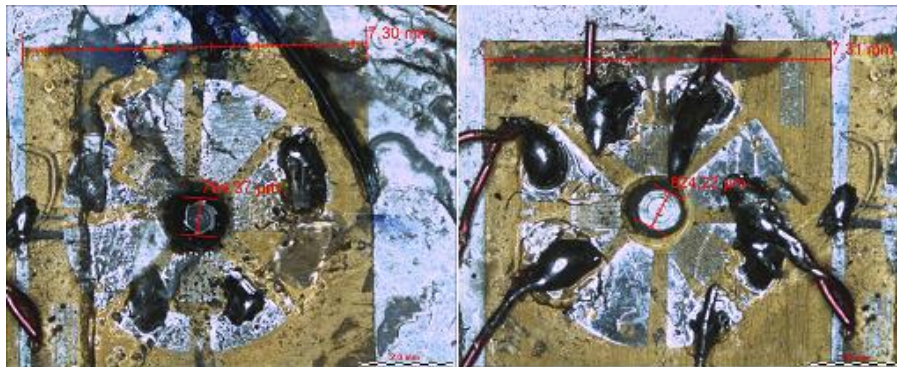
Çizelge 6.4 : Deneyler sonucu hesaplanan her delik için $\sigma_{\max}$, $\sigma_{\min}$ ve β değerleri.

Merkezden uzaklık	0 mm	8 mm	12 mm	16 mm
$\sigma_{\max}$ (Mpa)	702	279	583	895
$\sigma_{\min}$ (Mpa)	-168	-12	-471	-603
β (°)	30	-87	-25	-23

Çizelge 6.4 incelendiğinde maksimum kalıntı gerilmelerin merkezden uzaklaştıkça azalma gösterirken numune kenarına yaklaşılrken tekrar artış gösterdiği söylenebilir. Minimum kalıntı gerilmeler için de aynı trend negatif olarak mevcuttur. Kalıntı gerilmelerin kendilerini eşitleyen gerilmeler olduğu göz önünde bulundurulduğunda bu beklenen bir durumdur.

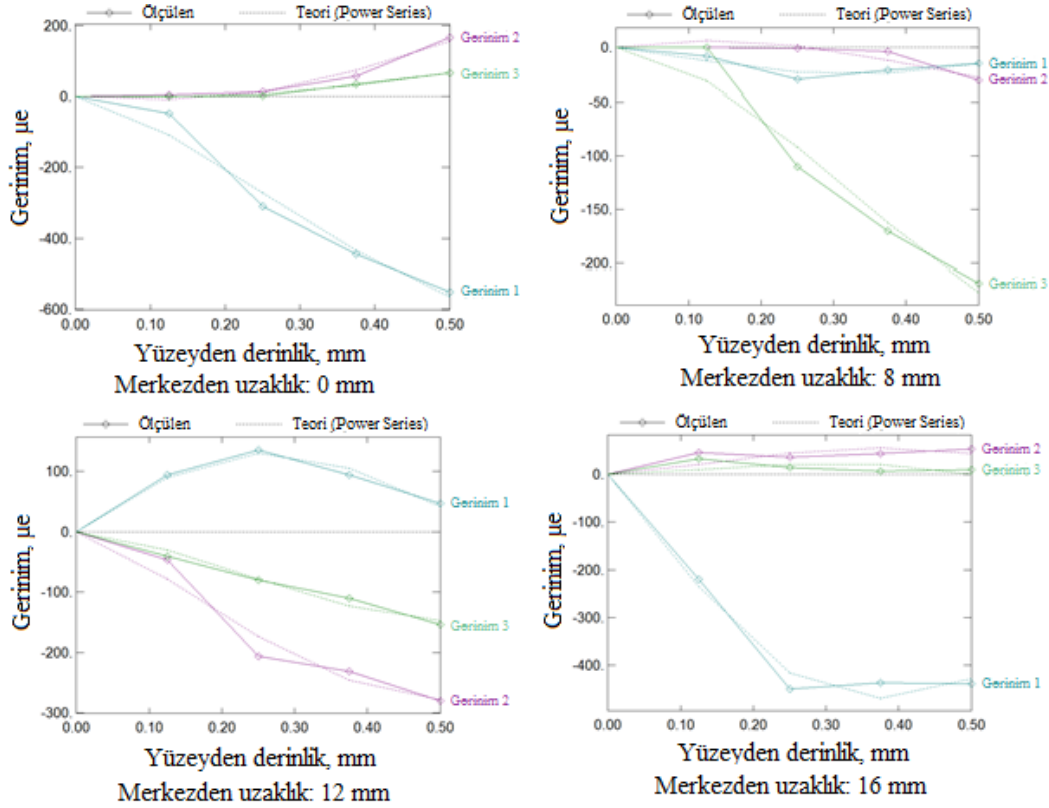
Delik delme ile kalıntı gerilme ölçümünde malzemenin akma dayanımının en fazla % 60'ı ölçülebilmektedir. Ölçülen değerler Zr-esaslı kütsel metalik cam malzemenin akma dayanımının % 60'ının altında kalmaktadır. Bu nedenle delik delme yöntemi bu parçanın yüzeyinden kalıntı gerilme ölçülmesi için uygundur.

Nikon SMZ 800 kullanılarak ölçüm sonrası delinen deliğin eş merkezliliğine bakılmış ve delik çapı ölçülmüşür. Delinen deliğin eş merkezliliği ölçüm sonuçlarının doğruluğu açısından çok önemlidir. Şekil 6.35'de örneği görülebileceği gibi delik delme işlemi başarı ile gerçekleştirilmiştir. Geçerli toleransların dışına çıkan iki ölçüm değeri ise göz önünde bulundurulmamıştır.

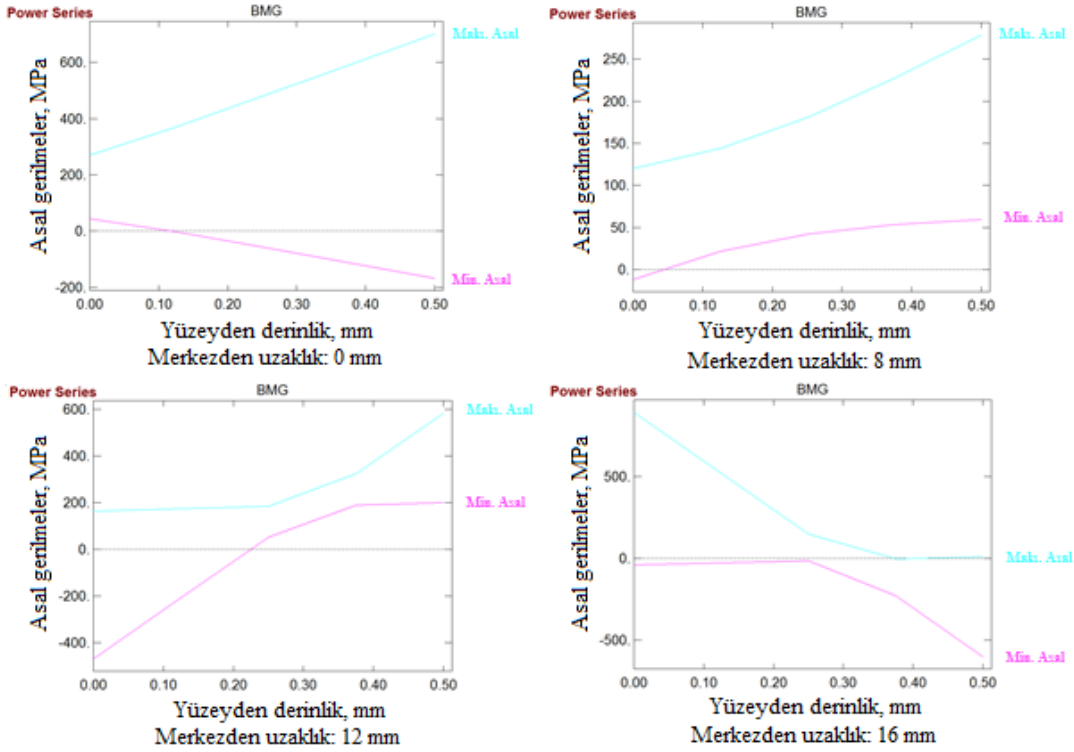


Şekil 6.35 : Optik mikroskop ile delik delme sonrası numunenin incelenmesi.

Yazılım üzerinden elde edilen veriler yardımıyla ölçülen gerinim değerleri ile teorik gerinim değerlerini karşılaştırdığımızda Şekil 6.36'daki grafikler elde edilmektedir. Grafikler incelendiğinde teorik değerler ile ölçülen değerlerin sapmalar gösterse de genel trend olarak uyumlu olduğu görülmektedir.



Elde edilen deliklerin yüzeyden olan derinliğe bağlı olarak asal kalıntı gerilmeleri ise Şekil 6.37’de görülebilmektedir.



6.2 Metalik Cam Üretimi

Yapılan çalışmada Zr-esaslı, $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ ve $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ atomik bileşimindeki kütleli metalik cam alaşımları, Edmund Bühler marka mini ark ergitme makinesi kullanılarak üretilmeye çalışılmıştır. Bahsedilen ark ergitme makinesi Şekil 6.38’de görülebilmektedir.



Şekil 6.38 : Edmund Bühler marka mini ark ergitme makinesi.

Kütleli metalik camların üretiminde karşılaşılan en büyük problemler kritik soğuma hızı ve malzemeye safsızlıklar karışmasıdır. Bu iki sorunu çözmeye yönelik parametreler seçilmeye çalışılmıştır. Bunun için kritik soğuma hızı malzemenin ergitildiği ark ergitme makinasında bulunan su soğutmalı bakır kalıp kullanılarak sağlanmaya çalışılırken ikinci aşama olan yüksek safiyet hem vakum altında yapılan işlem hem de yüksek saflıkta sarf malzemesi kullanımıyla sağlanmaya çalışılmıştır. Kullanılan mini ark ergitme makinesinin özellikleri Çizelge 6.5’de verilmiştir.

Çizelge 6.5 : Edmund Bühler marka mini ark ergitme makinasının özellikleri.

Boyutlar	650 x 430 x 750 mm
Ergitme kapasitesi	10-20 gr
Çıkan sıcaklık	3500°C’ye kadar
Sıcaklık kontrolü	Yok
Elektrod	Su soğutmalı, tungsten
Vakuma alma	Argon atmosferi
Ark oluşturma	Kendi güç kaynağıyla maksimum 200 A’ye kadar çıkabilir.
Elektrik kaynağı	400 V, 3 fazlı / 50/60 Hz. ya da 230 V, 1-fazlı 50/60 Hz
Güvenlik	Kalibın ısınması veya koruyucunun açılmasıyla otomatik kapanma

Metalik cam üretimi için, Zr-esaslı, $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ ve $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımları seçilmiştir. Metalik camlar, özellikle kütleli halde üretilirken, yüksek saflıkta sarf malzemeleri gerektirmektedir. Malzeme içinde olabilecek katışkılar, özellikle oksijen içerikleri çekirdeklenmeyi başlatıcı etki yaparak amorf yapı elde edilmesini zorlaştırmaktadır. Bu sebeple malzemeler, en düşük %99,5 saflıkta temin edilmiştir. Çizelge 6.6’da deneysel çalışma esnasında kullanılan sarf malzemeleri ve saflıkları verilmiştir.

Çizelge 6.6 : Deneysel çalışmada kullanılan malzemeler ve saflıkları.

Malzeme	Saflık (%)	Hal
Zirkonyum	99,5	Bar
Titanyum	99,5	Toz
Bakır	99,5	Toz
Nikel	99,8	Toz
Alüminyum	99,8	Toz

Sarf malzemeleri yukarıdaki gibi temin edildikten sonra zirkonyum bar talaş haline getirilmiştir. İlk etapta bar şeklinde temin edilmesinin sebebi yüksek saflıkta zirkonyumun toz halinde ticari olarak bulunamamış olmasıdır. Üretim yapılacak ark ergitme makinesinin ergitme kapasitesi 10-20 gr arasında olduğu için üretim miktarı olarak 15 gram tercih edilmiştir, üretim şekli ise düğme şeklindedir. 15 gram boyutunda yapılacak $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ alaşımı üretimi için kullanılan malzeme miktarları Çizelge 6.7’de verilmiştir.

Çizelge 6.7 : $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ alaşımında 15 gr’lık numune üretimi için kullanılan malzeme miktarları.

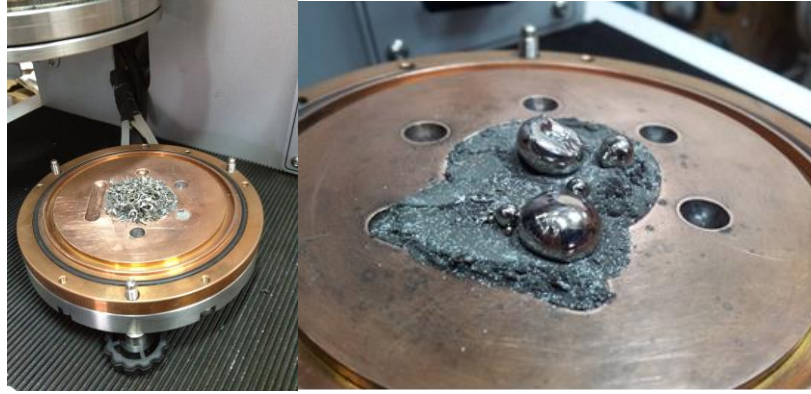
Malzeme	Zr	Ti	Cu	Ni	Al
Ağırlık (gr)	7,875	1,5	0,75	2,19	2,685

Üretimde kullanılacak malzeme miktarlarının bu kadar küçük olması ve bileşim oranlarının büyük önem taşıması sebebiyle malzemelerin boyutlarının olabildiğince ufak olması tercih edilmiş ve bu nedenle toz malzeme alımı yapılmıştır. Bu ölçümler için kullanılan hassas terazi Şekil 6.39’da görülebilmektedir. Zr barın işlenmesiyle elde edilen talaş, bakır kalıba yerleştirildiğinde hacim olarak kalıbın kapanmasını ve

ark oluşturmaya imkansız kıldığı için Zr talaşı daha küçük hacimlerde ayrıca ergitilmiş ve parçalar haline getirilmiştir. Zr talaşı ile doldurulmuş kalıp Şekil 6.40(a)'da görülebilmektedir, oluşturulan Zr parçaları ve geri kalan malzemelerin karışımından oluşan tozun birlikte kalıba yerleştirilmesi ise Şekil 6.40(b)'de görülebilmektedir.



Şekil 6.39 : Deneylerde kullanılan hassas terazi.



Şekil 6.40 : (a) Zr talaşı ve kullanılan bakır, su soğutmalı kalıp, (b) Zr ve toz malzeme.

Tozların arkla ergitilmesi esnasında, daha yüksek derecelerde bir arkla başlandığında oluşan toz uçuşmasını engellemek adına soğuk izostatik pres yardımıyla tozların külçeler haline getirilmesi denenmiştir. Fakat tozların kalıba yapışması ve bu durumun numunedeki malzeme yüzdelelerini değiştirebilecek olması sebebiyle bu işleminden vazgeçilmiştir. Bu durumu çözmek amacıyla çok düşük ark uygulanarak ufak bir bölgeden başlanarak ergitme yapılmış ve bir bölge ergitildikten sonra ark arttırılarak tozların yavaş yavaş ergitilmiş metalin içine toplanması sağlanmıştır.

Mini ark ergitme makinesiyle ergitme yapılırken ortam vakuma alınarak daha sonrasında kalıbın da içinde bulunduğu haznede yüksek saflıkta argon atmosferi oluşturulur. Bunun sebebi havadan gelebilecek safsızlıkları engellemektir. İçeriye soygaz verilerek yapıya katılmayacak bir atmosfer yaratılmış olur. Bu işlem yapılan

deneylerde farklı sayılarda yapılmakla beraber, her deneyde, vakuma alma üzerine argon atmosferi oluşturma çevrimi en az üç kez tekrarlanmıştır. Bunun sebebi ergimiş haldeki metalin temas ettiği atmosferin tamamen safsızlaştırılmasıdır.

İşleme başlamadan önce kalıp doldurularak, hazneye oturtulur ve vidalar yardımıyla sabitlenip hazne atmosferinin dış atmosferle ilişkisi kesilmiş olur. Manometrenin bağlantısı kullanılarak yüksek saflıktaki argon makineye bağlanır. Sonrasında vakum pompası çalıştırılarak hazne vakuma alınır. Manometrede -1 bar okunana kadar indirilen iç atmosfer daha sonra içeriye yüksek saflıkta argon gazı verilmesiyle +1 bar'a kadar çıkartılır. Bu işlem en az üç çevrim olarak tekrarlanır. Böylece içeride yüksek saflıkta argon olan bir atmosfer oluşturulmuş olur. Bu noktada vakum pompası kapanır ve soğutmayı sağlayacak su bağlantısı yapılır. Su bağlantısı unutulmamalıdır çünkü unutulması durumunda kalıp hızla ısınacaktır ve makinenin güvenlik önlemi sebebiyle ark duracaktır. Kalıbın doldurulması, haznenin kapatılması, vakuma alma, argon atmosferi oluşturma ve su soğutmayı bağlama işlemlerinden sonra ergitme ön işlemleri tamamlanmıştır, koruyucu kapak kapatılarak işlem uygulanırken göze zarar vermesi önlenir ve ark düşmesi kullanılarak ark uygulanmaya başlanır. Ark uygulanırken elektrodun malzemelere değmemesine dikkat edilmelidir, değmesi durumunda elektrodun ucuna malzeme yapışarak ark işlemini zorlaştırır. Ergitme tamamlandığı zaman parça kor şeklini alır ve sıcaklık direkt olarak elektrod ucundan uygulandığı için hep aynı noktaya uygulanırsa, elektroda uzak kalan kısımların sıcaklığı düşebilir. Bu nedenle işlem süresince elektrod hareket ettirilerek hem malzemenin karıştırılarak homojen hale gelmesi sağlanır hem de sıcaklığın belli bölgelerde düşmesi engellenir. Ark işlemi tamamlandıktan sonra, ark kapatılarak parçanın soğuması beklenir. Bu işlem çok uzun süre yapılamaz çünkü bir süre sonra kalıp fazlasıyla ısınır. Bu nedenle aralarda beklenecek ark ergitme işlemi en az 4 kez olmak üzere tekrarlanır. Deneyler esnasında tek seferde maksimum 10 dakikalık arklar uygulanmıştır.

İşlem tamamlandıktan sonra parçanın soğuması beklenir ve sonrasında kalıbın hava girişi açılarak vakum tamamen kaldırılır. Vakum kaldırıldıktan sonra kalıp vidalarından açılarak parça çıkartılır. Bu noktada parça gözle muayene edilir.

İkinci alaşım yani $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımı için de aynı işlemler tekrar edilmiştir fakat elde edilen ikinci Zr bar torna ile talaş haline getirilip ergitilerek parça haline getirilmek yerine hassas kesme makinesi yardımıyla kesilerek parçalara

ayrılmıştır. Bu şekilde parçalar istenen kütleyle yakın hale getirilerek toz metaller Zr kütlesine göre ayarlanmıştır ve numune ağırlıkları da parça boyutlarına göre değişkenlik göstermiştir. Bununla beraber 15 gramlık numune için gereken malzeme ağırlıkları Çizelge 6.8'deki gibidir.

Çizelge 6.8 : $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımında 15 gr'lık numune üretimi için kullanılan malzeme miktarları.

Malzeme	Zr	Ti	Cu	Ni	Al
Ağırlık (gr)	9,851	0,492	2,340	1,762	0,555

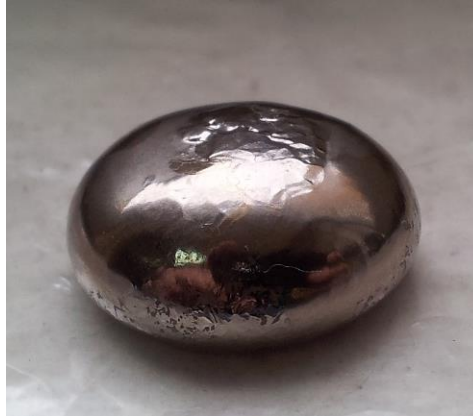
İkinci bileşimde yapılan bütün denemelerde direkt olarak toz ile kesilmiş Zr, öncesinde herhangi bir işleme tabi tutulmadan, topluca kalıba yerleştirilmiş ve ergitmenin Zr üzerinde başlatılmasına çabalanmıştır. Zr ergitilip metal tozlarının ergiyik içine karışması beklenmiştir.

Yapılan deneylerde Ti temizleyici kullanımı denenmiştir. Ti temizleyici, yüksek saflıktaki titanyumun vakuma alınmış kalıp içerisinde, ergitme işlemine geçilmeden önce kalıbın başka bir köşesinde ergitilerek kalıp atmosferinde kalmış olabilecek safsızlıkları temizlemesi adına kullanılmaktadır. Fakat Ti temizleyici kullanımı denendiğinde görülmüştür ki malzeme yüzeyi önceki denemelerden oldukça kötü bir görüntüye sahiptir. Bu sebeple Ti temizleyici kullanımından vazgeçilmiştir. Parçaya negatif etki yapmasının sebebinin Ti tozlarının uçuşması olduğu düşünülmektedir. Normal şartlarda daha uygun bir ark ergitme makinesinde pozitif bir etki yapabilecek bir etken olsa da laboratuvar ölçekli ark ergitme cihazında asıl ergitmenin yapıldığı kalıp gözü ile Ti temizleyicinin ergitildiği kalıp gözü arasında 5 mm'den az bir uzaklık olması bu sorunun temelini oluşturmaktadır. Bu problem kütleli halde Ti kullanımıyla da çözülebilir.

Bunun yanında Al uçuşması ve diğer alaşım ile elde edilen numunelerin XRF sonuçlarında neredeyse yarıyarıya azaldığı göz önünde bulundurularak yapılan denemelerin üçünde Al %2 oranında artırılmıştır. Ergitmenin süreleri kalıp soğutma suyunun ısınmasına göre kısaltılmıştır. Ergitme tekrarları da göz ile muayene sonucu karar verilerek yapılmıştır.

Deneyler esnasında 9 adet $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ (%at) alaşımı ve 9 adet $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımı olmak üzere toplam 18 deneme yapılmıştır ve

bu denemelerde çeşitli sorunlarla karşılaşmıştır. Yaşanan en büyük problem ergitme tekrarlarında parçanın çatlayarak parçalanması olmuştur. Bunun sebebinin yapının tam amorf halde katılaştırılamaması sebebiyle içinde farklı fazlar oluşması ve bunların ısıtma esnasında yapıda gerilmeler yaratması olduğu düşünülmektedir. Kristal oluşmaya en yatkın bölge soğutmanın sağlandığı su soğutmalı kalıptan en uzak bölgeler olan üst kısımlardır. Ark da, ergitme cihazının yapısı gereği bahsedilen bu bölgelerden uygulanmaktadır. Bu sebeple bu bölgelerde genleşme farkının yüksek olduğu düşünülmektedir. Bu konuda öne sürülen bir diğer görüş de cam geçiş sıcaklığına gelen amorf yapılarda oluşan viskozite değişimine bağlı olarak yapının kırılmanlaşacağı görüşüdür, [177] numaralı referansta yapılan çalışmada, kırılmanlığın sebeplerinden birinin yapıda oluşabilecek farklı fazların farklı genleşme katsayıları olacağı belirtilirken diğer bir sebebin de yapıda oluşan bağ tipleri olduğu belirtilmiştir. Oluşan bu çatlama durumunu engellemek adına parçaya çok düşük seviyede ark uygulanmıştır. Şekil 6.41’de $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ (%at) alaşımında üretilen, Şekil 6.42’de ise $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımından elde edilen numune görülmektedir.



Şekil 6.41 : Elde edilen numune ($Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ (%at) alaşımı).



Şekil 6.42 : Elde edilen numune ($Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımı).

Sonuçta elde edilen parçalar üzerinde yapılan x-ışını floresans spektrometresi sonuçları Çizelge 6.9 ve Çizelge 6.10'da görülebilmektedir. Sonuçlar incelendiğinde alüminyum yüzdesinde belirgin bir sapma gözlenmektedir. X-ışını floresans spektrometresi elemental ve kimyasal bileşimi belirlemek adına kullanılan önemli yöntemlerden biridir. Bu yöntem hızlı olması, malzemeyi tahrip etmeden ölçüm alabilmesi, işlemin kolaylığı gibi özellikleri nedeniyle deneysel çalışmalar için oldukça uygundur. Floresans, radyasyonla uyarılan atomların, yakın yörüngelerdeki elektronlarının yüksek enerji düzeylerine çıkması, tekrar eski enerji düzeyine dönerken de bu enerjiyi dalga boyu 0,1 ile 50 Å arasında değişen x-ışınları şeklinde yayınması esnasında oluşan ikincil ışınlardır. Floresans ışınları her element için farklı bir dalga boyundadır. Bu dalga boylarının ölçülmesiyle bu elementin cinsi, ışının yoğunluğuna bakılarak ise element konsantrasyonu belirlenmektedir.

Çizelge 6.9 : X-ışını floresans spektrometresi sonuçları ($Zr_{36}Al_{24}Ti_{16}Ni_{16}Cu_{18}$ (%at) alaşımı).

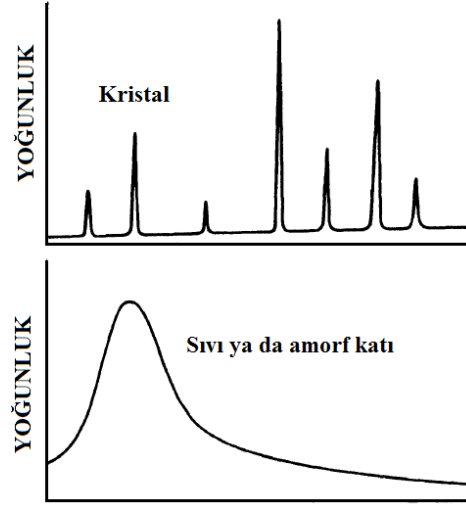
Element	Zr	Cu	Ni	Ti	Al
Numune 1	53.019	20.105	16.737	5.395	3.76
Numune 2	53.585	19.953	17.713	4.741	3.266
Numune 3	53.039	19.698	16.471	5.756	4.349

Çizelge 6.10 : X-ışını floresans spektrometresi sonuçları ($Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımı).

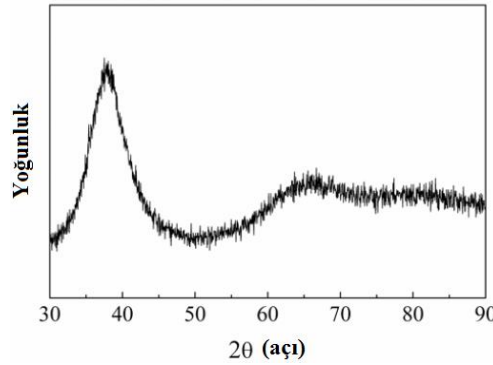
Element	Zr	Cu	Ni	Ti	Al
Numune 1	65.35	16.113	12.471	3.239	2.192
Numune 2	63.821	16.56	12.542	3.811	2.726
Numune 3	64.555	16.404	13.039	2.904	2.498

Numune üzerinde yapılan x-ışını kırınımı testinden elde edilen grafik Şekil 6.39'da görüldüğü gibidir. Bu yöntemde de yapıya gönderilen x-ışınlarının her bir kristalin fazın kendine özgü atomik dizilimine bağlı olarak karakteristik şekilde geri yansması ve yansıma yoğunluğu üzerinden malzeme içinde bulunan fazlarla ilgili

bilgi edinilmesi söz konusudur. Kristalin fazlar ve amorf için karakteristik x-ışını kırınımı grafikleri söz konusudur. Şekil 6.43’de bu eğriler görülebilmektedir [178]. Şekil 6.44’de ise [179] numaralı referansta yapılan çalışmada elde edilmiş Zr-esaslı kütleli metalik cam x-ışını kırınımı grafiği görülebilmektedir. Her kristalin faz için elde edilen pikler o kristali tanımlayarak yapıdaki varlığını gösterir. Bu yöntem de tahribatsız bir yöntemdir.

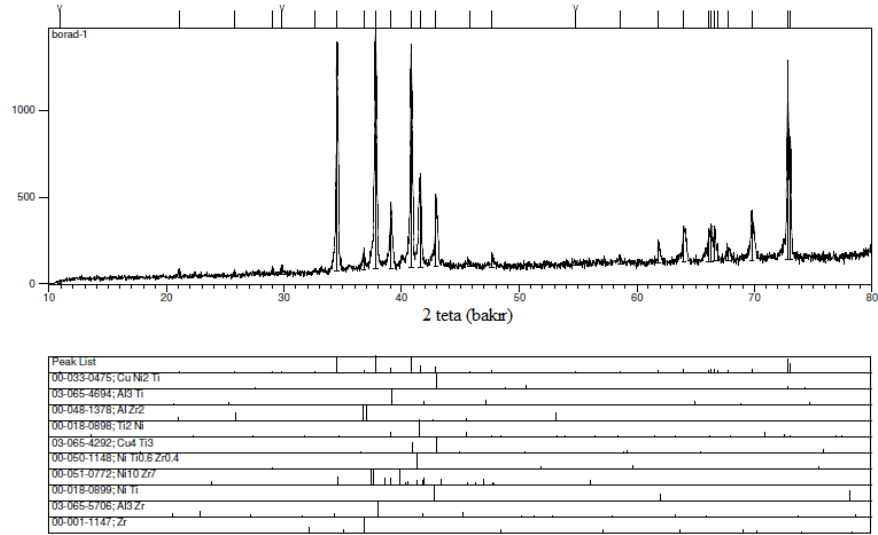


Şekil 6.43 : Kristal ve amorf fazlar için karakteristik x-ışını kırınımı grafikleri [178].

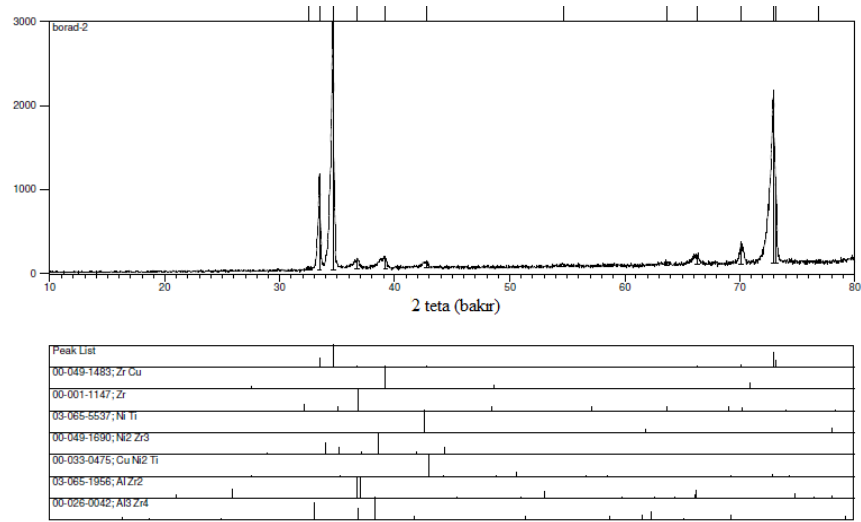


Şekil 6.44 : Zr₅₅Cu₃₀Al₁₀Ni₅ Kütleli metalik camı için elde edilen x-ışını kırınımı grafiği [179].

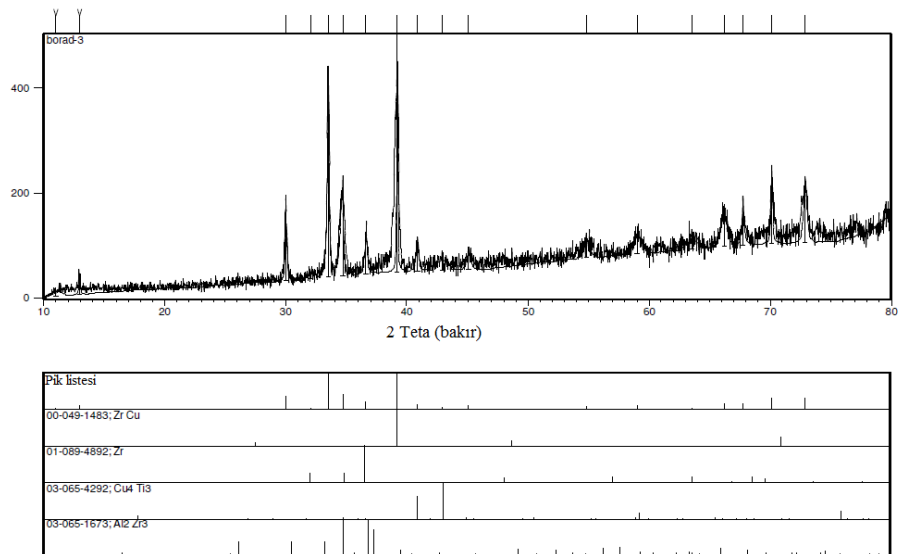
Elde edilen grafik Şekil 6.45’deki gibidir ve kristal eğrisine benzemektedir. Fakat metalik camda oluşması gereken büyük pikin yerinde parçalanmış olmakla beraber pikler görülmektedir. Yine Zr-esaslı kütleli metalik cam için olan grafik incelendiğinde (Şekil 6.44) ikinci ve daha geniş olan pik yerinde de parçalı pikler görülmektedir. Bunlar kristal bölgeleri temsil etmekle beraber x-ışını kırınımı testlerinin yüzeyden sadece birkaç atom boyu kadar içeriye girecek şekilde yapıldığı, ve alınan değerlerin en üst, yani soğutma sisteminin en uzağında kalan, doğal olarak en düşük soğuma hızına sahip bölgeler olduğu unutulmamalıdır.



Şekil 6.45 : X-ışını kırınımı sonucu $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ (%at) alaşımı - numune 1.

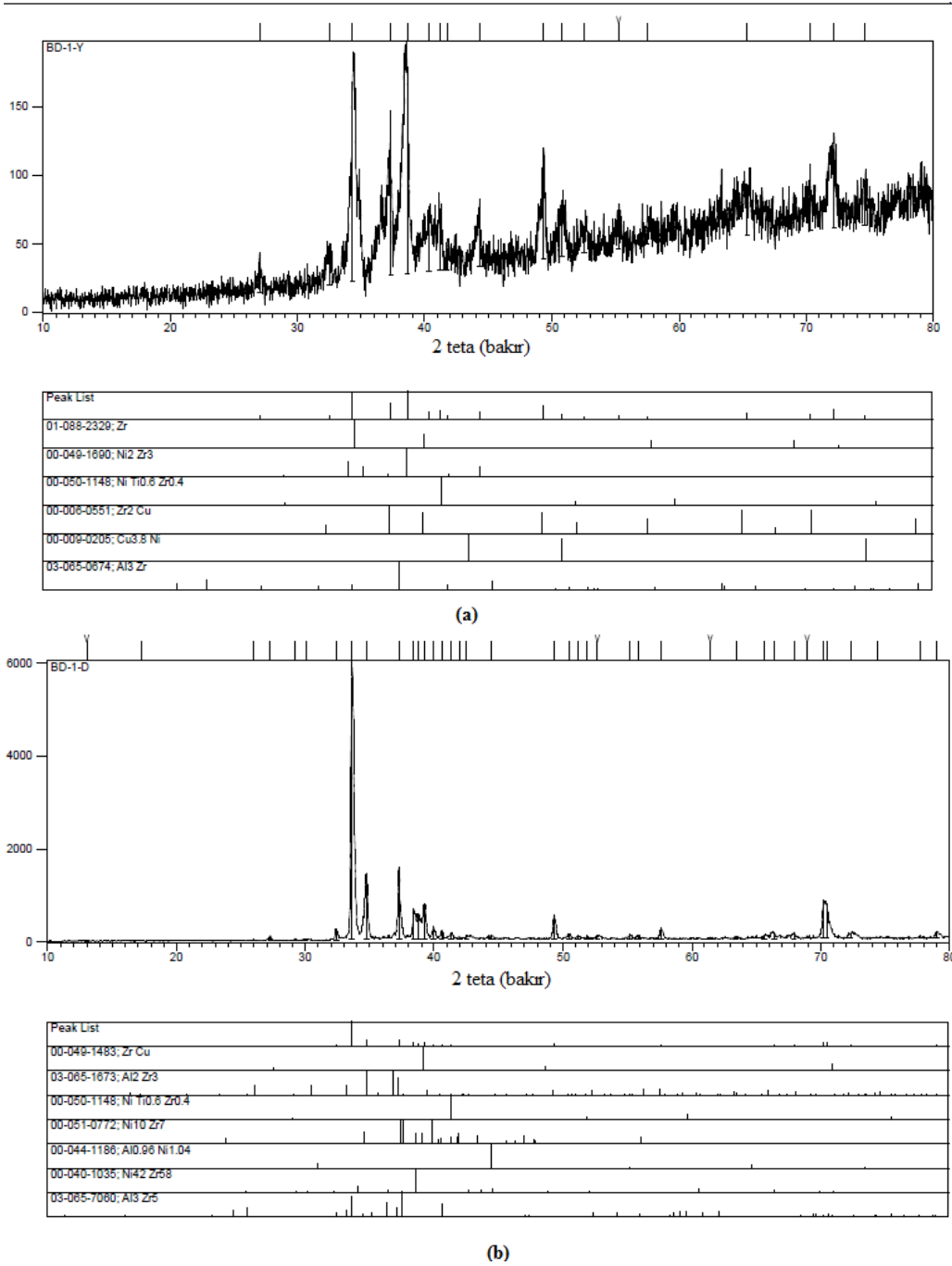


Şekil 6.46 : X-ışını kırınımı sonucu $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ (%at) alaşımı - numune 2.

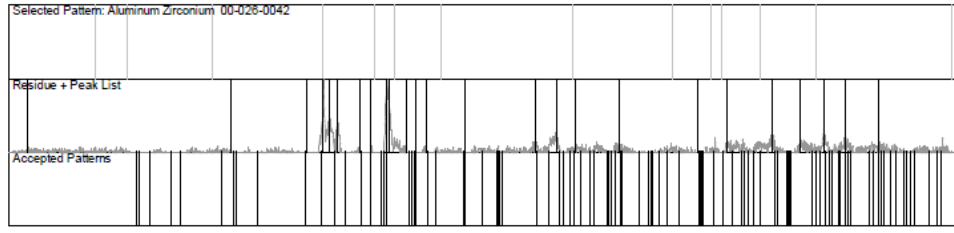
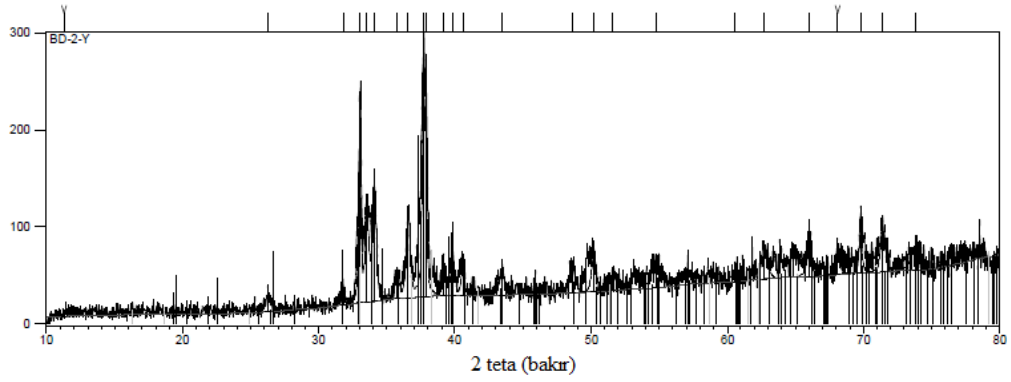


Şekil 6.47 : X-ışını kırınımı sonucu $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ (%at) alaşımı - numune 3.

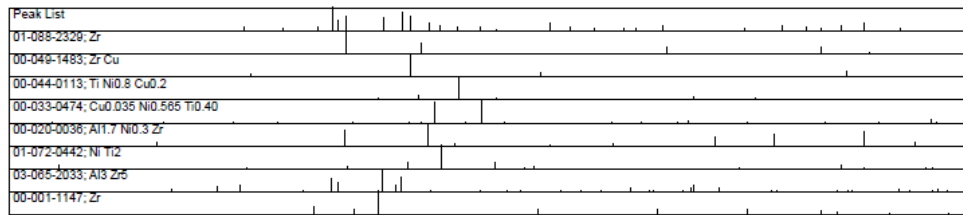
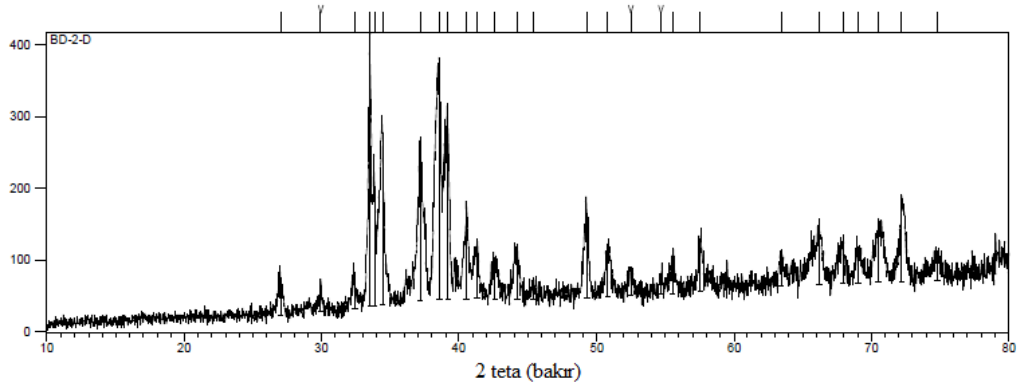
İkinci alaşımda da ($Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımında) aynı testler uygulanmıştır ve elde edilen sonuçlar Şekil 6.48 – Şekil 6.49 ve Şekil 6.50’deki gibidir. Bu sonuçlar incelenirken hem üst hem de kalıba direkt temas eden bölgeden x-ışını kırınımı sonuçları alınmıştır. Bunlar incelendiğinde yine kristal karakteristikte olduğu görülmektedir. Bu sonuçlara bakarak, su soğutmalı kalıba direkt temas eden bölgelerde dahi kristal yapıların oluştuğu, istenen camlaşmanın sağlanamadığı görülmektedir.



Şekil 6.48 : X-ışını kırınımı sonucu $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımı - numune 1 (a) Üst yüzey, (b) alt yüzey.



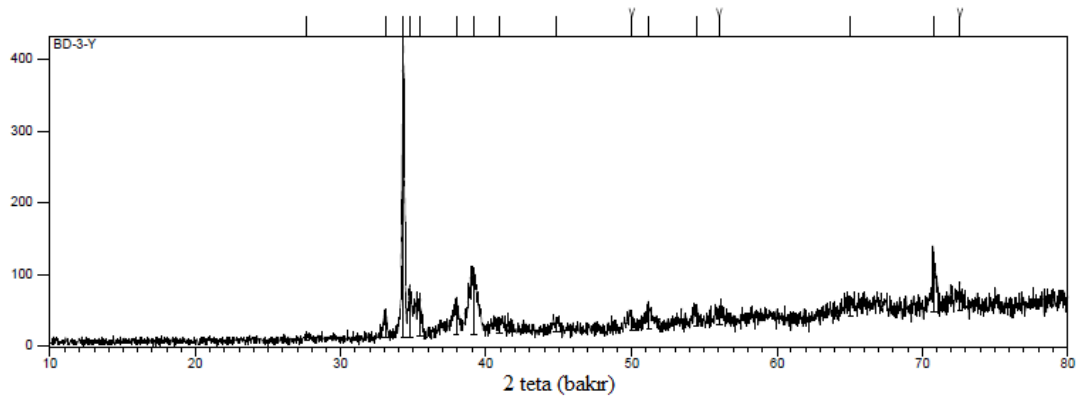
(a)



(b)

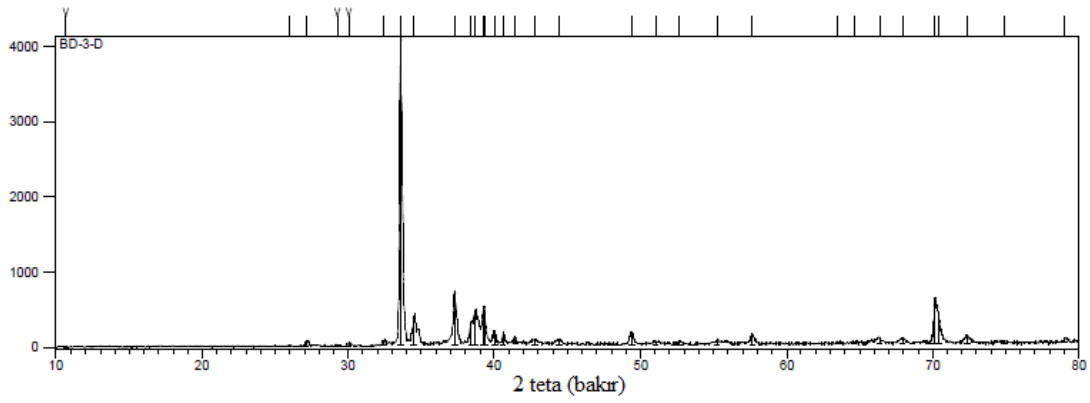
Şekil 6.49 : X-ışını kırınımı sonucu $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımı - numune 2 (a) Üst yüzey, (b) alt yüzey.

Grafikler incelendiğinde elde edilen numunelerin içinde birçok kristalin faz olduğu görülmektedir. Buna rağmen grafik kristal yapılarda elde edilen XRD sonuçlarından beklendiği gibi düz bir şekilde değil amorf yapıya benzer şekilde yukarı doğru çıkan ve amorf yapıdan beklenen büyük ve geniş piklerin olması gereken yerlerde pik benzeri yapılar oluşturan şekildedir. Numuneler içinde en yüksek camlaşma 2 numaralı numunede gözlenmiştir ki en yüksek Al oranı bu numunedir.



Peak List
00-049-1483; Zr Cu
00-049-1316; Al Zr3
00-049-1690; Ni2 Zr3
00-037-0825; Ni7 Zr2
00-026-0042; Al3 Zr4

(a)



Peak List
01-088-2329; Zr
01-088-3726; Ti
03-085-4534; Ti2 Zr
00-044-1186; Al0.98 Ni1.04
00-049-1483; Zr Cu
00-044-0113; Ti Ni0.8 Cu0.2
00-051-0772; Ni10 Zr7
01-088-4813; Ti
00-014-0153; Al Zr2
00-048-1380; Al2 Zr3
00-042-1187; Cu10 Zr7
03-085-7080; Al3 Zr5

(b)

Şekil 6.50 : X-ışını kırınımı sonucu $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (%at) alaşımı - numune 3 (a) Üst yüzey, (b) alt yüzey.

7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmada Zr-esaslı 44 mm çapındaki, 3 mm kalınlığındaki, daire şeklindeki kütleli metalik cam malzemenin yüzeyinde Vishay RS-200 cihazı kullanılarak delik delme yöntemiyle ölçümler yapılmış ve şekil değişimleri kullanılarak parça çapı boyunca kalıntı gerilmelerdeki değişimler hesaplanmıştır. Parça daha önceden herhangi bir işleme tabi tutulmamış, emme döküm yöntemiyle üretilmiş bir numunedir. İmalat proseslerinin genelinde olduğu gibi döküm esnasında da kalıntı gerilmeler oluştuğu öngörülmüştür.

Deneylerde kalıntı gerilme ölçümü için delik delme yöntemi tercih edilmiştir. Bunun sebebi hem deneylerin olabildiğince standartlaştırılmış bir şekilde ele alınabilmesi hem de iç yapısının amorf olması sebebiyle tahribatsız kalıntı gerilme ölçüm yöntemlerinin kütleli metalik camlar için uygun olmayışdır.

Deney yöntemine karar verilmesinin ardından deneyde kullanılacak ekipmanlar ve deney parametreleri belirlenmiştir. Bunlar belirlenirken parça boyutları göz önünde bulundurulmuştur. Numunenin çapının 44 mm olması ve üzerinde bir gerilme haritası çıkarılmak istenmesi, delik boyutunun olabildiğince küçük tutularak daha bölgesel, daha doğru sonuçlar elde edilmek istenmesi ve deneyin laboratuvar şartlarında uygulanması sebebiyle ölçüm hassasiyetinin sorun yaratmaması nedenleriyle standartlarda belirtilen ve ticari olarak bulunabilen en küçük delik delme rozetleri olan Vishay EA-06-031RE-120 kodlu gerinim ölçme rozetleri tercih edilmiştir. Bu derece küçük gerinim ölçerler kullanılması yapıştırma ve kablolama esnasında sorunlara yol açmıştır ve işlemlerin tekrarlanmasına neden olmuştur. Ayrıca numune küçüklüğü ve ölçüm alınan noktaların yakınlığı sebebiyle teller ile kabloların birleşmesini sağlayan terminaller numune üzerine yerleştirilememiş ve bu işlemler sabitleyici tabla üzerinde gerçekleştirilmiştir. Gerekli kontroller yapılarak yapıştırma ve kablolama işlemlerinin tatmin edici olduğuna karar verildikten sonra parçanın tablaya sabitlendiğinden emin olunmuş ve standartta belirtilen hususlara dikkat edilerek 8'er adımda olmak üzere 6 adet ölçüm alınmıştır. Ölçümler sonrası

optik mikroskopta yapılan incelemelerle delik apları ve eřmerkezlilik incelenmiřtir. Bu lmlerden ikisi geersiz sayılmıřtır.

Elde edilen gerinimler sayesinde hesaplanan gerilmelere bakıldıėında bunların akma sınırının %60'ını gemediėi teyit edilmiřtir. Bu sebeple yapılan lmlerin ktlesel metalik cam iin geerli olduėu sylenebilir. Kalıntı gerilmelerin numune merkezinden uzaklařtıėa deėiřiklik gsterdiėi saptanmıřtır. Hesaplanan en byk kalıntı gerilme $\sigma_{maks} = 895$ MPa ve en kk kalıntı gerilme $\sigma_{min} = -603$ MPa deėerlerinin ikisi de 16 mm uzaklıktan, yani en uzak noktadan alınan lmden elde edilen deėerlerdir. Bu sebeple hem aradaki farkın byklėu hem de tek bařına 895 MPa byklėundeki bir gerilmenin olduka yksek bir kalıntı gerilme deėeri olması sebepleriyle, parada zellikle servis esnasında oluřabilecek hasar gz nnde bulundurulmalıdır. Elde edilen maksimum kalıntı gerilme 895 MPa byklėunde bir ekme gerilmesidir, bu da sperpozisyon sebebiyle zellikle ekme yk altında alıřacak paralar iin uygulanan yke eklenecek 895 MPa'lık bir gerilme yk getireceėinden istenmeyen bir durumdur. Elde edilen kalıntı gerilmeler genel olarak pozitif deėerdedir, yani ekme gerilmeleridir. Bu nedenle zellikle alıřma kořullarında paraya etkileri genel anlamda negatif olacaktır, yorulma mrnde dřř grlecektir. Kalıntı gerilme deėerlerinin bu kadar yksek ıkmıř olması, $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ bileřimindeki Zr-esaslı ktlesel metalik cam uygulamalarında, kalıntı gerilmelerin tespiti ve paranın servis mr boyunca kalıntı gerilme etkilerinin olduka byk bir nem arz edeceėi anlamına gelmektedir. Gz ardı edilen kalıntı gerilmeler hasara neden olarak byk zararlara yol aabilir. Fakat bu noktada bahsedilen maksimum kalıntı gerilme deėerinin akma mukavemetine oranının %47 civarında olduėu, A36 eliėi iin ise 250 MPa olan akma mukavemeti dřnlnce %47 oranının 117,5 MPa'a tekabl ettiėi gz ardı edilmemelidir. Ti_6Al_4V alařımı iin bile %47 oranı 390 MPa civarındadır. Kalıntı gerilme deėerleri yksek gzkmekle birlikte malzeme zellikleri gz nne alındıėında etkileri azalmaktadır. Yinede bahsedilen kalıntı gerilmeler olduka yksektir.

Kalıntı gerilmeler yapının ierisinde kilitli kalmıř gerilmeler olarak da anılmaktadırlar, bu gerilmeler eřitli iřleme, talař kaldırma yntemleriyle serbest kalabilir. Bu durumda para arpılarak i gerilemelerini denge durumuna dndrmek ister. Bu sebeple yksek kalıntı gerilme ieren paralara uygulanacak iřlemlerde de kalıntı gerilmeler gz nnde bulundurulmalıdır.

Sonuç olarak delik delme yöntemi 44 mm çapındaki ve 3 mm kalınlığındaki kütleli metalik cam numune için uygun bir yöntem olmuştur. Delik delme yöntemi diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında bu malzeme için en uygun yöntem olduğu söylenebilir. Tahribatsız yöntemler genel olarak malzemenin iç yapısına dayanarak ölçüm yapmaktadır ve amorf olması sebebiyle bu yöntemler metalik camlar için uygun olmamaktadır. Bu durumda ikinci tercih edilebilecek grup, yarı hasarlı yöntemler, delik delme, halka çıkarma yöntemleri olmaktadır ki bu iki yöntem arasında delik delmenin tercih edilme sebebi hem yöntem uygulamasının standartlaştırılmış olması hem de ticari olarak ekipman bulmanın kolay olmasıdır.

Parçada bulunan kalıntı gerilmelerin zararlı olacağı öngörüsüne dayanarak parçada bulunan kalıntı gerilmelerin giderilmesi için kalıntı giderme tavlama önerilebilir, fakat bu malzeme için bu tarz bir işlem yapılması sonucu yapıda ne gibi değişiklikler olacağı bilinmemektedir. Cam geçiş sıcaklığı civarında yapılacak böyle bir tavlama işlemi yapıdaki kalıntı gerilmelerin rahatlatılmasına yardımcı olabilir fakat çıkılacak sıcaklığa dikkat edilmesi ve kristalleşmeye imkan verilmemesi gerekmektedir. Gelecekte bu konuda bir çalışma yapılabilir.

Yapılan deneylerde, ASTM E837 standardına dayanılarak kalıntı gerilmelerin uniform değişim göstermediği varsayımı yapılmıştır. Bu şekilde yapılan ölçümler, deneyin daha fazla numune üzerinde uygulanması ile deneylerin doğruluğunu destekleyecektir ve bu konuda çalışmalar devam ettirilebilir. Elde edilen veriler, standartta verilen denklemler üzerinden yazılmış bir bilgisayar yazılımı kullanılarak işlenmiştir. Deneyler sekizer deney adımıyla oluşacak şekilde gerçekleştirilmiştir fakat daha sık ölçüm alınarak, elde edilen kalıntı gerilme değerlerinin tolerans aralığı düşürülebilir. Bu çalışmanın amacı döküm parçanın üzerindeki kalıntı gerilmelerin merkeze olan uzaklığına göre değişiminin ne şekilde gerçekleştiğini görmektir ve yapılan çalışma sonucunda elde edilen veriler trend olarak öngörüldüğü gibi olmakla beraber gerilmelerin cinsi açısından beklenenden farklı bir sonuç vermiştir. Döküm parçaların yüzeyinde oluşan kalıntı gerilmelerin basma cinsi olması beklenirken elde edilen değerler genel olarak oldukça yüksek değerlerde çekme gerilmeleri olmuştur. Bunun sebebinin yüksek kalıntı gerilme içeren bir parçada, kalıntı gerilmeler denge durumuna geldiğinde, oldukça yüksek ve çok ince bir çekme kalıntı gerilmesi tabakası oluşturup iç kısımlara doğru inildikçe bunu tamamlamaya yönelik basma kalıntı gerilmeler oluşturması olduğu düşünülmektedir. Deneylerde kullanılan 0,125

mm boyutundaki adımlar ise bu incelikte bir tabakanın çok üstünde olması sebebiyle bu incelikte bir tabakayı tespit edememektedir. Bu sadece merkezden 16 mm uzaklıktaki delik için açıklanamamaktadır. Diğer üç delik için derine girilirken σ_{maks} değerlerinin çekme yönünde arttığı görülse de σ_{min} değerleri için belli bir trend söz konusu değildir. Fakat her delik için (16mm hariç) genel trendin çekmeye kaydığı gözlenmektedir. Bunun yanında maksimum gerilme değerleri delikler için karşılaştırıldığında, (Çizelge 6.4) maksimum kalıntı gerilmelerin merkezden uzaklaştıkça azalma gösterirken numune kenarına yaklaşılrken tekrar artış gösterdiği görülebilmektedir. Minimum kalıntı gerilmeler için de aynı trend negatif olarak mevcuttur. Kalıntı gerilmelerin kendilerini eşitleyen gerilmeler olduğu göz önünde bulundurulduğunda bu beklenen bir durumdur.

Yapılan ikinci deneysel çalışmada ise $Zr_{36}Al_{24}Ti_6Ni_{16}Cu_{18}$ ve $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ (at%) bileşimindeki kütleli metalik camın düğme şeklinde üretilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla yüksek saflıktaki ($\geq \%99,5$) malzemeler temin edilmiştir. Bu malzemeler, ölçüm hassasiyeti de göz önünde bulundurularak toz olarak tercih edilmiştir. Zirkonyum ise toz halde temin edilemediği için bar olarak alınıp talaş hale getirilmiş ve ergitme için gerekli boyutlara getirmek amacıyla ergitilip kütle haline getirilmiştir.

Metalik camlar belli bir kritik soğuma hızına sahiptir ki bu bahsedilen alaşım için 1 K/s civarındadır. Bu soğuma hızına çıkabilmek amacıyla su soğutmalı bakır kalıp yardımıyla soğutma yapan Edmund Bühler marka mini ark ergitme cihazında üretim yapılmaya karar verilmiştir. Bahsedilen bu cihaz su soğutmalı kalıba sahip olmasının yanında vakuma alma ve inert atmosfer yaratma için gerekli donanım ve kalıp haznesine sahiptir.

Üretim esnasında çeşitli zorluklarla karşılaşmıştır. Bunlardan ilki toz halde temin edilen yüksek saflıktaki malzemelerin uçuşması olmuştur. Özellikle alüminyumun uçuştığı gözlenmiştir ve daha sonra x-ışını floresans spektrometresi ile yapılan ölçümlerde de alüminyum değerlerinde büyük oranda azalma gözlenmiştir. Bu sorunu çözmek adına soğuk izostatik pres ile tozların preslenmesi denenmiştir fakat tozların pres için kullanılan kalıplara yapışması sebebiyle bu işlemde vazgeçilmiştir. Bunun üzerine ark derecesi çok düşük başlatılarak ve kütle halindeki zirkonyumu ergitip, tozların ergimiş metalin içine toplanarak tek bir ergimiş kütle haline getirilmesi tercih edilmiştir.

Karşılaşılan bir diğer sorun, parçada homojenlik sağlanması için tekrar tekrar ergitilmesi sırasında parçanın çatlayarak parçalanması olmuştur. Tamamen soğutulmuş kütleye ark uygulandığında parça sıçrama sağlayacak şiddette çatlamıştır. Bunun sebebi tam bilinmemekle beraber yapının içerisinde oluşan farklı fazların ısıtma esnasında farklı genleşmeler göstermesine ve yapıda oluşan bağlara dayandığı düşünülmektedir.

Parçaya ark üst bölgeden uygulanırken soğutma kalıptan yani parçanın altından olmaktadır. Bu sebeple parçada en düşük soğuma hızına sahip olan kısım, parçanın üst yüzeyi olmaktadır. Bu nedenle parçada kristalleşme olmaya en yatkın yer üst bölgeler olmaktadır. Bu bölgede yapılan x-ışını kırınımı testlerinde kristalleşme olduğunu gösteren pikler görülmüştür. Kristal bölgelerin oluşumu, ölçüm alınan bölgede kritik soğuma hızına ulaşamamış olması, yapılan x-ışını floresans spektrometresi sonuçlarında elde edilen verilerden görülebilen bileşim sapmaları nedenleriyle olabileceği gibi Zr barın işlem için uygun halde getirilmesiyle ilgili uygulanan prosedürle de ilgili olabileceği için ileriki çalışmalarda Zr saflığı ile ilgili veriler elde edilmesi uygun olacaktır. İkinci grup numuneler için yapılan x-ışını kırınımı testlerinin sonuçlarında da istenen camlaşma elde edilemediği görülmüştür. Bu sebeple üretim parametrelerinin; soğuma hızının, malzeme saflıklarının ve homojenliğin daha iyi hale getirilmesi gerektiği, deney düzeneğinin üretime yeterince elverişli olmadığı sonucuna varılmaktadır. X-ışını floresans spektrometresi sonuçlarına bakıldığında özellikle Al oranında yüksek oranda düşüş görülmektedir, bu düşüş diğer oranlarda artış olarak etki etmektedir ki bu da genel bileşim oranlarının değiştiği anlamına gelmektedir. Bu değişimlerin kritik soğuma hızında da değişikliklere neden olarak camlaşmayı etkilemiş olma olasılığı oldukça yüksektir.

İstenen camlaşmanın sağlanamamasının bir diğer sebebi de parçanın kalınlığıdır. Kalınlık arttıkça çıkılması gereken kritik soğuma hızlarında değişiklikler meydana gelmektedir. Üretilmeye çalışılan alaşımların ısı iletim katsayıları oldukça düşüktür ki bu da özellikle parça kalınlıktıkça soğuma hızında düşüşe neden olmaktadır. Üretim sisteminin özelleştirilmemiş, sıcaklık kontrollü olmaması ve hızlı soğutma için kalıp soğutması dışında bir sistemi olmaması da istenen soğuma hızlarına çıkılamamasının diğer bir sebebidir.

Elde edilen en fazla amorflaşma ikinci alaşım kompozisyonuyla üretilmiş numunelerden 2 numaralı numunede gözlenmiştir. Bu numunede yapılan x-ışını

kırınımı testleri incelendiğinde hem alt hem de üst yüzeyde kısmen amorf yapı elde edildiğine işaret eden grafikler elde edilmiştir. Bu numune, x-ışınımı kırınımı testi yapılan diğer numunelere göre yaklaşık %0,5 kadar fazla Al içermektedir. Alaşım hazırlanırken %2 fazla Al eklenmiş fakat x-ışını floresans testleriyle elde edilen verilere göre Al yüzdesi %0,5 kadar artmıştır. Bu bilgiye dayanarak, Al yüzdesindeki artışın camlaşma üzerinde önemli bir etkisi olduğu sonucuna varılmaktadır. Üstelik eklenen oranla x-ışını floresans değerlerinden elde edilen oranlar karşılaştırıldığında görülmektedir ki Al kaybı oldukça yüksek oranda gerçekleşmektedir. Bunun üzerine Al kayıplarının sadece tozların uçuşmasından değil, bölgesel olarak 3500 °C'ye kadar çıkılabilen sıcaklıklarla (Al kaynama noktası - 2500 °C) beraber gaz formuna geçmiş olmasının etkisiyle de olduğu düşünülmüştür. Bu konuda herhangi bir ölçüm yapılmamıştır ve bu sadece bir varsayımdır. Buna rağmen Al oranının camlaşma üzerinde belirgin bir etkisi olduğu açıktır. Bunun nedeni araştırıldığında Al atomik çapının bileşim elementleri arasında en küçük çap olduğu görülmektedir ($118 \text{ e}^{-12} \text{ m}$) ve kendisinden sonra gelen en küçük çapa sahip Cu ile karşılaştırıldığında bile %18 oranında bir fark olduğu saptanmıştır. Bu nedenle hacim yoğunluğunu arttırarak stabilizasyonu arttırmaya katkıda bulunduğu ve eksikliğinde kristalizasyonun daha kolay gerçekleştiği sonucuna varılmaktadır. Atomik çap farkının %12 ve üstünde olması halinde camlaşma kabiliyetinin arttığı yayınlanan birçok makalede belirtilmiştir [4, 20, 182-184]. Bunun yanında [185] nolu referansta Al elementinin aynı zamanda oksijen katışkılarını tutarak heterojen çekirdeklenmeyi engelleyici bir rolü olduğundan bahsedilmiştir. Bahsedilen bu iki etkiyle beraber Al oranının camlaşma kabiliyetine etkisinin oldukça belirgin olduğu görülmektedir.i

KAYNAKLAR

- [1] **Inoue, A., Takeuchi, A.**, 2011: Recent development and application products of bulk glassy alloys, *Acta Materialia*, 59, 2243–2267
- [2] **Telford, M.**, 2004: The case for bulk metallic glass, *Materials Today*, March, 36-43
- [3] **Suryanarayana, C., Inoue, A.**, 2010: Bulk metallic glasses, CRC Press, Chapter 2
- [4] **Wang, W.H., Dong, C., Shek, C.H.**, 2004, Bulk metallic glasses, *Materials Science and Engineering*, R 44, 45–89
- [5] **Klement, W., Willens, R.H., Duwez, P.**, 1960: Non-crystalline structure in solidified gold-silicon alloys, *Nature*, 187:869–70.
- [6] **Ramakrishna, B.R.**, 2009: Bulk Metallic Glasses: Materials of Future, *DRDO Science Spectrum*, March , 212-218
- [7] **Kavesh, S., Gillman, J.J., Leamy, H.L.**, 1978: Metallic Glasses, *ASM International*, Metals Park, OH, Chapter 2
- [8] **Turnbull, D.**, 1961: The liquid state and the liquid-solid transition, *Institute of Metals Division Lecture*, *Transactions TMS-AIME* 221, 422-439
- [9] **Chen, H.S., Turnbull, D.**, 1968: Evidence of a glass-liquid transition in a gold-germanium-silicon alloy, *Journal of Chemical Physics* 48, 2560-2571
- [10] **Chen, H.S., Turnbull, D.**, 1969: Formation, stability and structure of palladium-silicon based alloy glasses, *Acta Metallurgica* 17, 1021-1031
- [11] **Löffler, J.F.**, 2003: Bulk metallic glasses, *Intermetallics* 11, 529–540
- [12] **Chen, HS.**, 1974: Thermodynamic considerations on the formation and stability of metallic glasses, *Acta Metall* 22, 1505–11.
- [13] **Lee, M.C., Kendall, J.M., Johnson, W.L.**, 1982: Spheres of the metallic glass Au₅₅Pb_{22.5}Sb_{22.5} and their surface characteristics, *Appl Phys Lett*, 40, 382–384.
- [14] **Kui, H.W., Greer, A.L., Turnbull, D.**, 1984: Formation of bulk metallic glass by fluxing, *Appl Phys Lett.*, 45, 615–616.
- [15] **Inoue, A., Zhang, T., Masumoto, T.**, 1989: Al–La–Ni amorphous alloys with a wide supercooled liquid region, *Mater Trans JIM*, 30, 965–972.
- [16] **Inoue, A., Kato, A., Zhang, T., Kim, S.G., Masumoto, T.**, 1991: Mg–Cu–Y amorphous alloys with high mechanical strengths produced by a metallic mold casting method, *Mater Trans JIM*, 32, 609– 616.
- [17] **Zhang, T., Inoue, A., Masumoto, T.**, 1991: Amorphous Zr–Al–Tm (Tm=Co, Ni, Cu) alloys with significant supercooled liquid region of over 100 K, *Mater Trans JIM*, 32, 1005–1010.

- [18] **Peker, A., Johnson, W.L.**, 1993: A highly processable metallic glass Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10.0}Be_{22.5}, Appl Phys Lett, 63, 2342–2344.
- [19] **Inoue, A., Nishiyama, N., Kimura, H.**, 1997: Preparation and thermal stability of bulk amorphous Pd₄₀Cu₃₀Ni₁₀P₂₀ alloy cylinder of 72 mm in diameter, Mater Trans JIM, 38, 179–183.
- [20] **Greer, A.L.**, 1993: Confusion by design, Nature 366, 303–304.
- [21] **Turnbull, D., Fisher, J.C.**, 1949: Rate of nucleation in condensed systems, Journal of Chemical Physics 17, 71–73.
- [22] **Johnson, W.L.**, 1999: Bulk glass-forming metallic alloys: science and technology, MRS Bull, 24, 42–56.
- [23] **Angell, C.A.**, 1995: Formation of glasses from liquids and biopolymers, Science, 267, 1924–1935.
- [24] **Busch, R., Bakke, E., Johnson, W.L.**, 1998: Viscosity of the supercooled liquid and relaxation at the glass transition of the Zr_{46.75}Ti_{8.25}-Cu_{7.5}Ni₁₀Be_{27.5} bulk metallic glass forming alloy, Acta Mater, 46, 4725–4732.
- [25] **Inoue, A., Negishi, T., Kimura, H.M., Zhang, T., Yavari, A.R.**, 1998: High Packing Density of Zr- and Pd-Based Bulk Amorphous Alloys, Mater. Trans. JIM 39(2), 318–321.
- [26] **Wang, W.H., Wang, R.J., Zhao, D.Q., Pan, M.X., Yao, Y.S.**, 2000: Microstructural transformation in a Zr₄₁Ti₁₄Cu_{12.5}Ni₁₀Be_{22.5} bulk metallic glass under high pressure, Phys. Rev. B, 62, 11292–11299.
- [27] **W.H. Wang, Q. Wei, S. Friedrich, M.P. Macht, N. Wanderka, H. Wollenberger**, 1997: Microstructure studies of Zr₄₁Ti₁₄Cu_{12.5}Ni₁₀Be_{22.5} bulk amorphous alloy by electron diffraction intensity analysis, Appl. Phys. Lett., 71, 1053–1055.
- [28] **Inoue, A.**, 2000: Stabilization of Metallic Supercooled Liquid and Bulk Amorphous Alloys, Acta Materialia, 48, 279–306.
- [29] **Saida, J., Matsushita, M., Inoue, A.**, 2001: Direct Observation of Icosahedral Cluster in Zr₇₀Pd₃₀ Binary Glassy Alloy, Applied Physics Letters, 79(3), 412–414.
- [30] **Waniuk, T.A., Schroers, J., Johnson, W.L.**, 2003: Timescales of crystallization and viscous flow of the bulk glass-forming Zr-Ti-Ni-Cu-Be alloys, Phys. Rev. B, 67, 184203–184212.
- [31] **J. Eckert, N. Mattern, M. Zinkevitch, M. Seidel**, 1998: Crystallization Behavior and Phase Formation in Zr-Al-Cu-Ni Metallic Glass Containing Oxygen, Mater. Trans., JIM 39, 623–632.
- [32] **Wang, W.H., Wu, E., Wang, R.J., Kennedy, S.J., Studer, A.J.**, 2002: Phase transformation in a Zr₄₁Ti₁₄Cu_{12.5}Ni₁₀Be_{22.5} bulk amorphous alloy upon crystallization, Phys. Rev. B, 66, 104205–104209.
- [33] **Holland-Moritz, D., Herlach, D. M., Urban, K.**: 1993: Observation of the undercoolability of quasicrystal-forming alloys by electromagnetic levitation, Phys. Rev. Lett., 71, 1196–1199.

- [34] **Wang, R.**, 1979: Short-range structure for amorphous intertransition metal alloys, *Nature* 278, 700-704.
- [35] **Inoue, A., Takeuchi, A.**, 2002: Recent Progress in Bulk Glassy Alloys, *Mater. Trans. JIM* 43, 1892-1906.
- [36] **Schroers, J., Johnson, W.L., Busch, R.**, 2000: Repeated Crystallization in Undercooled Zr₄₁Ti₁₄Cu₁₂Ni₁₀Be₂₃ Liquids, *Appl. Phys. Lett.* 76, 2343-2345.
- [37] **Schroers, J., Johnson, W.L.**, 2000: History Dependent Crystallization of Zr₄₁Ti₁₄Cu₁₂Ni₁₀Be₂₃ Melts., *Appl. Phys.* 88, 44-88.
- [38] **Schroers, J., Masuhr, A., Johnson, W.L., Busch, R.**, 1999: Pronounced asymmetry in the crystallization behavior during constant heating and cooling of a bulk metallic glass-forming liquid, *Phys. Rev. B*, 60, 11855-11858.
- [39] **Schroers, J., Masuhr, A., Johnson, W.L., Busch, R.**, 1999: Continuous Refinement of the Microstructure During Crystallization of Supercooled Zr₄₁Ti₁₄Cu₁₂Ni₁₀Be₂₃ Melts, *Appl. Phys. Lett.* 74, 2806-2808.
- [40] **Waniuk, T.A., Schroers, J., Johnson, W.L.**, 2001: Critical cooling rate and thermal stability of Zr-Ti-Cu-Ni-Be alloys, *Appl. Phys. Lett.*, 78, 1213-1215.
- [41] **Schroers, J., Johnson, W.L., Busch, R., Wu, Y.**, 2001: Transition from nucleation controlled to growth controlled crystallization in Pd₄₃Ni₁₀Cu₂₇P₂₀ melts, *Acta Mater.*, 49, 2773-2781.
- [42] **W.H. Wang**, 2003: J. Metastable Nano-Cryst. *Mater.*, 15/16, 73.
- [43] **Wang, W.H., He, D.W., Zhao, D.Q., Yao, Y.S., He, M.**, 1999: Nanocrystallization of ZrTiCuNiBeC bulk metallic glass under high pressure, *Appl. Phys. Lett.*, 75, 2770-2772.
- [44] **Wang, W.H., Zhuang, Y.X., Pan, M.X., Yao, Y.S.**, 2000: Glass transition behavior, crystallization kinetics, and microstructure change of Zr₄₁Ti₁₄Cu_{12.5}Ni₁₀Be_{22.5} bulk metallic glass under high pressure, *Appl. Phys.* 88 (2000) 3914-3918.
- [45] **Zhang, Z., Xia, L., Wang, R.J., Wei, B.C., Pan, M.X., Wang, W.H.**, 2002: Structural evolution and property changes in Nd₆₀Al₁₀Fe₂₀Co₁₀ bulk metallic glass during crystallization, *Appl. Phys. Lett.*, 81, 4371-4373.
- [46] **J. Zhang, K.Q. Qiu, A.M. Wang, H.F. Zhang, M.X. Quan, Z.Q. Hu, J.**, 2002: Pressure-induced nanocrystallization of Zr₅₅Al₁₀Ni₅Cu₃₀ bulk metallic glass, *Mater. Res.*, 17, 2935-2939.
- [47] **A. Gebert, J. Ekert, L. Schultz**, 1998: Effect of oxygen on phase formation and thermal stability of slowly cooled Zr₆₅Al_{7.5}Cu_{17.5}Ni₁₀ metallic glass, *Acta Mater.*, 46, 5475-5482.
- [48] **Yousuf, M., Rajan, K.G.**, 1984, *J. Mater. Sci. Lett.*, 3, 149.
- [49] **Conner, R.D., Rosakis, A.J., Johnson, W.L., Owen, D.M.**, 1997: Fracture toughness determination for a beryllium-bearing bulk metallic glass., *Scripta Mater.* 37, 1373-1378.

- [50] **Fan, C., Li, C.F., Inoue, A., Haas, V.,** 2000: Deformation behavior of Zr-based bulk nanocrystalline amorphous alloys, *Phys Rev B*, 61, 3761–3763.
- [51] **He, G., Eckert, J., Löser, W., Schultz, L.,** 2003: Novel Ti-base nanostructure-dendrite composite with enhanced plasticity, *Nature Materials*, 2, 33–37.
- [52] **Buchanan, O.,** 2002: Bulk metallic glasses used for manufacturing netshape metal products, *MRS Bull*, 27, 850–851.
- [53] **Gilbert, C.J., Ritchie, R.O., Johnson, W.L.,** 1997: Fracture toughness and fatigue-crack propagation in a Zr–Ti–Ni–Cu–Be bulk metallic glass, *Appl Phys Lett*, 71, 476–478.
- [54] **Hays, C.C., Kim, C.P., Johnson, W.L.,** 2000: Microstructure controlled shear band pattern formation and enhanced plasticity of bulk metallic glasses containing in situ formed ductile phase dendrite dispersions, *Phys Rev Lett*, 84, 2901–2904.
- [55] **Inoue, A. Zhang, W., Zhang, T., Kurosaka, K.,** 2001: High-Strength Cu-Based Bulk Glassy Alloys in Cu–Zr–Ti and Cu–Hf–Ti Ternary Systems, *Acta Mater.* 49, 2645–2652
- [56] **Inoue, A., Zhang, T. Takeuchi, A.,** 1997: Bulk Amorphous Alloys with High Mechanical Strength and Good Soft Magnetic Properties in Fe–TM–B (TM=IV–VIII Group Transition Metal) System, *Appl. Phys. Lett.*, 71, 464–466.
- [57] **Wang, W.H., Wang, R.J., Li, F.Y., Zhao, D.Q., Pan, M.X.,** 1999: Elastic constants and their pressure dependence of Zr₄₁Ti₁₄Cu_{12.5}Ni₉Be_{22.5}C₁ bulk metallic glass, *Appl. Phys. Lett.*, 74, 1803–1805.
- [58] **C.A., Schuh Nieh, T.G., Kawamura, Y.,** 2002: Rate Dependence of Serrated Flow During Nanoindentation of a Bulk Metallic Glass, *Mater. Res.* 17, 1651–1654.
- [59] **Schuh, C.A., Nieh, T.G.,** 2003: A nanoindentation study of serrated flow in bulk metallic glasses, *Acta Mater.*, 51, 87–99.
- [60] **Flores, K.M., Dauskardt, R.H.,** 2001: Mean stress effects on flow localization and failure in a bulk metallic glass, *Acta Mater.*, 49, 2527–2537.
- [61] **Klement, W., Willens, R.H., Duwez, P.,** 1960: Non-crystalline Structure in Solidified Gold–Silicon Alloys, *Nature*, 187, 869.
- [62] **Hays, C.C., Kim, C.P., Johnson, W.L.,** 2000: Microstructure Controlled Shear Band Pattern Formation and Enhanced Plasticity of Bulk Metallic Glasses Containing in situ Formed Ductile Phase Dendrite Dispersions, *Phys. Rev. Lett.*, 84, 2901–2904.
- [63] **Xu, J., Manghnani, M.H.,** 1992: Brillouin-scattering studies of a sodium silicate glass in solid and melt conditions at temperatures up to 1000 °C, *Phys. Rev. B*, 45, 640–645.
- [64] **Purdum, R.C., Prohovsky, E.W.,** 1970: Ultrasonic Attenuation in Quartz at Low Temperatures, *Phys. Rev. B*, 2, 551–553.

- [65] **Grimsditch, M., Gray, K.E., Bhadra, R., Kampwirth, R.T., Rehn, L.E. ,** 1987: Brillouin scattering study of lattice-stiffness changes due to ion irradiation: Dramatic softening in Nb₃Ir, *Phys. Rev. B*, 35, 88-8853.
- [66] **Bridgman, P.W.,** 1942: Pressure-volume relations for seventeen elements to 100,000 kg/cm², *Proc. Am. Acad. Arts Sci.*, 74, 425.
- [67] **P. Wen, R.J. Wang, M.X. Pan, D.Q. Zhao, W.H. Wang, J. ,** 2003: Characteristics of microstructure and glass transition of (Zr_{0.59}Ti_{0.06}Cu_{0.22}Ni_{0.13})_{100-x}Al_x bulk metallic glasses, *Appl. Phys.*, 93, 759-761.
- [68] **Zhang, Y., Ji, Y.F., Zhao, D.Q., Zhuang, Y.X., Wang, R.J., Pan, M.X., Dong, Y.D., Wang, W.H.,** 2001: Glass forming ability and properties of Zr/Nb-based bulk metallic glasses, *Scripta Mater.*, 44, 1107-1112.
- [69] **Zhang, Y., Zhao, D.Q., Wang, R.J., Wang, W.H.,** 2003: Formation and properties of Zr₄₈Nb₈Cu₁₄Ni₁₂Be₁₈ bulk metallic glass, *Acta Mater.*, 51, 1971-1979.
- [70] **Wang, W.H., Bai, H.Y., Luo, J.L., Wang, R.J., Jin, D.,** 2000: Supersoftening of transverse phonons in Zr₄₁Ti₁₄Cu_{12.5}Ni₁₀Be_{22.5} bulk metallic glass, *Phys. Rev. B* 62, 25-28.
- [71] **Wang, L.M., Wang W.H., Wang, R.J., Zhan, Z.J., Dai, D.Y., Sun, L.L., Wang, W.K.,** 2000: Ultrasonic investigation of Pd₃₉Ni₁₀Cu₃₀P₂₁ bulk metallic glass upon crystallization, *Appl. Phys. Lett.*, 77, 1147-1149.
- [72] **Wang, L.M., Sun, L.L., Wang, W.H., Wang, R.J., Zhan Z.J., Dai, D.Y., Wang W.K.,** 2000: Elastic constants of Pd₃₉Ni₁₀Cu₃₀P₂₁ bulk metallic glass under high pressure, *Appl. Phys. Lett.* 77, 3734-3736.
- [73] **Wang, W.H., Wen, P., Wang, L.M., Zhang, Y., Pan, M.X., Zhao, D.Q., Wang, R.J.,** 2001: Equation of state of bulk metallic glasses studied by an ultrasonic method, *Appl. Phys. Lett.*, 79 , 3947-3949.
- [74] **W.H. Wang, R.J. Wang, W.T. Yang, B.C. Wei, P. Wen, D.Q. Zhao, M.X. Pan, J.,** 2002: Stability of ZrTiCuNiBe Bulk Metallic Glass upon Isothermal Annealing Near the Glass Transition Temperature, *Mater. Res.* 17 (6), 1385-1389.
- [75] **P. Wen, R.J. Wang, W.H. Wang, J.,** 2002: Pressure Dependence of Elastic Constants and Debye Temperature for Zr_{50.5}Ti_{4.8}Cu_{19.0}Ni_{11.4}Al_{14.3} Bulk Metallic Glass, *Mater. Res.* 17, 1785-1788.
- [76] **Wang, R.J., Li, F.Y., Wang, W.H., Qin, Z.C.,** 2002: The effect of frequency on the velocity and attenuation of the bulk metallic glass Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10.0}Be_{22.5} under high pressure, *J. Phys. Condens. Matter*, 14, 11311.
- [77] **Wang, L.M., Wang, R.J., Sun, L.L., Wang, W.H., Wang, W.K.,** 2003: *J. Phys. C*, 15, 101.
- [78] **Wang, R.J., Wang, W.H., Li, F.Y., Wang, L.M., Zhang, Y., Wen, P., Wang, J.F.,** 2003: *J. Phys. C*, 15, 603.

- [79] **Bian, Z., Wang, R.J., Pan, M.X., Zhao, D.Q., Wang, W.H.**, 2003: Adv. Mater., 15, 616.
- [80] **Zhang, Z., Wang, R.J., Xia, L., Wei, B.C., Zhao, D.Q., Pan, M.X., Wang W.H.**, 2003: J. Phys. C, 15, 4503.
- [81] **Schreiber, D.**, 1973: Elastic Constants and their Measurement, McGraw-Hill, New York.
- [82] **Gray, D.E.**, 1973: American Institute of Physics Handbook, 3rd ed., McGraw-Hill, New York, (Chapter 3).
- [83] **Chen, H.S., Krause, J.T., Coleman, E.**, 1975: Elastic constants, hardness and their implications to flow properties of metallic glasses, Non-Cryst. Solids, 18, 157-171.
- [84] **Yoshizawa, Y., Oguma, S., Yamauchi, K.**, 1988: New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain-structure, J Appl Phys, 64, 6044–6046.
- [85] **Herzer, G.**, 1992: Nanocrystalline soft magnetic materials. J Magn Magn Mater, 112, 258–62.
- [86] **Wei, B.C., Zhang, Y., Zhuang, Y.X., Zhao, D.Q., Pan, M.X., Wang, W.H., Hu, W.R.**, 2001: Nd₆₅Al₁₀Fe_{25-x}Cox (x=0,5,10) bulk metallic glasses with wide supercooled liquid regions, J. Appl. Phys., 89, 3529-3531.
- [87] **Inoue, A., Zhang, T., Takeuchi, A.**, 1998: Mechanically Alloyed, Metastable and Nanocrystalline Materials, Mater. Sci. Forum, 269, 855-864.
- [88] **Inoue, A.**, 1998: Bulk Amorphous Alloys, Tans Tech Publications, Zurich.
- [89] **Shen, B.L., Inoue, A.**, 2002: Bulk Glassy Fe-Ga-P-C-B-Si Alloys with High Glass-Forming Ability, High Saturation Magnetization and Good Soft Magnetic Properties, Mater. Trans., 43, 1235-1239.
- [90] **Kawamura, Y., Shibata, T., Inoue, A., Masumoto, T.**, 1996: Deformation behavior of Zr₆₅Al₁₀Ni₁₀Cu₁₅ glassy alloy with wide supercooled liquid region, Appl. Phys. Lett., 69, 1208-1210.
- [91] **Kawamura, Y., Shibata, T., Inoue, A., Masumoto, T.**, 1997: Stress overshoot in stress-strain curves of Zr₆₅Al₁₀Ni₁₀Cu₁₅ metallic glass, Appl. Phys. Lett., 71, 779-781.
- [92] **Kawamura, Y., Shibata, T., Inoue, A., Masumoto, T.**, 1996: Viscous Flow Deformation in Supercooled Liquid State of Bulk Amorphous Zr₅₅Al₁₀Ni₅Cu₃₀ Alloy, Scripta Metall. Mater., 37, 1337-1341.
- [93] **Kawamura, Y., Shibata, T., Inoue, A., Masumoto, T.**, 1998: Workability of the supercooled liquid in the Zr₆₅Al₁₀Ni₁₀Cu₁₅ bulk metallic glass, Acta Mater., 46, 253-263
- [94] **Saotome, Y., Zhang, T., Inoue, A.**, 1999: Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 554 385–390.
- [95] **Kawamura, Y., Ohno, Y.**, 2001: Spark welding of Zr₅₅Al₁₀Ni₅Cu₃₀ bulk metallic glasses, Scripta Mater., 45, 127–132.
- [96] **Kawamura, Y., Ohno, Y.**, 2001: Superplastic bonding of bulk metallic glasses using friction, Scripta Mater., 45, 279–285.

- [97] **Kawamura, Y., Ohno, Y.**, 2001, Successful Electron-Beam Welding of Bulk Metallic Glass, *Mater. Trans.*, 42, 2476–2478.
- [98] **Kawamura, Y., Ohno, Y., Kagao, S.**, 2001: Electron Beam Welding of Zr-Based Bulk Metallic Glass to Crystalline Zr Metal, *Mater. Trans.*, 42, 2649–2651.
- [99] **Kawamura, Y., Shoji, T., Ohno, Y.**, 2003: Welding technologies of bulk metallic glasses, *Non-Cryst. Solids*, 317, 152–157.
- [100] **Drehman, A.J., Greer, A.L., Turnbull, D.**, 1982: Bulk formation of a metallic glass: Pd₄₀Ni₄₀P₂₀, *Appl. Phys. Lett.*, 41, 716–717.
- [101] **Lin, X.H., Johnson, W.L., Rhim, W.K.**, 1997: Effect of oxygen impurity on crystallization of an undercooled bulk glass forming Zr–Ti–Cu–Ni–Al alloy, *Mater. Trans.*, JIM 38, 473–477.
- [102] **Amiya, K., Inoue, A.**, 2001: Preparation of bulk glassy Mg₆₅Y₁₀Cu₁₅Ag₅Pd₅ alloy of 12 mm in diameter by water quenching, *Mater. Trans.*, 42, 543–545.
- [103] **Suryanarayana, C.**, 1991: Rapid solidification, In *Processing of Metals.*, 15, 57–110.
- [104] **Anantharaman, T.R., Suryanarayana, C.**, 1987: *Rapidly Solidified Metals: A Technological Overview*, Trans Tech Publications, Zurich, Switzerland, 25–97
- [105] **Jacobson, L.A., McKittrick J.**, 1994: Rapid solidification processing, *Mater. Sci. Eng.*, R11, 355–408.
- [106] **Strange, E.H., Pim, C.A.**, 1908: Process of manufacturing thin sheets, foil, strips, or ribbons of zinc, lead, or other metal or alloy, US Patent 905,758.
- [107] **Pond, R.B.**, 1958: Metallic filaments and method of making same. US Patent 2,825,108.
- [108] **Xie, G.Q., Zhang, W., Louzguine-Luzgin, D.V., Kimura, H.M., Inoue, A.**, 2006: Fabrication of porous Zr–Cu–Al–Ni bulk metallic glass by spark plasma sintering process., *Scr. Mater.*, 55, 687–690.
- [109] **Inoue, A., Nakamura, T., Nishiyama, N., Masumoto, T.**, 1992: Mg–Cu–Y bulk amorphous alloys with high tensile strength produced by a high-pressure die casting method, *Mater. Trans.*, JIM 33, 937–945.
- [110] **Inoue, A., Nakamura, T., Sugita, T., Zhang, T., Masumoto, T.**, 1993: Bulky La–Al–TM (TM = Transition Metal) amorphous alloys with high tensile strength produced by a high-pressure die casting method, *Mater. Trans.*, JIM 34, 351–358.
- [111] **Inoue, A., Shinohara, Y., Yokoyama, Y., Masumoto, T.**, 1995: Solidification analyses of bulky Zr₆₀Al₁₀Ni₁₀Cu₁₅Pd₅ glass produced by casting into wedgeshape copper mold, *Mater. Trans.*, JIM 36, 1276–1281.
- [112] **Nishiyama, N., Inoue, A.**, 1996: Glass-forming ability of bulk Pd₄₀Ni₁₀Cu₃₀P₂₀ Alloy, *Mater. Trans.*, JIM 37, 1531–1539.
- [113] **Park, E.S., Kim, D.H.**, 2004: Formation of Ca–Mg–Zn bulk glassy alloy by

casting into cone-shaped copper mold, *J. Mater. Res.*, 19, 685–688.

- [114] **Park, E.S., Kim, D.H.**, 2005: Formation of Mg–Cu–Ni–Ag–Zn–Y–Gd bulk glassy alloy by casting into cone-shaped copper mold in air atmosphere, *J. Mater. Res.*, 20, 1465–1469.
- [115] **Yokoyama, Y., Mund, E., Inoue, A., Schultz, L.**, 2007: Production of Zr₅₅Cu₃₀Ni₅Al₁₀ glassy alloy rod of 30 mm in diameter by a cap-cast technique, *Mater. Trans.*, 48, 3190–3192.
- [116] **Inoue, A.**, 1998: Production methods of metallic glasses by a suction casting method, US Patent 5,740,854.
- [117] **Figueroa, I.A., Carroll, P.A., Davies, H.A., Jones, H., Todd, I.**, 2007: Preparation of Cu-based bulk metallic glasses by suction casting. In SP-07, Proceedings of the Fifth Decennial International Conference on Solidification Processing, Sheffield, U.K., 479–482.
- [118] **Gu, X., Xing, L.Q., Hufnagel, T.C.**, 2002: Glass-forming ability and crystallization of bulk metallic glass (Hf_xZr_{1-x})_{52.5}Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al₁₀Ti₅, *J. Non-Cryst. Solids*, 311, 77–82.
- [119] **Wall, J.J., Fan, C., Liaw, P.K., Liu, C.T., Choo, H.**, 2006: A combined drop/ suction -casting machine for the manufacture of bulk-metallic-glass materials, *Rev. Sci. Instrum.*, 77, 033902-1–033902-4.
- [120] **Shen, J., Chen, Q., Sun, J., Fan, H., Wang G.**, 2005: Exceptionally high glassforming ability of an FeCoCrMoCBY alloy, *Appl. Phys. Lett.*, 86, 151907-1–151907-3.
- [121] **Lynch, R.F., Olley, R.P., Gallagher, P.C.J.**, 1975: Squeeze casting of brass and bronze, *Trans. AFS*, 83, 561–568.
- [122] **Zhang, T., Inoue, A.**, 1998: Mechanical properties of Zr–Ti–Al–Ni–Cu bulk amorphous sheets prepared by squeeze casting, *Mater. Trans.*, JIM 39, 1230–1237.
- [123] **Kang, H.G., Park, E.S., Kim, W.T., Kim, D.H., Cho H.K.**, 2000: Fabrication of bulk Mg–Cu–Ag–Y glassy alloy by squeeze casting, *Mater. Trans.*, JIM 41, 846–849.
- [124] **Flemings, M.C.**, 1974: Solidification Processing. New York: McGraw-Hill.
- [125] **Abbaschian, R., Abbaschian, L., Reed-Hill, R.E.**, 2009: Physical Metallurgy Principles, 4th edn. Stamford, CT: CENGAGE Learning.
- [126] **Inoue, A.**, 1998: Bulk Amorphous Alloys: Preparation and Fundamental Characteristics, Trans Tech Publications, Uetikon-Zurich, Switzerland, 33.
- [127] **Kurz, W. Fisher, D.J.**, 1989: Fundamentals of Solidification, Trans Tech Publications, Aedermannsdorf, Switzerland.
- [128] **Pfann, W.G.**, 1965: Zone Melting, John Wiley & Sons, New York.
- [129] **Inoue, A., Yokoyama, Y., Shinohara, Y., Masumoto, T.**, 1994: Preparation of bulky Zr-based amorphous alloys by a zone melting method, *Mater. Trans.*, JIM 35, 923–926.

- [130] **Inoue, A.**, 1995: Slowly-cooled bulk amorphous alloys, *Mater. Sci. Forum*, 179–181: 691–700.
- [131] **Yokoyama, Y., Inoue, A.**, 1995: Solidification condition of bulk glassy Zr60Al10Ni10Cu15Pd5 alloy by unidirectional arc melting, *Mater. Trans.*, JIM 36, 1398–1402.
- [132] **Tamura, T., Amiya, K., Rachmat, R.S., Mizutani, Y., Miwa, K.**, 2005: Electromagnetic vibration process for producing bulk metallic glasses, *Nat. Mater.*, 4, 289–292.
- [133] <http://www.hindawi.com>
- [134] <http://www.nasa.gov/vision/earth/technologies/liquidmetal.html>
- [135] http://www.ornl.gov/info/ornlreview/v38_1_05/article17.shtml
- [136] **A. Inoue, Shen, B.L., Zhang, W.**, 2003: Proceedings of the Third International Conference on Bulk Metallic Glasses, Beijing.
- [137] <http://www.yalescientific.org/2012/03/bulk-metallic-glasses-constructing-the-future/>
- [138] <http://www.liquidmetal.com>.
- [139] www.metphys.mat.ethz.ch/research/mma/bgba
- [140] **Ramakrishna Rao, B.**, 2009: Bulk Metallic Glasses: Materials of Future, *DRDO Science Spectrum*, March, 212–218.
- [141] <http://genesission.jlp.nasa.gov>
- [142] www.residualstress.org
- [143] **Lu, J.**, 1996: *Handbook of Measurement of Residual Stresses*, Society for Experimental Mechanics.
- [144] **James, M. R., Buck, O.**, 1980: Quantitative nondestructive measurements of residual stresses, *CRC, Critical reviews in solid state and materials sciences*, Vol 9, Issue 1.
- [145] **Macherauch, E., Hauk, H.**, 1986: *Residual stresses in science and technology*, DGM, Informationsgesellschaft, VERLAG.
- [146] **Beck, G., Denis, S., Simon, A.**, 1989: *Proceedings of International Conference on Residual Stresses*, Elsevier Applied Science.
- [147] **Mordfin, L.**, 1988: Mechanical relaxation of residual stresses, *ASTM STP* 999.
- [148] **Champoux, R.L., Underwood, J.H., Kapp, J.A.**, 1988: Analytical and experimental methods for residual stress effects in fatigue, *ASTM STP* 1004.
- [149] **Macherauch, E., Hauk, V.**, 1986: *Residual stresses*, DGM, Informationsgesellschaft, VERLAG.
- [150] **Wohlfahrt, H., Kopp, R., Vöhringer, O.**, 1987: *Shot peening*, DGM, Informationsgesellschaft, VERLAG.
- [151] **Withers, P.J., Bhadeshia, H.K.D.H.**, 2001: Residual stress: Part 1, *Materials Science and Technology*, 17, 355–365.

- [152] **Brauss, M.E., Pineault, J.A.**, 1995: Residual Strain Measurement of Steel Structures, NDE or the Energy Industry, D.E. Bray, Ed., American Society of Mechanical Engineers, 13.
- [153] **Totten, G., Howes, M., Inoue, T.**, 2002: Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel, ASM International.
- [154] **Pineault, J.A., Brauss, M.E.**, 1994: In-Situ Measurement of Residual and Applied Stresses in Pressure Vessels and Pipeline Using X-Ray Diffraction Techniques, Determining Material Characterization, Residual Stress and Integrity with NDE, PUP-276, NDE-12, American Society of Mechanical Engineers.
- [155] **Brauss, M.E., Pineault, J.A.**, 1995: Residual Strain Measurement of Steel Structures, NDE for the Energy Industry, NDE-13, D.E. Bray, Ed., American Society of Mechanical Engineers.
- [156] **Brauss, M., Pineault, J., Teodoropol, S., Belassel, M., Mayrbaur, R., Sheridan, C.**, 1997: Deadload Stress Measurement on Brooklyn Bridge Wrought Iron Eye Bars and Truss Sections Using X-Ray Diffraction Techniques, ICB-97-51, Proc. 14th Annual International Bridge Conf. and Exhib., Engineering Society of Western PA, 457-464
- [157] **Carfagno, M.G., Noorai, F.S., Brauss, M.E., Pineault, J.A.**, 1995: X-Ray Diffraction Measurement of Stresses in Post-Tensioning Tendons, IABSE Symposium (San Francisco, CA), Extending the Life Span of Structures, Vol 71/1, International Association for Bridge and Struct. Eng., ETH Honggerberg, CH-8093, Zurich, Switzerland, 201-206
- [158] **Mathar, J.**, 1934: Determination of Initial Stresses by measuring the Deformation Around Drilled Holes, Transactions ASME, 56, (4), 249-254
- [159] **Soete, W., Vancrombrugge, R.**, 1950: An Industrial Method for the Determination of Residual Stresses, Proceedings SESA, 8 (1), 17-28
- [160] **Prevey, P.S.**, 1986: Residual Stress Distribution Produced by Strain Gage Surface Preparations, 1986 SEM Conference on Experimental Mechanics
- [161] **“Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method”**, ASTM E837, 2008
- [162] **Mildbradt, K. P.**, 1951: Ring Method Determination of Residual Stresses, Proceedings SESA, 9(1), 63-74
- [163] **Gunnert, R.**, 1955: “Residual Stresses”, Almquist and Wicksell. Stockholm.
- [164] **Hast, N.**, 1955. “The Measurement of Rock Pressure in Mines.” Stockholm. 183.
- [165] **Heyn, E., Bauer, O.**, 1911: On Stresses in Cold Drawn Metal, Internationals Zeitschrift fur Metallographic, 1, 16-50.
- [166] **Ueda, Y., Fukuda, K., Endo, S.**, 1975: A Study on the Accuracy of Estimated Residual Stresses by the Existing Measuring Methods, Trans. JWRI (WEldding Research Institute of Osaka Univ., Japan), 4(2), 117-121.
- [167] **Ueda, Y., Fukuda, K., Endo, S.**, 1977: Fundamental Concept in Measuring of Residual Stresses Based on Finite Element Method and Reliability of Estimated Values, Theoretical and Applied Mechanics, 25, 529-554.

- [168] **Ueda, Y., Fukuda, K.,** 1980: New Measuring Method of Three Dimensional Welding Residual Stresses Based on Newly Proposed Principle of Inherent Strain, Naval Architecture and Engineering (Japan), 18, 146-163.
- [169] **Ueda, Y., Fukuda, K.,** 1989: New Measuring Method of Three Dimensional Residual Stresses in Long Welded Joints Using Inherent Strains as Parameters- Lz Method, Journal of Engineering Materials and Technology, 111, 1-8.
- [170] **Ueda, Y., Fukuda, K., Nishimura, L., Iiyama, H., Chiba, N., and Fukuda, M.,** 1992: Three Dimensional Cold Bending and Welding Residual Stresses in Pentock of 80 kg/mm² Class High Strength Steel Plate, Science and Technology, Elsevier Applied Science, 1. 232-240.
- [171] **Ueda, Y., Fukuda, K., Kim, Y. C.,** 1986: New Measuring Method of Axisymmetric Three Dimensional Residual Stresses Using Inherent Strains as Parameters, Journal of Engineering Materials and Technology, 108, 328-334.
- [172] **Ruud, C.O.,** 1979: X-Ray Analysis and Advances in Portable Field Instrumentation, J. Met., 31(6), 10–15.
- [173] **Ruud, C.O., DiMascio, P.S., Snoha, D.J.,** 1984: A Miniature Instrument for Residual Stress Measurement, Adv. X-Ray Anal., 27, 273–283.
- [174] **Bolstad, D.A., Davis, R.A., Quist, W.E., Roberts, E.C.,** 1963: Measuring Stress in Steel Parts by X-Ray Diffraction, Met. Prog., 88–92.
- [175] **Barkhausen, H.,** 1919: “Rauschen der Ferromagnetischen Materialien,” Phys. Zeitschrift, 20, 401-403.
- [176] <http://bdms.nmlindia.org>
- [177] **Fan, G.J. , Cho o, H. , Liaw, P.K,** 2005: Fragility of metallic glass-forming liquids: A simple thermodynamic connection, Journal of Non-Crystalline Solids.
- [178] **Cullity, B.D.,** 1956: Elements of X-Ray Diffraction, Addison-Wesley Publishing.
- [179] **Sort, J., Van Steenberge, N., Gimazov, A., Concustell, A., Suriñach, S., Gebert, A., Eckert, J., Baró, M.D.,** 2008: Study of the Mechanical Behaviour of a Zr-Based Metallic Glass Rod Using Micro- and Nano-Indentation, The Open Materials Science Journal, 2, 1-5.
- [180] **Vishay, Tech-Note TN-503,** Measurement of Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain Gage Method, 2010
- [181] http://www.allaboutcircuits.com/vol_1/chpt_9/7.html
- [182] **Dong, F., Su, Y., Luo, L., Wang, L., Wang, S., Guo, J., Fu, H.,** 2012: Enhanced plasticity in Zr-based bulk metallic glasses by hydrogen, international journal of hydrogen energy, 37, 14697-14701.
- [183] **Zhang, W., Inoue, A.,** 2003: Formation and mechanical properties of Ni-based Ni–Nb–Ti–Hf bulk glassy alloys, Scripta Materialia, 48, 641–645
- [184] **Lu, Z.P., Bei, H., Liu, C.T.,** 2007: Recent progress in quantifying glass-forming ability of bulk metallic glasses, Intermetallics, 15, 618 – 624.

- [185] **Heinrich, J., Busch, R., Müller, F., Grandthyll, S., Hüfner, S.,** 2012: Role of aluminum as an oxygen-scavenger in zirconium based bulk metallic glasses, Appl. Phys. Lett. 100, 71909 - 71911

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Burcu HASDEMİR
Doğum Yeri ve Tarihi: İstanbul / 21.12.1988
Adres: Bakırköy / İSTANBUL
E-Posta: burcuhasdemir@gmail.com
Lisans: Yıldız Teknik Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği