YÖNLÜ KATILAŞTIRILMIŞ ALÜMİNYUMUN DÖKÜM MİKRO VE MAKRO YAPILARININ İNCELENMESİ

İlker ÜNALAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ METAL EĞİTİMİ

GAZİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

> TEMMUZ 2006 ANKARA

YÖNLÜ KATILAŞTIRILMIŞ ALÜMİNYUMUN DÖKÜM MİKRO VE MAKRO YAPILARININ İNCELENMESİ

İlker ÜNALAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ METAL EĞİTİMİ

GAZİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

> TEMMUZ 2006 ANKARA

KATILAŞTIRILMIŞ YÖNLÜ İlker ÜNALAN tarafından hazırlanan ALÜMİNYUMUN DÖKÜM MİKRO VE MAKRO YAPILARININ İNCELENMESİ adlı bu tezin yüksek lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Dr. Komil Kunt TÜZÜNALP

Tez Yöneticisi

Bu çalışma, jürimiz tarafından Metal Eğitimi Anabilim Dalında Yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

| Başkan | Dog. Dr. Mehmet ERDOGAN UpB |
|--------------------------|---|
| Üye | Yrd. Dog. Dr. Ramazan KAYITEL 8. Paylog |
| Üye | Dr. Komil Kunt TÜZÜNALP XVS |
| Üye | · |
| Üye | : |
| Tarih | 20,07,2006 |
| Bu tez, Ga: uygundur. | zi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstituse tez yazım kurallarına |

TEZ BILDIRIMI

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orijinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

İlker ÜNALAN Walle

YÖNLÜ KATILAŞTIRILMIŞ ALÜMİNYUMUN DÖKÜM MİKRO VE MAKRO YAPILARININ İNCELENMESİ (Yüksek Lisans Tezi)

İlker ÜNALAN

GAZİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ Haziran 2006

ÖZET

Bu çalışmada, sabit kalıp-hareketli fırın prensibi kullanılarak bir yönlü katılaşma sistemi tasarlanmıştır. Sistem üzerinde %99,3 saflık derecesinde alüminyum malzeme 900 °C, 950 °C, 1000 °C ve 1050 °C fırın sıcaklıklarında yönlü katılaştırılarak tek kristalli döküm makro yapısı elde edilmesi amaçlanmıştır. Deney sonuçları üzerinde sıcaklık gradyanları, sıvı-katı ara yüzey hızları hesaplanmış ve makro ile mikro yapı analizleri yapılmıştır.

Deneylerde ısı akışının ters yönünde büyümüş sütunsal taneler elde edilmiştir ancak tek kristal elde edilememiştir. Ortalama sıcaklık gradyanları 20,03 ile 26,70 °C/cm arasında ve ortalama büyüme hızları ise 0,0191 ile 0,0208 mm/sn aralığında değişmiştir. Deneylerde sabit fırın sıcaklığı, sabit soğutucu sıcaklığı sağlanmıştır. Büyüme hızının ise numune boyunca değiştiği gözlenmiştir.

Sonuçlara göre, düşük fırın sıcaklıkları için düşük ve yüksek fırın sıcaklıkları için yüksek sıcaklık gradyanları elde edilmiştir. 900 °C'den 1050 °C'ye doğru artan fırın sıcaklıkları için, ortalama sıcaklık gradyanları artarken, ortalama büyüme hızları azalmıştır. Makro yapılarda görülen sütunsal tanelerin içinde hücresel katılaşma gerçekleşmiştir. Bu hücrelerde, ısı akış yönünün tersine doğru düzgün şekilde yönlenme sağlanmıştır. Deneylerde, numune tabanına yakın bölgelerde büyük hücre ve dikey yönde kalıbın üst bölümlerine doğru gidildikçe küçülmüş hücre boyutuna rastlanmıştır. Fırın sıcaklığının artmasıyla birlikte dökümlerdeki birim hücre sayılarının azaldığı görülmüştür.

Bilim Kodu: 710.3.011Anahtar Kelimeler : Yönlü katılaşma, tek kristal, alüminyumSayfa Adedi: 122Tez Yöneticisi: Dr. Kamil Kunt TÜZÜNALP

A STUDY ON MICRO AND MACRO STRUCTURES ON DIRECTIONALLY SOLIDIFIED ALUMINUM (M.Sc. Thesis)

İlker ÜNALAN

GAZİ UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY June 2006

ABSTRACT

A fixed mold-stationary furnace combination apparatus was designed for directional solidification. 99,3% purity aluminum was directionally solidified for 900 °C, 950 °C, 1000 °C ve 1050 °C furnace temperatures. A single crystal macro structures was aimed to obtain. Temperature gradients and solid-liquid interface velocities. Macro and micro structural analyses were carried out.

During the experiments, single crystal structure could not be produced achieved. Columnar grains were observed opposite to the heat flow direction. Fixed furnace and chill temperatures were obtained. However, average temperature gradients vary between 20,03 ile 26,70 °C/cm and average growth velocities vary between 0,0191 ile 0,0208 mm/sec.

Results showed that, lower gradients for lower furnace temperatures and higher gradients for higher furnace temperatures were obtained. Increasing furnace temperatures from 900 to 1050 °C caused average growth velocities to decrease while average temperature gradients increase. Completely cellular solidificaton occurred inside the columnar grain structures. These cells oriented through the opposite direction of the heat flow. Bigger cells existed in the bottom parts of the specimens while smaller cells existed through the top parts of the specimens. The number of cells per unit area decreased as the furnace temperature increased.

| Science Code | : 710.3.011 |
|--------------|---|
| Key Words | : Directional solidification, single crystal, aluminum. |
| Page Number | : 122 |
| Adviser | : Dr. Kamil Kunt TÜZÜNALP |

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca değerli yardım ve katkılarıyla beni yönlendiren hocam Dr. Kamil K. TÜZÜNALP'e, yine kıymetli tecrübelerinden faydalandığım hocam Doç. Dr. Kadir KOCATEPE'ye, ayrıca refrakter malzemeler ve kalıp üretim teknikleri konusunda benden yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. Neşet AKAR ve Arş. Gör. Necati YALÇIN'a, laboratuar çalışmalarım sırasında bana yardımcı olan teknisyen İsmail ESER'e deney düzeneği montajında ve deneyler süresince beni hiçbir zaman yalnız bırakmayan arkadaşım Y. Tolga ÖKSÜZ'e eğitimim boyunca maddi ve manevi olarak her zaman yanımda olan aileme teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

| ÖZET | iv |
|---|-------|
| ABSTRACT | vi |
| TEŞEKKÜR | viii |
| İÇİNDEKİLER | ix |
| ÇİZELGELERİN LİSTESİ | xiii |
| ŞEKİLLERİN LİSTESİ | xiv |
| RESİMLERİN LİSTESİ | xviii |
| SİMGELER VE KISALTMALAR | xx |
| 1. GİRİŞ | 1 |
| 2. KATILAŞMA PRENSİPLERİ | 3 |
| 2.1. Çekirdeklenme | 4 |
| 2.1.1. Homojen çekirdeklenme | 5 |
| 2.1.2. Heterojen çekirdeklenme | 8 |
| 2.2. Sıvı Katı Ara Yüzeyinde Sıcaklık Dağılımı | 10 |
| 2.2.1. Pozitif sıcaklık gradyanı | 10 |
| 2.2.2. Negatif sıcaklık gradyanı | 11 |
| 2.3. Isı Akışı ve Ara Yüzey Kararlılığı | 11 |
| 3. TEK KRİSTAL ÜRETİMİ | 14 |
| 3.1. Tek Kristalli Malzemelerin Kullanım Amacı | 14 |
| 3.2. Yönlü Katılaştırma Sistemlerinin Sınıflandırılması | 15 |
| 3.2.1. Sıvı metal soğutma yöntemi | 15 |
| 3.2.2. Bridgman yöntemi | |

| | 3.2.3. Daldırma ısıtıcı yöntemi | 18 |
|---|--|----|
| | 3.3. Yönlü ve Tek Kristalli Katılaşmada Tane Yapısı | 18 |
| | 3.4. Yönlü Katılaşma Sisteminde Kullanılan Fırınlar ve Özellikleri . | 20 |
| | 3.5. Kalıp Malzemesi | 21 |
| | 3.6. Soğutucu Özellikleri | 21 |
| | 3.7. Tek Kristal Üretim Yöntemlerinde Kullanılan Tane Seçici Çeşitleri | 21 |
| | 3.7.1. Helis modeli | 22 |
| | 3.7.2. Dik açılı tane seçici | 23 |
| | 3.7.3. Tohumlama yöntemi | 23 |
| | 3.8. Yönlü ve Tek Kristalli Katılaşmada Oluşan Döküm Hataları | 24 |
| | 3.8.1. Yanlış yönlenmiş taneler | 24 |
| | 3.8.2. Çekme | 24 |
| | 3.8.3. Mikroporozite | 25 |
| | 3.8.4. Kalıp çarpılması | 25 |
| | 3.9. Tek Kristalli Dökümlerde Hata Haritaları ve Uygulamaları | |
| 4 | . DENEYSEL ÇALIŞMALAR | |
| | 4.1. Yönlü Katılaştırma Deneyinde Kullanılan Metal | |
| | 4.2. Yönlü Katılaştırma Deney Düzeneği | |
| | 4.2.1. Tek kademeli fırının hazırlanması | |
| | 4.2.2. Fırının kaldırma aparatı | |
| | 4.2.3. Soğutucu, soğutma sistemi ve soğutucu ısıtma fırını hazırlanması | 32 |
| | 4.2.4. Kalıbın hazırlanması | |

| 4.2.5. Sistemin ısıl kontrolü | 35 |
|---|-----|
| 4.3. Metalin Ergitilmesi ve Kalıba Dökümü | 38 |
| 4.3.1. Sistemin kalibrasyonu ve ısı haritasının çıkarılması | 39 |
| 4.4. Saf Alüminyum Malzemenin Yönlü Katılaştırılması | 40 |
| 4.4.1. Farklı fırın ilerleme hızları için yapılan deneyler | 40 |
| 4.4.2. Soğuma eğrilerinin elde edilmesi | 42 |
| 4.4.3. Sıcaklık gradyanlarının elde edilmesi | 43 |
| 4.4.4. Büyüme hızı hesapları | 45 |
| 4.4.5. Makro inceleme | 46 |
| 4.4.6. Mikro inceleme | 46 |
| 5. DENEYSEL BULGULAR | 49 |
| 5.1. Sistemin Kalibrasyonu ve Isı Haritası | 49 |
| 5.2. Sistemin Isıl Kontrolünden Elde Edilen Sonuçlar | 51 |
| 5.3. Soğuma Eğrileri ve Elde Edilen Sonuçlar | 61 |
| 5.3.1. Sıcaklık gradyanları ve elde edilen sonuçlar | 64 |
| 5.3.2. Ara yüzey ilerleme hızları | 69 |
| 5.4. Makro Yapı Sonuçları | 73 |
| 5.5. Mikro Yapı Sonuçları | 77 |
| 5.5.1 Mikro yapı fotoğrafları | 77 |
| 5.5.2. Mikro yapı hücre oranları | 96 |
| 5.6. Yönlü Katılaştırma Düzeneği | 101 |
| 6. SONUÇ VE ÖNERİLER | 103 |

| 6.1. Sonuçlar | 103 |
|---|-----|
| 6.2.Öneriler | 105 |
| KAYNAKLAR | 106 |
| EKLER FK-1 Yönlü katılaşma düzeneğinde kullanıları refrakter | 111 |
| malzemeler | |
| EK-2 Step motor hareketi için kullanılan bilgisayar programı EK-3 Düzeneklerde kullanılan ısı kontrol cihazının teknik | 113 |
| özellikleri | |
| EK-4 Ön deneylerde kullanılan parametreler ve elde edilen | |
| makro yapılar | 116 |
| EK-5 Makro ve mikro incelemede kullanılan dağlayıcılar | 119 |
| EK-6 Yönlü katılaştırma düzeneği ile ilgili fotoğraflar | 120 |
| ÖZGEÇMİŞ | 122 |

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

| Çizelge | S | Sayfa |
|--------------|--|-------|
| Çizelge 4.1. | Yönlü katılaşma deneyleri sırasında kullanılan %99,3 saflıkta metalinin kompozisyonu | 28 |
| Çizelge 4.2. | Yönlü katılaşma deneyleri sırasında kullanılan parametreler | 42 |
| Çizelge 5.1. | Kalıp içi ve kalıp duvarından okunan sıcaklıklar | 49 |
| Çizelge 5.2. | Farklı fırın sıcaklıkları için soğuma eğrilerinden elde edilen dönüşüm noktaları | 64 |
| Çizelge 5.3. | Çizelge 5.2'de verilen 4 deney için Güst hesaplarının sonuçları | 64 |
| Çizelge 5.4. | Çizelge 5.2'de verilen 4 deney için V _{ort} hesaplarının sonuçları | 69 |
| Çizelge 5.5. | Yayınlarda geçen sonuçlar ile bu çalışmadaki sonuçların kıyaslanması | 73 |
| Çizelge 5.6 | Yönlü katılaştırma deneylerinden elde edilen numuneleri bölgelere göre BHS ve BHS ortalamaları | 97 |

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

| Şekil | Sayfa |
|--|-------|
| Şekil 2.1. Ticari saflıkta alüminyum malzemeye ait soğuma eğrisinin şematik gösterimi | 3 |
| Şekil 2.2. Katı ve sıvı fazlar için serbest enerji değişimleri | 4 |
| Şekil 2.3. Sıvı metal içinde küresel bir çekirdek oluşum ile ilgili serbest enerji değişimi | 7 |
| Şekil 2.4. Kritik yarıçap, serbest enerji ve alt soğuma oranları arasındaki ilişki | 8 |
| Şekil 2.5. Düzlemsel bir yabancı parçacık üzerinde oluşan katı çekirdek | 9 |
| Şekil 2.6. Homojen ve heterojen çekirdeklenme için serbest enerji değişimi ile alt soğuma arasındaki ilişki | 11 |
| Şekil 2.7. Pozitif sıcaklık gradyanı | 11 |
| Şekil 2.8. Negatif sıcaklık gradyanı | 12 |
| Şekil 2.9. Düzlemsel ara yüzeyin sıcaklık gradyanı ve ara yüzey sıcaklık izotermleri | 12 |
| Şekil 2.10. Sabit bir sıcaklık gradyanı G∟ ve artan V için sıvı-katı ara yüzey yapısının şematik gösterimi | 13 |
| Şekil 3.1. Tane ve tane sınırları dayanımı-sıcaklık ilişkisi | 15 |
| Şekil 3.2. Çok iyi yalıtılmış, soğutucu üzerindeki silindirik bir kalıp | 16 |
| Şekil 3.3. Tipik Bridgman düzeneğinin şematik gösterimi | 17 |
| Şekil 3.4. Daldırma ısıtıcı kullanılan düzeneğinin şematik gösterimi | 18 |
| Şekil 3.5. Tek kristal üretiminde kullanılan tane seçici modelleri | 22 |
| Şekil 3.6. Tek-kristal döküm için helisel tane seçici | 23 |
| Şekil 3.7. Hata haritası örneği | 26 |
| Şekil 4.1. Deneylerde kullanılan deney düzeneğinin şematik gösterimi | 31 |

Şekil

| Şekil 4.2. Deney düzeneğinde kullanılan blok bakır soğutucu | |
|---|----|
| Şekil 4.3. Isıl çiftlerin kalibrasyon işlemi | |
| Şekil 4.4. Deneylerin başlangıcındaki ısıl çiftlerin yerleşimi ve deney başlangıcındaki ısıl şartlar | 41 |
| Şekil 4.5. Soğuma eğrisi ve dönüşüm noktalarının belirlenmesi için kullanılan ısıl çiftlerin kalıp içindeki konumu | 43 |
| Şekil 4.6. Güst parametresinin konuma bağlı grafiğinin çizimi | 45 |
| Şekil 4.7. Mikro analiz için numunenin kesit bölgeleri | 47 |
| Şekil 4.8. Hücre sayımı için çizgi metodunda kullanılan çizgilerin konumu | 48 |
| Şekil 5.1. Çizelge 4.1'den elde edilen verilerin grafik olarak gösterimi 1 | 50 |
| Şekil 5.2. Çizelge 4.1'den elde edilen verilerin grafik olarak gösterimi 2 | 50 |
| Şekil 5.3. Deney no:1.1.'den elde edilen soğuma eğrisi | 52 |
| Şekil 5.4. Deney no:1.2.'den elde edilen soğuma eğrisi | 53 |
| Şekil 5.5. Deney no:1.3.'den elde edilen soğuma eğrisi | 53 |
| Şekil 5.6. Deney no:2.1.'den elde edilen soğuma eğrisi | 54 |
| Şekil 5.7. Deney no:2.2.'den elde edilen soğuma eğrisi | 55 |
| Şekil 5.8. Deney no:2.3.'den elde edilen soğuma eğrisi | 55 |
| Şekil 5.9. Deney no:3.1.'den elde edilen soğuma eğrisi | 56 |
| Şekil 5.10. Deney no:3.2.'den elde edilen soğuma eğrisi | 57 |
| Şekil 5.11. Deney no:3.3.'den elde edilen soğuma eğrisi | 57 |
| Şekil 5.12. Deney no:4.1.'den elde edilen soğuma eğrisi | 58 |
| Şekil 5.13. Deney no:4.2.'den elde edilen soğuma eğrisi | 59 |

xvi

| Şekil | Sayfa |
|---|-------|
| Şekil 5.14. Deney no:4.3.'den elde edilen soğuma eğrisi | 59 |
| Şekil 5.15. 900 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin soğuma eğrisi | 61 |
| Şekil 5.16. 950 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin soğuma eğrisi | 62 |
| Şekil 5.17. 1000 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin soğuma eğrisi | 62 |
| Şekil 5.18. 1050 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin soğuma eğrisi | 63 |
| Şekil 5.19. 900 °C fırın sıcaklığı için Güst parametresinin konuma bağlı grafiği | 65 |
| Şekil 5.20. 950 °C fırın sıcaklığı için Güst parametresinin konuma bağlı grafiği | 66 |
| Şekil 5.21. 1000 °C fırın sıcaklığı için Güst parametresinin konuma bağlı grafiği | 66 |
| Şekil 5.22. 1050 °C fırın sıcaklığı için Güst parametresinin konuma bağlı grafiği | 67 |
| Şekil 5.23. Kullanılan fırın sıcaklıkları (ºC) ile ortalama sıcaklık gradyanı (G) arasındaki ilişki | 68 |
| Şekil 5.24. 900 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneyin zamana bağlı konum grafiği | 70 |
| Şekil 5.25. 950 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneyin zamana bağlı konum grafiği | 70 |
| Şekil 5.26. 1000 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneyin zamana bağlı konum grafiği | 71 |
| Şekil 5.27. 1050 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneyin zamana bağlı konum grafiği | 71 |
| Şekil 5.28. 900, 950, 1000, 1050 ºC ile yapılan deneylerin zamana bağlı konum grafikleri arasındaki ilişki | 72 |

| Şekil 5.29. | 900 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin, hücre oranı ortalamasının konuma bağlı grafiği | 98 |
|-------------|---|----|
| Şekil 5.30. | 950 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin, hücre oranı ortalamasının konuma bağlı grafiği | 98 |
| Şekil 5.31. | 1000 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin, hücre oranı ortalamasının konuma bağlı grafiği | 99 |
| Şekil 5.32. | 1050 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin, hücre oranı ortalamasının konuma bağlı grafiği | 99 |
| Şekil 5.33. | Farklı fırın sıcaklıklarının, birim hücre sayısına (BHS)etkisi10 | 00 |
| Şekil 5.33. | Sıvı metal içerisinden kontrol edilen, fırındaki ısıl değişimler10 |)2 |

Şekil

RESIMLERIN LISTESI

| Resim | Sayfa |
|--|-------|
| Resim 3.1. Al-Si alaşımının katılaşması sonucu oluşan tane yapıları | 19 |
| Resim 3.2. Gaz türbin motorları için üretilen bıçaklar | 20 |
| Resim 4.1. Deneylerde kullanılan perde ve boyutları | |
| Resim 4.2. Su soğutma sistemi | |
| Resim 4.3. Düzenekte kullanılan kalıp ve boyutları | 35 |
| Resim 4.4. Isıl çiftin sıvı metal içerisinde hareket etmesini sağlayan ısıl çift asansörü | 37 |
| Resim 5.1. 900 °C fırın sıcaklığı kullanılan deneylerden elde numunelerin makro yapıları | 74 |
| Resim 5.2. 950 °C fırın sıcaklığı kullanılan deneylerden elde numunelerin makro yapıları | 74 |
| Resim 5.3. 1000 °C fırın sıcaklığı kullanılan deneylerden elde numunelerin makro yapıları | 75 |
| Resim 5.4. 1050 °C fırın sıcaklığı kullanılan deneylerden elde numunelerin makro yapıları | 75 |
| Resim 5.5. Tane seçici ve bölümleri | 76 |
| Resim 5.6. Deney no:1.1.'den elde edilen mikro yapılar | 78 |
| Resim 5.7. Deney no:1.2.'den elde edilen mikro yapılar | 78 |
| Resim 5.8. Deney no:1.3.'den elde edilen mikro yapılar | 81 |
| Resim 5.9. Deney no:2.1.'den elde edilen mikro yapılar | 82 |
| Resim 5.10. Deney no:2.2.'den elde edilen mikro yapılar | |
| Resim 5.11. Deney no:2.3.'den elde edilen mikro yapılar | |
| Resim 5.12. Deney no:3.1.'den elde edilen mikro yapılar | 87 |
| Resim 5.13. Deney no:3.2.'den elde edilen mikro yapılar | |

| Resim | Sayfa |
|---|-------|
| Resim 5.14. Deney no:3.3.'den elde edilen mikro yapılar | 90 |
| Resim 5.15. Deney no:4.1.'den elde edilen mikro yapılar | 92 |
| Resim 5.16. Deney no:4.2.'den elde edilen mikro yapılar | 93 |
| Resim 5.17. Deney no:4.3.'den elde edilen mikro yapılar | |

xix

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simge ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

| Simgeler | Açıklama |
|-------------------------|--------------------------------------|
| | |
| D | Difüzyon katsayısı |
| d | Tane boyutu |
| f (θ) | Şekil faktörü |
| G | Gibbs serbest enerjisi |
| GL | Sıvının serbest enerjisi |
| Gs | Katının serbest enerjisi |
| Güst | Ara yüzey önündeki sıcaklık gradyanı |
| $\Delta \mathbf{G}_{T}$ | Toplam serbest enerji değişimi |
| $\Delta \mathbf{Gv}$ | Hacim serbest enerjisi değişimi |
| н | Entalpi |
| k | Sabit sayı |
| К | Termal iletkenlik |
| Lv | Ergime gizli ısısı |
| γml | Sıvı-kalıp duvarı ara yüzeyi |
| γ⁄ Ms | Katı-kalıp duvarı ara yüzeyi |
| r* | Kritik çekirdek yarıçapı |
| S | Entropi |
| γsl | Sıvı-katı ara yüzeyi |
| т | Sıcaklık |
| ΔT | Alt soğuma |
| Ti | Ara yüzey sıcaklığı |
| Tm | Ergime sıcaklığı |
| Tb | Bileşik sıcaklık noktası |
| V | Ara yüzey ilerleme hızı |

| Simgeler | Açıklama |
|-------------|--------------------------------------|
| VF | Fırın ilerleme hızı |
| Kısaltmalar | Açıklama |
| BHS | Birim hücre sayısı (hücre sayısı/mm) |

1.GİRİŞ

Günümüzde gelişen teknoloji ile birlikte ileri mühendislik malzemelerine duyulan ihtiyaçlar da artmaktadır. Yüksek sıcaklıkta kullanılan metal malzemelerde, artan sıcaklığın malzeme yapısı ve korozyon gibi özelliklere etkisi büyük önem taşımaktadır. Malzemenin özelliklerinin belirlenmesinde tane yapısı önemli rol oynamaktadır. Bridgman yönlü katılaşma tekniği tane yapısını kontrol için kullanılan yaygın bir yöntemdir ve bu teknik üzerindeki bilimsel çalışmalar halen artarak devam etmektedir.

Kristal yapılı malzemelerde atomlar döküm içinde belirli bir düzende tekrarlanarak ve kesintiye uğramadan yer aldıklarında elde edilen yapıya "tek kristal" adı verilir. Tek kristalli malzemeleri üretebilmek için yönlü katılaşma teknikleri uygulanmaktadır. Uygun koşullar altında, oluşan bir sütunsal tanenin diğer tanelere göre baskın çıkarak dökümün tamamını kaplaması sonucu tek kristalli malzemeler üretilebilmektedir. Bu yöntem ile, türbin kanatları, elektronik ve optik endüstrisinde kullanılan düşük hatalı malzemeler elde edilmektedir.

Bu çalışmanın öncelikli amacı; ticari saf alüminyumun tek yönlü ısı akışı altında kontrollü olarak katılaştırılmasıdır. Bu amacın alt kategorileri ise:

- Tek yönlü ısı akışını sağlamak için, yönlü katılaşma düzeneğinin kurulması,
- Düzeneğin kalibrasyonunun yapılması,
- Farklı fırın sıcaklıklarının, döküm numunelerin makro ve mikro yapısı üzerine etkilerinin araştırılması,
- Elde edilen sonuçların değerlendirilmesidir.

Tek kristalli malzeme üretme deneyleri sırasında; alaşımın kompozisyonu, döküş sıcaklığı, numune ölçüleri, fırın ilerleme hızı gibi sistemdeki parametreler sabit tutulmuştur. Değişken parametre olarak, ısıl şartlardan biri olan fırın sıcaklığı seçilmiştir. Bu çalışmada üretim şekli olarak döküm yöntemi kullanılmıştır. Katılaşma süreci ve bu sürecin kontrolü makro ve mikro yapıyı etkileyen temel faktörlerden birisidir. Bu nedenle katılaşma teorilerini bilinmesi makro ve mikro yapının iyileştirilmesi açısından yardımcı olacaktır.

2. KATILAŞMA PRENSİPLERİ

Bu bölümde yönlü katılaşmanın sağlanabilmesi için gerekli temel katılaşma prensipleri, yönlü katılaşma konusuna yönelik olarak ele alınacaktır. Metallerin sıvıdan katıya geçişleri dört temel adımda incelenebilir. Bu adımlar:

- 1- Sıvı faz soğuması
- 2- Alt soğuma, çekirdek oluşumu
- 3- Katılaşma
- 4- Katı fazın soğuması

Katılaşmanın gerçekleşmesi için gerekli olan dört temel adım, Şekil 2.1'deki soğuma eğrisinde görülmektedir.



Şekil 2.1. Ticari saflıkta alüminyum malzemeye ait bir soğuma eğrisinin şematik gösterimi.

1 numaralı bölümde sıvı durumunda soğuma oluşur ve aşırı ısı (superheat) dışarı verilir. Sıcaklığın düşmesi ile birlikte toplam serbest enerji yükselir. 2 numaralı bölümde ise malzemenin katılaşabilmesi için ∆T kadar alt soğuma yaptığı kısım görülmektedir. Saf metallerde, alt soğuma sonucunda, çok sayıda embriyonun bir araya gelerek toplanması ve büyüklüklerinin kritik yarıçapa ulaşması sonucunda çekirdekler oluşur, katılaşma başlar ve toplam

serbest enerji düşmeye başlar. 3 numaralı bölümde sabit sıcaklıkta (ergime sıcaklığı, T_{erg}) sıvıdan katıya izotermal dönüşüm gerçekleşir ve atomlar kristal kafeslerindeki yerlerini alırlar. 4 numaralı bölümde ise, katı durumda soğuma gerçekleşir.

2.1. Çekirdeklenme

Fazlar arasındaki dönüşümler, denge sıcaklığından uzak bir sıcaklıkta iki faz arasındaki Gibbs serbest enerji farkıyla ilişkilendirilir. Malzemeler sıcaklığa bağlı olarak en az serbest enerjiye sahip oldukları faz durumunda kalmak isterler.



Şekil 2.2. Katı ve sıvı fazlar için sıcaklığa bağlı serbest enerji değişimi. Burada Te ergime sıcaklığıdır [2-4, 6].

Şekil 2.2'deki grafikten de anlaşılacağı gibi, Denge sıcaklığında (T_e), sıvı ve katı fazlar bir arada bulunur. Sıvının ve katının serbest enerjileri birbirine eşittir ve denge durumundadır (G_{sıvı}=G_{katı}). Eğer sıvı metal denge sıcaklığının altında Δ T kadar alt soğuma yapar ise sistemin serbest enerjisi artar ve bu durum katılaşma için itici güç sağlar [2-4, 6].

2.1.1. Homojen çekirdeklenme

Homojen çekirdeklenmede katılaşmaya yardım eden oksitler, safsızlıklar, yabancı parçacıklar ve kalıp duvarı gibi yüzey enerjisi düşürücü safsızlıkların bulunmadığı kabul edilir. Ancak bu durumda homojen çekirdeklenme gerçekleşir. Çekirdeğin oluşabilmesi için çok büyük bir yüzey enerjisi engelinin aşılması gerekir. Bu yüzey enerjisi engelini aşmak için çok büyük bir alt soğumaya ihtiyaç duyulur. Bu alt soğuma miktarı $\Delta T=0,2 \cdot Tm ({}^{0}K)$ formülü ile hesaplanabilir (Şekil 2.1) [2].

Kararlı bir sistemde sabit basınç ve sıcaklık altında oluşan faz dönüşümü sistemin Gibbs serbest enerjisiyle tanımlanır [1, 3, 5, 6].

 $G = H - T \cdot S$ (2.1) H = Entalpi S = Entropi (joule/⁰K) G = Gibbs serbest enerjisi (joule)T = Sıcaklıktır (⁰K)

Te sıcaklığında $G_{sivi} = G_{kati}$ dır. Bu durumda $\Delta G=0$ olur ve iki faz dengededir. Sıvı fazdan katı faza dönüşüm için gerekli serbest enerji değişimi (ΔG) aşağıdaki eşitlikle verilebilir;

$$\Delta G = (H_{sivi} - H_{kati}) - T \cdot (S_{sivi} - S_{kati})$$
(2.2)

 ΔH ve ΔS yaklaşık olarak sıcaklıktan bağımsızdır ;

$$H_{\text{sivi}} - H_{\text{kati}} = L \tag{2.3}$$

olarak tanımlanabilir. "L" burada gizli ergime ısısıdır. ∆G=0 için Eş. 2.3, Eş. 2.2'ye yerleştirilirse ;

$$L = T \cdot \Delta S \tag{2.4}$$

$$\Delta S = \frac{L}{T_{e}}$$
(2.5)

∆S ergitme entropisi olarak bilinir. Buradan serbest enerji değişimi;

$$\Delta G = \frac{L}{Te} \cdot \Delta T$$
(2.6)

olarak bulunur.

Belirli sayıda atomun bir araya gelerek sıvı içinde bir katı oluşturduğunu kabul edelim. Eğer sıvı-katı ara yüzey enerjisi izotropik ise bu katı küre şeklindedir. Sıvı içinde katının oluşmasıyla sistemin serbest enerjisi G₁'den G₂'ye değişecektir. Burada Δ G,

$$\Delta G = G_1 - G_2 \tag{2.7}$$

Ve serbest enerjideki toplam değişim,

$$\Delta \mathbf{G}_{\mathsf{T}} = -\left(\frac{4}{3}\pi \cdot \mathbf{r}^{3}\right) \cdot \Delta \mathbf{G}_{\mathsf{V}} + 4\pi \cdot \mathbf{r}^{2} \cdot \gamma_{\mathsf{KS}}$$
(2.8)

olur [1, 3, 5, 7]. Yukarıdaki eşitlikte $(4/3\pi r^3)$ kürenin hacmi, ΔG_v hacim serbest enerjisidir ve sistemin toplam enerjisine negatif bir katkıda bulunur. $4\pi \cdot r^2$ kürenin alanı, γ_{KS} sıvı-katı ara yüzey enerjisidir ve toplam enerji değişimine pozitif bir katkı sağlar [6, 8-12]. Sistemin toplam net serbest enerji değişimi Şekil 2.3'de gösterilmiştir.



Şekil 2.3. Sıvı metal içinde küresel bir çekirdek oluşum ile ilgili serbest enerji değişimi. Burada r* çekirdeklenme için gerekli kritik yarı çaptır [6, 8-12].

Burada r*, küre biçiminde bir çekirdek için kritik yarıçap ve ΔG_T ise, Gibbs serbest enerjisindeki toplam değişimdir. Sıvı içinde kararlı bir katı oluşabilmesi için toplam serbest enerji değişimi, bütün sistemin daha düşük enerji seviyesine gelmesini sağlayacak şekilde olmalıdır. Toplam enerji değişiminin katı lehine gelişmesi için kritik yarıçap ve kritik serbest enerji değişimini bulabilmek için ΔG_T ifadesinin r'ye göre türevi alınmalıdır. Burada r dışındakiler sabittir [2, 3, 5, 6];

$$\frac{d\Delta G_{T}}{dr} = 0 \tag{2.9}$$

$$\frac{d\Delta G_{T}}{dr} = -\frac{4}{3}\pi r^{3} \cdot \left(\frac{L \cdot \Delta T}{Tm}\right) + 4\pi r^{2} \cdot \gamma_{KS}$$
(2.10)

$$= -\frac{12}{3}\pi r^{2} \cdot \left(\frac{L\cdot\Delta T}{Tm}\right) + 8\pi r\cdot\gamma_{KS}$$
(2.11)

$$4 r \cdot \left(\frac{4 \cdot \Delta T}{Tm}\right) = 8 \gamma_{KS}$$
(2.12)

$$r^{*} = \frac{2\gamma_{KS}}{\underline{L\Delta T}} = \frac{2\gamma_{KS}}{\Delta G_{V}} = \frac{2\gamma_{KS} \cdot Tm}{L} \cdot \frac{1}{\Delta T} \text{ ve}$$
(2.13)

$$\Delta \mathbf{G}^* = \left(\frac{16\pi\gamma_{\mathrm{KS}}^3 \cdot \mathbf{T}_{\mathrm{e}}}{3L_{\mathrm{V}}^2}\right) \cdot \frac{1}{\Delta \mathrm{T}}$$
(2.14)

Elde edilir. Eş. 2.13 ve Eş. 2.14'den anlaşılacağı gibi alt soğumanın (Δ T) artmasıyla r* ve Δ G* değerlerinin azaldığı görülebilmektedir (Şekil 2.4) [2, 3].



Şekil 2.4. Kritik yarıçap, r^{*}, Hacim serbest enerjisi ∆Gv, ve alt soğuma oranları arasındaki ilişki [2, 3].

2.1.2. Heterojen çekirdeklenme

Olağan döküm koşulları altında dökümler heterojen çekirdeklenme mekanizması ile katılaşır. Heterojen çekirdeklenmede katılaşma, oksitler, safsızlıklar, ve kalıp duvarı gibi yabancı parçacıklar üzerinde başlar. Bu nedenle oluşacak çekirdek homojen çekirdeklenmede olduğu gibi küre şeklinde değil de, bir kapak şeklinde olur (Şekil 2.5) [6]. Oluşan yeni çekirdek yabancı bir parçacığın yüzeyinde büyüyerek yüzey enerjisi miktarını azaltır. Başka bir deyişle heterojen çekirdeklenme mekanizmasında bulunan yabancı maddeler çekirdek oluşumunu engelleyen yüzey serbest enerjisini düşmesini sağlayarak çekirdeklenmeyi teşvik ederler [5, 6, 8, 13].



Şekil 2.5. Düzlemsel bir yabancı parçacık üzerinde oluşan katı çekirdek [2, 5, 6].

Yukarıdaki şekilde;

γ_{ML} = Duvar – sıvı ara yüzeyi gerilim enerjisi,

γsL = Katı – sıvı ara yüzeyi gerilim enerjisi,

 γ_{SM} = Katı – duvar ara yüzeyi gerilim enerjisidir.

$$\Delta G_{Het} = -V_{S} \Delta G_{V} + A_{SL} \cdot \gamma_{SL} + A_{SM} \gamma_{SM} - A_{ML} \cdot \gamma_{ML}$$
(2.15)

Burada üç ara yüzey vardır. Bunlardan γ_{SL} ve γ_{SM} değerleri pozitiftir. γ_{ML} ise negatiftir. ΔG_{Het} net eşitliğini ıslatma açısı ve kapak şeklinin yarıçapı dikkate alınarak yeniden yazdığımızda;

$$\Delta G_{\text{Het}} = \left\{ -\frac{4}{3} \pi r^3 \cdot \Delta G_{\text{V}} + 4\pi r^2 \cdot \gamma_{\text{SL}} \right\} \cdot f(\theta)$$
(2.16)

Burada f (θ) şekil faktörüdür. Şekil faktörü aşağıdaki Eşitlikle bulunabilir.

$$f(\theta) = \frac{2 - 3\cos Q + \cos^3 Q}{4}$$
(2.17)

$$f(\theta) = \frac{(2 + \cos Q) \cdot (1 - \cos Q)^2}{4}$$
(2.18)

Homojen ve heterojen çekirdeklenmede kritik yarıçap miktarı r* aynıdır. Fakat Gibbs serbest enerji miktarları homojen çekirdeklenmeden daha düşüktür (Şekil 2.6) [5, 6].



Şekil 2.6. Homojen ve heterojen çekirdeklenme için serbest enerji değişimi ile alt soğuma arasındaki ilişkinin şematik gösterimi [2].

2.2. Sıvı-Katı Ara Yüzeyinde Sıcaklık Dağılımı

Sıvı-katı ara yüzeyinde sıcaklık profili ara yüzey şeklinin kontrolünde önemli bir faktördür. Sıvı-katı ara yüzeyinde pozitif ve negatif olmak üzere iki farklı sıcaklık profili oluşabilir [2].

2.2.1. Pozitif sıcaklık gradyanı

Tek yönlü ısı akışı altında katılaşan bir çubuk ele alındığında, sıvı sıcaklığının katının sıcaklığından daha yüksek olduğu durumdur. Ara yüzeyin sıvıya doğru ilerlemesi için ΔT_k kadar alt soğuması gereklidir (Şekil 2.7). Burada sıvı içindeki sıcaklık gradyanı pozitiftir [14, 15].



Şekil 2.7. Pozitif sıcaklık gradyanı [2].

2.2.2. Negatif sıcaklık gradyanı

Tek yönlü ısı akışı ile katılaşan bir çubukta sıvının sıcaklığı ara yüzey sıcaklığından daha düşük olduğu durumdur (Şekil 2.8). Bu durumda ara yüzey önündeki sıvı aşırı soğumuştur. ∆Tk kadar ve genellikle 1 °C den daha küçüktür [12].



Şekil 2.8. Negatif sıcaklık gradyanı [2].

2.3. Isı Akışı ve Ara Yüzey Kararlılığı

Büyüyen bir ara yüzeyin şeklini belirlemek "ara yüzey kararlılığı" kriterini kullanmak yararlı olacaktır. Saf metallerde katılaşma, sıvı-katı ara yüzeyinden iletilebilen ergime gizli ısısı oranı ile kontrol edilmektedir. Isı iletimi ara yüzeydeki sıcaklık gradyanına bağlı olarak sıvı içinden veya katı

içinden gerçekleşir. Saf bir malzemede ara yüzey kararlılığı ısı akış yönüne bağlıdır [16]. Örneğin: Isının katıdan iletildiği şartlarda (pozitif gradyan), katının düzlemsel ara yüzey ile (V) hızında sıvıya doğru büyüdüğünü kabul edelim (Şekil 2.9.a, b) [2].



Şekil 2.9. Düzlemsel ara yüzeyin sıcaklık gradyanı ve ara yüzey sıcaklık izotermleri a) Sıcaklık gradyanı b) Isı akışı c) Bozulmuş ara yüzey d) düzlemsel arayüzey [2].

Katı süper ısıtılmış sıvıya doğru büyüdüğü zaman düzlemsel ara yüzey kararlıdır. Büyüme sürecinde; sıcaklık dalgalanmaları sebebiyle, (V) büyüme hızında bölgesel artışlar oluşa bilir. Bu sonuçtan ara yüzeyde küçük bir yumru oluşur (Şekil 2.15.c). Sıvıdaki sıcaklık gradyanının pozitif olması nedeni ile şişkinlik olan bölgeye doğru ısı akışı meydana gelir. Sonuç olarak (V) büyüme hızı azalacaktır. Bunun sonucunda yumru kaybolacaktır (Şekil 2.9.d) [2].

Ancak negatif sıcaklık gradyanı şartında, katı süper soğutulmuş sıvıya doğru büyür. Bu durumda ısı yumrunun uç kısımdan, süper soğutulmuş sıvıya doğru uzaklaşır. Süper soğumuş sıvıya doğru ilerleyen sıvı-katı ara yüzeyi doğal olarak kararsızdır. Yumru büyümeye devam eder ve ara yüzey hızı artar [2].

Sıvıdaki sıcaklık gradyanı ve ara yüzey ilerleme hızına bağlı olarak, çeşitli mikroyapılar oluşabilir [17]. Flemings [12] tarafından tarif edilen sınıflandırma McLean [18] tarafından Şekil 2.10'da şematik olarak verilmiştir.

a) Düzlemsel ara yüzey ile büyüme.

 b) Hücresel yapı. Burada ısı akış yönüne paralel yönde silindir şekilli hücreler oluşur.

c) Hücresel / dendritik yapı. Burada tane içi yapı kristalografik yöne paralel uzanan ve kollara sahip artılar (ağaç dalları) şeklindedir.

d) Dendritik yapı. Burada hücresel / dendritik yapının (d) kolları kırılarak ikincil ve daha fazla dendrit kolları oluşur.



Şekil 2.10. Sabit sıvı sıcaklık gradyanı G_L ve artan V için sıvı-katı ara yüzey yapısının şematik gösterimi a) Düzlemsel b) Hücresel c) Hücresel-dendritik d) Dendritik [18].
3. TEK KRİSTAL ÜRETİMİ

Kristal yapılı katı metal malzemelerde atomlar bir döküm parça içinde belirli bir düzen içinde tekrarlanarak ve kesintiye uğramadan yer aldıklarında elde edilen yapıya "tek kristal" adı verilir. Tek kristal üretimi çok dikkatli kontrol edilen bir katılaşma işlemidir [21]. Tek kristalli bir döküm parça elde edebilmek için iki koşul eş zamanlı olarak sağlanmalıdır. Birincisi, ısı kalıptan tek yönlü şekilde alınmalıdır. İkincisi çekirdek oluşum sayısını düşürmek amacıyla katılaşma ara yüzeyinin önünde yeterli bir pozitif sıcaklık gradyanı oluşturulmalıdır [15, 22]. Bu şartlar çil görevi yapılacak soğutucunun yüzeyine ergime sıcaklığından daha yüksek sıcaklıkta olan sıvı metal dökülerek yada Bridgman yöntemi kullanılarak sağlanır [1, 15, 23-26].

3.1. Tek Kristalli Malzemelerin Kullanım Amacı

Tek kristalli malzemelerin, elektronik, optik ve türbin kanatları başta olmak üzere geniş kullanım alanları vardır. İlk defa Versnyder ve arkadaşları [18] birlikte yönlü katılaşmış tek kristalli süper alaşımları yapısal parçalar olarak kullanmayı önermişlerdir.

Genellikle oda sıcaklığında tane sınırları tanelerden daha mukavemetlidir. Ancak sıcaklık arttıkça; tane sınırlarındaki mukavemet düşmekte hatta artan sıcaklıkla tane sınırları mukavemet düşüş hızı, tane içi mukavemetteki azalma hızından daha fazla olmaktadır. Şekil 3.1'de T_b (bileşik sıcaklık) noktasının üzerindeki sıcaklıklarda iri taneli yapı, ince taneli yapıya oranla daha yüksek mukavemet gösterecektir [44].



Şekil 3.1. Tane ve tane sınırları dayanımı-sıcaklık ilişkisi.

Yüksek sıcaklıklarda çalışan malzemelerde dayanımı arttırmak için tane sınırının kaymasını engellemek önem kazanmaktadır. En iyi çözüm, yüksek sıcaklık ve orta gerilme ortamlarında çalışan malzemelerin tümünün tek kristalden üretilmesidir. Sıcaklığın yükselmesiyle birlikte tek kristalli malzemeler, tane sınırı bulunan malzemelere göre daha zor deforme edilirler [27].

3.2. Yönlü Katılaşma Sistemlerinin Sınıflandırılması

Yönlü katılaşmada üç temel yöntem bulunmaktadır. Bunlar:

- Sıvı metal soğutma yöntemi,
- Bridgman yöntemi,
- Daldırma ısıtıcı yöntemidir.

3.2.1. Sıvı metal soğutma yöntemi

Yönlü katılaşma için kullanılan bu basit yöntemde ısı çıkışının kontrol eden bir soğutucu üzerine, yalıtkan malzemeden yapılmış kalıp yerleştirilir (Şekil 3.2). Kalıba dökülen sıvı metalin ısısı yalnız tabanda bulunan soğutucu tarafından kontrollü bir şekilde transfer edilir [1, 28].

Kalıbın silindir şeklinde olması durumunda ısı akışı silindir ekseni boyunca dökümden soğutucuya doğru gerçekleşir. Diğer bir ifade ile katılaşma soğutucu yüzeyinden döküm parçaya doğru ilerler. Ancak sıvı-katı ara yüzeyi soğutucudan uzaklaştıkça G ve V değerleri değişiklik gösterecektir. Bu sebepten dolayı mikro yapıda uzaklığa bağlı olarak değişiklikler oluşmaktadır [18, 29].



Şekil 3.2. Çok iyi yalıtılmış, soğutucu üzerindeki silindirik bir kalıbın içindeki eriyiğin sıcaklık dağılımı. Isı çıkışı sadece tabandaki soğutucudan gerçekleşmektedir [18].

3.2.2. Bridgman yöntemi

Yönlü katılaşma ve tek kristal üretimi konusunda en çok kullanılan sistem Bridgman tipi düzeneklerdir [14, 15, 18, 30-34]. Bunlar iki kategoride toplanabilir. Birincisi laboratuar ölçekli düzenekler, ikincisi ise ticari ölçekli düzeneklerdir. Şekil 3.3'de Bridgman yönteminin şematik gösterimi verilmiştir [18].



Şekil 3.3. Tipik Bridgman düzeneğinin şematik gösterimi [18, 29, 30].

İlk Bridgman düzeneği 1925'te yapılmıştır. 1936-1946 yılları arasında Stockbarger bu düzeneği geliştirerek kullanmıştır. Bu teknik Bridgman-Stockbarger yöntemi olarak kabul edilse de Tamman 1925 ve Obreimov 1924 benzer yöntemler kullanarak tek kristalli malzeme imal etmişlerdir. 1951 yılında Buckly bu tekniğin tarihsel yönünü araştırıp, tekniğe Bridgman tekniği adını vermiştir [35].

Bu sistemde, sabit bir fırın içinde, soğutucu üzerine yerleştirilmiş hareketli bir kalıp bulunmaktadır. Deney boyunca kalıp, soğutucu ile birlikte sabit bir V hızında aşağıya doğru çekilmektedir. Kalıp aşağı doğru çekildikçe, fırının dışına çıkan bölgelerde sıcaklık etkisinin azalması sağlanmaktadır. Sonuçta, fırının içinde bulunan kalıp üst bölgesi ile fırının dışına çıkmış alt bölgeler bir arasındaki sıcaklık farkı nedeniyle pozitif sıcaklık gradyanı oluşturulmaktadır. Kalıp içindeki ilk katılaşma, tabana monte edilmiş soğutucu tarafından başlatılmakta, daha sonra açığa çıkan bölümlerde ilerleyen soğuma etkisi nedeniyle de kalıbın üst bölgelerine doğru devam etmektedir. Tek kristal üretim yöntemlerinde yönlü katılaşmanın sağlanması için ısının sistemden hangi şekilde ve hangi hızda uzaklaştırıldığının bilinmesi gerekir. Karmaşık şekilli döküm parçalarda ısı transferi hesaplamalarının güçlüğü nedeni ile deneysel çalışmalar genellikle basit silindir biçimli şekiller için yapılmıştır [23].

3.2.3. Daldırma ısıtıcı yöntemi

Burada, sıvı içine daldırılmış bir ısıtıcının, ara yüzeyin önünde yukarı doğru çekilmesiyle uygun büyüme koşulları sağlanmıştır (Şekil 3.4) [38-43].



Şekil 3.4. Daldırma ısıtıcı kullanılan düzeneğinin şematik gösterimi [38].

3.3. Yönlü ve Tek Kristalli Katılaşmada Tane Yapısı

Çoğu döküm parçalar, gerilim alanlarının izotropik olduğu uygulamalarda kullanılmaktadır. Fakat gerilimin bir eksen boyunca tek yönlü olması, bu eksen boyunca döküm parçanın özelliklerinin geliştirilmesine olanak tanır. Bu şekilde malzemeler üretmek için yönlü katılaşma ve tek kristal döküm en yaygın kullanılan metotlardan iki tanesidir [24, 31, 44]. Gerilimin bir eksen boyunca tek yönlü karşılanması için parçanın sütunsal taneli (yönlü katılaşmış), yada tek kristalli olması gerekmektedir. Eş eksenli büyüme, metallerin geleneksel döküm yöntemlerinde ortaya çıkan bir katılaşma özelliğidir. Eriyiğin katılaşması sırasında ısı çıkış yönleri tanelerin

morfolojisini belirler. Katılaşmakta olan metalin, ısı çıkış yönüne ters büyüyen sütunsal tanelerin şeklini geniş bir şekil faktörü karakterize eder. Katılaşma sonucu oluşan tane yapısı kalıptaki ısı akışı şartlarına bağlıdır. Yönlü katılaşma tekniği ile katılaştırılan farklı kompozisyonlardaki Al-Si alaşımlarının tane yapıları Şekil 3.1'de verilmiştir [45].



Resim3.1. Al-Si alaşımının yönlü katılaşması sonucu oluşan tane yapıları a) %99,99 saf Al, döküm sıcaklığı 759 °C b) Al-%3 Si, döküm sıcaklığı 763 °C c) Al-%7 Si, döküm sıcaklığı 746 °C d) Al-%11 Si, döküm sıcaklığı 768 °C [45].

Bir sütunsal tane oluşumunun diğer yolu da tanelerin içlerinde dentritlerin oluşarak büyümesidir. Ancak dentrit kollarının sıvıdaki ilerlemesi için pozitif sıcaklık gradyanının sağlanması gereklidir. Dikey Bridgman yönteminde sıvıkatı arasında hayali bir makroskobik ara yüzey düşünülebilir. Bu ara yüzeyin üst kısmında metal tamamen sıvıdır. Burada kullanılan soğutucu yada kademeli fırın sistemi sayesinde ısı akışı ve yönlenme meydana gelir [45].

Yönlü katılaşmanın önemli bir örneği gaz türbin motorları için üretilen kanatlardır (Resim 3.2). Bu parçalar esas eksenleri boyunca hem yüksek gerilime, hem de yüksek sıcaklığa maruz kalmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda

tane sınırları, tanelerden daha zayıf olduğu için ve üzerlerindeki gerilim etkisini minimize etmek için tane sınırları ana gerilim eksenine hizalanmıştır (Sütunsal olarak yönlenmiştir) [46].



Resim3.2. Gaz türbin motorları için üretilen kanatlar a) Eş eksenli taneli, b) Sütunsal taneli, c) Tek taneli.

3.4. Yönlü Katılaştma Sistemlerinde Kullanılan Fırınlar ve Özellikleri

Yönlü katılaşma sistemlerinin çokluğu kadar, bu sistemlerde kullanılan fırın türleri de çeşitlidir. Yönlü katılaşma sistemlerinde fırınlar kalıp içinde büyüme ekseni boyunca dik termal gradyan oluşturabilmek amacıyla kullanılırlar. Burada dik termal gradyan olarak verilen tanım, Sıvı-katı ara yüzeyi önünde olabildiğince sıcaklık farkı oluşturmak ve kalıp tabanından yukarı doğru soğumuş bölgenin iletilerek, yönlü katılaşmayı sağlamak olarak verilebilir. Kullanılan alaşımın cinsine göre indüksiyon bobinleri ya da elektrik rezistans telleri kullanılabilir. Firinlar tek bölgeli bölgeli olarak ve çok sınıflandırılabilirler. Çok bölgeli fırınlara aynı zamanda güç kesme fırınları da denir. Rezistansların belli aralıklarla kademeli olarak elektriklerinin azaltılmasıyla istenilen dik sıcaklık gradyanı sağlanır [18, 47, 48].

3.5. Kalıp Malzemesi

Kalıp yapımında kullanılan malzeme, sistemin ısı dengesi açısından önemlidir. Bu malzemenin yüksek sıcaklığa dayanabilmesi, ısıl şoklara karşı koyabilmesi ve gerek duyulan şekilde biçimlendirilebilmesi gereklidir. Yönlü katılaşma sistemlerindeki kalıplar incelendiğinde temel olarak iki farklı malzemenin kullanıldığı görülmüştür. Bunlardan birincisi grafit, diğeri ise Al₂O₃ (alümina)'dır. Bunların dışındaki malzemeler; SiO₂ seramik ve yüksek yalıtımlı seramiklerdir [19, 20, 28].

3.6. Soğutucu Özellikleri

Yönlü katılaşma işleminde ısının numuneden yönlü olarak uzaklaştırılması için genel eğilim, bakır malzemeden hazırlanmış ve içinden soğutma suyu geçirilen bir bloğun üzerine, içine metalin döküleceği kalıbı monte etmek şeklindedir. Bazı deneylerde bakır soğutucu yerine, kalıbın bir su haznesine batırılması yada üzerine su püskürtülebilen çelik plaka yöntemleri kullanılmıştır [16, 19, 20, 28, 29].

Yapılan çalışmalar incelendiğinde soğutucu boyutlarının kalıba göre büyük olduğu görülmüştür. Bunun nedeni, deney başlangıcında suyun ilk verilişi sırasında, sıvı metale ani soğutma uygulanarak eş eksenli tane oluşmasının engellenmesi olduğu anlaşılmıştır. Soğutucu etkisinin artması daha dik bir sıcaklık gradyanı oluşumuna yardımcı olur [16, 29].

3.7. Tek Kristal Üretim Yöntemlerinde Kullanılan Tane Seçici Çeşitleri

Üretim metodu açısından yönlü katılaşma ile tek kristal üretim metodu birbirine oldukça yakındır. Tek kristal üretiminde yönlü katılaşma metoduna

ek olarak soğutucunun üzerinde tane seçici (grain-selector) bulunmaktadır. Tane seçme işleminde uygun yönlenmiş bir tane gereklidir. Tane seçme işleminde genellikle Şekil 3.5'de gösterilen üç modelden biri kullanılır [44].



Şekil 3.5. Tek kristal üretiminde kullanılan tane seçici modelleri a) Helis şeklinde tane seçici, b) Dik açılı tane seçici, c) Tohumlama yöntemi [44].

3.7.1. Helis modeli

Bu yöntemde helis kesitli tane seçici soğutucu ve kalıp arasına yerleştirilir. Helis kesitli tane seçici kalıbın içine sadece bir tanenin girmesine izin verir. Şekil 3.6.a'da gösterildiği gibi, katılaşma ilerlerken taneler helis tane ayırıcının içine girer [49]. Bazı tanelerin helise girişi engellenmiştir. Buna rağmen birden fazla sayıda tanenin helise girmesi mümkündür. Fakat sadece bir tanesi helis kesitli tane seçiciden çıkıp kalıbı tek bir kristal olarak doldurur (Şekil 3.6). Kullanılan helislerin çapı 2,5-5 mm arasında değişiklik göstermektedir. Bir türbin kanadını ele alacak olursak; keskin köşelerde çekirdeklenmeyi engellemek amacıyla dikdörtgen kesimli bir seri rampa yerine dairesel kesitli bir helis kullanılır [44, 49, 50].



Şekil 3.6. Tek-kristal döküm için helisel tane seçici a)Tek-kristal döküm için helisel kalıp kesiti. b)Tek kristalli türbin kanadı üretimi için tasarlanan helis tane seçici, bakır soğutucu blok üzerinde çekirdeklenen çok sayıdaki tane seçiciye girdikten sonra elemine olarak tek bir tane olarak seçiciden çıkar [49].

3.7.2. Dik açılı tane seçici

Tane seçici olarak kullanılan ikinci yöntem ise; helis içinde bir seri dik açılı çıkıntılar oluşturmaya dayanan bir yöntemdir (Şekil 3.5.b). Büyüme, ayırıcının her kolu arasında tercihli büyüme doğrultusunda olduğu için tane daha fazla yönlendirilmeye meyillidir [44].

3.7.3. Tohumlama yöntemi

Üçüncü metot özellikle tane yönlendirmesinden daha çok tane içindeki yönlenmenin belirlenmesinde kullanılır (Şekil 3.5.c). Tohumlamanın kullanımı, sıvı metal dökülmeden önce tohumların hazırlanıp kalıbın içine yerleştirilmesini gerektirir [44].

3.8. Yönlü ve Tek Kristalli Katılaşmada Oluşan Döküm Hataları

Yönlü katılaşma teknikleri, çok sayıda tane oluşumu ve onların zararlı tane sınırı etkilerinden kaçınmak için sıkı işlem kontrolü gerektirir. Uygun tane yapıları elde etmek için; alaşım kompozisyonu, ısıl şartlar, büyüme hızı gibi çoğu döküm parametresi arasındaki ilişkinin anlaşılması gerekmektedir. Yönlü katılaşma sırasında tane oluşumunu etkileyen birçok fiziksel olgu karmaşık bir şekilde birbirleriyle ilişkilidir. Bu olgular birçok parçanın üretiminde hatalara sebep olan; segregasyonlar, çiller, poroziteler ve eş kabaca eksenli taneler olarak tanımlanabilir. Dökümlerin içindeki segregasyonlar ve dökümlerin dışındaki çil zincirleri, poroziteler, ikinci faz partikülleri, rasgele yönlenmiş eş eksenli taneler deneyler sırasında istenmeyen hataların oluşmasına neden olabilir [51].

Yönlü katılaşmış dökümler düzenli aralıklarla, dağlama ve yüzey hataları için görsel olarak inceleme (makro inceleme) ile muayene edilirler. Yanlış yönlenmiş ve eş eksenli bir tanenin bulunması en sık rastlanan hatalardır.

3.8.1. Yanlış yönlenmiş taneler

Yanlış yönlenmiş taneler, ara yüzeyin önündeki sıcaklığın sıvı sıcaklığının altına düşmesi durumunda meydana gelir. Yeni taneler çekirdeklenir ve bu taneler gelişi güzel yönlenir. Fakat bir termal gradyan içinde büyüdükleri için sütunsaldırlar. Yanlış yönlenmiş taneler daha dik bir pozitif sıcaklık gradyanının uygulanmasıyla elimine edilebilir [52].

3.8.2. Çekme

Yönlü katılaşma sistemlerinde çekme hatası ile çok sık karşılaşılmaz. Yeterli gradyan oluşmaması durumunda meydana gelir. Çekme hatası ile, bazı durumlarda yönlü katılaşmış dökümün üst yüzeyinde karşılaşılır. Bu yüzeylerin beslemesi güçtür [52].

3.8.3. Mikroporozite

Katılaşma sırasında yarı katı bölgede katılaşmanın ilerlemesiyle sıvı gölcükler katı tarafından izole edilir. Bu en son katılaşan bölgelerde mikro porozite meydana gelir. Termal gradyanın arttırılması yarı katı bölgenin uzunluğunu azaltarak. mikroporozite problemini çözebilir. Saflık derecesi yüksek malzemelerde sıvı-katı ara yüzeyi dar olduğu için bu hata ila daha az karşılaşılmaktadır [52].

Malzemenin gaz alması sonucunda oluşabilecek hatalar, döküm öncesinde gaz giderme, döküm sırasında sıvı metalin atmosfer ile temasının azaltılması ve kapak kullanma ile azaltılabilir.

3.8.4. Kalıp çarpılması

Yönlü katılaşmış dökümlerdeki hataların yaygın bir sebebi de kalıp çarpılmasından kaynaklanmaktadır. Kalıbın döküm katılaşırken yüksek sıcaklıklarda uzun süre tutulmasından dolayı kalıbın çarpılması yada refrakter malzemelerin bölgesel allotropik dönüşüme maruz kalması mümkündür. Ölçüsel problemlerden kaçınmak için, kalıp yada kullanılan refrakter malzeme kompozisyonunun ve sıcaklık kontrolünün iyi ayarlanması gerekir [52].

3.9. Tek Kristalli Dökümlerde Hata Haritaları ve Uygulamaları

Tek kristalli malzemelerin katılaştırılması özel üretim düzeneği ve yöntemler gerektirir. Sıcaklık gradyanından ve katılaşma oranından kaynaklanan hataların oluşum haritasını gösteren bir hata haritası, oluşabilecek hataları önceden görüp giderebilmek için önemlidir [51].

Bir hata haritası, sıcaklık gradyanına karşılık katılaşma hızının grafiğidir. Sıcaklıkla ilgili döküm hataları bu harita üzerinde belirli alanlarda deneysel olarak ilişkilendirilir. Bu hatalardan yoksun bölge döküm penceresi olarak adlandırılır. Şekil 3.7 hata haritasının bir örneğidir. Hata bölgesinin belirlenmesinden parametreleri belirlenmeli önce hata ve hatalarla ilişkilendirilmelidir. Eş eksenliden sütunsal taneye geçiş için hata parametreleri büyük oranda G/R oranına bağlıdır [18].

Döküm sırasında döküm parça üzerindeki her nokta farklı zamanlarda farklı sıcaklıklarda bulunmaktadır [20]. Burada kullanılan sıcaklık gradyanı yarı katı bölgedeki gradyandır ve katılaşma hızı yarı katı bölgedeki izoterm hızıdır. Hata haritasının çiziminden önce yapılan döküm deneyleri kritik G/R oranını belirlemek amacıyla gerçekleştirilir [51].

Bu kritik çizgi grafik üzerinde hatalı ve hatasız bölgeyi birbirinden ayırmak amacıyla çizilir. Döküm deneyleri belirsizlik içerdiğinden dolayı hata bölgesi, hatalıdan çok, hata olasılığının arttığı bölge olarak yorumlanmalıdır [51].



Şekil 3.7. Hata haritası örneği (Sıcaklık gradyanına karşı katılaşma oranı) [51].

Sıklıkla karşılaşılan diğer bir tane hatası çil oluşumudur. Hata parametresi soğuma hızı veya G-R grafiğindeki hiberbolik eğridir. Kritik değerlerden daha düşük soğuma oranları için çillenme oluşumunun artması beklenir. Mikro

çekme (büzülmeden dolayı oluşan mikro poroziteler) için hata parametresi Niyama [51] tarafından geliştirilen modül üzerinden esas alınan G/R dir. Bu üç hatasız bölgenin kesişimi döküm penceresidir. İnklüzyonlar ve merkez boşluğu gibi birçok döküm hatasının termal parametrelerle açıklanamayacağı anlaşılmıştır. Bununla beraber tek kristal büyütme ağırlıklı olarak sıcaklıkla ilgilidir ve döküm işlemi temel olarak bir ısı yönetim işlemidir. Böylece döküm penceresi, döküm denemeleri için başlangıç verisi sağlamak amacıyla kullanılabilir [51].

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1. Yönlü Katılaştırma Deneyinde Kullanılan Metal

Yönlü katılaşma işlemine tabi tutulmak üzere dar bir katılaşma sıcaklığına sahip olan %99,3 saflığında alüminyum metali kullanılmıştır. Kullanılan metalin kompozisyonu Çizelge 4.1'de verilmiştir. Külçe halinde bulunan alüminyum metali ergitme kolaylığı ve deneylerin standart olması açısından 350 gr ağırlığa sahip küçük parçalara ayrılmıştır.

| Çizelge 4.1. | Yönlü | katılaşma | deneyleri | sırasında | kullanılan | %99,3 | saflıkta |
|--------------|-------|-----------|-----------|-----------|------------|-------|----------|
| | | | | | | | |

| Element | % | | Element | % |
|---------|---------|---|---------|---------|
| Si | 0,177 | | Cr | 0,00675 |
| Fe | 0,392 | | Pb | 0,00475 |
| Cu | 0,0406 | | Sn | 0,00500 |
| Mn | 0,00661 | | Ti | 0,0162 |
| Mg | 0,00093 | | Sb | 0,00300 |
| Zn | 0,0412 | | Al | 99,30 |
| Ni | 0,00308 |] | | |

4.2. Yönlü Katılaşma Deney Düzeneği

Yönlü katılaşma düzeneklerinden Bridgman yöntemi yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu sebeple klasik Bridgman yöntemi üzerinde görülen bazı aksaklıkların giderilebilmesi için ek sistemlerin entegre edildiği bir yönlü katılaşma düzeneği hazırlandı. Düzeneğin hazırlanmasında tek yönlü ısı akışının sağlanması özellikle dikkate alınmıştır. Soğutucu ve kalıp sabit tutularak, fırın hareketi esas alınan yönlü katılaşma düzeneği genel olarak aşağıda verilen beş ana bölümden oluşmaktadır.

- 1. Tek kademeli fırın ve fırına entegre edilmiş ısı perdesi,
- 2. Step motor kontrollü fırın kaldırma aparatı,

- 3. Bakır soğutucu ve soğutucu ısıtma fırını,
- 4. Yalıtkan refrakter kalıp,
- 5. Isı kontrol sistemi.

İlgili düzenek, yönlü katılaşmada etkili olan parametreler dikkate alınarak tasarlanmış ve inşa edilmiştir. Bu parametreler:

- 1. Isının kalıp içinden tek yönde alınması,
- 2. Kullanılan alaşım,
- 3. Fırın sıcaklığı,
- 4. Fırın ilerleme hızı,
- 5. Soğutucu başlangıç sıcaklığı,
- 6. Soğutucu-döküm ara yüzey ısı iletim katsayısı,
- 7. Soğutma suyu akış hızı,
- 8. Soğutma suyu başlangıç sıcaklığı,
- 9. Soğutucu malzemesi,
- 10. Döküş sıcaklığı,
- 11. Sıvı metal başlangıç sıcaklığı,
- 12. Kalıp şekli ve malzemesi,
- 13. Kalıp üzerindeki tane seçicinin şekli ve büyüklüğü,
- 14. Deneyin yapıldığı ortam sıcaklığı.

Deney düzeneğinin ana parçaları Şekil 4.1'de incelenebilir. Tezin ana hedefi, verilen düzenek kullanılarak saf alüminyum malzemenin tek yönlü ısı akışı altında yönlü katılaşmasını sağlamak, elde edilen numuneleri makro ve mikro açıdan incelemektir.

4.2.1. Tek kademeli fırının hazırlanması

İçinde sıvı metalin bulunduğu kalıbın yan duvarlarından ısı kaybetmesini engellemek amacıyla, tek kademeli rezistans fırını imal edildi. Fırın üzerinde 1200 °C sıcaklığa dayanıklı, 1,5 mm çapında, 10 metre uzunluğunda rezistans teli kullanıldı. Rezistans teller JM tuğladan (EK-1) imal edilmiş taşıyıcılar ile desteklendi. Fırın ölçüleri Şekil 4.1'de verilmiştir. Fırın, Bölüm 4.2.2'de açıklanan çekme aparatı taşıyıcı parçası üzerine sabitlendi. Bu şekilde, dikey doğrultuda toplam 28 mm hareket edebilmektedir.

Fırın taban plakası altına, fırın yukarı hareket ettiğinde, içindeki kalıbın doğrudan soğuk hava ile temas etmesini engellemek amacıyla 100 mm yüksekliğinde, 90 mm dış çap ve 70 mm iç çap ölçülerine sahip kompozisyonu EK-1'de verilen refrakter bir ısı perdesi ilave edildi (Şekil 4.1 ile Resim 4.1). Isı perdesi, ani ısı değişimlerine yüksek dayanım gösteren, kolay şekillendirilebilen ve ısı transfer katsayısı düşük olan LOD-607 refrakter malzemeden imal edildi. LOD-607 tozuna %360 su ilave edildi ve karışım önceden hazırlanmış ahşap kalıp içinde dövülerek sıkıştırıldı. Malzeme 24 saat kalıp içinde sertleşmesi için bekletildi. Daha sonra kalıptan çıkarılarak 40 °C sıcaklıkta 6 saat kurutuldu. Kurutulan perde 800 °C sıcaklıkta 5 saat süre ile sinterlendi.



Şekil 4.1. Deneylerde kullanılan deney düzeneğinin şematik gösterimi. Burada fırınların ölçüsü ve ısıl çiftlerin sisteme yerleşimi verilmiştir.



Resim 4.1. Deneylerde kullanılan ısı perdesi ve boyutları.

4.2.2. Fırın kaldırma aparatı

Daha önce kaynak [1]'de kullanılan fırın kaldırma sistemi burada oluşturulan yeni düzeneğe uyarlandı. Bu sistem, bilgisayar ile kontrol edilebilen bir step motor, motorun fırını çekebilmesi için gerekli çelik kablo-makara sistemi ve fırının dikey yönde doğrusal hareketini hassas biçimde sağlayan rulmanlı kızak sisteminden oluşmaktadır. Fırın ağırlığını dengeleyebilmek için yük ve insan asansörlerinin çalışma prensibi uygulanmış ve karşı ağırlık kullanılmıştır. Burada, step motor hızı sonsuz oranda değiştirilebilmektedir. Hız ayarı kullanılan Basic bilgisayar programından (EK-2) ayarlanabilmektedir.

4.2.3. Soğutucu, soğutma sistemi ve soğutucu ısıtma fırını hazırlanması

<u>Soğutucu</u>

Deney düzeneğinde kalıptan tek yönlü ısı akışının sağlanabilmesi için, ticari saflıktaki extrüze edilmiş bakır malzemeden bir soğutucu imal edildi. Kalıp

tabanına yerleştirilen soğutucu ölçüleri Şekil 4.2'de verilmiştir. Soğutucudan ısının sistem dışına taşınabilmesi amacıyla su akışkanı kullanıldı.



Şekil 4.2. Yönlü katılaşma deney düzeneğinde kullanılan soğutucu ve ölçüleri.

<u>Soğutma sistemi</u>

Bakır soğutucu içinde ısınan suyun, sistem dışına alınabilmesi için bir soğutma sistemi tasarlanmış ve imal edilmiştir (Resim 4.2). Soğutma sisteminde, 0.5 HP gücünde bir pompa, suyu silindir şekilli depodan alarak soğutucuya basınçla göndermektedir. Soğutucudan geçen su ise, sisteme geri dönerek üzerinde 100 adet 1,2 mm çapında delik olan spiral şekilli bir fıskiyeden tekrar aynı depoya akmaktadır (Resim 4.2). Soğutma suyu fıskiyeden depoya dönerken, ters yönlü gelen bir hava akımı ile soğutulmaktadır.

Sistemde kullanılan su pompası motoru bir dijital devir kontrol cihazına bağlanmıştır. Yapılan bütün deneylerde pompa motoru 20 Hz frekans ile çalıştırıldı ve bakır soğutucu içinden 8 Litre/dak. debisinde su akışı sağlandı.



Resim 4.2. Su soğutma sistemi (a) Su soğutma sisteminin şematik görünümü (b) Su soğutma sisteminin genel görünümü (c) Su soğutma sistemindeki spiral fıskiye sistemi.

Soğutucu ısıtma fırını

Döküm parçada metalin kalıba dökülmesi sonrasında soğutucudan kaynaklanan çil etkisini giderebilmek amacıyla bakır soğutucu sıcaklığını, kontrol altında tutabilen ikinci bir fırın imal edilmiştir (Şekil 4.1). Soğutucu ısıtma fırını üzerinde 5 metre uzunluğunda rezistans teli kullanılmıştır. Diğer özellikleri Bölüm 4.2.1'de anlatılan fırın ile aynıdır.

4.2.4. Kalıbın hazırlanması

Yönlü katılaşma düzeneğinde ısı çıkışının yalnız soğutucu yönünde olması istenir. Bu nedenle kalıp imalatında yüksek ısı yalıtkanlığına sahip LOD-607 refrakter malzeme (EK-1) kullanılmıştır. Aynı zamanda bu refrakter malzeme yüksek sıcaklıklarda sıvı alüminyum ile reaksiyona girmemektedir. Her kalıbı üretmek için 110 gr LOD-607 ve 66 ml su karıştırılarak kullanıldı. Karışım bir el mikseri ile homojenize edildi ve kalıp içine dökülerek katılaşması için 24 saat bekletildi. Son işlem olarak 800 °C sıcaklıkta sinterleme işlemi uygulanmıştır. Deney düzeneğinde kullanılan kalıp iki ayrı parçadan oluşmaktadır (Resim 4.3). Parçalardan birincisi metalin kütlesini içinde

bulunduran silindir şekilli kalıp ve ikincisi ise, kalıp tabanında yer alan V şekilli tane seçicidir. Tane seçici, silindir kalıba geçebilecek şekilde üretilmiştir ve sinterleme öncesinde aynı malzemenin çamuru ile sızdırmaya karşı iki parça arasındaki aralıklar doldurulmuştur. Kalıp ölçüleri saptanırken [19, 20, 28] numaralı kaynaklardan faydalanılmıştır.



Resim 4.3. Düzenekte kullanılan kalıp ve boyutları.

4.2.5. Sistemin ısıl kontrolü

Yönlü katılaşma düzeneği üzerinde ısı kontrolü sağlayabilmek için Şekil 4.1'de konumları belirtilen TC1, TC2, TC3, TC4 ve TC5 ısıl çiftleri kullanılmıştır. Isıl çiftler "K" tipi, 3 mm dış çapa sahip ve mineral izolelidir. Kullanılan ısıl çiftlerin kalibrasyonu, eriyik saf alüminyumun, fırın içinde yavaş soğutulması ile yapıldı. Soğuma sırasında, metalin sıcaklığı ısıl çift ile takip edilerek, Şekil 4.3'de örnekleri görülen eğriler elde edildi. Metalin olması gereken katılaşma (dönüşüm) sıcaklığı olan 660 °C derece ile, ısıl çiftten

alınan sıcaklık karşılaştırıldı. Elde edilen sonuçlara göre hata payının %1 olduğu gözlendi.



Şekil 4.3. Isıl çiftlerin kalibrasyon işlemi sırasında, alüminyum soğuma eğrileri.

TC1 ısıl çifti, deney sırasında sıvı metal içindeki sıcaklık profilini takip etmek için kullanılmıştır. Bu ısıl çift hareketlidir ve fırın hareketi ile senkronize olarak dikey yönde yukarı doğru hareket etmektedir. Bu sistem Kaynak [20] örnek alınarak tasarlanmıştır. Bu hareketin amacı, ısıl çiftin sıvı-katı ara yüzeyinin üzerinde olması şartıyla, ara yüzeyin üzerindeki sıcaklığı sürekli olarak yakalayabilmektir. Bu amaçla kullanılan ısıl çift asansörü Resim 4.4'de verilmiştir. TC1 ısıl çifti, yüksek sıcaklıkta alüminyum metali ile reaksiyonu engellemek için LOD-607 malzeme ile kaplanmıştır.



Resim 4.4. Isıl çiftin sıvı metal içerisinde hareket etmesini sağlayan ısıl çift asansörü.

TC2, deney sırasında kalıp duvarındaki sıcaklığı ölçmektedir. Bu ısıl çift TC1 gibi fırın ile senkronize şekilde yukarı hareket etmektedir. TC2 hareketli ısıl çifti de Kaynak [20] örnek alınarak tasarlanmıştır. TC1 ile TC2 ısıl çiftlerinin okuma uçları aynı yükseklikte konumlandırılmıştır ve birlikte yukarı doğru hareket etmektedirler (Şekil 4.1).

TC3, fırın sıcaklığını kontrol eden dijital göstergeye veri göndermektedir. Burada, kullanılan dijital kontrol cihazının özellikleri EK-3'de verilmiştir. TC3 ısıl çifti, soğutucudan itibaren 75 mm yüksekte ve yatay konumdadır.

TC4, TC3 gibi fırın sıcaklığını ölçen ikinci bir ısıl çifttir. Görevi, TC3 ısıl çiftinden okunan değerlerin doğruluğunu kontrol etmektir.

TC5, soğutucu sıcaklığını okuyan bir dijital göstergeye bağlıdır. Görevi, deney boyunca soğutucu sıcaklığındaki değişimleri ölçmektir. Yönlü katılaşma düzeneğinin fotoğrafı EK-6'da verilmiştir.

4.3. Metalin Ergitilmesi ve Kalıba Dökümü

<u>Ergitme fırını</u>

Tez kapsamında 350-400 gr saf Al malzemeyi deney düzeneğinin dışında 2,5 saatte yaklaşık 1000 °C sıcaklığa ulaştırabilecek kapasiteye sahip rezistans telli ergitme fırını imal edildi.

Ergitme gerçekleştikten sonra, döküm öncesinde, sıvı metal yüzeyinde oluşan oksit tabakası temizlendi.

Sıvı metal sıcaklığı K-Tipi daldırma ısıl çift ile metal tabanına yakın bölgeden ölçüldü. Isıl çiftin alüminyum metali ile reaksiyona girmesini engellemek amacıyla ölçümden önce LOD-607 refrakter malzeme ile kaplandı. Isıl çift metal içinde uzun süre bekletildiği için, kaplama malzemesinden kaynaklanan hatanın minimum düzeyde olacağı düşünüldü. Burada ısıl çiftin kaynak noktasının LOD-607 malzeme ile kaplanması ve arada hava boşluğu kalmaması, sıvıdan kaynak ucuna doğrudan ısı iletimi sağlanmıştır.

<u>Döküm</u>

Ergitme fırınında bekleyen sıvı metalin, 1000-1010 °C sıcaklık değerleri arasında deney kalıbı içine dökümü yapıldı. Kalıba döküm amacıyla, LOD-607 malzemeden üretilmiş yolluk kullanıldı. Bu yolluk, döküm sonrasında alınarak, kalıbın üst açıklığı seramik battaniyeden üretilmiş kapak ile kapatıldı.

4.3.1. Sistemin kalibrasyonu ve ısı haritasının çıkarılması

Üretilen yönlü katılaşma düzeneği ile, aynı koşullar altında gerçekleştirilen deneylerde, aynı sonuçların elde edilebilmesinin sağlanması için ön deneyler yapıldı (EK-4). Bu deneylerde, soğutucu ile tane seçicinin etkisi ayarlanmaya çalışıldı ve az sayıda tane elde edebilmek için gerekli koşullar belirlenmeye çalışıldı. Döküş sıcaklığı, soğutucu başlangıç sıcaklığı, fırın sıcaklığı gibi genel koşullar tespit edildikten sonra sistemin ısı haritası çıkarıldı.

Isi haritasının çıkartılmasında temel Kaynak [20]'de tarif edilen yöntem benimsendi ve Bölüm 4.2.5'de verilen TC1 ile TC2 ısıl çiftleri kullanıldı. Burada ocağın zemini, ısıl çiftler ve fırın için referans ekseni olarak kabul edilmiştir ve Şekil 4.1'de "R" ile gösterilmiştir. Aynı şekilde, "H" fırın hareket miktarını, "h" ise ısıl çift hareketini temsil eder. Isı haritasının çıkarılışı ilk olarak H=8,3 mm seviyesinde başlar. Ancak, deney düzeneğinin karmaşık yapıda olması nedeniyle TC3 ve TC4 konumlarında ±1 mm'lik sapma olduğu gözlenmiştir.

Sıcaklık dağılımının belirlenmesi sırasında sistemde fırını kontrol eden TC3 850 °C'ye sabitlenmiş ve deney süresince sabit tutulmuştur. TC3 ve TC4 ısıl çiftlerinden okunan değerler 850 °C'ye ulaşıncaya kadar sistem 1 saat ısıtıldı. Bunun ardından 830 °C'deki sıvı alüminyum kalıba döküldü ve 15 dk. sıvının dengeye gelmesi beklendi. Sıvı metalin denge sıcaklığı 780 °C'dir.

Fırın H=8,3 seviyesine getirildi. Fırın bu seviyedeyken TC1 ve TC2 ile; kalıbın 6 farklı bölgesinden, (TC1 ve TC2'nin sıcaklıkları sabitlendikten sonra) sıcaklık okundu. Daha sonra bu işlemler H=16,6 mm, H=24,9 mm, H=33,2 mm, H=41,5 mm ve H=49,8 mm olmak üzere 5 farklı fırın seviyesi için tekrarlandı. Bu ölçümlerden elde edilen veriler Çizelge 5.1'de gösterilmiştir. Bu verilere dayalı olarak kalıp içindeki ısı dağılımı Şekil 5.1'de, kalıp duvarındaki ısı dağlımı ise Şekil 5.2'de verilmiştir.

4.4. Saf Alüminyum Malzemenin Yönlü Katılaştırılması

Yönlü katılaşma deneylerde aşağıdaki işlem sırası izlenmiştir;

- Farklı fırın sıcaklıkları için yapılan deneyler,
- Soğuma eğrilerinin elde edilmesi,
- Sıcaklık gradyanlarının elde edilmesi,
- Büyüme hızı hesapları,
- Makro inceleme,
- Mikro inceleme.

4.4.1. Farklı fırın sıcaklıkları için yapılan deneyler

Bölüm 4.2'de yönlü katılaşma düzenekleri üzerinde etkili olan parametreler verilmişti. Bu tez çalışmasında değişken parametre olarak, hareketli fırının sıcaklığı seçilmiş ve diğer bütün parametreler sabit tutulmuştur.

Deneyler sırasında 900 °C, 950 °C, 1000 °C ve 1050 °C olmak üzere dört fırın sıcaklığı seçilmiştir. Kullanılan her farklı fırın sıcaklığındaki deneylerin sağlamasını yapabilmek amacıyla her deney üç defa tekrarlanmıştır.

Deneylerde kullanılan başlangıç koşulları Şekil 4.4'de, deneyler sırasında kullanılan parametreler ise Çizelge 4.2'de verilmiştir.

Bu bölümdeki bütün deneylerde, sıvı metalin kalıba dökümünden sonra sıvı metal sıcaklığının dengeye gelmesi beklendi. Sıvı metal sıcaklığı (TC1) 880 °C'ye geldiğinde fırın ilerlemeye başladı. Fırın hareketi ile eş zamanlı olarak soğutma suyu çalıştırıldı.



Şekil 4.4. Deneylerin başlangıcındaki ısıl çiftlerin yerleşimi ve deney başlangıcındaki ısıl şartlar a) Deney no 1.1, 1.2, 1.3 b) Deney no 2.1, 2.2, 2.3 c) Deney no 3.1, 3.2, 3.3 d) Deney no 4.1, 4.2, 4.3.

| DEĞİŞKEN | | SABİT | | | | | | | |
|----------------------------|----------------------|--------------------------------------|-----------------------|-----------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|--------------------------|--|--|
| PARAMETRE | | PARAMETRELER | | | | | | | |
| Fırın Sıcaklığı (°C) | Deney No: | Fırın ilerleme Hızı (mm/sn) | Döküm Sıc. (°C) | Sıvı Başlangıç Sıc. (°C) | Kalıp Boşluğu Sıc. (°C) | Kalıp Duvarı Sıc. (°C) | Soğutucu Sıc. (°C) | Soğutma Suyu Debisi (It/dak.) | |
| 900 | 1.1. 1.2. 1.3. | 0.0123 | 1007 ±3 | 880 | 905 ±3 | 935 ±2 | 100 | 8 | |
| 950 | 2.1. 2.2. 2.3. | 0.0123 | 1006 ±3 | 880 | 953 ±3 | 1005 ±3 | 100 | 8 | |
| 1000 | 3.1. 3.2. 3.3. | 0.0123 | 1009 ±3 | 880 | 967 ±3 | 1030 ±4 | 100 | 8 | |
| 1050 | 4.1. 4.2. 4.3. | 0.0123 | 1010 ±3 | 880 | 1040 ±2 | 1095 ±4 | 100 | 8 | |

Çizelge 4.2. Yönlü katılaşma deneyleri sırasında kullanılan parametreler.

4.4.2. Soğuma eğrilerinin elde edilmesi

Bir alaşımın ergime sıcaklığı üzerindeki bir sıcaklıktan soğumaya bırakılması sonucunda, sıcaklığın zamana karşı kaydedilmesi ile "soğuma eğrileri" elde edilir. Soğuma işlemi sırasında alaşımın, sıvı fazdan katı faza geçtiği sıcaklık "katılaşma sıcaklığı" olarak adlandırılır ve (Te) simgesi ile ifade edilir.

Şekil 4.5'de görüldüğü gibi kalıp içine, sıvı-katı ara yüzeyin ilerlediği yönde beş ısıl çift yerleştirilmiştir. Isıl çiftler birlikte bir salkım halinde bağlanmıştır. Sıvı metalle reaksiyona girmelerini engellemek amacıyla 1,5 mm kalınlıkta LOD-607 refrakter malzeme ile kaplanmıştır.

Bu çalışmada soğuma eğrilerinin elde edilmesi için Agilent 34970A veri toplama cihazı kullanılmış ve saniyede bir sıcaklık değeri alınmıştır. Soğuma eğrisi elde etme işleminde Bölüm 4.2.5.'de açıklandığı şekilde kalibre edilen ısıl çiftler kullanılmıştır. Her farklı fırın sıcaklığı için 1 adet soğuma eğrisi çıkartılmıştır.



Şekil 4.5. Soğuma eğrisi ve dönüşüm noktalarının belirlenmesi için kullanılan ısıl çiftlerin kalıp içindeki konumu.

4.4.3. Sıcaklık gradyanlarının elde edilmesi

Yönlü katılaşma işlemini etkileyen en önemli parametreler ara yüzey ilerleme hızı ve sıcaklık gradyanıdır. Bu parametreler elde edilen döküm parçanın makro ve mikro yapılarını önemli ölçüde etkiler. Sıcaklık gradyanı hesabı için, bu çalışmanın şartlarına uyan hesaplama yöntemi Gandin [45] tarafından verilmiştir. Buna göre döküm numunesi üzerinde bulunan bir x ısıl çifti için bu ısıl çiftin üstünde ve altında kalan bölgelerde Güstx ve G_{Altx} hesaplanabilir.

Yönlü katılaşma işlemlerinde sıvı-katı ara yüzey önünde dik bir pozitif sıcaklık gradyanı istenir. Bu nedenle ilgili ısıl çiftin üst bölgesinde oluşan sıcaklık gradyanı büyümeyi kontrol eder. İlgili ısıl çifti alt bölgesi denge sıcaklığının altına düştüğü için o bölge katılaşmıştır. Bu nedenle G_{Altx} parametresi hesaplanmamıştır. Güstx değerinin hesaplanmasında kullanılan eşitlik aşağıda verilmiştir.

$$\Delta G_{\ddot{U}st,x} = \frac{\left[T_{X+1}(t_1) - T_X(t_1)\right]}{\left(z_{x+1} - z_x\right)}$$
(4.1)

Burada x, verilen bir t₁ zamanı için, ısıl çiftin bulunduğu noktanın numarasıdır (örneğin 4 numaralı ısıl çift için x=4'tür). z_x ilgili ısıl çiftin bulunduğu konumdur.

Güst parametresinin konuma bağlı grafiğinin çiziminde kalıp içine Şekil 4.5'de gösterildiği şekilde yerleştirilen 5 adet ısıl çiftten yaralanılmıştır. Kalıp boşluğunun alt konumlarında bulunan TC6 ve TC7 ile ayrı, kalıp boşluğunun üst konumlarında bulunan TC8, TC9 ve TC10 ile ayrı Güst grafikleri çizilmiştir. Kalıp boşluğunun alt konumlarındaki Güst 1. bölge, üst konumlarındaki Güst ise 2. bölge olarak adlandırılmıştır. Grafiklerin çiziminde her bir ısıl çiftin tı zamanında bulunduğu denge sıcaklığı ile, bir alt ve bir üst ısıl çiftlerden okunan sıcaklıklar arasındaki farklar esas alınmıştır. 2. bölgedeki Güst parametresinin konuma bağlı grafiğinin çiziminde her üç ısıl çift için (TC8, TC9, TC10) Şekil 4.6.a'da görüldüğü gibi ayrı ayrı grafikler çizilmiştir. Bu grafiklerin çiziminde her bir ısıl çiftin, denge sıcaklığına geldiği anda diğer ısıl çiftten okunan sıcaklıklar kaydedilmiştir. Şekil 4.6.b'de ise bu 3 ayrı grafik tek grafikte ifade edilmiştir. Bu grafik elde edilirken, Şekil 4.6.a'da katı bölgede

görülen TC8 ve TC9'un aritmetik ortalaması alınmıştır. Aynı grafikte sıvı bölgede görülen TC9 ve TC10 için de aynı yöntem kullanılmıştır.



Şekil 4.6. Güst parametresinin konuma bağlı grafiğinin çizimi a) 2. bölgedeki Güst parametresinin konuma bağlı grafiğinin çiziminde kullanılan 3 ayrı grafik. b) 2. bölgedeki Güst parametresinin konuma bağlı grafiğinin çiziminde kullanılan 3 ayrı grafiğin birleştirilmiş hali.

4.4.4. Büyüme hızı hesapları

Sıvı-katı ara yüzey ilerleme hızlarının belirlenmesinde, Şekil 4.5'de görüldüğü şekilde kalıp boşluğuna yerleştirilen ısıl çiftler kullanılmıştır. Bu sayede kalıp

içindeki ilgili iki ısıl çift arasındaki bölge için hız aşağıdaki eşitlikle hesaplanabilir;

$$V_{x} = \frac{Z_{x+1} - Z_{x}}{t_{x+1} - t_{x}}$$
(4.2)

4.4.5. Makro inceleme

Deneyler sonunda elde edilen numuneler orta dik eksen boyunca kesilmiştir. Kesilen numuneler polyester reçineye gömüldükten sonra zımparalama aşamasına geçilmiştir. Zımparalama işlemi 300 devir/dk hızla dönebilen zımpara makinesinde yapılmıştır. Zımparalama işleminde sırası ile 80, 220, 400, 600, 800 ve 1000 mesh'lik zımparalar kullanılmıştır.

Zımparalama işlemi bittikten sonra makro dağlamaya hazır hale getirilen numuneler, EK-5'de kompozisyonu verilen "Tucker" ayıracı ile dağlanmıştır. Dağlama işlemi, ayıraç içine daldırılan bir pamuğun taneler görülene kadar, zımparalanmış numune yüzeyine sürülmesi şeklinde yapılmıştır. Taneler ortaya çıktıktan sonra numuneler akan su altında 15 dk. bekletilerek yıkanmıştır.

4.4.6. Mikro inceleme

Fırın ilerleme hızlarının numunedeki hücre boyutuna etkisinin incelenmesi amacıyla mikro analiz yapılmıştır. Mikro analiz için, numune ilk olarak dik eksen boyunca iki eşit parçaya kesilmiştir. Daha sonra bu parçalardan bir tanesi Şekil 4.7'de verildiği gibi yatay olarak 5 ayrı bölgeye ayrılmıştır.



Şekil 4.7. Mikro analiz için numunenin kesit bölgeleri.

Daha sonra sırasıyla 80, 180, 240, 400, 600, 800, 1000 ve 1200 mesh ölçüsündeki zımparalar ile zımparalanmıştır. Polisaj işlemi için 3 mikronluk alümina pasta kullanılarak 300 devir/dk hızla dönebilen zımpara makinesinde yapılmıştır. Polisaj işleminden sonra birçok standart dağlayıcı formülü (Tucker, Keller's ve derişik hidroflorik asit) kullanılmasına rağmen sonuç alınamamıştır. Bu aşamada mikro analize imkan verecek farklı bir dağlayıcı formülü geliştirilmiştir. Mikro analiz işleminde kullanılan dağlayıcı formülü EK-6'da verilmiştir.

Yatay olarak kesilen numunelerdeki hücreler çizgi yöntemi kullanılarak sayılmış ve sonuçlar "hücre sayısı/mm" cinsinden hesaplanmıştır. Hücre sayımında Şekil 4.7'de gösterilen numune üzerinde yatay olarak 4 ve dikey olarak 5 adet hayali çizgiden oluşan bir ızgara oluşturulmuş ve bu çizgi üzerindeki hücreler sayılmıştır. Şekil 4.8'de bu çizgiler ve konumları yer almaktadır.



Şekil 4.8. Hücre sayımı için çizgi metodunda kullanılan çizgilerin konumu. (Burada düz çizgi numuneyi kesik çizgiler ise tane sayımında kullanılan hayali çizgileri temsil eder).

5. DENEYSEL BULGULAR

5.1. Sistemin Kalibrasyonu ve Isı Haritası

Bölüm 4.3.1'de açıklanan ısı haritası ölçümlerinden elde edilen veriler Çizelge 5.1'de sunulmuştur. Bu verilere dayalı olarak kalıp içindeki ısı dağılımı Şekil 5.1'de, kalıp duvarındaki ısı dağlımı ise Şekil 5.2'de görülebilir.

Çizelge 5.1. Şekil 4.1'de verilen TC1 (kalıp içi) ve TC2 (kalıp duvarı) ısıl çiftlerinden, farklı fırın yüksekliği (H) ve farklı ısıl çift yükseklikleri (h) için okunan sıcaklıklar.

| H (mm) | ISIL ÇİFT KALIP MERKEZİNDE | | | | | | | |
|--------|----------------------------|-----|-----------|-----------|--------|-----|-----|--|
| 8,3 | h (mm) | 50 | 55 | 65 | 75 | 80 | 90 | |
| | T ∘C | 780 | 783 | 789 | 793 | 795 | 797 | |
| 16,6 | h (mm) | 55 | 60 | 70 | 80 | 90 | | |
| | T∘C | 775 | 776 | 780 | 787 | 790 | | |
| 24,9 | h (mm) | 60 | 65 | 70 | 75 | 80 | 90 | |
| | T ∘C | 772 | 773 | 775 | 776 | 778 | 780 | |
| 33,2 | h (mm) | 65 | 70 | 75 | 85 | 90 | | |
| | T ∘C | 763 | 764 | 765 | 770 | 772 | | |
| 41,5 | h (mm) | 70 | 75 | 80 | 85 | 90 | | |
| | T∘C | 757 | 758 | 759 | 760 | 762 | | |
| 49,8 | h (mm) | 70 | 75 | 80 | 85 | 90 | | |
| | T∘C | 742 | 743 | 745 | 746 | 747 | | |
| H (mm) | | | ISIL ÇİFT | KALIP DUV | ARINDA | | | |
| 8,3 | h (mm) | 50 | 55 | 65 | 75 | 80 | 90 | |
| | T∘C | 957 | 960 | 967 | 977 | 981 | 987 | |
| 16,6 | h (mm) | 55 | 60 | 70 | 80 | 90 | | |
| | T∘C | 935 | 939 | 961 | 966 | 969 | | |
| 24,9 | h (mm) | 60 | 65 | 70 | 75 | 80 | 90 | |
| | T∘C | 943 | 950 | 958 | 965 | 968 | 980 | |
| 33,2 | h (mm) | 65 | 70 | 75 | 85 | 90 | | |
| | T ∘C | 938 | 940 | 954 | 967 | 970 | | |
| 41,5 | h (mm) | 70 | 75 | 80 | 85 | 90 | | |
| | T ∘C | 923 | 930 | 943 | 960 | 965 | | |
| 49,8 | h (mm) | 70 | 75 | 80 | 85 | 90 | | |
| | T ∘C | 900 | 913 | 930 | 940 | 950 | | |


Şekil 5.1. Çizelge 5.1'den elde edilen verilerin grafik olarak gösterimi. Burada verilen değerler kalıp içindeki ısı dağılımını göstermektedir.



Şekil 5.2. Çizelge 5.1'den elde edilen verilerin grafik olarak gösterimi. Burada verilen değerler kalıp duvarındaki ısı dağılımını göstermektedir.

Sistemin ısı haritasının çıkartılması, aynı koşullar altında aynı sonuçların ısıl ve mikro yapı yönünden elde edilebileceği hakkında ilk bilgileri verdi. Isı

haritası verilerinden elde edilen grafiklere göre (Şekil 5.1 ve Şekil 5.2), fırının farklı konumları için aşağıdaki bulgular elde edilmiştir:

<u>Fırının alt konumları</u>

Sıcaklık gradyanlarının numune alt bölgelerinde yüksek olduğu, üst bölgelerinde ise azaldığı görülebilir.

<u>Fırının orta konumları</u>

Sıcaklık gradyanlarının üst pozisyonlara oranla azaldığı görülebilir.

<u>Fırının üst konumları</u>

Elde edilen gradyanların fırının en alt konumuna göre azaldığı, ancak fırının orta yükseklikte olduğu konumlara oranla yüksek gradyan farkının bulunmadığı görüldü.

Yukarıdaki bulgulara göre, sıvı metalden elde edilen sıcaklık gradyanlarının fırının yukarı kalkışıyla birlikte hafifçe azaldığı söylenebilir. Örneğin, fırının alt konumu için (H=8,3 mm) hesaplanan ortalama sıcaklık gradyanı yaklaşık 4,8 °C/cm iken, fırının üst konumu için (H=49,8 mm) hesaplanan ortalama sıcaklık gradyanı yaklaşık 2,5 °C/cm olarak bulunmuştur. Fırının orta yükseklikleri için ise verilen değerlerin arasında sıcaklık gradyan değerleri görülmektedir.

5.2. Sistemin Isıl Kontrolünden Elde Edilen Sonuçlar

Bölüm 4.4.1.'de anlatılan deneylerin yapılması sırasında, Bölüm 4.2.5.'de anlatılan ısıl çift asansörü yardımıyla, deney süresince sıvı metal içinden fırın yukarı hareket hızı ile senkronize bir biçimde hareket eden TC1 ve TC2 ısıl çiftlerinden sıcaklık okunmuştur. Yapılan 12 adet deneyden elde edilen sıcaklık değerleri Şekil 5.3 ile Şekil 5.13 arasında verilmiştir. Grafiklerde; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC5) ise bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder.

900 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneyler



Şekil 5.3. Deney no:1.1.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder).



Şekil 5.4. Deney no:1.2.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder).



Şekil 5.5 Deney no:1.3.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder).

950 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneyler



Şekil 5.6. Deney no:2.1.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada ; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder).



Şekil 5.7. Deney no:2.2.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder).



Şekil 5.8. Deney no:2.3.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder).



Şekil 5.9. Deney no:3.1.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder).



Şekil 5.10. Deney no:3.2.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder).



Şekil 5.11. Deney no:3.3.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder).



Şekil 5.12. Deney no:4.1.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder).



Şekil 5.13. Deney no:4.2.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder).



Şekil 5.14. Deney no:4.3.'den elde edilen soğuma eğrisi. (Burada; (TC1) sıvı metal içerisinde hareket eden ısıl çifti, (TC2) kalıp duvarına yerleştirilen ısıl çifti, (TC3) bakır soğutucu tabanına yerleştirilen ısıl çifti temsil eder). Bütün deney numuneleri için hareketli ısıl çiftler (Şekil 4.1) ile elde edilen soğuma profilleri incelendiğinde, kalıp duvarı ile soğutucu sıcaklıklarının deney boyunca sabit değerde kaldıkları Şekil 5.3 ile Şekil 5.14 arasındaki grafiklerden görülebilir. Ancak sıvı metalden elde edilen profillerde ise zamana göre farklılık ortaya çıkmıştır.

Soğutucu sıcaklığı

TC5 ısıl çiftinden okunan soğutucu sıcaklıkları bütün deneylerde yaklaşık sabit kalmıştır. Bu durum, soğutucu etkisinin yaklaşık sabit olduğunu göstermektedir.

Kalıp duvarı

Hareketli TC2 ısıl çiftinden okunan kalıp duvarı sıcaklıkları deneyler boyunca yaklaşık sabit kalmıştır. Bu durum, fırının kalıba ısıl etkisinin yaklaşık sabit olduğunu göstermektedir. Fırından kalıba doğru homojen bir ısı akışının sağlanabildiğini göstermektedir.

<u>Sıvı metal sıcaklığı</u>

Hareketli TC1 ısıl çiftine göre, deney başlangıcında yüksek olan sıcaklık değerleri, deney sonuna doğru yaklaşık olarak 130 ile 205 °C arasında düşme göstermektedir. Bu düşüşler, düşük fırın sıcaklıkları için fazla, yüksek fırın sıcaklıkları için az olduğu Şekil 5.3 ile Şekil 5.14 arasındaki grafiklerden gözlenmiştir. Bu durum bize, fırın ilerleme hızı ile sıvı-katı ara yüzey ilerleme hızlarının birebir uyumlu olmadığı sonucunu da verebilir. Buradan, bütün deneylerde büyüme hızlarının da sabit olmadığı sonucu çıkarılabilir.

Yukarıdaki anlatılanlardan elde edilen sonuca göre deneylerde, fırın ilerleme hızı ile sıvı-katı ara yüzey ilerleme hızlarının eş güdümü tam olarak sağlanamamıştır. Bunun nedeni, soğutucu ve fırının, sıvı metal üzerindeki birleşik ısıl etkilerindeki uyumsuzluk olarak düşünülebilir. Bu uyumsuzluk, deneylerin ilerleyiş karakterinde ana etkendir.

5.3. Soğuma Eğrileri ve Elde Edilen Sonuçlar

Bölüm 4.4.2'de anlatılan ve Şekil 4.5'de gösterilen TC6, TC7, TC8, TC9, TC10 numaralı ısıl çiftlerden elde edilen grafikler 900, 950, 1000 ve 1050 °C fırın sıcaklıkları için Şekil 5.15 ile Şekil 5.18 arasında verilmiştir.



Şekil 5.15. 900 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin soğuma eğrileri. Burada, TC6-TC8 kalıp 1. bölgeden ve TC9-TC10 ise kalıp ikinci bölgeden sıcaklık okumuştur.



Şekil 5.16. 950 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin soğuma eğrileri Burada, TC6-TC8 kalıp 1. bölgeden ve TC9-TC10 ise kalıp ikinci bölgeden sıcaklık okumuştur.



Şekil 5.17. 1000 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin soğuma eğrileri. Burada, TC6-TC8 kalıp 1. bölgeden ve TC9-TC10 ise kalıp ikinci bölgeden sıcaklık okumuştur.



Şekil 5.18. 1050 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin soğuma eğrileri. Burada, TC6-TC8 kalıp 1. bölgeden ve TC9-TC10 ise kalıp ikinci bölgeden sıcaklık okumuştur.

Şekil 5.15 ile Şekil 5.18 arasında gösterilen soğuma eğrilerinden elde edilen dönüşüm (sıvıdan katıya dönüşüm veya kullanılan saf Al. Malzemenin katılaşma sıcaklığı) noktaları Çizelge 5.2'de gösterilmiştir. Dönüşüm noktalarının belirlenme yöntemi Şekil 5.15 üzerinde şematik olarak verilmiştir.

| FIRIN SICAKLIĞI (°C) | ISIL ÇİFT NO | DÖNÜŞÜM NOKTASI (sn) | | |
|----------------------|--------------|----------------------|--|--|
| | TC6 | 3108 | | |
| 900 °C | TC7 | 3333 | | |
| | TC8 | 4741 | | |
| | TC9 | 4793 | | |
| | TC10 | 5003 | | |
| | TC6 | 3186 | | |
| 950 °C | TC7 | 3478 | | |
| | TC8 | 4412 | | |
| | TC9 | 4495 | | |
| | TC10 | 4622 | | |
| 1000 °C | TC6 | 3943 | | |
| | TC7 | 4182 | | |
| | TC8 | 5306 | | |
| | TC9 | 5411 | | |
| | TC10 | 5489 | | |
| | TC6 | 3926 | | |
| | TC7 | 4216 | | |
| 1050 °C | TC8 | 5566 | | |
| | TC9 | 5673 | | |
| | TC10 | 5739 | | |

| Çizelge 5.2. | Farklı | fırın | sıcaklıkları | için | soğuma | eğrilerinden | elde |
|---------------------------|--------|-------|--------------|------|--------|--------------|------|
| edilen dönüşüm noktaları. | | | | | | | |

5.3.1. Sıcaklık gradyanları ve elde edilen sonuçlar

Bölüm 4.4.3'de verilen Eş. 4.1 kullanılarak elde edilen sıcaklık gradyanları Çizelge 5.3'de verilmiştir.

Çizelge 5.3. Çizelge 5.2'de verilen 4 deney için Güst hesaplarının sonuçları.

| FIRIN SICAKLIĞI (°C) | ISIL ÇİFT NO | KALIP İÇİ KONUM | SICAKLIK GRADYANI G _{Üst} (°C /cm) | ORTALAMA SICAKLIK GRADYANI (°C /cm) |
|-------------------------|-------------------|--------------------|---|---|
| | Güəre | 1 Bölge | 16.47 | |
| 900 °C | GÜst8,9 | 2. Bölge | 23,59 | 20,03 |
| | Güst6 | 1. Bölge | 16,32 | |
| 950 °C | GÜst8,9 | 2. Bölge | 26,40 | 21,36 |
| | Güst6 | 1. Bölge | 21,78 | |
| 1000 °C | GÜst8,9 | 2. Bölge | 28,27 | 25,03 |
| | G _{Üst6} | 1. Bölge | 23,79 | |
| 1050 °C | GÜst8,9 | 2. Bölge | 29,60 | 26,70 |

Çizelge 5.3'de verilen G_{Üst} değerlerinin grafik olarak da ifade edilebilir olduğu Bölüm 4.4.3.'de anlatılmıştır. Bu şekilde elde edilen G_{Üst} değerlerinin konuma (z), bağlı grafikleri ise Şekil 5.19 ile Şekil 5.22 arasında verilmiştir.



Şekil 5.19. 900 °C fırın sıcaklığı için G_{Üst} parametresinin konuma bağlı grafiği a) 1. bölge (G=16,47 °C/cm) b) 2. bölge (G=23,49 °C/cm).



Şekil 5.20. 950 °C fırın sıcaklığı için G_{Üst} parametresinin konuma bağlı grafiği a) 1. bölge (G=16,32 °C/cm) b) 2. bölge (G=26,40 °C/cm).



Şekil 5.21. 1000 °C fırın sıcaklığı için Güst parametresinin konuma bağlı grafiği a) 1. bölge (G=21,78 °C/cm) b) 2. bölge (G=28,27 °C/cm).



Şekil 5.22. 1050 °C fırın sıcaklığı için Güst parametresinin konuma bağlı grafiği a) 1. bölge (G=23,79 °C/cm) b) 2. bölge (G=29,60 °C /cm).

Numune boyunca sıcaklık gradyanında ortaya çıkan değişimler

Ölçüm alınan bütün deneyler için, Şekil 5.19 ile Şekil 5.22 arasındaki grafikler incelendiğinde sıvı-katı ara yüzeyi 1. bölgede iken oluşan ortalama sıcaklık gradyanına oranla, sıvı-katı ara yüzeyi 2. bölgede iken yapılan ölçümde daha yüksek bir ortalama sıcaklık gradyanının ortaya çıktığı görülebilir. Bu durum, daha önce anlatılan büyüme hızındaki farklılıklarla da ilişkilidir. Ölçümlerde, birinci bölgede oluşan daha düşük sıcaklık gradyanlarının sonucunda numunenin aynı bölgesinde büyüme hızı da artış göstermektedir.

Ostrogorsky, benzer amaçla tek kristal üretimi için gerçekleştirdiği sistemde, sıcaklık gradyanlarının yaklaşık sabit olduğu belirtilmiştir [39-43]. Bizim sistemimizdeki hareketli fırın perde sistemi ise Ostrogorsky'nin daldırılmış ısıtıcısı kadar etkili olamamıştır. Farklı fırın sıcaklıkları için yapılan deneylerin arasındaki gradyan değişimleri

900, 950, 1000 ve 1050 °C fırın sıcaklığı için yapılan deneylerden, elde edilen ortalama sıcaklık gradyanları karşılaştırıldığında 900 °C ile 950 °C deneylerin arasında ortalama +1,33 °C/cm artış bulunmaktadır. 950 °C ile 1000 °C deneyler arasında ortalama +3,67 °C/cm ve 1000 °C ile 1050 °C deneyler arasında ise ortalama +1,67 °C/cm artış oluşmuştur (Çizelge 5.3). Burada, fırın sıcaklığının artışıyla birlikte, ortalama sıcaklık gradyanlarının da genel bir artış eğiliminde olduğu görülebilir.

Kullanılan fırın sıcaklıkları (°C) ile ortalama sıcaklık gradyanı (G) arasındaki ilişki Çizelge 5.3'deki verilerin ışığında Şekil 5.23 de incelenmiştir.



Şekil 5.23. Kullanılan fırın sıcaklıkları (°C) ile ortalama sıcaklık gradyanı (G) arasındaki ilişki.

Deney setlerinde fırın sıcaklığının yükselmesi sonucunda, ortalama sıcaklık gradyanının artması (Şekil 5.23) nedeniyle, 900 °C için yapılan deneylerde

yüksek büyüme hızı, 1050 °C için yapılan deneylerde ise daha yavaş bir tane büyümesi beklenebilir.

Bu çalışmada elde edilen sıcaklık gradyanlarının daha önceki çalışmalar ile karşılaştırılması için Çizelge 5.5 (Bölüm 5.3.2) incelenebilir.

5.3.2. Ara yüzey ilerleme hızları

Bölüm 4.4.4'te verilen Eş. 4.2 kullanılarak elde edilen ara yüzey ilerleme hızları ve aritmetik ortalamaları (V_{ort}) Çizelge 5.4'de verilmiştir. Ara yüzey ilerleme hızlarının hesaplanması sırasında Çizelge 5.2'de verilen zaman değerleri kullanılmıştır.

| FIRIN SICAKLIĞI (°C) | 1. Bölge | 2. Bölge | Ortalama Hız | |
|----------------------------|----------------|----------|--------------|--|
| | V ₆ | Vort8,9 | Vort68,9 | |
| | (mm/sn) | (mm/sn) | (mm/sn) | |
| 900 °C | 0,0177 | 0,0239 | 0,0208 | |
| 950 °C | 0,0137 | 0,0199 | 0,0168 | |
| 1000 °C | 0,0167 | 0,0223 | 0,0195 | |
| 1050 °C | 0,0137 | 0,0244 | 0,0191 | |

Çizelge 5.4. Çizelge 5.2'de verilen 4 deney için Vort hesaplarının sonuçları.

Fırın ile ara yüzey ilerleme hızlarının zamana bağlı konumları arasındaki ilişki Şekil 5.24 ile Şekil 5.27 arasındaki grafiklerde verilmiştir.



Şekil 5.24. 900 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneyin zamana bağlı konum grafiği.



Şekil 5.25. 950 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneyin zamana bağlı konum grafiği.



Şekil 5.26. 1000 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneyin zamana bağlı konum grafiği.



Şekil 5.27. 1050 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneyin zamana bağlı konum grafiği.

Şekil 5.24 ile Şekil 5.27 arasında verilen sonuçların birlikte gösterimi ise Şekil 5.28'de görülebilir.



Şekil 5.28. 900, 950, 1000, 1050 °C ile yapılan deneylerin zamana bağlı konum grafikleri arasındaki ilişki.

Daha sonra Şekil 4.5'de anlatıldığı gibi numunenin iki bölgesinden alınan sonuçlara göre büyüme hızlarının konuma bağlı olarak, alt bölgede artan artış gösterdiği ancak ikinci bölgede ise azalan artış gösterdiği görülmüştür (Şekil 5.28). Bu da Bölüm 5.2 ve Bölüm 5.3.1'de söz edilen, hızın sabit kalmadığı çıkarımını doğrulamıştır.

Çizelge 5.3'de elde edilen sıcaklık gradyanları, Çizelge 5.4'de verilen ortalama büyüme hızı değerleri ile karşılaştırılabilir. Burada, 900-1050 °C fırın sıcaklıkları için, ortalama sıcaklık gradyanları artarken ortalama büyüme hızlarında genel bir azalma göze çarpmaktadır. Ancak, 950 °C fırın sıcaklığı için elde edilen V_{ort} hız değerinde bir hata olduğu düşünülmüştür. Burada, 0,0168 değerinin, 0,0208 ile 0,0195 değerleri arasında gerçekleşmesi beklenebilirdi. Bu hatanın, ısıl çiftlerden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Deney sırasında sıvı-katı ara yüzeyi uzun süre numunenin tane seçici boğaz çıkışında beklemektedir. Daha sonra, fırının bir miktar yükselmesiyle, hızlı bir şekilde ilerlemektedir. Ara yüzeyin ilerlemeye başladığı fırın yüksekliği fırın sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir. Fırın sıcaklığı yükseldikçe, ara yüzeyin hızlı ilerlemeye başlamasını sağlayan fırın yüksekliği de artmaktadır.

Elde edilen sıcaklık gradyanı ve büyüme hızı değerlerinin literatür ile kıyaslaması Çizelge 5.5'de verilmiştir.

| Katılaştırma Yöntemi | Çalışma Yılı | Kullanılan Metal | Fırın sıcaklığı (°C) | V _F (mm/sn) | ΔGϋs⊤ (°C/Cm) | Sıvı-Katı Ara Yüzey Hızı (mm/sn) |
|---|-----------------|---------------------|----------------------------|---------------------------|------------------|---|
| lsı valfi (Bridgman) [<mark>53</mark>] | 1980 | AlSi | - | - | 8-20 | - |
| Sabit kalıp | 1000 | AISi | 750 | 0,028 | 44 | 0,027 |
| hareketli | | | 800 | 0,028 | 57 | 0,028 |
| Referans [<mark>54</mark>] | 1000 | | 900 | 0,028 | 87 | 0,028 |
| Hareketli kalıp sabit fırın [<mark>20</mark>] | 1996 | NiAl | 1740 | 0,016 | 19,3 | - |
| Sabit kalıp hareketli fırın Referans [1] | 2002 | AlSi | 900 | 0,0146 | 19,3 | - |
| Sabit kalıp | | | 900 | 0,0123 | 17,81 | 0,0208 |
| hareketli | | | 950 | 0,0123 | 19,16 | 0,0168 |
| firin | 2006 | Saf Al | 1000 | 0,0123 | 23,25 | 0,0195 |
| (Bu çalışma) | | | 1050 | 0,0123 | 24,53 | 0,0191 |

Çizelge 5.5. Yayınlarda geçen sonuçlar ile bu çalışmadaki sonuçların kıyaslanması.

5.4. Makro Yapı Sonuçları

Bölüm 4.4.5'te anlatılan çalışmalar yapıldıktan sonra Resim 5.1 ile Resim 5.4 arasındaki makro yapılar elde edilmiştir.



Resim 5.1. 900 °C fırın sıcaklığı kullanılan deneylerden elde edilen numunelerin makro yapıları a) deney no:1.1., b) deney no:1.2., c) deney no:1.3.





Resim 5.2. 950 °C fırın sıcaklığı kullanılan deneylerden elde edilen numunelerin makro yapıları a) deney no:2.1., b) deney no:2.2., c) deney no:2.3.



Resim 5.3. 1000 °C fırın sıcaklığı kullanılan deneylerden elde edilen numunelerin makro yapıları a) deney no:3.1., b) deney no:3.2., c) deney no:3.3.





Resim 5.4. 1050 °C fırın sıcaklığı kullanılan deneylerden elde edilen numunelerin makro yapıları a) deney no:4.1., b) deney no:4.2., c) deney no:4.3.

Makro yapılar, genel anlamda istenilen tek kristalli malzemeye yakın olmakla birlikte (az tane sayısı), tane sınırı içermeyen homojen bir yapı elde edilmemiştir. Ancak, mikro yapıların bütünü incelendiğinde, tane seçici boğaz bölgesi çıkışında tane sınırı içeren ancak hücre sınırı içermeyen bir yapı ile karşılaşılmıştır (Resim 5.5).



Resim 5.5. Tane seçici ve bölümleri.

Deneylerin gerçekleştirilmesi sırasında, sıvı-katı ara yüzeyi, deney başlangıcında önce boğaz bölgesinde beklemekte ve fırın belli bir seviyeye kalktıktan sonra hızlı bir biçimde ilerlemektedir. Bu durum Şekil 5.24 ile Şekil 5.28 arasında verilen konum-zaman grafiklerinden izlenebilir. Burada, fırının her deney için farklı bir seviyeye kalkmasından sonra katılaşma hızının hızlanarak devam ettiği belirgindir. Sonuçta, deney başlangıcında sıvı-katı ara yüzeyinin bu bölgede soğutucunun etkisiyle çok yavaş bir hızda ilerlediği düşünülmüştür.

Diğer yönden makro yapılarda tek kristalli malzeme elde edilemeyişinin nedenleri şu şekilde verilebilir. Literatüre bakıldığında, katılaşma süre aralığının 0,2 ile 50 cm/saat olabildiği görülmüştür [55]. Bu değerler bizim sistemimizde 2 ile 50 saatlik deney sürelerine karşılık gelmektedir. Çalışmada koruyucu atmosfer kullanılmadığı için çok uzun deney sürelerinden kaçınılmıştır. Deney sürelerinin uzamasıyla birlikte daha yavaş katılaşma koşullarının elde edilişi tek kristalli malzeme üretimine yardımcı olabilirdi. Daha önemli bir neden olarak, tane seçici tabanında, soğutucu ile temas eden bölgede çil tanelerinin oluştuğu Resim 5.1 ile Resim 5.4 arasındaki makro yapılar incelendiğine gözlenebilir. Bu nedenle seçici içinden çok sayıda tane oluşmakta ve bu taneler numune üst seviyelerine doğru ilerlemektedir. Önceki çalışmalarda [17], yönlü katılaşmada, ilk oluşan tanelerin, deha sonraki yapıyı kuvvetli şekilde etkilediği belirtilmişti. Bunun giderilebilmesi için aynı bölgeye önceden üretilmiş ve yönlenmesi belirlenmiş bir tek kristal tohum eklenebilir ve katının bu tohum üzerinde büyümesi sağlanabilirdi.

Yine mikro yapılarda (Resim 5.4.c) düzensiz yönlerde büyüyen tanelere rastlanmıştır. Bu durum, o deney için kalıbın sistemin dikey eksenine göre tam olarak merkezlenememesinden kaynaklandığı düşünülmüştür. Bu durumda, fırından uzak ve dolayısıyla soğuk olan bölgelere doğru tanelerin yönlenmesi şeklinde açıklanabilir.

5.5. Mikro Yapı Sonuçları

Bölüm 4.4.6'da anlatılan ve Şekil 4.7'deki gibi bölgelere ayrılan numunelere gerekli işlemler yapıldıktan sonra Resim 5.6 ile Resim 5.17 arasındaki mikro yapılar elde edilmiştir.

5.5.1. Mikro yapı fotoğrafları

900 °C fırın sıcaklığı için Deney 1.1'den elde edilen mikro yapı sonuçları

Deney 1.1'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.6'da gösterilmiştir.



Resim 5.6. Deney no:1.1.'den elde edilen mikro yapılar. Burada a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.



Resim 5.6. (Devam) Deney no:1.1.'den elde edilen mikro yapılar.

900 °C fırın sıcaklığı için Deney 1.2'den elde edilen mikro yapı sonuçları

Deney 1.2'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.7'de gösterilmiştir.



Resim 5.7. Deney no:1.2.'den elde edilen mikro yapılar. Burada a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.



Resim 5.7. (Devam) Deney no:1.2.'den elde edilen mikro yapılar.

900 °C fırın sıcaklığı için Deney 1.3'den elde edilen mikro yapı sonuçları

Deney 1.3'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.8'de gösterilmiştir.



Resim 5.8. Deney no:1.3.'den elde edilen mikro yapılar. Burada a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.



Resim 5.7. (Devam) Deney no:1.3.'den elde edilen mikro yapılar.

950 °C fırın sıcaklığı için Deney 2.1'den elde edilen mikro yapı sonuçları

Deney 2.1'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.9'da gösterilmiştir.



Resim 5.9. Deney no:2.1.'den elde edilen mikro yapılar. Burada a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.



Resim 5.9. (Devam) Deney no:2.1.'den elde edilen mikro yapılar.



Resim 5.9. (Devam) Deney no:2.1.'den elde edilen mikro yapılar.

950 °C fırın sıcaklığı için Deney 2.2'den elde edilen mikro yapı sonuçları

Deney 2.2'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.10'da gösterilmiştir.



Resim 5.10. Deney no:2.2.'den elde edilen mikro yapılar. Burada a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.



Resim 5.10. (Devam) Deney no:2.2.'den elde edilen mikro yapılar.

950 °C fırın sıcaklığı için Deney 2.3'den elde edilen mikro yapı sonuçları

Deney 2.3'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.11'de gösterilmiştir.


Resim 5.11. Deney no:2.3.'den elde edilen mikro yapılar. Burada (a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı (b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.



Resim 5.11. (Devam) Deney no:2.3.'den elde edilen mikro yapılar.

1000 °C fırın sıcaklığı için Deney 3.1'den elde edilen mikro yapı sonuçları

Deney 3.1'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.12'de gösterilmiştir.



Resim 5.12. Deney no:3.1.'den elde edilen mikro yapılar. Burada a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.



Resim 5.12. (Devam) Deney no:3.1.'den elde edilen mikro yapılar.

<u>1000 °C fırın sıcaklığı için Deney 3.2'den elde edilen mikro yapı sonuçları</u>

Deney 3.2'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.13'de gösterilmiştir.



Resim 5.13. Deney no:3.2.'den elde edilen mikro yapılar. Burada a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.





1000 °C fırın sıcaklığı için Deney 3.3'den elde edilen mikro yapı sonuçları

Deney 3.3'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.14'de gösterilmiştir.



Resim 5.14. Deney no:3.3.'den elde edilen mikro yapılar. Burada a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.



Resim 5.14. (Devam) Deney no:3.3.'den elde edilen mikro yapılar.

<u>1050 °C fırın sıcaklığı için Deney 4.1'den elde edilen mikro yapı sonuçları</u>

Deney 4.1'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.15'de gösterilmiştir.



Resim5.15. Deney no:4.1.'den elde edilen mikro yapılar. Burada a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.



Resim 5.15. (Devamı) Deney no:4.1.'den elde edilen mikro yapılar.

1050 °C fırın sıcaklığı için Deney 4.2'den elde edilen mikro yapı sonuçları

Deney 4.2'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.16'da gösterilmiştir.



Resim 5.16. Deney no:4.2.'den elde edilen mikro yapılar. Burada a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.



Resim 5.16. (Devam) Deney no:4.2.'den elde edilen mikro yapılar.

1050 °C fırın sıcaklığı için Deney 4.3'den elde edilen mikro yapı sonuçları

Deney 4.3'den elde edilen mikro yapılar Resim 5.17'de gösterilmiştir.



Resim 5.17. Deney no:4.3.'den elde edilen mikro yapılar. Burada a) yatay kesit alanından elde edilen mikro yapıyı b) dikey kesit alanından elde edilen mikro yapıyı ifade eder.



Resim 5.17. (Devam) Deney no:4.3.'den elde edilen mikro yapılar.

5.5.2. Mikro yapı hücre oranları

Mikro yapı hücre oranları Bölüm 4.4.6'da anlatılan yönteme göre hesaplandı. Burada, Şekil 4.7'deki gibi bölgelere ayrılmış numunelerin birim hücre sayıları Çizelge 5.6'da verilmiştir.

| Europe Ou stality | Deney | Bölge | Ortalama BHS | | |
|-------------------|-------|---------|-------------------|-------------------|--|
| Firin Sicakligi | No | No | (hücre sayısı/mm) | (hücre sayısı/mm) | |
| | | 1 | 3,892 | 4.070 | |
| | 1.1. | 2 | 4,208 | | |
| | | 3 | 4,463 | 4,378 | |
| | | 4 | 4,956 | 1 | |
| | | 1 | 3,921 | | |
| 000.00 | 1.0 | 2 | 4,33 | 4.40 | |
| 900 °C | 1.2. | 3 | 4,623 | 4,49 | |
| | | 4 | 5,102 | | |
| | | 1 | 3,95 | | |
| | 1.0 | 2 | 4,434 | 4 504 | |
| | 1.3. | 3 | 4,759 | 4,581 | |
| | | 4 | 5,197 | | |
| | | 1 | 3,503 | | |
| | | 2 | 3.826 | | |
| | 2.1. | 3 | 4.384 | 4,077 | |
| | | 4 | 4.605 | | |
| | | 1 | 3,585 | | |
| | | 2 | 3,676 | | |
| 950 °C | 2.2. | 3 | 4,456 | 4,054 | |
| | | 4 | 4,507 | | |
| | | 1 | 3,647 | | |
| | | 2 | 3 826 | | |
| | 2.3. | 3 | 4 218 | 4,019 | |
| | | 4 | 4 394 | | |
| | | 1 | 3.4 | | |
| | 3.1. | 2 | 3 702 | - | |
| | | 3 | 4.204 | 3,887 | |
| | | 4 | 4 255 | | |
| | | 1 | 3.55 | | |
| | 3.2. | 2 | 3,633 | - | |
| 1000 °C | | 3 | 4,258 | 3,944 | |
| | | 4 | 4 34 | | |
| | | 1 | 3 607 | | |
| | 3.3. | 2 | 3 637 | | |
| | | 3 | 3,905 | 3,826 | |
| | | 4 | 4 160 | | |
| | | 1 | 3.32 | | |
| | 4.1. | 2 | 3 623 | 3,832 | |
| | | 3 | 4 195 | | |
| | | 4 | 4 233 | | |
| | | 1 | 3.3 | | |
| 1050 °C | | 2 | 3 514 | 1 | |
| 1000 0 | 4.2. | 3 | 4 021 | 3,731 | |
| | | 4 | 4,124 | 1 | |
| | | 1 | 3 528 | | |
| | 4.3 | 2 | 3 637 | - | |
| | | 3 3.875 | | 3,825 | |
| | | 1 | <u>4</u> 170 | 1 | |
| L | 1 | 4 | , ,170 | | |

Çizelge 5.6. Yönlü katılaştırma deneylerinden elde edilen numunelerin bölgelere göre BHS ve ortalama BHS'ları.

Çizelge 5.6'da verilen hücre sayıları ve oranlarının grafiksel gösterimleri Şekil 5.29 ile Şekil 5.32 arasında verilmiştir.



Şekil 5.29. 900 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin, hücre oranı ortalamasının konuma bağlı grafiği.



Şekil 5.30. 950 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin, hücre oranı ortalamasının konuma bağlı grafiği.



Şekil 5.31. 1000 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin, hücre oranı ortalamasının konuma bağlı grafiği.



Şekil 5.32. 1050 °C fırın sıcaklığı ile yapılan deneylerin, hücre oranı ortalamasının konuma bağlı grafiği.

İlk inceleme farklı fırın sıcaklıklarının, BHS'na etkisi üzerine yapılmıştır. Her bir deney için, Çizelge 5.6 daki verilerin ortalaması alınarak, farklı fırın ilerleme hızının ortalama hücre sayısına etkisi incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar Şekil 5.33'de verilmiştir.



Şekil 5.33. Farklı fırın sıcaklıklarının, birim hücre sayısına (BHS) etkisi.

Bütün deney numuneleri üzerinden farklı bölgeler için çekilmiş, Resim 5.6 ile Resim 5.17 arasında gösterilen mikro yapı fotoğrafları incelendiğinde enine ve boyuna kesitlerde yan kolları açılmış dentritlere rastlanmamıştır. Bu nedenle, kalıp yan duvarlarından ısı çıkışının minimum olduğu ve büyümenin sadece soğutucu yönündeki ısı çıkış doğrultusuna ters yönde olduğu düşünülmüştür. Bu durum, kullanılan kalıbın yan duvarlarından ısı çıkışının minimum olduğu bulgusunu vermiştir.

Makro yapıda görülen sütunsal tanelerin içinde hücresel bir katılaşma gerçekleştiği gözlenmiştir. Bu hücrelerde, ısı akış yönünün tersine doğru düzgün şekilde yönlenmişlerdir. Resim 5.6 ile Resim 5.17 arasındaki mikro yapılar incelendiğinde, her deney için, numune tabanına yakın bölgelerde büyük hücre ve dikey yönde kalıbın üst bölümlerine doğru gidildikçe küçülmüş hücre boyutuna rastlanıldığı Şekil 5.29 ile Şekil 5.32 arasındaki grafiklerden gözlenmektedir. Bu durum, ısı haritasından elde edilen veriler ile ilişkilendirilebilir. Fırın alt konumları için yüksek olan sıcaklık gradyanı sayesinde daha büyük hücreler oluşmuştur. Diğer yönden, fırının alt konumları için düşük gradyanlar söz konusu olduğundan, daha hızlı katılaşmış küçük hücreler oluşmuştur. Farklı fırın sıcaklıkları için ise, Çizelge 5.6'da görülen ve Şekil 5.33'de grafik hale dönüştürülen BHS sonuçları elde edilmiştir. Buna göre düşük fırın sıcaklığı için daha çok sayıda ve küçük hücreler oluşmuştur (BHS oranı yüksek), yüksek fırın sıcaklıkları için ise daha az sayıda büyük hücre oluşmuştur (Düşük BHS oranı).

5.6. Yönlü Katılaştırma Düzeneği

Yönlü katılaştırma düzeneği üzerinde kullanılan fırın kaldırma sistemi basit yapılı olmasına rağmen, kalıp ile bir ilişkisi bulunmadığı için katılaşan metal üzerinde herhangi bir titreşim oluşturmamıştır. Bilindiği gibi, titreşimin var olması halinde bu döküm mikro ve makro yapısını olumsuz etkileyecektir. Yapılan incelemelerde bu tip bir olumsuz etkiye rastlanmamıştır.

Bu düzenek üzerinde görülen en önemli dezavantajın, fırının sıvı sıcaklığını çok kuvvetli şekilde kontrol edememesi olduğu düşünülmüştür. Bu amaçla bir deneme yapılmıştır. Bu denemede, sıvı içindeki hareketli (fırın ile senkronize hareket eden) bir ısıl çiftten alınan sıcaklık değerleri sayesinde fırın kontrol edilmiştir. Burada, sıvı sıcaklığı 780 °C değerinde sabit tutulmaya çalışılmıştır. Ancak bu durumda, fırın sıcaklığında 350 °C aralığında dalgalanmalar oluşmuştur. Bu dalgalanmaların sıvı metale yansıması ise 50 °C aralığında dalgalanmalar şeklinde olmuştur (Şekil 5.34). Bu sonuç, fırının sıvıyı sabit sıcaklıkta tutabilecek derecede kuvvetli olmadığını göstermiştir. Bu kuvvet eksikliğinin nedeni fırının rezistans teli ısıtmalı olmasıdır. Rezistans telleri yerine bir indüksiyon bobininin kullanılması halinde bu durumun düzelebileceği düşünülmektedir.



Şekil 5.34. Sıvı metal içerisinden kontrol edilen fırındaki ısıl değişimler (sıvı sıcaklığı 780 °C değerinde sabit tutulmaya çalışılmıştır). Seri 1 Sıvı metal sıcaklığı, Seri 2 Fırın sıcaklığı, Seri 3 Kalıp duvarı sıcaklığı.

6. SONUÇ VE ÖNERİLER

6.1. Sonuçlar

Bu araştırmadan aşağıdaki sonuçlar çıkarılmıştır;

 Yönlü katılaşma düzeneğinin kalibrasyonu aynı koşullarda aynı döküm numunesinin elde edilebileceği şekilde sağlanmıştır.

2. Isı haritası deneylerinden elde edilen bulgulara göre, sıvı metalden elde edilen ortalama sıcaklık gradyanlarının, fırının alt konumları için yüksek, fırının üst konumları için ise düşük olduğu bulunmuştur.

Düşük fırın sıcaklıkları için düşük ve yüksek fırın sıcaklıkları için yüksek sıcaklık gradyanları elde edilmiştir.

4. Büyüme hızlarının konuma bağlı olarak, numune alt bölgelerde artan artış gösterdiği ancak ikinci bölgede ise azalan artış gösterdiği görülmüştür (Şekil 5.28). Bu da Bölüm 5.2 ve Bölüm 5.3.1'de söz edilen, hızın sabit kalmadığı çıkarımını doğrulamıştır.

5. Burada, 900 °C'den 1050 °C'ye fırın sıcaklığındaki artışla, ortalama sıcaklık gradyanları artarken, ortalama büyüme hızlarında genel bir azalma göze çarpmaktadır.

6. Numune içindeki sıvı-katı ara yüzey ilerlemesi deney boyunca sabit bir hızda gerçekleşmemiştir. Deney başlangıcında bekleyen ara yüzey, yaklaşık fırın yarı seviyelere kalktıktan sonra hızlı bir şekilde ilerlemektedir. Bu başlatıcı fırın yüksekliği, fırın sıcaklığının artışına bağlı olarak yükselmiştir. 7. Numune makro yapılarında az tane sayısı (büyük taneler) elde edilmiştir. Ancak tane sınırı içermeyen homojen bir yapı (tek kristal) elde edilmemiştir.

8. Deneylerin sonrasında tane seçici tabanında çil taneleri oluştuğu gözlenmiştir. Tane seçici içinden ise, birden fazla tane oluştuğu ve bu tanelerin numune üst bölgelerine doğru büyüdüğü gözlenmiştir.

 Bütün deney numuneleri için dentrit yapıya rastlanmamıştır. Bu nedenle, kalıp yan duvarlarından ısı çıkışının minimum olduğu ve büyümenin sadece soğutucu yönündeki ısı çıkış doğrultusuna ters yönde gerçekleştiği düşünülmüştür.

10. Makro yapılarda görülen sütunsal tanelerin içinde hücresel katılaşma gerçekleştiği gözlenmiştir. Bu hücrelerde, ısı akış yönünün tersine doğru düzgün şekilde yönlenmişlerdir.

11. Deneylerde, numune tabanına yakın bölgelerde büyük hücre ve dikey yönde kalıbın üst bölümlerine doğru gidildikçe küçülmüş hücre boyutuna rastlanmıştır.

12. Fırın alt konumları için yüksek olan sıcaklık gradyanı sayesinde daha büyük hücreler oluşmuştur. Diğer yönden, fırının üst konumları için düşük gradyanlar söz konusu olduğundan, daha hızlı katılaşmış küçük hücreler oluşmuştur.

13. Fırın sıcaklığının artmasıyla dökümlerdeki BHS'larının azaldığı görülmüştür.

6.2. Öneriler

Bu tez kapsamında yapılan çalışmaların ışığında, geleceğe yönelik olarak verilebilecek öneriler aşağıda maddeler halinde sunulmuştur;

1. Kalıp içindeki sıvı metalin sıcaklığının, fırının farklı konumları için sabit tutabilmesi amacıyla daha kuvvetli bir fırın kullanılması gereklidir. Mevcut rezistans ısıtıcılı fırınlar ile daha fazla güç elde edilemeyeceğinden, bunun yerine indüksiyon bobini kullanılması yararlı olacaktır.

2. Tane seçiciden çok sayıda tane oluşmasını engellemek amacıyla, aynı malzemeden önceden üretilmiş tek kristal bir tohumun, tane seçici tabanına yerleştirilmesi ve büyümenin bu tohum üzerinden devam etmesi tek kristal elde edilmesine yardımcı olacaktır.

3. Tek kristal elde edilebilmesi için çok düzgün yavaş bir büyüme hızının sağlanması gereklidir. Ancak, yavaş büyüme için geçen zamanda metalin oksitlenmesini engellemek için koruyucu atmosfer kullanılması gereklidir.

4. Soğutucu başlangıç sıcaklığının artırılması sonucunda, çil oluşum etkisi azaltılabilir.

KAYNAKLAR

- Tüzünalp, K.K., "Alüminyum Alaşımlarının Yönlü Katılaşması ve Süreç Parametrelerinin İrdelenmesi", Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 5-90 (2002).
- Porter, D.A., Easterling K.E., "Phase Transformations in Metals and Alloys" *Chapman and Hall*, London, 185-217 (1995).
- Xu, H., "Effect of Self-Generated Thermal Field On Spatio-Temporal Growth of Hierarchical Structures During Polymer Crystallization", Doktora Tezi, *The Graduate Faculty of The University of Akron*, USA, 15-24 (2004).
- Brush, L.N., "Advanced Numerical Methods in Solidification Theory", Doktora Tezi, *Department of Metallurgical Engineering and Materials Science Camegie Mellon University*, Pennsylvania, 5-7 (1987).
- Laaksonen, A., Talanquer, V., Oxtoby, D.W., "Nucleation, measurements, theory, and atmospheric applications", *Annu. Rev. Phys. Chem*, 81: 46-489 (1995).
- Kurz, W., Fisher, D.J., "Fundamentals of Solidification", *Trans Tech Publications*, Switzerland, 2-44 (1992).
- Gaummann, M., Kruz, W., "Nucleation Ahead of Advancing interface in Directional Solidification", *Department of Materials Engineering Lowa State University*, A226-228: 763-769 (1997).
- Flinn, R.A., "Mechanism and Rate of Solidification of Metals and Alloys, Fundamentals of Metal Casting", *Addison-Wesley Pub. Co.*, Massachusetts, 70-110 (1963).
- 9. Chalmers, B., "Principles of Solidification", *Robert E. Krieger Publishing Company*, Malabar, Florida, 15-28 (1982).
- 10.Beeley, P.R., "Foundry Technology", *Butterworths*, London, 30-49 (1972).
- 11. Haasen, P., "Solidification of Metals, Physical Metallurgy", *Cambridge University Pres*, Cambridge,2: 35-70 (1986).
- 12. Flemings, M.C., "Solidification Processing", *McGraw-Hill Inc.*, New York,5-50 (1974).
- 13. Minkoff, I., "Nucleation, Solidification and Cast Structure", *Wiley*, New York, 20-42 (1986).

- 14. Mazumder, P., "Tranport Processes in Directional Solidification and Their Effects on Microsturucture Development", Doktora Tezi, *Mechanical Engineering Iowa State University*, USA, 1-6 (1999).
- 15. Nicoara, I., Stelian, C., "Comparison Between Numerical Simulation and Experimental Measurement of Solute Segregation During Directional Solidification", Doktora Tezi, *Depertment of Physics West University of Timisoara*, Romania, 107-115 (2003).
- Li, L., "Microstructural Development and Segregation Effects In Directionally Solidified Nickel Based Superalloy PWA 1484", Doktora Tezi, *University of Auburn USA*, USA, 7-44 (2002).
- Chen, H., Chen, Y. S., Tewari, S.N., "History Dependence of Primary Dentrite Spacing During Directional Solidification of Binary Metallic Alloys and Interdentritic Convection", *Cleveland State University*, Cleveland USA, 47: 414-422 (2003).
- 18. McLean, M., "Directionally Solidified Materials for High Temperature Service", *The Metals Society*, London, 3-22 (1983).
- Rerko, R.S., Beckermann, C., "Effect of Melt Convection and Solid Transport on Macrosegregation and Grain Structure in Equiaxed Al- Cu Alloys", *Department of Mechanical Engineering, The University of* Lowa, USA, A347: 188 (2002).
- 20.Ouyang, H., "Multi-Level Simulation and Modeling of Vertical Bridgman Growth of Single Crystals And Solidification of Binary Alloys", Doktora Tezi, *Mechanics and Engineering Science*, China, 34-39 (1996).
- 21.Liu, J.C., Lee, T.S., Hwang, W.S., "Computer Model of Unidirectional Solidification Of Single Crystals of Higt Temperature Alloys", *National Cheng Kung University*, Taiwan, 954 (1991).
- Ouyong, H., Shyy, W., "Numerical Simulation of CdTe Vertical Bridgman Growth", *Department of Aeraspace Engineering Science University of Florida*, USA, 173: 353-365 (1996).
- 23. Distanov, V. E., "The Influence of the Intensity of Melt Stirring on the Radial Impurity Distribution in Proustite Single Crystals Grown by the Stockbarger Method Using ACRT", *Instute of Mineralogy and Petrography Siberian Branch of Russian Academy of Sciences*, Russia, 1 (2002).

- 24.Lee, H.S.K., "Bridgman Growth and Characterization of Single Crystals of Strontium Barium Niobate and Related Materials", Doktora Tezi, *The Department of Applied Physics, Standford University*, USA, 71-93 (1999).
- 25. Chao, C.K., Hung, S.Y., "Stress Analysis in the Vertical Birdgeman Growth With the Modified Thermal Boundary Condition", *Department of Mechanical Engineering, Taiwan University*, Taiwan, 256: 107-110 (2002).
- 26. Sonda, P., Yeckel, A., Daoutidis, P., Derby, J.J., "Improved Radial Segregation Via the Destabilizing Vertical Bridgman" *Configuration, University of Minnesota*, USA, 260: 263-266 (2003).
- 27. Tian, B.H., Zhang, Y.G., Chen, C.Q., "Deformation Behavior of Al-Li Single Crystals", *Department of Materials Science and Engineering*, China, 34: 383-385 (1997).
- 28. Prabhu, K.N., Ravishankar, B.N., "Effect of Modification Melt Treatment On Casting/Chill Interfacial Heat Transfer and Electrical Conductivity of Al- 13% Si Alloy", *Department of Metallurgical and Materials Engineering, National Institute*, A00: India, 1-2 (2003).
- 29. Ying, T., "Segregation Reduction In Bridgman Crystal Growth", Doktora Tezi, *University Wisconsin-Madison*, USA, 1-38 (1997).
- X., "A New Approach To Front Tracking on A Fixed Grid In Solidification Problems", Doktora Tezi, *University of Purdue*, USA, 132-134 (2002).
- Jalics, M., "A Numerical Study of Steady Crysatal Growth in a Vertical Bridgman Device", Doktora Tezi, *Ohio State University*, USA, 1-9 (1998).
- 32. Pohlman, M. M., "Numerical Study of Heat Transfer and Fluid Flow for Steady Crystal Growth in a Vertical Bridgman Device", Doktora Tezi, *Ohio State University*, 1-5 (2001).
- 33.Li, C.Y., Garimella, V., Simpson, E., Suresh, V., "Fixed Front Tracking Algorithm for Solidification Problems", *School of Mechanical Engineering, Purdue University*, Indiana USA, B43: 143-146 (2002).
- Subabanna, G. N., "Structural Optical and Electrical Properties of Bulk Single Crystal of InAs_xSb_(1-x) Grown by Rotatory Bridgman Method", *Materials Research Centre Indian Institute of Science*, 81 (9): 1630 (2002).

- 35. Carlslaw, H.S., Jaeger, J.C., "Conduction of Heat in Solids, *Clarendon press*, Oxford, 2: 7-15 (1959).
- 36. Chiffoleau, G. J. A., "Reflection of Structural Waves at a Solid/Liquid Interface", *Wendell Hull and Associates*, USA, 41: 348-353 (2003).
- 37.Shyy, W., "Multi-Scale Computational Heat Transfer With Moving Solidification Boundaries", *Department of Aerospace Engineering, Mechanics and Engineering Science, University of Florida,* USA, 23: 282-283 (2002).
- 38. Meyer, S., Ostrogorsky, A.G., "Interface Shape In The Vertical Bridgman Configuration With and Without The Submerged Heater", *Rensselaer Polytechnic Institute New York*, USA, 166: 700-707 (1996).
- 39. Dutta, P.S., Ostrogorsky, A.G., "Segregation of Tellurium in GaSb Single Crystals and Associated Difusion Coefficient in the Solute Layer", Department of Mechanical Engineering, Aeronautical Engineering and Mechanics, Rensselaer Polytechnic Institute, USA, 197: 749-754 (1998).
- 40. Bourago, N.G., Fedyushkin, A.I., "Dopant Distribution In Crystal Grown by the Submerged Heater Method Under Steady and Oscillatory Rotation", *Institute Vernadskogo*, Russia. 24 (10): 1245 (1999).
- 41. Gille, P., Scharl, S., Müller, G., "A Generalized of Solute Distribution in Melt Growth by the Submerged Heater Method", *Institut Für Werkstoffwissenschaftn*, Germany, 148: 183-188 (1994).
- 42. Ostrogorsky, A.G., "Single-crystal Growth by the Submerged Heater Method", *Mechanical Engineering Department Columbia University New York*, USA, 1: 463-464 (1990).
- Meyer, S., Ostrogorsky, A.G., "Forced Convection in Vectiral Bridgman Configuration With the Submerged Heater", *Rensselaer Polytechnic Institute New York*, USA, 566-576 (1995).
- 44.ASM Handbook, "Casting", *The Materials Information Society*, 5: 319-323 (1992).
- 45. Gandin, Ch.A., "Experimental Study of the Transition from Constrained to Unconstrained Growth During Directional Solidification" *Laboratoire de Science et Génie des Matériaux Métalliques*, France, 40 (10): 971-978 (2000).

- Stanford, N., Djakovic, A., McLean, M., "Seeding of Single Crystal Superalloys- Role of Seed Melt-Back on Casting Defects", *Department of Materials*, UK, 50: 159-163 (2003).
- 47. Versnyder, F.L., "Drectional Solidification in the precision Casting of Gas-Turbine Parts", *AFS Transactions*, 75, 360-367 (1978).
- 48. Hughes, I.C.H., "Solidification and Structure of Castings", 2nd ed., *Institution of Metallurgists*, 5,1.1-1.45. (1971).
- 49. Rappaz, M., "Simulation of Solidification", *Laboratoire de Metallurgie Physique*, Switzerland, 3: 275-281 (1998).
- Thomas, S. Piwonka., "Directional and Monocrystal Solidification", *Metal Casting Technology Center, University of Alabama*, USA., 94: 319-323 (1994).
- 51. John, S., "The Application Of Defect Maps in the Process Modeling Of Single-Crystal Investment Casting" *Department of Mechanical Engineering, Taiwan University*, Taiwan,1: 26 (1992).
- 52. Anselman, G.W., Cunningham, J., Lee J.C., "Analysis of Casting Defects", *American Foundrymen's Society*, USA. 9-129 (1974).
- 53. Elliott, R., Glenister, S.M.D., "The Growth Temperature and Interflake Spacing in Aluminium Silicon Eutectic Alloys", *Acta Metallurgica*, 28: 1489-1494 (1980).
- 54. Khan, S., "Directional Solidification of Alüminium-Silicon Eutectic Alloys, Ph.D. Thesis", Doktora Tezi, *University of Manchester Materials Science Center*, England 5-78 (1990).
- 55. Internet: Responsible NASA Official Directional Solidification: <u>http://www.grc.nasa.gov/WWW/AdvMet/webpage/Directional_Solidificatio</u> <u>n.html</u> (2006).

EKLER

EK-1 Yönlü katılaştrıma düzeneğinde kullanılan refrakter malzemeler

Çizelge 1.1. J.M. tuğlanın bazı fiziksel özellikleri.

| J.M. TUĞLA-ÖZELLİKLER |
|---|
| 1430 °C sıcaklığa kadar yapısını koruyabilir. |
| Termal şok direnci yüksektir. |
| Elde veya makinede kolayca işlenebilir. |
| Demir yüzdesi düşüktür. Rezistans telleri ile reaksiyona girmez |

Çizelge 1.2. J.M. tuğlanın kompozisyonu.

| Element | % | Element % | | % |
|--------------------------------|------|-----------|-------------------------------------|-----|
| Al ₂ O ₃ | 58 | | Fe ₂ O ₃ | 0,7 |
| TiO | 0,1 | | Na ₂ O+Ca ₂ O | 1,7 |
| MgO | 0,2 | | CaO | 0,1 |
| Si | 39,1 | | Alkali | - |

Çizelge 1.3. LOD-607 malzemesinin kompozisyonu.

| Element | % |
|----------------|-------|
| Kalay | 10-70 |
| Çimento | 20-50 |
| Cam yünü | 5-35 |
| Kalsiyum oksit | <5 |
| Eser maddeler | <1 |

EK-2 Step motor hareketi için kullanılan bilgisayar programı

Yazılan programda 10 numaralı satıra kadar olan bölüm ekranın düzenlenmesi ve kullanıcıya bilgiler aktarmak için, satır 10 – 100 arası ise step motora ilerleme vermek için kullanılmıştır. Satır 20 ve 25 motorun dönme yönünü değiştirmek içindir. Satır 20 işletildiğinde fırın yukarı doğru kaldırılmakta, 25 işletildiğinde ise fırın aşağı doğru ilk başlangıç konumuna geri dönmektedir. Satır 60 bilgisayar dışına sinyal göndermek için port adresini içermektedir. Bu adres standart yazıcı konnektörünün adresidir ve her bilgisayar için ayarlanması gereklidir. Satır 70 ile başlayan FOR döngüsü ile motora giden sinyallerin hızı sonsuz oranda değiştirilebilir. Örneğin 60. satırda görülen 855 değeri, fırının 60 dakikada 10 cm yukarı kalkmasını sağlamaktadır. Diğer taraftan, FOR döngüsü iptal edilerek 90. satır işletildiğinde bize saniyenin katlarında (1, 2, 3, 4, 5, 6,saniye gibi) sinyal gönderme olanağı sunmaktadır. Kullanılan program birkaç ekleme ile standart bir ticari paket programa dönüştürülebilir. Ancak bu aşamada mevcut hali kullanılmıştır [1].

CLS

PRINT COLOR 10, 5 PRINT "STEP MOTOR DRIVE" COLOR 13, 0 LOCATE 4, 8 PRINT "ILERLEME VERMEYE BAŞLIYORUM" SLEEP 5 COLOR 11, 9

PRINT

10 DIM dir (4) 20 dir (1) = 3; dir (2) = 6; dir (3) = 12; dir (4) = 9 (Programın devamı)

REM 25 dir (1) = 9; dir (2) = 12; dir (3) = 6; dir (4) = 3 30 N = 0 35 LET C = 0 40 IF (N = 4) THEN N = 0 45 LET C = C + 1 EK-2 (Devam) Step motor hareketi için kullanılan bilgisayar programı

```
50 N = N + 1
60 OUT &H278, dir (N)
70 FOR I = 1 TO 855
80 NEXT I
90 REM SLEEP 1
CLS
PRINT
PRINT
PRINT
LOCATE 10, 10
PRINT "ADIM SAYISI (STEP) = " ; C
100 GOTO 40
```

EK-3 Düzeneklerde kullanılan ısı kontrol cihazının teknik özellikleri

| Besleme Voltajı | 220 V AC ± % 15 | | | | |
|--------------------|---|--|--|--|--|
| Kontrol Çıkışı | 1 Role 250 VAC/10 A (1NA+1NK) | | | | |
| Çalışma Ortamı | Ortam Sıcaklığı = -10, +70 °C | | | | |
| Max, Hat Direnci | : PT 100 < 20 | | | | |
| | : T/C < 100 | | | | |
| | : PT 100 = -100 +100/0/200, 400 °C | | | | |
| Gösterge | $: L = 0 - 400 ^{\circ}C$ | | | | |
| | : K = 0 – 1200 °C | | | | |
| Gösterge | Dijital (2 x 3 ½ Digit Seti, Okunan Sıcaklık ve Set Sıcaklığı | | | | |
| Costerge | Aynı Anda görülebilmekte) | | | | |
| Isı Kontrolü | ON / OFF Tip | | | | |
| lsı Tutma Aralığı | 3 °C | | | | |
| Boyutlar | 100x100x100 mm (küp) | | | | |
| Bağlantı Terminali | Klemens | | | | |

Çizelge 3.1. Isı kontrol cihazının teknik özellikleri.

| | | | | | | r | 1 | 1 |
|-----------|--------------|-----------|-----------|-----------|-----------|---------|---------|---------|
| Parametre | Firin | Döküş | Soğutucu | Ust firin | Alt firin | Soğutma | Tane | |
| Deney no | ilerlemehızı | sıcaklığı | sıcaklığı | sıcaklığı | sıcaklığı | tini | secici | Kalıp |
| Dency no | cm/sn | °C | °C | °C | °C | upi | Seçioi | |
| 1 | 0,0441 | 850 | 310 | 800 | 533 | SU | V=10 mm | CAST-95 |
| 2 | 0,0441 | 830 | 295 | 800 | 533 | SU | V=10 mm | CAST-95 |
| 3 | 0,0012 | 910 | 395 | 810 | 600 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 4 | 0,0012 | 830 | 395 | 810 | 580 | FAN | HELİS | CAST-95 |
| 5 | 0.0012 | 830 | 394 | 800 | 600 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| | 0,0012 | 000 | 007 | 000 | 000 | | V-0 mm | KER530 |
| 6 | 0,0012 | 865 | 390 | 810 | 600 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 7 | 0,0012 | 900 | 379 | 820 | 625 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 8 | 0,0012 | 890 | 502 | * | 660 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 9 | - | 950 | 600 | 850 | 760 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 10 | 0,0012 | 893 | 561 | 900 | 740 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 11 | - | 881 | 600 | ** | 760 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 12 | - | 881 | 610 | ** | 760 | FAN | V=5 mm | LOD-607 |
| 13 | 0,0012 | 886 | 555 | 880 | 722 | FAN | V=5 mm | LOD-607 |
| 14 | - | 886 | 610 | ** | 760 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 15 | - | 868 | 605 | ** | 760 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 16 | 0,0012 | 854 | 573 | 900 | 760 | FAN | YOK | CAST-95 |
| 17 | - | 880 | 650 | ** | 760 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 18 | - | 900 | 725 | ** | 800 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 19 | - | 886 | 600 | ** | 760 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |
| 20 | - | 1024 | 638 | ** | 900 | FAN | V=5 mm | CAST-95 |

Çizelge 4.1. Ön deneylerin parametre değişiklikleri ve deneysel şartlarının genel gösterimi.

EK-4. Ön deneylerde kullanılan parametreler ve elde edilen makro yapılar

*8 no'lu deneyde üst ocağı sıvı metal içine daldırılmış ısıl çift kontrol etmiştir. Üst fırın sıcaklığı deney süresince 750 $^{\circ}$ C'de sabit tutulmuştur.

** 9, 11, 12, 14, 15, 17, 18, 19 ve 20no'lu deneylerde üst fırın farklı rejimlerde çalıştırılmıştır. 9, 11, 12, 14, 15, no'lu deneylerde aynı fırın rejimleri kullanılmıştır.





Resim 4.1. Yapılan ön deneyler sonucu elde edilen makro yapılar.



EK-4 (Devam) Ön deneylerde kullanılan parametreler ve elde edilen makro yapılar

Resim 4.1. (Devam) Yapılan ön deneyler sonucu elde edilen makro yapılar.

EK-5 Makro ve mikro incelemede kullanılan dağlayıcılar

Çizelge 5.1. Makro incelemede kullanılan TUCKER dağlayıcısı.

| Konsantrasyonlu HCI 45 kısım |
|--------------------------------------|
| Konsantrasyonlu HNO₃ 15 kısım |
| %48 Konsantrasyonlu HF 15 kısım |
| Damıtılmış H ₂ O 25 kısım |

Çizelge 5.2. Mikro inceleme için hazırlanan dağlayıcı formülü.

| 5 ml HF (hidroflorik asit) |
|------------------------------|
| 20 ml HNO₃ (nitrik asit) |
| 20 ml HCl (hidroklorik asit) |
| 65 ml H ₂ O (su) |

EK-6 Yönlü katılaşma düzeneği ile ilgili fotoğraflar



Resim 6.1. Yönlü katılaşma düzeneğinin son hali.



Resim 6.2. Deneyler sırasında kullanılan kalıp ve parçaları.

EK-6 (Devam) Yönlü katılaşma düzeneği ile ilgili fotoğraflar



Resim 6.3. Yönlü katılaşma düzeneğinde kullanılan fırın ve fırın yalıtımı.



Resim 6.4. Kalıbın fırın içindeki görüntüsü.
ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

| Soyadı, adı | : ÜNALAN, İlker | |
|----------------------|---------------------------|--|
| Uyruğu | : T.C. | |
| Doğum tarihi ve yeri | : 10.01.1981 Ankara | |
| Medeni hali | : Bekar | |
| Telefon | : 0 (542) 566 98 55 | |
| e-mail | : nibsdesign@yahoo.com.tr | |

| Eğitim Derece | Eğitim Birimi | Mezuniyet Tarihi |
|--------------------|---|------------------|
| Lisans | Gazi Üniversitesi Döküm Öğretmenliği | 2003 |
| Orta öğretim | Yeni Mahalle Teknik Lisesi | 1997 |
| İş Deneyimi Yıl | Yer | Görev |
| 2005 | Nibsdesign Itd.şti. | Üretim müdürü |
| Yabancı Dil | | |
| İngilizce | | |

Hobiler

Masa tenisi, Yüzme, Satranç