

**KARBON NANOTÜP ÜRETİMİ İÇİN
KULLANILAN DEMİR KATKILI ALÜMİNADA
TANE YÖNLENME MİKTARININ
BELİRLENMESİ**

Didem ÜNAL
Yüksek Lisans Tezi

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı – Nanoteknoloji
Ocak-2010

Bu tez çalışması Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu tarafından desteklenmiştir. Proje No: 108M185

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Didem ÜNAL' ın “Karbon Nanotüp Üretimi İçin Kullanılan Demir Katkılı Alüminada Tane Yönlenme Miktarının Belirlenmesi” başlıklı **İleri Teknolojiler** Anabilim Dalı **Nanoteknoloji** Bilim Dalındaki, Yüksek Lisans tezi 14 Ocak 2009 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	Adı-Soyadı	İmza
Üye (Tez Danışmanı)	: Prof. Dr. SERVET TURAN
Üye	: Doç. Dr. ENDER SUVACI
Üye	: Yard. Doç. Dr. ERMAN BENGÜ

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

Enstitü Müdürü

ÖZET
Yüksek Lisans Tezi

**KARBON NANOTÜP ÜRETİMİ İÇİN KULLANILAN DEMİR KATKILI
ALÜMİNADA TANE YÖNLENME MİKTARININ BELİRLENMESİ**

Didem ÜNAL
Anadolu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
İleri Teknolojiler Anabilim Dalı
Nanoteknoloji
Danışman: Prof. Dr. Servet TURAN
2010, 85 sayfa

Çok kristalli malzemeler tek kristal tanelerinin bir araya gelmesiyle oluşur ve genellikle tanelerin yönlenmesi gelişigüzedir. Eğer malzeme içinde kristalografik yönlenmeler rastgele değil ve tercihli bazı yönlenmeler varsa bu yapıya yönlenmiş (textured) yapı denir. Kristallerin tercihli yönlenme yüzdesine bağlı olarak yönlenmeler zayıf, orta ve güçlü şeklinde sınıflandırılabilir. Birçok malzemenin anizotropik kristal yapısına sahip olması nedeniyle malzemelerin özellikleri yöne bağlı olarak değişmektedir. Son zamanlarda yönlenmiş malzeme üretmek üzere değişik yöntemler geliştirilmiştir. Malzemelerdeki yönlenmenin saptanması, geri yansıyan elektron difraksiyonu (EBSD), x-ışınları difraksiyonu (XRD) ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) tekniklerinin kullanımı ile yapılabilir. EBSD tekniği, taramalı elektron mikroskobundan (SEM) mikron altı çözünürlükte kristalografik bilgi elde etmeyi sağlayan önemli bir teknik olup, incelenen malzemenin kristal yapısı, morfolojisi, kimyası ve fiziksel özellikleri arasındaki bağlantı hakkında bilgi edinmemizi sağlar. Bu çalışmada, karbon nanotüplerin üretimi için altlık olarak kullanılmak üzere yönlendirilmiş çekirdekle kontrollü tane büyümesi (TGG) yöntemi ile üretilen Fe-katkılı alümina seramiklerin yönlenme derecesi, EBSD tekniği kullanılarak ilk kez saptanıp, yönlendirilmiş alümina altlıkların üretimi ve EBSD için numune hazırlamada takip edilecek optimum koşullar belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: EBSD, elektron difraksiyonu, yönlenmiş malzemeler, kristallografi

ABSTRACT
Master of Science Thesis

**DETERMINATION TEXTURE FRACTION in FE-DOPED ALUMINA
SUBSTRATES USED for PRODUCTION of CARBON NANOTUBES**

Didem ÜNAL
Anadolu University
Graduate School of Sciences
Advanced Technologies Program
Nanotechnology
Supervisor: Prof. Dr. Servet TURAN
2010, 85 pages

Polycrystalline materials are formed of an aggregate of single crystal grains. Grains in polycrystalline materials are usually randomly oriented. If the crystallographic orientations between the grains are not random, but have some preferred orientation, the sample has a weak, moderate or strong texture and their properties depend on the amount of texture. Texture in materials can be characterized by using different techniques, such as x-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscopy (TEM) based techniques but the most powerful and effective technique is a scanning electron microscope (SEM) based electron backscattered diffraction (EBSD) technique which is useful for obtaining crystallographic information in the SEM at submicron resolutions. It allows the determination of relationship between grains as well as morphology and the chemistry of grains. The purpose of this study is to reveal the degree and quality of texture in iron doped alumina ceramics produced by TGG technique which are utilized as substrates for CNT growth. The goal of this work is to determine the degree of texture in iron doped alumina ceramics for the first time by using EBSD technique, hence to determine best conditions for production and for sample preparation techniques of high quality textured iron-doped α -Al₂O₃ ceramics for CNT growth. As a result, in alumina ceramic substrates, which contain liquid phase and 10wt% iron doped alumina exhibit the best orientation of all.

Keywords: EBSD, electron diffraction, textured materials, orientation, crystallography

TEŞEKKÜR

Çalışmalarımın gerçekleştirilmesinde fikir ve önerileriyle bana yol gösteren ve desteğini hiçbir zaman esirgemeyen tez danışmanım, saygıdeğer hocam Prof. Dr. Servet TURAN' a,

Deneysel çalışmalarımdeki değerli fikirleri ve eğitim süresindeki desteğinden dolayı Doç. Dr. Ender SUVACI, Araş. Gör. İ. Özgür ÖZER' e, Araş. Gör. Hilmi YURDAKUL' a ve Öğr. Gör. Orkun TUNÇKAN' a

Bu çalışmada kullanılan numunelerin üretilmesinde görev alan doktora öğrencisi Araş. Gör. Yasemin Bozkaya ÇELİK' e,

Cross polisher cihazı kullanımında yardımını esirgemeyen Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Elektron Mikroskopları Laboratuar sorumlusu Uzman Sinem KAYHAN' a

Çalışmalarım süresince özverili bir şekilde bana destek olan grup arkadaşlarım Pınar KAYA, Tuğçe KARAKULAK, Çiğdem ÖZSOY, Sinem KAYHAN, Tolun UĞUZ, Bülent ARIKAN, Sema AKDEMİR' e ve yardımlarını esirgemeyen Gürkan YILMAZOĞLU' na ve maddi-manevi olarak her zaman yanımda olan, hayatım boyunca beni hiç yalnız bırakmayan aileme yürek dolusu teşekkürlerimi sunarım.

Didem ÜNAL
Ocak-2010

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
2. YÖNLENME ve YÖNLENMENİN TESPİT EDİLMESİ	3
2.1 Yönlenme Nedir?	3
2.2 EBSD Tekniği	4
2.2.1 EBSD' nin Çalışma Mekanizması	5
2.2.2 Kristal Dağılım Haritası	5
2.2.3 Patern Kalite Haritalaması	6
2.2.4 İndeksleme	6
2.2.5 EBSD Analizinde Numune Hazırlamanın Etkisi	7
2.3 Seramiklerde EBSD Tekniği ile Yapılan Çalışmalar	10
2.4 Amaç ve Önem	15
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	17
3.1 Alümina Altlıkların Üretimi	17
3.2 Numunelerin X-Işını Kırınımı Analizi için Hazırlanması ve İncelenmesi..	18
3.3 Numunelerin Geri Yansıyan Elektron Kırınımı (EBSD) Analizi için Hazırlanması.....	18
3.3.1 Geleneksel Parlatma Yöntemi ile Numune Hazırlama	20
3.3.2 F.I.B ile Numune Hazırlama	20
3.3.3 Mikro Parlatıcı Cihazı ile Numune Hazırlama	21
3.3.4 Cross Section Polisher ile Numune Hazırlama	21
3.3.5 Termal Dağlama.....	22

3.4 Numunelerin SEM-EDX ve SEM-EBSD ile İncelenmesi	22
4. DENEYSEL SONUÇLAR.....	24
4.1 Fe-Katkılı Alümina Seramiklerinin XRD Sonuçları	24
4.2 Fe-Katkılı Alümina Sisteminin SEM-EDX-WDX ile Analizi	28
4.2.1 Sıvı Faz İçeren (10Fe5PL1LP) Kodlu Numunenin SEM-EDX Sonuçları	28
4.2.2 Sıvı Faz İçermeyen (10Fe5PL0LP) Kodlu Numunenin SEM-EDX Sonuçları	33
4.2.3 Sıvı Faz İçeren (10Fe5PL1LP) Kodlu Numunenin SEM-WDX Sonuçları	36
4.3 EBSD Sonuçlarının Kalitesini Etkileyen Parametreler	37
4.3.1 EBSD Sonuçları Üzerinde Numuneden Kaynaklanan Etkiler	37
4.3.2 Mikroskop Parametrelerinin EBSD Haritaları Üzerindeki Etkisi	47
4.4 %10 Demir Katkılı Alümina Numunelerinin EBSD Analizi	51
4.4.1 Numunelerin Normal Yönden İncelenmesi	51
4.4.2 Numunelerin Kesitten İncelenmesi	60
4.4.2.1 Numunenin Uzun Kesitten İncelenmesi	60
4.4.2.2 Numunenin Kısa Kesitten İncelenmesi	66
4.5 %2Fe İçeren Sıvı Faz ilaveli Alümina Numunelerinin Kesitten İncelenmesi	71
5. SONUÇLAR	78
KAYNAKLAR	81

ŞEKİLLER DİZİNİ

2.1. Kristal dağılım haritalama yönleri	6
2.2. (a) Çatlak veya bir boşluktan alınmış, (b) gölge oluşmuş bir bölgeden alınmış, (c) ideal bir bölgeden alınmış EBSD paternleri.....	8
2.3. Numune hazırlamanın EBSD patern kalitesi üzerine olan etkisi	9
2.4. İyi hazırlanmış bir numuneden (Ti-Al 20kV) elde edilen EBSD görüntüsü.....	10
2.5. (a) SEM görüntüsü ve (b) SEM görüntüsüne ait bölgenin EBSD ile elde edilmiş yönlenme haritası. Aynı renkler, aynı yönlerde yönlenmiş taneleri göstermektedir	11
2.6. Olivin, diopsit ve enstatit fazlarından oluşan numunenin yönlenme haritası (a) ve aynı bölgenin faz dağılımı haritası(b). (b) de kırmızı renk, olivine $(Mg,Fe)_2SiO_4$, mavi renk; diopsit $Ca(Mg,Fe)Si_2O_6$ ve yeşil ise enstatite $(Mg,Fe)SiO_3$ fazlarını temsil etmektedir	12
3.1 XRD ve SEM-EBSD incelemeleri için numune hazırlama aşamaları	19
3.2. FIB cihazına ait genel görüntü	20
3.3. Cross Section Polisher cihazı	21
3.4. Zeiss Supra 50VP, Oxford Inca HKL WDX, EBSD ve EDX dedektörü.....	22
3.5. Oxford Inca HKL EBSD dedektörüne ait görüntü.....	23
3.6. EBSD analizi başlangıcında seçilmesi gereken faz tablosu.....	24
4.1. Fe-katkılı Al_2O_3 deki kristalografik yönlenmeyi gösteren (a) 10Fe0PL0LP, (b) 10Fe5PL0LP, (c) 10Fe5PL1LP ve (d) 10Fe5PL5LP numunelerine ait XRD grafikleri	25
4.2. 1600°C’de 2 saat sinterlenen ve sıvı faz içermeyen (a) 1Fe5PL0LP (b) 2Fe5PL0LP (c) 5Fe5PL0LP ve (d) 10Fe5PL0LP numunelerine ait XRD grafikleri.....	25
4.3. 1600°C’de 2 saat sinterlenen ve hacimce % 1 sıvı faz içeren (a) 1Fe5PL1LP (b) 2Fe5PL1LP (c) 5Fe5PL1LP ve (d) 10Fe5PL1LP numunelerine ait XRD grafikleri.....	26

4.4.	1600°C’de 2 saat sinterlenen ve hacimce % 5 sıvı faz içeren (a) 1Fe5PL5LP (b) 2Fe5PL5LP, (c) 5Fe5PL5LP ve (d) 10Fe5PL5LP numunelerine ait XRD grafikleri	26
4.5.	Sıvı faz içermeyen numuneye ait a) ikincil elektron görüntüsü (Kimyasal analiz yapılan alan kırmızı çerçeve ile belirtilmiştir), b) bu alana ait EDX spektrumu, c) çerçeve ile belirlenen alandan elde edilen kimyasal analiz sonucu.....	29
4.6.	1000x büyütmede alınmış a) geri yansıyan elektron görüntüsü, b) farklı renklerle gösterilen bölgelerin kimyasal analiz sonuçları ve bu sonuçlardan hesaplanan oksit miktarları.....	30
4.7.	2000x büyütmede alınmış a) geri yansıyan elektron görüntüsü, b) farklı renklerle gösterilen bölgelerin kimyasal analiz sonuçları ve bu sonuçlardan hesaplanan oksit miktarları.....	31
4.8.	Sıvı faz içeren numuneye ait a) geri yansıyan elektron görüntüsü, b) elementel dağılım haritası, c) Al elementine ait dağılım, d) Fe elementine ait dağılım, e) Oksijene ait dağılım, f) Ca elementine ait dağılım haritası.....	32
4.9.	Sıvı faz içermeyen numuneye ait a) geri yansıyan elektron görüntüsü, b) sarı çerçeve ile belirtilen bölgenin kimyasal analiz sonucu ve bu sonuçlardan hesaplanan oksit miktarları	33
4.10.	Sıvı faz içermeyen numunenin a) 1000x büyütmede alınmış geri yansıyan elektron görüntüsü, b) sarı çerçeve ile belirtilen alanın kimyasal analiz sonucu, c) nokta ile verilen (.) bölgelerin kimyasal analiz sonuçları ve bu sonuçlardan hesaplanan oksit miktarı	34
4.11.	Sıvı faz içermeyen numuneye ait a) geri yansıyan elektron görüntüsü, b) nokta ile verilen (.) bölgelerin kimyasal analiz sonuçları ve bu sonuçlardan hesaplanan oksit miktarı (Not:kesikli çizgi ile z-ışını sinyallerinin geldiği alan gösterilmiştir.).....	35
4.12.	Sıvı faz içeren numuneye ait EDX spektrumu.....	36
4.13.	Sıvı faz içeren numuneye ait WDX ve EDX spektrumlarının üst üste çakıştırılması	36

4.14. Yüzeyi düzgün olmayan bir numuneye ait patern kalite görüntüsü.....	38
4.15. FIB cihazı ile hazırlanan numune yüzeyi.....	38
4.16. 4,5kV uygulanarak, 16 saat kesit alanından parlatma yapılmış alümina numunesine ait ikincil elektron görüntüsü	39
4.17. Alümina numunesine ait a) ikincil elektron görüntüsü, b) ikincil elektron görüntüsüne ait bölgenin patern kalite haritası.....	40
4.18. CP numunesiyle hazırlanmış kompozit numunesinin a) geri yansıyan elektron görüntüsünü, b) kalite patern haritası görüntüsü	41
4.19. Geleneksel parlatma tekniği ile hazırlanmış alümina numunesinin a) geri yansıyan elektron görüntüsünü, b) kalite patern haritası görüntüsü.....	42
4.20. Termal dağlama tekniği ile hazırlanmış alümina numunesinin a) geri yansıyan elektron görüntüsünü, b) kalite patern haritası görüntüsü.....	43
4.21. a) Çukur bölgeden ve b) düzgün bölgeden elde edilmiş patern görüntüleri	45
4.22. a) Patern kalitesinin orta düzeylerde olduğu patern grafiği ve b) gürültünün elimine edilmesi sonrası patern kalitesi	45
4.23. a) İletken germanyum numunesinin, b) şarjlanmış alümina numunesinin ve c) VP modunda incelenen alümina numunesinin patern kalitesi	46
4.24. Hızlandırma voltajının Kikuchi bantlarına ve patern kalitesine etkileri: (a) 1kV, (b) 5kV, (c) 10 kV, (d) 15 kV, (e) 20 Kv, (f) 25kV	48
4.25. Açıklığın Kikuchi bantlarına ve patern kalitesine etkileri: (a) 7,5 µm, (b) 10µm, (c) 20 µm, (d) 30 µm, (e) 60 µm (f) 120 µm.....	49
4.26. a) 16 ms, b) 92 ms ve c) 111 ms analiz süreleri için elde edilen bant görüntüleri	50
4.27. Numunelerin incelenme yönü	51
4.28. a) Sıvı faz içeren numunelere ve b) sıvı faz içermeyen numunelere ait geri yansıyan elektron görüntüleri.....	52
4.29. a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelere ait kalite haritaları	53

4.30 a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen alümina numunelerine ait normal yön kristal dağılım haritası ve inverse pole grafikleri	54
4.31. a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen alümina numunelerine ait enine yön kristal dağılım haritaları ve inverse pole grafikleri	55
4.32 a) Sıvı faz içeren alümina numunesi ve b) sıvı faz içermeyen alümina numunesine ait çapraz yön kristal dağılım haritası ve inverse pole grafikleri.....	56
4.33. a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen alümina numunelerine ait pole grafikleri	57
4.34. (a-b-c) Sıvı faz içeren alümina numunesine ait üç farklı yönden patern kalite haritası ile kristal dağılım haritası birleşimi (devamı)	58
4.34 (d-e-f) Sıvı faz içermeyen alümina numunesine ait üç farklı yönden patern kalite haritası ile kristal dağılım haritası birleşimi	59
4.35. a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin aynı ölçekte fiber yön grafikleri.....	60
4.36. a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunenin kesitten elde edilmiş geri yansıyan elektron görüntüleri (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)	61
4.37 a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numuneye ait kalite patern haritaları (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir).....	61
4.38. a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin normal yönden kristal haritası (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir).....	62
4.39. a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin enine yön kristal haritası (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)	63
4.40. a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin çapraz yön kristal haritası (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)	63
4.41. Sıvı faz içeren (a,b,c) ve sıvı faz içermeyen (d,e,f) numunelerin inverse pole grafikleri	64
4.42. Sıvı faz içeren a,b,c) ve sıvı faz içermeyen d,e,f) numunenin pole grafikleri.....	65
4.43 a) Sıvı faz içeren numunenin, b) sıvı faz içermeyen numunenin fiber yön grafiği.....	65

4.44. a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunenin kesitten elde edilmiş geri yansıyan elektron görüntüleri (Not: İki farklı görüntü birleştirilmiştir)	67
4.45. a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numuneye ait kalite patern haritaları (Not: İki farklı görüntü birleştirilmiştir)	67
4.46. a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin normal yönden kristal haritası (Not:İki farklı görüntü birleştirilmiştir).....	68
4.47. a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin enine yönden kristal haritası (Not:İki farklı görüntü birleştirilmiştir).....	68
4.48. a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin çapraz yönden kristal haritası (Not:İki farklı görüntü birleştirilmiştir).....	69
4.49. Sıvı faz içeren (a,b,c) ve sıvı faz içermeyen (d,e,f) numunelerin inverse pole grafikleri	69
4.50. Sıvı faz içeren a,b,c) ve sıvı faz içermeyen d,e,f) numunenin pole grafikleri	70
4.51. a) Sıvı faz içeren numunenin, b) sıvı faz içermeyen numunenin fiber yön grafiği.....	71
4.52. %2 Fe içeren sıvı faz ilaveli alümina numunesinden elde edilen geri yansıyan elektron görüntüsü (a), patern kalite haritası (b).....	72
4.53. %2 Fe içeren sıvı faz katkılı numunenin d) normal yön, e) enine yön ve f) çapraz yönlenme haritası ve inverse pole grafikleri (d,e,f)	73
4.54. %2 Fe içeren alümina örneğinin pole grafiği.....	74
4.55. Daha yüksek büyütmede %2 Fe içeren sıvı faz ilaveli alümina sistemi a) geri yansıyan elektron görüntüsü ve b) patern kalite haritası	75
4.56. %2 Fe içeren sıvı faz katkılı numunenin a) normal yön, b) enine yön, c) çapraz yön haritası ve inverse pole grafikleri	76
4.57. %2 Fe içeren alümina örneğinin pole grafiği	77
4.58. %2 Fe demir içeren alümina numunesinin fiber yönü grafiği	77
5.1. Çok kristalli Fe-katkılı altlığın CCVD sonrası SEM görüntüleri	80

ÇİZELGELER DİZİNİ

4.1. Fe-katkılı alümina numunelerinin hesaplanan Lotgering Faktörleri.....	27
5.1. EBSD sonucuna göre yönlenme miktarları.....	79
5.2. XRD sonucuna göre yönlenme miktarları.....	79

1. GİRİŞ

Malzemeler genellikle tek kristal tanelerinin bir araya gelmesiyle (kümeleşmesiyle) oluşur. Polikristalin katı malzemelerde örneğin, metallerin büyük çoğunluğunda ve seramiklerde tanelerin yönlenmesi gelişigüzel bir şekildedir. Eğer kristallografik yönlenmeler rastgele ise buna ‘random veya gelişigüzel yönlenme’ denir, tercihli olarak belli bir kristallografik yönde yönlenmiş veya yönlendirilmişse buna da ‘texture veya yönlenmiş yapı’ denir. Son yıllarda anizotropik kristal yapıya sahip malzemelerden elde edilen yönlenmiş yapılı malzemeler endüstri ve araştırma alanlarında üretilmektedir. Bu sayede bu malzemelerden rastgele yönlenmiş hallerine göre daha üstün, tek kristale benzer özellikler alınabilmektedir.

Malzemelerde zayıf, orta veya güçlü derecede yönlenme olabilir. Yönlenmenin malzeme özellikleri üzerine büyük etkileri vardır. Yönlenmenin dercesine göre malzemenin özellikleri de değişim gösterir [1].

Son yıllarda yönlenmiş malzeme elde edilmesi amacıyla anizotropik (hekzagonal) kristal yapıya sahip olan alümina (Al_2O_3) seramikleri üzerine çalışmalar yapılmıştır. Alümina; yüksek sürünme mukavemeti, kimyasal olarak inert olması, yüksek elektriksel direnci, yüksek ısı iletkenliği ve yüksek sıcaklık korozyon direnci gibi özellikleri nedeniyle yapısal ve elektriksel uygulamalarda yaygın bir kullanım alanına sahip olan teknolojik olarak önemli bir malzemedir [2].

Bu çalışmada kullanılan demir katkılı alümina altlıklar yönlendirilmiş çekirdekle kontrollü tane büyümesi (Templated Grain Growth, TGG) yöntemi ile üretilmiştir. TGG yöntemi ile diğer yönlenmiş mikroyapı elde etme tekniklerinde görülen yoğunlaşma problemi ortadan kalkar. Ayrıca TGG yöntemi, ucuz bir yöntemdir. TGG yönteminde, az miktardaki anizometrik çekirdek taneleri, ince ve eş-eksenli tanelerden oluşan yoğun bir matris içerisinde şerit döküm, çamur döküm ve ekstrüzyon gibi yöntemlerle kayma kuvvetlerinin etkisi ile yönlendirilir. Isıl işlem sırasında çekirdeklerin etrafında ince taneli matris, çekirdekler tarafından yutulur. Böylece yönlenmiş çekirdekler büyür; yapı hem yönlenmiş hale gelir hem de yoğunlaşmış olur. Bu büyüme, büyümekte olan bir sonraki çekirdek tanesine gelinceye kadar devam eder [3].

Fe-katkılı Al_2O_3 ($\text{Fe}_x\text{Al}_{2-x}\text{O}_3$) seramikler seimli indirgenmeyle yzeylerinde demir adaları oluřturabilmekte ve bu nedenle demir katkılı alümina seramikler nanotüplerin bu Fe adalarının üzerinde büyümesi için kullanılabilir [4]. Bu demir katkılı alümina yönlenmiş mikroyapıya sahip olursa Fe-adalarında yüzeyde daha düzenli olarak üretilebilir. Bu amaçla üretilen Fe-katkılı alüminaların ayrıntılı yönlenme analizi bu tezin içeriğini oluřturmaktadır. Bu analiz sonucunda hem numune hazırlama hem de daha kaliteli yönlenme derecesine sahip numunelerin üretimi için gerekli optimum şartlar belirlenmiştir.

2. YÖNLENME ve YÖNLENMENİN TESPİT EDİLMESİ

2.1 Yönlenme Nedir?

Kristallografik yönlenme; bir kristal hacmi içerisinde düzlemlerin nasıl konumlandığına göre açıklanır. Bu karakteristik özellik, yapısı kristalin olan mineraller, seramikler, yarı iletkenler, süper iletkenler ve metalleri içeren tüm katılar için geçerlidir. Hemen hemen tüm bu malzemeler polikristalindir ve bileşen birimleri kristaller ve taneler olarak adlandırılır. Çoğu malzeme yönlenmelerinde bir düzen söz konusudur. Başta amorf veya ergiyik katı halden kristallenme süreci boyunca, sonradan termo mekanik süreçlerden kaynaklanan belirli bir yönlenme oluşumu ve eğilimi gözlemlenir. Bu eğilim tercihli yönlenme veya daha öz olarak yönlenme (texture) olarak bilinir. Yönlenmenin önemi malzemelerin özelliklerine olan etkisinde yatar. Aslında, yönlenmenin malzeme özellikleri üzerine olan etkisi eğer malzeme anizotropik ise %20-50 arası değerlerde değişmektedir [4].

Malzemelerin bazı özellikleri yöne bağlıdır, bu özelliklerden birkaçı;

- Young Modülü
- Poisson Oranı
- Mukavemet
- Süneklik
- Tokluk
- Dayanıklılık
- Manyetik Geçirgenlik
- Elektriksel iletkenlik ve
- Isıl genleşme (kübik olmayan malzemelerde) [5].

Malzemedeki yönlenme bazı tekniklerin yardımı ile belirlenebilir. Bunlardan bir kısmı;

- Geri Yansıyan Elektron Kırınımı (EBSD),
- Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM),
- X-Işını Kırınımı (XRD) [6].

Bu çalışmada yukarıdaki tekniklerden özellikle EBSD üzerinde durulmuştur.

EBSD tekniđi ile geniř alana sahip numunedeki ynlenmeler belirlenebilirken, XRD ile ynlenme sadece bu tekniđe ait grafikteki piklerden elde edilir. TEM ile ise numunenin kk olmasına bađlı olarak incelenecek alan kısıtlıdır.

2.2 EBSD Tekniđi

EBSD, geri yansıyan Kikuchi difraksiyonu (Backscatter Kikuchi Diffraction - BKD) veya ynlenme grntleme mikroskobu (Orientation Image Mapping - OIM) olarak bilinmektedir ve ilk olarak 1954 yılında Kikuchi paternlerinin Alam, Blackman, ve Pashley tarafından gzlenmesiyle keřfedilmiřtir. Bunun ardından geliřmeye bařlamıř ve son yıllarda yazılım ve donanımdaki hızlı geliřim ile EBSD 'nin kristal malzemeler iin kullanımı kolay ve hızlı hale gelmiřtir [7, 8].

EBSD, Taramalı Elektron Mikroskobundan (SEM) mikron altı znrlkte kristallografik bilgi elde etmeyi sađlayan nemli bir tekniktir. rneđin, kristal yapısı, morfolojisi, kimyası ve fiziksel zellikleri arasındaki bađlantıyı arařtırmamıza olanak sađlar. Geri yansıyan elektron difraksiyon tekniđi bireysel kristal ynlenmelerinin hızlı ve hassas bir biimde llmesine kolaylık sađlayan ok gl bir analitik cihazdır. Bu teknik, ynlenen grnt mikroskopisi veya otomatik kristal ynlenme haritalaması olarak bilinir. EBSD metallerin, minerallerin, yarı iletkenlerin, seramiklerin ve birok inorganik kristal malzemenin kristallografik dođası hakkında kantitatif mikroyapısal bilgi verir.

EBSD sadece ynlenme analizi iin deđil aynı zamanda;

- Nokta Analizinde,
- Faz Analizinde,
- Hatalı ynlenme haritalamasında,
- Taneleri ve tane sınırlarını belirlemede ve
- Paternin kalite haritalamasında kullanılır [9].

Ayrıca EBSD latis simetrileri ve latis parametreleri gibi kristallerin yapısının araştırılmasında kullanılır. Bu yüzden önceden TEM ile yapılan kristallografik çalışmalar EBSD’ de kolaylıkla yapılabilir. EBSD tekniği genellikle kompleks bir örnek hazırlama süreci gerektirmesine rağmen yüksek çözünürlükle TEM’ na göre daha geniş alanların incelenmesine olanak sağlar [9]. Bu gibi özellikleri nedeniyle bu teknik son yıllarda ön plana çıkmıştır.

2.2.1 EBSD’ nin Çalışma Mekanizması

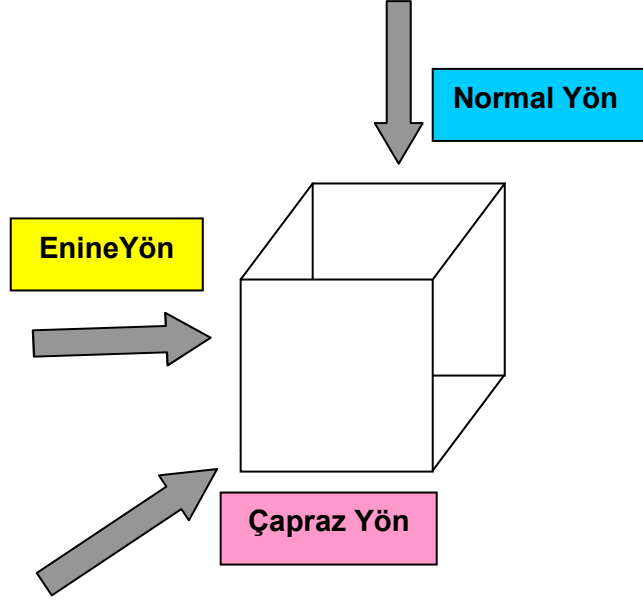
Taramalı elektron mikroskopunda üretilen elektron demeti eğilmiş (tilt edilmiş, 70°) malzemeye çarpar ve elektronlar numune yüzeyinin altına yayılırlar. Ardından kristallografik düzlemlerin içinde kırınımlar oluşur. Kırınıma uğramış elektronlar, kesişen bantlardan (Kikuchi bantları) oluşan bir paterni fosfor ekranında oluştururlar. Bu patern geri yansıyan patern olarak (EBSP) olarak da adlandırılabilir ve çalışılan örnek bölgesinin kristal yapısı ve yönlenmenin karakteristiğini gösterir. Bu bantlar ve patern, malzemenin kristal latis yapısı ile doğrudan alakalıdır ve bantlar incelenerek kristal yapılar hakkında anahtar bilgiler elde edilebilir [10, 11].

2.2.2 Kristal Dağılım Haritası

Kristal dağılım haritalama yönteminde ise elektron demeti numune boyunca pek çok nokta aralığında tarama yapar ve her bir noktadan yansıma paternleri elde edilir ve sonuç olarak kristal dağılımı ölçülür. Elde edilen veri kristal dağılım haritası şeklinde görüntülenebilir ve numunenin mikro yapısı hakkında geniş bilgi sağlamak amacıyla kullanılabilir. Kristal yönlenmesi CCD kamera tarafından toplanan difraksiyon paternlerinin bilgisayar prosesi aracılığıyla Kikuchi band pozisyonlarından hesaplanır [12]. Bu teknikte 3 ayrı noktadan (normal yön, enine yön ve çapraz yön) haritalama yapılır (Şekil 2.1).

Kristal yönlenme haritasında benzer renkler benzer kristallografik yönleri simgeler. Tekdüze olarak yönlene taneler benzer renklerde gözükmürler ama farklı yönlene taneler değişen renklerde gösterilirler. Bu şekilde, tane yapıları ve

boyutları, yeniden kristallenen ve kristallenmeyen bölgeler, tane sınır türleri ve bölgesel yapı kolayca tanınıp ölçülebilir.



Şekil 2.1. Kristal dağılım haritalama yönleri [12]

2.2.3 Patern Kalite Haritalaması

Patern kalite haritalaması tekniği ise malzemede gizli kalmış fark edilmeyen bazı yapısal özellikleri çıkartır. Patern kalite haritaları elektron görüntüsünde görülemeyen tane, tane sınırları ve çizik gibi yüzey kusurlarını açığa çıkarır [12].

2.2.4 İndeksleme

Malzemeleri indekslemek çok önemlidir. Eğer numune iyi kırınım paterni gösteriyorsa uygun indeksleme sürecinde şu aşamalar kullanılır:

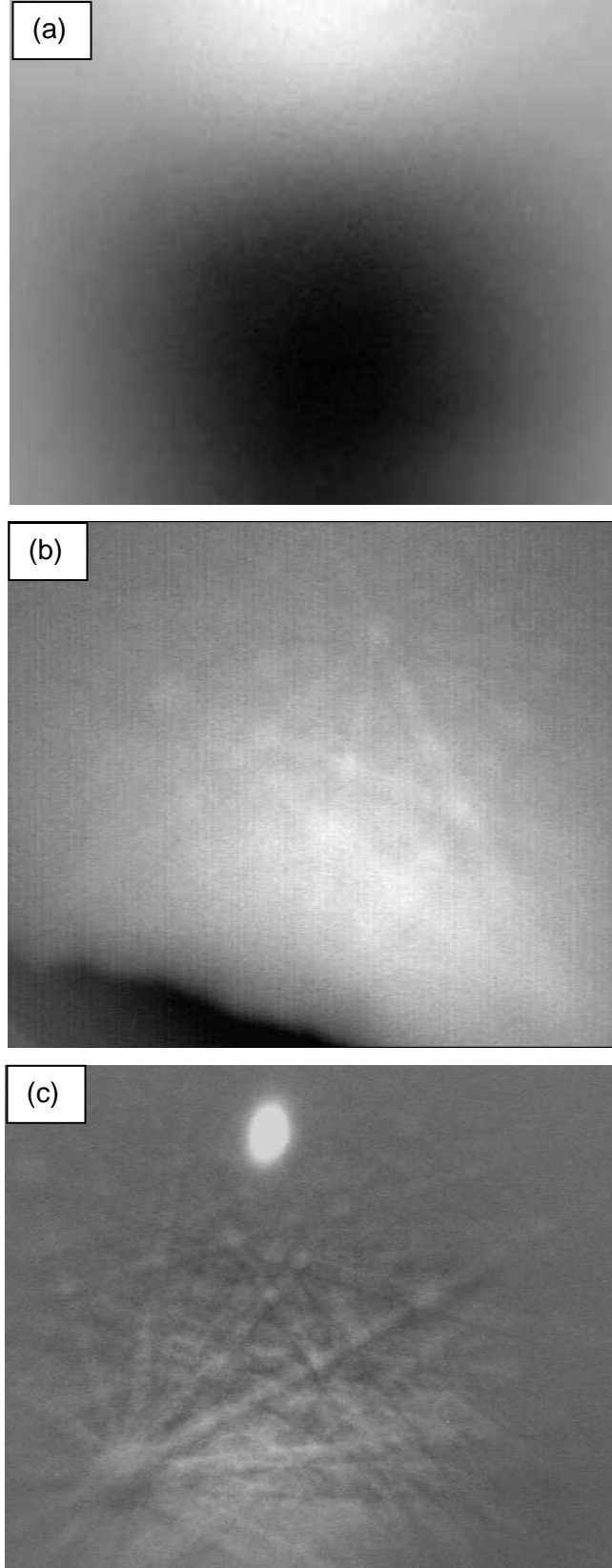
- i. Kikuchi bantlarının yerlerini belirlemek
- ii. Bant arası açıları belirlemek
- iii. Elde edilen açıları teorik referans değerleriyle karşılaştırmak ve
- iv. Fazları belirlemek [11].

2.2.5 EBSD Analizinde Numune Hazırlamanın Etkisi

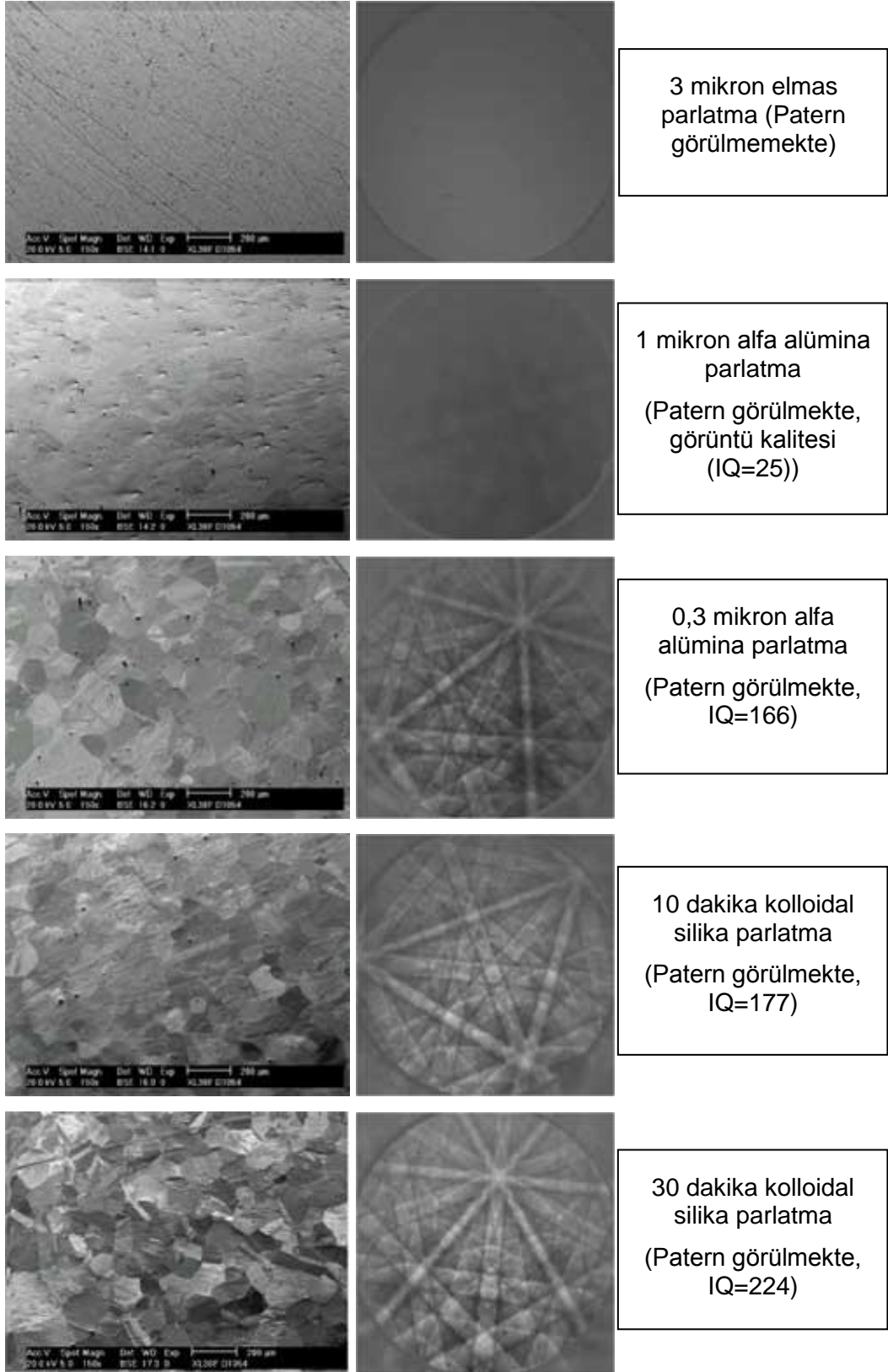
EBSD tekniğinde numune hazırlama en dikkat edilmesi gereken parametredir. Numune hazırlamada en önemli kısım parlatmadır. Numuneye yüksek açıda eğim verilmesinden dolayı yüzey topografyası ya da parçacıklar pürüzsüz hale gelmemiş ise gölgeye neden olurlar ve yüksek kalitede patern elde edilemez. Çatlak veya bir boşluktan alınan bir gölgenin paterni engellemesi sonucu elde edilen ve ideal bir bölgeden alınmış EBSD paternleri Şekil 2.2' de verilmiştir [13].

İyi bir numune hazırlama için; parlatma işlemi kabadan hassasa doğru ilerlemelidir. Ardından da koloidal silika kullanılarak son parlatma ile işlem tamamlanmış olur (Şekil 2.3). Unutulmamalıdır ki, numune ne kadar iyi hazırlanırsa elde edilecek veri o kadar iyi olacaktır. Burada Şekil 2.4' de iyi bir parlatma sonucu elde edilen EBSD paternlerinin kalitesi görülmektedir. Parlatma arttıkça patern kalitesi de artmaktadır [13].

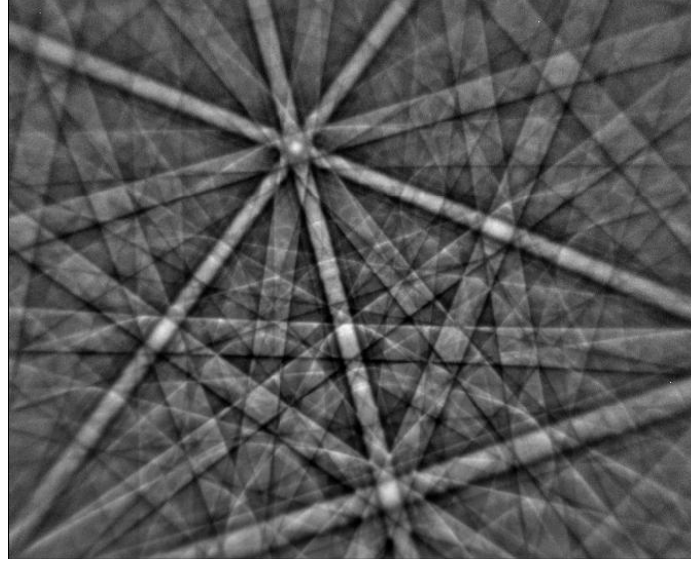
Kabadan ince parlatmaya doğru tüm basamakların yapılmasıyla EBSD görüntü kalitesi çok daha net bir görünüm alacaktır. Şekil 2.4' de iyi hazırlanmış bir Ti-Al numunesinden elde edilen paternler ve Kikuchi bantları görülmektedir.



Şekil 2.2 (a) Çatlak veya bir boşluktan alınmış, (b) gölge oluşmuş bir bölgeden alınmış, (c) ideal bir bölgeden alınmış EBSD paternleri [13]



Şekil 2.3 Seramik numunede, numune hazırlamanın EBSD patern kalitesi üzerine olan etkisi [13]



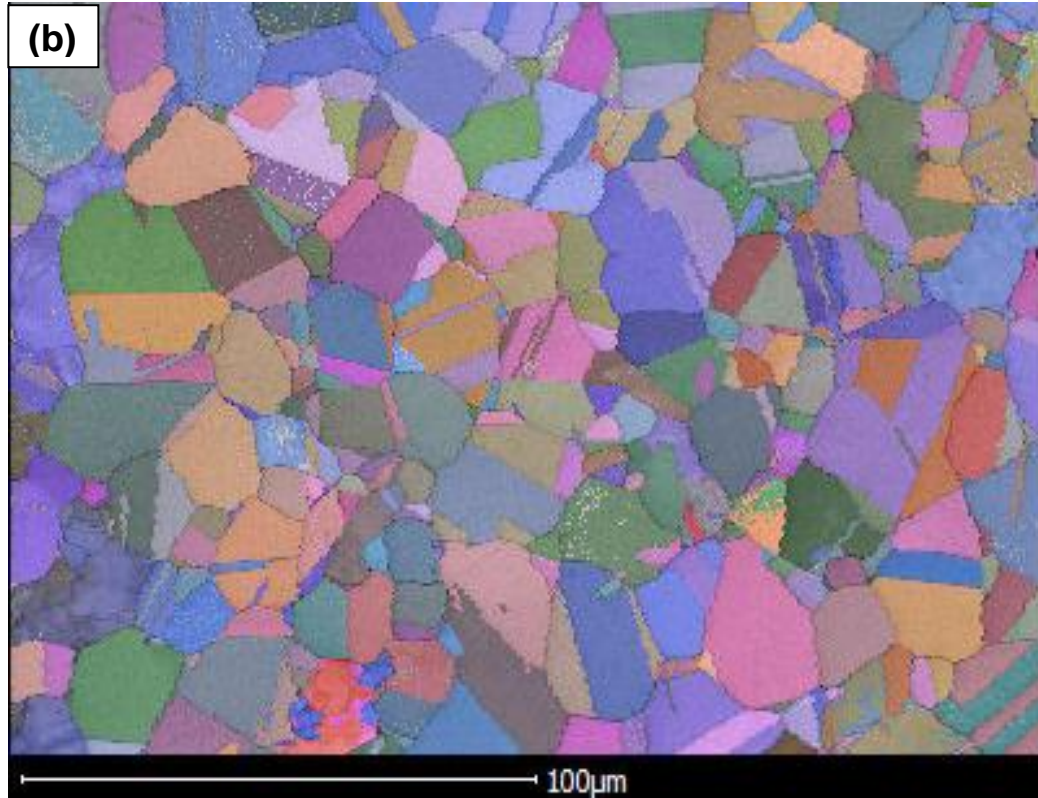
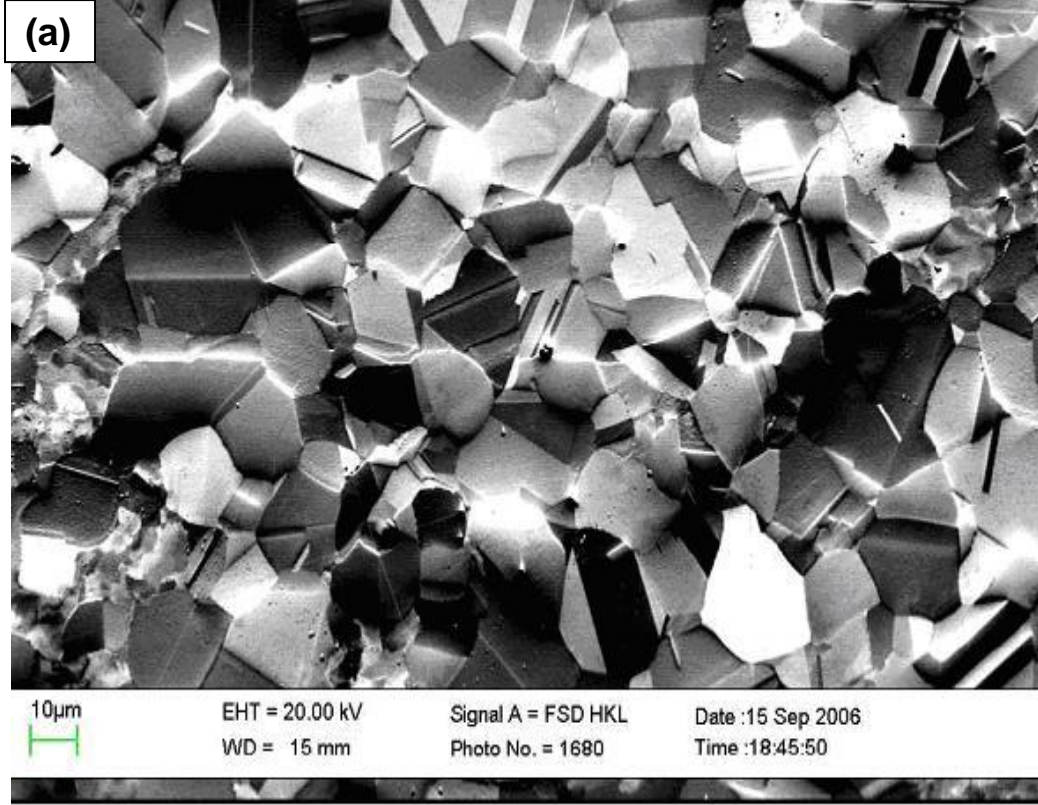
Şekil 2.4 İyi hazırlanmış bir numuneden (Ti-Al 20kV) elde edilen EBSD görüntüsü [13]

2.3 Seramiklerde EBSD Tekniği ile Yapılan Çalışmalar

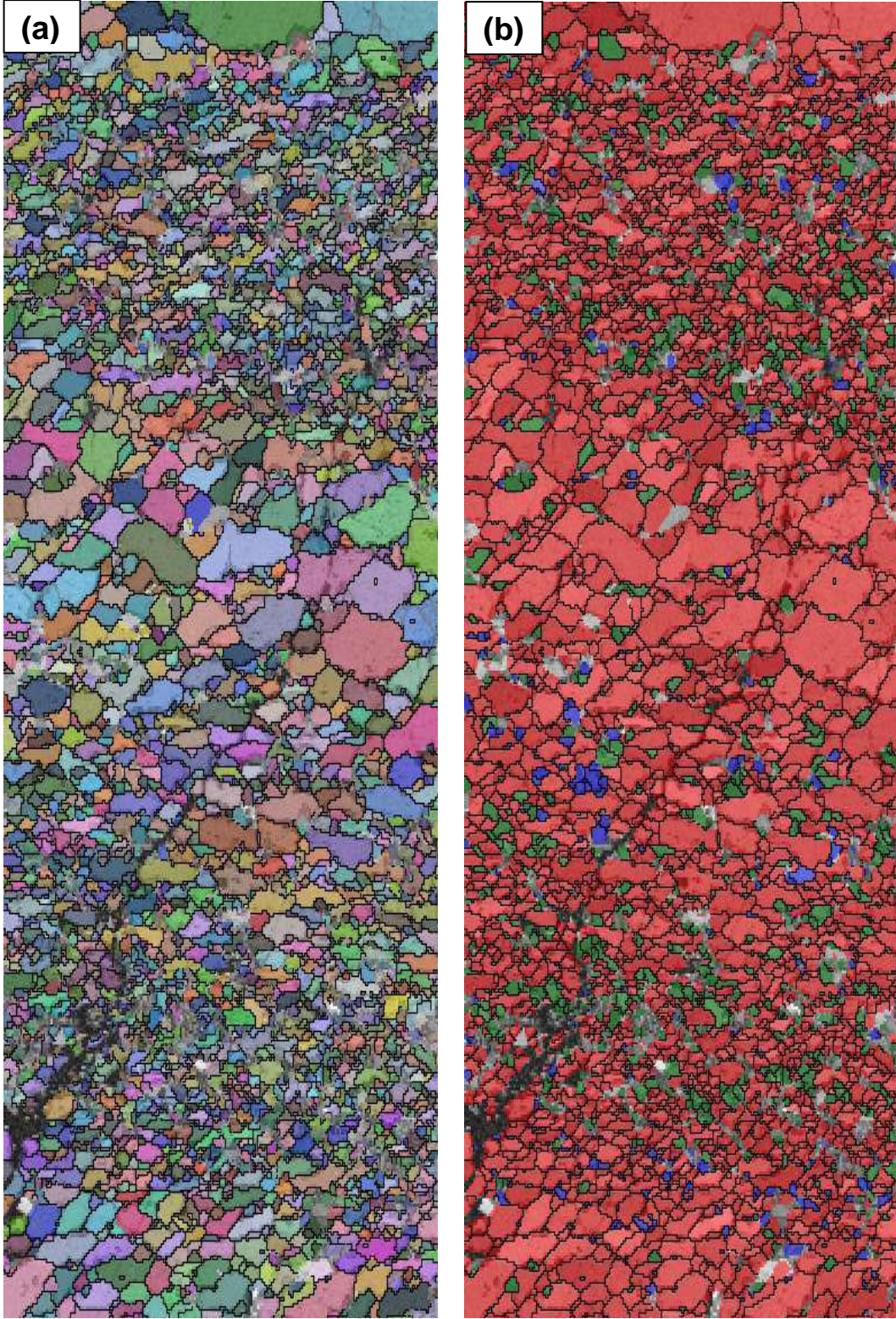
EBSD, metallerden, minerallerden, yarı iletkenlerden, seramiklerden ve birçok inorganik kristal malzemeden mikron altı çözünürlükte kantitatif olarak bilgi elde etmeyi sağlayan önemli bir tekniktir (Faryna, 2003 [11]; Keller, 2004 [27]; Koblischka-Veneva, 2002 [29]; Koblischka, 2003 [30]; MacLaren, 2003 [31]; M'Saoubi, 2005 [34]; Pihan, 2006 [35]; Pihan, 2007 [36]; Nakamachi, 2007 [37]; Suvacı, 2005 [40]; Sztwiertnia, 2006 [41]; Tai, 2002 [42]). Ayrıca TEM ile karşılaştırıldığında, EBSD tekniği genellikle yüksek çözünürlükle çok daha geniş alanların incelenmesine olanak sağlar [14].

EBSD tekniği, seramik, metal ve kompozit gibi farklı malzeme gruplarında, kristal yönlenme haritası ve yönlenme miktarı (Şekil 2.5), hata analizi, faz tayini ve miktarını belirleme ve faz dağılım haritalaması (Şekil 2.6), tane sınırı ölçümü ve morfolojik çalışmalarda, deformasyon mikro yapısı ve gerinim ölçümü gibi çalışmalarda kullanılmıştır [10].

Ayrıca, 2007 yılında Anadolu Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü'nde yapılan bir tez çalışmasında çekirdekli ve çekirdeksiz ZnO esaslı varistör sistemleri EBSD ile incelenmiş ve çekirdekli yapının çekirdeksiz yapıya göre daha düzenli yönlenmelere sebep olduğu tesbit edilmiştir [15].



Şekil 2.5 (a) Metalik kompozit numunesine ait SEM görüntüsü ve (b) SEM görüntüsüne ait bölgenin EBSD ile elde edilmiş yönlenme haritası. Aynı renkler, aynı yönlere yönlenmiş taneleri göstermektedir [16]



Şekil 2.6 Olivin, diopsit ve enstatit fazlarından oluşan numunenin yönlenme haritası (a) ve aynı bölgenin faz dağılımı haritası(b). (b) de **kırmızı renk**, olivine $(Mg,Fe)_2SiO_4$, **mavi renk**; diopsit $Ca(Mg,Fe)Si_2O_6$ ve **yeşil ise** enstatite $(Mg,Fe)SiO_3$ fazlarını temsil etmektedir [16]

Al_2O_3 seramik malzemelerde EBSD çalışmaları mevcuttur. Ancak bu projenin konusu olan Fe- katkılı alumina seramiklerde EBSD, XRD ve TEM çalışması bilginiz dahilinde literatürde mevcut değildir. Katkısız olarak veya farklı katkıların ilavesi ile sinterlenen Al_2O_3 seramiklerinde EBSD tekniğinin kullanımı ile elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir.

Manyetik alan altında slip dökümle şekillendirilip, farklı sıcaklıklarda sinterlenerek üretilmiş $\alpha-Al_2O_3$ seramiğinin yönelme dağılımı nötron difraksiyonu ve SEM-EBSD ile belirlenmiş ve nötron ve elektron difraksiyonu ile tane istatistiklerinde benzer sonuçlar elde edilmiş, ters kutup grafikleri (inverse pole figures) ve EBSD haritaları manyetik alan ve sinterleme sıcaklıklarının yönelme gelişimine etkisi gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre artan sinterleme sıcaklığı ile yönelme artmış ve c eksenli dağılımı netleşmiş, kristal ve tane boyutunun artan sinterleme sıcaklığı ile arttığı belirlenmiştir [17].

Yapılan bir çalışmada ise, Y^{3+} , Nd^{3+} , ve La^{3+} gibi nadir toprak elementlerinin katkıları ile sinterlenen aluminada bu katkıların bazı özel tane sınırlarını teşvik ederek tane sınırı yapısını değiştirdiği öne sürülmüştür. Ancak EBSD tekniği ile hatalı yönelme dağılımı incelemeleri, aluminanın tane sınırı yapısının nadir toprak elementlerinin ilavesi ile önemli ölçüde değişmediğini göstermiştir [18]. Bir diğer çalışmada, alüminyum okside nadir toprak elementleri katılmasıyla (La, Gd, Yb) ile tane sınırı çizgilerinin ve oyuklarının büyüdüğünü EBSD çalışmaları göstermiştir [19].

Bir çalışmada jel döküm prosesiyle hazırlanmış ve c eksenindeki yönelme aljinat ile elde edilmiş alfa aluminada tane yönelmesi ve tane sınırı hatalı yönelme dağılımı için EBSD kullanılmış ve tane sınırında hatalı yönelmelerin 50-60 derece aralığında dağıldığı tespit edilmiştir. Pole ve inverse pole grafikleri EBSD ile ölçülen alfa aluminadaki yönelme ve x ışını difraksiyonu yönelme ölçümü ile karşılaştırılmıştır [20].

Literatürdeki bir diğer çalışmada ise, kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile safir (Al_2O_3) altlık üstünde R yüzünde (1102) ve A yüzünde (1120) büyütülmüş yüksek oranda dizili ve izole edilmiş tek duvarlı karbon nanotüplerinin EBSD analizi sonucunda, tek duvarlı nanotüplerin belirli kristal

yönlerde dizildiği belirlenmiştir. Öte yandan altlığın C yüzünde (0001) büyütülmesi durumunda ise nanotüplerin rastgele yönlendikleri gözlenmiştir [21].

Başka bir çalışmada, sabit sıcaklıkla ısıtma işlemi ile büyütülerek yönlendirilmiş tek kristal alfa alumina (TGO) ve ısıtma çevrimli elektron demeti fiziksel buhar çöktürme yöntemi ile üretilmiş termal bariyer kaplamalar (EB-PVD-TBC) ve sabit sıcaklıkta işlem görmüş hava plazma püskürtmesi ile elde edilmiş termal bariyer kaplamalı numuneler (APS-TBC), yüksek çözünürlüklü EBSD ile incelenmiştir. APS numunesinde önemli miktarda yönelme oluşmamış ancak EB-PVD numunesinde iyi bir yönelme gözlenmiştir [22].

Başka bir çalışmada da, iki farklı sıcaklıkta sinterlenmiş düzensiz yönelmiş alüminyum oksit ve zirkon oksit seramiklerinin genel ve uyumlu konumdaki latis tane sınırları dağılımı EBSD tekniği ile incelenmiştir [23]. Hem alüminyum oksit hem de zirkon oksit için ters kutup şekil grafikleri (inverse pole figures) elde edilmiş ve sonuçlar iki boyutlu random spatial metodu ile karşılaştırılmış ve dağılımlar hesaplanmıştır. Alüminyum oksitte random metodundan ölçülen genel tane sınırı dağılımı sinterleme sıcaklığından bağımsız olan tüm numuneler için aynı karakteristik sapmayı gösterirken zirkon oksitte ise bu davranış gözlenmemiştir. Her iki sıcaklıkta sinterlenen alüminyum oksit ve zirkon oksitteki uyumlu latislerin toplam tane sınırına oranının random metoda göre çok daha fazla olduğu belirlenmiştir. Random modeldeki sapmalar incelendiğinde sapmaların sinterleme sıcaklığına ve latis geometrisine bağlılık göstermediği anlaşılmıştır. Sonuçlara göre; hatalı yönelmenin minimum ve maksimum değeri sinterleme sıcaklığından bağımsız olup, başta kullanılan tozların özelliklerine ve ham yapının üretim sürecine bağlıdır [23].

Litetür çalışmalarında görüleceği üzere Al_2O_3 esaslı malzemelerde EBSD ve diğer teknikler yönelmeleri belirlemek için kullanılmıştır. Ancak bu çalışmanın konusu olan Fe katkılı yönlendirilmiş Al_2O_3 seramiklerinde EBSD çalışmaları bilginiz dahilinde literatürde mevcut değildir.

2.4 Amaç ve Önem

Bu çalışmanın amacı, ‘Karbon Nanotüp Sentezinde Kullanılmak Üzere Fe-Katkılı Al_2O_3 Seramik Tozlarının ve Altlıkların Üretimi’ başlıklı yüksek lisans tezi [24] kapsamında üretilen demir katkılı alümina seramik altlıklarındaki yönlenmeleri ve yönlenme miktarlarını tespit etmek ve süreç parametrelerinin bu oluşuma etkisini incelemektir.

Bu çalışmanın konusu, karbon nanotüplerin üretiminde altlık olarak kullanılmak üzere üretilen demir katkılı alumina seramiklerinde yönlenmelerin ve yönlenme miktarının EBSD tekniği esas alınarak belirlenmesidir.

Bu çalışmanın özgün değeri, demir katkılı alumina seramik altlıklardaki yönlenmelerin karbon nanotüp büyütülmesi üzerine etkisinin ilk kez belirlenerek, karbon nanotüplerin üretiminin kontrolü için önemli olan yönlenmenin istenildiği biçimde kontrol edilmesinin ve daha iyi yönlenmiş malzemelerin üretilerek büyük bir sorun olan karbon nanotüplerin tek tek üretiminde öncü bir konuma gelmektir. EBSD tekniği ile alumina altlıklarda yönlenmelerin nanotüp büyütme üzerine etkisinin belirlenmesi sadece ülkemiz için değil aynı zamanda evrensel boyutta bilimsel açıdan özgün bir çalışma olacak ve literatürde ilk kez yer alacaktır.

Literatür özetinde de belirtildiği gibi yönlenme (anizotropik sistemlerde) malzeme özelliklerinde ve bu özelliklerin geliştirilmesinde önemli bir parametredir. Bu nedenle EBSD ile yapılacak farklı proses koşullarındaki yönlenme miktarı tespiti ürün kalitesi ve diğer bazı özelliklerin örneğin; fiziksel, mekanik yada elektriksel özelliklerin sağlanması için önemlidir. Bu bağlamda projenin başarıyla tamamlanması halinde üstün özellikli yeni karbon nanotüplerin üretiminde kullanılmak üzere elde edilecek demir katkılı alümina seramik altlıklar geliştirilebilecektir. Ayrıca özellikle EBSD tekniği ülkemizde çok az kurumda mevcut olup birçok problemin çözümünde kullanılabilir ancak ülkemizde bu konuda yetişmiş eleman sayısı son derece sınırlıdır. Bu nedenle bu tez ile kazanılacak deneyim ve yetişecek yüksek lisans öğrencisi ile bu teknik daha yaygın olarak kullanılmaya başlayacak ve literatüre katkısının yanı sıra endüstriyel problemlerin çözümünde kullanılması ile de katma değer sağlayacaktır.

Bu çalışmada elde edilmesi beklenen çıktılar şunlardır:

- (i) Fe-katkılı alüminada üretim koşullarının (sıvı faz ve demir miktarı) yönelme üzerindeki etkisinin belirlenmesi
- (ii) Numunenin EBSD analizine hazırlanması için optimum koşulların belirlenmesi ve
- (iii) EBSD analizi için uygun mikroskobik parametrelerin belirlenmesidir.

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada kullanılmış olan alümina altlıklar, ‘Karbon Nanotüp Sentezinde Kullanılmak Üzere Fe-Katkılı Al₂O₃ Seramik Tozlarının ve Altlıkların Üretimi’ başlıklı yüksek lisans tezi kapsamında üretilmiştir [24]. Üretim yöntemi aşağıda özetlenmiştir.

3.1 Alümina Altlıkların Üretimi

Fe-katkılı alümina seramik altlıklar yanma sentezi yöntemi ile üretilip atritör değirmende öğütülen katyonca %2 ve %10 Fe içeren α -Al_{2(1-x)Fe_{2x}O₃ tozları kullanılarak şerit döküm yöntemi ile hazırlanmıştır [24].}

Yönlendirilmiş mikroyapıya sahip seramiklerin üretiminde çekirdek olarak 20±5µm çapında ve 2.0µm kalınlığında plaka şekilli α -Al₂O₃ taneleri (Pyrofine Platelets, Elf-Atochem, Pierre-Benite, France) kullanılmıştır. Çekirdek ilavesi α -Al_{2(1-x)Fe_{2x}O₃ tozunun hacimce %5’ i kadardır. Sıvı faz yapıcı olarak CaO ve SiO₂ (1:1 oranında) kullanılmıştır. CaO + SiO₂, α -Al_{2(1-x)Fe_{2x}O₃ tozunun hacimce %0, %1 ve %5’ i oranlarında ilave edilmiştir. Öğütme ve karıştırma işlemleri için stabilize zirkonya (YTZ) bilyeler kullanılmıştır [24].}}

Hazırlanan çamur süzülüp bilyelerden ayrıldıktan sonra manyetik karıştırıcıya alınmıştır. Karıştırma esnasında çekirdekler 90 µm’ lik elekten geçirilerek çamura ilave edilmiştir. Hazırlanan çamur, şerit döküm yöntemi ile 30 cm/sn döküm hızı ve 400 µm bıçak kalınlığında şekillendirilmiştir. Elde edilen Fe-katkılı Al₂O₃ şeritleri kurutulduktan sonra 2 x 3.5 mm boyutlarında kesilerek 45 MPa basınç ve 70°C sıcaklıkta 10 dk. süre ile laminasyon (6 katman) işlemine tabi tutulmuştur.

Numuneler 1000°C’ de 1 dakika bekletilerek ön-sinterleme yapılmış ve böylece bağlayıcı giderme sonrası numunelerin mukavemetinin artması sağlanmıştır. Bağlayıcıları uzaklaştırılan numuneler alümina bot içerisinde 1600°C’ de 2 saat sinterlenmiştir. Sinterleme sırasında ısıtma ve soğutma hızları 10°C/dk’ dır.

Bu numunelerde katalitik kimyasal buharla biriktirme (CCVD) metodu ile CNT üretimi yapılmıştır. Alümina krozeyle konularak CCVD fırını içerisinde

bulunan kuvars t p n ortasına yerleřtirilen Fe-katkılı Al₂O₃ tozları H₂-CH₄ gaz karıřımı ortamında 1000°C’ de indirgenmiřtir. İndirgenme prosesi ile birlikte oksit tanelerinin y zeyinde oluřan Fe nanopartik llerinin CH₄’  n ayrıřmasını katalize etmesiyle birlikte karbon nanot pler Fe katkılı Al₂O₃ altlıkları  zerinde b y t lm řtir.

3.2 Numunelerin X- Iřını Kırınımı Analizi i in Hazırlanması ve İncelenmesi

Sinterlenmiř Fe-katkılı Al₂O₃ seramiklerinden hazırlanan numuneler metal tutucuyla desteklendikten sonra x-ıřınları difraksiyonu (XRD-Rigaku Rint 2000) cihazının i erisindeki numune tutucuya yerleřtirilerek 40 dakika s reyle, Cu K_  ıřması kullanılarak 20-100° a ıları arasında, 2°/dk tarama hızı ile XRD  ekimleri ger ekleřtirilmiřtir.

XRD teknięi kullanılarak y nlenme miktarını tespit etmek i in Lotgering Fakt r (*f*) form l  kullanılır. Bu form l ile Lotgering fakt r ařaęıdaki řekilde hesaplanmaktadır [32].

$$(f) = \frac{P-P_0}{1-P_0}$$

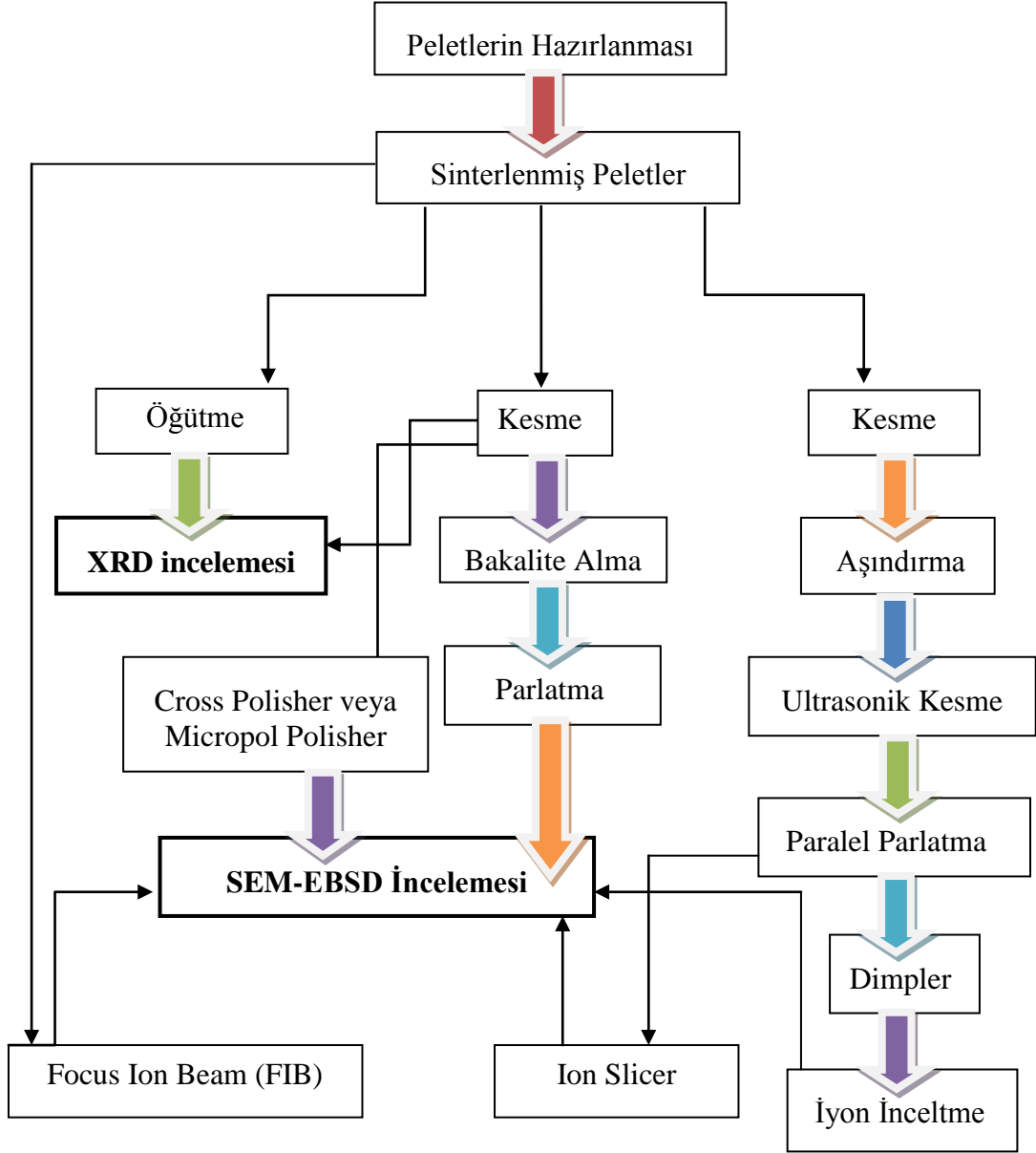
P= Y nlenmiř numunede, y nlenmeyi g steren piklerin řiddet toplamının t m piklerin řiddetleri toplamına oranı.

P₀= Y nlenmemiř numunede, y nlenme beklenen piklerin řiddet toplamlarının t m piklerin řiddetlerinin toplamına oranı.

3.3 Numunelerin Geri Yansıyan Elektron Kırınımı (EBSD) Analizi i in Hazırlanması

EBSD teknięi i in en  nemli parametre numunelerin m kemmел y zey d zg nl ę ne sahip olmasıdır. Y zey d zg nl ę  m kemmел olmayan bir numunede girinti ve  ıkıntılar olacaktır ve bunlar EBSD analizinde g lgeler oluřturarak patern kalitesini d řurecektir. Bu nedenle numune hazırlama geri yansıyan elektron kırınımı teknięi i in en  nemli s re lerdendir.

Fe-katkılı alümina altlıklarda EBSD çalışmalarında bazı güçlükler görülmüştür. Bunlar önceden de belirtildiği gibi yüzey pürüzlülüğünden ve numunenin yalıtkan olmasından kaynaklanan problemlerdir. Bu problemlerin aşılması için çeşitli yöntemler denenmiştir. Bu çalışmada pelet hazırlanmasından başlayarak farklı karakterizasyon teknikleri için izlenecek yöntemler Şekil 3.1’ de verilmiştir.



Şekil 3.1 XRD ve SEM-EBSD incelemeleri için numune hazırlama aşamaları

Bunun için; şerit döküm yöntemi ile hazırlanıp sinterlenmiş numuneler beş farklı teknik ile mikroskopta incelenmek üzere hazırlanmıştır. Bunlar;

- i. Geleneksel parlatma yöntemi ile
- ii. Focus Ion Beam (F.I.B) ile,
- iii. Termal dağlama yöntemi ile,
- iv. Cross Polisher ile,
- v. Mikro parlatıcı ile numune hazırlama parametreleri geliştirilmiştir.

3.3.1 Geleneksel Parlatma Yöntemi ile Numune Hazırlama

SEM-EBSD incelemesi için öncelikle örnekler kalıba alınmıştır (Struers LaboPress-3). Kalıba alınan numuneler yüzey düzgünlüğünün sağlanması için sırasıyla 120, 240, 320, 600, 1200 numaralı aşındırma kağıtları ve 9, 3 ve 1,0 mikron boyutlu elmas süspansiyonları ile otomatik parlatma cihazında (Struers Tegra Pol-25) parlatılmıştır. Parlatmanın son adımında 0,25 mikron koloidal silika kullanılmıştır.

3.3.2 F.I.B ile Numune Hazırlama

Bilkent Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezinde bulunan FIB cihazı (FEI-Nova 600i Nanolab) kullanılarak SEM için yüzeyi düzeltilmiş numune hazırlanmıştır (Şekil 3.2).



Şekil 3.2 FIB cihazına ait genel görüntü

3.3.3 Mikro Parlatıcı Cihazı ile Numune Hazırlama

EBSĐ tekniđi iin zor olan numune hazırlama ařaması bu proje kapsamında alınan mikro parlatıcı (Buehler-Minimet 1000) cihazı kullanılarak geleneksel parlatma yöntemine benzer şekilde gerçekleştirilmiştir. Parlatma işlemi sırasıyla 1000' lik ve 2400' lük SiC keeleriyle parlatılır ve ardından kimyasal solüsyonlarında yardımcı ile ince parlatma işlemine geçilir. Bu işlemlerde sırayla Dac 3µm lik parlatma keesiyle numune başına uygulanan yük 15N olacak şekilde 30 dakika, Nap 1µm lik parlatma keesiyle 30 dakika ve en son olarak da koloidal silika 0,5µm' lik keeyle 50 dakika parlatılmıştır. Ardından TEM numune hazırlama atamanlarından tripod yardımcı ile 0,5' lik lapping film ile elle 10 dakika yüzey parlatılır. Parlatma işleminin ardından yalıtkan olan demir katkılı alümina numunesi yüksek hızlandırma voltajı altında řarjlanmaması iin gerektiğinde karbon ile iyon inceltme cihazında (Baltec-RES-101) kaplanmıştır.

3.3.4 Cross Section Polisher ile Numune Hazırlama

Numuneler řekil 3.3' te verilen Cross Section Polisher cihazı (Jeol SM-09010) ile hazırlanmıştır. Numuneye uygun olarak akım, voltaj ve süre deđerleri belirlenmiştir. Örneđe 4,5kV uygulanarak, 16 saat kesit alanından parlatma yapılmıştır. Doğru řartlar altında parlatılmış numune yüzeyi ok daha pürüzsüz olmaktadır. Numune yüzeyi pürüzsüz ise ok daha iyi patern kalite haritası ve patern elde edilmektedir.



řekil 3.3 Cross Section Polisher cihazı

3.3.5 Termal Dağlama

Numune yüzeyleri otomatik parlatma ile parlatıldıktan sonra bazıları farklı sıcaklıklarda fırında (Nabertherm) 1 saat boyunca termal dağlama yapılmıştır.

3.4 Numunelerin SEM-EDX ve SEM-EBSD ile İncelenmesi

Numunelere ait kimyasal bilgi elde etmek için taramalı elektron mikroskopuna (SEM) (ZEISS SUPRA 50VP-Şekil 3.4) bağlı olan Enerji Saçılımlı X-Işını (EDX)-Oxford INCA dedektörü kullanılmıştır. Numuneler değişken basınç uygulaması ile kaplanmadan incelenmiştir. Çalışma mesafesi EDX analizleri için 8-9 mm' de tutulmuş, 20 kV hızlandırma voltajında ve 30 µm açıklıkta çalışılmıştır.

Geri yansıyan elektron kırınımı (EBSD) (Oxford INCA HKL 5 Channel) ataçmanı SEM' e bağlı olarak çalışan bir dedektördür (Şekil 3.5). EBSD çalışmalarında kullanılacak olan optimum mikroskop parametreleri (hızlandırma voltajı, açıklık ve kamera ayarları) belirlenmiş ve bölüm 4.3.2' de verilmiştir.



Şekil 3.4 Zeiss Supra 50VP, Oxford Inca HKL WDX, EBSD ve EDX dedektörü



Şekil 3.5 Oxford Inca HKL EBSD dedektörüne ait görüntü

EBSD tekniğinde dedektör numuneye yaklaştırıldıktan sonra ikincil elektron görüntüsü ve geri yansıyan elektron görüntüleri alındıktan sonra EBSD analizine geçilir. Bu program üzerinde numune ismi girildikten sonra ilk basamak, fazların girilmesidir (Şekil 3.6). Bu nedenle EBSD analizi yapılmadan önce numunedeki fazların belirlenebilmesi için iyi bir XRD analizine ihtiyaç vardır.

Sample Name: Sample 1

Sample ID: ALUMINA ION BEAM

Sample Notes:

EBSD Crystal Phases

Phase groups: All phases

Phase list:

Name	Lattice	Center
(Fe,Cr)23C6	Triclinic	Primitive
(Mg,93 Fe,07) Ca ...	Cubic	Face cent...
157724-ICSD	Orthorho...	Primitive
31052-ICSD	Hexagonal	Primitive
34286-ICSD	Hexagonal	Primitive

Selected phases in sample:

Fe2O3 (Hematite)

Alumina (Alpha)

Add

Remove

Şekil 3.6 EBSD analizi başlangıcında seçilmesi gereken faz tablosu

4. DENEYSEL SONUÇLAR

4.1 Fe-Katkılı Alümina Seramiklerinin XRD Sonuçları

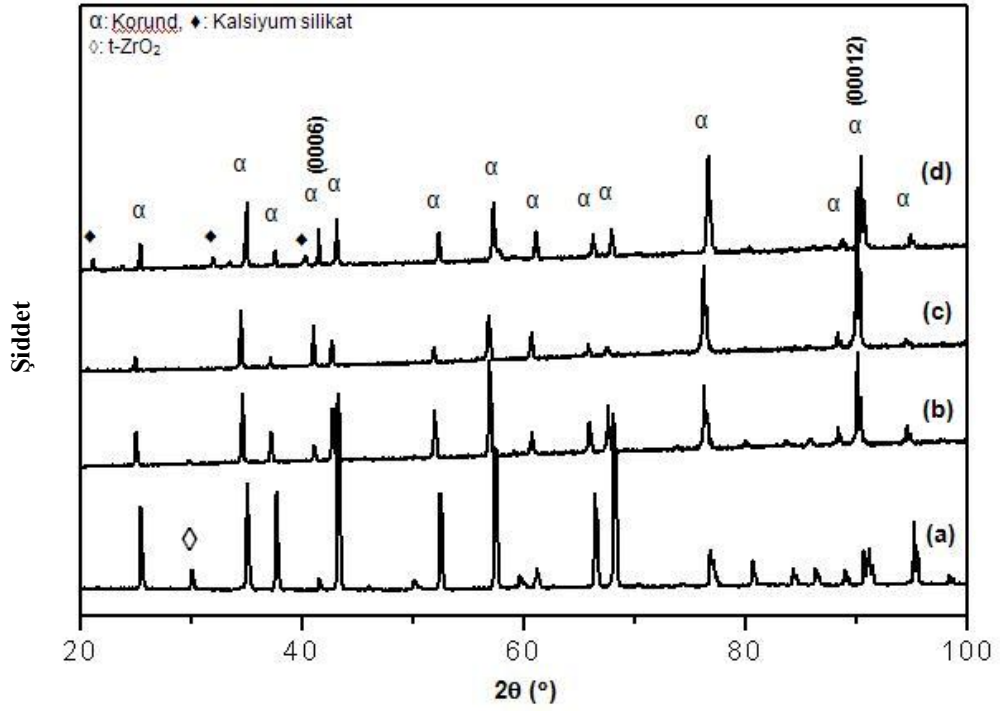
Daha önce sonuçlandırılan bir tez kapsamında [24], Cu K_{α} ışınması kullanılarak 20-100° açıları arasında, 2°/dk tarama hızı ile çekilen XRD paternleri Şekil 4.1-4.4' te tekrar verilmiştir. Yapılan bu analizlerde kullanılan kodlar bir örnekle açıklanacak olursa, örneğin 10Fe5PL1LP ibaresi, katyonca %10 demir (Fe), 5% çekirdek (PL), %1 sıvı faz (CaO+SiO₂) (LP) içeren numune anlamına gelmektedir.

%10 Fe katkılı Al₂O₃ seramiklerinin yüzeyinden elde edilen XRD grafiklerinde; α -Al₂O₃ plaka şekilli çekirdek (Şekil 4.1 (a),(b)) ve sıvı faz ilaveleri (Şekil 4.1 (c),(d)) ile birlikte yaklaşık ~41° ve 90° 2 θ değerlerinde bulunan α -Al₂O₃ plakaların bazal düzlemlerine ait (0006) ve (00012) piklerinin şiddetlerinde meydana gelen artış, numunelerdeki kristallografik yönelmeyi göstermektedir. XRD analizi sonuçları en fazla yönelmenin 10Fe5PL1LP numunesinde elde edildiğini göstermektedir. Sıvı faz yapıcı ilavelerin miktarındaki artış numunelerin yönelme derecelerinde bir miktar düşüşe neden olmuştur (Şekil 4.4 (d)) [24].

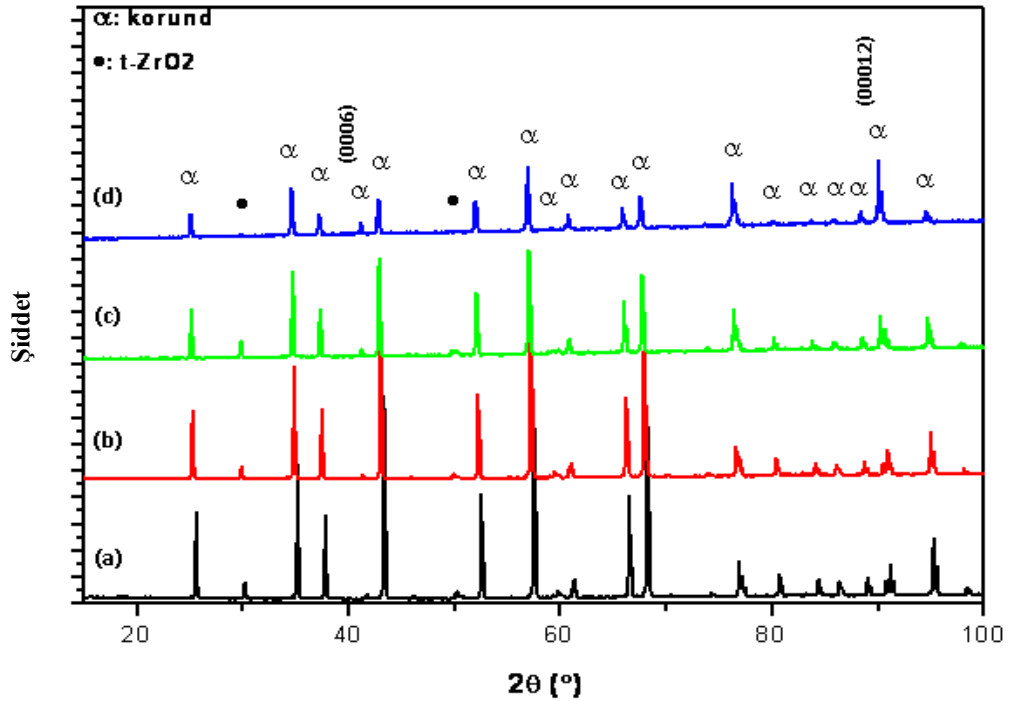
Şekil 4.1-4.4' te verilen XRD paternlerinden sinterlenmiş Fe-katkılı Al₂O₃ seramiklerin yönelme kesirleri yarı kantitatif bir yöntem olan Lotgering Faktörü (f) bölüm 3.1.1' de verilen formüle göre hesaplanmış ve çizelge 1 'de verilmiştir.

Lotgering faktörü hesaplamalarına göre maksimum yönelme fraksiyonu (Şekil 4.3 (d))' de görülen 10Fe5PL1LP numunesine aittir ve Lotgering faktörü, 0,33 civarındadır. Plaka şekilli α -Al₂O₃ çekirdek tanelerinin büyük çoğunluğu şerit döküm yönünde yönelmiştir [24].

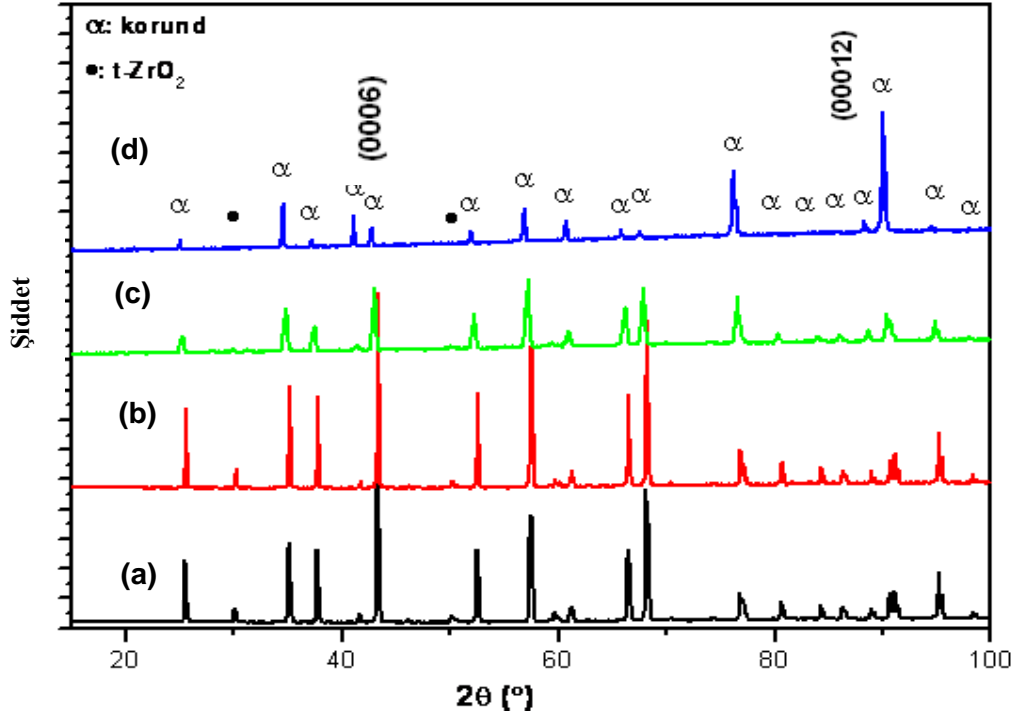
Lotgering faktör hesaplamaları sıvı faz sinterlemesi ile sinterlenen ve/veya katyonca %10 Fe içeren numunelerdeki morfolojik yönelmenin ve yönelme fraksiyonunun diğer numunelere kıyasla daha fazla olduğunu göstermiştir.



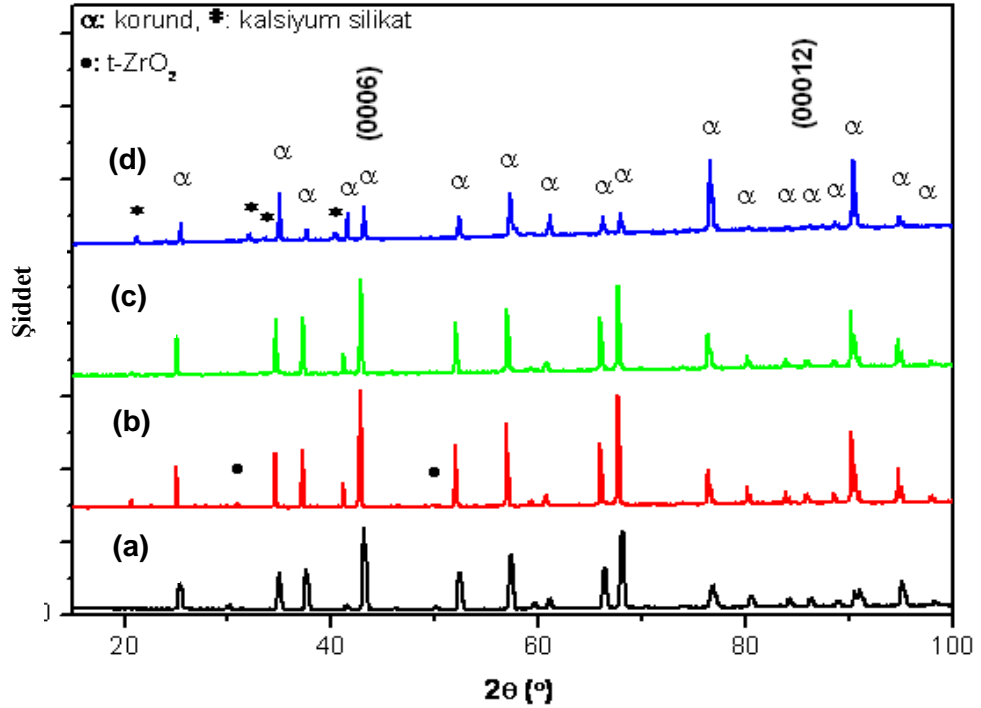
Şekil 4.1 Fe-katkılı Al_2O_3 deki kristalografik yönlenmeyi gösteren (a) 10Fe0PL0LP, (b) 10Fe5PL0LP, (c) 10Fe5PL1LP ve (d) 10Fe5PL5LP numunelerine ait XRD grafikleri [24]



Şekil 4.2 1600°C'de 2 saat sinterlenen ve sıvı faz içermeyen (a) 1Fe5PL0LP (b) 2Fe5PL0LP (c) 5Fe5PL0LP ve (d) 10Fe5PL0LP numunelerine ait XRD grafikleri [24]



Şekil 4.3 1600°C’de 2 saat sinterlenen ve hacimce % 1 sıvı faz içeren (a) 1Fe5PL1LP (b) 2Fe5PL1LP (c) 5Fe5PL1LP ve (d) 10Fe5PL1LP numunelerine ait XRD grafikleri [24]



Şekil 4.4 1600°C’de 2 saat sinterlenen ve hacimce % 5 sıvı faz içeren (a) 1Fe5PL5LP (b) 2Fe5PL5LP, (c) 5Fe5PL5LP ve (d) 10Fe5PL5LP numunelerine ait XRD grafikleri [24]

Çizelge 4.1 Fe-katkılı alümina numunelerinin hesaplanan Lotgering Faktörleri

	Numune Adı	Lotgering Faktör (f)
Şekil 4.1	(a) 10Fe0PL0LP	-
	(b) 10Fe5PL0LP	0,11
	(c) 10Fe5PL1LP	0,33
	(d) 10Fe5PL5LP	0,14
Şekil 4.2	(a) 1Fe5PL0LP	-
	(b) 2Fe5PL0LP	0,01
	(c) 5Fe5PL0LP	0,03
	(d) 10Fe5PL0LP	0,12
Şekil 4.3	(a) 1Fe5PL1LP	-
	(b) 2Fe5PL1LP	0,012
	(c) 5Fe5PL1LP	0,01
	(d) 10Fe5PL1LP	0,33
Şekil 4.4	(a) 1Fe5PL5LP	-
	(b) 2Fe5PL5LP	0,08
	(c) 5Fe5PL5LP	0,05
	(d) 10Fe5PL5LP	0,14

4.2 Fe-Katkılı Alümina Numunelerinin SEM-EDX ve SEM-WDX ile Analizi

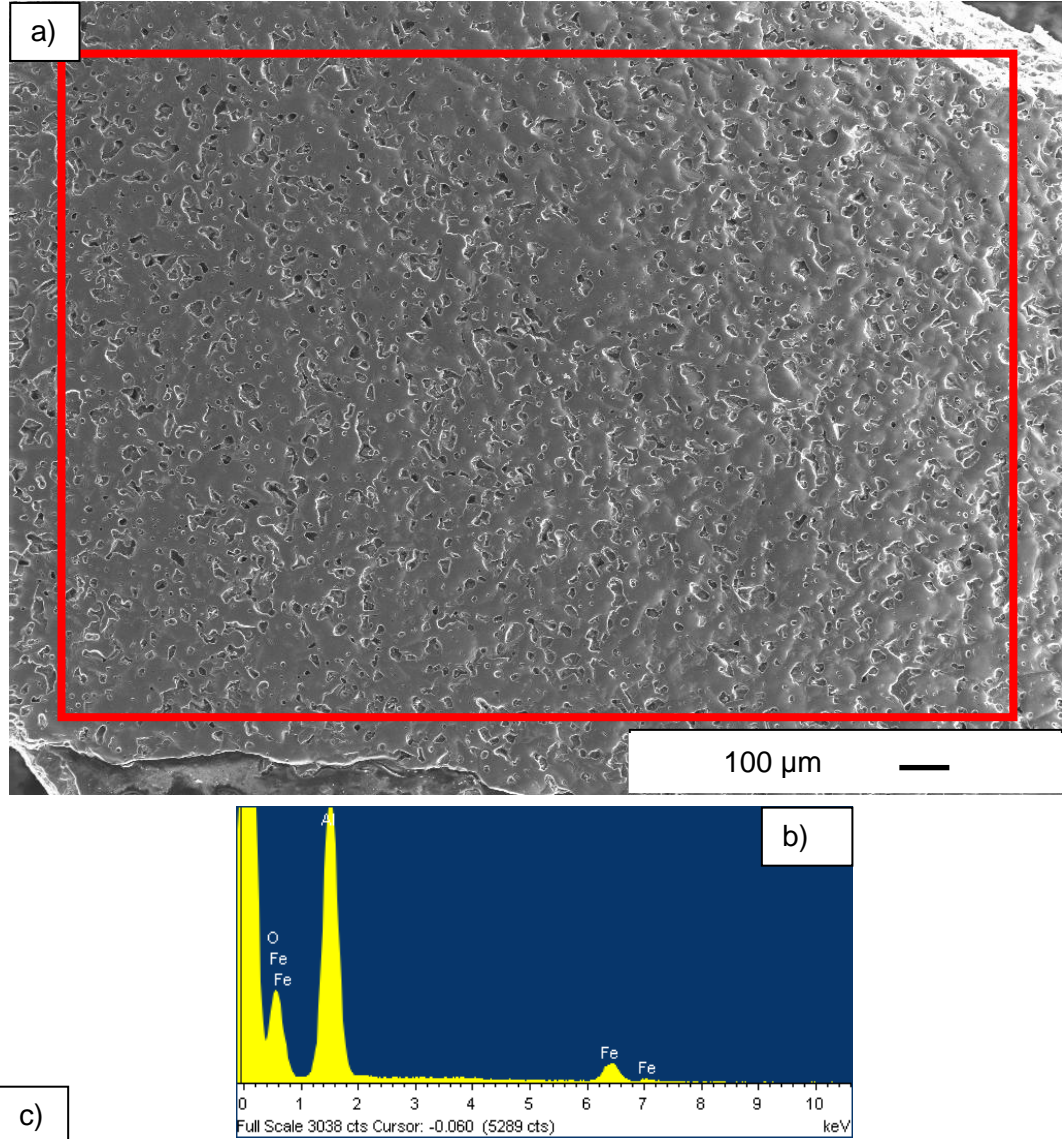
Demir katkılı alümina altlık numunelerine yapılan XRD çalışmalarında belirtildiği üzere yönlenmenin Lotgering Faktör hesabına göre en fazla görüldüğü numune 10Fe5PL1LP numunesidir. Yönlenmenin en çok olduğu bu numune üzerinde ve aynı demir miktarı içeren 10Fe5PL0LP numunesi üzerinde SEM-EDX-WDX ile genel mikroyapı ve kimyasal analiz çalışmaları yapılmıştır. Öncelikle bu numuneler üzerinden ikincil elektron ve geri yansıyan elektron (BSE) görüntüleri alınarak numunenin yüzey düzgünlüğü ve fazların dağılımı belirlenmiştir. BSE görüntüsünde açık renk ile görülen bölgeler atom numarası yüksek elementleri göstermekte, koyu renkte olan bölgeler ise diğer elementlere göre daha düşük atom numarasına sahip elementler göstermektedir.

4.2.1 Sıvı Faz İçeren (10Fe5PL1LP) Kodlu Numunenin SEM-EDX Sonuçları

Sıvı faz içeren örneklere ait farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri ve kimyasal analiz sonuçları Şekil (4.5-4.8)' de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre numuneler içerisinde beklendiği gibi yaklaşık %10 Fe elementi bulunmaktadır. Geri yansıyan elektron görüntüleri incelendiğinde açık renk ile görülen bölgeler, koyu renk olarak görülen bölgelerdeki elementlere göre atom numarası yönünden daha büyüktür. Açık renkte görülen yerlerde ağırlıklı olarak demir elementi ve çok az miktarda zirkonyum (Zr) elementi görülmektedir. XRD paterninde de saptanan bu elementin, üretim esnasında öğütücü olarak kullanılan zirkonya bilyadan (ZrO_2) geldiği düşünülmektedir.

Genel yapının haritalama çalışması yapıldığında ise, elementel olarak Al, Fe, Ca ve O elementleri seçilmiştir (Şekil 4.7). Elde edilen sonuçlara göre numune içerisinde Al ve Fe elementleri bulunmaktadır. Geri yansıyan elektron görüntüsünde açık renk ile görülen yerlerde ağırlıklı olarak Fe elementi ve Ca görülmektedir (Şekil 4.7). Demirin atom numarası 26, kalsiyumun 20, alüminyumun ise 13 olduğu için geri yansıyan elektron görüntülerinde tüm alan içerisinde beyaz ile görülen bölgeler Fe elementinin veya Ca bulunduğu

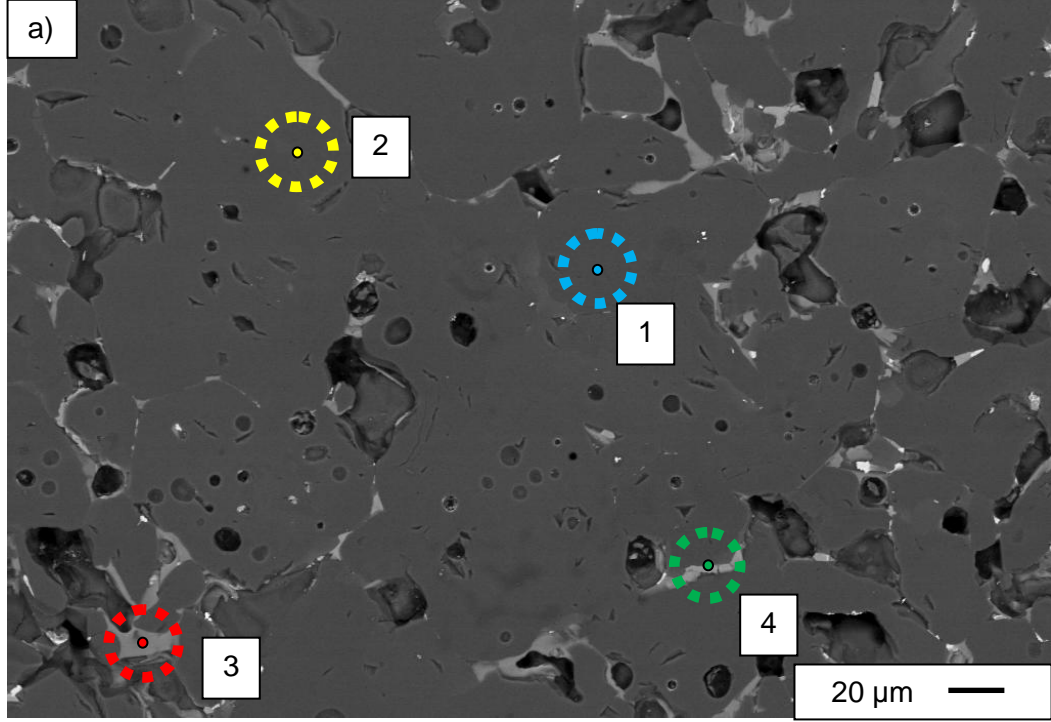
bölgelerdir. Ayrıca numunenin üretim sürecinden gelen safsızlık olan Zr elementi de atom numarasının 40 olmasından dolayı daha beyaz renkte görülmektedir.



c)

Element	Atom (%)	Bileşik	Oksit (%)
Al	90,01	Al ₂ O ₃	87,66
Fe	9,99	Fe ₂ O ₃	12,34
Toplam	100,00		100,00

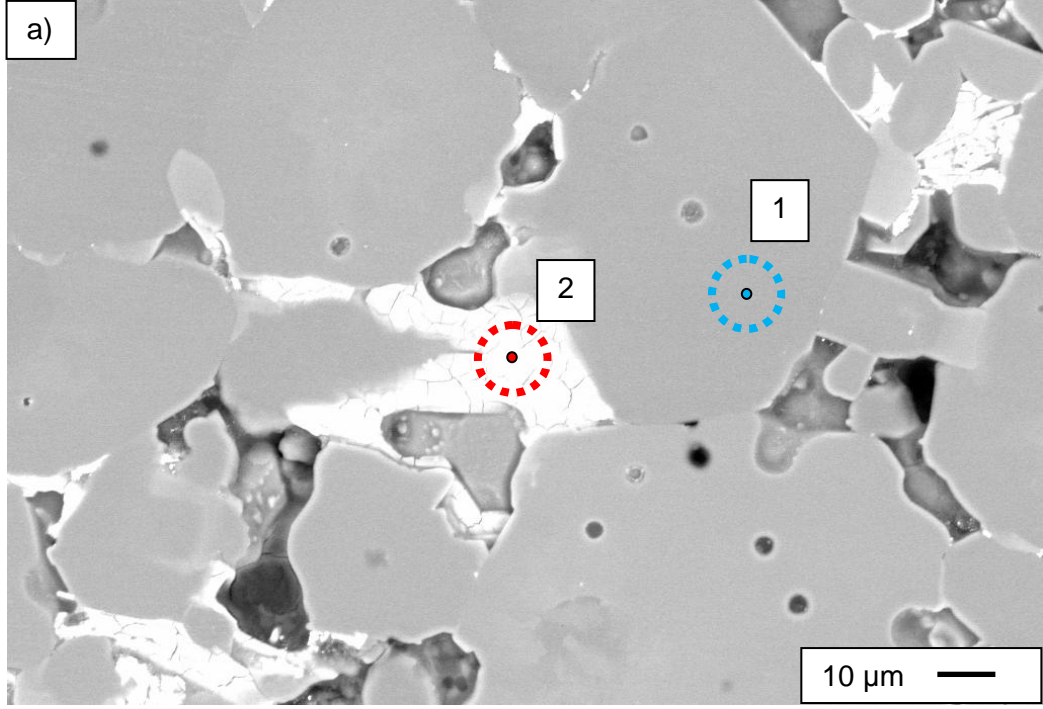
Şekil 4.5 Sıvı faz içeren numuneye ait a) ikincil elektron görüntüsü (Kimyasal analiz yapılan alan kırmızı çerçeve ile belirtilmiştir), b) bu alana ait EDX spektrumu, c) çerçeve ile belirlenen alandan elde edilen kimyasal analiz sonucu



b)

	Element	Atom (%)	Bileşik	Oksit (%)
1	Al	93.45	Al ₂ O ₃	92.20
	Fe	6.55	Fe ₂ O ₃	7.80
2	Al	91.96	Al ₂ O ₃	90.28
	Fe	8.04	Fe ₂ O ₃	9.72
3	Al	75.48	Al ₂ O ₃	68.20
	Fe	18.96	Fe ₂ O ₃	23.74
	Zr	3.18	ZrO ₂	5.86
	Ca	2.38	CaO	2.21
4	Al	50.46	Al ₂ O ₃	38.29
	Fe	49.54	Fe ₂ O ₃	61.71

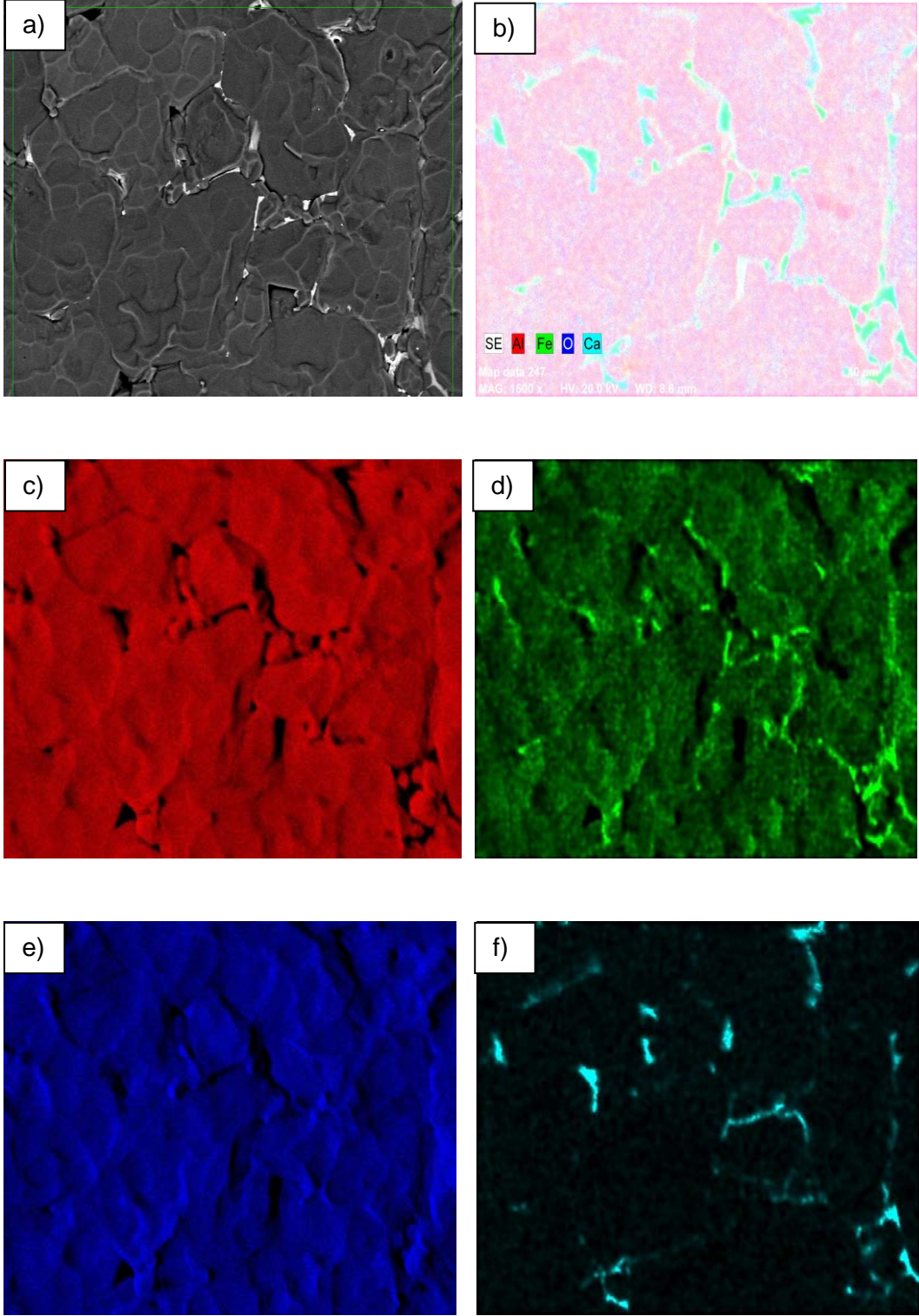
Şekil 4.6 1000x büyütmede alınmış a) geri yansıyan elektron görüntüsü, b) farklı renklerle gösterilen bölgelerin kimyasal analiz sonuçları ve bu sonuçlardan hesaplanan oksit miktarları



b)

	Element	Atom (%)	Bileşik	Oksit (%)
1	Al	92.70	Al₂O₃	91.29
	Fe	7.30	Fe₂O₃	8.71
2	Al	68.82	Al₂O₃	60.81
	Fe	24.66	Fe₂O₃	29.84
	Zr	3.21	ZrO₂	5.70
	Ca	1.80	CaO	1.92
	Si	1.51	SiO₂	1.73

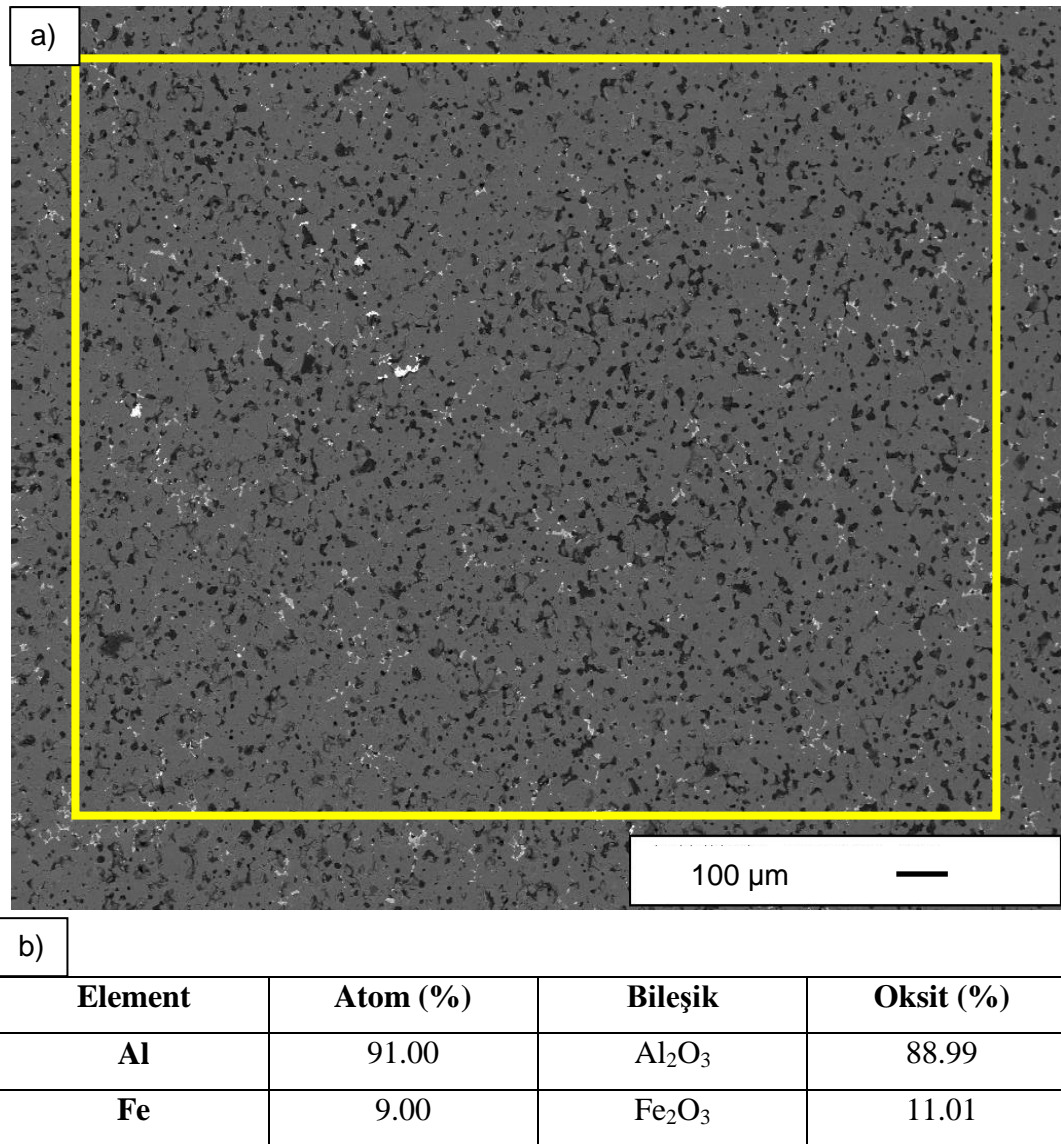
Şekil 4.7 2000x büyütmede alınmış a) geri yansıyan elektron görüntüsü, b) farklı renklerle gösterilen bölgelerin kimyasal analiz sonuçları bu sonuçlardan hesaplanan oksit miktarları



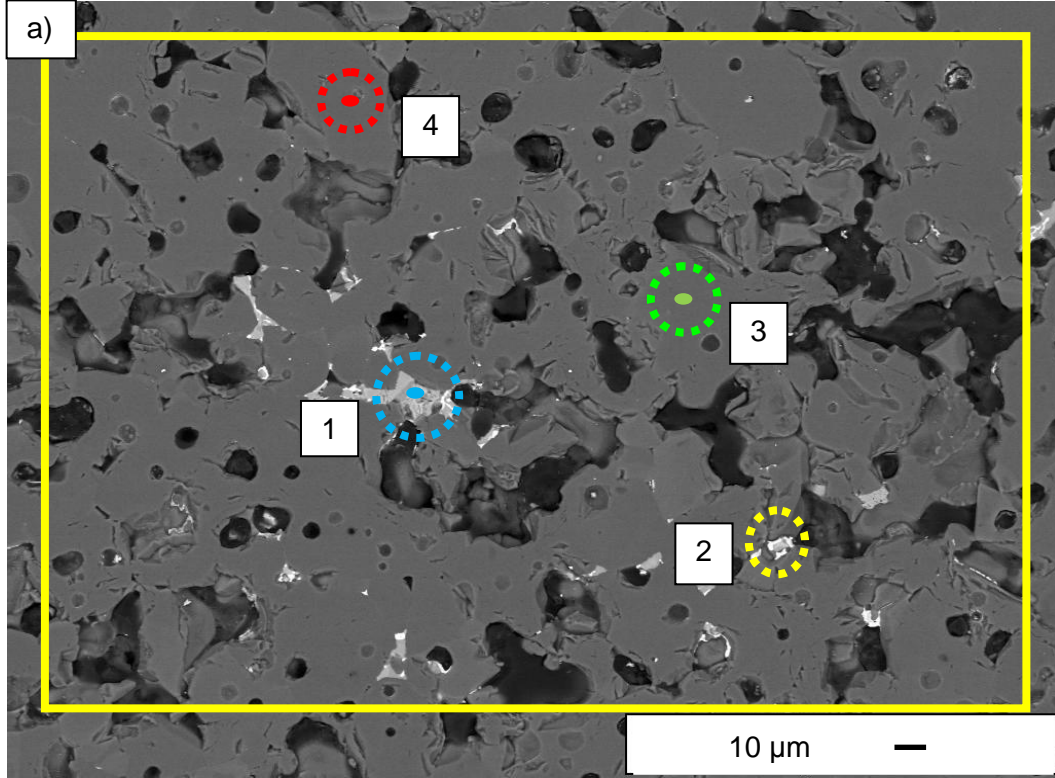
Şekil 4.8 Sıvı faz içeren numuneye ait a) geri yansıyan elektron görüntüsü, b) elementel dağılım haritası, c) Al elementine ait dağılım, d) Fe elementine ait dağılım, e) Oksijene ait dağılım, f) Ca elementine ait dağılım haritası

4.2.2 Sıvı Faz İçermeyen (10Fe5PL0LP) Kodlu Numunenin SEM-EDX Sonuçları

Sıvı faz içermeyen numuneye ait SEM-EDX analizleri Şekil (4.9-4.11)' de verilmiştir. Sıvı faz içeren numuneden farklı olarak EDX analizinde Ca elementi tespit edilmemiştir. Bu nedenle sıvı fazda yüksek oranda Fe yer alırken tanelerde sıvı faz içeren sisteme benzer şekilde % 6-7 civarında Fe çözüldüğü görülmektedir.



Şekil 4.9 Sıvı faz içermeyen numuneye ait a) geri yansıyan elektron görüntüsü, b) sarı çerçeve ile belirtilen bölgenin kimyasal analiz sonucu bu sonuçlardan hesaplanan oksit miktarları



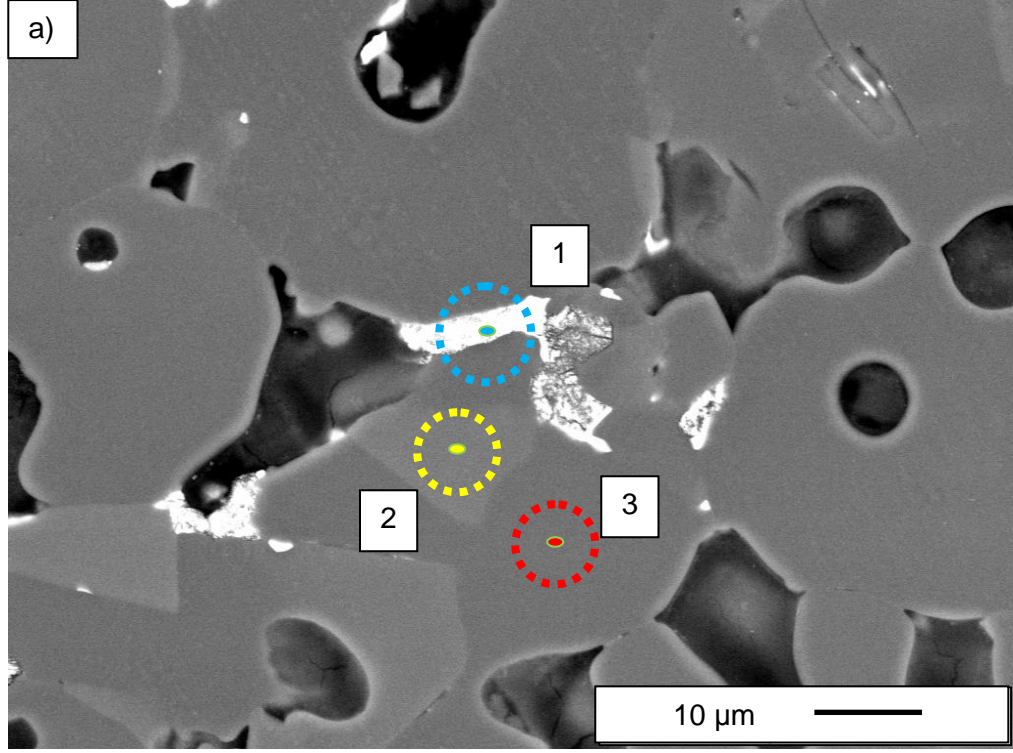
b)

Element	Atom (%)	Bileşik	Oksit (%)
Al	91.42	Al ₂ O ₃	89.56
Fe	8.58	Fe ₂ O ₃	10.44

c)

	Element	Atom (%)	Bileşik	Oksit (%)
1	Al	16.41	Al ₂ O ₃	11.02
	Fe	83.59	Fe ₂ O ₃	88.98
2	Al	29.16	Al ₂ O ₃	20.77
	Fe	70.84	Fe ₂ O ₃	79.23
3	Al	93.89	Al ₂ O ₃	92.77
	Fe	6.11	Fe ₂ O ₃	7.23
4	Al	93.33	Al ₂ O ₃	92.04
	Fe	6.67	Fe ₂ O ₃	7.96

Şekil 4.10 Sıvı faz içermeyen numunenin a) 1000x büyütmede alınmış geri yansıyan elektron görüntüsü, b) sarı çerçeve ile belirtilen alanın kimyasal analiz sonucu, c) nokta ile verilen (.) bölgelerin kimyasal analiz sonuçları ve bu sonuçlardan hesaplanan oksit miktarı (Not:kesikli çizgi ile x-ışını sinyallerinin geldiği alan gösterilmiştir.)



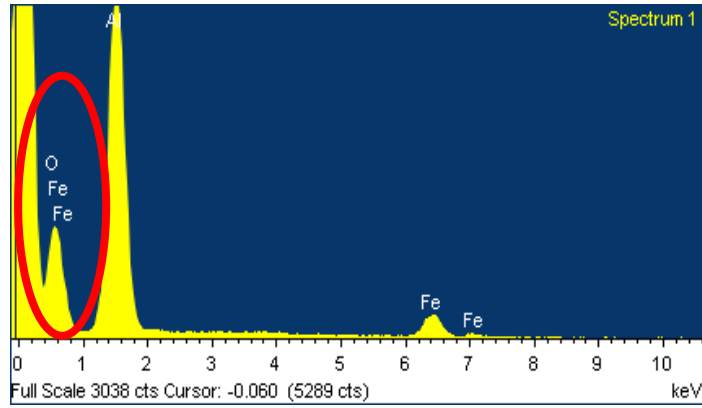
b)

	Element	Atom (%)	Bileşik	Oksit (%)
1	Al	50.06	Al₂O₃	38.75
	Fe	38.57	Fe₂O₃	44.17
	Zr	8.28	ZrO₂	14.49
	Si	3.09	SiO₂	2.58
2	Al	89.89	Al₂O₃	91.77
	Fe	10.11	Fe₂O₃	8.23
3	Al	94.89	Al₂O₃	93.77
	Fe	5.11	Fe₂O₃	6.23

Şekil 4.11 Sıvı faz içermeyen numuneyle ait a) geri yansıyan elektron görüntüsü, b) nokta ile verilen (.) bölgelerin kimyasal analiz sonuçları ve bu sonuçlardan hesaplanan oksit miktarı (Not:kesikli çizgi ile x-ışını sinyallerinin geldiği alan gösterilmiştir.)

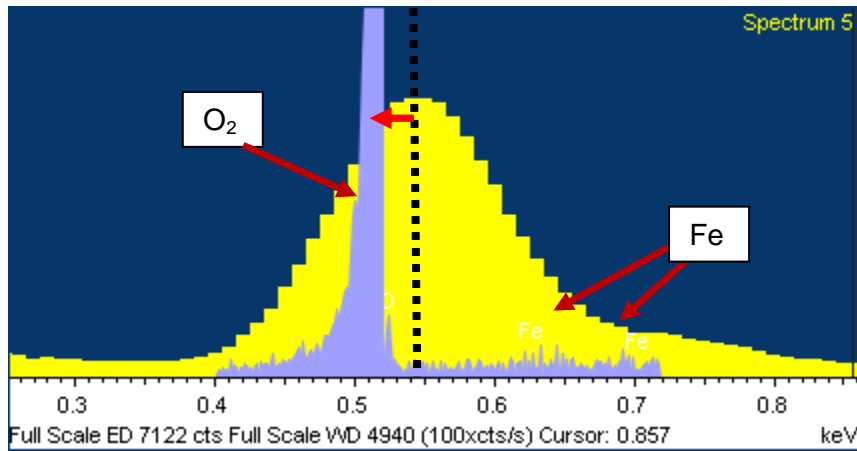
4.2.3 Sıvı Faz İçeren (10Fe5PL1LP) Kodlu Numunenin SEM-WDX Sonuçları

Daha önce Şekil 4.5 (b)' de verilen EDX spektrumunda (Şekil 4.12) 0.5 keV civarında O ve Fe piklerinin ayırte dilediği görülmektedir. Bu piklerin hangi elemente ait olduğunu belirlemek amacıyla SEM-WDX analizi yapılmış ve EDX analizi ile karşılaştırılmış ve WDX analizi Şekil 4.13'te verilmiştir. Sıvı faz içeren numuneye ait SEM-EDX ve SEM-WDX analizleri sırasıyla Şekil 4.12 ve 4.13 de verilmiştir.



Şekil 4.12 Sıvı faz içeren numuneye ait EDX spektrumu

Normal koşullarda O_2 piki 0.532 keV' de, $Fe_{L\alpha}$ piki ise 0.565 keV'de beklenmektedir. Ancak Şekil 4.13' te farklı noktalarda gözlenmesi EDX ve WDX cihazlarının kalibrasyonunda problem olduğunu göstermektedir..



Şekil 4.13 Sıvı faz içeren numuneye ait WDX ve EDX spektrumlarının üst üste çakıştırılması

4.3 EBSD Sonuçlarının Kalitesini Etkileyen Parametreler

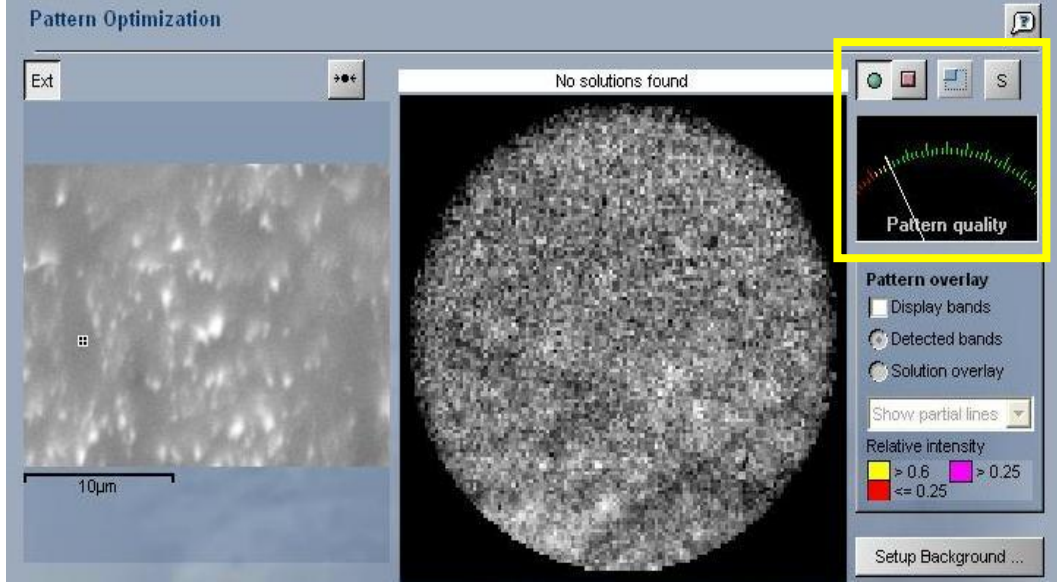
Genel karakterizasyonlar yapıldıktan sonra belirlenen numunelerde EBSD çalışmaları öncesi EBSD sonuçlarının kalitesini etkileyen parametreler üzerinde çalışılmıştır. EBSD sonuçlarını etkileyen parametreleri iki ana başlıkta toplamak mümkündür. Bunlardan birincisi numuneden, diğeri ise mikroskop kullanım parametrelerinden kaynaklanan etkilerdir.

4.3.1 EBSD Sonuçları Üzerinde Numuneden Kaynaklanan Etkiler

- i. Yüzey düzgünlüğünün etkisi
- ii. Porozite etkisi
- iii. İletkenlik/yalıtkanlık etkisi

i. Yüzey Düzgünlüğünün Etkisi

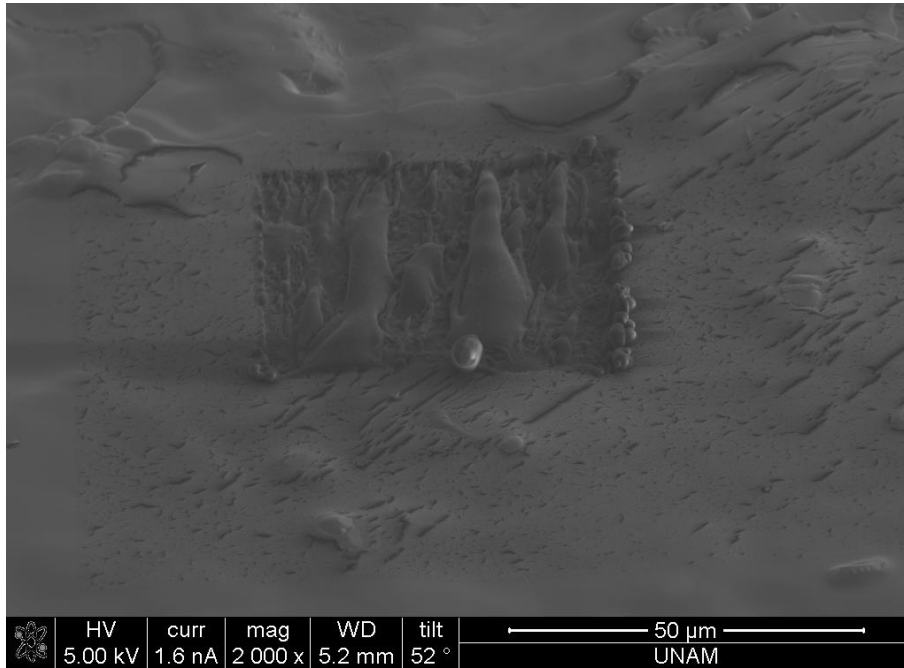
Görüntüsü alınan numunede EBSD analizinde fazlar seçildikten sonra yüzey düzgünlüğüne bağlı olarak patern eldesi ölçülür. Patern kalitesi yüzeyin düzgünlüğüne bağlı olarak değişir. Bu teknikte de daha önceden de bahsedildiği üzere yüzey düzgünlüğü, yüzey kalitesi için en önemli parametrelerdendir. Bu nedenle numunenin iyi hazırlanmış olması iyi bir analiz için şarttır. Şekil 4.14' de görüldüğü üzere yüzeyi düzgün olmayan bir numunede patern kalitesi çok düşüktür. Bu nedenle yüzey kalitesini artırmak amacıyla bu çalışmada farklı teknikler (FIB, cross polisher vb) kullanılmıştır.



Şekil 4.14 Yüzeyi düzgün olmayan bir numuneye ait patern kalite görüntüsü

a) FIB Cihazı ile Hazırlanmış Fe-Katkılı Alümina Numunesi Verileri

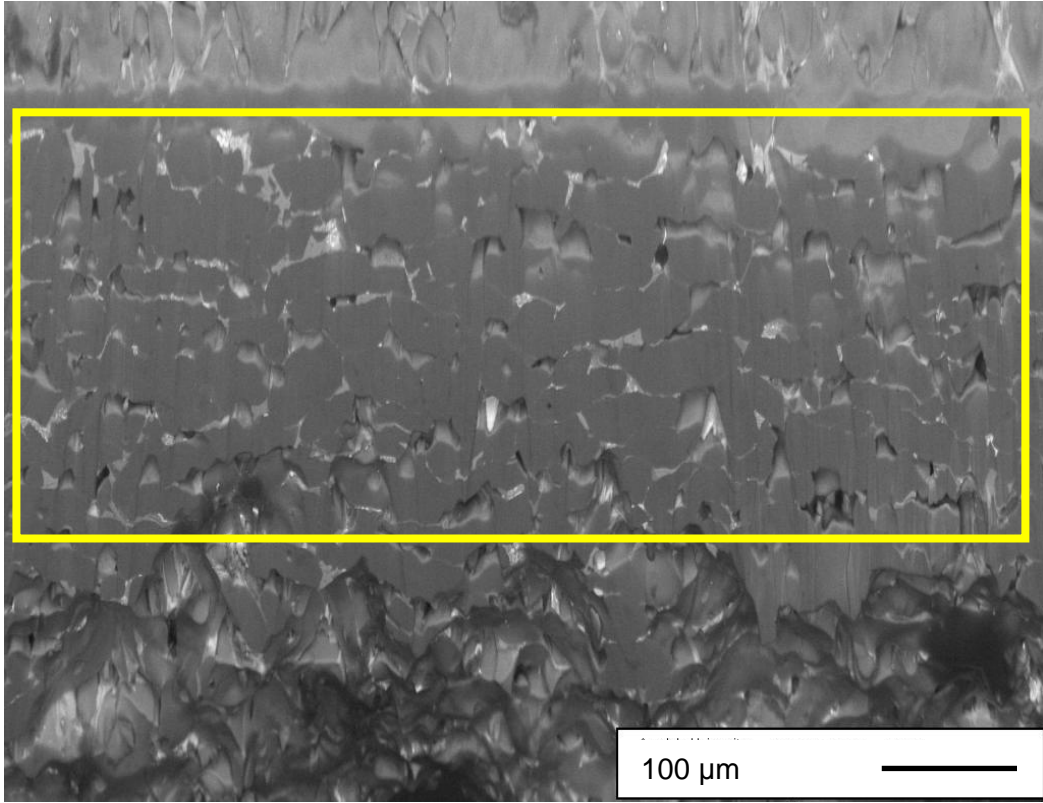
Yüzey kalitesini artırmak için FIB ile numunenin yüzeyinin düzeltilmesi düşünülmüştür. FIB cihazı ile hazırlanan numunede numunenin gözenekli olması ve iyonların numune yüzeyine hasar vermesinden dolayı bu teknik ile iyi bir numune yüzeyi elde edilememiştir (Şekil 4.15).



Şekil 4.15 FIB cihazı ile hazırlanan numune yüzeyi

b) Cross Section Polisher (CP) ile Hazırlanmış Fe-Katkılı Alümina Numunesi ve Kompozit Numunesi Verileri

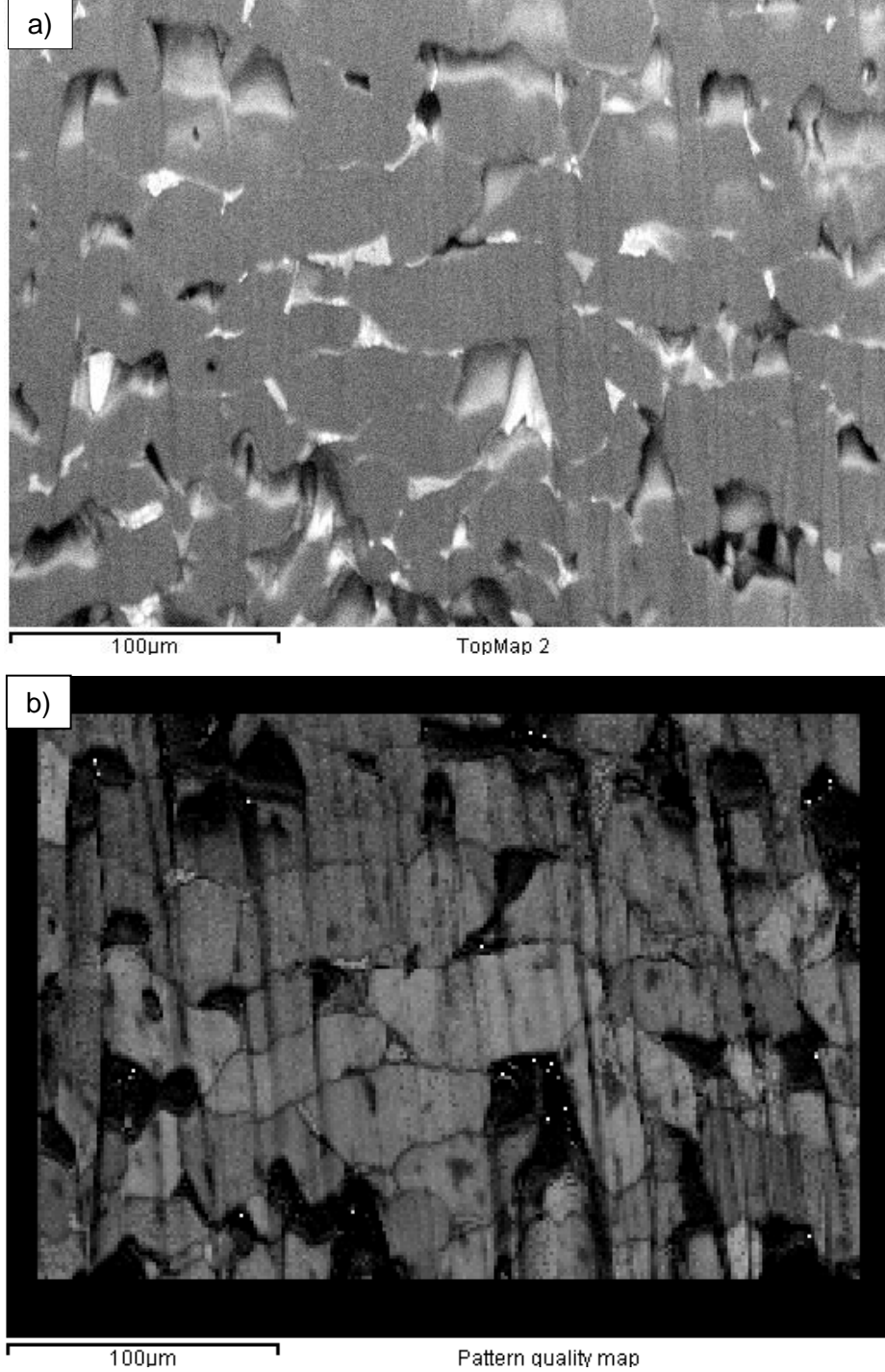
Fe-katkılı alümina numunesinin cross section polisher ile hazırlanmış görüntüsü Şekil 4.16’ da verilmiştir. Alumina numunesi üretimi gereği katmanların bir araya gelmesi ile oluşmuş, poroz bir malzemedir. Bu parlatma sonucunda elde edilen paternin ikincil elektron görüntüsü ve kalite patern haritası Şekil 4.17’ de görülmektedir. Patern kalitesi düşük olup numune yüzeyinde teknikten kaynaklanan kanallar görülmektedir.



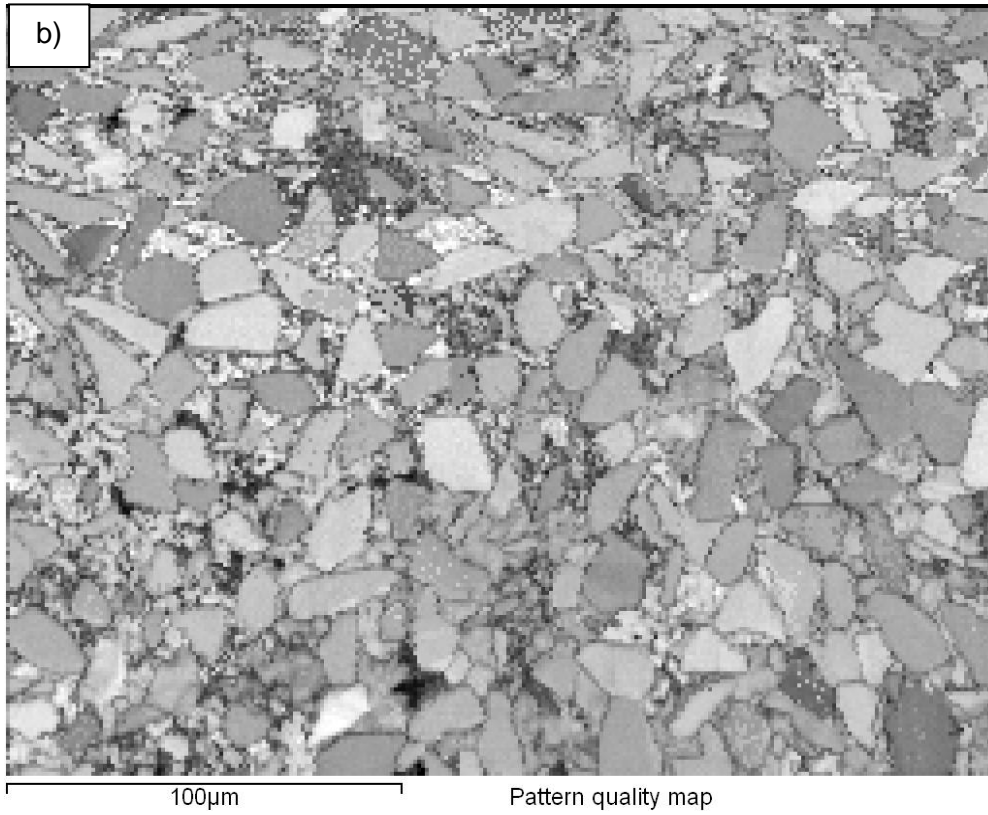
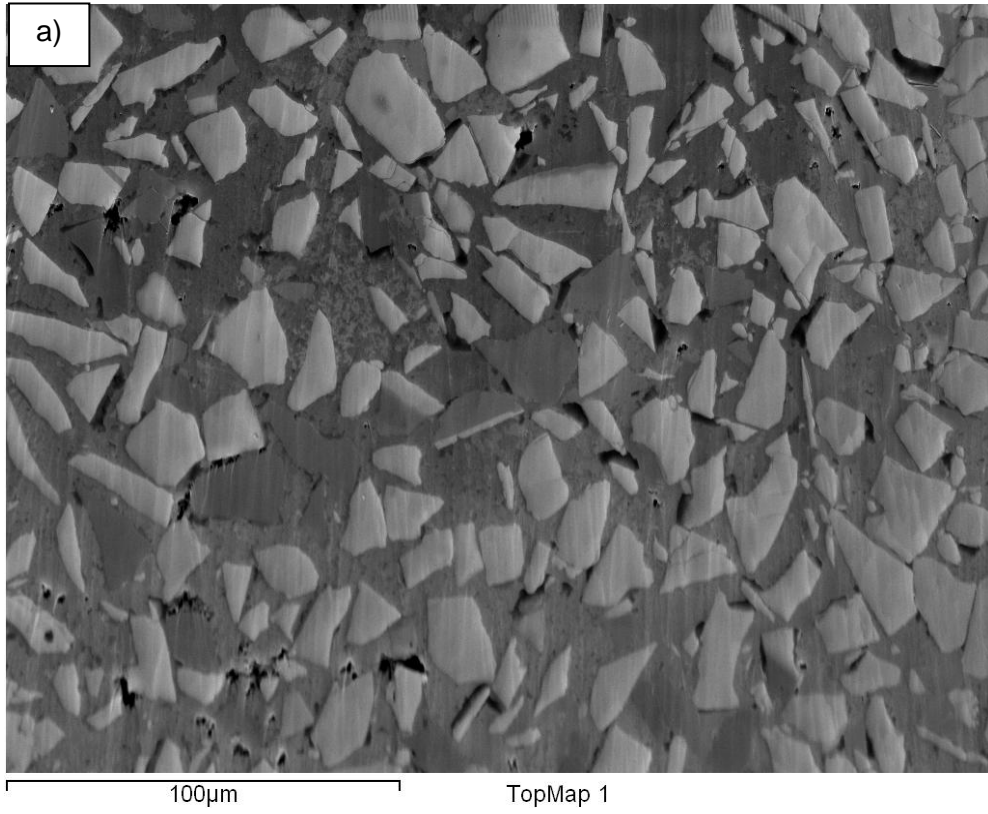
Şekil 4.16 4,5kV uygulanarak, 16 saat kesit alanından parlatma yapılmış alümina numunesine ait ikincil elektron görüntüsü

Cross section polisher cihazı yine aynı koşullarda daha yoğun olan kompozit bir örnek olan (SiC-B₄C-AlN-Al-Si) üzerine denenmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 4.18’ de verilmiştir. İyi hazırlanmış bir numune olmasından dolayı ikincil elektron görüntüsünde taneler net bir şekilde görülmektedir.

Yapılan alıřmalar sonucunda numuneye uygulanacak olan akım ve surenin nemli olduėu belirlenmiřtir. Numunenin parlatılan kesiti ne kadar dzgn ise elde edilecek patern kalitesi de o kadar yksek olacaktır. Bu nedenle her numuneye cross section polisher cihazında farklı parametreler denenerek en iyi kořulların hangi kV deėerinde ve hangi srelerde olduėu belirlenmiřtir.



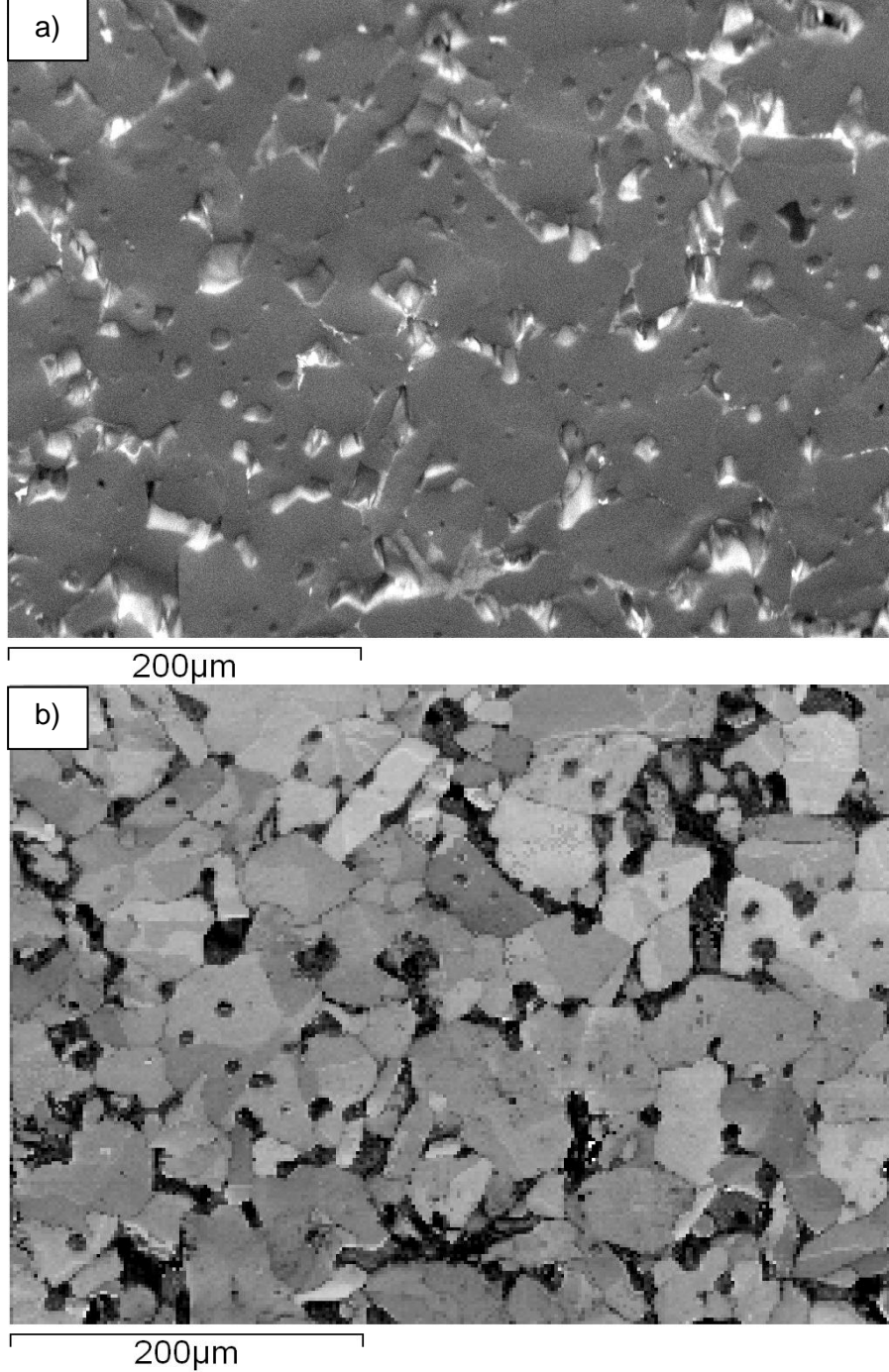
řekil 4.17 Almina numunesine ait a) ikincil elektron grnts, b) ikincil elektron grntsne ait blgenin patern kalite haritası



Şekil 4.18 CP numunesiyle hazırlanmış kompozit numunesinin a) geri yansıyan elektron görüntüsünü, b) kalite patern haritası görüntüsü

c) Geleneksel Parlatma Yöntemi ile Hazırlanmış Fe-Katkılı Alümina Numunesi Verileri

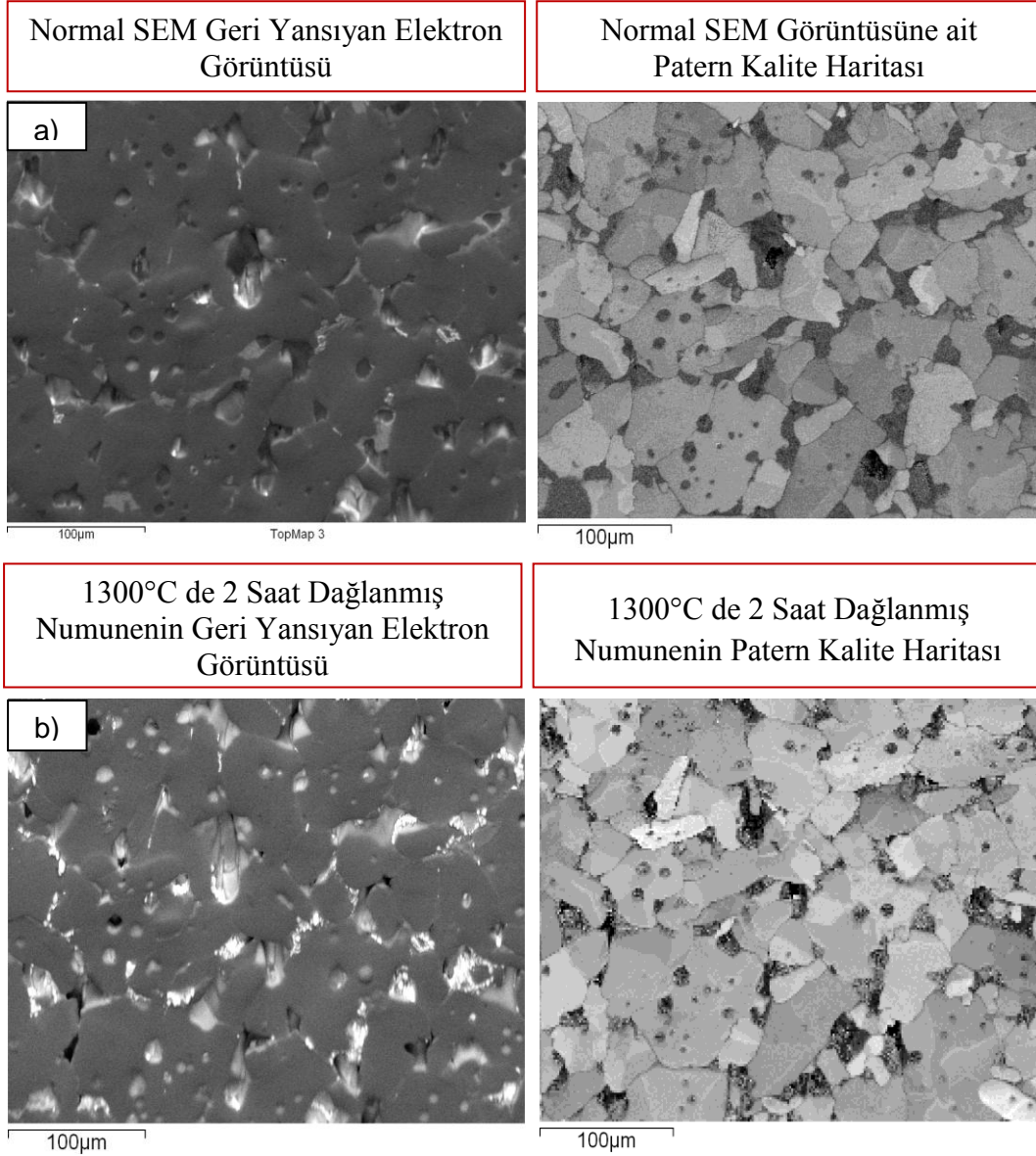
Fe-katkılı alümina numunesi kalıba alındıktan sonra Struers Tegra Pol-25 marka otomatik parlatma cihazı ile numuneler hassas bir şekilde parlatılmış, geri yansıyan elektron görüntüsü (a) ve kalite patern harita (b) görüntüleri Şekil 4.19’ da verilmiştir.



Şekil 4.19 Geleneksel parlatma tekniği ile hazırlanmış alümina numunesinin a) geri yansıyan elektron görüntüsünü, b) kalite patern haritası görüntüsü

d) Termal Dağlama ile Hazırlanmış Fe-Katkılı Alümina Numunesi

Fe-katkılı alümina numunesi tane sınırlarının belirginleşmesi hedeflenerek termal dağlama yöntemi kullanılmıştır. Geleneksel parlatma ve termal dağlama ile elde edilmiş geri yansıyan elektron görüntüleri ve patern kalite haritaları Şekil 4.20’ de karşılaştırılmıştır. Termal dağlama ile SEM’ e göre daha iyi patern kalite haritası elde edilmiştir.



Şekil 4.20 Normal SEM ile hazırlanmış alümina numunesinin a) geri yansıyan elektron görüntüsünü ve ona ait patern kalite haritası, b) termal dağlama ile hazırlanmış alümina numunesinin aynı bölgeden elde edilen geri yansıyan elektron görüntüsü ve bu görüntüye ait kalite patern haritası görüntüsü

ii) Porozitenin Etkisi

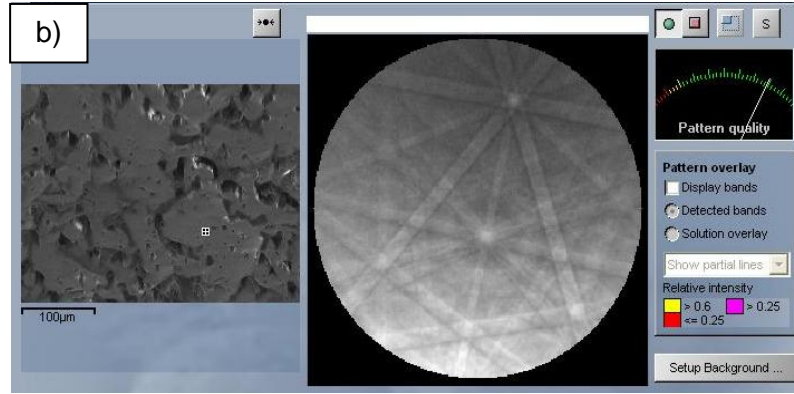
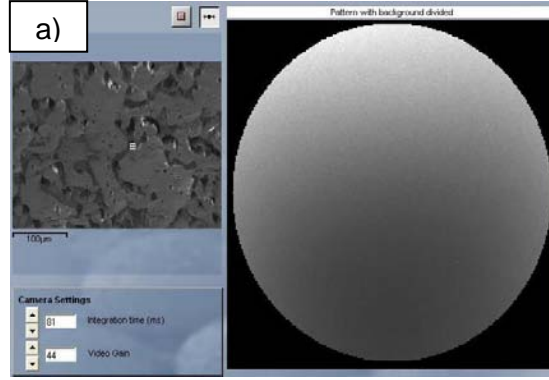
Numune yüzeyinde oluşan kırıklar yada proses sürecinde oluşmuş olan gözenekler gibi kusurlu bölgelerden elde edilen patern Şekil 4.21 (a)' da görülmektedir. Ayrıca numune hazırlama esnasında oluşmuş olan hasarlar da patern kalitesini düşürmektedir. Çukur bölgelerden patern elde ediliyor bile olsa dedektöre o yönde ilerleyemediği için patern alınamamaktadır.

Yüzeyde oluşmuş olan çukur bölgeye analiz yapılmak istendiğinde bu noktadan düzgün bir kırınım alınamadığı için Kikuchi bandı eldesi de imkansızdır. Fakat aynı görüntü üzerinden düzgün bir bölgeden analiz yapıldığında bant eldesi ve patern kalitesi yüksek olmaktadır (Şekil 4.21 (b)).

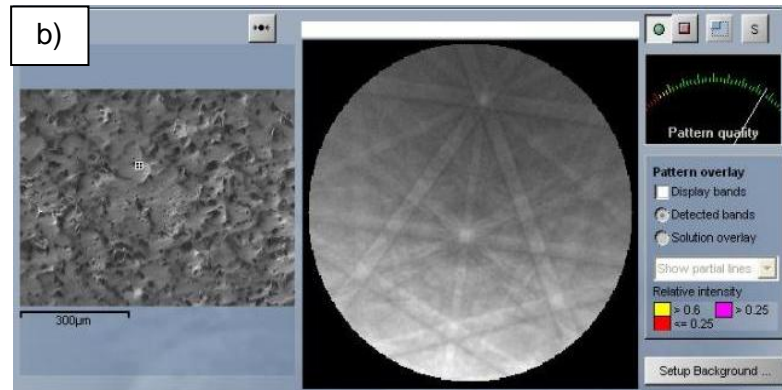
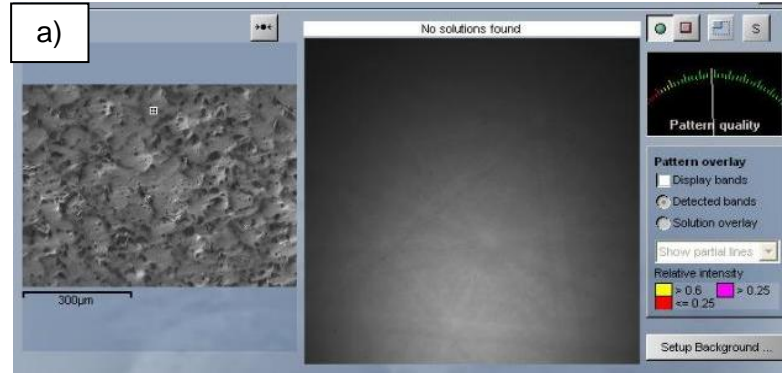
Şekil 4.22 (a)' da patern kalitesi orta seviyelerde olan bir analiz görülmektedir. Bu analizin kalitesinin artırılması için daha iyi bir patern kalitesine ihtiyaç vardır. Patern kalitesinin artırılması için aynı zamanda EBSD yazılımına bağlı olarak gürültünün elimine edilmesi mümkündür. Patern kalitesinin artırılması için "background removal" işlemi yani gürültünün giderilmesi işlemi yapılabilmektedir. Şekil 4.22 (b)' de gürültünün elimine edilmesinden sonraki basamak görülmektedir. Kalite arttığında Kikuchi bantlarının çözünürlüğü ve bu bantların faz eşleştirmesi gerçekleşmektedir.

iii) Yalıtkanlık/İletkenlik Etkisi

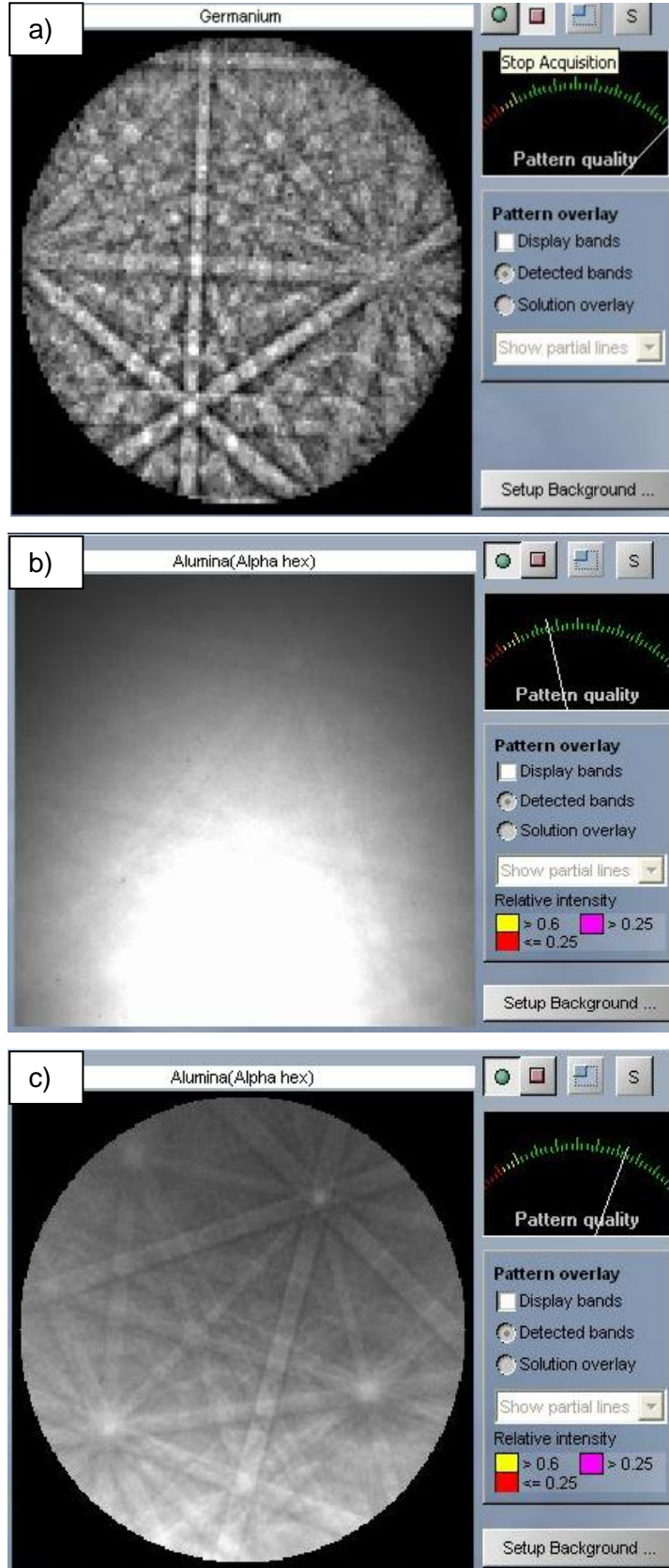
Yalıtkan numuneler yüksek hızlandırma voltajı altında elektriksel olarak yüklenerek görüntü kalitesini etkiler. Bu etki şarjlanma olarak da bilinmektedir. Şarjlanma EBSD analizinde patern kalitesini de düşürmektedir. Bu nedenle elektriksel iletkenliği yüksek malzemelerde daha iyi sonuçlar alınmaktadır. Demir katkılı alümina numuneleri yalıtkan olmasından dolayı değişken basınç (Variable pressure,(VP)) modunda incelenmiştir. İletken bir malzeme olan germanyum malzemesi ile demir katkılı alümina numunesinin şarjlanmış hali ve VP modunda incelenmiş görüntüleri Şekil 4.23' de verilmiştir.



Şekil 4.21 a) Çukur bölgeden ve b) düzgül bölgeden elde edilmiş patern görüntüleri



Şekil 4.22 a) Patern kalitesinin orta düzeylerde olduğu patern grafiği ve b) gürültünün elimine edilmesi sonrası patern kalitesi



Şekil 4.23 a) İletken germanyum numunesinin, b) şarjlanmış alümina numunesinin ve c) VP modunda incelenen alümina numunesinin patern kalitesi

4.3.2 Mikroskop Parametrelerinin EBSD Haritaları Üzerindeki Etkisi

- i. Hızlandırma Voltajı Etkisi
- ii. Aperture Etkisi
- iii. Kamera Ayarları Etkisi

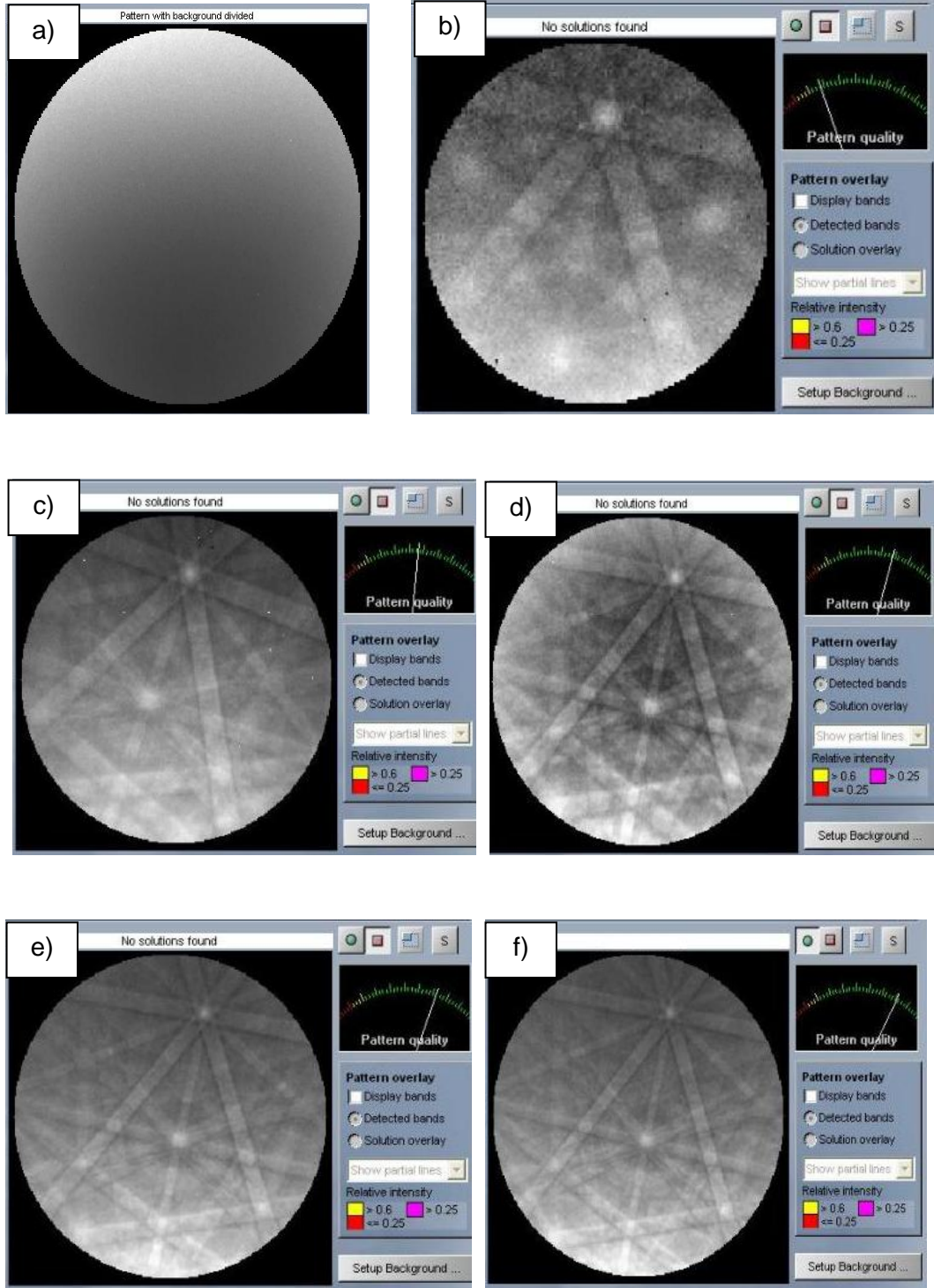
i) Hızlandırma Voltajı Etkisi

Hızlandırma voltajının etkisinin belirlenmesi için diğer tüm değişkenler sabit tutulmuş, 120 μm aperture açıklığında 5,60 kV extractive voltaj altında ve 20mm çalışma mesafesinde 5 farklı hızlandırma voltajı değeri denenmiştir. Şekil 4.24 (a-f)' de sırasıyla hızlandırma voltajı olarak 1kV, 5kV, 10kV, 15kV, 20kV ve 25 kV değerleri denenmiştir.

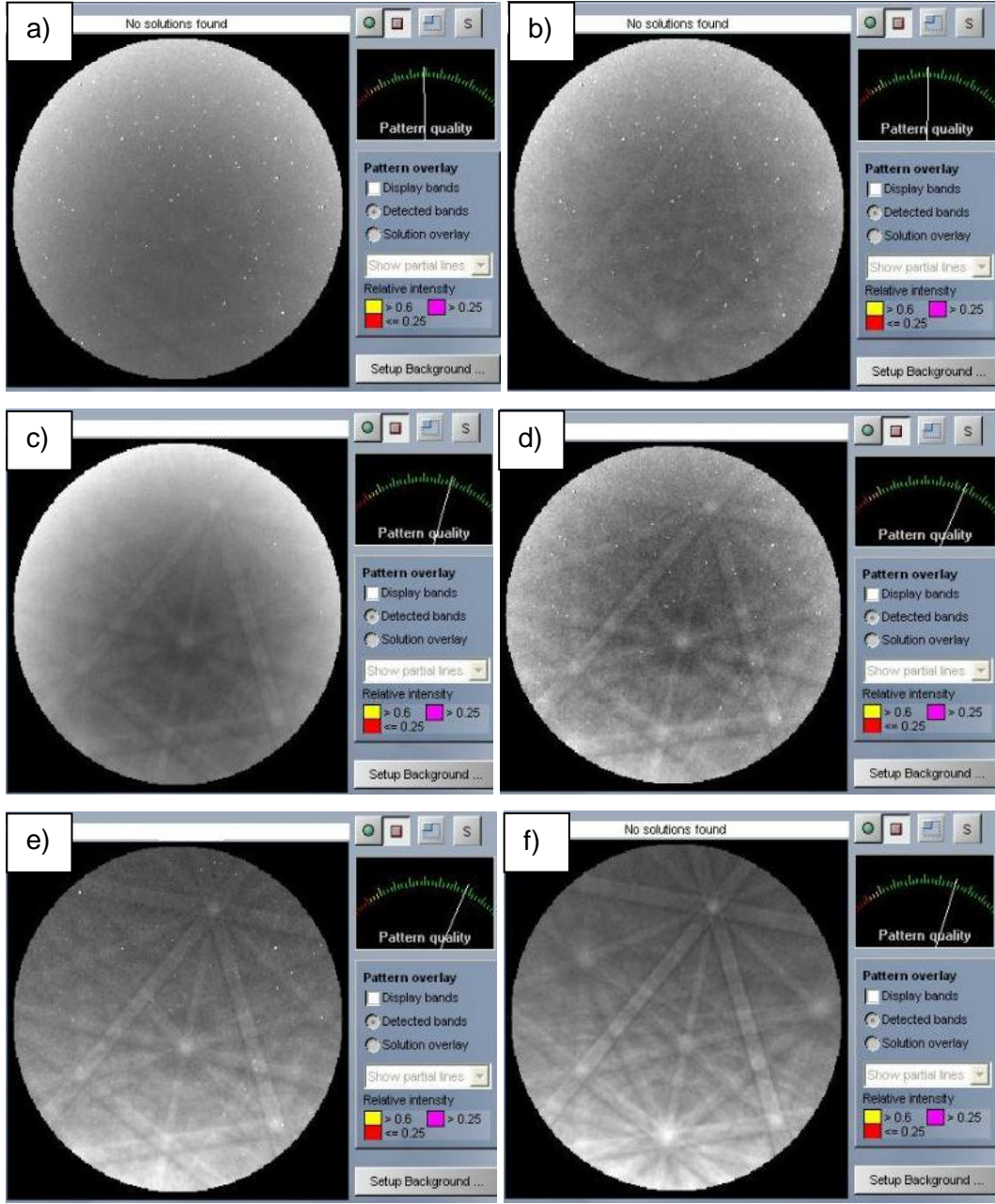
Elde edilen sonuçlara göre; hızlandırma voltajının Kikuchi bantları ve patern kalitesi üzerine büyük etkileri olduğu görülmektedir. Hızlandırma voltajının artması ile hem patern kalitesi hem de Kikuchi bantlarının belirginliği artmaktadır. Ayrıca Şekil 4.24 (b) ve (f) karşılaştırıldığında 5kV uygulanmış Kikuchi bandı ile 25kV uygulanmış görüntüdeki bant genişlikleri farklıdır. EBSD analizinde bantların belirgin ve ince olması önemlidir. Bu nedenle hem bant kalitesi için hem de bant genişlikleri için yüksek hızlandırma voltajı kullanılmalıdır. Haritalama işleminin hızlı olması açısından da yüksek hızlandırma voltajı tercih edilir.

ii) Açıklık Etkisi

Açıklıkların etkisinin belirlenmesi için diğer tüm değişkenler hızlandırma voltajı 25kV ve extractive voltaj 5.60 kV' da sabit tutularak 6 farklı açıklık değeri denenmiştir. Şekil 4.25 (a-f)' de sırasıyla 7.5, 10, 20, 30, 60 ve 120 μm ' lik açıklığa sahip açıklıklar ile elde edilen paternler verilmiştir. Yapılan incelemelere göre açıklığın artması ile toplanan sinyal miktarı artmış ve bu nedenle patern kalitesi ve bant kalitesi artmıştır. En küçük açıklık olan 7.5 μm ' lik açıklık kullanıldığında bant elde edilemediği gibi analiz süresi de en üst değer olan 4000 mili saniyeye (ms) çıkmıştır. 30 μm ' lik açıklıkta 1200 ms, 120 μm ' lik açıklıkta ise 112 ms olarak belirlenmiştir. Bu nedenle geniş açıklık kullanılması analizin kalitesini artırmaktadır.



Şekil 4.24 Alümina numunesinde hızlandırma voltajının Kikuchi bantlarına ve patern kalitesine etkileri: (a) 1kV, (b) 5kV, (c) 10 kV, (d) 15 kV, (e) 20 Kv, (f) 25kV

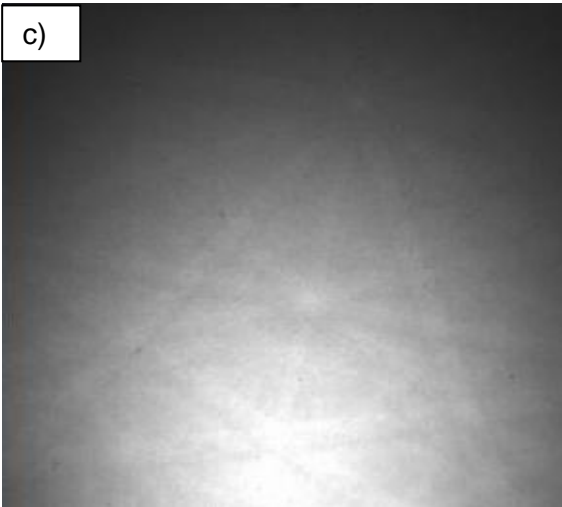
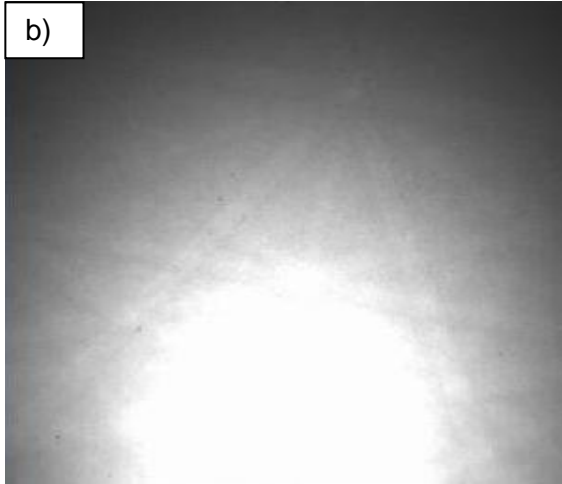
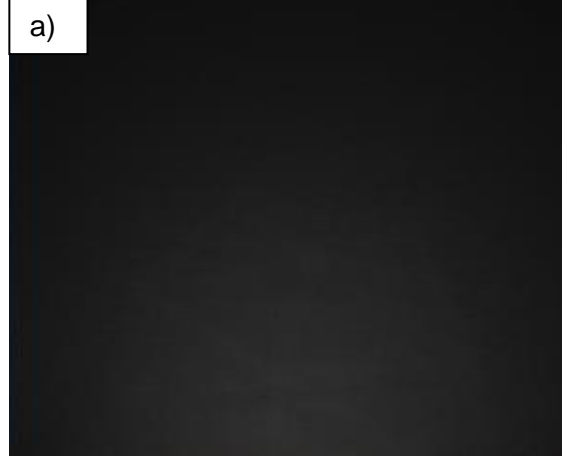


Şekil 4.25 Alümina numunesinde açıklığın Kikuchi bantlarına ve patern kalitesine etkileri: (a) 7,5 μm , (b) 10 μm , (c) 20 μm , (d) 30 μm , (e) 60 μm (f) 120 μm

iii) Kamera Ayarları Etkisi

Analizin başında patern eldesi sırasında patern haritasının parlamaması, kalitenin artırılması ve sürenin kısaltılması için bazı ayarlar yapılabilmektedir. Bunlar kamera kontrol kısmında bulunur. Sinyal toplama modu, hassasiyet, tamamlanma süresi ve video kazanımı değiştirilerek istenilen ayarlar yapılabilir.

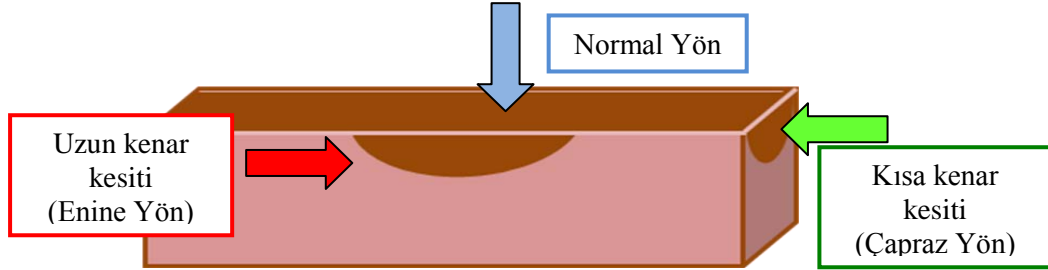
Süre dūřürüldüęünde kalite yüksek olmasına raęmen Őekil 4.26' da olduęu gibi herhangi bir grüntü elde edilemez. Sre artırıldıęında grnt kalitesi de artmaktadır.



Őekil 4.26 Almina numunesinde $120\mu\text{m}$ ' lik aıklıkta ve 25kV ' da a) 16 ms, b) 92 ms ve c) 111 ms analiz sreleri iin elde edilen bant grntleri

4.4 %10 Demir Katkılı Alümina Numunelerinin EBSD Analizi

Demir katkılı alümina numuneleri ince şeritler şeklinde olduğu için üç farklı yönden incelenmiştir. İnceleme yönleri Şekil 4.27’ de verilmiştir.

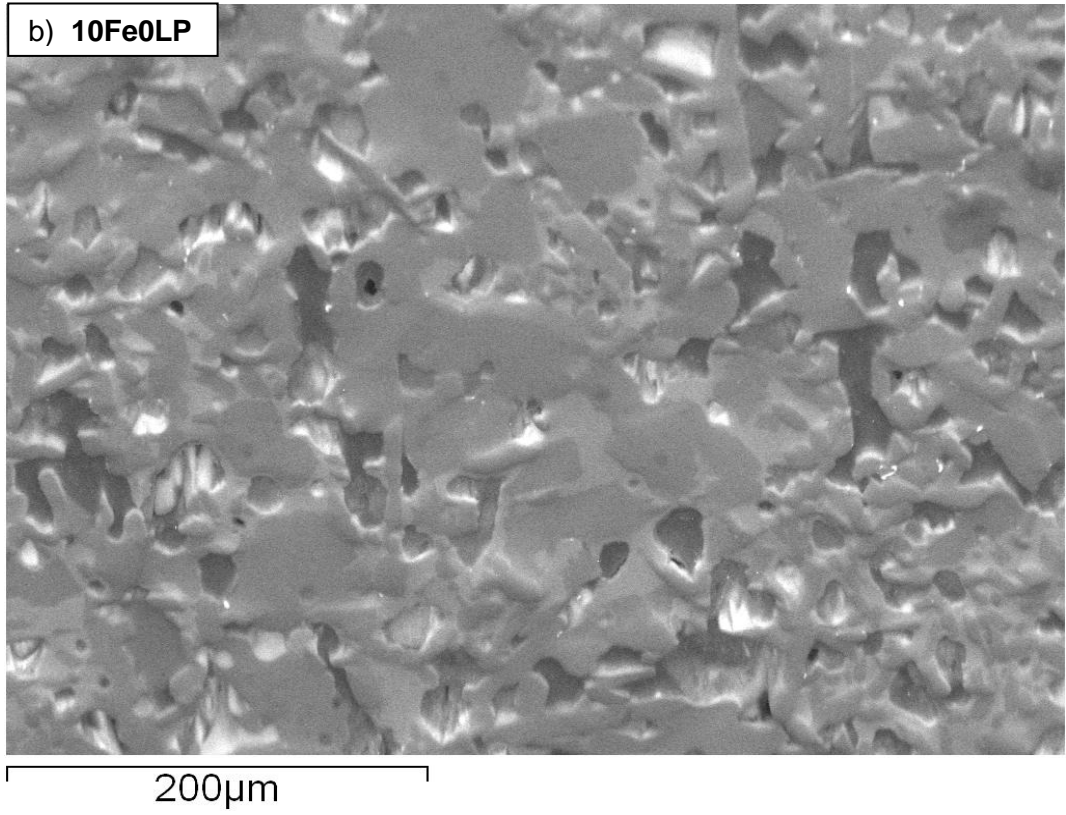
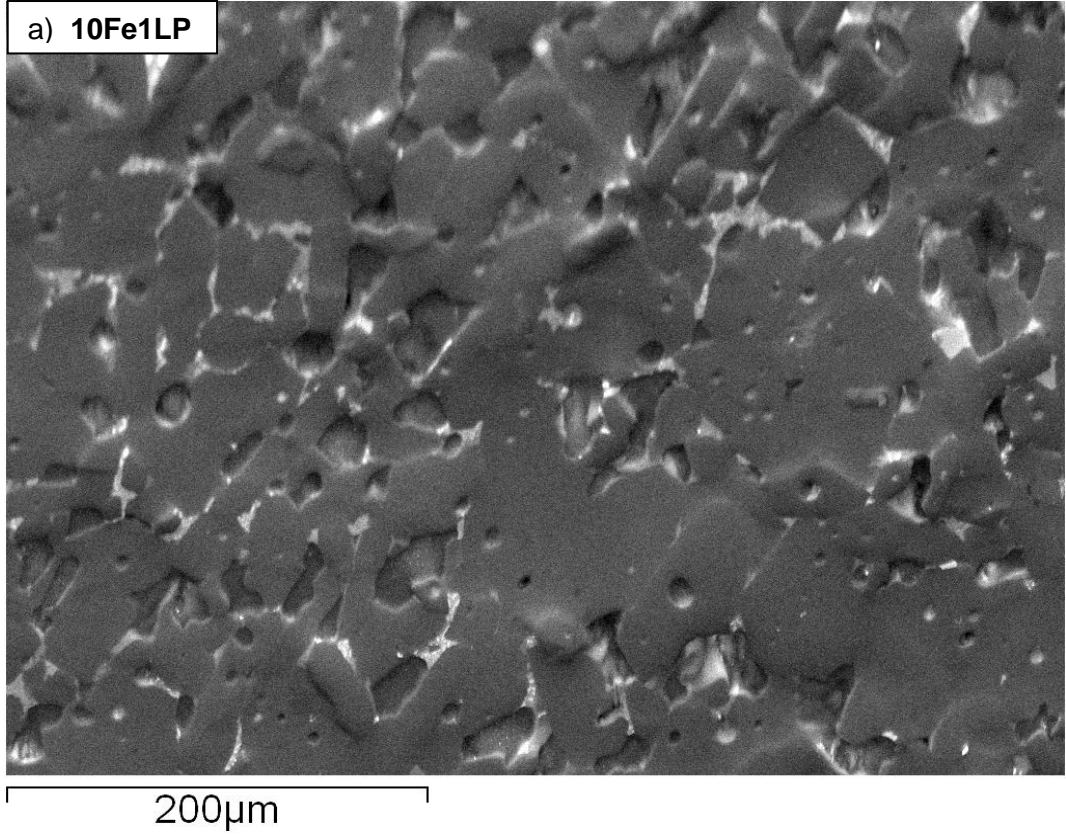


Şekil 4.27 Numunelerin incelenme yönü

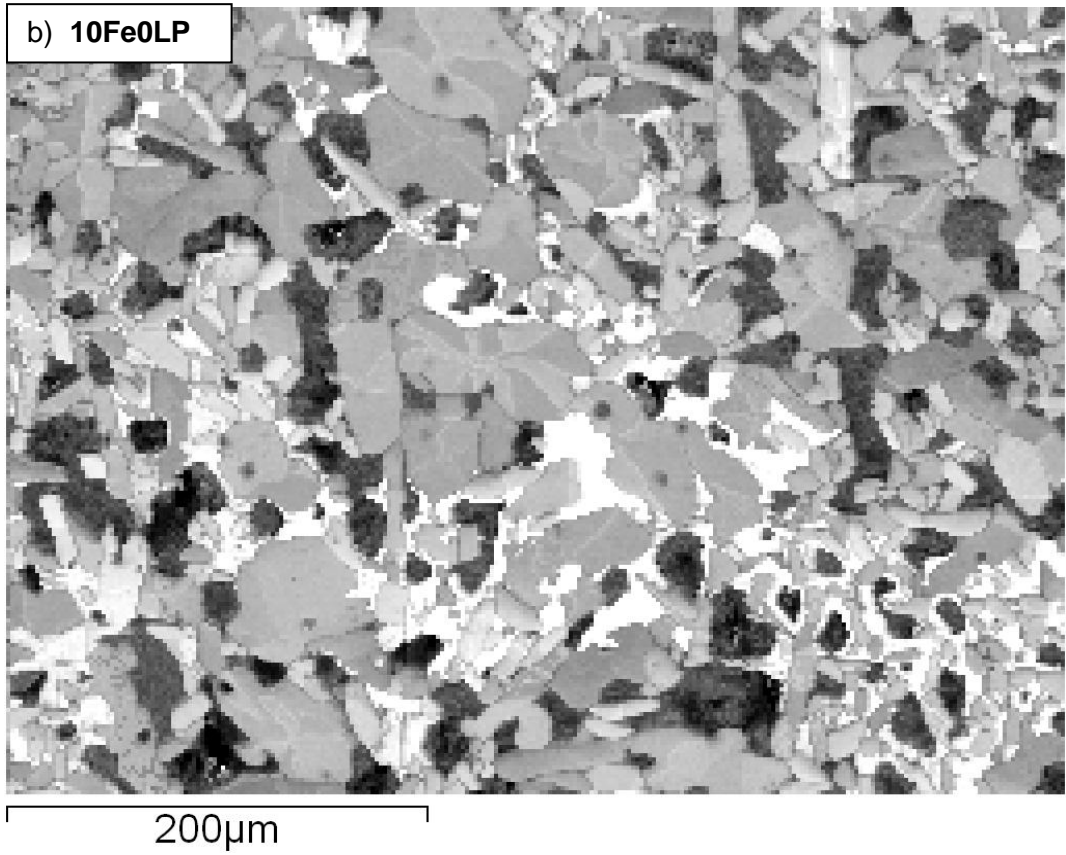
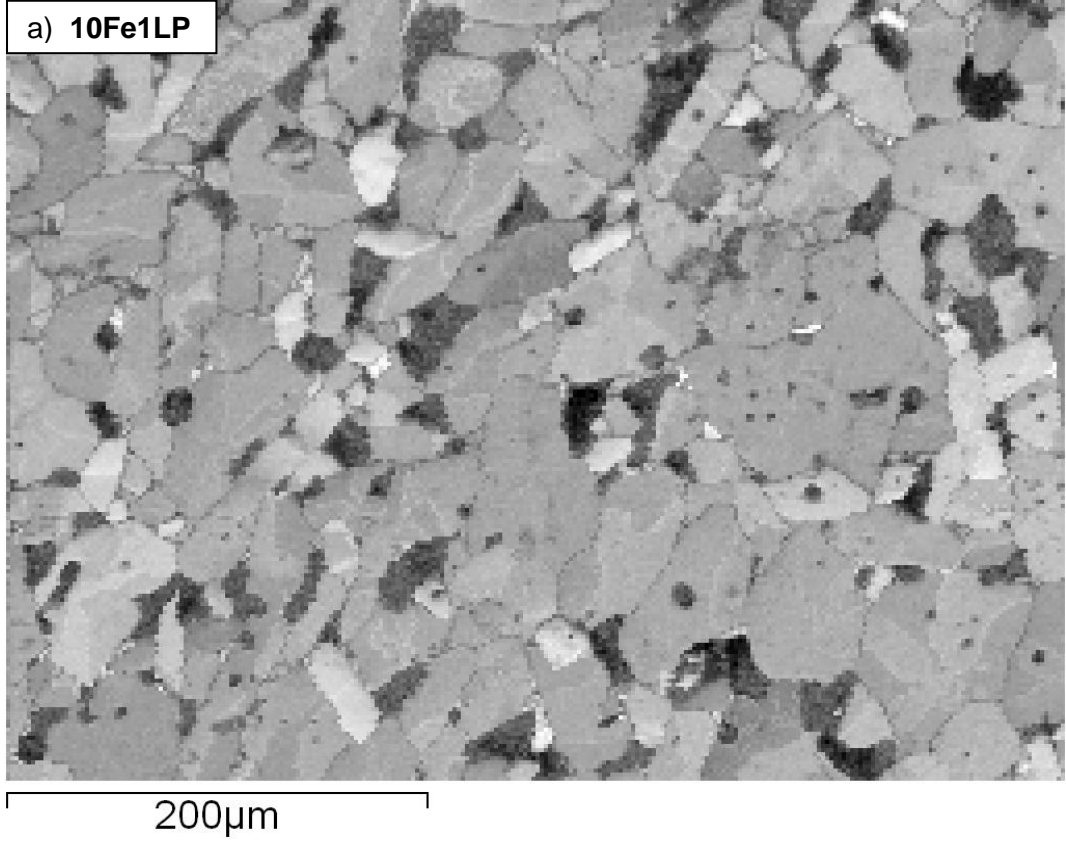
4.4.1 Numunelerin Normal Yönden İncelenmesi

Yüzeyi mikro parlaticı ile parlatılmış numune 25kV hızlandırma voltajı altında 20mm çalışma mesafesinde 120µm aperture açıklığında ve 500X büyütmede analiz edilmiştir. Öncelikle sıvı faz içeren ve sıvı faz içermeyen numunelerden geri yansıyan elektron görüntüleri alınmış (Şekil 4.28); iki numunenin patern kalite haritaları ve kristal yönlenme haritaları karşılaştırılmıştır (Şekil 4.29). Patern kalite haritasına göre ikincil elektron görüntüsünde görülemeyen tane sınırlarını ve kapalı poroziteleri göstermektedir.

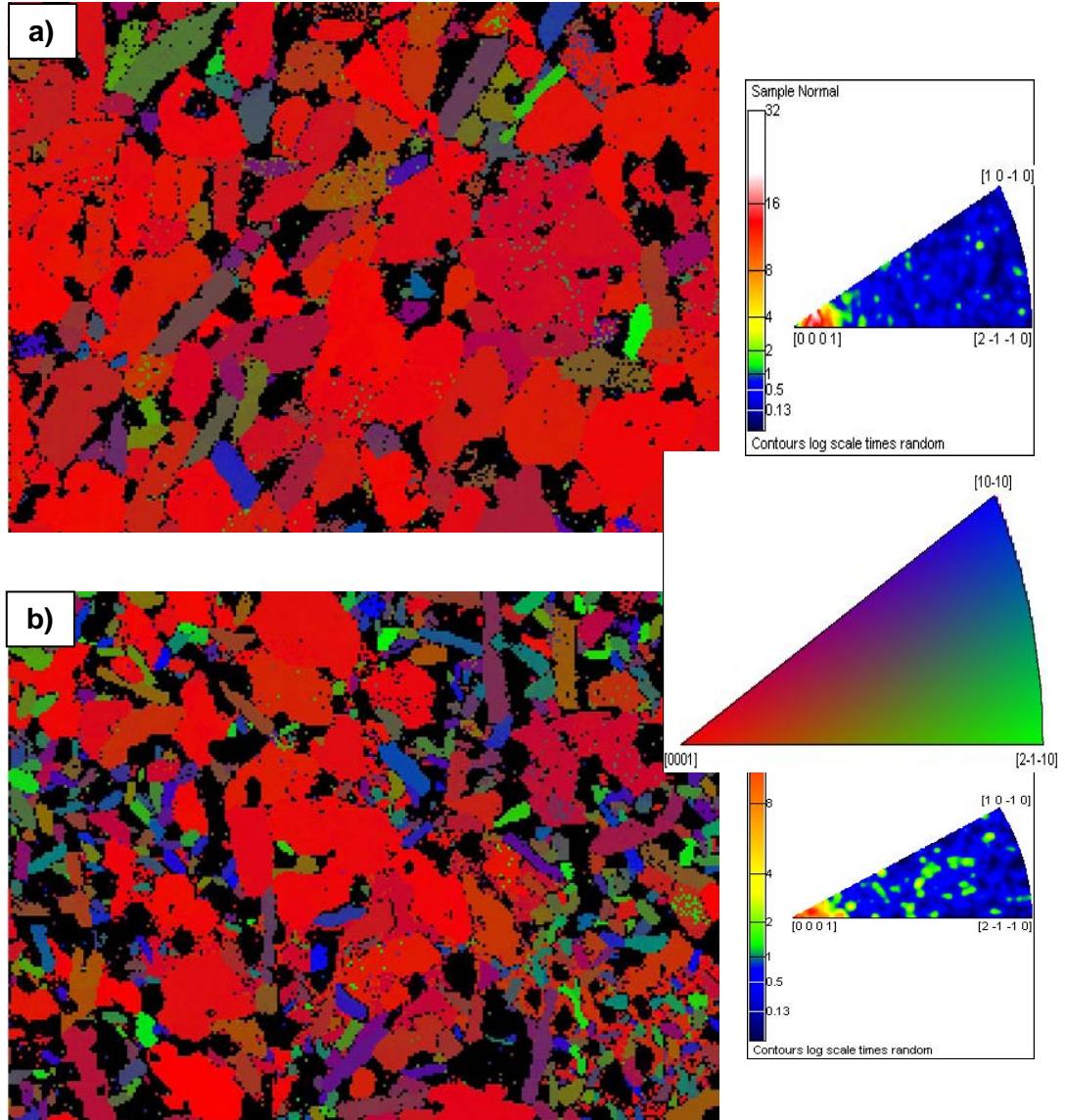
Yönlenme tespiti için numunelerin kristal yönlenme haritaları elde edilmiştir (Şekil 4.30). Haritalar her iki numune içinde normal yönden, enine yönden ve çapraz yönden alınmıştır. Haritalar incelendiğinde yönlenmiş numunenin normal yön kristal haritası, yönlenmemiş numunenin haritasına göre daha fazla kırmızı renk içermektedir ki kırmızı renk burada yönlenme miktarını işaret etmektedir. Inverse pole grafiklerinden numunenin yönlenmesi kalitatif olarak belirlenebilir. Sıvı faz içeren sistemin sıvı faz içermeyen sisteme göre grafikte [0001] zone ekseninde daha yoğun olarak toplandığı görülmektedir (Şekil 4.30 (a-b)). Bu grafiklerden numune normali esas alınarak, tanelerin bazal düzlemlerinin şerit döküm düzlemine dik oldukları görülmektedir, yani tanelerin bazal düzlemleri normal düzlemine paralel olarak durmaktadır.



Şekil 4.28 a) Sıvı faz içeren numunelere ve b) sıvı faz içermeyen numunelere ait geri yansıyan elektron görüntüleri



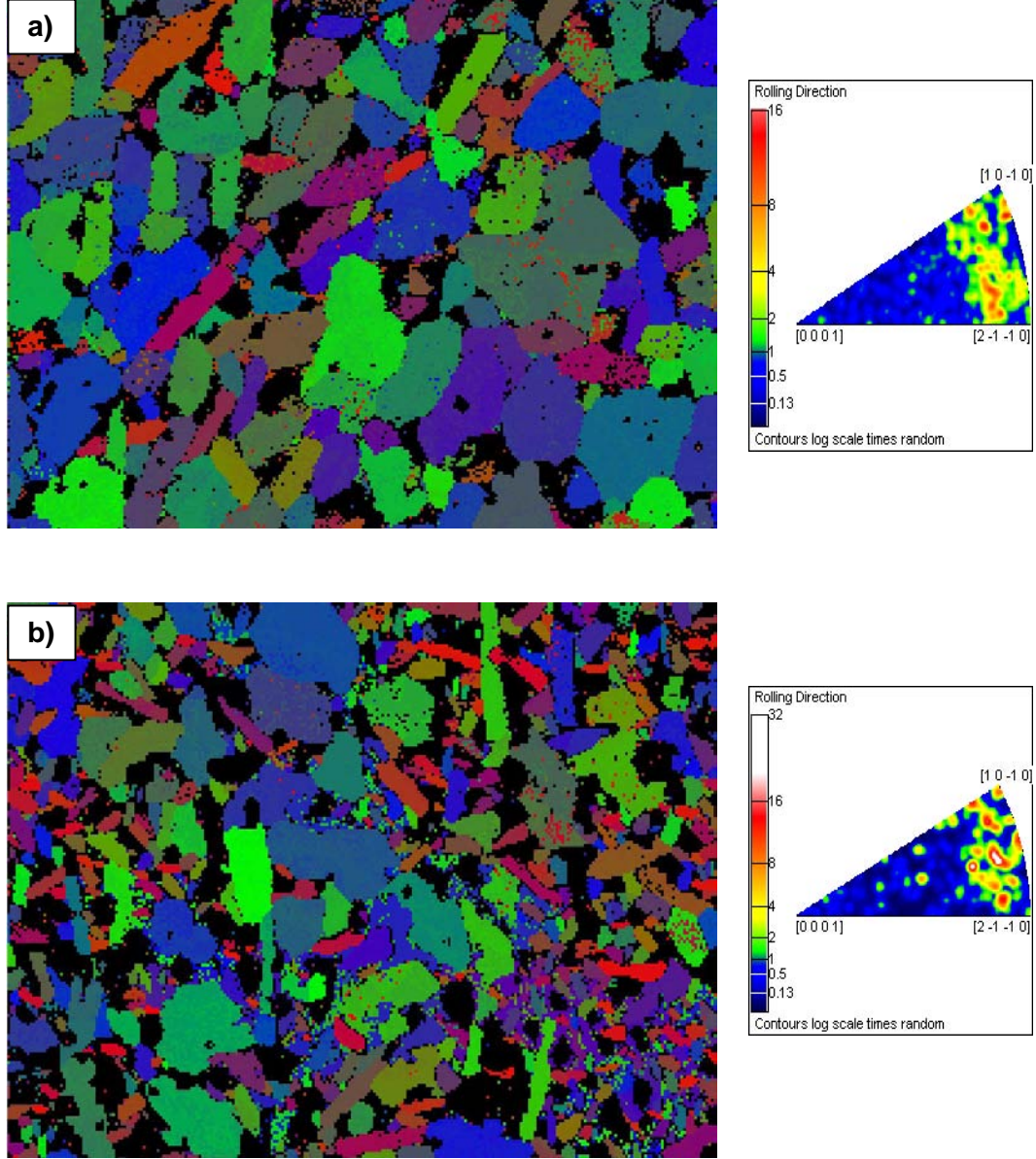
Şekil 4.29 a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelere ait kalite haritaları



Şekil 4.30 a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen alümina numunelerine ait normal yön kristal dağılım haritası ve inverse pole grafikleri

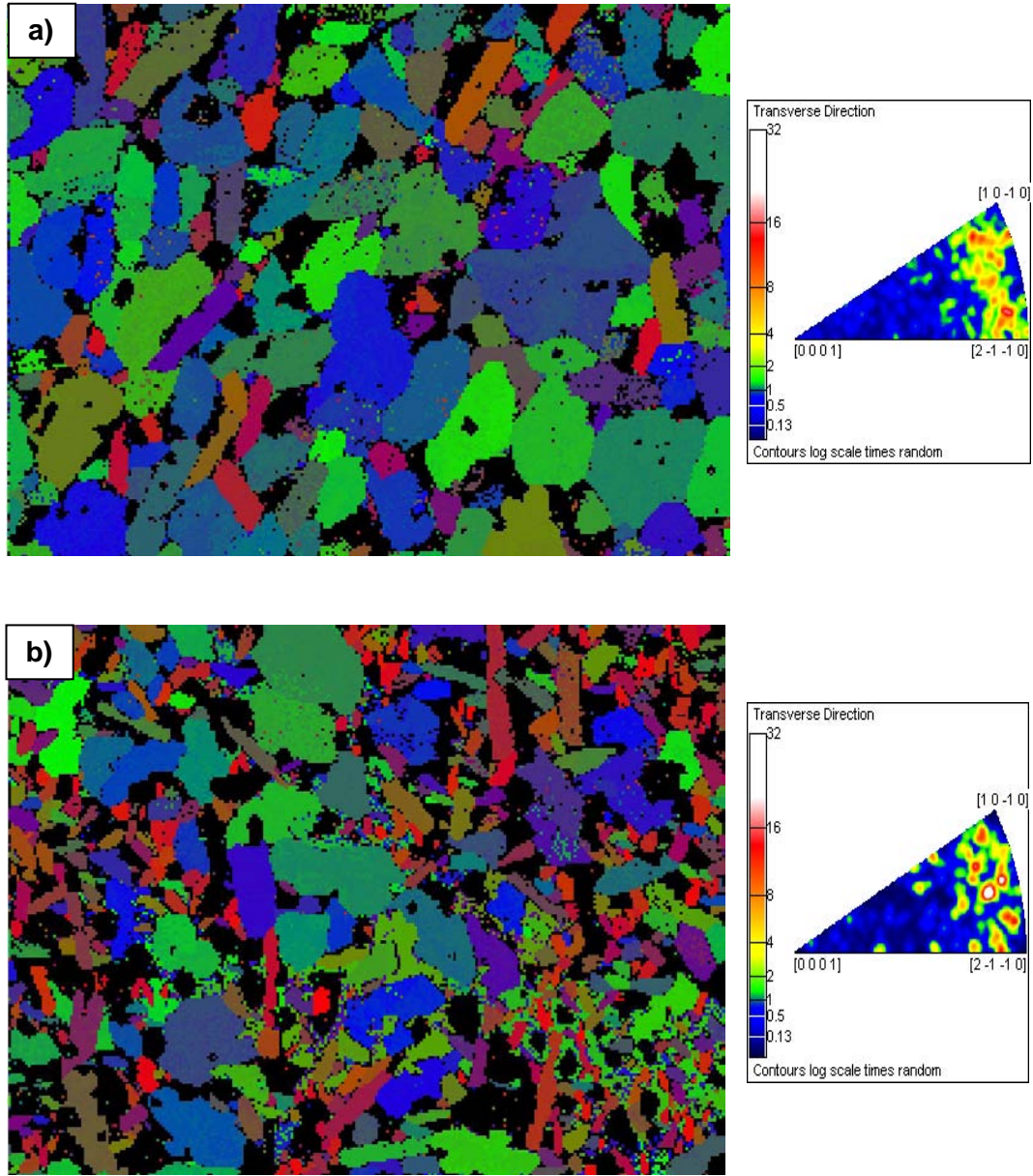
Aynı şekilde enine döküm yönünden ve çapraz yönden bakıldığında da grafiklerin ağırlıklı olarak yeşil ve mavi renklere oluştuğu, nadiren kırmızı çok küçük bölgelerin bulunduğu görülmektedir (Şekil 4.31 a-b) ve (Şekil 4.32 a-b). Hem enine döküm yönüne ait inverse pole grafiklerine hem de çapraz yöne ait inverse pole grafiklerine bakıldığında $[10\bar{1}0]$ ile $[2\bar{1}\bar{1}0]$ zone eksenleri arasında bir renk dağılımı görülmektedir. Fakat her iki durum için bakıldığında da sıvı faz içeren numuneye ait inverse pole grafiğinde $[10\bar{1}0]$ ile $[2\bar{1}\bar{1}0]$ zone eksenleri

arasında sıvı faz içermeyen numuneye göre daha yoğun bir renk dağılımı bulunmaktadır.



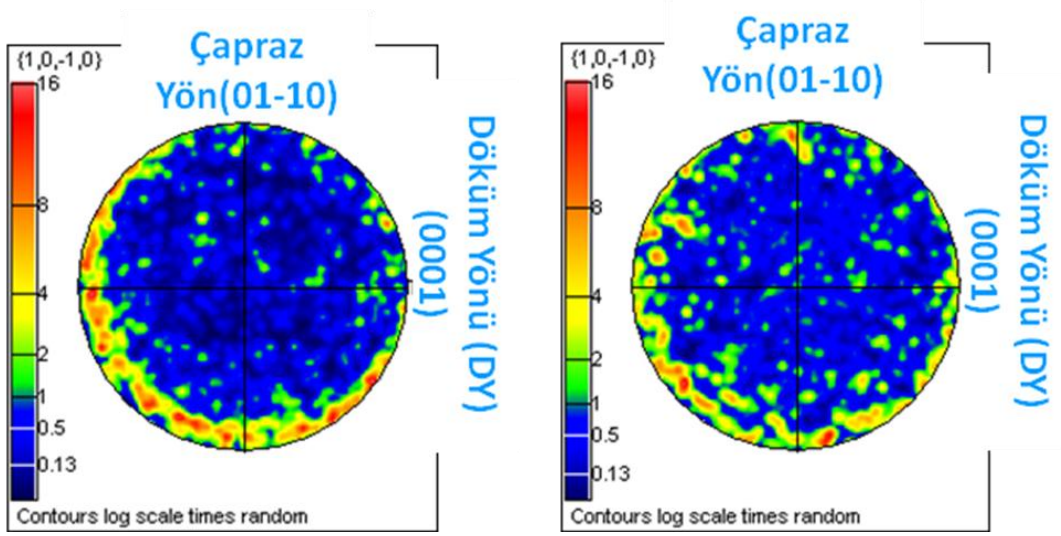
Şekil 4.31 a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen alümina numunelerine ait enine yön kristal dağılım haritaları ve inverse pole grafikleri

Her üç yön için kristal yönlenme haritaları ve ters kutup grafikleri incelendiğinde sıvı faz içeren numunenin (10Fe1LP) sıvı faz içermeyen numuneye (10Fe5PL0LP) göre daha fazla yönlenme gösterdiği belirlenmiştir.



Şekil 4.32 a) Sıvı faz içeren alümina numunesi ve b) sıvı faz içermeyen alümina numunesine ait çapraz yön kristal dağılım haritası ve inverse pole grafikleri

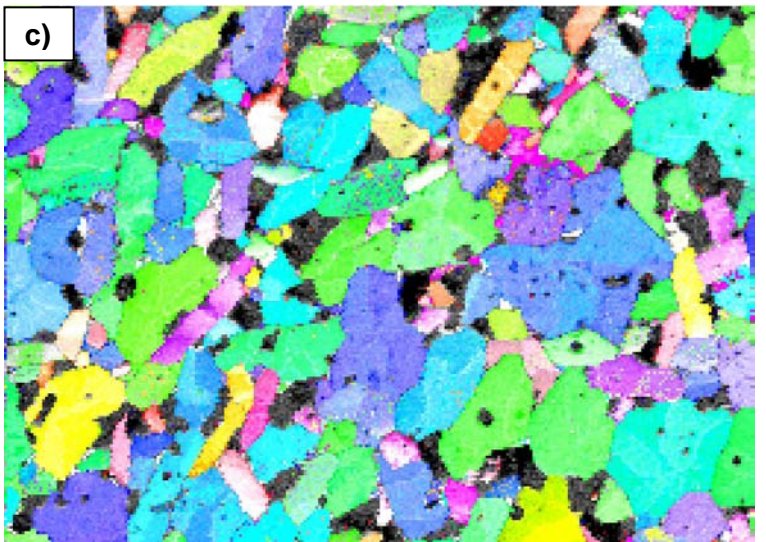
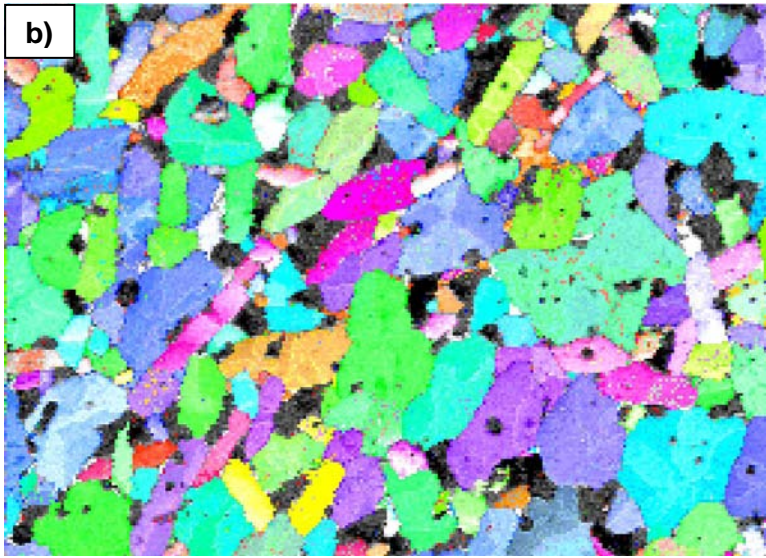
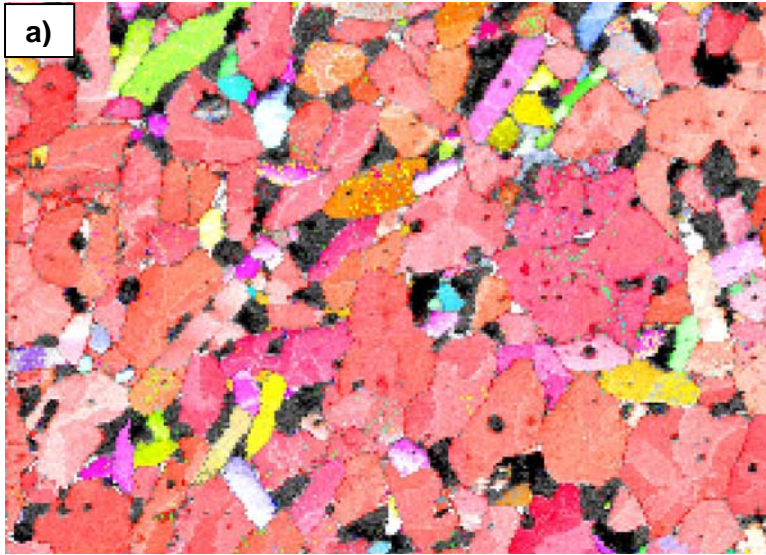
Her iki sistem için pole grafikleri (Şekil 4.33) incelendiğinde ise yönlenmiş sistemde mikro yapıda tanelerin prizmatik düzlemlerinin büyük çoğunluğu normal düzlemine paralel olacak şekilde yönlendiklerini söylemektedir. Fakat bu yön içerisinde mavi ve yeşil renklerin karışık olarak durmasından, prizmatik düzlemlerin konumlarının kontrol edilemediği ortaya çıkmıştır yani fiber texture' dır.



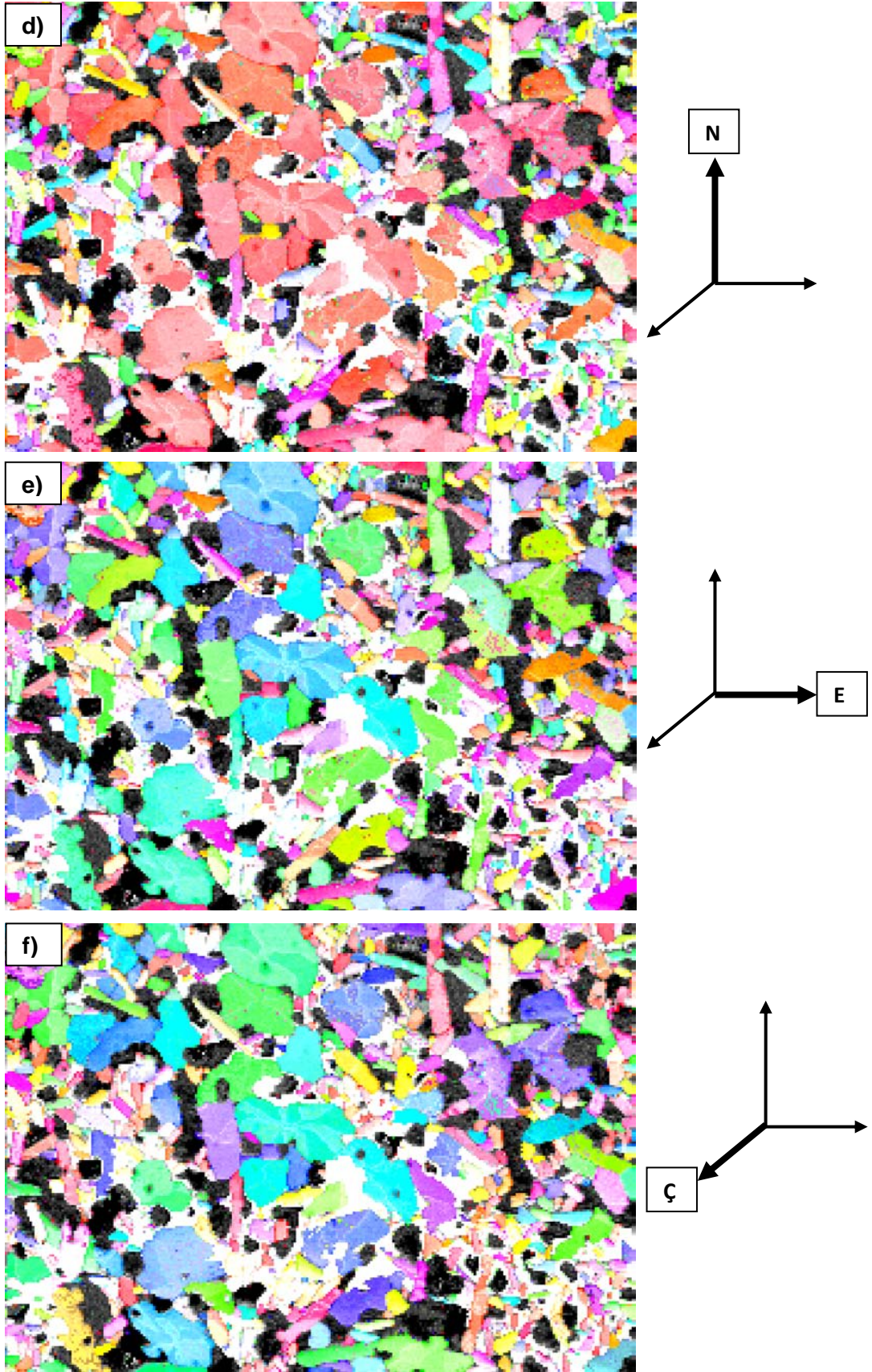
Şekil 4.33 a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen alümina numunelerine ait pole grafikleri

Şekil 4.34' de patern kalite haritası ile kristal haritasının birleştirilmiş hali verilmiştir. Bu sayede ikincil elektron veya geri yansıyan elektron görüntüsünde görülemeyen tanelerin numune içerisindeki duruş biçimleri ve yönlenmeleri belirlenmektedir.

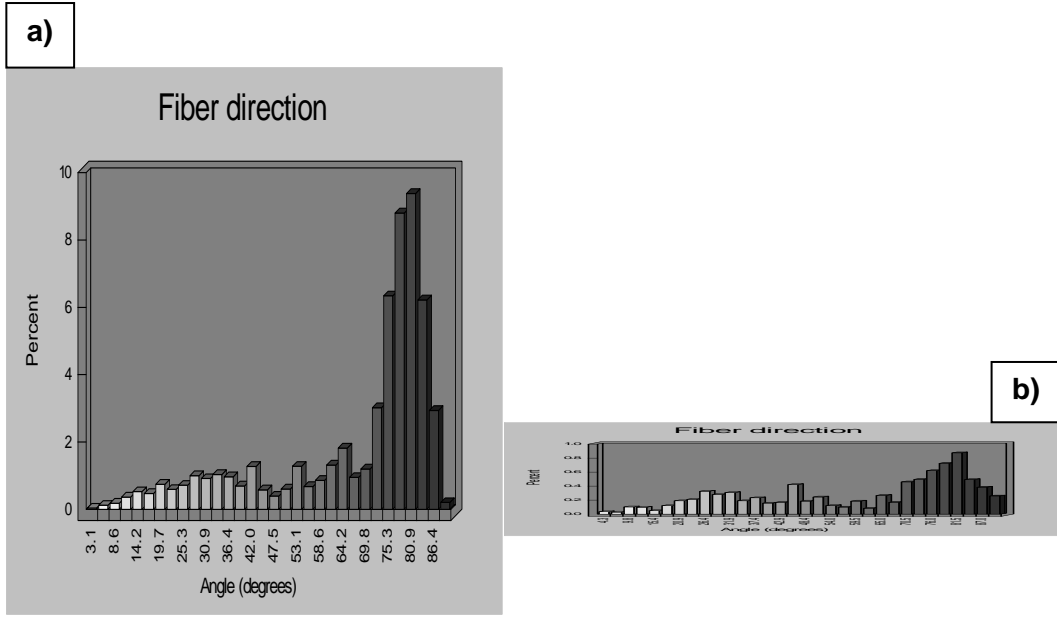
Şekil 4.35' de verilen grafikler, alınan referans eksenine göre kristallerin sapma derecelerini göstermektedir. Sapma ne kadar dar aralıkta ise ve o aralıktaki miktarı ne kadar yüksek ise yapı o kadar çok yönlenmiştir. Buna göre Şekil 4.35 incelendiğinde sıvı faz içeren sistemin, sıvı faz içermeyen sisteme göre daha fazla yönlenmiş kristal içerdiği rahatlıkla görülmektedir. Yönlenmenin %100 olduğu kusursuz bir yapıda bu dağılımın (alınan referans eksenine bağlı olarak) tamamının 90° de veya 0° 'de toplanması beklenir. Her iki grafiğe bakıldığında da sıvı faz içeren sistem (10Fe5PL1LP), diğer sisteme (10Fe5PL0LP) göre daha dar bir aralıkta sapma göstermiştir. Yani yönlenme diğerine göre daha fazladır.



Şekil 4.34 a-b-c) Sıvı faz içeren alümina numunesine ait üç farklı yönden patern kalite haritası ile kristal dağılım haritası birleşimi (devamı)



Şekil 4.34 d-e-f) Sıvı faz içermeyen alümina numunesine ait üç farklı yönden patern kalite haritası ile kristal dağılım haritası birleşimi



Şekil 4.35 a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin aynı ölçekte fiber yön grafikleri

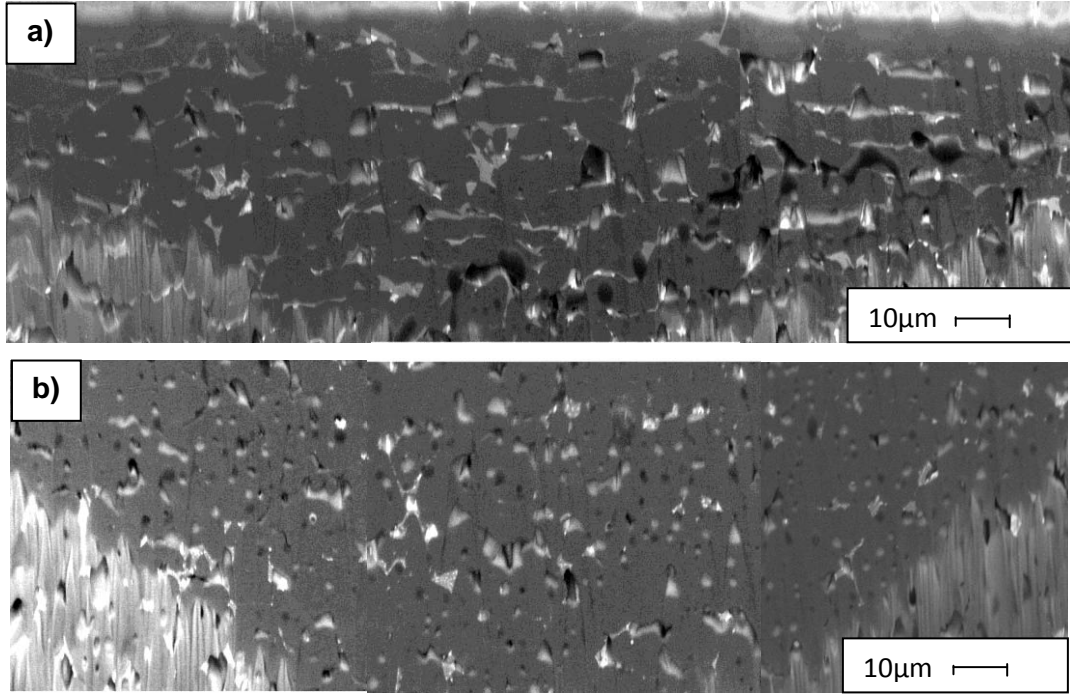
4.4.2 Numunelerin Kesitten İncelenmesi

4.4.2.1 Numunenin Uzun Kesitten İncelenmesi

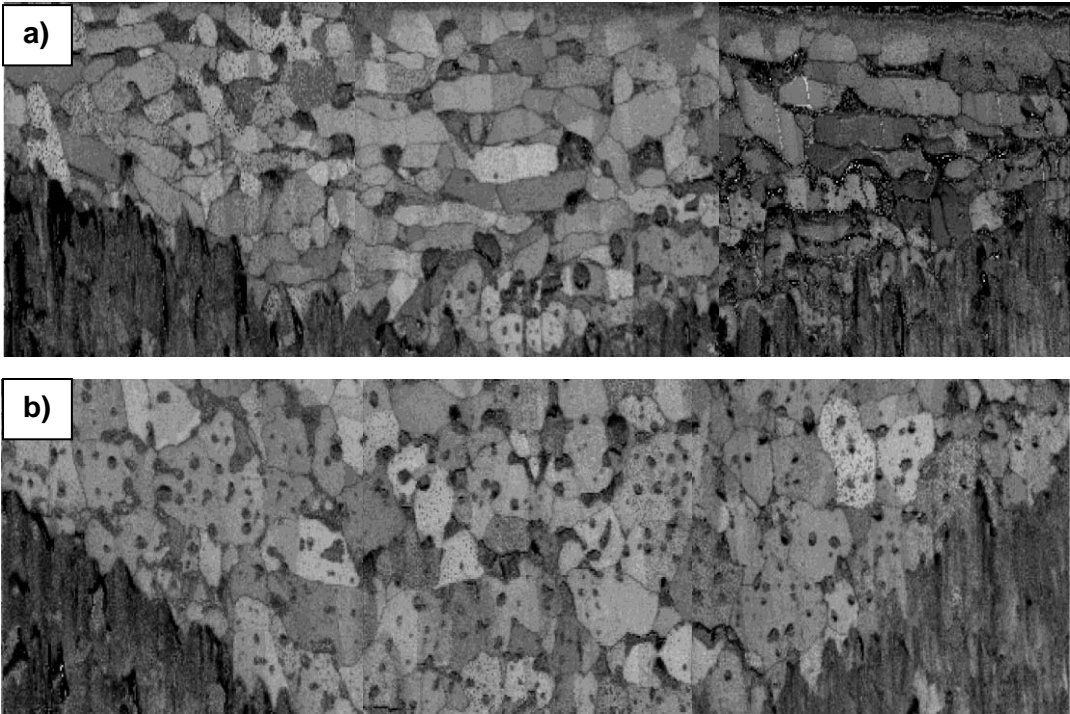
%10 demir içerip sıvı faz içeren ve sıvı faz içermeyen numunelerin kesitten analizlerinin yapılması için cross polisher cihazı kullanılmıştır. 1400x büyütmede 3 farklı bölgeden alınan analiz sonuçları birleştirilmiştir. Sıvı faz içeren numune ile içermeyen numunedeki sonuçlara göre sıvı faz ilavesinin etkisinin yönlenme üzerine etkisi belirlenmiştir. Şekil 4.36 (a) ve (b)' de cross polish yapılmış sıvı faz içeren ve içermeyen numunelere ait kesit görüntüleri ve Şekil 4.37 (a) ve (b)' de görüntüsü alınan bölgelere ait kalite patern haritaları görülmektedir.

Kesite göre; normal yön, enine yön ve çapraz yön haritaları sıvı faz içeren ve sıvı faz içermeyen numunelerin kristal dağılım haritası Şekil 4.38-4.40' da verilmiştir. Numunelerin kesit alanından parlatılmış olmasından dolayı haritalar önceki analizlere göre daha farklı renk dağılımı göstermektedir. Numunenin normal yönüne ve çapraz yönüne bakıldığında tanelerin ya mavi renkte yada yeşil renk tonlarında olduğu görülmektedir. Bunun nedeni daha önceki analizlere göre

bu çalışmada numune kesitten incelenmekte, yani örneğin enine (döküm) yönü referans alınarak incelenmektedir.



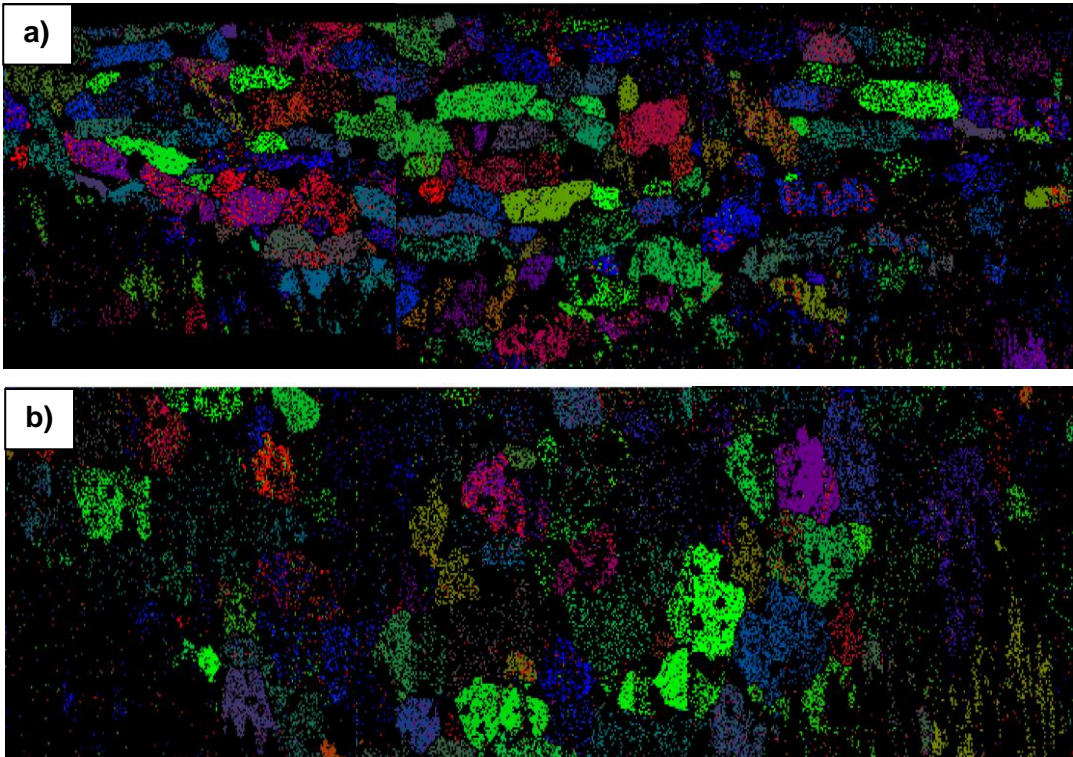
Şekil 4.36 a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunenin kesitten elde edilmiş geri yansıyan elektron görüntüleri (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)



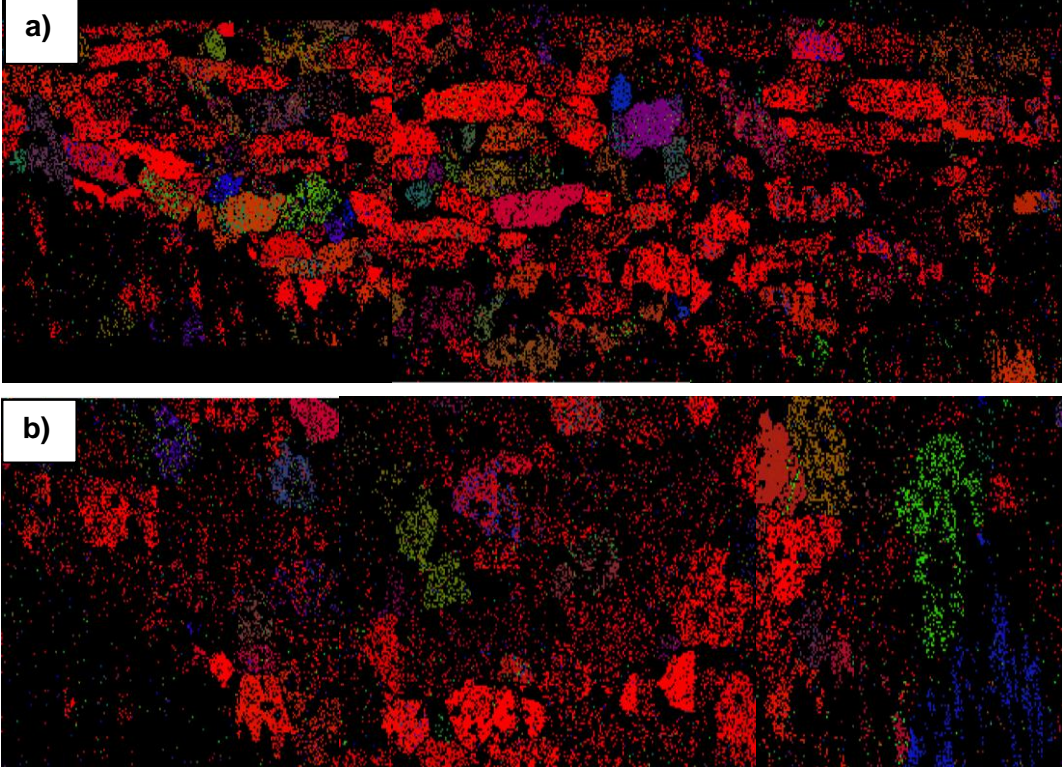
Şekil 4.37 a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numuneye ait kalite patern haritaları (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)

Şekil 4.41' de verilen Inverse pole grafikleri incelendiğinde normal yön ve çapraz yön grafiklerinde dağılımın $[10\bar{1}0]$ ve $[2\bar{1}\bar{1}0]$ düzlemleri arasında olduğu görülmektedir. Enine yön grafiğinde ise dağılım $[0001]$ düzleminde görülmektedir. Bu da numune normal yönden incelendiğinde tanelerin prizmatik düzlemlerinin normal düzleme paralel olduklarını göstermektedir (Şekil 4.41 a-f).

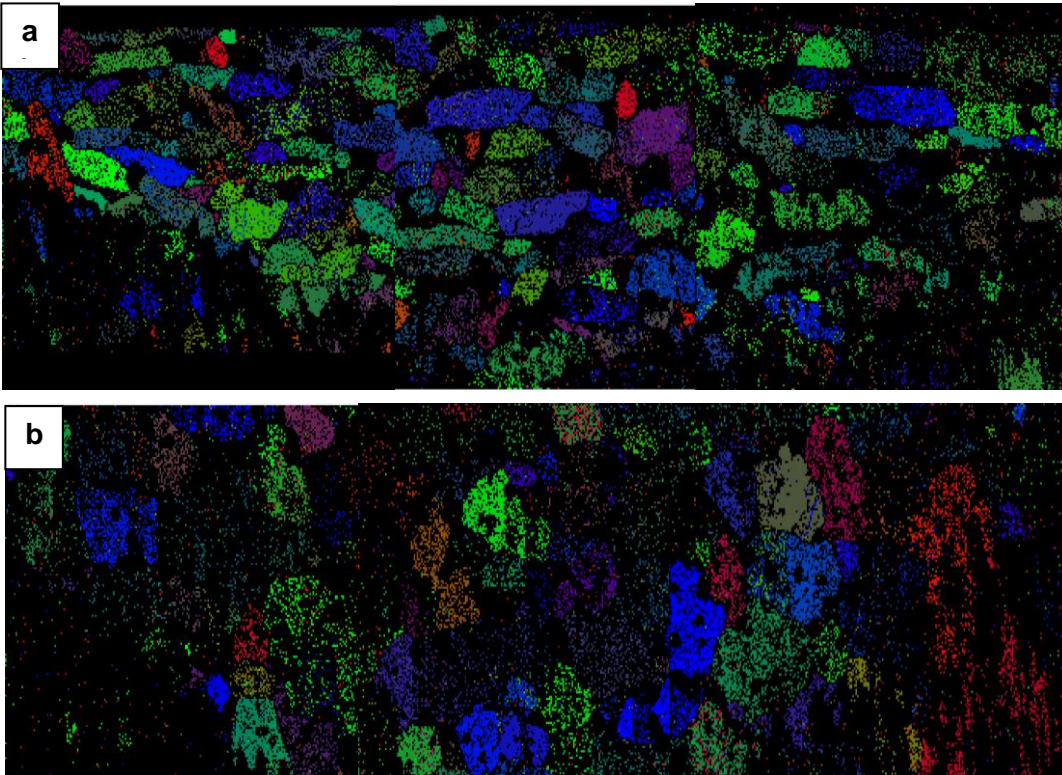
Enine yönden bakıldığında ise kırmızı rengin ağırlıklı olduğu görülmektedir. Bu da renk skalası göz önünde bulundurularak $[0001]$ düzleminin olduğu bilinmektedir. Ayrıca inverse pole grafiğine de bakıldığında renklerin ağırlıklı olarak $[0001]$ düzleminde olduğu görülmektedir. Yani tanelerin bazal düzlemleri, enine yön düzlemine paralel olacak şekilde durmaktadır. Bu da sıvı faz içeren ve içermeyen numunelere normal yönden yapılan analizi doğrulamaktadır.



Şekil 4.38 a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin normal yönden kristal haritası
(Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)

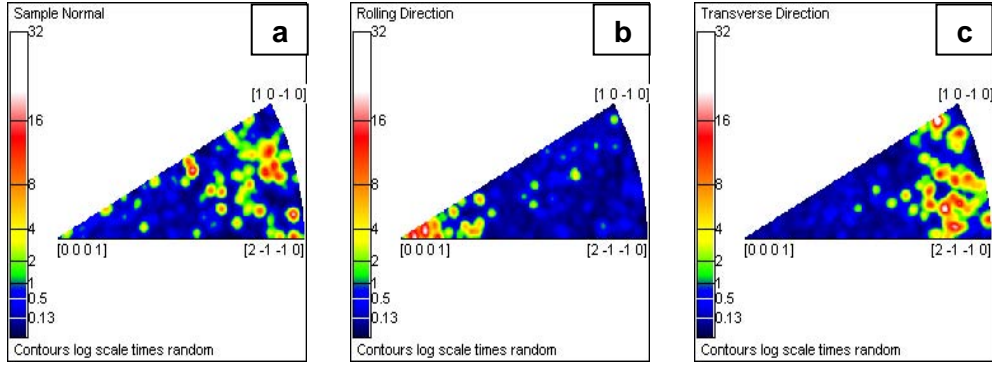


Şekil 4.39 a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin enine yön kristal haritası (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)

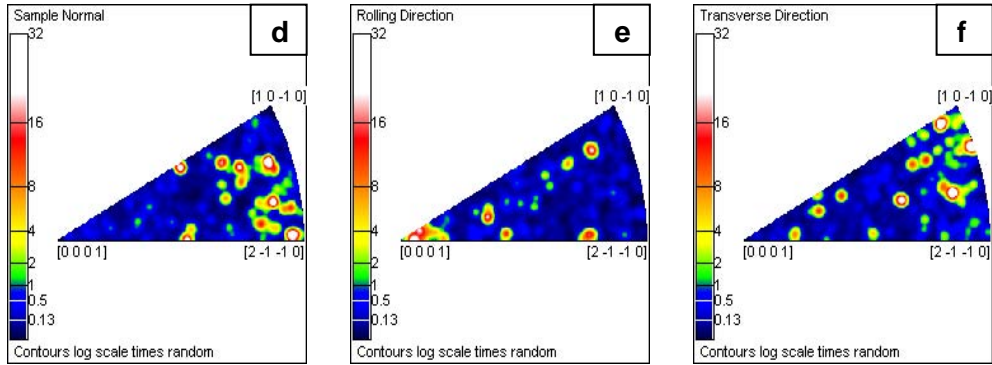


Şekil 4.40 a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin çapraz yön kristal haritası (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)

Sıvı Faz İçeren Numunenin Inverse Pole



Sıvı Faz İçermeyen Numunenin Inverse Pole

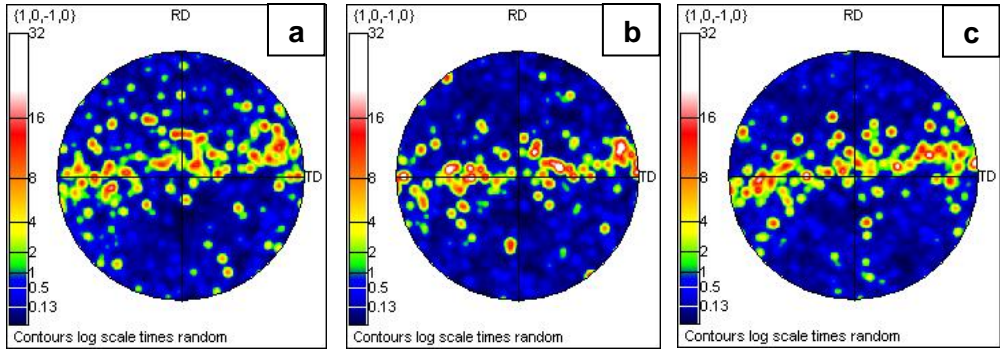


Şekil 4.41 Sıvı faz içeren (a,b,c) ve sıvı faz içermeyen (d,e,f) numunelerin inverse pole grafikleri

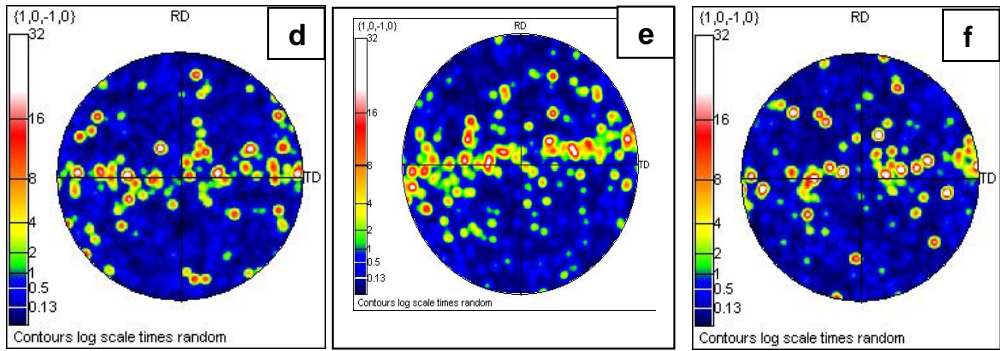
Mikroyapıda prizmatik düzlemlerin gelişimi Şekil 4.42' de sunulan pole figürü ile de açıklanabilir. $\{10\bar{1}0\}$ pole figüründe TD şerit döküm yönü RD ise şerit döküm yönüne dik yöndür. Pole figüründe bakış yönü $[10\bar{1}0]$ olduğuna göre TD aynı zamanda 'l' indisi 0 olan prizmatik düzlemlerin zone eksenidir. Dolayısıyla, TD ekseninde yoğunlaşan renk haritası mikroyapıda tanelerin büyük kısmının bazal düzlemleri normal düzlemine paralel olacak şekilde yönlendiklerini söylemektedir.

Fiber yön grafiklerine bakıldığında da sıvı faz içeren örneğin sıvı faz içermeyen örneğe göre daha dar bir alanda dağılım gösterdiği belirlenmiştir (Şekil 4.43). Sıvı faz içermeyen sistemin dağılımı ise daha geniş bir aralıktadır. Bu nedenle sıvı faz içeren numunenin daha fazla yönelme gösterdiği belirlenmiştir.

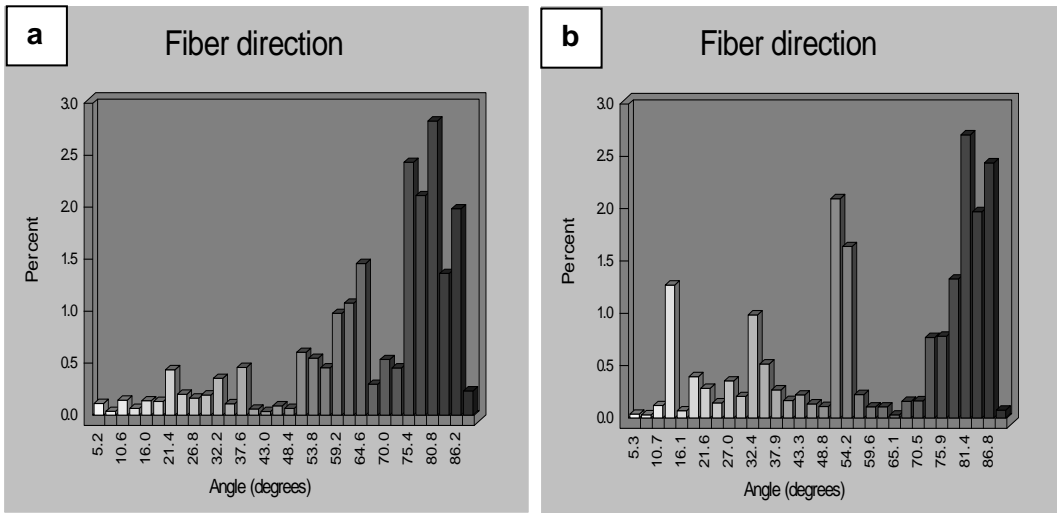
Sıvı Faz İçeren Numunenin Pole Grafikleri



Sıvı Faz İçermeyen Numunenin Pole Grafikleri



Şekil 4.42 Sıvı faz içeren a,b,c) ve sıvı faz içermeyen d,e,f) numunenin pole grafikleri



Şekil 4.43 a) Sıvı faz içeren numunenin, b) sıvı faz içermeyen numunenin fiber yön grafiği

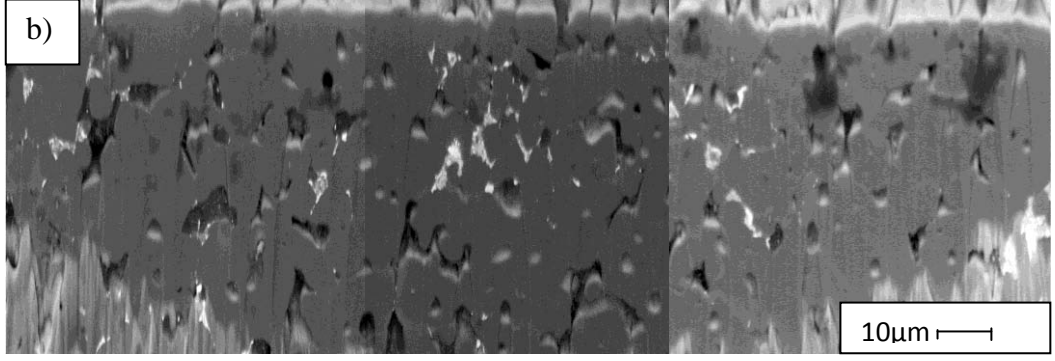
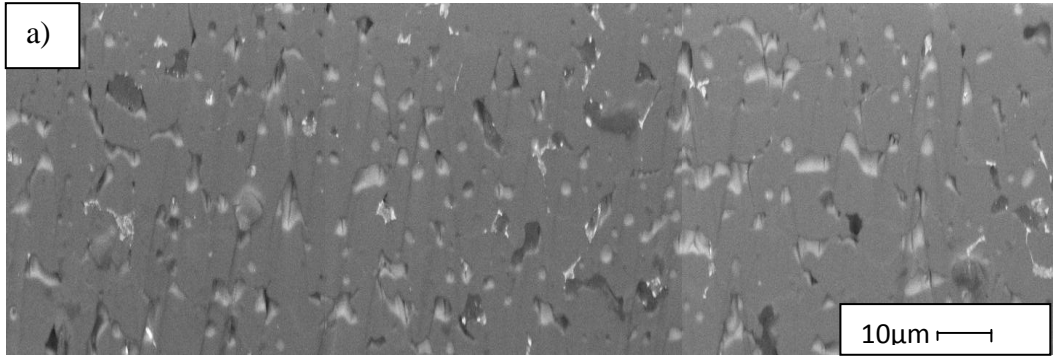
4.4.2.2 Numunenin Kısa Kesitten İncelenmesi

%10 demir içerip sıvı faz içeren ve sıvı faz içermeyen numunelerin kesitten analizlerinin yapılması için cross polisher cihazı kullanılmıştır. 1400x büyütmede 2 farklı bölgeden alınan analiz sonuçları birleştirilmiştir. Sıvı faz içeren numune ile içermeyen numunedeki sonuçlara göre sıvı faz ilavesinin etkisinin yönlenme üzerine etkisi belirlenmiştir. Şekil 4.44 (a) ve (b)' de cp yapılmış sıvı faz içeren ve içermeyen numuneler ait kesit görüntüleri ve Şekil 4.45 (a) ve (b)' de görüntüsü alınan bölgelere ait kalite patern haritaları görülmektedir.

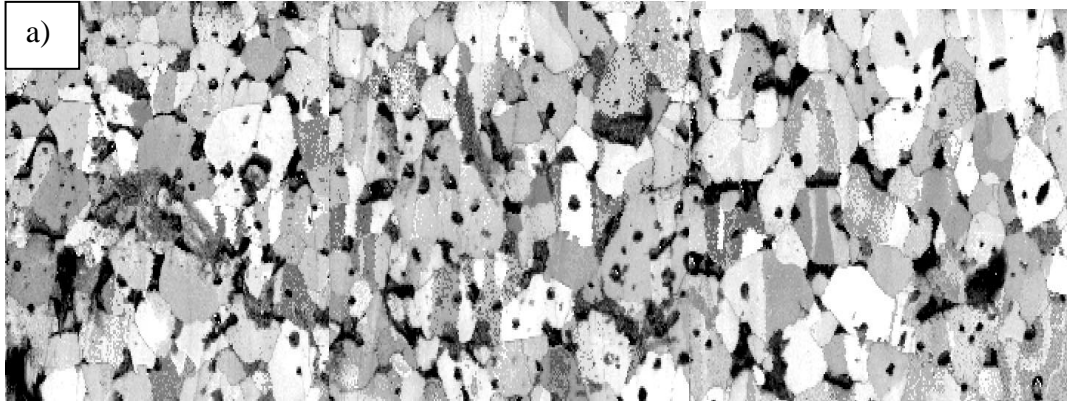
Numunenin normal yönüne ve çapraz yönüne bakıldığında tanelerin ya mavi renkte yada yeşil renk tonlarında olduğu görülmektedir. Normal yön, enine yön ve çapraz yön haritaları sıvı faz içeren ve sıvı faz içermeyen numunelerin kristal dağılım haritası Şekil 4.46-4.48' de verilmiştir.

Şekil 4.49' da verilen Inverse pole grafikleri incelendiğinde normal yön ve çapraz yön grafiklerinde dağılımın $[10\bar{1}0]$ ve $[2\bar{1}\bar{1}0]$ düzlemleri arasında olduğu görülmektedir. Enine yön grafiğinde ise dağılım $[0001]$ düzleminde görülmektedir. Bu da numune normal yönden incelendiğinde tanelerin prizmatik düzlemlerinin normal düzleme paralel olduklarını göstermektedir (Şekil 4.49 a-f).

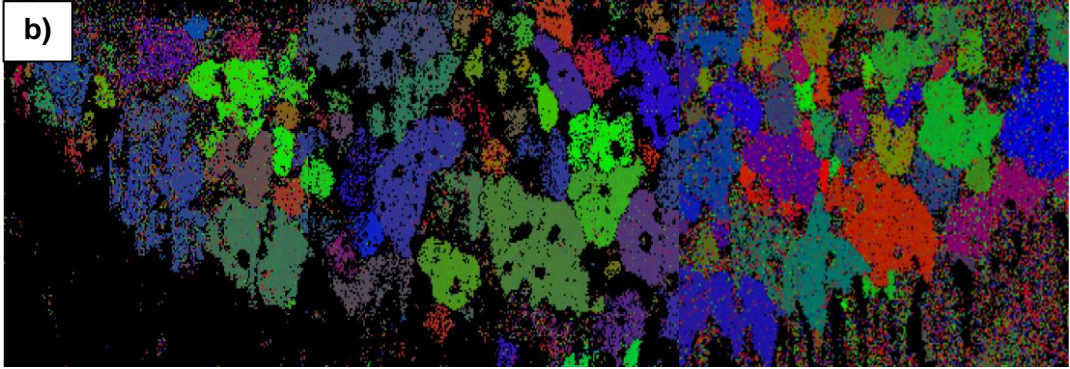
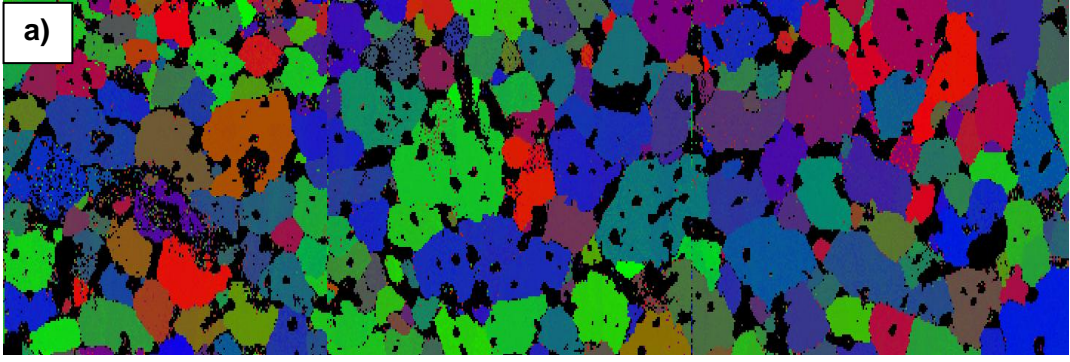
Enine yönden bakıldığında ise kırmızı rengin ağırlıklı olduğu görülmektedir. Bu da renk skalası göz önünde bulundurularak $[0001]$ düzleminin olduğu bilinmektedir. Ayrıca inverse pole grafiğine de bakıldığında renklerin ağırlıklı olarak $[0001]$ düzleminde olduğu görülmektedir. Yani tanelerin bazal düzlemleri, enine yön düzlemine paralel olacak şekilde durmaktadır. Bu da sıvı faz içeren ve içermeyen numunelere normal yönden yapılan analizi doğrulamaktadır.



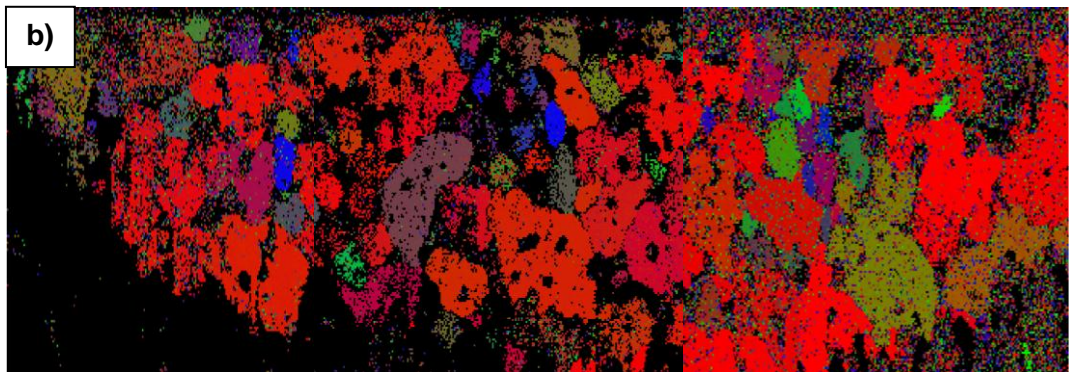
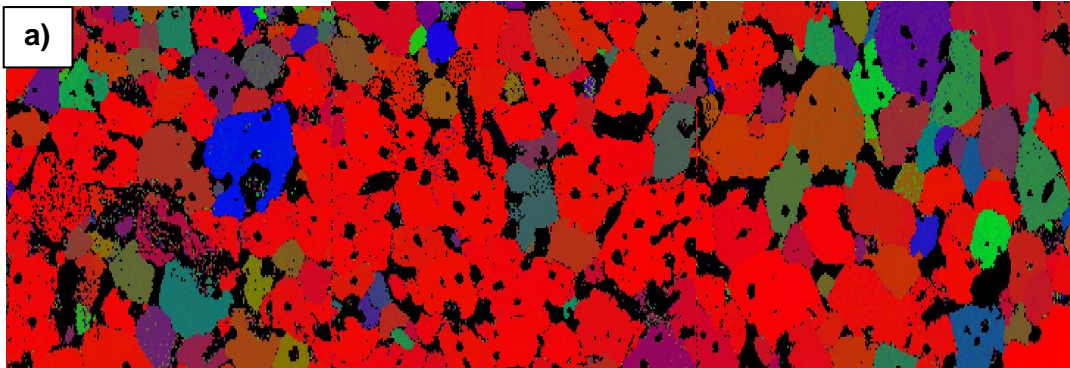
Şekil 4.44 a) Sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunenin kesitten elde edilmiş geri yansıyan elektron görüntüleri (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)



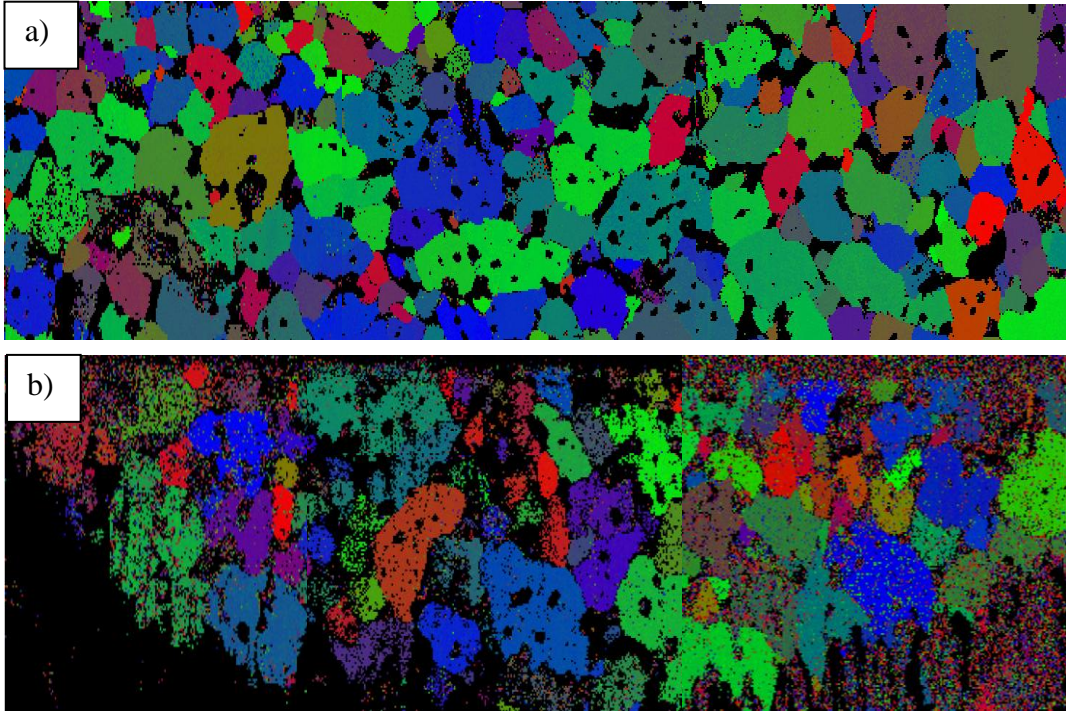
Şekil 4.45 a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numuneye ait kalite patern haritaları (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)



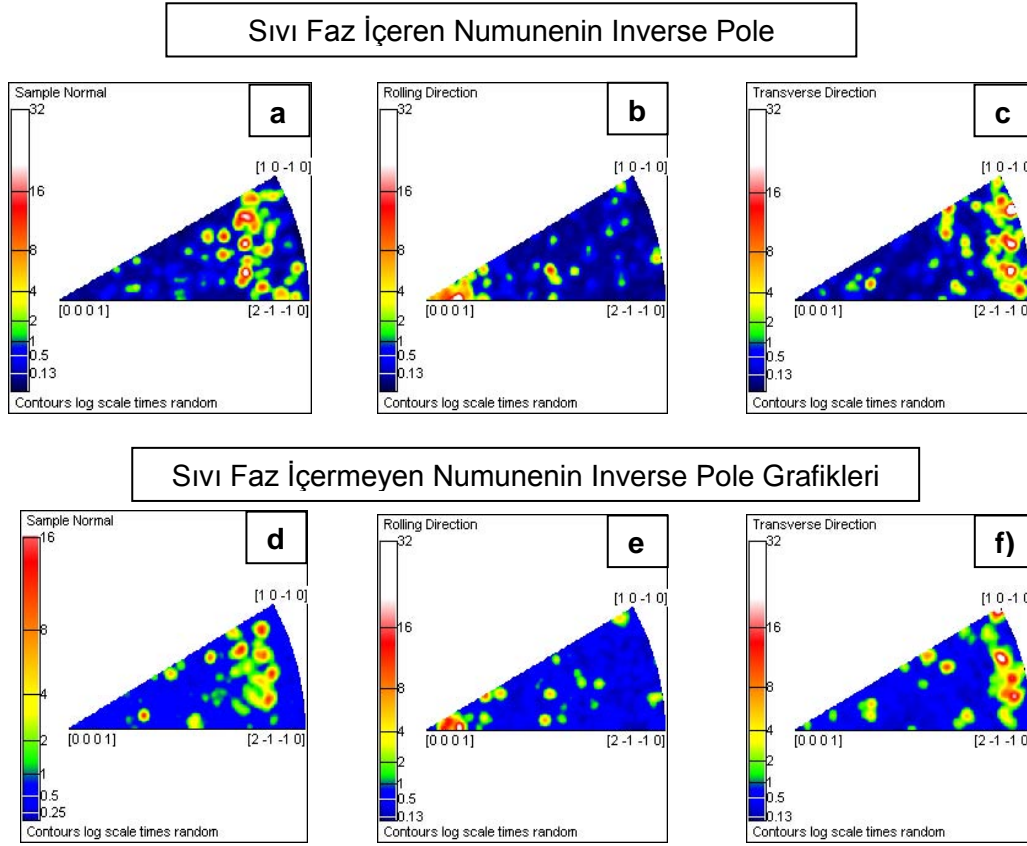
Şekil 4.46 a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin normal yönden kristal haritası
(Not:Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)



Şekil 4.47 a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin enine yönden kristal haritası
(Not:Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)

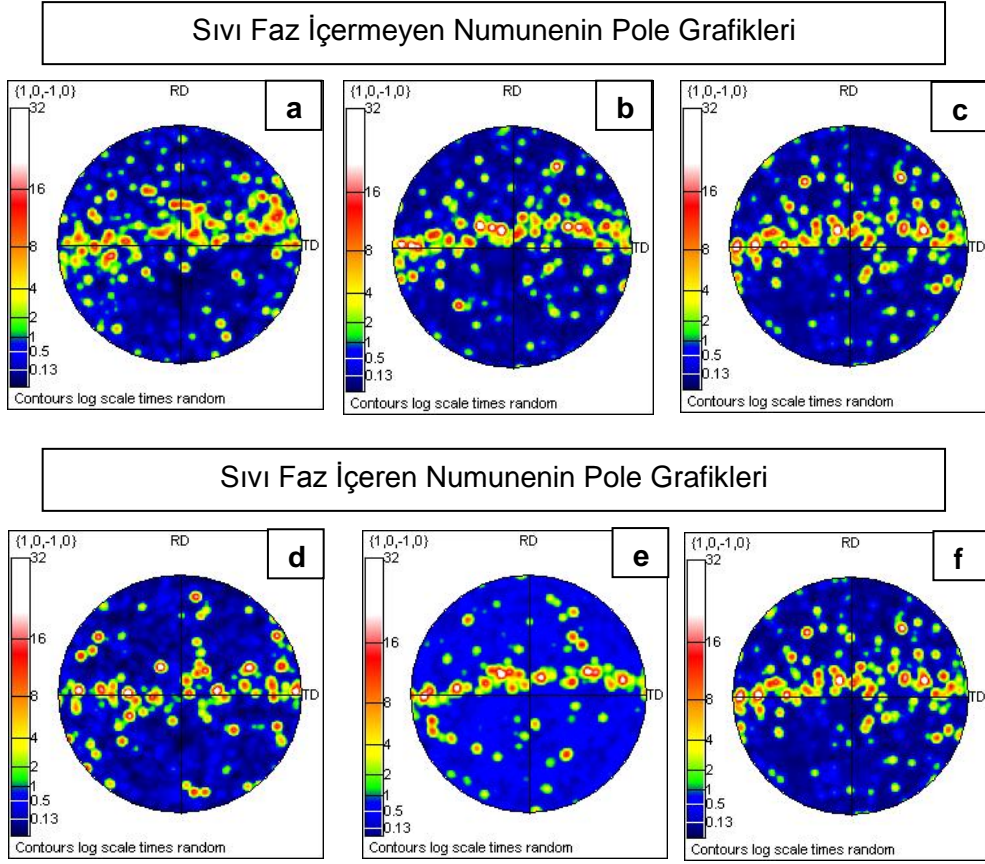


Şekil 4.48 a) sıvı faz içeren ve b) sıvı faz içermeyen numunelerin çapraz yönden kristal haritası
(Not:Üç farklı görüntü birleştirilmiştir)



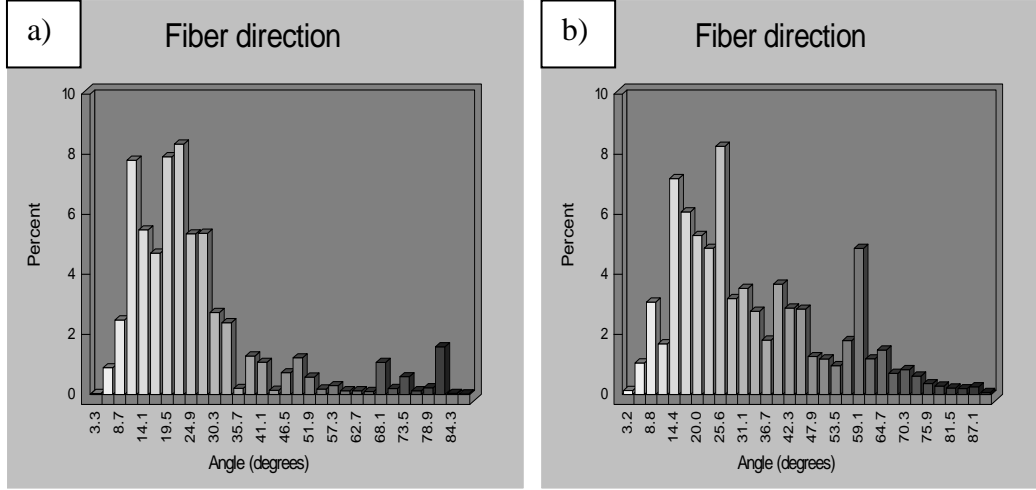
Şekil 4.49 Sıvı faz içeren (a,b,c) ve sıvı faz içermeyen (d,e,f) numunelerin inverse pole grafikleri

Mikroyapıda prizmatik düzlemlerin gelişimi Şekil 4.50' de sunulan pole figürü ile de açıklanabilir. $\{1010\}$ pole figüründe TD şerit döküm yönü RD ise şerit döküm yönüne dik yöndür. Pole figüründe bakış yönü $[10\bar{1}0]$ olduğuna göre TD aynı zamanda 'l' indisi 0 olan prizmatik düzlemlerin zone eksenidir. Dolayısıyla, TD ekseninde yoğunlaşan renk haritası mikroyapıda tanelerin büyük kısmının bazal düzlemleri normal düzlemine paralel olacak şekilde yönlendiklerini söylemektedir.



Şekil 4.50 Sıvı faz içeren a,b,c) ve sıvı faz içermeyen d,e,f) numunenin pole grafikleri

Fiber yön grafiklerine bakıldığında da sıvı faz içeren örneğin sıvı faz içermeyen örneğe göre daha dar bir alanda dağılım gösterdiği belirlenmiştir (Şekil 4.51). Sıvı faz içermeyen sistemin dağılımı ise daha geniş bir aralıktadır. Bu nedenle sıvı faz içeren numunenin daha fazla yönlendirme gösterdiği belirlenmiştir.



Şekil 4.51 a) Sıvı faz içeren numunenin, b) sıvı faz içermeyen numunenin fiber yön grafiği

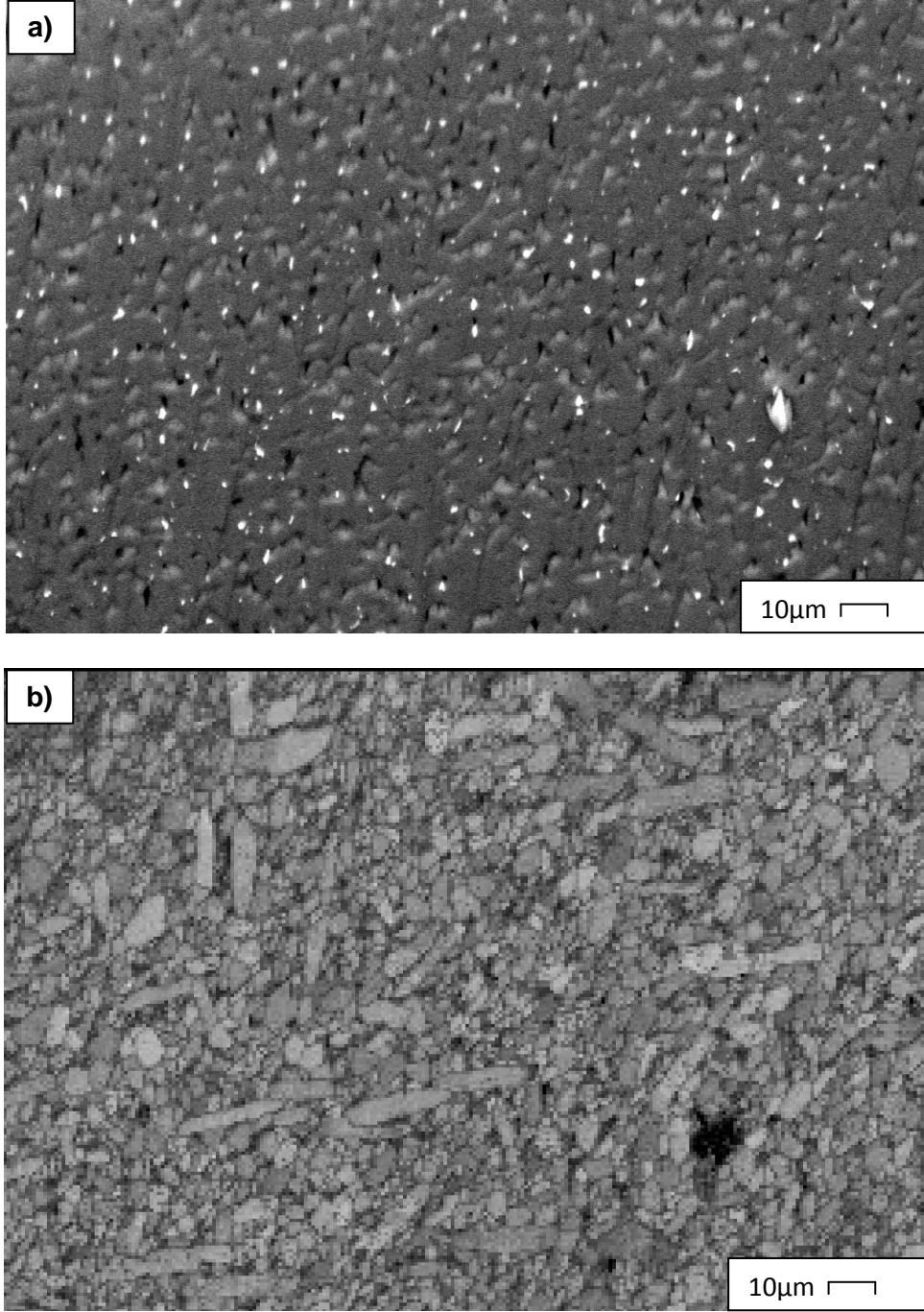
İki sistem karşılaştırıldığında içerisindeki demir miktarı %10 olup; sıvı faz ilaveli ve ilavesiz örneklerin yönlenmesi incelenmiştir. Sıvı faz içeren sistemin sıvı faz içermeyen sisteme göre daha fazla yönlenme gösterdiği tespit edilmiştir. Bunun üzerine demir miktarının değişmesiyle yönlenmenin etkisi incelenmek için %2 demir içeren sıvı faz ilaveli sistem incelenmiştir.

4.5 %2Fe İçeren Sıvı Faz ilaveli (10Fe1LP) Alümina Numunelerinin Kesitten İncelenmesi

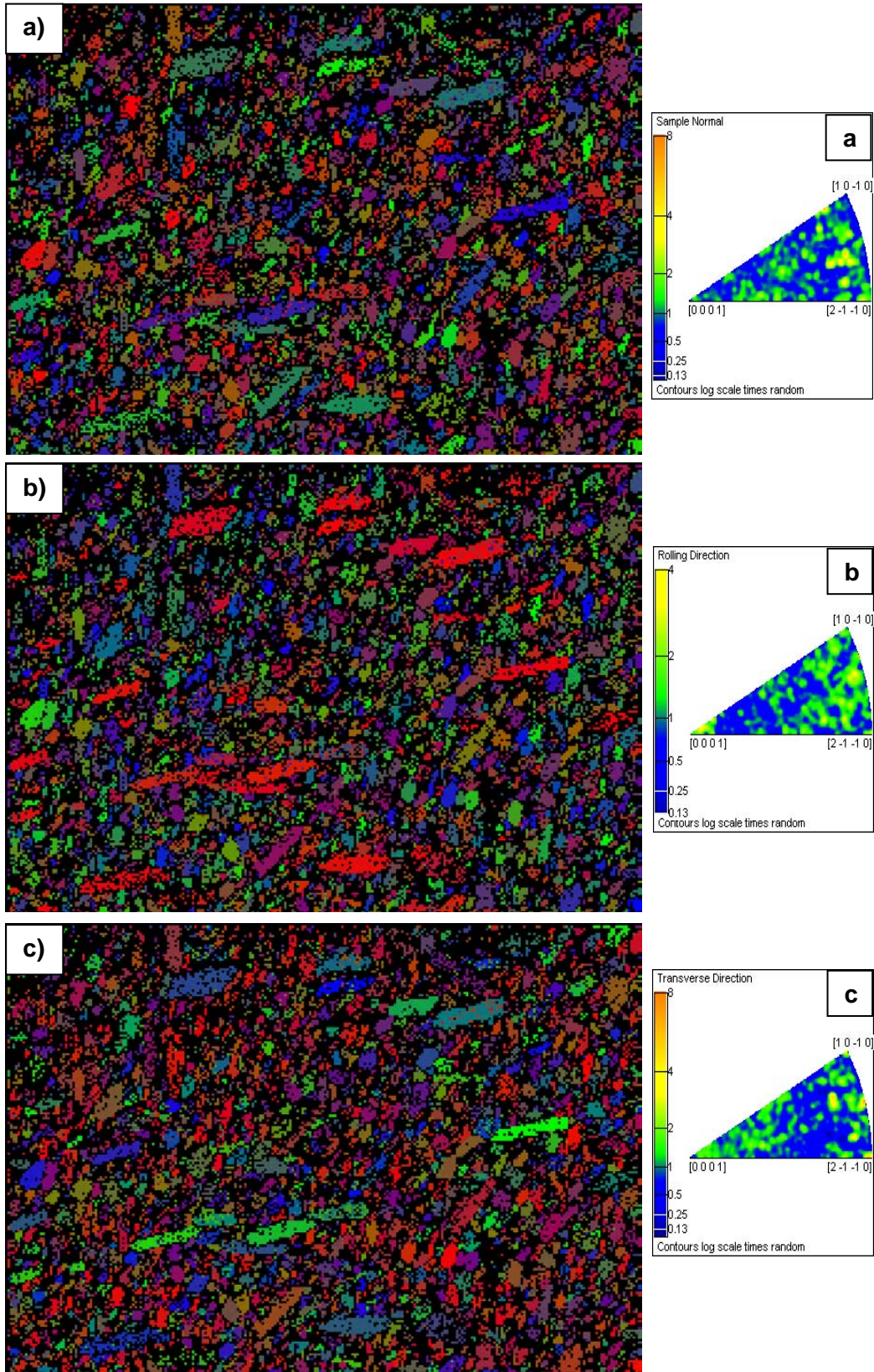
Yüzde 10 demir içeren örneklerde sıvı faz ilavesinin yönlenme üzerine etkisi belirlendikten sonra demir miktarının yönlenme üzerine etkisinin belirlenebilmesi için daha az miktarda demir içeren bir örnek seçilmiştir. Bu örnek % 2 demir içeren sıvı faz ilaveli sistem olarak belirlenmiştir. Bu örneğin cross section parlatici ile parlatıldıktan sonra elde edilen geri yansıyan elektron görüntüsü, kalite haritası, yönlenme haritaları ve pole grafikleri Şeki 4.52 – Şekil 4.54' de verilmiştir.

1400X büyütmede yapılan analiz sonucunda tane boyutunun %10 Fe içeren alümina numunesine göre daha küçük tane boyutuna sahip olduğu görülmüştür. Tane boyutunun az olmasından dolayı kristal yönlenme haritasında çok daha fazla tane görülmektedir. %10 Fe içeren alümina örneğine bakıldığında, %2 Fe içeren

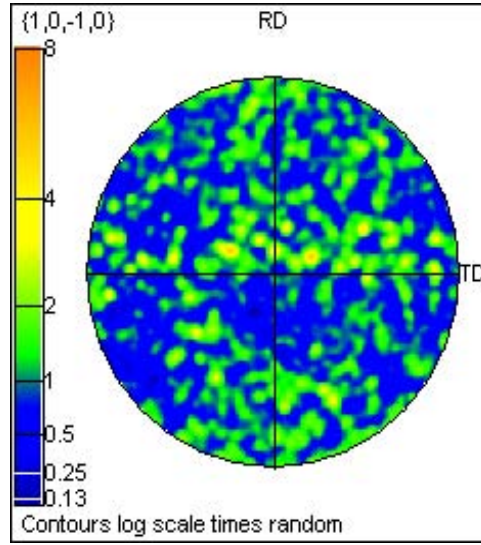
örneğin kristal yönlenme haritası (Şekil 4.53) ve pole grafiği (Şekil 4.54) yönlenmenin olmadığını göstermektedir.



Şekil 4.52 %2 Fe içeren sıvı faz ilaveli alümina numunesinden elde edilen geri yansıyan elektron görüntüsü (a), patern kalite haritası (b).



Şekil 4.53 %2 Fe içeren sıvı faz katkılı numunenin d) normal yön, e) enine yön ve f) çapraz yönlenme haritası ve inverse pole grafikleri (d,e,f)

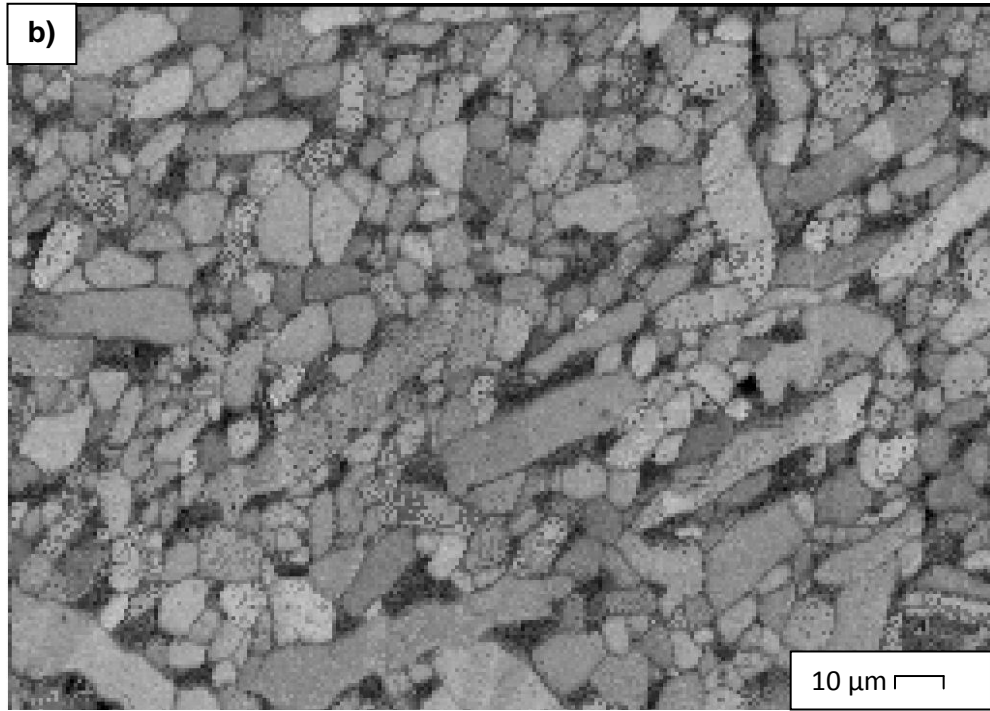
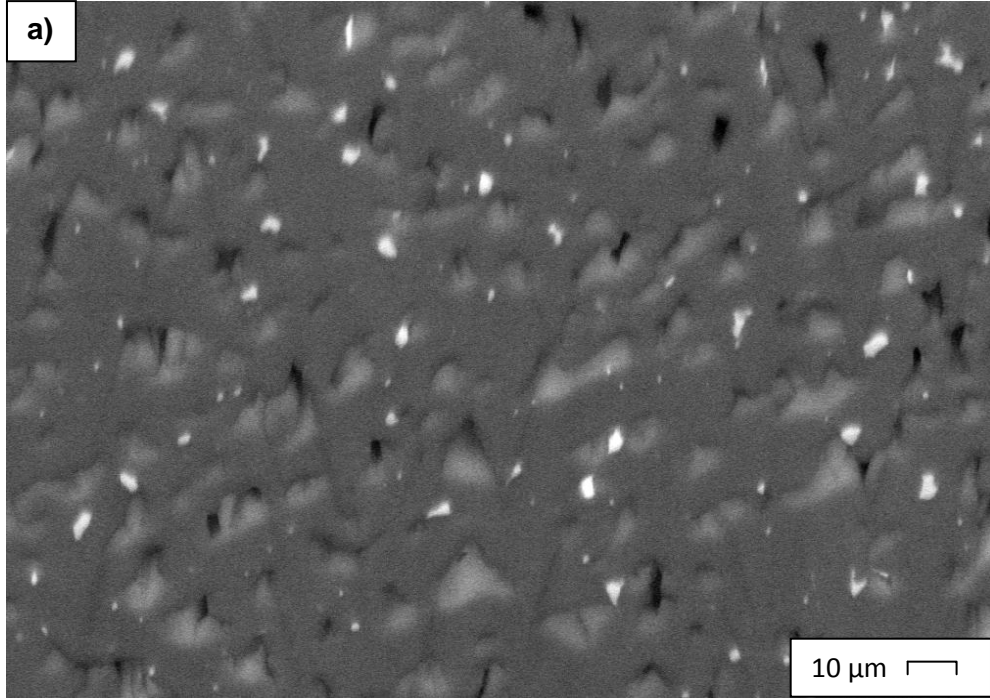


Şekil 4.54 %2 Fe içeren alümina örneğinin pole grafiği

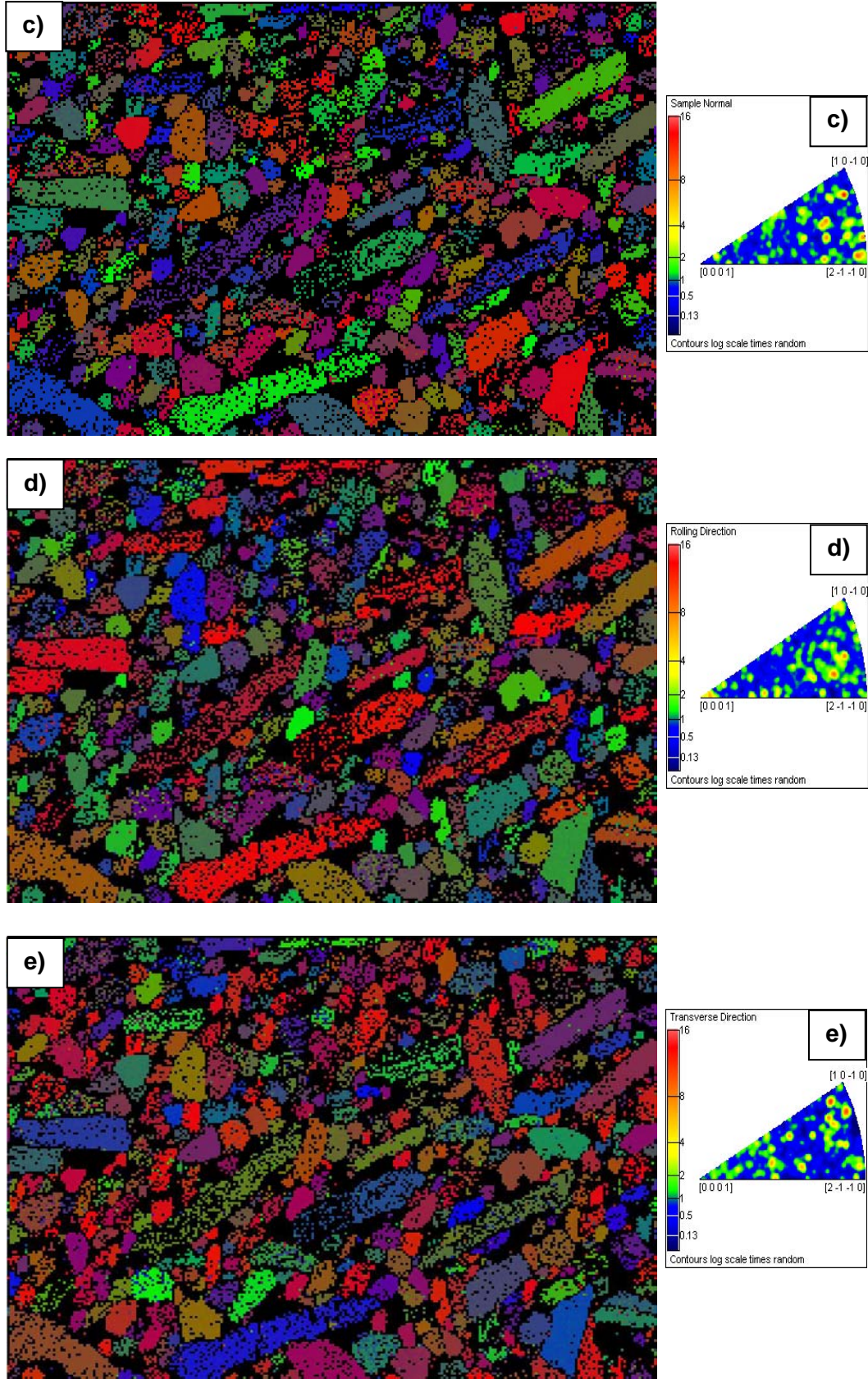
%2 Fe içeren numunede büyütme artırıldığında (2500X) taneler ve tane sınırları daha net olarak görülmektedir. Patern kalite haritasında da bu tanelere ait tane sınırları ve tane şekilleri açıkça görülmektedir (Şekil 4.55).

Kristal yönlenme haritasına bakıldığında normal yön, enine yön ve çapraz yönde tanelerin belli bir renk yoğunluğunda toplandığı görülmemektedir. Her üç haritada da renkler rastgele bir dağılım göstermektedir (Şekil 4.56).

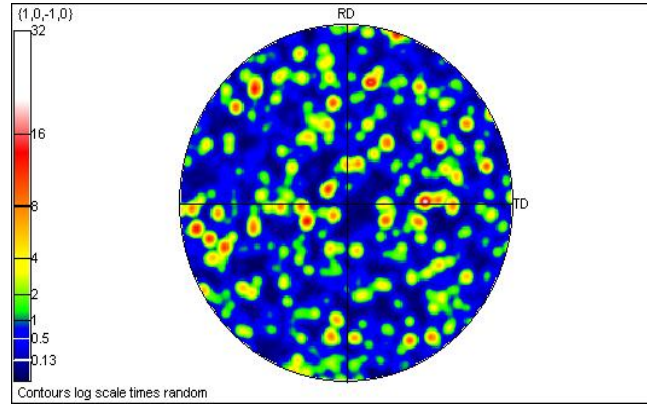
Inverse pole ve pole figure grafiklerine bakıldığında da renksel dağılım tüm grafik içerisine dağılmıştır yani yönlenmenin olmadığı anlaşılmaktadır (Şekil 4.56 ve Şekil 4.57).



Şekil 4.55 Daha yüksek büyütmede %2 Fe içeren sıvı faz ilaveli alümina sistemi a) geri yansıyan elektron görüntüsü ve b) patern kalite haritası

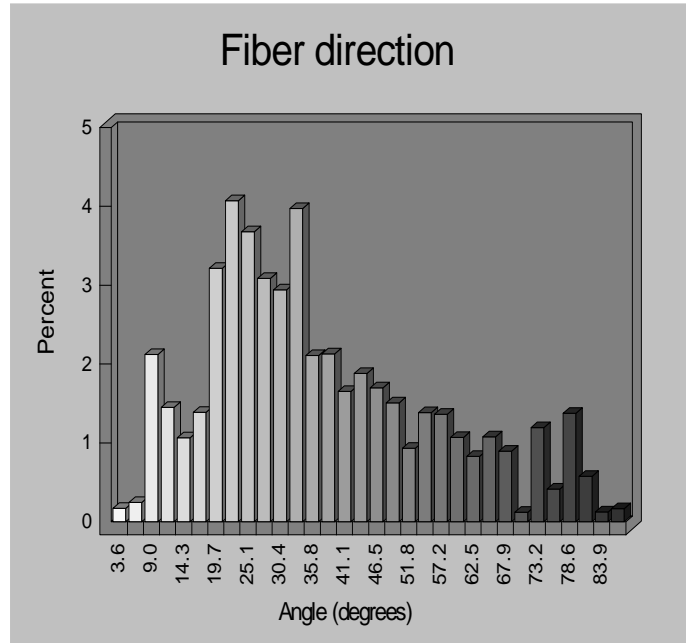


Şekil 4.56 %2 Fe içeren sıvı faz katkılı numunenin a) normal yön, b) enine yön, c) çapraz yön haritası ve inverse pole grafikleri



Şekil 4.57 %2 Fe içeren alümina örneğinin pole grafiği

Fiber yön grafiğine bakıldığında ise belirli bir açı aralığında sapma görülmemektedir. Bu da yönlenmenin olmadığını kanıtlamaktadır (Şekil 4.58).



Şekil 4.58 %2 Fe demir içeren alümina numunesinin fiber yönü grafiği

5. SONUÇLAR

Farklı miktarlarda Fe ve sıvı faz içeren alümina numunelerde XRD çalışmaları yapılmıştır. Bu çalışmadaki veriler Lotgering Faktör ile hesaplanmış ve en iyi yönlenme %10 Fe ve %1 sıvı faz içeren numunede, $10Fe5PL1LP$, $(f) = 0,33$ olarak bulunmuştur.

Bu numunelerin EBSD ile incelenmesinden önce, EBSD için çok önemli olan numune hazırlama kademesinde en iyi patern kalitesi elde etmek için numune hazırlama parametreleri ve mikroskop kullanım parametreleri ile optimum inceleme şartları belirlenmiştir.

En iyi sonuçlar:

- i) Sırasıyla cross polisher, colloidal silika ile otomatik parlatma, termal dağlama ve FIB olarak belirlenmiş,
- ii) Mikroskop çalışma şartlarında ise 25kV hızlandırma voltajında,
- iii) Açıklık olarak 120 μm açıklıkta,
- iv) Çalışma süresi olarak ise 112 ms olarak belirlenmiştir.

Numune hazırlama sürecinde karşılaşılan güçlükler ve EBSD yazılımının kullanımı ile ilgili eksiklikler giderilerek sorunlar aşılmıştır.

Numunelerin gözenekli yapısı patern kalitesini düşürmüştür. Sıvı faz içermeyen sistemde sıvı faz içeren sisteme oranla daha fazla gözenek olduğu ve tane boyutunun daha küçük olduğu saptanmıştır.

Bu sonuçlara dayanarak %10 Fe içerip sıvı faz içeren ve içermeyen ve Fe miktarının etkisini belirlemek için %2 Fe ve sıvı faz içeren numuneler farklı yönlerden EBSD ile incelenmiştir. Yüzeiden yapılan incelemeler sonucu %10 Fe ve sıvı faz içeren numunenin sıvı faz içermeyen numuneye oranla çok yüksek yönlenme gösterdiği belirlenmiştir. Buna ilaveten kesitten yapılan incelemelerde tanelerin iğnemsisi olarak döküm yönüne paralel olarak büyüdüğü belirlenmiştir. Hesaplanan yönlenme miktarları Çizelge 5.1 ve 5.2' de verilmiştir.

Çizelge 5.1 EBSD sonucuna göre yönelme miktarları

EBSD YÖNLENME MİKTARI SONUÇLARI			
Sıvı Faz İçeren		Sıvı Faz İçermeyen	
XX	%53,82	XX	%39,43
YX	%57,54	YX	%25,32
ZX	%60,12	ZX	%33,01

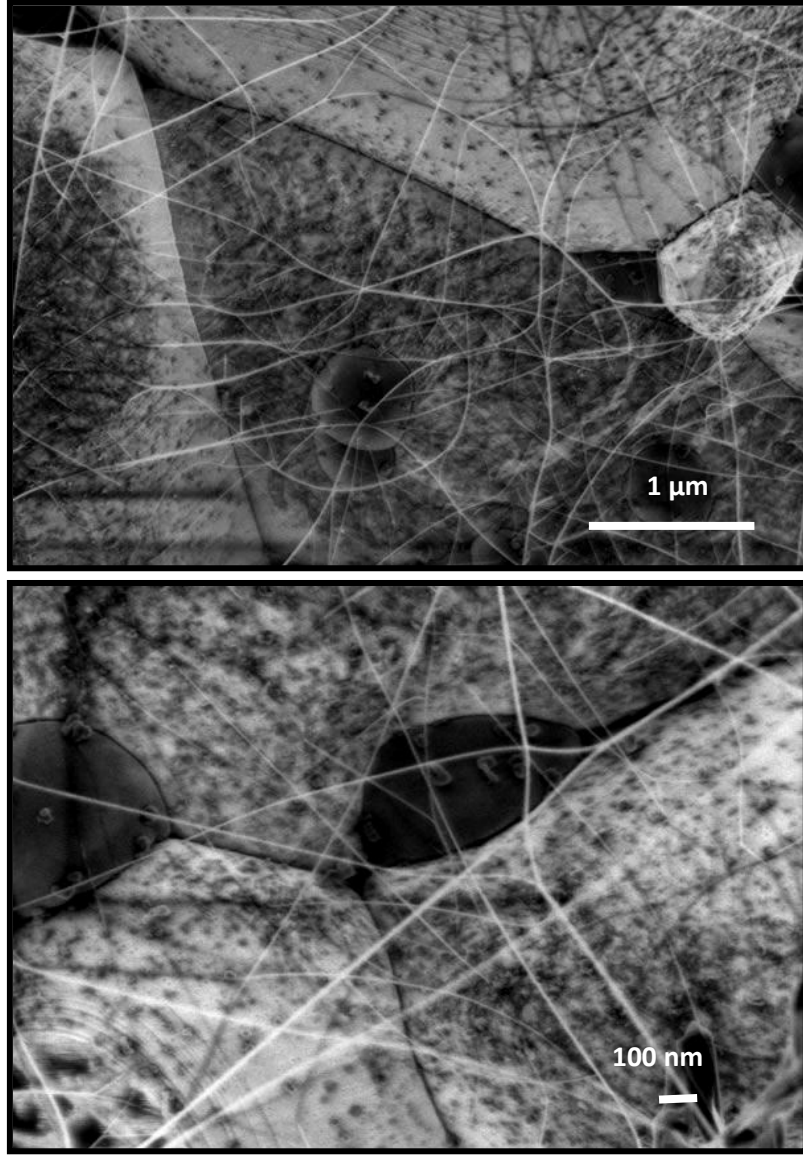
Çizelge 5.2 XRD sonucuna göre yönelme miktarları

XRD YÖNLENME MİKTARI (Lotgering Faktör) SONUÇLARI	
Sıvı Faz İçeren	Sıvı Faz İçermeyen
%33	%11

Farklı demir miktarlarında yapılan inceleme de ise %2 demir içeren örnekte yönelme görülmemiş ve tane boyutunun %10 demir içeren örneğe göre daha küçük olduğu belirlenmiştir.

Elde edilen tüm sonuçlarda sıvı faz ilavesinin yönelme üzerine tetikleyici bir etkisi görülmüştür.

Çok kristalli Al_2O_3 altlıkların üzerinde büyütülmüş karbon nanotüplere ait CCVD sonrasındaki SEM görüntüleri Şekil 5.1’ de görülmektedir. Bu görüntüler, CNT’ lerin çok kristalli Fe-katkılı Al_2O_3 seramikleri üzerinde başarı ile üretildiğini, ancak nanotüplerin altlık üzerinde rastgele yönlerde büyüdüğünü göstermiştir.



Şekil 5.1 Çok kristalli Fe-katkılı altlığın CCVD sonrası SEM görüntüleri

CNT' lerin çok kristalli Fe-katkılı Al_2O_3 seramiklerin üzerinde düzensiz olarak büyümesinde, büyüme şeklinin kristalografik düzlemlere bağlı olarak farklılık göstermesi, kullanılan altlığın kristallik derecesi ve yüzey özellikleri gibi faktörlerin etkili olduğu düşünülmektedir [24]. Bu nedenle yukarıdaki şekilde üretilen Fe-katkılı alümina numunelerin yönlenme derecelerinin nicel olarak ölçülmesi ve belirlenmesi büyük önem taşımaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] Klimek, L. ve Pietrzyk, B. “Electron Backscatter Diffraction as a Useful Method for Alloys Microstructure Characterization” *Journal of Alloys and Compounds*, **382**, 17-23 (2004).
- [2] Messing, G.L., “Textured Ceramics” *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, 9129-9131, (2005).
- [3] Suvacı, E., Oh K. -S. ve Messing, G. L. “Kinetics of Template Growth in Alumina During The Process of Templated Grain Growth (TGG)” *Acta Materialia*, **49**, 11, (2001).
- [4] Bunge, H.-J., “Int. Met. Rev.”, **32**, 265 (1987).
- [5] Cullity, B. D., “Elements of X-Ray Diffraction” Addison-Wesley Inc., USA (1978).
- [6] Blochwitz, C., Brechbuhl, J. ve Tirschler, W. “Analysis of Activated Slip Systems in Fatigue Nickel Polycrystals Using The EBSD-Technique in The Scanning Electron Microscope” *Materials Science and Engineering A*, **210**, 42-47 (1996).
- [7] Dingley, D. J., “Scanning Electron Microscopy” **569** (1984).
- [8] Randle, V. Ve Engler, O. “Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping” CRC; 1 edition, (2000).
- [9] Zhou, W., “Scanning Microscopy for Nanotechnology Techniques and Applications”, Georgia, 27 (2006).
- [10] Anonim4: www.stanford.edu/group/snl/SEM/OIMIntro.htm
- [11] Faryna, M. “TEM and EBSD Comparative Studies of Oxide–Carbide Composites” *Materials Chemistry and Physics*, **81**, 301-304 (2003).
- [12] Anonim5: <http://www.ebsd.com/ebsdexperiments2.htm>

- [13] Anonim7: www.edax.com
- [14] Mulvihill, M. L., Gülgün, M. A., Bischoff, E. ve Ruhle, M., "Orientation Imaging Microscopy of Alpha Alumina: Sample Preparation and Texture Analysis" *Zeitschrift für Metallkunde*, **89** [8], 546-550 (1998).
- [15] Kayhan, S. "Analysis of Textured Materials by Using EBSD and EDX" Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, August (2007).
- [16] Anonim6: <http://journals.cambridge.org/download.php>
- [17] Guilmeau, E., Henrist, C., Suzuki, TS., Sakka, Y., Chateigner, D., Grossin, D. ve Ouladdiaf, B. "Texture of Alumina by Neutron Diffraction and SEM-EBSD" *Textures of Materials, Pts 1 and 2 Book Series: Materials Science Forum*, **495-497**, 1395-1400 (2001).
- [18] Cho, J., Wang, C-M., Chan, H.M., Rickman, J.M. ve Harmer, M.P. "A Study of Grain-Boundary Structure in Rare-Earth Doped Aluminas Using an EBSD Technique" *Journal of Materials Science*, **37**, 59-64 (2002).
- [19] West, G.D., Perkins, J.M. ve Lewis, M.H. "Characterisation of Fine-Grained Oxide Ceramics: Characterisation of Ceramics" *Journal of Materials Science*, **39**, 6687-6704 (2004).
- [20] Wie, M., Zhi, D. ve Brandon, D. "Electron Backscatter Diffraction and X-Ray Pole Figure Analysis of C-Axis Textured Alpha-Alumina Fabricated by Gelcasting" *Electron Microscopy and Analysis 2003 Book Series: Institute of Physics Conference Series*, Issue: **179**, 261-264 (2003).
- [21] Ago, H., Nakamura, K., Ikeda, K., Uehara, N., Ishigami, N. ve Tsuji, M. "Aligned Growth of Isolated Single-Walled Carbon Nanotubes Programmed by Atomic Arrangement of Substrate Surface" *Chemical Physics Letters*, **408**, 433-438 (2005).

- [22] Karadge, M., Zhao, X., Preuss, M. ve Xiao, P. “Microtexture of the Thermally Grown Alumina in Commercial Thermal Barrier Coatings” *Scripta Materialia*, **54**, 639-644 (2006).
- [23] Vonlanthen, P. and Grobety, B. “CSL Grain Boundary Distribution in Alumina and Zirconia Ceramics” *Ceramics International*, CERI-2650, 14 (2007).
- [24] Bozkaya, Y., “Karbon nanotüp sentezinde kullanılmak üzere Fe-katkılı Alümina Seramik Tozlarının ve Altlıkların Üretimi” Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İleri Teknolojiler Anabilim Dalı- Nanoteknoloji, Temmuz (2008).
- [25] Bunge, H.-J., “Textures in Non-Metallic Materials” Textures and Microstructures, Vols **14-18**, pp. 283-326 (1991)
- [26] Farrer, J. K., Carter, C. B. ve Ravishankar, N. “The Effects of Crystallography on Grain-Boundary Migration in Alumina” *Journal of Materials Science*, **41**, 661-674 (2006).
- [27] Keller, R. R., Roshko, A., Geiss, R.H., Bertness, K.A. ve Quinn, T.P. “EBSD Measurement of Strains in GaAs Due to Oxidation of Buried AlGaAs Layers” *Microelectronic Engineering* **75**, 96-102 (2004).
- [28] Vonlanthen, P. ve Grobety, B. “CSL Grain Boundary Distribution in Alumina and Zirconia Ceramics” *Ceramics International*, CERI-2650, 14 (2007).
- [29] Koblischka-Veneva, A., Mucklich, F. Ve Koblischka, M.R. “A study of grain orientation of Alkali doped polycrystalline YBCO ceramics using an EBSD technique” *Crystal Engineering*, **5**, 411-418 (2002).
- [30] Koblischka, M. R., Koblischka-Veneva, A., Reddy, E. S., Schmitz, G. J., Ogasawara, K. ve Murakami, M. “Orientations of Y₂BaCuO₅ and YBCO within melt-textured and directional solidified samples studied by EBSD” *Physica C: Superconductivity*, **392-396**, 589-595 (2003).

- [31] Maclaren, I., Cannon, R. M., Gülgün, M. A., Voytovych, R., Popescu-Pogrión, N., Scheu, C., Taffner, U. ve Rühle, M. “Abnormal Grain Growth in Alumina: Synergistic Effects of Yttria and Silica” *J. Am. Ceram. Soc.*, **86** [4] 650–59 (2003)
- [32] Thi M. P., Hemery H., Durand O. ve Dammak H., “Orientation Distribution and Fiber Texture Of Highly Oriented Piezoceramics: $(1-x)\text{PbMg}_{1-3}\text{Nb}_{2-3}\text{O}_3-x\text{PbTiO}_3$ System” Japanese Journal of Applied Physics, France, (2004).
- [33] Messing, G. L. “Templated Grain Growth of Textured Ceramics,” *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, eds., Cahn, R., Buschow, K. And Flemings, M. *Elsevier Science*, 9129-9131 (2001)
- [34] M'Saoubi, R. ve Ryde, L. “Application of the EBSD Technique for The Characterisation of Deformation Zones In Metal Cutting” *Materials Science and Engineering: A*, **405**, 339-349 (2005).
- [35] Pihan, E., Focsa, A., Slaoui, A. ve Maurice, C. “Crystallographic analysis of polysilicon films formed on foreign substrates by aluminium induced crystallisation and epitaxy” *Thin Solid Films*, **511-512**, 15-20(2006).
- [36] Pihan, E., Slaoui, A., ve Maurice, C. “Growth Kinetics and Crystallographic Properties of Polysilicon Thin Films Formed by Aluminium-Induced Crystallization” *Journal of Crystal Growth*, **305**, 88-98(2007).
- [37] Nakamachi, E., Tam, N.N. and Morimoto, H. “Multi-Scale Finite Element Analyses of Sheet Metals by Using SEM-EBSD Measured Crystallographic Rve Models” *International Journal of Plasticity*, **23**, 450-489 (2007)
- [38] Querin, J. “Microstructural Characterization of Aa6022-T43 Aluminum Alloy Sheet During Monotonic Loading” A Thesis Submitted to the Faculty of Mississippi State University in Partial Fulfillment of the Requirements

ort he Degree of Master of Science in Mechanical Engineering in the
Department of Mechanical Engineering

- [39] Seabaugh, M. M., Messing, G. L. ve Brahmaroutu, B. “Anisotropic Template Growth in Textured Alumina,” *Ceramic Interfaces 2*, Yoo, H. And Kang, S. J. *Eds IOM Communications*, London, 23-40 (2001).
- [40] Suvacı, E. ve Ozer, I. O., “Processing of textured zinc oxide varistors via templated grain growth” *Journal of the European Ceramic Society* , **25**, 1663-1673, (2005).
- [41] Sztwiertnia, K., Faryna, M. and Sawina, G. “Misorientation Characteristics of Interphase Boundaries In Particulate Al_2O_3 -Based Composites” *Journal Of The European Ceramic Society*, **26**, 2973-2978 (2006).
- [42] Tai, C.W. and Baba-Kishi, K.Z. “Microtexture Characterization of PZT Ceramics and Thin Films by Electron Microscopy.” *Micron* **33** (6): 581-586 (2002).
- [43] Anonim1: www.hkltechnology.com
- [44] Anonim2:www.materialsknowledge.org/index.php
- [45] Anonim3:www.materialsknowledge.org/index.php?option=