

PAPER DETAILS

TITLE: Saydam Organik Maddelerin Yönlendirilmiş Olarak Katılalastirilmesi

AUTHORS: Bengü KAPLAN,Mehmet GÜNDÜZ

PAGES: 770-789

ORIGINAL PDF URL: <https://dergipark.org.tr/tr/download/article-file/252389>

SAYDAM ORGANİK MADDELERİN YÖNLENDİRİLMİŞ OLARAK KATILAŞTIRILMASI

Bengü Kaplan, Mehmet GÜNDÜZ

Erciyes Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, KAYSERİ

ÖZET

Katılaştırma parametreleri (G : Sıcaklık Gradyenti, V:Katılma Hızı) ile yapı parametresi (λ : Dendrit ana kollar arası mesafe) arasındaki bağıntıyı ve katı-sıvı faz dönüşümünü incelemek için bir deney sistemi kuruldu. Deney sistemi farklı sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında deney yapmayı ve katılaştırma olurken katılaşmanın fotoğrafının çekilmesiyle farklı saydam organik için yapı parametrelerinin ölçülmesini sağlamaktadır.

Saydam organik maddelerde katı-sıvı faz dönüşümü incelendi. Bu incelemelerden G ve V'nin katılma şekline etki ettiği, artan G ve V ile λ 'nın küçüldüğü görüldü.

λ ile G arasındaki bağıntının

$$\lambda = kG^{-1/2} \quad (k:\text{Sabit})$$

şeklinde olduğu ve bu sonucun diğer araştırma sonuçlarıyla uyum halinde olduğu görüldü [1-10].

DIRECTIONAL SOLIDIFICATION OF TRANSPARENT ORGANIC MATERIALS

ABSTRACT

In order to investigate the solid-liquid phase transformation, and to find the relationship between growth parameters (G : Temperature Gradient, V : Growth Velocity) and the structure parameter (λ : Primary Dendrite Spacing) an experimental system was constructed. The system allows to do experiment with different G and V and allows to

determine λ for different materials by taking photograph of solidification front insitu.

It was shown that the solidification front was effected by G , V and λ decreased with increasing G , V . The relationship between λ and G was found to be

$$\lambda = kG^{-1/2} \quad (k:\text{Constant})$$

and this result agree quite well with the other workers result [1-10].

1. GİRİŞ

Katılaştırma sıvıdan Katıya bir faz değıştirme olayıdır. Bu faz değıştirme olayı hemen hemen insan yapımı olan her alet ve malzemenin en azından bir safhasında karşımıza çıkar. Alet ve malzeme üretiminin en ekonomik yolu alaşımlarla döküm yapma ve kaynak yapmakla olmaktadır. Döküm ve kaynak olayında katılaşma, katı-sıvı arayüzeyi önündeki sıcaklık gradyentine, G_L , katılaşma hızına, V ve alaşımin ilk konsantrasyonuna, C_0 , bağılı olarak düzensel arayüzeyle olduğu gibi hücrel ve dendiritik yapıyla da olmaktadır. Hücrel ve dendiritik katılaşma sonucu dökümde oluşan yapısal homojensizlikler önemli ölçüde malzemenin mekanik özelliklerine etki eder. Bu sebepten dolayı da düzensel, hücrel ve dendiritik katılaşmanın anlaşılması, döküm ve kaynak olayının ve dolayısı ile malzemenin özelliklerinin anlaşılmasında yardımcı olur.

Çekirdeklenmenin (ilk katılaşmaların) olabilmesi için yeterince aşırı soğumanın (termodinamik sürücü kuvvetin) olması gerekmektedir. Bu aşırı soğuma sağlandığında çekirdeklenme oluşur ve ilk katı parçacıklar aşırı soğutulmuş sıvı içinde büyürler. İlk katılaşan kısmın konsantrasyonu C_0 konsantrasyonunun altında oluşur, dolayısı ile bir kısım çözünen madde sıvı içine itildiğinden arayüzeyde çözünen madde artar. Çözününce zenginleşen arayüzeyde, arayüzey sıcaklığı düşer. Eğer arayüzeydeki sıcaklık gradyenti kritik sıcaklık gradyentinden

daha küçükse katılaşılan sıvı, katılma denge sıcaklığının altında olur, yani aşırı soğutulmuş olur. Eğer arayüzeyin önündeki sıcaklık gradyenti kritik gradyentten daha büyükse arayüzey sıcaklığı, normal sıcaklığın üstünde olacak ve katılaşılan kısım tekrar erimeye başlayacaktır. Eğer düzlemsel arayüzeyin önündeki sıcaklık gradyenti yavaş yavaş kritik sıcaklığın altına düşürülürse, düzlemsel arayüzeyde ilk çıkıntılar oluştuğu görülür (Şekil-1), yani hücrel katılma başlar. Başlangıçta hücrel olan katılma zamanla katı-sıvı arayüzeylerinin kararsız olmalarından dolayı çıkıntılar (dallanmalar) oluştururlar. İlk dallanmalar (ana kollar) büyürken ana kolların arayüzeyleri kararsız hale gelir ve ikinci kolların, aynı sebepten ikinci kollarda üçüncü kolların meydana gelmesine sebep olur [1].

Alaşımın hücrel ve dendiritik katılmasını incelemede daha çok tercih edilen ve güvenilir sonuçlar veren katılma modeli "Kontrollü şartlar altında tek yönlü katılaştırma" biçimidir. Bu sahada yapılan çalışmalar göstermiştir ki,

- a) Katılma hızı, V , sıcaklık gradyenti, G , ve maddenin konsantrasyonu, C_0 , katılma olayını tanımlayan ve kontrol edebilen parametrelerdir [2-7].
- b) Genellikle katılma şartları sabit kaldığı zaman kararlı bir katılma olmaktadır [3,8].
- c) Kararlı hücrel ve dendiritik katılamada uç sıcaklığı ve konsantrasyonu ile hücre ve dendiritin uç yarıçapları zamandan bağımsız olmaktadır. Bu sebepten, numuneden ölçülebilen uç yarıçapları, r , ile uç sıcaklık farkı, ΔT , ve uç yarıçapları konsantrasyonu arasında bağlantı kurmak mümkün olmaktadır [9-17].

"Kontrollü şartlar altında tek yönlü katılaştırma" tekniğini kullanarak, katılaştırma parametreleri (GL , V , C_0 , ΔT) ile yapı parametreleri (λ_1 : Ana kollar arası mesafe, λ_2 : İkinci kollar arası mesafe, r : Dendirit uç yarıçapı) arasındaki bağıntıları incelemede metalik ala-

şimlar yerine saydam organik numuneler kullanmak, katılaşma olayının anlaşılmasını ve λ_1, λ_2, r ölçümlerinin daha hassas olarak yapılmasını sağlamaktadır.

2. DENEY SİSTEMİ

Katılaştırma parametreleri ile yapı parametreleri arasında güvenilir bağıntılar elde edilebilmesi için; kontrollü şartlar altında tekyönlü katılaştırma sağlanmalı, V ve G_L ile beraber λ_1, λ_2 ve r de hassas olarak ölçülebilmelidir. Bu özellikleri sağlayacak olan bir deney sisteminde en önemli faktörler şu şekilde sıralanabilir.

- a- Deney sistemi, farklı sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızları sağlayabilmelidir. Seçilen sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızı deney süresince sabit kalabilmektedir.
- b- Deney sistemi parametrelerin (λ_1, λ_2, r) hassas olarak ölçülmesini sağlamalıdır. Başka bir deyişle saydam organik maddelerle çalışıldığında yapı parametreleri, katılaştırma fotoğrafı çekilmek suretiyle tesbit edilebilmelidir.

Saydam maddelerin katılaştırılmasını incelemek için kurulan deney sistemi Şekil-2 de gösterilmektedir ve esas olarak ısıtıcı, numune, soğutucu, sürücü motor ve fotoğrafik ünitesinden oluşmaktadır. Deney sistemi farklı sıcaklık ve farklı katılaştırma hızları sağlayabilmekte, seçilen bir sıcaklık gradyenti ve katılaştırma hızı deney süresince sabit kalabilmekte ve yapı parametrelerinin hassas olarak ölçülmesi sağlanmaktadır. Saydam organik maddelerle çalışıldığında, yapı parametreleri katılaştırma olurken tesbit edilmektedir (Fotoğrafı çekilmektedir).

2.1. ISITICI SİSTEM

İki parçadan meydana gelen, sistemin her iki parçasının yapımında sabun taşı (paraphilite) kullanılmıştır. Alt ve üst parçalar içine

sıkıca geçecek şekilde yapılmış, alt parçanın tabanına ve üst parçanın içine 1,2 mm'lik matkap ucu ile 0,5 mm'lik aralıklarla delikler açılmıştır. Bu deliklerden geçirilen direnç telleri ile ısıtıcı sistemin tabanı ve üst parçanın alt yüzünde ısıtıcı levhalar oluşturulmuştur. Alt ve üst parçanın dirençleri birbirlerine seri olarak bağlanarak, ısıtıcı elde edilmiştir. Üst ısıtıcı levha alt ısıtıcı levhaya sıkı şekilde geçmektedir. Numunenin homojen bir ısı ortamında olabilmesi için numune kalıbı ile ısıtıcı arasına metal levha konmuştur. Isıtıcı sistem doğrudan D.C. güç kaynağına bağlanarak ısıtma sağlanmış, güç dalgalanmalarını, dolayısı ile sıcaklık değişimlerini önlemek için D.C güç kaynağı regülatöre bağlanmıştır.

2.2. SOĞUTUCU SİSTEM

Soğutucu sistem şekil olarak ısıtıcı sistem ile aynı olup alüminyumdan yapılmış, alt soğutucunun yanları ve arkasının iç yüzlerine ve ayrıca üst soğutucu parçanın üstüne (içinden su geçen) bakır boru lehimlenmiştir. Soğutucu sistem ile ısıtıcının aynı kalınlıkta olmasına bilhassa dikkat edilmelidir, aksi takdirde mikroskopta katılaştırma filmini çekmek kolay olmayacaktır. Bu deney sisteminde hareketli olan kısım soğutucu kısımdır. Soğutucunun arkasının ortasına pırınçtan yapılmış 0,4 cm kalınlığında 4,5 cm uzunluğunda bir vida lehimlenmiştir. Bu vidaya uygun olarak yapılan somun, sürücü motora bağlanmıştır. Sürücü motora bağlı olan somun döndükçe, soğutucuya bağlı olan vidayı çekmekle (veya itmekle) soğutucuyu hareket ettirmektedir. İşte bu itme hareketi, yani soğutucunun numunenin erimiş kısmına doğru ilerlemesi katılaştırmayı sağlar. Sistemin sıcaklığı ve sıcaklık gradyentleri Nickel Chromium/Nickel Aluminium termokupllarla (termal çiftlerle) ölçülmüştür. Termokuplların sıcak bölgede olan uç noktaları kaynakla birleştirilmiş, diğer uçlarda buz-su karışımı içinde olan ince cam borulara yerleştirilmiştir. Buz-su karışımının sıcaklığının, termokupl uçlarına aynı şekilde etki etmesi için, ince cam borular içine metil alkol konmuştur. Metil alkol içine giren uçlar izole edilmiş bakır tellerle temas ettirilmiş ve bakır telin diğer uçlarında 1 μ V'luk hassasiyetle ölçü yapan, 893A AC-DC voltmetreye

bağlanmışır. Isıtıcı ve soğutucu sistem sürücü motorla beraber mikroskoba yerleştirilen ve istenildiğinde kolayca mikroskoptan ayrılabilen 2 mm kalınlığında çelikten hazırlanan bir tabla üzerine yerleştirilmiştir. Bu sistem mikroskop altına yerleştirilmiş ve hazırlanan numune sıcaklık gradyenti sistemine (ısıtıcı-soğutucu sistem arasına) yerleştirilmiştir. Katılama olayı doğrudan BH-2 Olympus metal mikroskobuyla gözlenmiş ve mikroskoba bağlı (Olympus Photomicrographic System MODEL PM-10 AD) fotoğraf ünitesiyle katılamanın fotoğrafları çekilmiştir.

3. DENEY TEKNİĞİ

Metalik alaşımlarda katılama aniden soğutma ile durdurulduğunda katı-sıvı arayüzey şekli aynı kalmakta, yani katılama şeklini korumaktadır. Organik maddelerin ısı iletkenlik katsayılarının düşük olmasından ani soğutma ile organik maddeler katılama şekillerini olduğu gibi koruyamamaktadırlar. Bu sebepten organik maddelerin katılmasının, katılama olurken gözlenmesi gerekmektedir. Yani katılama olayı mikroskopla gözlenmelidir. Yönlendirilmiş katılamaı sağlayabilmek ve katılamaı mikroskopla gözleyebilmek için numunenin saydam maddelerden yeterince ince olarak hazırlanması gerekmektedir.

3.1.NUMUNE HAZIRLAMA

24x32x0.1 mm boyutlarındaki lam üzerine kapalı olması düşünölen uçtan itibaren 5 mm aralıklarla 3 adet (nickel chromium / nickel aluminium) termokuplları yerleştirildi. Bunun üzerinede 24x32x0.1 mm boyutlarındaki lamlar 0.1-0.3 mm kalınlığında numune verecek şekilde yapıştırılarak numune kalıpları hazırlandı (Şekil-3). Hazırlanan numune kalıbı, numune ile beraber etüve konarak erimiş numune sıcaklığında olması sağlandı. Sonra numune kalıbının açık ucunun bir kenarı erimiş numuneye değdirilerek kılcallık etkisi ile numune kalıbının dolması sağlanmıştır. Dolan kalıp etüv dışına alınarak katılamaıldı ve sonra mikroskoptaki sıcaklık gradyenti sistemine yerleştirildi. D.C. güç kaynağı ile ısıtıcının sıcaklığı artırılarak numunenin erimesi

sağlandı. Her üç termokupl da sıvı içinde kalınca yarım saat kadar sistemin o halde kalarak dengelenmesi sağlandı. Sürücü motorun çalıştırılması (veya ısıtıcının durdurulması) ile katılaştırma başlatıldı. Sürücü motorun hızı arttıkça katılma hızı da artmaktadır. Ama hızlar arasında her sıcaklık gradyenti için bilinen bir lineer bağıntı yoktur (Tablo-1).

3.2. KATILAŞTIRMA HIZININ ÖLÇÜLMESİ

Katılma hızının hassas olarak ölçülebilmesi için kararlı yönlendirilmiş katılaştırmanın olması sağlanmıştır. Kararlı katılma mikroskopla gözlenmiş ve katı-sıvı arayüzey ikinci termokupl (B) hizasına gelince kronometre çalıştırılmış ve arayüzey üçüncü termokupl (C) hizasına geldiğinde durdurulmuştur. İki termokupl arasında geçen sürenin bilinmesi ve aradaki mesafenin hassas olarak ölçülmesinden katılma hızı bulunmuştur (Tablo-1). Tabii bu arada katılma fotoğrafları da çekilmiştir.

3.3. SICAKLIK GRADYENTİNİN ÖLÇÜLMESİ

Sıcaklık gradyentinin güvenilir olarak ölçülebilmesi için deneylerde Benzophenone'nin erime noktasına göre kalibre edilen ve aynı erime sıcaklığını gösteren termokupllar kullanıldı. Kararlı halde katılan numunenin sıcaklığı her üç termokuplla hemen hemen aynı zamanda ölçüldü. Katı-sıvı arayüzeyine degmekte olan termokupll (B) ile ucun önündeki sıvı içinde ki termokupllun (C) ölçtüğü sıcaklık ve bu termokupllar arasındaki mesafeden faydalanarak katılma önündeki sıvının sıcaklık gradyenti ölçüldü (Tablo-1).

3.4. ANA KOLLAR ARASI MESAFENİN ÖLÇÜLMESİ

Metalik maddeler normal şartlarda katılma şeklini hemen hemen korurlar, ancak bunu saydam organik maddelerde gözlemek mümkün olmamaktadır. Bunun içinde katılma olurken katılmanın fotoğrafları fotoğrafik sistemin kontrol ünitesi yardımıyla (800 ASA ile) çekile-

rek katılaşma anında kaydedilmiştir. Negatif film üzerinde ölçme yapma yerine, negatif görüntüler arandizörden grafik kağıdı üzerine düşürülerek elde edilen görüntülerden ölçmeler yapılmıştır. Ölçmelerde herhangi bir büyütme hatasına yer vermemek için katılaşma fotoğraflarının çekildiği gibi 0,5 mm bölmeli cetvelinde aynı büyütme ile fotoğrafı çekilmiş ve cetvelin negatif filmi de aynı katılaştırma negatifleri gibi arandizörden grafik kağıdı üzerine düşürülmüştür. Ölçmelerin kolay olabilmesi için gerçekte 1 mm olan cetvel bölmesinin arandizör büyütmesi ile 100 mm olması sağlanmıştır. Arandizörde görüntüleri grafik kağıdı üzerine düşürülerek ölçümleri yapılan anakollar arası mesafeler Tablo-2'de verilmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. MALZEME SEÇİMİ

Kontrollü şartlar altında tek yönlü katılaştırmayı sağlayabilmek ve katılaşmayı mikroskopla gözleyebilmek için numunenin düşük erime sıcaklığındaki saydam organik maddelerle ince (0,1-0,3 mm) olarak hazırlanması gerekmektedir. 100 °C civarında numune kalıbı hazırlamada kullanılan yapıştırıcılar bozulmakta ve madde dışarı sızmaktadır. Numuneden madde sızıntısı olunca içeride hava kabarcıkları oluşmakta ve bunlarda yönlendirilmiş katılaştırmaya etki etmektedir (Şekil-4b). Bunun içinde bu çalışmada Benzophenone ($C_{13}H_{10}O_1$), Benzamide (C_7H_7NO), DL Mandelik asit ($C_8H_8O_3$), Maleik asit ($C_4H_4O_4$), Sulfosalisilik asit ($C_7H_6O_6S.2H_2O$), Naftilamin ($C_{10}H_9N$) (Renkli) ve Parafin (C_nH_{2n+2} , n 18) ile deneyler yapılmıştır. Benzamide (T_e :124-128°C), DL-Mandelik asit (T_e : 118°C), Sulfosalisilik asit (T_e : 108-112°C) ve Maleik asit (T_e :128-129°C) maddeleriyle numune hazırlarken, numune kalıbının yapıştırıcıları eridiğinden bu maddelerle istenilen homojenlik ve büyüklükte numune hazırlanamamıştır. Hazırlanan numunelerin de incelenmesi oldukça güçtür. Bu maddeler çok uçucu olduğundan numune belirli bir süre sonra ilk özelliğini kaybetmekte, yapıştırıcıların bozulmasından yanlardan sızıntı olmakta ve bunun sonucu numune içinde gaz kabarcıkları oluşmaktadır (Şekil-4b).

Sulfosalisilik asit ve Naftilamin eriyince bile yeterince saydam olmadıklarından katılaşımları ışık mikroskobuyla gözlenememektedir. Parafin ise uçucu bir madde olduğundan mikroskop altında inceleme için kullanılması mümkün olmamıştır. Çünkü kısa zamanda parafin buharı mikroskop merceklelerini örtmekte, katılama olayını gözlenemez hale getirmektedir. Benzophenone'nun erime noktasının düşük olması (Te: 47-49 °C), buharlaşmaması ve saydam olması nedeniyle farklı sıcaklık gradyenti ve farklı katılaştırma hızlarında katılaştırma deneyleri yapılabilmış ve bu deneylerin fotoğrafları çekilebilmiştir. Mesafeler mikroskopla 0,1 mm hassaslıkta ve zaman da kronometre ile 0,2 sn. hassaslıkta ölçüldüğünden hız ölçümlerinde yapılan bağıl hata %1 den küçüktür. Sıcaklıklar, kalibrasyonu yapılmış termokupllarla 1/40, mesafeler de 0,1 mm hassasiyetle ölçüldüğünden, sıcaklık gradyentine ölçmelerden gelen bağıl hata %1 den küçüktür. Ancak her iki termokupllun sıcaklığı aynı voltmetre ile (2-3 sn.) aralıkla ölçüldüğünden belki burada gecikmeden ileri gelen ufak bir hata olabilir ve bu hata da bir potansiyometre yazıcı sistemi ile giderilebilir.

4.2. ISI AKIŞININ ETKİSİ

Eğer ısı akışı belirli bir yönde olmazsa, yani sıcaklık gradyenti yalnız ısıtıcı ve soğutucu sistem arasında değil de yanlara doğru da olursa Şekil-5'de görüleceği gibi yanları normal katılama üzerine doğru, katılamanın olduğu gözlenir. Bu halde kararlı katılama bozulup yerine düzensiz katılama olmaktadır. Başka dikkat çeken bir husus ergime olayının katılama olduğu gibi keskin katı-sıvı arayüzeyine sahip olmamasıdır (Şekil-6).

4.3. DÜZLEMSEL VE HÜCRESEL KATILAŞMA

Saydam organik maddelerin katılmasının fotoğrafı çekilerek katılama anında kayıt edilebilmektedir. Katılama hareketli ve mikroskobun ışığı sınırlı olduğundan normal fotoğraf çekimi 3-5 saniye kadar zaman almakta dır. Tabii bu arada katı-sıvı arayüzeyinin de net olarak

fotoğrafı çekilememektedir. Onun içinde fotoğrafik sistemin kontrol ünitesi yardımıyla fotoğraflar normal 125 ASA yerine 800 ASA ile çekilerek, fotoğraf çekme zamanı yaklaşık 1/10 oranında küçültülmüş ve böylece net katılaşma fotoğrafları çekilebilmiştir.

En az iki termokupl'da ergimiş madde içinde tutularak ısıtıcının sıcaklığı arttırılmıştır. Sonra bu halde numune yarım saat kadar bekletilip ya ısıtıcının sıcaklığının düşürülmesi ya da sürücü motorun çalıştırılması ile katılaştırma olayı başlatılmıştır. Şekil-7'den görüleceği gibi ilk katılaşma eşdeğer ısı çizgilerine paralel olarak düzensel şekilde olmaktadır. Az sonra da katı-sıvı arayüzündeki kararsızlıktan ilk çıkıntılar meydana gelmekte ve bu çıkıntılar ana kolları (hücreleri) meydana getirmektedir. Şekil-8a'da görüldüğü gibi katılaşma kararlı hale geçerken ve Şekil-8b'de görüldüğü gibi ana kollar arasında sıvı kaldığı zaman, uçlar keskin kırık çizgilerle ayrılmaktadır. Bu da katılaşmanın henüz tam kararlı halde olmadığını göstermektedir. Katılaşma kararlı hale geldiğinde, aralarındaki sıvılar ve küçük çıkıntılar yok olmakta, katılaşma hücresel şekilde devam etmektedir (Şekil-9). Ancak bu hücrelerin uçları, metallerdeki veya metalik özellik gösteren organik maddelerdeki hücrelerin uçları gibi parabol eğrileri ile ifade edilecek şekilde sürekli eğriler [3, 18] yerine kırık çizgilerle ifade edilen ok gibi sivri uçlar oluşur. Buna da sebep mevcut katı üzerine yeni katı eklenmesinde enerji engelini olmasıdır ve bu sebepten dolayı yeni katıların eklenmesi ancak kristalografik düzlem boyunca olmakta, yani sivri ucun yan yüzlerine olmakta dolayısıyla katılaşma da bu düzlemlere dik olmaktadır [19,20].

4.4. BULGULARIN TARTIŞILMASI

Şekil-10'dan da açıkça görüleceği gibi sıcaklık gradyenti arttıkça ana kollar arası mesafeler küçülmektedir. Sıcaklık gradyenti ile ana kollar arasındaki mesafeyi incelemek için Benzophenone ile yapılan deney sonuçları Tablo-2'de verilmiştir. Tablo-2'den de görüleceği gibi katılaşma hızlarındaki değişiklikler küçük olduğundan ana

kollar arası mesafeye olan etkisi ihmal edilebilir. Bu sebepten ana kollar arasındaki mesafeye etkinin yalnız sıcaklık gradyentinden geldiği düşünülebilir. Aynı sıcaklık gradyenti ve aynı katılma hızı için ölçülen λ değerlerinde farklılıklar gözlenmekte ve bazen bu farklılıklar oldukça büyük olabilmektedir. Bunun sebebi numune içindeki kirlilikler (yabancı maddeler) ve bu kirlilikten dolayı ısı akışı ve madde yapısındaki değişimler olabilir. Tablo-2'deki her bir sıcaklık gradyenti için bulunan ortalama sonuçların logaritmik değeri Tablo-3'de verilmiş bu değerlere ait grafik Şekil-11'de çizilmiştir. Şekil-11'den görüleceği gibi ana kollar arası mesafelerin ve sıcaklık gradyentinin logaritmik değerlerinin grafiği bir doğru vermektedir. λ ve G arasındaki bağıntı

$$\lambda = kG^a \quad (k = \text{Sabit}) \quad (1)$$

şeklinde ifade edilir ve bu ifadelerin logaritması alınır;

$$\ln \lambda = a \ln G + \ln k \quad (2)$$

elde edilir ki bu da $y = mx + b$ şeklinde ifade edilebilen bir doğru denklemi verir. Şekil-11'deki $\ln \lambda$ 'nın $\ln G$ 'ye karşı grafiğinden, doğrunun eğimi $m = a = -0.5$ ve $\ln k = b = -3.45$ olarak bulunur. Bu halde (1) denklemi

$$\lambda = kG^{-1/2} \quad (3)$$

şeklinde ifade edilebilir. Katılma hızının etkisi de dikkate alınarak, katılma hızı ve sıcaklık gradyentinin ana kollar arası mesafeye etkisi incelenebilir. Bu halde λ ile GV arasındaki bağıntı

$$\lambda = k(GV)^a \quad \lambda = k\left(\frac{T}{t}\right)^a \quad (4)$$

şeklinde ifade edilebilir. Boyut analiziyle $G_L V$ 'nin sıcaklık/zaman boyutunda olduğu yani $G_L V$ 'nin soğutma hızı olduğu görülür. Bir

başka deyişle, GV ile λ arasındaki bağıntıyı incelemek, soğutma hızı ile ana kollar arasındaki bağıntıyı incelemek demektir. Tablo-3 ve Şekil-12'den görüleceği gibi, $\ln \lambda$ ile $\ln(GV)$ arasındaki bağıntıyı veren doğrunun eğimi yine -0.5'e eşittir ve değerlerin bu eğriden sapmaları $\ln G$ ve $\ln \lambda$ değerlerine göre daha azdır (Şekil.11-13). Tablo 1-3 ve Şekil.10-11'den görüleceği gibi (3) bağıntısı, sabit katılaşma hızında, sıcaklık gradyenti arttıkça ana kollar arası mesafenin küçüldüğünü ve (4) bağıntısında, katılaştırmada, soğutma hızı arttıkça ana kollar arası mesafenin küçüldüğünü göstermektedir. Bu sonuçlar metalik sisteme ait soğutma hızı ile λ arasındaki sonuçlarla uyum içindedir [2-10], ancak eğim -0.5 yerine -0.2 - 1.0 arasında değişmektedir [21,22]. Bu da bize saydam organik maddelerin, katılaşma olayını incelemeye model olarak kullanılabileceğini göstermektedir.

SONUÇ

Katılaştırma parametrelerinin, yapı parametreleri ile olan ilişkisini incelemek için kurulan deney sistemi, farklı sıcaklık gradyentleri, farklı katılaştırma hızları sağlayabilmekte ve bu değerler hassas olarak ölçülebilmektedir, yani yapı parametreleri hassas olarak elde edilebilmektedir. Ancak bu çalışmada seçilen maddelerin özelliğinden dolayı r ile katılaştırma parametreleri arasındaki bağıntının incelenmesi mümkün olmamıştır. Succinonitrile gibi metalik özelliklerle katılaşan maddelerin seçimiyle r ile yapı parametreleri arasındaki bağıntıyı incelemek mümkün olacaktır. Esas zorluk numune kalıbı hazırlamaktan kaynaklanmaktadır. Çünkü numunede kullanılan yapıştırıcılar ve izola bantlar belirli bir sıcaklıktan sonra erimekte, seramik kalıp maddesi ve alçıda erimiş maddeyi sızdırmaktadır. Sıvı yapıştırıcı ve izola bantlarla $T_g = 70^\circ\text{C}$ ye kadar olan maddelerin katılaşması incelenebilir. Ancak sıcaklığa dayanıklı yapıştırıcılarla veya herhangi bir şekilde yüksek sıcaklığa dayanıklı numune kalıbı hazırlanabilirse, rahatlıkla 250°C 'ye kadar olan saydam organik maddelerin bu deney sistemi ile katılaşmaları ve katılaşma parametreleri ile yapı parametreleri arasındaki bağıntılar incelenebilir.

KAYNAKLAR

- [1] W.Kurz, D.J.Fisher; Fundamentals of solidification Trans.Tec. Pub. P.P. 65-88, (1984).
- [2] R. Alberny, J.Serra ve M.Turpin; M.Trans. AIME 245,55, (1969).
- [3] J.D. Hunt; Solidification and casting of Metals, Metals Society, 3, (1979).
- [4] T. Okamoto ve K. Kishitake; J.Cryst.Growth 29, 131, (1975).
- [5] S. C. Huang ve M.E.Glicksman; Acta Metall 29,701, (1981).
- [6] R. Trivedi ve K. Souboonsuk; Materials Science and Engineering. 65, 65-74, (1984).
- [7] İ. Varol, A. Altıışoğlu ve E. Ergin; 1.Ulusal Döküm Simpozyumu Bildiriler Kitabı s.35, Eylül-1981, İstanbul
- [8] D. G. Mc Cartney; D.Phil Thesis, Oxford University (1981).
- [9] J. J. Kramer, G. F. Bolling ve W. A Tiller; Trans. Metall. Soc. AIME. 227, 374, (1963).
- [10] R. M. Sharp ve A. Hellawel; J. Cryst. Growth 6, 253, (1970).
- [11] M. H. Burden ve J. D. Hunt; J. Cryst. Growth 22, 99, (1974).
- [12] M. H. Burden; D. Phil Thesis University of Oxford (1974).
- [13] K. Souboonsuk, J. T. Mason ve R. Trivedi; Metallurgical Trans. A, 15A, 967, (1984).
- [14] W.Kurz ve D. J. Fisher; Acta Metall. 21,11, (1981).

- [15] R. Trivedi; Metallurgical Trans. 15A, 977, (1984).
- [16] K. Souboonsuk ve R.Trivedi; Acta Metall, 33, 1051, (1985).
- [17] M. E. Glicksman ve P. W. Voorhees; Metallurgical Trans. 15A, 995, (1984).
- [18] R. Elliot; Eutectic Solidification Processing P. P. 241, Butter worths and Co.Ltd., (1983).
- [19] R. Elliot; Eutectic Solidification Processing P.P. 121 ,Butter worths and Co.Ltd., (1983).
- [20] J. D. Hunt ve D. T. J. Hurle; Trans. Metall. Soc. AIME 242, 1043, (1968).
- [21] J. D. Coulthard ve R. Elliot; J. Inst. Metals, 95,21, (1967).
- [22] D. G. Mc Cartney ve J.D.Hunt; Acta Metall. 29,1851, (1981).

Tablo-1. Farklı Sıcaklık Gradyentleri ve Farklı Sürücü Motor Hızlarında Ölçülen Katılaştırma Hızları.

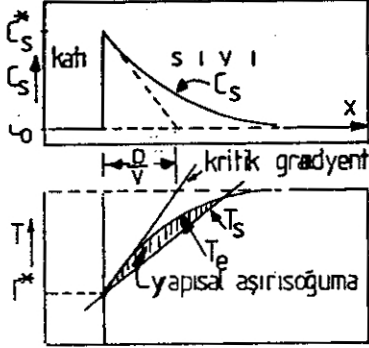
G_{12} (°C/cm)	G_{23} (°C/cm)	X_1 (cm)	X_2 (cm ²)	X_3 (cm)	t (sn)	$V_{kat.hızı}$ (cm/sn)x10 ⁻³	$V_{mot.hızı}$ (cm/sn)x10 ⁻³
21.66	-	4.01	3.41	2.67	417	1.43	2.05
-	2.70	4.01	3.41	2.67	255	2.9	2.05
19.57	-	3.83	3.60	3.0	137	1.67	4.12
75	-	3.83	3.60	3.0	165	1.39	4.12
	26.25	3.83	3.60	3.0	250	2.4	4.12
	8.33	3.83	3.60	3.0	80	7.5	4.12

Tablo-2. Farklı G ve V için Ölçülen Anakollar Arası Mesafeler

G_L (°C/cm)	$V_{K.H}$ (cm/sn)x10 ⁻³	Ortalama Hücreler Arası Mesafe (cm)x10 ⁻²	VG_L λ (°C/sn)x10 ⁻³	Ölçüm Sayısı n
43.0	1.60	3.33 $\pm$ 0.53	68.8	11
45.5	1.59	2.96 $\pm$ 0.51	72.35	15
61.1	1.64	2.84 $\pm$ 0.69	100.20	15
74.0	1.67	2.49 $\pm$ 0.86	123.88	33
84.0	1.57	2.47 $\pm$ 0.67	131.88	13

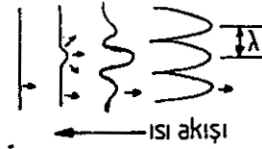
Tablo-3. G_L , VG ve λ 'nın Logaritmik Değerleri

G_L (°C/cm)	$\ln G_L$	VG (°C/sn)x10 ⁻³	$\ln(VG)$	λ (°C/sn)x10 ⁻³	$\ln \lambda$
43.0	3.76	68.8	-2.67	3.33	-3.40
45.5	3.82	72.35	-2.63	2.96	-3.52
61.1	4.11	100.20	-2.30	2.84	-3.56
74.0	4.30	123.58	-2.09	2.49	-3.69
84.0	4.43	131.88	-2.03	2.47	-3.70

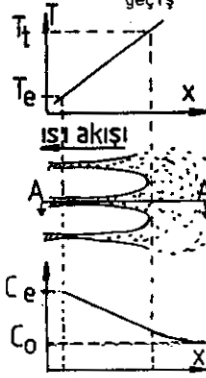


Şekil 1a. Düzlemsel arayüzey ile katılan bir sistemde yapısal aşırısoğuma

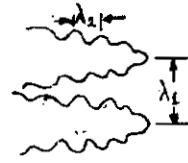
Şekil 1. Katılma olayının Şematik olarak Anlatımı



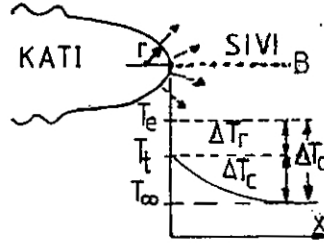
Şekil 1b. Düzlemsel katılma hücresel katılma geçiş



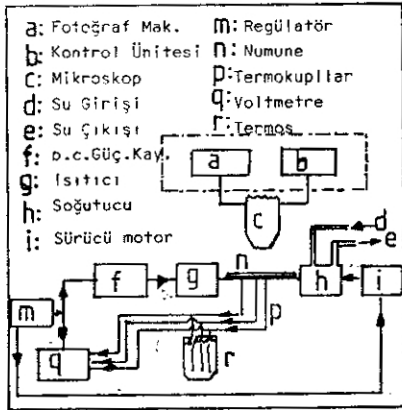
Şekil 1c. Hücresel katılma AA' boyunca sıcaklık ve çözünür madde dağılımı



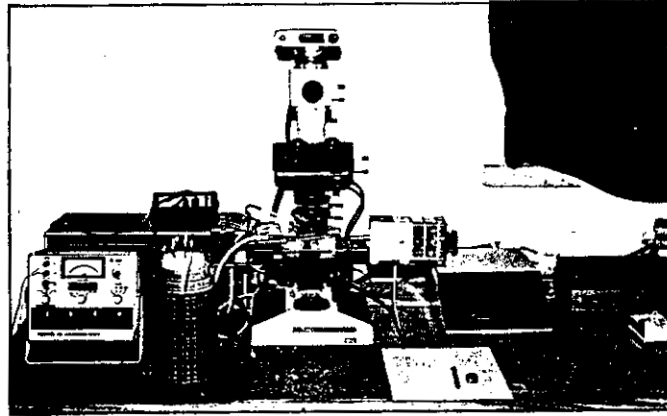
Şekil 1d. Dendrit ana ve ikinci kollar arası mesafelerin gösterimi



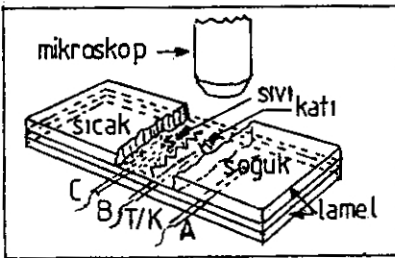
Şekil 1e. Dendrit ucundaki bölgede sıcaklık dağılımı (B çizgisi boyunca)



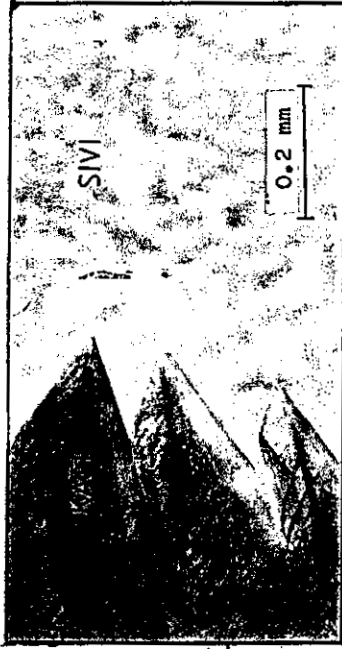
Şekil 2a. Deney sisteminin blok diyagramı



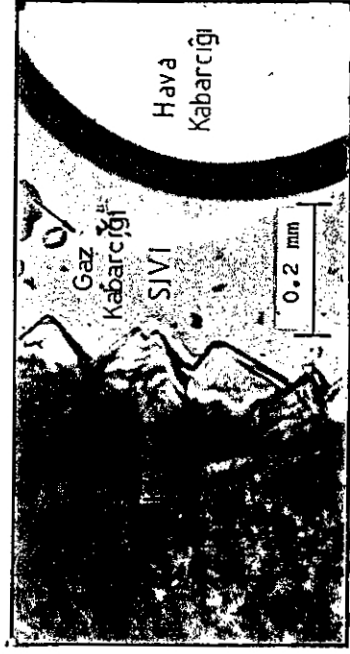
Şekil 2b. Deney Sisteminin Komple Görünüşü



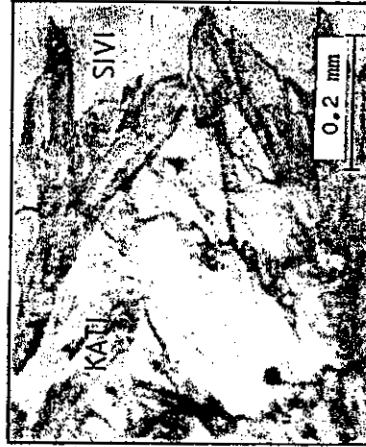
Şekil 3. Katılma olayının Mikroskop ile incelenmesi



Şekil.4a. Hücresel katılaşma. (Benzofenon)



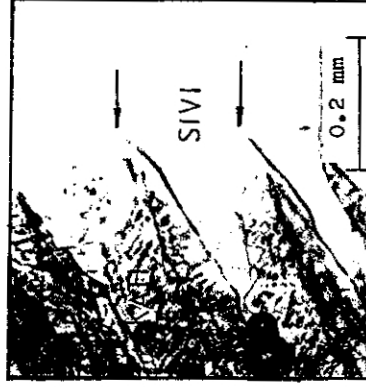
Şekil.4b. Katılaşmada hava kabarcığı (Benzemide)



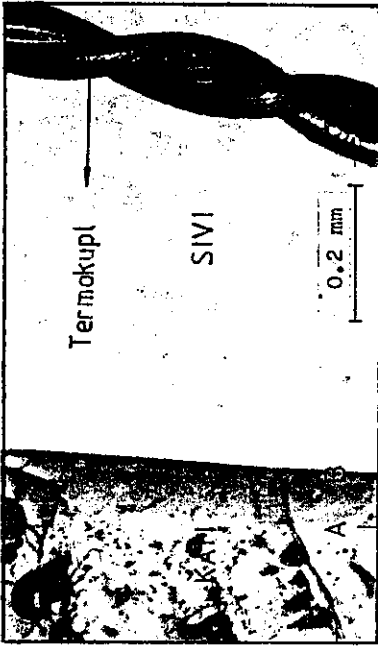
Şekil.4c. Düzensiz katılaşma (Mandelik asit)



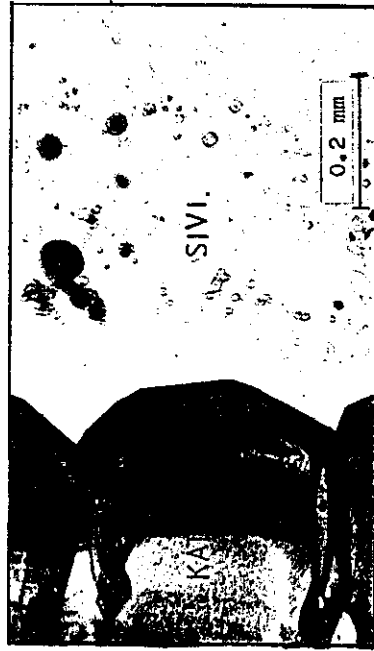
Şekil.5. Düzensiz ısı akışının etkisi



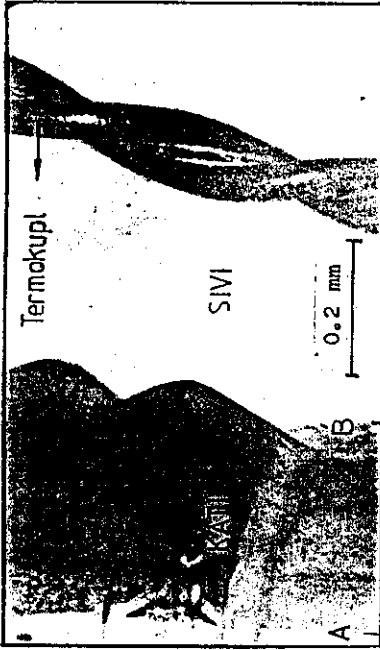
Şekil.6. Yönlendirilmiş olarak katılaştırılan numunen tekrar erimesi



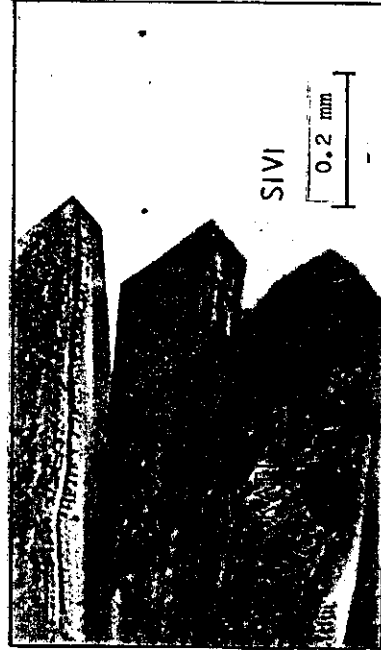
Şekil.7a. Düzlemsel katılaşma A: Orijinal K-S arayüzeyi
B : Düzlemsel K-S arayüzeyi



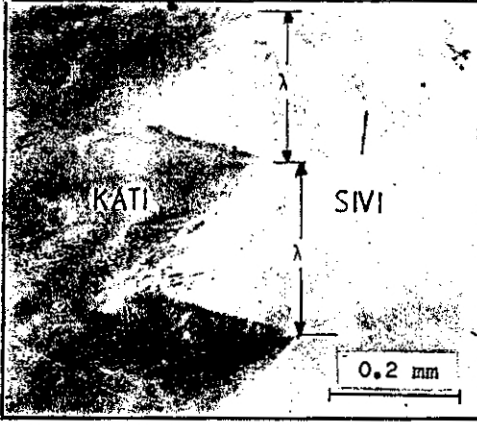
Şekil.8a. K-S arayüzeyinin kararlı hale gelmeden önceki durumu.



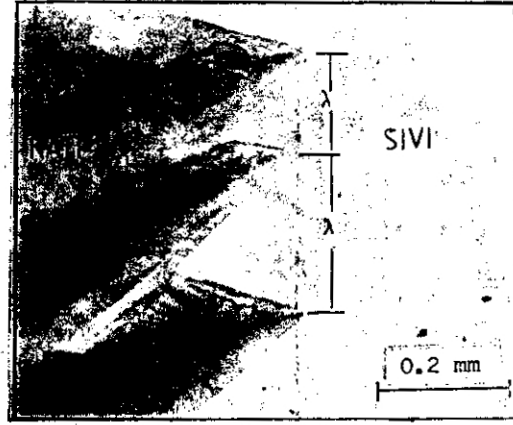
Şekil.7b. Düzlemsel katılaşmadan hücrel katılaşmaya geçiş.
B: İlk çıkıntılarının oluştuğu K-S arayüzeyi.



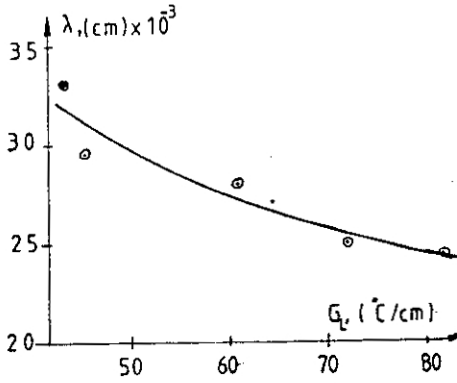
Şekil.8b. Kararsız katılaşma.



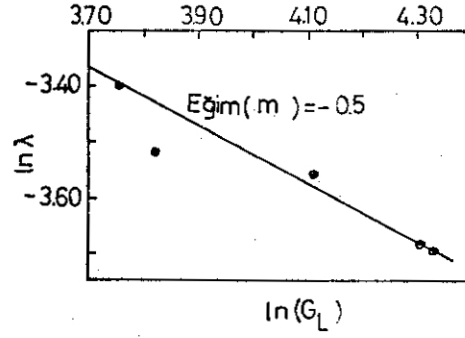
Şekil.9a. Kararlı hücresel katılaşma



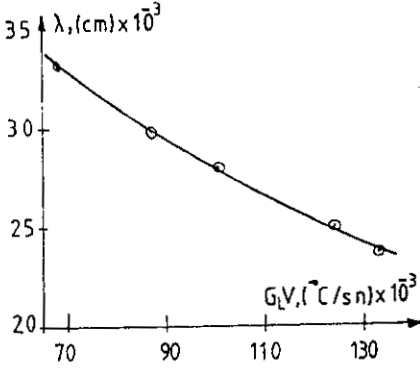
Şekil.9b. kararlı katılaşmada λ farklılıkları



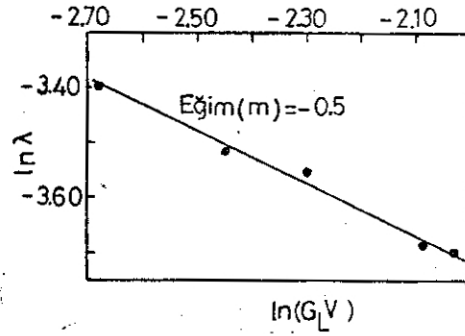
Şekil.10. Anakollar arası mesafenin G_L bağıllılığı



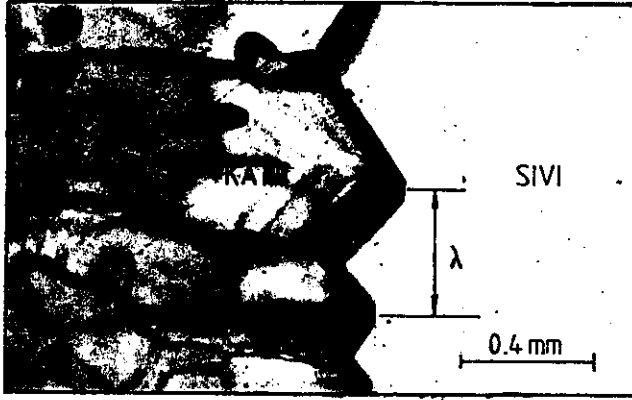
Şekil.11. Anakollar arası mesafenin G_L bağıllılığı (logaritmik olarak).



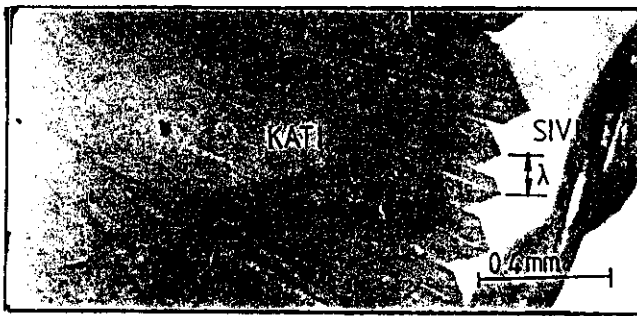
Şekil.12a. Anakollar arası mesafenin $(G_L V)$ 'ye bağıllılığı



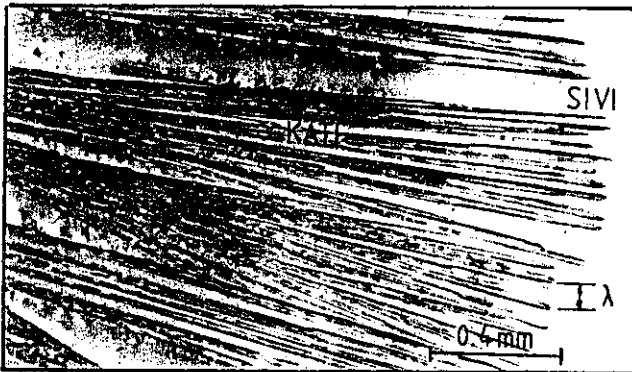
Şekil.12b. Anakollar arası mesafenin $(G_L V)$ 'ye bağıllılığı (logaritmik olarak).



a) $G_L = 45 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$



b) $G_L = 84 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$



c) $G_L = 129 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$

Şekil.13. Sıcaklık gradyentinin anakollar arası mesafelere etkisi.