

## Mikroyapı Gelişiminin Temellerini Gerçek Zamanlı Olarak İncelemek için Mikroskop ve Katılaştırma Ekipmanı Tasarımı

*Microscope and Solidification Equipment Design to Study in Real Time the Fundamentals of  
Microstructure Evolution*

Melis ŞEREFÖĞLU <sup>1</sup> 

<sup>1</sup>Marmara University, Department of Metallurgical and Materials Engineering, 34854 Maltepe, Istanbul, Turkey  
Marmara Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 34854 Maltepe, İstanbul, Türkiye

### Öz

Katılma mikroyapısı, döküm, eklemeli imalat ve kaynak yoluyla üretilen malzemelerde malzeme özelliklerini belirleyen en önemli parametrelerden biridir. Mikroyapıyı kontrol etmek ve optimize etmek için öncelikle mikroyapı evrim dinamiklerinin anlaşılması gerekir. İşlem sonrası (post-mortem) çalışmalarla mikroyapıyı anlamak için birçok girişimde bulunulmasına rağmen, büyüme hızı gibi mikroyapıyı belirleyen bir parametre değiştiğinde ne olacağını anlamak için gerçek zamanlı araştırmalar gereklidir. Gerçek zamanlı inceleme, özellikle hız, kompozisyon, sıcaklık gradyanı vb. gibi katılma parametrelerinin işlem sırasında değiştiği döküm, katmanlı imalat ve kaynak gibi endüstriyel uygulamalarda katılma mikroyapısının ve dolayısıyla malzeme özelliklerinin belirlenmesi için çok önemlidir.

Bu çalışmada, katılma dinamiklerini ve mikroyapı gelişimini gerçek zamanlı olarak incelemek amacıyla özel bir mikroskop ve katılma düzenekleri tasarlanmış ve imal edilmiştir. Yönlü katılma deney düzenekleri ile birlikte mikroskopi sisteminin detayları sunulmaktadır. Sıcaklık gradyanı ölçümleri, tipik kontrol parametreleri ve mikroyapılar dahil olmak üzere bu tekniğin örnek çıktıları raporlanmıştır. Bu özel üretim ekipmanın, metalik sistemlerde dahi katılma dinamiklerini ve mikroyapı gelişimini üç boyutlu olarak anlamının ve böylelikle malzeme özelliklerini belirlemenin yolunu açtığı gösterilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Katılma, Mikroyapı Evrimi, Mikroskopi, Fiziksel Metalurji, Tek Yönlü Katılma

### Abstract

Solidification microstructure is the decisive parameter in determination of all kinds of properties in materials produced by casting, additive manufacturing, and welding. In order to control and optimize the microstructure, first, the microstructure evolution dynamics has to be understood. Although there have been many attempts to understand microstructure with post-mortem studies, real-time investigation is necessary to apprehend what happens when a microstructure decisive parameter such as growth velocity changes. Real-time investigation is especially important for determination of microstructure in industrial applications such as casting, additive manufacturing, and welding, where the solidification parameters such as velocity, composition, temperature gradient etc. change during the process.

In this work, in order to investigate solidification dynamics and microstructure evolution in real time, a special microscope and solidification setups were designed, and get manufactured. The details of the microscopy system are given along with the directional solidification setups. Example outputs of this technique including temperature gradient measurements, typical setting parameters, and microstructures are reported. It is shown that this unique equipment opens the way to understand the solidification dynamics and microstructure evolution even in metallic systems in three dimensions, and hence the material properties.

**Keywords:** Solidification, Microstructure Evolution, Microscopy, Physical Metallurgy, Directional Solidification

## I. GİRİŞ

Katılma mikroyapısı, döküm, eklemeli imalat ve kaynak ile üretilen malzemelerin özelliklerini belirleyen en önemli parametrelerden biridir. Metallerin çoğu, alaşım oluşturulduktan hemen sonra sürekli döküm veya külçe döküm ile üretildiğinden, nihai şekli plastik deformasyon veya işleme gibi diğer imalat teknikleriyle üretilen parçalar için bile, katılma mikroyapısının parmak izleri son ürün özellikleri üzerinde önemli rol oynar. Bu nedenlerden ötürü, katılma mikroyapısının temellerini anlamak ve hangi koşullar altında nasıl mikroyapılar oluşacağını bilmek çok önemlidir.

Katılma mikroyapısını belirleyen en önemli faktör ise katı/sıvı arayüzeyinin dinamikleridir. Daha spesifik olmak gerekirse, katı/sıvı arayüzeyinde oluşan dinamiklerin katıda bıraktığı izlere katılma mikroyapısı denir. Katılma dinamikleri çok değişken olduğundan ve lokal dalgalanmalardan çok fazla etkilendiğinden, bu dinamikleri anlamak ve neye göre değiştiğini belirlemek için gerçek zamanlı deneyler yapılması gerekmektedir. Klasik yöntem olarak bilinen, tüm prosesler bittikten sonra, numune kesilip metalografik hazırlıktan geçtikten sonra elde edilen mikroyapı, katılma dinamikleri konusunda pek bilgi vermez. Daha spesifik olmak gerekirse, tüm prosesler bittikten sonra elde edilen mikroyapı, birbirinden farklı oluşum mekanizmalarından herhangi birinin etkinliği ile oluşmuş olabilir. Bu nedenle; katılma mekanizmalarını anlayabilmek için gerçek zamanlı deneylere ihtiyaç vardır. Gerçek zamanlı yapılan deneyler bir film iken, metalografik hazırlık sonrası elde edilen ve sadece katılma ile oluşmuş (katı hal dönüşümlerinden geçmemiş) mikroyapı, o filmde elde edilmiş bir görüntüdür sadece; öncesi ve sonrası hakkında bilgi vermez. Aynı zamanda, klasik yöntem ile, büyüme hızı gibi mikroyapıyı önemli şekilde etkileyen bir parametrenin katılma dinamiklerini nasıl etkilediği anlaşılabilir. Bu nedenlerden ötürü, mikroyapı gelişimini gerçek zamanlı incelemek bir zorunluluktur.

Mikroyapı gelişimini gerçek zamanlı olarak incelemek için çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Kronolojik olarak, ilk gerçek zamanlı deneyler ışık (optik) mikroskopları kullanılarak 20. yüzyılın ortalarında yapılmıştır [1-3]. Zamanla, optik çözünürlük pek değişirse de, ışık kaynaklarının LED'e çevrilmesi ve farklı yöntemlerin ortaya çıkarılmasıyla elde edilen görüntü kalitesi ve çeşitliliği önemli ölçüde artmıştır [4]. Bu deneylerde genellikle, metal gibi katılma, kristal yapıya sahip, metal analog sistemler olarak bilinen transparan organik malzemeler kullanılmıştır [2, 5-9]. Transparanlık özelliklerinden dolayı, numunenin kalınlığı boyunca katı/sıvı arayüzeyinin

nasıl evrildiği, büyüme dinamikleri ve katılma parametrelerinde yapılan değişikliklere alaşımın nasıl tepki verdiği görülebilmektedir. Katılmanın temel prensipleri, malzemenin organik veya metal olmasına göre değişmediğinden, organik malzemeler bu prensipleri anlamak amacıyla elliye aşkın senedir kullanılmaktadır. Fakat, organik malzemeler, yüksek enerjili X-ışını ve elektron demeti gibi ışınlar ile degrade olduğundan, bu alaşımın kimyasal kompozisyonları, dokuları, kristalografik yönelimleri vb. özellikleri belirlenmemektedir. Elde edilen çözünürlük ve gözlemlenebilirlik açılarından organik malzemeler katılma dinamiklerini çalışmak için çok elverişli olsa da ileri karakterizasyon yöntemleri uygulanmadığından, bu tür çalışmalarda metallerin kullanılması bir zorunluluktur.

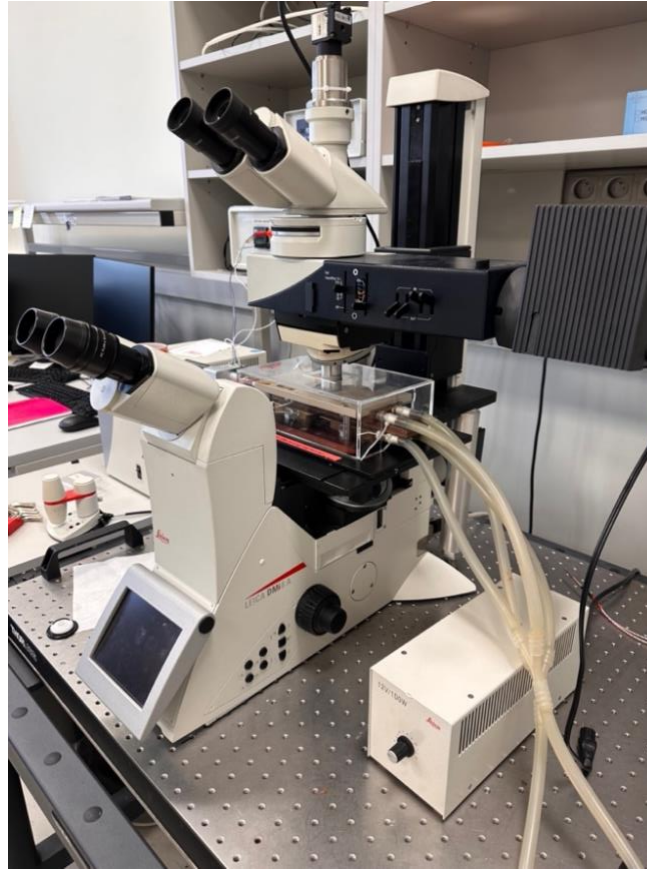
Temel olarak tahribatsız muayenede kullanılan X-ışını teknikleri, teknolojinin gelişmesiyle, metallerde mikroyapı gelişimini gerçek zamanlı incelemek için kullanılmaya başlanmıştır. 2000'lerin başından itibaren X-ışını ile gerçek zamanlı gözlemler katılma için de kullanılmaya başlanmıştır [10] fakat laboratuvar ortamında X-ışını ile elde edilen görüntülerin çözünürlüğü oldukça kısıtlıdır [11]. Çözünürlükteki bu sınırdan dolayı, sadece dendrit gibi, ötektik mikroyapılara kıyasla çok daha büyük olan yapılar bu yöntem ile incelenebilmektedir. X-ışını kaynağı senkrotron olduğunda ise, çözünürlük çok daha iyi değerlere ulaşabilmektedir [12]. X-ışını tomografisi veya mikro-tomografi olarak bilinen bu yöntemde dahi, oldukça yavaş hızlarda (<1  $\mu\text{m/s}$ ) büyütülen üç fazlı ötektik mikroyapısının detayları görülebilmektedir. Senkrotron kullanımı ile gelinen en son nokta nanotomografidir [13]. Bu yöntem ile, düşük hızlarda katılaştırılmış üç fazlı ötektikler ayrıştırılabilmekte ve arayüzey dinamiklerinin detayları net bir şekilde görülebilmektedir. Bu yöntemin en büyük avantajı göreceli olarak üç boyutlu (3B) olan numunelerin incelenebilmesidir. Başlıca dezavantajı ise X-ışınının numuneden geçmesi gerektiğinden, numune çapının oldukça küçük, 30  $\mu\text{m}$  seviyelerinde, tutulmak zorunda olmasıdır. Bir diğer önemli dezavantajı ise, bu yetiye sahip senkrotronların dünyada sadece birkaç tane olması ve bu nedenle kullanılabilirliklerinin çok düşük olmasıdır. Maalesef, ülkemizde senkrotron bulunmamaktadır. Son olarak, X-ışını temel olarak metalik numunelerde kullanılmakta ve organik numunelerde (yüksek enerjiden dolayı moleküller degrade olduğu için) kullanılmamaktadır. Bu nedenlerden ötürü, Mikroyapı Evrim Laboratuvarında (MEL), katılma dinamiklerini gerçek zamanlı incelemek için optik mikroskop kullanılmıştır. Bu yöntem halihazırda çoğunluğu Amerika ve Avrupa'da bulunan birçok üniversitede ve araştırma merkezinde kullanılmaktadır [6, 7, 14-30]. Bu yöntemin yaygın

olarak kullanılma sebepleri ise **(i)** Optik mikroskop ve katılma sisteminin diğer yöntemlerden çok daha ucuz ve kolay erişilebilir olması, **(ii)** Numune eninin X-ışını nanotomografisine göre onlarca kat daha büyük olması ve böylelikle istatistiksel olarak geçerli gözlemlerin ve ölçümlerin yapılabilmesi **(iii)** Elde edilen çözünürlüğün X-ışını mikro-tomografiden çok daha iyi ve nanotomografi seviyelerinde olması ve **(iv)** Hem organik hem de metalik numunelerin incelemesidir. Optik mikroskop sistemlerinin, gerçek zamanlı deneylerin yapılabildiği nanotomografi sistemlerine göre tek dezavantajı, metalik alaşımlarda numunenin sadece tek bir yüzeyi görülebildiğinden, mikroyapı hakkında 3B bilgi elde edilememesidir. Bu nedenle, numunenin sadece bir yüzeyine bakıp numunenin geneli konusunda sadece yorum yapılabilmektedir. MEL’de kullanılan sistem, tam da bu dezavantajı ortadan kaldırmak için tasarlanmış ve başarıyla üretilmiştir. Detayları *Materyal ve Yöntem* kısmında verilen bu sistemde, yukarıda sıralanan avantajlara ek olarak, katılma dinamikleri hem alttan hem de üstten incelenebildiğinden, metal numunelerde dahi gerçek zamanlı olarak mikroyapı hakkında 3B bilgiye ulaşılabilmektedir. “Çift taraflı mikroskopi sistemi” olarak adlandırdığımız bu sistem kullanılarak hem

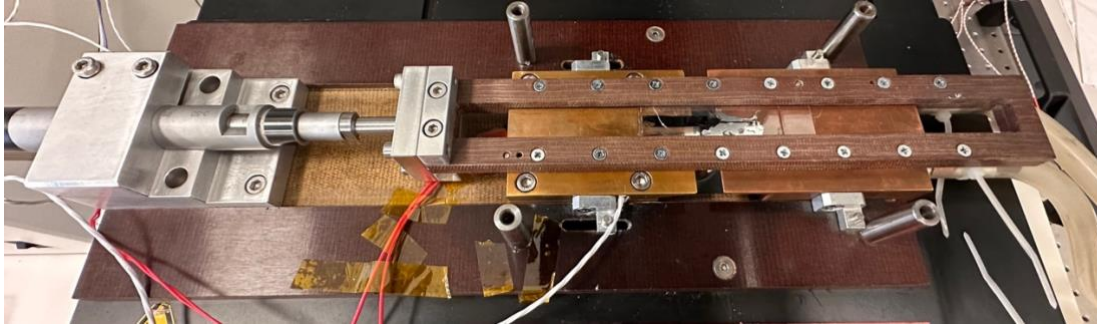
metalik hem de organik alaşımların katılma dinamikleri gerçek zamanlı olarak incelenebilmektedir. Böylelikle, mikroyapı gelişiminin temelleri gerçek zamanlı olarak araştırılabilmekte ve bu sayede anlaşılabilir. Bu anlayışın gelişmesiyle, mikroyapının kontrol edilebilirliği artmakta ve böylelikle istenilen özelliklere sahip malzeme üretiminin önündeki en büyük engellerden biri olan mikroyapı heterojenliği sorununun ortadan kalkması için önemli adımlar atılmış olmaktadır.

## II. MATERYAL VE YÖNTEM

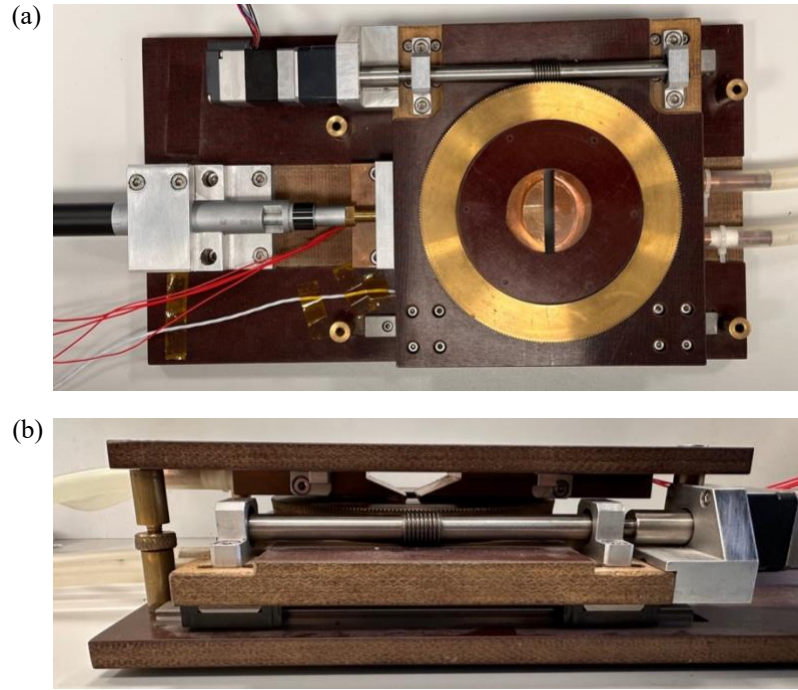
Katılma dinamiklerini gerçek zamanlı incelemek için çift taraflı mikroskopi sistemi (Şekil 1) olarak adlandırdığımız optik mikroskop, Bridgman-tipi tek yönlü katılma (Şekil 2) ve dönen tek yönlü katılma (Şekil 3) ekipmanları kullanılmıştır. Çift taraflı mikroskopi sistemi ve katılma ekipmanlarının tümü özel olarak tasarlanmış ve üretilmiştir. Sistem, göreceli olarak karmaşık olduğundan, öncelikle tek yönlü katılma ekipmanı aşağıda detaylı olarak anlatılmıştır. Bu bölümün sonunda da dönen tek yönlü katılma ekipmanından farkları belirtilmiştir.



Şekil 1. Bridgman-tipi tek yönlü katılma ekipmanı içeren çift taraflı mikroskopi sistemi



Şekil 2. Bridgman-tipi tek yönlü katılma ekipmanı (sistemin görülebilmesi açısından üst bakır bloklar kaldırılmıştır)



Şekil 3. Bridgman-tipi dönen tek yönlü katılma ekipmanı (a) Üstten görünüş (sistemin görülebilmesi açısından üst bakır bloklar kaldırılmıştır), (b) Yandan görünüş

Tek yönlü katılma ekipmanı düşük erime noktalı alaşımların yönlü katılma deneyleri için kullanılır. Bu deney düzeneği, katı/sıvı arayüzünün numunenin her iki tarafından gözlemlenmesini sağlamak için çift taraflı mikroskopi sistemi üzerine monte edilir. Tüm sistem, altı ana parçadan oluşur:

1. Tek yönlü katılma ünitesi (bakır bloklar, ısıtıcılar, PT-100'ler ve su dolaşımı için tüpler)
2. Tek yönlü katılma motoru ve kontrol ünitesi
3. Dolaşım pompası
4. Sıcaklık kontrol ünitesi
5. Çift taraflı mikroskop
6. Diğer parçalar

Her bir sistemin detayı aşağıdaki kısımlarda açıklanmıştır.

### 2.1 Tek Yönlü Katılma Ünitesi

Tek yönlü katılma ünitesi, mikroyapı evrimini gerçek zamanlı analiz edebilmek için özel olarak tasarlanmış ve üretilmiştir. Tasarım aşamasında, Amerika ve Avrupa'da kullanılan birçok tek yönlü katılma ekipmanında belirlenen dezavantajların ortadan kaldırılmasına özen gösterilmiştir. Ünite, şu ana parçalardan oluşur:

1. Alt ve üst yalıtkan plakalar
2. Bakır bloklar

### 2.1.1 Alt ve üst yalıtkan plakalar

Bu plakaların temel olarak iki fonksiyonu vardı. Biri, bakır blokların sıcaklıklarını mikroskop tablasına iletmemek. Diğeri ise, sistem bileşenlerinin monte edilebileceği bir baz oluşturmak. Alt plaka, tüm sistem parçaları ile birlikte mikroskop tablası üzerine yerleştirilir. Mikroskop tablasının ısıdan etkilenmemesi için yalıtkan plakanın kalınlığı, uygulanacak sıcaklığa göre seçilmeli ve belli bir kalınlığın üzerinde tutulmalıdır. Alt plaka fenol fiberden yapılırken, üst plaka PEEK'ten üretilmiştir. Alt plakada, sistem parçalarını mikroskop tablasında sabitlemek ve ünitenin, mikroskop tablasıyla birlikte X ve Y yönlerine hareket etmesini sağlamak için altı vidalama yeri bulunur. Üst plaka, alt plakanın üzerine, alt plakaya sabitlenmiş dört silindir ile konumlandırılır. Kullanılan numune kalınlığına bağlı olarak, bakır bloklar arasındaki mesafeyi artırmak/azaltmak için, bu silindirlerin uzunlukları ayarlanabilmektedir.

Yalıtkan plakalarda, soğuk bakır bloklar sabit bir konuma sahiptir. Sıcak bakır bloklar ise, istenilen sıcaklık gradyanı değerine göre farklı mesafelere yerleştirilir. Üst ve alt sıcak bakır blokları tam olarak aynı mesafeye yerleştirebilmek ve aynı zamanda sıcak ve soğuk bakır bloklar arasındaki mesafeyi tam olarak belirleyebilmek için mesafe ayarlayıcılar kullanılır (Şekil 4). Sıcak ve soğuk bakır bloklar arasındaki mesafenin değişimi ile farklı adiabatik bölge uzunluklarına sahip olunabilmektedir. Adiabatik bölgenin uzunluğu, deneylerde istenen sıcaklık gradyanına bağlı olarak ayarlanabilir. Şu anda, bu mesafeyi ayarlamak için kullanılabilen dört mesafe ayarlayıcı bulunmaktadır. Mesafe ayarlayıcılar Şekil 4'te gösterildiği gibi 5, 10, 15 ve 20 mm genişliğine sahiptirler.



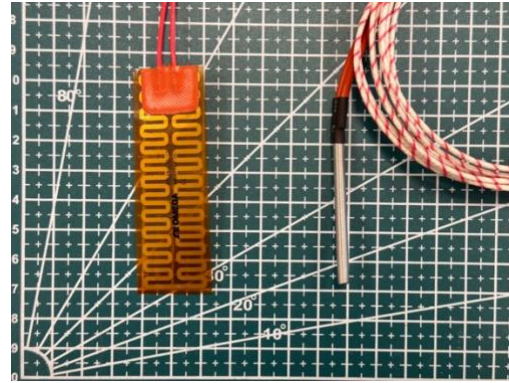
**Şekil 4.** Sıcak ve soğuk bakır bloklar arasında kalan adiabatik bölgenin uzunluğunu belirlemek için kullanılan mesafe ayarlayıcılar.

### 2.1.2 Bakır bloklar

Sıcak ve soğuk bakır bloklar olmak üzere iki set bakır blok bulunmaktadır. Her sette üst ve alt bloklar bulunur. Numune tutucu ve numune, üst ve alt bakır bloklar arasında sandviç edilir. Sıcak ve soğuk bakır blokların sıcaklıkları belirlenerek bu bloklar arasında sıcaklık gradyanı oluşturulur. Alt bloklar, alt yalıtkan plakaya

sabitlenmiştir; üst bloklar ise üst yalıtkan plakaya sabitlenir. Sıcak blokların konumu (yukarıda açıklandığı gibi) ayarlanabilir ve bu sayede sıcak ve soğuk bölgeler arasında farklı mesafeler oluşturularak farklı sıcaklık gradyanları elde edilebilir.

Sıcak bloklar, Şekil 5'de gösterilen ince dirençli ısıtıcılar (solda) veya fişek rezistanslar (sağda) ile ısıtılır. İnce dirençli ısıtıcılar daha ince bakır blokların üretilmesini sağlarken, fişek rezistanslar daha yüksek sıcaklıklara ve daha hızlı bir şekilde ısıtılmayı sağlar. Optimize edilmek istenilen özelliğe ve kullanılacak alaya göre ısıtıcı seçimi yapılmalıdır. Bakır blok sıcaklıkları, oda sıcaklığından 150 °C'ye kadar çıkabilmekte ve böylelikle erime sıcaklıkları 50 ila 80 °C arasında olan malzemelerin katılaşma dinamikleri incelenebilmektedir. Fişek rezistans ve farklı bir izolasyon malzemesi kullanılarak bakır blok sıcaklıklarının 250 °C'ye çıkarılması ve böylelikle, erime sıcaklıkları 150 °C'ye kadar olan alaşımların da gerçek zamanlı incelenmesi planlanmaktadır. Sıcak blokların sıcaklıkları, 0.1 °C'lik farkları ölçebilmek amacıyla yüksek hassasiyete sahip PT100'ler tarafından ölçülür ve sıcaklık kontrol ünitesi tarafından kontrol edilir. Bu nedenle, ısıtıcıların ve PT100'lerin konumlarına, kurulum, montaj ve demontaj sırasında ekstra özen gösterilmelidir. PT100'ler, sıcak bakır bloklar içerisine ısı iletken macun ile birlikte yerleştirilir ve yalıtkan plakalara yüksek sıcaklığa dayanıklı Kevlar bantlar kullanılarak sabitlenir.



**Şekil 5.** Sıcak bakır blokları ısıtmak için kullanılan ısıtıcılar. Solda: ince dirençli ısıtıcı, sağda: fişek rezistans.

Soğuk blokların içine, su döngüsü için "U" şeklinde boşluklar açılmıştır ve bakır bloğun sağ tarafına bu boşluklara açılan bakır borular vidalanmıştır. Bu borular, silikon tüpler ile su dolaşım pompasına bağlanır. Her soğuk bloğun bir su girişi ve bir su çıkışı vardır. Soğuk blokların boruları, su sızıntısını önlemek için Teflon bant ile sarılmalı, ardından silikon tüp, kelepçelerle sıkıca sabitlenmelidir.

## 2.2 Tek Yönlü Katılaştırma Motoru

Yüksek çözünürlüklü bir motor, numune tutucu ve numuneyi tek yönlü olarak hareket ettirmek için kullanılmaktadır. Motorun ucu, lineer bir şekilde 0.0035 – 750  $\mu\text{m/s}$  aralığındaki hızlarda hareket edebilmektedir ve seyahat aralığı 50 mm'dir. Bu sayede, hem termodinamik olarak lokal denge koşullarında hem de hızlı katılma koşullarında deneyler yapılabilmektedir. Tek yönlü katılaştırma motoru, bir adaptör kullanılarak alt plakaya sabitlenir. Daha sonra motor, numune tutucuya vidalar ve özel üretilmiş adaptörler kullanılarak bağlanır.

## 2.3 Dolaşım Pompası

Dolaşım pompası, soğuk blokların sıcaklığını istenilen bir sıcaklıkta sabit tutmak için kullanılır. Dolaşım pompası kullanılarak, soğuk blokların "U" şeklindeki boşluklarında sabit bir sıcaklıkta bulunan sıvı dolaştırılır. Şu ana kadar yapılan deneylerde dolaşım pompası içerisinde su kullanılmıştır. Silikon yağı, alkoller vb. sıvılar kullanılarak -90 ila 200  $^{\circ}\text{C}$  aralığındaki sıcaklıklara ulaşmak da mümkündür. Dolaşım pompasında da sıcaklık 0.1  $^{\circ}\text{C}$ 'lik hassasiyette ayarlanabilmektedir.

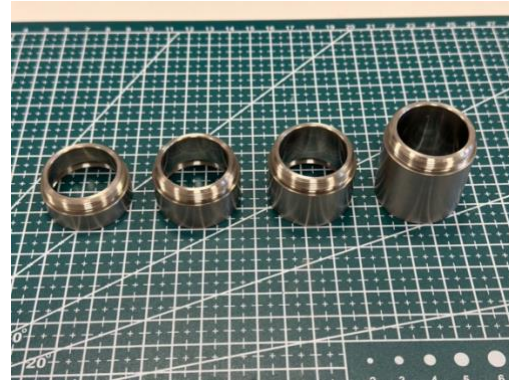
## 2.4 Sıcaklık Kontrol Ünitesi

Sıcaklık kontrol ünitesi, sıcak blokların sıcaklığını kontrol etmek için kullanılır. Üst ve alt blok sıcaklıkları ayrı ayrı olarak Proportional–Integral–Derivative (PID) olarak bilinen kontrol cihazlarıyla kontrol edilir. Bu sayede, üst ve alt bakır blokların sıcaklıkları da farklı belirlenerek tek yönlü katılma eksenini olan Z eksenindeki sıcaklık gradyanına ek olarak numunenin kalınlığına tekabül eden Y eksenini boyunca da sıcaklık gradyanı oluşturmak mümkündür. PID sıcaklık kontrol ünitesine girdi sağlamak için PT100'ler kullanılırken, PT100'den elde edilen girdi ile erişilmek istenen sıcaklık arasındaki farka göre, kontrol ünitesi ısıtıcılara güç yollamaktadır. PID parametreleri kontrol edilerek istenilen sıcaklığa ne kadar sürede ve nasıl ulaşılacağı kontrol edilebilmektedir.

## 2.5 Çift Taraflı Mikroskop

Çift taraflı mikroskop, metal alaşımlarında katılma dinamiklerini gerçek zamanlı gözlemlemek için özel olarak tasarlanmış ve üretilmiş bir mikroskopi sistemidir. Bir dik (upright) ve bir çevrik (inverted) mikroskoptan ve mikrometre çözünürlüğünde hareket edebilen bir tabladan oluşur. Bu yenilikçi kurulum ve tek yönlü katılma ekipmanları sayesinde, metal numuneler, her iki taraftan da gerçek zamanlı olarak gözlemlenebilmektedir. Yüksek çözünürlüklü tabla, tek seferde 1  $\mu\text{m}$  kadar küçük mesafeler dahi gidilebilmektedir. Bu sayede, panoramik veya mozaik olarak bilinen, birçok ufak görüntüyü birleştirilerek elde edilen büyük görüntüler oluşturularak numunenin

tümünün mikroyapısı gözlemlenebilmektedir. Panoramik görüntüler, katı/sıvı arayüzeyini ve numune katılma geçmişini gözlemlemek için bir zorunluluktur. Dik ve çevrik mikroskopların her ikisi de 7 lense sahiptir ve lens büyütmeleri 2.5 ila 100 kat arasında değişmektedir. Her bir deneyde, gözlemlenecek bölge ve o bölgedeki ilgi alanına bağlı olarak uygun lens ve büyütme oranı seçilir. Numune, doğrudan mikroskop tablasının üzerinde olmadığı için, bir başka deyişle bakır bloklar arasına yerleştirildiği için, numuneye odaklanabilmek için farklı yüksekliklere sahip halka adaptörler üretilmiştir. Şekil 6'da gösterilen bu adaptörlerin uzunlukları sırasıyla 10, 15, 20 ve 30 mm'dir. Mikrometre/saniye mertebelerindeki hızlarda büyütülen tipik bir ötektik mikroyapının incelenmesi için 10x lens ve 25 (10+15) mm halka adaptörler kullanılmaktadır. Lenslerin çalışma uzaklığı oldukça yüksek olmasına rağmen, örneğin 10x lens için 11 mm, yalıtkan plaka ve bakır bloğun kalınlığından dolayı halka adaptör kullanımı bir zorunluluktur.



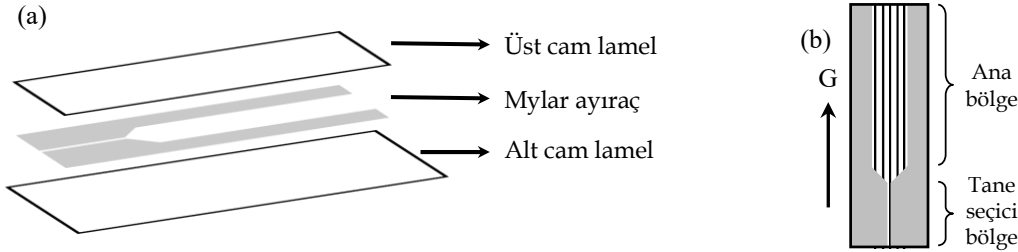
Şekil 6. Lenslerin pozisyonunu artırmak için kullanılan halkalar. 10, 15, 20 ve 30 mm yüksekliklerde 2 set halka bulunmaktadır.

## 2.6 Diğer Parçalar

### 2.6.1 Numune ve numune tutucu

Numune, yaklaşık olarak 300  $\mu\text{m}$  kalınlığında olan iki adet düz dikdörtgen cam lamel ve bu lamelleri ayırmak için Mylar ayıraç kullanılarak üretilmektedir (Şekil 7 (a)). Mylar ayıraç ve lameller arasında kalan boşluğa alayım malzemesi doldurulur. İstenen alayım kalınlığına bağlı olarak Mylar ayıracının kalınlığı seçilir. Laboratuvarında kullanılan Mylar ayıraç kalınlık değerleri 6, 13, 23, 50, 100, 250, 500  $\mu\text{m}$ 'dir. Farklı kalınlıklarda numunelerin incelenmesi hem iki boyutlu hem de üç boyutlu mikroyapı evriminin gözlemlenmesini ve karakterize edilmesini sağlamaktadır. Mikroyapılardan istatistiksel ölçümler alabilmek için geniş taneler oluşturmak gerekmektedir. Bu nedenle, genellikle, ayıraçta tane seçici olarak kullanılmak üzere ince bir kanal kesilir. İnce kanalda, kanalın darlığından dolayı, sadece birkaç tane

bulunabilir ve katılma bu ince kanaldan başlatılır (Şekil 7 (b)). Tanelerin büyüme dinamikleri, kristal yönelimlerine göre değişiklik gösterdiğinden, tane seçici bölgesinde bulunan ve kristal yönelimi sıcaklık gradyanıyla en çok uyuşan tane veya taneler, diğer taneleri elerler. Bu sayede, katılan tane sayısı önemli ölçüde azaltılır. Katı/sıvı arayüzeyi, tane seçici bölgenin sonuna geldiğinde, genellikle sadece bir veya birkaç tane kalmıştır. Burada taneler, Şekil 7 (b)'de gösterilen ana bölgenin tamamını kaplayacak şekilde enine doğru yayılırlar. Böylelikle, ana bölge olarak isimlendirilen bölgede istatistikî ölçümler yapmaya elverişli geniş taneler elde edilir. Cam lameller,



**Şekil 7.** Numunenin şematik gösterimi (a) Numuneyi oluşturan parçalar, (b) Tane seçici ve ana bölge (ok büyüme yönünü göstermektedir), G: sıcaklık gradyanı.

### 2.6.2 Kapak

Mikroskop tablası ve lensler çok yüksek ısıya dayanıklı olmadığından, katılaştırılan malzemeler düşük erime noktasına sahip alaşımlardan seçilir. Erime sıcaklıkları düşük olduğundan, oda sıcaklığında olan ufak bir hareket bile termal dalgalanmalara sebebiyet vermektedir. Termal dalgalanmalar mikroyapıyı önemli ölçüde etkilediğinden, bu dalgalanmaları mümkün olduğunda minimize etmek gerekmektedir. Bu amaçla pleksiglastan yapılmış bir kapak bakır blokları ve yalıtkan plakayı kapsayacak şekilde tasarlanmış ve üretilmiştir. Bu kapak kullanımı sayesinde, ünitenin üstünde oluşabilecek termal dalgalanmalar önemli ölçüde azaltılmaktadır. Alt kısımda ise, lenslerin etrafı cam yünü gibi yalıtkan malzemelerle çevrilerek termal dalgalanmalar minimize edilir.

### 2.6.3 Optik masa

Çift taraflı mikroskopi ve katılma sistemlerinin düz bir zeminde olması gerektiği için ve yeryüzünde meydana gelen titreşimlerden etkilenmemesi için, mikroskoplar ve katılma ekipmanları optik masa üzerine yerleştirilmiştir. Optik masa, basınçlı hava girişi sayesinde, kalibre edildikten sonra, düzlemselliği bozulduğunda hızlıca eski halini alabilmektedir. Bu sayede, sistemin düzlemselliğinden emin olunmaktadır.

Dönen tek yönlü katılma ekipmanının, tek yönlü katılma ekipmanından en önemli farkı, numune, Z eksenindeki tek yönlü hareketin yanı sıra XY

aralarına ayıraç yerleştirildikten sonra, yapıştırıcı kullanılarak birbirine yapıştırılır. Numune camları hazırlandıktan sonra, istenen alaşım ile doldurulur ve numune tutucuya sabitlenir. Numuneyi içinde barındıran tutucu, alt sıcak ve soğuk bakır blokların üzerine yerleştirilir (Şekil 2). Daha sonra üst sıcak ve soğuk bloklar numunenin üzerine konularak numune üst ve alt bakır bloklar arasında sandviç edilir. Tutucunun işlevi, numuneyi sağlam bir şekilde tutmak ve numunenin sadece sıcaklık gradyanı ekseninde (Z yönünde) hareket etmesini sağlamaktır. Numune tutucu, motora birkaç adaptör ile sabitlenir.

düzleminde döndürülebilmektedir. Bu dönme hareketi için ek bir motor bulunmaktadır. Ayrıca, genellikle numuneler dikdörtgen şeklinde değil, daireseldir. Şekil 3'de gösterilen dişli sisteminden dolayı bakır blokların tasarımı da oldukça farklıdır fakat işlevleri tamamen aynıdır. Dönen tek yönlü katılma ekipmanı ile yapılan deneylerde amaç, sabit sıcaklık gradyanı içerisinde numune döndürülerek kristal/kristal arayüzey yönünü sürekli bir şekilde değiştirmektir. Bu sayede, mikroyapının farklı açılarda nasıl büyüdüğü incelenmekte, kristal/kristal arayüzey enerjisinin fonksiyonu [22] ve kristaller arasındaki denge şekli belirlenebilmektedir [17, 30].

## III. BULGULAR VE TARTIŞMA

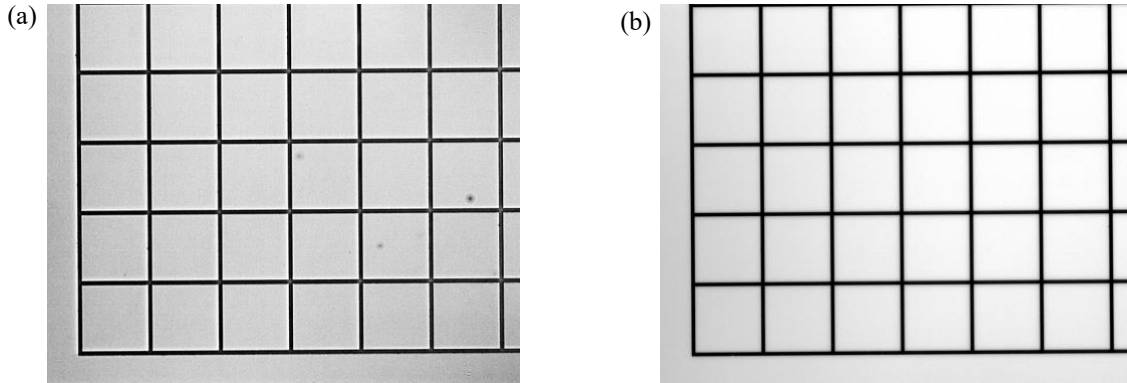
Her bir parçası özel olarak tasarlanmış çift taraflı mikroskopi sistemi başarıyla çalışmıştır. Bunun en önemli göstergesi, numunenin aynı bölgesini mikron çözünürlükle görebilmektir. Dik (upright) mikroskop olan üst ve çevrik (inverted) mikroskop olan alt mikroskopların numunedeki aynı bölgeyi görüntülediği Şekil 8'de gösterilmektedir. Her iki mikroskop ve 10x lens kullanılarak elde edilen 100  $\mu\text{m}$ 'lik grid görüntüleri Şekil 9'da sunulmuştur. Görsellerde aynı yerin gözlemlendiğini gösterebilmek için özellikle gridin köşesine odaklanılmıştır. Bu görüntülerden görüldüğü üzere mikrometre mertebesinde aynı yer üst ve alt mikroskoplar ile görüntülenebilmektedir. Mikroskoplar farklı olduğundan, kullanılan kamera sistemi, c-mount ve lens büyütme birimleri birebir aynı olsa

da görüntülerde ufak da olsa farklı piksel/mikrometre oranları elde edilmektedir. Daha spesifik olunmak gerekirse 10x büyütmede piksel/ $\mu\text{m}$  oranı üst mikroskopta 1.908 iken bu değer alt mikroskopta

1.894'tür. Bir başka deyişle, üst ve alt mikroskoptan elde edilen görüntülerin alanları arasında % 0.1'den az olan çok ufak bir fark bulunmaktadır.



**Şekil 8.** Dik (üst) ve çevrik (alt) mikroskopların numunedeki aynı bölgeyi görüntülediğini gösteren fotoğraf.

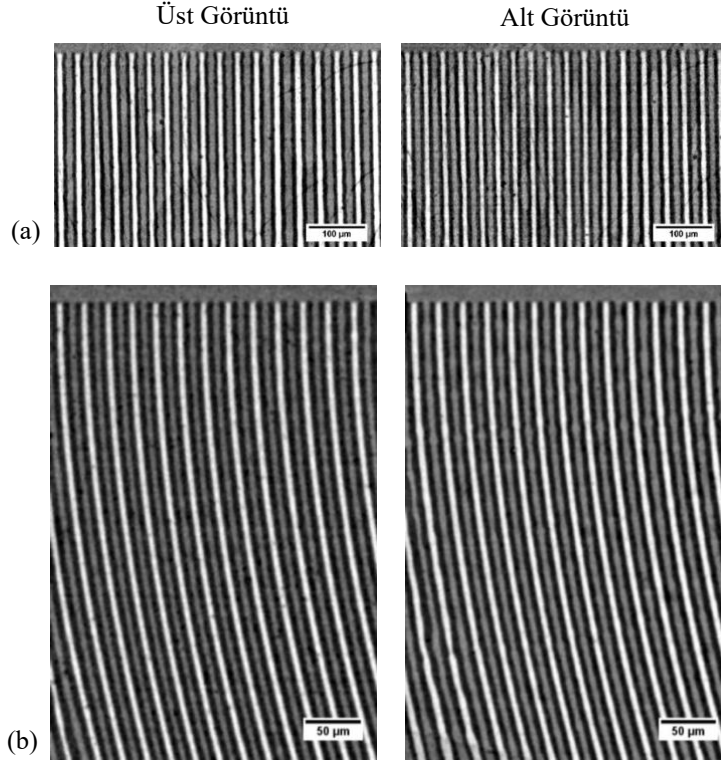


**Şekil 9.** Sırasıyla (a) üst ve (b) alt mikroskoptan 10x lens ile alınan 100  $\mu\text{m}$ 'lik grid görüntüsü.

Lenslerin yukarıda gösterildiği üzere tamamen aynı yeri gösterdiğinden emin olunduktan sonra deneyler başlatılır. Tek yönlü katılma ve dönen tek yönlü katılma ekipmanları kullanılarak numunenin aynı bölgesinde bulunan mikroyapının üst ve alt mikroskoptan elde edilen görüntüleri Şekil 10'da gösterilmektedir. Kristal/kristal arayüzey enerjileri izotropik olan tanelerde, tek yönlü katılma ekipmanı kullanılarak elde edilen mikroyapı görüntülerinde katı fazlar arasındaki sınır sıcaklık gradyanına paralelken,

dönen tek yönlü katılma ekipmanında elde edilen sınırlar, numunenin dönme hareketinden dolayı daireseldir. Şekil 10'da sunulan görüntülerde mikroyapı tamamen iki boyutlu olduğundan, üst ve alt mikroskoptan elde edilen mikroyapılar neredeyse tamamen aynıdır. Fakat üç boyutlu oluşumlar olduğunda, üst ve alt mikroyapı farklılıklar gösterir. Çift taraflı mikroskopi sistemi sayesinde, bu farklılıklar ve mikroyapı gelişim dinamikleri, üç boyutlu ve metalik numunelerde bile gözlemlenebilmektedir.





**Şekil 10.** Çift taraflı mikroskopi sistemi ile elde edilen numunenin üst ve alt mikroyapıları (a) Tek yönlü ve (b) dönen tek yönlü katılaşma ekipmanlarıyla elde edilen görüntüler.

Sıcaklık – mesafe ölçümleri, katılaşma dinamiğini anlamayı amaçlayan çalışmalar için çok kritiktir. Çünkü, sabit bir alaşım kompozisyonunda, mikroyapıyı belirleyen en önemli etmen soğuma hızıdır ( $\dot{C}$ ). Soğuma hızı ise, temel olarak iki etmenden oluşur: sıcaklık gradyanı ( $G$ ) ve katılaşma/büyüme hızı ( $V$ ). Aralarındaki bağlantı, birimleriyle beraber, Eşitlik (1)'de verilmiştir:

$$\dot{C} \left( \frac{^{\circ}\text{C}}{\text{s}} \right) = G \left( \frac{^{\circ}\text{C}}{\mu\text{m}} \right) \times V \left( \frac{\mu\text{m}}{\text{s}} \right) \quad (1)$$

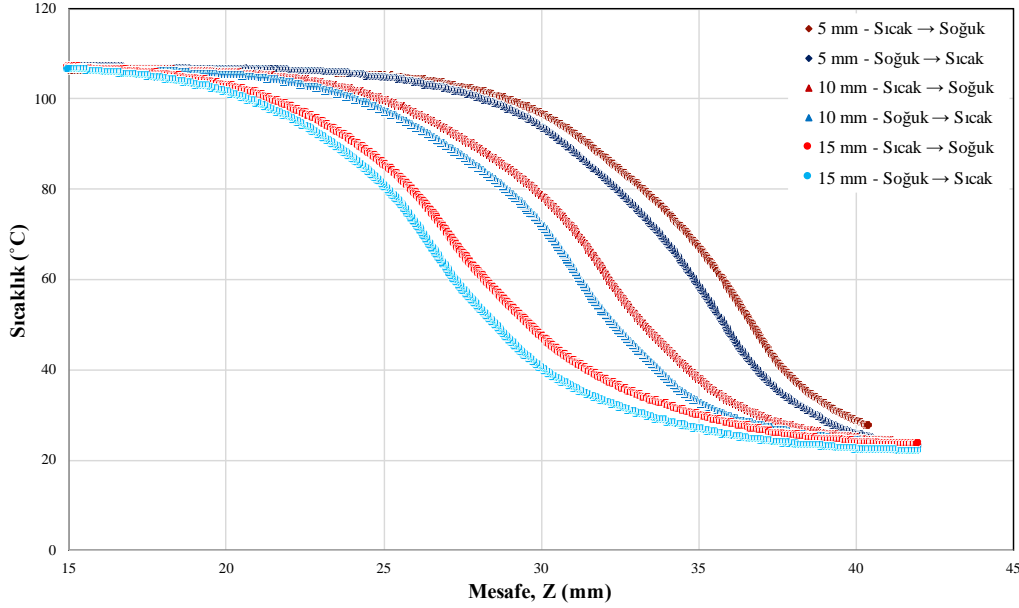
Soğuma hızını belirleyen bu iki ayrı faktörün, mikroyapı üzerinde farklı etkileri bulunmaktadır. Bu nedenle, iki etmenin ayrı ayrı kontrol edilebildiği Bridgman-tipi tek yönlü katılaşma ekipmanları mikroyapı gelişimini incelemek için kullanılabilir en iyi sistemlerdir. Sıcaklık gradyanı değeri, tek yönlü katılaşma ekipmanında bir termokuplun herhangi bir ortamda aldığı sıcaklık ölçüm değeri değildir. Bu ölçümü doğru yapabilmek için, deney yapılacak malzemede ve hatta kompozisyonda olan alaşımın içerisine daldırılmış termokuplardan ölçüm alınması gerekir. Çünkü ancak bu değer malzemenin hissettiği değerdir ve malzemenin hissettiği değer mikroyapıyı belirleyen etmendir. Bir başka deyişle, organik alaşım ile deney yapılacaksa, termokupl organik malzemeye,

metalik alaşım ile yapılacaksa, metalik malzemeye daldırılarak sıcaklık ölçümleri yapılmalıdır.

Sıcak ve soğuk bakır bloklar arasındaki mesafe değiştirilerek farklı sıcaklık gradyanları elde edilebilmektedir. Benzer şekilde, sıcak ve soğuk blokların sıcaklıkları değiştirilerek de gradyan değiştirilebilir. Bakır bloklar arasındaki mesafe sırasıyla 5, 10 ve 15 mm yapılarak hem sıcak bloktan soğuk bloğa hem de soğuk bloktan sıcak bloğa giderken alınan sıcaklık – mesafe ölçümleri Şekil 11'de gösterilmektedir. Sıcaklık ölçümleri, yine özel olarak tasarlanmış ve ürettirilmiş sıcaklık okuyucu ile elde edilmektedir. Bu sıcaklık okuyucusu bilgisayara bağlıdır ve sıcaklık okuma sıklığı kullanıcı tarafından belirlenmektedir. Elde edilen sıcaklık değerleri ve ölçümün yapıldığı zaman, bilgisayara otomatik olarak aktarılmaktadır. Şekil 11'de gösterilen grafiklerde okuma sıklığı 1 saniye olarak belirlenmiştir. Burada belirtmek gerekir ki bu grafiklerde çizgi grafik kullanılmamış, sadece veri noktaları kullanılmıştır. Buna rağmen, grafiğin sürekli olmasının sebebi alınan verilerin sıklığıdır. Sıcaklık – mesafe ölçümlerinden görüldüğü üzere, bakır bloklar arasındaki mesafe sabitken, adiabatik bölge ve etrafında, belli bir  $Z$  değerinde ( $Z$  katılaşma eksenidir), sıcaktan soğuğa giderken elde edilen sıcaklık değeri, soğuktan sığağa giderken elde edilen değerden farklıdır. Bir başka

deyişle, sıcaklık – mesafe değerlerinde bir histerezis görülmektedir (Bakır bloklar arasındaki mesafe sabitken mavi ve kırmızı ölçümler arasındaki fark). Bu histerezisin genişliği, numunenin hareket hızına bağlıdır. Çalışmalarımızda kullandığımız hız değerleri genellikle 10  $\mu\text{m/s}$  değerinden az olduğundan, sıcaklık ölçümleri için numune hareket hızı 10  $\mu\text{m/s}$  olarak

seçilmiştir. 10  $\mu\text{m/s}$ 'de elde edilen sıcaklık – mesafe grafiğinden de görüldüğü üzere, elde edilen histerezis oldukça ufaktır ve yok sayılabilir. Bakır bloklar arasındaki mesafe değişmesine rağmen benzer sıcaklıklarda benzer histerezis olması da bir diğer önemli gözlemdir.



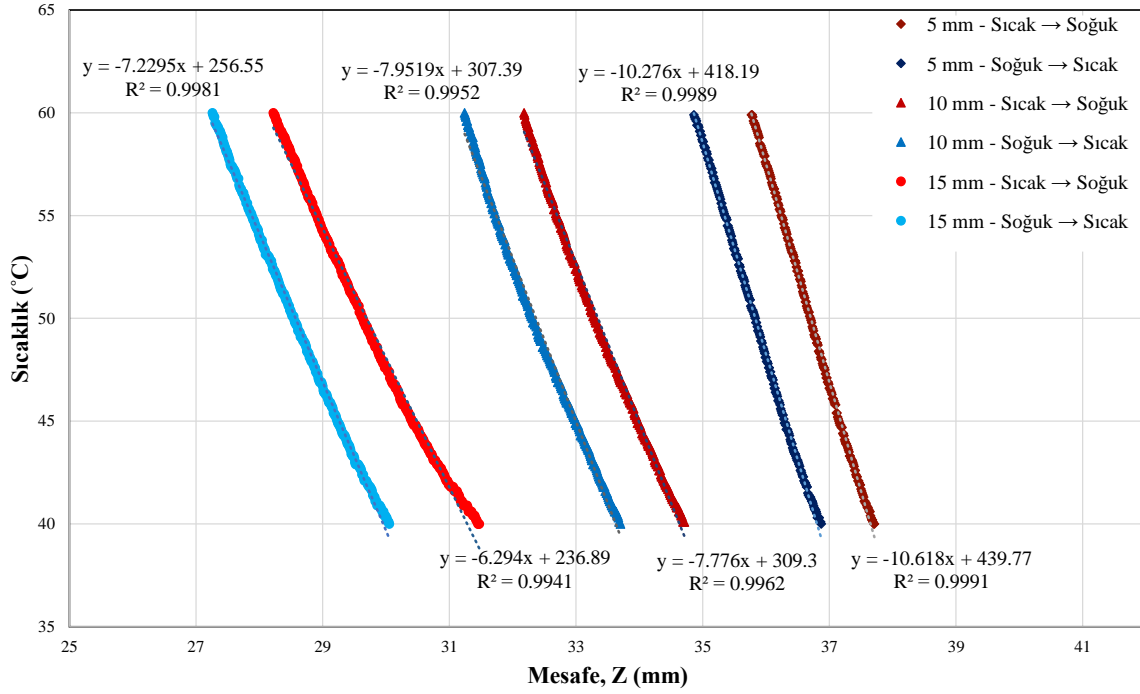
**Şekil 11.** Tek yönlü katılaşma ekipmanından adiabatik bölge genişliği 5, 10, 15 mm olduğunda alınan sıcaklık - mesafe ölçümleri. Sıcak ve soğuk kısma giderken alınan ölçümlerde histerezis görülmektedir.

Gradyan ölçümlerinin, katı/sıvı arayüzeyinin bulunduğu sıcaklıkta yapılması gerekir. Bu çalışmanın amacı mikroskopi sisteminin ve katılaşma ekipmanlarının yetilerini anlatmak olduğundan, herhangi bir alayım seçilmemiş ve gradyan ölçümleri örnek olarak 50 °C için yapılmıştır. Herhangi bir sıcaklıktaki gradyanı belirlemek için farklı sıcaklık aralıklarındaki ölçümlere doğrusal fitler yapılmalı ve en yüksek determinasyon katsayısı ( $R^2$ ) elde edilen sıcaklık gradyan değeri en iyi değer olarak kabul edilmelidir. Örneğin, 50 °C deki gradyan ölçümü için, 40 – 60 °C, 45 – 55 °C, 48 – 53 °C gibi, ortası 50 °C'ye tekabül eden aralıklarda bulunan verilere doğrusal fitler yapılabilir. Fakat aralık çok dar olursa, örneğin 49.5 – 50.5 °C gibi, istatistiki olarak çok fazla veri elde edilemediğinden fit yanlış bilgiler verebilir. Optimum aralık verilerek sıcaklık gradyanı belirlenmelidir. 40 – 60 °C aralığında sıcaklığın mesafeye göre nasıl değiştiği gösteren ölçümler ve bu ölçüm değerlerine doğrusal fit uygulanarak elde edilmiş fonksiyonlar ve  $R^2$  değerleri Şekil 12'de gösterilmektedir. Veri noktalarının üst kısmında verilen fonksiyonlar, soğuktan sıcağa giderken elde edilen verilere uygulanan fitin fonksiyonu iken, alt kısmında verilen

fonksiyonlar, sıcağın soğuğa giderken elde edilen verilere uygulanan fitin fonksiyonudur. Bu fonksiyonlarda eğim, yani x değerinin başındaki katsayının mutlak değeri, sıcaklık gradyanıdır. Sıcaktan soğuğa giderken sırasıyla 5, 10 ve 15 mm aralıklar için elde edilen gradyan değerleri 10.618, 7.776 ve 6.294'dür. Bir başka deyişle, bakır bloklar arasındaki mesafe arttıkça, beklendiği üzere sabit bir sıcaklıkta elde edilen sıcaklık gradyanı düşmektedir.  $R^2$  değerlerine bakıldığında, bakır bloklar arasındaki mesafe arttıkça,  $R^2$  değerinin düştüğü görülmektedir. Doğrusal fitin çok iyi uymadığı grafikten de anlaşılmaktadır. Böyle bir durumda, daha dar bir sıcaklık aralığında daha yüksek bir  $R^2$  değeri elde edilmelidir.

Soğuktan sıcağa giderken de benzer bir tablo vardır, sırasıyla 5, 10 ve 15 mm aralıklar için elde edilen gradyan değerleri 10.276, 7.9519 ve 7.2295'dir. Burada dikkat edilmesi gereken husus, sıcağın soğuğa ve soğuktan sıcağa doğru gidişte elde edilen gradyanların farklı olmasıdır. Bir başka deyişle, belli bir sıcaklıkta, katılaşma ve erime sırasında elde edilen gradyanlar farklı olabilmektedir. Bu husus, özellikle erime

çalışmalarının ivme kazandığı şu günlerde kayda değer ve dikkat edilmesi gereken bir bulgudur.



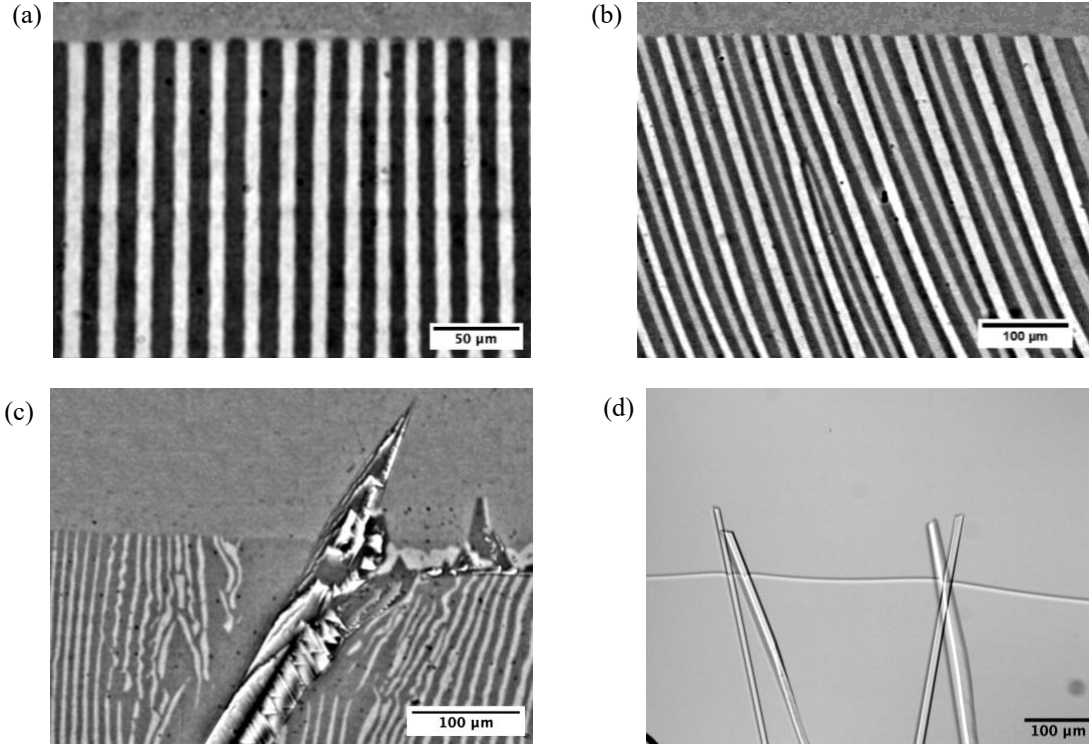
**Şekil 12.** Tek yönlü katılma ekipmanından adiabatik bölge genişliği 5, 10, 15 mm olduğunda 50 °C için alınan sıcaklık gradyanı ölçümleri.

Tek yönlü katılma sistemleri kullanılarak farklı ötektik alaşım sistemleri katılaştırılmıştır. Kullanılan sistemler ve parametreler Tablo 1’de sunulmuştur. Farklı alaşım sistemlerinden elde edilen mikroyapı görüntüleri Şekil 13’de gösterilmektedir. Burada, metal

numunelerde mikroskoplardan gelen ışığın numuneden yansımaları sonucu elde edilen görüntü kullanılırken, organik numunelerde, numune içerisinden geçerek diğer mikroskopun lensine gelen görüntü kullanılmaktadır.

**Tablo 1.** Farklı alaşım sistemlerinde kullanılan kompozisyon, bu kompozisyonun ötektik sıcaklığı ( $T_{\text{ötektik}}$ ), tek yönlü katılma deneylerinde kullanılan sıcak ve soğuk bakır blokların sıcaklık değerleri ( $T_{\text{sıcak}}$  ve  $T_{\text{soğuk}}$ ) ve bakır bloklar arasındaki mesafe değeri.

Alaşım	Kompozisyon (at%)	$T_{\text{ötektik}}$	$T_{\text{sıcak}}$	$T_{\text{soğuk}}$	Mesafe (mm)
In – Bi – Sn E1	35.94% In, 39.34% Bi, 24.72% Sn	76.4 °C	142 °C	25 °C	5 mm
			133 °C	25 °C	10 mm
In – Bi – Sn E2	60.2% In, 20.7% Bi, 19.1% Sn	59 °C	95 °C	28 °C	5 mm
					10 mm
In – Bi	77.78% In, 22.22% Bi	72.7 °C	110 °C	25 °C	10 mm
AMPD – SCN	97.4% SCN, 2.6% AMPD	52.5 °C	90 °C	20 °C	5 mm



**Şekil 13.** Farklı alaşım sistemlerinde elde edilen görüntüler. Metalik (a) In – Bi, (b) In – Bi – Sn E2, (c) In – Bi – Sn E1 ve (d) Organik AMPD – SCN sistemi.

Temel olarak yatay ve dikey olmak üzere iki tip tek yönlü katılma ekipmanı kullanılmaktadır. Dikey cihazlarda, alaşımı oluşturan elementlerden ağır olanlar, yer çekiminden dolayı, sıvının alt kısımlarında birikmektedir. Sıvı içerisinde oluşan bu kompozisyonel gradyan, katılma ile oluşan mikroyapıda da farklılıklara sebep olur. Bir başka deyişle, örneğin, ötektik kompozisyona sahip bir alaşım katılaştırmak isterken, büyüme boyunca önce hipoötektik, sonra ötektik ve numunenin en sonunda da hiperötektik alaşım katılaştırılmış olur. Yatay sistemlerde de yer çekimi etkisi olabilir. Fakat kullanılan numune kalınlıkları mikrometre mertebesindeyken numunenin büyüme eksenindeki boyutu santimetre mertebesinde olduğundan, yatay sistemlerde çökeltme etkisi yok denecek kadar azdır. Katılma sisteminin yatay olmasının en önemli avantajlarından biri budur. Sıvıdaki kompozisyonu ve böylelikle mikroyapıyı değiştiren bir diğer etmen de sıvıdaki ısı farklılıklarından dolayı oluşan termosolütal konveksiyondur. Burada kullanılan numune kalınlıkları genellikle oldukça ince ( $< 50 \mu\text{m}$ ) olduğundan, Rayleigh-Bénard konveksiyonunun olup olmayacağını belirleyen Rayleigh sayısı hesabında kullanılan yükseklik değeri oldukça küçüktür. Bu nedenle ince numunelerde konveksiyon görülmemektedir. Sonuç olarak, yatak ekipman ve ince numune kullanılarak,

sıvıda oluşabilecek kompozisyonel değişimler minimuma indirilmiştir.

#### IV. SONUÇ

Bu çalışmada, katılma dinamikleri ve mikroyapı evrimini gerçek zamanlı olarak incelemek için özel bir mikroskop ve katılma düzenekleri tasarlanmış ve üretilmiştir. Mikroskopi sistemi ve yönlü katılma düzenekleri hakkında kapsamlı bir genel bakış sunulmaktadır. Ayrıca, bu teknikte elde edilen örnek sonuçlar, sıcaklık gradyanı ölçümleri, tipik parametreler ve mikroyapılar dahil olmak üzere raporlanmıştır. Çalışma, bu özel olarak üretilmiş ekipmanın kullanımının, katılma dinamikleri ve mikroyapı evriminin, üç boyutlu metal sistemlerde bile, derinlemesine anlaşılması için bir yol açtığı göstermiştir. Bu sayede, döküm, katmanlı üretim ve kaynak gibi yöntemlerle üretilen malzemelerin tüm özelliklerini belirleyen mikroyapı evrimi konusunda önemli adımlar atılmaktadır. Bu ekipman kullanılarak büyük oranda ötektik büyüme dinamikleri araştırılmıştır. Önümüzdeki dönemlerde, aynı temel prensiplere sahip ekipmanlar tasarlanıp üretilerek peritektik büyüme ve erime üzerine çalışmalar yapılması planlanmaktadır.

## TEŞEKKÜR

Mikroyapı görüntülerini alan Samira Mohagheghi ve Didem Kaplan'a teşekkür ederim. Samira Mohagheghi, dönen tek yönlü katılaşma ekipmanının kurulmasına da önemli katkılar yapmıştır. Kendisine teşekkürü bir borç bilirim. Sıcaklık gradyan ölçümleri için Didem Kaplan'a teşekkür ederim.

## KAYNAKLAR

- [1] Akamatsu, S., Bottin-Rousseau, S., Serefoglu, M., & Faivre, G. (2012). A theory of thin lamellar eutectic growth with anisotropic interphase boundaries. *Acta Materialia*, 60(6-7), 3199-3205.
- [2] Akamatsu, S., Bottin-Rousseau, S., Şerefoğlu, M., & Faivre, G. (2012). Lamellar eutectic growth with anisotropic interphase boundaries: Experimental study using the rotating directional solidification method. *Acta Materialia*, 60(6-7), 3206-3214.
- [3] Akamatsu, S., Moulinet, S., & Faivre, G. (2001). The formation of lamellar-eutectic grains in thin samples. *Metallurgical And Materials Transactions A*, 32A, 2039-2048.
- [4] Akamatsu, S., & Nguyen-Thi, H. (2016). In situ observation of solidification patterns in diffusive conditions. *Acta Materialia*, 108, 325-346.
- [5] Bottin-Rousseau, S., Şerefoğlu, M., Yüçetürk, S., Faivre, G., & Akamatsu, S. (2016). Stability of three-phase ternary-eutectic growth patterns in thin sample. *Acta Materialia*, 109, 259-266.
- [6] Caroli, B., Caroli, C., Faivre, G., & Mergy, J. (1992). Lamellar eutectic Growth of  $CBr_4-C_2Cl_6$ : effect of crystal anisotropy on lamellar orientations and wavelength dispersion. *Journal of Crystal Growth*, 118, 135-150.
- [7] Ginibre, M., Akamatsu, S., & Faivre, G. (1997). Experimental Determination of the Stability Diagram of a Lamellar Eutectic Growth Front. *The American Physical Society- Physical Review E*, 56(1), 780.
- [8] Glicksman, M. E. (1984). Free Dendritic Growth. *Materials Science and Engineering*, 65(1), 45-55.
- [9] Hunt, J. D., & Hurle, D. T. J. (1968). The Structures of Faceted/Nonfaceted Eutectics. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 242, 1043.
- [10] Jackson, K. A., & Hunt, J. D. (1965). Transparent Compounds That Freeze Like Metals. *Acta Metallurgica*, 13, 1212.
- [11] Jackson, K. A., & Hunt, J. D. (1966). Lamellar and Rod Eutectic Growth. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 236(8), 1129.
- [12] Lindemann, G. R., Chao, P., Nikitin, V., De Andrade, V., De Graef, M., & Shahani, A. J. (2024). Complexity and evolution of a three-phase eutectic during coarsening uncovered by 4D nano-imaging. *Acta Materialia*, 266, 119684.
- [13] Mathiesen, R. H., Arnberg, L., Ramsøskar, K., Weitkamp, T., Rau, C., & Snigirev, A. (2002). Time-resolved x-ray imaging of aluminum alloy solidification processes. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 33(4), 613-623. doi:10.1007/s11663-002-0041-2
- [14] Mohagheghi, S., Bottin-Rousseau, S., Akamatsu, S., & Serefoglu, M. (2020). Decoupled versus coupled growth dynamics of an irregular eutectic alloy. *Scripta Materialia*, 189, 11-15.
- [15] Mohagheghi, S., Bottin-Rousseau, S., & Şerefoğlu, M. (2023). In-situ investigation of the solidification dynamics in an irregular eutectic alloy. Paper presented at the IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.
- [16] Mohagheghi, S., & Serefoglu, M. (2019). On the Growth Dynamics of Nearly-Locked Grain in the Three-Phase In-Bi-Sn Eutectic System. *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 50A(11), 5221-5233.
- [17] Mohagheghi, S., & Şerefoğlu, M. (2017). Dynamics of spacing adjustment and recovery mechanisms of ABAC-type growth pattern in ternary eutectic systems. *Journal of Crystal Growth*, 470, 66-74.
- [18] Mohagheghi, S., & Şerefoğlu, M. (2018). Quasi-isotropic and locked grain growth dynamics in a three-phase eutectic system. *Acta Materialia*, 151, 432-442.
- [19] Napolitano, R. E., & Serefoglu, M. (2012). Control and Interpretation of Finite-Size Effects and Initial Morphology in Directional Solidification of a Rod-Type Eutectic Transparent Metal-Analog. *JOM*, 64(1), 68-75.
- [20] Reinhart, G., Manginck-Noël, N., Nguyen-Thi, H., Schenk, T., Gastaldi, J., Billia, B., Baruchel, J. (2005). Investigation of columnar-equiaxed transition and equiaxed growth of aluminium based alloys by X-ray radiography. *Materials Science and Engineering: A*, 413-414, 384-388.
- [21] Salvo, L., Suéry, M., Marmottant, A., Limodin, N., & Bernard, D. (2010). 3D imaging in material science: Application of X-ray tomography. *Comptes Rendus Physique*, 11(9), 641-649.
- [22] Serefoglu, M., Bottin-Rousseau, S., & Akamatsu, S. (2023). Lamella-rod pattern transition and confinement effects during eutectic growth. *Acta Materialia*, 242.
- [23] Serefoglu, M., & Napolitano, R. E. (2008). On the selection of rod-type eutectic morphologies: Geometrical constraint and array orientation. *Acta Materialia*, 56(15), 3862-3873.

- 
- [24] Şerefoğlu, M., & Napolitano, R. E. (2009). Onset of rod eutectic morphology in directional solidification. *International Journal of Cast Metals Research*, 22(1-4), 228-231.
- [25] Şerefoğlu, M., & Napolitano, R. E. (2011). On the role of initial conditions in the selection of eutectic onset mechanisms in directional growth. *Acta Materialia*, 59(3), 1048-1057.
- [26] Sturz, L., Witusiewicz, V. T., Hecht, U., & Rex, S. (2004). Organic alloy systems suitable for the investigation of regular binary and ternary eutectic growth. *Journal of Crystal Growth*, 270, 273-282.
- [27] Witusiewicz, V. T., Hecht, U., Sturz, L., & Rex, S. (2006). Phase Equilibria and eutectic growth in ternary organic system (D) Camphor-Neopentylglycol-Succinonitrile. *Journal of Crystal Growth*, 286, 431-439.
- [28] Witusiewicz, V. T., Sturz, L., Hecht, U., & Rex, S. (2004a). Thermodynamic description and unidirectional solidification of eutectic organic alloys: I. Succinonitrile-(D)camphor System. *Acta Materialia*, 52, 4561-4571.
- [29] Witusiewicz, V. T., Sturz, L., Hecht, U., & Rex, S. (2004b). Thermodynamic description and unidirectional solidification of eutectic organic alloys: II. (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>OH)<sub>2</sub>-(NH<sub>2</sub>)(CH<sub>3</sub>)C(CH<sub>2</sub>OH)<sub>2</sub> system. *Acta Materialia*, 52(17), 5071-5081.
- [30] Witusiewicz, V. T., Sturz, L., Hecht, U., & Rex, S. (2004c). Thermodynamic description and unidirectional solidification of eutectic organic alloys: III. Binary systems neopentylglycol-(D)camphor and amino-methyl-propanediol-(D)camphor. *Acta Materialia*, 52(19), 5519.