

Hacim Yanma Senteziyle Üretilen Bazı Fe<sub>3</sub>Al Metallerarası Bileşik Matrisli  
Kompozit Malzemelerin Gözeneklilik ve Mikrosertlik Özelliklerinin İncelenmesi

Bahri Çakmak

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Aralık 2018

Investigation of Porosity and Microhardness Properties of Some Fe<sub>3</sub>Al Intermetallic Matrix  
Composite Materials Produced by Volume Combustion Synthesis

Bahri akmak

**MASTER OF SCIENCE THESIS**

Department of Metallurgical and Materials Engineering

December 2018

Hacim Yanma Senteziyle Üretilen Bazı Fe<sub>3</sub>Al Metallerarası Bileşik Matrisli  
Kompozit Malzemelerin Gözeneklilik ve Mikrosertlik Özelliklerinin İncelenmesi

Bahri Çakmak

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Lisansüstü Yönetmeliği Uyarınca

Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi Bilim Dalında

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Olarak Hazırlanmıştır.

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Neşe Öztürk Körpe

Aralık 2018

## ONAY

Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans öğrencisi Bahri Çakmak'ın YÜKSEK LİSANS tezi olarak hazırladığı “Hacim Yanma Senteziyle Üretilen Bazı Fe<sub>3</sub>Al Metallerarası Bileşik Matrisli Kompozit Malzemelerin Gözeneklilik ve Mikrosertlik Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek oybirliği ile kabul edilmiştir.

**Danışman** : Dr. Öğr. Üyesi Neşe Öztürk Körpe

**İkinci Danışman:** -

**Yüksek Lisans Tez Savunma Jürisi:**

**Üye:** Dr. Öğr. Üyesi Neşe Öztürk Körpe

**Üye:** Dr. Öğr. Üyesi Nurşen KOÇ

**Üye:** Dr. Öğr. Üyesi Pınar UYAN

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

Prof. Dr. Hürriyet ERŞAHAN  
Enstitü Müdürü

## ETİK BEYAN

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Dr. Öğr. Üyesi Neşe Öztürk Körpe danışmanlığında hazırlamış olduğum “Hacim Yanma Senteziyle Üretilen Bazı Fe<sub>3</sub>Al Metallerarası Bileşik Matrisli Kompozit Malzemelerin Gözeneklilik ve Mikrosertlik Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı YÜKSEK LİSANS tezimin özgün bir çalışma olduğunu; tez çalışmamın tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; tezimde verdiğim bilgileri, verileri akademik ve bilimsel etik ilke ve kurallara uygun olarak hareket ettiğimi; tez çalışmamda yararlandığım eserlerin tümüne atıf yaptığımı ve kaynak gösterdiğimi ve bilgi, belge ve sonuçları bilimsel etik ilke ve kurallara göre sunduğumu beyan ederim. 21/12/2018

Bahri Çakmak

İmza

## ÖZET

Metallerarası alüminid malzemelerin yanma sentezi, son otuz yıl boyunca kapsamlı olarak incelenmiştir. Bu malzemelerin yanma sentezi ile üretiminde en önemli sorunlar; nihai ürünün yetersiz yoğunluğu ve zayıf homojenliği olmuştur. Bunlar, ürünün yoğunlaştırılması için basıncın uygulanmasına ve homojenleştirilmesi için ise yüksek sıcaklıktaki ısı işlemlerine ihtiyaç duyulmasına neden olmuştur.

Bu çalışmada  $Fe_3Al$  esaslı Alümina takviyeli kompozitlerin, hacim yanma sentezi yöntemi ile üretiminde gözenekliliğin azaltılması amaçlanmıştır. Yüksek başlangıç presleme basınçlarının (420 MPa, 630 MPa ve 850 MPa)  $Fe_3Al$ -hac.%5- $Al_2O_3$ ,  $Fe_3Al$ -hac.%-15- $Al_2O_3$  ve  $Fe_3Al$ -hac.%20- $Al_2O_3$  kompozit malzemelerinin özelliklerine etkisinin ve  $Al_2O_3$ -Fe-Al sisteminden işlem sırasında basınç uygulamaksızın yoğunluğun iyileştirilmesi amacıyla elementel toz sıkıştırma tasarımı kullanılarak yanma sentezi prosesi ile  $Fe_3Al$ - $Al_2O_3$  kompozitinin üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu numuneler için uygulanan farklı presleme basınçlarının ve farklı  $Al_2O_3$  miktarlarının(hac.%5-%15-%20) etkileri araştırılmıştır. Üretilen kompozit malzeme numunelerinin Arşimet Prensibi ile yoğunluk ve gözeneklilik değerleri hesaplanmış, vickers mikro sertlik değerleri ölçülmüş ayrıca optik mikroskopta ve taramalı elektron mikroskobunda (SEM) mikroyapı incelemeleri yapılmış, X-ışınları kırınım cihazı (XRD) ile faz analizleri gerçekleştirilmiştir.

Elementel toz karıştırma tasarımı ile sentezlenen numunelerde en az ~ %12 değerinde gözeneklilik elde edilmiştir ve  $Al_2O_3$  dağılımının homojenliği sağlanabilmiştir. Kompozitler de görülen takviye elemanın bağlılık sorunu da giderilmiştir. Ancak işlem sıcaklığı ve süresinin yetersizliğinden dolayı dönüşüm tam olarak sağlanamamış, farklı fazların oluşumuyla da sertlikte istenilen değerlere ulaşılamamıştır. Gözeneklilikte sağlanan iyileşme göz önüne alındığında karıştırma işlemi başarıyla sonuçlanmış olmakla birlikte işlem parametrelerinin ayrıntılı olarak araştırılması gerekmektedir. Mevcut çalışma sonucunda İleri işlem ve tetkikler için optimum karıştırma işlemi belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Yanma sentezi, metallerarası bileşik kompozitler, demir alüminidler, alümina

## SUMMARY

The combustion synthesis of intermetallic aluminide materials has been extensively studied over the last thirty years. The most important problems in the production of these materials by the synthesis of combustion; the final product had insufficient density and poor homogeneity.

In this study, it is aimed to decrease porosity in the production of Fe<sub>3</sub>Al (iron aluminide) based Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) reinforced composites by high temperature volume burning synthesis method. The effect of high initial pressing pressures (420 MPa, 630 MPa and 850 MPa) on the properties of Fe<sub>3</sub>Al-vol.%5-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, a Fe<sub>3</sub>Al-vol.% 15-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Fe<sub>3</sub>Al-vol.%20-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> For the purpose of improving the density, Fe<sub>3</sub>Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite was produced by the combustion synthesis process by using elemental powder compression design (Fe and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to be coated on the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> side of Fe by mixing it in the mill for 4 hours). The effects of different initial pressing pressures and different amounts of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (vol.5% -15% to 20%) were also investigated for these samples. Density values and porosity rates were calculated according to Archimedes Principle of Fe<sub>3</sub>Al-vol.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite samples and Vickers micro hardness values were measured. In addition, microstructure analysis was performed in optical microscope and scanning electron microscope (SEM). Phase analysis was performed with X-ray diffraction device (XRD).

In the samples synthesized by elemental powder mixing design, porosity of at least 12% was obtained and homogeneity of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> distribution was achieved. Thus, the attachment problem of the reinforcing element seen in the composites was also eliminated. However, due to the inadequacy of the process temperature and time, the conversion could not be achieved completely and the desired values were not reached with the formation of different phases. Considering the improvement in porosity, mixing process has been completed successfully, but the synthesis process parameters should be investigated in detail. As a result of the present study, optimum mixing was determined for further processing and tests.

**Keywords:** Combustion synthesis, intermetallic composite composites, iron aluminides, alumina

## TEŞEKKÜR

Yüksek lisans öğrenimim ve tez çalışmam süresince bana her konuda destek olan, bilgi ve birikimlerini benimle paylaşan Danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Neşe Öztürk Körpe'ye teşekkürlerimi sunuyorum.

Yüksek lisansımı, çalışmamı ve tez dönemim boyunca bana imkân tanıyan çalıştığım şirket Lider Holding'e ve Üretim Müdürü Özgür Güleç ve Aytaç Kiremitçioğlu başta olmak üzere tüm çalışma arkadaşlarıma büyük bir teşekkür ederim.

Tezimin düzenlenmesinde, yardımlarını esirgemeyen Bilişim Teknolojileri Öğretmeni Eniştem Mustafa Bulduk' a, her türlü desteklerini esirgemeyen Ablam Lütfiye Bulduk, Annem Nurdane Çakmak ve Babam Aziz Çakmak'a çok teşekkür ederim.



## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
<b>ÖZET</b> .....	vi
<b>SUMMARY</b> .....	vii
<b>TEŞEKKÜR</b> .....	viii
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	ix
<b>ŞEKİLLER DİZİNİ</b> .....	xi
<b>ÇİZELGELER DİZİNİ</b> .....	xiv
<b>SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ</b> .....	xv
<b>1. GİRİŞ VE AMAÇ</b> .....	1
<b>2. METALLER ARASI BİLEŞİK MALZEMELER</b> .....	3
2.1. Giriş.....	3
2.2. Alüminyum esaslı metallerrarası bileşikler .....	7
2.3. Demir alüminidler .....	8
2.3.1. FeAl.....	13
2.3.2. Fe <sub>3</sub> Al .....	15
2.4. Metallerrarası bileşik kompozitler.....	15
<b>3. YANMA SENTEZİ</b> .....	17
3.1. Yanma Sentezi Giriş.....	17
3.2. Reaksiyon parametrelerinin kontrolü .....	19
3.2.1. Adyabatik sıcaklık.....	20
3.2.2. Tutuşma koşulları.....	25
3.3. Yanma sentezi yöntemleri .....	26
3.3.1. Kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS).....	26
3.3.2. Hacim yanma sentezi (VCS).....	29
3.4. Yanma sentezinin avantajları ve dezavantajları .....	31
<b>4. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI</b> .....	33
<b>5. MATERYAL VE YÖNTEM</b> .....	36
5.1. Materyal .....	36
5.2. Yöntem.....	36
5.2.1. Numunelerin hazırlanması .....	37
5.2.2. Presleme .....	39
5.2.3. Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit üretimi .....	40

## İÇİNDEKİLER(devam)

### Sayfa

5.2.4. Metalografik İncelemeler .....	41
5.2.5. X-ışınları difraksiyon analizi.....	41
5.2.6. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve elementel analiz incelemesi (EDS) .....	41
5.2.7. Mikro sertlik ölçümleri .....	42
5.2.8. Yoğunluk ölçümleri .....	43
<b>6. BULGULAR VE TARTIŞMA .....</b>	<b>46</b>
6.1. Kullanılan tozların özelliklerinin incelenmesi .....	46
6.2. DTA analizi.....	48
6.3. Metalografik incelemeler .....	49
6.2.1. Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kısa karıştırma .....	51
6.2.2. FeAl-hac%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> uzun karıştırma .....	55
6.3. Yoğunluk ve gözeneklilik değerleri .....	59
6.4. X-ışınları difraksiyon analizi .....	63
6.4.1. Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kısa karıştırma .....	64
6.4.2. Fe <sub>3</sub> Al-hac.% -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> uzun karıştırma.....	64
6.5. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve elementel analiz incelemeleri (EDS).....	66
6.5.1. Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kısa karıştırma .....	67
6.5.2. Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> uzun karıştırma .....	69
6.6. Sertlik ölçümleri.....	73
6.6.1. Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kısa karıştırma .....	74
6.6.2 Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> uzun karıştırma .....	76
<b>7. SONUÇ VE ÖNERİLER.....</b>	<b>78</b>
7.1. Sonuçlar.....	78
7.2. Yorum .....	80
7.3. Öneriler .....	81
<b>KAYNAKLAR DİZİNİ .....</b>	<b>82</b>

## ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Fe-Al ikili faz diyagramı.....	10
2.2. a) DO <sub>3</sub> sıralı Fe <sub>3</sub> Al ve b) B2 sıralı FeAl'in birim hücreleri.....	11
3.1. Yanma Sentezi Şematik Gösterimi.....	17
3.2 Yanma İşleminin İdealleşen makroskobik parametreleri.....	22
3.3. Sıcaklık diyagramına karşı Entalpi-.Reaktanlar ve adyabatik SHS reaksiyonu ürünleri arasındaki ilişki.....	24
3.4 SHS süreç fotoğrafı .....	29
3.5 Hacim yanma sentezinin genel gösterimi.....	30
4.1. 1250°C 'de sıcak preslenmiş numune için (a) intergranüler ve (b) intragranüler Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> gösteren matris de TEM mikrografı ((a) 'da eklenmiş olan beyaz tanenin EDS modeli ve (b) oklar Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> taneleri).....	33
4.2. Fe <sub>3</sub> Al-ağ.%20-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozitlerinin kırılma yüzeyleri sırasıyla 25°C ve 400°C'de. (a) 25°C 2000 ×; (c) 400°C 1000 ×;.....	34
4.3. a)Yeni yöntemle b) geleneksel yöntemle elde edilen toz karışımından elde edilen toz karışımının briket halindeki halindeki enine kesit SEM görüntüsü.....	35
5.1 Deneyde uygulanan proses aşamaları.....	37
5.2 Vakum Odası(Glowbox) .....	37
5.3 Çelik karıştırıcılar.....	38
5.4 Deneyde kullanılan değirmen.....	38
5.5 Hidrolik el presi.....	39
5.6 Çelik presleme kalıbı.....	39
5.7 Deneyde kullanılan varyak.....	40
5.8 a) Yanma sentezi düzeneği b) Numunenin sentezlenme aşaması .....	40
5.9 Optik Mikroskop .....	41
5.10 Taramalı elektron mikroskobu .....	42
5.11 Vickers sertlik ölçme cihazı .....	43
5.12 Yoğunluk ölçüm cihazı .....	44
6.1. Alüminyum tozunun a) SEM mikro yapısı ve b) EDS analizi .....	47
6.2. Demir tozunun a) SEM mikro yapısı ve b) EDS analizi .....	47
6.3. Alümina tozunun SEM mikro yapısı.....	48
6.4. 630 MPa presleme basıncında preslenen ve hacim yanma sentezi ile üretilen Fe <sub>3</sub> Al numunesinin DTA analizi.....	49
6.5. Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 30 dakika kısa karıştırma .....	50
6.6. Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 4 saat uzun karıştırma .....	51

## ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
6.7. 420 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen Fe <sub>3</sub> Al-hac.5%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> Al-hac.15%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe <sub>3</sub> Al-hac.20%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a) Fe <sub>3</sub> Al-hac.5%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> b) Fe <sub>3</sub> Al-hac.15%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> c) Fe <sub>3</sub> Al-hac.20%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	52
6.8. 630 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen Fe <sub>3</sub> Al-hac.5%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> Al-hac.15%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe <sub>3</sub> Al-hac.20%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a) Fe <sub>3</sub> Al-hac.%5-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> b) Fe <sub>3</sub> Al-hac.15%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> c) Fe <sub>3</sub> Al-hac.20%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	53
6.9 850 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen Fe <sub>3</sub> Al-hac.5%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> Al-hac.15%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe <sub>3</sub> Al-hac.20%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a) Fe <sub>3</sub> Al-hac.5%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> b) Fe <sub>3</sub> Al-hac.15%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> c) Fe <sub>3</sub> Al-hac.20%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	54
6.10 420 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen Fe <sub>3</sub> Al-hac.5%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> Al-hac.15%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe <sub>3</sub> Al-hac.20%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a) Fe <sub>3</sub> Al-hac.5%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> b) Fe <sub>3</sub> Al-hac.15%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> c) Fe <sub>3</sub> Al-hac.20%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	56
6.11. 630 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen Fe <sub>3</sub> Al-hac.5% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> Al-hac.15% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe <sub>3</sub> Al-hac.20% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a) Fe <sub>3</sub> Al-hac.5% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> b) Fe <sub>3</sub> Al-hac.15% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> c) Fe <sub>3</sub> Al-hac.20% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	57
6.12. 850 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen Fe <sub>3</sub> Al-hac.5%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> Al-hac.15%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe <sub>3</sub> Al-hac.20%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a) Fe <sub>3</sub> Al-hac.5% -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> b) Fe <sub>3</sub> Al-hac.15%- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> c) Fe <sub>3</sub> Al-hac.20%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	58
6.13. Sentezlenen kompozit numunelerin teorik yoğunlukları Yoğunluk(%)-Presleme basıncı diyagramı.....	61
6.14. Sentezlenen kompozit numunelerinin Göreceli Yoğunluk(%)- Presleme basıncı diyagramı.....	62
6.15. Kompozit numunelerin gözeneklilik grafiği .....	63
6.16. 630 MPa presleme basıncında, hacim yanma sentezi sisteminde üretilen Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit numunesinin XRD paternleri.....	64
6.17. 630 MPa presleme basıncında, hacim yanma sentezi sisteminde üretilen Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit numunesinin XRD paternleri.....	65
6.18. 850 MPa presleme basıncında, hacim yanma sentezi sisteminde üretilen Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit numunesinin XRD paternleri.....	66
6.19. 850 MPa presleme basıncında, 30 dakikalık toz karışım işlemine tabi tutulan hacim yanma senteziyle üretilen Fe <sub>3</sub> Al-hac .%5-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit numunesinin a) SEM mikroyapı görüntüleri ve b) EDS analiz değerler.....	68
6.20. 630 MPa presleme basınca, hacim yanma senteziyle üretilen Fe <sub>3</sub> Al-hac.%5-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri .....	69

**ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)**

<b><u>Sekil</u></b>	<b><u>Sayfa</u></b>
6.21. 630 MPa presleme basınca, hacim yanma senteziyle üretilen Fe <sub>3</sub> Al-hac.%15-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri .....	70
6.22. 630 MPa presleme basınca, hacim yanma senteziyle üretilen Fe <sub>3</sub> Al-hac.%15-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit numunesinin farklı bölgesinden SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri .....	71
6.23. 630 MPa presleme basıncında, hacim yanma senteziyle üretilen Fe <sub>3</sub> Al-hac.%20-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri .....	72
6.24. 630 MPa presleme basıncında, hacim yanma senteziyle üretilen Fe <sub>3</sub> Al-hac.%20-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit numunesinin ayrıntılı SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri .....	73
6.25. Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 30 dakika kısa karıştırma işlemiyle üretilmiş kompozit numunelerin sertlik değerleri.....	75
6.26. Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 4 saat uzun karıştırma işlemiyle üretilmiş kompozit numunelerin sertlik değerler.....	77

## ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Cizelge</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Metallerarası bileşik malzemelerin seramik ve metal malzemelerle karşılaştırılması.....	3
2.2. Metallerarası Bileşiklerin geçmişten günümüze kullanım alanları.....	6
2.3. Alüminyumun ağırlık yüzdeleri ve FeAl metallerarası bileşiklerlerinin oluşum ısısı .....	10
3.1. SHS prosesinin tipik özellikleri .....	28
6.1. Kısa karıştırma Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit numuneleri ölçülen boy, çap, ağırlık ve hesaplanan yoğunluk değerleri.....	60
6.2. Uzun karıştırma Fe <sub>3</sub> Al-hac.%-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit numuneleri ölçülen boy, çap, ağırlık ve hesaplanan yoğunluk değerleri.....	61
7.1. Karşılaştırmalı sonuçlar.....	79

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<b><u>Kısaltmalar</u></b>	<b><u>Açıklama</u></b>
$C_p(R_i)$	Isı kapasitesi
CS	Yanma sentezi
$d_s$	Suyun yoğunluğu
$W_k$	Numune kuru ağırlık
$W_A$	Numune sıvı ağırlık
$W_s$	Numune su emdikten sonraki ağırlık
EDS	Elementel analiz incelemesi
$d_{komp}$	Kompozit yoğunluğu
HMK	Hacim merkezli kübik
$k_p$	Parabolik hız sabiti
$L(R_i)$	Gerekli faz dönüşümü sıcaklığı
$p$	Bulk yoğunluğu
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
$T_0$	Başlangıç sıcaklığı
$T_{ad}$	Adyabatik sıcaklık
$T_c$	Gerçek yanma sıcaklığı
TEM	Geçirimli elektron mikroskobu
$T_{ig}$	Tutuşma sıcaklığı
VCS	Hacim yanma sentezi
XRD	X-ışınları kırınım cihazı
LRO	Uzun menzilli bir düzen
N	Newton

## 1. GİRİŞ VE AMAÇ

Bu çalışmanın konusu Hacim Yanma Senteziyle Üretilen Bazı  $Fe_3Al$  Metallerarası Bileşik Matrisli Kompozit Malzemelerin Gözeneklilik ve Mikrosertlik Özelliklerinin İncelenmesidir.

Yapısal ve fonksiyonel uygulamalar için en yaygın olarak incelenen metallerarası bileşiklerin bir türü olarak  $Fe_3Al$  esaslı alaşımlar; Düşük yoğunlukları, nispeten düşük maliyetleri, iyi aşınma direncine sahip olmaları ve yüksek sıcaklıkta oksitleyici ve sülfürleyici atmosferlerde mükemmel korozyon direncine sahip olması, potansiyel uygulamaları için araştırmacıların dikkatini çekmektedirler. Ayrıca zayıf kırılma tokluğu ve oda sıcaklığında gösterdikleri düşük sertlik, tribolojik bileşenler için mühendislik malzemeleri olarak kullanılmasını önleyen başlıca engellerdir. (Tapsuan ve Niyomwas, 2012; Bai vd., 2012)

TiC,  $Fe_3AlC_{0,5}$ ,  $TiB_2$ ,  $Al_2O_3$  gibi sert fazlı parçacıkların eklenmesiyle,  $Fe_3Al$  esaslı alaşımların sertliği önemli ölçüde iyileştirilmiştir ve aşınma direnci de geliştirilmiştir. Partikül takviyeli  $Fe_3Al$  matris kompozitlerinin yüksek aşınma direnci, metal matrisi aşınmaya karşı koruyan seramik parçacığa dayandırılmaktadır. Metal matrisli bir kompozit oluşturmak için seramik esaslı metallerarası bileşiklerde dâhil olmak üzere metallerin güçlendirilmesinin yüksek sıcaklık mukavemetlerini geliştirebileceği iyi bilinmektedir. Alümina seramikleri hem elektronik hem de yapısal uygulamalar için çok dikkat çekmiştir. Bununla birlikte, düşük kırılma tokluğu, üstesinden gelinmesi gereken bir engeldir.  $Fe_3Al$  ve  $Al_2O_3$  arasında iyi bir fiziksel ve kimyasal uyumluluk vardır ve birçok araştırmacı  $Al_2O_3$  parçacıkları ekleyerek  $Fe_3Al$  esaslı alaşımları hazırlamıştır. (Tapsuan ve Niyomwas, 2012; Bai vd., 2012)

Zadra vd., (2007) ve Minamino vd., (2004) göre mekanik alaşım kullanımının sinterleme aşaması sırasında çökelti oluşturabilecek yüksek reaktif bir toz sağlamasında ve plazmalı aktif sinterlemenin düşük sinterleme sıcaklığı ve kısa sinterleme süresine sahip



olduğu bu da mikroyapının ve oda sıcaklığında iyi mekanik özelliklerin muhafaza edilmesine yardımcı olduğunu bildirmişlerdir. Bununla birlikte,  $Al_2O_3$  yüksek saflığa, mükemmel sinterleme özelliğine ve yüksek aktiviteye sahiptir ve  $Al_2O_3$  parçacıkları matriste homojen olarak dağılmıştır. Kompozit tokluğunu nispeten azaltmadan dayanıklılığı ve sertliği geliştirebilir. Ayrıca, sürtünme ve aşınma performansı, mekanik özelliklerin geliştirilmesi temelinde geliştirilebilir. (Zandra vd., 2007; Minamino vd., 2004)

Son yıllarda, alümina-metal kompozitleri reaktif öğütme, reaktif metal infiltrasyon, yönlendirilmiş metal oksidasyonu, reaktif sinterleme, termomekanik toz sağlamlaştırma işlemleri, termit reaksiyon sentezi, gibi birçok teknikle sentezlenmiştir. Bu teknikler arasında, termit reaksiyon yöntemi, gelişmiş malzemeler üretmek için katı hal reaksiyonunun egzotermikliğini kullanan çekici bir tekniktir. Göreceli olarak basit ekipmanın, düşük enerjinin ve ara faz oluşturma olasılığının birçok avantajını göstermektedir. (Tapsuan ve Niyomwas, 2012)

Bu çalışmada,  $Fe_3Al$  malzemesi için uygun stokiometrik hesaplamalar (at.%28Al) yapılarak hazırlanan Fe tozuna hac.%5- $Al_2O_3$ , %15- $Al_2O_3$  ve %20- $Al_2O_3$  ilaveleri yapılarak 450 rpm'de 1 saat ve 250 rpm'de 4 saatlik uzun işlem ve 250 rpm'de 30 dakikalık kısa işlemlere tabi tutulmuştur. Karıştırılan toz karışımlarına belirlenen sitokiometrik oranlarda Al tozu katılarak farklı presleme basınçlarında (420, 630, 850 Mpa) preslenmişlerdir. Presleme işleminin ardından hazırlanmış olan yanma sentezi düzeneğinde numuneler sentezlenmiştir. Elde edilen numunelerin Arşimet Prensibi' ne göre yoğunluk değerleri ve gözeneklilik oranları hesaplanmış, Vickers mikro sertlik değerleri belirlenmiştir. Ayrıca numunelerin optik mikroskopta ve taramalı elektron mikroskobunda (SEM) mikroyapı incelemeleri yapılmış, X-ışınları kırınım cihazı (XRD) ile faz analizleri gerçekleştirilmiştir. Farklı sürelerde toz karışım hazırlamanın, farklı presleme basınçlarının ve hacimce farklı olanlarda  $Al_2O_3$  ilavesinin  $Fe_3Al$  metallere malzemeleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır.

## 2. METALLER ARASI BİLEŞİK MALZEMELER

### 2.1. Giriş

Malzeme bilimindeki zorluklardan birisi, farklı performans durumlarına karşı iyi direnç sağlayabilecek çok yönlü malzemeleri bulmaktır. İyi mekanik özelliklere, korozyona, oksitlenmeye ve aşınma direncine sahip birleşime ulaşmak genellikle zordur. Günümüzde metallerası bileşikler bahsedilen gereklilikler için iyi bir seçenek olarak araştırılmaktadır. Metallerası bileşikler, katı bileşikler halinde bulunan iki veya daha fazla metal veya metal ve metal olmayan atomlardan oluşan benzersiz bir malzeme grubudur. (Jozwik vd., 2015; Wesbrook, 1993)

Geleneksel metaller ve alaşımlar ile karşılaştırıldığında, metallerası bileşikler birkaç özel özellik göstermektedirler. Metallerası bileşiklerin seramik ve metal malzemelerle karşılaştırması Çizelge 2.1.'de verilmiştir. (Jozwik vd., 2015; Wesbrook, 1993)

Çizelge 2.1. Metallerası bileşik malzemelerin seramikler ve metallerle karşılaştırılması (Paidar, 1997)

<b>Metaller</b>	<b>Metallerası Bileşikler</b>	<b>Seramikler</b>
Yoğunluk yüksek	Yoğunluk orta	Yoğunluk düşük
İyi Süneklik (oda sıcaklığında)	Düşük Süneklik (oda sıcaklığında)	Süneklik yok (oda sıcaklığında)
Yüksek çekme ve basma mukavemeti (oda sıcaklığında)	Değişken çekme mukavemeti, yüksek basma mukavemeti (oda sıcaklığında)	Değişen çekme mukavemeti, yüksek basma mukavemeti (oda sıcaklığında)
Oldukça düşük mukavemet (yüksek sıcaklıklarda)	Yüksek mukavemet (yüksek sıcaklıklarda)	Çok yüksek mukavemet (yüksek sıcaklıklarda)
Vasat / düşük oksidasyon direnci (yüksek sıcaklık)	Oldukça yüksek oksidasyon Direnci (yüksek sıcaklık)	Yüksek oksidasyon direnci (yüksek sıcaklık)
Yüksek elektriksel iletkenlik	Genel olarak yüksek elektriksel iletkenlik	Çok yüksek elektriksel iletkenlik
Elastik modül (orta)	Elastik modül (yüksek)	Elastik modül (yüksek)
Kırılma tokluğu yüksek (oda sıcaklığında)	Kırılma tokluğu düşük (oda sıcaklığında)	Kırılma tokluğu düşük (oda sıcaklığında)

Yüksek ergime noktaları, yüksek mukavemet, düşük süneklik gibi benzersiz özelliklerinden dolayı metallerarası bileşikler cazip malzemeler olarak kabul edilmektedirler. Bu bakımdan seramik malzemelere benzemektedirler. Seramiklerin aksine metallerarası bileşikler metalik bir parlaklığa sahip olup, ısı ve elektrik iletimleri daha iyidir. Geleneksel malzemeler, metal bir kafesteki iki veya daha fazla metalik veya metalik olmayan elementin katı çözeltilerinden oluşurken, metallerarası bileşiklerde, güçlü iyonik ve kovalent bağlar kristalin bir kafeste bulunur. Dahası, atomlar daima kritik bir sıcaklığa kadar sabit olan uzun menzilli bir düzen (LRO) ile karakterize edilen, sıralı bir süper-kafes olarak adlandırılan kristalin bir kafes şeklinde sıkı konumlarını alırlar. ( Jozwik vd., 2015; Wesbrook, 1993)

Metallerarası bileşik malzemeler, metalürjinin başlangıcından bu yana kullanılan malzemelerdir. Bu malzemelerin, geçmişi M.Ö 2500 yıllarına kadar dayanmaktadır. Metallerarası bileşikler, yüksek aşınma direnci dahası yüksek sertlik gibi üstün mekanik özelliklere bağlı uygulamalarla beraber dekoratif uygulamalar için de kullanılmıştır. Örneğin, metalik parlaklıklarından dolayı Antik Mısır'da bronz kaplamaların yapıldığı bilinmektedir. Metallerarası bileşikler, fiziksel metalürjinin araştırmalarının ilerlemesiyle son yüzyılda bilimsel araştırma konusu olmuş ve ilk olarak Almanya'da 1939'lu yıllarda Karsten tarafından çalışmalar başlatılmıştır. Ancak mekanik davranışlar ve içyapısı açısından detaylı olarak 1960'lı yıllardan itibaren araştırılmaya başlanılmıştır. Metallerarası bileşik malzemelerin geçmişten günümüze bazı kullanım alanları Çizelge 2.2'de verilmiştir. (Liu vd., 1988)

Metallerarası bileşikler, sabit veya dar kimyasal bileşim aralığına sahip belirli bir kimyasal formüle sahiptirler. Geleneksel alaşımlar nispeten zayıf metalik bağlarla bağlantılı atomlar tarafından tanımlanırken, metallerarası bileşiklerin kısmen iyonik / kovalent bağları vardır veya tamamen metalik bağlara sahip olan atomlar kristal kafes içinde konumlanırlar. Bu tür atom düzenleri yüzünden metallerarası bileşikler düzensiz alaşımlara kıyasla çok daha düşük difüzyon katsayısına sahip olma eğilimindedir ve bu nedenle yapılarını yüksek sıcaklıklarda koruyabilirler. Bazı metallerarası bileşikler bu yapıyı ergime noktasına kadar bile tutabilirler; bu da, yüksek sıcaklıklarda güçlü kararlılığa sahip olmalarının başlıca nedenidir. (Adeva, 1999)

Çok sayıda metallerrarası bileşik faz kabul edildiğinden ve incelendiğinden, metalürji ve performans özellikleri alanındaki en ileri çalışmalar, Ni-Al, Fe-Al ve Ti-Al ikili sistemlerindeki metallerrarası bileşik fazlar için fazlar için gerçekleştirilmiştir. Çalışmalar genellikle  $Fe_3Al$ ,  $NiAl$ ,  $Ni_3Al$ ,  $FeAl$ ,  $Fe_3Al$ ,  $TiAl$ ,  $Ti_3Al$  ve  $TiAl_3$  alaşımları üzerine odaklanmıştır. ( Jozwik vd., 2015)

$Fe_3Al$  ve  $FeAl$  metallerrarası bileşikler yüksek ergime sıcaklığı, yüksek sertlik, düşük yoğunluk ve iyi oksitlenme direnci gibi eşsiz mekanik ve fiziksel özellikler sergilerler. Ayrıca bu metallerrarası bileşiklerin akma direnci,  $600^{\circ}C$ 'ye kadar sıcaklık arttıkça artmaktadır. Bu özellik birleşimleri  $Fe_3Al$  ve  $FeAl$  metaller arası bileşiklerini potansiyel olarak, gaz-metal filtreleri, ısıtma elemanları, ısı işlem aparatları, yüksek sıcaklık kalıpları, kaplamalar ve kesici aletler olmak üzere, pek çok yapısal uygulama için faydalı kılar. Döküm, toz metalürjisi ve kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS) ve mekanik alaşımlama (MA) gibi çok çeşitli metallerrarası bileşiklerin sentezi için kullanılmaya başlanmıştır. (Enayati ve Salehi, 2005)

Çizelge 2.2. Metallerarası Bileşiklerin geçmişten günümüze kullanım yerleri (Metals Handbook, 1990)

Yaklaşık Zaman	Malzeme / Üretim Prosesi	Faz	Uygulamalar
M.Ö 2500	Sementasyon	$Cu_3As$	Bronz Kaplama Aletler (Mısır, Anadolu )
M. Ö 100	Sarı Pirinç	$CuZn$	Madeni Para, Dekoratif Parçalar (Roma )
0	Bronz	$Cu_{31}Sn_8$	Ayna (Çin)
600	Amalgam	$Ag_2Hg_3+Sn_6Hg$	Diş Sağlığı (Çin)
1500	Amalgam	$Cu_4Hg_3$	Diş Sağlığı (Almanya)
1505	Amalgam	$Sn_8Hg$	Ayna Yüzeyi (Venedik)
1540	Metal	$SbSn$	Basma Kalıbı
1910	Acutal	$(CuMn)_3Al$	Meyve Bıçağı (Almanya)
1921	Permalloy	$Ni_3Fe$	Yüksek Geçirgenli Manyetik Alaşımlar
1926	Permandur	$FeCo(-2V)$	Yumuşak Manyetik Alaşımlar
1931	Alnico	$NiAlFe-Co$	Kalıcı Mıknatıs Malzeme
1935	Sendust	$Fe_3(SiAl)$	Manyetik Malzeme
1938	Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni	$CuZn-Al,$ $(CuNi)_3Al$	Hafıza Şekilli Alaşımları
1950	Alüminid Kaplama	$NiAl, CoAl$	Ortamdan Koruma İçin Yüzey Kaplaması
1956	Kanthal, Mosilit	$MoSi_2$	Elektriksel Isıtıcı Elementler
1961	$Al_5$ Bileşiği	$Nb_3Sn$	Süper İletkenler
1962	Nitinol	$NiTi$	Hafıza Şekilli Alaşımları
1967	Co-Sm mıknatısları	$Co_5Sm$	Kalıcı Mıknatıslar

## 2.2. Alüminyum esaslı metallerrarası bileşikler

Yüksek sıcaklıkta kullanılmak üzere seçilen malzemelerin yüksek oksitlenme, sürünme direnci ve düşük yoğunluk gibi özelliklere sahip olması beklenmektedir. Alüminidler bütün bu özelliklerin mükemmel bir birleşimine sahiptir. Alüminidler, en çok kullanılan metallerrarası bileşiklerden biridir. Alüminidler mükemmel yüksek sıcaklık özelliklerinden dolayı havacılık ve otomotiv endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadırlar. (Chawla vd., 2009)

Saf alüminyum, 90 ila 140 N/mm<sup>2</sup> arasında zayıf bir gerilme mukavemetine sahiptir. Alüminyum alaşımları, yüksek özgül mukavemeti (mukavemet / yoğunluk) nedeniyle mekanik parçaların yapımında yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Alüminyum alaşımlarının temel kullanımı, havacılık endüstrilerinde ve otomotiv endüstrilerinde olduğu gibi hafif malzemeler gerektiren uygulamalar şeklindedir. (Varadaraj vd., 2015)

Alüminyumun ikinci önemli özelliği, korozyona karşı direncidir. Alüminyum, temel malzemenin korozyonunu önleyen güçlü bir koruyucu oksit tabakasına sahiptir. Bu nedenle daha iyi alüminyum özellikleri elde etmek için alaşımlama, ısıl işlemler ve diğer işlemler üzerine çalışmalar yapılmaktadır. Öte yandan, alüminyumun düşük bir ergime sıcaklığı uygulama sıcaklığına sınırlama getiren bir dezavantajdır. (Varadaraj vd., 2015)

Alüminyumun yüksek aktivitesine dayanan metallerrarası bileşik fazlar, düşük yoğunluk, yüksek ergime noktası, yüksek ısıl iletkenlik, mükemmel oksitlenme, sıcak korozyon direnci ve iyi mekanik özellikler gibi çok çekici özelliklere sahiptir. (Varadaraj vd., 2015)

Metallerrarası bileşikler, geleneksel Fe ve Ni esaslı alaşımlara kıyasla yüksek sıcaklık oksitlenmesi direnci ve düşük yoğunluğa sahip olması nedeniyle, buhar jeneratörleri ve kömür yakıtlı gaz türbini gibi aşındırıcı ortamlarda malzemelerin mükemmel davranışını gerektiren sistemlerde potansiyel kullanım potansiyeline sahiptir. Ancak gevrek malzeme olduklarından dolayı uygulamalar için şekillendirilmeleri oldukça zordur. Yüksek sıcaklık uygulamaları için oldukça cezbedici olan Fe, Ti ve Ni alüminidler üzerinde yapılan araştırmalarda, alaşımlama ve üretim uygulamaları kontrol altında

tutularak kristal yapılarıyla birlikte mikro yapısal oluşumları, tane yapıları ve bileşimleri incelenerek gevreklik problemleri giderilmeye çalışılmaktadır. Yeterli miktarda Al içeren bileşiklerde oksitleyici ortamda yüzeyde, sıkı ve koruyucu alümina tabakası ( $Al_2O_3$ ) oluşmaktadır. Bu malzemeler düşük yoğunluk, yüksek ergime noktası, yüksek mukavemet ve iyi korozyon direncine sahiptir. Alüminidlerin çoğu belirtilen kompozisyon aralığının üzerinde oluşmakta ve stokiyoimetriden sapma artarken düzen oranı da düşmektedir. İlave edilen elementler yapıda herhangi bir düzensizlik oluşturmadan yerleşirler. (Varadaraj vd., 2015)

Genel olarak alüminyum esaslı metallerearası bileşik kaplamalar, nikel, demir ve titanyum esaslı alaşımın oksitlenme, karbürlenme ve korozyon direncinin iyileştirilmesi için kullanılır. Demir, nikel ve titanyum metallerearası bileşikler fazlar ile alüminyum formlar, benzersiz fizikokimyasal ve mekanik özellikler ile karakterize olurlar.  $TiAl$ ,  $NiAl$ ,  $FeAl$  ve  $Fe_3Al$  gibi alüminyum esaslı metallerearası bileşikler yüksek ergime noktalarına, artırılmış oksitlenme direncilerine nispeten düşük yoğunluk gibi benzersiz özelliklere sahiptirler. (Zamanzade vd., 2016)

Alümina, iyi sertlik, kimyasal kararlılık, refrakter karakter ve düşük yoğunluk gibi cazip özelliklere sahiptir. Bununla birlikte, temel dislokasyon hareketliliği ve yetersiz kayma sistemleri için düşük sıcaklıkta kırılmandır. Malzeme tasarım açısından bakıldığında yüksek mukavemet ve çok işlevli özellikleri nedeniyle, metal veya alaşım dispersiyonu ile seramik matris kompozit geliştirmek için iyi bir yöntemdir. (Liu vd., 2013)

### **2.3. Demir alüminidler**

Demir alüminidler, mükemmel oksitlenme direncinin ilk fark edildiği 1930'lardan beri en çok çalışılan metallerearası bileşikler arasındadır. Düşük üretim maliyeti, düşük yoğunluk, yüksek mukavemet-ağırlık oranları, iyi aşınma direnci, imalat kolaylığı ve yüksek sıcaklıkta oksitlenme ve sülfürlenmeye karşı direnç, bunları en genel kullanım alanına sahip paslanmaz çeliklere endüstriyel bir alternatif olarak çok çekici hale getirir. Ayrıca demir alüminidler nikel ve molibden gibi pahalı elementlerin korunmasına olanak tanımaktadırlar. Bu avantajlar, rüzgâr türbinleri ve kamyonlar için fren diskleri, rafinerilerde ve fosil enerji santrallerinde filtrasyon sistemleri, sıcak haddelenmiş çelik

şeritler için transfer silindirleri ve yüksek kükürtlü kömür yakmak için etilen krakerler ve hava deflektörleri gibi birçok uygulamanın değerlendirilmesine yol açmıştır. (Zamanzade vd., 2016)

Endüstride demir alüminidlerin geniş bir uygulaması, (i) alaşım bileşiminin etkisi (ii) mikroyapı; ve (iii) termo-mekanik özellikler üzerindeki kusurların sayısının (tipinin) temel özelliklerine bağlıdır. Buna ek olarak, farklı ortamlarda hidrojen gevrekleşmesi, anodik veya katodik çözünme, bölgesel korozyon ve oksitlenme özelliklerine sahip olduğu bilinmelidir. Son zamanlarda, mikro ve nano ölçekli numunelerin üretim tekniklerine ek olarak yeni mikro ve nano-mekanik test yöntemlerinin geliştirilmesindeki bazı ilerlemeler, bilim adamlarının alaşım elementlerinin, çevresel öğelerin ve kristal yapısının etkilerini daha net bir şekilde çözmelerini sağlamıştır. (Zamanzade vd., 2016)

Demir ve alüminyum yerkabuğunun başlıca bileşenlerinden ikisidir. Tahmin edilen demir cevheri ve boksit rezervleri sırasıyla 180 milyar ve 28 milyar tondur. Bu iki ana metal aynı zamanda iki büyük sanayi dalını tanımlamaktadır; bu dallar bu cevherlerin metalik ürünlere kapsamlı olarak işlenmesini sağlar. Alüminyum dökme demirleri ve metaller- arası bileşimlerin (demir alüminidler) ve çeşitli kompozitlerin imalatında kullanılan alaşım elementlerinden biridir. Demir alüminidler yüksek sıcaklıklarda ve kimyasal olarak aktif ortamlarda çalışmaya uygundur. (Feijó vd., 2013)

Metallerarası bileşikler arasında demir alüminidlerin yapısal bir mühendislik malzemesi olarak kullanımı, kırılganlık, düşük gerilimli süneklik ve sınırlı üretilebilirlik nedeniyle sınırlanmıştır. (Baker vd., 1997)

FeAl metallerarası bileşikleri, bazı uygulamalarda yüksek sıcaklık ya da paslanmaz çeliklerin ve süper alaşımların yerini almanın mümkün olup olmadığını kanıtlamak için yoğun bir şekilde incelenmiştir. Hava veya oksijen ortamlarına maruz bırakıldıklarında yüzey üzerinde sürekli ve yapışkan bir alümina tabakası oluşturmak için yeterince yüksek alüminyum bileşimlerine sahiptirler. Fe-Al metallerarası bileşiklerinin oluşum ısısı ve alüminyum yüzdeleri Çizelge 2.3'de verilmiştir. En çok çalışılan bileşimler, % 20 ve % 40 Al içerenlerdir. Bunlar,  $Fe_3Al$  ve  $FeAl$  kimyasal formüllerine ilişkindir. Aslında, faz

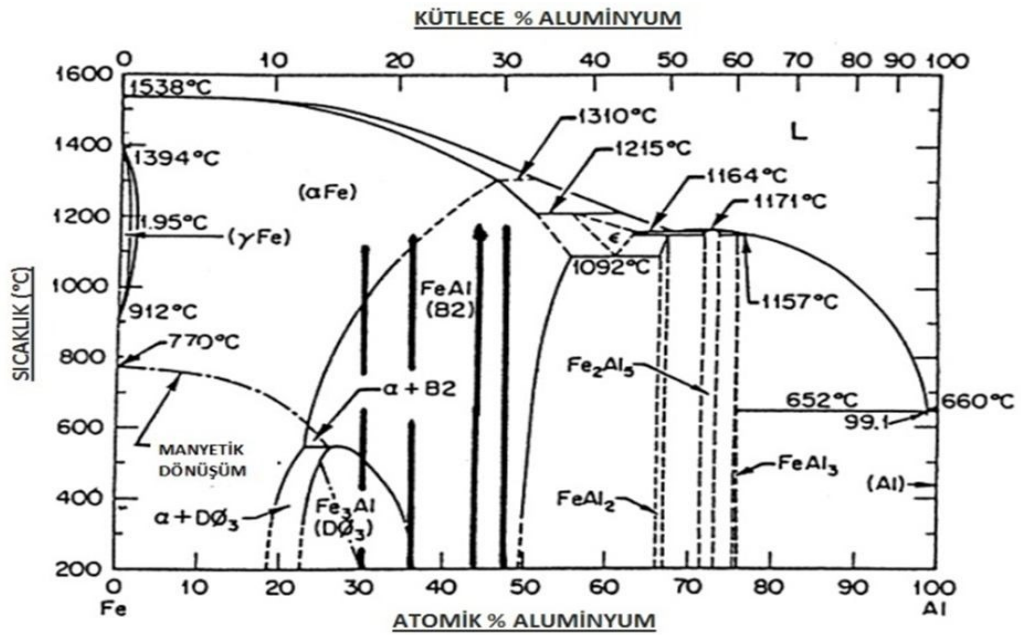


diyagramından çıkartılabileceği gibi FeAl (tek faz) bileşimde % 36 ila % 50 Al içerir. (Nuria vd., 2013)

Çizelge 2.3. Alüminyumun ağırlık yüzdeleri ve Fe-Al metallerasası bileşiklerinin oluşum ısıları (Nuria vd., 2013)

Metallerarası Bileşik	Al'ın ağırlık yüzdesi (ağ%)	Oluşum ısısı, $\Delta H_{298}$ (kcal / mol)
Fe <sub>3</sub> Al	13,87	-16,0
FeAl	32,57	-12,0
FeAl <sub>2</sub>	49,1	-18,1
Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub>	54,70	-34,3

Fe-Al ikili faz diyagramını dikkatlice irdelendiğinde, Fe<sub>3</sub>Al, FeAl, FeAl<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> ve FeAl<sub>3</sub> gibi metallerasası bileşiklerin mevcut olduğu görülür. Şekil 2.1.'de Fe-Al ikili faz diyagramı verilmiştir Bu metallerasası bileşiklerden, Fe-Al faz diyagramının demirce zengin kısmında bulunan, B2 yapısı ile FeAl ve DO<sub>3</sub> yapısı ile Fe<sub>3</sub>Al, Fe-Al sisteminin en kararlı yapıları olup; fiziksel, ısıl, elektrik ve mekanik yönden çekici özelliklere sahiptir. (Metals Park,)



Şekil 2.1. Fe-Al ikili faz diyagramı ( Massalski, 1986)

Fe-Al alaşımları % 25-50 oranlarındaki Al bileşiminde hacim merkezli kübik kristal yapıya sahiptir. Fe<sub>3</sub>Al 540°C'ye kadar olan sıcaklıklarda düzenli DO<sub>3</sub> yapısında, 540-760°C arasındaki B2 kafes yapısına sahiptir. Şekil 2.2'de DO<sub>3</sub> sıralı Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve B2 sıralı FeAl'in birim hücreleri verilmiştir. (Devi ve Sika, 1996)



püskürtme, kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS) ve lazer katkı üretimi (LAM) gibi alternatif yöntemlerle kaplama yapılması için girişimlerde bulunulmuştur. Bununla birlikte, bu yöntemlerin etkinliğini azaltan, kaplama ve taban tabakasının sıcaklık genişleme katsayılarındaki farklılığa bağlı olarak gözeneklilik ve yüksek bağlantı mukavemeti gibi bir takım negatif etkenler de bulunmaktadır. (Shishkovsky vd., 2013)

Demir alüminidlerin ekzotermik bir reaksiyondan oluştuğu bilinmektedir. Bu bağlamda kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS) demir alüminid tozu elde etmede umut verici ve düşük maliyetli bir yöntem olarak düşünülebilir. Bu yöntem reaktifler arasındaki egzotermal reaksiyonun enerjisini kullanarak çeşitli refrakterler, bileşikler, metallerearası bileşikler ve bunlara dayanan bileşimler elde etmek için kullanılabilir. Kısa süreli kimyasal ve fiziksel süreçlerle karakterize edilen olağandışı sentez koşulları nedeniyle, yüksek oranda dâhili kendiliğinden ısıtma ve işlem sırasında keskin sıcaklık eğimiyle, malzemenin denge dışı yapısının oluşması mümkündür. Buna ek olarak, katkı maddeleri ile ilgili olarak, işlem sırasından oluşan yüksek sıcaklık, yüksek saflıkta malzemelerin sentezini sağlamaktadır. Bununla birlikte, demir alüminidlerin oluşumunda yetersiz yüksek ekzotermal etkiler, SHS sürecinin klasik versiyonunda Fe-Al sisteminde sentezlenmiş ürünlerin istenilen yapı ve faz bileşimlerini elde etme imkânlarını kısıtlar. Bu problemler, mekanik olarak aktive edilmiş SHS ile çözülebilir. İşlem sırasında, reaksiyona giren kütlelerin bileşenleri karışımı, kısa süre yüksek enerjili bir değirmen içinde işlenir ve sonra SHS için bir reaksiyon karışımı olarak kullanılır. Mekanik aktivasyon aşaması bazı zayıf ekzotermal sistemlerin yanmasını başlatmak ve ayrıca SHS'nin temel parametrelerini değiştirmek için gereklidir. (Letsko vd., 2009)

Alaşım geliştirme ve işleme alanındaki ilerlemeler, bu malzemelerin sünekliğini ve yüksek sıcaklık mukavemetini iyileştirmiştir ancak yapısal olarak kullanılmadan önce daha fazla özellik geliştirmeleri gerekmektedir. Demir alüminid alaşımları tatmin edici yüksek sıcaklık uygulamalarına henüz ulaşamamasına rağmen yapısal çeliklerin demir alüminidlerle kaplanması, çevresel ve aşınmaya dirençli özelliklerin daha erken kullanılmasına imkân tanıyacaktır. Buna ek olarak, yeni bir malzeme tam olarak kullanılmadan önce, malzemenin kendisi ile ve diğer malzemelerle birleşme yöntemleri geliştirilmelidir. (Wright vd., 1993)

### 2.3.1. FeAl

Fe-Al metallararası bileşikleri yüksek sıcaklık uygulamaları ve aşındırıcı, korozif ortam için “geleceğin malzemeleri”, yapısal ve kaplama olarak kabul edilirler. Bu malzeme grubuna olan ilgi, düşük maliyet, düşük yoğunluk, aşındırıcı aşınmaya karşı iyi direncin yanı sıra, mukavemet, kimyasal ve petrokimyasal, deniz ve gıda endüstrisindeki uygulamaları için geniş bir perspektif oluşturan oksidasyon ve korozyona karşı dirençlerinden kaynaklanmaktadır. (Szkliniarz ve Koscielna, 2010; Kupka, 2005)

Fe-Al sistemine dayalı malzemeler 100 yıldan uzun süredir metalürjistler tarafından bilinmektedir. 1890'lı yıllarda yapılan araştırmalarda alüminyum ilavesinin, demirin yüksek sıcaklıkta oksidasyon direncine olan olumlu etkisi keşfedilmiş ve bu dönemde, sürekli bir şekilde demir alüminid alaşımlarının geliştirilmesine devam edilmiştir. Bununla birlikte, oda sıcaklığında gösterdikleri düşük süneklik ve bu malzemelerin geleneksel ergitme işlemleriyle sorunlu üretimi, demir alüminidlerin uygulanabilirliğini sınırlandırmaktadır. Yukarıda belirtilen sınırlamaların üstesinden gelmek için birçok girişimde bulunulmuştur, bunlardan biri reaktif sinterleme kullanılan toz metalürjisi işlemidir. Bu işlemde, sıkıştırılmış elemental toz karışımlarının sinterlenmesi sırasında termal olarak aktifleştirilmiş in-situ reaksiyonlar ile ara-bağlar üretilir. Bu teknolojinin büyük avantajı, demir ve Fe-Al fazlarının ergime sıcaklığından önemli ölçüde daha düşük sıcaklıkta Fe-Al metallararası bileşiklerin oluşumuna yol açan reaksiyonların başlatılmasıdır. Buna ek olarak, Fe + Al reaksiyonları güçlü bir şekilde ekzotermiktir ve ortaya çıkan ısı, sıkıştırılmış toz karışımı boyunca daha fazla reaksiyonu sürdürmekte ve yaymaktadır. Bu işlem aynı zamanda kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS) olarak adlandırılmaktadır. Proseslerin yüksek ekzotermik doğasından dolayı, bu teknoloji, geleneksel ergime metalürjisinden ve önceden alaşımlı tozlar kullanılan geleneksel toz metalürjisinden daha az enerji tüketmektedir. (Kratochvil, 2008; Karczewski ve Bojar, 2010)

Metal veya alaşımlar arasında, metallararası bileşik FeAl, yüksek ergime sıcaklığına (1250°C), iyi oksitlenme direncine, nispeten düşük yoğunluğa (5,56 g/cm<sup>3</sup>) ve yüksek termal iletkenliğe sahiptir. Bu özellikler FeAl alaşımını yüksek sıcaklık yapısal uygulamaları için umut verici bir aday haline getirmektedir. Ayrıca FeAl alaşımının

termodinamiğin alümina ile uyumlu olduğu da tespit edilmiştir. Son zamanlarda alümina metal kompozitleri reaktif öğütme, reaktif metal infiltrasyon, metal oksitlenme reaktif sinterleme, termomekanik toz sağlamlaştırma işlemleri, termit reaksiyon sentezi gibi birçok teknikle sentezlenmiştir. Bu teknikler arasında, termit reaksiyon yöntemi, gelişmiş malzemeler üretmek için katı hal reaksiyonunun ekzotermikliğini kullanan çekici bir tekniktir. Göreceli olarak basit ekipmanın, düşük enerjinin ve ara faz oluşturma olasılığının birçok avantajını göstermektedir. (Liu vd., 2013)

Demir alüminyum alaşımları söz konusu olduğunda, özellikle basınçsız reaktif sinterleme uygulandığında (% 25'ten fazla hacim) çok yüksek gözeneklilik elde edilir. Bu davranışı açıklamayı amaçlayan pek çok teori vardır ancak bunların çoğuna karşı çıkmaktadır. Bu teoriler, metallere arası bileşiklerin oluşumu sırasındaki kabul edilemez gözenekliliğin nedenini ya katı çözün önerileriyle ya da Kirkendal etkisiyle olabileceğini varsaymaktadırlar (Jozwiak vd., 2010; Kang ve Hu, 2004)

Reaktif sinterleme sırasında ve sonrasında mevcut olan fazların türlerine ve gözeneklilik üzerindeki etkilerine ilişkin literatür verileri çok değişkenlik göstermektedirler. 1992 yılında  $FeAl_3$  fazının alüminyumun ergime sıcaklığının altında  $Fe + Al$  katı hal reaksiyonu ile oluştuğu yayınlanmıştır. Bundan sonra kalan alüminyum parçacıklar erir ve demir ile zenginleştirilir. Sonuç olarak, diğer  $Fe-Al$  fazları eriyikten çökeler. (Rabin ve Wright, 1992)

1995 tarihli bir yayında, havada reaktif sinterlemenin  $Fe-Al$  sıralı faz ve alüminyum karışımı oluşturduğunu göstermektedir. Toz karışımının özdeş bileşke ile reaksiyonu vakumda gerçekleştirildiğinde, işlem koşullarına bağlı olarak  $FeAl$ ,  $Fe_3Al$ ,  $FeAl_2$  veya reaksiyona girmemiş demir ve  $FeAl_3$  fazının bir karışımı belirlenmiştir. Bu sonuçlar,  $Fe_2Al_5$  fazının oluşumunu öngören hem yeni hem de eski güçlü bir tartışma içerisindedir. (Joslin vd., 1995)

$Fe_2Al_5$  fazı  $500^\circ C$ 'de demir ve alüminyumun katı hal reaksiyonu ile oluşur. Sürekli ısıtma sırasında,  $Fe_3Al$  fazına dönüşümle  $850^\circ C$ 'de tamamen kaybolur. Öte yandan, alüminyumun metallere arası bileşiklerin oluşumundan önce eridiği açıklanmıştır. Bundan sonra,  $Fe_2Al_5$ ,  $Fe_2Al_3$  ve  $FeAl$  fazları yavaş yavaş oluşmaktadır. Gözeneklilik genellikle,

geçici ve son fazlar arasındaki kafes ve yoğunluk farklarından kaynaklanan yapıdaki hacim değişiklikleri ile açıklanır. Diğer göze çarpan gözeneklilik açıklaması Kirkendall etkisidir. (Jozwik vd., 2015; Nakamura vd., 2002)

Reaksiyona giren metallerin difüzyon hızları (Fe, Al) kuvvetli ölçüde farklı olduğunda gözlemlenebilir. Bu durumda, bir metalin tek yönlü yayılımı, boş difüzyon ile telafi edilmekte ve boşlukların birleşmesi ile de gözenekler üretilmektedir. (Kang ve Hu, 2004)

### 2.3.2. Fe<sub>3</sub>Al

Fe<sub>3</sub>Al alaşımlarına dayanan demir alüminidlerin, mükemmel oksidasyon ve sülfidasyon direnci, düşük malzeme maliyeti ve birçok ferritik ve östenitik paslanmaz çelik ile uygun mukavemeti gibi birçok özelliği bir arada göstermektedir. Bu da onları yüksek sıcaklık uygulamaları için aday malzemeler olarak çok çekici hale getirmektedir. Ayrıca, oda sıcaklığında gösterdikleri sınırlı süneklik ve 600°C'nin üzerindeki sertlikte keskin bir düşüş, birçok yapısal uygulama için kabul edilmelerinde caydırıcı olmuştur. (Wang vd., 2011)

Son yıllarda mekanik alaşımlama teknolojisi ile kolayca elde edilebilen tane inceltme yoluyla süneklik ve mukavemet değerleri geliştirmek için çeşitli girişimlerde bulunulmuştur. Birçok grup tarafından Fe<sub>3</sub>Al tozlarının mekanik alaşımlamayla üretimi yaygın olarak incelenmiştir ve bu çalışmaların tümü, nano boyutlu taneler içeren düzensiz A<sub>2</sub>-tipi Fe<sub>3</sub>Al alaşımlarının (Fe (Al) katı çözelti) Fe – Al toz karışımları oluşturma eğiliminde olduğunu bildirmişlerdir. (Wang vd., 2011)

## 2.4. Metallerarası bileşik kompozitler

Günümüz dünyasında teknolojik ilerlemeyle, monolitik malzemeler, ürün kabiliyetleri ve işlevlerine olan artan talepleri karşılamak için yetersiz kalmaktadır. Bu yetersizlik, daha iyi yapısal, mekanik ve elektrokimyasal özelliklere sahip olan bazı gelişmiş malzemelerin icat edilmesine yol açmıştır. (Gupta vd., 2016)

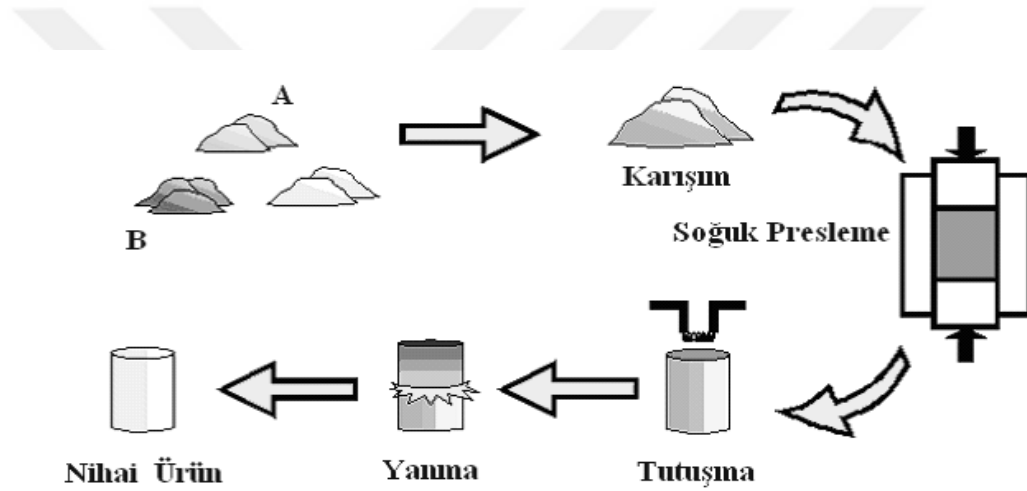
Yüksek ergime sıcaklığına sahip olan metallerearası bileşikler yüksek sıcaklık uygulamaları için aday malzemelerdir. Metallerearası bileşikler ve sert parçacık takviyeli metallerearası kompozitler kimyasal olarak aşındırıcı ortamlarda ve aşınma uygulamalarında da çekici özellik göstermektedir. (Adabazaveh vd., 2012)

Son yıllarda, farklı bir metalik bileşiklere üçüncü bir alaşım elementinin eklenmesi üzerine araştırmalarda artış olmuştur. Bu araştırmalar ortam sıcaklığında süneklik ve tokluğun gelişmesine yol açmıştır. Mekanik reaksiyonlarla kimyasal reaksiyonların indüklendiği mekanik kimyasal sentez, mekanik özellikleri arttırabilir. Daha önce NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, NiTi-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ve Fe (Ti) Ti 3Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, gibi çeşitli mekanik olarak sentezlenen nanokompozitler bildirilmiştir. Fe, Al ve TiO<sub>2</sub> toz karışımının mekanik olarak alaşımlanmasıyla (Fe, Ti) 3Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, nano kompozitlerinin oluşumunu incelenmesinde bilyalı öğütülmüş tozların toplu halde takviye edilmesi, nano ölçekli tane boyutunu korurken, tam yoğunluklu sıkıştırmalar önemli bir sorun olarak görülmüştür. Metallerearası bileşiklerin aşınma özellikleri, potansiyel olarak mükemmel yüksek sıcaklık mukavemeti nedeniyle çalışılmıştır. Genel olarak, yük, aşınmaya bağlı uygulamalarda sıkıştırıcıdır; Bu nedenle, çekme esnekliği, sertlik, mukavemet ve sertleşme kabiliyeti kadar kritik değildir. Sonuç olarak, sert parçacıklar tarafından güçlendirilmiş metallerearası kompozitler, ağır koşullarda aşınma uygulamaları için çok çekicidir. DO<sub>3</sub>-sıralı Fe<sub>3</sub>Al ve B<sub>2</sub>-sıralı FeAl demir-alüminidleri, yapısal malzemeler ve fonksiyonel uygulamalar için yaygın olarak çalışılmıştır. Oksitleyici ve sülfidize ortamlarda, düşük yoğunluklu ve düşük malzeme maliyetlerinde iyi yüksek sıcaklık korozyon direnciyle iyi bilinmektedirler. Hem DO<sub>3</sub> tipi Fe<sub>3</sub>Al hem de B<sub>2</sub> tipi FeAl alaşımlarının aşınma davranışı da araştırılmış ve aşınma direnci farklılıklarının önemsiz olduğu bilinmektedir. Fe<sub>3</sub>Al alaşımının aşınmaya karşı direnci, AISI1060 karbon çeliği ve SUS304 paslanmaz çelik ile karşılaştırılabilir. Yukarıda belirtildiği gibi, sert parçacıklar tarafından takviye edilmiş Fe<sub>3</sub>Al bazlı kompozitler iyi bir aşınma direnci sergilemektedir. (Adabazaveh vd., 2012; Demirkıran, 2014)

### 3. YANMA SENTEZİ

#### 3.1. Yanma Sentezi Giriş

Yanma sentezi (CS), seramik, metallerearası bileşik ve kompozitler gibi geniş bir malzeme yelpazesinin hazırlanmasında yüksek üretim oranına sahip, düşük maliyetli ve enerji açısından verimli bir yöntemdir. Yanma sentezi şematik olarak Şekil 3.1.'de gösterilmiştir. (Varma vd., 1988)



Şekil 3.1. Yanma Sentezi Şematik Gösterimi (Umberto vd., 2000)

Yanma Sentezi, A.G. Merzhanov ve ekip arkadaşlarının 1967'de titanyum ve bor tozları karışımından yapılmış peletin yanma davranışları üzerinde yaptıkları çalışmasıyla ilk kez keşfedilmiştir. İlk önce Rusya Bilimler Akademisi - Yapısal Makrokinetik ve Malzeme Bilimleri Enstitüsü, sonraları ise dünya genelinde birçok üniversite ve laboratuvarın katkılarıyla Yanma Sentezi yönteminin araştırılması ve geliştirilmesi sağlanmıştır. Şimdiye kadar 700'ün üzerinde bileşik bu yöntemle sentezlenebilmiştir. 1980'li yılların başından beri çoğunlukla Rusya, ABD ve Japonya'da giderek çoğalan sayıda araştırmacı ileri bir malzeme ve bileşiklerinin üretimi için etkili, ekonomik bir teknik olan yanma sentezinin uygulamalarını araştırmaktadırlar. (Yukhvid, 1992; Borovinskaya, 1992; Feng ve Moore, 1995)



Toz metalürjisinde, sinterleme ve kaynak teknolojilerinde yıllardır kullanılan yanma süreçleri, genellikle çözelti yanma sentezi (Solution Combustion Synthesis) olarak ilgi çekmeyi başarmıştır. Bu yöntemle daha çok nano-boyutlu ve daha yüksek verimli malzemeler elde edilebilmektedir. Bu süreç, farklı oksitleyiciler (ör: metal nitratlar) ve yakıtlar (ör: üre, glisin, hidrasit) içeren homojen olmayan çözeltilerin kendiliğinden ilerleyen reaksiyonları kapsamaktadır. (Merzhanov, 2004)

Yanma sürecinde diğer önemli bir konu da, uygulamalarda termit tipi yanma sentezi reaksiyonlarında kullanılan metal termik süreçlerdir. İlk kez, 19. Yüzyıl da N.N. Beketov ve V.M. Goldschmidt tarafından bir metalin başka metal oksiti redüklemesi için kullanılan metal termik süreçler, bugün özellikle bazı ferroalaşımların üretiminde ve demiryolu raylarının birleştirilmesinde kullanılmaktadır. Bu prosesin yanma sentezindeki kullanım amacı, oksitlerin başka bir metal ile redüksiyonunu takiben redüklenmiş elementlerin birbiriyle bileşik oluşturmasını sağlamasıdır. (Merzhanov, 2004)

Sert alaşımlar, aşındırıcılar, elektronik endüstrisi için malzemeler, ileri teknoloji yapısal ve ısıya dirençli seramikler, yeni süper iletken malzemeler, korozyona dayanıklı koruyucu ve aşınmaya dirençli kaplamalar, kimya sanayisi için katalizörler, tıp alanında kullanılan şekil hafızalı alaşımlar yanma senteziyle üretilebilen bazı malzemelere örneklerdir. (Khina, 2010; ISMAN)

Yanma Sentezi, ilk ısının verilmesi ile başlangıçtaki karışımının reaksiyonun egzotermik ısıyla ürüne dönüşmesi prensibine dayanmaktadır. Genel avantajları, reaksiyonun çok hızlı bir şekilde meydana gelmesi ve kendiliğinden ilerleme özelliğinden ötürü yüksek enerjiye gereksinim duyulmamasıdır. Kullanılabilirliğinin basit olması, ucuz hammaddelerden başlama fırsatı ve nano-boyutlarla birlikte farklı boyut ve şekillerde ürünler elde edilebilmesi diğer önemli avantajlarıdır. (Rogachev ve Mukasyan, 2015; Yukhvid, 1992)

Yanma sentezinin temeli aşırı derecede egzotermik reaksiyonların kendi kendini sürdürülebilir ve dolayısıyla enerji bakımından verimli olma kabiliyetine dayanmasıdır. Ekzotermik reaksiyon ateşleme sıcaklığında başlatılır  $T_{ig}$  ve maksimum veya yanma sıcaklığında ortaya çıkan ısı sayesinde, sentez yüksek hızlarda ve kendi kendine ilerleyerek

süren işlemlerden, meydana gelmektedir. Yanma sentezi teknikleriyle düşük kaynama noktalı safsızlıklar buharlaştırılabilir bundan dolayı geleneksel tekniklerle üretilenlerden daha saf ürünler elde etmek mümkündür. Yanma sentezi tekniğinin termokimyasal ve termofiziksel özellikleri uygunsa ön yüksek sıcaklık reaksiyonu ( $1500 < T < 3500^{\circ}\text{C}$ ) baslar, tipik yanma sentezi reaksiyonunda karışık reaktan tozları belli bir yoğunla sahip bir peletle bastırılır ve daha sonra lokal olarak bir noktada yakılır veya bütün pelet ekzotermik reaksiyonun tutuşma sıcaklığına kadar ısıtılır ve yanma sentezi yüksek hızlarda gerçekleşmektedir. (Devii ve Sikka, 1996)

Geleneksel süreçlerle karşılaştırıldığında yanma sentezinin en belirgin avantajları öncelikle şunlardır; Yüksek bir reaksiyon sıcaklığında, düşük kaynama noktalı safsızlıkları buharlaştırır ve dolayısıyla yanma sentezlerinde yüksek saflıkta ürünler üretilebilir, SHS reaksiyonunun basit ekzotermik doğası, pahalı işleme tesisleri ve ekipmanına olan ihtiyacı ortadan kaldırır, kısa ekzotermik reaksiyon süreleriyle süreç maliyetleri düşer, yüksek termal gradyanlar ve hızlı soğutma oranları yeni denge ve meta kararlı fazlara neden olabilir. İnorganik malzemeler sentezlenebilir ve reaktanların kimyasal enerjisi kullanılarak bu malzemeler nihai bir ürüne birleştirilebilir. Kararlı reaksiyonların meydana gelmesi ve ilerlemesindeki tüm bu faktörler detaylı bir biçimde analiz edildiğinde SHS tekniğinin herhangi bir malzeme cinsine uygulanabilmesi için malzeme içinde ekzotermik reaksiyonların olması gerekmektedir. (Feng ve Moore, 1995)

### **3.2. Reaksiyon parametrelerinin kontrolü**

Birçok faktör, CS'nin başarıyla uygulanmasını etkileyebilir, bu faktörler parçacık büyüklüğü, Ham yoğunluk, ortam / atmosfer, ısıtma hızı, ateşleme sıcaklığı, ön ısıtma sıcaklığı, mekanik aktivasyon, akım / alan aktivasyonu, uygulanan basınç ve ön ateşleme ısı işlemlerini içerir. (Feng ve Moore, 1995)

Bu parametrelerin çoğu birbirine bağımlıdır ve nihai ürün ve morfoloji özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptirler. Bir malzemenin sentezlenmesi için en uygun reaksiyon parametrelerinin oluşturulması, her yanma reaksiyon sistemlerinde, reaksiyon parametrelerinin kontrolü ve temel bir anlayışın elde edilmesine dayanmaktadır. (Feng ve Moore, 1995)

### 3.2.1. Adyabatik sıcaklık

Yanma sentezi reaksiyonu sırasında, reaksiyonun sürecini ve nihai ürün özelliklerini etkileyebilecek dört önemli sıcaklık noktası vardır; Teorik olarak hesaplanmış adyabatik sıcaklık ( $T_{ad}$ ) ve ölçülen başlangıç sıcaklığı ( $T_o$ ), ateşleme sıcaklığı ( $T_{ig}$ ) ve yanma sıcaklığı ( $T_c$ )'dir. (Feng ve Moore, 1995)

1. **Başlangıç sıcaklığı ( $T_o$ )**; Reaksiyonun yayılma modunda tutuşmasından önce reaktan numunesinin ortalama sıcaklığını göstermektedir.
2. **Tutuşma sıcaklığı ( $T_{ig}$ )**; Yanma reaksiyonunun daha fazla ısı kaynağı olmaksızın dinamik olarak aktive edildiği noktayı temsil etmektedir.
3. **Adyabatik yanma sıcaklığı ( $T_{ad}$ )**; Adyabatik yanma sıcaklığı, Adyabatik şartlar altında elde edilen maksimum yanma sıcaklığıdır.
4. **Gerçek yanma sıcaklığı ( $T_c$ )**; Gerçek yanma sıcaklığı ise adyabatik olmayan koşullar altında normal olarak elde edilen maksimum sıcaklıktır.

Adyabatik kelimesi, tutuşma zamanından elde edilen maksimum sıcaklığa kadar kompaktan sıfır ısı kaybı varsayımını ifade eder. Deneysel olarak belirlenen yanma sıcaklığının, eksik reaksiyonlar ve gerçek adyabatik şartların başarısızlığı nedeniyle adyabatik olarak öngörülen sıcaklığın altına düşebileceği anlaşılabilir bir durumdur. Bununla birlikte, bazı diğer durumlarda yanma sıcaklığı aslında adyabatik sıcaklığın üzerine çıkabilir. Bunun bir örneği, istenmeden oksidasyonun meydana gelmesi ve buna bağlı olarak ek bir enerji miktarı sisteme eklenmesidir. Genellikle, adyabatik yanma sıcaklığı, özellikle katı fazda ölçülen sıcaklığın üstündedir. Reaktan numunesinin ateşlemeden önce sıcaklığını göstermek için,  $T_{ig}$ , reaksiyonun başladığı sıcaklıktır,  $T_c$  ise sabit bir hızda üretilen ısının sabit durum birikimidir. (Feng ve Moore, 1995; Morsi, 2012)

Bu reaksiyon türlerinde sıkça bildirilen önemli bir değer, yanma sıcaklığı ( $T_c$ ) 'dir ve reaksiyon sırasında deneysel olarak elde edilen maksimum sıcaklık olarak tanımlanır. Bu sıcaklıkta, oluşum entalpisi ve ısı kapasitesi verileri verilen termodinamik analiz yoluyla, tahmin edilebilir. Bu durumda, teorik olarak öngörülen maksimum sıcaklığa adyabatik sıcaklık ( $T_{ad}$ ) denir. Oluşumun ürün entalpisine bağlı olarak, adyabatik sıcaklık,

ürün erime noktasının ( $T_m$ ) altına, eşit veya üstüne çıkabilir ve aşağıdaki eşitliklere göre tanımlanır;

$$X_s + Y_s = XY_s \quad (3.1)$$

$$T_{ad} < T_m$$

$$\Delta H_{f298}^0 = \int_{298}^{T_{ad}} C_{p_s} dT$$

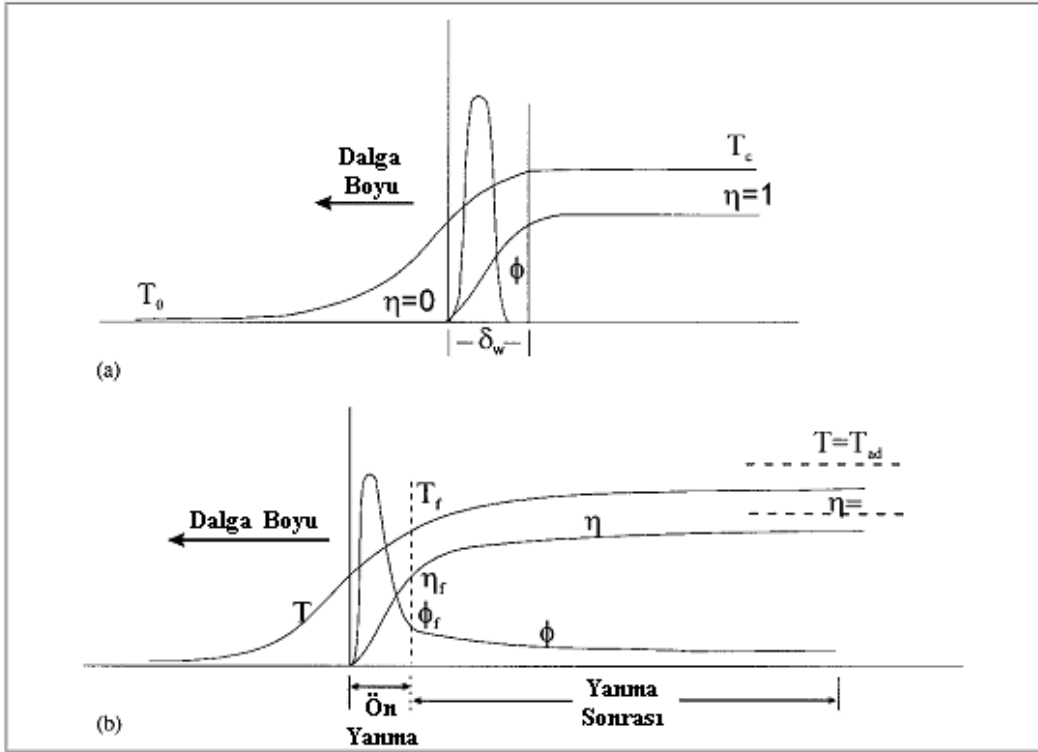
$$T_{ad} = T_m \quad (3.2)$$

$$\Delta H_{f298}^0 = \int_{298}^{T_m} C_{p_s} dT + v \Delta H_m$$

$$T_{ad} > T_m \quad (3.3)$$

$$\Delta H_{f298}^0 = \int_{298}^{T_m} C_{p_s} dt + \Delta H_m + \int_{T_m}^{T_{ad}} C_{p_{(l)}} dT$$

Burada  $\Delta H_{f298}^0 = 298$  K'de XY oluşum entalpisi,  $C_p$  (s) ve  $C_p$  (l) = katı ve sıvı haldeki ısı kapasitesi,  $\Delta H_m$  XY ürününün füzyon entalpisi ve  $v$  XY ürünün fraksiyonudur. Şekil 3.1'de yanma işleminin idealleşen makroskobik parametreler verilmiştir. (Morsi, 2001)



Şekil 3.2 Yanma İşleminin İdealleşen makroskobik parametreleri (Umberto vd., 2000)

Reaksiyonun kabiliyetini ve stabilitesini ve oluşan en muhtemel ürünü öngörebilir. CS reaksiyonları ile ilgili termodinamik hesaplamaların karmaşık ve kapsamlı doğası Moore ve Munir tarafından tartışılmış ve okuyuculara ek bilgi için bu referanslara rehberlik edilmiştir. Kısaca, CS reaksiyonlarının ardındaki termodinamiği anlamak için reaktanlar ve ürünler arasındaki bir ilişkiye ihtiyaç vardır. Genel bir CS reaksiyonu, Eşitlik 3.4'de ifade edilir.

$$\sum n_i R_i = \sum n_j R_j \quad (3.4)$$

$R_i$  ve  $P_j$  sırasıyla reaktiflere ve ürünlere atıfta bulunurlar ve  $n$  ve  $n_j$  sırasıyla reaktiflerin ve ürünlerin stokiyometrik katsayılarıdır. Bu ilişkiyi doğrulamak için yanma sentezi reaksiyonu tamamlanmalıdır (Moore, 1994; Moore ve Feng, 1995; Munir ve Naselmi, 1989)

Genel olarak, ekzotermik CS reaksiyonları 1800°K üzerindeki adyabatik sıcaklıklarda ( $T_{ad}$ ) kendi kendini idame ettirir.  $T_{ad}$ , reaksiyondan çevre çevreye hiçbir ısının kaybolmadığı bir reaksiyonun yanma sıcaklığıdır ( $T_c$ ). Reaktanlar ve adyabatik SHS

reaksiyonunun ürünleri arasındaki ilişkiyi gösteren sıcaklık diyagramına karşı entalpi Eşitlik 3.5'de gösterilmiştir. (Moore ve Feng, 1995; Munir ve Naselmi, 1989)

CS reaksiyonlarında, reaktifler başlangıç sıcaklıklarından ( $T_0$ ) ateşleme sıcaklığına ( $T_{ig}$ ) kadar ısıtılmalıdır. Adyabatik bir sistemde reaktifleri başlangıç sıcaklıklarından tutuşma sıcaklığına kadar ısıtmak için gereken ısı miktarı,  $H(R)$ , Eşitlik 3.5 tarafından tarif edilmiştir. (Moore ve Feng, 1995)

$$H(R) = \int_{T_0}^{T_{ig}} \sum ni cp(Ri)dT + \sum_{T_0-T_{ig}} ni L(Ri) \quad (3.5)$$

$Cp(Ri)$  ve  $L(Ri)$  'nin ısı kapasitesi ve faz değişim dönüşümü olduğu durumlarda (reaktiflerin bir faz değişimi oluşursa) ve her bir reaktantın mol fraksiyonunu belirtir. Yayılma modunda, reaksiyon başlatıldıktan sonra ısı kaynağı kapatılır, çünkü reaktantlar sabit bir duruma ulaşmıştır. Sadece reaksiyonun ısısı,  $[\Delta H(T_{ig})]$  yanma reaksiyonu bir kararlı duruma ulaştığında ve yayılma reaksiyonu belli bir mesafede olduğunda orijinal ısıtma kaynağının artık bir etkisi olmadığı yerde komşu katmanlardaki  $T_0$ 'dan  $T_{ig}$ 'ye kadar reaksiyona giren maddelerin ısıtılması için kullanılır. Bu, kalan ısının ürün tarafından emilmesi gerektiği anlamına gelir. Adyabatik bir sistemde, reaksiyonun başlatılmasından sonra ürün reaksiyonu tarafından absorbe edilecek ısı, Eşitlik 3.6'da verilmiştir. (Moore ve Feng, 1995; Munir ve Naselmi, 1989)

$$H(P) = \int_{T_{ig}}^{T_{ad}(T_0)} \sum nj + cp(Pj)dT + \sum_{T_{ig}-T_{ad}(T_0)} nj L(Pj) \quad (3.6)$$

$Cp(Pj)$  ve  $L(Pj)$  'nin ısı kapasitesi ve faz değişim dönüşümü ürünlerin entalpisi ve  $Nj$  ise her reaktantın mol fraksiyonunu belirtir.

Adyabatik bir sistemde, sistem kararlı duruma ulaştığında reaksiyon için mevcut toplam ısı,  $[\Delta H(T_{ig})]$ , Eşitlik 3.5. ve Eşitlik 3.6.'da hesaplanan iki entalpinin toplamıdır. Eşitlik 3.7.'de ayrıntılı olarak verilmiştir. (Moore ve Feng, 1995)

$$\Delta H(T_{ig}) = H(P) + H(R) \quad (3.7)$$



### 3.2.2. Tutuşma koşulları

Yanma sentezi reaksiyonunun başarılı bir şekilde tutuşması ile birlikte egzotermik reaksiyonu başlatmak için yüksek ısı birikimi oranı ve onu yaymak için uygun bir ısı dağılım oranına bağlı olduğu yapılan çalışmalarda ortaya çıkmıştır. Bununla birlikte, aktive etme enerjisi tutuşma sürecindeki en önemli parametredir ve diğer önemli parametreler reaksiyon entalpisi ve ısı kaybı etkileridir. (Monagheddu vd., 2002)

Bu bağlamda, ateşleme sıcaklığının ( $T_{ig}$ ), ateşleme gecikmesinin ( $T_{ig}$ ) ve ateşleme enerjisinin ( $E_{ig}$ ) deneysel olarak belirlenmesi teorik sonuçlara kıyasla anlamlı görünmektedir. Reaksiyon mekanizmalarının doğrudan araştırılması için deneysel yöntemlerin genel bir eksikliğinin bulunduğu bir alanda ilginç bir fırsat sunmaktadır. (Monagheddu vd., 2002)

Tutuşma araştırmaları için yöntemler, genel olarak, iki temel gruba ayrılabilir: biri aşırı derecede hızlı bir ısı yayılımı gerektirir, ancak ufak bir bölgeye lokalizedir ve diğeri ise, tüm numunenin daha yavaş homojen bir şekilde ısıtılmasını kapsar. İlk durumda saniyede birkaç yüz veya bin derece ısıtma hızı söz konusudur, ikinci grupta  $10^{\circ}\text{C}$  / dakika kadar düşük ısıtma oranları dâhildir. Yavaş ısıtma oranları genellikle daha doğru sıcaklık belirleme ile sonuçlanır. (Monagheddu vd., 2002)

Adyabatik sıcaklığın aksine, tutuşma sıcaklığı kolaylıkla hesaplanamaz. Genel kural yanma sentezinin tutuşması, düşük yani egzotermik sıcaklıkta gerçekleşir ve yüksek kimyasal reaksiyon hızı sayesinde ısı dağılımı oluşmadan çok yüksek sıcaklıklar elde edilir ve reaktan tozlar bu sıcaklıklara hızla ısınmaktadır. Isıtma hızı ve sistem parametrelerine bağlı olarak üç farklı sistem elde edilebilir: (a) Eğer ısıtma hızı ile reaksiyon hızı karşılaştırıldığında oldukça yavaş ise reaksiyon ürünleri düşük oranda katı-katı etkileşiminden oluşur ve yavaş yavaş artan ısı etrafa yayılır. Bu rejim, katı-hal sin terlenmesine çok benzemektedir. (b) Eğer ısıtma hızı, sadece yüzeydeki çok ince tabakada oldukça yüksek ise ısınır ve işlem kapsamlı ısı dağılımının sınırlandırılması nedeniyle kendi kendine ilerlemeyen işlem olarak gözlemlenir. (c) Isıtma hızı, kimyasal işlem hızı ile karşılaştırıldığında yüksek ama numunenin ısı iletkenliği ile karşılaştırıldığında yavaş ise ısıtma, yüzeye yakın bölgede olmaz ama numune tamamen ısınır. Bu rejim genellikle,



hacim yanma veya termal patlama gibi gösterilmektedir. Tutuşma sıcaklığını belirlemek deneysel çalışmalarla olmakta ve sadece çok sınırlı sayıda reaksiyonla başarılabilmektedir. (Umberto vd., 2000)

### 3.3. Yanma sentezi yöntemleri

Yanma sentezi doğal reaktanların yapısına ve egzotermik reaksiyon ısısına (adyabatik sıcaklık,  $T_{ad}$ ) bağlı olarak çeşitli şekillerde isimlendirilmektedir. Yanma sentezi yöntemleri aşağıda verilmiştir. (Aruna vd., 2002)

- a) Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (self-propagation high temperature synthesis, SHS)
- b) Hacim yanma sentezi (volume combustion synthesis, VCS)
- c) Solüsyon yanma sentezi (solution combustion synthesis, SCS) Emülsiyon yanma (emulsion combustion)
- d) Jel-yanma (gel combustion)
- e) Sol-jel yanma (sol-gel combustion)
- f) Solüsyon yanma sentezi (solution combustion synthesis, SCS)
- g) Düşük sıcaklık yanma sentezi (low-temperature combustion synthesis, LCS)

#### 3.3.1. Kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS)

Kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS), tüm dünyada birçok ileri teknoloji malzemelerinin sentezlenmesinde ve aynı zamanda çeşitli endüstriyel uygulamalarda da kullanılan bir tekniktir. SHS, Rusya'da Merzhanov ve arkadaşları tarafından 1975 yılında yaptıkları çalışmalarla tanınmıştır. Ancak tarihi, bilinenden çok daha eskidir. Malzemelerin sentezlenmeleri için yanma işlemi ilk olarak 1825 yıllarına dayanmaktadır. Berzelius 1825 yılında, Zr metal tozlarının, oksitlere karşı yanarak şekillendiğini bildirmiş ve işlemin termodinamikleri 1898'de Goldschmidt tarafından açıklanmıştır. Goldschmidt doğrudan SHS reaksiyonlarının alt grubu olan, aluminotermik yöntemini bulan kişi olarak söylenebilir. 20. yüzyılda ise sistem Alexander, Krapf gibi isimlerle gelişme göstermiştir. Bu keşiflere rağmen, Merzhanov'un yaptığı araştırmalara kadar yöntem bilimsel anlamda bir ilgi duyulmamıştır. (Bhaduri ve Bhaduri, 1999)

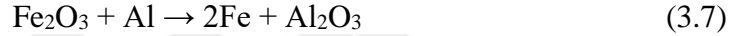
Yaklaşık yirmi yıldır metallerarası bileşikler, yüksek sıcaklıkta kimyasal ve mekanik kararlılık gerektiren çeşitli uygulamalar için uygun malzemeler olarak ortaya çıkmaktadır. Döküm, dövme, ekstrüzyon, , kaplama gibi genel anlamda malzemeleri şekillendirmek ve elde etmek için kapsamlı ve birçok sayıda yöntem mevcuttur. Ancak bu tekniklerin çok azı metallerarası bileşiklerin üretimine olanak tanımaktadır. (Rodriguez vd., 2003)

Kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS), istenen malzemelerin doğrudan reaktif bir sistemde meydana gelen tepkimelerden sentezini kolaylaştıran yöntemlerden biridir. İşlem, çok kısa sürelerde meydana gelen ekzotermik redoks reaksiyonlarından üretilen aşırı sıcak dalgaların başlatılması ve yayılması ile ilerlemektedir. Şekil 3.3'de SHS prosesinin fotoğrafı verilmiştir. Diğer bir deyişle bu yöntem başlangıç reaktiflerinin yani genellikle tozların tutuştuğunda ekzotermik ısı reaksiyonlarından dolayı kendiliğinden ürünler haline dönüştüğü bir işlemi tanımlamak için kullanılır. SHS prosesinin başlıca özellikleri aşağıda Çizelge 3.1'de verilmiştir. (ISMAN, 2018)

Çizelge 3. 1. SHS tekniğinin genel özellikleri (Merzhanov, 2004)

Parçacık Boyutu, $r(\mu\text{m})$ / Metaller için	5 – 100
Parçacık Boyutu, $r(\mu\text{m})$ / Ametaller için.	0.1
Nispi Yoğunluk	0,3 – 0,6
Yarıçap, $d(\text{mm})$	5 – 20
Uzunluk, $l(\text{mm})$	(2-9)d
İlk Sıcaklık $T_o$ (K)	300 – 700
Gaz Basıncı $P$ (Mpa)	0,1 – 15
Yanma Hızı $U$ ( $\text{cm s}^{-1}$ )	0,1 – 20
Yanma Sıcaklığı $T_m$ (k)	2300 – 3800
Isıtma Hızı, $W$ ( $\text{k s}^{-1}$ )	103 – 1000000
Tutuşma Akısı, $q(\text{kJ cm}^2 \text{s}^{-1})$	42 – 840
İndüksiyon Periyodu, $t_{ig}(\text{s})$	0,2 – 1,2
Tutuşma Sıcaklığı, $t_{ig}$ (k)	800

SHS reaksiyonunun iyi bilinen bir örneği aşağıda verilen termit reaksiyonudur:

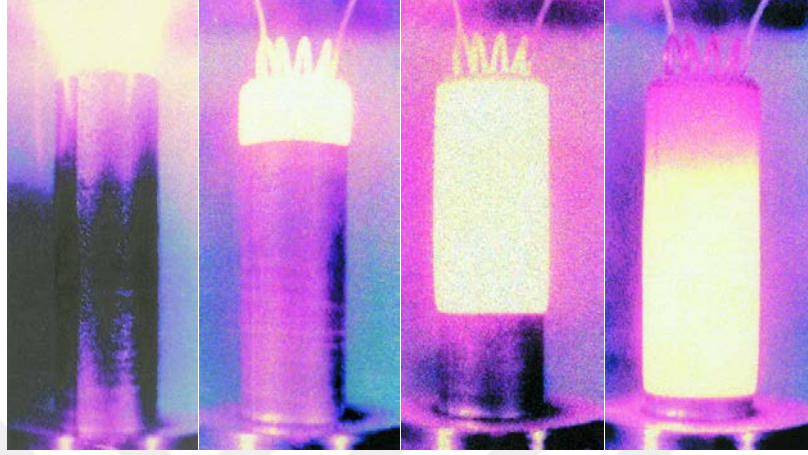


Bu reaksiyon alüminanın ergime noktasının üzerinde sıcaklık üretir. Ve çeşitli uygulamalar için termit kaynak yönteminde kullanılır. Süreci tanımlamak için, yanma sentezi, gazsız yakma veya kendi kendini yayma ekzotermik reaksiyon gibi başka birkaç terminoloji kullanılır. Bu yöntem kullanılarak oluşturulabilen malzeme türleri, metal borürler, silisidler, karbürler, nitritler, sülfidler, alüminidler ve oksitlerdir. (TWİ, 2018)

SHS inorganik bileşikler, malzemeler ve çeşitli uygulama amaçlarına yönelik maddeler ve ayrıca yüksek verimli teknolojik süreçlerin düzenlenmesi için tepkimeye giren maddelerin kimyasal enerjisinin maksimum düzeyde kullanılması prensibine dayanmaktadır. SHS ürünleri pratik olarak değerli inorganik bileşiklerdir. Bu bileşikler şunlardır. (ISMAN, 2018)

- Refrakter bileşikler - karbürler, borürler, nitrürler, Silisitler, metal oksitler;
- Metal hidrürler;
- Kalsiyojenitler - sülfidler, selenitler, tellürürler;
- İntermetalikler - alüminidler, nikelitler, germonitler
- Elektronik, elektrik mühendisliği ve mühendislik malzemeleri
- Güncel süper-iletken malzemeler;

- Korozif dayanıklı ve aşınmaya karşı dayanıklı kaplamalar;
- Kimya sanayi için katalizörler
- Tıp için şekil bellek malzemeleri



Şekil 3.4 SHS süreç fotoğrafı (ISMAN, 2018)

Metalürjide SHS, indirgeyici malzemelerle (Al, Mg, Ti vb. ) ve ametallerle (C, B, Si, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> SiO<sub>2</sub> vb.) metal oksit karışımlarını yakma işlemine dayanır. Bu karışımların yanma sıcaklıkları ilk, orta ve son bileşenlerin erime noktalarından daha yüksektir ve 3000-4500°C'ye ulaşır. SHS döküm ekipmanı şunları içerir; Orijinal SHS reaktörleri; Yüzey kaplamaları için hazneler; SHS santrifüj makinaları; Aşınmaya dirençli kaplamaların uygulamaları için sürekli otomatik hatlardır. (ISMAN, 2018)

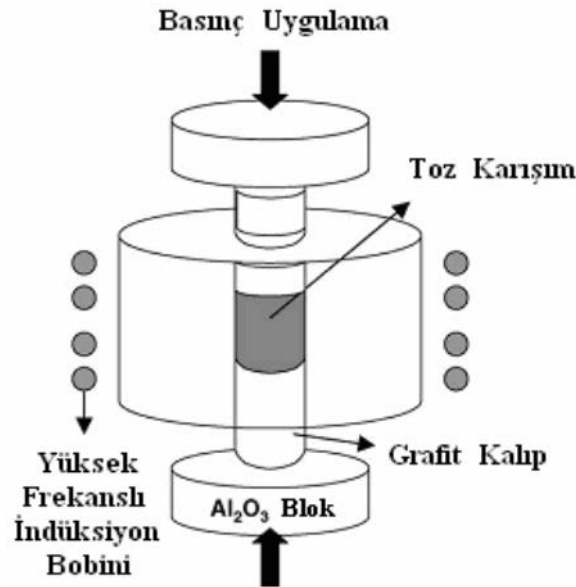
### 3.3.2. Hacim yanma sentezi (VCS)

Çeşitli endüstriyel uygulamalarda (örneğin, kimyasal reaktör mühendisliği, katı yakıtlar ve patlayıcılar üretimi), kontrolsüz operasyonların tehlikeli sistemlerinden kaçınmak önemlidir. Bununla birlikte hacim yanma sentezi yoluyla gelişmiş malzemelerin üretimi yeni umutlara yol açmıştır. (Rogachev vd., 2002)

Numune VCS boyunca, reaksiyon hacim esaslı olarak eşzamanlı gerçekleşene kadar kontrollü bir şekilde eşit olarak ısıtılır ve istenen mikro yapı ve özelliklere sahip değerli bir ürünün oluşmasına neden olur. Bu sentez metodu, tutuşmadan önce ön ısıtma gerektiren zayıf ekzotermik reaksiyonlar için daha uygun ve fiziksel doğa ile termal

patlama (TE) benzerdir. Bununla birlikte, VCS süreci için, bu bağlamda kullanılan patlama, reaksiyonun başlangıcından sonra sıcaklığın hızlı bir şekilde artması anlamına gelir ve genellikle patlama veya şok dalgaları ile ilgili tahrip edici süreç anlamına gelmez. Daha da önemlisi, bu durumda örnek kendi kendine tutuşmanın koşullarını bilmek yeterli değildir; Kimyasal reaksiyonun tamamlanmaya kadar ve hatta ürünün soğuması aşamasında da süreci kontrol etmek gereklidir. (Rogachev vd., 2002)

(SHS'ye benzer şekilde, reaktifler, ara ürünler ve ürünler VCS'de katı haldedir. SHS'ye kıyasla en büyük fark, SHS'de olduğu gibi bölgesel ısıtma yerine sıkıştırılmış reaktiflerin üniform ısıtılması söz konusudur. SHS'de yanma, reaksiyonun daha da çoğaltılmasından önce bölgesel olarak gerçekleşir. VCS'de kontrollü ısıtma, ön ısıtma veya elektrik alanı vasıtasıyla enerji temin ederek zayıf ekzotermik doğaya sahip reaksiyonları aktive eder. SHS'de düşük sıcaklık artışı ve yakıt bakımından zengin F / O oranı ile daha uzun süreli yanma ile karşılaştırıldığında, VCS'de yanma süresi daha kısadır ve yüksek sıcaklık artış hızı daha yüksektir. Hacim yanma sentezinin şematik gösterimi Şekil 3.5'de verilmiştir. (Hansu vd., 2013)



Şekil 3.5. Hacim yanma sentezinin genel gösterimi (Dong vd., 2005)

Hacim yanma sentezinde, reaktan karışımından oluşan numunenin tümü, hacimde meydana gelen ve kendi kendini destekleyen tutuşma sıcaklığına kadar, kontrollü bir

bicimde, eş zamanlı olarak ısıtılır ve yanma sırasında reaktanlara kendiliğinden dönüşüme uğramaktadır. Çok kısa sürede, çok yüksek yanma sıcaklığına ulaşması sebebiyle, sok dalgası veya termal patlama olarak da bilinen bu sentezleme metodu, tutuşma öncesi ön ısıtma gerektiren daha zayıf ekzotermik reaksiyonlar için oldukça verimli bir yöntemdir. Hacim yanma sentezi, açığa çıkan reaksiyon ısısının oranına ve ortam ile değişen ısı oranına bağlıdır. Sentezleme reaksiyonlar sırasındaki etki alanını, dinamik reaksiyonların (reaksiyon oranı, reaksiyon mekanizmasına) etkisi ve ürünlerin doğası (kompozitlerin faz bileşimleri ve katı çözeltilerdeki elemental dağılımları) belirlemektedir. (Biswaa vd., 2002)

### 3.4. Yanma sentezinin avantajları ve dezavantajları

Yanma Sentezi işlemi, yüksek sıcaklıklar, hızlı ısıtma oranları ve kısa tepki süreleri ile karakterize edilir. Bu özellikler, yanma sentezini klasik fırın sentezi yöntemlerine kıyasla, yeni malzemeler için potansiyel ve düşük maliyetlerle ticari sentez için cazip bir yöntem haline getirir. Açıkta ki, sentez için gerekli aparat nispeten kolaydır, çünkü özellikle materyalin ısıtılması için ilave bir ekipmana ihtiyaç duyulmaz. Buna ek olarak, konvansiyonel fırınların bir yanma sentezi cihazıyla değiştirilmesinin çalışma alanı gereksinimlerinin önemli ölçüde azalmasına yol açtığı bildirilmiştir. Son olarak, düşük güç gereksinimleri nedeniyle, yanma sentezi teknolojisi, dış mekânda uygulanabilir olan az sayıdaki malzeme sentezi yöntemlerinden biridir. (Varma vd., 1988)

İşlem açısından yanma sentezi üretimde birkaç avantaj sunmaktadır. Önde gelen ilk avantajlarından biri, sentez için gereken enerjinin sadece harici bir kaynaktan ziyade kimyasal tepkime ısısı ile sağlanmasıdır. Bundan başka, katman-bazlı yanma organize edildiğinde, reaktan yükünün ısıtılması her bölge aynıdır. Öte yandan, dış kaynaklı ısıtma malzemeleri, sentez sırasında sıcaklık değişimlerine, bu da ürünün istenmeyen düzensizliklerine neden olabilir. Bu etki özellikle büyük veya düzensiz şekilli cisimler için söylenebilir. Bazı durumlarda yanma sentezi sırasında sentez sıcaklıkları, geleneksel fırınlarda elde edilenden daha yüksek olabilir. (Varma vd., 1988)

Yanma sentezi yöntemleri ile üretim zamanı, geleneksel toz metalürjisi yöntemlerinden çok daha kısadır. Ayrıca, malzemeler ve ürünler doğrudan yanma

dalgasında üretilebilir. Ayrıca, tepkime maddelerinin yanma dalgası hızına eşit bir hızda beslendiği sürekli bir üretim süreci gerçekleştirilebilir. (Varma vd., 1988)

Yanma sentezi tarafından üretilen malzemelerin kalitesi diğer önemli bir konudur. Prosesin cazip yönlerinden biri, yüksek sıcaklıkta materyal üretebilme kabiliyetidir, çünkü yüksek sıcaklıklar reaktanlara absorbe edilen herhangi bir uçucu safsızlık tozunu temizlemektedir. Dahası, sıcaklık gradyanları, yanma dalgasında hızlı soğutma ile birleştiğinde, konvansiyonel yöntemlerle mümkün olmayan meta stabil fazlar ve benzersiz yapılar oluşturabilir. (Varma vd., 1988)

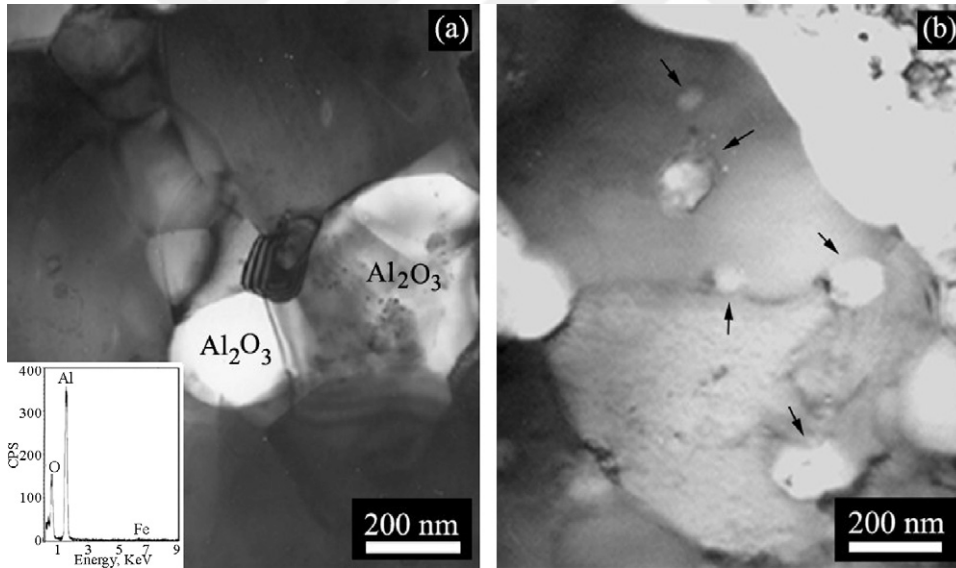
Yanma sentezini sınırlandıran faktörler ise üretilen ürünlerin mikro yapılarında gözlenen önemli miktarlarda porozite ve sınırlı süreç kontrolü oluşturmaktadır. Yanma sentezinde reaksiyon kinetikleri hızlıdır ve geleneksel işlemlerle karşılaştırıldığında, maksimum sıcaklık çok kısa zaman aralığında korunmaktadır.(Morsi, 2001)

Yanma sentezi ile üretilen ürünlerin mikro yapılarında mevcut porozitelerin nedenleri;

1. Ham yoğunlukta mevcut olan poroziteler,
2. Makroskopik genişlemenin sebep olduğu Kirkendall porozitesi,
3. Reaksiyon boyunca meydana gelen düşük kaynama noktasındaki empüritelerin ve gaz fazlarının oluşması (yüksek sıcaklık ile genişleyen bu fazlar, gözenekliliğe sebep olabilir ve reaksiyonlar yoğunluğu arttığı zaman patlayabilir.),
4. Yanma sıcaklığında üründe ergime gerçekleşmesi durumunda, katılaşma sırasında porozite oluşabilmektedir,
5. Reaktanların ve ürünlerin arasındaki hacim değişikliğinden kaynaklanan poroziteler şeklinde sıralanabilir. (Morsi, 2001)

#### 4. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Li, vd., 2008 yılında yaptıkları çalışmalarda nano alfa- $\text{Al}_2\text{O}_3$  dispersiyonlu a-Fe (Al) – $\text{Fe}_3\text{Al}$  bazlı alaşımın mikroyapı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Nanometrik  $\text{Al}_2\text{O}_3$  parçacıkları, alfa-Fe (Al) – $\text{FeAl}$  matrisinde homojen olarak dağıtılmış,  $1300^\circ\text{C}$ 'de 30 dakika boyunca sıcak preslenen kompozitler için daha yüksek kırılma tokluğu ( $39 \text{ MPa m}^{1/2}$ ) ve eğilme dayanımı (1260 MPa) elde edilmiştir. TEM gözleminde (Şekil 4.1.), yüksek mukavemet ve kırılma tokluğunun, hem granül hem de tanecikler arasında  $\text{Al}_2\text{O}_3$  taneleri içeren bir mikro yapı ile ilişkili olduğunu göstermiştir. Sinterlenmiş numuneler plastik bir şekilde deforme olmuşlardır. Tanecik kuvvetlendirme ve dispersiyon kuvvetlendirme mekanik özelliklerin iyileştirilmesine katkıda bulunmuştur. (Lia, 2009)



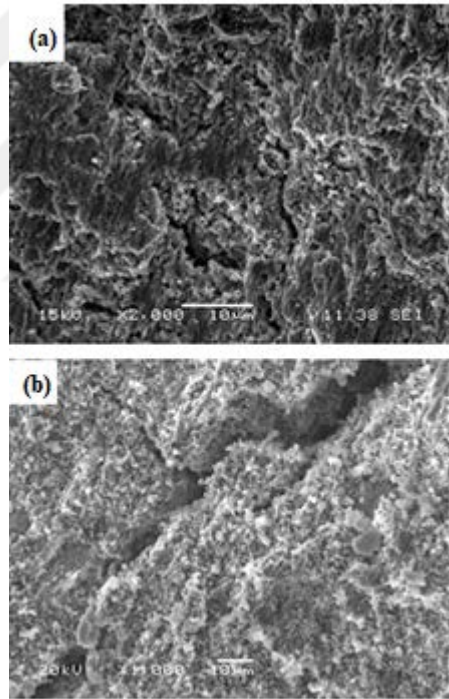
Şekil 4.1.  $1250^\circ\text{C}$ 'ye de sıcak preslenmiş numune için (a) intergranüler ve (b) intragranüler  $\text{Al}_2\text{O}_3$  gösteren matris de TEM mikrografı ((a) 'da eklenmiş olan beyaz tanenin EDS modeli ve (b) oklar  $\text{Al}_2\text{O}_3$  taneleri). (Lia, 2009)

Yaping vd., 2012 yılında yaptıkları bir çalışmada  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -ağ.%20- $\text{Al}_2\text{O}_3$  ultra ince taneli kompozitler, plazma aktive sinterleme (PAS) ile mekanik alaşımlama (MA) ile hazırlanmış ve  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -ağ.%20 $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozitler ve  $\text{Fe}_3\text{Al}$  alaşımlarının mikro yapıları, X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dispersif spektrum (EDS) ve transmisyon elektron mikroskobu (TEM) ile incelemiştir. Fe-Al-Fe O sistemlerinin kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS) Mekanik Alaşımlama



ile indüklenmiştir.  $Fe_3Al$ -ağ.%20- $Al_2O_3$  alaşımlarının sinterleme nispi yoğunluğu% 99'dur. Tozların ve sinterleme örneklerinin yapısı düzensiz  $Fe$  ( $Al$ ) katı çözeltisi ve alfa- $Al_2O_3$ 'ten oluşmuştur. Sinterleme sıcaklığı  $1100^\circ C$  iken,  $Fe_3Al$ -ağ.%20- $Al_2O_3$  kompozitlerinin makro-kimyasallık değeri 56.9 HRC ve  $Fe_3Al$   $1000^\circ C$  alaşımlarından 8,9 daha yüksektir.

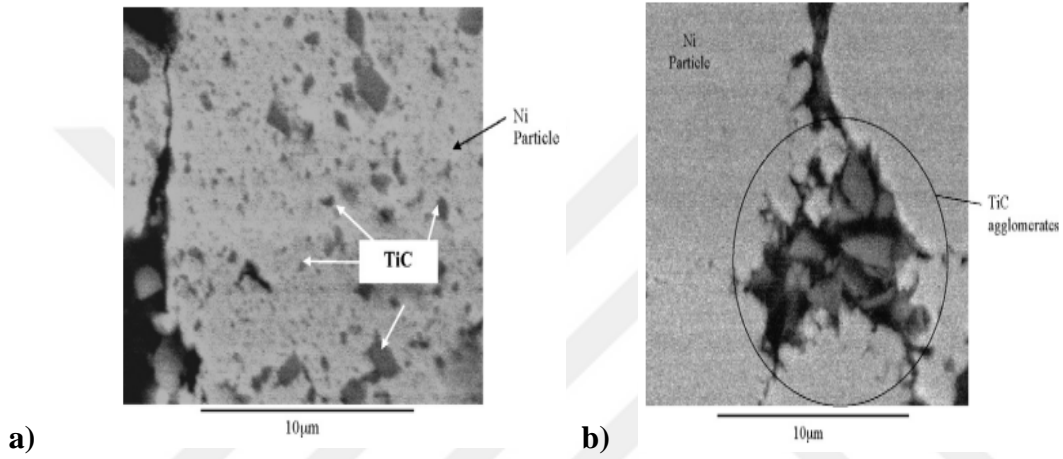
$Fe_3Al$ -ağ.%20- $Al_2O_3$  alaşımlarının  $25-400^\circ C$  aralığında sıkıştırma verim gücü  $Fe_3Al$  alaşımlarından daha düşük olmuştur (Şekil 4.2.). Fakat sıcaklık  $400^\circ C$ 'den yüksek olduğunda, aynı sıcaklıktaki  $Fe_3Al$  alaşımlarından daha yüksektir.  $Fe_3Al$  alaşımlarındaki ağ.%20- $Al_2O_3$  sıcaklık  $400^\circ C$ 'den yüksek olduğunda  $Fe_3Al$  alaşımlarındaki kuvvetli düşüşü artırabileceği düşünülmektedir. (Yaping vd., 2012)



Şekil 4.2.  $Fe_3Al$ -ağ.%20- $Al_2O_3$  kompozitlerinin kırılma yüzeyleri sırasıyla  $25^\circ C$  ve  $400^\circ C$ 'de. (a)  $25^\circ C$   $2000\times$ ; (c)  $400^\circ C$   $1000\times$ ; (Yaping vd., 2012)

Morsi ve arkadaşları yapmış oldukları benzer bir çalışmada yeni mikro yapısal tasarımının ve işlem sıcaklığının, gaz boşlukları üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Ergimiş alüminyumun yolundan seramik katkıları kaldırmak ve alüminyumun daha iyi dağılmasını sağlamak amacıyla ham pelete yeni mikro yapısal bir tasarım yapılmıştır. Dışarıdan herhangi bir basınç uygulamadan yüksek ürün yoğunluğu elde etmişlerdir. Öğütme sonrası Ni-TiC kompozit eldesi ve ardından düşük ergime noktasına sahip faz olan

alüminyum tozuyla karıştırılması sonucu bir toz karışımı elde edilmiştir. Ardından sıkıştırılarak pelet elde edilmiş ve hacim yanma sentezi prosesi 700, 900, 1164°C'a ısıtılarak uygulanmıştır. Yeni tasarımda nikel tozları içinde TiC oldukça iyi bir şekilde dağılmıştır (Şekil 4.3.-a ). TiC'ün yapıda çok küçük parçalara ayrılmış olduğu gözlemlenmiştir. Ancak (Şekil 4.3.-b) eski yöntemde- klasik toz karıştırma ve briketleme- TiC parçacıkların büyük bir kısmı farklı bölgelerde aglomere-topaklaşmış halde bulunduğu ve iyi bir dağılım sağlanamadığı gözlemlenmiştir. (Morsi ve Wang., 2008)



Şekil 4.3. a)Yeni yöntemle b) geleneksel yöntemle elde edilen toz karışımından elde edilen toz karışımının briket halindeki halindeki enine kesit SEM görüntüsü. (Morsi ve Wang., 2008)

## 5. MATERİYAL VE YÖNTEM

### 5.1. Materyal

Yapılan deneylerde başlangıç tozları olarak demir, alümina ve alüminyum tozları kullanılmıştır. Başlangıç toz karışımında kullanılan elementel Al ve Fe tozları Alfa Aesar firmasından, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozları Eti Alüminyum A.Ş.'den temin edilmiştir.

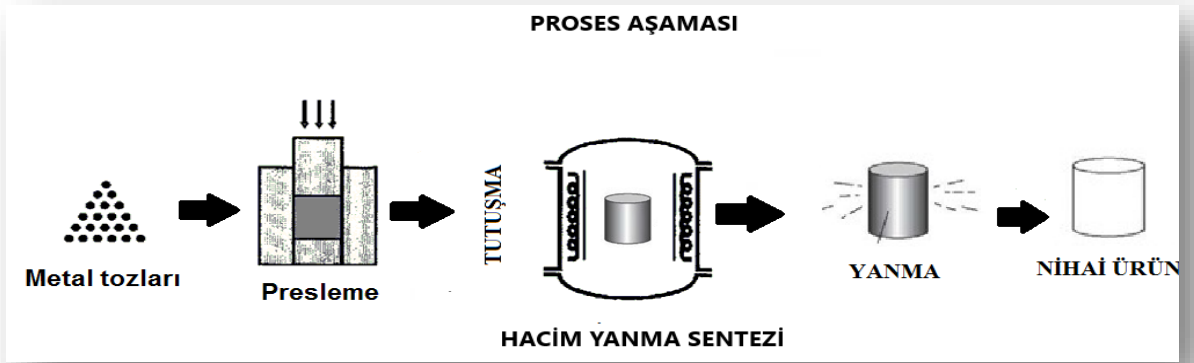
### 5.2. Yöntem

Tez çalışması kapsamında hacimsel yanma sentezi yöntemi ile farklı oranlarda (hac.%5-15-20) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeren Fe<sub>3</sub>Al matrisli kompozit numuneler üretilmiştir. Fe<sub>3</sub>Al için uygun stokiometrik olarak hesaplanan Fe ve Al(at.%28Al) toz oranları kullanılmıştır. İki farklı karıştırma işlemi ile kompozit üretimi gerçekleştirilmiştir;

I. İşlem (Kısa Süreli): Fe-Al-(hac.%5-15-20)Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> olarak hazırlanan toz karışımları 250 rpm'de 30 dk homojen olarak karıştırılmış ve 420, 630 ve 850 MPa başlangıç basınçlarında preslenmiştir.

II. İşlem (Uzun Süreli): Fe-(hac.%5-15-20)Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozları değirmende 450 rpm'de 1 saat ve 250 rpm'de 4 saat karıştırılmıştır. Daha sonra Al tozu ilave edilerek kısa süreli karıştırma gerçekleştirilmiştir.

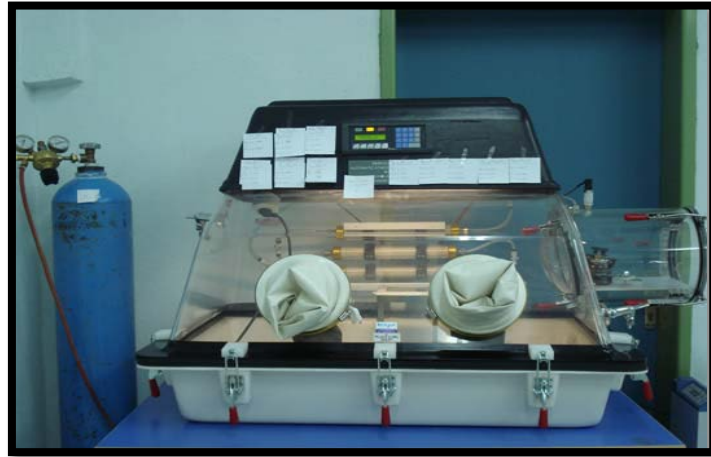
Hazırlanan karışımlar 420, 630 ve 850 MPa presleme işleminin ardından hazırlanmış olan yanma sentezi düzeneklerinde numuneler sentezlenmiştir. Şekil 5.1. deneyde uygulanan süreç aşaması verilmiştir.



Şekil 5.1 Deneyde uygulanan proses aşamaları

### 5.2.1. Numunelerin hazırlanması

Hac.%5-15-20 stokiyometrik oranlarında  $Al_2O_3$  içeren Fe-Al- $Al_2O_3$  toz karışımlarının hazırlanma işlemi, metal tozlarının oksitlenmesini önlemek amacı ile yüksek saflıkta argon atmosferi içeren ve aşağıda (Şekil 5.2.) gösterilen vakum odasında (glovebox) gerçekleştirilmiştir. Vakum odasında bulunan 0,0001 gr hassasiyetindeki terazi ile tartılarak, karışım tozları hazırlanmıştır. Tozların hazırlanması için aşağıdaki Şekil 5.3'te görülen paslanmaz çelik viyaller ve Şekil 5.4'de görülen değirmen ve kullanılmıştır.



Şekil 5.2 Vakum Odası(Glovebox)



Şekil 5.3 Çelik karıştırıcılar

Kısa süreli işlem için Fe-Al-(hac.%5-15-20)Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozları, 3 adet 12 mm'lik çelik bilyeler ile birlikte viyalere konularak bilyalı değirmende 250 rpm hızında 30 dakika süresince 10 dk'lık Şekil 5.4 te Frisch marka değirmenle ters çevrimlerinde karıştırılmıştır. Uzun süreli işlem için Fe-(hac.%5-15-20) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozları ve paslanmaz çelik bilyalar(3-6-12 mm çaplarında) ısınmayı engellemek için alkol içinde viyalere konularak bilyeli değirmende 4 saat süresince 15 dk'lık ters çevrimlerinde ve 250 rpm'de karıştırılmıştır. Karıştırma işleminde kullanılan çelik bilyelerin hazırlanan toz karışıma oranı 4/1'dir.



Şekil 5.4 Deneyde kullanılan değirmen

### 5.2.2. Presleme

Elde edilmiş olan toz karışımlarının her biri 2 gr ölçülerek, Şekil 5.5' te verilen hidrolik el presinde preslenmiştir. Presleme işlemi, her biri 10,1 mm iç çapa sahip aşağıdaki Şekil 5.6.'da gösterilmiş olan çelik kalıplarda yapılmıştır. Presleme, 420, 630 ve 850 MPa basıncı altında 10 dakika süre ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.5 Hidrolik el presi



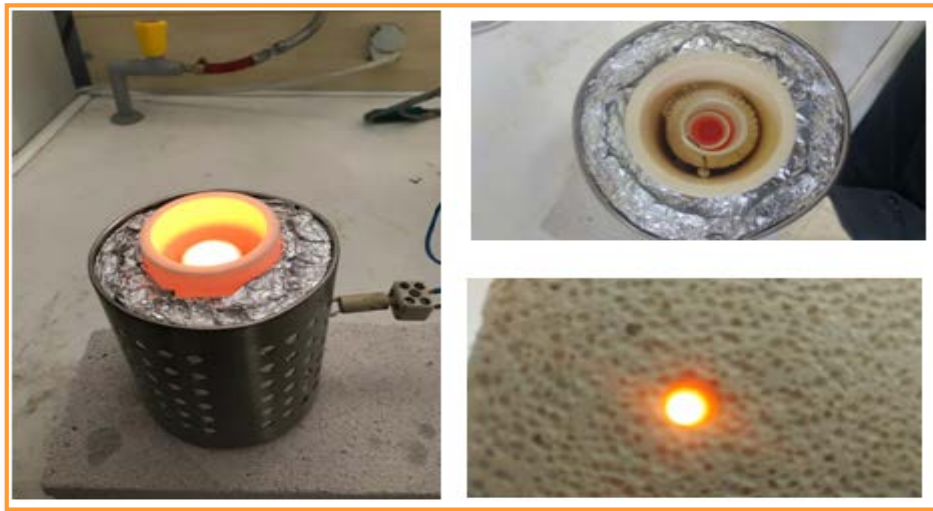
Şekil 5.6 Çelik presleme kalıbı

### 5.2.3. Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit üretimi

Preslenmiş numunelerden alaşım üretimi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümü laboratuvarında yanma sentezi düzeneğinde (hacim yanma sentezi) gerçekleştirilmiştir. Hacim yanma sentezi düzeneğinde ısıtıcı tel ile çevrelenmiş refrakter içerisine yerleştirilmiş numunenin hacimsel olarak DTA analizi sonucuna göre 640°C ısıtılması ile sentezleme yapılmıştır. Yanma sentezi reaksiyonları açık atmosfer altında gerçekleştirilmiştir. Aşağıda Şekil 5.7.'de deneyde kullanılan varyak, Şekil 5.8'de ise deney için kullanılan yanma sentezi düzeneği ve numunenin sentezlenme aşaması gösterilmiştir.



Şekil 5.7 Deneyde kullanılan varyak



Şekil 5.8 Yanma sentezi düzeneği ve numunenin sentezlenme aşaması

#### 5.2.4. Metalografik incelemeler

Numunelerin metalografik incelemeleri standart numune hazırlama yöntemlerine göre sırasıyla 180, 400, 800, 1000 ve 1200 meshlik zımparalar ile zımpara kademelerinden geçirilmiş ve daha sonrasında 3  $\mu\text{m}$ ' lik elmas pasta ile parlatılmıştır. Gözeneklilik için numuneler parlatma aşamasından sonra incelenmiştir. Hazırlanmış olan numunelerin mikro yapı incelemeleri Şekil 5.9'da gösterilmiş olan Leica S8AP0 marka optik mikroskop ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.9 Optik Mikroskop

#### 5.2.5. X-ışınları difraksiyon analizi

Üretilen numunelerin faz analizi Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji ve Araştırma Merkezi Laboratuvarların da. Shimadzu marka X-ışınları kırınım (XRD) cihazında 20-90 derece aralığında taranarak gerçekleştirilmiştir.

#### 5.2.6. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve elementel analiz incelemesi (EDS)

Farklı karıştırma işlemi ve Farklı presleme basınçlarında preslenen  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.-%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  metallerearası bileşik kompozit malzemelerin şekilsel incelenmesinde Şekil 5.10.'de



gösterilen JEOL JSM 5600LV marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Ayrıca numune fazlarından EDS analizleri alınmış ve elementel değişimler tespit edilmiştir.



Şekil 5.10 Taramalı elektron mikroskobu

### 5.2.7. Mikro sertlik ölçümleri

Aşağıda Şekil 5.11’de gösterilen FM-800 Vickers sertlik ölçme cihazı ile 0,3 kgf yük altında 10 saniye boyunca uygulanarak numunelerin mikro sertlik değerleri ölçülmüştür. Sertlik değerleri 5 ayrı ölçümün ortalaması hesaplanarak tespit edilmiştir.



Şekil 5.11 Vickers sertlik ölçme cihazı

### 5.2.8. Yoğunluk ölçümleri

Numunelerin yoğunluk ölçümleri iki farklı şekilde gerçekleştirilmiştir. Öncelikle sentezleme öncesinde silindirin hacmini kullanarak teorik olarak yoğunluklar ölçülmüştür.

Numunelerin sentezleme sonrası yoğunlukları ise Arşimet yöntemi kullanılarak Precisa marka yoğunluk ölçüm cihazı ile yapılmıştır. Bu cihaz, numunelerin havadaki kuru ağırlıklarını, su içindeki ağırlıklarını yüksek hassasiyetle ölçerek numunelerin yoğunluklarını belirlemektedir.

Bu yöntemde numunelerin saf su içindeki ağırlığı, kuru ağırlığı ve ölçüm yapılan suyun sıcaklığı belirlenip, aşağıdaki verilmiş olan eşitlik 5.1'e göre su emme, eşitlik 5.2'ye göre yığın yoğunluk, eşitlik 5.3'e göre görünür katı yoğunluğu, eşitlik 5.4'e göre % görünür porozite, eşitlik 5.5'e kompakt numunenin yoğunluğu, eşitlik 5.6'ya hacim hesaplama eşitlik 5.7'ye göre toplam porozite ve eşitlik 5.8'e göre kompozit numunelerin yoğunlukları hesaplanmıştır.



Şekil 5.12 Yoğunluk ölçüm cihazı

$$\text{Su emme (\%)} = (W_D - W_K) / W_K \times 100 \quad (5.1)$$

$W_K$  = Kuru numunenin havadaki ağırlığı (g)

$W_D$  = Su ya da sıvı emdirilmiş (doymuş) numunenin havadaki ağırlığı (g)

$$\text{Bulk yoğunluk:} = [W_K / (W_D - W_A)] \times \rho_{\text{sıvı}} \quad (5.2)$$

$W_K$  = Kuru numunenin havadaki ağırlığı (g)

$W_D$  = Su ya da sıvı emdirilmiş (doymuş) numunenin havadaki ağırlığı (g)

$W_A$  = Su ya da sıvı emdirilmiş numunenin su içindeki asılı ağırlığı (g)

$$\text{Görünür katı yoğunluğu} = [W_K / (W_K - W_A)] \times \rho_{\text{sıvı}} \quad (5.3)$$

$W_K$  = Kuru numunenin havadaki ağırlığı (g)

$W_A$  = Su ya da sıvı emdirilmiş numunenin su içindeki asılı ağırlığı (g)

$\rho_{\text{sıvı}}$  = Kullanılan sıvının (genellikle su) yoğunluğu

$$\% \text{ Görünür porozite} = [(W_D - W_K) / (W_D - W_A)] \times 100 \quad (5.4)$$

$W_K$  = Kuru numunenin havadaki ağırlığı (g)

$W_D$  = Su ya da sıvı emdirilmiş (doymuş) numunenin havadaki ağırlığı (g)

$W_A$  = Su ya da sıvı emdirilmiş numunenin su içindeki asılı ağırlığı (g)

$$\rho_i = m/V \quad (5.5)$$

$\rho_i$ : Presleme sonrası ölçümlerle elde edilen silindirik kompakt numunenin yoğunluğu

$m$ = Presleme sonrası numunenin ağırlığı (gr)

$V$ = Presleme sonrası numunenin hacmi ( $\text{cm}^3$ )

$$V = \pi \times l \times D^2 / 4 \quad (5.6)$$

$$\pi = 3,14$$

$l$ : Presleme sonrası numunenin uzunluğu (cm)

$D$ : Presleme sonrası numunenin çapı (cm)

$$\% \text{ Toplam porozite: } (1 - \rho_{\text{bulk}} / \rho_{\text{teorik}}) \times 100 \quad (5.7)$$

Kompozit numunelerinin göreceli yoğunlukları ( $\rho_{\text{göreceli}}$ ) Arşimet yoğunluk deneyi ile ölçülmüştür. Hac.%5-15-20  $\text{Al}_2\text{O}_3$  içeriğine sahip kompozitlerin teorik yoğunlukları aşağıdaki formüle göre sırasıyla 6,51  $\text{gr}/\text{cm}^2$ , 6,13  $\text{gr}/\text{cm}^2$ , 5,96  $\text{gr}/\text{cm}^2$  olarak hesaplanmıştır.

$$\rho_{\text{kompozit}} = [W_{\text{Fe}_3\text{Al}} + W_{\text{Al}_2\text{O}_3}] \div [(W_{\text{Fe}_3\text{Al}} \div \rho_{\text{Fe}_3\text{Al}}) + (W_{\text{Al}_2\text{O}_3} \div \rho_{\text{Al}_2\text{O}_3})] \quad (5.8)$$

$\rho_{\text{kompozit}}$ : Kompozitin Teorik Yoğunluğu

$W_{\text{Fe}_3\text{Al}}$ :  $\text{Fe}_3\text{Al}$ 'nin ağırlık kesri

$W_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ :  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 'ün ağırlık kesri

$\rho_{\text{Fe}_3\text{Al}}$  =  $\text{Fe}_3\text{Al}$ 'nin yoğunluğu (6,72  $\text{gr}/\text{cm}^3$ )

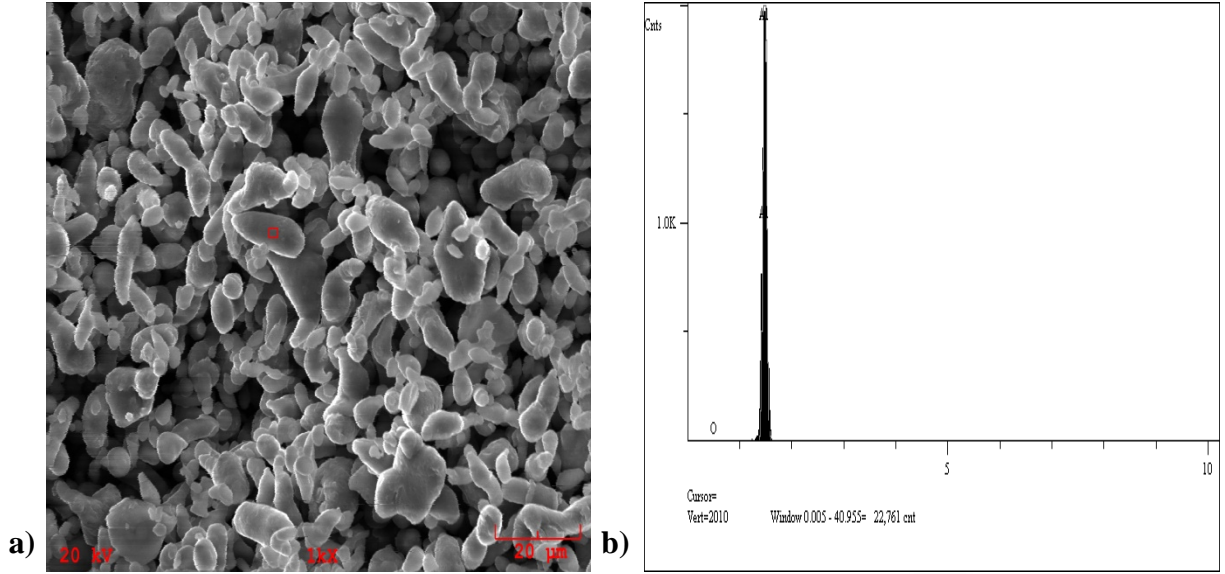
$\rho_{\text{Al}_2\text{O}_3}$  =  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 'ün yoğunluğu (3,95  $\text{gr}/\text{cm}^3$ )

## 6. BULGULAR VE TARTIŞMA

Hacim yanma senteziyle üretilen bazı  $Fe_3Al$  metallerearası bileşik matrisli kompozit malzemelerin gözeneklilik ve mikrosertlik özelliklerinin incelenmesi başlığı altında yapılan çalışmada, farklı başlangıç presleme basınçlarının ve farklı karıştırma yöntemleri kullanımının hazırlanan numunelerin kurulan hacim yanma sentezi düzeneği ile üretimleri kompozitlerin gözeneklilik ve sertlik özelliklerine etkisi belirlenmiştir. Yapılan çalışmada 420, 630 ve 850 MPa presleme basınçlarında  $Fe_3Al$ -hac.5%- $Al_2O_3$ ,  $Fe_3Al$ -hac.15%- $Al_2O_3$  ve  $Fe_3Al$ -hac.20%- $Al_2O_3$  uzun karıştırma işlemi uygulanarak toplam 9 adet kompozit numune ve 420, 630 ve 850 MPa presleme basınçlarında  $Fe_3Al$ -hac.20%- $Al_2O_3$  kısa karıştırma işlemi uygulanarak toplam 3 adet kompozit numune üretilmiştir.

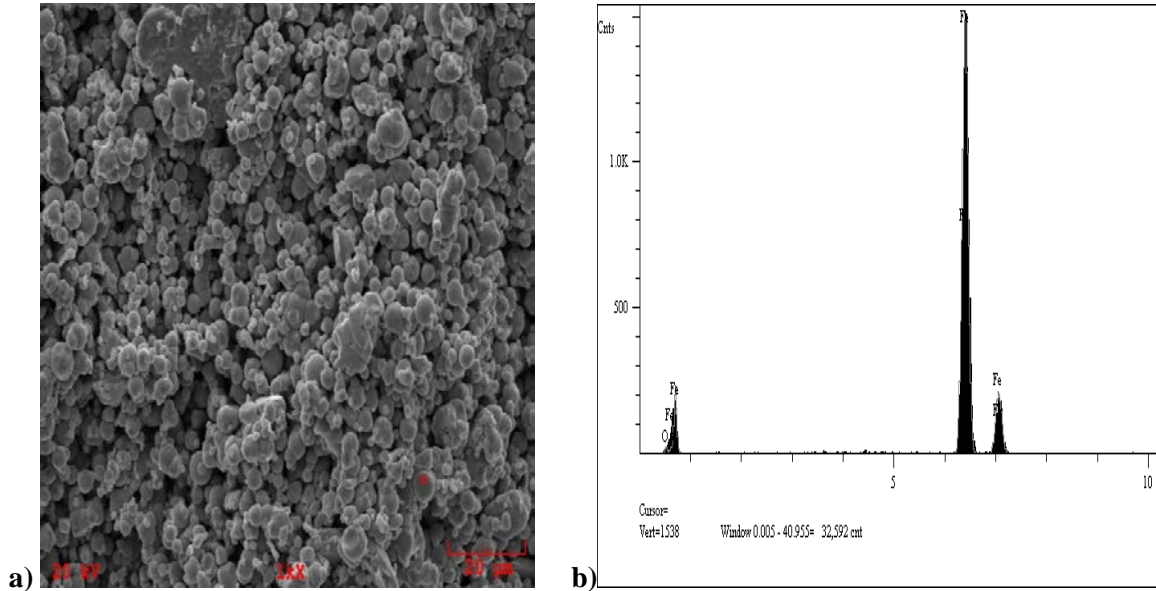
### 6.1. Kullanılan tozların özelliklerinin incelenmesi

Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi yöntemiyle  $Fe_3Al$  kompozit malzemelerinin üretiminde başlangıç tozu olarak Fe (Alfa Aesar, % 99,9 saflık, <10 mikron), Al (Alfa Aesar, % 99,5 saflık, -325 mesh) ve  $Al_2O_3$  (Eti Alüminyum A.Ş.) kullanılmıştır. Bu tozların saklama koşullarında oksitlenme olasılığına karşılık ve toz şeklinin saptanabilmesi için SEM-EDS analizleri yapılmış ve numune üretiminde kullanılan başlangıç tozlarının özellikleri incelenmiştir. Aşağıdaki Şekil 6.1.'de kullanılan Al tozunun SEM mikro yapısı ve belirtilen noktadan alınan EDS analizi verilmiştir. Belirtilen noktanın EDS analizi sonucunda % 0,050 oranında bir oksijen tespit edilmiştir.

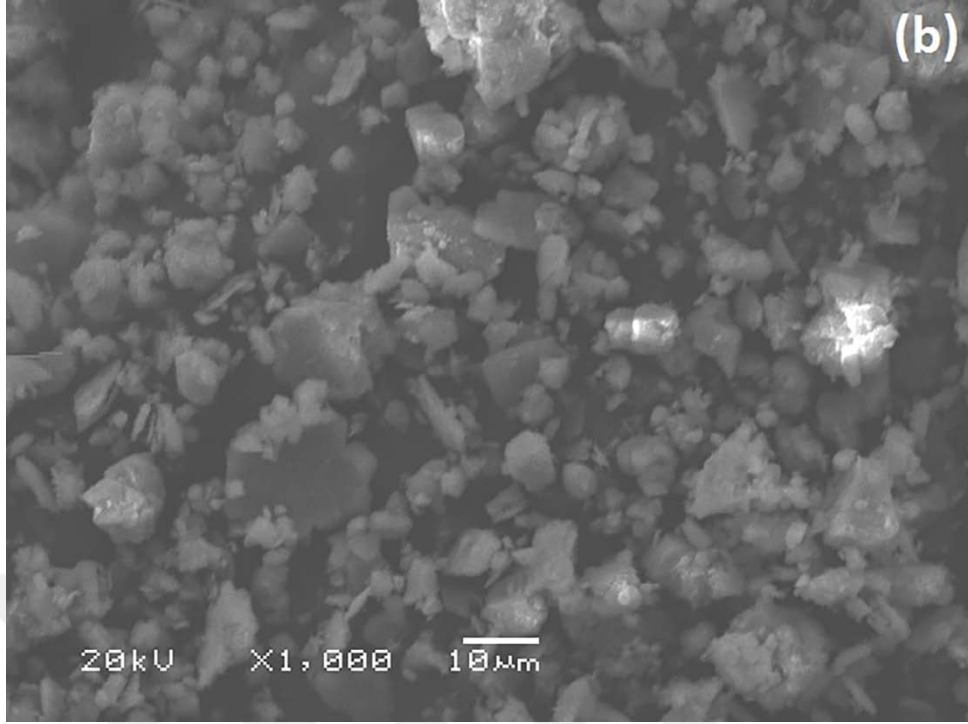


Şekil 6.1. Alüminyum tozunun a) SEM mikro yapısı ve b) EDS analizi

Aşağıda verilen Şekil 6.2’de başlangıç tozu olarak kullanılan Fe (Alfa Aesar, % 99,9 saflık, <10 mikron) tozunun SEM mikro yapısı ve belirtilen noktadan alınan EDS analizi verilmiştir. Belirtilen noktanın EDS analizi sonucu % 0,871 oranında oksijen tespit edilmiştir. >10 mikron boyutuna sahip  $Al_2O_3$  tozuna ait SEM mikrografı Şekil 6.3’de verilmiştir.



Şekil 6.2. Demir tozunun a) SEM mikro yapısı ve b) EDS analizi



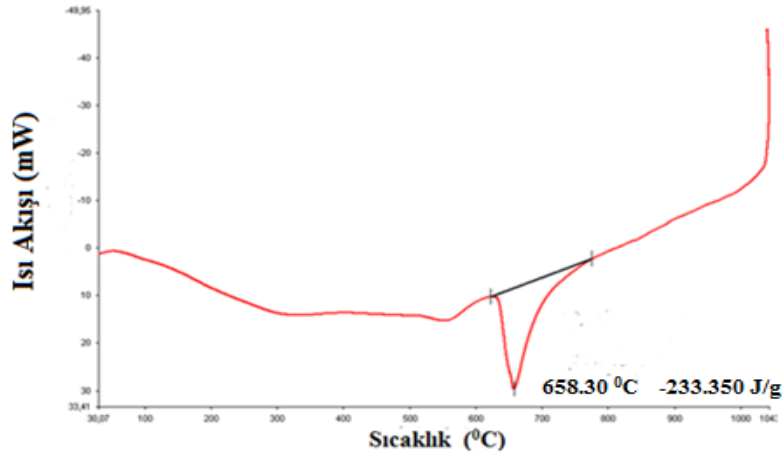
Şekil 6.3. Alümina tozunun SEM mikro yapısı

## 6.2. DTA analizi

Gerçekleştirilen DTA analiziyle uygun bileşimdeki numune toz karışımının sentezlenmesinde egzotermik reaksiyon sonucu açığa çıkan enerji gösterilmiştir. Sentezde, reaksiyon yoluyla metallerarası bileşik alaşımı oluşturmak için element bileşimleri arasında aşağıdaki Eşitlik 6.1’ de verilen egzotermik reaksiyon oluşur;



Alüminyum tozlarının ergime noktasına benzer yakın bir sıcaklıkta reaksiyon sentezi devreye girer. Oluşan ısı, alüminyumun komşu tabakalarının sıcaklığını yükseltir ve diğer metalin sıcaklığını yükselttiğinden, reaksiyon kendi kendine ilerler. Şekil 6.4’ de 630 MPa presleme basıncında preslenen ve hacim yanma sentezi ile üretilen  $\text{Fe}_3\text{Al}$  numunesinin DTA analizi verilmiştir.



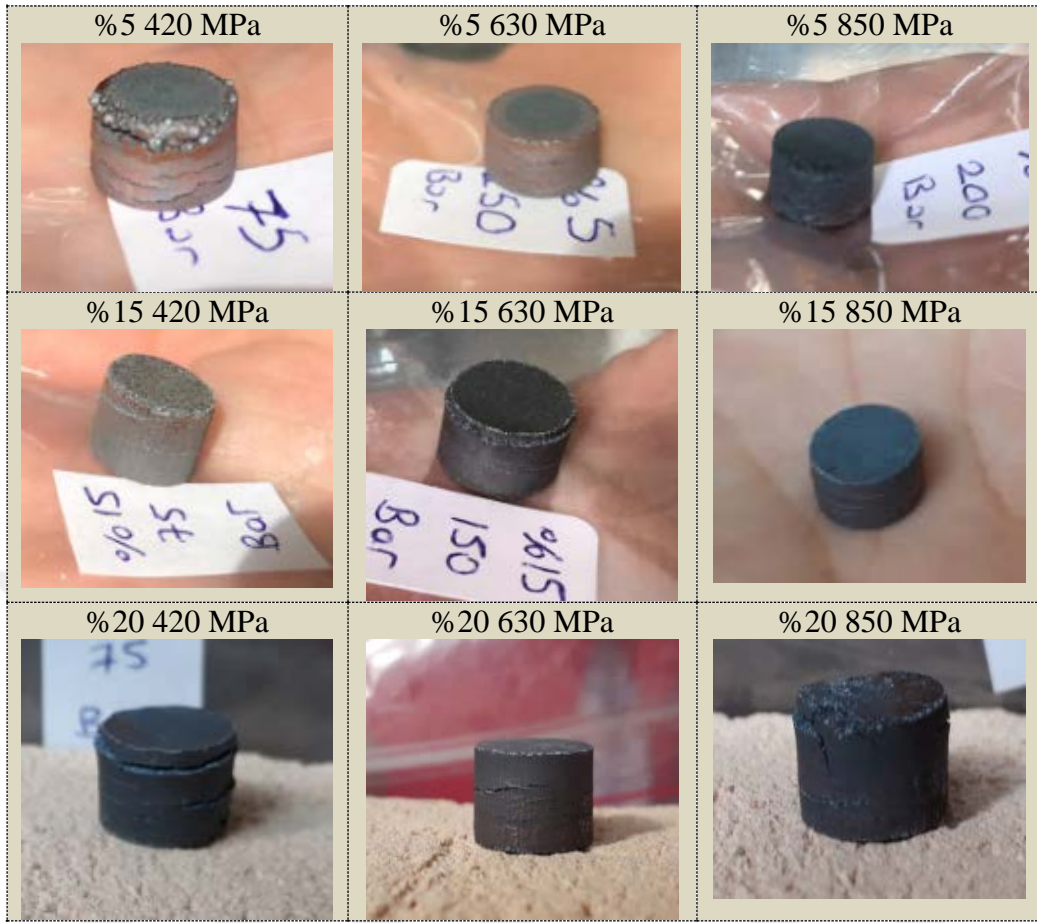
Şekil 6.4. 630 MPa presleme basıncında preslenen ve hacim yanma sentezi ile üretilen Fe<sub>3</sub>Al numunesinin DTA analizi

Şekil 6.4’de gösterilmiş olduğu gibi Fe<sub>3</sub>Al alaşımı için endotermik ve egzotermik reaksiyonların belirlenmesi için 1000°C’ye 10°C/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiş olan DTA analizi neticesinde yaklaşık olarak 660°C’de -233.350 J/g değerinde literatürle uyumlu ekzotermik pik tespit edilmiştir (Larikov vd., 1981).

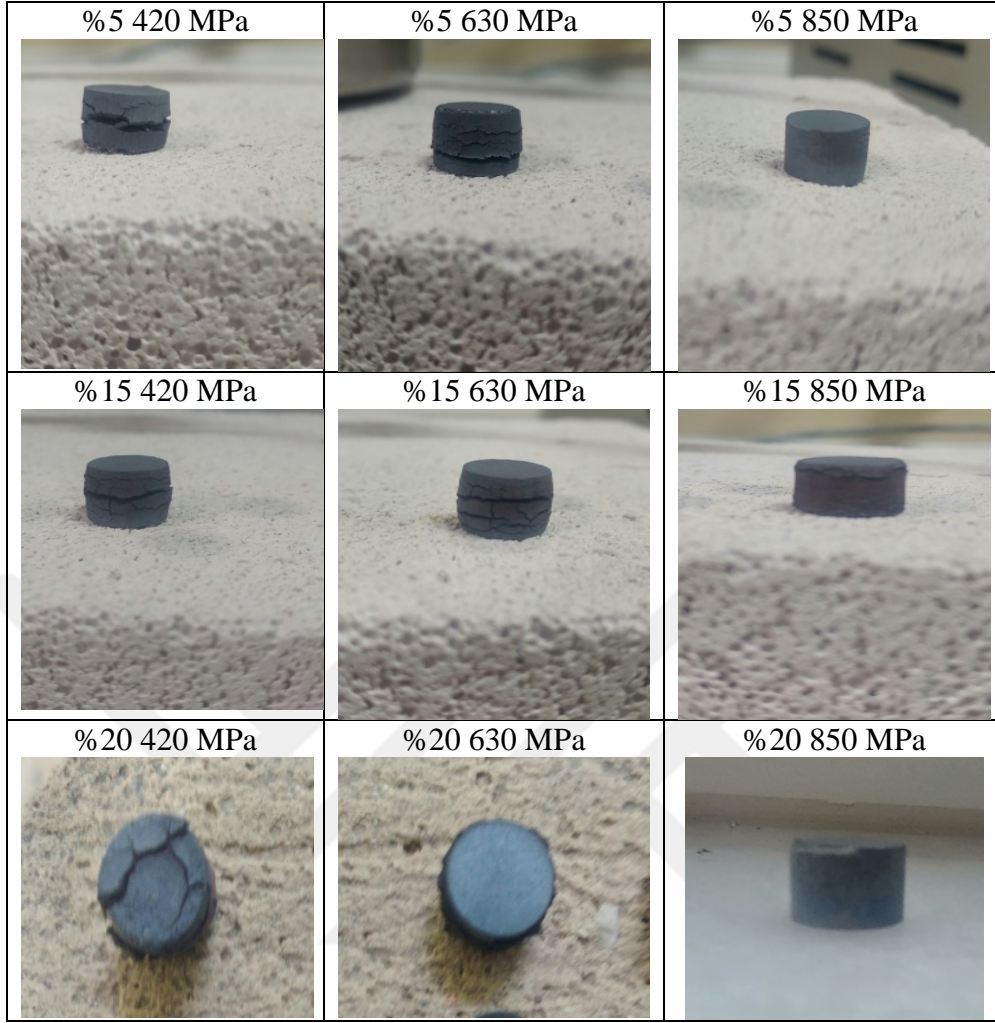
### 6.3. Metalografik incelemeler

Hacimsel Yanma Sentezi yöntemi ile üretilen Fe<sub>3</sub>Al Metallerarası bileşik matrisli kompozit malzeme numunelerine öncelikle metalografik incelemeler için sıcak kalıplama işlemi uygulanmıştır. Sıcak kalıplanan numuneler standart numune hazırlama yöntemlerine göre zımparalama ve parlatma işlemlerinden geçirilmiş olup hazırlanmış olan numunelerin mikro yapı incelemeleri yapılmıştır. Şekil 6.5. ve Şekil 6.6.’de numunelerin bakalitle kaplamadan önce resimleri verilmiştir.





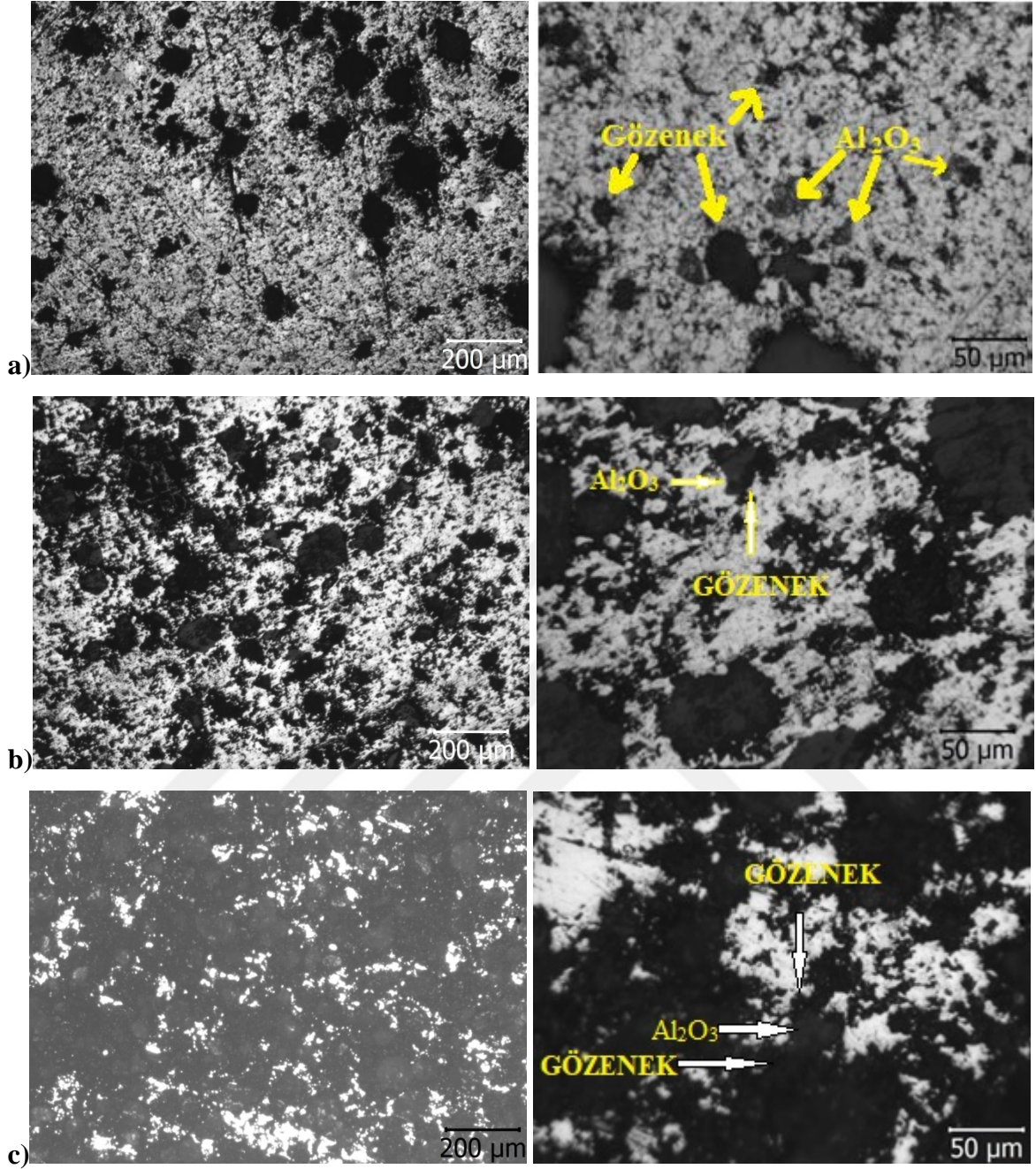
Şekil 6.5. Fe<sub>3</sub>Al-hac%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 30 dakika kısa karıştırma



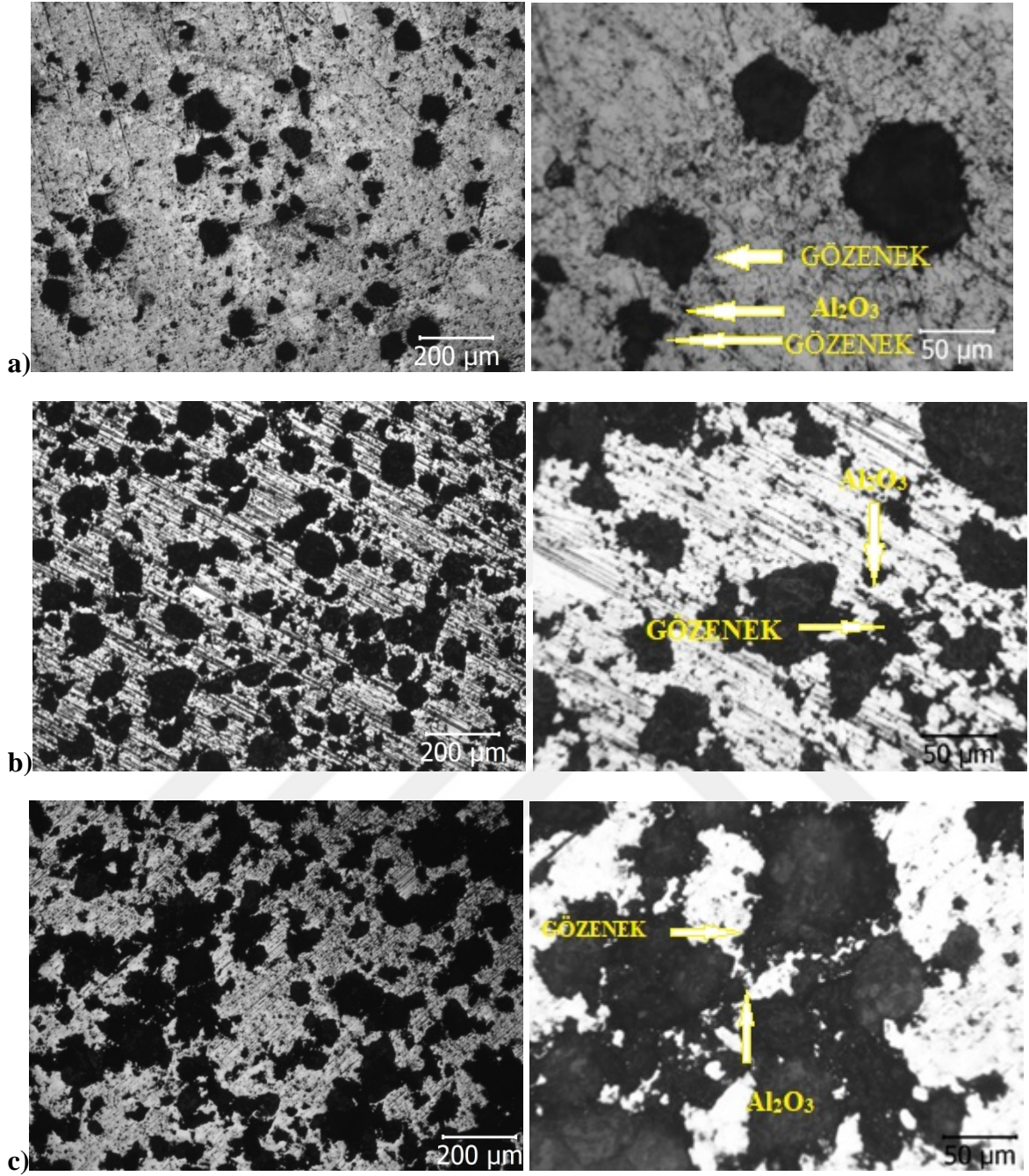
Şekil 6.6. Fe<sub>3</sub>Al-hac%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 4 saat uzun karıştırma

### 6.2.1. Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kısa karıştırma

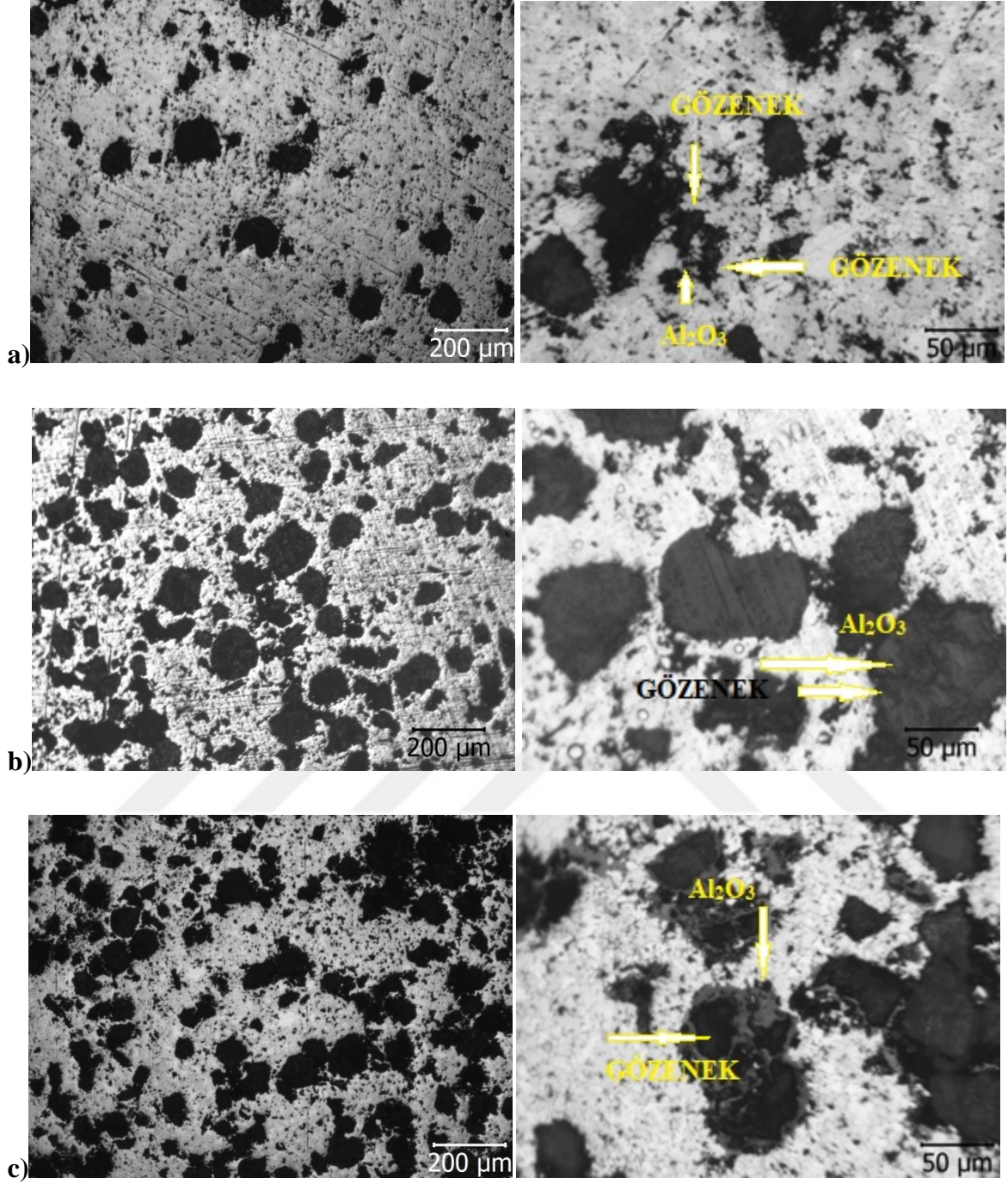
Hacim yanma işlemiyle sentezlenen Fe<sub>3</sub>Al-hac.5%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>Al-hac.15%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Fe<sub>3</sub>Al-hac.20%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, kompozit numunelerinin 420 MPa (Şekil 6.7. ), 630 MPa ( Şekil 6.8.) ve 850 MPa (Şekil 6.9.) başlangıç presleme basınçlarındaki 50x ve 200x büyütmelerde elde edilen optik mikroskop görüntüleri verilmiştir.



Şekil 6.7. 420 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.5%- $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.15%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.20%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.5%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  b)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.15%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  c)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.20%- $\text{Al}_2\text{O}_3$



Şekil 6.8. 630 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.5%- $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.15%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.20%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.5%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  b)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.15%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  c)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.20%- $\text{Al}_2\text{O}_3$



Şekil 6.9 850 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.5%- $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.15%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.20%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.5%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  b)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.15%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  c)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.20%- $\text{Al}_2\text{O}_3$

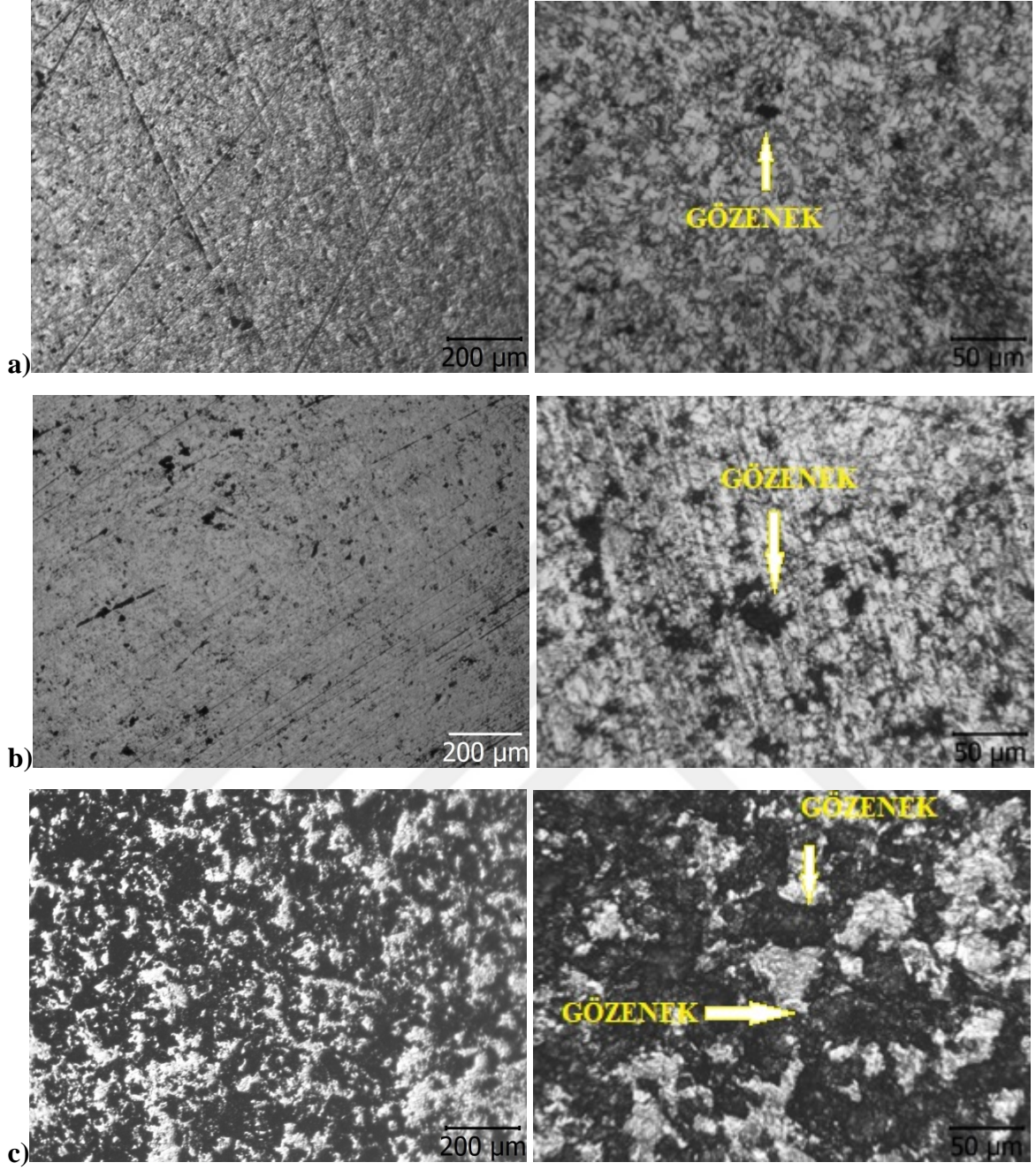
Optik mikroskopla gerçekleştirilen mikro yapı çalışmalarında farklı presleme basınçlarında preslenen kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde yoğun gözenek oluşumunun yanı sıra gözenek içinde ve duvarlarında kümelenmiş ve yoğunlaşmış olarak görüntülenen parçacıkların  $Al_2O_3$  olduğu düşünülmektedir (Şekil 6.7).

Farklı presleme basınçlarında (420-630-850 MPa) hacim yanma işlemiyle sentezlenen  $Fe_3Al$ -hac.5%- $Al_2O_3$ ,  $Fe_3Al$ -hac.15%- $Al_2O_3$  ve  $Fe_3Al$ -hac.20%- $Al_2O_3$ , kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde en az gözeneklilik  $Fe_3Al$ -hac.5% $Al_2O_3$  kompozit malzemesinde gözlemlenmiştir (Şekil 6.8.).

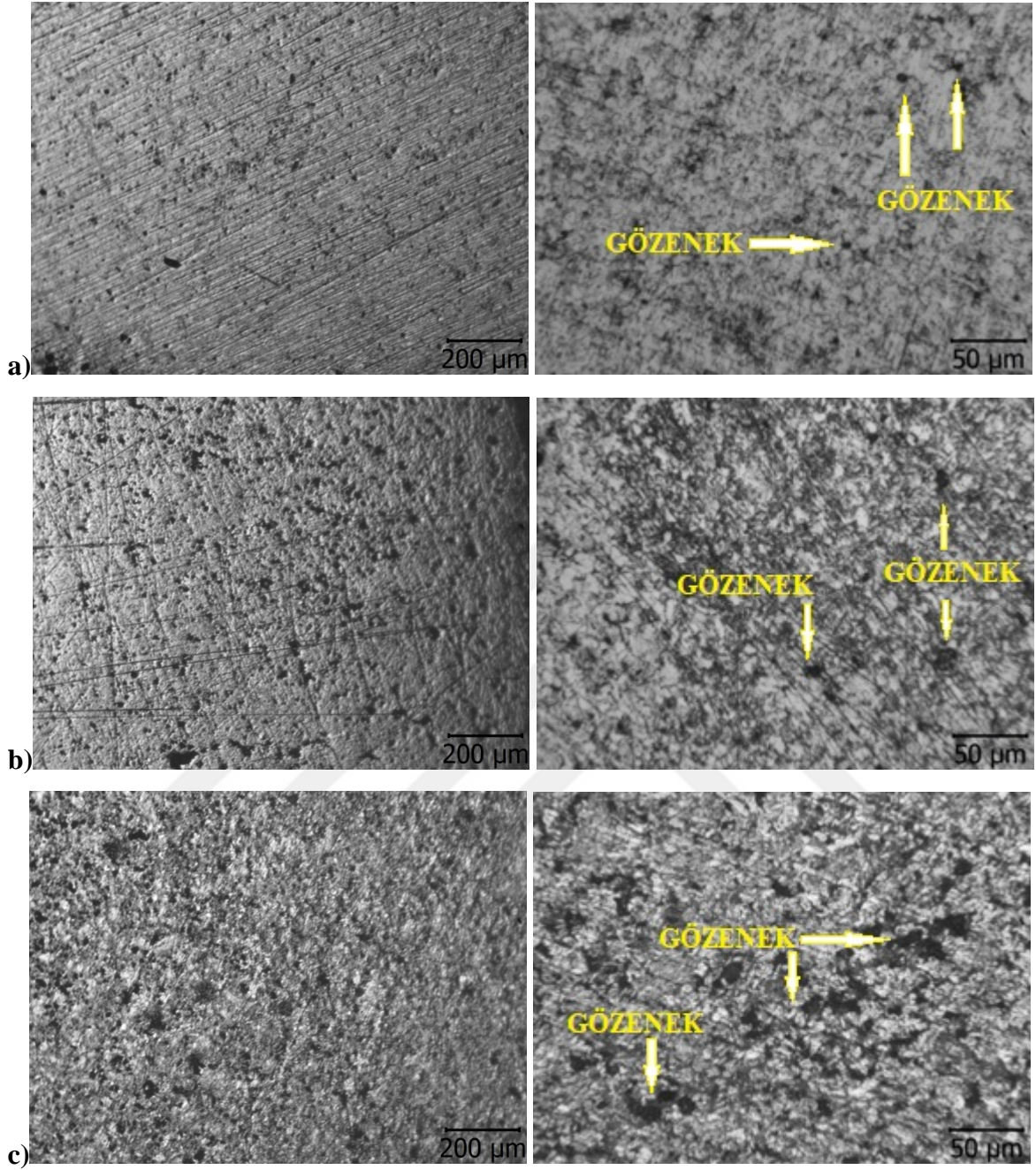
$Fe_3Al$ -hac.20%- $Al_2O_3$  kompozitin de ki gözlemlenen gözeneklilik tüm başlangıç presleme basınçları için diğer kompozitlere göre daha fazla olarak görüntülenmiştir (Şekil 6.9.).

### **6.2.2. $FeAl$ -hac.%- $Al_2O_3$ uzun karıştırma**

Fe ve  $Al_2O_3$  tozlarının 4 saatlik karıştırma süresinden sonra Al tozlarının ilave edilmesiyle elde edilen toz karışımlarının 420 MPa (Şekil 6.10.), 630 MPa (Şekil 6.11.) ve 850 MPa (Şekil 6.12) başlangıç presleme basınçlarında preslenmeleri sonrasında 50x ve 200x büyütmelerde elde edilen optik mikroskop görüntüleri verilmiştir.

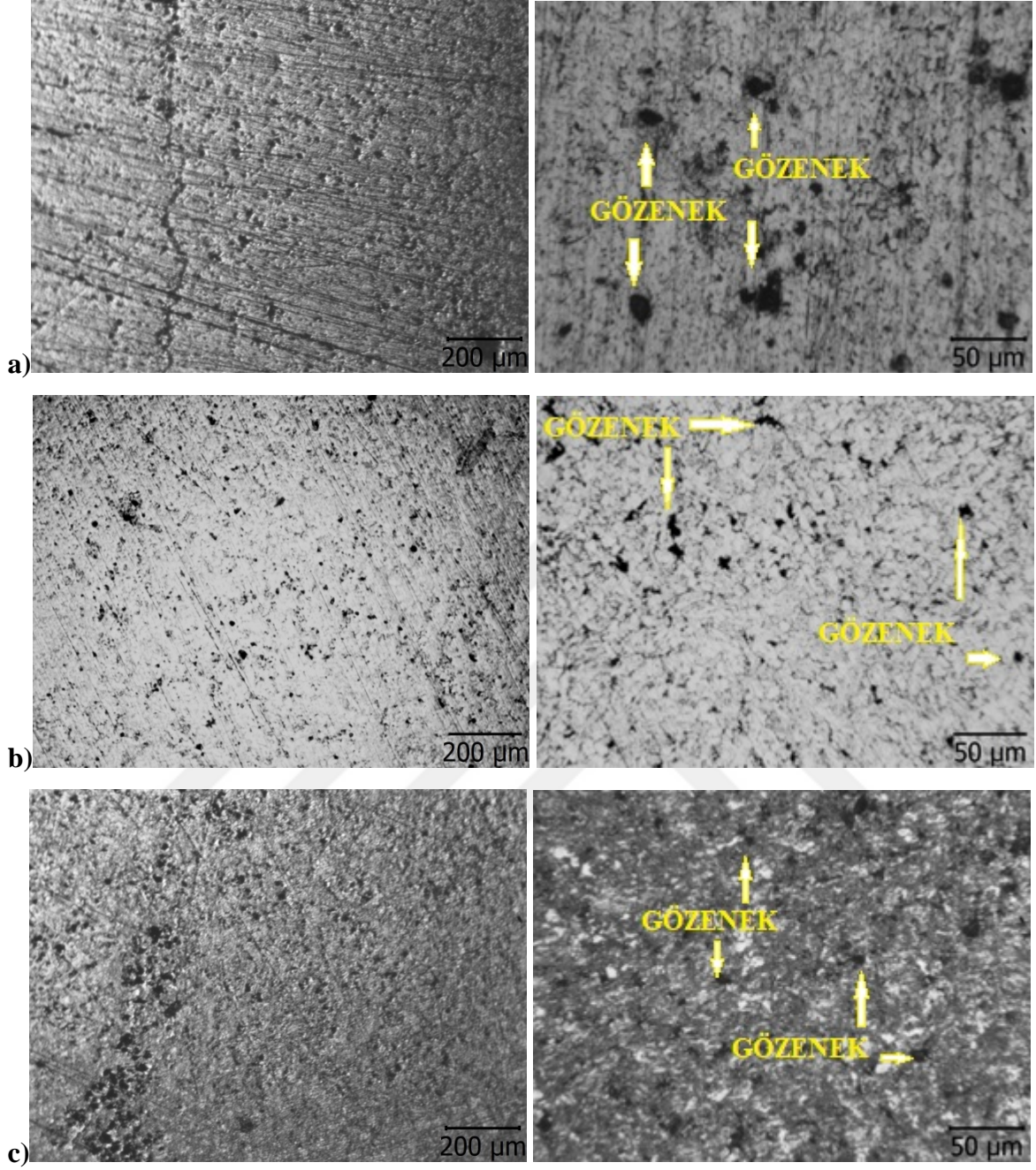


Şekil 6.10 420 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen Fe<sub>3</sub>Al-hac.5%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>Al-hac.15%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Fe<sub>3</sub>Al-hac.20%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a) Fe<sub>3</sub>Al-hac.5%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> b) Fe<sub>3</sub>Al-hac.15%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> c) Fe<sub>3</sub>Al-hac.20%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



Şekil 6.11. 630 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.5%- $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.15%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.20%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.5%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  b)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.15%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  c)  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.20%- $\text{Al}_2\text{O}_3$





Şekil 6.12. 850 MPa presleme basıncında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen Fe<sub>3</sub>Al-hac.5%- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>Al-hac.15% -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Fe<sub>3</sub>Al-hac.20% -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit numunelerinin 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri a) Fe<sub>3</sub>Al-hac.5%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> b) Fe<sub>3</sub>Al-hac.15% - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> c) Fe<sub>3</sub>Al-hac.20%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Tüm yanma sentezi yöntemlerinin kullanımlarını büyük ölçüde kısıtlayan faktörlerden biri önemli miktarlarda gözlenen gözeneklilik miktarı ve proses kontrolünün sınırlı olmasıdır. Gerçekleşen bu çalışmada, uzun işlemlerde ve kısa işlemlerde toz karıştırma işlemlerinin, presleme basıncının ve farklı oranlarda  $Al_2O_3$  ilavesinin gözeneklilik sorunu üzerindeki etkisi incelenmiştir. Optik mikroskopla gerçekleştirilen mikroyapı görüntüleme çalışmalarında, tüm numunelerde kısa işleme göre fark edilebilir oranda gözeneklilik azalması görüntülenmiştir.

Farklı başlangıç presleme basınçlarında şekillenen ve hacim yanma işlemiyle sentezlenen kompozit numunelerinin, 50x ve 200x büyütmede gerçekleşen optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde tüm presleme basınçları için gözeneklilik oranının artan  $Al_2O_3$  oranı ile paralel olarak arttığı görülmektedir. En az gözeneklilik  $Fe_3Al$ -hac.5%- $Al_2O_3$  kompozit numunelerinde gözlemlenmiştir.

### 6.3. Yoğunluk ve gözeneklilik değerleri

Yanma sentezi reaksiyonlarında başlangıç tozlarının sıkışması önemli bir rol oynamaktadır. Bu tekniğin sıkışma özelliği doğrudan malzemelerin sertlik ve mukavemet özelliklerine bağlıdır. Parçacıklar eğer çok sert değilse tüm presleme basınçlarında daha fazla yoğunluk sergilemektedirler, küçük parçacıkların preslenmesi daha zordur. Geniş bir parçacık boyutu dağılması herhangi bir sıkıştırma basıncında yoğunluğu yükseltecektir. Çok yüksek veya çok düşük yoğunluklarda üretilmiş olan bir kompakt zor tutuşacaktır. Başlangıç yoğunluğunun reaksiyonun ateşlenmesi ve yayılımı üzerindeki etkisi, iyi bir parçacık teması arasındaki dengeye bağlı olmakla birlikte artan termal iletkenlik nedeniyle tepkime bölgesinin aşırı ısı kaybına yol açmaması da gerekir (Moore ve Feng, 1995).

Numunenin gözenekliliği de kılcal yayılım üzerinde bir etkiye sahiptir; erimiş faz numunedeki boşlukları tamamen doldurduğunda, yayılma kolaylaşır. Dolayısıyla numunenin uygun değer yoğunluğu, gözeneklerin hacim kesrinin erimiş metalin hacim kesrine yaklaşık eşit olduğu bir yoğunluktur. Daha düşük metal hacim kesirleri, gözeneklerin kısmen doldurulmasına ve dolayısıyla reaktanlar arasında daha düşük bir temas derecesine yol açar; ancak daha yüksek bir metal hacim kesri, gözenekleri doldurmak için gerekli olanın ötesinde fazla sıvının oluşumuna sebep olur. Yanma

sentezinin en büyük dezavantajlarından biri olan gözeneklilik problemi, malzemenin mekanik özelliklerinde düşmeye sebebiyet vermektedir (Matsuura ve Kudoh, 1997).

Numunelerin yanma sentezi işleminden önce ve sonra ölçülen boy, çap, ağırlık ve hesaplanan yoğunluk değerleri Çizelge 6.1. ve Çizelge 6.2.'de verilmiştir

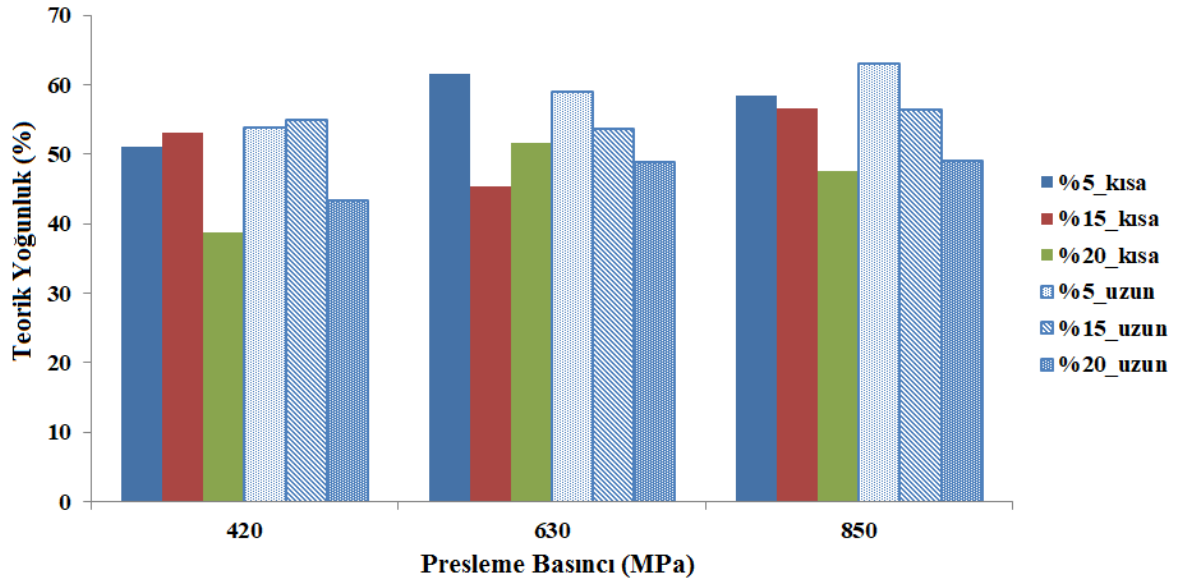
Çizelge 6.1 Kısa karıştırma Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit numuneleri ölçülen boy, çap, ağırlık ve hesaplanan yoğunluk değerleri

Numune	Presleme Basıncı (MPa)	İşlem Öncesi Boy(l) x Çap(D) (mm)	İşlem Öncesi Ağırlık (gr)	İşlem Öncesi Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )	Arşimet Yoğunluğu (gr/cm <sup>3</sup> )
Fe <sub>3</sub> Al-hac.%5-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	4,85x10,1	1,9735	5,08	3,32
	630	4,62x10,1	1,972	5,33	3,77
	850	4,47x10,1	1,9685	5,5	3,48
Fe <sub>3</sub> Al-hac.%15-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	4,8x10,1	1,9765	5,14	3,46
	630	5,78 x10,1	1,9575	4,23	2,78
	850	5,7x10,1	1,96	4,376	3,37
Fe <sub>3</sub> Al-hac.%20-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	5,8 X 10,1	1,98	4,26	2,52
	630	5,4 X 10,1	1,978	4,57	3,16
	850	5,1 X 10,1	1,97	4,82	2,84

Çizelge 6.2. Uzun karıştırma Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit numuneleri ölçülen boy, çap, ağırlık ve hesaplanan yoğunluk değerleri

Numune	Presleme Basıncı (MPa)	İşlem Öncesi Boy(l) x Çap(D) (mm)	İşlem Öncesi Ağırlık (gr)	İşlem Öncesi Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )	Arşimet Yoğunluğu (gr/cm <sup>3</sup> )
Fe <sub>3</sub> Al-hac.%5-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	5,78 x 10,1	1,83	4,0	3,5
	630	5,61 x 10,1	2,02	4,5	3,61
	850	5,32 x 10,1	2,05	4,8	3,76
Fe <sub>3</sub> Al-hac.%15-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	6,27 x 10,1	1,89	3,8	3,58
	630	5,51 x 10,1	1,9	4,3	3,29
	850	5,33 x 10,1	1,88	4,4	3,36
Fe <sub>3</sub> Al-hac..%20-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	7,2 x 10,1	2,03	3,5	2,82
	630	6,2 x 10,1	1,98	4	3
	850	6,3 x 10,1	2,06	4,1	2,92

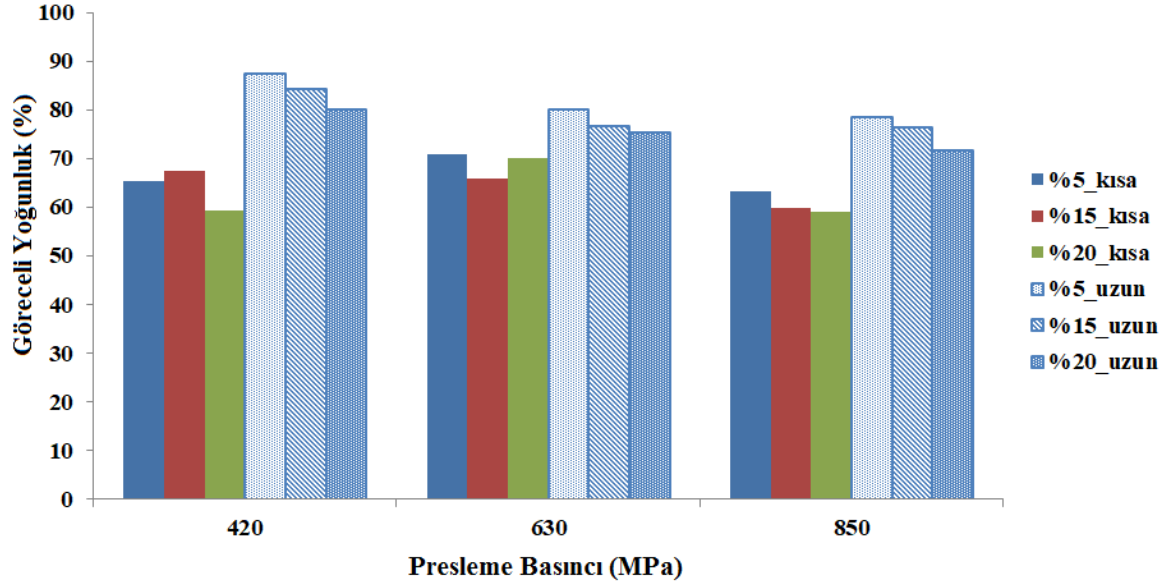
Elde edilen değerler yardımıyla hesaplanan teorik yoğunluk ve göreceli yoğunluk % değerleri Şekil 6.13. ve Şekil 6.14.'de karşılaştırılmıştır.



Şekil 6.13. Sentezlenen kompozit numunelerin teorik yoğunlukları Yoğunluk(%)-Presleme basıncı diyagramı.

Genel olarak kompozit numunelerde artan başlangıç presleme basınçlarıyla birlikte yoğunluk değerleri de artmış görünmektedir. Bununla birlikte teorik yoğunluk

sentezlemedeki tam dönüşümlerin gerçekleşmesi durumunda elde edilebilecek değer olduğu için mevcut numunelerde farklı değişimler gösteren grafikler elde edilmiştir.

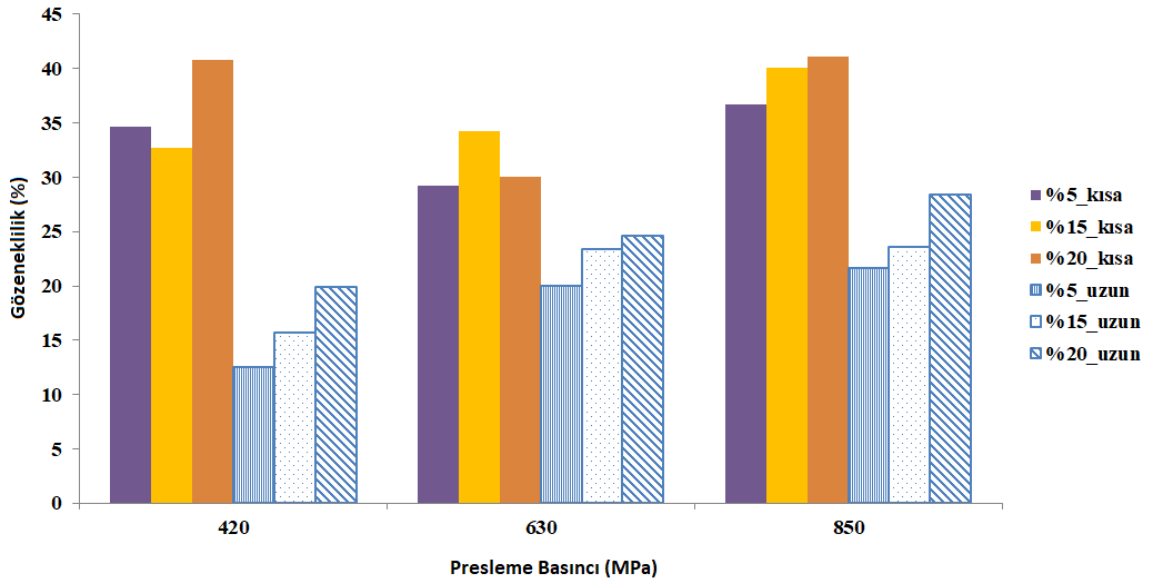


Şekil 6.14. Sentezlenen kompozit numunelerinin Göreceli Yoğunluk(%)- Presleme basıncı diyagramı.

Numunelerin göreceli yoğunluk değerleri karşılaştırıldığında düşük presleme basıncında uzun karıştırma işlemine tabi olmuş numunelerin yoğunluk değerleri artış göstermiştir. Bunun artan presleme basıncı sonucu oluşan ürünlerin bir sonucu olduğu düşünülmektedir. Uzun süreli karıştırma işleminde  $Al_2O_3$  miktarının artışına bağlı olarak yoğunluklarda düşüş gözlenmekle birlikte bu azalma oranı genel olarak çok fazla olmamıştır.

Kısa süreli numuneler için düşük yoğunluklar elde edilmiştir. Presleme basıncı ve  $Al_2O_3$  miktarına bağlı olarak %15- $Al_2O_3$  içeren ve en yüksek presleme basıncına sahip malzemede en iyi yoğunluk oranına ulaşılabilmektedir.

Aşağıdaki grafikte (Şekil 6.15.) kompozit numunelerinin toplam gözeneklilik oranları karşılaştırmalı olarak verilmiştir.



Şekil 6.15. Kompozit numunelerin gözeneklilik grafiği

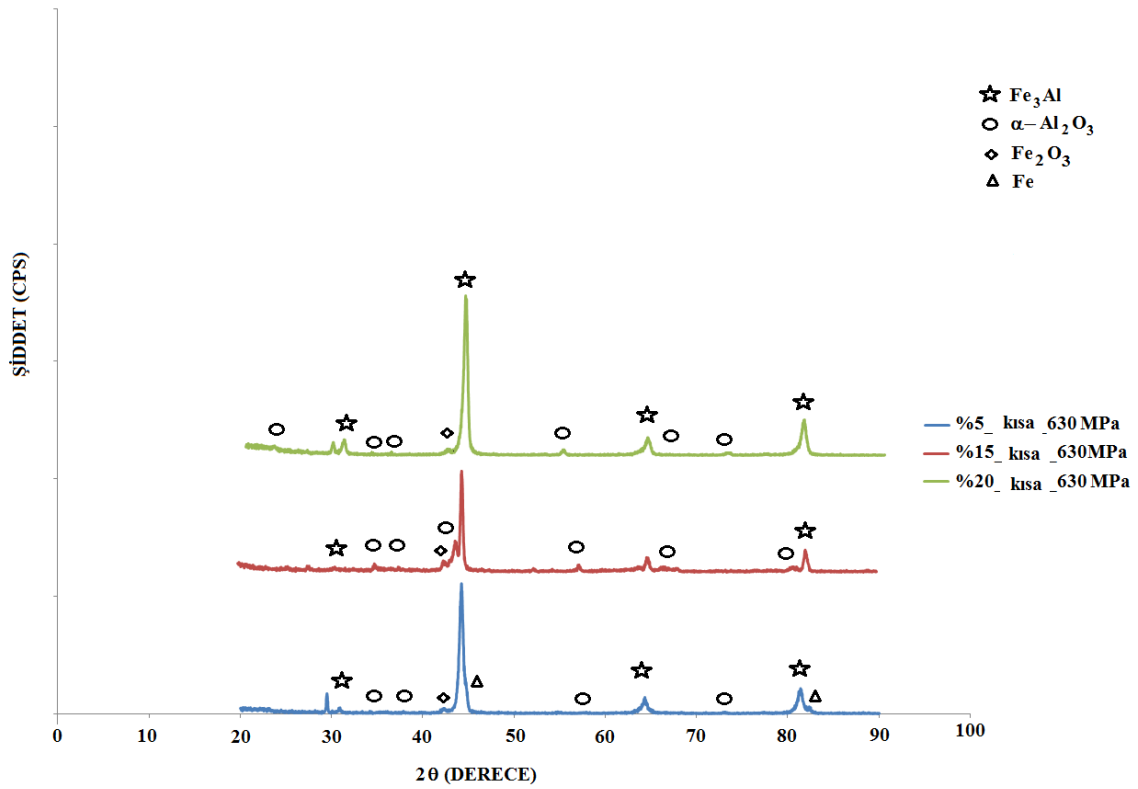
Bu grafiğe göre uzun karıştırma işlemiyle gözenekliliğin önemli oranda azaltıldığı görülmektedir. Uzun karıştırma işleminde en düşük presleme basıncında en düşük gözeneklilik miktarları elde edilmiştir. Ancak kısa süreli işlemlerde 630 MPa başlangıç presleme basıncında %5 ve %20  $Al_2O_3$  içeriklerinde en iyi gözeneklilik değerleri elde edilmiştir.

#### 6.4. X-Işınları difraksiyon analizi

Üretilen  $Fe_3Al$ -hac.%- $Al_2O_3$  kompozit malzemelerinde oluşan fazların tespiti için X-ışınları difraksiyon analizi yapılmıştır. Bunun için 4 saatlik işlemle hazırlanan 630 MPa ve 850 MPa presleme basıncında preslenmiş hacim yanma sentezi ile üretilmiş  $Fe_3Al$ -hac.%- $Al_2O_3$  kompozit numuneleri ve 30 dakikalık işlemle hazırlanan 630 MPa presleme basıncında preslenmiş hacim yanma sentezi ile üretilmiş  $Fe_3Al$ -hac.%- $Al_2O_3$  kompozit numuneleri kullanılmıştır.

#### 6.4.1. Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kısa karıştırma

Aşağıda Şekil 6.16'de 630 MPa presleme basıncında, presleme basıncında preslenmiş ardından hacimsel yanma sentezi sisteminde üretilen Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit numunesinin XRD paternleri verilmiştir. Fe<sub>3</sub>Al metallererarası fazın yanısıra FeAl,  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Fe fazları elde edilmiştir.

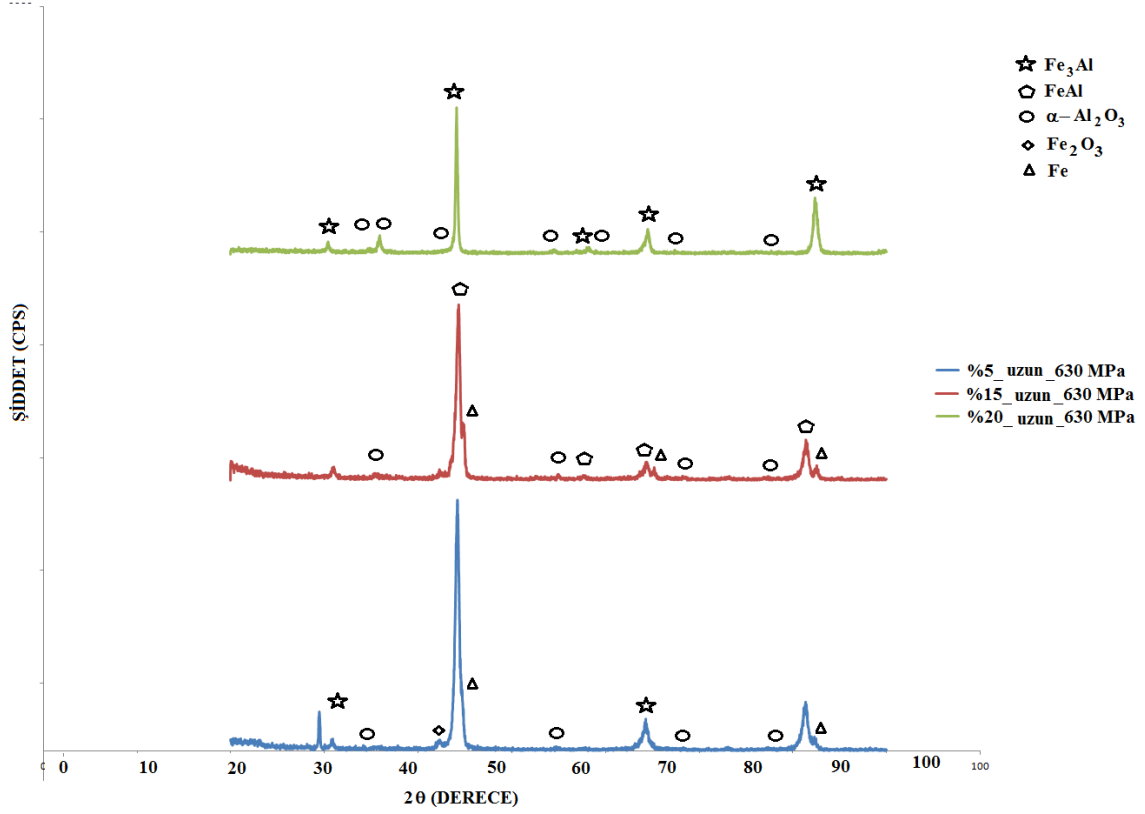


Şekil 6.16. 630 MPa presleme basıncında, hacim yanma sentezi sisteminde üretilen Fe<sub>3</sub>Al-hac.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit numunesinin XRD paternleri

#### 6.4.2. Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> uzun karıştırma

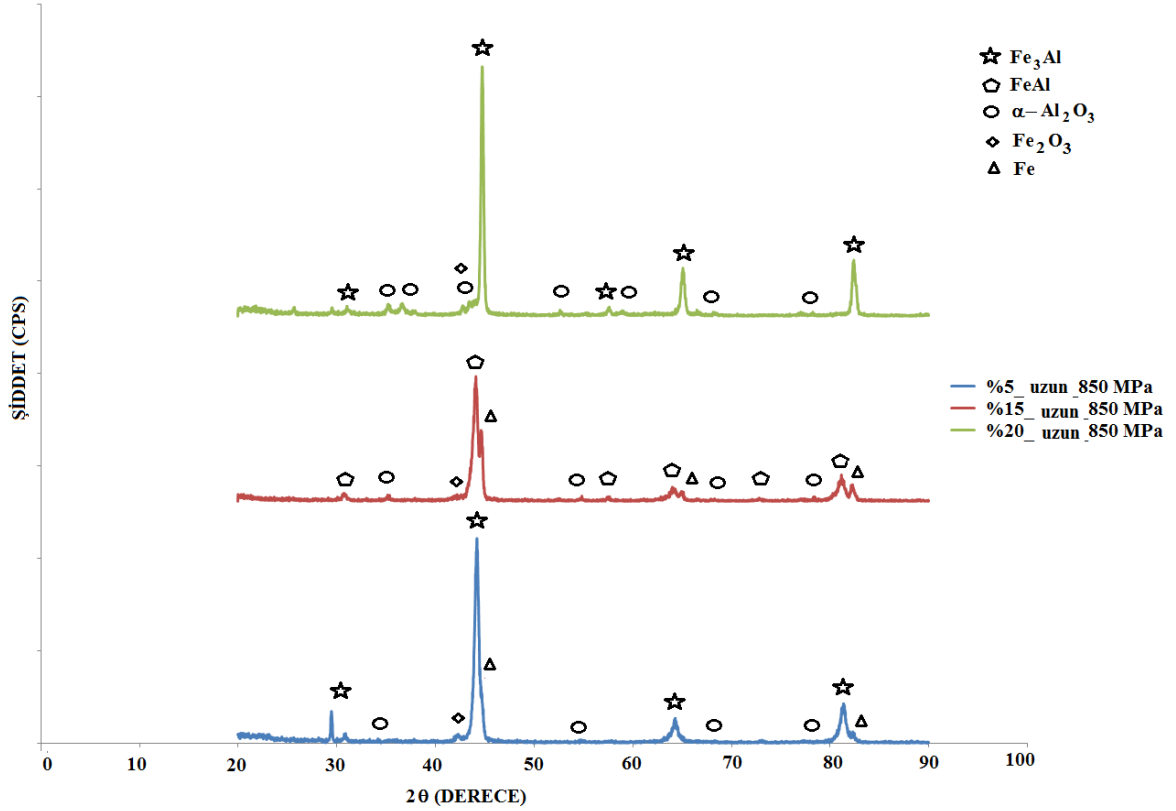
Aşağıda Şekil 6.17'de 630 MPa presleme basıncında, Şekil 6.18'de ise 850 MPa presleme basıncında preslenmiş ardından hacimsel yanma sentezi sisteminde üretilen Fe<sub>3</sub>Al-hac.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit numunesinin XRD paternleri verilmiştir. 630 MPa presleme basıncında üretilen numunenin XRD paternleri (Şekil 6.17.) incelendiğinde Fe<sub>3</sub>Al metallererarası fazın yanısıra FeAl,  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Fe fazları elde edilmiştir. Şekil 6.18'

de ise 850 MPa presleme basıncında preslendikten sonra sentezlenmiş numunede  $Fe_3Al$  metallererarası fazın yanısıra  $FeAl$ ,  $\alpha-Al_2O_3$ ,  $Fe_2O_3$  fazları elde edilmiştir.



Şekil 6.17. 630 MPa presleme basıncında, hacim yanma sentezi sisteminde üretilen  $Fe_3Al$ -hac.%- $Al_2O_3$  kompozit numunesinin XRD paternleri





Şekil 6.18. 850 MPa presleme basıncında, hacim yanma sentezi sisteminde üretilen  $Fe_3Al$ -hac.%- $Al_2O_3$  kompozit numunesinin XRD paternleri

Benzer bir çalışmada Ergin vd., (2014) yılında yaptıkları indirgen yanma sentezi yöntemi ile Ti-Al-B kompozit malzeme açık atmosferli fırında 150 MPa basınç altında, 1200°C'de 4 saat süreyle tutulmak suretiyle kompozit üretimi gerçekleştirilmiştir. 150 MPa basınç altında ürettikleri çalışmada oldukça yoğun (%94) numuneler üretmişlerdir. (Ergin vd., 2014)

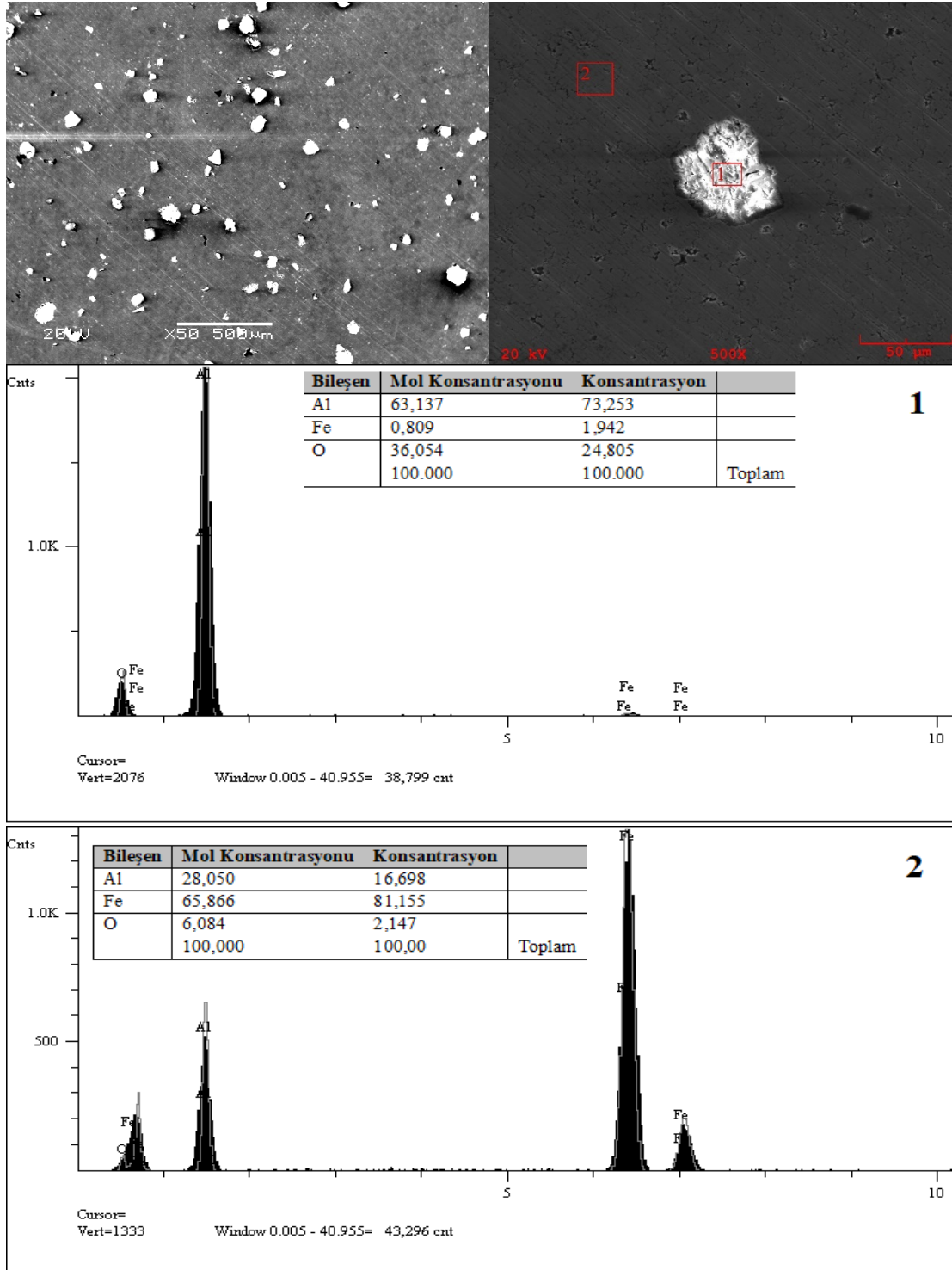
### 6.5. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve elementel analiz incelemeleri (EDS)

Numunelerin daha detaylı irdelenebilmesi adına taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve elementel analiz incelemeleri (EDS) yapılmıştır. 4 saatlik toz karışım işlemine tabi tutulan ve hacim yanma senteziyle üretilen kompozit numunelerinin 630 MPa presleme basıncında  $Fe_3Al$ -hac.%5- $Al_2O_3$ ,  $Fe_3Al$ -hac.%15- $Al_2O_3$  ve  $Fe_3Al$ -hac.%5- $Al_2O_3$  preslenmiş numuneleri seçilmiştir. 30 dakikalık toz karışım işlemine tabi tutulan ve referans değerleri bu çalışmaya katılmayan ve hacim yanma senteziyle üretilen  $Fe_3Al$ -

hac.%5-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit numunesinin 850 MPa'da preslenmiş kompozit numune seçilmiştir.

### 6.5.1. Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kısa karıştırma

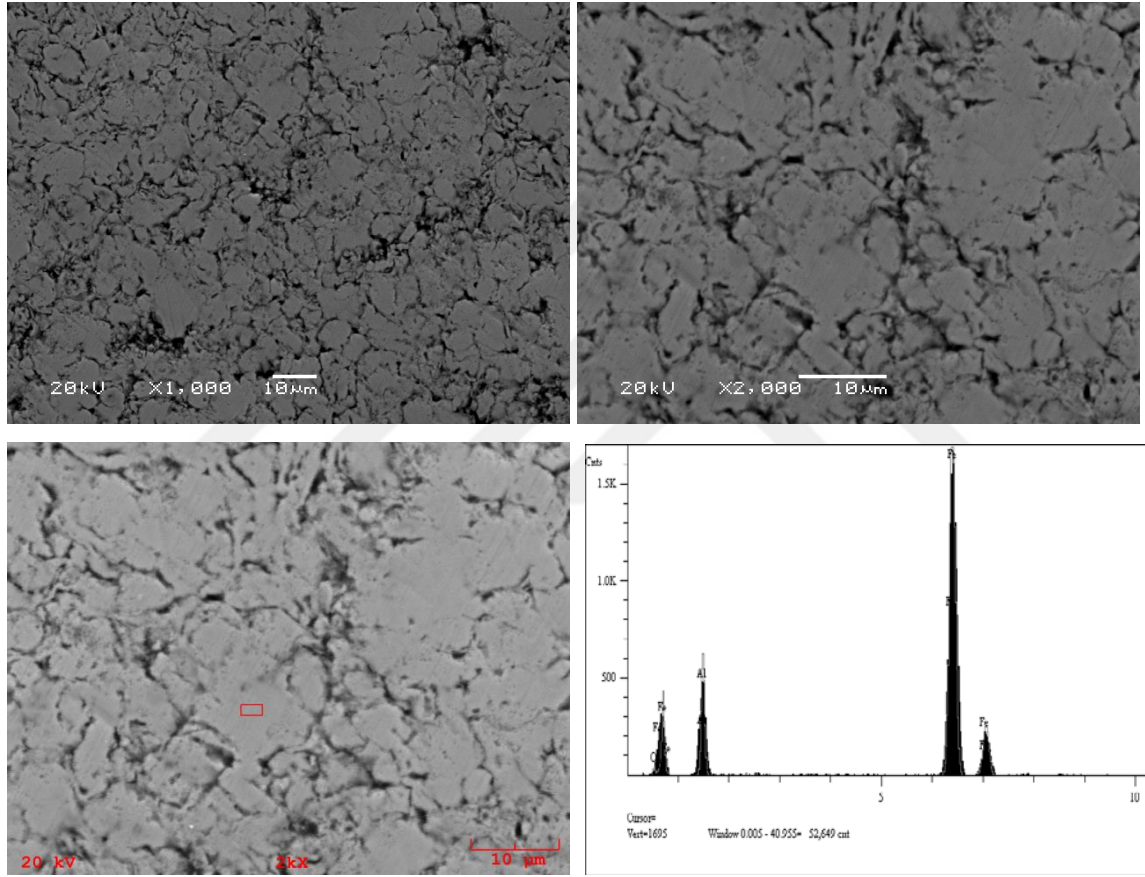
Aşağıda Şekil 6.19.'da kısa karıştırma işlemine tabi tutulan 850 MPa presleme basıncında preslenmiş ve hacim yanma senteziyle üretilen Fe<sub>3</sub>Al-hac.%5-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri verilmiştir. EDS analiz sonuçlarına göre Fe<sub>3</sub>Al için stokiyometrik oranlara (hac. %81,155 Fe, %16,698 Al, %2,47 O) ulaşıldığı görülebilir. Bunun yanı sıra açık alanlar şeklinde Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fazı kompozisyonu EDS ile tespit edilmiştir.



Şekil 6.19. 850 MPa presleme basıncında, 30 dakikalık toz karışım işlemine tabi tutulan hacim yanma senteziyle üretilen  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.%5- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit numunesinin a) SEM mikroyapı görüntüleri ve b) EDS analiz değerler

### 6.5.2. Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> uzun karıştırma

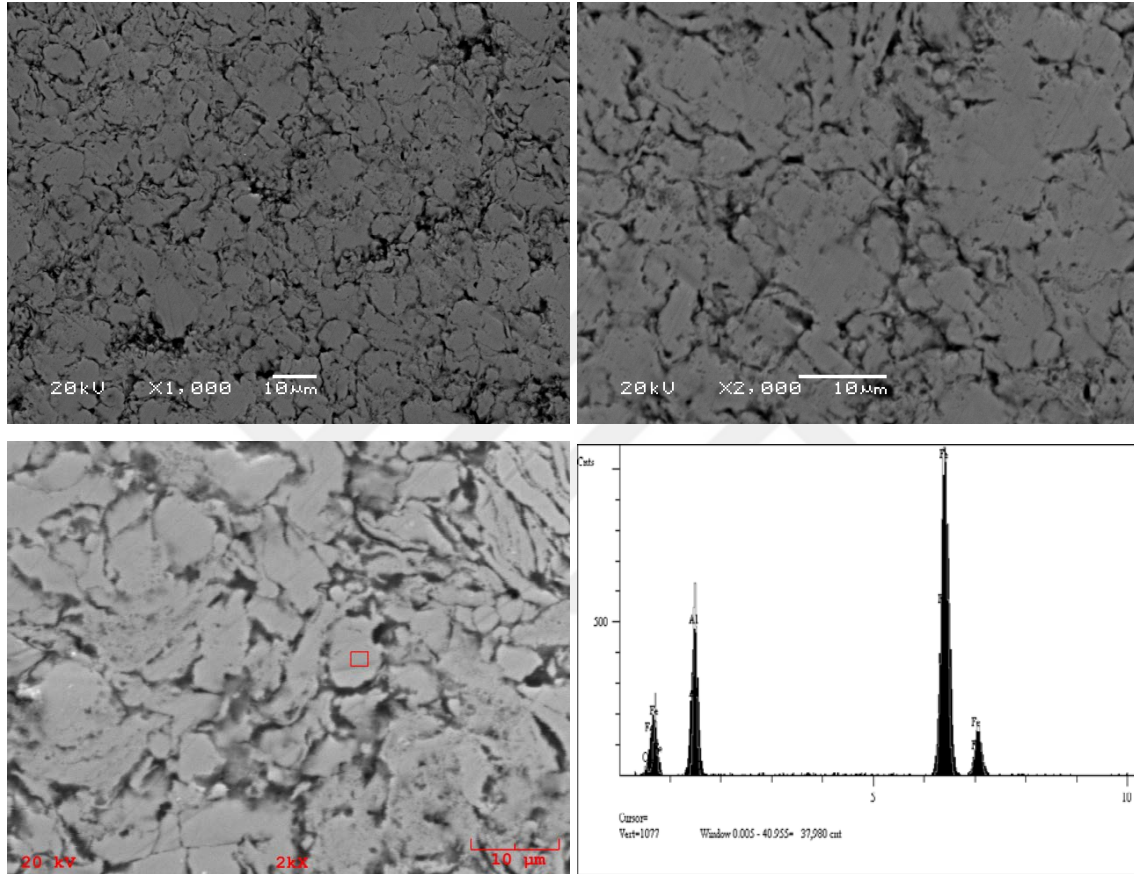
Şekil 6.20'de uzun toz karışım işlemine tabi tutulan 630 MPa presleme basıncında preslenmiş ve hacim yanma senteziyle üretilen Fe<sub>3</sub>Al-hac.%5-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri verilmiştir. EDS analiz sonuçlarına göre Fe<sub>3</sub>Al stokiyometrik oranlarına (hac. %85,11 Fe, %13,587 Al, %1,304O) elde edilmiştir.



Bileşen	Mol Konsantrasyonu	Konsantrasyon	
Al	23,876	13,587	
Fe	72,261	85,110	
O	3,863	1,304	
	100,000	100,000	Toplam

Şekil 6.20. 630 MPa presleme basınca, hacim yanma senteziyle üretilen Fe<sub>3</sub>Al-hac.%5-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri

Uzun karıştırma toz karışım işlemine tabi tutulan 630 MPa presleme basıncında preslenmiş ve hacim yanma senteziyle üretilen  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.%15- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri verilmiştir. EDS analiz sonuçlarında yine  $\text{Fe}_3\text{Al}$ 'nin stokiyometrik oranları (hac. %79,62 Fe, %18,92 Al, %1,453 O ) belirlenmiştir(Şekil 6.21.).

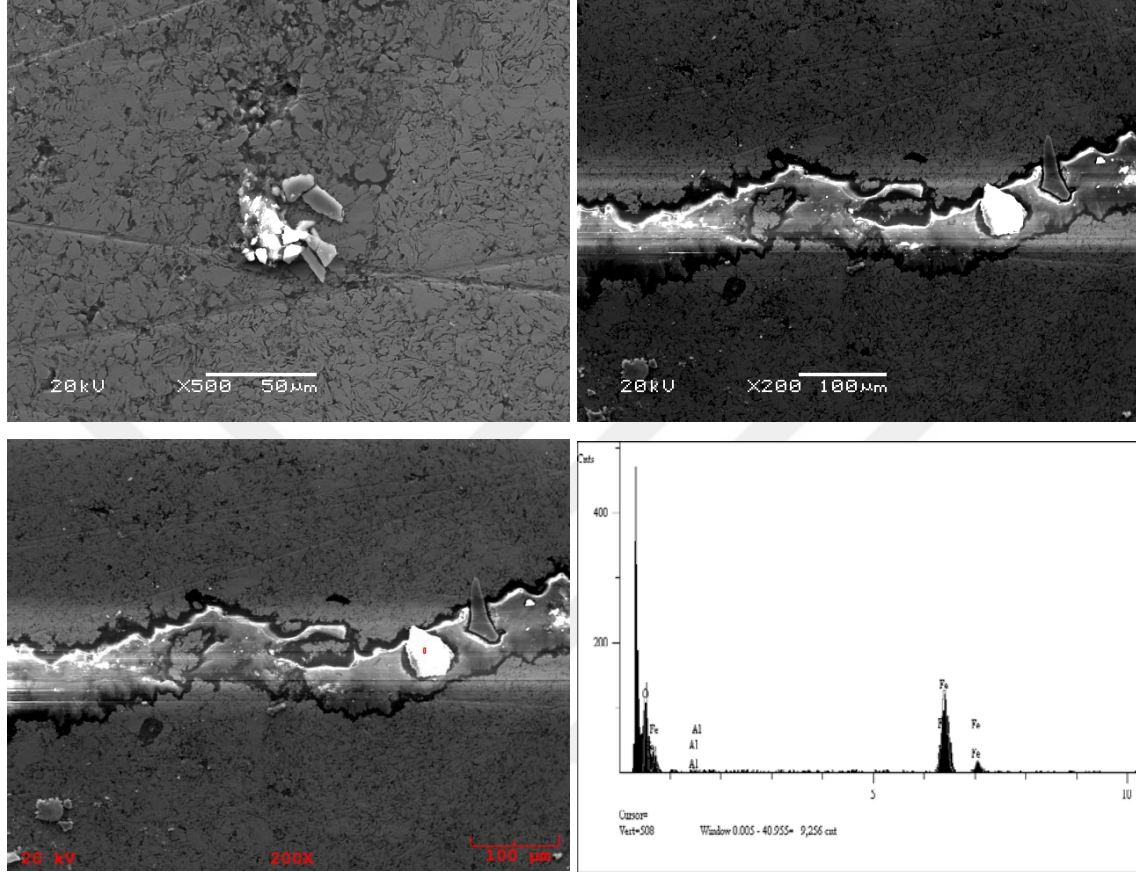


Bileşen	Mol Konsantrasyonu	Konsantrasyon	
Al	31,626	18,927	
Fe	64,279	79,620	
O	4,095	1,453	
	100,000	100,000	Toplam

Şekil 6.21. 630 MPa presleme basınca, hacim yanma senteziyle üretilen  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.%15- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri

Uzun karıştırma işleminde 630 MPa presleme basıncında preslenmiş ve hacim yanma senteziyle üretilen  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.%15- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit numunesinin farklı bölgesinden SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri verilmiştir. EDS analizi sonucunda

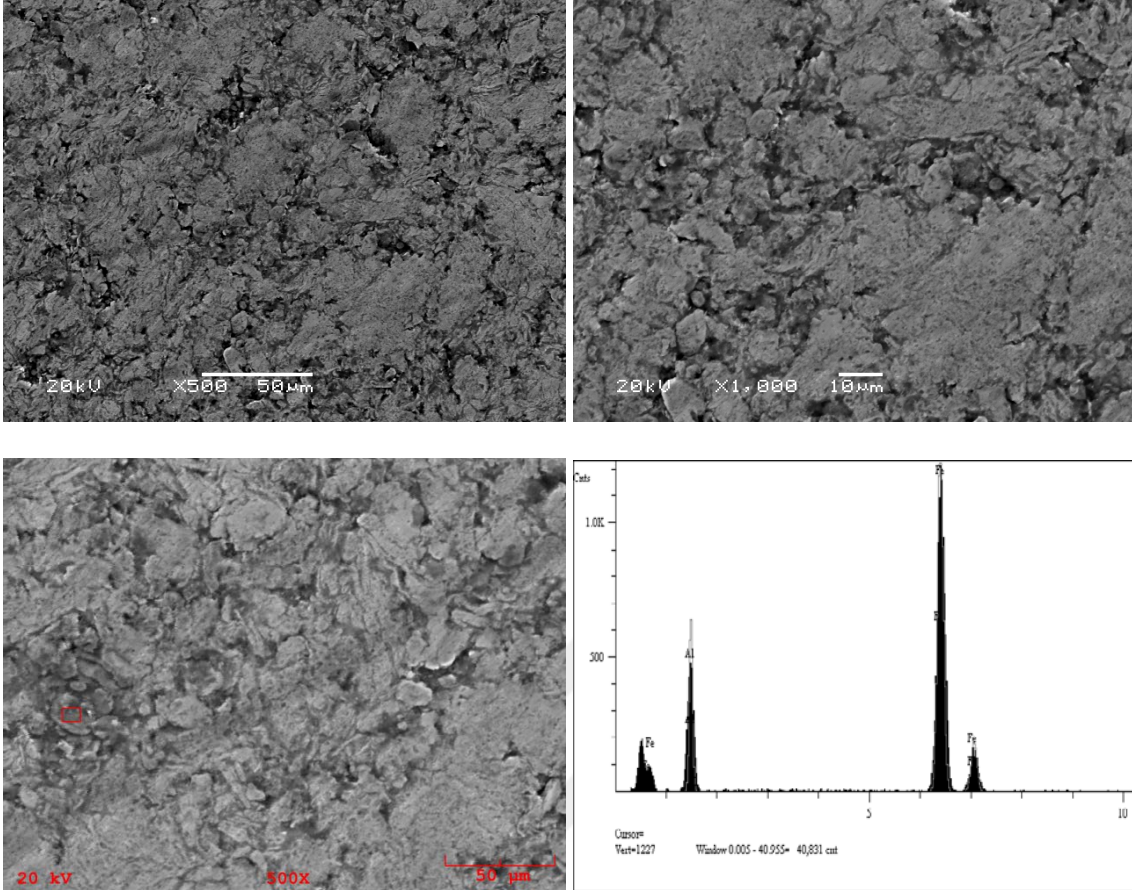
dönüşümün tam olarak gerçekleşmemiş olmasından dolayı demirin oksitlendiği düşünülmektedir(Şekil 6.22.).



Bileşen	Mol Konsantrasyonu	Konsantrasyon	
Al	1,654	1,472	
Fe	35,487	65,359	
O	62,859	33,169	
	100,000	100,000	Toplam

Şekil 6.22. 630 MPa presleme basınca, hacim yanma senteziyle üretilen  $Fe_3Al$ -hac.%15- $Al_2O_3$  kompozit numunesinin farklı bölgesinden SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri

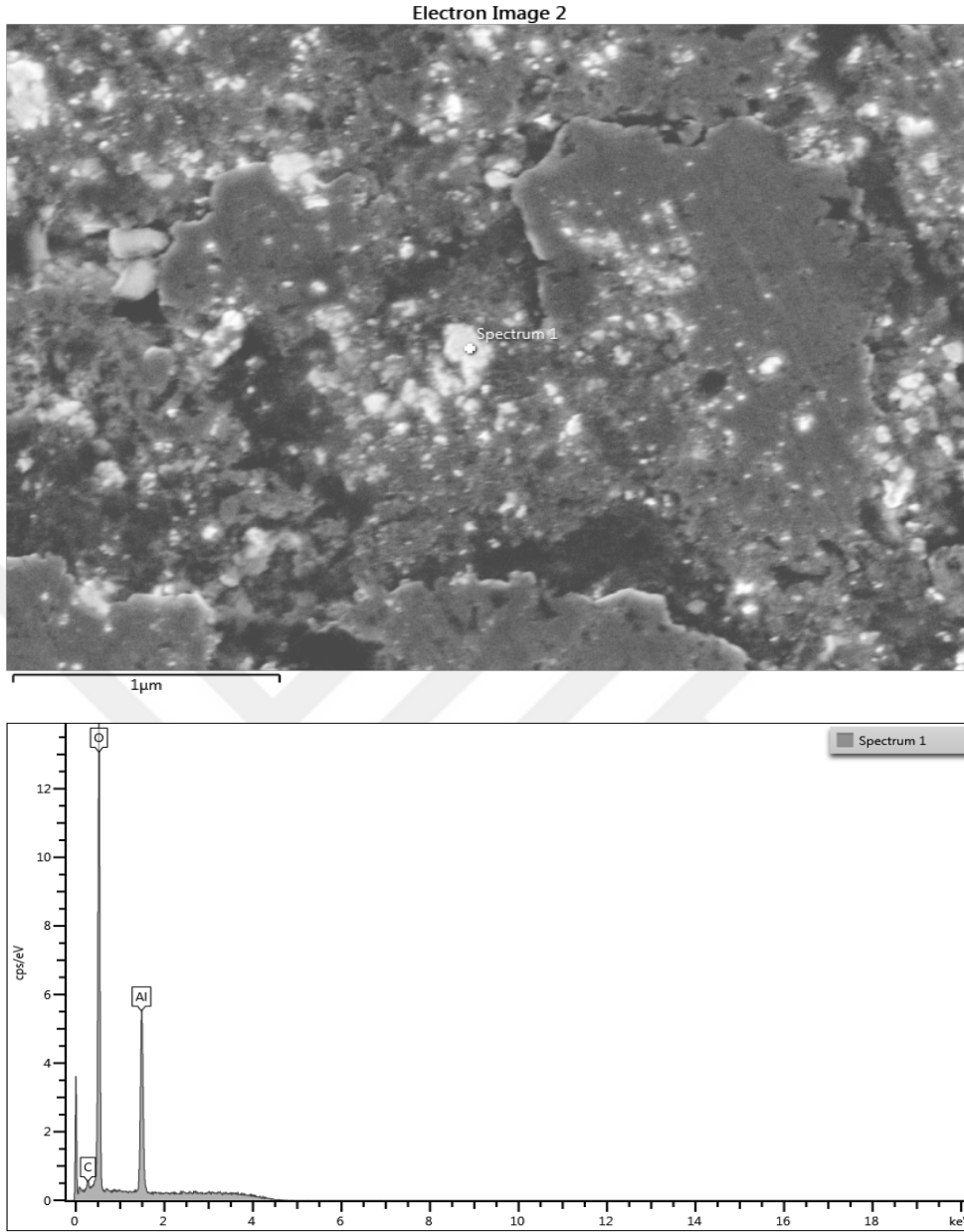
Uzun karıştırma işleminden sonra ele edilen toz karışımlarının 630 MPa presleme basıncında preslenmesi ve hacim yanma senteziyle üretilen  $Fe_3Al$ -hac.%20- $Al_2O_3$  kompozit numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri elde edilmiştir. EDS analiz sonuçlarında göre  $Fe_3Al$  stokiometrik oranları (hac. %81,87 Fe, %18,121 Al) ölçülmüştür (Şekil 6.23.).



Bileşen	Mol Konsantrasyonu	Konsantrasyon	
Al	31,416	18,121	
Fe	68,584	81,879	
	100,000	100,000	Toplam

Şekil 6.23. 630 MPa presleme basıncında, hacim yanma senteziyle üretilen  $Fe_3Al$ -hac.%20- $Al_2O_3$  kompozit numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri

630 MPa presleme basıncında, hacim yanma senteziyle üretilen  $Fe_3Al$ -hac.%20- $Al_2O_3$  kompozit numunesinin ~30000X gibi bir büyütme değerinde görüntülenmiş SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerlerinden daha küçük büyütme değerlerinde görüntülenemeyen açık alan şeklinde  $Al_2O_3$  fazı kompozisyonu gözlemlenmiştir. Ayrıca bu fazın homojen olarak dağıldığı da görülmektedir(Şekil 6.24.).



Şekil 6.24. 630 MPa presleme basıncında, hacim yanma senteziyle üretilen  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.%20- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit numunesinin ayrıntılı SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri

## 6.6. Sertlik ölçümleri

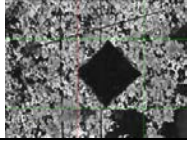
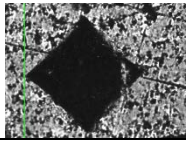
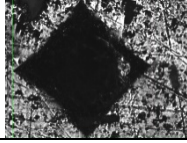
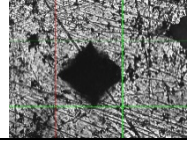
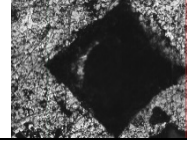
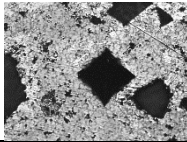
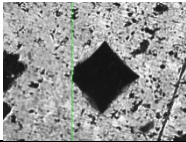
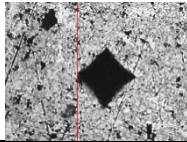
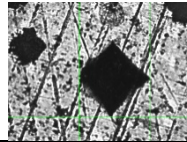
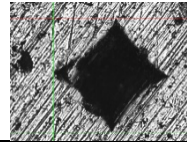
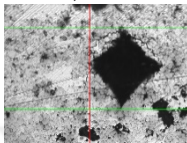
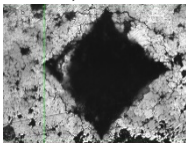
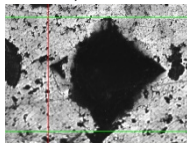
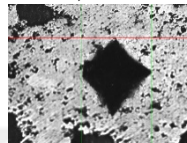
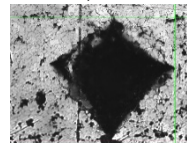
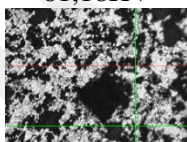
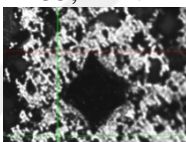
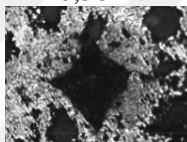
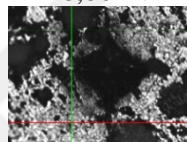
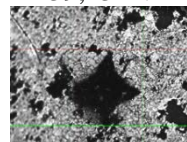
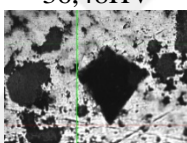
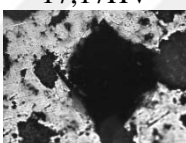
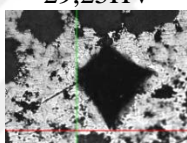
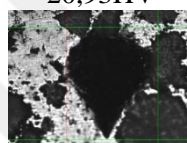
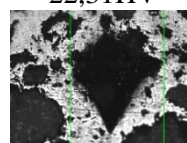
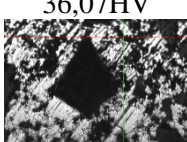
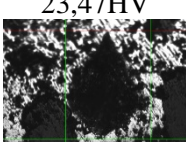
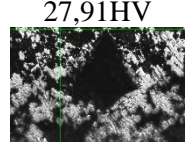
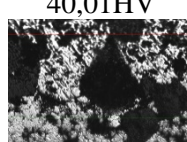
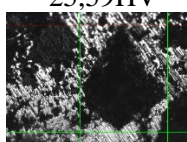
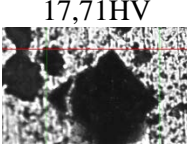
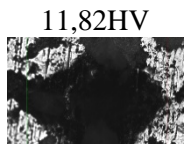
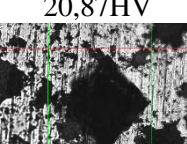
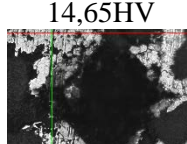
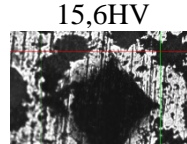
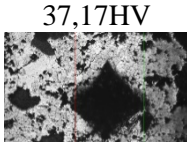
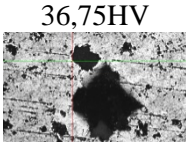
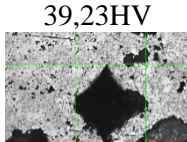
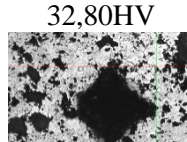
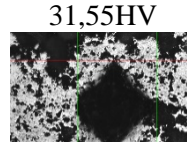
Numunelerin sertlik değeri ölçümleri mikro sertlik cihazı ile Vickers sertlik ucu ile yapılmıştır. Sertlik değerleri, metalografik olarak hazırlanan numunelerden 0,3 kgf yük altında 10 saniye boyunca uygulanmıştır. Şekil 6.25’de  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.%- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kısa karıştırma işlemiyle üretilmiş kompozit numunelerin sertlik değerleri verilmiştir. Elde edilen değerlere göre en yüksek sertlik 420 MPa’da preslenmiş  $\text{Fe}_3\text{Al}$ -hac.%15- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit



numunesinde elde edilmiştir. Ancak  $Fe_3Al-hac.5\%-Al_2O_3$  kompozit numunesinde tüm presleme basınçlarında yüksek sertlik değerleri elde edilmiştir.

#### **6.6.1. $Fe_3Al-hac.\%-Al_2O_3$ kısa karıştırma**

Numunelerin sertlik değeri ölçümleri mikro sertlik cihazı ile Vickers sertlik ucu ile yapılmıştır. Sertlik değerleri, metalografik olarak hazırlanan numunelerden 0,3 kgf yük altında 10 saniye boyunca uygulanmıştır. Şekil 6.25’de  $Fe_3Al-hac.\%-Al_2O_3$  kısa karıştırma işlemiyle üretilmiş kompozit numunelerin sertlik değerleri verilmiştir. Elde edilen değerlere göre en yüksek sertlik 420 MPa’da preslenmiş  $Fe_3Al-hac.\%15-Al_2O_3$  kompozit numunesinde elde edilmiştir. Ancak  $Fe_3Al-hac.5\%-Al_2O_3$  kompozit numunesinde tüm presleme basınçlarında yüksek sertlik değerleri elde edilmiştir.

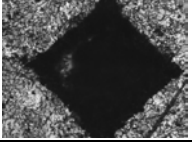
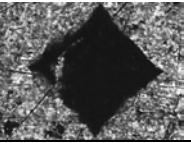
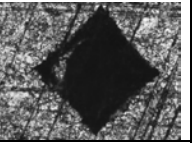
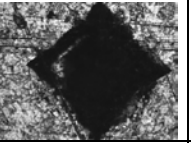
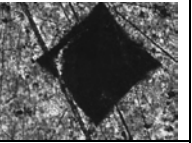
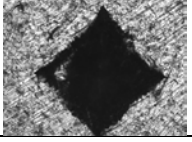
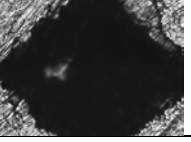
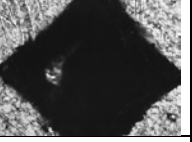
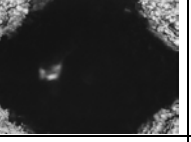
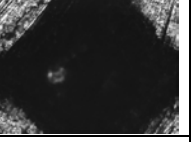

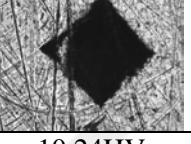


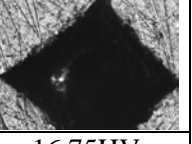
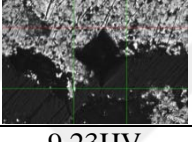

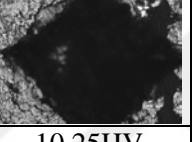
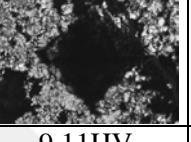
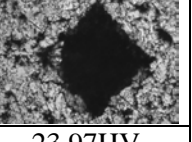
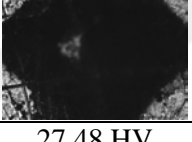
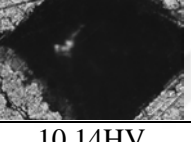
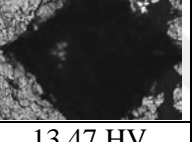
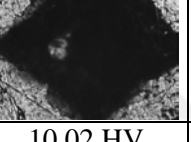
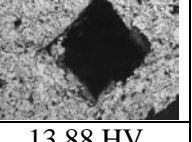
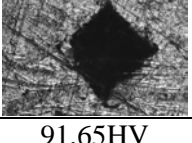
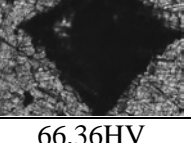
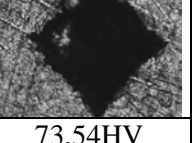
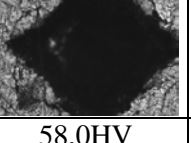
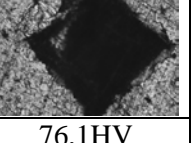
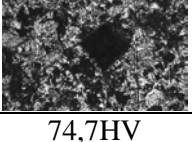
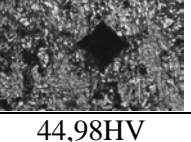
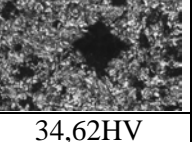
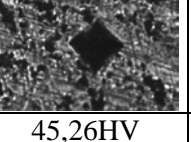
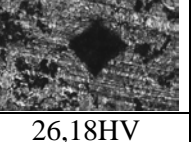
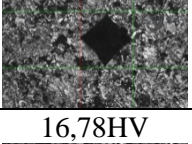
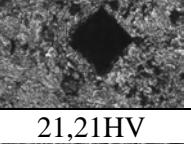
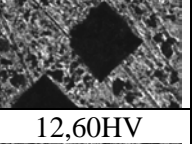
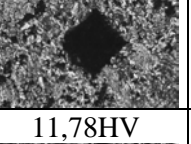
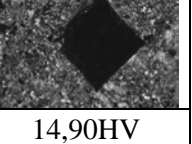
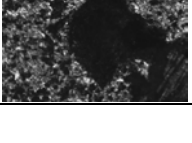
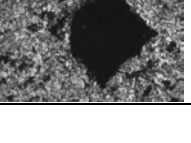

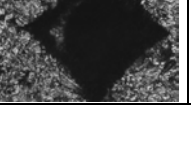
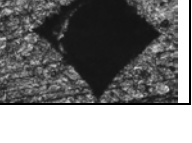
Numune	MPa	1.Sertlik Değeri	2.Sertlik Değeri	3.Sertlik Değeri	4.Sertlik Değeri	5.Sertlik Değeri
Fe <sub>3</sub> Al %5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	46,76 HV 	14,44HV 	11,59HV 	48,4HV 	11,37HV 
Fe <sub>3</sub> Al %5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	630	61,48HV 	43,37HV 	59,15HV 	39,39HV 	16,44HV 
Fe <sub>3</sub> Al %5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	850	36,75HV 	12,96HV 	16,11HV 	39,23HV 	14,2HV 
Fe <sub>3</sub> Al %15 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	61,18HV 	35,14HV 	28,38HV 	28,86HV 	39,23HV 
Fe <sub>3</sub> Al %15 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	850	36,48HV 	17,17HV 	29,25HV 	20,93HV 	22,31HV 
Fe <sub>3</sub> Al %20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	36,07HV 	23,47HV 	27,91HV 	40,01HV 	25,59HV 
Fe <sub>3</sub> Al %20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	630	17,71HV 	11,82HV 	20,87HV 	14,65HV 	15,6HV 
Fe <sub>3</sub> Al %20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	850	37,17HV 	36,75HV 	39,23HV 	32,80HV 	31,55HV 

Şekil 6.25. Fe<sub>3</sub>Al-hac.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 30 dakika kısa karıştırma işlemiyle üretilmiş kompozit numunelerin sertlik değerleri

### 6.6.2 Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> uzun karıştırma

Aşağıda Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> uzun karıştırma işlemiyle üretilmiş kompozit numunelerin sertlik değerleri verilmiştir (Şekil 6.26.). Elde edilen değerlere göre en yüksek sertlik 420 MPa'da preslenmiş Fe<sub>3</sub>Al-hac.%20-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit numunesinde elde edilmiştir.



Numune	MPa	1.Sertlik Değeri	2.Sertlik Değeri	3.Sertlik Değeri	4.Sertlik Değeri	5.Sertlik Değeri
Fe <sub>3</sub> Al %5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	10,11HV 	11,78HV 	12,19HV 	14,1HV 	21,47HV 
Fe <sub>3</sub> Al %5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	630	13,97HV 	9,37HV 	9,16HV 	8,98HV 	8,96HV 
Fe <sub>3</sub> Al %5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	850	9,78HV 	22,22HV 	27,97HV 	22,11HV 	9,01HV 
Fe <sub>3</sub> Al %15 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	67,18HV 	10,24HV 	9,38HV 	198,16HV 	16,75HV 
Fe <sub>3</sub> Al %15 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	630	9,23HV 	9,47HV 	10,25HV 	9,11HV 	23,97HV 
Fe <sub>3</sub> Al %15 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	850	27,48 HV 	10,14HV 	13,47 HV 	10,02 HV 	13,88 HV 
Fe <sub>3</sub> Al %20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420	91,65HV 	66,36HV 	73,54HV 	58,0HV 	76,1HV 
Fe <sub>3</sub> Al %20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	630	74,7HV 	44,98HV 	34,62HV 	45,26HV 	26,18HV 
Fe <sub>3</sub> Al %20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	850	16,78HV 	21,21HV 	12,60HV 	11,78HV 	14,90HV 

Şekil 6.26. Fe<sub>3</sub>Al-hac.%-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 4 saat uzun karıştırma işlemiyle üretilmiş kompozit numunelerin sertlik değerleri

## 7. SONUÇ VE ÖNERİLER

### 7.1. Sonuçlar

$Fe_3Al$ (demir alüminid) esaslı Alümina ( $Al_2O_3$ ) takviyeli kompozitlerin, yüksek sıcaklık hacim yanma sentezi yöntemi ile üretiminde gözenekliliğin azaltılması amaçlanan mevcut çalışmada;

- ✓  $Fe-Al$ -(hac.%5-15-20)- $Al_2O_3$  olarak hazırlanan toz karışımlarının 420, 630 ve 850 MPa başlangıç basınçlarında preslendiği ve hacim yanma sentezinin uygulandığı (kısa karıştırma) numunelerde mikro yapısal görüntülerde yüksek oranlarda gözeneklilik(%28-42) görüntülenmiştir. En düşük gözeneklilik oranı 630 MPa başlangıç presleme basıncıyla preslenen  $Fe_3Al$ -hac.%5- $Al_2O_3$  kompoziti için elde edilmiştir. Gözenekler içerisinde SEM/EDS ile de belirlendiği şekilde Alümina parçacıklarının kümeleşmiş durumda yerleştikleri gözlemlenmiştir. Bu da bu kompozitler için matris-takviye elemanı ıslanabilirliğinin sağlanamadığını göstermektedir. XRD analizlerine göre  $Fe_2O_3$ , $FeAl$  ve  $Fe$  gibi fazların varlığı sentezlenmede istenen dönüşümün tamamlanamadığını göstermektedir.
- ✓  $Fe$ -(hac.%5-15-20)- $Al_2O_3$  toz karışımlarının 4 saat karıştırılması sonrasında  $Al$  tozunun ilave edilip, 420, 630 ve 850 MPa başlangıç basınçlarında preslenmiş ve elde edilen numuneler yanma sentezi ile sentezlenmiştir(uzun karıştırma). Sentezlenen numunelerde %12-28 aralığında gözeneklilik oranları hesaplanmıştır. Mikro yapısal olarak da bu azalma gözlemlenmiştir. Yapılan SEM/EDS analizinde  $Al_2O_3$  parçacıklarının homojen bir şekilde matris içerisinde dağıldığı belirlenmiştir. XRD analizlerine göre  $Fe_2O_3$ , $FeAl$  ve  $Fe$  gibi fazların varlığı sentezlenmede istenen dönüşümün tamamlanamadığını göstermektedir. Sertlik değerlerine göre %20  $Al_2O_3$  ilaveli kompozitler de en yüksek sertlik değeri elde edilmiştir.
- ✓ Presleme basıncı miktarına kısa karıştırma süreli işlem numunelerinde gözenekliliğin azalması anlamında en iyi değerler 630 MPa presleme basıncında

elde edilmiştir. Uzun süreli kompozit numunelerde presleme basınç değeri arttıkça gözeneklilik artmıştır.

- ✓ Değişen  $Al_2O_3$  oranlarına göre  $Al_2O_3$  miktarının artırılması genel olarak gözenekliliğin artması ile sonuçlanmıştır.
- ✓ Nihai olarak uzun işlem olarak tabir edilen elementel toz karışımı tasarımının gözenek oluşumunu önemli ölçüde azalttığı ve böylelikle göreceli yoğunluğun artırılabilirdiği sonucuna varılmıştır. Karşılaştırmalı sonuçlar Çizelge 7.1’de verilmiştir.

Çizelge 7.1. Karşılaştırmalı sonuçlar

Numune	Presleme Basıncı (MPa)	XRD (Fazlar)	Toplam Gözeneklilik (%)	Arşimet Yoğunluğu (gr/cm <sup>2</sup> )	Sertlik (HV)
<b>Fe<sub>3</sub>Al-hac.%5-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (kısa)</b>	420	.-	34	3,32	26,5
	630	Fe <sub>3</sub> Al, FeAl, α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe	24	3,77	44
	850	.-	36	3,48	23,85
<b>Fe<sub>3</sub>Al-hac.%15-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (kısa)</b>	420	-	32	3,46	38,5
	630	Fe <sub>3</sub> Al, FeAl, α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe	33	2,78	-
	850	-	38	3,37	25,22
<b>Fe<sub>3</sub>Al-hac.%20-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (kısa)</b>	420	-	40	2,52	30,61
	630	Fe <sub>3</sub> Al, FeAl, α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe	29	3,16	16,16
	850	-	41	2,84	35,5
<b>Fe<sub>3</sub>Al-hac.%5-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (uzun)</b>	420	-	12	3,5	14
	630	Fe <sub>3</sub> Al, FeAl, α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe	17	3,61	10,08
	850	Fe <sub>3</sub> Al, FeAl, α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe	21	3,76	19
<b>Fe<sub>3</sub>Al-hac.%15-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (uzun)</b>	420	-	15	3,58	24,3
	630	Fe <sub>3</sub> Al, FeAl, α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe	22	3,29	12,4
	850	Fe <sub>3</sub> Al, FeAl, α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe	23	3,36	15
<b>Fe<sub>3</sub>Al-hac.%20-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (uzun)</b>	420	-	18	2,83	74
	630	-	24	3	45,15
	850	Fe <sub>3</sub> Al, FeAl, α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve Fe	26	2,92	15,4

## 7.2. Yorum

Bu yanma sentezi yönteminde, reaktan karışımdan ibaret olan numunenin tamamı, hacimde meydana gelen kendi kendini destekleyen tutuşma sıcaklığına kadar, kontrollü bir biçimde, üniform olarak ısıtılır ve yanma sırasında reaktanlar kendiliğinden dönüşüme uğramaktadır.

Bu yöntem seramikler, metaller ve metallerearası tozları teorik yoğunluğa yakın, başarıyla birleştirebilen verimli bir sinterleme tekniğidir. Kuvvetli metallerearası bileşiklerin gevrekliklerinden dolayı yapısal uygulamalar için şekillendirilmeleri oldukça zordur. Üretilseler bile; düşük kırılma tokluğu, yüksek çentik hassasiyeti, aşırı yorulmadan kaynaklanan çatlak büyümesi ve düşük süneklik özellikleri bu malzemelerin kullanım alanlarını oldukça sınırlandırmaktadır. Bu yüzden seramik takviyeli kompozitlerin üretiminin araştırılmasına yönelik çalışmalar artmıştır.

Uzun ve kısa karıştırma işlemi olarak isimlendirilen işlemlerde elde edilen sonuçların karşılaştırmasında Fe ve  $Al_2O_3$  tozlarının önceden karıştırılması ile çok daha homojen bir yapı elde edildiği görülmüştür. Kısa süreli işlemde görülen topaklanma, kümeleşme uzun süreli işlemde görülmemiştir. Yeni tasarımda Fe tozları içinde  $Al_2O_3$ 'ün oldukça iyi bir şekilde dağılmasıyla reaksiyon boyunca ergimiş Al'nin yolundan çekilmiş olduğu düşünülmektedir. Böylelikle gözeneklilik ve yoğunluk önemli miktarda azaltılmıştır. Ancak işlem sıcaklığı ve süresi yeterli olmadığı için dönüşüm tam olarak gerçekleştirilememiş ve oluşan farklı fazlar nedeniyle istenilen sertlik oranlarına ulaşılamamıştır. Dönüşümün tam olarak gerçekleştirilememiş olması ilgili parametrelerin ( $Al_2O_3$  tozu miktarının ve başlangıç presleme basıncı büyüklüğü) değerlendirmesini zorlaştırmaktadır.

Gözeneklilik açısından elde edilen olumlu sonuçlar kullanılan karıştırma tasarımının başarılı olduğunun göstergesidir. Böylece ileri araştırmalarda kullanılacak optimum değerler elde edilmiştir.

### 7.3. Öneriler

- ✓ Mevcut çalışmada uygulanan karıştırma tasarımının uygulanması ile birlikte numunenin sentezlenme aşamasının geliştirilmesi gerekmektedir. Bu şekilde istenilen teorik yoğunluk ve sertlik değerlerine ulaşılabilecektir. Sentezlemede tam dönüşümün sağlanması için işlem sıcaklıkları ve  $Al_2O_3$  tozu miktarları ve başlangıç presleme basıncı süreleri arttırılmalıdır.





## KAYNAKLAR DİZİNİ

- Adabavazeh, Z., Karınozadeh, F., Enayatıdoi, M. H. (2012). Mechanochemical Behavior of NiO-Al-Fe Powder Mixtures to Produce (Ni, Fe)<sub>3</sub>Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposite Powder. *Metallurgical and Materials Transactions A* (s. p.3359–3365).
- Adeva, P. (1999). Alternative superclassifications of items: compuestos Intermetálicos. *Revista de la Asociacio'n Espanola de Cient"ficos*, P. 1-6.
- Aruna, S. T., Mimani, T., Patil, K. C. (2002). Combustion synthesis: an update. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, Volume. 6, No. 6, p.507 -512.
- Bahadur, A. (2013). Enhancement of high temperature strength and room temperature ductility of iron aluminides by alloying, *Material. Science. Technolgy* 19 , p.1627-1634.
- Bai vd., (2012). Tribological properties of in situ Fe<sub>3</sub>Al-20wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites. *Proc- IMechE Part J: J Engineering Tribology* 0(0) , p.1-12.
- Bhaduri, S. B., & Bhaduri, S. (1999). *Combustion Synthesis, Non- Equilibrium Processing of Materials*. Elsevier Science, , p.289-318.
- Biswaa , A., Roy, S. K., Gurumurthy, K. R., Prabhu, N., Banerjee, S. (2002). A Study of Self-Propagating High-Temperature Synthesis of NiAl in Thermal Explosion Mode. *Acta Materialia* , p.757-773.
- Borovinskaya, I. P. (1992). Chemical classes of the SHS processes and materials. *Pure & Applying Chemistry* Volume., 64, No. 7, p.919-942.
- Chawla, K., and Meyers, M. (2009). *Mechanical Behavior of Materials*.2nd. Cambridge University Press, p.621-622.
- Demirkıran, A., Yılmaz Y., Özdemir Ö., Yılmaz Ş., Şen Ş., Şen U., (2014). Fe<sub>3</sub>-Nb<sub>5</sub>-B<sub>12</sub> Esaslı İntermetalik Kompozitlerin Özellikleri. *AKÜ FEMÜBİD* 14, p.381-386.
- Devi, S. K., and Sika, V. K. (1996). Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications, *Intermetallics*. ELSEVIER Volume 4, Issue 5, p.357-375.
- Dong, Y. O., Hwan, C. K., Jın, K. Y., İn, J. S. (2005). Simultaneous Synthesis and Consolidation Process of Ultra-Fine WSi<sub>2</sub>-SiC and Its Mechanical Properties. *Journal Alloys and Compounds*, p.270-275
- Enayati, M., & Salehi, M. (2005). Formation mechanism of Fe<sub>3</sub>Al and FeAl intermetallic compounds during mechanical alloying. İran: Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology.
- Ergin, N., Garip, Y., & Özdemir, Ö. (2014). İndirgen Yanma Sentezi Yöntemi ile Ti-Al-B Esaslı Kompozit Üretimi. *AKÜ FEMÜBİD* 14 , p.489-492.
- Feijó Leão Borges, A., Denise Croce Romano, E., & Cláudio Geraldo, S. (2013). *Metallurgy and Materials Coordination*.

### KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Feng, H. J., and Moore, J. J. (1995). Combustion synthesis of advanced materials: Part I. Reaction parameters. Elsevier BV in Progress in Materials Science, p.243-273.
- Gupta, P., Kumar, D., Quraishi, M. A., & Parkash, O. (2016). Effect of Sintering Parameters on the Corrosion Characteristics of Iron-Alumina Metal Matrix Nanocomposite. Advances in Nanomaterials (s. p.231-246). içinde INDIA: Springer.
- Hansu, B., Rambob, C. B., Guiotoku, M., & Hotza, D. (2013). Preparation of ceramic nanoparticles via cellulose-assisted glycine nitrate process: A review. RSC Advances , p.2873-2884.
- ISMAN, <http://www.ism.ac.ru/news/prospect.pdf> ,erişim tarihi; 18.12.2018
- TWİ, (No date). <http://www.twi-global.com/technical-knowledge/faqs/process-faqs/faq-what-is-self-propagating-high-temperature-synthesis-shs>, erişim tarihi; 18.12.2018
- I. Baker vd, (1997). Nickel and Iron Aluminides Processing, Properties, and Applications. ASM international, p.14, Ohio: Materials Park.
- Janda, D. (2015). Mechanical properties and oxidation behavior of micro-alloyed iron aluminides. master of thesis, der Fakultät für Maschinenbau Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 138 p
- Joslin, D. L., Easton, D. S., Liu, C. T., Babu, S. S., David, S. A. (1995). Intermetallics . 3, P.81-467.
- Józwiak, S., Karczewski, K., Bojar, Z. (2010). Intermetallics . 18, p.1332.
- Jozwik, P., Polkowski, W., Bojar, Z. (2015). Applications of Ni<sub>3</sub>Al Based Intermetallic Alloys— Current Stage and Potential Perceptivities. materials ISSN 1996-1944 , p.2538.
- Kang , H. Z., and HU, C. T. (2004). Materials Chemistry and Physics. 88, p.264.
- Khina, B. B. (2010). Chemistry Research and Applications Series - Combustion Synthesis of Advanced Materials. New York: Nova Science Publishers.
- Kratochvíl , P. (2008). Intermetallics. 16, p.587.
- Kupka, M. (2005). Structure and properties of the FeAl phase based alloys obtained by metallurgical processing. Publisher Silesian University.
- Larikov, L.N., Geichenko, V.V., Fal'chenko, V.M., 1981, Diffusion process in ordered alloys, Oxonian.
- Letsko, A. I., Talako, T. L., Ilyushchenko , A. F., Grigorieva, T. F., Lyakho , N. Z. (2009). Mechanical Activation of the Mixture for Self-Propagating High-Temperature Synthesis of Iron Aluminides. Chemistry for Sustainable Development 17 , p.611-618.

### KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Lia, J. (2009). Microstructure and properties of in situ nanometric Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced a-Fe(Al)-Fe<sub>3</sub>Al-based composites. *Materials Science and Engineering A* 526, 50-55.
- Liu, C., George, E., Mazdasz, P., & Schneibel, J. (1988). Recent Advances in B<sub>2</sub> Iron Aluminide Alloys :Deformation, Fracture and Alloy Design. *Materials Science and Engineering*, A258, P. 84-98.
- Liu, Y., Qian, Q., Xu, C., Min, F., Zhang, M. (2013). Synthesis of FeAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites by Thermite Reaction. *Asian Journal of Chemistry*; Vol. 25, No. 10, p. 5550 -5552.
- Massalski, T. B. (1986). Binary alloy phase diagrams.
- Matsuura, K., and Kudoh, M. (1997). *Material Science and Engineering*. A239 - 240, p.625-32.
- Merzhanov, A. G. (2004). The chemistry of self-propagating high-temperature synthesis. *J. Material Chemistry* 14, p.1779-1786.
- Merzhanov, A. G. (2004). The chemistry of self-propagating high-temperature synthesis. *Russian Academy of Sciences*, p.1779- 1886.
- Metals Handbook, A. (1990). Metals Park. Ohio: 10th Ed. Volume. 2.
- Metals Park,. (tarih yok). ASM International p.111. USA.
- Minamino, Y., Koizumi, ., and Tsuji, N. (2004). Microstructures and mechanical properties of bulk nanocrystalline Fe-Al-C alloys made by mechanically alloying with subsequent spark plasma sintering. *Sci Technol Adv Mater* 5, p.133-143.
- Monagheddu, M., Bertolino, N., Giuliani, P., Zanotti, C., Tamburini, U. A. (2002). Ignition phenomena in combustion synthesis: An experimental methodology.
- Moore, J. J. (1994). An examination of the thermochemistry of combustion synthesis. *Minerals, Metals and Materials Society* 8, p.17-31.
- Moore, J., and Feng, H. (1995). The combustion synthesis of advanced materials: Part I. Reaction parameters; 39:2. *Progress in Materials Science*, p.43-73.
- Morsi, K. (2001). Reaction Synthesis Processing of Ni-Al Intermetallic Materials. *Materials Science and Engineering*, A299, p.1-15.
- Morsi, K. and Wang, N. (2008) Combustion Synthesis of Microstructurally Designed Green Powder Compacts, *Material Science Engineering, A*, 478, p 208–213
- Morsi, K. (2012). The diversity of combustion synthesis processing: a review. *ournal of Materials Science* 47(1), p.68-92.

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Munir , Z., and Naselmi-Tamburini , U. (1989). Self-propagating exothermic reaction: The synthesis of high temperature materials by combustion. *Material Science Reports*:3, p.277-365.
- Nakamura , R., Takashawa, K., Yamazaki , Y., Iijima , Y. (2002). *Intermetallics*. 10, p.195-204.
- Nuria, C., Roberto, C., Limab, C., Guilemany, J. M. (2013). An overview of intermetallics research and application: Status of thermal spray coatings *Thermal Spray Center (CPT)*, *Journal of Material Resarch and Technology*, p.75-86.
- Özdemir, Ö. (tarih yok). Ni-Al İntermetalik Malzemeler. p.4-5.
- Paidar, V. (1997). “Mechanical Properties of Iron and Nickel-Base Aluminides”. *Materials Science and Engineering*, A234-236, p. 15-21.
- Rabin, B. H., and Wright, R. N. (1992). *Metallurgical and Materials Transactions* . 23, p.35-40.
- Rodriguez, J., Moussa, S. O., Wall , J., and Morsi, K. (2003). Low-Energy Forging of Aluminide, *Intermetallics*. *Scripta Materialia* 48, p.707-712.
- Rogachev, A. S., and Mukasyan, A. S. (2015). *Combustion for Material Synthesis* . London, NewYork: CRC Press.
- Rogachev , A. S., Mukasyan, A. S., and Varma, A. (2002). Volume Combustion Modes in Heterogeneous Reaction Systems. *Journal of Materials Synthesis and Processing* , p.31-36.
- Shishkovsky , I., Missemmer, F., Kakovkina, N., Smurov, I. (2013). *Intermetallics Synthesis in the Fe–Al System via Layer by Layer 3D Laser Cladding* . *Crystals*, p.517-529.
- Szkliniarz, W., and Kościelna, A. (2010). Microstructure characteristic of FeAl based alloy deformed at different technological processes,. *Inżynieria Materiałowa*, p.119-122
- Tapsuan, K., and Niyomwas, S. (2012). Effect of Al Mole Ratio on Iron Aluminide Reinforced with TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite by Self-Propagating High-Temperature Synthesis . *Advanced Materials Research* ISSN: 1662-8985, Vols. 488-489, p.305-309.
- Umberto, A. T., Maglia, F., Spinolo , G., Munır, Z. A. (2000). *Combustion Synthesis: an Effective Tool for the Synthesis of Advanced Materials*., *Chimica & Industria*.
- Varadaraj, S., Kumar, M., Neelakantha, V. (2015). Investigation of Mechanical Properties of AlFe Intermetallic Composite. *İnternation Journal of Engineering Resarch & Technology* ISSN 2278 - 0181, p.483.
- Varma, A., Rogachev, A. S., Mukasyan, A. S., Hwang, S. (1988). *Combustion Synthesis of Advanced Materials: Principles and Applications*., Cambridge: Academic Press .

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Wang, J., XING, J. D., TANG, H. P., YANG, B. J., LI, Y. N. (2011). Microstructure and mechanical properties of Fe<sub>3</sub>Al alloys prepared by MA-PAS and MA-HP. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, p.2408-2414.
- Wesbrook, J. (1993). Applications of Intermetallic Compounds. MRS Bull, p.26-28.
- Volmer, N. (No date). Combustion synthesis: Self-Propagating High-Temperature Synthesis (SHS) and decomposition Combustion Synthesis (DCS) for production of calcium phosphate biomaterial, The Faculty and Board of Trustees of the Colorado School of Mines, the degree of Doctor of Philosophy, 143 p
- Wright, J. k., Wright, R. N., Moore, G. A. (1993). Combustion synthesized iron aluminide coatings and joints. Volume. 28, p. 501 -506.
- Yang, J., La, P., Liu, W., Hao, Y. (2004). Microstructure and properties of Fe<sub>3</sub>Al-Fe<sub>3</sub>AlC<sub>0.5</sub> composites prepared by self-propagating high temperature synthesis casting. Materials Science and Engineering A 382, p. 8-14.
- Yaping, B., Jiandong, X., Zhen, L., Yimin, G., Shengqiang, M. (2012). Study on preparation and mechanical properties of Fe<sub>3</sub>Al-20 wt.%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Materials and Design, p.211-219.
- Yukhvid, V. I. (1992). Modifications of SHS processes. Pure & Applying. Chemistry., Volume. 64, No. 7, p.977-988.
- Zamanzade, M., Barnoush, A., Motz, C. (2016). A Review on the Properties of Iron. Crystals, p.1-2
- Zandra, M., Casari, F., & Lonardelli, I. (2007). In-situ precipitation of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Fe<sub>3</sub>AlC<sub>0.5</sub> in iron aluminides through spark plasma sintering: Microstructures and mechanical properties. Intermetallics 15, p.1650-1658.
- Zhanga, J., Yina, Y., Lia, J., Zhangc, H. (2003). Fabrication and properties of Fe<sub>3</sub>Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> graded coatings. Journal of Materials Processing Technology 134, p.206-209.