ALAŞIM ELEMENTLERİNİN NIAI ALAŞIMLARININ MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

2013 YÜKSEK LİSANS TEZİ METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

Ridvan ULU

ALAŞIM ELEMENTLERİNİN NIAI ALAŞIMLARININ MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Ridvan ULU

Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans Tezi Olarak Hazırlanmıştır

> KARABÜK Ocak 2013

Rıdvan ULU tarafından hazırlanan "ALAŞIM ELEMENTLERİNİN NiAl ALAŞIMLARININ MİKROYAPI ve MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ" başlıklı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Doç. Dr. Ali GÜNGÖR

Tez Danışmanı, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği ile Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir. 18/01/2013

Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu)

Başkan : Prof. Dr. İsmail ATILGAN (KBÜ)

Üye : Doç. Dr. Ali GÜNGÖR (KBÜ)

Üye : Doç. Dr. Dursun ÖZYÜREK (KBÜ)

Imzası

...../...../2013

KBÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile, Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Nizamettin KAHRAMAN Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

"Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim."

Rıdvan ULU

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ALAŞIM ELEMENTLERİNİN NIAI ALAŞIMLARININ MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Ridvan ULU

Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dah

> Tez Danışmanı: Doç. Dr. Ali GÜNGÖR Ocak 2013, 90 sayfa

Bu çalışmada, alaşım elementlerinin, NiAl intermetalik bileşiklerinin fiziksel ve mekanik özelliklerinin yanında, yüksek sıcaklıkta oksitlenme direncine etkileri incelenmiştir. Bu amaçla, NiAl, seyreltik (1 at % ve 2 at % oranlarında) NiAl-X (X=Ta, Nb, Mo), NiAl-28Co, NiAl-28Cr, NiAl-26Cr2X (X=Ta, Nb, Mo, Fe) ve NiAl-26Cr6Mo2X (X=Ta, Nb ve V) bileşikleri su soğutmalı bakır kalıp tekniği kullanılarak Ar atmosferi altında ark ergitme yöntemi ile üretilmiştir.

Bileşiklerin yoğunluk, sertlik, mikroyapısı ve kompozisyonu, kırılma davranışı ve 1000 °C'deki yüksek sıcaklık oksidasyon direnci, Arşimet prensibi, mikrosertlik cihazı, polarize ışık mikroskobu, taramalı elektron mikroskobu, X-ışını difraktometresi, enerji dağılım spektrometrisi ve yüksek sıcaklık fırını kullanılarak sırayla belirlenmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda, alaşım elementlerinin katkı elementsiz NiAl bileşiklerinin yoğunluğunu ve sertliğini arttırdığı, birim yoğunluk başına en yüksek dayanıma öncelikle NiAl-26Cr6Mo2V sonrasında NiAl-1Nb, NiAl-26Cr2Mo ve NiAl-26Cr6Mo2Nb ötektik bileşiklerinin sahip olduğu, mikroyapı ve EDX analizlerinden seyreltik bileşiklerin çift fazlı yapıya, ötektik bileşiklerin ise ötektik yapının yanında primer NiAl dendiritlerinden oluştuğu, bütün bileşiklerin klivaj tipi gevrek kırılmaya uğradıkları, XRD analizlerinde, seyreltik NiAl bileşiklerinde Ni₂Ta ve Mo fazları, ötektik bileşiklerde ise Cr, Ni₂Ta, Al_{84,6}Cr_{15,4} ve Fe₂AlCr fazlarının oluştuğu, yüksek sıcaklık oksitlenme deneylerinden ötektik bileşiklerinin katkı elementsiz NiAl bileşiğine kıyasla daha iyi oksitlenme direncine sahip olduğu, intermetalik bileşikler içerisinde, NiAl-26Cr6Mo2Nb intermetalik bileşiğinin optimum sertlik/yoğunluk ve oksitlenme direncine sahip olduğu belirlenmiştir.

Anahtar Sözcükler : NiAl, ark ergitme, mikroyapı, oksidasyon.

Bilim Kodu : 905.1.092

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

EFFECT OF ALLOYING ELEMENTS ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF NIAI ALLOYS

Ridvan ULU

Karabük University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Metallurgical and Materials Engineering

> Thesis Advisor: Assoc. Prof. Dr. Ali GÜNGÖR January 2013, 90 pages

In this study, effect of alloying elements on the microstructural, physical and mechanical properties as well as high temperature oxidation resistance of NiAl intermetallic compounds were investigated. For this purpose, NiAl, dilute (in 1 at.% and 2 at.% ratios) NiAl-X (X=Ta, Nb, Mo), NiAl-28Co, NiAl-28Cr, NiAl-26Cr2X (X=Ta, Nb, Mo, Fe) and NiAl-26Cr6Mo2X (X=Ta, Nb ve V) compounds were arc melted under Ar atmosphere using water cooled copper mold.

Density, hardness, microstructure and composition, fracture behavior, and high temperature oxidation resistance at 1000 °C of the compounds were determined using Archimede's principle, microhardness device, polarized light microscope, scanning electron microscope, X-ray diffractometry, energy dispersive x-ray spectroscopy and high temperature furnace. As a result of studies; alloying elements increased the density and hardness of pure NiAl compounds, primarily

NiAl-26Cr6Mo2V compound after then NiAl-1Nb, NiAl-26Cr2Mo and NiAl-26Cr6Mo2Nb eutectic compounds had the largest hardness per unit density, based on the microstructural and chemical analyses, dilute compounds had two phase structure, while eutectic compounds had eutectic structure in addition to primary NiAl dendrites, cleavage type brittle fracture occured in all of the compounds, Ni₂Ta and Mo phases in dilute NiAl compounds and Cr, Ni₂Ta, Al_{84,6}Cr_{15,4} and Fe₂AlCr phases in eutectic compounds were found from XRD analyses, compared to pure NiAl, eutectic compounds had better high temperature oxidation resistance, among the intermetallic compounds, NiAl-26Cr6Mo2Nb intermetallic compound had optimum hardness/density ratio and high temperature oxidation resistance.

Key Words : NiAl, arc melting, microstructure, oxidation. **Science Code** : 905.1.092

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının planlanmasında, araştırılmasında, yürütülmesinde ve oluşumunda ilgi ve desteğini esirgemeyen, engin bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, yönlendirme ve bilgilendirmeleriyle çalışmamı bilimsel temeller ışığında şekillendiren sayın hocam Doç. Dr. Ali GÜNGÖR'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca numune hazırlamada yardımcı olan Araştırma Görevlileri Yakup KAYA, Harun ÇUĞ ve Hüseyin DEMİRTAŞ'a, numune incelemelerinde laboratuar imkânlarını bize sunan değerli hocamız Doç. Dr. Dursun ÖZYÜREK'e teşekkür ederim.

Yüksek lisans tez çalışmalarımıza KBÜ-BAP-C-11-Y009 numaralı BAP projesiyle destekte bulunan Karabük Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Projeleri Komisyonuna ve Karabük Üniversitesi Rektörlüğüne teşekkür ederim.

Sevgili aileme ve nişanlıma manevi hiçbir yardımı esirgemeden yanımda oldukları için tüm kalbimle teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

KABUL ii
ÖZETiv
ABSTRACT
TEŞEKKÜR viii
İÇİNDEKİLERix
ŞEKİLLER DİZİNİ xiii
ÇİZELGELER DİZİNİxvi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİxvii
BÖLÜM 11
GİRİŞ1
BÖLÜM 2
NIAI İNTERMETALİK BİLEŞİKLERİ4
2.1. NIAI KRİSTAL YAPISI
2.2. ALAŞIM ELEMENTLERİNİN NIAI ALAŞIMLARININ MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ5
2.3. NIAI İNTERMETALİK BİLEŞİKLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİ11
2.4. NIAI İNTERMETALİK BİLEŞİKLERİN KULLANIM ALANLARI16
BÖLÜM 3
NIAI İNTERMETALİK BİLEŞİKLERİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ18
3.1. TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ18
3.1.1. Toz Metalurjisi İşleminin Aşamaları19
3.1.2. Metal Tozlarının Özellikleri19
3.1.3. Presleme
3.1.4. Sinterleme
3.1.5. Toz Metalurjisi İşleminin Avantaj ve Dezavantajları

<u>Sayfa</u>

3.2. MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ	26
3.2.1. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları	27
3.2.2. Mekanik Alaşımlama İşlemi	27
3.2.3. Mekanik Alaşımlamada Etkin Parametreler	29
3.3. YANMA REAKSİYONU YÖNTEMİ	29
3.3.1. Reaksiyon Parametrelerinin Kontrolü	31
3.3.1.1. Adyabatik Sıcaklık	31
3.3.1.2. Tutuşma Koşulları	32
3.3.1.3. Seyreltme Oranı	33
3.3.1.4. Ham Yoğunluk	33
3.3.1.5. Parçacık Boyutu	34
3.3.1.6. Numunenin Üretim Şartları	34
3.3.2. Yanma Sentezi Yöntemleri	34
3.3.2.1. Kendi Kendine İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi (SHS)	35
3.3.2.2. Hacim Yanma Sentezi	36
3.3.3. Yanma Sentezinin Avantaj ve Dezavantajları	37
3.4. YÖNLÜ KATILAŞTIRMA YÖNTEMİ	37
3.5. VAKUMDA İNDÜKSİYON ERGİTME YÖNTEMİ	39
3.6. VAKUMDA ARKLA YENİDEN ERGİTME YÖNTEMİ	40
3.7. ELEKTROSLAG RAFİNASYON ERGİTME YÖNTEMİ	40
3.8. PLAZMA ARK ERGİTME YÖNTEMİ	41
3.9. VAKUMDA ARK ERGİTME YÖNTEMİ	42
3.9.1. Elektrik Arkı	43
3.9.2. Vakum Sistemleri	43
3.9.3. Vakum Pompaları	44
BÖLÜM 4	45
DENEYSEL ÇALIŞMALAR	45
4.1. MALZEME VE METOD	45
4.2. METALOGRAFİK NUMUNE HAZIRLAMA	46

4.5. SERTLİK TESTİ
4.6. YAPISAL ANALİZ
4.7. OKSİDASYON TESTİ
BÖLÜM 5
BÖLÜM 5
SONUÇLAR VE TARTIŞMA48
5.1. BİLEŞİKLERİN YOĞUNLUK VE SERTLİK DEĞERLERİ48
5.2. TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU İLE MİKROYAPI
ANALİZİ
5.2.1. NiAl Alaşımı
5.2.2. NiAl-28Cr Alaşımı
5.2.3. NiAl-28Co Alaşımı
5.2.4. NiAl-1Ta Alaşımı
5.2.5. NiAl-2Ta Alaşımı
5.2.6. NiAl-1Nb Alaşımı
5.2.7. NiAl-2Nb Alaşımı
5.2.8. NiAl-1Mo Alaşımı
5.2.9. NiAl-2Mo Alaşımı
5.2.10. NiAl-26Cr2Ta Alaşımı
5.2.11. NiAl-26Cr2Nb Alaşımı
5.2.12. NiAl-26Cr2Fe Alaşımı
5.2.13. NiAl-26Cr2Mo Alaşımı
5.2.14. NiAl-26Cr6Mo2Ta Alaşımı
5.2.15. NiAl-26Cr6Mo2Nb Alaşımı
5.2.16. NiAl-26Cr6Mo2V Alaşımı
5.3. KIRILMA ANALİZİ64
5.3.1. NiAl Alaşımı
5.3.2. NiAl-28Cr Alaşımı
5.3.3. NiAl-28Co Alaşımı
5.3.4. NiAl-1Ta Alaşımı6'
5.3.5. NiAl-2Ta Alaşımı6'
5.3.6. NiAl-1Nb Alaşımı
5.3.7. NiAl-2Nb Alaşımı

5.3.8.	NiAl-1Mo Alaşımı	69
5.3.9.	NiAl-2Mo Alaşımı	70
5.3.10.	NiAl-26Cr2Ta Alaşımı	71
5.3.11.	NiAl-26Cr2Nb Alaşımı	71
5.3.12.	NiAl-26Cr2Fe Alaşımı	72
5.3.13.	NiAl-26Cr2Mo Alaşımı	73
5.3.14.	NiAl-26Cr6Mo2Ta Alaşımı	73
5.3.15.	NiAl-26Cr6Mo2Nb Alaşımı	74
5.3.16.	NiAl-26Cr6Mo2V Alaşımı	75
5.4. XRD	ANALİZLERİ	75
5.4.1.	NiAl, NiAl-28Cr ve NiAl-28Co Bileşiklerinin XRD Analizi	75
5.4.2.	NiAl ve Seyreltik NiAl-1X (X=Ta, Nb ve Mo) Bileşiklerinin XRD Analizi	76
5.4.3.	NiAl, NiAl-28Cr, NiAl-26Cr2Ta, NiAl-26Cr2Nb ve NiAl-26Cr2Fe Ötektik Bileşiklerin XRD Analizi	77
5.4.4.	NiAl-26Cr6Mo2Ta, NiAl-26Cr6Mo2Nb ve NiAl-26Cr6Mo2V Ötektik Bileşiklerinin XRD Analizi	78
5.5. YÜK	SEK SICAKLIK OKSİTLENME TESTİ	79
BÖLÜM 6		83
SONUÇLAF	R	83
KAYNAKL	AR	86
ÖZGEÇMİŞ		90

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1.	NiAl (B2) kristal yapısı	5
Şekil 2.2.	Çeşitli elementlerin NiAl'un mekanik özellikleri üzerine etkisi	8
Şekil 2.3.	Çok taneli NiAl için sıcaklığa bağlı akma dayanımı ve çekme tokluğu	9
Şekil 2.4.	NiAl'da Fe içeriğine bağlı difüzyon katsayısı	10
Şekil 2.5.	Çok taneli (polikristal) NiAl'un sıcaklığa bağlı çekme akma dayanımı	12
Şekil 2.6.	Çok taneli NiAl'un sıcaklığa bağlı sünekliği (uzama)	12
Şekil 2.7.	Çok taneli NiAl'un sıcaklığa bağlı maksimum çekme dayanımı	13
Şekil 2.8.	Çok taneli NiAl'un sıcaklığa bağlı basmadaki kırılma dayanımı	13
Şekil 2.9.	NiAl'un sıcaklığa ve stokiyometriye bağlı sertliği	14
Şekil 2.10.	Çok taneli NiAl'un akma dayanımına stokiyometrinin etkisi	14
Şekil 2.11.	Tane boyutunun Ni-49Al'un sünekliğine etkisi	15
Şekil 2.12.	Francis tip hidro türbin	17
Şekil 3.1.	Sinterleme sıcaklığı ile malzeme özelliklerinin değişimi	22
Şekil 3.2.	Sinterleme esnasında, tozların birbirine kenetlenmesi ve porozite miktarı ile por morfolojisinin değişimi	22
Şekil 3.3.	Sinterleme operasyonu sürecinde toz metalurjisi ürünlerinin yoğunluk, mukavemet ve süneklik gibi özelliklerinin diğer yöntemlerle üretilen mamullerin özelliklerine oranının zamanla değişimi	23
Şekil 3.4.	Başlangıç tozları ve alaşımlamaya bağlı olarak deformasyon tavırları	28
Şekil 3.5.	MA sırasında Bilye-Toz çarpışması	28
Şekil 3.6.	Sadece katı reaktantları içeren klasik yanma sentezinin şematik gösterimi	30
Şekil 3.7.	Yanma işleminin idealleşen makroskobik parametleri	31
Şekil 3.8.	SHS yönteminin şematik gösterimi	36
Şekil 3.9.	Eş eksenli yapının tersine yönlendirilerek katılaştırılan Ni ₃ Al'da artan mukavemet	38
Şekil 3.10.	Yönlendirilmeden oluşturulan Ni ₃ Al'da katılaşma hızı üzerinde gözenek oranının bağımlılığı	38
Şekil 3.11.	Kapalı olmayan bir indüksiyon ergitme ve döküm prosesinin şematik görünüşü	40
Şekil 3.12.	Plazma skull ergitme tekniğinin bir şeması	41

Şekil 3.13. Tungsten elektrodla vakum ark ergitme metodu43
Şekil 5.1. NiAl bileşiğinin SEM-EDX analizi
Şekil 5.2. NiAl-28Cr bileşiğinin SEM-EDX analizi
Şekil 5.3. NiAl-28Co bileşiğinin SEM-EDX analizi
Şekil 5.4. NiAl-1Ta bileşiğinin SEM-EDX analizi
Şekil 5.5. NiAl-2Ta bileşiğinin SEM-EDX analizi53
Şekil 5.6. NiAl-1Nb bileşiğinin SEM-EDX analizi
Şekil 5.7. NiAl-2Nb bileşiğinin SEM-EDX analizi
Şekil 5.8. NiAl-1Mo bileşiğinin SEM-EDX analizi
Şekil 5.9. NiAl-2Mo bileşiğinin SEM-EDX analizi
Şekil 5.10. NiAl-26Cr2Ta bileşiğinin SEM-EDX analizi
Şekil 5.11. NiAl-26Cr2Nb bileşiğinin SEM-EDX analizi
Şekil 5.12. NiAl-26Cr2Fe bileşiğinin SEM-EDX analizi60
Şekil 5.13. NiAl-26Cr2Mo bileşiğinin SEM-EDX analizi61
Şekil 5.14. NiAl-26Cr6Mo2Ta bileşiğinin SEM-EDX analizi62
Şekil 5.15. NiAl-26Cr6Mo2Nb bileşiğinin SEM-EDX analizi63
Şekil 5.16. NiAl-26Cr6Mo2V bileşiğinin SEM-EDX analizi64
Şekil 5.17. NiAl bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri65
Şekil 5.18. NiAl-28Cr bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri66
Şekil 5.19. NiAl-28Co bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri66
Şekil 5.20. NiAl-1Ta bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri67
Şekil 5.21. NiAl-2Ta bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri68
Şekil 5.22. NiAl-1Nb bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri68
Şekil 5.23. NiAl-2Nb bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri69
Şekil 5.24. NiAl-1Mo bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri70
Şekil 5.25. NiAl-2Mo bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri70
Şekil 5.26. NiAl-26Cr2Ta bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri
Şekil 5.27. NiAl-26Cr2Nb bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri
Şekil 5.28. NiAl-26Cr2Fe bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri

Şekil 5.29.	NiAl-26Cr2Mo bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri	.73
Şekil 5.30.	NiAl-26Cr6Mo2Ta ötektik bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri	.74
Şekil 5.31.	NiAl-26Cr6Mo2Nb ötektik bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri	.74
Şekil 5.32.	NiAl-26Cr6Mo2V ötektik bileşiğinin farklı ölçeklerdeki kırılma yüzey görüntüleri	.75
Şekil 5.33.	NiAl, NiAl-28Cr ve NiAl-28Co bileşiklerinin XRD grafikleri	.76
Şekil 5.34.	NiAl ve seyreltik NiAl-1X (X=Ta, Nb ve Mo) bileşiklerinin XRD grafikleri	.76
Şekil 5.35.	NiAl, NiAl-28Cr, NiAl-26Cr2Ta, NiAl-26Cr2Nb ve NiAl-26Cr2Fe ötektik bileşiklerinin XRD grafikleri	.77
Şekil 5.36.	NiAl-26Cr6Mo2Ta ötektik bileşiğinin XRD grafiği	.78
Şekil 5.37.	NiAl-26Cr6Mo2Nb ötektik bileşiğinin XRD grafiği	.78
Şekil 5.38.	NiAl-26Cr6Mo2V ötektik bileşiğinin XRD grafiği	.79
Şekil 5.39.	NiAl, NiAl-28Cr ve NiAl-28Co bileşiklerinin oksitlenme grafikleri	.81
Şekil 5.40.	NiAl ve seyreltik NiAl-X (X=Ta, Nb ve Mo) bileşiklerinin oksitlenme grafikleri	.81
Şekil 5.41.	NiAl ve ötektik NiAl-26Cr2Ta, NiAl-26Cr2Nb, NiAl-26Cr2Fe ve NiAl-26Cr2Mo bileşiklerinin oksitlenme grafikleri	.82
Şekil 5.42.	NiAl, NiAl-26Cr6Mo2Ta, NiAl-26Cr6Mo2Nb ve NiAl-26Cr6Mo2V ötektik bileşiklerinin oksitlenme grafikleri	.82

ÇİZELGELER DİZİNİ

		_
Çizelge 4.1.	Deneysel çalışmalarda kullanılan alaşımlar	15
Çizelge 5.1.	Her bir alaşım için yoğunluk ve sertlik değerleri ile alaşım elementi ilavesi ile meydana gelen değişimler	18
Çizelge 5.2.	Her bir alaşımın 1000 °C de 5, 15, 25, 35 saat sürede oksidasyon sonucu ağırlık değişimleri	30

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

- T_{ad} : adyabatik yanma sıcaklığı
- T_{ig} : tutuşma sıcaklığı
- Al : alüminyum
- Ar : argon
- Co : kobalt
- Cr : krom
- Mo : molibden
- Nb : niobyum
- Ni : nikel
- Ta : tantalyum
- V : vanadyum
- γ : birim hacim ağırlığı
- Φ : kimyasal ısı oranı

KISALTMALAR

- APB : anti-faz sınır enerjisi
- ESR : elektroslag rafinasyon
- HMK : hacim merkezli kübik yapı
- MA : mekanik alaşımlama
- PSC : plazma ark ergitme
- T/M : Toz Metalurjisi
- VIM : vakumda indüksiyon ergitme
- VAR : vakumda arkla yeniden ergitme
- YMK : yüzey merkezli kübik yapı

BÖLÜM 1

GİRİŞ

NiAl intermetalik bileşikleri nikel esaslı süper alaşımlara kıyasla düşük yoğunluk, yüksek ergime sıcaklığı, yüksek ısı iletkenliği, yüksek oksitlenme ve korozyon direnci gibi avantajlara sahiptir. Bu üstün özellikleri nedeniyle NiAl intermetalik bileşikleri özellikle yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılmakta ve otomotiv, havacılık ve enerji üretim endüstrileri tarafından tercih edilmektedir. Buna karşılık, düşük sıcaklıklarda süneklik ve kırılma tokluğunun düşük olması ve aynı zamanda yüksek sıcaklık mukavemetinin de düşük olması, NiAl bileşiklerinin kullanımını önemli ölçüde sınırlamaktadır. Bu nedenle, NiAl bileşiklerinin süneklik, tokluk ve yüksek sıcaklık mukavemetini geliştirmek için dünya çapında çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalar genel olarak mikro/makro alaşımlama ile mikroyapı kontrolü üzerine odaklanmıştır. Mekanik özellikler mikroyapıya bağlı olduğundan, süneklik ve tokluk ince taneli yapılarla ve sünek fazlarla iyileştirilmektedir. İnce taneli yapı elde etmek için alaşım elementleri, ikincil fazlar ve hızlı katılaştırma tekniği gibi yöntemler kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklık mukavemeti ise genellikle katı eriyik çözeltisi ve/veya çökelme mekanizmalarıyla arttırılmaktadır.

Sheng ve ark. NiAl-Cr(Mo)/Nb ötektik alaşımlarını basınçlı döküm yöntemiyle üretip mikroyapısını, sertliğini ve farklı sıcaklıklardaki basma dayanımını incelemiştir [1]. Araştırmanın sonucunda, geleneksel döküm yöntemine kıyasla basınçlı döküm tekniği ile daha ince plakalı ötektik yapı oluştuğunu, ötektik tane boyutunun 100-200 µm aralığında olduğunu, mikro sertlik değerinin önemli miktarda arttığını, düşük sıcaklık basma sünekliğinde %100 ve akma dayanımında %50 artış olduğunu, yüksek sıcaklık dayanımında ise bir farklılık olmadığını tespit etmiştir. Liang ve ark. NiAl-Cr(Mo) ötektik alaşımlarını yönlü katılaşma tekniğini kullanarak 3, 8 ve 10 mm/dak olmak üzere üç farklı çekme hızlarında üretmiş ve araştırmasında farklı çekme hızının mikroyapı ve farklı sıcaklıklardaki (oda sıcaklığı, 1253 °K ve

1373 °K) çekme özelliklerine etkisini incelemiştir [2]. Araştırmanın sonucunda, artan çekme hızıyla tane boyutunun küçüldüğünü, oda sıcaklığında numunelerin klivaj modunda kırıldığını, 1373 °K'de artan çekme hızıyla çekme özelliklerinin arttığını ve bu değerlerin de 1253 °K'deki değerlerin altında olduğunu belirlemiştir. Enayeti ve ark. mekanik alaşımlama yöntemiyle Ni ve Al tozlarından nanokristalin yapıya sahip NiAl intermetalik bileşikleri sentezlemiş, bileşiğin ara yüzeyde difüzyonla oluştuğunu, artan mil süresiyle tane boyutunun azaldığını ve nano yapılı bileşiklerin yüksek mikro sertliğe sahip olduğunu belirlemiştir [3]. Huai ve ark. hızlı katılaşma tekniği ile üretilmiş NiAl-28Cr-6Mo-B-Dy alaşım tozları ile Nb tozlarını sıcak presleme tekniği ile sentezlemiş ve üretilen numunelerin kabul edilebilir düzeyde süneklik, tokluk ve yüksek sıcaklık mukavemet özelliklerine sahip olduğunu, geleneksel döküm yöntemine kıyasla oda sıcaklığındaki akma gerilmesinde %53 ve basma gerilmesinde %35 artış olduğunu, süneklikte ise artışın %4 olduğunu tespit etmistir [4]. Wang ve ark. Fe elementi içeren ve içermeyen NiAl intermetalik bileşiklerini indüksiyon firmiyla üretip, Fe elementinin NiAl intermetalik bileşiğinin sürünme direncine etkisini incelemiştir [5]. Bu araştırmanın sonucunda, demirin sürünme hızını düşürdüğünü ve sürünme direncini artırdığını, sürünmenin Ni₅₀Al₅₀ bileşiğinde dislokasyon tırmanmasıyla, (Ni₄₀Fe₁₀)Al₅₀ bileşiğinde ise dislokasyon kayması ile gerçekleştiğini belirlemiştir.

Yapılan literatür çalışmasından [1-5], NiAl intermetalik bileşiklerin üretiminde ark ergitme tekniğinin nadir kullanıldığı ve mikroyapı kontrolü ile mekanik özellikleri geliştirmek için kullanılan alaşım elementlerinin NiAl bileşiğinin yüksek sıcaklık oksitlenme direncine etkisinin pek incelenmediği görülmüştür. Bu çalışmada, bileşiklerin düşük sıcaklık mekanik özellikleri ince taneli ötektik yapıyla, yüksek sıcaklık dayanımı ise katı eriyik mukavemetlendirmesi veya tane sınırlarında çökelen fazlarla geliştirilmesi hedeflenmektedir. Hızlı katılaştırma tekniği olarak, su soğutmalı bakır kalıba sahip vakum ark ergitme tekniği ince taneli intermetalik bileşikleri üretmek için kullanılmıştır. Ötektik yapı oluşturmak için Cr ve Mo elementleri, katı eriyik çözeltisi oluşturmak için Fe, Co elementleri, ikincil fazlarının çökelmesi için Nb, Ta, V elementleri belirli oranlarda NiAl bileşiklerine ilave edilmiştir. Bu çalışmada Rockwell A sertlik ölçümleriyle bileşiklerin makro sertlik değerleri ve yoğunluk ölçümleriyle ortalama yoğunlukları, X-ışınları kırınımı (XRD) metoduyla mevcut fazlar, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile bileşiklerin mikroyapısı, enerji dağılım spektrometrisi (EDX) ile fazların kimsayal bileşimi ve yüksek sıcaklık oksitlenme deneyleriyle de bileşiklerin yüksek sıcaklık oksitlenme direnci belirlenmiştir.

BÖLÜM 2

NIAI İNTERMETALİK BİLEŞİKLERİ

NiAl, en geniş intermetalik gruplardan biri olup, kübik B2 yapısı ile en iyi bilinen intermetalik bileşiktir. %50 Al içeriğine sahip NiAl bileşiklerinin ergime sıcaklığı 1640 °C' dir. Stokiometrik bileşimde 5,9 g/cm³ yoğunluğu ile Ni esaslı geleneksel alaşımlarla karşılaştırıldığında oldukça düşük bir değere sahiptir ve bu değer azalan Ni ile artmaktadır. Stokiometrik bileşimdeki polikristal NiAl'un oda sıcaklığındaki elastiklik modülü 235 GPa civarındadır. Sürünme direnci düşük sıcaklıklarda nispeten yüksek olmasına rağmen yüksek sıcaklıklarda artan sıcaklıkla doğrusal olarak hızla düşmektedir [6].

Nikelce zengin (%60'dan fazla Ni içeren) NiAl'da martenzitik dönüşüm oluşabilmektedir. Ni oranına bağlı olarak martenzitik dönüşüm sıcaklığı, %60 nikel için -240 °C'den %70 nikel için 1000 °C'ye kadar doğrusal olarak artar. Nikelce zengin NiAl'da martenzitik dönüşüm, yüzey gerilimlerine neden olabilir. Yüksek sıcaklık uygulamaları için düşünülen birçok alüminitden farklı olarak B2 yapısı ile NiAl, oksidasyon süresince kolayca oluşan koruyucu Al₂O₃ ile mükemmel oksidasyon direnci sergilemektedir. Bazı silisitlerin haricinde gerçek intermetalik oksidasyon direnci, NiAl bileşiğinde görülmektedir. Yüksek oksidasyon direncinin sebebi, Al içeriğinin yeterince yüksek olmasıdır ve Al difüzyonunun, iç hacim oksidasyonundan kaçınması ve tüm sıcaklıklarda yüzeyde kararlı aluminanın hızla oluşmasıdır. Oksidasyon direncinin Y, Zr, Hf gibi elementlerin mikro alaşımlaması ile arttırıldığı bilinmektedir. NiAl intermetalik bileşikleri; düşük sıcaklıklarda düşük kırılma tokluğu ve düşük sünekliğe sahip olmalarına rağmen düşük yoğunluk, yüksek ergime derecesi, 1300 °C'ye kadar mükemmel oksidasyon direnci ve iyi ısıl iletkenliği sayesinde gaz türbin motor pervaneleri ve sabit kanatlar gibi yüksek sıcaklık uygulamaları için potansiyel malzeme haline gelmiştir. Ayrıca sabit kalıp yapımı ve termal bariyer kaplamalarda da kullanılmaktadır [6-8].

2.1. NIAI KRİSTAL YAPISI

NiAl en basit metalik bileşenlerden biri olup CsCl (B2) yapısında kristalleşir. İç içe geçmiş iki basit kübik hücreden oluşur. Bundan dolayı NiAl bileşiğinin kristal yapısı hacim merkezli kübik kristal yapısına benzer, fakat basit kübik kristal yapısına sahiptir [9].



Şekil 2.1. NiAl (B2) kristal yapısı [9].

NiAl büyük bir oluşum ısısı oranına sahip olduğu için kararlı yapıdadır. Bu yapı Al ve Ni olmak üzere iki elementten oluşur.

Alüminyum; yüzey merkezli kübik kristal yapısına, 2,7 g/cm³ yoğunluğa ve 660 °C ergime sıcaklığına sahiptir. Saf olarak elektriksel uygulamalar dışında kullanımı sınırlıdır [10]. Nikel de alüminyum gibi yüzey merkezli kübik kristal yapısına sahiptir. Mekanik zorlanmalara maruz kaldıklarında tok ve sünek davranış gösterirler. Ergime sıcaklığı 1455 °C olup 8,9 g/cm³ yoğunluğa sahiptir. Diğer metallerle karşılaştırıldığında yüksek aşınma ve korozyon direnci ve yüksek sıcaklıklarda iyi sürünme direnci özelliklerine sahiptir [11].

2.2. ALAŞIM ELEMENTLERİNİN NIAI ALAŞIMLARININ MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Alaşımlar iki ya da daha fazla metalik elementlerden oluşmuş homojen karışımdır. Birçok alanda alaşımlara ait özellikler geliştirilmektedir. Metalik alaşımların özellikleri ve yapısı; bileşenlerinin zengin çeşitliliği nedeni ile elektronikte, mühendislikte ve katalizde geniş bir uygulama alanına sahiptir [12-15]. Özellikle yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılan en önemli endüstriyel malzeme NiAl ve Ni₃Al alaşımlarıdır. Bu alaşımlar yüksek mekanik dayanıma, yüksek erime sıcaklığına ve yüksek oksitlenme ve korozyon dirençlerine sahip olduğundan, Ni-Al bileşikleri yüksek sıcaklık uygulamalarında özellikle de uzay endüstrisi ve gaz türbinleri için ideal malzemelerdir.

NiAl bileşiklerinin mekanik özellikleri ve dayanıklılığı, çeşitli safsızlık atomların eklenmesiyle değiştirilebilir. Nikel bazlı süper alaşımlar dayanıklılık, alaşım kararlılığı ve çevre direnciyle ilgili özelliklerinden biri için sekiz ya da daha fazla element içerir. Bazı elementler NiAl bileşiğinin bağlanma özelliklerini geliştirdiği için tercih edilirken nitrojen, oksijen, silikon, fosfor, kükürt gibi elementler NiAl bileşiğinin bazı mekanik özellikleri için zararlıdır. Örneğin oksijen ve kükürt elementlerinin küçük bir miktarı NiAl bileşiğini oda sıcaklığında kırılgan yapmakta, NiAl alaşımının yüzeyinde ise korozyon ve kırılmaya sebep olmaktadır. Yine de NiAl bileşiğinin mekanik özellikleri üzerine oksijen ve kükürt kirliliğini anlamaya yönelik sadece birkaç çalışma vardır [16-18]. Diğer yandan Ni içeren süper alaşımlarla ilgili işlemler sırasında kükürt, toplanan safsızlık olarak ortaya çıkmaktadır. Bu kükürt safsızlığı, jet motorunun çalışması sırasında koruyucu Al₂O₃ tabakası ve koruyucu kat arasında yapışmayı önleyen bir ara yüzey olarak düşünülür. Ayrıca kükürt atomları geçiş metalleri yüzeylerine tutunarak yüzey yapısında çeşitlilik oluşturur. Bu yapıları çalışmada esas amaç kükürt safsızlığının etkisiyle katalizörün etkisiz hale getirilmesini anlamaktır. Bilimsel olarak kükürt bileşenleri tarafından metallerin zehirlenmesi; çeşitli sebepleri anlamak için bir model olarak kullanılmaktadır. Fosil yakıtlar ve kimyasal hammadde içinde yaygın bir kirlilik olan H₂S gibi kükürt bilesenlerinin çoğu; Petro-kimya endüstrisinde birçok kimyasal reaksiyonda karşılaşılan metale dayalı katalizörlerin üzerinde çok yüksek kirliliğe sahiptir. Kükürt bileşenleri asit yağmurları, hava kirliliği, iklim değişmeleri ve yakıtların kalitesini düşürmektedir. Kükürt gibi hidrojen gazının da metal yüzeylerine tutunması ve saçılmasının çalışılması birçok katalitik reaksiyonlar arkasındaki mekanizmaları atomik boyutta anlamak için önemlidir. Katalitik yüzeyler de bir bileşenden daha fazla olmasına rağmen alaşım yüzeyi üzerine yapılan

çalışma sayısı sınırlıdır [19-22]. Tek fazlı mikroyapıyı sürdürecek şekilde katılan farklı miktarlardaki alaşım elementleri genellikle ya ilave sistemlerle kaymayı kolaylaştırmak ya da empüriteler oluşturmak ve tane sınırlarını mukavemetlendirmek içindir [23]. Alaşım ilavelerinin NiAl'un sünekliği, tokluğu ve sürünme dayanımı üzerinde çeşitli etkileri vardır. Alaşım elementlerinin miktarı iki seviyeye ayrılır; mikroalaşımlama (1 at %'den az) ve makroalaşımlama (1 at %'den fazla). Alaşım ilavesi ile mekanik özelliklerdeki değişimler birincil olarak dislokasyon atmosferinin oluşumu, Ni/Al oranındaki değişimler ve etkili difüzyon katsayısındaki değişimlerden kaynaklanır. Tercihli yeralan alaşım elementi ilaveleri ile artan yapısal kusurlar malzeme mukavemetlenmesine katkıda bulunur. Bu mekanizmalar alaşım elementlerinin etkisi analiz edildiğinde ortaya konulabilir. Alaşım elementlerinin etkisi temelde yeralan ve arayer olarak ikiye ayrılabilir.

Yeralan alaşım elementi ilavesi: Goldschmidt yarıçapı 0.1 nm'den küçük olan elementler NiAl'da arayer olarak bulunmayı tercih ederler [23]. Artan Goldschmidt yarıçapı ile tercihler yeralan olarak değişir. Yeralan alaşım ilavesi etkili stokiyometriye de bağlı olarak Ni ya da Al kristal kafesinde tercihli olarak yer almasıyla alaşımı mukavemetlendirebilir. Örneğin, Be yeralan atomu nerdeyse sadece Al konumundadır [23]. Jayaram ve Miller yaptığı atom prob ölçümünde Fe'in Al konumunu tercih ettiğini fakat aynı zamanda çalışılan numunenin Ni'ce zengin olduğunu belirtmişlerdir [23]. NiAl gibi düzenli intermetalik alaşımlarda hiçbir deneyde kabul edilebilir bir katı çözelti mukavemetlendirme teorisi açıklanamamıştır belirli [23]. Özellikle mikroalaşımlama ilaveleri tane sınırlarını mukavemetlendirmesi ya da matriste empüriteler oluşturularak oda sıcaklığında NiAl'un çekme sünekliğini arttırmak içindir [23]. 1000 ppm Fe, Ga veya Mo ile katkılandırılmış stokiyometriye yakın [110] tek kristal NiAl oluşturulan empüritelerin katkısı ile oda sıcaklığındaki çekme uzaması % 1'den % 6'ya kadar arttırılır [23]. Araştırmacıların ilgilendikleri temel alan NiAl'da beş bağımsız kayma sisteminin olmayışıdır. Bu yüzden teorik ve deneysel birçok alaşım geliştirme programları NiAl'a üçüncü ilaveler ile alaşımlandırarak düzenlenme enerjisini ya da anti-faz sınır enerjisi (APB) değiştirme üzerine odaklanmışlardır. APB enerjisindeki yeterli değişim ilave ya da alternatif kayma sistemlerinin aktivasyonuna izin verir [23]. Genellikle bir makro alaşımlama (1 at %'den fazla) yaklaşımına gerek duyulur.

Ancak makro alaşımlama katı çözelti mukavemetlendirmesi ile eş zamanlı bir etki gösterdiğinden süneklikte çok sınırlı bir gelişme gösterir [23]. Şekil 2.2'de Hf, Zr, Cu, Cr, Fe, Ga, La, Mo, Ni, Re, W, Y, ve Be'un etkileri deneysel olarak tanımlanmış ve gösterilmiştir [23]. NiAl'un düşük klivaj mukavemeti taneler arası kırılmadan sorumludur [23]. Akma esnasında tane sınırlarındaki uyuşmazlıklar yeterli gerinim gösterirse taneler içi kırılma gerçekleşir. Sadece nispeten saf NiAl ve NiAl–Be alaşımları kırılmadan önce deforme olur [23]. Düşük miktardaki Zr, Cr ve V'un etkisi sadece sünek-gevrek geçiş sıcaklığının üzerinde önemlidir [23]. Auger çalışmaları Zr'un tane sınırlarında segrege olduğunu göstermiştir [23]. Sünek-gevrek geçiş sıcaklığı Zr ilavesinden güçlü bir şekilde etkilenir ve 850-875 K'e yükselir [23]. Mo ilavesinin katı çözelti etkisi potensiyeldir ama NiAl içerisinde sınırlı çözünebilirliğe sahiptir.



Şekil 2.2. Çeşitli elementlerin NiAl'un mekanik özellikleri üzerine etkisi [23].

Şekil 2.3'de görüldüğü gibi ısıl işlemler yaklaşık ergime derecesinin üçte biri sıcaklığında ikili NiAl'un mekanik özelliklerini etkilemeye başlar [23]. İkili NiAl'un sürünme dayanımına etkisini anlamak için Te, Ti, Co, Nb, Cr, Ta, Zr ve Hf gibi çeşitli alaşım elementleri denenmiştir [23]. Ancak çok taneli NiAl'da Nb, Ta ve Ti katı çözelti veya çökelme sertleşmesi yaptıkları için sürünme dayanımına uzun süreli etkisini belirlemek zordur [23].



Şekil 2.3. Çok taneli NiAl için sıcaklığa bağlı akma dayanımı ve çekme tokluğu [23].

Ni/Al oranını değiştiren ilaveler sadece oda sıcaklığı özelliklerini değil ayrıca difüzyonu ve bu yüzden de sürünme mukavemetini de etkiler [23]. Örneğin Şekil 2.4'de NiAl'a Fe ilavesi ile difüzyon katsayısındaki değişim verilmiştir [23]. NiAl'un difüzyon kabiliyeti stokiyometriden ve alaşım ilavesinden etkilendiği için doğrudan sürünme direncini de etkiler.



Şekil 2.4. NiAl'da Fe içeriğine bağlı difüzyon katsayısı [23].

Arayer alaşım elementi ilavesi: NiAl'da arayer atom kirliliğinin mekanik özellikler üzerindeki etkisi önceki çalışmalarda sonuçlar arasındaki uyumsuzluğun kaynağı olarak anılır [23]. Auger analizinin kullanıldığı son çalışmalarda C, O ve S'ün tane sınırları yüzeyinde segrege olmadığı ancak bor'un olduğu gösterilmiştir [23]. Ayrıca Ti, V, Cr ve W gibi empüritelerin, toplam empürite seviyesi 460 ppm'den çok daha fazla olduğunda matriste MB2 şeklinde (M metal elementi) çökelir [23]. Bu yüzden bor yüksek saflıktaki nikelde bile yeralan empürite olarak görülür. C tane sınırlarında segrege olmamasına rağmen metalik empürite oluşturmada bor'dan iki kat etkilidir [23]. B ve C ilavesinde akma dayanımı önemli derecede artar. NiAl'un akma dayanımı 154 MPa iken, 0,12 at % B ilavesi ile akma dayanımı 329 MPa'a yükselir ve 0,1 at % C ile 336 MPa olur [23]. MB2 ve MC çökeltilerinin varlığı NiAl'un akma dayanımındaki artışının muhtemel kaynağıdır [23]. Bor ilavesi ile kırılma modunun taneler arasından taneler içi kırılma şekline dönüştüğü görülmüştür [23]. B takviyeli NiAl'da akmadan önce klivaj gerilme bastırılır ve kırılma modu taneler içi klivaja dönüşür. Bieler, Noebe ve Hebsur NiAl'da N ilavesini çalışmışlar ve N içeren numunede daha düşük seviyedeki C'dan dolayı kırılma tokluğunda 8 MPa \sqrt{m} arttığını bulmuşlardır [23]. Arayer empüritelerin etkisi sadece oda sıcaklığındaki özellikler ile sınırlı değildir. Örneğin NiAl'a 420 wppm (Weight Parts Per Million, ağırlıkça 10⁻⁶) gibi çok az bir miktarda C ilavesinde sürünme dayanımında önemli bir düşüş görülür [23]. AlN ve Al₂O₃ çökeltilerinin sürünme dayanımına önemli faydaları olduğu bulunmuştur [23].

2.3. NIAI İNTERMETALİK BİLEŞİKLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİ

Dayanım ve süneklik: NiAl'un mekanik özellikleri üzerine, Wachtell ilk çalışmalarında toz metalurjisi yöntemi ile üretilen malzemenin oda sıcaklığındaki kırılma modülünün 735 MPa olduğunu ve malzemenin hiç süneklik göstermediğini belirlemiştir [24]. Maxwell ve Grala yaptıkları çalışmalarda döküm yoluyla üretilen malzemenin yaklaşık 100 MPa kırılma dayanımına ve sıfır sünekliğe sahip olduğunu belirlemişlerdir [24]. Rozner ve Wasilewski ilk çalışmalarında döküm ve ekstrüzyon yöntemi ile ürettikleri NiAl'un normal şartlardaki sünekliğini yaklaşık %4 uzama ve akma dayanımını 179 MPa olarak belirlemişlerdir [24]. Son zamanlardaki çalışmalarda temelde kabul edilen sünekliğinin yaklaşık %1-2 uzama ve akma dayanımının çeşitli güncel çalışmalara göre 115-235 MPa arasında olduğunu, genel değerin ise 167 MPa olduğu belirtilmiştir [24]. Dayanımdaki fark karbon (nikeldeki genel empürite) gibi çeşitli arayer bileşenlerinden ya da stokiyometrik NiAl'un akma ya da kırılma dayanımına deneysel olarak çok küçük bir etki etmektedir [24].

Sıcaklığın Etkisi: Şekil 2.5'de stokiyometrik NiAl'un artan test sıcaklığı ile akma dayanımında biraz düşüş gösterdiği görülmektedir [24]. Çok taneli NiAl'un akma dayanımı oda sıcaklığında yaklaşık 170 MPa ve bu düşük değer mukavemetlendirilmiş bir alüminyum alaşımı ile kıyaslanabilir değerdir.



Şekil 2.5. Çok taneli (polikristal) NiAl'un sıcaklığa bağlı çekme akma dayanımı [24].

HMK yapılı malzemelere benzer şekilde NiAl alaşımı Şekil 2.6'da görüldüğü gibi artan sıcaklık ile gevrekten süneğe geçiş gösterir. Sünek gevrek geçiş sıcaklığı polikristal NiAl için yaklaşık 600 °K olarak tanımlanabilir.



Şekil 2.6. Çok taneli NiAl'un sıcaklığa bağlı sünekliği (uzama) [24].

Çeşitli araştırmacılardan toplanmış maksimum çekme ve kırılma dayanımı verileri Şekil 2.7'de ve Şekil 2.8'de gösterilmiştir. Aşağı yukarı gerçek basma davranışında sıcaklık her 100 °K azaldığında kırılma dayanımı yaklaşık 100 MPa artmaktadır. Çekme kırılma dayanımında ise 1000 °K altında önemli bir değişkenlik ve çalışmalarda uyuşmazlık gözlenmektedir. Bu muhtemelen, kırılma dayanımı maksimum kusur hacmi ile ters orantılı olduğundan, kusur hacmi ve miktarındaki farklılıklardan kaynaklanmaktadır. Ayrıca çekme ve basma kırılma mukavemetleri arasında kıyaslama yapmak doğru değildir. 875 °K altında çalışmalarda görülen açık farklılıklardan daha fazla bahsedilmektedir. Bu muhtemelen düşük sıcaklıklarda plastik deformasyondan düşük gerilmelerdeki çekmeye kırılmanın karışmasından kaynaklanmaktadır. Basmada çatlak oluşur ve kararlı bir biçimde yayılır ve malzeme tamamen kırılmadan deformasyon maksimum gerinime kadar devam eder [24].



Şekil 2.7. Çok taneli NiAl'un sıcaklığa bağlı maksimum çekme dayanımı [24].



Şekil 2.8. Çok taneli NiAl'un sıcaklığa bağlı basmadaki kırılma dayanımı [24].

Stokiyometrinin etkisi: NiAl bileşimlerinin mekanik özellikleri üzerinde stokiyometrinin belirgin bir etkisi vardır. Süneklikte maksimumu ve dayanım ve sertlikte minumumu veren tam stokiyometri Ni/Al = 1'dir. İlk defa bu etkiyi Westbrook ergitilmiş parçalar üzerinde mikro sertlik testleri ile göstermiş (Şekil 2.9.), Bradley ve Toylor da kusurlu yapıların davranışını araştırmışlardır [24]. Nikelce zengin kompozisyonlar stokiyometrik bileşene göre alüminyum alt latis bölgesinde nikel atomlarının varlığından dolayı sertleşir ve alüminyumca zengin bileşenler nikel alt latisindeki boşlukların varlığından dolayı sertliği çok daha etkiler. Şekil 2.10'da görüldüğü gibi, bu davranış stokiyometrik bileşenlerde minimum olan akma dayanımını da etkiler [24].



Şekil 2.9. NiAl'un sıcaklığa ve stokiyometriye bağlı sertliği [24].



Şekil 2.10. Çok taneli NiAl'un akma dayanımına stokiyometrinin etkisi [24].

Tane Boyutunun Etkisi: Döküm ve ektrüze edilmiş Ni-49Al alaşımı için tane boyutunun etkisi incelenmiştir [24]. Bu alaşım yeniden kristalleşmiş ince tane yapısını sürdürebilecek düşük bir sıcaklıkta ekstrüze edilmiş ve sonrasında 5 μ m–140 μ m aralığında tane çapı oranını sağlayan tavlama işlemi uygulanmıştır. Çekme testleri 293 °K – 873 °K aralığında yapılmış ve Şekil 2.11'de görüldüğü gibi kritik bir tane boyutunun varlığını (673 °K'de 20 μ m) göstermiştir. Ancak en ince tane boyutu olan 5 μ m'de bile oda sıcaklığındaki süneklik yaklaşık %2'de kalmıştır.

Nagpal ve Baker yaptığı sonraki çalışmada döküp ekstrüze ettikleri Ni-50Al'da 300 °K'de tane boyutunun akma dayanımına bağlı olmadığını bulmuştur [24]. Ancak daha ince tane boyutunun daha iyi uzama sağladığını belirtmiş ve çalışmasındaki en ince (13 µm) tane boyutunda %2,3 uzama elde etmiştir. Sonrasında Baker ve ark. yaptığı çalışmada Ni–45Al, Ni-48Al ve Ni-50Al alaşımları kullanmışlar ve Ni-50Al alaşımı için tane boyutunun akma dayanımına çok az bağlı olduğunu tespit etmişlerdir. Ancak stokiyometriden saptıkça bağlılık artmıştır [24].



Şekil 2.11. Tane boyutunun Ni-49Al'un sünekliğine etkisi [24].

1991 yıllarında 5 μ m'den daha küçük taneli NiAl üretmeye çalışmışlar ve mekanik alaşımlama sonrası ekstrüze ile 1 μ m tane boyutu, inert gaz yoğunlaştırma ile 10 nm tane boyutu üretebilmişlerdir [24]. Akma Dayanımı: NiAl'un oda sıcaklığındaki akma dayanımı sünekliğinin düşük olmasından dolayı çoğunlukla basma testi ile ölçülür. Basma testlerinin sonuçları, NiAl'un plastik davranışının; stokiyometriye, empürite miktarına, tane boyutuna, soğuma oranına (termal boşluklar) ve numune üretimine oldukça bağlı olduğunu göstermiştir [23]. [001] kristalleri için akma dayanımı düşük mutlak sıcaklıklarda aşırı yöne bağlılık gösterir, orta sıcaklıklarda hafif bir bağlılık şeklinde azalır ve devamında yüksek sıcaklıklarda yine hassaslaşır [23]. Stokiyometrik <110> yönlü tek kristalde akma mukavemeti yaklaşık 165-190 MPa ve <100> yönlü tek kristalde bu değer 980-1400 MPa aralığındadır [23]. Tek kristal özelliklerine dayanarak kristolografik tekstürün ve iç yapının çok kristalli NiAl'un akma özelliklerine önemli katkıda bulunacağı tahmin edilmiştir [23]. Ancak George ve Liu yaptığı çalışmada sınırlı çekme sünekliğinde iç yapının çok önemli olmadığını belirtmiştir [23]. Çeşitli stokiyometri alaşım içerikleri veya için ortalama sertleşme oranı, 100 MPa / % at' dan fazladır, gerçek değer alaşım elementlerine bağlıdır [23]. Stokiyometriden önemli sapmalar dikkate değer bir sertleşmeye yol açar. Al'ca veya Ni'ce zenginleşmeye göre farklı sonuçlar elde edilir. Nikelce zengin malzemede sertleşme oranı 120 MPa / % at ve alüminyumca zenginlerde yaklaşık 350 MPa / % at'dir [23]. Bu yüzden Ni boşlukları yerine fazla Al atomu olması dislokasyonları tutturmada daha etkilidir.

Termal boşluklar yüksek sıcaklıklardan hızlı soğuma ile mikroyapıda oluşturulabilir. Bu boşlukların etkisi alüminyumca zengin NiAl'da görülen yeralan boşluklarına benzer. 1000 °K sıcaklık üzerinde soğutma hızı 50 kat arttırılırsa stokiyometrik olarak çok taneli NiAl'un basmadaki akma dayanımı yaklaşık %30 artar [23]. Tek kristalliler de soğuma hızına benzer bağlılıklar sergilerler [23].

2.4. KULLANIM ALANLARI

NiAl tek kristalli basma uygulamalarında oldukça sünek olmasına karşın, tek ve çok kristalli NiAl, oda sıcaklığında çekme şartlarında oldukça gevrektir. Alüminitlerin 400 °C üzerinde sünekliği hızla artar ve 600 °C altında oldukça sünektirler. NiAl alaşımlarının darbe mukavemeti daha yüksektir. NiAl tek kristalleri, Ni-esaslı süper alaşımlarla mukayese edilebilir sürünme direncine sahip iken mekanik özellikleri

yetersizdir. Yapılan araştırmalarda tek kristallerin darbe mukavemetinin gaz türbin pervaneleri için yetersiz olduğu fakat sabit parçalarda örneğin, vanalarda ve yanma contalarında kullanım için yeterli olduğu tespit edilmiştir. NiAl; Şekil 2.12'de görüldüğü gibi hidro-türbinlerinde kullanılmakla beraber gaz türbin donanımlarında, termal bariyer kaplama olarak, yarı iletkenlerde, otomotiv turbo şarjlarında, yüksek sıcaklık kalıplarında, firin sabitleyicilerde, ısıtma firinlarındaki merdanelerde, pistonlarda kullanılmaktadır.



Şekil 2.12. Francis tip hidro türbin [25].

BÖLÜM 3

ÜRETİM YÖNTEMLERİ

3.1. TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ

Toz metalurjisi, saf metal ve alaşım tozları ile seramik esaslı tozların şekillendirilip ısıl işlemle (sinterleme) mukavemetlendirilmesi tekniğidir. İnce parçacık şeklindeki saf metaller, alaşımlar, karbon, seramik ve plastik malzemeler birbiriyle karıştırılarak basınç altında şekillendirilirler. Daha sonra bu parçalar matris malzemenin ergime sıcaklığının altında bir sıcaklıkta sinterlenerek parçacıkların temas yüzeyleri arasında kuvvetli bir bağ oluştururlar ve böylece istenilen özellikler elde edilir.

Uygun özelliklere sahip mikron boyutundaki metal tozları ve bazı katkı malzemelerinin ilave edilmesiyle veya ilavesiz olarak mekanik veya hidrolik presleme, enjeksiyon, ekstrüzyon veya haddeleme teknikleri ile şekillendirilirler. Şekil verme işlemleri normal sıcaklıklarda yapılabildiği gibi sıcak presleme veya sıcak izostatik presleme tekniklerinde olduğu gibi yüksek sıcaklıklarda da yapılabilir. Bu durumda şekil verme ve sinterleme işlemleri birlikte uygulanmış olur. Soğuk şekillendirilmiş parçaların mukavemet kazanabilmesi için sinterleme işlemine tabi tutulur.

Toz metalurjisi tekniği, hassas boyut kontrolü veya yüksek mekanik özelliklerin önem taşıdığı parçaların üretiminde döküm sıcaklıklarının çok yüksek olması veya döküm özelliklerinin (akıcılığın) olumsuz olması ve bu nedenle arzu edilen fiziksel ve mekanik özelliklerin sağlanamadığı parçaların üretiminde ve plastisitelerin zayıf olması nedeniyle, plastik şekil verme teknikleri ile üretilmeleri mümkün olmayan parçaların üretiminde kullanılmaktadır. Bu nedenle döküm yöntemine kıyasla T/M yöntemi daha çok tercih edilmektedir.
Toz metalurjisi yöntemi ile;

- 1. Daha ekonomik üretim sağlayabilmesi,
- 2. Ergime kayıpları olmaması,
- Fiziksel ve mekanik özelliklerin iyileşmesi (tane büyüklüğü, boşluk olmaması, çekme mukavemetinin artması, iyi işleme kabiliyeti vs),
- 4. Klasik yöntemle üretilmeyen parçaların üretilmesi,
- 5. Hammadde kayıplarının azlığı ve hammaddenin iyi değerlendirilmesi,
- 6. Seri üretim sağlayabilmesi,

gibi avantajlar elde edilebilir.

Geçmişten günümüze kadar toz metalurjisi ile mamül haline getirilen malzemeler şunlardır;

- 1. Yüksek sıcaklığa dayanıklı sünek hale getirilmiş refrakter metal ve alaşımları,
- 2. Diş dolgu amalgamlarında kullanılan plastik metaller,
- 3. Metalik karbürler, metal matrisli sert ve tok alaşımlar (WC-CO, NiCr vb.),
- 4. Bileşenleri birbiriyle zor karışan veya hiç karışmayan elektrik malzemeleri,
- 5. Uçak sanayinde jet motorlarında ısı kalkanı olarak kullanılan malzemeler (Al, Ge elementleri),
- 6. Kimya sektöründe renklendirici veya katalizör olarak kullanılan malzemeler (Cr, Ni, Pt),
- 7. Konstrüksiyon alanında yapı konstrüksiyonlarında çatı malzemesi (Al, Cu, Fe),
- 8. Aşındırıcı sektöründe temizleme ve aşındırıcı disk malzemesi (Fe, Sn, Zn).

3.1.1. Toz Metalurjisi İşleminin Aşamaları

Toz metalurjisi ile parça imalatı toz hazırlama, presleme, sinterleme ve son işlemler olmak üzere dört safhada gerçekleştirilir.

3.1.2. Metal Tozlarının Özellikleri

Belirli bir uygulama için amaca uygun özellikleri taşıyan ürünün elde edilmesi, her şeyden önce uygun özelliklere sahip tozların üretimi ile mümkündür. Belirli özelliklere sahip toz malzeme ile bu malzemenin şekillendirilmesinde kullanılacak teknik arasında da belirli ilişkiler vardır. Bu nedenle, belirli bir uygulama için parçadan beklenilen özellikleri, bu özellikleri bağlayacak toz üretimi tekniği ve söz konusu tozun şekillendirilmesinde kullanılacak tekniğin seçimi birlikte düşünülmelidir. Toz metalurjisi tekniklerinin başarısı kullanılan tozların tane olarak ve kütle olarak fiziksel ve kimyasal özelliklerine bağlıdır. Tozların sıkıştırılabilmesi, pişirilmesi ve elde edilen malzemenin mekanik özellikleri orijinal tozun büyüklüğüne, şekline, yapısına ve kimyasal bileşimine bağlıdır. Tozların özelliklerinin araştırılmasında tozun tane büyüklüğü, tane şekli, yüzey alanı, içyapısı ve kimyasal analizi gibi değişkenler incelenir. Bunlara bağlı olarak; görünür yoğunluk, sıkıştırılabilirlik, toz akış hızı, ham mukavemet değerleri farklılıklar gösterir.

3.1.3. Presleme

Preslenmiş metal tozlarının sinterlenmiş durumdaki mukavemet ve yoğunluğu, toz özelliklerine ve presleme basıncına bağlıdır. Belirli bir toz karışımının yoğunluğu presleme basıncı ve parça geometrisine bağlı olarak değişir. Yumuşak metal tozları düşük basınçlarda yeterli bir mukavemet kazanabilirken, sert tozlar için daha yüksek basınçlara ihtiyaç duyulur.

Parçacıkların levha veya küresel bir simetriye sahip olmaları da presleme mukavemetini ve yoğunluğunu etkiler. Yüzey teması levha yapılı tozlarda daha fazla olduğundan yüksek presleme kuvveti kullanılır. Küresel şekilli parçacıkların preslenebilirliği iyi değildir ve yüksek basınçların uygulanmasını gerektirir. Preslemenin ilk aşamasında birbirine gevşek olarak bağlı olan parçacıkların düzeninde bir bozulma meydana gelir. Parçacıklar arası mesafe değişir. İkinci aşamada elastik ve plastik deformasyonlar görülür. Elastik deformasyon önemli bir etkiye sahip değildir. Plastik deformasyon miktarı ise tozların sünekliliğine bağlı olan tungsten veya tungsten karbür gibi sert metal tozlarında ihmal edilebilir düzeydedir. Ancak tozların bakır ve demir tozları gibi yeterli bir elastisiteye sahip olmaları durumunda, tozlarda deformasyon sertleşmesi oluşur ve bunun sonucunda gerilme altında daha ileri derecede bir deformasyon zorlaşır. Üçüncü aşamada ise uygulanan basınç altında parçacıklarda kırılma görülür. Presleme işlemi soğuk ve sıcak olarak yapılabilir. Otomasyona çok uygun olduklarından en çok soğuk basınçlı biçimlendirme yöntemleri kullanılmaktadır. Başlıca basınçlı şekillendirme yöntemleri şunlardır:

- 1. Metal kalıplarda presleme (Mekanik ve Hidrolik Presler)
- 2. Soğuk izostatik presleme
- 3. Çok eksenli presleme
- 4. Ekstrüzyon
- 5. Haddeleme
- 6. Metal enjeksiyonla kalıplama
- 7. Sıcak izostatik presleme

3.1.4. Sinterleme

Sinterleme metaller ve seramiklerin üretiminde uvgulanan ve preslenmiş parçada parçacıklar arasında bağ oluşturarak, mukavemetin artmasını ve gözeneklerin azalmasını sağlayan bir ısıl işlemdir. Soğuk olarak şekillendirilmiş toz metal malzemeler çok kırılgandır. Toz taneleri basınç altında mekanik olarak birbirlerine kilitlenmişlerdir ve kısmen de soğuk kaynak oluşmuştur. Ancak, her iki mekanizma ile de oluşacak mukavemet parçaya yük taşıma özelliği vermez. 'Ham mukavemet' olarak adlandırılan bu mukavemetin, parçanın taşınması ve stoklanması için gerekli mukavemet kadar olması yeterlidir [26]. Sıkıştırılarak geometrik şekil verilmiş parçaya malzemenin ergime sıcaklığının altında ısıtılarak mukavemet kazandırma işlemi sinterleme ile mümkündür. Tek bileşenli sistemlerde genellikle sinterleme sıcaklığı olarak metalin mutlak ergime sıcaklığının 2/3'ü veya 4/5'i alınır. Birden fazla bileşenli sistemlerde ise sinterleme genellikle ergime sıcaklığı en düşük olan bilesenin ergime sıcaklığının üzerinde yapılır. Sinterleme sıcaklığı gibi sinterleme süresi de kullanılan malzemeye göre değişir. Sert alaşımlar ve manyetik alaşımlarında olduğu gibi birçok hallerde de birkaç saat süren sinterleme yapılır. Sinterleme süresi ile sinterleme sıcaklığı arasında basit bir bağıntı vardır. Sinterleme sıcaklığı yükseldikçe sinterleme zamanı kısalır. Şekil 3.1'de görüldüğü gibi sinterleme süresi arttıkça tane büyüklüğü artar. Çekme dayanımı, yoğunluk ve elektrik iletkenliği artar.



Şekil 3.1. Sinterleme sıcaklığı ile malzeme özelliklerinin değişimi [27].

Sinterleme esnasında ürünlerde bir kısım değişiklikler meydana gelir. Şekil 3.2'de görüldüğü gibi difüzyon ile toz parçacıkları arasında metalurjik bir bağ oluşur. Farklı bileşimdeki tozların harmanlanması halinde, difüzyon metallerarası fazların ve katı çözelti alaşımlarının oluşumunu sağlar. Yüksek sıcaklıkta birbirleriyle temas halindeki yüzeyler arasında atomlar arası bağ oluşur ve atomların her iki yönde hareketi (karşılıklı transferi) ile bağ kuvvetlenir. Aynı zamanda plastik ve viskoz akış (akışkanlığı düşük, kısmi ergime) meydana gelebilir ve kütlesel difüzyon ile boşlukların boyutları küçülür. Bu yüzden parçaların hacmi azalır ve yoğunlukları artar.



Şekil 3.2. Sinterleme esnasında, tozların birbirine kenetlenmesi ve porozite miktarı ile pormorfolojisinin değişimi [27].

Sinterleme sırasında yoğunluk, süneklik ve mukavemet önemli oranda artar. Şekil 3.3'de görüldüğü gibi optimum bir süreden sonra ısıtmaya devam edilirse özelliklerde azalma meydana gelir.



Şekil 3.3. Sinterleme operasyonu sürecinde toz metalurjisi ürünlerinin yoğunluk, mukavemet ve süneklik gibi özelliklerinin, diğer yöntemlerle üretilen mamullerin özelliklerine oranının zamanla değişimi [28].

Sinterleme için gerekli olan atmosfer, prensip olarak parçaların ve firinin oksitlenmesini önlemek, yüzey oksitlerini indirgemek, firinda buharlaşan yağlayıcı gazlarını dışarı atmak ve demir karbon alaşımlarında olduğu gibi biriketin bileşimini kontrol etmek için kullanılır.

Sinterleme işleminde elde edilmek istenen özelliklere göre sinterleme atmosferi belirlenir. Bu atmosferler:

- 1. Oksitleyici atmosferler: Hava, CO₂, su buharı (H₂0)
- 2. Redükleyici atmosferler: Hidrojen, CO, Metan (CH₄) ve amonyak
- 3. Karbürleyici atmosferler: Vakum, helyum, argon ve azot
- 4. Nitrürleyici atmosferler: Amonyak (NH₃), paslanmaz çelikler ve krom alaşımlı çelikler için kullanıldığında bazen azottan arındırılır.

3.1.5. Toz Metalurjisi Ürünlerinin Avantaj ve Dezavantajları

Diğer üretim yöntemlerinde olduğu gibi toz metalurjisinin de belirli avantajları ve dezavantajları vardır. Toz yönteminin ekonomik bir şekilde ve başarıyla uygulanabilmesi için avantaj ve dezavantajların başlangıçta değerlendirilmesi gerekmektedir. Önemli avantajları aşağıda sıralanmıştır.

- Yüksek üretim hızları: Toz metalurjisindeki bütün adımlar basit ve atomizasyona uygundur. İş gücü gereksinimi düşüktür, ürün homojenliği ve aynı kalitede tekrar üretebilirlik oranı diğer yöntemlere göre daha yüksektir.
- Talaşlı işlem gereksiniminin azaltılması ve tamamen ortadan kaldırılması: Toz yöntemiyle elde edilen boyutsal hassasiyet ve yüzey bitirme kalitesi çoğu ürün veya uygulama alanı için yeterli olduğundan talaşlı işleme gerek yoktur.
- 3. Karmaşık (girift) şekillerin üretimi: Yukarıda sözü edilen sınırlar dâhilinde dişli çark ve kam mili gibi oldukça karmaşık parçalar üretilebilir. Ekonomik olarak talaşlı işlem ve dökümle şekillendirilemeyen parçalar toz yöntemiyle üretilebilirler. Ayrıca döküm yöntemiyle üretilen kompozitlerde matris ve takviye arasında oksitli bileşikler veya segregasyon gibi malzemeye zarar veren hatalar oluşabilmektedir. Oysa T/M yöntemiyle üretilen malzemelerde bu tip sorunlar görülmemektedir. Hawk ve Alman'nın yaptıkları çalışmada döküm yöntemiyle ürettikleri Ni₃Al numunelerinde mikrosegregasyon görülmüş ve dendrit aralarında NiOCr₂O₃, Al₂O₃, ZrO₂, NiAl₂O₄ gibi oksit bileşikleri görülmüştür [29].
- 4. Çok geniş kompozisyon aralığı: Kompozisyon açısından oldukça yüksek saflığa sahip parçalar üretilebilir. Metal ve seramikler gibi birbiri içinde çözünmeyen ve farklı karakterdeki malzemelerde bir araya getirilebilirler. Katı eriyik veya çözünürlük sınırları aşılarak aşırı doymuş katı çözelti alaşımları veya yüksek alaşımlı malzemeler elde edilebilirler. Düşük ve yüksek alaşımlı veya birbiri içinde çözünmeyen parçacıklardan meydana gelen kompozit malzemelerden üretilen parçaların makroskobik ölçekte (bir iki parçacık

boyutu mesafelerde) bileşim hassasiyeti diğer yöntemlerle üretilenden daha yüksektir.

- 5. Özelliklerin geniş bir aralıkta değişimi: Toz metalurjisi ile üretilen parçaların yoğunluğu ve dolayısıyla içerdikleri gözenek oranı geniş bir aralıkta değişir. Toz ürünlerin titreşim söndürme özellikleri yüksektir. Gözenekli yapılar döküm işleminde yağlayıcıların daha etkin bir şekilde kullanılmasını sağlamaktadır. Magnetik, aşınma ve diğer özellikler özel bir uygulama alanının gereksinimini karşılayacak şekilde kontrollü olarak dizayn edilebilir.
- 6. Hurda miktarının azaltılması veya eliminasyonu: Toz metalurjisi bilinen üretim yöntemleri içerisinde, malzeme kaybına sebep olmayan tek yöntemdir. Döküm, talaşlı işlem ve kalıplama işlemlerinde hurda miktarı başlangıçta malzeme miktarının yarısına (%50) ulaşmaktadır. Hurda oranı özellikle pahalı malzemelerin şekillendirilmelerinde daha da önem kazanmaktadır. Toz metalurjisi ile bazen toplam maliyeti artırmadan daha pahalı malzemeler kullanarak parça üretimi gerçekleştirilebilir. Böyle bir ürüne örnek olarak alkalilerden üretilen magnetler verilebilir.

Toz metalurjisinin dezavantajları ise şunlardır;

- Düşük mekanik özellikler: Çoğu kez toz metalurjisi parçalarının mekanik özellikleri döküm ve dövme ile üretilen parçaların özelliklerinden daha düşüktür. Yüksek gerilmelerin söz konusu olduğu uygulama alanlarında bu parçalar kullanılmaz. Bununla birlikte ilave masrafların göze alınması halinde ürünlerin mukavemet değerleri farklı malzeme, alternatif yöntem veya ikincil işlemlerin kullanımıyla yükseltilebilir.
- 2. Nispeten yüksek kalıp maliyeti: Toz metalurjisi işleminde yüksek sıcaklık, yüksek basınç ve şiddetli aşınma söz konusu olduğu için kalıplar pahalı malzemelerden yapılmaktadır. Bu nedenle toz metalurjisi ile üretilecek parça sayısı en az 10.000 adet olmalıdır.

- 3. Yüksek malzeme maliyeti: Birim ağırlık esasına göre toz metaller, dövme döküm malzemelerden daha pahalıdır. Ancak hurda şeklinde malzeme kaybının ve talaşlı işlemin olmayışı, yüksek malzeme maliyetini dengelemektedir. Toz metalurjisi daha çok birim parça başına malzeme maliyetinin yüksek olmadığı küçük parçaların üretiminde kullanılır.
- 4. Tasarım sınırlılıkları: Toz metalurjisi işleminde parçalar kalıplardan kolay çıkartılabilecek şekillerde olmalıdır. Kalınlık-çap oranı sınırlıdır. İnce kesitlerin elde edilmesi güçtür ve parça boyutu pres kapasitelerinin belirlediği sınırlar içinde olmalıdır.
- 5. Yoğunluğun parça içinde bir noktadan diğer bir noktaya değişimi özelliklerin değişimine neden olmaktadır. Bunun ana nedeni parçaların tasarımı yapılırken dizayn kriterlerine riayet edilmemesidir. Üniform olmayan şekillerin toz metalurjisi ile üretilmesi halinde bu tip problemlerle karşılaşılabilir [28].

3.2. MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ

Mekanik alaşımlamanın (MA) sağlamış olduğu avantajlar neticesinde bu yöntemin kullanım alanı oldukça genişlemiştir. MA genellikle homojen dağılımlı ısıl veya kimyasal işlemlere başvurmadan gerçekleştirilen, bir katı hal reaksiyonudur. Klasik alaşımlama işlemleri sırasında karşılaşılan ergime problemleri, heterojenlik ve işlemler sırasında meydana gelen istenmeyen reaksiyonlar MA ile ortadan kaldırılabilir. Aynı zamanda ekonomik ve uygulama alanının geniş olması büyük avantajlar sağlar. Bunların başında modern ve birbiri ile karışmayan elementlerin karıştırılabilmesi gelir. Mekanik alaşımlama, tozların paslanmaz çelik kazanlarda sertleştirilmiş çelik bilyeler veya tungsten bilyeler ile istenilen sürelerde öğütülerek ve karıştırarak yapılan bir işlemdir. Oksitlenmeye karşı öğütme sırasında genellikle argon gazı kullanılır. Eğer nitrürleme gibi bir işlem de varsa atmosfer olarak azot kullanılabilir. Eğer kullanılan tozlar yumuşak ise, İKK olarak %1-2 hacim oranında stearik asit ilavesi gerekebilir. Üretilecek tozun miktarına, toz boyutuna ve daha birçok parametreye göre üretilmiş değişik amaçlı MA değirmenleri kullanılmaktadır [30]. Alaşımlama için değirmene konan metal tozları yüksek hızda çarpışan

bilyelerin arasında kalarak birbirine kaynamakta, kırılmakta ve tekrar kaynayarak refrakter oksit parçacıkların matris içerisinde homojen dağılımı sağlanmaktadır. Bu malzemeler yüksek sıcaklık performansını artırmak için, özellikle uzay sanayi ve gaz türbini uygulamaları için geliştirilmiş olmalarına rağmen oldukça yaygın bir kullanım alanı bulmuşlardır [31,32].

3.2.1. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları

Mekanik alaşımlama yöntemi, deneysel ve üretim süreçleri olarak tüm ikili, üçlü ve çoklu sistemlere kolaylıkla uygulanabilmektedir. Bu yüzden MA tekniği üretim ve ticari anlamda çeşitli avantajlar sunmaktadır [33]. Bu avantajlar şu şekilde sıralanabilir;

- 1. MA işlemi, bir katı hal işlemi olmasından dolayı, normal ergitme teknikleriyle üretilmesi zor ve/veya olanaksız olan alaşımlar üretilebilir.
- Birbiri içinde sıvı fazda veya katı fazda çözünmeyen elementler alaşımlandırılabilir.
- 3. Oldukça farklı ergime sıcaklığına sahip malzemelerden intermetalikler üretilebilir.
- 4. Katı-sıvı-gaz şeklinde alaşımlama sırasında oksit, nitrür ve karbürler ilave edilebilir.
- 5. MA ile elde edilen tozların yapısında tamamen homojenlik sağlanabilir.
- 6. Bir seferde oldukça fazla miktarda toz alaşımlandırılabilir.
- 7. Korozyon ve aşınma direnci yüksek, termal kararlılığı gelişmiş uygun malzemeler üretilebilir.
- 8. Sinterleme ile birlikte kritik sıcaklıklarda ısıl işlem imkânı sağlanır.
- 9. Nano kristalli malzemelerin üretimine elverişlidir.

3.2.2. Mekanik Alaşımlama İşlemi

MA işlemi sırasında tozun ortalama boyutu, boyutsal dağılımı, şekli ve diğer yapısal özellikleri işlem sırasında kontrol edilir. MA işlemleri genellikle klasik yöntemlerin, kimyasal reaksiyonların ve ingot metalurjisi gibi metotların kullanımının yetersiz olduğu noktalarda oldukça iyi sonuçlar verir. MA yöntemi ile biri sünek, diğeri gevrek iki farklı malzemenin kırılma, kaynaklanma esasına dayalı ardışık tekrarlar şeklinde homojen ve ince bir yapısal bütünlük sağlaması amaçlanmıştır. Oluşturulacak alaşım içerisinde metal ya da metal olmayan malzemelerin oranları belirlenir ve yüksek enerjili değirmene şarj edilir. Mekanik olarak alaşımlanacak tozları ve onların deformasyon karakteristikleri şematik olarak Şekil 3.4'de gösterilmiştir.



Şekil 3.4. Başlangıç tozları ve alaşımlamaya bağlı olarak deformasyon tavırları [30].

Yüksek enerjili öğütme sırasında, bilyeler birbirine çarpar ve çarpmanın etkisi ile bilyeler arasında kalan tozlar ezilir ve aynı zamanda sert oksit parçacıkları daha küçük parçalar halinde kırılarak yumuşak matris içerisine gömülür. Şekil 3.5'de bilyelerin çarpışması sonucu ezilen ve birbirine kaynayan tozlar görülmektedir.



Şekil 3.5. MA sırasında Bilye-Toz çarpışması [33].

3.2.3. Mekanik Alaşımlamada Etkin Parametreler

Mekanik alaşımlama karmaşık bir işlemdir. Bu yüzden istenilen ürün fazını veya mikro yapıyı elde etmek için bazı değişkenlerin optimizasyonu gerekir. Tozun son içeriğini etkileyen önemli parametrelerden bazıları şunlardır:

- 1. Değirmen tipi
- 2. Öğütme kazanı
- 3. Öğütme hızı
- 4. Öğütme zamanı
- 5. Öğütücü malzemesi (bilyelerin) tipi ve boyutu
- 6. Bilye-toz ağırlık oranı
- 7. Kabın doldurma miktarı
- 8. Öğütme atmosferi
- 9. Öğütme sıcaklığı
- 10. İşlem kontrol kimyasalıdır.

Bütün bu değişkenler birbirinden tamamen bağımsız değildirler. Örneğin, optimum öğütme zamanı değirmen tipine, öğütme elemanının boyutuna, öğütme sıcaklığına, bilyelerin tozla ağırlık oranına vb. bağlıdır. Malzemelerin boyutu, öğütme sıcaklığı, bilye toz oranı vb. gibi parametrelerde büyük önem arz etmektedir.

3.3. YANMA REAKSİYONU YÖNTEMİ

Yanma sentezi (Combustion Synthesis) veya kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (Self Propagation High Temperature Synthesis), teknolojik olarak istenen tüm özellikleri birleştiren tek yöntem olması nedeniyle, son 20 yıldır oldukça ilgi çekmektedir. Bu yöntem, aslında kolay üretilemeyen veya geleneksel olarak üretimlerinde uzun süreli yüksek sıcaklık işlemleri gerektiren bazı inorganik malzemelerin hızlı sentezlenmesine imkân tanımaktadır. Bu yeni sentezleme yaklaşımı, sentezleme reaksiyonuyla büyük ısı çıkışı sayesinde çok yüksek hızda kendi kendine ilerleyerek süren işlemlerden meydana gelmektedir. Yanma sentezinin makroskobik karakteristiği, geleneksel yanma işlemlerinde gözlenenlere benzemektedir. Yanma sentezi şematik olarak Şekil 3.6'da gösterilmektedir. Saf tozlardan oluşan reaktantlar, genellikle sırasıyla kuru ortamda uygun stokiometride karıştırılıp, soğuk presleme ile silindirik tabletler halinde şekillendirilmektedir. Bu tabletler daha sonra kontrollü atmosfer ortamına yerleştirilerek elektriksel ısıtıcı bobini, lazer ışını veya elektrik akımı boşaltımı ile tutuşturulmaktadır. Yanma sentezinin termokimyasal ve termofiziksel özellikleri uygun ise ön yüksek sıcaklık reaksiyonu (1500 < T < 3500 °C) başlar. Bu reaksiyon sistemi, tek fazlı reaktantlar içermekte ve bu yaklaşım nitrürler, hidrürler ve oksitlerin sentezlenmesine izin vermektedir. Bu yöntem sağladığı boyutsal hassasiyet sayesinde seramik, kompozit, intermetalik ve fonksiyonel kademeli malzemelerin üretimine imkân tanımaktadır. Yüksek reaksiyon hızı ve düşük enerji ihtiyacının yanında, bu teknik, deneysel cihazların basitliği, özellikle reaksiyon kabına ihtiyacın olmaması gibi geleneksel metotlardan farklı avantajlara sahiptir [34]. Kanıtlanmış diğer bir avantajı ise, elde edilen çok yüksek sıcaklıklar sayesinde kararsız empüritelerin uzaklaştırılmasıyla yüksek saflıkta ürün elde edilebileceğidir. Reaksiyon ürünleri genellikle gözeneklidir ama yoğunlaştırma reaksiyon bittikten hemen sonra veya aynı anda olan mekanik yüklemelerle kolaylıkla elde edilebilmektedir. Kararlı reaksiyonların oluşumu ve ilerlemesindeki tüm faktörler detaylı olarak analiz edildiğinde, bu tekniğin herhangi bir malzeme türüne uygulanabilmesi için malzeme bünyesinde ekzotermik reaksiyonların olması gerekmektedir [34].



Şekil 3.6. Sadece katı reaktantları içeren klasik yanma sentezinin şematik gösterimi [34].

3.3.1. Reaksiyon Parametrelerinin Kontrolü

3.3.1.1. Adyabatik Sıcaklık

Reaktant tabletler çoğunlukla üstten tutuşur ve yanma alt tarafta çoğalır. Şekil 3.7'de yanma işleminin idealleşen makroskobik parametreleri açıklanmaktadır. Bu şekildeki maksimum teorik değer, Adyabatik yanma sıcaklığı (T_{ad}) artan sıcaklıkla birlikte 0'dan 1'e hızla yükselmekte ve reaksiyon bazı bölgelerle sınırlı olmaktadır. Isı, ön yanma sonrası ilerler ve kimyasal reaksiyonun başladığı sıcaklıklar genellikle tutuşma sıcaklığı (T_{ig}) olarak tanımlanır. Şekil 3.7'deki Φ sembolü, açığa çıkan ısı oranına benzer olarak kimyasal ısı oranını göstermektedir. Ekzotermik reaksiyon, yanma sentezinin yapılabilirliği için temel oluşum olarak tanımlanır. Büyük ölçüde kabul edilen, kendi kendine devam eden deneysel işlemler meydana gelmedikçe T_{ad} >1527 °C'dir.



Şekil 3.7. Yanma işleminin idealleşen makroskobik parametleri [34].

Birçok yüksek ekzotermik işlemde (elementlerden Al_3O_3 , Nb_5Si_3 ve TaC sentezlemesi gibi) kendi kendine ilerleyen yanma meydana gelmektedir. Gaz fazının yanması daha karmaşık olup büyük ölçüde reaksiyon mekanizmasının mikroskobik ayrıntılarına bağlıdır. Buna karşılık, adyabatik yanma sıcaklığı (T_{ad}), yanma sentezinin yapılabilirliğinin belirlenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır [34].

Adyabatik yanma sıcaklığı, reaksiyon ısısından faydalanılarak kolayca hesaplanmaktadır. Adyabatik yanma sıcaklığı, elde edilebilecek en yüksek sıcaklıktır.

3.3.1.2. Tutuşma Koşulları

Adyabatik sıcaklığa karşılık, tutuşma sıcaklığı kolaylıkla hesaplanamaz. Genel kural yanma sentezinin tutuşması düşük yani ekzotermik sıcaklıkta gerçekleşir ve yüksek kimyasal reaksiyon hızı sayesinde ısı dağılımı oluşmadan çok yüksek sıcaklıklar elde edilir ve reaktant tozlar bu sıcaklıklara hızla ısınmaktadır. Isıtma hızı ve sistem parametrelerine bağlı olarak üç sistem elde edilir:

- Isıtma hızı, reaksiyon hızına kıyasla yavaş ise, reaksiyon ürünleri düşük oranda katı-katı etkileşiminden oluşur ve yavaş artan ısı etrafa yayılır. Bu rejim, katıhal sinterlenmesine çok benzer.
- 2. Isıtma hızı, sadece yüzeydeki ince tabakada yüksek ise oldukça ısınır ve işlem, kapsamlı ısı dağılımının sınırlanması nedeniyle kendi kendine ilerlemeyen işlem olarak gözlemlenir.
- 3. Isıtma hızı, kimyasal işlem hızı ile karşılaştırıldığında yüksek ama numunenin ısıl iletkenliği ile karşılaştırıldığında yavaş ise, ısıtma yüzeye yakın bölgede olmasa da numune tamamen ısınır. Bu rejim genellikle, hacim yanma veya termal patlama gibi gösterilmektedir.

Tutuşturma yöntemine bağlı olarak bazı reaksiyonlar için oldukça çeşitli tutuşturma sıcaklıklarından söz edilmektedir. Isıtma hızı, ısıtma süresince meydana gelebilen ürünler arasındaki katı-katı etkileşimi yavaş ise toz parçacıkları arasındaki ara yüzeyde bulunan pasifleşen tabaka nedeniyle yanma işlemindeki tutuşma olasılığı azalmaktadır [34].

3.3.1.3. Seyreltme Oranı

İşlemin T_{ad} değeri biraz arttırılabilir. Reaktantların sıcaklığı tutuşma öncesi oda sıcaklığının üzerine çıkarsa yanma sıcaklığı da artmaktadır. Başka bir ifade ile numunelerin ön ısıtılması yanma sıcaklığını arttırmada kullanılmaktadır. Düşük ekzotermik reaksiyonlar için kendi kendine ilerleyen reaksiyonun tamamlanması zordur. Diğer taraftan, yanma sıcaklığı reaksiyona giren karışıma inert fazların eklenmesiyle düşürülebilir. Bu işlem, karışımın birim hacmine düşen ısı çıkışını azaltmakta ve böylece oluşan toplam ısı azalmaktadır. Seyreltme, yüksek ekzotermik işlemler için yaygın olarak kullanılan yöntemdir. Yanma sıcaklığı ürünün kaynama sıcaklığından çok yüksek olması nedeniyle patlayıcı davranış sergiler. Ürünlerin bazı reaksiyonları genellikle, çok fazlı ürünlerden kaçınma durumunda, seyreltici olarak kullanılmaktadır [34].

3.3.1.4. Ham Yoğunluk

Reaksiyon tabletlerinin paketlenme derecesi ürünün mikroyapısına ve reaksiyon karakterlerine büyük oranda etki etmektedir. Ham yoğunluk artışı, reaksiyona giren toz taneleri arasındaki temastan daha fazla sıkışma halidir ve ısıl iletkenliği arttırmaktadır. Bu iki olay yanma sentezinin karşıt etkilerini meydana getirmektedir. Tane teması alanındaki artma, ortalama reaksiyon hızını ve tamamlama derecesini yükseltir. Ancak daha yüksek ısıl iletkenlik reaksiyonda ısı kaybına neden olarak kendi kendini destekleyen işlemin olabilirliğini düşürmektedir. Numunedeki gözenekler, oksit ve nitrürlerin sentezlenmesi durumunda olduğu gibi, katıgaz yanma işleminde önemli rol oynamaktadır. Bu durumda, sadece numunenin dış yüzeyi gazdan doğrudan etkilenir ki numunenin iç kısmının dönüşümü için gözeneklerden reaktant gazın ilerlemesi gerekmektedir. Böylece yüzey yanmasını genellikle uzun süreli yanma takip eder. Çok yüksek gözeneklilik söz konusu olduğunda, katı reaktantı tamamen değiştirmek gerekir. Bununla birlikte, Tad sıcaklığı, reaksiyona giren metalin ergime derecesinden yüksek olması durumunda, numunenin özellikleri negatif yönde etkilenmekte ve gözenek miktarı artmaktadır. Numunenin ham yoğunluğundaki değişiklikler, son ürünün mikroyapısını da etkilemektedir. Bazı intermetalik fazların sentezlenmesinde (özellikle alüminidlerde), son ürünün karakteristiğinin belirlenmesinde oldukça önemlidir [34].

3.3.1.5. Parçacık Boyutu

Reaksiyon şartları ve reaksiyon karışımlarının karakteristiğinin belirlenmesinde numune gözenekleri ile beraber parçacık boyutu önemli rol oynamaktadır. Ön yanma aşamasından itibaren, kinetik hız, ısı üretimine büyük ölçüde bağlıdır ve yanma sentezi işleminde, reaktantların daha küçük parçacık boyutlarını, tolere edeceği düşünülür. Fakat reaktantların parçacık boyutunda reaksiyon karakterlerine bağlı ayrıntılar karmaşıktır ve TiC ve sınırlı intermetalik bileşiğin sentezlenmesi gibi sadece sınırlı işlemler için ayrıntılı çalışılmaktadır. Genel olarak, ön reaksiyon ilerleme oranında belirlenen azalma, son parçacık boyutunda artma şeklinde olmaktadır [34].

3.3.1.6. Numunenin Üretim Şartları

Yanma sentezi işlemi, yüksek sıcaklık, yüksek ısıtma hızı ve kısa reaksiyon zamanı ile ölçülmektedir. Bu özellikleri nedeniyle yanma sentezi, geleneksel üretim yöntemleri ile karşılaştırıldığında daha düşük maliyetle, teknolojik malzemeler üretmek için ilgi çekici bir metottur [35]. Yanma işlemi, hızlı, daha kalın, son şekle yakın veya yarı mamul geometrisinde ürün elde edilmesini sağlamaktadır. Yanma sentezi, diğer yöntemlere nazaran düşük enerji gerektirmekte ve daha yüksek saflıkta ürün elde edilmesini sağlamaktadır [35].

3.3.2. Yanma Sentezi Yöntemleri

Yanma sentezi, ileri teknoloji seramikleri (yapısal ve fonksiyonel), kompozitler, alaşımlar, intermetalikler ve nanomalzemelerin işlenmesi ve sentezlenmesi için kullanılan önemli bir tekniktir. Yanma sentezinde ekzotermik redoks (indirgenme, yükseltgenme veya elektron transferi) kimyasal reaksiyonundan yararlanılarak malzemelerin üretiminden kullanılmaktadır. Yanma sentezi doğal reaktanların yapısına (katı, sıvı veya gaz halindeki element veya bileşik) ve ekzotermik reaksiyon ısısına (adyabatik sıcaklık, T_{ad}) bağlı olarak çeşitli şekillerde isimlendirilmektedir.

Bunlar;

- 1. Kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi
- 2. Düşük sıcaklık yanma sentezi
- 3. Solüsyon yanma sentezi
- 4. Jel-yanma
- 5. Sol-jel yanma
- 6. Emülsiyon yanma
- 7. Hacim yanma sentezi

olarak tanımlanır [35].

3.3.2.1. Kendi Kendine İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi (SHS)

Kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi, tüm dünyada birçok ileri teknoloji malzemelerinin sentezlenmesinde ve aynı zamanda çeşitli endüstriyel uygulamalarda da kullanılan bir tekniktir. SHS, inorganik bileşikleri ve çeşitli özel uygulama malzemelerini elde etmek için ve aynı zamanda yüksek verimliliğe sahip teknolojik metotları düzenlemek için, maddenin kimyasal enerji reaksiyonlarından maksimum faydalanma prensibine dayanan bir tekniktir [36].

SHS sistemi üç ana başlık altında açıklanabilir. Bunlar; tutuşma, ön yanma ve ürünün soğumasıdır. Bu sistem kendi kendini devam ettiren yüksek ekzotermik reaksiyonların kabiliyetine bağlıdır. Tipik yanma sentezi reaksiyonlarında, harmanlanmış reaktant tozlar, ham yoğunluğa sahip tabletler şeklinde preslenir. Daha sonra yerel bir noktadan hacimsel olarak ısınmış tabletler tutuşturulur. Yanma sentezi ürünleri aşırı derecede gözeneklidir. SHS yönteminin şematik gösterimi Şekil 3.8'de verilmektedir [36-38]. SHS'nin en önemli özelliği, ekzotermik reaksiyonlar boyunca açığa çıkan ısı oluşumuyla elde edilen yüksek yanma sıcaklığının çok kısa zaman gerektirmesidir. Bu özellik, empüritelerden kısmen kendi kendine arındırma, yüksek

oranda dönüşüm ve şekil, boyut, servis parametreleri ve arzu edilen yapıdaki malzemeyi doğrudan sentezlemek gibi diğer çok özel parametreleri açıklanmaktadır.



Şekil 3.8. SHS yönteminin şematik gösterimi [38].

SHS yöntemi sayesinde, metaller ile metaller, metaller ile ametaller, ametaller ile ametaller ve bileşiklerinin tozları reaksiyona sokularak ürün elde edilmektedir. Sert alaşımlar ve aşındırıcılar, fonksiyonel kademeli malzemeler, süper iletken malzemeler, korozyona dirençli koruyucu ve aşınmaya dirençli kaplamalar, kimya endüstrisi için katalizörler, ısıtıcı direnç elemanları, kesici aletler ve parlatıcı tozlar, yüksek sıcaklık yapısal ve ısıya dirençli seramikler, tıbbi şekil hafizalı alaşımlar gibi önemli ürünler SHS yöntemi kullanılarak üretilebilirler.

3.3.2.2. Hacim Yanma Sentezi

Hacim yanma sentezi (simultane yanma veya termal patlama), nispeten kısa zaman tek malzemelerin aralığında, adımda yoğunlaştırılması ve eş zamanlı sentezlenmesinde başarıyla kullanılmaktadır. Bu yöntemle seramikler, metaller ve hatta intermetalik tozlar teorik yoğunluğa yakın oranlarda başarıyla birleştirebilir [39,40]. Hacim yanma sentezi, acığa çıkan reaksiyon ısısı oranına ve ortam ile değişen ısı oranına bağlıdır. Sentezlemeyi, reaksiyonlar arasındaki etki alanı, dinamik reaksiyonların (reaksiyon oranı, reaksiyon mekanizmasına) etkisi ve ürünlerin yapısı (kompozitlerin ve faz bileşimleri ve katı çözeltideki elemental dağılımları) belirlemektedir [41].

3.3.3. Yanma Sentezinin Avantaj ve Dezavantajları

Yanma sentezinin başlıca avantajları; düşük işlem sıcaklığı (dolayısıyla düşük işlem enerjisi), kısa işlem süresi, geleneksel üretim ekipmanlarının kullanılabilirliği (düşük ilk yatırım maliyeti), son şekle yakın ve yüksek saflıkta ürünlerin elde edilmesi olarak sıralanabilir [42]. Yanma sentezi geleneksel metotlarla karşılaştırıldığında diğer avantajları ise:

- 1. Meydana gelen yüksek sıcaklıklar, düşük kaynama noktasındaki empüriteleri buharlaştırabilir ve böylece yüksek saflıkta ürünler elde edilebilmesi,
- 2. Basit ekzotermik yöntem, pahalı donanım ve teçhizat ihtiyacını ortadan kaldırmak,
- 3. Kısa işlem süresi daha az enerji tüketimi ve düşük üretim maliyetini beraberinde getirmesi,
- 4. Yüksek ısı artışı ve hızlı soğutma oranı dengesiz fazların elde edilmesini sağlamak olarak sıralanabilir.

İşlemin bu avantajları, malzemelerin mekanik, elektrik, optik ve kimyasal özelliklerinin iyileştirilmesini mümkün kılmaktadır. Yanma sentezi işlemi ile 500'ün üzerinde bileşiğin sentezlendiği belirtilmektedir [42].

Yanma sentezi kullanımını sınırlandıran faktörler ise, elde edilen ürünlerin mikro yapılarında gözlenen önemli miktarlarda gözenek ve sınırlı işlem kontrolü oluşturmaktadır.

3.4. YÖNLÜ KATILAŞTIRMA YÖNTEMİ

Birçok düzenli intermetaliklerde, oda sıcaklığında sünekliğin düşük olması, tane sınırlarının zayıflığıyla açıklanmıştır. Fakat bu malzemelerde az miktarda bor ilave edilerek, süneklikte ciddi bir artışla birlikte kohezif mukavemetin arttığı açıklanmıştır [43]. Bir yönlendirilmiş katılaşma yapısı elde etmek için alternatif bir yol üzerinde çalışılmaya başlanmıştır. İlk çalışmalarda bor kullanmaksızın Ni₃Al bileşiğinde sütünsal yapıda süneklikte kayda değer artışlar göstermiştir [43]. Çekme

özelliklerindeki artışı gösteren gerilme-uzama eğrileri Şekil 3.9'da belirtilmiştir. Benzer gelişmeler Fe-40Al intermetalik sisteminde de görülmüştür [43].



Şekil 3.9. Eş eksenli yapının tersine yönlendirilerek katılaştırılan Ni₃Al'da artan mukavemet [43].

Sütunsal yapının diğer bir önemli avantajı yüksek sıcaklıklarda sürünme özelliklerini ciddi biçimde artırmasıdır. Çünkü ergime noktasının bir buçuğundan daha yüksek sıcaklıklarda tane sınırları sürünmede daha etkilidir. Sonuçta gözeneklerin hacim oranı yönlendirilmeden katılaştırılmış Ni₃Al'da bir eş eksenli yapıdan daha iyi kontrol edilir. Bu katılaşma hızına bağlı olarak porozite fraksiyonu Şekil 3.10'da gösterilmiştir.



Şekil 3.10. Yönlendirilmeden oluşturulan Ni₃Al'da katılaşma hızı üzerinde gözenek oranının bağımlılığı [43].

Her ne kadar yönlendirilerek katılaştırılan intermetalikler eş eksenli bir yapı ile katılaştırıldığında daha üstün mekanik özellikler gösterse de işlem parametreleri çok dikkatli optimize edilmesi gerekir. (Örneğin, stokiometrik Ni₃Al, 12 mm/saat'den daha yavaş katılaştırılırsa 24 mm/saat hızla katılaştırmada elde edilen tek Ni₃Al fazına karşı olarak NiAl fazı oluşur. Bundan başka bor ve hafniyumla modifiye edilmiş Ni₃Al'un yönlü katılaştırmasının zor olduğu ve peritektik reaksiyon görüldüğü tespit edilmiştir).

3.5. VAKUMDA İNDÜKSİYON ERGİTME YÖNTEMİ

Vakum indüksiyon ergitme (VIM), özellikle 0₂ ve N₂'den arındırılmış bir atmosferde ergitilmesi gereken malzemeler için tasarlanmıştır. Bu işlem süper alaşımların ergitilmesinde oldukça başarılı olmuştur ve intermetaliklere de uygulanabilir. İndüksiyonla ergitmenin en büyük avantajı istenmeyen uçucu elementlerin yüzeye taşınmasına yardım eden sürekli karıştırma işlemi olmasıdır. Bu arındırma işlemini kolaylaştırır. Fakat bu teknik ile üretilen malzemelerin mikroyapısı daha sonraki soğuk ve sıcak işlem için uygun değildir. Standart bir VIM işleminde metal genellikle ingot dökümdür. Katılaşma mikroyapısı içindeki mikro ve makro segregasyonla birlikte son homojensizlikler, daha sonraki bir ergitme işlemiyle düzeltilmelidir. Diğer taraftan, intermetaliklerin vakum indüksiyon ergitmesi hatta havada indüksiyon ergitmesi direkt döküme kadar başarıyla uygulanmıştır. Ni-Al intermetaliklerde havada indüksiyon ergitmesi Al için %95, Cr, Zr ve B gibi diğer alaşım elementleri için %100 pratik olarak iyileştirme oranı sağlamaktadır. Vakum indüksiyonda ergitme genellikle oksit inklüzyonların süneklik ve kırılma özelliklerini ciddi bir şekilde etkidiği durumlarda tercih edilmektedir.

Yüksek sıcaklık alaşımlarının indüksiyon ergitmesinde potaların kullanılması çok önemlidir. Ni-Al intermetalikler için zirkonya ve alümina potalar kullanılabilir. Fakat bu potaların termal şok dirençleri kullanımı sınırlandırır. Elektromanyetik alan (yüksek karıştırma etkisi) ince taneli bir yapı elde edilmesine imkân verir.



Şekil 3.11. Kapalı olmayan bir indüksiyon ergitme ve döküm prosesinin şematik görünüşü [43].

3.6. VAKUMDA ARKLA YENİDEN ERGİTME YÖNTEMİ

Vakumda arkla yeniden ergitmenin (VAR) intermetaliklerin ingot metalurjisinde çekici bir işlem olduğu düşünülmektedir. Bu proseste VIM'den alınan ingotlar elektrot olarak kullanılır. İşlem bir pota ile elektrot arasında ark oluşturularak başlamaktadır. Katılaşma mikroyapısı üzerinde daha geniş kontrol imkânı vardır. Ergitme hızı ve soğutma hızı elektrotla pota arasındaki ark uzunluğu değiştirilerek değiştirilebilir.

3.7. ELEKTROSLAG RAFİNASYON ERGİTME YÖNTEMİ

Elektroslag rafinasyon (ESR) yıllar önce VIM ingotlarının katılaşma mikroyapısını rafine etmek için alternatif bir işlem olarak ortaya çıkmıştır. Önceleri bu işlem soğuk veya sıcak işlemlerden önce ingot üretiminde kullanılmıştır. VAR işleminden farklı olarak ESR'de tekrar ergitme bir vakumda pota ile elektrot arasında bir ark oluşturarak çalışmaz. Bunun yerine VIM işleminden alınan ingotlar elektrot gibi görev yapar ve su ile soğutulan bir kalıp içerisinde çok ısıtılmış bir cüruf ile tekrar ergitilir. Ergiyiği kimyasal olarak temizleme ve oksidasyonu giderme gibi önemli fonksiyonları olan cüruf alaşımın yapısına bağlı olarak bazik, asidik veya nötür

olabilir. Ni-Al intermetalikleri için bir nötür veya hafif bazik cüruf en iyi sonucu vermektedir. Bu işlemin en önemli özelliği aşağıdan yukarıya doğru yönlendirilmiş katılaşma mikroyapısı üretilmesidir. ESR ingotlarında mikroyapıdaki homojenlik ve segregasyon ve gözeneklerin olmayışı, daha sonraki deformasyon işlemlerinde önemli avantajlar sağlar.

3.8. PLAZMA ARK ERGİTME YÖNTEMİ

Plazma ark ergitmesi bir elektrik akımının geçişinde bir gazın iyonizasyonunu kullanır. İki elektrot arasında bir arkın oluşturulmasıyla kesilen veya iyonize olan gaz etkilenir. Sonuç plazma tarafında üretilen çok yüksek ısı süper alaşımlar gibi yüksek sıcaklık alaşımlarını ergitmek için başarıyla kullanır. Plazma ark ergitmesi henüz intermetaliklerin ergitilmesi veya yeniden ergitilmesi için geniş bir kullanım alanı bulamamıştır. Şekil 3.12'de gösterildiği gibi bu yöntemde 5-8 kg arasındaki ingotlar bir dökme demir kalıba dökülmektedir.



Şekil 3.12. Plazma skull ergitme tekniğinin bir şeması [43].

Plazma ergitmenin en önemli avantajı kolay buharlaşabilen alaşım elementi kaybını minimize etmesidir. Çünkü VIM veya VAR işlemlerinde gerekli olan yüksek vakum seviyelerinin tersine, bu işlem kontrollü atmosfer altında çalışır. Plazma ark ergitmeden elde edilen ingotlarda hala mikroyapı problemleri vardır. Plazma işlemi VAR veya ESR işlemlerini takip eder.

3.9. VAKUMDA ARK ERGİTME YÖNTEMİ

Vakumlu ark firinları, açık ark firinlarının farkı bir tipidir. Elektrik ark firinları ile ergitme açık havada yapılabildiği gibi, vakumlanmış bir ortamda veya vakumlanarak soy gaz doldurulmuş bir ortamda da yapılabilir. Vakumlu ark firinları, erime sıcaklığı yüksek olan molibden, titanyum, tungsten gibi metallerin eritilmesinde kullanılırlar.

Oksitlenmenin önüne geçilebildiği için, vakumlu ark fırınları ile açık ark fırınlarına göre daha kaliteli olan alaşımlar üretilebilir. Bazı tip fırınlarda su soğutmalı tungsten elektrot kullanılmaktadır. İçinde metal ergitilecek olan pota, su soğutmalı bakır veya çelikten olabilir.

Bu yöntemde ergitme işlemi genellikle tungsten tükenmez elektrod kullanılarak yapılır. Ergitme işleminde genellikle su soğutmalı bakır kalıp kullanılır. Tungsten elektrod bakır kalıba yaklaştırıldığında elektrod ile bakır kalıp (- ve + kutuplar) arasında ark oluşur. Oluşan ark ile su soğutmalı bakır kalıp içerisindeki malzeme ergir. Ergitme süresince tungsten elektrod su ile soğutulur. Benzer şekilde bakır kalıptan da su dolaştırılılarak kalıbın erimesi ve deforme olması önlenir ve aynı zamanda sıvı metalin ısı enerjisi çekilerek katılaşması sağlanır. Hızlı erime ve katılaşmadan dolayı homojen numuneler elde etmek mümkündür. Homojenliği sağlamak için genellikle ergitme işlemi 2-3 kez tekrarlanır. Şekil 3.13'de tükenmez elektrodla vakum ark ergitme sistemi gösterilmiştir.



Şekil 3.13. Tungsten elektrodla vakum ark ergitme metodu.

3.9.1. Elektrik Arkı

Elektrik arkı, metal ve oksitlerin buharlaşmasından ve gazın iyonlaşmasından dolayı meydana gelen akım geçişi vasıtasıyla elektriğin dışarı çıkmasının bir çeşididir.

3.9.2. Vakum Sistemleri

Vakum sistemleri normal çalışma basıncının en az 10⁻² altına inebilecek şekilde tasarlanmalıdır. Ayrıca vakum sistemleri her seferinde sabit ve aynı gaz basıncını sağlayacak şekilde planlanmalı, pompalama süresi, maliyet ve uygun vakum kombinasyonları seçilmelidir.

Endüstriyel uygulamalarda kullanılacak vakum sistemleri 10-30 dakikalık bir vakum işlemi ile basıncı ön boşaltma basıncına indirebilecek şekilde tasarlanır. Vakum işlemi ön pompanın çalıştırılması ile başlar bu sırada ön vakum vanası açık diğer vanaları kapalı konumdadır.

3.9.3. Vakum Pompaları

Kapalı bir kapta vakum elde etmek için ortamdaki gazın sistemden uzaklaştırılması ve bir katı yüzeye bağlanmasını gerektirmektedir. Her iki durumda da vakum işleminin zamana bağlı gelişimini etkileyen gaz akışı mevcuttur. Vakum ortamı, ulaşılabilecek düzeneklerin kapasitelerine göre kaba vakum, orta vakum, yüksek vakum ve çok yüksek vakum olmak üzere dört farklı bölgeye ayrılmaktadır.

Ortam içersindeki gaz uzaklaştırılmasında farklı fiziksel prensiplere göre çalışan vakum pompaları kullanılmaktadır. Bu pompaların pek çoğu farklı basınç aralıklarındadır. Vakum pompaları genellikle, pompa ile inilebilecek en düşük basınç değerleri ve birim zamanda ortamdan emilebilecekleri gaz miktarına göre sınıflandırılır.

BÖLÜM 4

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1. MALZEME VE MOTOD

Bu çalışmada üretilen NiAl ve NiAl bileşiklerinin kompozisyonu Çizelge 4.1'de sunulmuştur. Metal tozları Alfa Easer'dan (% 99,8 saflıkta) temin edilmiştir. Tozlar belirlenen oranlarda (% olarak) alınıp fiziksel olarak karıştırıldıktan sonra, yaklaşık 12 ile 14 mm kalınlıktaki soğuk presle basılarak örnek numuneler hazırlanmıştır. Daha sonra yüksek saflıktaki Ar atmosferi altındaki su soğutmalı bakır kalıpta ark ergitme işlemi yapılmıştır. Ergitme sırasındaki ark akımı 200 A'dir. Homojen bileşimler elde etmek için her bir numune 3 kez ergitilmiştir.

Grup	Bilesim	Alaşım Elementleri (at. %)									
orup	Diioşiini	Ni	Al	Cr	Co	Та	Nb	Mo	Fe	V	
Α	1.Alaşım	50	50	-	-	-	-	-	-	-	
В	2.Alaşım	36	36	28	-	-	-	-	-	-	
	3.Alaşım	36	36	-	28	-	-	-	-	-	
	4.Alaşım	49,5	49,5	-	-	1	-	-	-	-	
С	5.Alaşım	49	49	-	-	2	-	-	-	-	
	6. Alaşım	49,5	49,5	-	-	-	1	-	-	-	
	7. Alaşım	49	49	-	-	-	2	-	-	-	
	8. Alaşım	49,5	49,5	-	-	-	-	1	-	-	
	9. Alaşım	49	49	-	-	-	-	2	-	-	
D	10. Alaşım	36	36	26	-	2	-	-	-	-	
	11. Alaşım	36	36	26	-	-	2	-	-	-	
	12. Alaşım	36	36	26	-	-	-	-	2	-	
	13. Alaşım	36	36	26	-	-	-	2	-	-	
Е	14. Alaşım	33	33	26	-	2	-	6	-	-	
	15. Alaşım	33	33	26	-	-	2	6	-	-	
	16. Alaşım	33	33	26	-	-	-	6	-	2	

Çizelge 4.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan alaşımlar.

A Grubu: Katkı elementi içermeyen NiAl alaşımı (karşılaştırma amaçlı) B Grubu: Katı eriyik çözeltisi oluşturan ve oluşturmayan NiAl alaşımları C Grubu: Alaşım elementi içeren seyreltik NiAl alaşımları D Grubu: Alaşım elementi içeren NiAl-Cr ötektik alaşımları E Grubu: Alaşım elementi içeren NiAl-CrMo ötektik alaşımları

4.2. METALOGRAFİK NUMUNE HAZIRLAMA

Ergitme sonrasında, üretilen numuneler standart metalografik işlemler için hazırlanmıştır. Metalografik incelemeler için numune yüzeyleri parlatıcılar kullanılarak parlatılmıştır. Parlatılan malzemeler, mikroyapısal ayrıntıları ortaya çıkarmak için, 5-10 dakika %5 HNO₃ çözeltisine batırılmıştır.

4.3. MİKROSKOBİK VE KİMYASAL ANALİZ

Yüzey morfolojisi ve numunenin kırık yüzeyi taramalı elektron mikroskobu kullanılarak, kimyasal analiz ise enerji dağılımlı spektroskopi (EDX) kullanılarak analiz edilmiştir. Numune boyutları darbe testi için küçük olduğundan, numunelerin yarısı kelepçenin içine yerleştirilmiş ve numunelerin üstte kalan kısımları tek bir çekiç darbesine maruz kalarak kırılmıştır. Numunelerin kırılma yüzeyleri FEI QUANTA 400 FEG model taramalı elektron mikroskobu ile analiz edilirken, malzemelerin mikro yapıları ve kimyasal kompozisyonları JEOL JSM6060 model cihaz kullanılarak belirlenmiştir.

4.4. YOĞUNLUK ÖLÇÜMLERİ

Numunelerin yoğunlukları Arşimet prensibine göre 1/10000 hassasiyetle Presica XB 220-A yoğunluk ölçme cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Her bir numune için üç ölçüm yapılmış ve daha sonra ortalama yoğunluğu belirlenmiştir.

4.5. SERTLİK TESTİ

Numunelerin Rockwell A sertlik değerleri Affri System VRSD-251 model üniversal makro sertlik cihazı kullanılarak tespit edilmiştir. Sertlik değerleri dört ölçümün ortalaması alınarak elde edilmiştir.

4.6. YAPISAL ANALİZ

X ışını kırınımı metodu (XRD) numunelerde mevcut fazların belirlenmesi amacıyla kullanılmıştır. XRD ölçümleri 40 keV ve 40 mA'da Rigaku D-Max RINT-2200 X-ışını kırınımı cihazında 4 °C / min tarama hızında gerçekleştirilmiştir.

4.7. OKSİDASYON TESTİ

İntermetalik malzemelerin yüksek sıcaklıklardaki oksitlenme direnci, 1000 °C de 5h, 15h, 25h ve 35h normal atmosferde ısıtılmış, daha sonra ağırlık artışları belirlenerek tespit edilmiştir.

BÖLÜM 5

SONUÇLAR VE TARTIŞMA

5.1. BİLEŞİKLERİN YOĞUNLUK VE SERTLİK DEĞERLERİ

NiAl bileşiklerinin yoğunluk ve sertlik değerleri ile ilave edilen alaşım elementinin türüne ve atomik yüzdesine göre yoğunluk ve sertlik değerlerinde meydana gelen değişim oranları (% artış veya % azalış) Çizelge 5.1'de gösterilmiştir.

Grup	Bileşim	Yoğunluk (g/cm ³)	% Değişim	Sertlik (HRA)	% Değişim	Sertlik/ Yoğunluk
Α	1.Alaşım	5,53	-	63,5	-	11,48
п	2.Alaşım	5,791	4,72	74,33	12,44	12,83
D	3.Alaşım	5,688	2,85	72,43	14,06	12,73
	4.Alaşım	6,144	11,03	71,37	12,39	11,61
	5.Alaşım	6,324	14,28	72,58	14,29	11,47
C	6. Alaşım	5,345	3,34	70,23	10,59	13,13
C	7. Alaşım	5,884	6,4	71,73	12,96	12,19
	8. Alaşım	6,054	9,47	69,83	9,96	11,53
	9. Alaşım	6,163	11,44	70,93	11,7	11,51
	10. Alaşım	6,226	12,58	75,43	18,78	12,11
D	11. Alaşım	6,134	10,92	75,49	18,88	12,30
D	12. Alaşım	5,943	7,46	70,68	8,23	11,89
	13. Alaşım	5,76	4,15	75,43	18,26	13,09
E	14. Alaşım	6,879	24,39	80,10	26,14	11,64
	15. Alaşım	6,058	9,54	78,77	24,04	13,00
	16. Alaşım	5,567	0,66	77,40	21,28	13,9

Çizelge	5.1.	Her	bir	alaşım	için	yoğunluk	ve	sertlik	değerleri	ile	alaşım	elementi
		ilav	esi i	le meyo	lana	gelen deği	şim	ler.				

Çizelge 5.1'de verilen, B grubu alaşımlarının (2. ve 3. alaşımlar) yoğunluk değerleri incelendiğinde, Cr elementi ilavesi % 4,72 yoğunluk artışı sağlarken Co elementi ilavesinin % 2,85 oranında yoğunluk artışı sağladığı anlaşılmaktadır. C grubu alaşımlarının (4, 5, 6, 7, 8, 9. alaşımlar) yoğunluk değerleri incelendiğinde, 1 at. % Ta elementi ilavesinin % 11,03 yoğunluk artışı sağlarken, aynı oranda Nb elementi ilavesinin ise daha düşük bir oranda (% 3,34 lük) bir yoğunluk gösterdiği anlaşılmaktadır. 1 at. % Mo ilavesi ise yoğunlukta % 9,47'lik bir artış sağlamıştır. NiAl bileşiğine ilave edilen Ta, Mo ve Nb oranları % 2 at. desine çıkarıldığında, artan atom miktarıyla beraber yoğunluklarda artma olduğu görülmektedir. D grubu alaşımlarının (10, 11, 12 ve 13. alaşımlar) yoğunluk değerleri karşılaştırıldığında, en yüksek artışın % 12,58 oranında Ta elementi ilave edilen alaşımda olduğu görülmektedir. Nb elementi ilavesi % 10,92 oranında, Fe elementi ilavesi % 7,46 oranında, Mo elementi ilavesi % 4,15 oranında yoğunluk artışı sağlamaktadır. E grubu alaşımlarının (14, 15 ve 16. alaşımlar) yoğunlukları incelendiğinde, Ta içeren bileşiğin en yüksek yoğunluğa ve V içeren bileşiğinde en düşük yoğunluğa sahip olduğu belirlenmiştir. Ta elementi ağır metallerden olduğundan, genel olarak Ta elementi içeren bileşiklerin daha yüksek yoğunluğa sahip oldukları tespit edilmiştir. Sertlik değerlerine bakıldığında ise B grubu alaşım elementlerinde (2. ve 3. alaşımlar), Co ilavesi % 14,06 oranında artış sağlarken, Cr ilavesi ise % 12,44 oranında artış sağlamıştır. Co, NiAl ile katı eriyik çözeltisi, Cr ise ötektik yapı oluşturmaktadır. Bu nedenle katı eriyik çözeltisi oluşturmak suretiyle, Co elementi sertlikte daha büyük bir artış sağlamıştır. Malzemelerin sertlik değerleri, malzemelerin dayanımı ile ilişkili olduğundan, sertliğin değerinin artması malzemenin akma dayanımının artması şeklinde yorumlanabilir. C grubu alaşımlarının (4, 5, 6, 7, 8 ve 9. alaşımlar) sertlik değerleri incelendiğinde, alaşım elementlerinin katkı elementsiz NiAl bileşiğinin sertlik değerini yükselttiği belirlenmiştir. Alaşım elementinin miktarı artıkça sertlik değeri de artmıştır. Alaşım elementleri (Ta, Nb ve Mo) içerisinde, Ta elementi sertlikte en yüksek artış sağlarken Mo elementi en düşük artış sağlamıştır. D grubu alaşımlarının (10, 11, 12 ve 13. alaşımlar) sertlik değerleri incelendiğinde de benzer davranış görülmüştür. Öyleki, Ta, Nb ve Mo elementleri sırasıyla % 18,78, %18,88 ve % 18,26 oranlarında sertlikte artış sağlarken Fe elementi % 8,23 oranında artış sağlamıştır. E grubu alaşımlarının (14, 15 ve 16. alaşımlar) ise daha önceki bileşiklere kıyasla daha yüksek sertlik değerlerine sahip oldukları belirlenmiştir. Bu grupta da Ta içeren ötektik bileşiğinin gruptaki diğer bileşiklere kıyasla daha yüksek sertliğe sahip olduğu tespit edilmiştir. Özet olarak alaşım elementlerinin içerisinde Ta elementinin malzemenin sertliğini ve dolayısıyla da mekanik dayanımını artırmada daha etkili olduğu söylenebilir. Gününmüzde enerji maliyeti çok yüksek olduğundan, yüksek sıcaklık malzemelerinde aranan özelliklerden biri de mukavemet/dayanım oranının (spesifik dayanımın) yüksek olmasıdır. Malzemelerin akma dayanımı, sertlik değeriyle orantılı olduğundan, bu çalışmada intermetalik bileşiklerin Sertlik/Yoğunluk değerleri hesaplanmıştır. Çizelge 5.1'deki bileşiklerin sertlik/yoğunluk değerleri incelendiğinde, bu değerlerin 11,47 - 13,9 arasında değiştiği görülmektedir. Benzer alaşım grupları kendi içerisinde değerlendirilecek olursa, B grubu bileşiklerinin (2. ve 3. alaşımlar) spesifik dayanımı birbirine oldukça yakın fakat katkı elementsiz NiAl'ya kıyasla daha yüksek spesifik dayanıma sahiptir. C grubu alaşımlarında ise artan alaşım elementiyle spesifik dayanım hafif düşmüştür. Bu gruptaki alaşımlar içerisinde, Nb içeren alaşımın en yüksek spesifik dayanıma sahip olduğu belirlenmiştir. Yani NiAl-Ta ve NiAl-Mo elementlerine kıyasla NiAl-Nb alaşımları birim yoğunluk başına daha yüksek dayanıma sahiptir. Benzer şekilde D grubu ötektik bileşiklerinin spesifik dayanımı incelendiğinde, daha önceki bileşiklere (A, B ve C gruplarındaki bileşiklere) kıyasla daha yüksek spesifik dayanıma sahip oldukları görülmüştür. Bunun nedeni, diğer bileşiklere kıyasla sertlik değerlerlerinin daha yüksek fakat yoğunluklarının ise benzer olmasıdır.

5.2. TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU İLE MİKROYAPI ANALİZİ

Her bir alaşımın mikroyapı ve kimyasal analiz sonuçları aşağıda açıklanmıştır.

5.2.1. NiAl Alaşımı

Şekil 5.1'de NiAl bileşiğinin SEM görüntüsü ve EDX spektrumu verilmiştir. EDX spektrumuna bakıldığında aynı oranda Ni ve Al elementleri görülmüştür. Şekilde NiAl bileşiğinin çok taneli olduğu ve taneler arasında ilerleyen çatlak görülmektedir. Tane sınırları boyunca ilerleyen çatlak, tanelerler arası gevrek kırılmayı işaret etmektedir. Yüzey üzerindeki farklı noktalardan alınan EDX spektrumlarından

bileşiğin Ni ve Al elementlerinden oluştuğu ve oksijen fotonlarından da işlem esnasında bir miktar oksitlenmenin oluştuğu belirlenmiştir.



Şekil 5.1. NiAl bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) EDX spektrumu.

5.2.2. NiAl-28Cr Alaşımı

Şekil 5.2'de NiAl-28Cr bileşiğinin SEM görüntüsü ve EDX spektrumu verilmiştir. Mikroyapı fotoğrafından NiAl-28Cr bileşiğinin ötektik yapıya sahip olduğu görülmektedir. Ötektik yapının yanında, mikroyapıda primer NiAl dendiritlerinin oluştuğu tespit edilmiştir. Ölçek skalasına bakıldığında ötektik plakaların nano boyutta olduğu belirlenmiştir. Dendiritlerden alınan EDX spektrumundan dendiritlerin Ni ve Al elementlerinden oluştuğu, ötektik bölgeden alınan EDX spektrumlarından ise Ni, Al ve Cr elementlerinden oluştuğu ve Cr elementince zengin olduğu belirlenmiştir.



Şekil 5.2. NiAl-28Cr bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) EDX spektrumu.

5.2.3. NiAl-28Co Alaşımı

Şekil 5.3'de NiAl-28Co bileşiğinin SEM görüntüsü ve EDX spektrumu verilmiştir. Mikroyapı görüntüsünden mikroyapının çok taneli ve tek fazlı olduğu görülmektedir. Bu da Co atomlarının matris içerisinde çözünerek katı eriyik çözeltisi oluşturduğunu ifade eder. Mikroyapı üzerindeki birkaç noktadan alınan EDX spektrumlarından Ni, Al ve Co pikler gözlemlenmiştir.



Şekil 5.3. NiAl-28Co bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) EDX spektrumu.

5.2.4. NiAl-1Ta Alaşımı

Şekil 5.4'de NiAl-1Ta bileşiğinin SEM görüntüsü ve EDX spektrumu verilmiştir. Mikroyapı görüntüsünden mikroyapının çok taneli ve çok fazlı olduğu tespit edilmiştir. Ta elementi tane sınırlarında ikincil faz olarak çökelmiştir.



Şekil 5.4. NiAl-1Ta bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) EDX spektrumu.

5.2.5. NiAl-2Ta Alaşımı

Şekil 5.5'de NiAl-2Ta bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. SEM görüntüsünden mikroyapının çok taneli ve çok fazlı olduğu tespit edilmiştir. Ta elementinin tane sınırlarında ikincil faz olarak çökeldiği belirlenmiştir. Aşağıdaki SEM mikroyapı görüntüsünde yer alan 1 ve 2 numaralı noktalardan alınan EDX spektrumları incelendiğinde, ara yüzeyde (1 numaralı nokta) Ta zengin olduğu ve matriste (2 numaralı nokta) Ta elementinin bulunmadığı görülmüştür.



Şekil 5.5. NiAl-2Ta bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.2.6. NiAl-1Nb Alaşımı

Şekil 5.6'da NiAl-1Nb bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. Ta elementine benzer şekilde, Nb elementi NiAl bileşiğine

ilave edildiğinde çok taneli ve çok fazlı mikroyapının oluştuğu SEM mikroyapı görüntüleri ile belirlenmiştir. Nb atomları tane sınırlarında çökelerek tane sınır fazını oluşturmuştur. SEM mikroyapı fotoğrafında görünen 1 ve 2 numaralı noktalardan alınan EDX spektrumları incelendiğinde, ara yüzeyde (1 numaralı nokta) Nb'un zengin olduğu görülürken, matriste (2 numaralı nokta) Nb elementine rastlanmamıştır.



Şekil 5.6. NiAl-1Nb bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.2.7. NiAl-2Nb Alaşımı

Şekil 5.7'de NiAl-2Nb bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. Nb elementinin oranı biraz artırıldığında da NiAl-1Nb bileşiğine benzer mikroyapı oluştuğu belirlenmiştir. Farklı olarak, SEM mikroyapı
fotoğrafında görünen 1 ve 2 numaralı noktalardan alınan EDX spektrumları incelendiğinde matris içerisinde az miktarda Nb elementine rastlanmıştır.



Şekil 5.7. NiAl-2Nb bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.2.8. NiAl-1Mo Alaşımı

Şekil 5.8'de NiAl-1Mo bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. NiAl sistemine Ta ve Nb gibi düşük oranlarda Mo ilave edildiğinde seyreltik NiAl-Ta ve NiAl-Nb bileşiklerine benzer şekilde çok taneli ve çok fazlı bir yapının oluştuğu belirlenmiştir. Bu bileşikte de, alaşım elementi olarak ilave edilen Mo atomlarının tane sınırlarında çökeldiği EDX spektrumu ile belirlenmiştir. SEM mikroyapı görüntülerinde görülen 1 ve 2 numaralı noktalardan

alınan EDX spektrumları incelendiğinde ara yüzeyde (1 numaralı nokta) Mo elementinden yüksek oranda olduğu görülmekteyken matriste (2 numaralı nokta) Mo elementine rastlanmamıştır.



Şekil 5.8. NiAl-1Mo bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.2.9. NiAl-2Mo Alaşımı

Şekil 5.9'da NiAl-2Mo bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. SEM mikroyapı görüntüsünde taneler ve tane sınırlarında çökelen Mo fazı görülmektedir. SEM mikroyapı fotoğrafındaki 1, 2 ve 3 numaralı noktalardan alınan EDX spektrumları incelendiğinde 1 ve 2 numaralı noktalarda Mo elementi görülmüştür, 3 numaralı noktada ise Mo görülmemiştir. 1 ve 2 numaralı

noktalardan alınan EDX spektrumları benzer olduğundan her iki fazın aynı faz olduğu düşünülmektedir.



Şekil 5.9. NiAl-2Mo bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu, d) 3 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.2.10. NiAl-26Cr2Ta Alaşımı

Şekil 5.10'da NiAl-26Cr2Ta bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. Mikroyapı görüntüsünden, mikroyapının ötektik bölgelerden ve primer NiAl dendiritlerinden oluştuğu belirlenmiştir. 1, 2, 3 ve 4 numaralı noktalardan alınan EDX spektrumları incelendiğinde, 1 numaralı noktada

Ta elementinin zengin olduğu 2, 3 ve 4 numaralı noktalarda ise Cr'un zengin olduğu görülmüştür.



Şekil 5.10. NiAl-26Cr2Ta bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu, d) 3 numaralı noktanın EDX spektrumu, e) 4 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.2.11. NiAl-26Cr2Nb Alaşımı

Şekil 5.11'de NiAl-26Cr2Nb bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. Bu bileşikte de, NiAl-26Cr2Ta bileşiğine benzer

şekilde mikroyapının ötektik bölgelerden ve primer NiAl dendiritlerinden oluştuğu belirlenmiştir. 1, 2, 3 ve 4 numaralı noktalardan alınan EDX spektrumları incelendiğinde Cr elementince zengin ötektik yapılar oluşmuştur.



Şekil 5.11. NiAl-26Cr2Nb bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu, d) 3 numaralı noktanın EDX spektrumu, e) 4 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.2.12. NiAl-26Cr2Fe Alaşımı

Şekil 5.12'de NiAl-26Cr2Fe bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. SEM mikroyapı görüntüsü incelendiğinden mikroyapının ötektik bölgelerden ve primer dendiritlerden oluştuğu belirlenmiştir. Önceki ötektik bileşiklerle karşılaştırıldığında, Ta ve Nb elementlerince zengin beyaz kontrastlı fazların olmaması, Fe atomlarının diğer fazlar içerisinde çözündüğünü ifade etmektedir. 1, 2 ve 3 numaralı noktalardan alınan EDX spektrumları incelendiğinde her bir noktada Cr elementi yüksek miktarda, Fe elementi ise az miktarda bulunduğu görülmüştür.



Şekil 5.12. NiAl-26Cr2Fe bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu, d) 3 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.2.13. NiAl-26Cr2Mo Alaşımı

Şekil 5.13'de NiAl-26Cr2Mo bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. Mikroyapının primer dendiritler ve dendiritler etrafındaki ötektik yapıdan oluştuğu belirlenmiştir. Mikroyapı görüntüsündeki 1 ve 2 numaralı noktalardan alınan EDX spektrumları incelendiğinde, 1 numaralı (ötektik) noktanın Cr ve Mo elementlerince zengin olduğu görülür.



Şekil 5.13. NiAl-26Cr2Mo bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.2.14. NiAl-26Cr6Mo2Ta Alaşımı

Şekil 5.14'de NiAl-26Cr6Mo2Ta bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. SEM mikroyapı görüntüsünden yapının çok

fazlı ve çok taneli olduğu belirlenmiştir. Mikroyapı fotoğrafındaki 1, 2 ve 3 numaralı noktalardan alınan EDX spektrumları incelendiğinde 1 numaralı ötektik bölgenin Cr elementince zengin olduğu, Ta elementinin daha çok 2 numaralı beyaz kontrastlı faz da yer aldığı ve 3 numaralı noktadan alınan spektrumdan matris içerisinde bir miktar diğer elementlerin çözündüğü belirlenmiştir.



Şekil 5.14. NiAl-26Cr6Mo2Ta bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu, d) 3 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.2.15. NiAl-26Cr6Mo2Nb Alaşımı

Şekil 5.15'de NiAl-26Cr6Mo2Nb bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. SEM mikroyapı görüntüsünden yapının çok fazlı ve çok taneli olduğu belirlenmiştir. Mikroyapı fotoğrafındaki 1, 2 ve 3 numaralı noktalardan alınan EDX spektrumları incelendiğinde 1 numaralı ötektik bölgenin Cr

elementince zengin olduğu, Nb elementinin daha çok 3 numaralı beyaz kontrastlı faz da yer aldığı ve 2 numaralı noktadan alınan spektrumdan matris içerisinde bir miktar diğer elementlerin çözündüğü belirlenmiştir.



Şekil 5.15. NiAl-26Cr6Mo2Nb bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu, d) 3 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.2.16. NiAl-26Cr6Mo2V Alaşımı

Şekil 5.16'da NiAl-26Cr6Mo2V bileşiğinin SEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınan EDX spektrumları verilmiştir. SEM mikroyapı görüntüsünden yapının çok fazlı ve çok taneli olduğu belirlenmiştir. Mikroyapı fotoğrafındaki 1, 2 ve 3 numaralı noktalardan alınan EDX spektrumları incelendiğinde 1 numaralı ötektik bölgenin Cr elementince zengin olduğu, 2 numaralı noktadan alınan spektrumdan matris içerisinde bir miktar diğer elementlerin çözündüğü belirlenmiştir. EDX spektrumlarından, V elementinin her iki fazda da yer aldığı görülmüştür.



Şekil 5.16. NiAl-26Cr6Mo2V bileşiğinin a) SEM görüntüsü, b) 1 numaralı noktanın EDX spektrumu, c) 2 numaralı noktanın EDX spektrumu, d) 3 numaralı noktanın EDX spektrumu.

5.3. KIRILMA ANALİZİ

Ark ergitme yöntemiyle laboratuar ortamında üretilen intermetalik bileşiklerin boyutları küçük olduğundan, çentik darbe testleriyle numunelerin kırılma enerjisi ölçülememiştir. Bileşiklerin kırılma davranışı hakkında bilgi edinebilmek için numunelerin alt yarısı mengeneye tutturulup üst yarısı çekiç ile izod darbe yöntemine benzer şekilde kırılmıştır. Kırılma sonrasından kırılma yüzeyleri incelenerek gevrek veya sünek kırılmaya uğrayıp uğramadıkları belirlenmiştir. İntermetalik bileşiklerin kırılma yüzey özellikleri incelendiğinde bütün bileşiklerin gevrek kırılma davranışı gösterdiği belirlenmiştir. İntermetalik bileşiklerin kırılma yüzey görüntüleri sırasıyla verilmiştir.

5.3.1. NiAl Alaşımı

Şekil 5.17'de katkı elementi içermeyen NiAl bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.17-a'da görünen düzlemler ve basamaklar malzemenin tane içi klivaj tipi gevrek kırılmaya uğradığını göstermektedir. Bu tip kırılma daha çok kayma sistemlerinin düşük olduğu hacim merkezli kübik ve sıkı paket hekzagonal kristal yapıya sahip metallerde oluştuğu bilinmektedir. Şekil 5.17-b'de ise klivaj basamakları ve düzlemleri daha büyük bir ölçekte gösterilmiştir.



Şekil 5.17. NiAl bileşiğinin a) 500x, b) 5000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.2. NiAl-28Cr Alaşımı

Şekil 5.18'de NiAl-28Cr ötektik bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.18-a'da klivaj tipi gevrek kırılmayı ifade eden kırılma düzlemleri, basamaklar ve ötektik yapıyı oluşturan fiberler görünmektedir. Şekil 5.18-b'de matris içerisinden sıyrılmış fiberlerin kırılma esnasında sıyrılırken ilerleyen çatlağın enerjisini alarak çatlağı yavaşlattığı ve bu suretle tokluğa katkıda bulunduğu düşünülmektedir.



Şekil 5.18. NiAl-28Cr bileşiğinin a) 5000x, b) 30000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.3. NiAl-28Co Alaşımı

Şekil 5.19'da NiAl-28Co katı eriyik bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.19-a'da görünen siyah düzlemler birincil dendirit kollarına benzemekte ve bu kollar boyunca klivaj tipi gevrek kırılmanın oluştuğu belirlenmiştir. Daha büyük ölçekte Şekil 5.19-b'de sunulan kırılma görüntüsündeki basamaklar ve nehir desenleri de klivaj tipi gevrek kırılmanın oluştuğunu işaret etmektedir.



Şekil 5.19. NiAl-28Co bileşiğinin a) 500x, b) 5000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.4. NiAl-1Ta Alaşımı

Şekil 5.20'de seyreltik NiAl-1Ta bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.20-a ve Şekil 5.20-b'de sunulan görüntülerdeki düzlemler ve basamaklar bu alaşımın klivaj tipi gevrek kırılmaya uğradığını göstermektedir. Ayrıca Şekil 5.20a'da hızlı erime ve katılaşma prosesi esnasında ıslatma probleminin olduğu belirlenmiştir.



Şekil 5.20. NiAl-1Ta bileşiğinin a) 1000x, b) 5000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.5. NiAl-2Ta Alaşımı

Şekil 5.21'de seyreltik NiAl-2Ta bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.21-a ve Şekil 5.21-b'de sunulan görüntülerdeki düzlemler, basamaklar ve nehir desenleri bu alaşımında klivaj tipi gevrek kırılmaya uğradığını göstermektedir. Görüntülerdeki koyu renkli küçük lekeler şeklinde görünen çökeltiler mevcut analizlerle tespit edilememiştir.



Şekil 5.21. NiAl-2Ta bileşiğinin a) 5000x, b) 10000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.6. NiAl-1Nb Alaşımı

Şekil 5.22'de seyreltik NiAl-1Nb bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.22-a ve Şekil 5.22-b'de görünen düzlemler ve basamaklar malzemenin klivaj tipi gevrek kırılmaya uğradığını göstermektedir.



Şekil 5.22. NiAl-1Nb bileşiğinin a) 5000x, b) 30000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.7. NiAl-2Nb Alaşımı

Şekil 5.23'de seyreltik NiAl-2Nb bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.23-a ve Şekil 5.23-b'de görünen düzlemler ve basamaklar NiAl-2Nb bileşiğinin de klivaj tipi gevrek kırılmaya uğradığını göstermektedir. Seyreltik NiAl-2Ta bileşiğinde olduğu gibi görüntülerdeki koyu renkli küçük lekeler şeklinde görünen çökeltiler mevcut analizlerle tespit edilememiştir.



Şekil 5.23. NiAl-2Nb bileşiğinin a) 10000x, b) 30000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.8. NiAl-1Mo Alaşımı

Şekil 5.24'de seyreltik NiAl-1Mo bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekilde sunulan görüntülerdeki düzlemler ve basamaklar NiAl-1Mo bileşiğinin de klivaj tipi gevrek kırılmaya uğradığını göstermektedir.



Şekil 5.24. NiAl-1Mo bileşiğinin a) 1000x, b) 10000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.9. NiAl-2Mo Alaşımı

Şekil 5.25'de seyreltik NiAl-2Mo bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Kırılma yüzey görüntülerinden, seyreltik NiAl-2Mo bileşiğinin de klivaj tipi gevrek kırılmaya uğradığı belirlenmiştir.



Şekil 5.25. NiAl-2Mo bileşiğinin a) 5000x, b) 10000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.10. NiAl-26Cr2Ta Alaşımı

Şekil 5.26'da NiAl-26Cr2Ta ötektik bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.26-a'da primer NiAl dendiritleri ve dendiritlerin etrafında ötektik bölgeleri oluşturan ötektik plakalar görülmektedir. Her iki yapının kırılma yüzeylerinin düzlemsel olması ve primer dendiritler üzerinde klivaj basamakların oluşması, ötektik bileşiğin gevrek kırılmaya uğradığını göstermektedir.



Şekil 5.26. NiAl-26Cr2Ta bileşiğinin a) 5000x, b) 10000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.11. NiAl-26Cr2Nb Alaşımı

Şekil 5.27'de NiAl-26Cr2Nb ötektik bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekilde verilen kırılma yüzey görüntülerinden diğer bileşiklere benzer şekilde NiAl-26Cr2Nb ötektik bileşiğinin de gevrek kırılmaya uğradığı belirlenmiştir.



Şekil 5.27. NiAl-26Cr2Nb bileşiğinin a) 5000x, b) 10000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.12. NiAl-26Cr2Fe Alaşımı

Şekil 5.28'de NiAl-26Cr2Fe ötektik bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.28-a'da gevrek kırlmaya uğramış primer dendirit parçası ve hemen yanında ötektik yapı görülmektedir. Ötektik bölgedeki düzlemlerde bu bölgede gevrek kırılmanın oluştuğunu göstermektedir. Şekil 5.28-b'de ise daha küçük ölçekte daha geniş bir bölgenin kırılma yüzeyi gösterilmiştir. Burada görünen kırılma düzlemleri ve basamaklarda gevrek kırılmayı işaret etmektedir.



Şekil 5.28. NiAl-26Cr2Fe bileşiğinin a) 30000x, b) 1000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.13. NiAl-26Cr2Mo Alaşımı

Şekil 5.29'da NiAl-26Cr2Fe ötektik bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.29-a'da görünen tane sınırları erime ve katılaşma işlemi esnasında ıslatma probleminin olduğunu göstermektedir. Görüntüdeki düzlemler ve basamaklarda gevrek kırılmanın oluştuğunu göstermektedir. Şekil 5.29-b'de ise büyük ölçekte ötektik bölgenin görüntüsü verilmiştir. Ölçeğe bakıldığında ötektik fiberlerin nanometre boyutlarında olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 5.29. NiAl-26Cr2Mo bileşiğinin a) 1000x, b) 15000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.14. NiAl-26Cr6Mo2Ta Alaşımı

Şekil 5.30'da NiAl-26Cr6Mo2Ta ötektik bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.30-a'da sunulan kırılma yüzeyinden NiAl-26Cr6Mo2Ta ötektik bileşiğinin gevrek kırılmaya uğradığı belirlenmiştir. Şekil 5.30-b'de verilen kırılma yüzey görüntüsünde görünen ara yüzeye bakıldığında, diğer bazı alaşımlarda olduğu gibi bu alaşımda da ıslatma probleminin oluştuğu anlaşılmıştır.



Şekil 5.30. NiAl-26Cr6Mo2Ta ötektik bileşiğinin a) 10000x, b) 1000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.15. NiAl-26Cr6Mo2Nb Alaşımı

Şekil 5.31'de NiAl-26Cr6Mo2Nb ötektik bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekilde sunulan kırılma yüzey özelliklerinden bu bileşikte de gevrek kırılmanın oluştuğu belirlenmiştir.



Şekil 5.31. NiAl-26Cr6Mo2Nb ötektik bileşiğinin a) 5000x, b) 10000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.3.16. NiAl-26Cr6Mo2V Alaşımı

Şekil 5.32'de NiAl-26Cr6Mo2V ötektik bileşiğinin kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.32-a'da sunulan görüntü dikkatli incelendiğinde bu bileşikte de ıslatma probleminin oluştuğu ve klivaj düzlemlerinden de gevrek kırılmanın oluştuğu anlaşılmıştır. Şekil 5.32-b'de ise klivaj basamakları ve ötektik bölgenin görüntüsü daha büyük ölçekte sunulmuştur.



Şekil 5.32. NiAl-26Cr6Mo2V ötektik bileşiğinin a) 1000x, b) 10000x büyütmedeki kırılma yüzey görüntüleri.

5.4. XRD ANALİZLERİ

NiAl ve katkı elementli NiAl bileşikleri, katkı elementlerinin oranlarına ve bileşiklerin türlerine (seyreltik alaşımlar ve ötektik alaşımlar gibi) göre gruplandırılarak bileşiklerin XRD grafikleri gruplar halinde aşağıda sunulmuştur.

5.4.1. NiAl, NiAl-28Cr ve NiAl-28Co Bileşiklerinin XRD Analizi

NiAl, NiAl-28Cr ve NiAl-28Co bileşiklerinin XRD grafiği Şekil 5.33'de verilmiştir. Şekil 5.33-a ve Şekil 5.33-c'de verilen NiAl ve NiAl-28Co bileşiklerinin XRD grafiklerinden yapının tamamen NiAl yapısı olduğu ve Şekil 5.33-b'de verilen NiAl-28Cr bileşiğinde ise Cr piklerinin NiAl pikleriyle çakıştığı belirlenmiştir.



Şekil 5.33. a) NiAl, b) NiAl-28Cr, c) NiAl-28Co bileşiklerinin XRD grafikleri.

5.4.2. NiAl ve Seyreltik NiAl-1X (X=Ta, Nb ve Mo) Bileşiklerinin XRD Analizi

Şekil 5.34'de NiAl ve seyreltik NiAl-1Ta, NiAl-1Nb ve NiAl-1Mo bileşiklerinin XRD grafikleri verilmiştir. 2 at % Ta, Nb ve Mo içeren seyreltik çözeltilerden benzer sonuçlar elde edildiğinden bu bileşiklerin grafikleri burada tekrar edilmemiştir.



Şekil 5.34. NiAl ve seyreltik NiAl-1X (X=Ta, Nb ve Mo) bileşiklerinin XRD grafikleri.

Yapılan XRD analizlerinden NiAl-1.0 at % Ta bileşiğinde TaNi₂ ve NiAl-1.0 at% Mo bileşiğinde Mo pikleri tespit edilmiştir. Grafikler incelendiğinde alaşımların XRD grafiklerinde (111) ve (211) NiAl piklerinin görülmemesi, alaşım elementlerinin dokuyu geliştirdiğini ifade etmektedir. Piklerin şiddetleri incelendiğinde, Ta ve Nb elementlerinin [110] yönlenmesini ve benzer şekilde Mo elementinin [100] yönlenmesini geliştirdiği söylenebilir.

5.4.3. NiAl, NiAl-28Cr, NiAl-26Cr2Ta, NiAl-26Cr2Nb ve NiAl-26Cr2Fe Ötektik Bileşiklerin XRD Analizi

NiAl ve NiAl-Cr ötektik bileşiklerinin XRD grafikleri Şekil 5.35'de verilmiştir. Grafikleri basitleştirmek için pikler numaralandırılmış ve her bir numaraya karşılık gelen fazlar grafik üzerinde belirtilmiştir. Buna göre, NiAl-28Cr ve NiAl-26Cr2Nb bileşiklerinde Cr ve NiAl pikleri, NiAl-26Cr2Ta bileşiğinde NiAl, Cr, Ni₂Ta ve Al_{84.6}Cr_{15.4} piklerine ve NiAl-26Cr2Fe bileşiğinde NiAl, Cr ve Fe₂AlCr pikleri belirlenmiştir.



Şekil 5.35. NiAl, NiAl-28Cr, NiAl-26Cr2Ta, NiAl-26Cr2Nb ve NiAl-26Cr2Fe ötektik bileşiklerinin XRD grafikleri.

5.4.4. NiAl-26Cr6Mo2Ta, NiAl-26Cr6Mo2Nb ve NiAl-26Cr6Mo2V Ötektik Bileşiklerinin XRD Analizi

NiAl-26Cr6Mo2Ta, NiAl-26Cr6Mo2Nb ve NiAl-26Cr6Mo2V ötektik bileşiklerinin XRD grafikleri sırasıyla Şekil 5.36 - 5.38'de verilmiştir.



Şekil 5.36. NiAl-26Cr6Mo2Ta ötektik bileşiğinin XRD grafiği.



Şekil 5.37. NiAl-26Cr6Mo2Nb ötektik bileşiğinin XRD grafiği.



Şekil 5.38. NiAl-26Cr6Mo2V ötektik bileşiğinin XRD grafiği.

NiAl-26Cr6Mo2Nb ve NiAl-26Cr6Mo2V ötektik bileşiklerinde görülen CrN'un kirlenme sonucu oluştuğu SiO₂ piklerinin ise numuneleri kalıplamada kullanılan kalıplama malzemesinden geldiği düşünülmektedir.

5.5. YÜKSEK SICAKLIK OKSİTLENME TESTİ

Çizelge 5.2'de her bir alaşımın 1000 °C de 5, 15, 25 ve 35 saat sürede oksidasyon sonucu ağırlık değişimleri gösterilmiştir. Malzemelerin yüksek sıcaklık oksitlenme dirençlerini daha kolay yorumlamak için benzer bileşikler gruplandırılarak ağırlık kazanımları zamana göre çizilmiştir.

Alaşım	İlk ağırlığı (gr)	Son ağırlığı (gr)				Ağırlık kazanımı (gr)			
		5h	15h	25h	35h	5h	15h	25h	35h
1.Alaşım	2,236	2,236	2,242	2,292	2,307	0,000	0,006	0,056	0,071
2.Alaşım	1,134	1,134	1,138	1,138	1,138	0,000	0,004	0,004	0,004
3.Alaşım	2,611	2,615	2,627	2,642	2,642	0,004	0,016	0,031	0,031
4.Alaşım	2,333	2,335	2,341	2,354	2,354	0,002	0,008	0,021	0,021
5.Alaşım	1,818	1,822	1,823	1,825	1,824	0,004	0,005	0,007	0,006
6. Alaşım	2,222	2,233	2,259	2,329	2,358	0,011	0,037	0,107	0,136
7. Alaşım	1,987	1,992	2,029	2,157	2,188	0,005	0,042	0,170	0,201
8. Alaşım	1,453	1,468	1,512	1,609	1,635	0,015	0,059	0,156	0,182
9. Alaşım	1,194	1,210	1,230	1,264	1,271	0,016	0,036	0,070	0,077
10. Alaşım	2,278	2,280	2,280	2,282	2,285	0,002	0,002	0,004	0,007
11. Alaşım	1,317	1,320	1,320	1,324	1,330	0,003	0,003	0,007	0,013
12. Alaşım	2,754	2,758	2,765	2,769	2,775	0,004	0,011	0,015	0,021
13. Alaşım	1,179	1,180	1,183	1,186	1,194	0,001	0,004	0,007	0,015
14. Alaşım	0,994	0,989	0,997	1,001	1,001	0,005	0,003	0,007	0,007
15. Alaşım	2,561	2,564	2,567	2,573	2,576	0,003	0,006	0,012	0,015
16. Alaşım	2,498	2,528	2,719	2,772	2,841	0,030	0,221	0,274	0,343

Çizelge 5.2. Her bir alaşımın 1000 °C de 5, 15, 25, 35 saat sürede oksidasyon sonucu ağırlık değişimleri.

Şekil 5.39'da NiAl, NiAl-28Cr ve NiAl-28Co bileşiklerinin oksitlenme grafikleri sunulmuştur. Grafiklerden görüleceği gibi Co ve özellikle Cr ilavesi NiAl bileşiğinin oksitlenme direncini önemli miktarda artırmıştır.

Şekil 5.40'da NiAl ve seyreltik NiAl-2Ta, NiAl-2Nb ve NiAl-2Mo bileşiklerinin oksitlenme grafikleri sunulmuştur. Grafiklerden de görüleceği gibi Nb ve Mo elementleri NiAl bileşiğinin oksitlenme direncini olumsuz yönde etkilerken, Ta elementi NiAl bileşiğinin oksitlenme direncini oldukça artırmaktadır.



Şekil 5.39. NiAl, NiAl-28Cr ve NiAl-28Co bileşiklerinin oksitlenme grafikleri.



Şekil 5.40. NiAl ve seyreltik NiAl-X (X=Ta, Nb ve Mo) bileşiklerinin oksitlenme grafikleri.

Şekil 5.41'de NiAl ve ötektik NiAl-26Cr2Ta, NiAl-26Cr2Nb, NiAl-26Cr2Fe ve NiAl-26Cr2Mo bileşiklerinin oksitlenme grafikleri sunulmuştur. Grafiklerden de görüleceği gibi bütün ötektik bileşikler NiAl bileşiğine kıyasla daha yüksek oksitlenme direncine sahipler. Ötektik bileşiklere ilave edilen alaşım elementleri karşılaştırıldığında, alaşım elementleri içerisinde Ta elementinin oksitlenme direncini geliştirmede en etkili element olduğu görülür.



Şekil 5.41. NiAl ve ötektik NiAl-26Cr2Ta, NiAl-26Cr2Nb, NiAl-26Cr2Fe ve NiAl-26Cr2Mo bileşiklerinin oksitlenme grafikleri.

Şekil 5.42'de NiAl, NiAl-26Cr6Mo2Ta, NiAl-26Cr6Mo2Nb ve NiAl-26Cr6Mo2V ötektik bileşiklerinin oksitlenme grafikleri sunulmuştur.



Şekil 5.42. NiAl, NiAl-26Cr6Mo2Ta, NiAl-26Cr6Mo2Nb ve NiAl-26Cr6Mo2V ötektik bileşiklerinin oksitlenme grafikleri.

Bir önceki gruba benzer olarak NiAl-26Cr6Mo2Ta, NiAl-26Cr6Mo2Nb ve NiAl-26Cr6Mo2V ötektik bileşiklerinin NiAl bileşiğine kıyasla daha yüksek oksitlenme direncine sahip olduğu ve alaşım elementleri içerisinde Ta elementinin daha etkili olduğu belirlenmiştir.

BÖLÜM 6

SONUÇLAR

NiAl intermetalik bileşikleri nikel esaslı süper alaşımlara kıyasla düşük yoğunluk, yüksek ergime sıcaklığı, yüksek ısı iletkenliği, yüksek oksitlenme ve korozyon direnci gibi avantajlara sahiptir. Bu üstün özellikleri nedeniyle NiAl intermetalik bileşikleri özellikle yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılmakta ve otomotiv, havacılık ve enerji üretim endüstrileri tarafından tercih edilmektedir. Buna karşılık, düşük sıcaklıklarda süneklik ve kırılma tokluğunun düşük olması ve aynı zamanda yüksek sıcaklık mukavemetinin de düşük olması, NiAl bileşiklerinin kullanımını önemli ölçüde sınırlamaktadır. Bu nedenle, NiAl bileşiklerinin süneklik, tokluk ve yüksek sıcaklık mukavemetini geliştirmek için dünya çapında çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalar genel olarak mikro/makro alaşımlama ile mikroyapı kontrolü üzerine odaklanmıştır. Mekanik özellikler mikroyapıya bağlı olduğundan, süneklik ve tokluk ince taneli yapılarla ve sünek fazlarla iyileştirilmektedir. İnce taneli yapı elde etmek için alaşım elementleri, ikincil fazlar ve hızlı katılaştırma tekniği gibi yöntemler kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklık mukavemeti ise genellikle katı eriyik çözeltisi ve/veya çökelme mekanizmalarıyla artırılmaktadır.

Bu çalışmada, alaşım elementlerinin NiAl intermetalik bileşiklerinin fiziksel ve mekanik özelliklerinin yanında yüksek sıcaklıkta oksitlenme direncine etkileri incelenmiştir. Bu amaçla, NiAl, seyreltik (1 at % ve 2 at % oranlarında) NiAl-X (X=Ta, Nb, Mo), NiAl-28Co, NiAl-28Cr, NiAl-26Cr2X (X=Ta, Nb, Mo, Fe), ve NiAl-26Cr6Mo2X (X=Ta, Nb ve V) bileşikleri su soğutmalı bakır kalıp tekniği kullanılarak Ar atmosferi altında ark ergitme yöntemi ile üretilmiştir.

Bileşiklerin yoğunluk, sertlik, mikroyapısı ve kompozisyonu, kırılma davranışı ve 1000 °C'deki yüksek sıcaklık oksidasyon direnci, Arşimet prensibi, mikrosertlik

cihazı, polarize ışık mikroskobu, taramalı elektron mikroskobu, X ışını difraktometresi, EDX ve yüksek sıcaklık fırını kullanılarak sırayla belirlenmiştir.

Yapılan analizlerden aşağıdaki sonuçlar çıkarılmıştır:

- Genel olarak alaşım elementleri katkı elementsiz NiAl bileşiklerinin yoğunluğunu artırmıştır. Bileşikler içerisinde NiAl-1Nb bileşiğinin en düşük yoğunluğa, NiAl-26Cr6Mo2Ta bileşiğinin ise en yüksek yoğunluğa sahip olduğu belirlenmiştir.
- Bileşiklerin sertlik değerleri incelendiğinde, alaşım elementlerinin NiAl bileşiğinin sertliğini dolayısıyla da dayanımını arttırmıştır. Bileşikler içerisinde katkı elementsiz NiAl bileşiğinin en düşük sertlik değerine ve NiAl-26Cr6Mo2Ta ötektik bileşiğinin de en yüksek sertlik değerine sahip olduğu belirlenmiştir.
- 3. Yüksek sıcaklık uygulamalarında yüksek dayanım/yoğunluk oranı istendiğinden, bileşiklerin sertlik/yoğunluk değerleri belirlenmiştir. Bileşiklerin sertlik/yoğunluk değerleri incelendiğinde birim yoğunluk başına en yüksek dayanıma öncelikle NiAl-26Cr6Mo2V sonrasında NiAl-1Nb, NiAl-26Cr2Mo ve NiAl-26Cr6Mo2Nb ötektik bileşiklerinin sahip olduğu belirlenmiştir.
- Mikroyapı ve EDX analizlerinden seyreltik bileşiklerin çift fazlı yapıya, ötektik bileşiklerin ise ötektik yapının yanında primer NiAl dendiritlerden oluştuğu belirlenmiştir.
- 5. Bileşiklerin kırılma yüzey analizlerinden bütün bileşiklerin klivaj tipi gevrek kırılmaya uğradıkları belirlenmiştir.
- XRD ile yapılan faz analizlerinde, seyreltik NiAl bileşiklerinde Ni₂Ta ve Mo fazları, ötektik bileşiklerde Cr, Ni₂Ta, Al_{84.6}Cr_{15.4} ve Fe₂AlCr fazları tespit edilmiştir.
- 7. Yüksek sıcaklık oksitlenme deneylerinden elde edilen zamana bağlı ağırlık kazanımları incelendiğinde;
 - 7.1. Seyreltik çözeltiler içerisinde NiAl-1Ta ve NiAl-2Ta bileşiklerinin katkı elementsiz NiAl bileşiğine kıyasla çok daha yüksek oksitlenme direncine sahip olduğu,

- 7.2. NiAl-26Cr2X (X=Ta, Nb, Fe, Mo) ötektik bileşiklerinin katkı elementsiz NiAl bileşiğine kıyasla çok daha yüksek oksitlenme direncine sahip olduğu ve ötektik bileşikler içerisinde en iyi dirence NiAl-26Cr2Ta bileşiğinin sahip olduğu,
- 7.3. NiAl-26Cr6Mo2X (X=Ta, Nb, V) ötektik bileşiklerinin katkı elementsiz NiAl bileşiğine kıyasla daha iyi oksitlenme direncine sahip olduğu ve ötektik bileşikler içerisinde en iyi dirence önce NiAl-26Cr6Mo2Ta sonra NiAl-26Cr6Mo2Nb bileşiğinin sahip olduğu belirlenmiştir.
- 8. Bütün bileşikler gevrek kırılmaya uğradığından, bileşikler sertlik/yoğunluk ve oksitlenme direnci yönünden karşılaştırıldığında yukarıdaki sonuçların ışığında NiA1-26Cr6Mo2Nb intermetalik bileşiğinin en iyi dayanım/yoğunluk oranına ve hemen hemen en iyi yüksek sıcaklık oksitlenme direncine sahip olduğu söylenebilir.

KAYNAKLAR

- 1. Sheng, L. Y., Guo, J. T. and Ye, H. Q., "Microstructure and mechanical properties of NiAl–Cr(Mo)/Nb eutectic alloy prepared by injection-casting", *Materials and Design*, 30: 964–969 (2009).
- Liang, Y. C., Guo, J. T., Xie, Y., Sheng, L. Y., Zhou, L. Z. and Hu, Z. Q., "Effect of growth rate on the tensile properties of DS NiAl/Cr(Mo) eutectic alloy produced by liquid metal cooling technique", *Intermetallics*, 18: 319-323 (2010).
- 3. Enayati, M. H., Karimzadeh, F. and Anvari, S. Z., "Synthesis of nanocrystalline NiAl by mechanical alloying", *Journal of Materials Processing Technology*, 200: 312–315 (2008).
- 4. Huai, K. W., Guo, J. T., Gao, Q., Li, H. T. and Yang R., "Microstructure and mechanical behavior of NiAl-based alloy prepared by powder metallurgical route", *Intermetallics*, 15: 749-752 (2007).
- 5. Wang, Y. L., Jones, I. P. and Smallman, R. E., "The effects of iron on the creep properties of NiAl", *Intermetallics*, 14: 800-810 (2006).
- 6. Ergin, N., "Fe-Al intermetalik malzemenin basınç destekli hacim yanma sentezi ile üretimi ve özelliklerinin iyileştirilmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Sakarya, 17-19 (2007).
- 7. Chena, G. X. and Zhang, J. M., "Self-diffüssion of Ni in B2 type intermetallic compound NiAl", *Journal of Alloys and Compounds*, 102-106 (2007).
- 8. Guo, Y., Wang, Y., Wen-Ping, W. and Zhao, D., "Atomistic simulation of martensitic phase transformation at the crack tip in B2 NiAl", *Acta Materialia*, 55 (11): 3891-3897 (2007).
- 9. Evecen, M., "Atomların ve moleküllerin NiAl yüzeylerine tutunmasının yoğunluk fonksiyoneli teorisi ile incelenmesi", Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 47-50 (2010).
- 10. Kocabıçak, G., "Malzeme seçiminde bilgi tabanlı sistemler ve alüminyum döküm alaşımlarına uygulanması", Yüksek Lisans Tezi, *Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Sakarya, 3-5 (1996).
- 11. İpek, İ., "Nikel ve monel malzemelerin kaynağı", Yüksek Lisans Tezi, *Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Sakarya, 1-4 (2008).

- 12. Averback, R. S., Bernholc, J. and Nelson, D. L., "Clusters and cluster-assembled materials", *Materials Research Society Symposium Proceeding*, Pittsbutgh, 206-210 (1991).
- 13. Gua, B. C., Kerns, K. P. and Castleman, A. W., "Ti₈C¹²⁺-metalalloycarbohedrenes: A new class of molecular clusters?", *Jr. Science*, 255 (5050): 1411-1413 (1992).
- Krissinel, E. B. and Jellinek, J., "Properties, dynamics and electronic structure of atoms and molecules 13-atom Ni-Al alloy clusters: Structures and dynamics", *Intern. J. Quantum Chem.*, 62 (2): 185-197 (1997).
- 15. Jena, P. and Khanna, S. N., "Physics of cluster assembled materials", *Materials Science and Engineering A*, 217 (18): 218-222 (1996).
- 16. Djajautra, D. and Cooper, B. R., "Oxygen impurities in NiAl: Relaxation effects", *Phys. Rev. B.*, 64 (8): 5121-5126 (2001).
- 17. Djajautra, D. and Cooper, B. R., "Systematic first-principles study of impurity hybridization in NiAl", *Phys. Rev. B*., 66 (20): 5108-5116 (2002).
- Hu, X., Zhang, Y., Lu, G., Wang, T., Xiao, P., Yin, P. and Xu, H., "Effect of O impurity on structure and mechanical properties of NiAl intermetallics: A firstprinciples study", *Intermetallics*, 17: 358-364 (2009).
- 19. Riviere, P., Busnengo, H. F. and Martin, F., "Adsorption and scattering of H2 and D2 by NiAl(110)", *J. Chem. Phys.*, 123 (7): 4705-4711 (2005).
- Riviere, P., Salin, A. and Martin, F., "The role of molecular rotation in activated dissociative adsorption on metal surfaces", *J. Chem. Phys.*, 124 (8): 4706-4715 (2006).
- 21. Konopka, M., Stich, I. and Terakura, K., "Structure and Dynamics of atomic hydrogen on NiAl(110)", *Phys. Rev. B*., 65 (12): 5418-5425 (2002).
- 22. Hanbicki, A. T., Rous, P. J. and Plummer, E. W., "Static and dynamic lattice changes induced by hydrogen adsorption on NiAl (110)", *Phys. Rev. B.*, 67 (20): 5405-5418 (2003).
- 23. Steven, M. J., "NiAl and NiAl-Based composites directionally solidified by a containerless zone process", Ph. D. Thesis, *Tennessee University Lewis Research Center*, Knoxville, 16-19 (1995).
- 24. James, D. C., "The influence of Chromium on structure and mechanical properties of B2 Nickel Aluminide alloys", Ph. D. Thesis, *Florida University Lewis Research Center*, Gainesville, 6-14 (1992).
- 25. Temsan, "2011 sektör raporu", *T.C. Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı*, Ankara, 1-2 (2011).

- 26. Sarıtaş, S., "Toz metal çeliklerin yorulma özellikleri", *Mühendis ve Makina*, 44 (517): 33-41 (2003).
- Demirel, M., "Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen metal matrisli kompozitlerde Ni₃Al metallerarası bileşik takviyesinin aşınma davranışına etkilerinin araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, *Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Elazığ, 55-57 (2007).
- 28. Çiğdem, M., "İmal Usulleri, 2. Cilt", *Çağlayan Kitabevi*, İstanbul, 329-354 (1996).
- 29. Hawk, J. A. and Alman, D. E., "Abrasive wear of intermetallic-based alloys and composites", *Materials and Engineering A*, 239-240 (1-2): 899-906 (1997).
- Aktaş, H., "Alüminyum matrisli Al₂O₃ parçacık takviyeli kompozitlerin mekanik alaşımlama yöntemiyle üretimi ve kuru aşınma davranışının incelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 8-10 (2007).
- 31. Kurt, A., "Toz metal bronz yatak malzemelerinin özellikleri", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 8-35 (1992).
- 32. Arık, H., Türker, M., and Sarıtaş, S., "Investigation of the mechanical properties of Al_4C_3 reinforced aluminium based composites by mechanical alloying techniques", *Proceedings of Powder Metallurgy World Congres*, Japan, 1713-1718 (2000).
- 33. Suryanarayana, C., "Mechanichal alloying and milling", *Progress in Materials Science*, 46: 1-184 (2001).
- 34. Umberto, A. T., Maglia, F., Spinolo, G. and Munir, Z. A., "Combustion synthesis: An effective tool for the synthesis of advanced materials", *Chimica & Industria*, 82 (10): 1-10 (2000).
- 35. Patil, K. C., Aruna, S. T. and Mimani, T., "Combustion Synthesis: an Update", *Current Opinion in Solid State and Material Science*, 507-512 (2002).
- 36. Merzhanov, A. G., "The chemistry of self propagating high-temprature synthesis", *Journal of Materials Chemistry*, 14 (12): 1779-1786 (2004).
- 37. Bhaduri, S. B., "Combustion synthesis", Non-Equilibrium Processing of Materials, *Elsevier Science*, NY, USA, 289-318 (1999).
- 38. İnternet: Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science, "Self-Propagating High-Temperature Synthesis", **www.ism.ac.ru/handbook/shsf.htm** (2012).

- Guojian, J., Hanrui, Z. and Wenlan, L., "Parameters investigation during simultaneous synthesis and densification WC-Ni composites by field-activated combustion", *Materials Science and Engineering A*, 360: 377-384 (2003).
- 40. Dong, Y. O., Hwan, C. K., Jin, K. Y. and In, J. S., "Simultaneous synthesis and consolidation process of ultra-fine WSi₂–SiC and its mechanical properties", *Journal Alloys and Compounds*, 386 (1-2): 270-275 (2005).
- 41. Biswas, A., Roy, S. K., Gurumutrthy, K. R., Prabhu N. and Banarjee, S., "A study of self-propagating high-temperature synthesis of NiAl in thermal explosion mode", *Acta Materialia*, 50 (4): 757-773 (2002).
- 42. Morsi, K., "Review: reaction synthesis processing of Ni-Al intermetallic materials", *Materials Science and Engineering A*, 299: 1-15 (2001).
- 43. Çelikyürek, İ., "Vakumda ergitme yolu ile bazı düzenli metallerarası bileşiklerin üretimi", Yüksek Lisans Tezi, *Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Eskişehir, 65-71 (2010).

ÖZGEÇMİŞ

Rıdvan ULU 1987 yılında Karabük'te doğdu; ilk ve orta öğrenimini aynı şehirde tamamladı. Safranbolu Yabancı Dil Ağırlık Lisesinden mezun oldu. 2006 yılında Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde lisans eğitimine başlayıp 2010 yılında mezun oldu. 2011 yılında KBÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Anabilim Dalı'nda yüksek lisans eğitimine başladı. 2012 yılında İğdir Köyü, Kurşunlu-ÇANKIRI'da bulunan VE-CA DIŞ TİCARET A.Ş. Cevher Zenginleştirme Tesislerinde göreve başladı ve halen aynı yerde çalışmaya devam etmektedir.

<u>ADRES BİLGİLERİ</u>

- Adres : Kalekapu Mah. Rıhtım Sok. Gül Apt. Daire:2 Kurşunlu-ÇANKIRI
- Tel : (544) 861 86 87
- E-posta : r.ulu78@hotmail.com