

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**GÖZENEKLİ DEMİR ALÜMİNİT MALZEMELERİN YANMA SENTEZİ İLE
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

Rıza SELÇUK

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

TEMMUZ 2024

ANTALYA

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**GÖZENEKLİ DEMİR ALÜMİNİT MALZEMELERİN YANMA SENTEZİ İLE
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

Rıza SELÇUK

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS

TEMMUZ 2024

ANTALYA

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GÖZENEKLİ DEMİR ALÜMİNİT MALZEMELERİN YANMA SENTEZİ İLE
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Rıza SELÇUK
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Bu tez/...../2024 tarihinde jüri tarafından Oybirliği / Oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU (Danışman)	[imza]
Prof. Dr. Gürkan ALTAN	[imza]
Doç. Dr. Hatice VAROL ÖZKAVAK	[imza]

ÖZET

GÖZENEKLİ DEMİR ALÜMİNİT MALZEMELERİN YANMA SENTEZİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Rıza SELÇUK

Yüksek Lisans Tezi, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Temmuz 2024; 70 sayfa

Bu çalışmada, toz metalürjisi teknikleri kullanılarak Fe ve Al elemental tozlardan başlanarak, kontrollü oranda ve boyutta gözenek içeren demir alüminit parçaların yanma sentezi ile üretimi incelenmiştir. Bu kapsamda, gözenek oluşumu için 2 farklı yaklaşım üzerinde çalışılmıştır. Birinci yöntemde, Fe ve Al tozlarından oluşan ham parçanın üretiminde, soğuk presleme basıncının etkisi incelenmiştir. Bu amaçla 25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa soğuk pres basıncı uygulanmıştır. Bu uygulama ile, ham parçanın gözenek oranının kontrol edilmesi ve buna bağlı olarak yanma sentezi sonrasında oluşacak olan FeAl parçanın gözenek oranının kontrol edilmesi sağlanmıştır. İkinci yöntemde ise, farklı boyut aralığına sahip üre partikülleri kullanılarak boşluk oluşturu (şablon) yöntemi uygulanmıştır. Fe ve Al tozları ile %20, %40 ve %60 oranlarında, 150-300, 300-500 ve 500-800 mikron boyut aralıklarında üre partikülleri kullanılmıştır. Her iki yöntem içinde, numunelerin yanma sentezi, 750 °C ve 1050 °C'de olmak üzere iki farklı sıcaklıkta gerçekleşmiştir.

Yapılan deneyler sonucunda, basıncın artmasıyla birlikte gözenekliliğin azaldığı gözlemlenmiştir. BO kullanılarak üretilen numunelerde üre boyutunun armasıyla beraber dayanım değerlerinin düştüğü gözlemlenmiştir. 1050 °C'de uygulanan HYS işlemi ile üretilen numuneler, 750 °C'de üretilenlere kıyasla daha yüksek dayanım değerleri sergilemiştir. Gözenek boyutu ve oranı ile dayanım arasındaki sayısal ilişkiler incelenmiş; bu amaçla Gibson-Ashby, Bal'shin, Hall-Petch, ve Bhattacharjee denklemleri kullanılmıştır.

ANAHTAR KELİMELE: Gözenekli demir alüminit, Mekanik özellikler, Mikroyapı, Yanma sentezi

JÜRİ: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Prof. Dr. Gürkan ALTAN

Doç. Dr. Hatice VAROL ÖZKAVAK

ABSTRACT

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF POROUS IRON ALUMINIDE MATERIALS BY COMBUSTION SYNTHESIS

Rıza SELÇUK

M.Sc. Thesis in Mechanical Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Hasan Erdem Çamurlu

July 2024; 70 pages

In this study, the production of iron aluminide parts containing controlled amounts and sizes of pores through combustion synthesis starting from Fe and Al elemental powders using powder metallurgy techniques has been investigated. In this context, two different approaches have been studied for pore formation. In the first method, the effect of cold pressing pressure was examined in the production of the raw part consisting of Fe and Al powders. For this purpose, cold pressing pressures of 25, 50, 100, 200, 300, and 400 MPa were applied. With this application, it was ensured that the porosity of the raw part was controlled, and consequently, the porosity of the FeAl part to be formed after combustion synthesis was controlled. In the second method, the space holder method was applied using urea particles with different size ranges to create microspaces inside the material. Urea particles with sizes ranging from 150-300, 300-500, and 500-800 microns were used with Fe and Al powders in ratios of 20%, 40%, and 60%. In both methods, the combustion synthesis of the samples took place at two different temperatures, namely 750°C and 1050°C.

As a result of the experiments, it was observed that porosity decreased with increasing pressure. It was observed that the strength values decreased with increasing urea size in samples produced using the template method. Samples produced with the VCS (volume combustion synthesis) process applied at 1050°C exhibited higher strength values compared to those produced at 750°C. Numerical relationships between pore size and ratio and strength were investigated; for this purpose, Gibson-Ashby, Bal'shin, Hall-Petch, and Bhattacharjee equations were used.

KEYWORDS: Porous iron aluminide, Mechanical properties, Microstructure, Combustion synthesis

COMMITTEE: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Prof. Dr. Gürkan ALTAN

Assoc. Prof. Dr. Hatice VAROL ÖZKAVAK

ÖNSÖZ

Tez çalışmamın başlangıcından sonuna kadar yönlendirici desteğiyle her zaman yanımda olan çok kıymetli danışman hocam Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU'ya içtenlikle teşekkür ederim.

Tezim ile ilgili görüş ve önerileriyle çalışmama büyük katkıda bulunan Dr. Gülizar Sarıyer'e teşekkürü borç bilirim.

Akdeniz Üniversitesi Makine Mühendisliği bölümü malzeme laboratuvarında çalışma olanağı sağlayan herkese içtenlikle teşekkür ederim.

Hayatımın her döneminde maddi ve manevi destekleriyle beni yalnız bırakmayan, ilgi ve sevgilerini hiç esirgemeyen kıymetli aileme en derin şükranlarımı sunarım.

Zorluklarla dolu süreçte bana manevi destek ve güç veren, sabırla yanımda olan eşim Aleksandra Selçuk'a sonsuz teşekkürlerimi iletiyorum.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
ÖNSÖZ	iii
İÇİNDEKİLER	iv
AKADEMİK BEYAN	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK TARAMASI	3
2.1. Yanma Sentezi (YS).....	3
2.1.1. Yanma sentezinin avantajları.....	3
2.1.2. Yanma sentezinin dezavantajları	4
2.1.3. Yanma sentezi uygulamaları	4
2.1.4. Yanma sentezi mekanizması	4
2.1.5. Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi	5
2.1.6. Hacim yanma sentezi.....	5
2.2. İntermetalik Malzemeler	6
2.2.1. Demir alüminitler	8
2.2.1.1. Demiralüminitlerin faz stabilitesi ve yapısal kullanım potansiyeli.....	8
2.2.1.2 Demir alüminyum intermetalik bileşiklerinin potansiyel uygulamaları	10
2.2.2. Gözenekli intermetalik malzemeler.....	12
2.2.2.1. Gözenekli intermetalik malzemelerin üretimi ve özellikleri	12
2.2.2.2. Gözenekli malzemelerde sinterleme sıcaklığının etkisi.....	15
2.2.2.3. Gözenek oluşumunun sebepleri	16
2.2.2.4. Gözenek yapısının kontrolü	17
2.2.2.5. Presleme basıncının gözeneğe etkisi.....	18
3. MATERYAL VE METOT	20
3.1. Kullanılan Metal Tozları	21
3.2. Kullanılan Boşluk Oluşturucu Partiküller	21

3.3. Parçaların Üretimi	22
3.3.1. Başlangıç tozlarının miktarlarının hesaplanması.....	23
3.3.3.1. Üresiz numune üretimi için toz miktarının hesaplanması.....	24
3.3.3.2. Üreli numune üretimi için toz miktarının hesaplanması.....	25
3.4. Soğuk Presleme İle Şekillendirme	26
3.5. Hacim Yanma Sentezi (HYS) İle Ürünlerin Oluşumu	30
3.6. Parçaların Karakterizasyonu.....	31
3.6.1. Mikroyapı incelemeleri.....	32
3.6.2. Basma testleri	33
3.6.3. Mikrosertlik ölçümleri	35
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	37
4.1. Soğuk Sıkıştırma Basıncının Etkisinin İncelendiği Deneyler	37
4.1.1. 750 °C’de hacim yanma sentezi ile üretilen numuneler	37
4.1.1.1. Makroyapı.....	38
4.1.1.2. Mikroyapı	39
4.1.1.3. Mekanik testler	39
4.1.2. 1050 °C’de hacim yanma sentezi ile üretilen numuneler	41
4.1.2.1. Makroyapı.....	41
4.1.2.2. Mikroyapı	43
4.1.2.3. Mekanik testler	44
4.2. Soğuk Sıkıştırma Basıncının Etkisinin İncelendiği 750 °C ve 1050 °C’de Hacim Yanma Sentezi İle Üretilen Numunelerin Mekanik Özelliklerinin Karşılaştırması.....	46
4.3. Üre Boşluk Oluşturucu ile Yapılan Deneyler.....	48
4.3.1. 750 °C’de hacim yanma sentezi ile üretilen numuneler	49
4.3.1.1. Makroyapı.....	49
4.3.1.2. Mikroyapı.....	50
4.3.1.3. Mekanik testler.....	51
4.3.2. 1050 °C’de yanma sentezi ile üretilen numuneler	53
4.3.2.1. Makroyapı.....	53
4.3.2.2. Mikroyapı.....	55
4.3.2.3. Mekanik testler.....	56

4.4. Korelasyon Hesaplamaları	57
4.4.1. Gözenek miktarı ve malzeme mukavemeti korelasyonu	57
4.4.1.1. 750 °C’de HYS işlemine alınan üreli numuneler için gözenek miktarı ve malzeme mukavemeti korelasyonu	58
4.4.1.2. 1050 °C’de HYS işlemine alınan üreli numuneler için gözenek miktarı ve malzeme mukavemeti korelasyonu	60
4.4.2. Gözenek boyutu ve malzeme mukavemeti korelasyonu	62
4.4.2.1. 750 °C’de HYS işlemine alınan üreli numuneler için gözenek boyutu ve malzeme mukavemeti korelasyonu.....	62
4.4.2.2. 1050 °C’de HYS işlemine alınan üreli numuneler için gözenek boyutu ve malzeme mukavemeti korelasyonu.....	63
4.4.3. Gözenek miktarı, boyut ve mukavemet korelasyonu	64
5. SONUÇLAR	67
6. KAYNAKLAR	68
ÖZGEÇMİŞ	

AKADEMİK BEYAN

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Gözenekli Demir Alüminit Malzemelerin Yanma Sentezi ile Üretimi ve Karakterizasyonu” adlı bu çalışmanın, akademik kurallar ve etik değerlere uygun olarak yazıldığını belirtir, bu tez çalışmasında bana ait olmayan tüm bilgilerin kaynağını gösterdiğimi beyan ederim.

02/07/2024

Rıza SELÇUK

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

Al	: Alüminyum
C	: C
Fe	: Demir

Kisaltmalar

T_{ad}	: Adyabatik sıcaklık
T_{at}	: Ateşleme sıcaklığı
T_y	: Gerçek yanma sıcaklığı
BD	: Boydaki değişim
BO	: Boşluk oluşturuç
ÇD	: Çaptaki değişim
HÖG	: Hacim yanma sentezi öncesi gözenek
HSG	: Hacim yanma sentezi sonrası gözenek
HYS	: Hacim Yanma Sentezi
İB	: İntermetalik Bileşikler
İM	: İntermetalik Malzemeler
KİYSS	: Kendiliğinden İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi
OM	: Optik mikroskop
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SS	: Standart sapma
XRD	: X-Işını Kırınımı
YS	: Yanma Sentezi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. a) Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) ve b) Hacim Yanma Sentezi (HYS).....	3
Şekil 2.2. KİYSS’de başlangıç malzemelerinin ateşlenmesi ve reaksiyon dalgasının ilerleyişi; a) ateşlemeden hemen sonra; b) 1 sn.; c) 2 sn.; d) 3 saniye	5
Şekil 2.3. TiAl alaşımında HYS Reaksiyonun gösterimi	6
Şekil 2.4. Fe-Al ikili faz digaramı	9
Şekil 2.5. B2 kristal yapısına sahip FeAl bileşiği	11
Şekil 2.6. Boşluk tutucu işlemi ve termal patlama reaksiyonu kombinasyon yöntemi ile gözenekli Al içeren intermetaliklerin üretimi için deneysel sürecin gösterimi.....	15
Şekil 2.7. 700°C; a) ve 1000°C; b) son sinterleme sıcaklıklarına sahip gözenekli FeAl intermetaliklerinin SEM-BSE görüntüleri c) Farklı nihai sinterleme sıcaklıklarına sahip gözenekli FeAl intermetaliklerinin XRD desenleri.....	16
Şekil 2.8. Reaktif sentezle üretilen gözenekli FeAl intermetaliklerindeki gözeneklerin bileşimi	17
Şekil 2.9. Farklı toz boyutlarında hazırlanan gözenekli FeAl'in mikroyapıları; a) 18 µm; b) 33 µm ve c) 50 µm	18
Şekil 2.10. Farklı basınçlar altında preslenmiş Fe-Al karışımı a) 100, b) 200, c) 300 ve d) 360 MPa.....	19
Şekil 3.1. Demir konsantrasyonunun bir fonksiyonu olarak ikili FeAl alaşımının yoğunluğunun değişimi.....	20
Şekil 3.2. Kullanılan a) alüminyum ve b) demir tozlarının SEM görüntüleri (10.000 büyütme)	21
Şekil 3.3. Seçilen üre taneciklerinin stereo mikroskop altında görünümü a) 150-300 mikrometre b) 300-500 mikrometre c) 500-800 mikrometre	22
Şekil 3.4. Gözenekli FeAl parçaların üretiminde uygulanan basamakların şematik gösterimi.....	22
Şekil 3.5. Üre katkılı gözenekli FeAl parçaların üretiminde uygulanan basamakların şematik gösterimi	23
Şekil 3.6. a) Kullanılan 8 mm çaplı kalıp ve b) ölçülerinin üç boyutlu çizim üzerinde gösterimi.....	26
Şekil 3.7. Toz karışımını kalıpta sıkıştırmak için kullanılan presleme cihazı	27
Şekil 3.8. Soğuk preslenerek üretilen ham parçanın üç boyutlu çizimi ve boyutları.....	27

Şekil 3.9. Üretilen 9 mm yükseklikte ve 8 mm çaptaki peletlerin HYS öncesi görüntüleri	28
Şekil 3.10. h-BN ile kaplanmış grafit krozeyle konumlandırılan ham parçaların; a) HYS öncesindeki görünümü; b) HYS sonrasındaki görünümü.....	31
Şekil 3.11. Kullanılmış olan tel rezistanslı fırının; a) önden görünümü; b) kontrol ünitesi ve c) kullanılan argon gaz ünitesi.....	31
Şekil 3.12. a) Döner tablalı zımparalama makinesi ve b) parlatma ünitesi.....	32
Şekil 3.13. a) Optik mikroskop, b) Stereo mikroskop.....	33
Şekil 3.14. Üniversal çekme-basma cihazı	33
Şekil 3.15. Test örneğinin şematik gösterimi.....	34
Şekil 3.16. Gözenekli ve gözenekli metallerin sıkıştırma testinden elde edilen karakteristik değerleri belirlemek için kullanılan gerilim-gerinim eğrisi. 1.Yarı Elastik Eğim, 2. Elastik Eğim ve 3.İlk Maksimum Basma Mukavemeti.....	34
Şekil 3.17. Vickers sertlik test cihazı işleminde a) Batıcı piramidal ucun numune içine girişi ve b) Numunenin yüzeyinde meydana gelen eşkenar dörtgen biçimindeki iz (<i>anonim 1*</i> kaynaktan esinlenilerek düzenlenmiştir)	35
Şekil 3.18. Vickers mikrosertlik cihazı (THV-1DTe Micro Vickers Hardness Tester)	36
Şekil 4.1. Farklı soğuk pres basıncıyla üretilmiş ve 750 °C’de sinterlenmiş numunelerin makroyapı görüntüleri; a) 25 MPa; b) 50 MPa; c) 100 MPa; d) 200 MPa; e) 300 MPa; f) 400 MPa	38
Şekil 4.2. Farklı basınçlar altında üretilen 750 °C’de HYS işlemine alınmış FeAl numunelerinin mikroyapıları; a) 25 MPa, b) 50 MPa; c) 100 MPa; d) 200 MPa; e) 300 MPa ve f) 400 MPa (100x büyütme)	39
Şekil 4.3. Farklı basınçlarda (25, 50, 100, 200, 300, 400 MPa) soğuk preslenmiş ve 750 C° sıcaklıkta HYS uygulanmış numunelerin dayanım değerleri.....	40
Şekil 4.4. Farklı soğuk pres basıncıyla üretilmiş ve 750 °C’de sinterlenmiş numunelerin basma testi sonrası görüntüleri; a) 25 MPa; b) 50 MPa; c) 100 MPa; d) 200 MPa; e) 300 MPa; f) 400 MPa	40
Şekil 4.5. Farklı soğuk pres basıncıyla üretilmiş ve 1050 °C’de sinterlenmiş numunelerin makroyapı görüntüleri; a) 25 MPa; b) 50 MPa; c) 100 MPa; d) 200 MPa; e) 300 MPa; f) 400 MPa	42
Şekil 4.6. Farklı sıcaklıklarda (750 °C ve 1050 °C) sinterleme öncesi ve sonrası gözenek oranlarının kıyaslaması	43

Şekil 4.7. Farklı basınçlar altında üretilen 1050 °C'de HYS işlemine alınmış FeAl numunelerinin mikroyapıları; a) 25 MPa; b) 50 MPa; c) 100 MPa; d) 200 MPa; e) 300 MPa ve f) 400 MPa (100x büyütme)	44
Şekil 4.8. Farklı basınçlarda (25, 50, 100, 200, 300, 400 MPa) soğuk preslenmiş ve 1050 °C sıcaklıkta HYS uygulanmış numunelerin dayanım değerleri.....	45
Şekil 4.9. Farklı soğuk pres basıncıyla üretilmiş ve 1050 °C'de sinterlenmiş numunelerin basma testi sonrası görüntüleri; a) 25 MPa; b) 50 MPa; c) 100 MPa; d) 200 MPa; e) 300 MPa; f) 400 MPa	45
Şekil 4.10. Çeşitli basınçlar altında (25,50,100,200,300,400 MPa) ve iki farklı HYS sıcaklığında (750°C ve 1050 °C) üretilen gözenekli FeAl numunelerin; a) I. Parti 750°C; b) II. Parti 750°C; c) I. Parti 1050°C; d) II. Parti 1050°C Basınç gerilmesi/Basma gerinimi karşılaştırması.	47
Şekil 4.11. Çeşitli basınçlar altında soğuk preslenmiş numunelerin farklı sinterleme sıcaklıklarına göre basınç gerilmesi (MPa) / basma gerinimi (%) kıyaslamaları; a) 25 MPa, 750°C ve 1050°C; b) 50 MPa, 750°C ve 1050°C; c) 100 MPa, 750°C ve 1050°C d) 200 MPa, 750°C ve 1050°C; e) 300 MPa, 750°C ve 1050°C; f) 400 MPa, 750°C ve 1050°C	48
Şekil 4.12. Üreli FeAl, 750 °C'de HYS alınmış numunelerin makroyapıları; a) %20 üre 150-300 µm; b) %40 üre 150-300 µm; c) %60 üre 150-300 µm; d) %20 üre 300-500 µm; e) %40 üre 300-500 µm; f) %60 üre 300-500 µm; g) %20 üre 500-800 µm; h) %40 üre 500-800 µm; i) %60 üre 500-800 µm.....	49
Şekil 4.13. Üreli FeAl, 750 °C'de HYS alınmış numunelerin mikroyapıları; a) %20 üre 150-300 µm; b) %40 üre 150-300 µm; c) %60 üre 150-300 µm; d) %20 üre 300-500 µm; e) %40 üre 300-500 µm; f) %60 üre 300-500 µm; g) %20 üre 500-800 µm; h) %40 üre 500-800 µm; i) %60 üre 500-800 µm (100x büyütme)	50
Şekil 4.14. Üreli FeAl, 750 °C'de HYS alınmış numunelerin basma testi sonrası görüntüleri; a) %20 üre 150-300 µm; b) %40 üre 150-300 µm; c) %60 üre 150-300 µm; d) %20 üre 300-500 µm; e) %40 üre 300-500 µm; f) %60 üre 300-500 µm; g) %20 üre 500-800 µm; h) %40 üre 500-800 µm; i) %60 üre 500-800 µm.....	51
Şekil 4.15. 150-300 µm boyut aralığında, farklı üre oranları (%20, %40 ve %60) içeren ve 750°C yüksek sıcaklıkta sinterlenen gözenekli FeAl numunelerin basınç gerilmesi ve basma gerinimi özelliklerinin karşılaştırılması	52
Şekil 4.16. Farklı boyutlarda üre (150-300 µm, 300-500 µm ve 500-800 µm), %40 oranında üre içeren ve 750°C yüksek sıcaklıkta sinterlenen gözenekli FeAl numunelerin basınç gerilmesi ve basma gerinimi özelliklerinin karşılaştırılması	52
Şekil 4.17. 750°C'de HYS işlemine alınmış numunelerin üre boyutu ve üre miktarına bağlı olarak ortalama basma gerilmesi dayanımı	53
Şekil 4.18. Üreli FeAl, 1050 °C'de HYS alınmış numunelerin makroyapıları; a) %20 üre 150-300 µm; b) %40 üre 150-300 µm; c) %60 üre 150-300 µm; d) %20	

üre 300-500 µm; **e)** %40 üre 300-500 µm; **f)** %60 üre 300-500 µm; **g)** %20 üre 500-800 µm; **h)** %40 üre 500-800 µm; **i)** %60 üre 500-800 µm..... 54

Şekil 4.19. Üreli FeAl, 1050 °C’de HYS alınmış numunelerin mikroyapıları; **a)** %20 üre 150-300 µm; **b)** %40 üre 150-300 µm; **c)** %60 üre 150-300 µm; **d)** %20 üre 300-500 µm; **e)** %40 üre 300-500 µm; **f)** %60 üre 300-500 µm; **g)** %20 üre 500-800 µm; **h)** %40 üre 500-800 µm; **i)** %60 üre 500-800 µm (100x büyütme) 55

Şekil 4.20. 100 MPa basınç altında soğuk preslenmiş, 150-300 µm boyutta farklı üre oranlarına sahip (%20, %40 ve %60) numunelerin farklı sinterleme sıcaklıklarına göre basınç gerilmesi (MPa) / basma gerinimi (%) kıyaslamaları; **a)** %20 üre, 750°C ve 1050°C; **b)** %40 üre, 750°C ve 1050°C; **c)** %60 üre, 750°C ve 1050°C 56

Şekil 4.21. 1050°C’de HYS işlemine alınmış numunelerin üre boyutu ve üre miktarına bağlı olarak ortalama basma gerilmesi dayanımı 57

Şekil 4.22. Farklı üre boyut aralığı kullanılarak 750 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için Bal’shin denklemine göre deneysel veriler ve lineer uyum..... 58

Şekil 4.23. Üç farklı üre boyut aralığında 750 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için Gibson-Ashby modeli temelinde elde edilen deneysel verileri ve bu verilere uygulanan lineer uyumu göstermektedir..... 59

Şekil 4.24. Farklı üre boyut aralığı kullanılarak 1050 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için Bal’shin denklemine göre deneysel veriler ve lineer uyum..... 60

Şekil 4.25. Üç farklı üre boyut aralığında 1050 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için Gibson-Ashby modeli temelinde elde edilen deneysel verileri ve bu verilere uygulanan lineer uyumu göstermektedir..... 61

Şekil 4.26. Üç farklı üre miktarı kullanılarak 750 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için elde edilen deneysel verileri ve bu verilere uygulanan Hall-Petch denklemine göre lineer uyumu göstermektedir..... 62

Şekil 4.27. Üç farklı üre miktarı kullanılarak 1050 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için elde edilen deneysel verileri ve bu verilere uygulanan Hall-Petch denklemine göre lineer uyumu göstermektedir..... 63

Şekil 4.28. 750 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için Bhattacharjee modeline dayalı olarak, deneysel veriler ve doğrusal uyum arasındaki ilişki..... 64

Şekil 4.29. 1050 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için Bhattacharjee modeline dayalı olarak, deneysel veriler ve doğrusal uyum arasındaki ilişki..... 65

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Doğal olarak bulunan intermetalik bileşikler	6
Çizelge 2.2. Seçilen intermetaliklerin yapısı ve özellikleri	8
Çizelge 2.3. Gözenekli Fe-Al malzemelerin gözenek yapıları ve özellikleri	14
Çizelge 3.1. Kullanılan tozların detayları	21
Çizelge 3.2. Üresiz numunelerde farklı basınçlar için gereken toz miktarını hesaplamak için denklemde kullanılan yükseklik değerleri.....	24
Çizelge 3.3. Üreli numunelerde gereken toz + üre miktarını hesaplamak için denklemde kullanılan yükseklik değerleri	24
Çizelge 3.4. 8mm'lik kalıp için MPa -ton dönüşümleri.....	27
Çizelge 3.5. Fe+Al tozunun farklı basınçlar altında preslenmesi sonrasında, 750 °C de sinterlenerek üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri	29
Çizelge 3.6. Fe+Al tozunun farklı basınçlar altında preslenmesi sonrasında, 1050 °C de sinterlenerek üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri	29
Çizelge 3.7. Fe+Al tozu ve üre kullanılarak 750 °C de sinterlenerek üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	29
Çizelge 3.8. Fe+Al tozu ve üre kullanılarak 1050 °C de sinterlenerek üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	30
Çizelge 4.1. FeAl'ın farklı basınçlarda (25 MPa, 50 MPa, 100 MPa, 200 MPa, 300 MPa ve 400 MPa) üretilmiş ve 750 °C'de sinterlenmiş gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek).....	38
Çizelge 4.2. Farklı basınçlar altında üretilmiş 750 °C'de HYS işlemine alınmış gözenekli FeAl parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri	40
Çizelge 4.3. FeAl'ın farklı basınçlarda (25 MPa, 50 MPa, 100MPa, 200MPa, 300 MPa ve 400 MPa) üretilmiş ve 1050 °C'de sinterlenmiş gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek).....	42
Çizelge 4.4. Farklı basınçlar altında üretilmiş 1050 °C'de HYS işlemine alınmış gözenekli FeAl parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri	44
Çizelge 4.5. Farklı boyutlarda üre katılmış FeAl'ın 100 MPa basınç altında 750 °C sıcaklıkta sinterlenmesiyle elde edilmiş gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki	

değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek, ÖGB: Ölçülen Ortalama Gözenek Boyutu).....	50
Çizelge 4.6. Farklı basınçlar altında üretilmiş 750 °C'de HYS işlemine alınmış BO olarak farklı boyutlarda üre kullanılmış gözenekli FeAl parçaların dayanımları	51
Çizelge 4.7. Farklı boyutlarda üre katılmış FeAl'ın 100 MPa basınç altında 1050 °C sıcaklıkta sinterlenmesiyle elde edilmiş gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek, ÖGB: Ölçülen Ortalama Gözenek Boyutu).....	55
Çizelge 4.8. Farklı basınçlar altında üretilmiş 1050 °C'de HYS işlemine alınmış BO olarak farklı boyutlarda üre kullanılmış gözenekli FeAl parçaların dayanımları	56
Çizelge 4.9. Şekil 4.22'den hesaplanan 750 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için Denklem 3 için m ve σ_0 değerleri.....	58
Çizelge 4.10. Şekil 4.23'den hesaplanan 750 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için Denklem 4 için m ve σ_0 değerleri.....	59
Çizelge 4.11. Şekil 4.24'den hesaplanan 1050 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için Denklem 3 için m ve σ_0 değerleri.....	60
Çizelge 4.12. Şekil 4.25'den hesaplanan 1050 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için Denklem 4 için m ve σ_0 değerleri.....	61
Çizelge 4.13. Şekil 4.26'dan hesaplanan Denklem 2 için m ve σ_0 değerleri	63
Çizelge 4.14. Şekil 4.27'den hesaplanan Denklem 2 için m ve σ_0 değerleri	63

1. GİRİŞ

İntermetalik malzemeler, iki veya daha fazla metalik elementin bir araya gelerek oluşturduğu katı çözeltiler veya bileşiklerdir. Bu malzemeler, metalik ve seramik malzemelerin birleşimi sonucu ortaya çıkan benzersiz özelliklere sahiptir. Özellikle Fe-Al sisteminde yer alan FeAl ve Fe₃Al gibi intermetalik bileşikler, yüksek ergime noktası, mükemmel mukavemet, demir esaslı malzemelere kıyasla düşük yoğunluk, nispeten düşük malzeme maliyeti, üstün oksidasyon direnci, yüksek sertlik ve ticari metalik malzemelere göre farklılık gösteren yüksek elektriksel direnç gibi özellikleri ile dikkat çekmektedir. Bu özellikler, Fe-Al intermetaliklerini yüksek sıcaklıklarda kullanılmaya uygun yapısal malzemeler olarak öne çıkarmaktadır.

Bu çalışma, toz metalürjisi tekniklerini kullanarak Fe ve Al elemental tozlardan başlayarak, kontrollü oranda ve boyutta gözenek içeren demir alüminit parçaların yanma sentezi ile üretimini mercek altına almıştır. Yanma sentezinin avantajları, bu süreçte yüksek sıcaklıklarda hızlı ve homojen reaksiyonların gerçekleşmesi, malzemenin mikro yapısının iyileştirilmesi ve karmaşık geometrilerin kolaylıkla üretilmesi gibi avantajları içermektedir. Ayrıca, bu yöntem ile üretim sürecinde enerji tasarrufu sağlanmakta ve çevresel etkiler minimize edilmektedir. Toz metalürjisinin avantajları ise, malzeme maliyetlerinin düşürülmesi, çevresel etkilerin azaltılması ve malzemenin istenilen özelliklere sahip olması için hassas kontrol imkanı sunmasıdır. Bu süreç, yüksek üretim verimliliği ve tekrarlanabilirlik sağlaması nedeniyle sanayi için oldukça cazip bir yöntemdir.

Demir alüminitlerin avantajları, yüksek sıcaklık ve aşınma direnci, mükemmel mekanik özellikler ve kararlı kimyasal yapıları sayesinde geniş bir endüstriyel kullanım alanına sahip olmalarıdır. Gözenekli parçaların özellikleri, malzemelerin hafifliği ve yüksek yüzey alanı ile enerji verimliliğini artırmakta ve filtreleme uygulamalarında etkili çözümler sunmaktadır. Bu özellikler, otomotiv sektöründe daha hafif ve yakıt tasarrufu sağlayan motor parçalarının üretiminden, havacılıkta daha dayanıklı ve uzun ömürlü bileşenlerin tasarımına kadar geniş bir yelpazede kullanılmalarını sağlamaktadır. Çalışmanın bana kattığı en önemli değerler, bu gelişmiş malzeme üretim süreçlerinin ayrıntılı bir şekilde anlaşılması, problem çözme becerilerimin geliştirilmesi ve endüstriyel uygulamalar için yenilikçi çözümler üretebilme yeteneğidir. Bu beceriler, ileri mühendislik projelerinde ve araştırma-geliştirme çalışmalarında önemli katkılar sağlayacaktır.

Gözenekli demir alüminit malzemelerin kullanım alanları, otomotivden havacılığa, enerji depolama sistemlerinden ileri filtreleme teknolojilerine kadar geniş bir yelpazeyi kapsar. Bu malzemelerin teknolojik önemi, yüksek performans gerektiren uygulamalarda alternatif malzeme olarak kullanılma potansiyellerinden kaynaklanmaktadır. Gelecekteki yerleri ise, teknolojinin gelişimiyle birlikte daha da genişleyerek, sürdürülebilir ve yenilikçi çözümlere katkıda bulunacakları beklenmektedir.

Bu kapsamda, gözenek oluşumu için iki farklı yaklaşım üzerinde çalışılmıştır. İlk yöntemde, Fe ve Al tozlarından oluşan ham parçanın üretiminde soğuk presleme basıncının etkisi incelenmiştir. Bu yöntemle, ham parçanın gözenek oranının kontrol edilmesi ve buna bağlı olarak yanma sentezi sonrasında oluşacak olan FeAl parçanın

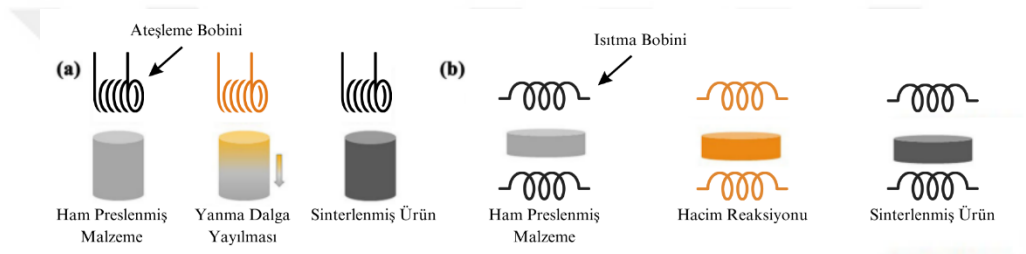
gözenek oranının ayarlanması hedeflenmiştir. İkinci yöntemde ise, farklı boyut aralığına sahip üre partikülleri kullanılarak boşluk oluşturu (şablon) yöntemi uygulanmıştır. Bu yaklaşımla, Fe ve Al tozlarına %20, %40 ve %60 oranlarında, 150-300, 300-500 ve 500-800 mikron boyut aralıklarında üre partikülleri eklenerek, malzemenin gözenekliliği ve mekanik özellikleri üzerinde etkili bir kontrol sağlanmıştır. Literatürde üre kullanılarak yapılan bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu yöntemler, malzemenin nihai özelliklerini belirlemede kritik rol oynamakta ve endüstriyel uygulamalar için yenilikçi çözümler sunmaktadır.



2. KAYNAK TARAMASI

2.1. Yanma Sentezi (YS)

Yanma sentezi (YS), seramiklerin, intermetaliklerin ve kompozitlerin tozlarından çok çeşitli gelişmiş malzemeleri üretmek için etkili bir tekniktir. Bu yöntem, 1970'li yılların başında eski Sovyetler Birliği'nde keşfedilmiş (Merzhanov ve Borovinskaya, 1972) ve bu tekniğin gelişimi, malzeme bilimi alanında yeni bir bilimsel yönelimin ortaya çıkmasına neden olmuştur. Yanma sentezi, kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) ve hacimsel yanma sentezi (HYS) olmak üzere iki farklı modda gerçekleşebilir. Bu modların şematik diyagramı Şekil 2.1'de gösterilmiştir. Her iki durumda da reaktanlar gevşek toz karışımı şeklinde olabilir veya bir topak halinde preslenebilir. Numuneler daha sonra harici bir kaynak (örneğin tungsten bobini, lazer) tarafından lokal olarak (KİYSS) veya tekdüze bir şekilde (HYS) ısıtılarak ekzotermik bir reaksiyonu başlatmak için kullanılır. (Mukasyan 2011)



Şekil 2.1. a) Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) ve b) Hacim Yanma Sentezi (HYS)

2.1.1. Yanma sentezinin avantajları

Yanma sentezi (YS), ekzotermik bir reaksiyonun yüksek ısı çıkışından yararlanarak, başlangıç malzemelerini nihai ürüne dönüştüren bir yöntemdir. Bu yöntem, geleneksel yöntemlere göre birçok avantaja sahiptir (Levashov vd. 2017, Merzhanov vd. 1997, Merzhanov vd. 2007, Varma vd. 1998)

- **Kısa işlem süresi:** YS, geleneksel yöntemlere göre çok daha kısa sürede gerçekleşir. Bu, özellikle karmaşık malzemelerin üretiminde önemli bir avantajdır;
- **Düşük enerji tüketimi:** YS, geleneksel yöntemlere göre daha az enerji tüketir. Bu, özellikle büyük ölçekli üretimlerde önemli bir avantajdır;
- **Yüksek ürün saflığı:** yüksek sıcaklıklar, tozları absorbe edilmiş veya reaktantlarda bulunan uçucu kirleticilerden arındırır;
- **Net şekle yakın ürünler:** YS, net şekle yakın ürünler üretmek için diğer işlemlerle birleştirilebilir;
- **Basit ekipman:** enerji yoğun yüksek sıcaklık fırınları gereksizdir;
- **Kolay ölçeklenebilirlik:** Daha büyük hacimler neredeyse adyabatik koşullar sağlar, bu da daha yüksek dönüşüm derecesine yol açar;

- Benzersiz sentez koşulları: Yüksek sıcaklık gradyanları, yanma dalgasında hızlı soğuma hızları ile birleşerek benzersiz mikro yapılar oluşturabilir, ki bunlar geleneksel yöntemlerle elde edilemez. (Levashov vd. 2017)

2.1.2. Yanma sentezinin dezavantajları

YS, geleneksel yöntemlere göre bazı dezavantajlara da sahiptir. Bu dezavantajlar şunlardır:

- Yüksek sıcaklıklar: YS, yüksek sıcaklıklarda gerçekleşir. Bu, kontrol edilmesi zor bir süreç olabilir;
- Zararlı gazlar: YS, zararlı gazların oluşumuna neden olabilir. Bu gazların kontrolü önemlidir. (Levashov vd. 2017)

2.1.3. Yanma sentezi uygulamaları

YS, özellikle refrakter bileşikler (karbürler, borürler, nitrürler, intermetalikler, karmaşık oksitler) ve gelişmiş kompozit malzemelerin üretiminde kullanılır. Bu malzemeler, yüksek sıcaklık dayanımı, korozyon direnci, aşınma direnci, manyetik özellikler, optik özellikler gibi üstün özelliklere sahiptir.

YS, aşağıdaki uygulamalarda kullanılmaktadır:

- Refrakter malzemeler: YS, yüksek sıcaklık dayanımı ve korozyon direnci gerektiren refrakter malzemelerin üretiminde kullanılır. Bu malzemeler, fırın, baca, ısı eşanjörü gibi uygulamalarda kullanılır.
- Kompozit malzemeler: YS, farklı malzemelerin özelliklerini bir araya getiren kompozit malzemelerin üretiminde kullanılır. Bu malzemeler, yüksek mukavemet, aşınma direnci, manyetik özellikler gibi üstün özelliklere sahiptir.
- Elektronik malzemeler: YS, elektronik uygulamalarda kullanılan malzemelerin üretiminde kullanılır. Bu malzemeler, yüksek iletkenlik, yarı iletkenlik, optik özellikler gibi üstün özelliklere sahiptir. (Merzhanov vd. 1997, Merzhanov vd. 2007, Varma vd. 1998)

2.1.4. Yanma sentezi mekanizması

YS, iki aşamada gerçekleşir. İlk aşamada, başlangıç malzemeleri arasında bir ekzotermik reaksiyon meydana gelir. Bu reaksiyon sonucunda oluşan ısı, sistemin sıcaklığını hızla yükseltir. İkinci aşamada, sıcaklığın yüksekliği nedeniyle, başlangıç malzemeleri arasında bir reaksiyon dalgası ilerler. Bu dalga, başlangıç malzemelerini nihai ürüne dönüştürür. (Varma vd. 1998)

YS, hacim yanma sentezi (HYS) ve kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) olmak üzere iki temel şekilde gerçekleşir.

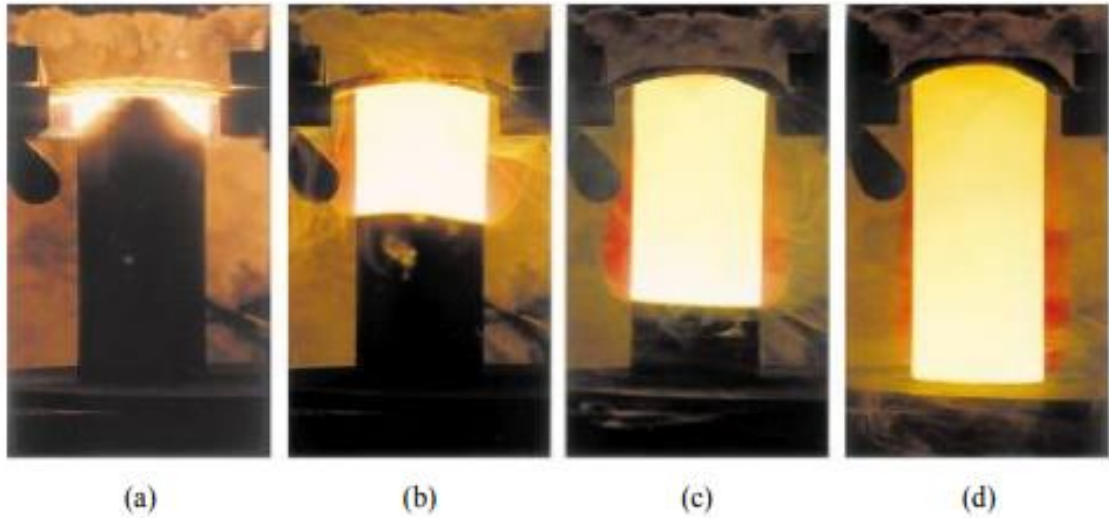
- Hacim yanma sentezi (HYS): Bu yöntemde, başlangıç malzemeleri aynı anda reaksiyona girer. Bu yöntem, genellikle basit malzemelerin üretiminde kullanılır.

- Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS): Bu yöntemde, başlangıç malzemeleri arasında bir reaksiyon dalgası ilerler. Bu yöntem, genellikle karmaşık malzemelerin üretiminde kullanılır. (Varma vd. 1998)

2.1.5. Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi

Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS), A.G. Merzhanov (1992) tarafından verilen genel tanımıyla, pratik olarak değerli bileşikler ve malzemeler üreten, kendiliğinden sürdürülen bir yanma sürecidir. Bu bağlamda, KİYSS, element tozlarından sentez, katı bileşik reaksiyonları, termitle benzeri reaksiyonlar ve gözenekli katı reaktif ortamların bir gaz oksitleyicide yanması (ayrıca infiltrasyon yanması olarak da bilinir) gibi her türlü kendiliğinden sürdürülen reaksiyonu içerebilir. (A.G. Merzhanov 1992)

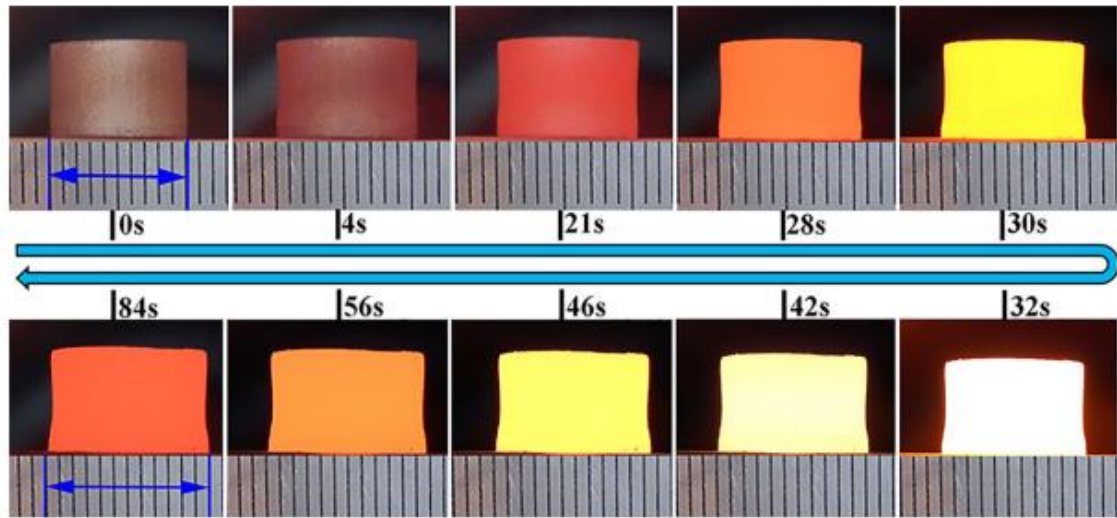
KİYSS işlemi için, reaksiyonun oldukça ekzotermik olması gereklidir; bu, yaklaşık olarak $\Delta H \sim 40 \text{ kcal mol}^{-1}$ veya $16.800 \text{ Joule mol}^{-1}$ enerji salınımı anlamına gelir. Ayrıca, ısı üretim hızı, dağılan ısıdan daha yüksek olmalıdır; aksi halde reaksiyon durdurulacak ve kendiliğinden yayılma olmayacaktır. KİYSS yönteminin karakteristik bir özelliği, yerel bir başlangıçtan sonra, sıcak bir yanma dalgasının (yaklaşık 2000 ila 4000 Kelvin) heterojen reaktan karışımından geçerek istenen yoğunlaşmış ürünü oluşturmastır. (Patil vd. 2002)



Şekil 2.2. KİYSS’de başlangıç malzemelerinin ateşlenmesi ve reaksiyon dalgasının ilerleyişi; **a)** ateşlemeden hemen sonra; **b)** 1 sn.; **c)** 2 sn.; **d)** 3 saniye (Amiour vd. 2016)

2.1.6. Hacim yanma sentezi

HYS (Hacim yanma sentezi) metodu ise, peletin kontrollü bir şekilde ısıtılmasını ve reaksiyonun tüm hacimde eş zamanlı gerçekleşene kadar ısınmaya devam etmesini içerir. Bu sentez yöntemi, ön ısıtma veya elektrik alanı ile aktive edilmesi gereken düşük ekzotermik reaksiyonlar için idealdir. (Patil vd. 2002)



Şekil 2.3. TiAl alaşımında HYS Reaksiyonun gösterimi (Jiao vd. 2021)

Yanma sentezinde önemli bir parametre, yanma reaksiyonunun başladığı noktada ateşleme sıcaklığı (T_{ig})'dır ve bu, sıcaklık eğrisinde belirgin bir karakteristik noktayı gösteren bir eğri noktasıdır. Diğer bir önemli parametre ise yanma sıcaklığı (T_{cs})'dır ve bu, maksimum örnek sıcaklığı olarak tanımlanır ve yanma reaksiyonu sırasında deneysel olarak elde edilebilir. Genel olarak, yanma sıcaklığı teorik olarak adyabatik sıcaklık (T_{ad}) ile eşdeğerdir ve bu, termodinamik analiz yoluyla tahmin edilebilir ve aşağıdaki denklemle hesaplanabilir. (Jiao vd 2021)

$$-\Delta H_{f,298}^0 = \int_{T_0}^{T_{ad}} C_p(T) dT$$

2.2. İntermetalik Malzemeler

İntermetalik bileşiklerin (İB'ler) çekici mekanik ve kimyasal özellikleri, İkinci Dünya Savaşı sırasında ileri bir malzeme olarak kabul edilmelerine yol açtı. İB'ler, iki veya daha fazla metalin, kendi bileşimi, kristal yapısı, mekanik ve kimyasal özellikleri olan tamamen yeni bir faz oluşturmak üzere kimyasal olarak birleşmesi sonucu oluşan kimyasal bileşiklerdir. İntermetalikler sadece yapay olarak oluşturulmaz, aynı zamanda meteorlarda ve Dünya'nın çekirdeğinde de bulunur. Dünya'nın çekirdeği, esas olarak demir (%85.5) ve nikel (%5.2) olmak üzere intermetalik bir bileşiktir. Doğal olarak bulunan bazı intermetalikler Çizelge 2.1.'de açıklanmıştır. (A. R. Paul vd. 2021)

Çizelge 2.1. Doğal olarak bulunan intermetalik bileşikler (A.R. Paul vd. 2021)

İsim	Açıklama	Kimyasal Formülü
Tetrataenite	Doğal olarak meteoritlerde bulunur	FeNi
Taenite	Meteoritik alaşım	α - (Ni, Fe)
Kamacite	Meteoritik alaşım	γ - (Ni, Fe)
Antitaenite	Meteorlarda bulunan İntermetalik Bileşikler	Fe_3Ni
Awaruite	Meteorlarda bulunan İntermetalik Bileşikler	Ni_3Fe

İntermetalik malzemeler (İM)'in bazı yaygın özellikleri şunlardır:

- Yüksek sertlik: İM, metalik malzemelerden daha sert olma eğilimindedir. Bu, onları aşınma ve sürtünme uygulamaları için ideal kılar.
- Yüksek sıcaklık dayanımı: İM, yüksek sıcaklıklarda kararlı olma eğilimindedir. Bu, onları havacılık ve nükleer enerji gibi uygulamalar için ideal kılar.
- Elektronik özellikler: Bazı İM, metalik malzemeler kadar yüksek elektriksel iletkenliğe veya diğer elektronik özelliklere sahiptir. Bu, onları elektronik uygulamalar için ideal kılar. (Liu vd. 1997)

İM, çeşitli endüstrilerde geniş bir uygulama yelpazesinde kullanılmaktadır. Bazı yaygın uygulamalar şunlardır:

- Aşınmaya dayanıklı malzemeler: İM, aşınma ve sürtünme uygulamaları için yaygın olarak kullanılır. Örneğin, İM kesici aletler, aşındırıcı uygulamalar için ekipman ve diş protezleri için kullanılır.
- Yüksek sıcaklık malzemeleri: İM, yüksek sıcaklıklarda kararlı oldukları için havacılık ve nükleer enerji gibi uygulamalar için kullanılır. Örneğin, İM jet motorlarının parçaları, nükleer reaktörlerin bileşenleri ve uzay araçları için kullanılır.
- Elektronik malzemeler: Bazı İM, yüksek elektriksel iletkenliğe sahip oldukları için elektronik uygulamalar için kullanılır. Örneğin, İM bilgisayar çipleri, sensörler ve elektronik devreler için kullanılır. (Liu vd. 1997)

Son yıllarda metaller arası alaşımlara yönelik araştırmalar hız kazanmıştır. Bu araştırmalar, alaşımların deformasyon ve gevrek kırılmanın mekanizmalarını anlama ve mekanik ve metalürjik özelliklerini geliştirme amaçlarını taşımaktadır. (Liu vd. 1997)

Uygulamalı araştırmalarda alaşım ilaveleri, mikroyapı kontrolü ve malzeme işleme değişkenlerinin optimizasyonu yoluyla alaşımların mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi hedeflenmektedir. Bu çalışmalar sonucunda, nikel, demir ve titanyum bazlı birçok yeni intermetalik alaşım geliştirilmiştir. Bu alaşımlar, yüksek sıcaklık dayanımı, korozyon direnci ve aşınma direnci gibi özellikleriyle birçok endüstriyel uygulamada kullanılmaktadır. (Liu vd. 1997)

Çeşitli İB, geniş çapta araştırılan potansiyel yapısal ve fonksiyonel malzemelerdir, bu da düşük yoğunluk, yüksek mukavemet ve yüksek sıcaklıklarda üstün oksidasyon/korozyon direnci gibi mükemmel performans özelliklerinden kaynaklanmaktadır (Kayani ve Park, 2017; Wang ve diğerleri, 2016). Bu özellikler, İM'in endüstriyel uygulamalarda önemli bir rol oynamasını sağlamaktadır.

Özellikle, metalürjik ve performans özellikleri açısından yapılan yoğun çalışmalar, Ni-Al, Fe-Al ve Ti-Al ikili sistemlerindeki İB'e odaklanmıştır. Bu bağlamda, öne çıkan bileşikler arasında NiAl, Ni₃Al, FeAl, Fe₃Al, TiAl, Ti₃Al ve TiAl₃ bulunmaktadır (Deevi ve diğerleri, 1997; Liu ve diğerleri, 1997). Bu bileşiklerin özellikleri, yapısal dayanıklılık, düşük yoğunluk, yüksek sıcaklık stabilitesi ve korozyon direnci gibi önemli alanlarda endüstriyel uygulamalara yönelik potansiyel sağlamaktadır.

Çizelge 2.2. Seçilen intermetaliklerin yapısı ve özellikleri (Liu 1995; Cinca vd., 2013; Desai 1987; Kubashewski ve Dench 1955; Huang ve Chang 1998; Liu 1992; Miracle 1993; Risanti vd. 2005; Yoshimi vd. 1994; Lipsitt vd. 1980)

İntermetalik	Erime sıcaklığı (°C)	Yoğunluk (g/cm ³)	Young Modülü (GPa)
FeAl	1250	5,56	261
Fe₃Al	1540	6,72	141
NiAl	1640	5,86	294
Ni₃Al	1390	7,50	179
TiAl	1460	3,91	176
Ti₃Al	1600	4,2	145
TiAl₃	1350	3,36	215,7

2.2.1. Demir alüminitler

2.2.1.1. Demiralüminitlerin faz stabilitesi ve yapısal kullanım potansiyeli

Demiralüminitler, demir ve alüminyum elementlerinin belirli oranlarda bir araya gelmesiyle meydana gelen İB'dir. Bu bileşikler, %25 ila %50 arasındaki kompozisyon aralığında HMK düzenli kristal yapılarını oluşturur. (ASM, 1992, syf. 2577)

- **Faz Durumu:** Demiralüminitlerin faz durumu, alüminyum konsantrasyonuna bağlı olarak değişiklik gösterir. %25 Al'e kadar olan FeAl bileşikler, bcc düzenli B2 fazında bulunur. %25-%36 Al aralığındaki Fe₃Al bileşikler ise bcc düzenli D03 fazında bulunur. %36 Al'den daha fazla olan FeAl bileşikler ise yalnızca HMK düzenli B2 fazında bulunur.
- **Yapısal Kullanım Potansiyeli:** Demiralüminitler, yüksek sıcaklık dayanımı, korozyon direnci ve aşınma direnci gibi üstün performansları nedeniyle potansiyel yapısal malzemeler olarak araştırılmaktadır. Bu bileşikler, yüksek sıcaklıklarda oksidasyonlu ve sülfürleşmiş ortamlarda koruyucu alüminyum oksit pulları oluşturma yeteneğine sahiptir. Mükemmel korozyon direncine ek olarak, demiralüminitler düşük malzeme maliyeti, düşük yoğunluk ve stratejik elementlerin korunmasını sağlar.
- **Mekanik Özellikler:** Demiralüminitlerin mekanik özellikleri, alüminyum konsantrasyonuna bağlı olarak değişir. %40'tan az Al içeren demiralüminitler, yüksek mukavemet ve düşük sünekliğe sahiptir. %40'tan fazla Al içeren demiralüminitler ise düşük mukavemet ve yüksek sünekliğe sahiptir.
- **Oda Sıcaklığında Davranış:** Demiralüminitler, oda sıcaklığında düşük süneklik ve gevrek kırılma gösterir. Kırılma modu, alüminyum konsantrasyonuna bağlıdır. %40'tan az Al içeren demiralüminitler, transgranüler (Taneleri keserek kırılma) kırılma sergilerken, %40'tan fazla Al içerenler genellikle kırılğan intergranüler (Taneler arası kırılma) kırılma gösterir.
- **Yüksek Sıcaklıkta Davranış:** Demiralüminitlerin yüksek sıcaklıktaki mekanik özellikleri, oda sıcaklığındaki özelliklerinden daha düşüktür. %40'tan az Al içeren demiralüminitler, 600 °C'nin (1110 °F) üzerinde hızla zayıflar. %40'tan

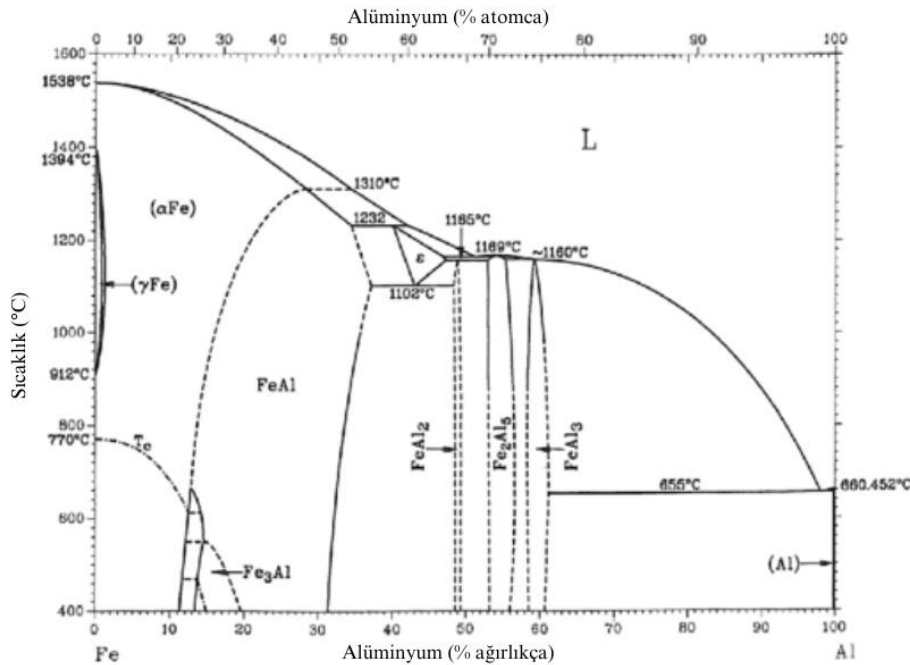
fazla Al içeren demiralüminitler ise 600 °C'nin (1110 °F) üzerinde daha iyi performans gösterir, ancak yine de nikel alaşımlarından daha zayıftır.

- **Gelecekteki Araştırma Potansiyeli:** Demiralüminitlerin mekanik özelliklerini geliştirmek için alüminyum konsantrasyonunun kontrolü, alaşım ilaveleri ve malzeme işleme gibi çeşitli yöntemler üzerinde araştırmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalar, demiralüminitlerin potansiyel yapısal malzemeler olarak kullanımını daha da artırabilir. (ASM, 1992, syf. 2577)

Demir alüminit intermetalikleri, düşük yoğunluk, düşük malzeme maliyeti, iyi yüksek sıcaklık mekanik özellikleri ve oksidasyon ve sülfürizasyon ortamlarında mükemmel korozyon direnci nedeniyle birkaç on yıldır yüksek sıcaklık uygulamaları için ekonomik bir malzeme olarak görülmektedir. Bu, oksidatif Al_2O_3 tabakasının anında oluşmasından kaynaklanmaktadır. (Chen vd. 2011)

Bu malzemeler, döküm ve ekstrüzyon, haddeleme ve dövme gibi sonraki termo-mekanik işlemler ile üretilebilir. Alternatif olarak, kontrol edilebilir mikro yapılar ve geliştirilmiş mekanik özellikler gibi ek avantajlar sunan toz metalurjisi gibi yakın net şekillendirme teknolojisi ile işlenebilirler. (Chen vd. 2011)

Ancak, porozitenin varlığı, pres-ve-sinterleme sürecinin yaygın bir sonucudur. Sinterleme yoluyla tamamen yoğun bir malzeme elde etmek, dikkatli proses kontrolü gerektirir ve çoğu durumda yüksek sıcaklık, uzun sinterleme süresi ve/veya sinterleme sonrası işlemler gerektirir. Bununla birlikte, sinterleme sırasında porozite oluşumunun dezavantajı, hücrel metaller üretmek için bir yöntem olarak kullanılabilir. (Chen vd. 2011)



Şekil 2.4. Fe-Al ikili faz digaramı (Baker et al. 1992)

Geçiş metallerinin alüminitleri, Nikel, demir ve titanyum gibi elementler içeren İB'dir. Çeşitli uygulamalarda kritik öneme sahip olan bu bileşikler, çekici fiziksel ve mekanik özellikleri nedeniyle yaygın olarak incelenmiştir. Özellikle demir alüminitleri, düşük yoğunlukları, düşük üretim maliyetleri, iyi mekanik özellikleri ve yüksek sıcaklıklarda gösterdikleri korozyon direnci sebebiyle büyük ilgi çekmektedir. (Sina vd. 2015)

Demir alüminitleri, paslanmaz çelik ve nikel bazlı süper alaşımlar gibi ticari yüksek sıcaklık yapısal malzemelerden yaklaşık %30 daha hafiftir. Çalışmalar, demir alüminitlerinin tipik endüstriyel uygulamalarda, örneğin enerji üretim sistemlerinde bulunan oksidasyon ve sülfürizasyon ortamlarında iyi yüksek sıcaklık korozyon direncine sahip olduğunu göstermiştir. Bu, malzemenin yüzeyinde yoğun ve yapışkan alümina katmanlarının oluşumuna bağlıdır. (Sina vd. 2015)

Alüminyum içeren intermetalik fazlar, yüksek sıcaklıklarda iyi mekanik özelliklere ve mükemmel korozyon direncine sahip oldukları için çekici yapısal malzemelerdir. Nispeten düşük hammadde fiyatları nedeniyle Fe-Al intermetalikleri, üretim, işleme ve şekillendirme açısından özel ilgi görmektedir. Potansiyel olarak öngörülen uygulamalar arasında, motorlu araçlarda egzoz üniteleri veya elektrikli ısıtma elemanları. Geleneksel enerji üretimi cihazlarının elemanları, örneğin buhar türbinleri, kömür dönüştürme ve petrokimya tesisleri bulunmaktadır. Demir alüminitleri, FeAl ve Fe₃Al, çoğunlukla eritme, döküm ve ısıtma işlemi yoluyla elde edilmiştir. Bununla birlikte, son yıllarda kendiliğinden yayılan yüksek sıcaklık sentezi (KİYY) gibi yeni yöntemler önem kazanmaktadır. (Szczepanik vd. 2000)

2.2.1.2 Demir alüminyum intermetalik bileşiklerinin potansiyel uygulamaları

Yüksek sıcaklık dayanımı, korozyon direnci ve aşınma direnci gibi mükemmel performansları nedeniyle demir alüminyum İB, potansiyel yapısal malzemeler olarak yoğun bir şekilde incelenmektedir. Bu bileşikler, ortam sıcaklığında gösterdikleri kırılganlık ve yüksek sıcaklıklarda sergiledikleri düşük mukavemet nedeniyle önceki dönemlerde yapısal malzemeler kategorisine dahil edilmemiştir. Ancak, son araştırmalar ve geliştirme çalışmaları, alüminitlerde mikro yapı kontrolü ve alaşım ilaveleri aracılığıyla %10 ila %15 arasında yeterli mühendislik sünekliği elde edilebileceğini göstermiştir. Alüminitlerin hem çekme hem de sürünme dayanımı, refrakter elementlerle alaşım yaparak önemli ölçüde artırılmıştır. Bu alaşımlama süreci, çözelti sertleşmesi ve partikül takviyesi ile sonuçlanmaktadır. Yeni geliştirilen alüminit alaşımları, ortam ve yüksek sıcaklıklarda östenitik çeliklerden ve ferritik düşük alaşım çeliklerden daha güçlüdür. Düşük maliyet, mükemmel oksidasyon ve korozyon direnci, düşük yoğunluk ve iyi işlenebilirlikle birlikte yeterli süneklik ve mukavemet, alüminit alaşımlarını 700 ila 800 °C (1290 ila 1470 °F) sıcaklıklara kadar yapısal kullanım için umut verici kılmaktadır. (ASM, 1992, syf. 2583)

Demir Alüminyum İB'in Potansiyel uygulamalar arasında şunlar bulunmaktadır:

- Eriyik tuz sistemleri için kimyasal hava ayrımı
- Otomotiv egzoz sistemleri
- Daldırma ısıtıcılar
- Isı eşanjörleri

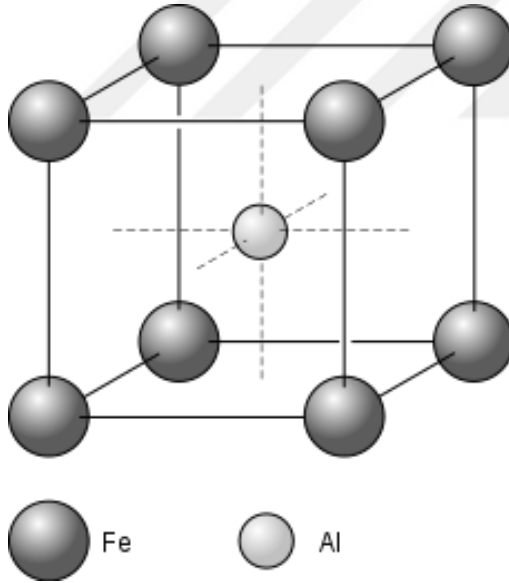
- Katalitik dönüşüm kapları
- Kimyasal üretim sistemleri
- Kömür dönüşüm sistemleri

Bazı endüstri şirketleri, demiralüminit alaşımlarını ticarileştirmenin ilk adımı olarak büyük yatırımlara başlamış durumdadır. Belirli mühendislik uygulamaları için umut vadeden alüminitler hakkında daha fazla bilgi (çekme ve sürünme özellikleri, kırılma tokluğu, düşük ve yüksek çevrim yorgunluğu, çatlak büyümesi ve elastik modül dahil) elde etmek için daha fazla araştırmaya ihtiyaç vardır. (ASM, 1992, syf. 2583)

2.2.1.3. FeAl intermetalik bileşiği

FeAl bileşiği, B2 (cP2) kristal yapısına sahip bir malzemedir, bu yapı hacim merkezli kübik bir temele dayanır. Kristal yapının temelini oluşturan birim küpün her köşesinde toplam 8 adet Al atomu bulunmaktadır. Bu köşe atomları, komşu 8 birim hücre ile paylaşılmaktadır. Bu özellik, B2 yapısını, basit kübik bir yapıdan farklı kılar; çünkü B2 yapısı, iç içe geçmiş iki kübik yapıdan meydana gelir. (Grabke 1999).

Yapının alt-latis adı verilen diğer bölümünde ise demir atomları, alt birim hücrenin köşelerini meydana getirir. Yapı bileşenleri, AB şeklinde düzlemsel bir düzenleme gösterir. A atomları, birim kafes yapısının hacim merkezine yerleşirken, B atomları birim kafesin köşelerinde konumlanır. (Grabke 1999)



Şekil 2.5. B2 kristal yapısına sahip FeAl bileşiği

Fe-Al faz diyagramına göre, FeAl bileşiği geniş bir bileşim aralığında (%36-52 Al) kararlıdır. Bu bileşik, Fe₃Al bileşiği ile karşılaştırıldığında daha düşük yoğunluğa, yüksek ergime sıcaklığına, oksidasyon ve korozyon direncine sahiptir. Ayrıca, 800 °C'ye kadar olan sıcaklıklarda yüksek mukavemete ve nispeten sünekliğe sahiptir (Liu vd. 1998).

FeAl bileşiği, çelik ve diğer demir esaslı alaşımlara göre daha düşük yoğunluğa ve daha iyi bir mukavemet-ağırlık oranına sahiptir. Bu nedenle, özellikle yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılan paslanmaz çelik ve süper alaşımların yerine geçebilecek bir malzeme olarak araştırılmıştır. (Jordan & Deevi 2003)

Bu bileşik, birçok metalik ısıtma elemanı ile karşılaştırıldığında yüksek elektrik direncine (130-170 $\mu\Omega/\text{cm}$) sahiptir. Bu özelliği nedeniyle FeAl bileşiği, ısıtma elemanları, elektromanyetik uygulamalar ve çeşitli sensörler gibi birçok alanda tercih edilen bir malzeme olmuştur (Jordan & Deevi 2003)

Liu ve diğerleri (1998) yaptıkları çalışmada, FeAl bileşiğinin potansiyel uygulama alanlarını şu şekilde sıralamışlardır:

- Yüksek sıcaklık uygulamaları: Gaz türbinleri, jet motorları, roket motorları ve nükleer reaktör bileşenleri gibi paslanmaz çelik ve süper alaşımların kullanıldığı uygulamalar.
- Isıtma elemanları: Elektrikli fırınlar, ısıtma işlemi fırınları ve endüstriyel ısıtma sistemleri gibi uygulamalarda kullanılabilir.
- Elektromanyetik uygulamalar: Elektromanyetik filtreler, radyo frekans (RF) cihazları ve manyetik enerji depolama sistemleri gibi uygulamalarda kullanılan bir malzeme.
- Sensörler: Sıcaklık, basınç ve nem sensörleri gibi çeşitli sensör uygulamaları.

2.2.2. Gözenekli intermetalik malzemeler

Intermetalikler, 1914 yılında Hume-Rothery tarafından ilk olarak tanımlanmıştır. Bu bileşikler, metalik ve kovalent bağların bir kombinasyonunu içerirler. Bu durum, intermetaliklerin düşük yoğunluk, yüksek elastik modül, termal iletkenlik, mükemmel korozyon ve oksidasyon direnci gibi önemli özelliklere sahip olmasına neden olmaktadır. (Jiao vd. 2021)

Al içeren intermetalikler, çeşitli intermetalik bileşikler arasında en yaygın olarak araştırılan malzemelerdir. Bu bileşikler, sinterleme işlemi sırasında oluşan boşluklar nedeniyle gözenekli malzemelere dönüştürülebilirler. (Jiao vd. 2021)

Filtreleme malzemeleri olarak, gözenekli intermetalik bileşiklere olan talep ve önem, fosil yakıt işleme, ayrıştırma ve titanyum tetraklorür süspansiyonlu sıvıların saflaştırılması gibi bazı endüstriyel uygulamalarda artmaktadır. (Jiao vd. 2021)

Bu nedenle, kontrol edilebilir gözenekliliğe ve mükemmel özelliklere sahip gözenekli Al içeren intermetalikler, uygulamalarının filtrasyon, ısı yalıtımı ve katalizör desteklerine büyük ölçüde genişletilmesine olanak sağlamaktadır. (Jiao vd. 2021)

2.2.2.1. Gözenekli intermetalik malzemelerin üretimi ve özellikleri

Toz metalurjisi (TM) ile üretilmiş gözenekli malzemelerin teknolojisi ve uygulamaları çok çeşitlidir.

Gözenekli TM malzemeleri, sinterlenmiş metal tozlarından oluşan ve birbirine bağlı gözenek kanallarından meydana gelen sert, geçirgen malzemelerdir. Bu malzemeler, çeşitli uygulamalar için kullanılan filtrasyon, akışkan akışı kontrolü, kendiliğinden yağlayan yataklar ve pil elektrotları gibi çeşitli uygulamalar için kullanılır. (ASM Handbook, Vol7. Syf. 2572)

Gözenekli TM malzemeleri, yapısal TM bileşenleri ile aynı üretim ekipmanlarını ve teknolojisini kullanarak üretilir. Ancak, gözenekli TM malzemeleri genellikle teorik ortalama yoğunluğun (TOY) %25 ila %85 arasında bir yoğunlukta sinterlenir. Diğer yandan, yapısal TM bileşenleri tipik olarak TOY'un %85 ila %99.9'u arasında yoğunluğa sahiptir. (ASM Handbook, Vol7. Syf. 2572)

Gözenekli TM malzemeleri, iyi mekanik özellikler, sertlik, korozyon direnci, düzgün gözeneklilik ve kontrollü geçirgenlik gibi özellikler gerektiğinde kullanılır. Örneğin, gözenekli bronz, paslanmaz çelik veya nikel alaşımları genellikle yüksek sıcaklık ve basınç ortamlarında hizmet için seçilir. Kağıt, sentetik lifler ve plastik gibi gözenekli malzemeler, daha düşük maliyetleri nedeniyle genellikle daha az zorlu koşullarda servis için tercih edilir. (ASM Handbook, Vol7. Syf. 2572)

Gözenekli TM malzemelerin diğer alternatifleri arasında sinterlenmiş lifler, köpük, delikli sac ve elek bulunmaktadır. Metal fiber/elek kompozitleri, köpük/toz kompozitleri, elek/toz kompozitleri ve fiber/toz kompozitleri de gözenekli ortam oluşturmak için sinterlenir. (ASM Handbook, Vol7. Syf. 2572)

Gözenekli seramikler, gözenekli metallerden daha yüksek sıcaklıkta hizmet veya daha aşırı korozyon direnci gerektiren uygulamalarda kullanılır. Ancak, gözenekli seramiklerin uygulamaları, metallerden çok daha düşük mekanik özelliklere sahip olmaları ve metal donanımına bağlanırken ortaya çıkan üretim zorlukları nedeniyle sınırlıdır. (ASM Handbook, Vol7. Syf. 2572)

Gözenekli TM malzemeleri, pazar payına göre toplam TM pazarının yaklaşık %2'sini oluşturmaktadır. Gözenekli TM malzemelerinin şu anda düşük maliyetli, tek kullanımlık gözenekli ortamlar tarafından domine edilen genel filtrasyon ve akışkan kontrol pazarlarının %2'den azını oluşturduğu tahmin edilmektedir. (ASM Handbook, Vol7. Syf. 2572)

Gözenekli TM malzemeleri, artan çevresel endişeler, iyileştirilmiş ürün kalitesi talepleri ve endüstriyel ürünlerin daha karmaşık işlenmesi tarafından yönlendirilen gelişmekte olan bir teknolojidir. (ASM Handbook, Vol7. Syf. 2572)

Gözenekli Al içeren intermetalikler, ürün iskeletlerinde bulunan birçok gözenek yapısı nedeniyle fonksiyonel malzemelerin önemli bir türüdür. Pratik uygulama alanında, gözenek yapıları (özellikle gözenek boyutu, gözeneklilik ve geçirgenlik), filtrasyon hassasiyeti ve verimliliği gibi parametreleri etkileyerek, gözenekli malzemelerin performansını önemli ölçüde etkiler. Gözenekli malzemelerin başarılı bir şekilde hazırlanması için anahtar, hazırlık sürecinde gözenek morfolojisini ve gözenek boyut dağılımını doğru bir şekilde kontrol etmektir. (Jiao vd 2021)

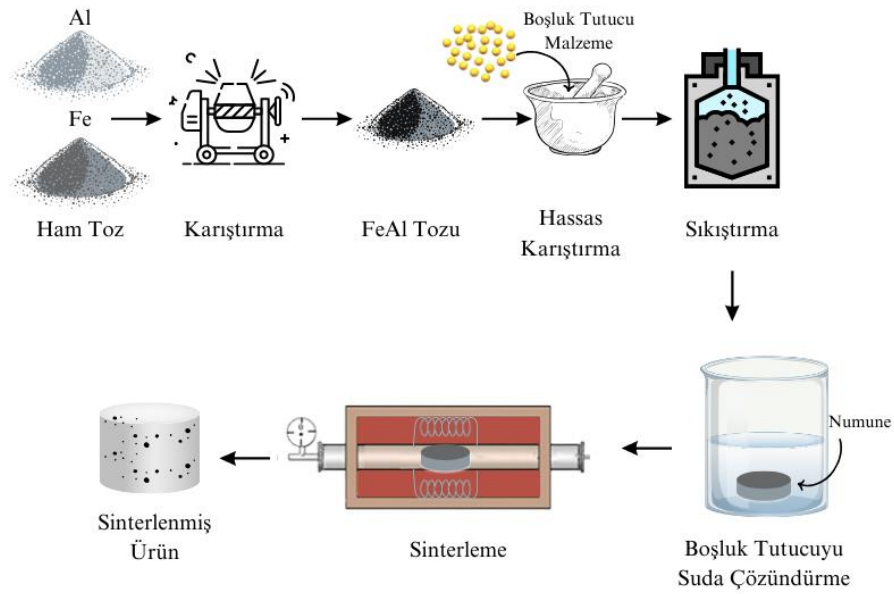
Geleneksel bir gözenek oluşumu prosedürü, fiziksel ve kimyasal reaksiyonları kullanarak farklı türlerde gözenekler oluşturmayı içerir. Bu genellikle köpürme, boşluk tutucu parçacıkların eklenmesi, elemental toz metalurjisi ve yanma sentezi yöntemlerini içerir. Gözenekli Fe–Al, intermetaliklerinin yaygın hazırlama yöntemleri ve bunların karşılık gelen özellikleri Çizelge 2.3'te sıralanmıştır. (Jiao vd 2021)

Çizelge 2.3. Gözenekli Fe-Al malzemelerin gözenek yapıları ve özellikleri (Jiao vd 2021)

Gözenekli Malzeme	Hazırlama Metodu	Gözeneklilik (%)	Maksimum Gözenek Boyutu	Mukavemet (MPa)
Fe - Al	Boşluk Tutucu Ajanlar	38-61	0.6-2 mm	24-47
	NaCl, $(NH_4)_2CO_3$	49	$43.19 \pm 29.18 \mu m$	-
	Eosin Y	42-60	-	23-51
	Köpürtücü Maddeler	28-42	-	-
	Tartarik Asit	36 ± 4	$47 \pm 20 \mu m$	-
	Toz Metalurjisi	5-35	$4.5 \mu m$	20-97
	Yanma Sentezi	54-62	$25 \mu m$	23-34

Gözenekli Al içeren intermetalikleri hazırlamak için en yaygın yöntemlerden biri toz metalurjisi teknolojisidir, çünkü basit prosedürü, düşük maliyeti ve iyi kontrol edilebilirliği vardır. Homojen gözenek yapısına ulaşmak için işleme parametrelerinin (Al içeriği, sinterleme sıcaklığı, ısınma hızı, parçacık boyutu ve sıkıştırma basıncı gibi) şekillendirme ve sinterleme aşamalarında ayarlanması gerekmektedir. Gözenekli Al içeren malzemelerin oluşturulması için reaktif sentez mekanizması, alüminyum ve M elementleri (M = Ti, Fe, Ni ve Nb) arasındaki farklı difüzyon oranına dayanmaktadır, ki bu süreçte tipik bir atom difüzyon fenomenidir. (Jiao vd 2021)

Bu etki ilk olarak 1942'de E.O. Kirkendall tarafından keşfedilmiş ve Kirkendall etkisi olarak kabul edilmiştir. He ve diğerleri, katı difüzyon reaksiyonunda bir Al atomunun difüzyon hızının bir M atomunkinden çok daha yüksek olduğunu rapor etmişlerdir; bu nedenle, katı Al elementinin net hareketi ve tükenmesi, boşluk akışı tarafından dengelemelidir ve bu durum, alüminyum partiküllerin orijinal pozisyonunda Al içeren intermetalik iskeletin ve birçok Kirkendall gözeneklerinin oluşumuna neden olacaktır. Bu sırada, gözenekli intermetaliklerin (örneğin, Ti–Al, Fe–Al, Ni–Al ve Ti–Si–C) gözenek yapılarına ve özelliklerine işleme parametrelerinin etkisi sistemli bir şekilde araştırılmış ve Kirkendall gözeneklerinin oluşum mekanizması daha fazla açıklığa kavuşturulmuştur. (Jiao vd 2021)



Şekil 2.6. Boşluk tutucu işlemi ve termal patlama reaksiyonu kombinasyon yöntemi ile gözenekli Al içeren intermetaliklerin üretimi için deneysel sürecin gösterimi

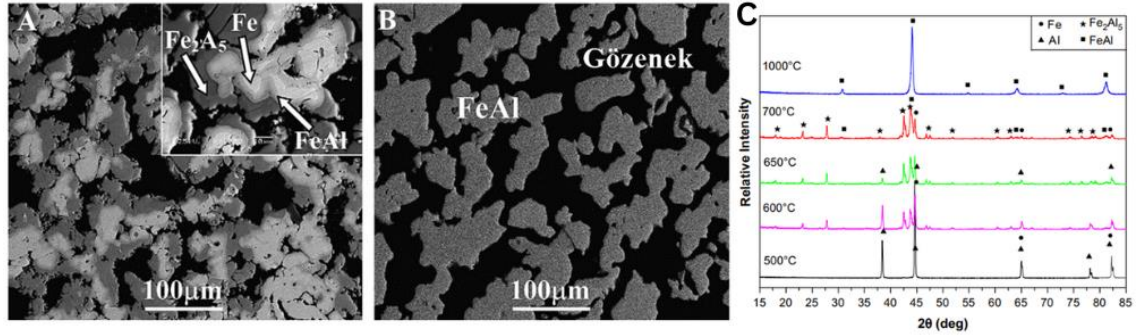
2.2.2.2. Gözenekli malzemelerde sinterleme sıcaklığının etkisi

Gao ve arkadaşları, elemental toz reaksiyon sentezi (RSHS) yöntemini kullanarak gözenekli FeAl intermetaliklerinin üretimini araştırdılar. Bu yöntem, Fe ve Al tozlarının yüksek bir sıcaklıkta hızlı bir şekilde reaksiyona sokulması ve ardından sinterlenmesi prensibine dayanıyordu. (Gao vd. 2009)

Araştırma sonucunda, sinterleme sıcaklığı ve süresinin gözenekli FeAl intermetaliklerinin faz kompozisyonu ve gözeneklilik özelliklerini önemli ölçüde etkilediği bulundu. (Gao vd. 2009)

500°C'nin altındaki sıcaklıklarda sinterleme, Fe ve Al tozlarının sadece saf fazlarını oluştururken, 600°C ve 650°C'de sinterleme, Fe_2Al_5 fazının yanı sıra saf Fe ve Al fazlarının oluşumuna neden oldu. 700°C ve üzerindeki sıcaklıklarda sinterleme, ise yalnızca FeAl fazının oluşumuna neden oldu. Gözeneklilik açısından, sinterleme sıcaklığı ve süresinin artması gözeneklilik oranını artırdığı gözlemlendi. Örneğin, 650°C'de 1 saat süreyle sinterlenen kompakt diskler, %10'luk bir gözeneklilik oranına sahipti. (Gao vd. 2009)

Şekil 2.7'de görülebileceği gibi, (a) 700°C ve (b) 1000°C'de sinterlenen FeAl intermetaliklerinin SEM görüntülerinde, 700°C'de Fe, FeAl ve Fe_2Al_5 fazlarının olduğu, 1000°C'de ise sadece FeAl fazının olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca, farklı nihai sinterleme sıcaklıklarına sahip gözenekli FeAl intermetaliklerinin XRD desenleri (c) ile de bu sonuç teyit edilmiştir. (Gao vd. 2009)



Şekil 2.7. 700°C; **a)** ve 1000°C; **b)** son sinterleme sıcaklıklarına sahip gözenekli FeAl intermetaliklerinin SEM-BSE görüntüleri **c)** Farklı nihai sinterleme sıcaklıklarına sahip gözenekli FeAl intermetaliklerinin XRD desenleri (Gao vd. 2009)

2.2.2.3. Gözenek oluşumunun sebepleri

Gao ve arkadaşlarının FeAl intermetalikleri üzerine yaptığı çalışmada gözenek oluşumunun dört ana sebebi olduğu görülmüştür. Bunlar;

- Presleme işlemi sırasında oluşan ara parçacık gözenekleri,

Presleme prosedürü sırasında, Fe ve Al tozları yüksek basınç altında bir araya getirilir, bu da toz parçacıkları arasında küçük boşluklar veya aralıklar, yani ara parçacık gözenekleri oluşturur. Bu gözenekler genellikle 1-10 mikron büyüklüğündedir ve sıkıştırılmış malzeme içinde homojen bir şekilde dağılmıştır.

- Katı hal sinterleme sırasında oluşan Kirkendall gözenekleri,

Katı hal sinterleme, sıkıştırılmış toz karışımının malzemelerin erime noktasının altındaki bir sıcaklığa ısıtılması işlemidir. Bu sıcaklıkta, toz parçacıklarındaki atomlar tane sınırları boyunca difüzyon yapar ve parçacıkları yavaşça birbirine kaynaştırır. Ancak, Fe ve Al atomları arasındaki difüzyon hızlarındaki fark nedeniyle, Fe-Al arayüzünden uzaklaşan bir net Al atom akışı meydana gelir. Bu durum, genellikle tane sınırlarında bulunan Kirkendall gözeneklerinin oluşumuna neden olur.

- Sıvı Al reaksiyonuyla oluşan gözenekler,

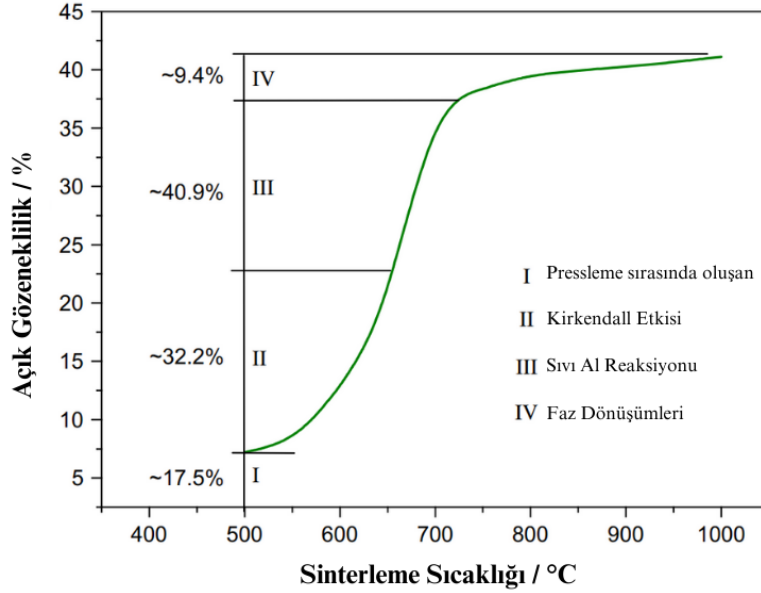
Sinterleme sıcaklığı arttıkça, Al toz parçacıkları erimeye başlar. Daha sonra sıvı Al, kalan Fe toz parçacıklarıyla reaksiyona girerek FeAl intermetalik bileşikler oluşturur. Bu reaksiyon, gaz salınımıyla birlikte gözeneklerin oluşmasına neden olabilir. Bu gözenekler, genellikle ara parçacık ve Kirkendall gözeneklerinden daha büyük ve daha düzensiz dağılmıştır.

- Yüksek sıcaklık sinterleme sırasında faz dönüşümü.

Yüksek sinterleme sıcaklıklarında, FeAl intermetalik bileşikleri faz dönüşümlerine uğrayabilir. Bu faz dönüşümleri aynı zamanda gözeneklerin oluşmasına veya modifikasyonuna neden olabilir. Örneğin, FeAl₂ fazından FeAl fazına dönüşüm

gözeneklerin küçülmesine neden olabilir. Şekil 2.8 reaktif sentezle üretilen gözenekli FeAl intermetaliklerinin bileşimini göstermektedir.

Genel olarak, gözenekli FeAl intermetaliklerdeki gözenek evrimi, sinterleme sıcaklığı, sinterleme süresi ve toz karışımının bileşimi dahil olmak üzere bir dizi faktörden etkilenen karmaşık bir süreçtir (Gao vd. 2009).



Şekil 2.8. Reaktif sentezle üretilen gözenekli FeAl intermetaliklerindeki gözeneklerin bileşimi (Gao vd. 2009)

2.2.2.4. Gözenek yapısının kontrolü

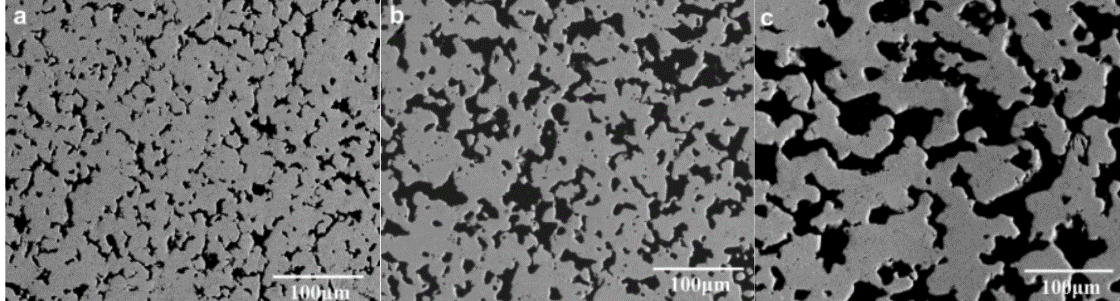
Gao ve arkadaşlarının “Gözenekli FeAl intermetalikleri için gözenek yapısı kontrolü” isimli çalışmada, gözenekli FeAl intermetaliklerinin gözenek yapısını kontrol etmek amacıyla çeşitli yöntemler araştırılmıştır. Gözenekli FeAl malzemeleri, geleneksel inorganik gözenekli malzemelere kıyasla üstün termal şok direnci, işlenebilirlik, termal ve elektriksel iletkenlik özelliklerine sahiptir.

Gözenek oluşumu, presleme işlemi sırasında inter-partiküler gözenekler, sinterleme sırasında Kirkendall gözenekleri, hızlı sıvı Al reaksiyonu yoluyla oluşan gözenekler ve $Fe_2Al_5 \rightarrow Fe/FeAl$ faz dönüşümü nedeniyle dört aşamada gerçekleşir.

Gözenek boyutu ve dağılımı, hammadde bileşimi, toz boyutu ve presleme basıncı gibi faktörlerden etkilenir.

Hammadde bileşimi, gözenek boyutunu ve dağılımını kontrol etmede en etkili faktördür. Daha yüksek alüminyum konsantrasyonuna sahip alaşımlarda, daha büyük gözenekler oluşur. Bu durum, alüminyum atomlarının, Fe atomlarından daha hızlı difüzyona sahip olmasından kaynaklanmaktadır.

Toz boyutu, gözenek boyutunu ve dağılımını etkileyebilir. Şekil 2.9'da görülebileceği üzere daha küçük toz boyutuna sahip alaşımlarda, daha küçük gözenekler oluşur. Bu durum, daha küçük tozların, daha büyük tozlardan daha sıkı bir şekilde paketlenmesinden kaynaklanmaktadır. (Gao vd. 2012)



Şekil 2.9. Farklı toz boyutlarında hazırlanan gözenekli FeAl'in mikroyapıları; **a)** 18 µm; **b)** 33 µm ve **c)** 50 µm (Gao vd. 2012)

2.2.2.5. Presleme basıncının gözeneğe etkisi

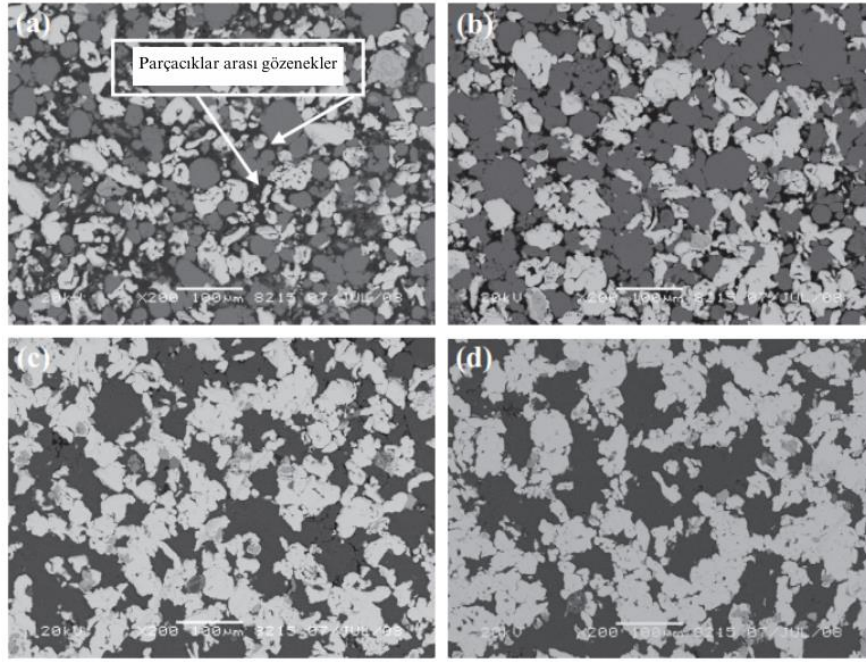
Gao ve arkadaşlarının "Basıncın gözenekli FeAl intermetaliklerinin gözenek yapısı üzerindeki etkisi" başlıklı çalışmasında, gözenekli FeAl intermetaliklerinin gözenek yapısının basınç değişimiyle nasıl etkilendiği incelenmiştir. Bu çalışmada, presleme basıncının gözenek oluşumunun ilk iki aşamasını etkilediği belirlenmiştir. Çalışmanın bulgularına göre:

Daha yüksek presleme basıncı, daha küçük gözenek boyutuna ve daha eşit gözenek dağılımına yol açar. Bu, daha yüksek presleme basıncının, toz partiküllerinin daha sıkı paketlenmesine ve dolayısıyla gözenek oluşumunun azalmasına neden olmasından kaynaklanır.

Presleme basıncı, hızlı sıvı Al reaksiyonu yoluyla oluşan gözeneklerin oluşumunu etkilemez. Bu, bu aşamanın, presleme işleminin tamamlanmasından sonra meydana gelmesinden kaynaklanır.

Sonuç olarak, gözenekli FeAl intermetaliklerinin gözenek yapısını kontrol etmek için presleme basıncı önemli bir faktördür. Daha yüksek presleme basıncı, daha küçük ve daha homojen dağılımlı gözenekler oluşmasına yol açar (Gao vd. 2015).

Ayrıca, çalışmada yer alan farklı basınçlar altında preslenmiş FeAl karışımlarının mikroskop altında çekilmiş iç yapı görüntüleri Şekil 2.10'da sunulmuştur. Bu görüntüler, farklı basınç seviyelerinin gözenek yapısı üzerindeki etkilerini görsel olarak da ortaya koymaktadır. Şekillerde, düşük presleme basıncında daha büyük ve düzensiz dağılmış gözenekler görülürken, yüksek presleme basıncında daha küçük ve homojen dağılmış gözeneklerin oluştuğu açıkça gözlemlenmektedir.



Şekil 2.10. Farklı basınçlar altında preslenmiş Fe-Al karışımı **a)** 100, **b)** 200, **c)** 300 ve **d)** 360 MPa (Gao vd. 2015)

3. MATERYAL VE METOT

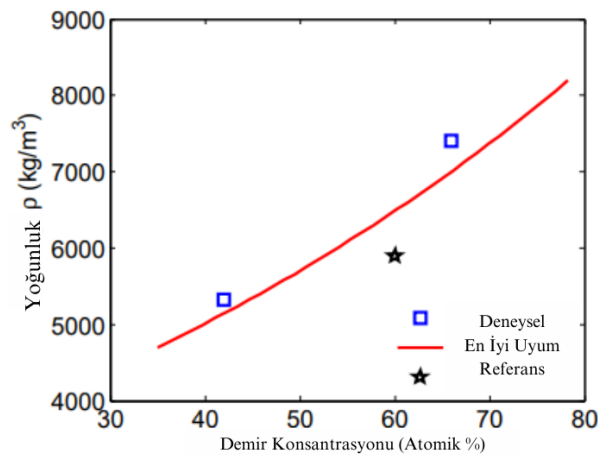
Gözenekli FeAl matrisli kompozit üretiminin ve karakterizasyonunun amaçlandığı bu çalışmada, hacim yanma sentezi (HYS) yöntemi uygulanmıştır. Bu çalışmada gözenekli demir alüminit yapıların elde edilmesi için 2 farklı yöntem üzerinde çalışılmıştır. Birinci Yöntemde, Fe ve Al tozlarından oluşan ham parçanın üretiminde, soğuk presleme basıncının etkisi incelenmiştir. İkinci yöntemde ise, parçalarda kontrollü boyutta ve oranda gözenek oluşturmak amacıyla, boşluk oluşturuç olarak üre partikülleri kullanılmıştır. Her iki yöntemle üretilmiş olan parçalarda, ısıtma işlemi bir grup numune için 750 °C'ye, bir grup numune için ise 1050 °C'ye kadar uygulanmıştır

Üçüncü bölüm, projede kullanılan temel malzemelerin detaylarını içermektedir. Bölüm 3.1, araştırmada kullanılan başlangıç malzemelerinin özelliklerini tanıtmaktadır. Bu malzemelerin ham halleri soğuk presleme yöntemiyle işlenmiştir. Bölüm 3.2'de, parçaların üretim süreci ve tozların ayarlanması sırasında yapılan hesaplamalara yer verilmiştir. Bölüm 3.3, soğuk presleme tekniği kullanılarak malzemelerin nasıl şekillendirildiğini açıklamaktadır. Bölüm 3.4, hacim yanma sentezi yöntemiyle elde edilen ürünlerin oluşum sürecini incelemektedir. Son olarak, Bölüm 3.5'te üretilen parçaların karakterizasyonu ele alınmıştır.

FeAl yapısını oluşturmak için Reaksiyon (3.1) uygulanmıştır.



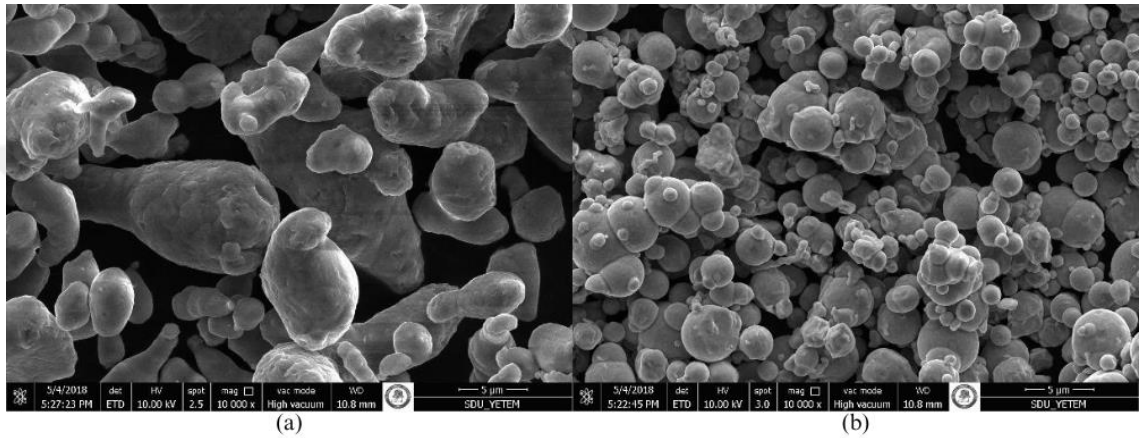
Chanbi ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, demir-alüminyum alaşımının atom yüzdesine bağlı olarak kütle yoğunluğunun değişimini gösteren eğri, Şekil 3.1'de gösterilmiştir. Buna bağlı olarak FeAl katı çözelti bölgesinde kalınmasını garanti etmek amacıyla, bu çalışmada Fe_{1,5}Al stokiyometrisinde numuneler üretilmiştir. Bu oran FeAl faz bölgesi içindedir.



Şekil 3.1. Demir konsantrasyonunun bir fonksiyonu olarak ikili FeAl alaşımının yoğunluğunun değişimi (Chanbi vd. 2018)

3.1. Kullanılan Metal Tozları

Reaksiyon 3.1’de kullanılan malzemelerin detayları Şekil 3.2’de görselleştirilmiştir. Bu malzemeler, Alfa Aesar marka, 10 mikrometreden küçük boyutlarda ve %99,5 saflıkta olan alüminyum tozu ve Merck marka, yaklaşık 10 mikrometre büyüklüğünde ve %99 saflıkta olan demir tozu şeklindedir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile elde edilen bu görüntüler, demir tozunun küçük parçacıklardan oluşan yaklaşık 10 mikrometre büyüklüğünde küresel kümeler halinde olduğunu ortaya koymaktadır. Alüminyum tozu ise 20 mikrometre civarında, düzensiz ve köşesiz partiküllerden oluşan bir yapıya sahiptir.



Şekil 3.2. Kullanılan a) alüminyum ve b) demir tozlarının SEM görüntüleri (10.000 büyütme)

Çizelge 3.1. Kullanılan tozların detayları

Toz İsmi	Marka	Ürün Kodu	Toz Boyutu	Saflık
Alüminyum Tozu	Alfa-Aesar	11067	325 Mesh	99,5%
Demir Tozu	Merck	103815	10 µm	99%

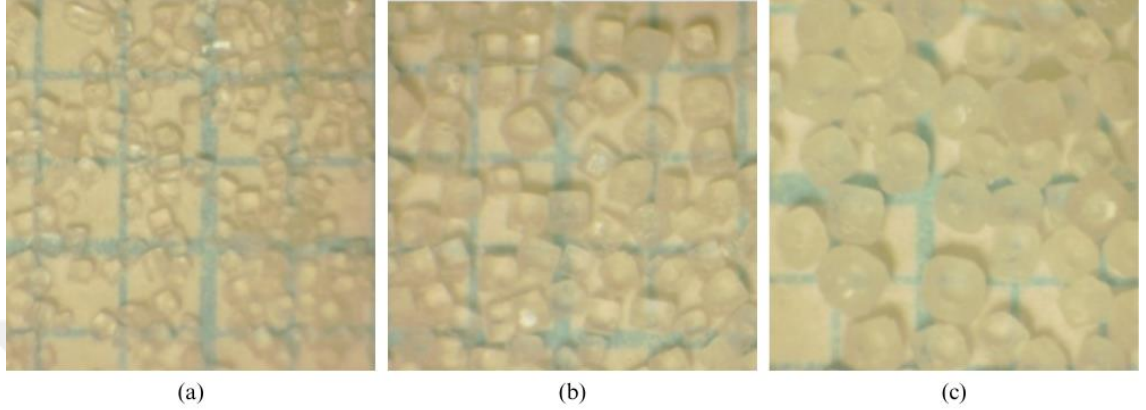
3.2. Kullanılan Boşluk Oluşturucu Partiküller

Bu araştırmada, FeAl yapısında boşluklar yaratmak için Fe ve Al tozları ile hacimce %20, %40 ve %60 oranlarında, 150-300, 300-500 ve 500-800 mikron boyut aralığında üre (NH_4HCO_3 Merck) partikülleri kullanılmıştır. Ürenin bu araştırmada tercih edilmesinin sebebi, su içinde bekletildiğinde çözünebilir olmaları ve arkalarında kendi hacimlerine uygun boşluklar bırakmalarındır (Jie vd. 2011).

Bu çalışmada üre 12 saat suda bekletilerek çözündürülmüştür. Daha fazla suda tutmanın numunelerde paslanmaya sebebiyet verdiği gözlemlenmiştir.

Ticari olarak edinilen üre partiküller, boşluk oluşturucu olarak kullanılmak amacıyla 150-300-500-800 mikrometrelik gözenek büyüklüklerine sahip elekler

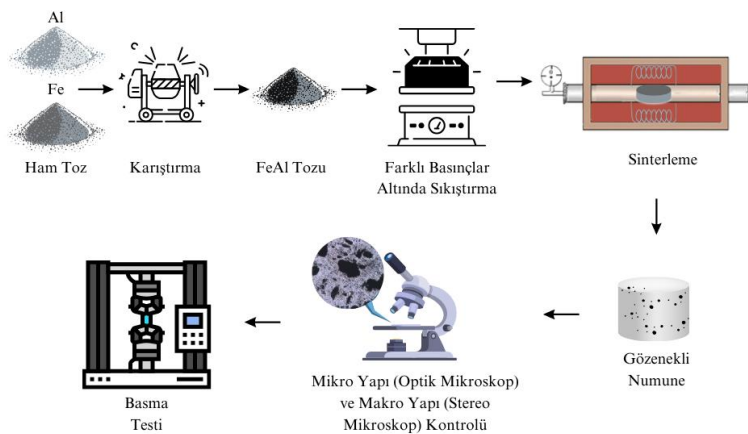
kullanılarak ayrıştırılmıştır. Bu işlemle, 150-300, 300-500 ve 500-800 mikrometre boyut aralıklarında üre ve tuz partikülleri elde edilmiştir. Ayıklama işleminden sonra, elde edilen üre partiküllerinin stereo mikroskop altındaki yapısı Şekil 3.3'te gösterilmiştir. İri üre partiküllerinin dışındaki diğer partiküller genellikle küp şekline benzer, iri üre partikülleri ise daha çok küresel şekle yakın görünümündedir.



Şekil 3.3. Seçilen üre taneciklerinin stereo mikroskop altında görünümü **a)** 150-300 mikrometre **b)** 300-500 mikrometre **c)** 500-800 mikrometre

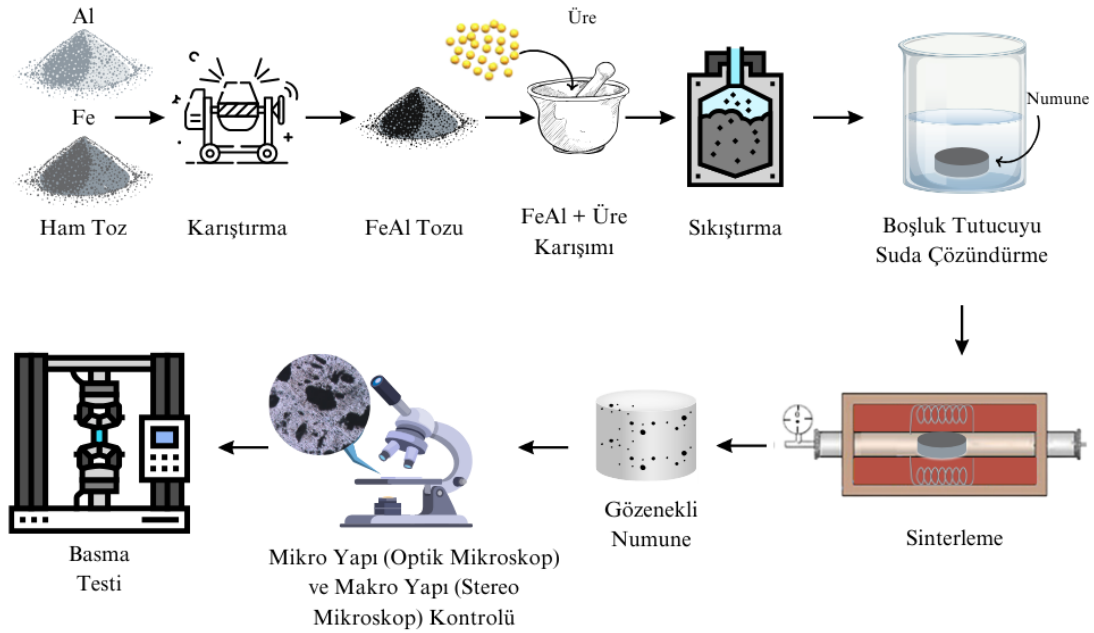
3.3. Parçaların Üretimi

Parçaların üretimi kapsamında, gözenek oluşumu için 2 farklı yaklaşım üzerinde çalışılmıştır. Birinci yöntemde, Fe ve Al tozlarından oluşan ham parçanın üretiminde, soğuk presleme basıncının etkisi incelenmiştir. Bu amaçla 25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa soğuk pres basıncı uygulanmıştır. Bu uygulama ile, ham parçanın gözenek oranının kontrol edilmesi ve buna bağlı olarak yanma sentezi sonrasında oluşacak olan FeAl parçanın gözenek oranının kontrol edilmesi sağlanmıştır. Üretim aşamaları Şekil 3.4'te gösterilmiştir.



Şekil 3.4. Gözenekli FeAl parçaların üretiminde uygulanan basamakların şematik gösterimi

Üretim aşamalarının Şekil 3.5’de gösterildiği ikinci yöntemde ise, farklı boyut aralığına sahip üre partikülleri kullanılarak boşluk oluşturu (şablon) yöntemi uygulanmıştır. Fe ve Al tozları ile %20, %40 ve %60 oranlarında, 150-300 μm , 300-500 μm ve 500-800 μm boyut aralığında üre partikülleri kullanılmıştır. Silindirik numuneler, toz karışımlarının 8 mm çapındaki çelik kalıplarda (Bölüm 3.3.2’de detaylı açıklanmıştır) soğuk preslenmesiyle belirlenen ölçülerde hazırlanmıştır. Hazırlanan malzeme, üre taneciklerinin erimesi amacıyla 12 saat boyunca suda bekletilmiştir. Ardından, örnekler yaklaşık 24 saat süresince etüvde kurutulma işlemine alınmıştır. Her iki yöntem için de parçalar, argon atmosferinde boru tipi fırında 10 °C/dakika hızında 750 °C ve 1050 °C’ye kadar ısıtılarak yanma sentezi sürecine sokulmuştur. Her iki yöntem ile üretilen gözenekli FeAl parçalar, metalografik inceleme öncesinde 600, 1200 ve 3000 grit zımpara kağıtları kullanılarak yüzeydeki pürüzlerden temizlenmiştir. Parçaların mikroyapısal analizi stereo mikroskop ve optik mikroskop aracılığıyla yapılmıştır. Ürünlerin iç yapısının incelenmesinde optik mikroskoptan (OM) faydalanılmıştır. Ürünler, 5 ton kapasiteli Shimadzu AG-IC evrensel mekanik test cihazında sıkıştırma testlerine tabi tutulmuş, mikro sertlik testleri ve aşınma deneyleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.5. Üre katkılı gözenekli FeAl parçaların üretiminde uygulanan basamakların şematik gösterimi

3.3.1. Başlangıç tozlarının miktarlarının hesaplanması

Üresiz ve üre katkılı numuneler toz metalurjisi yöntemleri kullanılarak hazırlanmıştır. Üre katkılı numunelerde, farklı oranlarda üre boşluk oluşturu olarak eklenmiştir. Üre katkılı numuneler standart 100 MPa basınç altında üretilirken, üresiz numuneler altı farklı basınç (25-400 MPa) altında üretilmiştir. Bu bölüm, üresiz 100 MPa basınç ile üretilen bir numune ile %20 hacimce üre içeren FeAl parçasının üretim süreci için yapılan hesaplamaları örnek olarak içermektedir.

Üre içermeyen parçalar 8 mm çap ve 9 mm yükseklikte üretilmiştir, buna karşın üre katkılı parçalar 8 mm çap ve 6 mm yükseklikte üretilmiştir. Üre katkılı parçaların 6mm olarak üretilmesinin sebebi ürenin numune içerisinde daha homojen dağılımını sağlamaktır. İlerleyen bölümlerde yer alan numune listeleri bu geometrik boyutlar göz önünde bulundurularak oluşturulmuştur.

Üresiz numuneler, çeşitli basınçlar altında preslenmiştir. Bu sebeple, uygulanan basınca bağlı olarak numunelerin yükseklikleri farklılık göstermiştir. Çizelge 3.2'deki hesaplama, her bir basınç değeri için özel olarak yapılmış olup, sonuçta kalıba yerleştirilen FeAl toz miktarı arttırılmıştır. Bu işlemin amacı, üretilen numunelerin yaklaşık olarak 8-9 mm boyunda olmasını sağlamaktır. Aynı şekilde üreli numunelerde katılacak üre oranına göre denklemde h değiştirilmiştir. Çizelge 3.3'de üre oranına göre kullanılan h oranı verilmiştir. Bu sayede basma testinden daha fazla verim alınmıştır.

Literatürde, basma testi numunesi için uzunluk/çap oranı eksenel olmayan hareketi önlemek ve daha doğru sonuçlar elde etmek amacıyla $L/D < 2$ olan bir silindir şeklinde olması önerilmektedir (Hertzberg vd. 2020). Bu bağlamda, bu oranın üresiz numuneler için 1:1 olarak alınması, söz konusu standartlara uygunluk ve test sonuçlarının güvenilirliği açısından tercih edilmiştir.

Çizelge 3.2. Üresiz numunelerde farklı basınçlar için gereken toz miktarını hesaplamak için denklemde kullanılan yükseklik değerleri

Uygulanan Basınç	25 MPa	50 MPa	100 MPa	200 MPa	300 MPa	400 MPa
Hesaplama da kullanılan h oranları	5,2 mm	5,6 mm	6 mm	7 mm	7,5 mm	8 mm

Çizelge 3.3. Üreli numunelerde gereken toz + üre miktarını hesaplamak için denklemde kullanılan yükseklik değerleri

Üre Oranı	20% Üre	40% Üre	60% Üre
Hesaplama da kullanılan h oranları	4 mm	4,5 mm	5 mm

3.3.3.1. Üresiz numune üretimi için toz miktarının hesaplanması

Aşağıda; üresiz ve 100 MPa basınç altında üretilecek numune için toz oranlarının ayarlanması için örnek bir hesaplama vardır.

$$D^2 = \left(\frac{\text{Çap}}{2}\right)^2 * \pi = \left(\frac{8}{2}\right)^2 * 3,14 = 50,24 \text{ mm}^2$$

$$\text{FeAl Yoğunluğu } (\rho) = 5,56 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{Toplam Hacim} = \frac{D^2 * \text{Yükseklik (h)}}{1000} = \frac{50,24 \text{ mm}^2 * 6 \text{ mm}}{1000} = 0,30144 \text{ cm}^3$$

$$\begin{aligned} \text{Toplam Konulacak FeAl Toz Karışımının Kütlesi} &= \text{Toplam Hacim} * \\ \text{FeAl Yoğunluk} &= 5,56 \text{ g/cm}^3 * 0,30144 \text{ cm}^3 = 1,6760 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Demirin Atom Ağırlığı} &= 55,84 \text{ g/mol} \\ \text{Alüminyumun Atom Ağırlığı} &= 26,98 \text{ g/mol} \\ \text{Fe \%60 Al \%40 istediğimiz için mol Oranı : Demir 1.5 | Alüminyum 1} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Demir Atom Ağırlığı} * \text{İstenen Mol Oranı} &= 55,84 * 1.5 = 83,76 \text{ g/mol} \\ \text{Alüminyum Atom Ağırlığı} * \text{İstenen Mol Oranı} &= 26,98 * 1 = 26,98 \text{ g/mol} \\ \text{Yeni Oran FeAl Toplam Atom Ağırlığı} &= 83,76 + 26,98 = 110,7400 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

$$\frac{\text{FeAl Toplam Atom Ağırlığı}}{\text{FeAl Toplam Kütle}} = \frac{110,7400 \text{ g/mol}}{1,6760 \text{ gram}} = 0,01513$$

$$\begin{aligned} &\text{Karışıma Konulacak Demir Tozu} \\ &= \text{Demirin Atom Ağırlığı} * \frac{\text{FeAl Toplam Atom Ağırlığı}}{\text{FeAl Toplam Kütle}} * \text{Mol Oranı} \\ &= 55,84 \text{ g/mol} * 0,015130 * 1.5 = 1,2677 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} &\text{Karışıma Konulacak Alüminyum Tozu} \\ &= \text{Alüminyumun Atom Ağırlığı} * \frac{\text{FeAl Toplam Atom Ağırlığı}}{\text{FeAl Toplam Kütle}} \\ &* \text{Mol Oranı} = 26,98 \text{ g/mol} * 0,015130 * 1 = 0,4083 \text{ gram} \end{aligned}$$

3.3.3.2. Üreli numune üretimi için toz miktarının hesaplanması

Aşağıda; %20 üre içeren FeAl toz karışımı ile üretilecek numune için toz oranlarının ve üre oranının ayarlanması için örnek bir hesaplama vardır.

$$D^2 = \left(\frac{\text{Çap}}{2}\right)^2 * \pi = \left(\frac{8}{2}\right)^2 * 3,14 = 50,24 \text{ mm}^2$$

$$\text{Toplam Hacim} = \frac{D^2 * \text{Yükseklik (h)}}{1000} = \frac{50,24 \text{ mm}^2 * 4 \text{ mm}}{1000} = 0,2010 \text{ cm}^3$$

$$\text{Üre Yoğunluğu } (\rho) = 1,33 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{FeAl Yoğunluğu } (\rho) = 5,56 \text{ g/cm}^3$$

İstenen Hacimce Üre Oranı 20% olduğuna göre Hacimce FeAl Oranı 80%'dir.

$$\text{Konulması Gereken Üre Oranı} = \left(\text{Toplam Hacim cm}^3 * \left(\frac{\text{Hacimce Üre Oranı}}{100} \right) \right) *$$

$$\text{Üre Yoğunluğu} = \left(0,2010 \text{ cm}^3 * \left(\frac{20}{100} \right) \right) * 1,33 \text{ g/cm}^3 = 0,0535 \text{ gram}$$

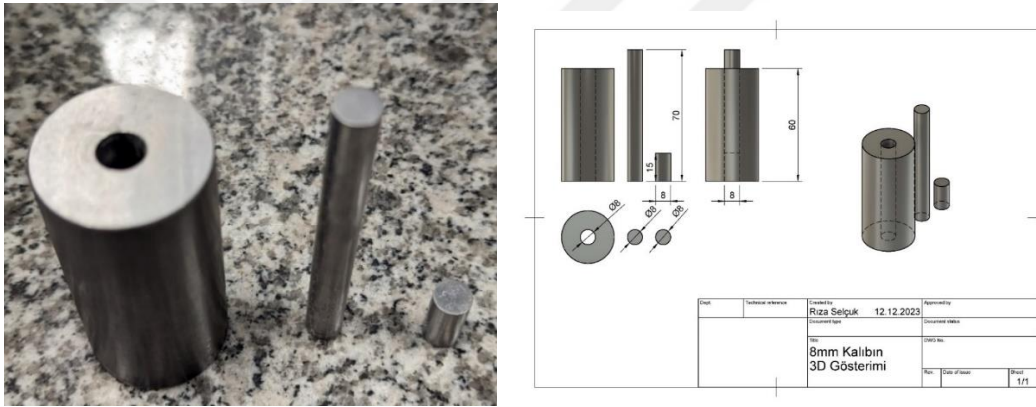
$$\text{Konulması Gereken FeAl Oranı} = \left(\text{Toplam Hacim cm}^3 * \left(\frac{\text{Hacimce FeAl Oranı}}{100} \right) \right) *$$

$$\text{FeAl Yoğunluğu} = \left(0,2010 \text{ cm}^3 * \left(\frac{80}{100} \right) \right) * 5,56 \text{ g/cm}^3 = 0,8939 \text{ gram}$$

Buradan sonra toplam FeAl oranını bildiğimiz için gereken Fe ve Al oranlarının hesaplaması için tekrar 3.2.1.2'deki denklemler takip edilebilir.

3.4. Soğuk Presleme İle Şekillendirme

Üre katkılı ve üre olmadan hazırlanmış toz karışımları, soğuk işlemli takım çeliğinden yapılmış silindirik kalıplara (bkz. Şekil 3.6) yerleştirilmiştir. Karışım kalıba konulmadan önce, kalıbın hasar görmemesi ve tozların yapışmasını önlemek için stearik asit ve etanol karışımı ile yağlama yapılmıştır. Soğuk presleme (25-400 MPa)(bkz. Şekil 3.6) ve kalıptan çıkarılma işlemleri, tek eksenli hidrolik pres ile tamamlanmıştır. Üretilen peletlerin üç boyutlu çizimleri ve ölçüleri Şekil 3.8'de sunulmuştur. Üresiz numunelerin boyu 9mm iken üre katılmış numunelerin boyu 6mm olarak üretilmiştir. Bunun sebebi ürenin toz karışımı içerisinde homojen dağılımını sağlamak ve basma testi sırasında daha sağlıklı sonuçlar almaktır.



Şekil 3.6. a) Kullanılan 8 mm çaplı kalıp ve **b)** ölçülerinin üç boyutlu çizim üzerinde gösterimi

Soğuk presleme prosedüründe kullanılan pres makinesi Şekil 3.6'da gösterilmiştir. Malzeme laboratuvarımızda bulunan pres makinesinin kapasitesi ton olarak ifade edildiğinden, sıkıştırma işleminden önce gerekli olan kuvveti hesaplamak için Denklem 3.2'ye başvurulmuştur. Bu denklem, malzemeye uygulanan basıncın hesaplanmasında kullanılmıştır.

Kullanılacak olan 8 mm'lik kalıp için gerekli dönüşümler ve hesaplamalar yapılmıştır. Bu hesaplamaların sonucu Çizelge 3.4'te 25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa basınca karşılık gelen uygulanan yük dönüşümü olarak verilmiştir. Tozları sıkıştırma işlemi bu değerlere göre yapılmıştır.

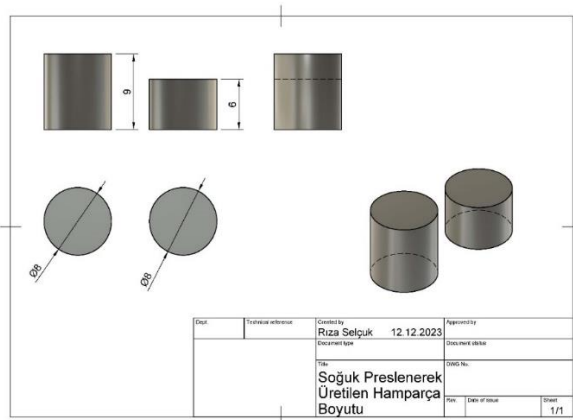


Şekil 3.7. Toz karışımını kalıpta sıkıştırmak için kullanılan presleme cihazı

$$\text{Basınç} = \frac{\text{Yük}}{\text{Alan}} \quad (3.2)$$

Çizelge 3.4. 8mm'lik kalıp için Basınç - Yük dönüşümleri

Basınç	Yük
25 MPa	0,125 ton
50 MPa	0,25 ton
100 MPa	0,5 ton
200 MPa	1 ton
300 MPa	1,5 ton
400 MPa	2 ton



Şekil 3.8. Soğuk preslenerek üretilen ham parçanın üç boyutlu çizimi ve boyutları

Kalıptan çıkarılan preslenmiş parçanın çapı ve yüksekliği ölçüldükten sonra üre parçacıkları 12 saat suda bekletilerek içerisinde ki üre parçaları çözündürülmüştür. Suda çıkarılan numuneler 24 saat boyunca etüv fırında kurutulmuştur. Üretilen peletlerin Hacim Yanma Sentezi (HYS) öncesi görüntüleri Şekil 3.9'da verilmiştir.



Şekil 3.9. Üretilen 9 mm yükseklikte ve 8 mm çaptaki peletlerin HYS öncesi görüntüleri

G. Sarıyer'in "Yanma Sentezi ile Fonksiyonel Dereceli Malzemelerin Üretimi ve Karakterizasyonu" çalışmasında, boşluk oluşturucu olarak kullanılan üre partikülleri, HYS öncesinde suyla çözündürülerek ayrılmıştır. %20'den az üre içeren numunelerde, üre partiküllerinin tamamen ayrılamadığı ve bu durumun numunelerin ağırlık kontrolüyle teyit edildiği ifade edilmiştir. Bu, gözeneklerin kapalı yapısı ve hücre duvarlarının kalınlığından kaynaklanabilir. Shu ve arkadaşlarının (2019) çalışmasında da benzer sonuçlar bulunmuş, NaCl partiküllerinin metalik hücre duvarları ile sınırlı kalması olasılığı öne sürülmüştür. Üre oranı %75'i aşan numunelerin bazıları, deiyonize suda üre çıkarma sürecinde bütünlüklerini koruyamamış ve peletlerden dökülme yaşanmıştır. Bu sonuçlar doğrultusunda, bu çalışmada üre içeren numuneler %20, %40 ve %60 üre oranlarını esas alarak yapılmıştır.

Aşağıdaki çizelgelerde üretilen numunelerin değerleri verilmiştir. Üresiz numunelerin toz hesaplamaları için Bölüm 3.2.1.2.'e üreli numunelerin toz hesapları için ise Bölüm 3.2.1.3.'e bakınız. Her numuneden ortalama almak amacıyla iki adet üretilmiştir. Üresiz numunelerde baştaki sayı uygulanan basıncı gösterirken FeAl sonrası sayı sinterleme sıcaklığını belirtmektedir. Sonda yer alan numune kodlarında ki son iki sayı üretim sırasına göre numunenin sayısını belirtmektedir. Örneğin, "25MPa|750|32/62" numune kodu; numunenin 25 MPa yük altında soğuk preslendikten sonra 750 °C'de sinterlenen 36 ve 62 numaralı numunelerin değerlerini göstermektedir. Üreli numunelerde ise U harfinden önce ki sayı Üre oranını belirtmektedir. Sonrasında ki sayı kullanılan ürenin boyutunu belirtmektedir. Sonda ki iki haneli iki sayı ise üresizlerde olduğu gibi üretim sırasına göre numunelerin sayısını belirtmektedir. Örneğin, "%20U|1.5-3|750|44/53" numune kodu, %20 Üre içeren numunenin 750 °C'de sinterlenmesiyle oluşan Üre+Fe+Al bileşimini temsil etmektedir ve bu ürenin 150-300 mikron boyutundaki 44 ve 53 numaralı numunelerin değerlerini göstermektedir. Verilen

üre değeri 100'den çıkarılarak Fe+Al oranı kolayca hesaplanabilir. Üreli numunelerin tamamında soğuk pres basıncı sabit 100 MPa olduğu için koddaki soğuk pres basıncına dair bir bilgi verilmemiştir. Konması gereken toz miktarında maksimum binde birlik bir yanılma payı vardır.

Çizelge 3.5. Fe+Al tozunun farklı basınçlar altında preslenmesi sonrasında, 750 °C de sinterlenerek üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Uygulanan Basınç	Gereken Fe (g)	Gereken Al (g)	Konması Gereken FeAl (g)	Toplam Konan FeAl (g)	Sinterleme Sıcaklığı
25MPa 750 32/62	25 MPa	1,0987	0,3539	1,4525	1,4525	750 °C
50MPa 750 33/63	50 MPa	1,1832	0,3811	1,5643	1,5644	750 °C
100MPa 750 34/64	100 MPa	1,2677	0,4083	1,6760	1,6765	750 °C
200MPa 750 35/65	200 MPa	1,4790	0,4764	1,9553	1,9558	750 °C
300MPa 750 36/66	300 MPa	1,5846	0,5104	2,0950	2,0958	750 °C
400MPa 750 37/67	400 MPa	1,6902	0,5444	2,2347	2,2353	750 °C

Çizelge 3.6. Fe+Al tozunun farklı basınçlar altında preslenmesi sonrasında, 1050 °C de sinterlenerek üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Uygulanan Basınç	Gereken Fe (g)	Gereken Al (g)	Konması Gereken FeAl (g)	Toplam Konan FeAl (g)	Sinterleme Sıcaklığı
25MPa 1050 38/68	25 MPa	1,0987	0,3539	1,4525	1,4476	1050 °C
50MPa 1050 39/69	50 MPa	1,1832	0,3811	1,5643	1,5585	1050 °C
100MPa 1050 40/70	100 MPa	1,2677	0,4083	1,6760	1,6693	1050 °C
200MPa 1050 41/71	200 MPa	1,4790	0,4764	1,9553	1,9476	1050 °C
300MPa 1050 42/72	300 MPa	1,5846	0,5104	2,0950	2,0888	1050 °C
400MPa 1050 43/73	400 MPa	1,6902	0,5444	2,2347	2,2236	1050 °C

Çizelge 3.7. Fe+Al tozu ve üre kullanılarak 750 °C de sinterlenerek üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Üre Part. Boyutu (µm)	Üre Oranı (Hac.%)	Fe (g)	Al (g)	Üre (g)	Sinterleme Sıcaklığı
%20U 1,5-3 750 44/53	150-300	20	0,6761	0,2178	0,0535	750 °C
%20U 3-5 750 47/56	300-500	20	0,6761	0,2178	0,0535	750 °C
%20U 5-8 750 50/59	500-800	20	0,6761	0,2178	0,0535	750 °C
%40U 1,5-3 750 45/54	150-300	40	0,5705	0,1837	0,1203	750 °C
%40U 3-5 750 48/57	300-500	40	0,5705	0,1837	0,1203	750 °C
%40U 5-8 750 51/60	500-800	40	0,5705	0,1837	0,1203	750 °C
%60U 1,5-3 750 46/55	150-300	60	0,4226	0,1361	0,2005	750 °C
%60U 3-5 750 49/58	300-500	60	0,4226	0,1361	0,2005	750 °C
%60U 5-8 750 52/61	500-800	60	0,4226	0,1361	0,2005	750 °C

Çizelge 3.8. Fe+Al tozu ve üre kullanılarak 1050 °C de sinterlenerek üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Üre Part. Boyutu (µm)	Üre Oranı (Hac.%)	Fe (g)	Al (g)	Üre (g)	Sinterleme Sıcaklığı
%20U 1.5-3 1050 74/83	150-300	20	0,6761	0,2178	0,0535	1050 °C
%20U 3-5 1050 77/86	300-500	20	0,6761	0,2178	0,0535	1050 °C
%20U 5-8 1050 80/89	500-800	20	0,6761	0,2178	0,0535	1050 °C
%40U 1.5-3 1050 75/84	150-300	40	0,5705	0,1837	0,1203	1050 °C
%40U 3-5 1050 78/87	300-500	40	0,5705	0,1837	0,1203	1050 °C
%40U 5-8 1050 81/90	500-800	40	0,5705	0,1837	0,1203	1050 °C
%60U 1.5-3 1050 76/85	150-300	60	0,4226	0,1361	0,2005	1050 °C
%60U 3-5 1050 79/88	300-500	60	0,4226	0,1361	0,2005	1050 °C
%60U 5-8 1050 82/91	500-800	60	0,4226	0,1361	0,2005	1050 °C

3.5. Hacim Yanma Sentezi (HYS) İle Ürünlerin Oluşumu

Üre takviyeli ve üresiz olarak oluşturulmuş gözenekli FeAl parçalarının üretiminin ve karakterizasyonunun amaçlandığı bu çalışmada, hacim yanma sentezi (HYS) yöntemi uygulanmıştır.

Önceki bölümlerde belirtildiği üzere, üre eklenerek oluşturulan gözenekli ham parçalar, soğuk preslemenin ardından 24 saat su içinde bekletilerek, bu süreçte boşluk oluşturan üre tanecikleri ayrıştırılmıştır. Kuruma işlemi tamamlandıktan sonra, parçalar hekzagonal bor nitrür (h-BN)(Ekamold) sprey ile kaplanan grafit bir kroze içerisine konumlandırılmıştır. Üresiz üretilen gözenekli parçalar ise, kurutma işlemine ihtiyaç duymadan doğrudan aynı kroze yerleştirilmiştir.

Kroze, tel rezistanslı (Kanthal APM) bir boru fırının içine alınmış ve fırının her iki ucu, hava girişini önleyecek biçimde kapatılmıştır. Kullanılan boru mullit malzemeden (Haldenwanger) yapılmış olup, 50 mm iç çap ve 60 mm dış çap özelliklerine sahiptir. Borunun bir ucuna argon gazı girişi, diğer ucundan çıkışı yerleştirilmiştir.

Deneylerin ilk 10 dakikası boyunca argon gazı 1 lt/d, sonrasında ise 200 ml/d akış hızında tüpten geçirilmiştir. Fırın, programlanabilir bir kontrol cihazı kullanılarak 10 °C/dk ısıtma hızıyla 750 °C ve 1050 °C olmak üzere iki farklı sıcaklığa kadar ısıtılmıştır. 10 dakika bu sıcaklıkta tutulan parçaların ardından program sonlandırılmış ve fırın kapatılmıştır. Fırın, argon gazı akışı sürdürülerek soğutulmuş ve daha sonra kroze fırından alınmıştır.

Numuneler fırından alınırken her zaman benzer sıcaklıklarda alınmaya özen gösterilmiştir. Bu, deneylerin ve analizlerin tutarlılığını sağlamak adına önemlidir. Ayrıca, farklı sıcaklıklarda alınan numunelerin karşılaştırılabilirliği azalacağından, elde edilen sonuçların doğruluğunu ve güvenilirliğini tehlikeye atabilir. Bu nedenle, her bir numunenin belirlenen optimal sıcaklık aralığında fırından çıkarılması sağlanarak, standartlaştırılmış bir yöntem izlenmiştir.



Şekil 3.10. h-BN ile kaplanmış grafit krozeeye konumlandırılan ham parçaların; **a)** HYS öncesindeki görünümü; **b)** HYS sonrasındaki görünümü



Şekil 3.11. Kullanılmış olan tel rezistanslı fırının; **a)** önden görünümü; **b)** kontrol ünitesi ve **c)** kullanılan argon gaz ünitesi

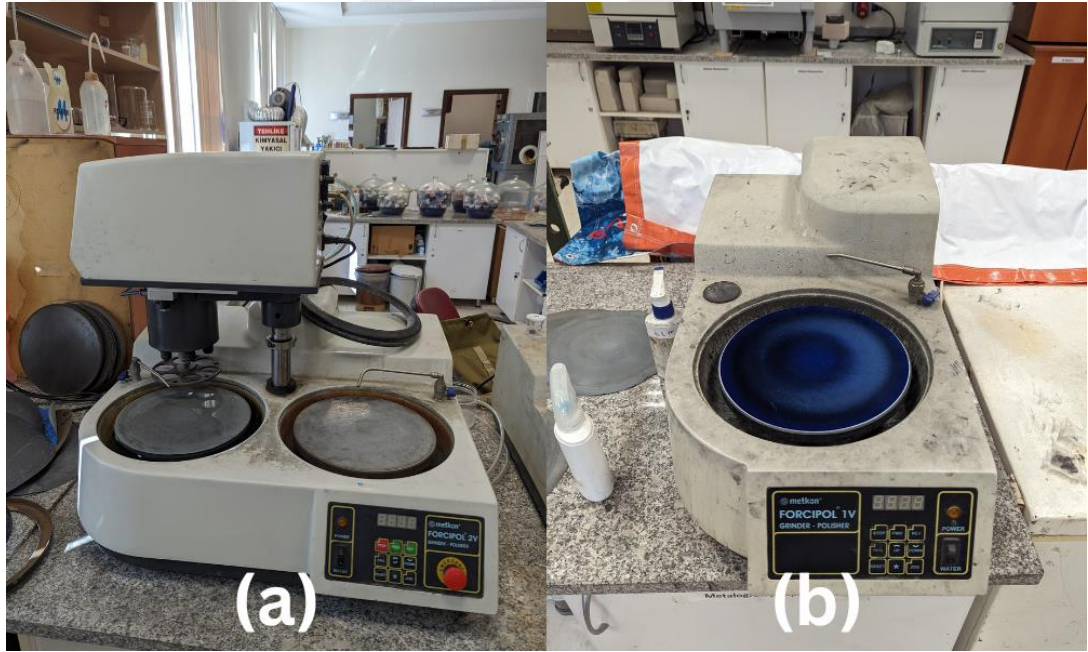
3.6. Parçaların Karakterizasyonu

Üre katkısız olarak üretilen numunelerin HYS işlemi öncesi ağırlık ve boy ölçümleri yapılmıştır. Üre katkılı üretilen ham pelet formundaki örneklerin ağırlıkları, üre partiküllerinin çözündürülmesinden önce ve sonra ölçülmüş bu sayede çözündürülen üre miktarı belirlenmiştir. İki yaklaşım içinde aynı işlemler HYS işlemi sonrasında da yapılarak HYS sırasında oluşan boy ve ağırlık değişimleri belirlenmiştir.

Sonrasında numuneler Bölüm 3.6.1’de detaylı olarak verildiği üzere metalografik inceleme için hazırlanmıştır. Mikroskobik yapısal incelemeler için optik mikroskop, makro yapı incelemeleri için ise stereo mikroskop kullanılmıştır. Sonrasında Bölüm 3.6.3’de verildiği üzere farklı sıcaklıklarla da HYS işlemine alınmış numunelerin sertlik ölçüm işlemlerinin nasıl yapıldığı açıklanmıştır. Bölüm 3.6.2’de basma testi için kullanılan cihazın özellikleri ve üretilen numunelerin basma testi için uygunluk detayları verilmiştir.

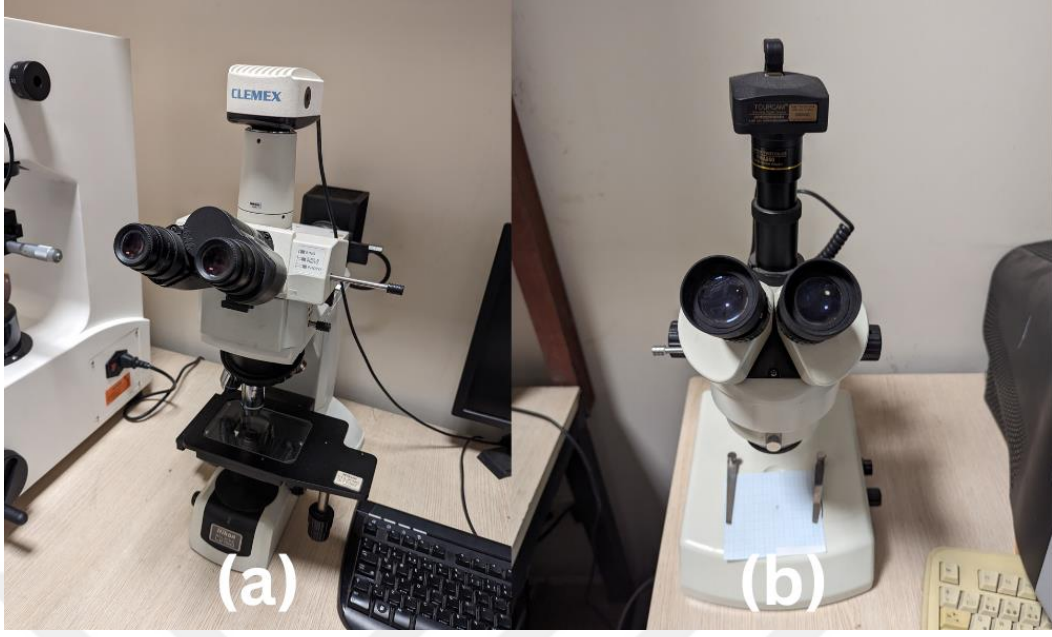
3.6.1. Mikroyapı incelemeleri

Metalografik analiz sürecine hazırlık olarak, numuneler; yüzeyleri düzgünleştirmek için önce 600, sonra 1200 ve en son 3000 numaralı SiC zımpara kağıtlarıyla sırasıyla zımparalandı. Bu işlem, Metkon Forcipol markalı döner tablalı bir zımparalama cihazı kullanılarak yapıldı. İlerleyen aşamada, 1 mikrometrelik elmas partikülleri içeren bir çözeltiyle, Metkon'un kadife kaplı floke kumaşlı parlatma ünitesinde numunelerin yüzeyleri parlatıldı. Kullanılan döner tablalı zımparalama makinesinin ve parlatma ünitesi resmi Şekil 3.12’de sunulmuştur.



Şekil 3.12. a) Döner tablalı zımparalama makinesi ve b) parlatma ünitesi

Laboratuvarımızda bulunan dijital kamera ve lisanslı Clemex Image Analyzer yazılımına sahip Nikon Eclipse LV150 optik mikroskop ve ayrıca stereo mikroskop aracılığıyla yüzey analizleri tamamlanmıştır (Şekil 3.13'e bakınız). Parlatma işlemi uygulanan örneklerin çeşitli kısımlarından alınan mikroyapısal görüntüler, 50'den 1000'e kadar değişen büyütme oranlarında incelenmiş, bu analizler sırasında gözeneklerin boyutlandırılması ve mikroyapı değerlendirmeleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, hücre duvarlarını meydana getiren FeAl kompozisyonunun sinterleme seviyesi ve üre partiküllerinin dağılımı incelenmiştir.



Şekil 3.13. a) Optik mikroskop, b) Stereo mikroskop

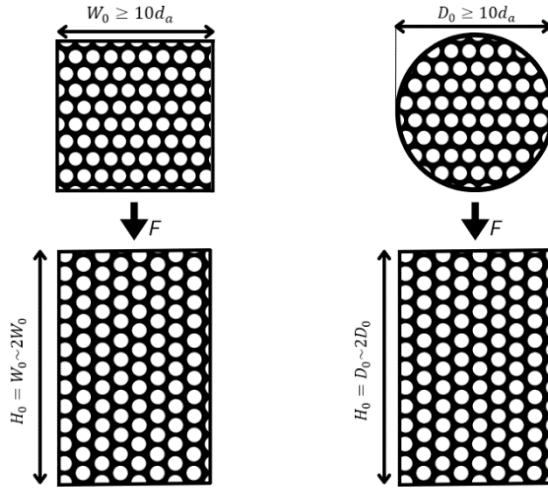
3.6.2. Basma testleri

Basma testi, göreceli olarak düşük dayanıklılık gösteren kırılğan malzemeler için tercih edilen, ISO Standart 13314 ile uyumlu bir yöntemdir. Bu çalışmada, hem üretilmiş hem de üresiz gözenekli FeAl bileşenler, ISO 13314 "Gözenekli ve Hücreli Metal Malzemeler için Basma Testi" standartlarına uygun şekilde, üniversal bir çekme-basma test cihazında değerlendirilmiştir. Bu işlem için 50 kN kapasiteye sahip Shimadzu Autograph çekme-basma test cihazı kullanılmıştır. (Şekil 3.14'e bakınız) ve malzemelerin basma gerilme değerleri ile birim şekil değişimleri grafik üzerinde incelenerek basma gerilmesi hesaplanmıştır.

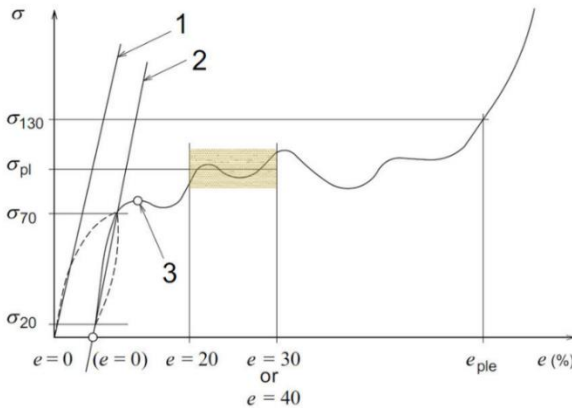


Şekil 3.14. Üniversal çekme-basma cihazı

Bu standartta belirtilen uygun numune geometrileri, Şekil 3.15'te gösterilmektedir. Numunelerin kare ya da dairesel bir kesit profili olabilmektedir. Numunenin yüksekliği için, onun çapının bir ila iki katı arasında olmasının uygun olacağı önerilmekte; çapın da, numunede var olan gözenek boyutlarının en az on katı olacak şekilde seçilmesi tavsiye edilmektedir. Mevcut çalışmada standartlara uygunluk gözetilerek, üre eklenmiş numuneler 8-9 mm yükseklik ve 8 mm çapında, üre eklenmemiş numuneler ise yaklaşık 5-6 mm yükseklikte ve 8mm çapta hazırlanmıştır. Üre eklenmemiş numunelerin yükseklik/çap oranı 1 olarak belirlenirken, üre eklenmiş numunelerde bu oran 0,75 olarak ayarlanmıştır. Üre eklenmiş numunelerin daha kısa boyutlandırılması, ürenin dağıtımını daha eşit hale getirmek için yapılmıştır. Üre eklenmiş numunelerde gözlemlenen en geniş gözenek boyutları 500-800 mikron arasındadır ve uygulanan 8 mm çap, gözenek boyutlarının hemen hemen on katıdır. Test edilecek numune sayısının iki ya da fazla olması önerilmektedir; bu çalışmada en az iki adet numune üretilerek basma testine tabi tutulmuştur.



Şekil 3.15. Test örneğinin şematik gösterimi (ISO Standart 13314'dan uyarlanmıştır)



Şekil 3.16. Gözenekli ve gözenekli metallerin sıkıştırma testinden elde edilen karakteristik değerleri belirlemek için kullanılan gerilim-gerinim eğrisi. 1.Yarı Elastik Eğim, 2. Elastik Eğim ve 3.İlk Maksimum Basma Mukavemeti (ISO 13314:2011)

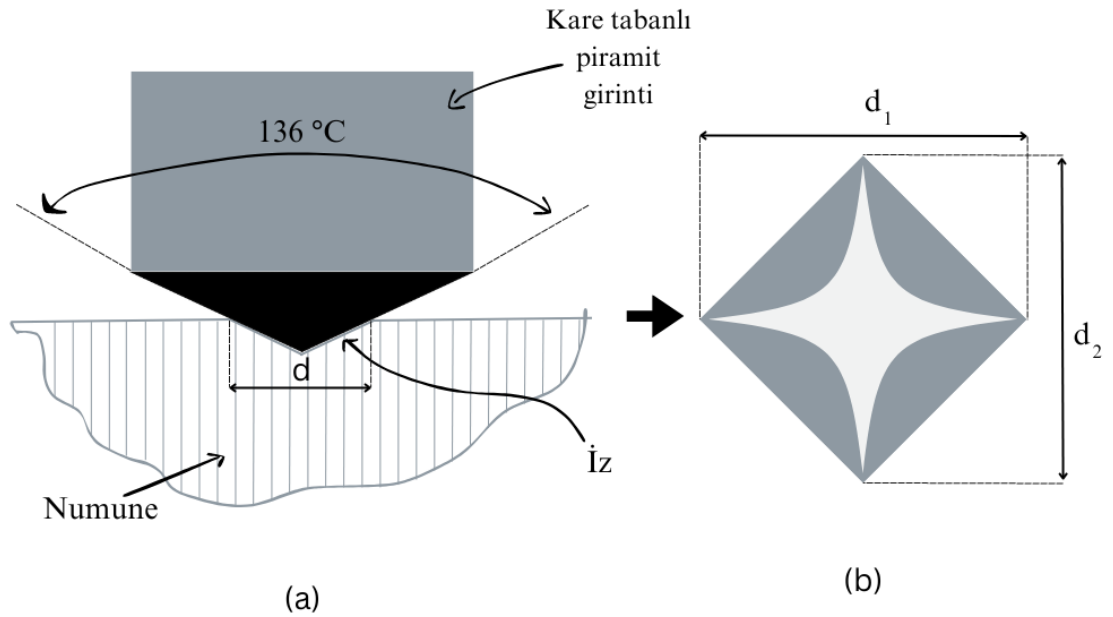
3.6.3. Mikrosertlik ölçümleri

Bu araştırmada, metalografi yöntemi ile hazırlık işleminden geçirilen numunelerin yüzey sertlikleri, 0,2 kg ağırlık altında ve 10 saniye süreyle uygulanan kuvvetle mikro Vickers yöntemiyle ölçülmüştür. 136 derecelik açığa sahip kare piramidal uç (bkz. Şekil 3.17) kullanılarak yapılan bu ölçümler, Şekil 3.18'de betimlenen cihazla gerçekleştirilmiştir.

Sertlik değerlerinin belirlenmesi için on farklı bölgeden alınan verilerin ortalaması alınmıştır. Numune, mikroskopik analiz için cihazın platformuna yerleştirildikten sonra, net bir görünüm için yukarı ve aşağı hareket ettirilmiştir. Daha sonra gözenek içermeyen bir alan seçilerek, sertlik testi için batıcı uç numunenin yüzeyine indirilmiştir. Belirlenen parametreler altında batma işlemi otomatik olarak gerçekleşmiş ve 10 saniye sonunda batıcı uç geri çekilmiştir. Sonuçta, batıcı ucun geometrisine uygun bir iz oluşmuş ve bu izin köşegenleri, mikroskop objektifindeki referans çizgiler arasında yerleştirilerek ölçülmüştür. Ölçülen değerler, Vickers sertlik değerine otomatik olarak denklem 3.3 kullanılarak dönüştürülüp kaydedilmiştir.

$$HV = 1,5844 F/d^2 \quad (3.3)$$

Burada d^2 iz alanını ifade ederken, F ise uygulanmış olan yükü temsil etmektedir. (Smith ve Sandland, 1922).



Şekil 3.17. Vickers sertlik test cihazı işleminde a) Batıcı piramidal ucun numune içine girişi ve b) Numunenin yüzeyinde meydana gelen eşkenar dörtgen biçimindeki iz (anonim 1* kaynaktan esinlenilerek düzenlenmiştir)



Şekil 3.18. Vickers mikrosertlik cihazı (THV-1DTe Micro Vickers Hardness Tester)

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu bölümde, soğuk sıkıştırma basıncının ve sinterleme sıcaklığının mekanik özellikler üzerindeki etkilerini inceleyen deneyler gerçekleştirilmiştir. Deneylerde Fe+Al alaşımı kullanılarak çeşitli soğuk pres basınçları uygulanmış ve ardından bu numuneler iki farklı sıcaklıkta (750 °C ve 1050 °C) sinterlenmiştir.

Bölüm 4.1.'de soğuk sıkıştırma basıncının etkisinin incelendiği deneylerde, Fe+Al alaşımı kullanılarak 25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa basınç değerlerinde soğuk presleme yapılmıştır. Bu işlemler sonucunda elde edilen ham parçalar, hacim yanma sentezi (HYS) işlemine tabi tutularak 750 °C ve 1050 °C sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Üretilen numunelerin makro ve mikro yapıları incelenerek mekanik teste tabi tutulmuştur.

Bölüm 4.2.'de farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilen numunelerin mekanik özellikleri karşılaştırılmıştır. Elde edilen verilere göre, sinterleme sıcaklığının 1050 °C'ye yükseltilmesi, 750 °C'ye kıyasla malzemenin basma gerilmesi dayanımını ve sertliğini önemli ölçüde arttırmıştır. Örneğin, 100 MPa basınç altında üretilen ve 1050 °C'de sinterlenen FeAl numunesinin mikrosertlik değeri 93,07 HV0.2 olarak ölçülmüştür. Bu değer, 750 °C'de sinterlenen numune için 70,79 HV0.2'dir. Bu bulgular, daha yüksek sinterleme sıcaklıklarının malzeme dayanımını ve sertliğini artırdığını göstermektedir.

Bölüm 4.3.'de Gözenekli FeAl malzemeler, HYS ve üre partikülleri kullanılarak üretilmiştir. Üre partikülleri, %20, %40 ve %60 hacim oranlarında ve üç farklı boyut aralığında (150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm) FeAl yapısına entegre edilmiştir. Gözenekli FeAl yapısının oluşumu üzerine detaylı çalışmalar bulunmasına rağmen, üre partiküllerinin boşluk tutucu olarak kullanıldığı bir çalışmaya literatürde rastlanmamıştır.

Bölüm 4.4.'de Gözenek boyutu ve oranı ile dayanım arasındaki sayısal ilişkiler incelenmiş; bu amaçla Gibson-Ashby, Bal'shin, Hall-Petch, ve Bhattacharjee denklemleri kullanılmıştır.

4.1. Soğuk Sıkıştırma Basıncının Etkisinin İncelendiği Deneyler

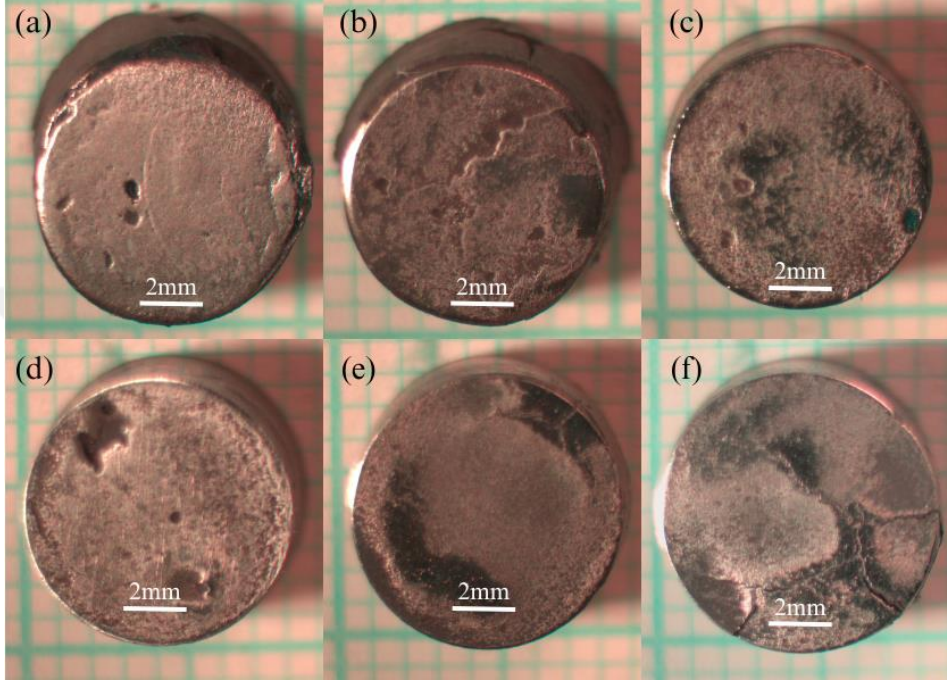
Bu bölüm, ham parçaların soğuk presleme yöntemiyle üretimi sırasında basıncın etkilerini araştırmak üzere tasarlanmış deneyleri içermektedir. Deneylerde Fe+Al alaşımı kullanılarak, 25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa değerlerinde soğuk pres basınçları uygulanmıştır. Bu işlem sonucunda çeşitli ham parçalar elde edilmiştir. HYS işlemine tabi tutulan bu parçalara, 750 °C ve 1050 °C olmak üzere iki farklı sıcaklık değeri uygulanmıştır.

4.1.1. 750 °C'de hacim yanma sentezi ile üretilen numuneler

Soğuk presleme ve toz metalurjisi yöntemleri kullanılarak üretilen parçalara HYS uygulanmış, böylece gözenekli FeAl parçaları elde edilmiş ve karakterize edilmiştir. Bu bölümdeki deneylerde boşluk oluşturu kullanılmamıştır ve 750 °C'de üretilmiş numunelerin basınca göre kıyaslaması incelenmiştir. Ancak, sonraki bölümde BO kullanılarak yapılan deneyler ve sıcaklığın etkisi ele alınacaktır.

4.1.1.1. Makroyapı

25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa soğuk pres basıncı uygulanarak ve 750 °C sıcaklıkta sinterlenmiş parçaların stereo mikroskopla elde edilmiş olan makro görüntüleri Şekil 4.1’de sunulmaktadır. Gözeneklerin genelde homojen şekilde dağıldığı ve artan soğuk pres basıncı miktarı ile gözenek oranının azaldığı belirlenmiştir. Tüm sistemlerdeki parçaların şekillerini koruduğu görülmektedir.



Şekil 4.1. Farklı soğuk pres basıncıyla üretilmiş ve 750 °C’de sinterlenmiş numunelerin makroyapı görüntüleri; **a)** 25 MPa; **b)** 50 MPa; **c)** 100 MPa; **d)** 200 MPa; **e)** 300 MPa; **f)** 400 MPa

Fe+Al karışımından oluşturulan ham parçaların, 25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa gibi çeşitli basınçlarda 750 °C sıcaklıkta sinterlenmesi sonucu elde edilen bulgular, Çizelge 4.1’de detaylı olarak sunulmuştur.

Çizelge 4.1. FeAl’in farklı basınçlarda (25 MPa, 50 MPa, 100 MPa, 200 MPa, 300 MPa ve 400 MPa) üretilmiş ve 750 °C’de sinterlenmiş gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

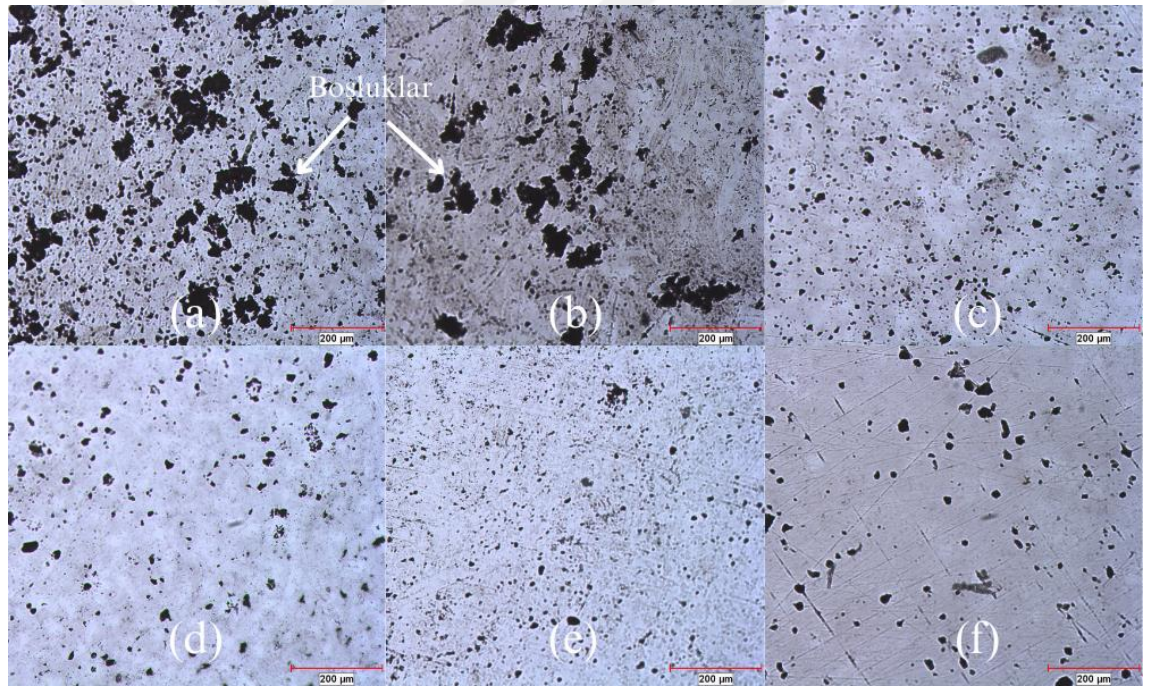
Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
25MPa 750 32/62	45,31	2,45	1,04	0,98	-1,24	0,15	54,04	2,46
50MPa 750 33/63	40,79	1,80	2,19	1,17	-0,70	0,42	51,41	1,25
100MPa 750 34/64	33,19	0,40	3,43	1,57	-1,01	0,29	45,50	1,56
200MPa 750 35/65	24,78	0,15	5,44	0,28	-0,78	0,12	40,23	0,27
300MPa 750 36/66	18,12	0,06	3,82	1,54	0,69	0,18	35,79	0,92
400MPa 750 37/67	14,00	0,04	5,11	2,19	1,20	1,94	34,16	4,17

Çeşitli soğuk pres basınçları uygulanarak elde edilen parçaların boyut değişiklikleri üzerine yapılan incelemede, bütün sistemlerde boyutlardaki değişim oranının %5,5 ve çapdaki değişim oranının %1,3 altında kaldığı tespit edilmiştir. Bu maksimum boyut değişim değerleri, 200 MPa basınçla preslenen parçalarda gözlemlenmiştir.

Ayrıca, basınç artışı ile gözeneklilik oranının azaldığı gözlemlenmiştir. Deneylerde, gözeneklilik oranlarının ve numunelerin benzer değerler vermesi, 100 MPa soğuk presleme basıncının kullanılmasının sebeplerinden biri olarak belirlenmiştir.

4.1.1.2. Mikroyapı

25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa basınçla soğuk preslenmiş ve 750 °C'de HYS işlemine alınmış parçaların mikroyapı görüntüleri Şekil 4.2 (a), (b), (c), (d), (e) ve (f)'de sırasıyla sunulmaktadır. Artan basınçla beraber malzeme içerisinde ki boşlukların azaldığı net bir biçimde görülebilir. Çizelge 4.1'de görüldüğü gibi, artan soğuk pres basıncı ile gözenek oranı azalmaktadır. Artan soğuk presleme basıncı ile, mikroyapıdaki gözenek oranının azaldığı 300 MPa değerine kadar, görsel incelemeler ile teyit edilmiştir.



Şekil 4.2. Farklı basınçlar altında üretilen 750 °C'de HYS işlemine alınmış FeAl numunelerinin mikroyapıları; **a)** 25 MPa, **b)** 50 MPa; **c)** 100 MPa; **d)** 200 MPa; **e)** 300 MPa ve **f)** 400 MPa (100x büyütme)

4.1.1.3. Mekanik testler

Çizelge 4.2, farklı basınçlar altında üretilen FeAl parçalarının basma gerilmesi dayanımı ve mikrosertlik değerlerini sunmaktadır. Şekil 4.3'de görülebileceği üzere üretilen parçaların dayanım değerlerinin, uygulanan basıncın artışıyla birlikte arttığı

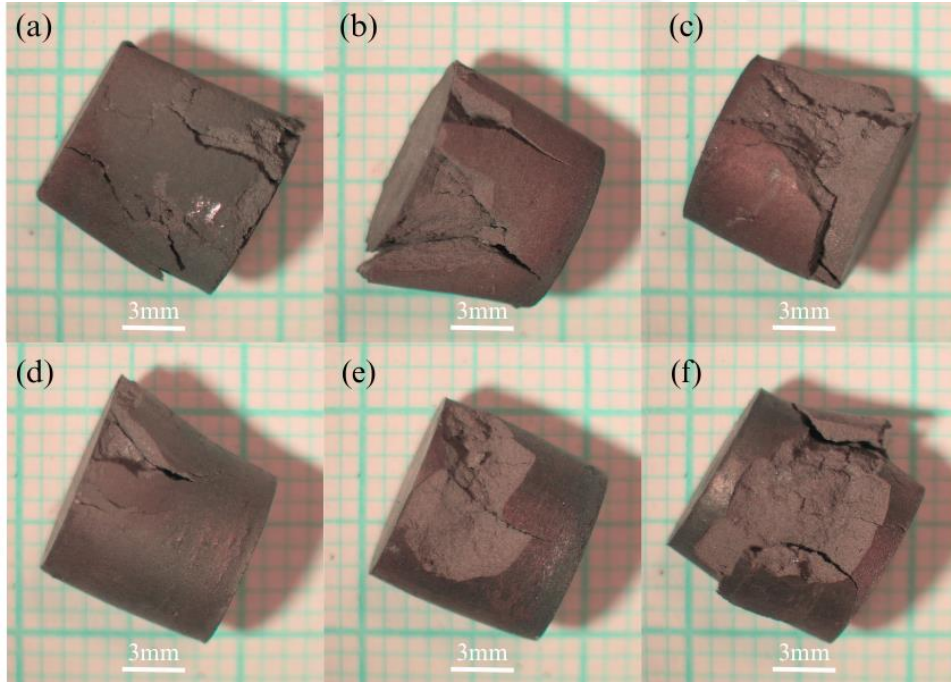
gözlemlenmiştir. Bu durumun, Çizelge 4.1’de gösterilen, gözenek oranındaki azalmadan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çizelge 4.2. Farklı basınçlar altında üretilmiş 750 °C’de HYS işlemine alınmış gözenekli FeAl parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri

Numune Kodu	Dayanım (MPa)	SS (MPa)	Mikrosertlik ($HV_{0,2}$)	SS (MPa)
25MPa 750 32/62	131,4	55	-	-
50MPa 750 33/63	181,8	24,7	-	-
100MPa 750 34/64	303,7	29,4	70,79	4,21
200MPa 750 35/65	467,5	84,8	-	-
300MPa 750 36/66	648,7	19,4	-	-
400MPa 750 37/67	651,4	121,9	-	-

100 MPa basınç altında üretilmiş 750 °C’de HYS işlemine alınmış olan FeAl numunesinin mikrosertlik değeri 70,79 HV0.2 olarak ölçülmüştür.

Şekil 4.3. Farklı basınçlarda (25, 50, 100, 200, 300, 400 MPa) soğuk preslenmiş ve 750 C° sıcaklıkta HYS uygulanmış numunelerin dayanım değerleri



Şekil 4.4. Farklı soğuk pres basıncıyla üretilmiş ve 750 °C’de sinterlenmiş numunelerin basma testi sonrası görüntüleri; **a)** 25 MPa; **b)** 50 MPa; **c)** 100 MPa; **d)** 200 MPa; **e)** 300 MPa; **f)** 400 MPa

4.1.2. 1050 °C’de hacim yanma sentezi ile üretilen numuneler

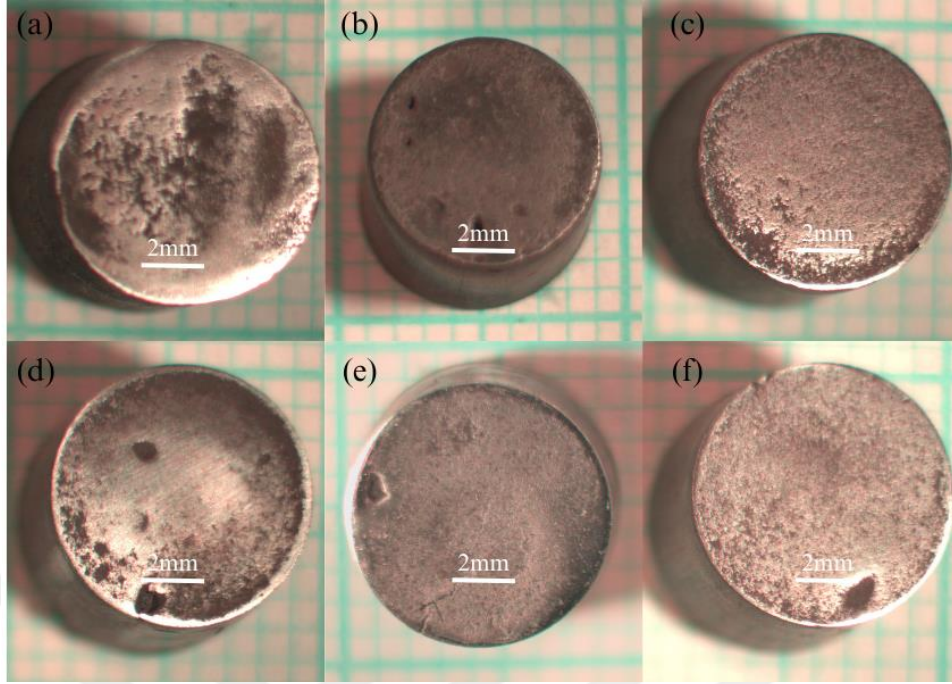
Bölüm 4.1’de farklı soğuk pres basınçları altında üretilmiş ve 750 °C’de sinterlenmiş numuneler incelenmiştir. Bu bölümde ise aynı şekilde üretilmiş numunelerin 1050 °C’de sinterlenmesinin etkileri incelenmiştir.

Gao ve arkadaşları (2015), reaktif sentez metodu ile 60-360 MPa aralığında farklı basınçlar uygulayarak FeAl intermetalliğini başarıyla üretmişlerdir. Bu çalışmada, gözenekli FeAl intermetalik malzemelerin, uygulanan basınç miktarına bağlı olarak nasıl etkilendiği araştırılmıştır. Üretim sürecinde, bu parçalar 1200 °C’de 60 dakika süreyle sinterlenmiştir. Fe ve Al arasındaki Kirkendall etkisi göz önünde bulundurulduğunda, Al atomlarının Fe atomlarına göre daha hızlı difüze olması, Al yönünde bir dizi gözenek oluşumuna yol açmıştır. Bunun yanı sıra, saf Al’in Fe’ye göre daha düşük basma gerilmesi dayanımı nedeniyle, Al parçacıkları plastik deformasyona maruz kalmış ve Fe parçacıklarının çevresinde değişken şekiller almıştır. Araştırma sonucunda, basınç 60 MPa’dan 360 MPa’ya çıkarıldıkça, gözenek boyutlarının %33,7 oranında küçüldüğü tespit edilmiştir. Ayrıca, yüksek basıncın, parçacıklar arası gözeneklerin boyutunu ve elementlerin difüzyon mesafesini azaltarak, katı-sıvı reaksiyonlarının dinamiklerini değiştirebileceği belirtilmiştir. Sonuç olarak, reaktif sentez yöntemiyle üretilen gözenekli FeAl intermetalik malzemelerde, basınç artışıyla birlikte açık gözeneklilik, maksimum gözenek boyutu ve malzemenin geçirgenliği azaltılabilir.

Gülsoy ve German (2008) ile Dessai ve arkadaşları (2013) tarafından yapılan çalışmalarda, gözenekli malzeme üretiminde artan basınç miktarının, gözenekliliği ve gözenek boyutunu azalttığı belirtilmiştir. Bu çalışmada, 25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa basınçlar altında üretilen numuneler üzerinde yapılan incelemeler sonucunda, 400 MPa basınçla üretilen numunelerin gözenekliliğinin, 25 MPa ile üretilen numunelere göre daha az olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, 50 MPa ve 100 MPa basınç altında üretilen numuneler karşılaştırıldığında, 100 MPa ile üretilen numunelerin gözenekliliği, 50 MPa ile üretilenlere göre daha düşük bulunmuştur. Malzeme üretiminde uygulanan basıncın gözenekliliği etkileyerek malzemenin dayanımına da etki ettiği görülmüştür. Şekil 4.3’de belirtildiği üzere, 400 MPa ile üretilen parçanın dayanımı en yüksek olmuştur. Bu çalışmanın odak noktası gözenekli demir alüminit malzemelerin üretimi olduğundan, parçaların boyut ve çap değişimleri önem taşımaktadır. 200 MPa basınç altında üretilen numunenin basma dayanımı ile benzer sonuçlar verdiği için, malzeme üretiminde optimum basınç olarak 100 MPa’nın seçilmesi uygun görülmüştür.

4.1.2.1. Makroyapı

Şekil 4.5, 25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa gibi farklı soğuk pres basınçları altında üretilip 1050 °C’de sinterlenen parçaların stereo mikroskop kullanılarak elde edilen makro görüntülerini göstermektedir. Bölüm 4.1.1’de gösterilen 750 °C’de sinterlenen numunelerdeki gibi, bu numunelerde de gözeneklerin homojen bir dağılım gösterdiği ve soğuk pres basıncının artmasıyla birlikte gözenek oranının azaldığı belirlenmiştir. İncelenen tüm örneklerde, parçaların orijinal şekillerini koruduğu da dikkat çekmektedir.



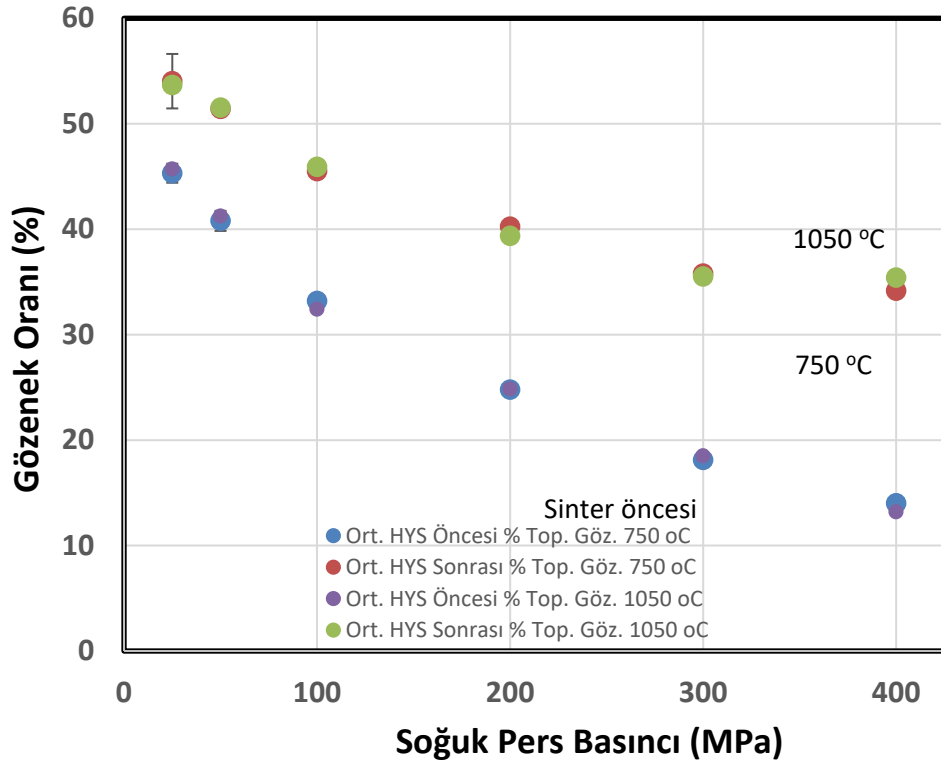
Şekil 4.5. Farklı soğuk pres basıncıyla üretilmiş ve 1050 °C’de sinterlenmiş numunelerin makroyapı görüntüleri; **a)** 25 MPa; **b)** 50 MPa; **c)** 100 MPa; **d)** 200 MPa; **e)** 300 MPa; **f)** 400 MPa

Fe+Al karışımından oluşturulan ham parçaların, 25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa gibi çeşitli basınçlarda 1050 °C sıcaklıkta sinterlenmesi sonucu elde edilen bulgular, Çizelge 4.3’te detaylı olarak sunulmuştur.

Çizelge 4.3. FeAl’ın farklı basınçlarda (25 MPa, 50 MPa, 100MPa, 200MPa, 300 MPa ve 400 MPa) üretilmiş ve 1050 °C’de sinterlenmiş gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
25MPa 1050 38/68	45,70	0,19	0,55	1,33	-1,23	1,19	53,67	0,37
50MPa 1050 39/69	41,24	0,31	1,86	0,61	-0,22	1,51	51,53	0,87
100MPa 1050 40/70	32,40	0,52	3,16	0,23	0,50	0,18	45,91	0,65
200MPa 1050 41/71	24,84	0,03	2,36	1,06	0,41	0,39	39,37	1,06
300MPa 1050 42/72	18,50	0,11	3,10	0,23	0,85	0,61	35,52	0,89
400MPa 1050 43/73	13,18	0,41	5,73	0,96	2,38	1,65	35,40	2,58

Çizelge 4.3, çeşitli soğuk pres basınçları altında 1050 °C’de sinterlenerek üretilen FeAl numunelerin HYS öncesi ve sonrası gözeneklilik oranlarını, boy ve çap değişimlerini içermektedir. Bu değerler, Çizelge 4.1’de bulunan ve 750 °C’de sinterlenmiş aynı numunelerle karşılaştırıldığında, gözeneklilik oranları, hacim ve çap değişimlerinin benzer olduğu görülmektedir.



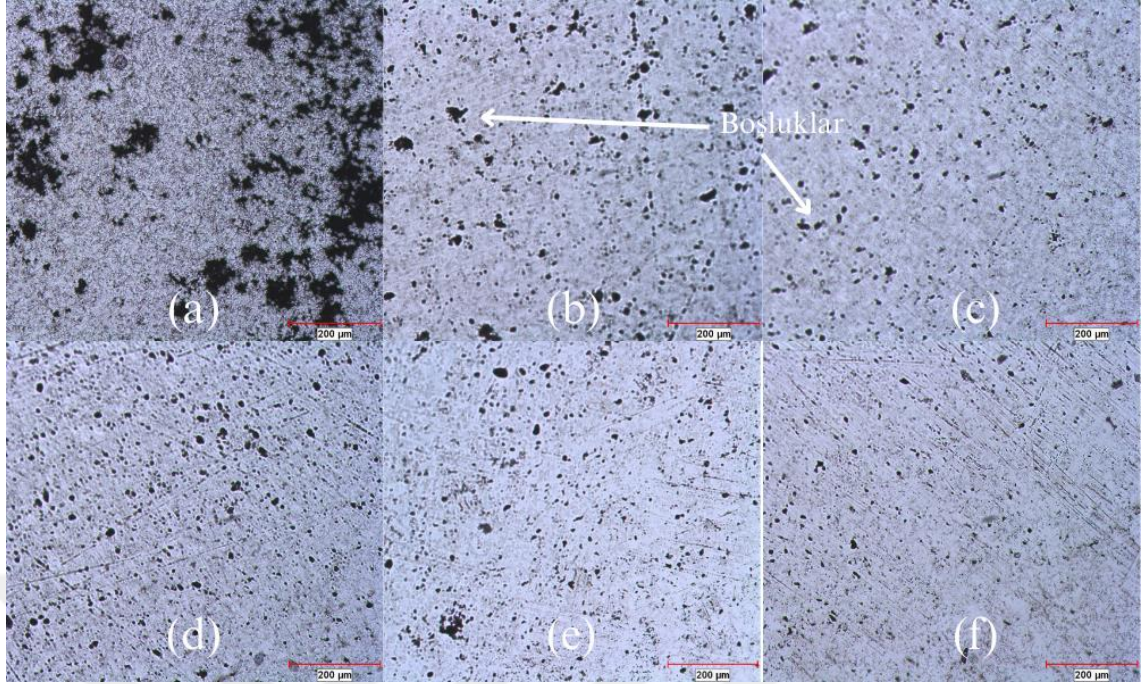
Şekil 4.6. Farklı sıcaklıklarda (750 °C ve 1050 °C) sinterleme öncesi ve sonrası gözenek oranlarının kıyaslaması

4.1.2.2. Mikroyapı

25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa basınçla soğuk preslenmiş ve 1050 °C'de HYS işlemine alınmış parçaların mikroyapı görüntüleri Şekil 4.7'de (a), (b), (c), (d), (e) ve (f)'de sırasıyla sunulmaktadır. Basınç arttıkça gözenekliliğin azaldığı net bir şekilde görülebilir.

Bu bulgular, Bölüm 2.2.2.5'te bulunan Gao ve arkadaşlarının "Presleme Basıncının Gözeneklere Etkisi" bölümünde açıklandığı üzere, daha yüksek presleme basıncının daha küçük gözenek boyutuna ve daha eşit gözenek dağılımına yol açtığını göstermektedir. Bu durum, daha yüksek presleme basıncının toz partiküllerinin daha sıkı paketlenmesine ve dolayısıyla gözenek oluşumunun azalmasına neden olmasıyla açıklanabilir.

Daha yüksek presleme basıncı uygulandığında, partiküller arasındaki boşluklar daha fazla sıkışır ve bu da mikroyapıda daha az gözenek bırakır. Bu sıkı paketlenme, gözeneklerin boyutunu küçültür ve dağılımını daha eşit hale getirir, böylece malzemenin mekanik özelliklerini iyileştirir. Bu nedenle, yüksek basınç uygulaması, malzemenin yoğunluğunu artırarak daha dayanıklı ve sağlam bir yapı elde edilmesini sağlar. Gao ve arkadaşlarının çalışmasında da vurgulandığı gibi, presleme basıncı gözeneklerin kontrolünde kritik bir faktördür ve bu, malzeme mühendisliği alanında önem arz eden bir konudur.



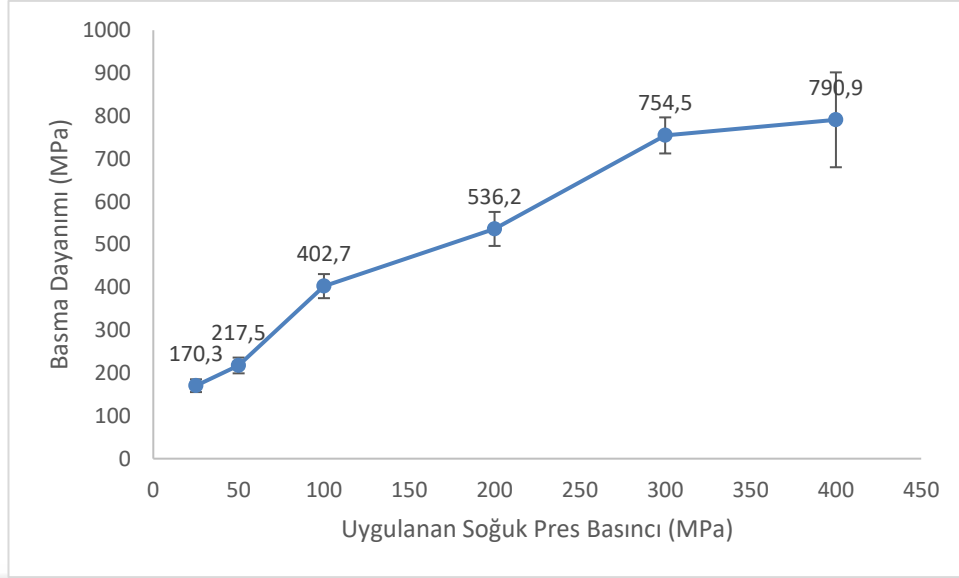
Şekil 4.7. Farklı basınçlar altında üretilen 1050 °C'de HYS işlemine alınmış FeAl numunelerinin mikroyapıları; **a)** 25 MPa; **b)** 50 MPa; **c)** 100 MPa; **d)** 200 MPa; **e)** 300 MPa ve **f)** 400 MPa (100x büyütme)

4.1.2.3. Mekanik testler

Çizelge 4.4, farklı basınçlar altında üretilen FeAl parçalarının basma gerilmesi dayanımı ve mikrosertlik değerlerini sunmaktadır. Üretilen parçaların dayanım değerlerinin, uygulanan basıncın artışıyla birlikte arttığı gözlemlenmiştir. Şekil 4.8'de bu bulgular grafik haline getirilmiştir. Bu değer, 750 °C'de sinterlenen FeAl numunesi için 70,79 HV_{0.2}'dir. Bu bulgular, sinterleme sıcaklığının artmasının, malzemenin dayanımını ve sertliğini arttırdığını göstermektedir.

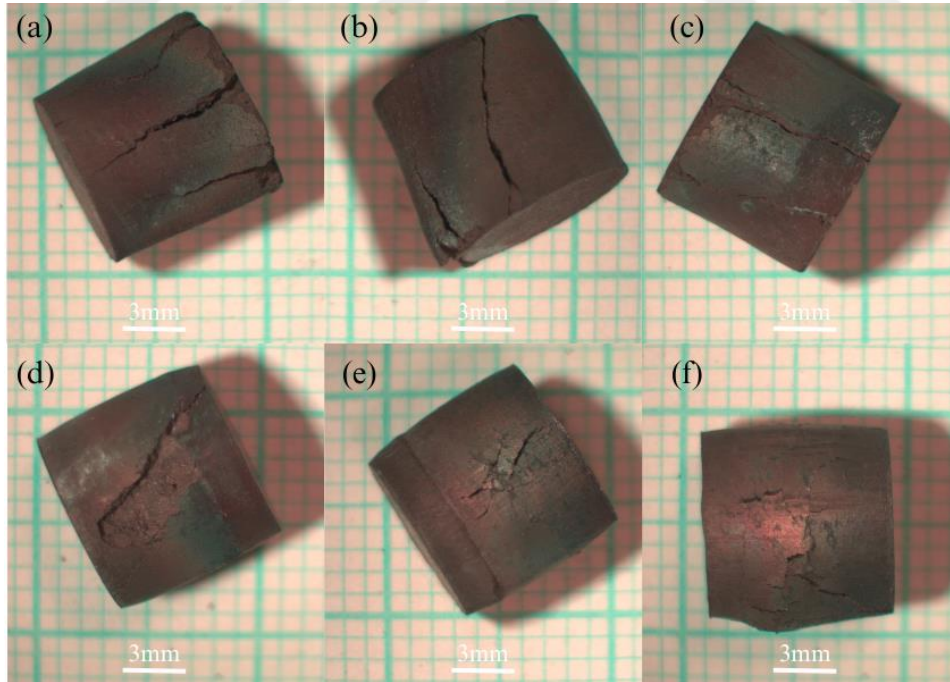
Çizelge 4.4. Farklı basınçlar altında üretilmiş 1050 °C'de HYS işlemine alınmış gözenekli FeAl parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri

Numune Kodu	Dayanım (MPa)	SS (MPa)	Mikrosertlik (HV _{0.2})	SS (MPa)
25MPa 1050 38/68	170,3	14,9	-	-
50MPa 1050 39/69	217,5	18,4	-	-
100MPa 1050 40/70	402,7	28,1	93,07	3,51
200MPa 1050 41/71	536,2	39,7	-	-
300MPa 1050 42/72	754,5	42,1	-	-
400MPa 1050 43/73	790,9	110,7	-	-



Şekil 4.8. Farklı basınçlarda (25, 50, 100, 200, 300, 400 MPa) soğuk preslenmiş ve 1050 C° sıcaklıkta HYS uygulanmış numunelerin dayanım değerleri

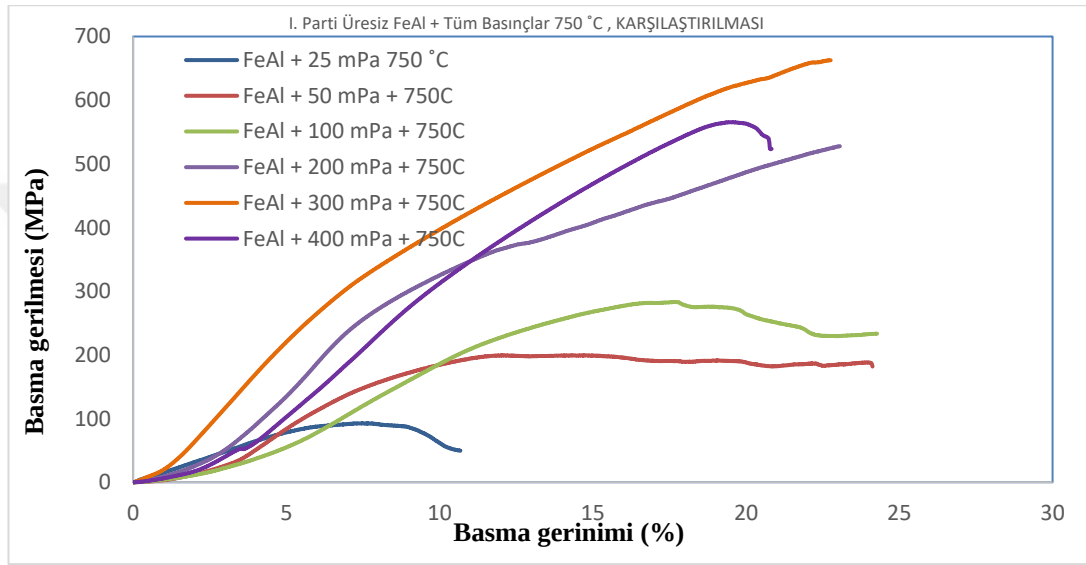
Şekil 4.9’da Farklı soğuk pres basıncıyla üretilmiş ve 1050 °C’de sinterlenmiş numunelerin basma testi sonrası görüntüleri verilmiştir. Numuneler intermetalik olduğu için gevrek kırılma göstermiştir.



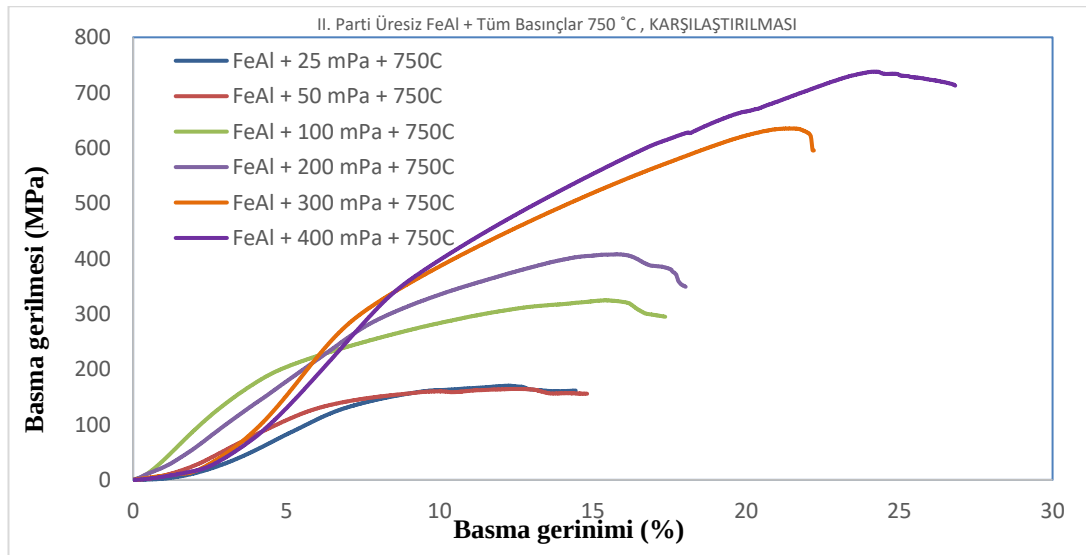
Şekil 4.9. Farklı soğuk pres basıncıyla üretilmiş ve 1050 °C’de sinterlenmiş numunelerin basma testi sonrası görüntüleri; **a)** 25 MPa; **b)** 50 MPa; **c)** 100 MPa; **d)** 200 MPa; **e)** 300 MPa; **f)** 400 MPa

4.2. Soğuk Sıkıştırma Basıncının Etkisinin İncelendiği 750 °C ve 1050 °C’de Hacim Yanma Sentezi İle Üretilen Numunelerin Mekanik Özelliklerinin Karşılaştırması

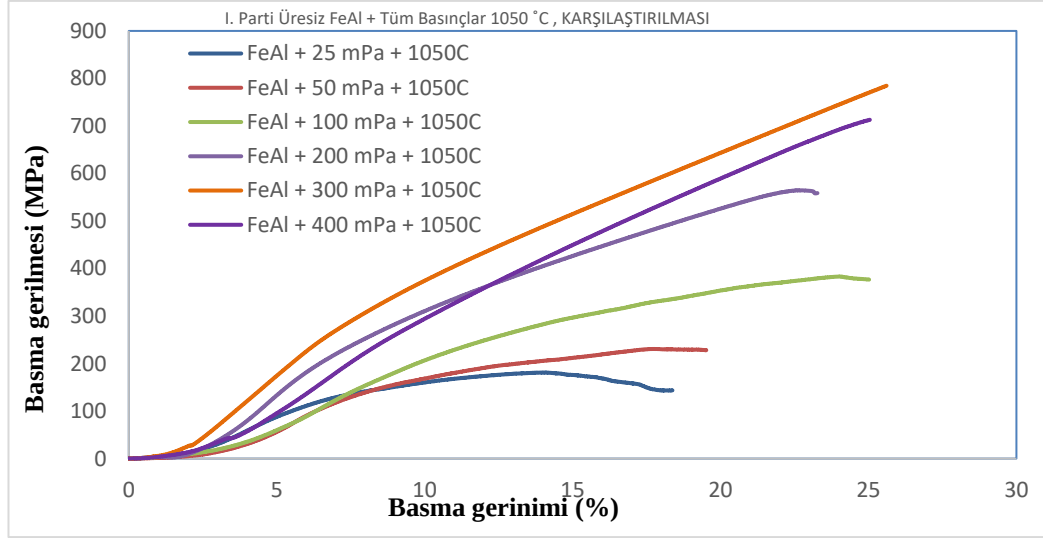
Şekil 4.10’da altı farklı basınç ve iki farklı sıcaklık altında üretilen iki parti numuneler için basma testi sonrası karşılaştırmaları verilmiştir. Buna göre basıncın artmasıyla dayanımın arttığı net bir şekilde görülebilir. En iyi dayanımı 300 ve 400 MPa ile üretilen numuneler verirken. En kötü dayanım değeri 25 MPa basınç ile üretilen numunelerde görülmüştür. Bunun sebebi literatürle paralel olarak bölüm 2.2.2.5’de açıklandığı üzere basıncın arttıkça gözeneklilik miktarının azalmasıyla açıklanabilir.



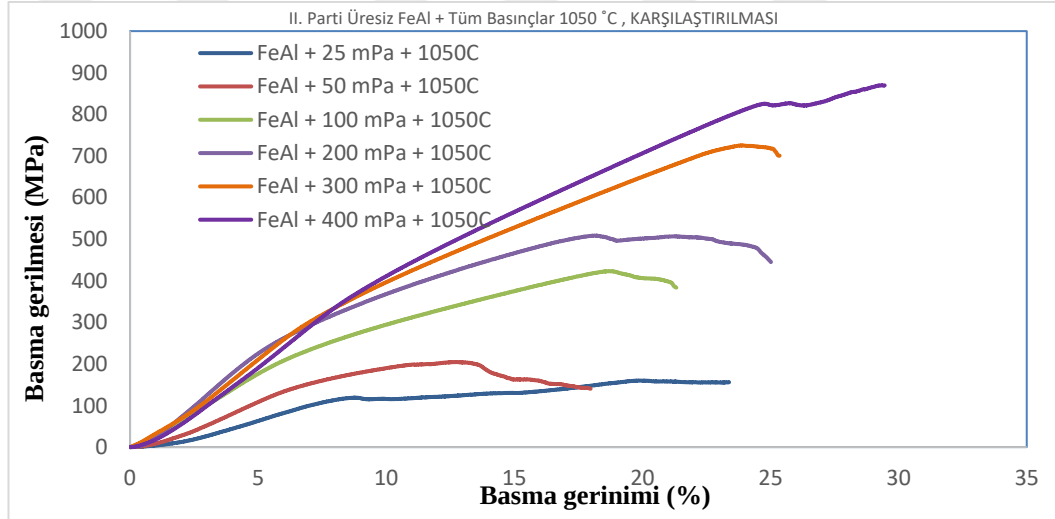
(a)



(b)



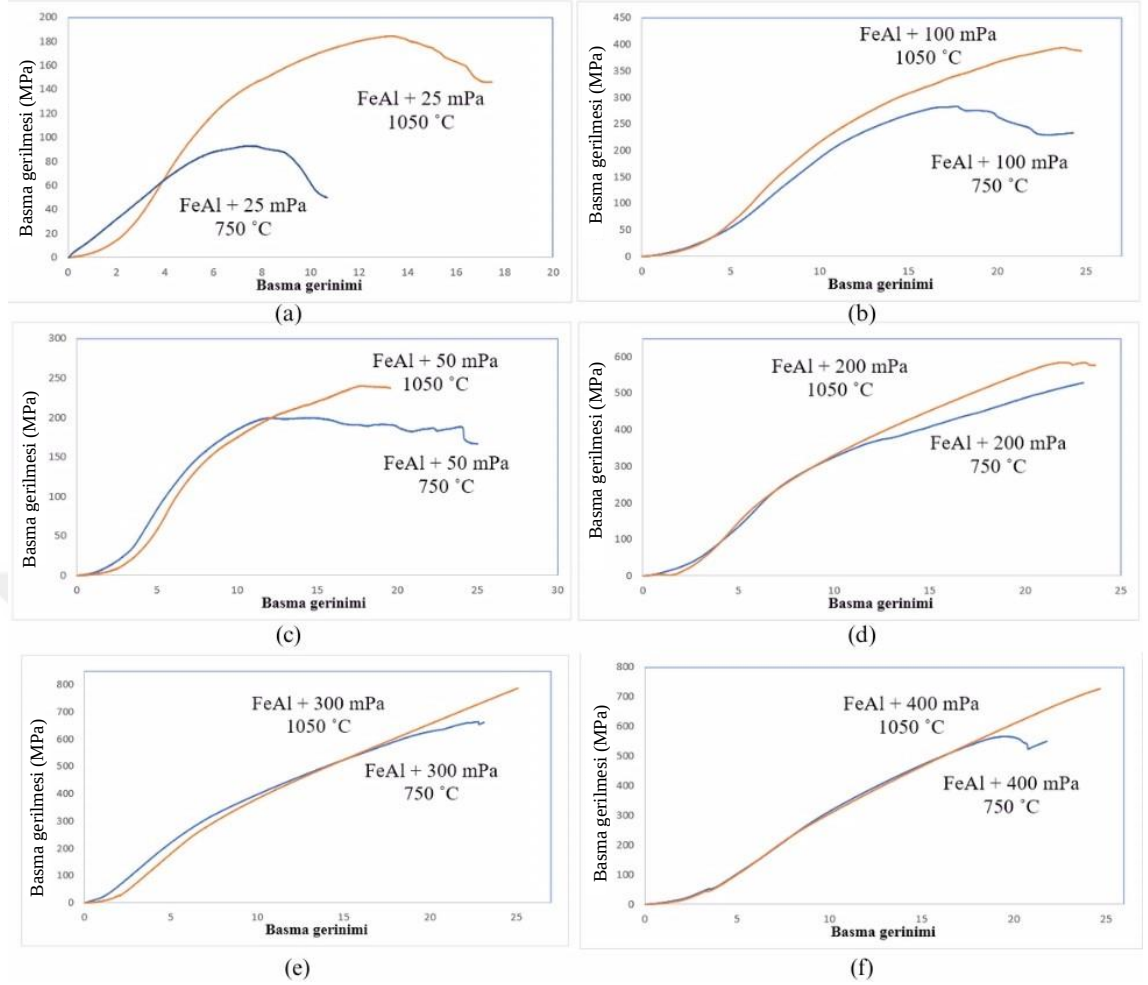
(c)



(d)

Şekil 4.10. Çeşitli basınçlar altında (25,50,100,200,300,400 MPa) ve iki farklı HYS sıcaklığında (750°C ve 1050 °C) üretilen gözenekli FeAl numunelerin; **a)** I. Parti 750°C; **b)** II. Parti 750°C; **c)** I. Parti 1050°C; **d)** II. Parti 1050°C Basınç gerilmesi/Basma gerinimi karşılaştırması

Şekil 4.11'de, aynı basınçlar altında ancak farklı sıcaklıklarda üretilen numuneler karşılaştırılmıştır. 1050 °C'de HYS işlemine alınan numuneler, her zaman 750 °C'de HYS işlemine alınanlara göre daha iyi dayanım göstermiştir. Bunun nedeni, literatürde Gao ve arkadaşlarının 2009 yılında yaptığı çalışmada da belirtildiği gibi, 750 °C'de HYS işlemine alınan numunelerde Fe₂Al₅ ve FeAl fazlarının birlikte oluşurken, 1050 °C'de HYS işlemine alınan numunelerde tek faz FeAl oluşmasıyla açıklanabilir (Şekil 2.7'de görülebileceği gibi).



Şekil 4.11. Çeşitli basınçlar altında soğuk preslenmiş numunelerin farklı sinterleme sıcaklıklarına göre basınç gerilmesi (MPa) / basma gerinimi (%) kıyaslamaları; **a)** 25 MPa, 750°C ve 1050°C; **b)** 100 MPa, 750°C ve 1050°C; **c)** 50 MPa, 750°C ve 1050°C **d)** 200 MPa, 750°C ve 1050°C; **e)** 300 MPa, 750°C ve 1050°C; **f)** 400 MPa, 750°C ve 1050°C

4.3.Üre Boşluk Oluşturucu ile Yapılan Deneyler

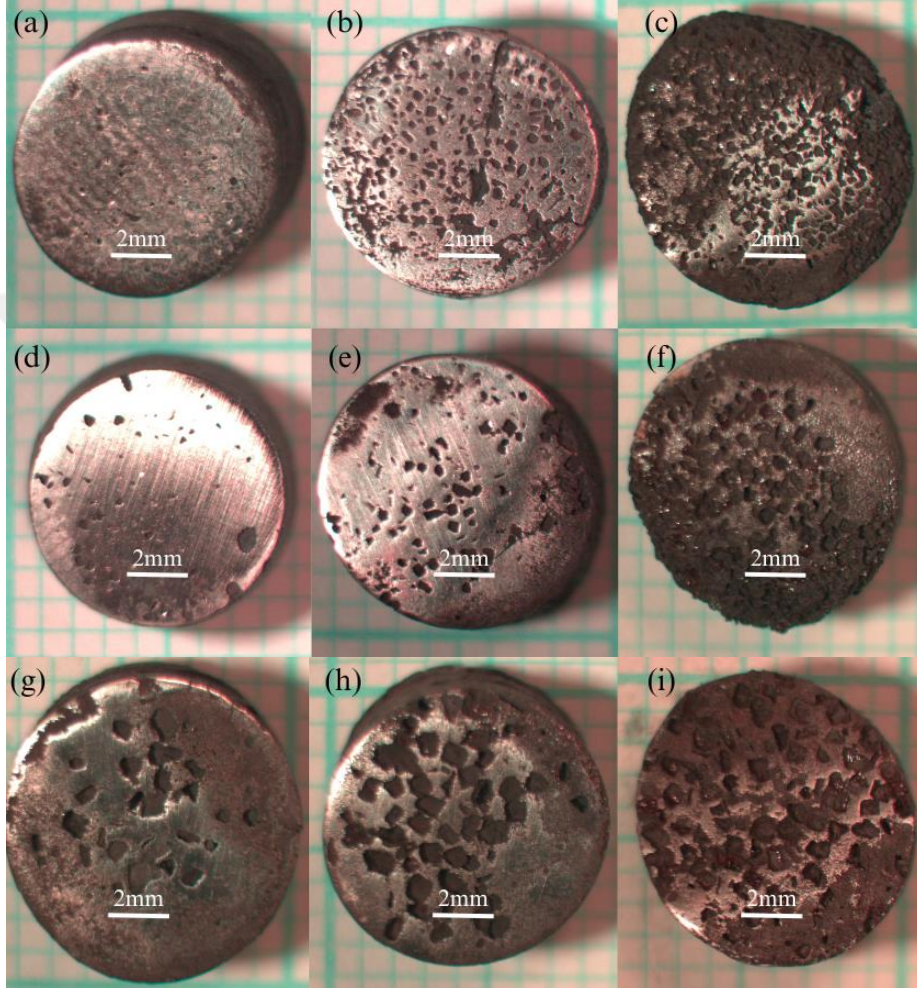
Bu araştırmada, gözenekli demir-alüminyum (FeAl) malzemeler, hidrotermal sentez (HYS) metodu ve boşluk tutucu olarak kullanılan üre partikülleriyle üretilmiştir. Üre partikülleri, FeAl yapısında %20, %40, ve %60 hacim oranlarında ve üç farklı boyut aralığında (150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm) entegre edilmiştir. Bu gözenekli FeAl malzemeleri, özellikle yüksek sıcaklıklarda filtreleme ve ayrıştırma işlemleri için uygun özelliklere sahiptir.

Gözenekli intermetalik yapılar, istenen özelliklerin bir arada sunulması nedeniyle yoğun ilgi görmektedir. Bu malzemelerin gözenek boyutu, miktarı ve diğer fiziksel özelliklerinin ilişkisi, bu alanın ilerlemesi için önemlidir. Mevcut literatürde, gözenekli FeAl yapısının oluşumu üzerine detaylı çalışmalar bulunmasına karşın boşluk tutucu olarak ürenin kullanıldığı bir çalışmaya rastlanmamıştır.

4.3.1. 750 °C’de hacim yanma sentezi ile üretilen numuneler

4.3.1.1. Makroyapı

Şekil 4.12’de üre katkılı 750 °c de hacim yanma sentezi ile üretilen numunelerin makro yapıları verilmiştir. Numuneler şekillerini korumuştur, ürenin bıraktığı boşluklar net bir şekilde numune üzerinde gözlemlenebilir.



Şekil 4.12. Üreli FeAl, 750 °C’de HYS alınmış numunelerin makroyapıları; **a)** %20 üre 150-300 µm; **b)** %40 üre 150-300 µm; **c)** %60 üre 150-300 µm; **d)** %20 üre 300-500 µm; **e)** %40 üre 300-500 µm; **f)** %60 üre 300-500 µm; **g)** %20 üre 500-800 µm; **h)** %40 üre 500-800 µm; **i)** %60 üre 500-800 µm

Fe+Al alaşımına, üre ve FeAl kullanılarak %20, %40, ve %60 oranlarında hazırlanan numunelerin, HYS işlemi öncesi ve sonrasındaki gözeneklilik oranları, ve HYS'den sonra ölçülen boyut ve çap değişimleri Çizelge 4.5’de detaylandırılmıştır.

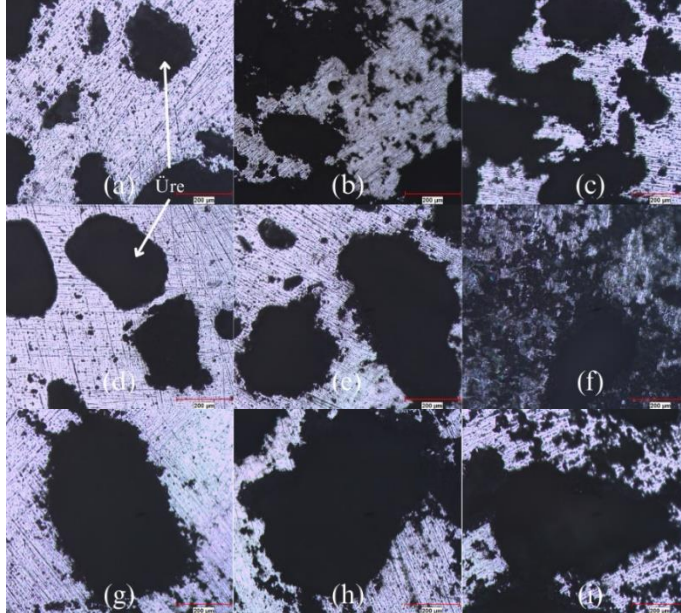
Şekil 4.13’te, üreli FeAl numunelerinin 750 °C’de HYS alınmış mikroyapıları gösterilmektedir. Mikroyapıda artan üre boyutu net bir şekilde gözlemlenebilmektedir.

Çizelge 4.5. Farklı boyutlarda üre katılmış FeAl'ın 100 MPa basınç altında 750 °C sıcaklıkta sinterlenmesiyle elde edilmiş gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek, ÖGB: Ölçülen Ortalama Gözenek Boyutu)

Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)	ÖGB (µm)	SS (µm)
%20U 1,5-3 750 44/53	42,53	0,79	8,68	3,55	4,91	4,41	57,30	6,91	240	40
%20U 3-5 750 47/56	42,50	0,87	11,50	0,33	4,29	1,39	50,39	0,44	412	79
%20U 5-8 750 50/59	44,26	0,73	9,61	4,18	5,04	0,10	55,26	2,71	685	136
%40U 1,5-3 750 45/54	54,11	0,65	8,61	2,27	4,82	0,60	58,13	1,97	254	41
%40U 3-5 750 48/57	53,43	1,78	8,84	1,38	4,95	1,50	61,91	1,94	424	84
%40U 5-8 750 51/60	54,34	1,74	12,99	2,85	5,10	0,91	62,70	0,90	645	160
%60U 1,5-3 750 46/55	66,44	1,02	8,65	0,05	2,47	0,24	67,65	0,75	258	38
%60U 3-5 750 49/58	66,58	3,71	8,08	0,78	4,48	0,45	72,41	3,06	446	88
%60U 5-8 750 52/61	67,35	3,98	8,94	1,98	3,15	2,43	71,64	1,38	662	136

4.3.1.2. Mikroyapı

Şekil 4.13'te üreli FeAl, 750 °C'de HYS alınmış numunelerin mikroyapıları verilmiştir. Mikroyapı içerisinde artan üre boyut ve oranı net bir şekilde gözlemlenmiştir.



Şekil 4.13. Üreli FeAl, 750 °C'de HYS alınmış numunelerin mikroyapıları; **a)** %20 üre 150-300 µm; **b)** %40 üre 150-300 µm; **c)** %60 üre 150-300 µm; **d)** %20 üre 300-500 µm; **e)** %40 üre 300-500 µm; **f)** %60 üre 300-500 µm; **g)** %20 üre 500-800 µm; **h)** %40 üre 500-800 µm; **i)** %60 üre 500-800 µm (100x büyütme)

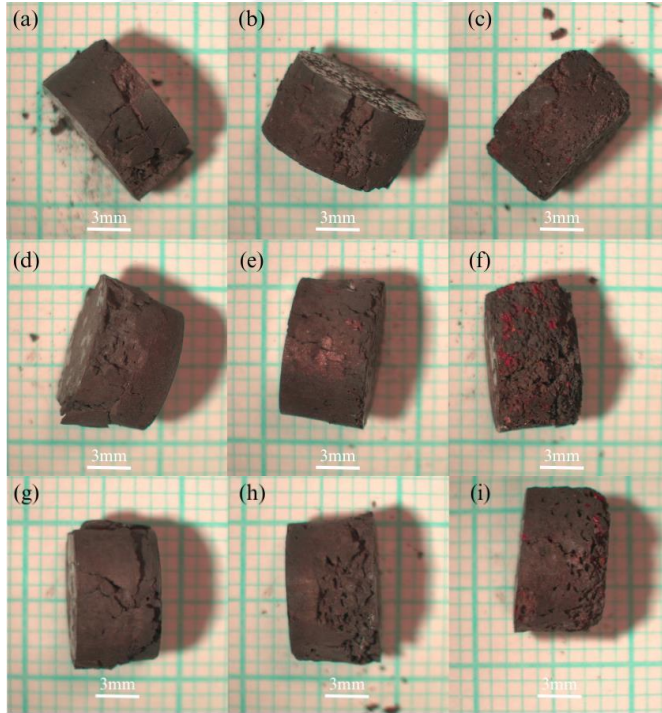
4.3.1.3. Mekanik testler

Çizelge 4.6, farklı basınçlar altında farklı boyutlarda BO olarak üre katılarak üretilen FeAl parçalarının basma gerilmesi dayanımı sunmaktadır. Üretilen parçaların dayanım değerlerinin, üre miktarının artışıyla birlikte azaldığı gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.6. Farklı basınçlar altında üretilmiş 750 °C'de HYS işlemine alınmış BO olarak farklı boyutlarda üre kullanılmış gözenekli FeAl parçaların dayanımları

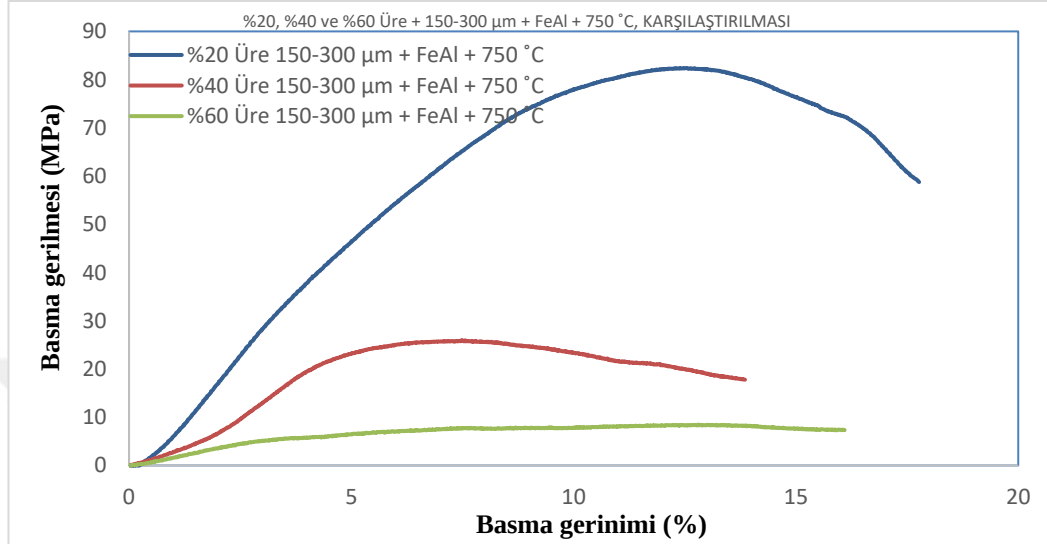
Numune Kodu	Dayanım (MPa)	SS (MPa)
%20U 1,5-3 750 44/53	88,98	9,35
%20U 3-5 750 47/56	84,82	52,35
%20U 5-8 750 50/59	59,68	28,96
%40U 1,5-3 750 45/54	27,28	1,86
%40U 3-5 750 48/57	29,10	2,80
%40U 5-8 750 51/60	23,26	1,31
%60U 1,5-3 750 46/55	8,57	0,11
%60U 3-5 750 49/58	10,43	0,11
%60U 5-8 750 52/61	8,39	0,25

Şekil 4.14'te, 750 °C'de HYS alınmış üreli FeAl numunelerinin basma testi sonrası görüntüleri gösterilmiştir. Malzeme gevrek kırılmış olup, üre boşlukları net bir şekilde görülmektedir.

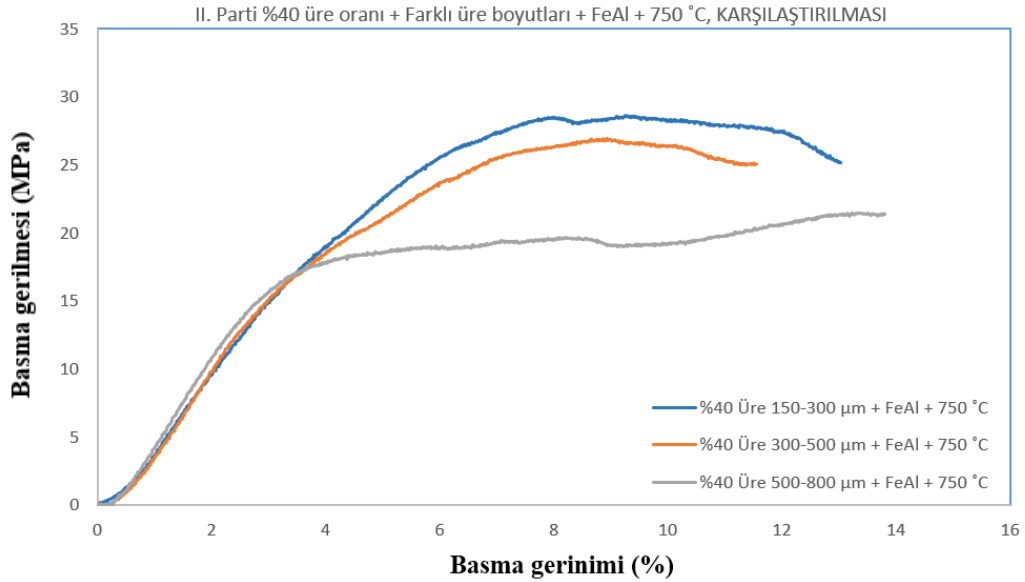


Şekil 4.14. Üreli FeAl, 750 °C'de HYS alınmış numunelerin basma testi sonrası görüntüleri; **a)** %20 üre 150-300 µm; **b)** %40 üre 150-300 µm; **c)** %60 üre 150-300 µm; **d)** %20 üre 300-500 µm; **e)** %40 üre 300-500 µm; **f)** %60 üre 300-500 µm; **g)** %20 üre 500-800 µm; **h)** %40 üre 500-800 µm; **i)** %60 üre 500-800 µm

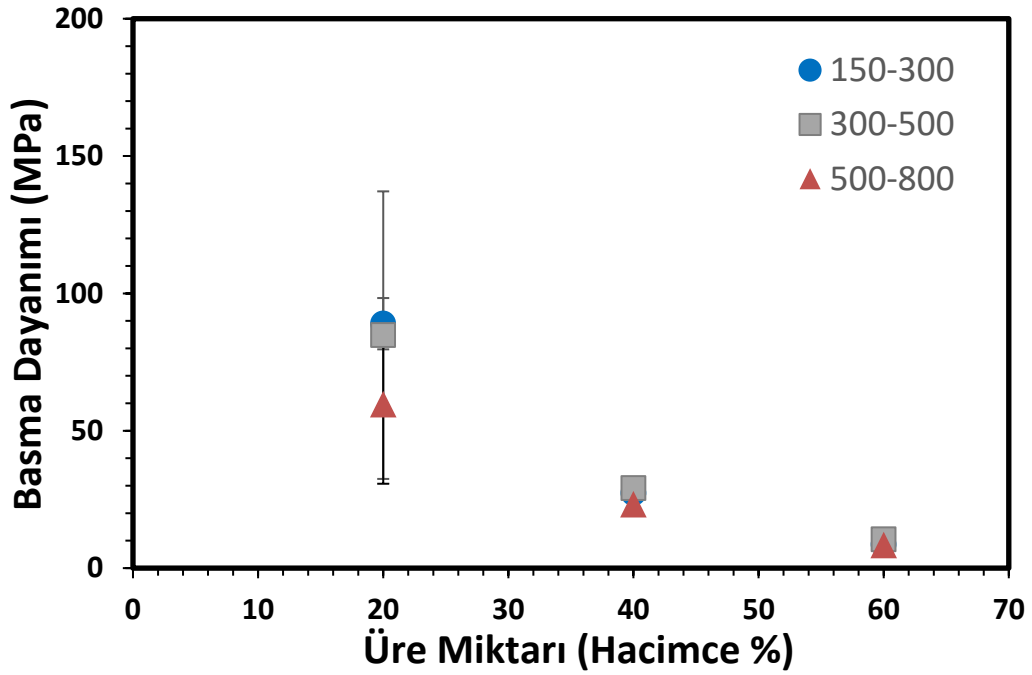
Şekil 4.15'te, farklı üre oranları ve aynı üre boyutları içeren numunelerin basma testi karşılaştırmaları verilmiştir. Üre oranının arttıkça dayanımın net bir şekilde düştüğü gözlemlenebilir. Şekil 4.16'da ise, aynı üre oranları ve farklı üre boyutları kıyaslanmıştır. Üre boyutu arttıkça malzeme dayanımı düşmüştür. Bu durum, malzeme içerisindeki boşluk oranının artmasıyla malzeme dayanımının azalmasıyla açıklanabilir.



Şekil 4.15. 150-300 µm boyut aralığında, farklı üre oranları (%20, %40 ve %60) içeren ve 750°C yüksek sıcaklıkta sinterlenen gözenekli FeAl numunelerin basınç gerilmesi ve basma gerinimi özelliklerinin karşılaştırılması



Şekil 4.16. Farklı boyutlarda üre (150-300 µm, 300-500 µm ve 500-800 µm), %40 oranında üre içeren ve 750°C yüksek sıcaklıkta sinterlenen gözenekli FeAl numunelerin basınç gerilmesi ve basma gerinimi özelliklerinin karşılaştırılması



Şekil 4.17. 750°C'de HYS işlemine alınmış numunelerin üre boyutu ve üre miktarına bağlı olarak ortalama basma gerilmesi dayanımı

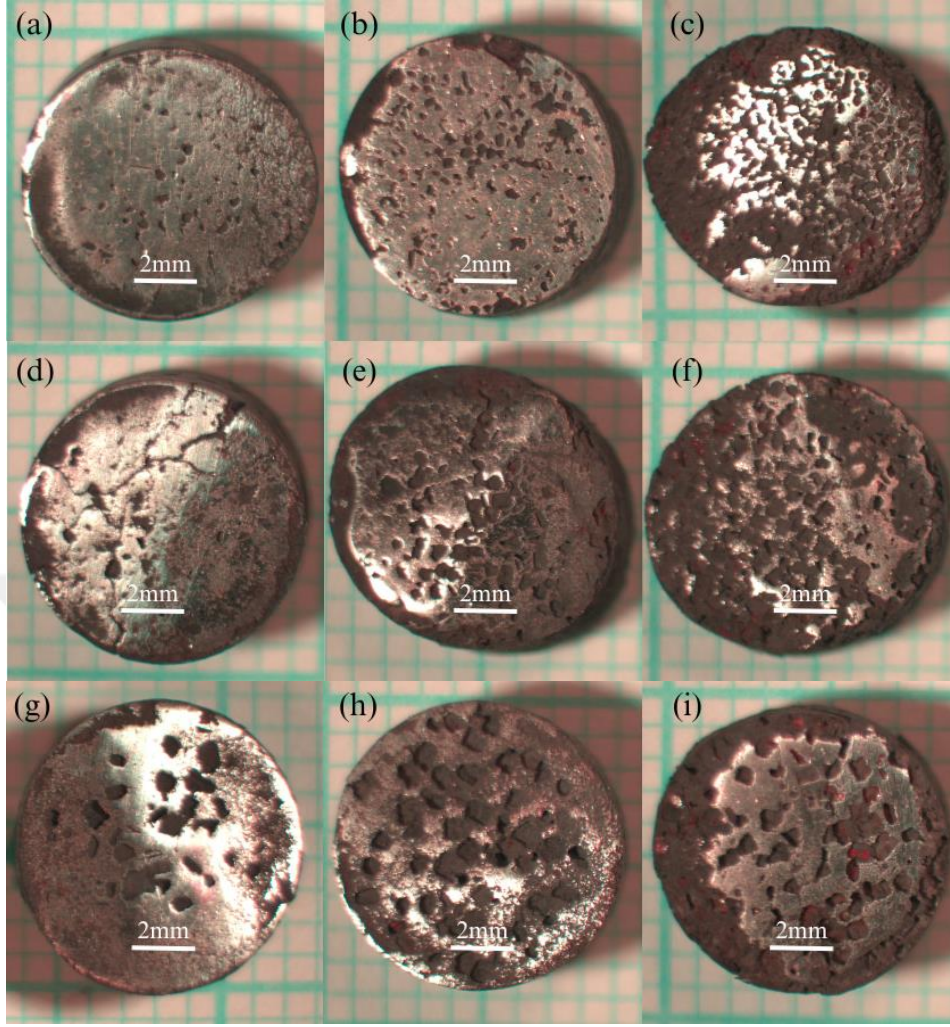
4.3.2. 1050 °C'de yanma sentezi ile üretilen numuneler

4.3.2.1. Makroyapı

Şekil 4.18'de, üre katkılı numunelerin 1050 °C'de ve 100 MPa basınç altında HYS yöntemiyle üretilmiş halleri, stereo mikroskopla elde edilmiş makro görüntüler olarak sunulmuştur. Görüntüler incelendiğinde, gözeneklerin homojen bir şekilde dağıldığı ve artan üre miktarının gözenek oranını artırdığı açıkça görülmektedir.

Bu gözlemler, şekil 4.12'de 750 °C'de ve 100 MPa basınç altında HYS yöntemiyle üretilmiş numunelere benzer olarak; tüm numunelerin şeklini koruduğunu ve üre miktarındaki artışa paralel olarak gözenek şekil ve boyutlarının da belirgin şekilde arttığını göstermektedir. Bu durum, malzeme özelliklerinin iyileştirilmesi açısından önemli bir bulgudur. Ayrıca, homojen dağılımın ve gözenek oranındaki artışın, malzemenin mekanik ve fiziksel özelliklerine olumlu etkileri olabileceği düşünülmektedir.

Bu bulgular, üre katkısının malzeme sentezi süreçlerinde gözenek yapısının kontrolünde etkili bir yöntem olduğunu ortaya koymaktadır. Ürenin, gözenek oranını artırarak ve homojen dağılımı sağlayarak malzeme iç yapısını optimize edebileceği anlaşılmaktadır. Bu durum, malzemelerin daha dayanıklı, hafif ve işlevsel hale getirilmesinde önemli bir rol oynayabilir.



Şekil 4.18. Üreli FeAl, 1050 °C’de HYS alınmış numunelerin makroyapıları; **a)** %20 üre 150-300 µm; **b)** %40 üre 150-300 µm; **c)** %60 üre 150-300 µm; **d)** %20 üre 300-500 µm; **e)** %40 üre 300-500 µm; **f)** %60 üre 300-500 µm; **g)** %20 üre 500-800 µm; **h)** %40 üre 500-800 µm; **i)** %60 üre 500-800 µm

Fe+Al alaşımına, üre ve FeAl kullanılarak %20, %40, ve %60 oranlarında hazırlanan numunelerin, 1050 C’de HYS işlemi öncesi ve sonrasındaki gözeneklilik oranları, ve HYS'den sonra ölçülen boyut ve çap değişimleri Çizelge 4.7’de detaylandırılmıştır.

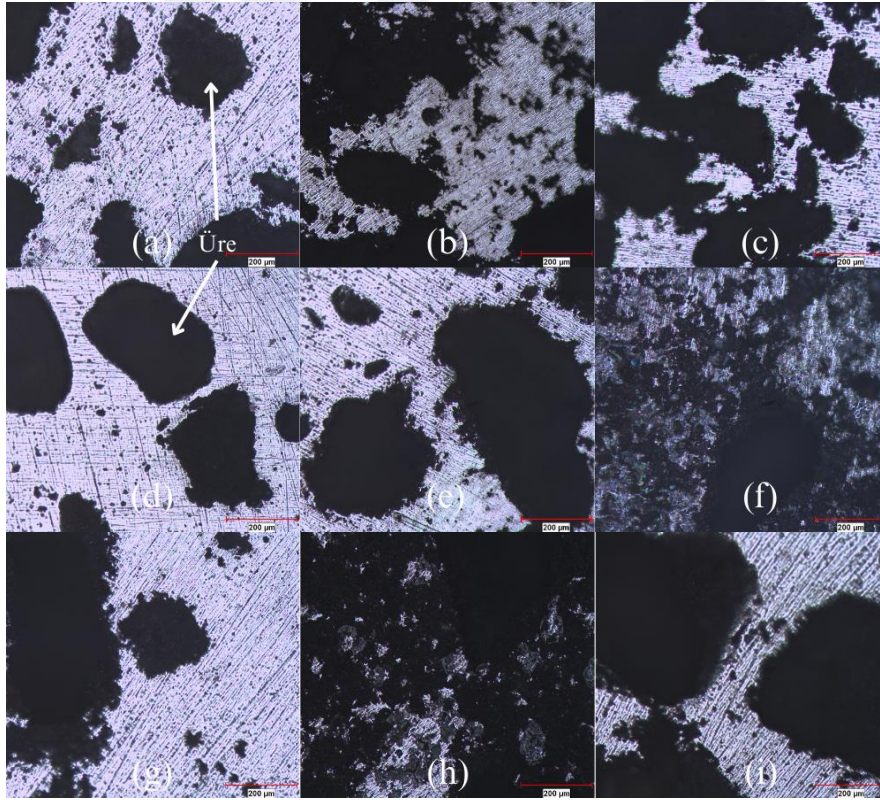
Şekil 4.19’da Üreli FeAl, 1050 °C’de HYS alınmış numunelerin mikroyapıları verilmiştir. Artan üre boyutu ve oranı mikroyapı içerisinde net bir şekilde görülmektedir. Üre genel olarak numune içerisinde homojen bir dağılım sergilemiştir.

Çizelge 4.7. Farklı boyutlarda üre katılmış FeAl'ın 100 MPa basınç altında 1050 °C sıcaklıkta sinterlenmesiyle elde edilmiş gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek, ÖGB: Ölçülen Ortalama Gözenek Boyutu)

Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)	ÖGB (µm)	SS (µm)
%20U 1,5-3 1050 74/83	43,08	1,53	8,66	0,30	5,58	0,45	53,34	0,98	260	42
%20U 3-5 1050 77/86	43,24	0,98	11,29	4,16	3,00	0,32	52,26	1,72	425	82
%20U 5-8 1050 80/89	43,58	2,12	12,81	3,71	5,56	0,65	55,68	4,13	645	125
%40U 1,5-3 1050 75/84	53,49	1,55	8,87	3,80	2,50	0,25	59,32	3,25	235	46
%40U 3-5 1050 78/87	53,84	2,05	6,95	0,94	3,42	0,68	59,32	1,87	412	79
%40U 5-8 1050 81/90	54,19	3,80	14,88	2,28	5,71	0,55	64,90	3,49	668	148
%60U 1,5-3 1050 76/85	65,67	1,43	7,09	2,37	4,83	2,79	70,64	3,61	234	36
%60U 3-5 1050 79/88	67,33	0,70	6,94	1,81	4,64	4,43	71,68	2,76	425	85
%60U 5-8 1050 82/91	66,90	3,30	8,19	0,99	3,66	0,24	71,27	2,47	656	127

4.3.2.2. Mikroyapı

Şekil 4.19 da üreli FeAl, 1050 °C'de HYS alınmış numunelerin mikroyapıları verilmiştir. Mikroyapı içerisinde artan üre boyut ve oranı net bir şekilde gözlemlenmiştir.



Şekil 4.19. Üreli FeAl, 1050 °C'de HYS alınmış numunelerin mikroyapıları; **a)** %20 üre 150-300 µm; **b)** %40 üre 150-300 µm; **c)** %60 üre 150-300 µm; **d)** %20 üre 300-500 µm; **e)** %40 üre 300-500 µm; **f)** %60 üre 300-500 µm; **g)** %20 üre 500-800 µm; **h)** %40 üre 500-800 µm; **i)** %60 üre 500-800 µm (100x büyütme)

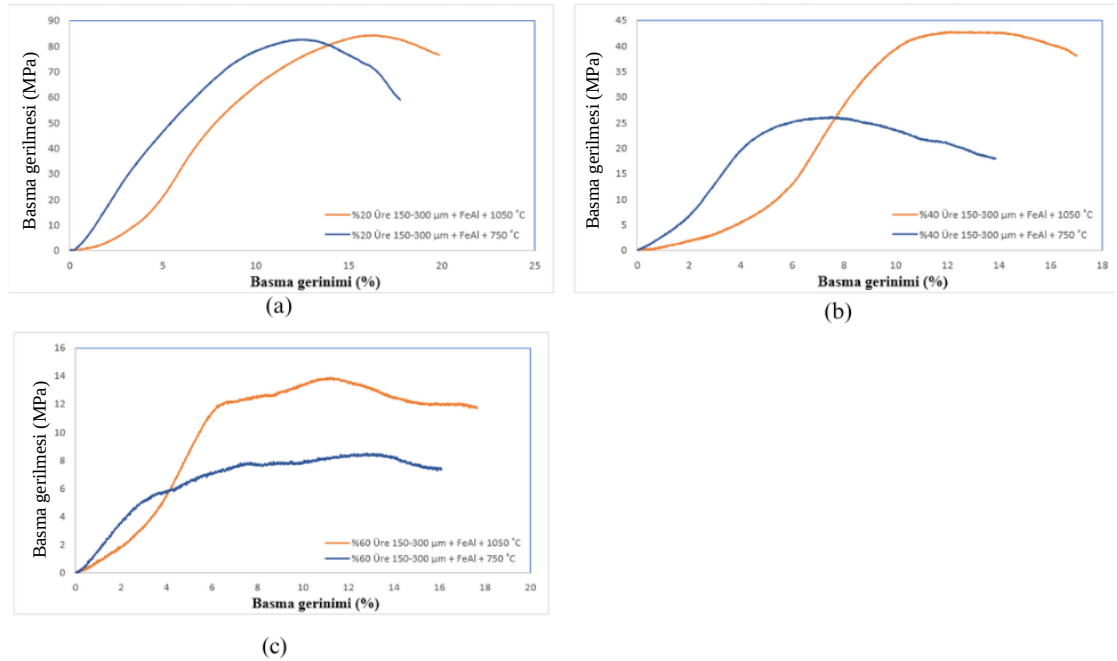
4.3.2.3. Mekanik testler

Çizelge 4.8, farklı basınçlar altında farklı boyutlarda BO olarak üre katılarak üretilen FeAl parçalarının basma gerilmesi dayanımı sunmaktadır. Üretilen parçaların dayanım değerlerinin, üre miktarının artışıyla birlikte azaldığı gözlemlenmiştir.

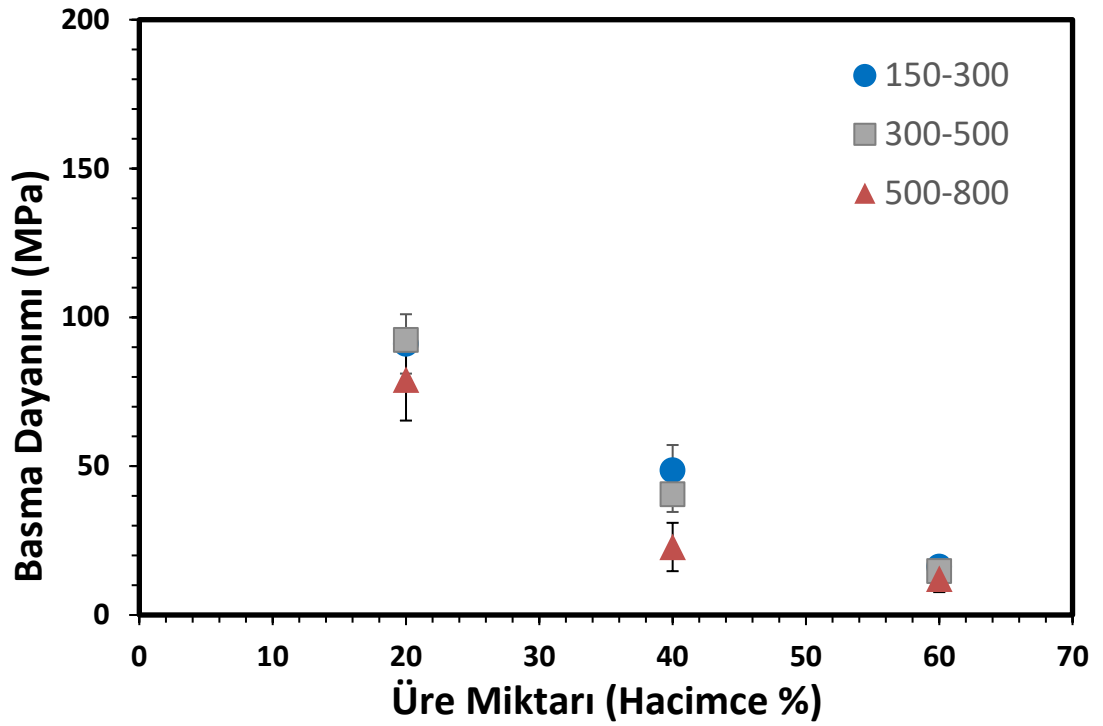
Çizelge 4.8. Farklı basınçlar altında üretilmiş 1050 °C'de HYS işlemine alınmış BO olarak farklı boyutlarda üre kullanılmış gözenekli FeAl parçaların dayanımları

Numune Kodu	Dayanım (MPa)	SS (MPa)
%20U 1,5-3 1050 74/83	91,08	9,97
%20U 3-5 1050 77/86	92,36	3,70
%20U 5-8 1050 80/89	79,06	13,74
%40U 1,5-3 1050 75/84	48,62	8,50
%40U 3-5 1050 78/87	40,53	5,90
%40U 5-8 1050 81/90	22,85	8,12
%60U 1,5-3 1050 76/85	16,24	3,33
%60U 3-5 1050 79/88	14,74	2,83
%60U 5-8 1050 82/91	12,16	4,46

Şekil 4.20 de aynı boyutta fakat farklı üre boyutlarına sahip (%20, %40 ve %60) numunelerin farklı sinterleme sıcaklıklarına göre basma testi sonrası kıyaslamaları verilmiştir. 1050°C'de HYS işlemine alınan numuneler her zaman 750°C'ye göre daha iyi sonuç vermiştir. Bunun sebebi Bölüm 2.2.2.2'de açıklanmıştır.



Şekil 4.20. 100 MPa basınç altında soğuk preslenmiş, 150-300 µm boyutta farklı üre oranlarına sahip (%20, %40 ve %60) numunelerin farklı sinterleme sıcaklıklarına göre basınç gerilmesi (MPa) / basma gerinimi (%) kıyaslamaları; **a)** %20 üre, 750°C ve 1050°C; **b)** %40 üre, 750°C ve 1050°C; **c)** %60 üre, 750°C ve 1050°C



Şekil 4.21. 1050°C'de HYS işlemine alınmış numunelerin üre boyutu ve üre miktarına bağlı olarak ortalama basma gerilmesi dayanımı

4.4. Korelasyon Hesaplamaları

Gözenek miktarı ve boyutu, malzemenin mukavemetini etkileyen önemli bir faktördür. Gözenek oranı sabit tutularak, gözenek boyutu büyüdükçe malzeme mukavemeti azalır. Bunun nedeni, gözenek boyutu büyüdükçe hücre duvarı kalınlığının da artmasıdır. Daha kalın hücre duvarları, malzemenin daha az yük taşımasını sağlar. Ayrıca büyük gözenekler, küçük gözeneklere göre daha fazla stres yoğunlaşma etkisine neden olur. Stres yoğunlaşma etkisi, malzemenin bir bölgesindeki gerilmenin diğer bölgelere göre daha yüksek olmasıdır. Bu durum, malzemenin mukavemetini azaltabilir (Xia vd. 2013).

4.4.1. Gözenek miktarı ve malzeme mukavemeti korelasyonu

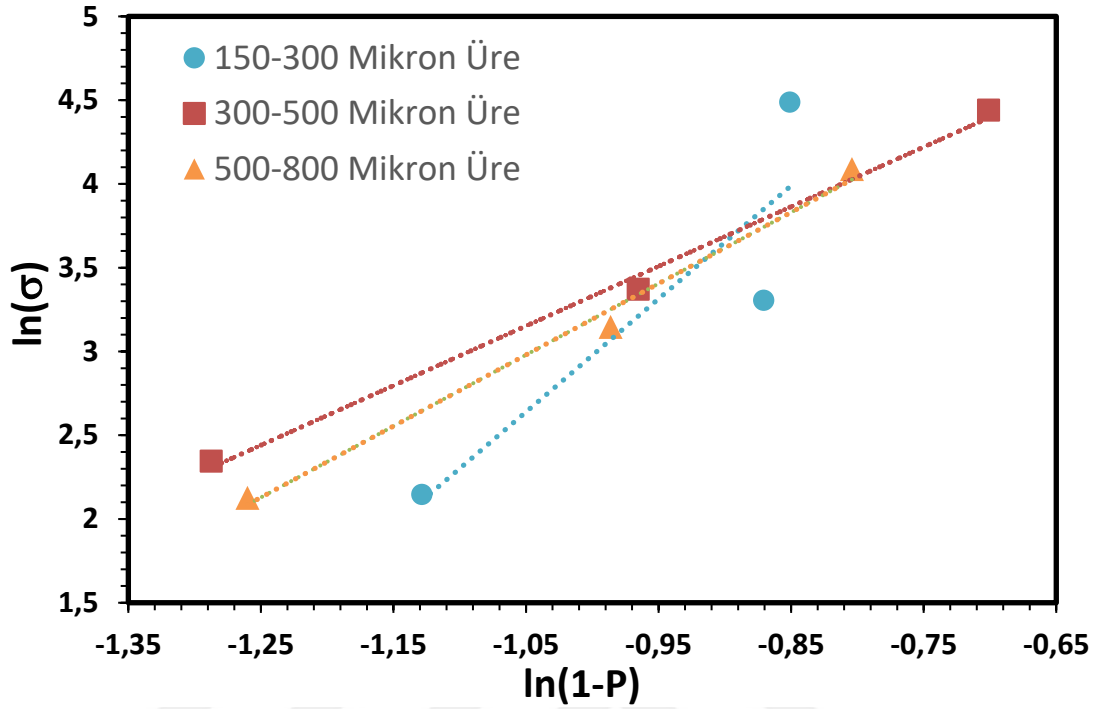
Gözenekli malzemelerin mukavemeti (σ) ve gözenek miktarının (P) korelasyonunu Bal'shin denklemi (Archie yasası olarak da bilinir) ile ifade edebiliriz.

$$\sigma = \sigma_0 \cdot (1 - P)^m \quad (4.1)$$

Burada σ_0 yoğun maddenin mukavemetini temsil ederken, m ise bir sabittir. (Literatür de gözenekli malzemeler için $m=3$ olarak alınması tavsiye edilir) (Gao vd. 2015).

$$\ln(\sigma) = \ln(\sigma_0) + m \cdot \ln(1 - P) \quad (4.2)$$

4.4.1.1. 750 °C’de HYS işlemine alınan üreli numuneler için gözenek miktarı ve malzeme mukavemeti korelasyonu



Şekil 4.22. Farklı üre boyut aralığı kullanılarak 750 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için Bal’shin denkleminde deneysel veriler ve lineer uyum

Çizelge 4.9. Şekil 4.22’den hesaplanan 750 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için Denklem 4.2 için m ve σ_0 değerleri

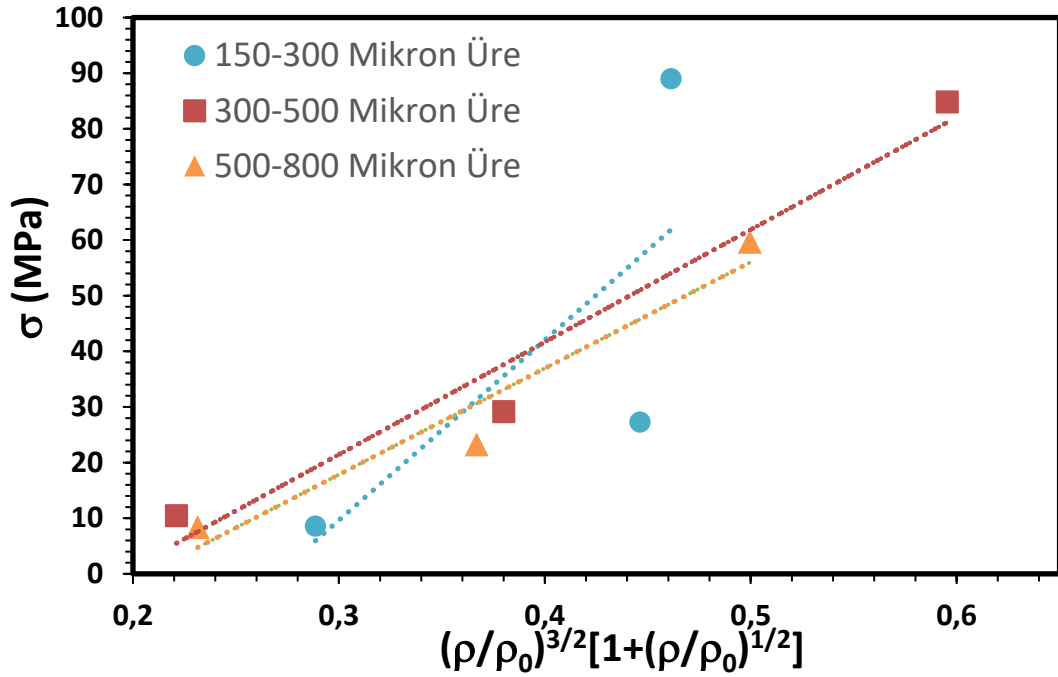
Üre Boyutu (Mikron)	m	$\ln(\sigma_0)$	$\sigma_0(MPa)$	R^2
150-300	6,75	9,72	16647,24	0,7982
300-500	3,56	6,89	982,40	0,9953
500-800	4,25	7,44	1702,75	0,9914

750 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için ortalama gözenek miktarlarını içeren Çizelge 4.5, P değerlerinin hesaplanmasında kullanılmıştır. Bu çizelgedeki kesik çizgiler, en uygun doğrusal çizgileri ifade eder. Bu doğrular, m değerinin eğimi ve y ekseninde $\ln(\sigma_0)$ ile kesişmeyi gösterir. Lineer bir denklem uygulanarak bu değerler elde edilmiştir ve sonuçlar Denklem 4.1 kapsamında m ve σ_0 olarak belirlenerek Çizelge 4.9’da gösterilmiştir. R^2 değeri, modelin deneysel verilerle ne kadar iyi uyum sağladığını belirtir. Yüksek R^2 değerleri, deneysel verilerin Bal’shin denklemi modeliyle uyumlu olduğunu gösterir. Denklem 4.2 ile farklı gözenek miktarlarına sahip numunelerin basma gerilmesi dayanıklılıkları için m ve σ_0 değerleri kullanılmıştır. Burada da yüksek R^2 değerleri, modelin deneysel verilere iyi uyum sağladığını teyit eder.

Gözenekli malzemelerin mukavemeti ile gözenek miktarı arasında bir korelasyon sağlayan başka bir denklem Wu ve diğerleri tarafından Gibson-Ashby modeli olarak kullanılmıştır (Jie vd. 2011).

$$\sigma = \sigma_0 * C * \left(\frac{\rho}{\rho_0}\right)^{3/2} * [1 + \left(\frac{\rho}{\rho_0}\right)^{1/2}] \quad (4.3)$$

ρ/ρ_0 bağıl yoğunluk, σ ve σ_0 sırasıyla gözenekli ve gözeneksiz malzemenin basma gerilmesi dayanımı değerleridir. C bir sabittir.



Şekil 4.23. Üç farklı üre boyut aralığında 750 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için Gibson-Ashby modeli temelinde elde edilen deneysel verileri ve bu verilere uygulanan lineer uyumu göstermektedir

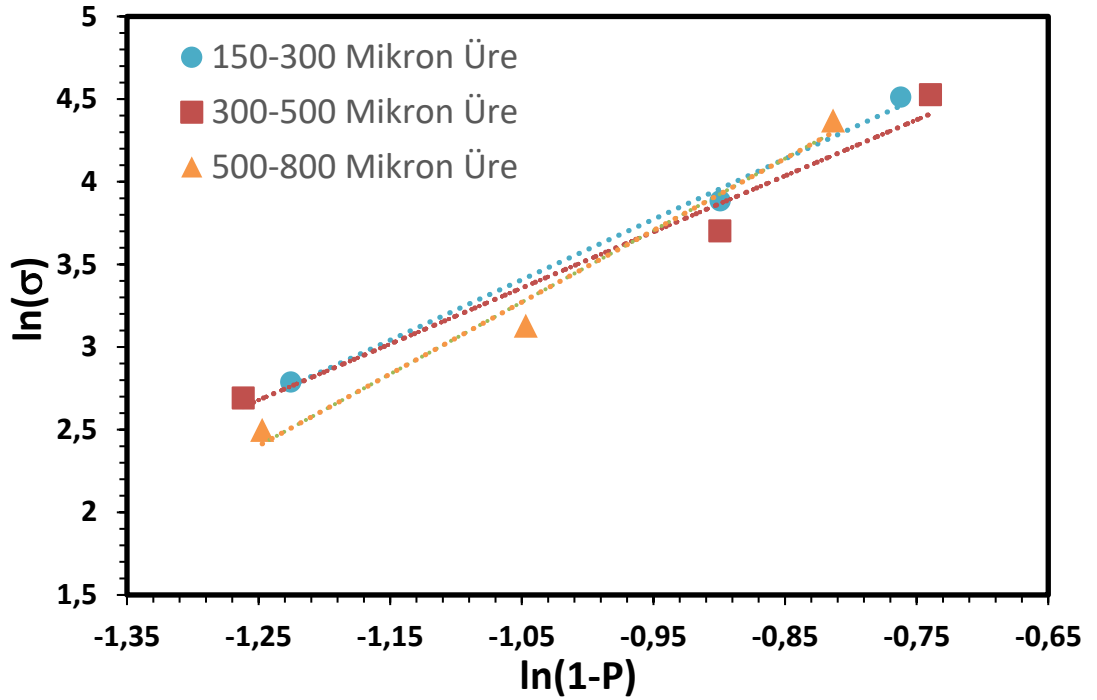
Çizelge 4.10. Şekil 4.23'den hesaplanan 750 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için Denklem 4.3 için m ve σ_0 değerleri

Üre Boyutu (Mikron)	m	$\sigma_0 (MPa)$	R^2
150-300	323,77	87,496	0,5416
300-500	202,12	39,187	0,9632
500-800	190,98	39,457	0,9416

Çizelge 4.10'da yer alan 750 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler ortalama gözenek miktarlarına dayalı olarak ρ değerleri hesaplanmıştır. Kesik çizgiler, bu değerler için en uygun doğrusal çizgileri ifade eder. Üç farklı üre boyut aralığı (150-300 μm , 300-500 μm , 500-800 μm) için R^2 değerleri sırasıyla 0,54, 0,96 ve 0,94 olarak bulunmuştur. 150-300 mikron üreli malzemelerde yüksek R^2 değerleri, deney sonuçlarının Ashby-Gibson

modeliyle yüksek oranda uyum sağladığını göstermektedir, bu da Jie ve diğerleri (2011) ile Ashby ve arkadaşlarının (2000) çalışmalarına paraleldir. Şekil 4.23'deki en uygun doğrusal çizgilerin eğimlerinden yola çıkarak, üç farklı üre boyut aralığı için $\sigma_0 * C$ değerleri sırasıyla 323, 202 ve 190 olarak hesaplanmıştır. Ashby-Gibson modeline göre, metalik gözenekli yapılar için C katsayısının mukavemet açısından 0,1 ile 1 arasında değiştiği öngörülmektedir (Ashby ve diğerleri, 2000). Bu çalışmada elde edilen C değerlerinin bu tahmin edilen aralıkla uyumlu olduğu görülmüştür.

4.4.1.2. 1050 °C'de HYS işlemine alınan üreli numuneler için gözenek miktarı ve malzeme mukavemeti korelasyonu



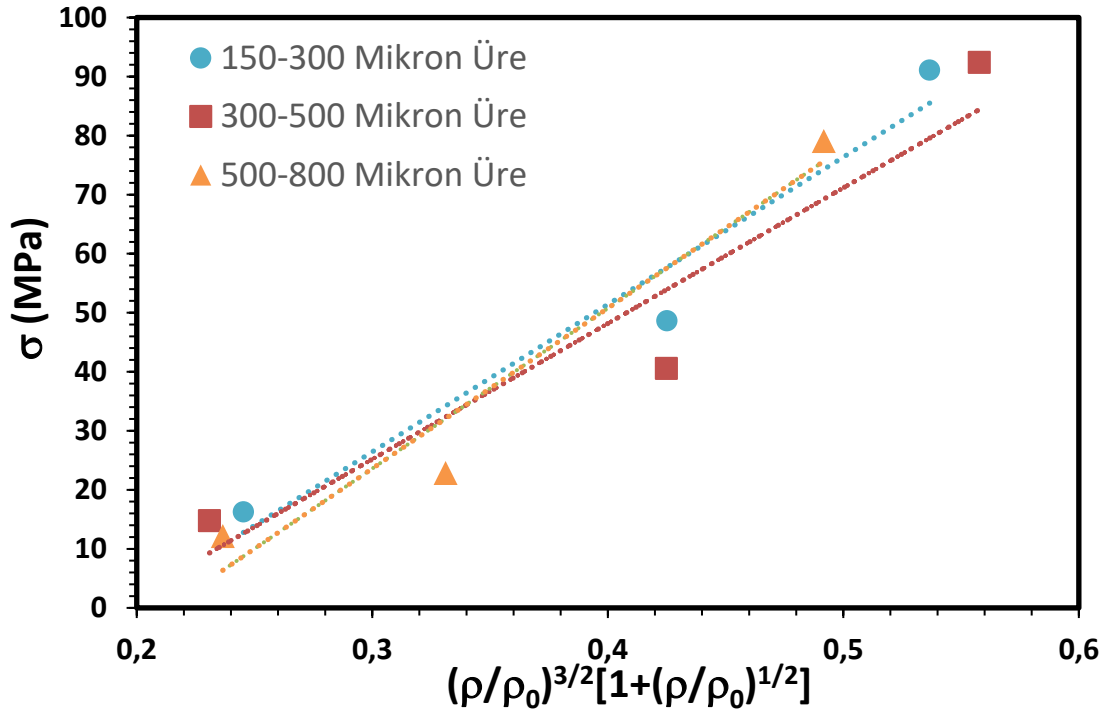
Şekil 4.24. Farklı üre boyut aralığı kullanılarak 1050 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için Bal'shin denklemine göre deneysel veriler ve lineer uyum

Çizelge 4.11. Şekil 4.24'den hesaplanan 1050 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için Denklem 4.2 için m ve σ_0 değerleri

Üre Boyutu (Mikron)	m	$\ln(\sigma_0)$	$\sigma_0 (MPa)$	R^2
150-300	3,65	7,24	1400,80	0,9943
300-500	3,39	6,91	1010,39	0,9744
500-800	4,34	7,83	2520,21	0,98

1050 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için ortalama gözenek miktarlarını içeren Çizelge 4.7, bir önceki bölümde olduğu gibi P değerlerinin hesaplanmasında kullanılmıştır. Bu çizelgedeki kesik çizgiler, en uygun doğrusal çizgileri ifade eder. Bu doğrular, m değerinin eğimi ve y ekseninde $\ln(\sigma_0)$ ile kesişmeyi gösterir. Lineer bir

denklem uygulanarak bu değerler elde edilmiştir ve sonuçlar Denklem 4.1 kapsamında m ve σ_0 olarak belirlenerek Çizelge 4.11'de sunulmuştur. R^2 değeri, modelin deneysel verilerle ne kadar iyi uyum sağladığını belirtir. Yüksek R^2 değerleri, deneysel verilerin Bal'shin denklemi modeliyle uyumlu olduğunu gösterir. Denklem 4.2 ile farklı gözenek miktarlarına sahip numunelerin basma gerilmesi dayanıklılıkları için m ve σ_0 değerleri kullanılmıştır. Burada da yüksek R^2 değerleri, modelin deneysel verilere iyi uyum sağladığını teyit eder.



Şekil 4.25. Üç farklı üre boyut aralığında 1050 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için Gibson-Ashby modeli temelinde elde edilen deneysel verileri ve bu verilere uygulanan lineer uyumu göstermektedir

Çizelge 4.12. Şekil 4.25'den hesaplanan 1050 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için Denklem 4.3 için m ve σ_0 değerleri

Üre Boyutu (Mikron)	m	$\sigma_0(MPa)$	R^2
150-300	249,59	48,44	0,9557
300-500	229,81	43,76	0,9132
500-800	271,54	57,862	0,9497

Çizelge 4.12'de, 1050 °C'de ısıyla işlem görmüş numunelerin ortalama gözenek miktarlarına göre hesaplanan ρ değerleri yer almaktadır. Kesik çizgiler, bu değerler için çizilen en uygun doğrusal çizgileri temsil eder. Üç farklı üre boyut aralığı için (150-300 μm , 300-500 μm , 500-800 μm) elde edilen R^2 değerleri sırasıyla 0,95, 0,91 ve 0,94'dir. Bu yüksek R^2 değerleri, 750°C'de HYS alınanlarda olduğu gibi bu deney sonuçlarının da Ashby-Gibson modeliyle yüksek derecede uyumlu olduğunu gösterir. Şekil 4.26'da

gösterilen en uygun doğrusal çizgilerin eğimleri kullanılarak, üç farklı üre boyut aralığı için hesaplanan $\sigma_0 * C$ değerleri sırasıyla 249, 229 ve 271 olarak bulunmuştur. Bu çalışmada elde edilen C değerlerinin 750 °C'de HYS alınan numunelerde olduğu gibi tahmin edilen aralıkla uyumlu olduğu belirlenmiştir.

4.4.2. Gözenek boyutu ve malzeme mukavemeti korelasyonu

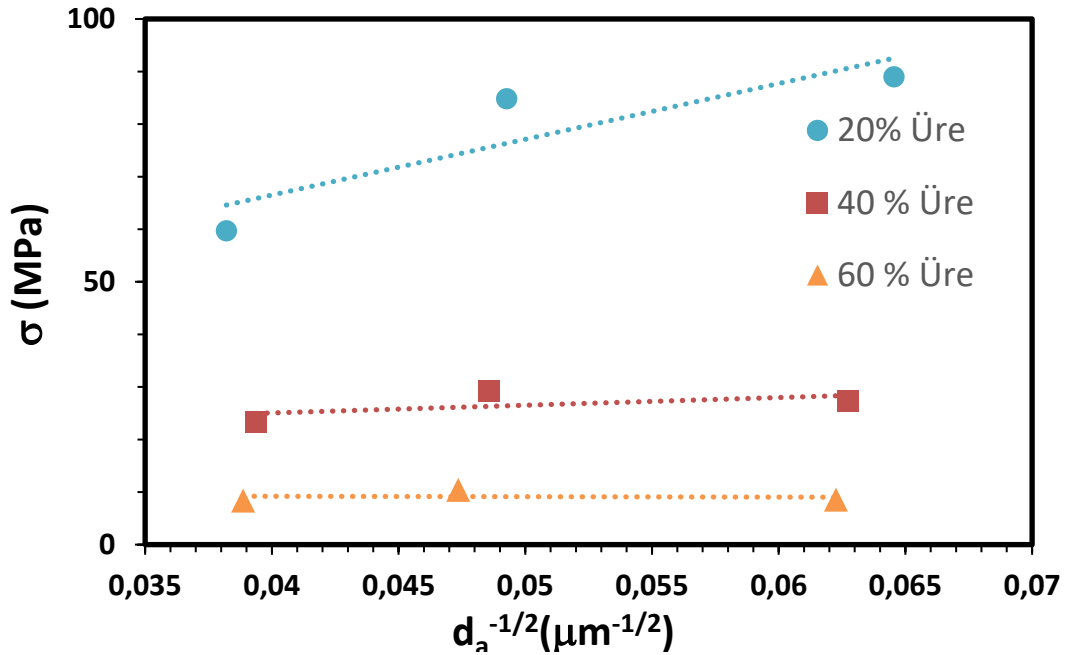
Jiang ve arkadaşlarının önerisine göre, mukavemet (σ) ve ortalama gözenek boyutu (d_a) arasındaki ilişki, Hall-Petch denklemi Denklem 4.4 ile ifade edilebilir. Bu teorik modelde, k ve σ_0 değerleri sabit parametreler olarak alınmaktadır.

$$\sigma = \sigma_0 + k * d_a^{-1/2} \quad (4.4)$$

Şekil 4.26, örneklerin $d_a^{-1/2}$ ile σ değerlerinin karşılaştırıldığı grafikleri içermektedir. Bu grafiklerde, numuneler üre içeriğine göre sınıflandırılarak gösterilmiştir.

4.4.2.1. 750 °C'de HYS işlemine alınan üreli numuneler için gözenek boyutu ve malzeme mukavemeti korelasyonu

Boşluk oluşturuç olarak üre kullanılarak hazırlanan ve 750 °C HYS işlemine tabi tutulan numunelerde, malzeme içerisindeki boşluk oranlarının fazla olması ve sinterleme sıcaklığının 750 °C olması nedeniyle malzeme dayanımı, boşluk oluşturuç üre kullanılmamış olan numunelere kıyasla daha düşük ve düzensiz olmuştur. Çizelge 4.6'da görülebileceği üzere, özellikle %60 üre ile üretilen numuneler çok düşük ve birbirinden düzensiz dayanım değerleri göstermiştir. Bu nedenle, düşük R^2 değerleri, modelin deneysel verilere iyi uyum sağlamadığını göstermektedir.



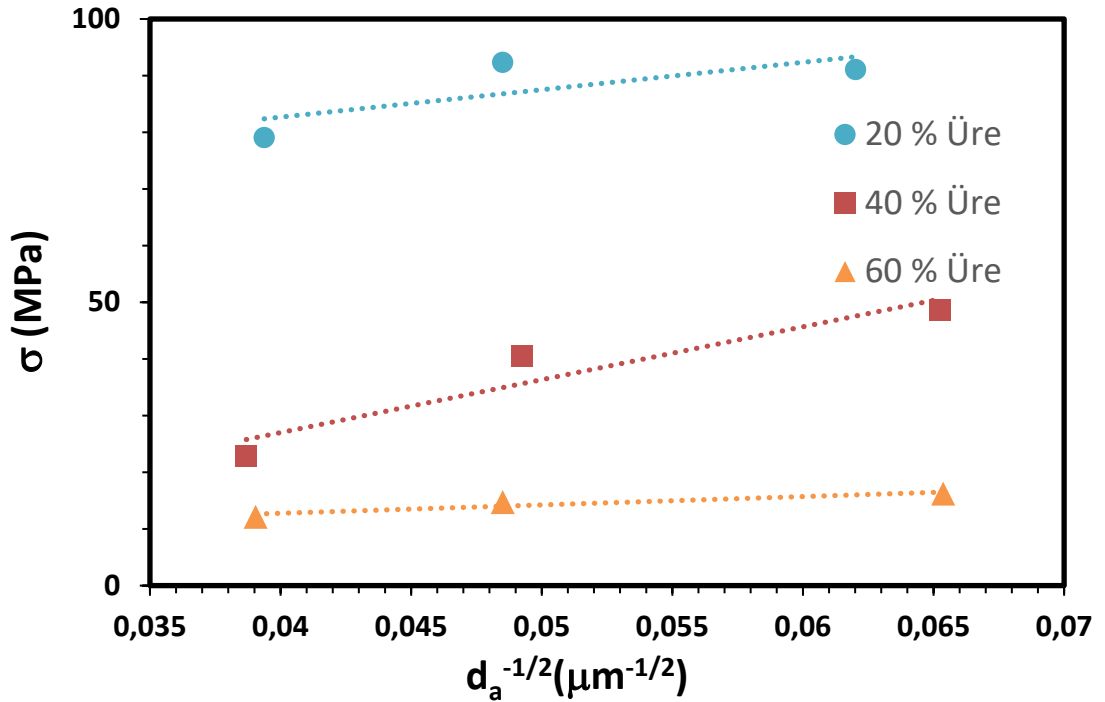
Şekil 4.26. Üç farklı üre miktarı kullanılarak 750 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için elde edilen deneysel verileri ve bu verilere uygulanan Hall-Petch denkleminde göre lineer uyumu göstermektedir

Çizelge 4.13. Şekil 4.26'dan hesaplanan Denklem 4.1 için m ve σ_0 değerleri

Üre miktarları (hac. %)	m	σ_0 (MPa)	R^2
20	1060,7	24,074	0,7835
40	146,39	19,197	0,3317
60	-7.83	9,5142	0,0067

4.4.2.2. 1050 °C'de HYS işlemine alınan üreli numuneler için gözenek boyutu ve malzeme mukavemeti korelasyonu

Boşluk oluşturuıcı olarak üre kullanılarak hazırlanan ve 1050 °C HYS işlemine tabi tutulan numuneler çizelge 4.8'de görülebileceği üzere 750 °C HYS işlemine alınan numunelere kıyasla daha yüksek ve düzenli dayanım değeri göstermiştir. Bu nedenle, R^2 değerleri 750 °C'de HYS işlemine alınanlara kıyasla daha yüksek çıkmıştır.



Şekil 4.27. Üç farklı üre miktarı kullanılarak 1050 °C'de HYS işlemine alınmış numuneler için elde edilen deneysel verileri ve bu verilere uygulanan Hall-Petch denkleminde göre lineer uyumu göstermektedir

Çizelge 4.14. Şekil 4.27'den hesaplanan Denklem 4.1 için m ve σ_0 değerleri

Üre miktarları (hac. %)	m	σ_0 (MPa)	R^2
20	483,34	63,349	0,5631
40	933,62	10,341	0,896
60	147,24	6,8744	0,9055

4.4.3. Gözenek miktarı, boyut ve mukavemet korelasyonu

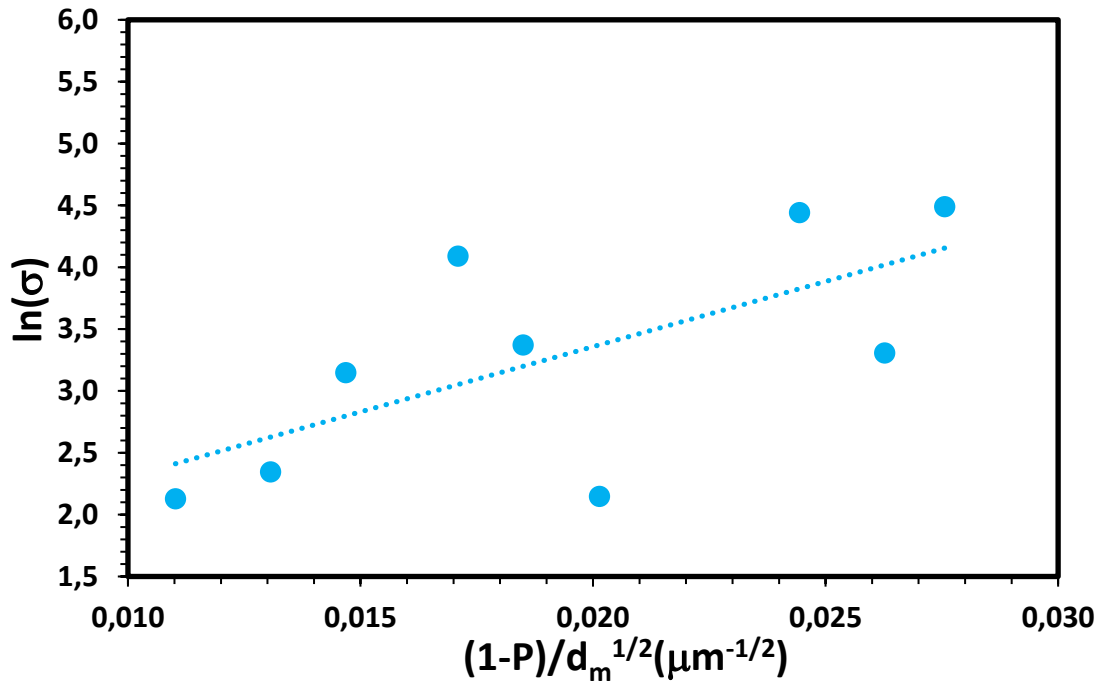
Zhao ve arkadaşları, çimento harcı örneklerinde ortalama gözenek boyutu (d_a) ve miktarı (P) ile dayanım (σ) arasındaki ilişkiyi belirlemek için geliştirilmiş Blattacharjee modelinin (Denklem 4.2) kullanılmasını önermiştir. Bu modelde K ve B sabitleri bulunmaktadır.

$$\sigma = K \cdot \exp \left(B \frac{(1-P)}{\sqrt{d_a}} \right) \quad (4.5)$$

Bu eşitlik, her iki tarafın doğal logaritması alınarak daha kolay hesaplanabilir hale gelir ve Denklem 4.6 olarak ifade edilebilir.

$$\ln(\sigma) = B \frac{(1-P)}{\sqrt{d_a}} + \ln(K) \quad (4.6)$$

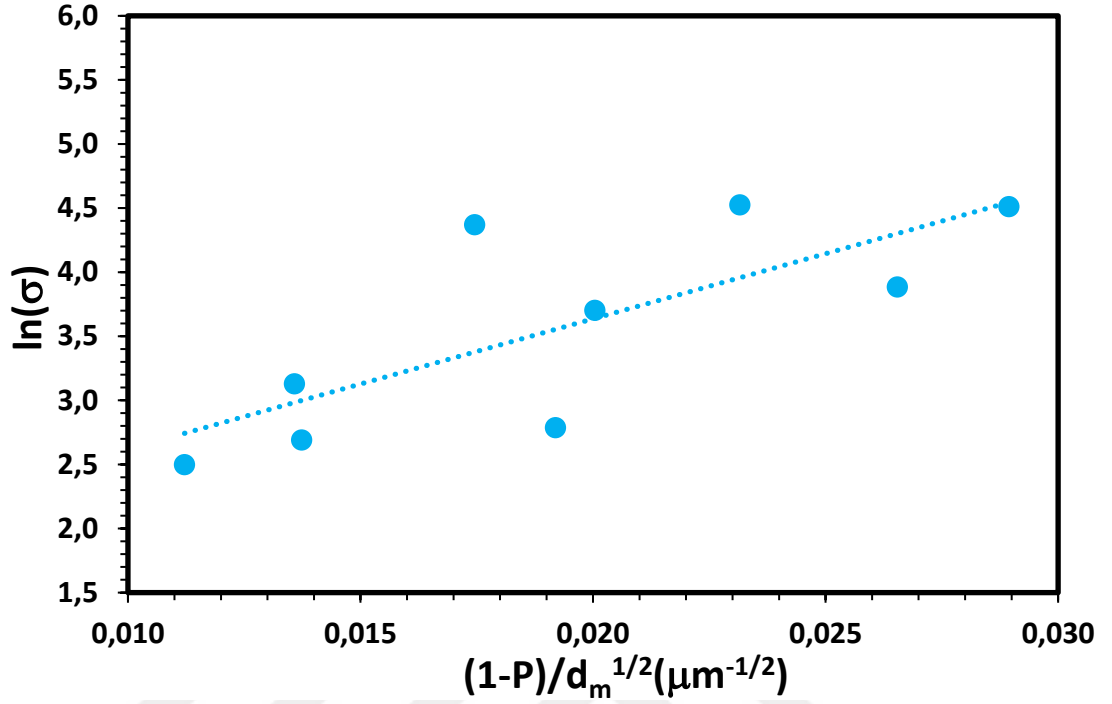
Şekil 4.28’de örneklerin $\ln(\sigma) - \frac{(1-P)}{\sqrt{d_a}}$ grafikleri verilmiştir.



Şekil 4.28. 750 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için Bhattacharjee modeline dayalı olarak, deneysel veriler ve doğrusal uyum arasındaki ilişki

Eğri kesikli çizgilerin eğimi B sabitini ve y ekseninin kesişimi $\ln(K)$ sembolize eder. Bu değerler, lineer denklemin uyumu ile elde edilmiştir. B ve K sırasıyla 105,41 ve 3,49 olarak belirlenmiştir. R^2 değeri 0,4429’dur ve bu, modelin deneysel verilere göre orta derecede doğruluğunu gösterir. Uyumsuzluk, numunelerdeki ikincil gözeneklerin varlığından kaynaklanabilir. Daha düşük üre numunelerinde, ikincil gözeneklerin oranının daha yüksek olduğu gösterilmiştir. B ve K değerleri, gözenek boyutu ve gözenek

miktarı değişkenlerine sahip üç farklı seri numunesinin basma gerilmesi dayanımının (σ) tahmininde Denklem 4.6 ile birlikte kullanılabilir.



Şekil 4.29. 1050 °C’de HYS işlemine alınmış numuneler için Bhattacharjee modeline dayalı olarak, deneysel veriler ve doğrusal uyum arasındaki ilişki

B ve K sırasıyla 101,7 ve 4,96 olarak belirlenmiştir. R^2 değeri 0,5739’dur ve bu, modelin deneysel verilere göre orta derecede doğruluğunu gösterir.

Bu çalışmada, iki farklı sinterleme sıcaklığında (750 °C ve 1050 °C) FeAl numuneleri HYS yöntemiyle ve BO (üre) kullanılarak üretilmiştir. Sabit bir basınç (100 MPa) altında, numuneler birincil gözeneklilik oluşturmak amacıyla %20, 40 ve 60 oranlarında ve üç farklı boyutta (150-300 μm , 300-500 μm ve 500-800 μm) üretilen numuneler kullanılarak hazırlanmıştır. Üre miktarı ve boyutundaki artış, basma gerilmesi dayanımında bir azalmaya yol açmıştır. Belirli bir birincil gözeneklilik için, artan gözenek boyutunun mukavemetteki azalmaya neden olduğu belirlenmiştir. Bu etki, boyut faktörüne bağlanmıştır. Basma dayanımı ve gözeneklilik arasındaki ilişkiyi incelemek için Bal'shin ve Gibson-Ashby modelleri kullanılmıştır. Bu değerler 750 °C’de sinterlenen numuneler için sırasıyla 54-94 ve 79-99 R^2 değerleri elde edilmiştir. 1050 °C’de sinterlenen numuneler için ise sırasıyla 97-99 ve 91-95 R^2 değerleri elde edilmiştir. Gözenek boyutu ve mukavemet ilişkisi Hall-Petch denklemi kullanılarak değerlendirilmiştir ve 750 °C’de sinterlenen numuneler için R^2 değerleri 0,06-0,78 iken 750 °C’de sinterlenen numuneler için R^2 değerleri 0,56-0,90 aralığında olmuştur. Artan birincil gözenek miktarı ile yükselmiştir. Blattacharjee modeli için ise 750 °C’de sinterlenen numuneler 0,44’lik bir R^2 değerine sahipken 1050 °C’de sinterlenen

numuneler 0.57'lik bir R^2 deęerine sahip olmuřtur. 1050 °C'de HYS iřlemine tabi tutulmuř numuneler 750 °C'de HYS iřlemine tabi tutulmuř numunelere gre daha doęru sonular vermiřtir. Bu eřitli modellerin denklemlerinde bu alıřmada belirlenmiř olan sabitlerin, geniř bir gzenek boyutu ve miktarı aralıęında gzenekli FeAl malzemelerin basma gerilmesi dayanımı tahmini iin faydalı olacaęı dřnlmřtr.



5. SONUÇLAR

Bu çalışmada, toz metalürjisi teknikleri kullanılarak Fe ve Al elemental tozlardan başlanarak, kontrollü oranda ve boyutta gözenek içeren demir alüminit parçaların hacim yanma sentezi ile üretimi incelenmiştir. Bu kapsamda, gözenek oluşumu için 2 farklı yaklaşım üzerinde çalışılmıştır. Birinci yöntemde, Fe ve Al tozlarından oluşan ham parçanın üretiminde, soğuk presleme basıncının etkisi incelenmiştir. Bu amaçla 25, 50, 100, 200, 300 ve 400 MPa soğuk pres basıncı uygulanmıştır. Bu uygulama ile, ham parçanın gözenek oranının kontrol edilmesi ve buna bağlı olarak yanma sentezi sonrasında oluşacak olan FeAl parçanın gözenek oranının kontrol edilmesi sağlanmıştır. İkinci yöntemde ise, farklı boyut aralığına sahip üre partikülleri kullanılarak boşluk oluşturu (şablon) yöntemi uygulanmıştır. Fe ve Al tozları ile %20, %40 ve %60 oranlarında, 150-300, 300-500 ve 500-800 mikron boyut aralıklarında üre partikülleri kullanılmıştır. Her iki yöntem içinde, numunelerin yanma sentezi, 750 °C ve 1050 °C'de olmak üzere iki farklı sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir.

Boşluk oluşturu üre kullanılmamış olan numunelerle yapılan deneylerde, 6 farklı soğuk presleme basıncı kullanılmıştır. Basıncın artmasıyla gözenek miktarının azaldığı gözlemlenmiştir. En yüksek dayanım, 300 ve 400 MPa soğuk pres basıncıyla üretilen ve 1050 °C'de HYS işlemine alınan numunelerde (sırasıyla 754,5±42,1 ve 790,9 ± 110,7 MPa) kaydedilmiştir. En düşük dayanım ise 25 MPa soğuk pres basıncıyla üretilen ve 750 °C'de HYS işlemine alınan numunede (131,4±55 MPa) tespit edilmiştir. Ayrıca, sinterleme sıcaklığının artmasıyla malzemenin %28 oranında sertleştiği belirlenmiştir.

Boşluk oluşturu (BO) üre kullanılmış olan numuneler ile yapılan deneylerde, BO partikülleri kullanılarak gözenek boyutu ve oranının etkisinin belirlenmesi için, 3 farklı oran ve 3 farklı boyut aralığı tercih edilmiştir. Bu tür malzemelerin ilerleyen gelişimi için, gözenek boyutu, miktarı ve diğer özellikler arasındaki ilişkiyi anlamak ve ölçmek oldukça önemlidir. Yapılan deneyler göstermiştir ki artan BO boyutu ve oranı, dayanımı azaltmaktadır. 150-300 µm boyutundaki numunelerde %20 oranında üre partikülleri içeren örneklerde, 1050 °C'de yapılan HYS işlemi sonucunda en yüksek mukavemet değeri 92,36±3,7 MPa olarak belirlenmiştir. Diğer yandan, 500-800 µm boyutundaki numunelerde hacimce %60 oranında üre partikülleri içeren 750 °C'de HYS işlemine alınmış numunelerde elde edilen en düşük mukavemet değeri (8,39 ± 0,25 MPa) olarak kaydedilmiştir. Üreli numuneler üzerinde yapılan deneylerde, 1050 °C'de HYS işlemine alınan numunelerin, her zaman 750 °C'de HYS işlemine alınan numunelere göre daha iyi dayanım gösterdiği görülmüştür.

Bunun nedeni, literatürde Gao ve arkadaşlarının 2009 yılında yaptığı çalışmayla benzer olarak 750 °C'de HYS işlemine alınan numunelerde Fe₂Al₅ ve FeAl fazı beraber oluşurken 1050 °C'de HYS işlemine alınan numuneler de tek faz FeAl oluşmasıyla açıklanabilir. (Gao vd. 2009)

6. KAYNAKLAR

- Amiour, Y., Zemmour, K. ve Vrel, D. 2016. Microstructural and mechanical properties of cu-based alloy manufactured by self-propagating high-temperature synthesis method. *J Powder Metall Min*, 5: 1 DOI: 10.4172/2168-9806.1000144
- Amrit, R.P., Mukherjee, M. ve Singh, D. 2021. A critical review on the properties of intermetallic compounds and their application in the modern manufacturing.
- Anonymous 1: Diamond hardness tester online. <https://www.hardnessgauge.com/testing-types/vickers-hardness-testing> [Son erişim tarihi: 18.12.2023].
- Ashby, M. F., Evans, T., Fleck, N. A., Hutchinson, J. W., Wadley, H. N. G. ve Gibson, L. J. 2000. *Metal Foams: A Design Guide*. Elsevier.
- Baker, H., Okamoto, H. ve Henry, S.D. 1992. *ASM Handbook, Alloy Phase Diagrams*. 3. Cilt, Materials Park, Ohio, USA.
- Cai, X., Li, Z., Jiao, X., Wang, J., Kang, X., Feng, P., Akhtar, F., Wang, X. 2021. Preparation of porous NiAl intermetallic with controllable shape and pore structure by rapid thermal explosion with space holder. *Metals and Materials International*, 27 (10): 4216-4224.
- Chanbi, D., Ogam, E., Amara, S.E. ve Fellah, Z.E.A. 2018. Synthesis and mechanical characterization of binary and ternary intermetallic alloys based on Fe-Ti-Al by resonant ultrasound vibrational methods. *Materials*, 11 (5): 746.
- Chen, G., Cao, P., He, Y., Shen, P. ve Gao, H. 2012. Effect of aluminium evaporation loss on pore characteristics of porous FeAl alloys produced by vacuum sintering. *Journal of Materials Science*, 47: 1244-1250.
- Dessai, R. R., Desa, J. A. E., Sen, D. ve Mazumder, S. 2013. Effects of pressure and temperature on pore structure of ceramic synthesized from rice husk: A small angle neutron scattering investigation. *Journal of Alloys and Compounds*, 564: 125-129.
- Gao, H., He, Y., Shen, P., Zou, J., Xu, N., Jiang, Y., Huang, B. ve Liu, C.T. 2009. Porous FeAl intermetallics fabricated by elemental powder reactive synthesis. *Intermetallics*, 17 (12): 1041-1046.
- Gao, H., He, Y., Shen, P.Z. ve Liu, C.T. 2015. Effect of pressure on pore structure of porous FeAl intermetallics. *Advanced Powder Technology*, 26 (2015): 882–886.
- Gao, H., He, Y., Zou, J., Xu, N. ve Liu, C.T. 2012. Pore structure control for porous FeAl intermetallics. *Intermetallics*, 32 (2013): 423-428.
- Gao, H.Y., He, Y.H., Zou, J., Shen, P.Z., Jiang, Y. ve Liu, C.T. 2015. Mechanical properties of porous Fe–Al intermetallics. *Powder Metallurgy*, 58 (3): 197-201.
- Gülsoy, H.Ö. ve German, R.M. 2008. Production of micro-porous austenitic stainless steel by powder injection molding. *Scripta Materialia*, 58 (4): 295-298.
- Hertzberg, R.W., Vinci, R.P. ve Hertzberg, J.L. 2020. *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*. John Wiley & Sons.
- ISO 13314 Standard. 2011. International Standard Mechanical testing of metals—ductility testing—compression test for porous and cellular metals.

- Jiao X., Liu Y., Cai X., Wang J. ve Feng P. 2021. Progress of porous Al-containing intermetallics fabricated by combustion synthesis reactions: A review.
- Jie, W., Cui, H.Z., Cao, L.L. ve Gu, Z.Z. 2011. Open-celled porous NiAl intermetallics prepared by replication of carbamide space-holders. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 21 (8): 1750-1754.
- Jordan, J.L. ve Deevi, S.C. 2003. Vacancy forming and effects in FeAl. *Intermetallic*, 11: 207-528.
- Kashinath, C. ve Patil, S.T. 2002. Aruna, Tanu Mimani, Combustion synthesis: An update. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 6 (2002): 507–512.
- Levashov, E. A., Mukasyan, A. S., Rogachev, A. S. ve Shtansky, D. V. 2017. Self-propagating high-temperature synthesis of advanced materials and coatings. *International Materials Reviews*, 62(4): 203-239. DOI: 10.1080/09506608.2016.1243291
- Levashov, E.A. vd. 1992. Materials. 9. Cilt. Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.
- Li, L. ve Aubertin, M. 2003. A general relationship between porosity and uniaxial strength of engineering materials. *Canadian Journal of Civil Engineering*, 30 (4): 644-658.
- Liu, C.T., George, E.P., Maziasz, P.J. ve Schneibel, J.H. 1998. Recent advances in B2 iron aluminide alloys: Deformation, fracture and alloy design. *Materials Science and Engineering: A*, 258: 84-98.
- Liu, C.T., Wang, L.L. ve Chen, L.Q. 1997. Intermetallics: A review. *Materials Science and Engineering A*, 234(1-2): 1-25.
- Merzhanov, A. ve Sytshev, A. 2002. Self-Propagating High-Temperature Synthesis of Materials, 301-322.
- Merzhanov, A.G. (1997). Combustion Synthesis of Advanced Materials. Elsevier.
- Merzhanov, A.G. 1990. Self-propagating high-temperature synthesis: twenty years of research and findings. Munir, Z. ve Holt, J.B. (Ed.), Combustion and plasma synthesis of high-temperature materials. VCH, New York, s. 1–53.
- Merzhanov, A.G. 1992. Self-propagating high-temperature synthesis and powder metallurgy: unity of goals and competition of principles. Capus, J.M. ve German, R.M. (Ed.), Particulate Materials and Processes: Advances in Powder Metallurgy & Particulate, s. 228.
- Merzhanov, A.G. ve Mukasyan, A. S. 2007. Combustion Synthesis: Fundamentals, Applications, and Challenges. Springer.
- Metals Handbook ASM. 1990. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, 2. Cilt.
- Metals Handbook ASM. 1998. Powder Metal Technologies and Applications, 7. Cilt.
- Mukasyan, A.S. 2011. University of Notre Dame USA, Combustion Synthesis of Silicon Carbide.
- Nagpal, P. ve Baker, I. 1990. Effect of cooling rate on hardness of FeAl and NiAl.

Metallurgical Transactions A, 21: 2281-2282.

- Sarıyer, G. 2023. Yanma sentezi ile fonksiyonel dereceli malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu. Doktora tezi, Akdeniz Üniversitesi, Antalya, 180 s.
- Shu, Y., Suzuki, A., Takata, N. ve Kobashi, M. 2019. Fabrication of porous NiAl intermetallic compounds with a hierarchical open-cell structure by combustion synthesis reaction and space holder method. *Journal of Materials Processing Technology*, 264: 182-189.
- Sina, H., Corneliussen, J., Turba, K. ve Iyengar, S. 2015. A study on the formation of iron aluminide (FeAl) from elemental powders. *Journal of Alloys and Compounds*, 636: 261-269.
- Szczepanik, S., Godlewska, E. ve Mania, R. 2000. Influence of hot forming on the properties of Fe-Al intermetallic materials.
- Varma, A.K., Gupta, A. ve Singh, M.P. 1998. Combustion Synthesis of Materials. CRC Press.
- Xia, X. C., Chen, X. W., Zhang, Z., Chen, X., Zhao, W. M., Liao, B. ve Hur, B. 2013. Effects of porosity and pore size on the compressive properties of closed-cell Mg alloy foam. *Journal of Magnesium and Alloys*, 1 (4): 330-335.

ÖZGEÇMİŞ

RIZA SELÇUK

ÖĞRENİM BİLGİLERİ

Yüksek Lisans 2022-2024	Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Antalya
Lisans Erasmus+ Öğrenci Değişimi 2019-2020	Lublin Teknoloji Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Lublin
Lisans 2015-2020	Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Erzincan