

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**H₃BO₃ VE TiO₂ KULLANARAK TiB₂ – Al₂O₃ TAKVİYELİ NiAl MATRİSLİ
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

Nurdan OKTAN

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

EYLÜL 2021

ANTALYA

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**H₃BO₃ VE TiO₂ KULLANARAK TiB₂ – Al₂O₃ TAKVİYELİ NiAl MATRİSLİ
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

Nurdan OKTAN

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

EYLÜL 2021

ANTALYA

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**H₃BO₃ VE TiO₂ KULLANARAK TiB₂ – Al₂O₃ TAKVİYELİ NiAl MATRİSLİ
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

**Nurdan OKTAN
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Bu tez
Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından
FYL-2020-5300 nolu proje ile desteklenmiştir.**

EYLÜL 2021

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**H₃BO₃ VE TiO₂ KULLANARAK TiB₂ – Al₂O₃ TAKVİYELİ NiAl MATRİSLİ
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

Nurdan OKTAN
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Bu tez / / 202..... tarihinde jüri tarafından Oybirliği / Oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU (Danışman)

Prof. Dr. Gürkan ALTAN

Prof. Dr. Mustafa Serdar KARAKAŞ

ÖZET

H₃BO₃ VE TiO₂ KULLANARAK TiB₂ – Al₂O₃ TAKVİYELİ NiAl MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Nurdan OKTAN

Yüksek Lisans Tezi, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. H. Erdem ÇAMURLU

Eylül 2021; 122 sayfa

Tez projesinin amacı, başlangıç malzemesi olarak H₃BO₃, TiO₂, Ni ve Al tozları kullanılarak yanma sentezi ile TiB₂, Al₂O₃ takviye partikülleri içeren NiAl matrisli kompozitlerin üretimi ve karakterizasyon işlemlerinin gerçekleştirilmesidir. Bu amaç doğrultusunda, hacimce %5-40 aralığında TiB₂, Al₂O₃ takviye partikülleri içeren NiAl matrisli kompozitler üretilmiştir ve farklı oranlarda TiB₂, Al₂O₃ takviyesinin mikroyapı ve mekanik özellikler üzerindeki etkileri incelenmiştir.

Numuneler 3 farklı grupta üretilmiştir. Birinci grupta, kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KIYSS) ile TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl tozları üretilmiştir. İkinci grupta, hacim yanma sentezi (HYS) ile üretilmiş olan %40, 25, 10 TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl tozlarına düşük bir oranda (%5-10) Ni ve Al tozları eklenmiştir. Üçüncü grupta ise HYS ile üretilen %100-90 TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl tozlarına yüksek bir oranda (%80-90) Ni ve Al tozları eklenmiştir. İkinci ve üçüncü grupta üretilen tozlara 2 saat boyunca öğütme işlemi uygulanmıştır. Bu üç grupta üretilen tozlarla presleme sonrasında sırasıyla 1375 °C, 1375 °C ve 1100 °C’de 1 saat sinterleme işlemi uygulanmıştır. 3. grup parçaların ısıtılması sırasında esasen HYS meydana geldiği öngörülmüştür. Üretilen numuneler için XRD analizleri, mikrosertlik ölçümleri, optik ve taramalı elektron mikroskobu incelemeleri, EDS analizleri ve 3-nokta eğme testleri gerçekleştirilmiştir.

Yapılan deneyler sonucunda üçüncü gruptaki numunelerin daha başarılı olduğu söylenebilmektedir. Birinci ve ikinci gruptaki numunelerin mikroyapısı incelendiğinde, genellikle TiB₂ partiküllerinin NiAl matrisi içerisinde oluşurken, Al₂O₃ partiküllerinin NiAl tane sınırlarında ve gözeneklerde bulunduğu görülmüştür. Üçüncü gruptaki %10 TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl matrisli kompozitlerde en iyi mikrosertlik değeri 371,3 ± 32,8 HV_{0,2} olarak ve en iyi eğme dayanımı ise 329,5 MPa olarak bulunmuştur.

ANAHTAR KELİMELEER: Al₂O₃, NiAl matrisli kompozitler, TiB₂, Yanma sentezi

JÜRİ: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Prof. Dr. Gürkan ALTAN

Prof. Dr. Mustafa Serdar KARAKAŞ

ABSTRACT

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF TiB₂ – Al₂O₃ REINFORCED NiAl MATRIX COMPOSITES USING H₃BO₃ AND TiO₂

Nurdan OKTAN

MSc Thesis in Mechanical Engineering

Supervisor: Prof. Dr. H. Erdem Çamurlu

September 2021; 122 pages

The aim of the thesis is to produce and characterize NiAl matrix composites containing TiB₂, Al₂O₃ reinforcement particles by combustion synthesis using H₃BO₃, TiO₂, Ni and Al powders as starting materials. For this purpose, NiAl matrix composites containing 5-40 vol% TiB₂, Al₂O₃ reinforcement particles were produced and the effects of TiB₂, Al₂O₃ reinforcement in different percentages on microstructure and mechanical properties were investigated.

The samples were produced in 3 different groups. In the first group, NiAl powders reinforced with TiB₂, Al₂O₃ were produced by self-propagating high temperature synthesis (SHS). In the second group, low percentage (5-10%) Ni and Al powders were added to the 40, 25, 10% TiB₂, Al₂O₃ reinforced NiAl powders produced by volume combustion synthesis (VCS). In the third group, high percentage (80-90%) Ni and Al powders were added to the 100-90% TiB₂, Al₂O₃ reinforced NiAl powders produced by VCS. The powders produced in the second and third groups were ground for 2 hours. After pressing, the samples were sintered for 1 hour at 1375 °C, 1375 °C and 1100 °C, respectively. Volume combustion synthesis is predicted to occur during the heating of the 3rd group samples. Thereafter, XRD analyses, microhardness measurements, optical and scanning electron microscopy examinations, EDS analyses and 3-point bending tests were performed.

As a result of the experiments, it can be said that the third group samples were more successful. When the microstructure of the samples in the first and second groups was examined, it was observed that while TiB₂ particles were generally formed in the NiAl matrix, Al₂O₃ particles were seen to accumulate in the pores at the NiAl grain boundaries. In the third group, 10% TiB₂, Al₂O₃ reinforced NiAl matrix composites had the best hardness value of $371,3 \pm 32,8$ HV_{0.2} and the best flexural strength was found to be 329,5 MPa.

KEYWORDS: Al₂O₃, Combustion synthesis, NiAl matrix composites, TiB₂

COMMITTEE: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Prof. Dr. Gürkan ALTAN

Prof. Dr. Mustafa Serdar KARAKAŞ

ÖNSÖZ

Yüksek lisans öğrenimim boyunca, bilgisini benimle paylaşarak yol gösteren ve tezimin tamamlanmasında bana büyük bir desteği olan danışman hocam sayın Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU'ya teşekkürü bir borç bilirim.

Yüksek lisans çalışmalarımı yaparken, her türlü maddi ve manevi destekleriyle her zaman benim yanımda olan canım aileme çok teşekkür ederim.

Bu tezi FYL-2020-5300 nolu proje ile desteklemiş olan Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimine ayrıca teşekkür ederim.

Son olarak, bu tez çalışmasını destekleyen Bor Araştırma Enstitüsüne (BOREN) verdiği burs için teşekkürlerimi sunarım.



İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ	iii
AKADEMİK BEYAN	viii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xvi
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK TARAMASI	3
2.1. Metal Matrisli Kompozitler (MMK).....	3
2.2. Nikel Alüminitler	8
2.2.1. Ni ₃ Al	10
2.2.2. NiAl.....	11
2.3. TiB ₂	13
2.4. Al ₂ O ₃	15
2.5. Yanma Sentezi	15
2.5.1. KİYSS (Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi) yöntemi.....	16
2.5.2. HYS (Hacim yanma sentezi) yöntemi.....	21
2.6. İntermetalik Matrisli Kompozitler (İMK).....	22
2.6.1. İntermetalik matrisli kompozitlerde kullanılan matrisler.....	24
2.6.2. İntermetalik matrisli kompozitlerde kullanılan takviyeler.....	27
2.6.3. İntermetalik matrisli kompozitlerin üretim yöntemleri.....	30
2.6.3.1. Eritme, döküm, şekillendirme	30
2.6.3.2. Toz metalürjisi	31
2.6.3.3. Yanma sentezi	33
2.6.3.4. Isıl işlemler ve kaplama	37
2.6.3.5. Sıvı metal sızması	38
2.6.3.6. Sprey şekillendirme.....	38
2.6.3.7. Birleştirme.....	38
3. MATERYAL VE METOT	40
3.1. Deneylerde Kullanılan Tozlar	41
3.2. Birinci Grup	42

3.2.1. Birinci gruptaki toz karışımlarının hazırlanması.....	42
3.2.1.1. 1 numaralı toz deneyleri (takviyesiz NiAl, KİYSS)	43
3.2.1.2. 2 numaralı toz deneyleri (takviyesiz NiAl, HYS).....	43
3.2.1.3. 3 numaralı toz deneyleri (ticari %10Al ₂ O ₃ ve ticari %10TiB ₂ takviyeli - NiAl, HYS)	44
3.2.2. Birinci gruptaki tozların öğütülmesi	44
3.2.3. Birinci gruptaki tozların preslenmesi	44
3.2.4. Numunelerin sinterlenmesi	44
3.3. İkinci Grup	45
3.3.1. İkinci gruptaki toz karışımlarının hazırlanması	45
3.3.1.1. 4 numaralı toz deneyleri (%25 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl, HYS)	46
3.3.1.2. 5.1., 5.2. ve 5.3. numaralı toz deneyleri (sırasıyla %10 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ , %25 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ ve %40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl, HYS)	46
3.3.1.3. 6 numaralı toz deneyleri (%40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl, HYS).....	47
3.3.1.4. 7 numaralı toz deneyleri (%25 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl, HYS).....	47
3.3.1.5. 8 numaralı toz deneyleri (%10 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl, HYS)	47
3.3.1.6. 9 numaralı toz deneyleri (%40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl, HYS)	48
3.3.1.7. 10 numaralı toz deneyleri (%40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl, HYS)	48
3.3.1.8. 11 numaralı toz deneyleri (%25 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl, HYS)	48
3.3.1.9. 12 numaralı toz deneyleri (%10 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl, HYS)	49
3.3.2. İkinci gruptaki tozların öğütülmesi	49
3.3.2.1. Ö40-1 numaralı deneyin öğütme işlemi (%40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl)	49
3.3.2.2. Ö25-4 numaralı deneylerin öğütme işlemi (%25 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl)...	49
3.3.2.3. Ö25-1 numaralı deneyin öğütme işlemi (%25 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl)	49
3.3.2.4. Ö10-1 numaralı deneyin öğütme işlemi (%10 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl)	49
3.3.3. İkinci gruptaki tozların preslenmesi	50
3.3.3.1. S10 1-1 numaralı numune (%10 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl)	50
3.3.3.2. S10 1-2 (%5 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl) (%10 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ tozuna %5 oranında Ni ve Al ilaveli, kuru olarak tekrar öğütmeli) numaralı numune.....	50
3.3.3.3. S25 4-1 numaralı numune (%25 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl)	51
3.3.3.4. S25 1-1 numaralı numune (%25 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl)	51
3.3.3.5. S40 1-1 numaralı numune (%40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl)	51
3.3.3.6. S40 1-2 numaralı numune (%30 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl) (%40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ tozuna %10 oranında Ni ve Al ilaveli).....	51

3.3.3.7. S40 1-3 numaralı numune (%30 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl) (%40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ tozuna %10 oranında Ni ve Al ilaveli, kuru olarak tekrar öğütmeli).....	52
3.3.4. İkinci gruptaki numunelerin sinterlenmesi	52
3.4. Üçüncü Grup	52
3.4.1. Üçüncü gruptaki toz karışımlarının hazırlanması	52
3.4.1.1. 13 numaralı toz deneyleri (%100 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ , HYS).....	53
3.4.1.2. 14 numaralı toz deneyleri (%90 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl, HYS).....	53
3.4.2. Üçüncü gruptaki tozların öğütülmesi	53
3.4.2.1. Ö100 -1 numaralı öğütme işlemi (%100 TiB ₂ , Al ₂ O ₃).....	53
3.4.2.2. Ö90 -1 numaralı öğütme işlemi (%90 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl)	54
3.4.3. Üçüncü gruptaki tozların preslenmesi.....	54
3.4.3.1. S0 1-2 ve S0 1-3 numaralı numuneler (öğütülmemiş takviyesiz NiAl).54	
3.4.3.2. S10 1-3 ve S10 1-4 numaralı numuneler [%10 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl (%100 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ tozuna %90 oranında Ni ve Al ilaveli)]	55
3.4.3.3. S10 1-5 ve S10 1-6 numaralı numuneler [%10TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl (%90 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozuna %80 oranında Ni ve Al ilaveli)]	55
3.4.4. Üçüncü gruptaki numunelerin sinterlenmesi	55
3.5. Metalografik İncelemeler	55
3.5.1. Yoğunluk ölçümleri	55
3.5.2. Zımparalama ve parlatma.....	55
3.5.3. Optik mikroskop ve SEM incelemeleri.....	56
3.6. Mekanik İncelemeler.....	56
3.6.1. Mikrosertlik ölçümleri	56
3.6.2. Üç nokta eğme testleri.....	56
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	57
4.1. Birinci Grup Bulguları	57
4.1.1. Birinci grup toz deneyleri bulguları	57
4.1.2. Birinci grup sinterleme deneyleri bulguları	59
4.1.2.1. Mikroyapı ve EDS incelemeleri.....	60
4.1.2.2. Mikrosertlik ölçüm sonuçları	65
4.2. İkinci Grup Bulguları	66
4.2.1. İkinci grup toz deneyleri bulguları.....	66
4.2.1.1. XRD Sonuçları	74
4.2.2. İkinci grup sinterleme deneyleri bulguları	75
4.2.2.1. Mikroyapı ve EDS incelemeleri.....	77

4.2.2.2. Mikrosertlik ölçüm sonuçları	89
4.2.2.3. Üç- Nokta eğme testi sonuçları	90
4.3. Üçüncü Grup Bulguları	93
4.3.1. Üçüncü grup toz deneyleri bulguları.....	93
4.3.2. Üçüncü grup sinterleme deneyleri bulguları	97
4.3.2.1. Mikroyapı ve EDS incelemeleri.....	98
4.3.2.2. Mikrosertlik ölçüm incelemeleri	102
4.3.2.3. Üç-Nokta eğme testi incelemeleri.....	103
5. SONUÇLAR	106
5.1. Yoğunluklar	106
5.2. Mikroyapılar.....	107
5.3. Mikrosertlikler.....	109
5.4. 3-Nokta Eğme Dayanımları	111
6. KAYNAKLAR	115
ÖZGEÇMİŞ	

AKADEMİK BEYAN

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “ H_3BO_3 ve TiO_2 Kullanarak $\text{TiB}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ Takviyeli NiAl Matrisli Kompozitlerin 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.

24/09/2021

Nurdan OKTAN

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

Ωcm : Ohm santimetre

μm : Mikrometre

mm : Milimetre

m : Metre

s : Saniye

dk : Dakika

sa : Saat

g : Gram

kN : Kilonewton

kJ : Kilojoule

cm^3 : Santimetre küp

MPa : Megapaskal

GPa : Gigapaskal

$^{\circ}\text{C}$: Derece santigrat

HV : Vickers sertlik

Ni : Nikel

Al : Alüminyum

O : Oksijen

Ti : Titanyum

B : Bor

C : Karbon

W : Tungsten

Cu : Bakır

Cr : Krom
Fe : Demir
Ca : Kalsiyum
NiAl : Nikel alüminit
TiB₂ : Titanyum diborür
Al₂O₃ : Alüminyum oksit

Kısaltmalar

MMK : Metal matrisli kompozit
İMK : İntermetalik matrisli kompozit
HMK : Hacim merkezli kübik
SEM : Taramalı elektron mikroskobu
GSE : Geri saçılmış elektron
XRD : X-Işını kırınım yöntemi
EDS : Enerji dağılım spektrometresi
KİYSS: Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi
HYS : Hacim yanma sentezi
ö : Öğütme
sö : Saat öğütme
TA : TiB₂, Al₂O₃
PEG : Polietilen glikol

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Farklı tipteki metal matrisli kompozitler; a) parçacık takviyeli; b) kısa fiber takviyeli; c) sürekli fiber takviyeli; d) tabakalı metal matrisli kompozitler (Kandpal vd. 2014).....	4
Şekil 2.2. Metal matrisli kompozitlerde kullanılan matris-takviye malzemelerinin kombinasyonları (BDM Federal Inc 1993).....	5
Şekil 2.3. Farklı takviyelere sahip MMK'lerin üretim yöntemlerini gösteren şema (Kalemtaş 2014).....	8
Şekil 2.4. Ni-Al faz sistemini gösteren diyagram (Okamoto 2004).....	9
Şekil 2.5. Nikel aluminatların kristal kafes yapıları (Yörük 2010).....	10
Şekil 2.6. B2 tip NiAl birim hücresi (Herzig ve Divinski 2004).....	11
Şekil 2.7. Kendiliğinden ilerleyen yanma sentezi ile üretilen NiAl'ın SEM görüntüsü (Song vd. 2016).....	12
Şekil 2.8. TiB ₂ yapısı (Xiang vd. 2015).....	13
Şekil 2.9. TiB ₂ tozunun SEM görüntüsü (Euh vd. 1999).....	14
Şekil 2.10. Al ₂ O ₃ tozunun SEM görüntüsü (Karimian ve Babaluo 2006).....	15
Şekil 2.11. KİYSS yöntemini gösteren diyagram (Minasyan 2020).....	18
Şekil 2.12. KİYSS'de reaksiyona girenlerin ve ürünlerin (faz değişimi içermeyen) entalpi-sıcaklık ilişkisini ifade eden şematik grafik (Anonim 2).....	19
Şekil 2.13. Yanma sentezinin grafiksel gösterimi (I) Başlangıç karışımı (II) Ön ısıtma (III) Yanmanın gerçekleştiği bölge (IIIa) Yanma arkası bölgesi (IV) Yapı ve faz dönüşümleri (V) Yanma sentezi sonucu oluşan ürünlerin soğutulması (VI) Nihai ürünler (Merzhanov 2012).....	20
Şekil 2.14. HYS yöntemini gösteren diyagram (Pacheco 2007).....	22
Şekil 2.15. 30 MPa basınç ve 1400 °C, ts=10 dk sinterleme parametreleriyle üretilen NiAl matrisli Al ₂ O ₃ takviyeli kompozitin yapısı (Nosewicz vd. 2019).....	23
Şekil 2.16. Ni ₃ Al-TiC kompozitinin yapısı (Fras vd. 2009).....	30
Şekil 2.17. Toz metalürjisi yönteminin basit gösterimi (Hamweendo vd. 2016).....	33
Şekil 2.18. Bir ürünün (ΔH_p) ve substratların (ΔH_s) yeniden ısıtılmasıyla ilgili sıcaklığa karşı NiAl bileşiğinin oluşumu için entalpi değişiklikleri (Naplocha 2018).....	36

Şekil 3.1. Deneylerde kullanılan nikel tozunun SEM görüntüsü.....	41
Şekil 3.2. Deneylerde kullanılan alüminyum tozunun SEM görüntüsü.....	41
Şekil 3.3. Deneylerde kullanılan borik asit tozunun mikroskop görüntüsü.....	42
Şekil 4.1. S0 1-1, öğütülmemiş KİYSS NiAl, 1375 °C’de 1 sa sinter, 295,1 HV _{0,2} ; a) 500x; b) 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri; c) 1000x; d) 10000x büyütmedeki SEM-GSE görüntüleri.....	60
Şekil 4.2. 0 2-1, öğütülmemiş HYS NiAl, 331,8 HV _{0,2} ; a) 200x; b) 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.....	61
Şekil 4.3. 0 2-2, öğütülmemiş HYS NiAl, 320,2 HV _{0,2} ; a) 500x; b) 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.....	61
Şekil 4.4. S25 1-2, öğütülmemiş KİYSS 25TA, 1375 °C’de 1 sa sinter; a) 500x; b) 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri; c) 1000x; d) 5000x büyütmedeki SEM-GSE görüntüleri.....	62
Şekil 4.5. S25 1-2, öğütülmemiş KİYSS 25TA, 1375 °C’de 1 sa sinter SEM-EDS için seçilen bölge.....	63
Şekil 4.6. 10 3-2, öğütülmemiş HYS Ticari %10 TiB ₂ - NiAl 396,3 HV _{0,2} ; a) 500x; b) 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.....	64
Şekil 4.7. 10 3-3, öğütülmemiş HYS Ticari %10 Al ₂ O ₃ - NiAl, 364 HV _{0,2} ; a) 500x; b) 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.....	65
Şekil 4.8. İlk gruptaki numunelerin numaralarına ve içeriklerine göre hazırlanmış olan ortalama mikrosertlik değerleri.....	66
Şekil 4.9. %40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozunun SEM görüntüsü.....	69
Şekil 4.10. %40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölge (tüm alan).70	
Şekil 4.11. %25 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozunun SEM görüntüsü.....	71
Şekil 4.12. %25 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölge (tüm alan).....	72
Şekil 4.13. %10 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozunun SEM görüntüsü.....	73
Şekil 4.14. %10 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölge (tüm alan).....	73

Şekil 4.15. Hacim yanma sentezi ile üretilen TiB_2 , Al_2O_3 - $NiAl$ tozlarının XRD desenleri; **a)** hacimce %10 TiB_2 , Al_2O_3 - $NiAl$; **b)** hacimce %25 TiB_2 , Al_2O_3 - $NiAl$ **c)** hacimce %40 TiB_2 , Al_2O_3 - $NiAl$; 1: $NiAl$, 2: Al_2O_3 , 3: TiB_2 74

Şekil 4.16. İkinci gruptaki numunelerin sinter sonrası görüntüleri. Soldan sağa doğru sırasıyla S40 1-1 (40TA), S40 1-2 (40-30TA), S401-3 (40-30TA, 2ö), S25 1-1 (25TA), S10 1-1 (10TA), S10 1-2 (10-5TA, 2ö), numaralı numuneler. S25 4-1 (25TA) numaralı numune ayrı olarak sinterlenmiştir fakat sinterleme parametreleri bu sinter grubuyla aynıdır.....76

Şekil 4.17. S10 1-1, 10TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 70,4 $HV_{0,2}$, 44,5 MPa; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmeledeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 10000x; **d)** 20000x büyütmeledeki SEM-GSE görüntüleri.....78

Şekil 4.18. S10 1-1, 10TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 70,4 $HV_{0,2}$, 44,5 MPa SEM-EDS için seçilen bölge ve analiz yapılan noktalar.....79

Şekil 4.19. S10 1-2, 10-5TA, 2 sö ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 55,3 $HV_{0,2}$, 44,7 MPa; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmeledeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 5000x; **d)** 10000x büyütmeledeki SEM-GSE görüntüleri.....80

Şekil 4.20. S10 1-2, 10-5TA, 2 sö ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 55,3 $HV_{0,2}$, 44,7 MPa SEM-EDS için seçilen bölge ve analiz yapılan noktalar.....81

Şekil 4.21. S25 1-1, 25TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 103,7 $HV_{0,2}$, 47,6 MPa; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmeledeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 10000x; **d)** 20000x büyütmeledeki SEM-GSE görüntüleri.....82

Şekil 4.22. S25 1-1, 25TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 103,7 $HV_{0,2}$, 47,6 MPa SEM-EDS için seçilen bölge ve analiz yapılan noktalar.....83

Şekil 4.23. S40 1-1, 40TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 177,5 $HV_{0,2}$, 31,5 MPa; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmeledeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 5000x; **d)** 10000x büyütmeledeki SEM-GSE görüntüleri.....84

Şekil 4.24. S40 1-1, 40TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 177,5 $HV_{0,2}$, 31,5 MPa SEM-EDS için seçilen bölge ve analiz yapılan noktalar.....85

Şekil 4.25. S40 1-2, 40-30TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 229,4 $HV_{0,2}$; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmeledeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 20000x; **d)** 50000x büyütmeledeki SEM-GSE görüntüleri.....86

Şekil 4.26. S40 1-3, 40-30TA, 2 sö ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375 °C 1 sa, 246,4 $HV_{0,2}$; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmeledeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 5000x; **d)** 20000x büyütmeledeki SEM-GSE görüntüleri.....87

Şekil 4.27. S40 1-3, 40-30TA, 2 sö ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375 °C 1 sa, 246,4 $HV_{0,2}$ SEM-EDS için seçilen bölge ve analiz yapılan noktalar.....88

Şekil 4.28. S40 1-3, 40-30TA, 2 sö ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375 °C 1 sa, 246,4 HV _{0,2} SEM-EDS için seçilen ikinci bölge ve analiz yapılan noktalar.....	89
Şekil 4.29. İkinci gruptaki numunelerin numaralarına göre mikrosertlik değerlerini içeren grafik.....	90
Şekil 4.30. S10 1-1 (10TA, 2 sö, %4 peg, 1375°C 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği.....	91
Şekil 4.31. S10 1-2 (10-5TA, 2 sö ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375°C 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği.....	91
Şekil 4.32. S25 4-1 (25TA, 2 sö, %1 PEG, 1375°C 1sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği.....	92
Şekil 4.33. S25 1-1 (25TA, 2 sö, %4 PEG, 1375 °C 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği.....	92
Şekil 4.34. S40 1-1 (40TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği.....	93
Şekil 4.35. %100 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ tozunun SEM görüntüsü.....	94
Şekil 4.36. %100 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölge (tüm alan).....	95
Şekil 4.37. %90 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozunun SEM görüntüsü.....	96
Şekil 4.38. %90 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölge (tüm alan).....	96
Şekil 4.39. S0 1-3, öğütülmemiş NiAl, 1020-1100 °C arasında 1 sa, 311,3 HV _{0,2} , 21,3 MPa; a) 500x; b) 1000x büyütmelerdeki optik mikroskop görüntüleri.....	98
Şekil 4.40. S10 1-4, 100-10TA, 2 sö, 1020-1100 °C arasında 1 sa, 350 HV _{0,2} , 30,1 MPa; a) 500x; b) 1000x büyütmelerdeki optik mikroskop görüntüleri; c) 5000x; d) 50000x büyütmelerdeki SEM-GSE görüntüleri.....	99
Şekil 4.41. S10 1-4, 100-10TA, 2 sö, 1020-1100 °C arasında 1 sa, 350 HV _{0,2} , 30,1 MPa SEM-EDS için seçilen bölge.....	100
Şekil 4.42. S10 1-6, 90-10TA, 2 sö, 1020-1100 °C arasında 1sa sinter, 371,3 HV _{0,2} , 27,2 MPa; a) 500x; b) 1000x büyütmelerdeki optik mikroskop görüntüleri; c) 5000x; d) 20000x büyütmelerdeki SEM-GSE görüntüleri.....	101
Şekil 4.43. S10 1-6, 90-10TA, 2 sö, 1020-1100 °C arasında 1 sa sinter, 371,3 HV _{0,2} , 27,2 MPa SEM-EDS için seçilen bölge.....	102

Şekil 4.44. Üçüncü gruptaki numunelerin numaralarına ve içeriklerine göre hazırlanmış olan ortalama mikrosertlik değerleri.....	103
Şekil 4.45. S0 1-3 (öğütülmemiş NiAl, 1020-1100 °C arasında 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği.....	104
Şekil 4.46. S10 1-4 (100-10TA, 2 sö, 1020-1100 °C arasında 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği.....	104
Şekil 4.47. S10 1-6 (90-10TA, 2 sö, 1020-1100 °C arasında 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği.....	105
Şekil 5.1. Üç grubun %teorik yoğunluk değerleri 1. grup: mavi, 2. grup: yeşil, 3. grup: kırmızı ile gösterilmektedir.....	107
Şekil 5.2. a) S25 1-1, 25TA, HYS, 2 sö, b) S25 1-2, öğütülmemiş KİYSS 25TA, 5000x; sinterlenmiş parçaların SEM görüntüleri.....	108
Şekil 5.3. Hacim yanma sentezi ile üretilen TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozlarının XRD desenleri; a) hacimce %10 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl; b) hacimce %25 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl c) hacimce %40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl; 1: NiAl, 2: Al ₂ O ₃ , 3: TiB ₂	109
Şekil 5.4. Üç gruptaki numunelerin ortalama mikrosertlik değerleri. 1. grup: mavi, 2. grup: yeşil, 3. grup: kırmızı ile gösterilmektedir.....	111
Şekil 5.5. Üç gruptaki numunelerin eğme dayanım değerleri. 2. grup: yeşil, 3. grup: kırmızı ile gösterilmektedir.....	112

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. TiB ₂ 'nin genel özellikleri (Ergün 2012).....	14
Çizelge 2.2. Bazı intermetalik matrisli kompozitlerde kullanılan matrislerin özellikleri (Mitra 2018).....	24
Çizelge 2.3. İntermetalik matrisli kompozitlerde kullanılan bazı önemli takviye malzemelerinin özellikleri.....	27
Çizelge 3.1. Birinci grupta yapılmış olan toz deneylerinin listesi.....	42
Çizelge 3.2. İkinci grupta yapılmış olan toz deneylerinin listesi.....	45
Çizelge 3.3. İkinci grupta üretilmiş olan parçaların listesi.....	50
Çizelge 3.4. Üçüncü grupta yapılmış olan toz deneylerinin listesi.....	52
Çizelge 3.5. Üçüncü grupta üretilmiş olan parçaların listesi.....	54
Çizelge 4.1. Birinci grupta yapılmış olan toz deneylerinin sentezinde elde edilen değerler.....	58
Çizelge 4.2. Birinci gruptaki numunelerin yoğunluk değerleri.....	59
Çizelge 4.3. Şekil 4.5'te işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%).....	63
Çizelge 4.4. İkinci grupta yapılmış olan toz deneylerinde elde edilen değerler.....	66
Çizelge 4.5. Şekil 4.10'daki tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%).....	70
Çizelge 4.6. Şekil 4.12'deki tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%).....	72
Çizelge 4.7. Şekil 4.14'teki tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%).....	74
Çizelge 4.8. İkinci grupta üretilen tozların preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilen parçaların sinterleme öncesi ve sonrası değerleri.....	75
Çizelge 4.9. İkinci gruptaki numunelerin yoğunluk değerleri.....	76
Çizelge 4.10. Şekil 4.18'de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%).....	79
Çizelge 4.11. Şekil 4.20'de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%).....	81
Çizelge 4.12. Şekil 4.22'de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%).....	83

Çizelge 4.13. Şekil 4.24'te işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%).....	85
Çizelge 4.14. Şekil 4.27'de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%).....	88
Çizelge 4.15. Şekil 4.28'de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%).....	89
Çizelge 4.16. Üçüncü grupta yapılmış olan toz deneylerinin sentezinde elde edilen değerler.....	93
Çizelge 4.17. Şekil 4.36'daki tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%).....	95
Çizelge 4.18. Şekil 4.38'deki tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%).....	97
Çizelge 4.19. Üçüncü grupta üretilen tozların preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilen parçaların sinterleme öncesi ve sonrası değerleri.....	97
Çizelge 4.20. Üçüncü gruptaki numunelerin yoğunluk değerleri.....	98
Çizelge 4.21. Şekil 4.41'de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%).....	100
Çizelge 4.22. Şekil 4.43'te işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%).....	102
Çizelge 5.1. %10, 25 ve 40 TiB ₂ , Al ₂ O ₃ - NiAl tozlarının tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%).....	109
Çizelge 5.2. Birinci grupta üretilen tozlarla yapılan numunelerin numaralarına ve içeriklerine göre ortalama mikrosertlik ve %teorik yoğunluk değerleri.....	113
Çizelge 5.3. İkinci gruptaki numunelerin numaralarına ve içeriklerine göre ortalama mikrosertlik, dayanım, %şekil değişimi, %teorik yoğunluk değerleri	113
Çizelge 5.4. Üçüncü gruptaki numunelerin numaralarına ve içeriklerine göre ortalama mikrosertlik, dayanım, %şekil değişimi ve %teorik yoğunluk değerleri.....	114

1. GİRİŞ

İntermetalik matrisli kompozitler, seramik matrisli kompozitlerin kırılğan ve sert yapılarından kaynaklanan düşük sıcaklıklardaki tokluk, metal matrisli kompozitlerin de yüksek sıcaklıklardaki düşük mukavemet özelliklerini iyileştirmek amacı ile geliştirilmiş malzemelerdir. İntermetalik matrisli kompozitler, yüksek erime sıcaklıklarına, yüksek sıcaklıklarda mukavemeti muhafaza edebilme kabiliyetine ve çevresel bozulmaya karşı iyi dirence sahip malzemelerdir. Bu avantajları sayesinde bu malzemeler uçak motorlarında, yüksek sıcaklıklara maruz kalan otomotiv bileşenleri, nükleer ve enerji üretim ekipmanları gibi yerlerde kullanım yeri bulmaktadırlar. Bu çalışmada TiB_2 ve Al_2O_3 parçacık takviyeli NiAl matrisli kompozitlerin yanma sentezi ile üretimi üzerinde çalışılmıştır.

Nikel alüminit, düşük özgül ağırlıklı, yüksek ergime sıcaklığına, mükemmel oksidasyon direncine ve yüksek ısıl iletkenliğe sahip olan düzenli bir intermetalik bileşiktir. Yüksek sıcaklık malzemelerine olan gereksinim günümüzde giderek artmaktadır. Örneğin; yeni nesil jet motorları ve gaz türbinleri, maksimum uzun süreli çalışma sıcaklığına sahip ve düşük özgül ağırlıklı malzemelere ihtiyaç duymaktadır. Nikel alüminit, bu üstün özellikleri ile her türlü yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılan süperalaşımların yerini almakta olan oldukça önemli bir malzemedir.

Bu çalışmada takviye olarak kullanılan TiB_2 ve Al_2O_3 , çok yüksek sertliğe ve yüksek erime sıcaklığına sahip olan seramik malzemelerdir. TiB_2 , Al_2O_3 toz karışımının, yüksek sertliği sayesinde, NiAl'in sertliğinin, mukavemetinin ve aşınma direncinin artması beklenmektedir. Ayrıca partikül takviyeli intermetalik matrisli kompozit malzemeler, havacılık sektöründe ve yüksek sıcaklık uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır ve bu sektörler için oldukça önemli malzemelerdir.

Toz başlangıç malzemeleri kullanılmış olması ve toz işlemleri uygulanmış olması nedeniyle bu çalışma toz metalürjisi kapsamına girmektedir. Toz metalürjisi; üretilecek olan parçaların kalitesi yüksek, homojen ve kolay bir şekilde üretilmesi amacıyla kullanılan bir üretim yöntemidir. Bu yöntem ayrıca karmaşık parçaların seri olarak üretilmesine de olanak sağlamaktadır. Toz metalürjisinin bu avantajları, diğer üretim yöntemlerine göre tercih sebebi olmasını sağlamaktadır. İkincil işlemlere gerek kalmadan nihai ürüne ulaşmak da bu yöntem ile mümkün olabilmektedir. Toz metalürjisinde üretilecek parça için kullanılacak olan tozlar da farklı şekilde üretilmektedirler. Tozlar, amaca uygun, istenilen oranlarda homojen olacak şekilde karıştırılır. Karıştırılmış olan tozlar kalıba alınır ve belirlenen basınç değerlerinde presleme işlemi gerçekleştirilmektedir. Ardından bu sıkıştırılmış tozlar, mekanik özelliklerde artış sağlamak amacıyla sinterlenmektedir.

Bu çalışmada H_3BO_3 , TiO_2 , Ni ve Al başlangıç malzemelerinin ısıtılmasıyla meydana gelen reaksiyon sayesinde yanma sentezi ile TiB_2 ve Al_2O_3 parçacık takviyeli NiAl matrisli kompozitler elde edilmiştir. Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi yöntemi (KİYSS), yanma sentezi yöntemlerinden birisi olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu yöntemde, sıkıştırılmış ve pelet haline getirilmiş başlangıç tozları en üst katmandan ateşlenmektedir. Bu ateşleme sırasında bir ekzotermik reaksiyon ile ısı açığa çıkmaktadır. Açığa çıkan ısı ile reaksiyon başlangıç malzemesinde katman katman

ilerleyerek malzemenin nihai ürünlere dönüşmesini sağlamaktadır. Bu metodun, pahalı fırın gibi bir ekipman gerektirmemesi, ürünlerin yüksek saflıkta oluşması, ucuz oksit bileşiklerinin kullanılabilmesi gibi birçok avantajı olduğu söylenebilmektedir. Ayrıca bir diğer yanma sentezi yöntemi olan ve bu çalışmada da üretim metodu olarak kullanılan, hacim yanma sentezi (HYS) ise tozların sıkıştırılması ile oluşturulmuş peletin fırına yerleştirilmesi ve bu peletin reaksiyonun başlayabileceği tutuşma sıcaklığına kadar ısıtılmasıyla gerçekleşmektedir. Hacim yanma sentezindeki asıl amaç, tüm peletin eş zamanlı olarak reaksiyona girmesini sağlayabilmektir.



2. KAYNAK TARAMASI

2.1. Metal Matrisli Kompozitler (MMK)

Halihazırda kullanılan malzemelere alternatif olarak ya da daha önemli bir kriter olarak yüksek sıcaklıklarda kullanılabilecek ve daha yüksek belirli bir mukavemet özelliğine sahip malzemelerin üretilmesi amacıyla 1960'ın başında metal matrisli kompozit (MMK) malzemelerin geliştirilmesine başlanmıştır. Metal matrisli kompozitler sermetler, metalik köpükler, partikül veya fiber takviyeli metaller şeklinde oldukça farklı malzemeleri kapsamaktadır. Metal matrisli kompozitlerin, yerine kullanılan metallere ve farklı yekpare malzemelere göre oldukça önemli birçok avantajları vardır. Aşağıda bu avantajlar sıralanmıştır (Mazumdar 2002; Akbulut 1995):

- Düşük yoğunluk,
- Yüksek mukavemet,
- Yüksek elastite modülü,
- Tekrar üretilebilir içyapı ve özellikler,
- Sıcaklık değişikliklerine/ısı şoka karşı düşük hassasiyet,
- Yüksek darbe dayanımı ve tokluk,
- Yüksek ısı ve elektriksel iletkenlik.
- Yüksek yüzey sertliği,
- Yüzey çatlaklarına karşı düşük hassasiyet olması olarak söylenebilir (Mazumdar 2002; Akbulut 1995).

Metal matris yüksek dayanım, tokluk, yüksek sıcaklıklara karşı dayanıklılık ve ısı kararlılıklarının yanında birçok farklı ortamda korozyon dayanımları da oldukça yüksektir. Ayrıca kaynak ve farklı yöntemlerle kolaylıkla biçimlendirilebilme özellikleri metal matrisli kompozitlerin avantajlarından bir diğeri olarak gösterilebilir.

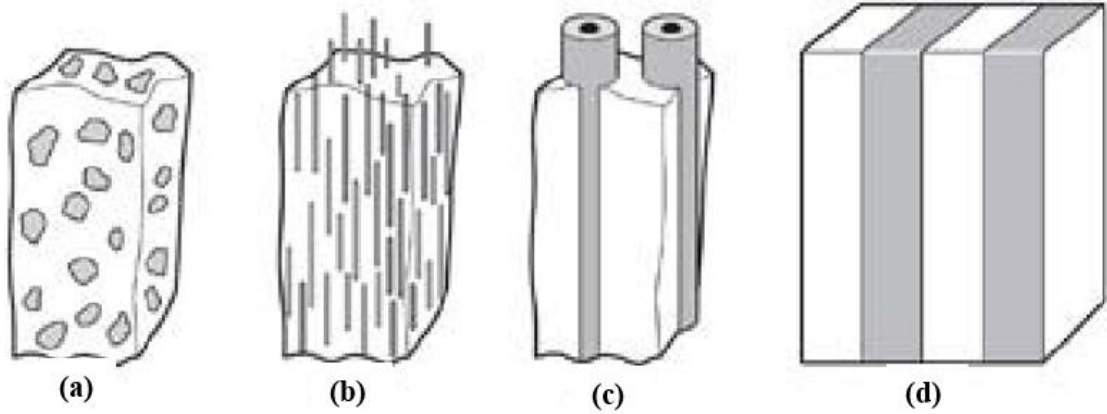
Aşağıda daha detaylı olarak metal matrisli kompozitlerin, metallere göre çok daha üstün olan özellikleri verilmiştir:

- Düşük ısı genleşme katsayısı,
- Yüksek aşınma direnci,
- Yüksek mukavemet/yoğunluk oranı,
- Yüksek elastisite modülü/yoğunluk oranı,
- Yüksek sıcaklıklarda mukavemetini koruyabilme,

- Düşük sürtünme katsayısı,
- İyi yorulma direnci olarak sıralanabilir (Kalemtaş 2014).

Matris malzemeleri kompozitin yapısında sürünme, kayma, akma, basma, dielektrik ve termo mekanik özelliklerini belirlemede çok büyük bir öneme sahiptir (Hull 1992). Metal matrisli kompozitlerde genelde tercih edilen matris malzemeleri düşük yoğunluklu, yüksek tokluğa sahip ve iyi mekanik özellikleri gösterebilen hafif metal ve alaşımlarıdır. Hafif metal alaşımları, dayanım ve özgül ağırlık oranlarının iyi olması sebebiyle çoğunlukla ağırlığın önemli olduğu, hafif malzemelerin üretilmesi amacı ile tercih sebebi olmuştur. Bu tür malzemelerle ilgili olarak, bu malzemelerin atmosfere karşı korozyon direncinin de yüksek olduğu söylenmelidir. Metal matrisli kompozit malzemelerinde matris malzemesi olarak genellikle titanyum, nikel, alüminyum ve bakır gibi metaller kullanılmaktadır (Kalemtaş 2014).

Metal matrisli kompozitler (MMK), sürekli bir metalik matristen ve bir veya birden daha fazla süreksiz takviye fazından oluşur. Takviye fazı, lifler, parçacıklar vb. şeklinde olabilmektedir. Metal matrisli kompozitlerde takviye yapısına göre farklı tipte metal matrisli kompozitler vardır. Şekil 2.1.'de farklı türdeki metal matrisli kompozitler gösterilmiştir (Kandpal vd. 2014).



Şekil 2.1. Farklı tipteki metal matrisli kompozitler; **a)** parçacık takviyeli; **b)** kısa fiber takviyeli; **c)** sürekli fiber takviyeli; **d)** tabakalı metal matrisli kompozitler (Kandpal vd. 2014)

Metal matrisli kompozitlerde takviye fazı olarak seramik malzemelerin kullanımı çok daha yaygındır. Çünkü seramik malzemelerin sahip olduğu düşük kimyasal reaktiviteleri, yüksek sertlik ve yüksek ergime sıcaklıkları takviye malzemesi olarak iyi bir tercih sebebi olmuştur. Aşağıda seramiklerin takviye malzemesi olarak kullanılmasının en önemli nedenleri sıralanmıştır (Çanakçı 2006):

- Yüksek sertlikleri,
- Yüksek sıcaklıklara karşı dayanıklılıkları,

- Düşük yoğunlukları,
- Erozyon ve aşınmaya karşı dayanıklılıkları,
- Yüksek kimyasal kararlılıkları,
- Sürtünme katsayılarının düşük olması,
- Yüksek çekme ve basma dayanımlarının olması,
- Oksitlenme dirençlerinin yüksek olması,
- Ham maddeleri kolay bulunabilir olması ve genelde metallere kıyasla ucuz olmaları olarak ifade edilebilmektedir (Çanakçı 2006).

Metal matrisli kompozitlerde takviye malzemeleri (Şekil 2.2.) olarak intermetalik bileşikler, oksitler, karbürler ve nitrürler kullanılmaktadır. En yaygın takviyeler olarak genelde SiC, grafit, karbon, Al_2O_3 , bor, B_4C , tungsten, Si_3N_4 ve TiB_2 kullanılır (Kishawy 2012).

MATRİS	TAKVİYE MALZEMESİ													
	Alümina	Alümina/Silika	Boron	Grafit	Molibden	Niobyum	SiC	Si_3N_4	Çelik	Titanyum	TiB_2	TiC	Tungsten	İttriyum
Alüminyum	.	.	.	.			.	.				.		.
Berilidler		.				.	.	.		.	.	.		.
Bakır				.			.				.		.	
Demir									.					
Demir Alüminat						.	.			.	.			.
Kurşun	.									.				
Magnezyum	.			.				.						
Nikel Alüminat		.				.	.	.		.	.	.		.
Süper Alaşımlar					.	.			.				.	
Titanyum				.			.			.	.	.		
Titanyum Alüminatlar		.				.	.	.		.	.	.		.

Şekil 2.2. Metal matrisli kompozitlerde kullanılan matris-takviye malzemelerinin kombinasyonları (BDM Federal Inc 1993)

Metal matrisli kompozitlerin aynı zamanda bazı dezavantajları da bulunmaktadır. Metal matrisli kompozitlerin dezavantajları aşağıdaki gibi ifade edilebilir:

- Sürekli fiber takviyesinin kullanılmak istendiği metal matrisli kompozitlerin üretimlerde çoğunlukla zor ve karmaşık süreçler kullanılması,
- Metallere göre kompozitlerinin sünekliği daha düşük olması,
- Metal matrisli kompozit üretimi için metallere göre daha yüksek maliyetli üretim sisteminin olması ve aynı şekilde daha yüksek maliyetli araç/gereçlerin ihtiyaç olması olarak söylenebilmektedir (Kalemtaş 2014).

Metal matrisli kompozitler çeşitli endüstriyel uygulamalar için üretilmektedir. MMK'ler elverişli özellikleri nedeniyle havacılık, otomotiv ve eğlence endüstrileri için tercih sebebi olmuştur. Ucuz, süreksiz takviyelerin ortaya çıkması ve çeşitli işleme yollarının mevcudiyeti ile süreksiz takviyeli metal matrisli kompozitlerin kullanımı artmaktadır (Bauri ve Yadav 2018). Metal matrisli kompozitler yüksek sıcaklık dayanımına, yüksek termal iletkenliğe, düşük genleşme katsayısına ve yüksek spesifik sertliğe ve dayanıklılığa sahiptir ve MMK malzemelerinde görülen bu potansiyel, 1980'lerin sonlarında kritik uzay sistemi uygulamaları için metal matrisli kompozitleri güzel bir tercih nedeni olarak karşımıza çıkarmıştır (Rawal 2001).

Metal matrisli kompozit malzemelerin, geleneksel türdeki malzemelere göre daha üstün mekanik özellikler göstermesi son zamanlarda bu malzemelerin üretim yöntemleri üzerinde daha çok denemeler yapılmasını sağlamıştır.

Üretim yönteminin seçiminde, elde edilmek istenen ürüne göre bir üretim yöntemi seçimi yapılmalıdır. Aşağıda üretim yöntemi seçerken hangi kriterlere göre seçilmesine dikkat edilmesi gösterilmiştir:

- Üründen istenilen boyutsal değerlere,
- Takviye malzemesinin şekline,
- Matris ile takviyenin uyumuna,
- Takviye malzemesinin matris malzemesi içerisinde eş dağılımlı olması,
- Matris malzemesi ile takviye malzemesi arasında gerçekleşebilecek tepkimelere,
- Kullanım sıcaklığının aralığına,
- Matris ve takviye malzemelerinin ekstra işlem gerektirmesine,
- Matris-takviye arayüzeyinin tam anlamıyla bağlanmasına göre değişmektedir (Kalemtaş 2014).

Farklı matris ve takviye fazlarının kullanılması ile metal matrisli kompozitlerin üretimi için farklı tekniklerin bulunması sağlanmıştır (Kalemtaş 2014).

Aşağıda sıralanan tüm üretim yöntemlerinin kendine has avantajları ve bazı dezavantajları vardır. Ancak tüm metal matrisli kompozit üretim yöntemleri, geleneksel üretim yöntemleri ile kıyaslandığı zaman matris ve takviye fazı arasındaki bağlanmalar ile karmaşık oldukları söylenebilir.

Üretim yöntemleri aşağıdaki gibi katı faz üretim yöntemleri, sıvı faz üretim yöntemleri ve diğer yöntemler olarak 3 ana grupta sınıflandırılabilir:

a) Katı faz üretim yöntemleri

- Toz metalürjisi teknikleri
- Difüzyon bağı yöntemi

b) Sıvı faz üretim yöntemleri

- Sıvı metal infiltrasyon
- Sıvı metal karıştırma
- Sıkıştırma döküm
- Plazma püskürtme

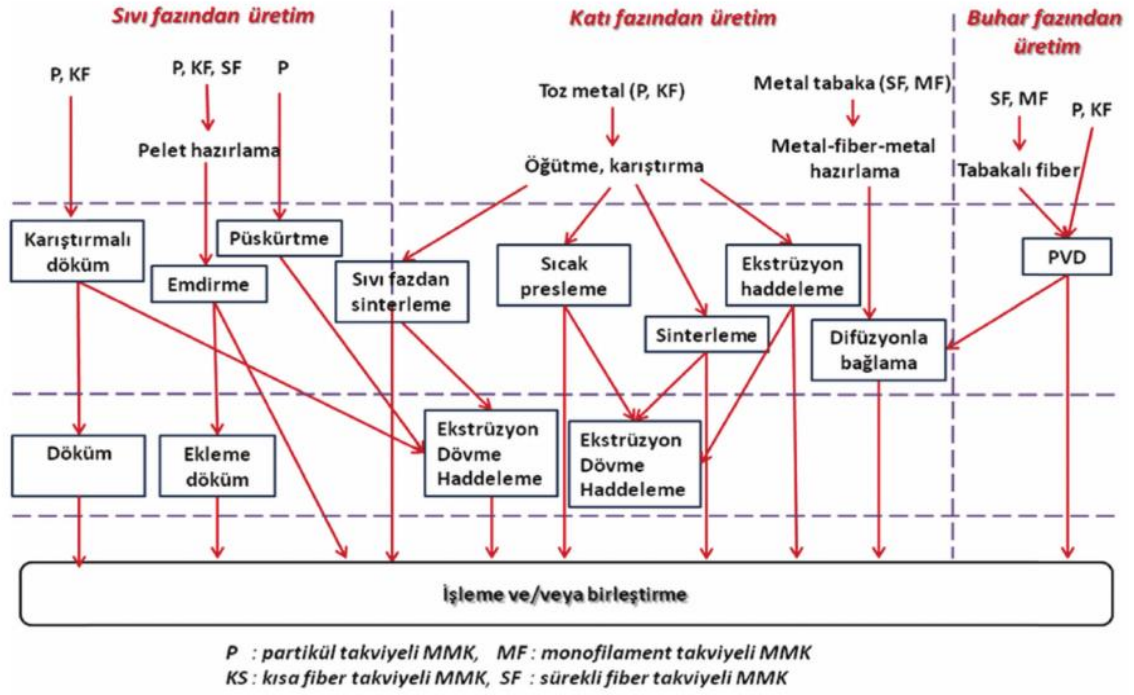
c) Diğer yöntemler

- In-situ tekniği
- Rheocasting ve compocasting döküm teknikleri
- Vidalı ekstrüzyon
- XD tekniği olarak sınıflandırılabilir (Onat 2015).

Sıvı hal üretim tekniklerinin diğerlerine göre en önemli avantajları, ilk yatırımlarının düşük olması ve düşük hammadde maliyetleri ile birim ürün maliyetleri düşük olan kompozitlerin üretilmesi olduğu söylenebilmektedir (Suresh 2013).

Toz metalürjisi ile daha çok partikül takviyeli kompozitlerin üretimi yapılır. Karışıma gözenekliliği en aza indirmek ve ürünün mekanik özelliklerini iyileştirmek amacı ile presleme ve sinterleme işlemi yapılmaktadır. Toz metalürjisi yöntemi ile metal matrisli kompozitlerin üretilmesindeki en büyük avantajlarından biri bu yöntemin her türlü matris alaşımları ve takviye türü için uygulanabiliyor olması olarak belirtilebilir. Ayrıca katı hal yayılması sırasında matris ile takviye arasında arayüzeydeki reaksiyonlar en alt seviyede gerçekleşmektedir ve bu teknikle yüksek hacim oranlarında takviye eklemek oldukça mümkündür. Yine de partikül takviye oranı %40'ın üzerinde olan metal matrisli kompozit malzemelerinin üretilmesi oldukça güçtür. Bu avantajlara

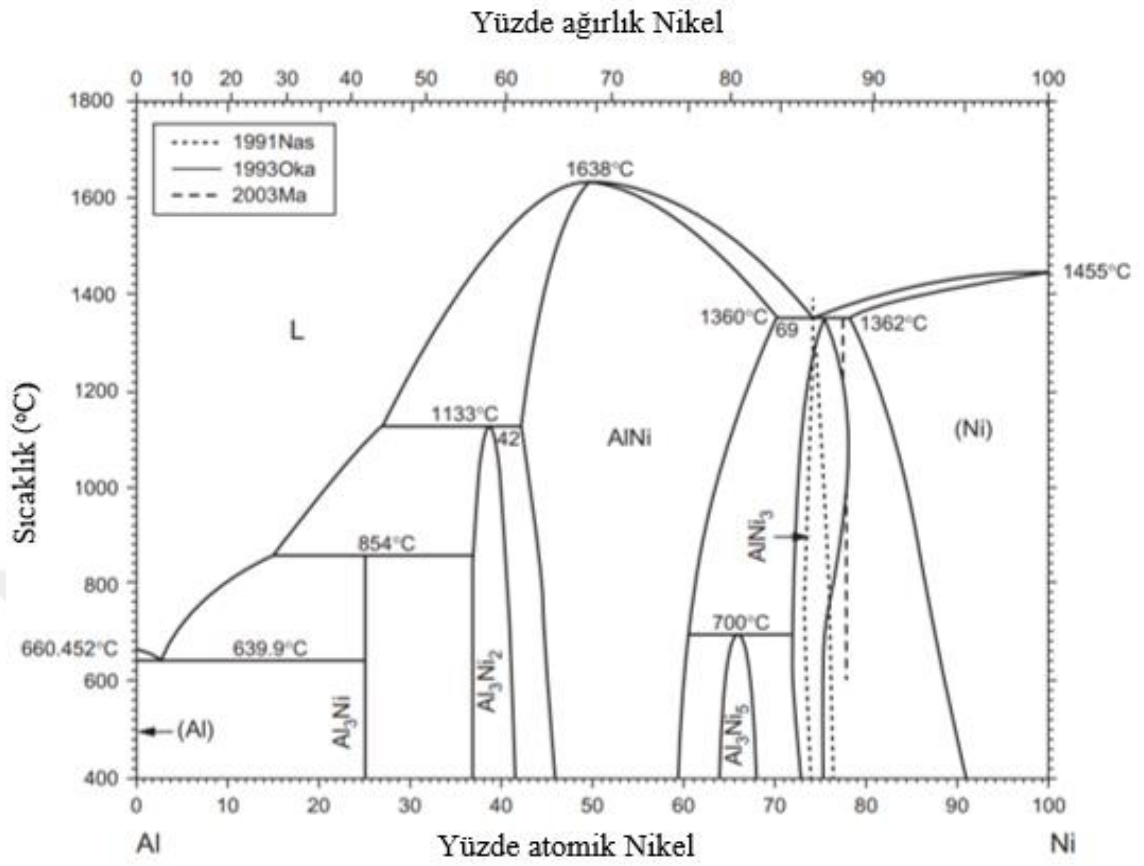
rağmen, bu yöntemde kullanılan başlangıç tozlarının pahalı olması bir dezavantaj olarak karşımıza çıkmaktadır. Şekil 2.3'te farklı tip takviyelere sahip olan MMK'lerin üretim yöntemleri (sıvı fazından, katı fazından, buhar fazından üretim) şematik olarak sunulmuştur.



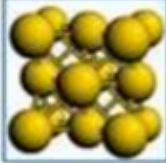
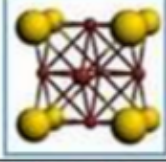
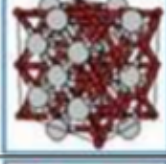
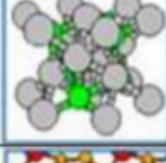
Şekil 2.3. Farklı takviyelere sahip MMK'lerin üretim yöntemlerini gösteren şema (Kalemtaş 2014)

2.2. Nikel Alüminitler

Şekil 2.4'te verilen Ni-Al ikili faz diyagramında NiAl, Ni₃Al, Al₃Ni, Al₃Ni₂, Al₃Ni₅ bileşikler gösterilmiştir. Bu bileşiklerden NiAl ve Ni₃Al, kaplama işlemlerine ve yüksek sıcaklık uygulamalarına uygun olan ve bu alanlar için kullanılan malzemelerdir. Ayrıca bu bileşikler, Ni-Al sisteminin en kararlı yapısıdır. Düşük yoğunluğa, en yüksek ergime noktasına, oldukça iyi mukavemet özelliklerine ve yüksek sıcaklıklarda iyi derecede korozyon ve oksidasyon direncine sahip yapılarıdır. NiAl hacim merkezli kübik yapısının bir türevidir olan B2 yapısına sahip bir nikel alüminittir (Özdemir 2004). Ni₃Al bileşiği ise yüzey merkezli kübik yapısının bir türevidir olan Şekil 2.5'te gösterildiği gibi L1₂ kristal yapısına sahiptir.



Şekil 2.4. Ni-Al faz sistemini gösteren diyagram (Okamoto 2004)

	Kompozisyon	Yapı	Pearson Sembol	Prototype	Uzay Grubu
	Ni	Al	cF4	Cu	<u>Fm3m</u> (#225)
	AlNi ₃	L1 ₂	cP4	Cu ₂ Au	<u>Pm3m</u> (#221)
	Al ₂ Ni ₃		oC16	Ga ₃ Pt ₅	<u>Cmmm</u> (#65)
	AlNi	B2	cP2	C ₅ Cl	<u>Pm3m</u> (#221)
	Al ₃ Ni ₂	D5 ₁₉	hP5	Al ₃ Ni ₂	<u>P3m1</u> (#164)
	Al ₃ Ni	D0 ₁₁	oP16	Fe ₃ C	<u>Pnma</u> (#62)
	Al	Al	cF4	Cu	<u>Fm3m</u> (#225)

Şekil 2.5. Nikel alüminitlerin kristal kafes yapıları (Yörük 2010)

2.2.1. Ni₃Al

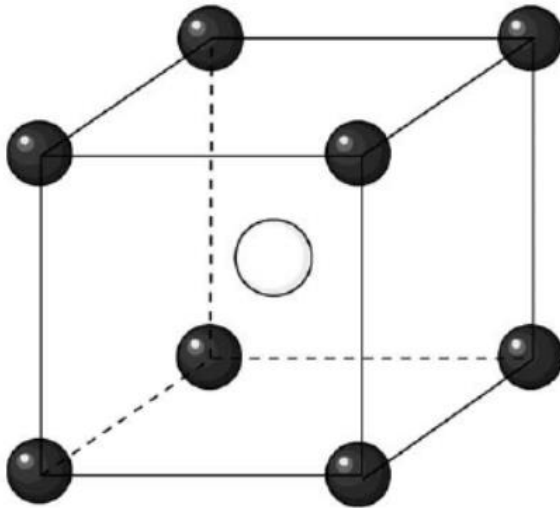
Bu alüminitlerin en önemli özellikleri yüksek sıcaklıklardaki oksidasyon direnci ve mükemmel mukavemettir. Ni₃Al tek kristalli hali, kullanım sıcaklığında sünek bir özellik göstermektedir, ancak bu bileşiklerin çok kristallileri oldukça küçük plastisiteyi nedeniyle daha gevrek olarak tane-sınır kırılması ile çatlamaya oldukça yatkındırlar. Bu durumda ortam şartları da önemli bir faktör olmaktadır. Tek fazdan oluşan bir Ni₃Al'in mukavemeti sıcaklık artışı ile düşmemektedir. Ni₃Al'in sıcaklık artışı ile beraber görülen akma gerilmesinde artış bu fazın bir özelliği olmaktadır (Saydam 2014).

Ağırlıkça %0,1 B takviyesi ile bu malzemelerde gevreklik probleminin giderilmesinin yanında ayrıca bu takviye, Ni_3Al 'ün dövme ile şekillendirilmesi için yaklaşık olarak %50 gibi bir oranda sünekliğini geliştirilebilmektedir. Bu malzemelerde bor ilavesinin asıl amacı, tane sınır mukavemetini arttırabilmek ve ayrıyeten dislokasyonları da arttırıp tane sınırlarında karşılıklı olarak kaymayı en kolay hale getirmektir. C kimyasal açıdan her ne kadar B'ye benzese de süneklik söz konusu olduğunda ikisinin verdiği sonuçlar çok farklı olmaktadır. Mn, Cr, Fe veya Be gibi elementlerin Ni_3Al 'e takviye edilmesi ile belli bir süneklik artışı olabilmektedir. Bu süneklikteki artış, Ni_3Al 'in tane sınırlarında karşılıklı daha homojen olan bir atomik bağlanma sağlanarak ve Ni-Al atomlarının arasında oluşacak elektronegativite farklılığında bir düşüş ile gerçekleşmektedir. Ayrıca, %6 ile %10 arasında bir Cr takviyesinin Cr_2O_3 filmi oluşturmaktadır ve bu koruyucu film ile malzemede sünekliğinde artışa neden olabileceği anlaşılmıştır (Stoloff vd. 2000).

Mekanik özelliklerinden dolayı bu tür alaşımlar çok korozyona maruz kalan uygulamalar için kullanılmaktadır ve oksidasyon ve karbürizasyon direncinin de yüksek olması sebebi ile kavitasyon-erozyon aşınma dirençlerinin de bu alaşımlar için yüksek olduğu söylenebilmektedir (Özdemir 2004).

2.2.2. NiAl

Ni-Al sistemi içerisinde, yaklaşık olarak ağırlıkça %40 Ni içeriğiyle birlikte HMK yapıya sahip olan B2 tipinde kristal yapı (Şekil 2.6) tek faz olarak gelişmeye başlar. NiAl'in fiziksel özellikleri sayesinde B2, yüksek sıcaklık uygulamaları için diğerlerinden daha avantajlı bir yapıdadır. NiAl, yüksek sıcaklıklarda tek başına çok iyi bir oksidasyon direnci gösterirken, Hf ve Zr refrakter elementlerin eklenmesiyle çok daha iyi bir direnç gösterir. NiAl, yüksek Young modülüne (294 GPa) sahip bir yapıdır (Miracle 1993; Guo 2003).



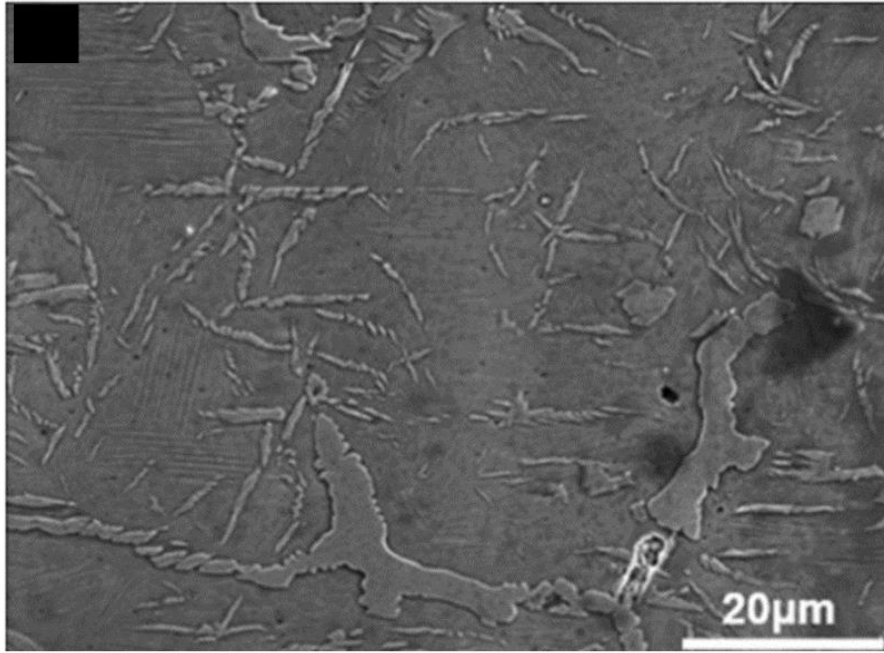
Şekil 2.6. B2 tip NiAl birim hücresi (Herzig ve Divinski 2004)

Nikel alüminit (NiAl), düşük özgül ağırlıklı (5.86 g/cm^3), yüksek ergime sıcaklığına (1638°C), yüksek ısı iletkenliğe ve mükemmel oksidasyon direncine sahip

olan düzenli bir intermetalik bileşiktir. Yüksek sıcaklık malzemelerine olan gereksinim günümüzde giderek artmaktadır. Örneğin yeni nesil jet motorları ve gaz türbinleri, maksimum uzun süreli çalışma sıcaklığına sahip ve düşük özgül ağırlıklı malzemelere ihtiyaç duymaktadır. NiAl, üstün özellikleri sayesinde her türlü yüksek sıcaklık uygulamalarında süperalaşımların yerini almakta olan önemli bir malzemedir (Noebe vd. 1996).

Fakat NiAl'in de bazı dezavantajları vardır. Birinci dezavantaj olarak; kullanım sıcaklığında gösterdiği zayıf süneklik söylenebilir. İkinci olarak; yüksek sıcaklıklarda gösterdiği düşük sürünme direnci ve mukavemettir. Tek kristalli NiAl basma uygulamalarında yeterince sünek bir yapı göstermesine rağmen, çok ve tek kristalli NiAl oda sıcaklığında çekme uygulamaları sırasında epey gevrek bir yapı gösterir (Sheng vd. 2009).

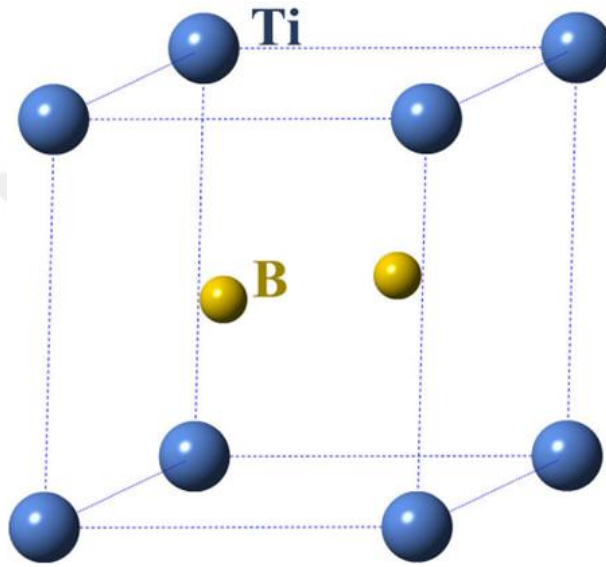
Alüminitlerin 400°C üzerinde sünekliklerinde artış olur ve 600 °C altında epey sünek davranış gösterirler (ASM International Handbook Committee 1990). NiAl'in gaz türbin donanımlarında kullanımı oldukça yaygındır. NiAl'in tek kristalleri, Ni esaslı süperalaşımlarla karşılaştırma yapılabilir bir derecede sürünme direncine sahiptir fakat mekanik özellikleri bakımından oldukça düşüktür. Tek kristallerin darbe mukavemeti gaz türbin pervaneleri için pek yeterli olmazken, vanalar ve yanma contalarında kullanımlarının yeterli olduğu bazı araştırmalar sonucunda anlaşılmıştır (Stoloff vd. 2000). Şekil 2.7'de KİYSS ile üretilmiş olan NiAl'in SEM görüntüsüne yer verilmiştir.



Şekil 2.7. Kendiliğinden ilerleyen yanma sentezi ile üretilen NiAl'in SEM görüntüsü (Song vd. 2016)

2.3. TiB₂

Titanyum diborür (Şekil 2.8), Ti-B sisteminde olan ağırlıkça %31,1 bor içeren bir geçiş metali borürüdür. TiB₂, yüksek sertliğe, yüksek elastik modülüne, oldukça yüksek ergime noktasına, yüksek sürtünme katsayısına, çok iyi derecede aşınma ve korozyon direncine, iyi derecede termal ve elektrik iletkenliğine sahiptir. Titanyum diborür, ergimiş metallere, hidroflorik ve hidroklorik aside karşı iyi dayanıklılığı gibi birçok özellikleri bünyesinde barındırır. Ayrıca 1700 °C'ye kadar ısı ve kimyasal kararlılığa sahiptir (Şahin 2015; Yu vd. 2016).



Şekil 2.8. TiB₂ yapısı (Xiang vd. 2015)

1900-1950 yılları arasında E. Wedekind ve M. Koestlein titanyum ve borun elektrik ark ocağında gerçekleştirdikleri tepkime sayesinde tarihteki ilk titanyum diborürü bulmuşlardır. 1950 yıllarında J.E. Campbell titanyum diborürü ve TiB'yi hidrojen atmosferinde TiCl₄ ve bor klorür karışımının reaksiyonu ile oluşturabilmiştir (Kim ve McMurty 1985). Titanyum diborürün asıl yapısı Ti-Ti, Ti-B ve B-B bağlarının birlikteliğinden oluşmaktadır. Atomlar arasında oldukça kuvvetli kovalent bağlar vardır ve bunun anlamı titanyum diborürün yüksek sertliğe ve ergime noktasına sahip olduğunun bir göstergesidir. (Perottoni vd. 2000; Aktop 2010).

Geçiş metallerin diborürleri yüksek sertlik, mukavemet ve yüksek ergime sıcaklığının yanında ayrıca oldukça yüksek oksidasyon direnci de gösterirler. Geçiş metali diborürleri içinde (hafniyum diborür, zirkonyum diborür gibi) en yüksek mikrosertliğe sahip olan diborür, titanyum diborürdür. Titanyum diborür diğerlerine göre kıyasla ayrıca çok iyi ıslanabilirliğe sahiptir ve yüksek sıcaklıklarda çok daha mukavemetlidir. TiB₂, Si₃N₄'ten daha iyi kırılma tokluğuna sahiptir ve tungsten karbür'den çok daha yüksek sertliği olduğu da belirtilmelidir (Sepin 2004; Aktop 2010).

Titanyum diborürün ergime sıcaklığı 2920 °C'dir. Bu yüksek ergime sıcaklığı ile borürler içerisinde en kararlılardan biridir (Çizelge 2.1).

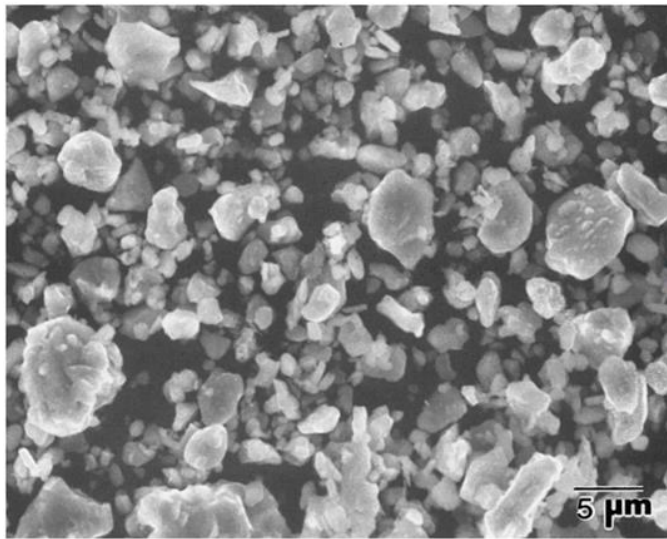
TiB₂ 4,52 g/cm³ yoğunluğa (Çizelge 2.1) sahiptir ve bu sayede çeşitli uygulamalarda tercih sebebi olabilmektedir. Titanyum diborürün genel özellikleri Çizelge 2.1'de gösterilmiştir.

Çizelge 2.1. TiB₂'nin genel özellikleri (Ergün 2012)

Özellik	Değer
Mol ağırlığı (g/mol)	69,54
Teorik yoğunluğu (g/cm ³)	4,52
Ergime sıcaklığı (°C)	~2970
Kristal yapısı	Hegzagonal
Young modülü (GPa)	542

Titanyum diborür (Şekil 2.9) çok iyi elektrik iletkenliğine ve aşınma direncine sahiptir. Bu nedenle yüksek sıcaklıkta aşınmaya karşı direnç istenilen çoğu uygulamalarda da kullanılabilmektedir (Weimer 1997; Skorokhod 1998).

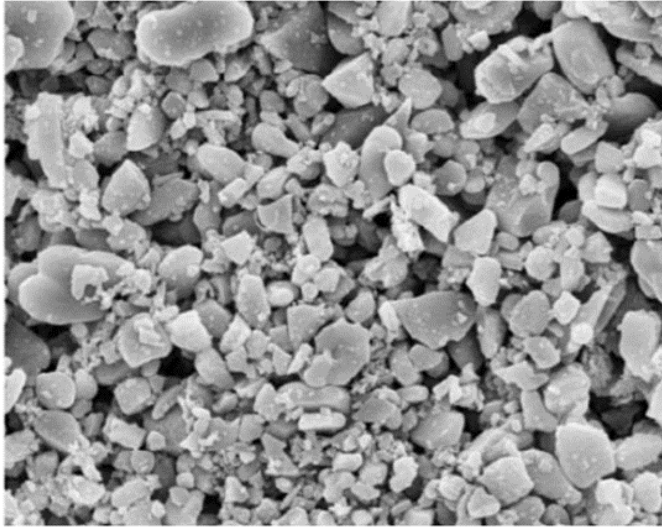
Titanyum diborürün sertliği 25,5 GPa'dır. Bu yüksek sertliği sayesinde bazı sanayi alanlarında tercih edilebilir fakat kompozit olarak tercih edilmesi daha yaygındır çünkü TiB₂'nin nispeten yüksek yoğunluğu ve şekil almadaki zorluğu, kullanılabilişliğini epey zorlaştırmaktadır (Aktop 2010).



Şekil 2.9. TiB₂ tozunun SEM görüntüsü (Euh vd. 1999)

2.4. Al₂O₃

Alümina (Şekil 2.10) en çok kullanılan gelişmiş seramiktir. Yüksek korozyon ve aşınma direncine sahiptir. Orta derecede çekme ve eğilme direnci vardır. Diğer polikristal seramik malzemelerde olduğu gibi alümina'nın da mekanik özelliklerinin en önemli dezavantajı gevrek kırılma davranışdır. Alümina, yük altında verim vermeyen iyonik-kovalent bir katıdır. Yüksek kayma özellikleri gösterir, düşük maliyetlidir. Çok iyi elektrik yalıtımına (1×10^{14} - 1×10^{15} Ω cm) sahiptir. Alümina bileşenlerini tasarlarken alüminanın kırılabilirliği mühendislerin en büyük endişesidir. Yoğunluğu $3,95 \text{ g/cm}^3$ olan alüminanın mekanik yüksüz çalışma sıcaklığı $1000\text{-}1500^\circ\text{C}$ 'dir (Piconi 2011).



Şekil 2.10. Al₂O₃ tozunun SEM görüntüsü (Karimian ve Babaluo 2006)

Özel alüminyum oksitlerin başlıca kullanım alanları refrakterler, seramikler, cilalama ve aşındırıcı uygulamalardır. Yüksek sıcaklık elektrik yalıtkanları, yüksek gerilim yalıtkanları, gaz lazer tüpleri, aşınma pedleri, fırın astar boruları, elektronik yüzeyler, balistik zırh, aşınmaya dayanıklı boru ve dirsek astarları, termometri sensörleri, laboratuvar numune tutucular alüminanın kullanım alanlarından birkaçıdır (Anonim 1).

2.5. Yanma Sentezi

Yanma sentezi, tozlar, seramikler ve fonksiyonel olarak derecelendirilmiş malzemeler gibi ileri malzemelerin üretimi için kullanılan kullanışlı bir metottur. Yanma sentezi yöntemi, Merzhanov vd. çalışmaları ile 1971 yılında bulunmuştur. Bu metotun gelişmesi için, Merzhanov vd. malzeme bilimi ve yanma işleminin her ikisinin de bazı özelliklerini birleştirmişlerdir. 1953 yılında Booth, 1959 yılında Walton ve Poulos ve 1973 yılında Hardt ve Phung yanma işlemleri ile ilgili bazı çalışmalar gerçekleştirmişlerdir. Fakat, ileri malzemelerin bu yöntemle üretimi mümkün olmamıştır. 1980 yıllarında Amerika Birleşik Devletleri'nde bu alanda yapılan çalışmalar hızla başlamıştır. Yanma sentezi için bazı bilim adamları geleceği

etkileyecek yanma sentezinin gelişimi için buldukları teorik, bilimsel ve teknolojik sonuçları rapor edip sunmuşlardır (Varma ve Mukasyan 2004).

Yanma sentezi yapılacak olan karışımı ateşlemek için kullanılacak birçok farklı teknik vardır. Bunlar; rezistans ısıtma bobini, kıvılcım ve fırın gibi, lazer radyasyonu ile yapılan ateşlemeler olabilmektedir. Hangi tekniğin uygulandığı karışım numunesinin ateşlemesinde etkisi vardır (Munir ve Tamburini 1989).

Yanma sentezlerinin gerçekleştirilmesinde iki moddan söz edilebilir. Bunlardan biri kendiliğinden ilerleyen yanma sentezi, diğeri ise hacim yanma sentezidir. İki tür için de reaktanlara ön bir sıkıştırma uygulanarak silindirik bir biçim verilir. Sonrasında ise bir kaynak ile preslenen pelete ısıtma işlemi gerçekleştirilir. Kendiliğinden ilerleyen yanma sentezinde bu işlem bir noktadan uygulanırken, hacim yanma sentezinde ise genelde bir fırın kullanılır ve eşit oranda tüm noktalarda aynı anda ısıtma sağlanarak ekzotermik bir reaksiyon başlatılır ve bu şekilde hacim yanma sentezi gerçekleştirilir (Varma ve Mukasyan 2004).

2.5.1. KİYSS (Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi) yöntemi

Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS), intermetalik içerikli malzemelerin ve ileri teknoloji seramiklerin üretilmesi amacı için kullanılan gerçekleştirilmesi kolay olan bir metottur. Yöntemin işleyişi, tetikleme ile büyük bir ekzotermik reaksiyonun kendiliğinden başlamasıyla ve sıkıştırılmış peletin üzerinde kendiliğinden ilerlemesiyle gerçekleşmektedir. Bu bahsedilen işlemin olabilmesi için öncelikle reaksiyonun yüksek aktivasyon enerjisi olmalıdır ve çok yüksek ısı üretmesi gerekmektedir (Weimer 1997).

Çağımızda enerjiden tasarruf etmek her alanda olduğu gibi endüstri alanında da çok önemlidir ve enerji tasarrufu yapılabilen yeni teknolojilerin gelişimlerinin önemi gittikçe büyümektedir. Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi yöntemi (KİYSS) yönteminde sadece işleme başlarken enerji gerekli olduğundan ve devamı için ek enerji gerektirmeyen bir metot olmasından dolayı intermetalik bileşikler, kompozitler ve gelişmiş seramikler gibi ileri teknoloji malzemelerinin üretiminde tercih sebebi olan kolay ve tercih sebebi olan bir yöntemdir. KİYSS yöntemi, geleneksel fırın teknolojileri için alternatif olarak karşımıza çıkmıştır (Mossino 2004).

Kendiliğinden ilerleyen yanma sentezi yöntemiyle ilgili çeşitli çalışmalar gerçekleştirilmiştir (Çamurlu ve Maglia 2009b; Çamurlu 2016). Bir çalışmada (Çamurlu ve Maglia 2007) elemental tozlardan başlayarak KİYSS yöntemi ile ZrB_2 -ZrN ve TiB_2 takviyeli NiAl matrisli kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu üzerinde çalışılmıştır.

KİYSS yönteminin asıl prensibini, kullanılacak olan malzemenin oluşma reaksiyonu esnasında açığa çıkabilecek olan kimyasal enerjinin en yüksek olacak şekilde gerçekleştirilmesinin ve de yüksek verim olmasının sağlanmasıdır. KİYSS metodu ile, reaksiyon sırasında yüksek enerji oluşturabilecek olan metal-metal, metal dışı-metal dışı, ve metal-metal dışı çiftlerinden birisi ile; germanit, alunit, nikelit gibi intermetaliklerin, karbür, nitrür, borür, silisit ve oksitli refrakter bileşiklerin; metal hidrürlerin; sülfür, tellürit, selenit gibi bileşiklerin; süper iletken malzemelerin; yüksek korozyon ve aynı zamanda yüksek aşınma direncine sahip olan kaplamaların;

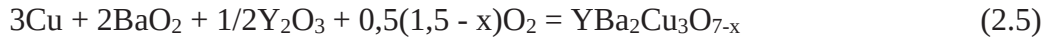
katalistlerin ve de şekil hafızalı malzemelerin üretimi sağlanmaktadır (Merzhanov 2002).

KİYSS metodu, geleneksel üretim yöntemlerinden farklı olarak kendine özgü karakteristik özelliklere sahiptir. Bu özelliklerden bazıları: reaksiyon sonunda açığa çıkan çok yüksek ısı, yüksek reaksiyon hızı (0,15 m/s) ve reaktanların nihai ürünlere çok yüksek dönüşüm değerleri ile son olarak uçucu safsızlıkların da yüksek reaksiyon sıcaklığı sayesinde buharlaşabilmesi bu özelliklere güzel birer örnek olacaktır (Merzhanov 2002). SHS yönteminin en temel reaksiyonları aşağıdaki gibi sıralanmıştır:

- Elementlerden sentezleme:



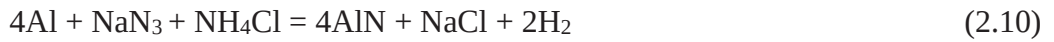
- Karışık oksitlerle metal oksidasyonu:



- Bileşiklerden sentez:



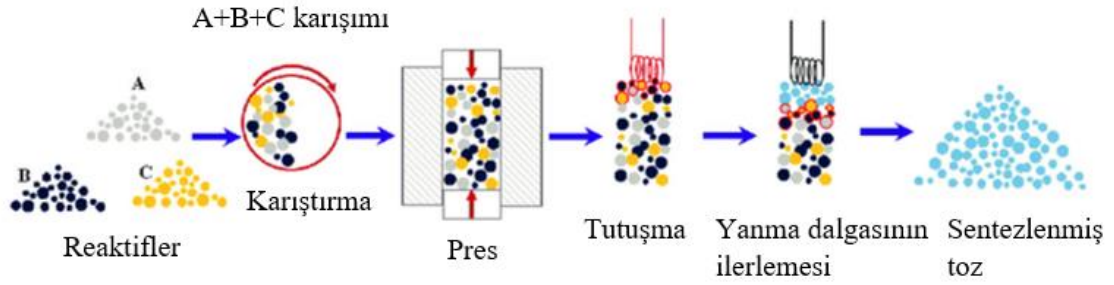
- Bozulma ürünleriyle elementlerin reaksiyonu:



- Termal bozulma:



KİYSS yönteminde, pelete verilen ilk ısı çok az miktardadır ancak karışımı tutuşma sıcaklığına getirebilen bir ısıdır. Reaksiyon başka bir enerjiye gerek duymadan kendiliğinden ilerleyebilmektedir (Şekil 2.11). Her katmanda açığa çıkan ısı, reaksiyona girmeyen bir diğer katmana geçer, o bölgenin tutuşması için ilk ısıyı oluşturur ve sıcaklığı yükseltir. Ve kendiliğinden katmanlar halinde ilerleyen bu ısı en sonunda ürünü oluşturur. Bu metot oldukça ekonomik ve yüksek verim sağlayan bir üretim tekniğidir (Munir ve Tamburini 1989; Pacheco 2007).

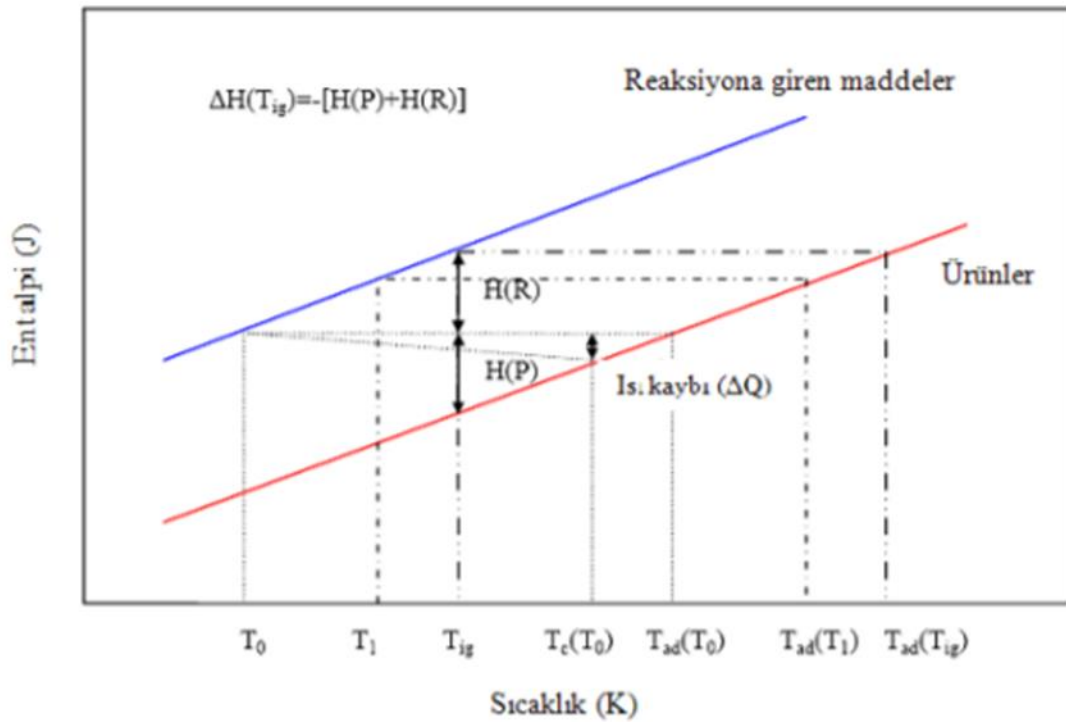


Şekil 2.11. KİYSS yöntemini gösteren diyagram (Minasyan 2020)

KİYSS reaksiyonlarında yanma sıcaklığı, reaksiyona girenler ile nihai ürünler arasındaki gerçekleşen entalpi değişimi ile ilgilidir. KİYSS’de önemli olan bazı sıcaklıklar vardır. Bunlar aşağıda sıralanmıştır:

- Başlangıç sıcaklığı (T_0): Reaksiyon öncesi başlangıç tozunun sahip olduğu sıcaklıktır.
- Tutuşma sıcaklığı (T_{ig}): Reaksiyonun kinetik karakteristik özelliğine bağlı olarak değişen belirli bir reaksiyon için gerekli olan başlama sıcaklığıdır.
- Adyabatik sıcaklık (T_{ad}): Termodinamik (ekzotermik durum) ve başlangıç sıcaklığı ile ilgili olarak adyabatik koşullar altında çıkılabilecek en yüksek sıcaklık değeridir.
- Gerçek yanma sıcaklığı (T_c): Adyabatik olmayan koşullar altındaki çıkılabilecek en yüksek sıcaklık gibi tanımlanabilir. Kinetik olarak kontrol edilebilmesi mümkündür.

KİYSS deneyleri yapılırken T_0 , T_{ig} ve T_c sıcaklıkları ancak ampirik olarak ölçülebilmektedir. Fakat T_{ad} sıcaklığının tespiti başlangıç sıcaklığından sayesinde termodinamik olarak hesaplanabilmesiyle mümkündür. KİYSS reaksiyonlarının gerçekleşebilmesi için T_{ad} değeri ≥ 1527 °C olmalıdır (Munir ve Tamburini 1989). İşlem sırasında reaksiyona girenlerin ile ürünlerin entalpi-sıcaklık arasındaki ilişkisi Şekil 2.12’deki gibidir.



Şekil 2.12. KİYSS’de reaksiyona girenlerin ve ürünlerin (faz değişimi içermeyen) entalpi-sıcaklık ilişkisini ifade eden şematik grafik (Anonim 2)

Adyabatik koşullar altında reaksiyon, tüm koşullar sağlandığı zaman kendiliğinden ilerleyerek devam ediyorsa eğer; reaksiyona girenlerin T_o sıcaklığını, T_{ig} sıcaklığına kadar çıkarmak için ihtiyaç duyulan ısının formülü aşağıdaki gibidir (Campbell 2006):

$$H(R) = \int_{T_0}^{T_{ig}} \sum n_i C_p(R_i) dT + \sum_{T_0-T_{ig}} n_i L(R_i) \quad (2.12)$$

Bu formülde $C_p(R_i)$ ısı kapasitesini gösterirken, $L(R_i)$ faz değişiminin gizli ısısını ifade etmek için kullanılmaktadır.

Ürünlerin T_{ig} sıcaklığından T_{ad} sıcaklığına kadar çıkması için ihtiyaç olan ısı miktarı ise aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır:

$$H(P) = \int_{T_{ig}}^{T_{ad}(T_0)} \sum n_i C_p(P_j) dT + \sum_{T_{ig}-T_{ad}(T_0)} n_i L(P_j) \quad (2.13)$$

Yukarıdaki formülde $C_p(P_j)$ ürünlerin ısı kapasitesini ifade eder. $L(P_j)$ ürünlerin gizli ısısını tanımlamaktadır.

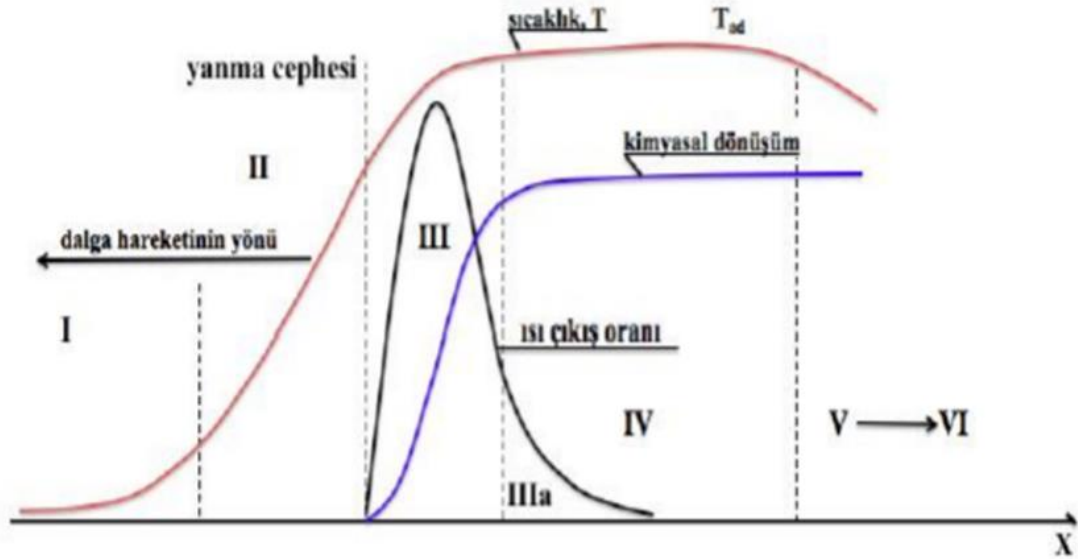
$\Delta H(T_{ig})$ tutuşma sıcaklığında başlayan bir reaksiyonun bu şartlar altındaki reaksiyon ısısı olarak tanımlanır. Enerji kaynağından belli bir uzaklıktan reaksiyona giren pelette kararlı yanma durumuna ulaşılmaktadır. Reaksiyonun ısısı, pelet içerisindeki diğer katmanların sıcaklığını T_0 'dan T_{ig} sıcaklığına yükseltmek için

kullanılmaktadır. Çünkü ısı kaynağının reaksiyona girmeyen katmanlara hiçbir etkisi olmamaktadır. Bundan dolayı bu yerdeki reaksiyon ısısı ve reaksiyon entalpisi aşağıdaki formülasyonla ifade edilebilir (Campbell 2006).

$$\Delta H(T_{ig}) = H(P) + H(R) \quad (2.14)$$

T_0 sıcaklığından T_{ig} sıcaklığına giderken olan artış $H(R)$ sıfıra giderken azalmaya başlamaktadır. Reaksiyon ısısı adyabatik koşulların sayesinde ürünler tarafından kullanılabilir. Daha yüksek ön ısıtma ile adyabatik sıcaklıkta da aynı şekilde artış görülecektir. Bu artış kendiliğinden KİYSS olabilmesi için adyabatik sıcaklığın belirli bir seviyeye ulaşması önemlidir. Fakat çoğunlukla adyabatik olmayan koşullarda bir reaksiyon gerçekleştirildiğinden, reaksiyon sırasında üretilen ısı sadece reaksiyona girmeyen alana yani T_{ig} sıcaklığı altında olan alana doğru bir dağılım gösterir ve ayrıca eş zamanlı olarak ısı kaybı şeklinde çevreye dağılmaktadır (Campbell 2006).

Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezinde elde edilen ısıнын kararlılığı ve ilerleme hızı ile ulaştığı en yüksek yanma sıcaklığı, ısı üretimi ve reaksiyonun neden olduğu ısı kaybına ve sistemin termokimyasal özelliklerine bağlıdır. Reaksiyon sırasında ısı çıkışındaki azalma veya ısı kaybındaki artış kararsızlığa neden olabilir, ısı transfer dalgasını yavaşlatabilir veya tamamen durdurabilir (Campbell 2006).



Şekil 2.13. Yanma sentezinin grafiksel gösterimi (I) Başlangıç karışımı (II) Ön ısıtma (III) Yanmanın gerçekleştiği bölge (IIIa) Yanma arkası bölgesi (IV) Yapı ve faz dönüşümleri (V) Yanma sentezi sonucu oluşan ürünlerin soğutulması (VI) Nihai ürünler (Merzhanov 2012)

KİYSS tekniklerini kısaca altı ana kategori altına almanın mümkün olduğu söylenebilmektedir:

- KİYSS Toz Teknolojisi
- KİYSS Sinterleme
- KİYSS Sıcak Şekil Verme
- KİYSS Metalurjisi (KİYSS Eriyik Teknolojisi)
- KİYSS Kaynak
- KİYSS Gaz ile Kaplama Teknolojisi (Merzhanov 2002).

Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS), düşük sentez süresi, düşük enerji tüketimi, ucuz üretim ekipmanı ve kompozit bileşenlerinin yerinde sentezi avantajları ile intermetalik, seramik ve bunların kompozitlerini (Attar vd. 2015; Song vd. 2016) hazırlamak için ekonomik bir teknik olarak görülmüştür (Shokati vd. 2014; Wei vd. 2015).

KİYSS yönteminin geleneksel üretim teknolojilerine göre daha basit adımlara sahip olması nedeniyle, yüksek üretim kapasitesi, aynı işlem kademesinde farklı malzemelerin üretilmesine olanak sağlaması ile, ucuz hammaddeler ile de iyi kalitede ürünlerin üretilmesi gibi birçok avantajı vardır. 700'ün üzerinde inorganik bileşik ve malzeme KİYSS ile üretildiği bilinmektedir (Merzhanov 2002).

Çoğunlukla, sert alaşımlar ve aşındırıcıların üretiminde, korozyona dayanıklı koruyucuların ve aşınmaya karşı dirençli kaplamaların üretiminde, ısıya dirençli seramiklerin üretiminde, kimya endüstrisinde kullanılan katalizörlerde, tıpta kullanılan şekil hafızalı alaşımlarda, elektronik endüstrisinde gerekli olan malzemelerde ve modern süper iletken malzemelerin üretiminde KİYSS yöntemi kullanılır (Merzhanov 2002).

2.5.2. HYS (Hacim yanma sentezi) yöntemi

KİYSS yöntemine benzer başka bir yanma sentezi işlemi ise, hacim yanma sentezidir (HYS). Bu metot, numunenin bir fırına yerleştirilmesi ve reaksiyonun başlayabileceği tutuşma sıcaklığına kadar numunenin ısıtılması ile başlar (Şekil 2.14). Metodun amacı, tüm numune hacminin eş zamanlı olarak reaksiyona girmesini sağlayabilmektir. Bu metotun, kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezinden (KİYSS) en önemli farkı, HYS'de reaksiyon tüm numune hacminde aynı anda gerçekleşiyorken KİYSS yönteminde katmansal bir yanmanın gerçekleşmesi olarak ifade edilebilir (Campbell 2006).

HYS ile oldukça kısa bir zamanda çok yüksek yanma sıcaklıklarına ulaşıldığı göz önüne alındığında, bu yöntem Isıl Patlama metodu olarak da bilinebilmesi normaldir. Tutuşmadan önce bir ön ısıtmaya ihtiyaç duyulan düşük güçlü ekzotermik reaksiyonların yanında çok verimli bir metottur. Hacim yanma sentezini etkileyen faktörler; ortam ile değişkenlik gösteren ısı oranı ile açığa çıkan reaksiyon ısı oranı olarak söylenebilir. Hacim yanma sentezi, reaksiyonlar arasındaki etki alanını, dinamik reaksiyonları ve ürünlerin doğasını önemli ölçüde etkilemektedir (Biswas vd. 2002).



Şekil 2.14. HYS yöntemini gösteren diyagram (Pacheco 2007)

Hacim yanma sentezi (HYS), ilk defa Ni-Al'in sinterlenmesi esnasında nikel alüminitlerin yanma sentezi ile gerçekleştirilmiştir (Naiborodenko vd. 1968).

Hacim yanma sentezinin, seramikleri, metalleri ve metallerarası tozları teorik yoğunluğa yaklaştıran verimli bir sinterleme yöntemi olduğu ifade edilmiştir (Biswas vd. 2002; Dong vd. 2005).

Nikel alüminitlerin yanma sentezi bazlı araştırmaları olarak, Al'de %30-35 μm aralığında olması HYS ile Philpot vd. tarafından denenmiştir (Varma ve Mukasyan 1988).

NiAl'in yanma sentezi, sıkıştırılmış parçaların geometrisini korumak için yanma reaksiyonunun ateşlenmesini ve tamamen kontrol edilmesini gerektirir. Bu çalışmada indüksiyonlu ısıtma kullanan yeni bir ateşleme işlemi açıklanmakta ve Al_2O_3 'ün hem yanma sentezi süreci hem de sentezlenen ürünlerin performansı üzerindeki etkisi incelenmektedir. Sentez reaksiyonunu ateşlemek için yüksek frekanslı bir indüksiyonlu ısıtıcı kullanılmıştır. Sentez sırasında, sıcaklık sürecini izlemek için kızılötesi termometrelerle ölçülmüş ve faz dönüşümünü araştırmak için X-ışını Kırınımı kullanılmıştır. Sonuçlar, Al_2O_3 ilavesinden bağımsız olarak, tek fazlı NiAl'in bu yeni işlemle üretilebileceğini göstermiştir. Bununla birlikte, Al_2O_3 ilavesinin, ısıtma hızları, yanma davranışı ve sentezlenen ürünlerin özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu bulunmuştur (Zhu vd. 2010).

2.6. İntermetalik Matrisli Kompozitler (İMK)

İntermetalikler, farklı metallerin bileşimi ile oluşmaktadır ve kristal yapıları kendilerini oluşturan metallerden farklılık gösterir.

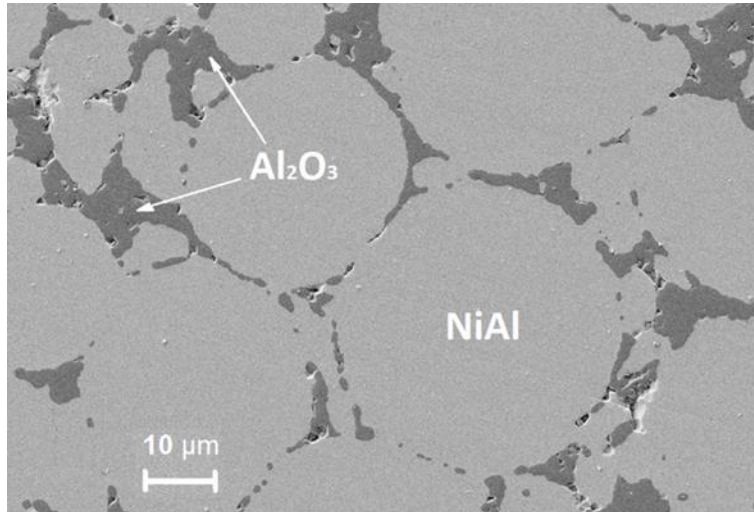
İntermetalik matrisli kompozitler (İMK), seramik matrisli kompozitlerin kırılgan ve sert yapılarından kaynaklanan düşük sıcaklıklardaki tokluğunu, metal matrisli kompozitlerin de yüksek sıcaklıklardaki düşük mukavemet özelliklerini artırmak amacıyla geliştirilmişlerdir.

İntermetalikler ve intermetalik matris kompozitler, yüksek ergime sıcaklıklarına, yüksek sıcaklıklarda mukavemeti muhafaza etme kabiliyetine ve çevresel bozulmaya

karşı kayda değer bir dirence sahip özel bir malzeme kategorisini oluşturmaktadır ve bu özellikler intermetalik matrisli kompozitleri uçak motorlarında çeşitli yapısal uygulamalarda kullanım için tercih sebebi olabilen malzemeler haline getirir. Ayrıca yüksek sıcaklıklara maruz kalan otomotiv bileşenleri, nükleer ve enerji üretim ekipmanları üretiminde de kullanılırlar. İntermetaliklerin çoğu, dislokasyon hareketi için yüksek Peierls bariyerinden sorumlu olan ve ortam sıcaklıklarında kırılma eğilimine yol açan kısmen kovalent bağ ile düzenli kristal yapıya sahiptir. Bazı intermetalikler, ortam sıcaklığında seçilen yönlerde tek kristaller şeklinde sınırlı süneklik sergilemelerine rağmen, bunların yetersiz sayıda bağımsız kayma sistemi nedeniyle polikristal formda kırılma eğilimi bulunmuştur. Bu polikristal intermetaliklerin çoğu, ilave kayma sistemleri aktive edildiğinden, yüksek sıcaklıklarda kırılmadan sünekliliğe geçiş sergilerler. Bu nedenle, bu malzemeler öncelikle yüksek sıcaklıklarda uygulama için uygundur (Mitra 2018).

Yeterli Al veya Si konsantrasyonuna sahip olan alüminitler veya silisitler gibi intermetalikler, sırasıyla Al_2O_3 veya SiO_2 'nin sürekli ve neredeyse geçirimsiz tabakanın oluşumunu sergiler, bu da oksit-metal arayüzüne oksijen girişini veya katyonların dışa doğru difüzyonunu engelleyerek daha fazla oksidasyona karşı koruma sağlar. Bu malzemeler istenen dayanım, tokluk ve oksidasyon direnci kombinasyonuna sahip intermetalik matrisli malzemeler üretmek için geliştirilmeye devam edilmektedir. Uygun sünek veya kırılma tokluğunun yanı sıra yüksek sıcaklıklarda mukavemet ve oksidasyon direncini muhafaza etme kabiliyetini arttırmak için denetlenmektedir (Mitra 2018).

Şekil 2.15'te Al_2O_3 takviyeli NiAl matrisli kompozitin bir mikroskop görüntüsü verilmektedir. Bu görüntü, sürekli olarak görülen gri renkli kısmın NiAl matrisini gösterdiğini, daha çok gözeneklere dolmuş olarak görülen koyu renkli kısımların ise Al_2O_3 'ü ifade ettiğini göstermektedir.



Şekil 2.15. 30 MPa basınç ve 1400 °C, $t_s = 10$ dk sinterleme parametreleriyle üretilen NiAl matrisli Al_2O_3 takviyeli kompozitin yapısı (Nosewicz vd. 2019)

Yüksek sıcaklıklarda yapısal uygulamalar için intermetalik kompozitlerin kullanılmasının temel nedenleri aşağıdaki gibi sıralanabilir:

- Yüksek erime noktalarına sahip olmaları,
- Yoğunlukları tercihen şu anda kullanılan alaşımlarınkinden daha düşük olması,
- Düşük kırılmalardan sünekliğe geçiş sıcaklığına sahip olmaları,
- ≥ 15 MPa $\sqrt{m}$ oda sıcaklığında kırılma tokluğunun olması,
- Olası maruz kalma sıcaklıklarında iyi bir oksidasyon direncine sahip olmalarıdır (Stoloff vd. 2000).

2.6.1. İntermetalik matrisli kompozitlerde kullanılan matrisler

Yüksek miktarda alüminyum içeren oksitlenme direnci yüksek olan alüminitler, intermetalik bileşikler alanında ilk araştırma ve çalışma konusu olan malzemelerdir. En çok üstünde yoğunlaşılacak alüminitler, titanyum, nikel ve demir alüminitleridir. Düşük süneklik özelliği intermetalik bileşiklerin en önemli dezavantajı olarak karşımıza çıkmaktadır. İntermetalik matrisli kompozitlerde matris malzemesi olarak genellikle NiAl, Ni₃Al, FeAl, Fe₃Al, TiAl, Ti₃Al kullanımı yaygındır (Stoloff ve Sikka 1996).

Alüminitlere ve silisitlere dayanan intermetalik matrisler, malzeme ağırlığını azaltma potansiyelleri, yüksek sıcaklıklarda üstün mukavemet tutma yetenekleri ve mükemmel oksidasyon ve korozyon direnci nedeniyle yüksek sıcaklıktaki yapısal uygulamalar için oldukça avantajlı malzemelerdir (Stoloff vd. 2000).

Çizelge 2.2’de intermetalik matrisli kompozitlerde matris olarak sıklıkla kullanılanların kristal yapıları, ergime noktaları, yoğunlukları ve Young modülleri hakkında bilgi verilmektedir.

Çizelge 2.2. Bazı intermetalik matrisli kompozitlerde kullanılan matrislerin özellikleri (Mitra 2018)

İntermetalik matris	Kristal yapı	Ergime noktası (°C)	Yoğunluk (g/cc)	Young modülü (GPa)
Ni ₃ Al	fcc (L1 ₂ , cP4)	1390	7,5	179
NiAl	bcc (B2, cP2)	1640	5,86	294
Fe ₃ Al	tetragonal (D0 ₃ , cF16)	1540	6,72	141
FeAl	bcc (B2, cP2)	1250	5,56	261

Çizelge 2.2'nin devamı.

Ti ₃ Al	hcp (D0 ₁₉ , hP8)	1600	4,2	145
TiAl	fcc (L1 ₀ , tP4)	1460	3,91	176
Al ₃ Ti	tetragonal (D0 ₂₂ , tI8) fcc (L1 ₂ stabilize cP4)	1350	3,36	215,7

İntermetalik matrisli kompozitlerde matris malzemesi olarak TiAl kullanılabilir. Güçlendirilmemiş γ -TiAl intermetalikleri, bazıları süper alaşımlardan daha iyi olan, iyi derecede spesifik mekanik özelliklere sahip yüksek sıcaklıkta kullanıma uygun intermetaliklerdir (Yamaguchi vd. 2000; Clemens ve Mayer 2012). Bu sebeple düşük basınçlı türbin kanatları gibi hafif ve güçlü motor bileşenlerinin üretimini amaçlayan havacılık sektörü için bu tür malzemeler önemlidir (Loria 2000; Kothari vd. 2012). Güçlendirilmemiş γ -TiAl son yıllarda yapılan çalışmalar sayesinde yapısal bir malzeme olarak kullanılabilir olduğu düşünülmektedir. Çünkü kendi başına yeterli yüksek sıcaklık dayanımı ve düşük sıcaklıkta kırılma direncine sahiptir. Yüksek sıcaklık dayanımının geliştirilmesinden daha fazla uygulamanın gerçekleşeceği kesin olsa da, TiAl uygulamasındaki temel sınırlama, oda sıcaklığında düşük kırılma tokluğu olmuştur. Bu nedenle güçlendirme isteniyorsa malzemenin kırılma direncini düşürmeyen bir yaklaşım tanımlanmalıdır. XD işlemiyle yerinde üretilen TiAl matrisli kompozitler, düşük hacimli (tipik olarak 0,15'ten az) süreksiz seramik takviyelerin kullanımına olanak sağlar. Aynı seramik takviyelerden kaynaklanan rafine TiAl tane yapısı, belki de XD tekniğinin sunduğu temel faydadır ve seramik takviyelerle ilişkili kırılma özelliklerindeki herhangi bir açığı dengeleyebilir. Bu takviyeler, matris ile kimyasal dengededir ve ısı genleşme katsayısında kabul edilebilir derecede düşük farklara sahip sistemler tanımlanmış, üretilmiş ve karakterize edilmiştir. Bu nedenle, XD tekniği ile üretilen TiAl matrisli kompozitler, TiAl'a dayalı diğer tüm sistemlerden daha gelişmiştir ve işleme için ciddi şekilde değerlendirilmektedir (Boehlert ve Miracle 2018).

Bazı açılardan, bu Ni₃Al alaşımları, genellikle hacimce %60'ın üzerinde düzenli Ni₃Al fazı içeren süper alaşımlara yaklaşırlar. Ni bazlı süper alaşımlar, mutlak erime sıcaklıklarının %85'ine kadar olan sıcaklıklarda kullanıldığından, Ni₃Al matrisli kompozitlerin kullanım sıcaklığında makul derecede bir artış sağlayamaması muhtemeldir. Ni₃Al İMK'lerin avantajları, en yüksek kullanım sıcaklıklarında ve azaltılmış yoğunlukta daha yüksek mukavemet ve sertliktir. Ek olarak, her iki matris malzemesi de iyi oda sıcaklığı tokluğuna sahiptir, böylece bir mukavemet ve tokluk dengesi elde edilebilir olmalıdır (Boehlert ve Miracle 2018).

Düzenli B2 yapısına sahip NiAl intermetalik bileşiği, düşük yoğunluk, yüksek erime noktası, çevresel bozulmaya karşı mükemmel direnç ve yüksek sıcaklıklarda iyi

mekanik ve kimyasal kararlılık gibi bir dizi mükemmel özelliğe sahiptir (Wang vd. 2008; Stoloff vd. 2000).

NiAl ileriye dönük iyi bir yüksek sıcaklık yapısal malzemesi olarak kabul edilmektedir. Bununla birlikte, düşük sıcaklıkta zayıf plastisite ve yüksek sıcaklıkta düşük kırılma tokluğu nedeniyle uygulaması sınırlıdır. Bu nedenle, NiAl'in güçlendirilmesi ve sertleştirilmesi çalışmaları son zamanlarda yeni dikkat çekici bir konu haline gelmiştir (Bochenek ve Basista 2015).

NiAl'in yüksek sıcaklık dayanımını, plastisitesini ve kırılma tokluğunu iyileştirmenin etkili yollarından biri kompozit malzemenin hazırlanmasıdır (Guo vd. 1997). İntermetalik bileşiğe seramik fazın eklenmesi, intermetalik bileşiğin tokluğunu ve mukavemetini artırabilir. Malzemenin mekanik özelliklerinin, yerinde sentezlendikten veya NiAl intermetalik bileşiğinde boridlerin, karbürlerin veya oksitlerin parçacıkları, kılları veya liflerinin eklenmesinden sonra geliştirilebileceği bulunmuştur (Yuan vd 2016; Yeh vd. 2018).

NiAl matrisli kompozitlerde karbür ve borür seramik parçacık takviyesi için, TiC ve TiB₂ seramikleri, yüksek erime noktaları, yüksek sertlikleri, düşük yoğunlukları, yüksek modülleri, yüksek kırılma toklukları, yüksek iletkenlikleri ve iyi termal kararlılıkları ve kimyasal kararlılıkları nedeniyle geniş çapta ilgi görmüştür (Fu ve Koc 2016; Hou vd. 2011).

Hem Fe₃Al hem de FeAl bazlı alaşımların içsel sünekliğe (McKamey 1988) sahip olduğu gösterilmiştir ve bu nedenle oda sıcaklığında tokluk ve yükseltilmiş sıcaklıkta fiber güçlendirme yoluyla mukavemet elde etmek için bazı vaatler söz konusudur. Bununla birlikte, demir alüminitler alışılmadık derecede yüksek bir termal genleşme katsayısına ($19-21,5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) sahiptir ve bu nedenle çok yüksek artık gerilmeler de olasıdır. Bu, bu sınıftaki İMK malzemeleri için temel bir sınırlamadır. (Boehlert ve Miracle 2018).

CaO veya MgO lifleri mevcut olsa bile, termal genleşmede ortaya çıkan uyumsuzluk yine tolere edilemez artık gerilmeler üretir. Bu yüzden partikül takviyeleri düşünülebilmektedir. Fe-40Al bazlı sermetler iyi tokluk değerleri göstermiştir (Subramanian ve Schneibel 1997).

0,60'tan büyük oranlarda, seramikteki artık gerilmelerin büyüklüğü önemli ölçüde azalmaktadır. Matristeki gerilmelerin oldukça yüksek (>2000 MPa) olduğu tahmin edilirken, matris plastisitesi matris artık gerilmesini akma gerilmesi ile sınırlamaktadır. Bu, yalnızca, demir alüminidlerin sahip olduğu gibi önemli içsel sünekliğe sahip bir matriste olabilmektedir. Ancak, Boehlert ve Miracle (2018) henüz bu malzeme sınıfında yeterli yüksek sıcaklık dayanımının elde edilebileceğini gösteren hiçbir veri olmadığı söylemektedir.

Yapısal malzemeler olarak kabul edilen birçok intermetalik kompozitler, takviye edilmemiş bileşikte içsel plastisiteyi ve hasar toleransını indükleme potansiyelini sınırlayan karmaşık bir kristal yapıya sahiptir. Bu nedenle, bu bileşikler genellikle intermetalik matrisli kompozitler için matrisler olarak kabul edilmektedir. Bu bileşiklerin kısmi bir listesi olarak Ti₅Si₃, Nb₃Al, Nb₂Al, Cr₂Nb, Cr₂Hf, Cr₃Si, Nb₃Si,

Be_{12}Nb , $\text{Be}_{17}\text{Nb}_2$ ve Be_{12}Ti sayılabilmektedir. Nb_5Si_3 ve MoSi_2 'ye dayalı intermetalik matrisli kompozitler de bu sınıflandırmaya dahil edilmektedir (Boehlert ve Miracle 2018).

İntermetalik kompozitlerinin elastik özellikleri ve termal genleşme katsayısı genellikle bilinmez, bu nedenle artık gerilmeler sorununun büyüklüğünü önceden değerlendirmek zordur. Karmaşık intermetalik matrisli kompozitlerin fizibilitesini belirlemedeki zorluklar olsa da başarılabilen Nb_5Si_3 -Nb sisteminin (Tsakiroopoulos 2018) olduğu da unutulmamalıdır.

2.6.2. İntermetalik matrisli kompozitlerde kullanılan takviyeler

Tüm kompozit malzemelerde geçerli olan, takviye malzemesi seçerken, matris ile takviye malzemesinin uyumlu olması intermetalik matrisli kompozitler için de en önemli kriterdir. Herhangi bir kompozit malzemede seçilen takviyeler, oksidasyon veya işlem sırasında matris ile reaksiyon nedeniyle kompozitte herhangi bir bozulmaya neden olmadan matrise mekanik ve/veya fiziksel özelliklerde istenen iyileştirmeyi sağlamalıdır. İntermetalik matrisli kompozitlerin, bileşenin ömrü boyunca oda sıcaklığı ile çalışma sıcaklığı arasında birkaç kez döngüye girmesi muhtemel olduğundan, matris ve takviye arasındaki termal genleşme katsayılarında iyi bir uyuma da istenmektedir. Bu nedenle temelde olması istenilenler, matris ve seçilen takviyeyle arasındaki kimyasal ve mekanik uyumluluktur (Kumar ve Bao 1994).

Kararlı karbürler, oksitler, nitrürler, silikatlar ve borürler gibi seramikler yüksek erime sıcaklıkları, yüksek sertlikleri ve düşük kimyasal reaktivitelerinin avantajı ile daha çok ilgi çekici takviye malzemeleri olarak kullanımı tercih edilmektedir. Aşağıdaki Çizelge 2.3'te tercih edilen bu takviyelerden bazılarının özellikleri verilmiştir.

Çizelge 2.3. İntermetalik matrisli kompozitlerde kullanılan bazı önemli takviye malzemelerinin özellikleri

Takviye malzemesi	Yoğunluk (g/cm^3)	Erime sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)	Isıl genleşme katsayısı ($\times 10^{-6} 1/^{\circ}\text{C}$)
TiB_2	4,50	2980	8,28
ZrB_2	6,09	3060	8,28
TiC	4,20	3250	7,60
SiC	3,21	2750	5,40
B_4C	2,52	2420	6,08
Si_3N_4	3,18	1900	1,44
AlN	3,26	2375	4,84

Çizelge 2.3'ün devamı.

Al ₂ O ₃	3,95	2072	7,92
ZrO ₂	5,89	2700	12,01
SiO ₂	2,66	1710	<1,08

Yapılan bir çalışma ışığında, TiB₂, Al₂O₃ seramik partikülleri arasında, tek başına TiB₂ veya Al₂O₃'ten daha iyi bir geliştirme etkisi olduğu belirtilmiştir (Sharifi vd. 2011; Song vd. 2016).

Xing vd. (1996) TiB₂ / NiAl kompozitlerinin basma dayanımı ve plastisitesinin, TiB₂ içeriğindeki (ağırlıkça %0-20) artışla doğrusal olarak arttığını tespit etmiştir (Xing vd. 1996).

Wei vd. (2015) TiB₂ oluşum koşullarının NiAl intermetaliklerinin mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır ve sonuçlar, yerinde üretilen TiB₂'nin dışarıdan eklenen TiB₂'den daha iyi takviye edici etkiye sahip olduğunu göstermiştir. Michalski vd. pulse plazma sinterlemesi ile üretilen NiAl - Al₂O₃ kompozitleri ve Al₂O₃ ilavesinin sertlik ve kırılma tokluğunu artırabildiğini ve Al₂O₃'ün daha yüksek sertliğinin çatlak tespitinin arttırılmasından sorumlu olduğunu bulmuştur (Wei vd. 2015).

Wu vd. (2017) 10Al - 3B₂O₃ - 3TiO₂ içeriğinin gözenek yapıları ve gözenekli kompozitlerin yarı- statik sıkıştırma davranışları üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. 10Al-3B₂O₃-3TiO₂ tozlarının içeriğini artırarak, mikro gözeneklerin gözenek büyüklüğünün arttığını bulmuşlardır. Mikro gözeneklerin şekli neredeyse küresel olduğunu ve gözenek büyüklüğünün 10Al - 3B₂O₃ - 3TiO₂ içeriğinin %0 ile %15 arasında olduğunda birkaç mikrometre ile onlarca mikrometre arasında değiştiği sonucuna varmışlardır. %20 10Al - 3B₂O₃ - 3TiO₂ olan numune için, mikro gözeneklerin morfolojisinin düzensiz hale geldiğini ve 100 mikrometreden fazla uzun ve dar gözenekler bile gözlemlendiğini belirtmişlerdir.

Seramik partikül takviyeleri çok çeşitli malzemelerde (oksitler, borürler, karbürler ve nitrürler dahil), morfolojilerde (eş eksenli partiküller, plakalar vb. dahil) ve boyutlarda mevcuttur. Süreksiz takviyeler rijitlik ve mukavemette iyileştirmeler sağlarken, özellikle en yüksek kullanım sıcaklıklarında sürekli takviyelerde en büyük artışlar elde edilir. Ayrıca, fiber takviyeler, süreksiz seramik takviyelerin aksine, tokluk ve kırılma direncinde önemli gelişmeler sağlayabilir. Ancak teknolojik öneme sahip olacak kadar yüksek dayanıma sahip bir seramik elyafı geliştirmek ve üretmek için büyük çaba gerekmektedir (Sorenson 1993).

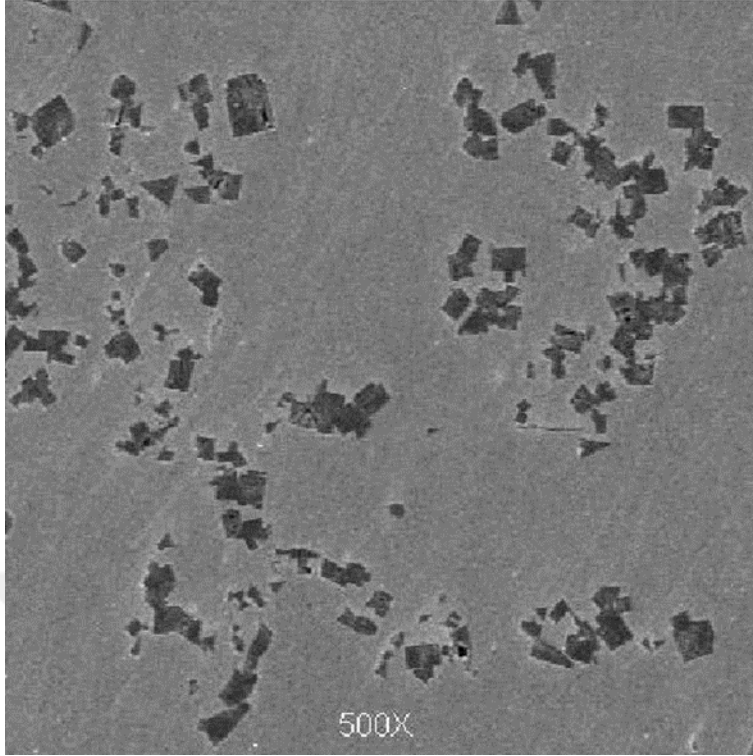
Fiber teknolojisi, 3 GPa'ın üzerinde mukavemet sağlayacak bir mikro yapıya sahip istenilen bir seramik malzemeyi işleyebilme yeteneği ile sınırlıdır. Seramik malzemelerin yüksek mukavemeti ve düşük tokluğu, işleme kusurlarına karşı güçlü bir hassasiyetle sonuçlanır, böylece kritik kusurlar genellikle mikron altı boyuttadır. Bu

nedenle, ince tane boyutları tercih edilmektedir. Kimyasal buhar biriktirme (KBB), büyük çaplı lifler üretmek için en sık kullanılan tekniktir, ancak oksit lifleri için tek kristal büyümesi başarıyla kullanılabilir. KBB fiberleri için bir fiber alt tabakaların paralel gelişimi gereklidir. Elyaf kaplamalar genellikle taşıma sırasında ortaya çıkan hasarı en aza indirmek ve matris alaşımlarıyla kimyasal uyumluluk sağlamak için gereklidir. Bu üç elyaf bileşeni, substrat, elyaf ve kaplama, kendi başına bir kompozit sistem oluşturur ve bu nedenle kimyasal uyumluluk dikkate alınmalıdır. Artık gerilimler üretilebilir ve lifin özelliklerinde önemli bir husus olabilmektedir (Shatwell 1998).

Bu sorunların bir sonucu olarak intermetalik matrisli kompozitlerde kullanım için yalnızca sınırlı sayıda sürekli seramik fiber ticari olarak mevcuttur. Başlıca tipler, KBB tarafından üretilen büyük çaplı polikristalin SiC fiberler, bir kristal çekme tekniği ile üretilen büyük çaplı tek kristal oksit fiberler ve küçük çaplı çok kristalli SiC ve alümina bazlı fiberlerdir. SiC monofilamentleri, geleneksel Ti bazlı metal matrisli kompozitlerin ve TiAl intermetalik matrisli kompozitlerin geliştirilmesinde yaygın olarak kullanılmıştır. SiC monofilamentlerinin gelişme durumu, bu takviyeyi kullanan intermetalik matrisli kompozitlerin fizibilitesini oluşturmak ve mevcut yüksek sıcaklık yapısal malzemeleriyle yalnızca rekabet etmekle kalmayıp aynı zamanda önemli ölçüde aşan yapısal özellikleri etkinleştiren bir denge elde etmek için kesinlikle yeterlidir. Bu liflerin çok yüksek mukavemeti ve sertliği, ticari olarak mevcut olan seramik liflerde benzersizlik gösterir (Boehlert ve Miracle 2018).

Metal fiber takviyeleri arasında bor, molibden, tungsten ve niyobyum olduğu söylenebilmektedir. Bu lifler, intermetalik matrisli kompozitlerin gelişiminde kesin bir role sahipken, çoğu matriste kimyasal kararsızlıktan, düşük termal genleşme katsayılarından, yüksek yoğunlukta ve/veya yüksek sıcaklıkta düşük mukavemetten muzdariptirler. Metal liflerin geliştirilmesi seramik liflere göre çok daha az maliyetli olsa da bu eksikliklerin giderilmesi için teknolojik yeniliklere ihtiyaç duyulmaktadır (Boehlert ve Miracle 2018).

Şekil 2.16'da Ni_3Al -TiC kompozitinin 500x büyütmedeki mikroskop görüntüsü verilmiştir. Ni_3Al matris içerisindeki TiC partikülleri koyu keskin şekilli olarak görünmektedir.



Şekil 2.16. Ni₃Al -TiC kompozitinin yapısı (Fras vd. 2009)

2.6.3. İntermetalik matrisli kompozitlerin üretim yöntemleri

İntermetaliklerin çeşitli yollarla üretimi sağlanabilir ve üretim yöntemleri ürüne (yani levha, folyo, çubuk, boru gibi) bağlı olarak değişmektedir.

İntermetaliklerin sıcak şekillendirilmesi gereksinimi, normal ticari alaşımlara göre daha zorludur ve ikincil işleme işlemleri genellikle çok zorlu şekilde uygulanabilir, ancak bu bir intermetallikten diğerine farklılık gösterebilmektedir (Talaş 2018).

Ayrıca, işleme ve birleştirme, ileri intermetalikleri piyasaya sürmek için çok kritik endüstriyel uygulamalardır ve intermetalik türüne göre değişen bu bileşiklerin kullanımını genişletmek için birleştirme ve işleme konusunda kapsamlı araştırmalar devam etmektedir. Bazı çok kristalli nikel alüminitlerin, nihai ürünlere başarılı bir şekilde işlenmesi için yeterince sünek oldukları gösterilmiştir. Ni₃Al intermetalikleri kapsamlı bir şekilde araştırma konusu olmuştur. Bu intermetalikler esas olarak döküm ve toz metalurjisi yöntemleriyle birçok ticari formda üretilebilir ve ayrıca ikincil işlemeye tabi tutulabilmektedirler. Başarılı bir nihai ürün için yüksek ısı işlemi içeren herhangi bir üretim sürecinden kaçınılmak faydalı olacaktır (Talaş 2018).

2.6.3.1. Eritme, döküm, şekillendirme

Süreksiz takviyeleri eklemenin belki de en basit yolu, onları erimiş matrise karıştırmaktır. Bununla birlikte, takviye matris içinde eşit olarak dağılmamaktadır ve önemli bir süre yüksek sıcaklıklara maruz kalmaktadır (Kumar ve Bao 1994).

Birçok eritme yöntemi arasında, indüksiyonla eritme veya vakumlu ark eritme gibi inert gaz ortamında veya vakum altında eritme çok etkilidir, ancak yüksek Al konsantrasyonu sürekli bir alüminyum oksit tabakası oluşturarak havadan erimiş metale yardımcı olur. Eritme veya döküm ve toz metalurjisi, nikel alüminidlerin büyük ölçekli üretimi için ana yöntemlerdir. Ni_3Al ve $NiAl$ 'in erime sıcaklıklarındaki fark, eritme ve dökümden önce farklı prosedürlerin dikkate alınmasını gerektirir. Örneğin $NiAl$ 'in erime sıcaklığı, bileşenlerinden, yani Al ve Ni'den daha yüksektir. Nikel alüminitlerin döküm yoluyla üretimi, alaşım elementleri ile H arasındaki reaktivite ve tane sınırı kohezyonunun olmaması nedeniyle kolayca elde edilememiştir (Talaş 2018).

Maxwell ve Grala (1954) tarafından yapılan ergitme ve döküm, ağırlıkça %31,5-34 Al'den farklı olarak ağırlıkça %31,5-33 Al aralığı için bir çalışma yapılmıştır ve başarılı olunmuştur. Bileşenler arasındaki reaksiyonların tamamlanması için bekleme süresi gibi dökümün çeşitli parametrelerinin dökümde faydalı olduğu bulunmuştur. Ağırlıkça %35 Al'in üzerinde, dökümlerde istenilen başarılı elde edilememiştir ve sonuç alaşımların tamamen kırılması olmuştur. Bu tür alaşımlar için, Ni_3Al alaşımlarının başarılı bir dökümü için reaksiyon ısısının kullanımını içeren Exo-Melt dökümü ORNL (Oak Ridge Ulusal Laboratuvarı) tarafından 1995 yılında icat edilmiştir (Sikka vd. 1995). Bu çalışma, Ni'nin Al ve diğer küçük alaşım elementleri ile birlikte başka bir Ni yığını üzerinde eritilmesini içermektedir. Ni ve Al'in aynı anda ısıtılması, Ni ve Al arasında bir reaksiyona neden olarak, indüksiyon ocağının altındaki alaşım elementlerini çözen aşırı ısıtılmış bir sıvı olan $NiAl$ 'i oluşturur (Deevi ve Sikka 1997). $NiAl$ bazlı intermetalik alaşımların reaktif dökümü, sırasıyla Ni ve Al veya $NiCo$ ve Al'in havada sıvı şeklinde karıştırılması ve $NiAl$ veya $NiAl-Co$ bileşikleri oluşturmak üzere katılaştırılmasıyla elde edilmiştir. Fe içeren $NiAl$ de bu yöntemle dökülmüştür ve çatlama ile gerçekleşen bir hasar veya çatlakların varlığı ile ilgili herhangi bir bilgi rapor edilmemiştir (Matsuura vd. 2001).

2.6.3.2. Toz metalürjisi

Süreksiz takviyelerle sınırlı bir diğer kompozit üretim yöntemi ise toz metalurjisidir (Nourbakhsh ve Margolin 1990; Feest ve Tweed 1992). Takviye, yoğun bir ürün oluşturmak üzere sıcak izostatik preslenmiş kompaktlar preslenmeden önce intermetalik tozlar ile karıştırılır.

Uzun lifleri bir matrise sokmaya çalışan toz metalurjisindeki bir varyasyonu olarak yapılan bir teknik olarak; intermetalik tozlar bir bağlayıcı ile karıştırılır ve tabakalar halinde yuvarlanır. Bunlar, güçlendirici fiberlerle değişen katmanlara yerleştirilir ve tozları birleştirmek için sıcak preslenir. (Nourbakhsh ve Margolin 1990; Mackay vd.1994).

Ni_3Al veya $NiAl$ gibi nikel alüminitler veya Ni-Al faz diyagramındaki diğer alaşımlar, saf elementel Ni ve Al tozlarının kullanılması ile toz metalürjisi yoluyla üretilebilmektedir.

Toz enjeksiyonlu kalıplama, katı hal sinteleme, mekanik alaşımlama dahil olarak toz metalürjisi yöntemleriyle nikel alüminitlerin başarıyla üretildiği bilinmektedir.

Sinterleme süresinin artması, kompaktların daha yüksek yoğunlaşması ve ardından tane büyümesi ile sonuçlanmaktadır. Kirkendall etkisi sonucu intermetalik fazın artan hacim fraksiyonu ve boşluk oluşumu ile ilişkili sinterleme işlemi ile birlikte sertlik artışı, sertlik gibi tam yoğunluğun ve iyi mekanik özelliklerin elde edilmesini engelleyebilmektedir (Matsuura vd. 1996).

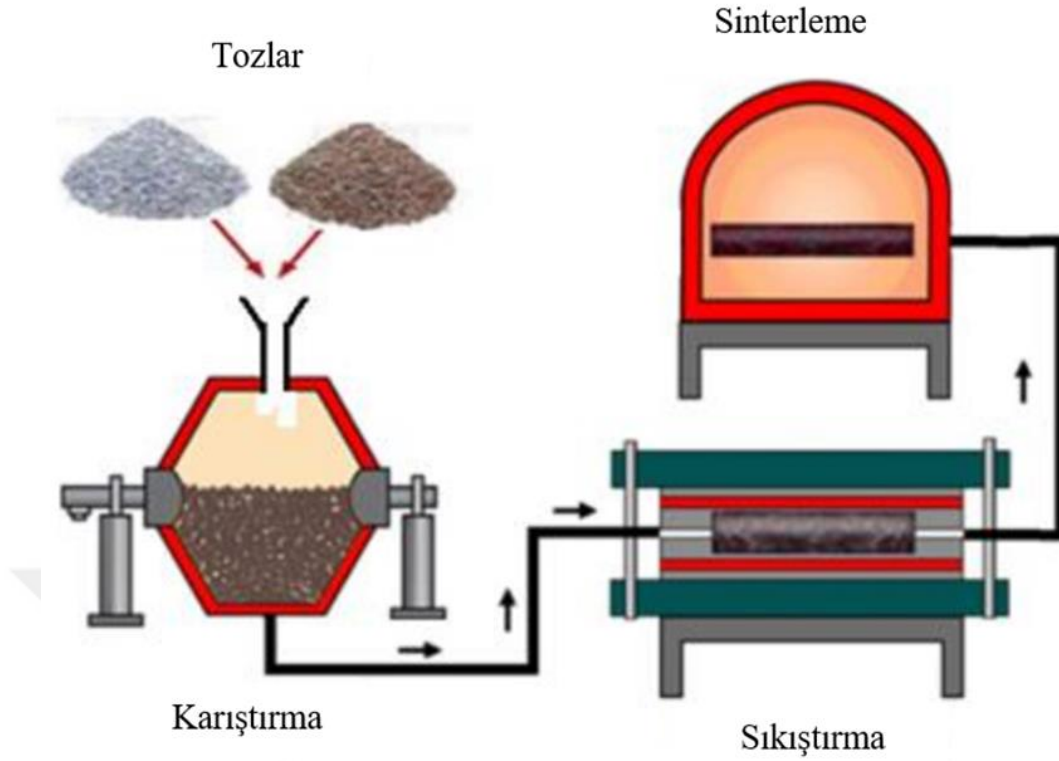
Toz metalürjisi ile B-alaşımli Ni_3Al 'in başarılı bir üretimi ve alaşımlamanın etkisi, sabit Al içeriği ~%23 Al ile Fe, Cr, Mo ve Zr'nin elementel ilaveleri kullanılarak değerlendirilmiştir (Wright ve Knibloe 1990).

Süreç nispeten yavaş ve pahalı olması, safsızlıklardan ve oksit oluşumundan kaynaklanan kirlenmeler düşünüldüğünde, alaşımsız alüminitler için eksi bir durum olabilmesine rağmen, nikel alüminitlerin alaşımlanması da nikel alüminitler üretmek için başarılı bir şekilde kullanılmıştır.

Ni-Al karışımlarının mekanik alaşımlanması sırasında intermetalik türlerinin oluşumu ile ilgili olarak, reaksiyona girmemiş Ni ve Al ile Al-aşırı doymuş katı çözelti içeren Ni, oluşan ilk fazdı, ancak öğütme süresi ve kuvveti gibi öğütme koşulları, öğütülmüş ürünün bileşimini kontrol etmede ana faktörlerdir (Kubaski vd. 2012). Daha fazla öğütme işlemi, bu fazın Al_3Ni 'ye dönüşmesine neden olur ve daha sonra, NiAl intermetalik olan nihai üründen önce bir $Ni_3Al-Al_3Ni_2$ karışımı bir arada bulunabilir ve mekanik alaşım karışımındaki yüksek Ni içerikleri, bir Al-aşırı doymuş Ni katı çözeltisine neden olur (Ivanov vd. 1988).

İntermetaliklerin üretimi, aynı zamanda, Ni ve Al arasında meydana gelen ekzotermik reaksiyon sırasında ortaya çıkan reaksiyon ısısının intermetalikler oluşturmak için kullanıldığı reaksiyon sentezi ile gerçekleştirilir. Karışım 500-750°C gibi yeterince yüksek bir sıcaklıkta vakum altında bir kap içinde ısıtılır. Bu işlem, ısıtma hızı, vakum seviyesi, toz boyutu ve %12'ye varan gözeneklilik nedeniyle Al miktarı gibi işlem parametrelerine oldukça bağlıdır (German vd. 1988). Reaksiyon sentezi prosesi genellikle tamamlanmamış bir reaksiyonla sonuçlanır ve reaksiyona girmeyen bileşenler ayrıca intermetalik tozlar genellikle kırılabilir olduğundan ve daha yüksek sıkıştırma basınçlarına ihtiyaç duyulduğundan nihai ürünün mukavemetini artırabilir (McCoy 1992). Küçük fazlar, ısıtma işlemi ya da sinterleme sıcaklığının 1200°C'ye kadar yükseltilmesi ve 2 saatlik bir süre ile uzun erimli düzenin artırılması ve zamanla diğer fazların giderilmesiyle elimine edilebilir (Talaş 2018).

Şekil 2.17'de toz metalürjisi metodunun bir şematik gösterimi verilmiştir. Bu yöntemin adımları olan; başlangıç tozlarının karıştırılması, preslenmesi ve sinterlenmesi aşamaları basitçe gösterilmektedir.



Şekil 2.17. Toz metalürjisi yönteminin basit gösterimi (Hamweendo vd. 2016)

Toz enjeksiyon kalıplama (toz ekstrüzyon) ile sonrasında reaktif sinterleme veya sıcak izostatik presleme döngüsü birleştirilerek hizalanmış kısa lifli kompozitler yapılabilir (Bose ve German 1988; 1989). Yöntem, hizalamayı sağlamak için bir polimerik bağlayıcı, toz formunda bir matris ve doğranmış liflerin ısıtılmış bir karışımının konik bir kalıptan geçirilmesinden oluşur. Teknik, Al_2O_3 fiberlerle güçlendirilmiş NiAl, MoSi ve Al_3Ta bazlı kompozitlere uygulanmıştır (Alman ve Stoloff 1990). Burada, alaşımanın kirlenmesini önlemek için bağlayıcının tamamen uzaklaştırılmasının kritik olduğu unutulmamalıdır.

2.6.3.3. Yanma sentezi

Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) ile işlenmiş intermetalik matrisli kompozitler arasında partikül takviyeli, lamine ve iç içe geçmiş tip kompozitler bulunabilmektedir. Hazırlanan elemental tozlar veya bileşikler karışımı, borürler, karbürler ve oksitler gibi homojen olarak dağıtılmış takviye partikülleri ile tek aşamalı bir intermetalik matriste üretmek için ateşlenir. Bu tür malzemeler, monolitik alaşımdan çok daha yüksek akma mukavemeti veya kırılma tokluğu gösterebilmektedir (Naplocha 2018).

Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS), intermetalik malzemelerin düşük enerji tüketimiyle, özel ekipman gerektirmeden, nispeten hızlı ve etkin bir şekilde üretilmesini sağlar. Her boyutta ve şekilde üretilen malzemeler, karmaşık morfoloji, faz bileşimi, yüksek saflık ve benzersiz özellikler sergiler. Sentez süreci genellikle reaktanların stokiometrisinden, taneciklerinden, partiküller arasındaki

temas alanlarını iyileştiren sıkıştırma basıncından, ön ısıtma sıcaklığından ve ekzotermik reaksiyon sırasında salınan enerji miktarından etkilenir. Sıkıştırılmış toz karışımı, ateşleme sıcaklığını başlatmak için bölgesel olarak önceden ısıtılır ve daha sonra reaksiyon, numunenin tüm hacminde gelişir. Reaksiyon entalpisine karşılık gelen açığa çıkan ısı, ön kısmın ötesinde alt tabakaları ön ısıtmak için bir kısma ve ürünlerin sıcaklığını ve yapının dönüşüm oranını arttırmaktan sorumlu bir kısma bölünür. Daha sonra buna bağlı olarak kendi kendini tavlamanın bir denge yapısının oluşumu gözlemlenir. Reaksiyon, substratlardan birinin atomları, şekillendirici bir ürün tabakası boyunca veya doğrudan bir sıvı ve bir katı bileşen arasında difüze olduğunda, katı halde ilerleyebilir; bu, nüfuz eden gözeneklilik içindeki kılcal basınç tarafından belirlenir. Yüksek sıcaklık reaksiyonu sırasında çıkan gazlar ve reaktant tozları üzerinde emilen bileşikler metal yapıda gözenekler oluşturur. Bu nedenle, onları zorlamak ve yoğun bir yapı oluşturmak için plastik haldeki malzemeye tek eksenli sıkıştırma veya ekstrüzyon uygulanır. Metal tozlarından intermetaliklerin sentezi genellikle parçacıkların erimesiyle başlar. Al içeren sistemlerde, ara ve termodinamik olarak uygun alüminitler oluşur, örneğin, 660°C'lik erime noktasına yakın Al_3Ni ve Al_3Ti gibi. Ni-Ti gibi bazı sistemlerde reaksiyon ötektik bir sıvının oluşumuyla başlar ve daha sonra Ni_3Ti ve NiTi'ye dönüşür. Genel olarak, karmaşık reaksiyon bileşik sentezde meydana gelir ve bireysel analiz ve araştırma gerektirir (Naplocha 2018).

Metal tozlarından intermetaliklerin kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi tekniği, düşük yanma sıcaklığında (1000-1500°C), bazen kısmi dönüşümle ilerler. Bu nedenle, reaktiflerin önceden ısıtılması veya başka bir reaksiyona giren bileşenin eklenmesi, dalga yayılımını desteklemeye yardımcı olabilir. En popüler alüminitleri veya titanyum nikelitleri (Moo ve Feng 1995; Curfs vd. 2002) üretmek için başlangıç karışımının tutuşması ve yerel ön ısıtması, parçacıkların erimesini içerir. Düşük erime noktalı Al yayılır ve sentez parametrelerine, yani stokiometri, taneciklilik ve ısıtma hızına bağlı olarak ara alüminitler oluşur. Al ile Ni'nin ekzotermik reaksiyonları sonucunda oluşan ilk intermetalik faz Ni_3Al 'dir, bunu 640°C'de ötektik reaksiyon yoluyla $AlNi-Al_3Ni$ karışımının takip eder (Moo ve Feng 1995). Son olarak, ilk karışımın bileşimine bağlı olarak, NiAl veya stokiometrik orana karşılık gelen diğer bileşikler oluşur (Naplocha 2018).

Adyabatik sıcaklığın dalga hızını doğrudan etkilediği bilinmektedir, aslında NiAl'in KİYSS'i için hız, 1640°C'lik bir sıcaklıkta (NiAl'in erime noktası) adyabatik sıcaklıkla aniden artar. NiAl bileşiği bir reaksiyon sırasında bir bariyer görevi görebilir, böyle bir bileşiğin erimesinin reaksiyon kinetiğini ve yanma dalgası hızını büyük ölçüde arttırdığı gösterilmiştir (Maslov vd. 1976).

Ni-Al sisteminde KİYSS uygulaması yapıldığında ikinci bir faz eklerken, matris ve takviye arasındaki kimyasal ve mekanik uyumluluğu hesaba katmak büyük önem arz eder. Ni-Al matrisi ile takviye arasındaki arayüzde reaksiyonlar meydana gelebilir ve ikisi arasındaki termal genleşme uyumsuzluğu mikro çatlamaya neden olabilir. Örneğin, silisyum karbür (SiC), yanma sıcaklığında şiddetli reaksiyonlar meydana geldiğinden ve SiC parçacıkları yeterince küçükse, reaksiyonda tamamen tüketilebileceğinden, Ni-Al bileşikleriyle takviye olarak kullanılması tavsiye edilmez (Morsi vd. 2000). Kimyasal olarak uyumlu takviyeler arasında Al_2O_3 , TiB_2 , AlN ve Y_2O_3 bulunduğu söylenebilmektedir (Stoloff ve Sikka 1996). Takviye ya tozlara katılıp karıştırılır ya da

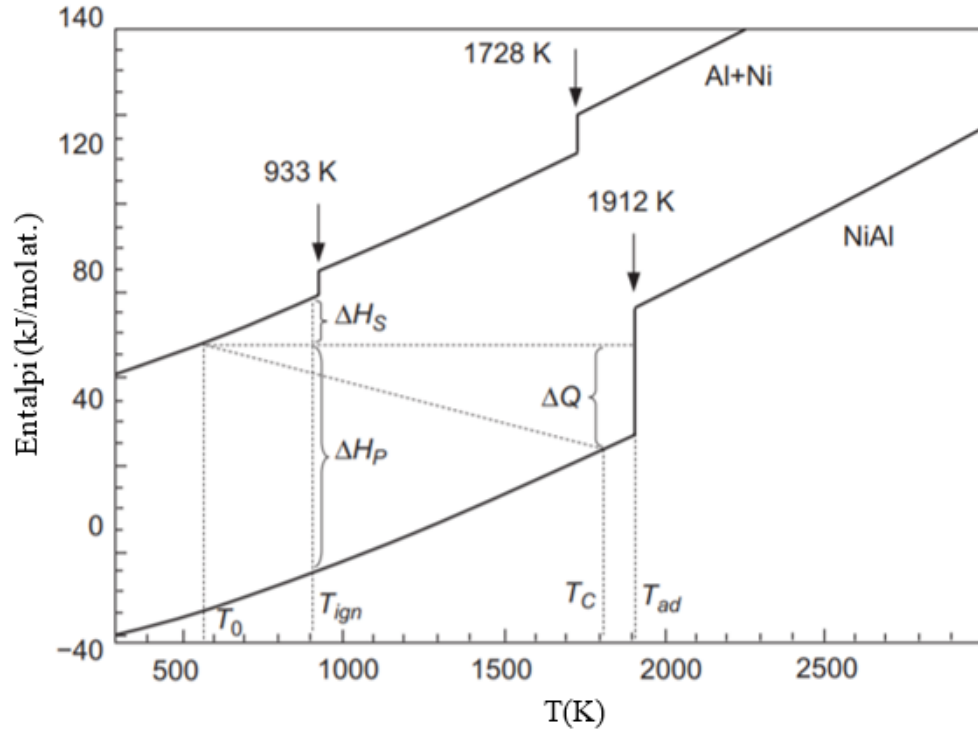
alümina (Al_2O_3) takviyenin olduğu gibi, reaksiyon esnasında oluşur (Doty ve Abbaschian 1995).

Bu bilgilere ek olarak bazı parametreler kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS)'in gerçekleşmesini ciddi şekilde etkiler. Bunlardan biri, sentezin ısı dengesini önemli ölçüde etkileyen parçacık boyutudur. İnce parçacıklara sahip ilk gözenekli yapı, ısıyı çevreye hızla aktarır ve azaltılmış bir termal iletkenlik ve yüksek sıcaklık gradyanında, reaksiyon bitişik katmanlara ilerleyemez. Öte yandan, çok yüksek iletkenlik, reaksiyon bölgesinin yayılmasına ve soğumasına neden olur. Daha büyük tanecikli karışımda, parçacıklar arasındaki bağlantı sayısı ve potansiyel reaksiyon yerleri daha küçüktür. Dalga yayılma hızını ve sentezin sıcaklığını düşürür ve sonuç olarak dengesiz yapıların oluşumuna yol açar. Toz sıkıştırma derecesi ve kompaktın gözenekliliği de aynı derecede önemlidir. Bir yandan, partiküller arasında daha iyi yapışma, reaksiyonu kolaylaştırır. Öte yandan, iletkenliği ve ısı dağılımını artırır. (Naplocha 2018).

Reaksiyon kinetiğini etkileyen bir diğer önemli faktör, başlangıç karışımındaki bileşenlerin stokiyometrisidir. Bir reaktif ürününün fazlası genellikle reaksiyona girmemiş başlangıç malzemeleri veya kararsız bileşikler içerir. Bazen ayrı bir işlemde üretilen karışımları hazırlamak için bu tür bileşikler kasıtlı olarak eklenir. İlgili entalpi ile birlikte substratlar arasındaki temas yüzeyini azaltır ve reaksiyonu yumuşatır. Genel olarak, sistemin stokiyometrisinden sapma, salınan ısı miktarını ve sentez adyabatik sıcaklığını düşürür. (Naplocha 2018).

Sentez sürecini etkileyen ve ürünün spesifik yapısını oluşturan diğer faktörler, işlem odasındaki basınç ve atmosfer türüdür. Argon kullanımı genellikle çevredeki atmosferle istenmeyen reaksiyonları engellerken, basınçlı buhar reaktif elementlerin uçuculuğunu azaltır. Buna karşılık, özellikle reaktantlar önceden ısıtıldığında ve KİYSS'in termal patlama modu meydana geldiğinde, vakumla uzaklaştıran gazlar ve odanın havalandırılması, malzemenin patlamasını ve deformasyonunu önleyebilir (Merzhanov 1996).

Yüksek sıcaklık reaksiyonu sırasında açığa çıkan gazların oluşturduğu nispeten yüksek gözeneklilik seviyesi, tipik yanma malzemelerinin özelliğidir. Basınçlı buharlar, gazın bir numunenin dışına salındığı gaz kabarcıklarının veya boşlukların oluşmasına neden olur. Çoğu durumda, ürünün istenmeyen gözenekliliği, reaktif tozların öğütülmesi ve sıkıştırılması veya başlangıç karışımının uygun bileşiminin seçilmesiyle azaltılır (Naplocha 2018).



Şekil 2.18. Bir ürünün (ΔH_P) ve substratların (ΔH_S) yeniden ısıtılmasıyla ilgili sıcaklığa karşı NiAl bileşiğinin oluşumu için entalpi değişiklikleri (Naplocha 2018)

Bu tez kapsamında Al_2O_3 , TiB_2 takviyeli NiAl matrisi kompozit malzemelerin yanma sentezi ile aşağıdaki reaksiyona göre üretimi ve sinterlenmesi üzerinde çalışılmıştır.



Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde, bu sistemle ilgili çok az sayıda çalışma bulunduğu görülmektedir. Bu nedenle, Al_2O_3 , TiB_2 takviyeli NiAl matrisi kompozit malzemelerin KİYSS ile üretilmesinin yeteri kadar araştırılmadığı gözlemlenmiştir. Bu konuda literatürde bulunan bir çalışmada, bor oksit başlangıç malzemesi kullanılarak kompozit tozlar üretilmiş fakat sinterleme işlemi uygulanmamıştır (Song 2016). KİYSS yöntemi sonucunda oluşan ürünler gözenekli yapıda olmaktadır ve öğütülerek toz haline getirilebilmektedir (Çamurlu ve Maglia 2007, 2009a)

Bir çalışmada, başlangıç malzemesi olarak bu çalışmadan farklı olarak bor oksit kullanılmıştır. Ağırlıkça %5-40 aralığında TiB_2 , Al_2O_3 içeren NiAl matrisli kompozitlerin KİYSS ile üretimi üzerinde çalışılmıştır. Sonrasında sinterleme işlemi yapılmamıştır. Ayrıca mekanik karakterizasyon olarak, üretilen kompozitlerin sadece mikrosertlik ölçümü yapılmıştır ve artan TiB_2 , Al_2O_3 oranı ile, mikrosertlik değerlerinin de arttığı belirtilmiştir (Song vd. 2016).

Biwas vd. (2002) NiAl'in kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezini (KİYSS) 5 ila 60 °C/dk arasında farklılık gösteren ısıtma hızlarında incelemiştir. Üç farklı Ni partikül boyutu kullanmışlardır, vakum ve argon atmosferlerinde deneyleri

yapmışlardır. Optik ve taramalı elektron mikroskobu (SEM), XRD ve cıva intrüzyon porozimetresi ile incelemişlerdir. Sonuç olarak, yanma davranışının atmosferden bağımsız olduğunu, ancak ısıtma hızına ve dolayısıyla ön yanma reaksiyonunun boyutuna büyük ölçüde bağlı olduğunu göstermiştir. Isıtma hızının hem ön yanma reaksiyonu hem de ısıl patlama durumunda yanma üzerindeki etkisini açıklamak için proses modellemesi yapılmıştır. Ve bunun sayesinde deneysel sonuçları başarıyla rasyonalize edilebilmiştir (Biswas vd. 2002; Kubaschewski vd. 1993).

Zhu vd. (2011) başka bir çalışmada, Ni-Al karışımını doğrudan ısıtıp ve ateşlemek için indüksiyonlu ısıtma kullanan sentez işlemini araştırmışlardır. Proses parametrelerinin faz dönüşümü, mikro yapıları ve KİYSS ile sentezlenmiş NiAl bileşiklerinin özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Ni (4,5 µm) ve Al (15 µm) tozları, 5 dakika boyunca bir ultrasonik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Islak karışım, 1 saat boyunca 90 °C'de bir fırında kurutulmuştur. Kurutulmuş karışım bir porselen havan kullanılarak elle karıştırılmıştır. Isıtma hızı ve ön yoğunluğun etkilerini araştırmak için iki grup numune hazırlanmıştır. İlk grupta, Ni ve Al tozları karıştırılmış ve 100 MPa'lık sabit bir basınçta 12 mm çapında bir çelik kalıpta sıkıştırılmıştır. İkinci grup için, sıkıştırma basınçları 35 MPa ila 100 MPa arasında değişmiştir, böylece ön yoğunluğun etkisi araştırılabilmiştir.

Sonuç olarak, NiAl'in sentezlenen üründe yüksek ısıtma hızında tek faz olduğunu göstermektedir. İndüksiyon akımının ve ön yoğunluğun artırılması, ısıtma oranlarında bir artışa ve sentezlenen NiAl'in tane büyüklüğünde bir azalmaya neden olmuştur, bu ise daha yüksek bir sertliğe yol açmıştır. Sentezlenen NiAl bu işlem altında tamamen eritilmiştir. Al ve Ni sistemi için sınır, teorik yoğunluğun %50'sine yakındır (Zhu vd. 2011).

2.6.3.4. Isıl işlemler ve kaplama

Ticari alaşımların yüzey modifikasyonu, yüksek sertlik veya aşınma koşulları veya yüksek sıcaklık için olağandışı ağır çalışma koşulları için işlevsel yeteneklerini geliştirmek için gereklidir.

Buhar teknikleri, hem matris kaplı fiber işlemlerinin yaklaşımında hem de mikrolaminat intermetalik matrisli kompozitlerin üretiminde oldukça önemlidir.

Yüksek oksidasyon direncine ek olarak yüksek erime noktasına ve düşük yoğunluğa sahip B2 tipi NiAl intermetalikler, aşınma veya yüksek sıcaklık uygulamalarında seramiklerin termal bariyer kaplaması için bağ kaplama olarak kullanılabilir. NiAl intermetalik katman, buhar biriktirme (Ma vd. 1991) ve ardından difüzyonla aktive olan ısıtma, püskürtme (Barmak vd. 1997) ve KBB (Edelstein vd. 1995) ile yüzey üzerinde biriktirilebilir.

Ni bazlı süper alaşımlara uygulanan NiAl kaplamaların yanı sıra düz NiAl ve Pt alaşımlı NiAl, Angenete vd. (2003) tarafından 1050°C'de çalışılmıştır. Alaşımsız NiAl'in kötü performans gösterdiği, Pt ilavesinin ise parçalanma ve oksidasyon davranışını iyileştirdiği gösterilmiştir. Benzer miktarda Pt ilavesi içeren NiAl ve Ni₃Al bazlı alaşımların davranışları farklılık göstermiştir, öyle ki ağırlıkça %13 Pt ile

alaşımlanmış Ni_3Al , ağırlıkça %15 Pt ile alaşımlanmış $NiAl$ 'den önemli ölçüde daha iyi sonuçlar elde edilmiştir (Angnette vd. 2003).

Düşük Pt (ağırlıkça %3,7) ile $NiAl$ bazlı alaşım, negatif oksit kazancı ile diğerlerinden çok daha iyi performans göstermiştir. Kaplamadaki Al'in, substrat veya bağ kaplamanın yüzeyinde O_2 ile birleşmesinin Al_2O_3 oluşumuyla sonuçlandığı varsayılmaktadır. Termal döngü nedeniyle çatlama ve parçalanma ile kaybolan oksit oluşumu nedeniyle Al belirli bir miktarın altına düştüğünde, aşağıdaki reaksiyon ürünleri oluşur: $\beta-NiAl$, $\gamma-Ni_3Al$ ve son olarak $\gamma-Ni$ 'dir (Talaş 2018).

Bu nedenle, Ni'nin matris fazına Al'den daha hızlı difüze olduğu arayüzde meydana gelen Kirkendall boşluğunun oluşumunu önlemek için yüzeye yakın bol miktarda Al olması önemli bir rol oynamaktadır. Ara yüzeyde boşluk oluşumu ile, oksidasyon, bileşik oluşturmaların taşınmasıyla da devam ettirilebilir (Angenete vd. 2003).

2.6.3.5. Sıvı metal sızması

Sıvı metal sızması yöntemi, metal matrisli kompozitlerin üretimi için yaygın olarak kullanılmaktadır. Liflerin bir ön formu bir kalıba yerleştirilir ve matris malzemesi, erime noktasının üzerindeki bir sıcaklığa ayrı olarak ısıtılır. Erimiş matris kalıba verilir ve erimiş matrisi ön forma zorlamak için basınç uygulanır (Nourbakhsh ve Margolin 1990; 1991). Bir intermetalik matris kompoziti üretirken, matris malzemesini eritmek için yüksek bir sıcaklığa ihtiyaç duyulur ve bu, matris ile takviye arasında önemli bir reaksiyonun oluşmasına neden olabilmektedir (Palmer 1997).

2.6.3.6. Sprey şekillendirme

Intermetalik toz, eritmek için bir plazmaya beslenir ve ardından direkt olarak sürekli fiberler üzerine püskürtülür ve dönen bir mandrel üzerine sarılır. Bu yöntem, daha kalın bir malzeme bölümü oluşturmak ve gözenekliliği azaltmak için istiflenmiş ve sıcak izostatik preslenmiş ince kompozit malzeme katmanları oluşturur (Nourbakhsh ve Margolin 1990; Feest ve Tweed 1992; Mackay vd. 1994).

2.6.3.7. Birleştirme

Sürtünme kaynağı, kapasitör-deşarj kaynağı, yakma alın kaynağı, lazer kaynağı, elektron ışını kaynağı, lehimleme ve difüzyon bağlama gibi çeşitli birleştirme teknikleri sürekli olarak değerlendirilmektedir. Nikel alüminitlerin birleştirilmesi, alaşım bileşiminden ve kaynak parametrelerinden güçlü bir şekilde etkilenmektedir (David vd. 1985).

Eritme kaynağı, kaynak sırasında aşırı termal döngü nedeniyle, ısıdan etkilenen bölgede çatlaklara yol açması veya kaynak parametrelerine hassasiyetin çok önemli olması nedeniyle $NiAl$ matrisli kompozitlerde uygulaması oldukça zordur, ancak katı hal kaynağı bazı sınırlamalarla çok umut vericidir. B içeren Ni_3Al tip nikel alüminidin lazer kaynağı sonucu katılaşma çatlakları nedeniyle bu çalışmada sınırlı bir başarı elde edilmiştir (Molian vd. 1992).

Difüzyon bağlama yöntemi, sürekli takviyeli kompozitlerin üretiminde başarıyla kullanılmıştır (Nourbakhsh ve Margolin 1990; Feest ve Tweed 1992). Matris folyolarının katmanları, takviye katmanları ile ayrılır ve tüm düzenleme daha sonra preslenir ve ısıtılır, böylece matris folyolarının birlikte yayılması sağlanır. Bu, intermetaliklere uygulandığında, matrisi birleştirmek için yüksek sıcaklıklara ve basınçlara ihtiyaç duyulduğundan ve intermetalik folyoların üretimi kolay veya ucuz bir şekilde gerçekleştirilemediğinden problemler ortaya çıkmaktadır (Palmer 1997).

Torun ve Çelikyurek (2009) bir çalışmada, Ni_3Al - Ni_3Al ve Ni_3Al -paslanmaz çelik 316L'nin Cu tabakası ve Ni_3Al -Ti vakumda difüzyon bağlaması sırasıyla Ni ve Cu tabakası kullanılarak başarıyla yapmışlardır. Bağ gücü değerleri, artan tutma süresine göre aşamalı bir artış göstermektedir. Ni_3Al - Ni_3Al , Ni_3Al -AISI316L ve Ni_3Al -Ti bağları sırasıyla 238, 233 ve 203MPa'lık kesme mukavemetleri üretmiştir. Ni_3Al -Ti difüzyon bölgesindeki intermetalik fazların sayısı, Ni_3Al -AISI316L ve Ni_3Al - Ni_3Al bağlantılarına göre daha fazla görünmektedir ve bağlantıların sertlik profili de bağlantı mukavemetinin ara yüzeyde meydana gelen difüzyon reaksiyonlarından aşırı derecede etkilendiğini göstermektedir. Nikel alüminitleri ve diğer metal ve alaşımları birleştirmek için reaktif sinterleme ve sıcak presleme ile başka birleştirme yöntemleri uygulanmıştır (Kim vd. 2007; Qin vd. 2009).

Sunulan bu tezin amacı, hammadde olarak H_3BO_3 , TiO_2 , Ni ve Al tozları kullanılarak kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi ve hacim yanma sentezi (sırasıyla KİYSS ve HYS) ile TiB_2 , Al_2O_3 takviye partikülleri içeren NiAl matrisi kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonudur.

Başlangıç malzemeleri karıştırıldıktan ve düşük yoğunluklu bir pelet haline getirildikten sonra bazı deneylerde karışım yanma hücresinin içine rezistans tele 2-3 mm mesafede yerleştirilmiştir. 2 sefer vakum-argon çevrimi uygulandıktan sonra pelet ateşlenmiştir. Bazı deneylerde peletler indüksiyon ısıtmalı fırına yerleştirilerek argon gazı altında ateşlenmiştir. Ürünler optik mikroskop ve SEM ile incelenmiştir ve XRD analizine tabi tutulmuşlardır.

Çalışmanın ikinci aşamasında, ilk aşamada kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) veya hacim yanma sentezi (HYS) ile üretilen ürün, toz haline getirilip, 2. ve 3. grupta yapılan deneylerde 1. grupta yapılan deneylerden farklı olarak farklı oranlarda Ni ve Al tozları ilave edilerek karıştırılmıştır. Karışım toz, çelik kalıba doldurulup soğuk preslendikten sonra argon atmosferi altında basınçsız sinterlenmiştir. Soğuk presleme işlemi için toz karışımı, yaklaşık 400 MPa-500 MPa basınç aralığında basılmıştır. Sinterleme işlemi 1350-1450 °C sıcaklıktaki fırında gerçekleştirilmiştir. Hacimce %5- %40 aralığındaki oranlarda TiB_2 , Al_2O_3 toz karışımları içeren NiAl matrisli kompozitlerin üretimi amaçlanmıştır.

Tezin üçüncü aşaması, karakterizasyon işlemlerini kapsamaktadır. Çeşitli oranlarda TiB_2 , Al_2O_3 partikülleri içeren NiAl matrisli kompozit numuneler; zımparalanıp ve parlatılmış, optik mikroskopta ve taramalı elektron mikroskopunda (SEM) incelenmiştir. Numuneler sertlik, mikrosertlik ve 3 nokta eğme testlerine tabi tutulmuşlardır. NiAl matrise eklenen TiB_2 , Al_2O_3 partikülleri, sertliği yüksek bir kompozit malzemenin elde edilmesini sağlamaktadır.

3. MATERYAL VE METOT

Bu çalışmada Ni, Al, TiO₂, H₃BO₃ başlangıç tozları kullanılarak TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl matrisli kompozitlerin üretimi üzerinde çalışılmıştır. Temelde 3 grupta numune üretilmiştir.

1. grupta: KİYSS %25 TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl tozları üretilmiştir. Ayrıca HYS ile ticari %10 TiB₂ - NiAl ve ticari %10 Al₂O₃ - NiAl tozları üretilmiştir. Sinterleme işlemleri sadece KİYSS ile üretilen 1.x. numaralı deneylerde yapılmıştır.

2. grupta: HYS ile %5-40 TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl tozları üretilmiştir. Bazı deneylerde ise bu tozlara düşük oranda (%5-10) elementel Ni ve Al tozları eklenmiştir ve presleme sonrası sinterleme işlemi uygulanmıştır. Bu parçaların kodlandırılması, kullanılan tozdaki ve son parçadaki takviye oranına göre 10-5TA ve 40-30TA olarak yapılmıştır. Bazı deneylerde Ni ve Al ilavesi sonrası kuru olarak tekrar öğütme işlemi gerçekleştirilip sinterleme yapılmıştır.

3. grupta: HYS ile üretilmiş olan %100 TiB₂, Al₂O₃ tozlarına ve %90 TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl tozlarına yüksek oranda NiAl matris oluşturacak şekilde (%80-90) elemental Ni ve Al tozları eklenerek takviye fazı oranı %10 olan parçalar elde edilmiştir. Bu parçalara presleme işlemi sonrası sinterleme işlemi uygulanmıştır. Bu tozların ısıtılması sırasında yanma sentezi, aslında eklenen nikel ve alüminyum arasında ekzotermik reaksiyon gerçekleşeceği düşünülmüştür. Bu parçaların kodlanması, kullanılan tozdaki ve son parçadaki takviye oranına göre 100-10TA ve 90-10TA olarak yapılmıştır.

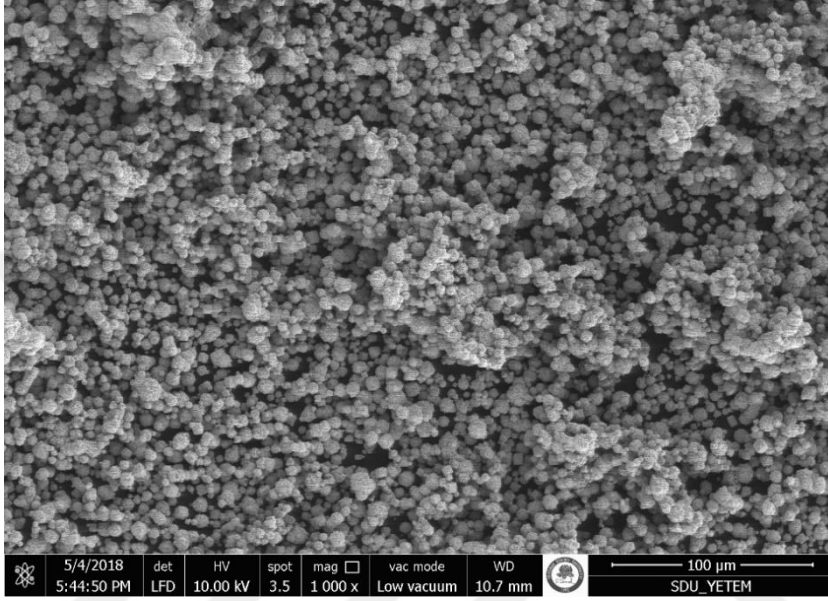
Bu bölümde ayrıntıları sunulacak olan üretim ve karakterizasyon yöntemleri özet olarak şu şekildedir:

Tozları tartmak için analitik terazi (0,1 mg hassasiyetli, max 220 g), ateşlenmenin gerçekleştirilmesi için KİYSS kabini veya indüksiyon fırını, tozları öğütmek için gezegensel bilyalı değirmen (Retsch PM100), tozları preslemek için çelik bir kalıp, kalıbı yağlamak için kullanılan yağlayıcı olarak stearik asit, tozları soğuk sıkıştırmak için tek eksenli soğuk pres, sinterleme için Elektra Rezistans marka boru tipi fırın (argon atmosferinde), 3 nokta eğme testi için çekme-basma test cihazı (Shimadzu-50 kN) kullanılmıştır.

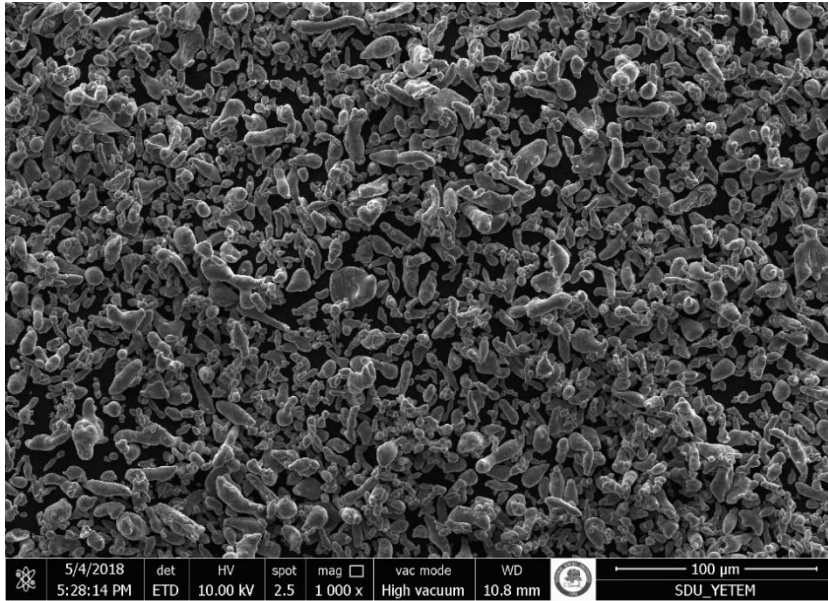
Sonrasında zımparalama işlemi yapılmadan önce Metkon Metapress bakalite alma cihazı ile numuneler bakalite alınmıştır. Mikrosertlik ölçme cihazı ile her bir numunenin mikrosertlik değerleri hesaplanmıştır. Kaba ve ince zımparalamak ve parlatmak (1 µm elmas solüsyon ile) için metalografik zımparalama ve parlatma cihazı Metkon Forcipol 2V kullanılıp mikroyapı incelemesi için numuneler hazır hale getirilmiştir. Optik mikroskop olarak dijital kameralı ve lisanslı Clemex image analyzer programlı Nikon Eclipse LV150 kullanılmıştır. Son olarak FEI Quanta FEG 250 model taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır.

3.1. Deneylerde Kullanılan Tozlar

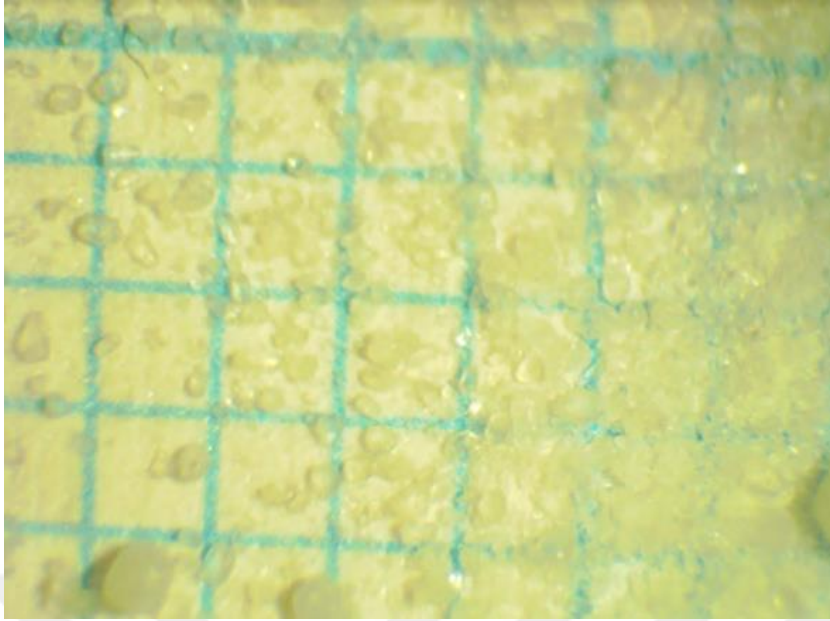
Deneylerde Ni, Al, TiO_2 , H_3BO_3 tozları kullanılmıştır. Kullanılan Ni tozunun SEM görüntüsü Şekil 3.1’de gösterilmiştir. Küresel şekilli alüminyum tozları (Şekil 3.2) ve TiO_2 hariç diğer tozların hepsi $10\ \mu\text{m}$ ’den küçük boyutlara sahiptir, TiO_2 tozlarının boyutları çok daha küçüktür ve bu yüzden mikroskop görüntüleri çekilememiştir. Kullanılan H_3BO_3 tozunun mikroskop görüntüsü Şekil 3.3’te verilmiştir. Tozların saflıkları %99’dan büyüktür.



Şekil 3.1. Deneylerde kullanılan nikel tozunun SEM görüntüsü



Şekil 3.2. Deneylerde kullanılan alüminyum tozunun SEM görüntüsü



Şekil 3.3. Deneylerde kullanılan borik asit tozunun mikroskop görüntüsü

3.2. Birinci Grup

3.2.1. Birinci gruptaki toz karışımlarının hazırlanması

NiAl matrisli TiB_2 , Al_2O_3 takviyeli tozların elde edilebilmesi için aşağıdaki reaksiyonda gösterildiği gibi, Ni, Al, TiO_2 ve H_3BO_3 başlangıç tozları kullanılmıştır (3. bölüm reaksiyon 3.1’de gösterilmektedir).

Bu grupta yapılmış olan deneylerin bilgileri Çizelge 3.1’de sunulmaktadır. Sadece 1.x numaralı toz deneylerin ateşlenmeleri KİYSS kabiniinde gerçekleştirilmiştir. Diğer deneylerin ateşlenmeleri indüksiyon fırınında HYS şeklinde gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.1. Birinci grupta yapılmış olan toz deneylerinin listesi

Toz deney numarası	Takviye partikülleri	Takviye oranı (hac. %)	Sentez öncesi toz ağırlığı (g)
1.1.	KİYSS takviyesiz NiAl		0,80
1.2.	KİYSS TiB_2 , Al_2O_3	25	0,80
2.1.	HYS takviyesiz NiAl		0,80
2.2.	HYS takviyesiz NiAl		0,80
3.1.	HYS TiB_2 , Al_2O_3	10	0,90
3.2.	HYS Ticari TiB_2	10	0,90

Çizelge 3.1'in devamı.

3.3.	HYS Ticari Al ₂ O ₃	10	0,90
------	---	----	------

3.2.1.1. 1 numaralı toz deneyleri (takviyesiz NiAl, KİYSS)

1 numaralı toz deneylerinde başlangıç tozları olarak öncelikle sadece birinci karışım olarak Ni (1,096 g) ve Al (0,504 g) tozları karıştırılmıştır. İkinci karışım olarak TiO₂ (0,136 g), H₃BO₃ (0,222 g) ve Al (0,153 g) tozlarını karıştırılmıştır. Ardından birbirlerine eklenip, karıştırılmıştır.

1.1. numaralı toz deneyi (KİYSS, NiAl) için yukarıdaki oranlarda karıştırılan Ni ve Al toz karışımından yaklaşık 0,80 g ağırlığında düşük yoğunluklu bir pelet oluşturulduktan sonra karışım yanma hücresinin içine rezistans tele 2-3 mm mesafede yerleştirilmiştir. 2 sefer vakum-argon çevrimi uygulandıktan sonra pelet ateşlenmiştir.

1.2. numaralı toz deneyi (KİYSS, %25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) için ikinci karışım birinci karışıma hacimce %25 oranında TiB₂+Al₂O₃ içeren NiAl matrisli kompozit oluşturacak oranda eklenmiştir. Yaklaşık 0,80 g ağırlığında düşük yoğunluklu bir pelet oluşturulduktan sonra karışım yanma kabini içine rezistans tele 2-3 mm mesafede yerleştirilmiştir. 2 sefer vakum-argon çevrimi uygulandıktan sonra pelet ateşlenmiştir. Ardından ürünler XRD analizine tabi tutulmuştur ve istenilen fazların oluştuğu görülmüştür.

3.2.1.2. 2 numaralı toz deneyleri (takviyesiz NiAl, HYS)

2.1. ve 2.2. numaralı deneyler için sadece kompozit tozlarının HYS yöntemiyle oluşturulması üzerinde çalışılmıştır. Bunun için başlangıç tozu olarak 1,370 g Ni, 0,630 g Al tozu tartılıp, karıştırılmıştır ve 2,00 g ağırlığında toz karışımı oluşturulmuştur.

2.1. numaralı toz deneyi (NiAl, HYS, vakumsuz ateşlenen) için 10 mm çaplı bir kalıp kullanılarak 0,80 g ağırlığında bir pelet oluşturulmuştur. Grafit astarlı bir pota içerisine, potayı korumak amacıyla MgO tozu ve peletin pota içerisinde düzgün durabilmesi için grafit bir plaka koyulmuştur. Pelet potaya yerleştirilmiştir ve ateşlenmenin gerçekleştirilebilmesi için argon gazı atmosferli indüksiyonlu fırına pota yerleştirilmiştir. Bu deneyde test etmek amacıyla ilk ve son kez ısıtma sırasında vakum kullanılmamıştır, argon atmosferi diğer tüm deneylerde olacağı gibi bu deneyde de kullanılmıştır. Potanın grafit astarının, indüksiyon fırınında ısınması sayesinde, hazırlanan peletin ateşlenmesi gerçekleştirilmiştir.

2.2. numaralı toz deneyi (NiAl, HYS, vakumlu ateşlenen) için 2,00 g toz karışımından yukarıdaki deneydeki gibi 0,80 g ağırlığında pelet oluşturulmuştur ve ateşleme için argon gazlı indüksiyonlu fırında bu kez deney 2.1.'den farklı olarak vakum (0,1 bar) ortamında ısıtma işlemi gerçekleştirilmiştir.

3.2.1.3. 3 numaralı toz deneyleri (ticari %10Al₂O₃ ve ticari %10TiB₂ takviyeli - NiAl, HYS)

3 numaralı deneylere başlamak için ve hepsinde kullanmak amacıyla Ni (1,370 g) + Al (0,630 g) hazırlanıp 2 gram ağırlığında toz karışımı oluşturulmuştur.

Elde edilen ürünlerdeki TiB₂ - Al₂O₃ oranının istenilen oranda olabilmesi için, aşağıdaki reaksiyonda nikel ve alüminyum miktarını belirleyen x ve y miktarları değiştirilmiştir.



3.1. numaralı toz deneyi (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl, HYS) için 0,836 g Ni ve Al toz karışımı ile, önceden KİYSS yöntemiyle elde edilmiş ve öğütülmüş olan TiB₂ + Al₂O₃ toz karışımı, toplam toz içinde hacimce %10 olacak şekilde (0,065 g ağırlığında toz tartılıp karıştırılarak) 0,90 g ağırlığında bir pelet oluşturulmuştur. Oluşturulan pelet grafit astarlı potaya yerleştirilmiştir. Argon atmosferli indüksiyon fırınında vakum ortamında gerçekleştirilmiştir.

3.2. numaralı toz deneyi (ticari % 10 TiB₂ - NiAl, HYS) için 0,835 g Ni ve Al toz karışımı ile ticari TiB₂ tozu (Alfa Aesar), toplam toz içinde hacimce %10 olacak şekilde 0,0710 g toz tartılıp karıştırılarak 0,90 g ağırlığında bir pelet oluşturulmuştur. Oluşturulan pelet grafit kaplı potaya yerleştirilmiştir. Argon atmosferli indüksiyon fırınında vakum ortamında gerçekleştirilmiştir.

3.3. numaralı toz deneyi (ticari %10 Al₂O₃ - NiAl, HYS) için 0,838 g Ni ve Al toz karışımı ile ticari Al₂O₃ tozu (Alfa Aesar), toplam toz içinde hacimce %10 olacak şekilde 0,062 g toz tartılıp karıştırılarak 0,90 g ağırlığında bir pelet 10 mm çaplı bir kalıpta oluşturulmuştur. Oluşturulan pelet grafit kaplı potaya yerleştirilmiştir. Argon atmosferli indüksiyon fırınında vakumlu gerçekleştirilmiştir.

Tozların sentezleme işlemlerinden sonra öğütme işlemi yapılarak çalışmaya devam edilmiştir.

3.2.2. Birinci gruptaki tozların öğütülmesi

İlk grupta öğütme işlemi yapılmamıştır.

3.2.3. Birinci gruptaki tozların preslenmesi

1.1. ve 1.2. toz numaralı ürünler havanda ayrı ayrı ezilerek toz haline getirildikten sonra sırasıyla kalıba konularak soğuk preste 500 MPa basınçta her ikisi de preslenmiştir ve sırasıyla S0 1-1 (takviyesiz NiAl) ve S25 1-2 (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) numaralı preslenmiş numuneler (KİYSS, öğütülmemiş olanlar) elde edilmiştir.

3.2.4. Numunelerin sinterlenmesi

S0 1-1, S25 1-1 numuneler üstünde grafit plaka ile sinterlenmişlerdir. Fırın yaklaşık 3 saatte 1375 °C'ye çıkmıştır. Numuneler 1375 °C'de 1 saat boyunca sinterlenmiştir. Ardından fırın içinde soğutulmuştur.

3.3. İkinci Grup

3.3.1. İkinci gruptaki toz karışımlarının hazırlanması

Bu grupta, %10, 25 ve 40 oranlarında TiB_2 , Al_2O_3 içeren NiAl matrisli tozların hazırlanması üzerinde çalışılmıştır. İkinci grupta yapılmış olan deneylerin bilgileri Çizelge 3.2’de sunulmaktadır.

Çizelge 3.2. İkinci grupta yapılmış olan toz deneylerinin listesi

Toz deney numarası	TiB_2 , Al_2O_3 oranı (hac. %)	Sentez öncesi toz ağırlığı (g)
4.1.	25	0,50
4.2.	25	2,00
4.3.	25	2,00
5.1.	10	1,00
5.2.	25	1,00
5.3.	40	1,00
6.1.	40	2,00
6.2.	40	2,00
7.1.	25	2,12
7.2.	25	2,12
8.1.	10	2,08
8.2.	10	2,08
9.1.	40	2,15
9.2.	40	2,15
10.1.	40	2,00
10.2.	40	2,22
10.3.	40	2,22
11.1.	25	2,09
11.2.	25	2,09
12.1.	10	2,03
12.2.	10	2,03

3.3.1.1. 4 numaralı toz deneyleri (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl, HYS)

4 numaralı deneyler için tüm deneylerde kullanmak amacıyla oluşacak TiB₂, Al₂O₃ ürünlerinin toplam sentez sonrası toz içinde hacimce %25 olacak şekilde başlangıç tozları olarak Ni (2,380 g), Al (1,539 g), TiO₂ (0,270 g), H₃BO₃ (0,438 g) tozları karıştırılmıştır. Bu tozlar 3 ayrı pelet oluşturularak ateşlenmiştir.

İlk pelet (4.1.) için 10 mm çaplı kalıpta 0,50 g ağırlığında bir pelet oluşturulmuştur. Pelet grafit kaplı potaya konulup, argon gazlı indüksiyon fırınına vakum ortamında ateşlenmenin gerçekleştirilebilmesi için yerleştirilmiştir.

İkinci pelet (4.2.) için 11 mm çaplı kalıpta 2,00 g ağırlığında bir pelet oluşturulmuştur ve ilk pelettteki gibi ateşlendirilmiştir.

Son olarak üçüncü pelet (4.3.) için de 11 mm çaplı kalıpta 2,00 g ağırlıklı bir pelet oluşturulup aynı şekilde ateşlendirilmiştir. Sentez sonrası oluşan toplam 3 pelet ezilerek toz haline getirilmiştir.

3.3.1.2. 5.1., 5.2. ve 5.3. numaralı toz deneyleri (sırasıyla %10 TiB₂, Al₂O₃, %25 TiB₂, Al₂O₃ ve %40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl, HYS)

Deney numarası 5.1., 5.2. ve 5.3.'te aşağıdaki reaksiyona göre amaçlanan ürünlerin elde edilebildiğini anlamak amacıyla NiAl matris içinde hacimce %10, %25 ve %40 oranlarında TiB₂, Al₂O₃ partikülleri oluşacak şekilde hazırlanan başlangıç karışımları ile deneyler gerçekleştirilmiştir. Bu deneyler sonucunda elde edilmiş olan ürünler, XRD analizlerine tabi tutulmuştur.

NiAl - hacmen %10 TiB₂, Al₂O₃ tozunun yanma sentezi ile üretilebilmesi için öncelikle başlangıç tozları olarak Ni (0,642 g), Al (0,323 g), TiO₂ (0,024 g), H₃BO₃ (0,04 g) tozları karıştırılmıştır (Deney numarası 5.1.). Karıştırılan tozlar ile 10 mm çaplı kalıpla 1 g ağırlığında bir pelet oluşturulmuştur ve yanma sentezinin gerçekleştirilebilmesi için potaya yerleştirilip indüksiyon fırınına konulmuştur. Ürün peleti ezilip toz haline getirilmiştir. Ürünlerde oluşan fazların incelenmesi için XRD analizi gerçekleştirilmiştir.

NiAl - hacmen %25 TiB₂, Al₂O₃ tozunun yanma sentezi ile üretilebilmesi için başlangıç tozları olarak Ni (0,561 g), Al (0,334 g), TiO₂ (0,065 g), H₃BO₃ (0,106 g) tozları karıştırılmıştır (Deney numarası 5.2.). Karıştırılan tozlar ile 10 mm çaplı kalıpla 1 g ağırlığında bir pelet oluşturulmuştur. Yanma sentezinin gerçekleştirilebilmesi için potaya yerleştirilip indüksiyon fırınına konulmuştur. Bu toz 5.1. numaralı toza göre daha kolay ezilmiştir. Ürünlerde oluşan fazların incelenmesi için XRD analizi gerçekleştirilmiştir.

NiAl - hacmen %40 TiB₂, Al₂O₃ tozunun yanma sentezi ile üretilebilmesi için başlangıç tozları olarak Ni (0,471 g), Al (0,337 g), TiO₂ (0,106 g), H₃BO₃ (0,173 g) tozları karıştırılmıştır (Deney numarası 5.3.). Karıştırılan tozlar 10 mm çaplı kalıpla 1 g ağırlığında bir pelet oluşturulmuştur. Yanma sentezinin gerçekleştirilebilmesi için potaya yerleştirilip indüksiyon fırınına konulmuştur. Ürün daha sonra ezilip toz haline getirilmiştir. Ezilmesi 5.2. numaralı toza göre daha kolay gerçekleşmiştir.

Ürünlerde oluşan fazların incelenmesi amacı ile XRD analizi gerçekleştirilmiştir.

3.3.1.3. 6 numaralı toz deneyleri (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl, HYS)

Hacimce %40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl içeriğine sahip 4,00 g ağırlığında ürün oluşacak şekilde hazırlamak için Ni 1,873 g, toplam Al 1,337 g, TiO₂ 0,422 g, H₃BO₃ 0,687 g tartılıp, karıştırılmıştır. Ardından toz 2'şer gram ağırlığında olacak şekilde ikiye bölünüp iki ayrı pelet (6.1. ve 6.2. numaralı deneyler) oluşturulmuştur ve sırayla ateşleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

6.1. numaralı toz deneyi için 2,00 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Peletin ateşlenmesi vakumlu gerçekleştirilmiştir.

6.2. numaralı toz deneyi için 2,00 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Peletin ateşlenmesi vakum ortamında gerçekleştirilmiştir.

3.3.1.4. 7 numaralı toz deneyleri (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl, HYS)

Hacimce %25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl içeriğine sahip 4,00 g ağırlığında ürün oluşacak şekilde hazırlamak için Ni 2,226 g, toplam Al 1,306 g, TiO₂ 0,251 g, H₃BO₃ 0,407 g tartılıp, karıştırılmıştır. Ardından toz 2'şer gram ağırlığında olacak şekilde ikiye bölünüp iki ayrı pelet (7.1. ve 7.2. numaralı deneyler) oluşturulmuştur ve sırayla ateşleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

7.1. numaralı toz deneyi için 2,12 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmiştir.

7.2. numaralı toz deneyi için 2,12 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmiştir.

3.3.1.5. 8 numaralı toz deneyleri (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl, HYS)

Hacimce %10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl içeriğine sahip 4,00 g ağırlığında ürün oluşacak şekilde hazırlamak için Ni 2,544 g, toplam Al 1,277 g, TiO₂ 0,095 g, H₃BO₃ 0,155 g tartılıp, karıştırılmıştır. Ardından toz 2'şer gram ağırlığında olacak şekilde ikiye bölünüp iki ayrı pelet (8.1. ve 8.2. numaralı deneyler) oluşturulmuştur ve sırayla ateşleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

8.1. numaralı toz deneyi için 2,08 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Peletin vakum ortamında ateşlenmesi sağlanmıştır.

8.2. numaralı toz deneyi için 2,08 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmiştir.

3.3.1.6. 9 numaralı toz deneyleri (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl, HYS)

Hacimce %40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl içeriğine sahip 4,00 g ağırlıklı ürün oluşacak şekilde hazırlamak için Ni 1,873 g, toplam Al 1,337 g, TiO₂ 0,422 g, H₃BO₃ 0,687 g tartılıp, karıştırılmıştır. Ardından toz 2'şer gram ağırlığında olacak şekilde ikiye bölünüp iki ayrı pelet (9.1. ve 9.2. numaralı deneyler) oluşturulmuştur ve sırayla ateşleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

9.1. numaralı toz deneyi için 2,15 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmiştir.

9.2. numaralı toz deneyi için 2,15 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmiştir.

3.3.1.7. 10 numaralı toz deneyleri (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl, HYS)

Hacimce %40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl içeriğine sahip 6,00 g ağırlığında ürün oluşacak şekilde hazırlamak için Ni 2,809 g, toplam Al 2,006 g, TiO₂ 0,633 g, H₃BO₃ 1,030 g tartılıp, karıştırılmıştır. Ardından toz 2'şer gram ağırlığında olacak şekilde üçe bölünüp üç ayrı pelet (10.1; 10.2. ve 10.3. numaralı deneyler) oluşturulmuştur ve sırayla ateşleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

10.1. numaralı toz deneyi için 2,00 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Peletin vakum ortamında ateşlenmiştir.

10.2. numaralı toz deneyi için 2,22 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferinde indüksiyon fırınına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmiştir.

10.3. numaralı toz deneyi için 2,22 g ağırlığından oluşturulan pelet argon atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Peletin vakum ortamında ateşlenmesi sağlanmıştır.

3.3.1.8. 11 numaralı toz deneyleri (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl, HYS)

Hacimce %25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl içeriğine sahip 4,00 g ağırlığında ürün oluşacak şekilde hazırlamak için Ni 2,226 g, toplam Al 1,307 g, TiO₂ 0,251 g, H₃BO₃ 0,407 g tartılıp, karıştırılmıştır. Ardından toz 2'şer gram ağırlığında olacak şekilde ikiye bölünüp iki ayrı pelet (11.1. ve 11.2. numaralı deneyler) oluşturulmuştur ve sırayla ateşleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

11.1. numaralı toz deneyi için 2,09 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferinde indüksiyon fırınına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmesi sağlanmıştır.

11.2. numaralı toz deneyi için 2,09 g ağırlığında oluşturulan pelet argon atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Peletin ateşlenmesi vakum ortamında gerçekleşmiştir.

3.3.1.9. 12 numaralı toz deneyleri (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl, HYS)

Hacimce %10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl içeriğine sahip 4,00 g ağırlığında ürün oluşacak şekilde hazırlamak için Ni 2,5442 g, toplam Al 1,278 g, TiO₂ 0,096 g, H₃BO₃ 0,156 g tartılıp, karıştırılmıştır. Ardından toz 2'şer gram ağırlığında olacak şekilde ikiye bölünüp iki ayrı pelet (12.1. ve 12.2. numaralı deneyler) oluşturulmuştur ve sırayla ateşleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

12.1. numaralı toz deneyi için 2,03 g ağırlığında oluşturulan pelet indüksiyonlu fırına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmiştir.

12.2. numaralı toz deneyi için 2,03 g ağırlığında oluşturulan pelet indüksiyonlu fırına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmesi sağlanmıştır.

Tozların sentezleme işlemleri gerçekleştirildikten sonra öğütme işlemi yapılarak çalışmaya devam edilmiştir.

3.3.2. İkinci gruptaki tozların öğütülmesi

3.3.2.1. Ö40-1 numaralı deneyin öğütme işlemi (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl)

6.2., 10.1., 10.2., 10.3. numaralı toz deneyleri (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) karıştırılıp birlikte öğütülmüştür. Öğütme öncesi toplam toz ağırlığı 6,54 g olarak tartılmıştır. Öğütme işlemleri, yüksek enerjili bilyalı değirmende (Retsch PM100) WC-Co öğütme kavanozu ve bilyaları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Öğütme için 30 cc etil alkol ve 120 g bilya kullanılmıştır. Öğütme kavanozunun ısınmaması için 2 dk çalışıp 1 dk durarak durma durumu hariç 2 saat boyunca öğütülmüştür. Öğütme ve kurutma sonrası toplam toz ağırlığı 6,34 g olarak tartılmıştır.

3.3.2.2. Ö25-4 numaralı deneylerin öğütme işlemi (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl)

4 numaralı deney tozlarının (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) öğütme işlemi için yaklaşık 4,27 g toz için toz/bilya oranı 1/30 olacak şekilde 120 g bilya kullanılmıştır. Toza 30 cc etil alkol ilave edilmiştir. 2 dk çalışıp 1 dk durarak 2 saat boyunca öğütme işlemine tabi tutulmuştur.

3.3.2.3. Ö25-1 numaralı deneyin öğütme işlemi (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl)

7.1., 7-2., 11.1., 11.2. numaralı toz deneyleri (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) karıştırılıp birlikte öğütülmüştür. Öğütme öncesi toplam toz ağırlığı 7,479 g olarak tartılmıştır. Öğütme için 30 cc etil alkol ve 120 g bilya kullanılmıştır. 2 dk çalışıp 1 dk durarak 2 saat öğütülmüştür. Öğütme ve kurutma sonrası toplam toz ağırlığı 7,27 g olarak tartılmıştır.

3.3.2.4. Ö10-1 numaralı deneyin öğütme işlemi (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl)

8.1., 8.2., 12.1., 12.2. numaralı toz deneyleri (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) karıştırılıp birlikte öğütülmüştür. Öğütme öncesi toplam toz ağırlığı 7,486 g olarak tartılmıştır. Öğütme için 30 cc etil alkol ve 120 g bilya kullanılmıştır. 2 dk çalışıp 1 dk

durarak 2 saat öğütülmüştür. Öğütme ve kurutma sonrası toplam toz ağırlığı 7,02 g olarak tartılmıştır.

3.3.3. İkinci gruptaki tozların preslenmesi

İkinci grup numunelerin hepsi hazırlanırken soğuk presleme sırasında bağlayıcı olarak PEG kullanılmıştır. Bu grupta üretilmiş olan parçalar Çizelge 3.3'te gösterilmektedir.

Çizelge 3.3. İkinci grupta üretilmiş olan parçaların listesi

Numune numarası	TiB ₂ , Al ₂ O ₃ oranı (hac. %)	Ni ve Al ekleme sonrasında TiB ₂ , Al ₂ O ₃ oranı (hac. %)
S10 1-1	10	
S10 1-2	10	5
S25 4-1	25	
S25 1-1	25	
S40 1-1	40	
S40 1-2	40	30
S40 1-3	40	30

3.3.3.1. S10 1-1 numaralı numune (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl)

S10 1-1 numaralı numune için öncelikle, Ö10-1 (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) nolu öğütülmüş tozdan 1,0099 g toz alınmıştır ve 1 cc PEG (0,04 g/cc) ile karıştırılmıştır. 200 mesh'lik elek ile granülleme işlemi yapılmıştır. Granülleme sonrası toplam toz ağırlığı 0,9367 g olarak tartılmıştır. Granüllenen toz 88,36 mm² taban alanına sahip elips kalıpta 300 MPa basınçta presleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Presleme işlemi sonrası numunenin ağırlığı 0,9068 g, kalınlığı 2,94 mm olarak ölçülmüştür.

3.3.3.2. S10 1-2 (%5 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) (%10 TiB₂, Al₂O₃ tozuna %5 oranında Ni ve Al ilaveli, kuru olarak tekrar öğütmeli) numaralı numune

S10 1-2 numaralı numune için öncelikle, Ö10-1 (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) numaralı öğütülmüş tozdan 0,7574 g ve 0,534 g Ni ile 0,2454 g Al tozları bir araya getirilip karıştırılmıştır. Böylece hacimce %5 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl üretimi gerçekleştirilmek istenmiştir. Toplam 1,5314 g toz 120 g bilya ile durma durumu hariç 20 dk boyunca 200 d/dk'de 2 dk çalışıp 1 dk durarak kuru olarak öğütülmüştür. Öğütme sonrası toplam toz ağırlığı 1,10 g olarak tartılmıştır. Tozdaki bu eksilme öğütme sırasında kavanoza ve bilyalara toz yapışmasıyla açıklanabilmektedir. Ardından 1,10 g

öğütülmüş toz 1 cc PEG (0,04 g/cc) ile karıştırılmıştır. 200 mesh'lik eleklerle granülleme işlemi yapılmıştır. Granülleme sonrası toplam toz ağırlığı 1,034 g olarak tartılmıştır. Granüllenen toz 88,36 mm² taban alanına sahip elips kalıpta 300 MPa basınçta presleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Presleme işlemi sonrası numunenin ağırlığı 0,99 g, kalınlığı 2,99 mm olarak ölçülmüştür.

3.3.3.3. S25 4-1 numaralı numune (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl)

Ö25-4 (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) numaralı öğütme işlemi sonunda toz kurutulmuştur. 0,03 g/cc derişimli PEG'den 1,5 cc kullanılarak toplam toz ile karıştırılmıştır. 200 mesh'lik eleklerle granülleme işlemi yapılmıştır ve granüllenen toplam toz tartılmıştır ve 3 tane ayrı ayrı 1 g ağırlığında numune olacak şekilde tartılıp 88,36 mm² taban alanına sahip elips kalıpta 250 MPa basınçta presleme denenmiştir. Sadece S25 4-1 nolu numune çatlaksız preslenebilmiştir. Presleme işlemi sonrası bu numunenin ağırlığı 0,9846 g, kalınlığı 3,23 mm olarak ölçülmüştür. S25 4-2 ve S25 4-3 nolu numunelerde yatay çatlak oluşmuştur. Bu yüzden sinterleme işlemi sadece S25 4-1 nolu numune için uygulanmıştır.

3.3.3.4. S25 1-1 numaralı numune (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl)

S25 1-1 numaralı numune için öncelikle, Ö25-1 (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) numaralı öğütülmüş tozdan 1,0011 g toz alınmıştır ve 1 cc PEG (0,04 g/cc) ile karıştırılmıştır. 200 mesh'lik eleklerle granülleme işlemi yapılmıştır. Granülleme sonrası toplam toz ağırlığı 0,9233 g olarak tartılmıştır. Granüllenen toz 88,36 mm² taban alanına sahip elips kalıpta 300 MPa basınçta presleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Presleme işlemi sonrası numunenin ağırlığı 0,8848 g, kalınlığı 2,95 mm olarak ölçülmüştür.

3.3.3.5. S40 1-1 numaralı numune (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl)

S40 1-1 numaralı numune için öncelikle, Ö40-1 (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) numaralı öğütülmüş tozdan 0,9601 g toz alınmıştır ve 1 cc PEG (0,04 g/cc) ile karıştırılmıştır. 200 mesh'lik eleklerle granülleme işlemi yapılmıştır. Granülleme sonrası toplam toz ağırlığı 0,854 g olarak tartılmıştır. Granüllenen toz 88,36 mm² taban alanına sahip elips kalıpta 300 MPa basınçta presleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Presleme işlemi sonrası numunenin ağırlığı 0,817 g, kalınlığı 2,85 mm olarak ölçülmüştür.

3.3.3.6. S40 1-2 numaralı numune (%30 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) (%40 TiB₂, Al₂O₃ tozuna %10 oranında Ni ve Al ilaveli)

S40 1-2 numaralı numune için öncelikle, Ö40-1 (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) numaralı öğütülmüş tozdan 0,7389 g ve 0,1906 g Ni ile 0,088 g Al tozları bir araya getirilip karıştırılmıştır. Böylece hacimce %30 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl üretilmesi amaçlanmıştır. Toplam 1,0092 g toz tekrar öğütülmeden 1 cc PEG (0,04 g/cc) ile karıştırılmıştır. 200 mesh'lik eleklerle granülleme işlemi yapılmıştır. Granülleme sonrası toplam toz ağırlığı 0,9362 g olarak tartılmıştır. Granüllenen toz 88,36 mm² taban alanına sahip elips kalıpta 300 MPa basınçta presleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Presleme işlemi sonrası numunenin ağırlığı 0,8982 g, kalınlığı 2,94 mm olarak ölçülmüştür.

3.3.3.7. S40 1-3 numaralı numune (%30 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) (%40 TiB₂, Al₂O₃ tozuna %10 oranında Ni ve Al ilaveli, kuru olarak tekrar öğütmeli)

S40 1-3 numaralı numune için öncelikle, Ö40-1 (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) nolu öğütülmüş tozdan 0,7382 g ve TiB₂, Al₂O₃ takviyesinin hacimsel oranını %30'a düşürmek için 0,1931 g Ni ile 0,0889 g Al tozları bir araya getirilip karıştırılmıştır. Toplam 1,0087 g toz 120 gr bilya ile durma durumu hariç 20 dk boyunca 250 d/dk ile 2 dk çalışıp 1 dk durarak kuru olarak öğütülmüştür. Öğütme sonrası top ağırlık 0,5585 g olarak tartılmıştır. Tozdaki bu eksilme öğütme sırasında kavanoza ve bilyalara toz yapışmasıyla açıklanabilmektedir. 0,55 cc PEG (0,04 g/cc) ile karıştırılmıştır. 200 mesh'lik eleklerle granülleme işlemi yapılmıştır. Granülleme sonrası toplam toz ağırlığı 0,5086 g olarak tartılmıştır. Granüllenen toz 88,36 mm² taban alanına sahip elips kalıpta 300 MPa basınçta presleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Presleme işlemi sonrası numunenin ağırlığı 0,4781 g, kalınlığı 1,70 mm olarak ölçülmüştür.

3.3.4. İkinci gruptaki numunelerin sinterlenmesi

S10 1-1, S10 1-2, S25 4-1, S25 1-1, S40 1-1, S40 1-2, S40 1-3 numuneleri sinterlemek için numune üstüne grafit plaka konulmuştur. Yaklaşık 3 saatte fırın 1375 °C'ye çıkmıştır. Numuneler 1375 °C'de 1 saat boyunca sinterlenmiştir. Ardından fırın içinde soğutulmuştur.

3.4. Üçüncü Grup

3.4.1. Üçüncü gruptaki toz karışımlarının hazırlanması

Bu grupta, %100 TiB₂, Al₂O₃'den oluşan ürünlerin elde edilmesi ve %90 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl matrisli tozların hazırlanması üzerinde çalışılmıştır. Üçüncü grupta yapılmış olan deneylerin bilgileri Çizelge 3.4'te sunulmaktadır.

Çizelge 3.4. Üçüncü grupta yapılmış olan toz deneylerinin listesi

Toz deney numarası	TiB ₂ , Al ₂ O ₃ oranı (hac. %)	Sentez öncesi toz ağırlığı (g)
13.2.	100	1,27
13.3.	100	1,27
13.4.	100	1,24
14.1.	90	1,22
14.2.	90	1,20

3.4.1.1. 13 numaralı toz deneyleri (%100 TiB₂, Al₂O₃, HYS)

Hacimce %100 TiB₂, Al₂O₃ içeriğine sahip 2 g ağırlığında ürün oluşacak şekilde hazırlamak için Al 0,758 g, TiO₂ 0,672 g, H₃BO₃ 1,093 g tartılıp, karıştırılmıştır. Ardından toplam 2,51 g toz ikiye bölünüp iki ayrı pelet (13.1 ve 13.2. numaralı deneyler) oluşturulmuştur ve sırayla ateşleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

13.1. numaralı toz deneyi için 1,24 g olarak oluşturulan pelet indüksiyonlu fırına alınmıştır. Peletin vakumsuz olarak ateşlenmesi denenmiştir fakat ateşlenme gerçekleşmemiştir. Bu yüzden bu deney incelenememiştir.

13.2. numaralı toz deneyi için 1,27 g ağırlığında oluşturulan pelet vakum ortamında ateşlenmesi için argon gazlı indüksiyon fırınına alınmıştır. Pelette ateşlendikten sonra çok fazla toz kaybı olmuştur.

Ardından tekrar hacimce %100 TiB₂, Al₂O₃ içeriğine sahip 2 g ağırlıklı ürün oluşacak şekilde hazırlamak için 0,758 g Al, 0,672 g TiO₂, 1,093 g H₃BO₃ tartılıp, karıştırılmıştır. Ardından toplam 2,51 g ağırlığındaki toz ikiye bölünüp iki ayrı pelet (13.3. ve 13.4. numaralı deneyler) oluşturulmuştur ve sırayla ateşleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

13.3. numaralı toz deneyi için 1,27 g ağırlığında oluşturulan pelet argon gazlı indüksiyonlu fırına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmiştir.

13.4. numaralı toz deneyi için 1,24 g ağırlığında oluşturulan pelet argon gazı atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmiştir. Pelet ateşleme esnasında dağılıp saçılmıştır. Çok fazla ürün kaybı olmuştur.

3.4.1.2. 14 numaralı toz deneyleri (%90 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl, HYS)

Hacimce %90 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl içeriğine sahip 2 g ürün oluşacak şekilde hazırlamak için Ni 0,189 g, toplam Al 0,735 g, TiO₂ 0,576 g, H₃BO₃ 0,936 g tartılıp, karıştırılmıştır. Ardından toplam 2,42 g ağırlığındaki toz karışımı ikiye bölünüp iki ayrı pelet (14.1. ve 14.2. numaralı deneyler) oluşturulmuştur ve sırayla ateşleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

14.1. numaralı toz deneyi için 1,22 g ağırlığında oluşturulan pelet argon gazlı indüksiyonlu fırına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmesi gerçekleştirilmiştir.

14.2. numaralı toz deneyi için 1,20 g ağırlığında oluşturulan pelet argon gazı atmosferli indüksiyonlu fırına alınmıştır. Pelet vakum ortamında ateşlenmiştir ve çok fazla toz kaybı olduğu görülmüştür.

3.4.2. Üçüncü gruptaki tozların öğütülmesi**3.4.2.1. Ö100 -1 numaralı öğütme işlemi (%100 TiB₂, Al₂O₃)**

13.2., 13.3., 13.4. numaralı deneyleri (%100 TiB₂, Al₂O₃) karıştırılıp, ezilmiştir ve birlikte öğütülmüştür. Öğütme öncesi toz ağırlığı 1,3143 g olarak tartılmıştır. Öğütme için 30 cc etil alkol ve 120 g bilya kullanılarak 2 dk çalışıp 1 dk durarak

toplamda 2 saat öğütülmüştür. Öğütme ve kurutma sonrası toplam toz ağırlığı 1,2830 g olarak tartılmıştır.

3.4.2.2. Ö90 -1 numaralı öğütme işlemi (%90 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl)

14.1. ve 14.2. numaralı deneyleri (%90 TiB₂, Al₂O₃ -NiAl) karıştırılıp, ezilmiştir ve birlikte öğütülmüştür. Öğütme öncesi toz ağırlığı 1,3321 g olarak tartılmıştır. Öğütme için 30 cc etil alkol ve 120 g bilya kullanılarak 2 dk çalışıp 1 dk durarak toplamda 2 saat öğütülmüştür. Öğütme ve kurutma sonrası toplam toz ağırlığı 0,4843 g olarak tartılmıştır. Çünkü bazı NiAl'ler eriyip öğütülememiştir. Büyük parçalar halinde süzgeçte kalmıştır.

3.4.3. Üçüncü gruptaki tozların preslenmesi

Üçüncü grup numunelerinin presleme işlemlerinde PEG kullanılmamıştır. Bu grupta üretilmiş olan parçalar Çizelge 3.5'te gösterilmektedir.

Çizelge 3.5. Üçüncü grupta üretilmiş olan parçaların listesi

Numune numarası	TiB ₂ , Al ₂ O ₃ oranı (hac. %)	Ni ve Al ekleme sonrasında TiB ₂ , Al ₂ O ₃ oranı (hac. %)
S0 1-2	0	
S0 1-3	0	
S10 1-3	100	10
S10 1-4	100	10
S10 1-5	100	10
S10 1-6	90	10

3.4.3.1. S0 1-2 ve S0 1-3 numaralı numuneler (öğütülmemiş takviyesiz NiAl)

S0 1-2 ve S0 1-3 numaralı numuneler (takviyesiz NiAl) için 1,586 g Ni ve 0,729 g Al eklenip karıştırılmıştır. Karıştırılan toplam 2,315 g toz ikiye bölünüp ayrı ayrı 88,36 mm² taban alanına sahip elips kalıpta 500 MPa basınçta presleme işlemine tabi tutulmuştur. Presleme işlemi sonrası S0 1-2 numaralı numunenin ağırlığı 1,125 g, kalınlığı 2,71 mm; S0 1-3 numaralı numunenin ağırlığı 1,122 g, kalınlığı 2,71 mm olarak ölçülmüştür.

3.4.3.2. S10 1-3 ve S10 1-4 numaralı numuneler [%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl (%100 TiB₂, Al₂O₃ tozuna %90 oranında Ni ve Al ilaveli)]

S10 1-3 ve S10 1-4 numaralı numuneler için öncelikle, Ö100-1 numaralı öğütülmüş tozdan 0,161 g toz alınmıştır ve bu toza, TiB₂, Al₂O₃ oranını %100'den %10'a düşürüp, %10 TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl üretmek için; 1,427 g Ni ve 0,656 g Al eklenip karıştırılmıştır. Karıştırılan toplam 2,245 g toz ikiye bölünüp ayrı ayrı 88,36 mm² taban alanına sahip elips kalıpta 500 MPa basınçta presleme işlemine tabi tutulmuştur. Presleme işlemi sonrası S10 1-3 nolu numunenin ağırlığı 1,088 g, kalınlığı 2,76 mm; S10 1-4 numaralı numunenin ağırlığı 1,082 g, kalınlığı 2,71 mm olarak ölçülmüştür.

3.4.3.3. S10 1-5 ve S10 1-6 numaralı numuneler [%10TiB₂, Al₂O₃ - NiAl (%90 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozuna %80 oranında Ni ve Al ilaveli)]

S10 1-5 ve S10 1-6 numaralı numuneler için öncelikle, Ö90-1 numaralı öğütülmüş tozdan 0,161 g toz alınmıştır ve bu toza, takviye oranını %90'dan %10'a düşürüp, %10 TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl üretmek için; 1,427 g Ni ve 0,656 g Al eklenip karıştırılmıştır. Karıştırılan toplam 2,245 g toz ikiye bölünüp ayrı ayrı 88,36 mm² taban alanına sahip elips kalıpta 500 MPa basınçta presleme işlemine tabi tutulmuştur. Presleme işlemi sonrası S10 1-5 nolu numunenin ağırlığı 1,097 g, kalınlığı 2,72 mm; S10 1-6 numaralı numunenin ağırlığı 1,085 g, kalınlığı 2,71 mm olarak ölçülmüştür.

3.4.4. Üçüncü gruptaki numunelerin sinterlenmesi

S0 1-2, S0 1-3, S10-1-3, S10 1-4, S10 1-5, S10 1-6 numaralı numuneler birlikte sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi yapılırken numunelerin üstüne grafit plaka konulmamıştır. Fırın 200 °C'ye 50 dk'de çıkmıştır. 200 °C'den 1100 °C'ye 150 dk'de çıkmıştır. 1020-1100 °C arasında artarak 60 dk bekletilmiştir. 35 dk'de 850 °C'ye soğumuştur. Fırın içerisinde 3 saat daha soğuduktan sonra fırından alınmıştır.

3.5. Metalografik İncelemeler

3.5.1. Yoğunluk ölçümleri

Sinterleme işleminden sonra kompozitlerin havada ağırlıkları ve suda ağırlıkları hesaplanıp elde edilen sonuçlarla Arşimet prensibi kullanılarak numunelerin yoğunluk değerleri bulunmuştur. %Teorik yoğunluk değeri aşağıdaki formülasyon ile hesaplanmıştır:

$$\%Teorik\ Yoğunluk = \left(\frac{Numune\ Yoğunluğu}{Teorik\ Yoğunluk} \right) \times 100 \quad (3.2)$$

3.5.2. Zımparalama ve parlatma

3 nokta eğme testinden sonra ikiye bölünmüş olan numunelerin kesitinin zımparalanıp parlatılması için bakalite alma işlemleri yapılmıştır.

Ardından bakalite alınan numuneler sırasıyla 18, 6, 3'lük elmas zımpara ve 600, 1200 ve 3000'lük silisyum karbürlü zımparalar ile çiziklerin giderilmesi amacı ile zımparalanıp, 1 mikron elmas solüsyon kullanılarak çuhada parlatılmıştır.

3.5.3. Optik mikroskop ve SEM incelemeleri

Maksimum 1000 büyütme özelliğine sahip olan Nikon Eclipse LV150 mikroskop ile parlatılan numunelerin çeşitli büyütmedeki mikroyapı görüntüleri farklı noktalardan inceleme yapılarak alınmıştır.

Numunelerin SEM'de incelenmesi için Süleyman Demirel Üniversitesi YETEM'de bulunan FEI marka Quanta FEG 250 model taramalı elektron mikroskobu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ayrıca XRD ve EDS analizi sayesinde numunelerin noktasal elemental analizlerinin yapılması da sağlanmıştır.

3.6. Mekanik İncelemeler

3.6.1. Mikrosertlik ölçümleri

Numunelerin zımparalanıp, parlatılmış kesitinden mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. 200 gram yük ve 10 saniye bekleme süresi uygulanmıştır. Kullanılan mikrosertlik ölçme cihazında değerler $HV_{0.2}$ cinsinden elde edilmiştir. Her numune için ortalama mikrosertlik ve standart sapma değeri bulunmuştur.

3.6.2. Üç nokta eğme testleri

Hazırlanan numunelere uygulanacak olan üç nokta eğme testleri için 50 kN kapasiteli ASTM B528 standardına uygun olarak hazırlanmış üç nokta eğme aparatına sahip Shimadzu Autograph çekme-basma test cihazı kullanılmıştır.

Testler 2 mm/dk hızda gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlarla numunelerin gerilme - %şekil değişimi grafikleri çizilmiştir. Bu grafikler Bulgular ve Tartışma bölümünde verilmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Ağırlıkça %5-40 oranlarında TiB_2 , Al_2O_3 takviyesi içeren NiAl matrisli kompozitlerin üretimi için KİYSS ya da HYS yöntemiyle üretilen tozların deney sonuçları ve ardından presleme ve sinterleme işlemlerinden sonra elde edilen parçaların yoğunluk ölçümleri, optik mikroskop ve SEM ile mikroyapı incelemeleri, EDS analizleri, mikrosertlik ölçümleri, 3-nokta eğme testleri sonucunda edinilen bulgular bu bölümde ayrıntılı olarak verilmektedir. Temelde 3 grupta numuneler farklı teknikler kullanılarak üretilmiştir:

1. grupta: KİYSS %25 TiB_2 , Al_2O_3 takviyeli NiAl tozları üretilmiştir. Ayrıca HYS ile ticari %10 TiB_2 - NiAl ve ticari %10 Al_2O_3 - NiAl tozları üretilmiştir. Sinterleme işlemleri sadece KİYSS ile üretilen 1.x. numaralı deneylerde yapılmıştır.

2. grupta: HYS ile %5-40 TiB_2 , Al_2O_3 takviyeli NiAl tozları üretilmiştir. Bazı deneylerde ise bu tozlara düşük oranda (%5-10) elementel Ni ve Al tozları eklenmiştir ve presleme sonrası sinterleme işlemi uygulanmıştır. Bu parçaların kodlandırılması, kullanılan tozdaki ve son parçadaki takviye oranına göre 10-5TA ve 40-30TA olarak yapılmıştır. Bazı deneylerde Ni ve Al ilavesi sonrası kuru olarak tekrar öğütme işlemi gerçekleştirilip sinterleme yapılmıştır.

3. grupta: HYS ile üretilmiş olan %100 TiB_2 , Al_2O_3 tozlarına ve %90 TiB_2 , Al_2O_3 takviyeli NiAl tozlarına yüksek oranda NiAl matris oluşturacak şekilde (%80-90) elemental Ni ve Al tozları eklenerek takviye fazı oranı %10 olan parçalar elde edilmiştir. Bu parçalara presleme işlemi sonrası sinterleme işlemi uygulanmıştır. Bu tozların ısıtılması sırasında yanma sentezi, aslında eklenen nikel ve alüminyum arasında ekzotermik reaksiyon gerçekleşeceği düşünülmüştür. Bu parçaların kodlandırılması, kullanılan tozdaki ve son parçadaki takviye oranına göre 100-10TA ve 90-10TA olarak yapılmıştır.

4.1. Birinci Grup Bulguları

Bu başlık altında öncelikle birinci grupta yapılmış olan tozların deney sonuçları detaylı olarak paylaşılacak ve bu tozların preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş olan parçaların yoğunlukları, optik mikroskop ve SEM ile mikroyapı incelemeleri, EDS analizleri, mikrosertlik ölçümleri sonucunda elde edilen bulgular verilir, incelenecektir.

4.1.1. Birinci grup toz deneyleri bulguları

Aşağıdaki Çizelge 4.1'de bu grupta yapılan toz deneylerinin ateşlenme sıcaklıkları, sentez sonrası ulaştıkları en yüksek sıcaklıklar, sentez öncesi ve sonrası tartılan toz ağırlıkları verilmiştir. Bu çizelgedeki numunelerden 1.1. ve 1.2. numaralı deneyler KİYSS, diğerleri HYS ile gerçekleştirilmiştir.

Literatür incelemesi bölümünde bahsedildiği gibi, KİYSS ve HYS sırasında, pelet yeterli sıcaklığa ulaştığında, ekzotermik reaksiyonun gerçekleşmesi sonucunda ani bir sıcaklık artışı meydana gelmektedir. Burada belirtilen ateşlenme sıcaklığı, ekzotermik reaksiyonun başladığı sıcaklığı ifade etmektedir. Bu çalışmada KİYSS sırasında sıcaklık ölçümü gerçekleştirilememiştir. Literatürde, KİYSS sırasında sıcaklık

ölçümü peletin içine ısı çiftin ucunun yerleştirilmesi ile gerçekleştirilmiş olan çalışmalar bulunmaktadır (Zhu vd. 2011).

Bu çalışmada ısıtma sırasında peletin sıcaklığı sadece HYS yapılan deneylerde ölçülebilmektedir. Sıcaklık ölçümü indüksiyon ısıtma sisteminin içinde peletin yüzeyinden sıcaklık ölçümü yapan bir optik pirometre ile gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 4.1. Birinci grupta yapılmış olan toz deneylerinin sentezinde elde edilen değerler

Toz deney numarası	Takviye partikülleri	Takviye oranı (hac. %)	Ateşlenme sıcaklığı (°C)	Ulaştığı maksimum sıcaklık (°C)	Sentez öncesi toz ağırlığı (g)	Sentez sonrası toz ağırlığı (g)
1.1.	KİYSS, takviyesiz NiAl				0,80	
1.2.	KİYSS, TiB ₂ , Al ₂ O ₃	25			0,80	
2.1.	HYS, takviyesiz NiAl		950	1200	0,80	0,73
2.2.	HYS, takviyesiz NiAl		1000	1200	0,80	0,69
3.1.	HYS TiB ₂ , Al ₂ O ₃	10	1033	1450	0,90	0,86
3.2.	HYS, ticari TiB ₂	10	1130	1400	0,90	
3.3.	HYS, ticari Al ₂ O ₃	10	1010	1400	0,90	

2.1. numaralı toz deneyinde ateşlemenin 950 °C’de meydana geldiği kaydedilmiştir. Açığa çıkan ısı ile, ürün peletinin maksimum 1200 °C’ye çıktığı ölçülmüştür. Sentez sonrası ürün peletinin ağırlığı 0,73 g olarak tartılmıştır.

2.2. numaralı toz deneyinde peletin sıcaklığı 30. s’de 800 °C’ye çıktığı görülmüştür. Peletin, 43. saniyede 1000 °C’de ateşlendiği belirlenmiştir. Sıcaklık maksimum 1200 °C’ye çıkmıştır. Sentez sonucu toplam pelet ağırlığı 0,69 g olarak kaydedilmiştir.

3.1. numaralı toz deneyinde 1033 °C’de ateşlenmiştir. Sıcaklığın maksimum 1450 °C’lere kadar çıktığı görülmüştür. Sentez sonrası pelet ağırlığı 0,86 g olarak tartılmıştır. Gözenekli bir mikroyapı olduğundan numunenin mikrosertliği ölçülememiştir.

3.2. numaralı toz deneyinde hazırlanan pelet 1130 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık 1400 °C’lere kadar çıktığı görülmüş kaydedilmiştir.

3.3. numaralı toz deneyinde ise pelet 1010 °C’de ateşlenmiştir. Sıcaklık ise maksimum 1400 °C’lere kadar çıkmıştır.

Çizelge 4.1’de gösterilen ve farklı başlangıç bileşimlerine sahip deneylerin ateşlenme sıcaklıklarının 800-1100 °C arasında olduğu görülmektedir. Ateşlenme işlemi, bu sistemlerde genelde alüminyumun erimesi (660 °C) sonrasında meydana gelmektedir. İndüksiyon ile hızlı ısıtma sonucunda ateşlenme sıcaklıkları daha yüksek sıcaklıklara kaymış olabilir.

Çizelge 4.1’de ve sonraki gruplarda bulunan ağırlık değişimi tablolarındaki ağırlık kayıplarının büyük çoğunluğunun peletin ateşlenmesi sırasında meydana gelen H_3BO_3 ’ün dehidrasyonu sırasında açığa çıkan H_2O (3. bölüm reaksiyon 3.1’de gösterilmektedir) nedeniyle olduğu düşünülmektedir. Bununla birlikte ateşlenme sırasında parçanın bütünlüğünün bozulmasından kaynaklanan mekanik kayıplar da meydana gelmiş olabilir.

4.1.2. Birinci grup sinterleme deneyleri bulguları

Bu grupta yapılan numunelerin yoğunlukları ve teorik yoğunluklarıyla hesaplanan %teorik yoğunlukları Çizelge 4.2’de verilmiştir. Numune numarasının başında S olması o parçanın sinterlendiğini, olmaması ise o parçanın sinterlenmediğini gösterir. S’in yanındaki sayı (S yoksa ilk sayı) ise numunenin içerdiği takviye oranını göstermektedir. Diğer sayılar ise sadece o parçanın yapılış sırasını ifade etmektedir.

En yüksek %teorik yoğunluk %75,8 ile 10 3-2 numaralı %10 ticari TiB_2 - NiAl numunesinde elde edilmiştir. En düşük ise 10 3-3 numaralı %10 ticari Al_2O_3 - NiAl numunesinde %67,7 olarak hesap edilmiştir. 0 2-1 ve 0 2-2 numaralı HYS ile üretilen takviyesiz NiAl parçaları yoğunluk ölçümü yapılmadan bakalite alındığı için yoğunluk değerleri verilememiştir. Bu iki numune sentez sırasında eridikleri için yoğunluklarının daha iyi olduğu tahmin edilmektedir.

Sinterlenmiş olan parçalarda ulaşılmış olan %teorik yoğunluk değerleri çok iyi değildir. Bunun nedeni sinterleme için uygulanmış olan 1375 °C’nin düşük kalmış olması olabilir. Bu sıcaklık, kullanılan fırının en yüksek çalışma sıcaklığı olması nedeniyle daha yüksek sinterleme sıcaklığı denenmemiştir.

Çizelge 4.2. Birinci gruptaki numunelerin yoğunluk değerleri

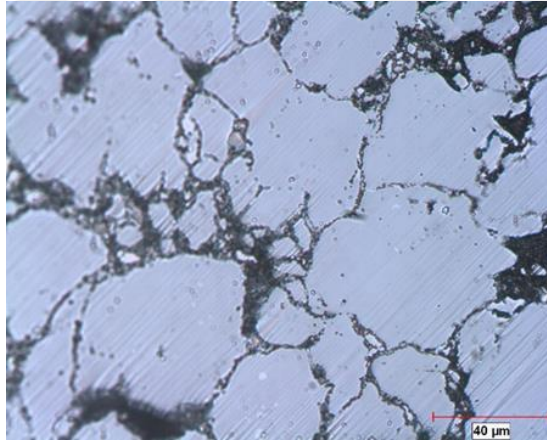
Numune numarası	Numune kodu	Numune yoğunluğu	Teorik yoğunluk	%Teorik yoğunluk
S0 1-1	Takviyesiz NiAl, KİYSS	4,1	5,90	69,5
S25 1-2	%25 TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl, KİYSS	3,9	5,45	70,7

Çizelge 4.2'nin devamı.

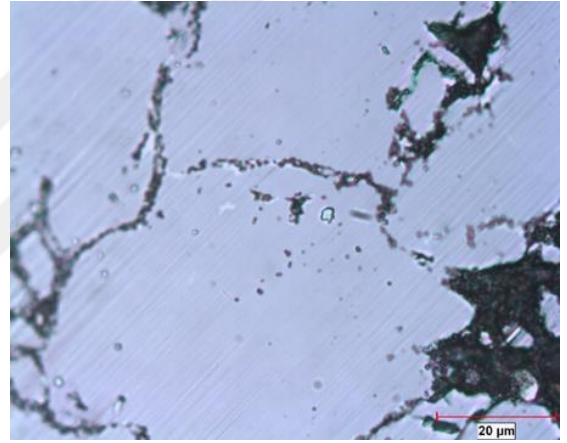
10 3-2	%10 ticari TiB_2 - NiAl, HYS	4,4	5,76	75,8
10 3-3	%10 ticari Al_2O_3 - NiAl, HYS	3,9	5,705	67,7

4.1.2.1. Mikroyapı ve EDS incelemeleri

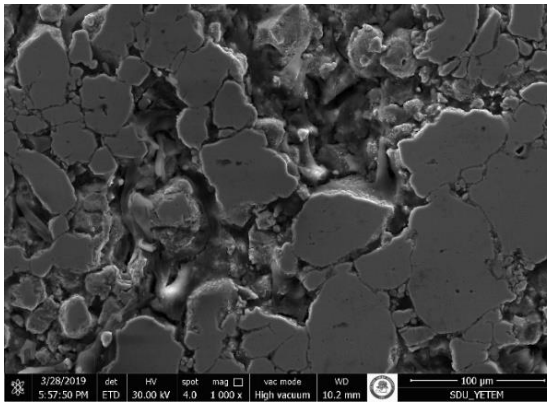
Şekil 4.1'de S0 1-1 numaralı KİYSS ile üretilmiş olan NiAl'in 1375 °C'de sinterlendikten sonra alınan optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu geri saçılmış elektron (SEM-GSE) görüntüleri verilmiştir. Bu şekillerde kısmen sinterlenmiş NiAl taneleri ve aralarındaki tane sınırları görülmektedir. Yapılmış olan taramalı elektron mikroskobu geri saçılmış elektron (SEM-GSE) incelemelerinde NiAl'in KİYSS ile tek faz olarak başarılı şekilde oluşturulduğu anlaşılmıştır.



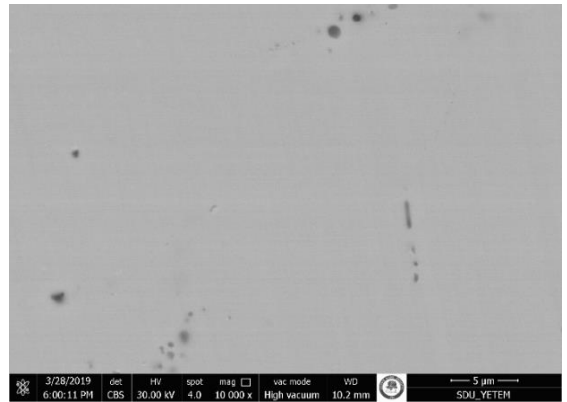
(a)



(b)



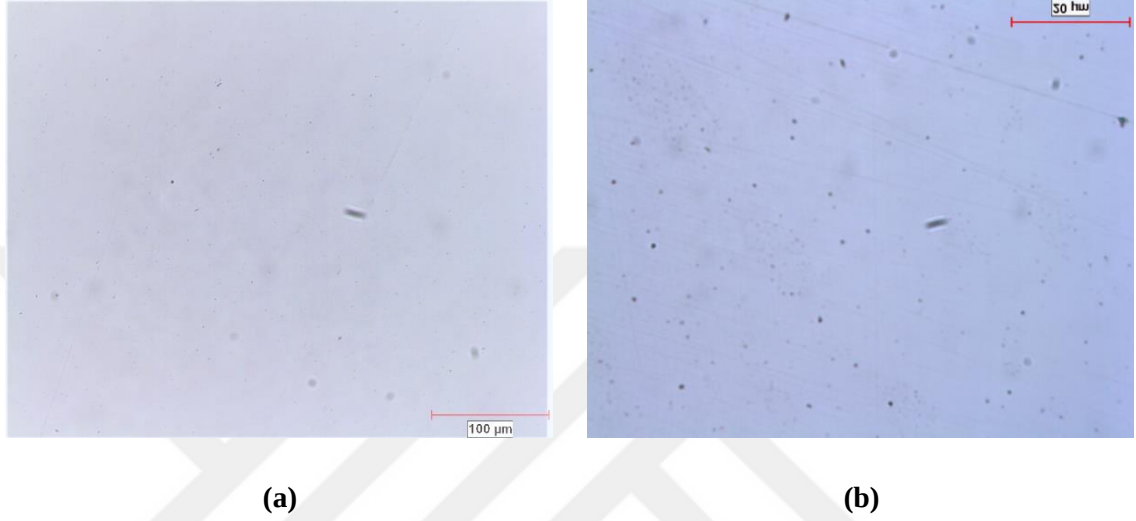
(c)



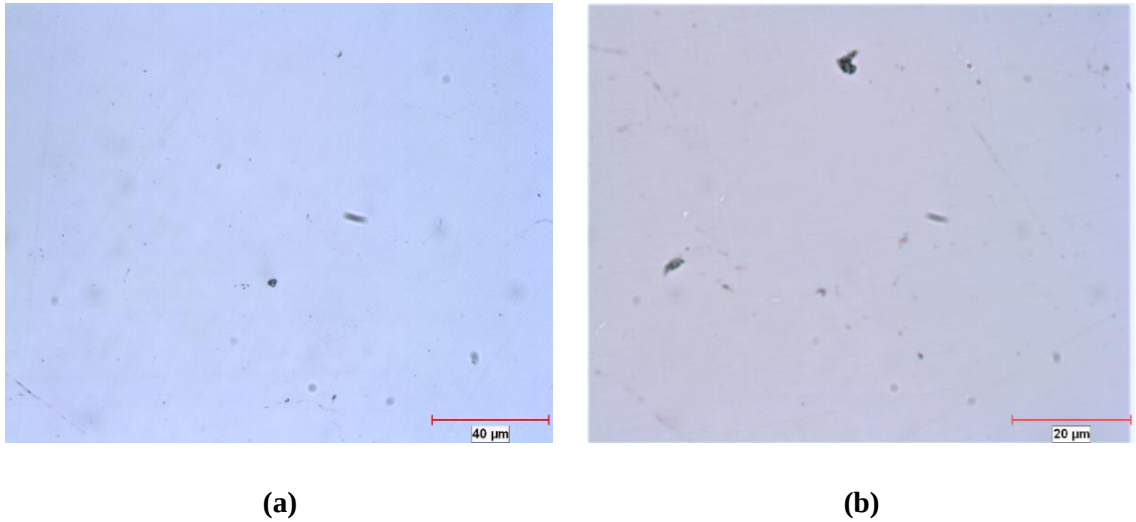
(d)

Şekil 4.1. S0 1-1, öğütülmemiş KİYSS takviyesiz NiAl, 1375 °C'de 1 sa sinter, 295,1 HV_{0,2}; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 1000x; **d)** 10000x büyütmedeki SEM-GSE görüntüleri

Şekil 4.2 ve 4.3'te mikroskop görüntüleri gösterilen HYS ile üretilen NiAl numunelerinin (sırasıyla 0 2-1 ve 0 2-2) her ikisinin deney sonucunda da elde edilen ürünlerin, eriyip katılaşmış birer damla halinde olduğu görülmüştür. Bu bulgudan, yanma sentezi sırasında ürünlerin sıcaklığının, NiAl'in erime sıcaklığı olan 1638 °C'ye ulaştığı ve anlık maksimum sıcaklığı, optik pirometrenin ölçemediği izlenimi edinilmiştir. Ürünler direkt olarak, sinterleme işlemi uygulanmadan kesilip bakalite alınmıştır. Oluşan NiAl bileşiğinin mikroyapısının her iki numunede de homojen olduğu görülmüştür.



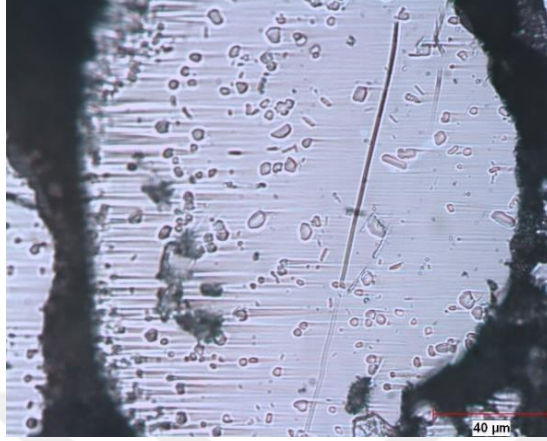
Şekil 4.2. 0 2-1, öğütülmemiş HYS takviyesiz NiAl, 331,8 HV_{0,2}; **a)** 200x; **b)** 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri



Şekil 4.3. 0 2-2, öğütülmemiş HYS takviyesiz NiAl, 320,2 HV_{0,2}; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri

Şekil 4.4a ve b'de optik mikroskop ve Şekil 4.4c ve d'de SEM-GSE görüntüleri verilen S25 1-2 (%25TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) (KİYSS 25TA) numaralı kompozitin

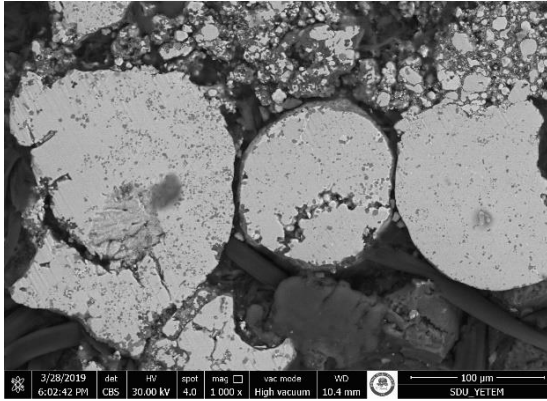
yapısında, sürekli açık gri olarak görünen kısım NiAl matristir. İçindeki koyu renkli ovalimsi yapıdaki parçacıklar TiB_2 'dir. Bu oranda takviye fazı içeren kompozit oluşturulduğunda, TiB_2 partiküllerinin NiAl matris içinde bulunduğu, Al_2O_3 fazının ise NiAl parçacıklarının dışında bulunduğu EDS analizleri ile anlaşılmıştır.



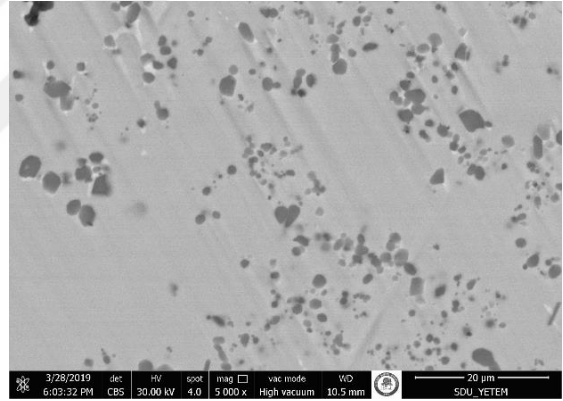
(a)



(b)



(c)

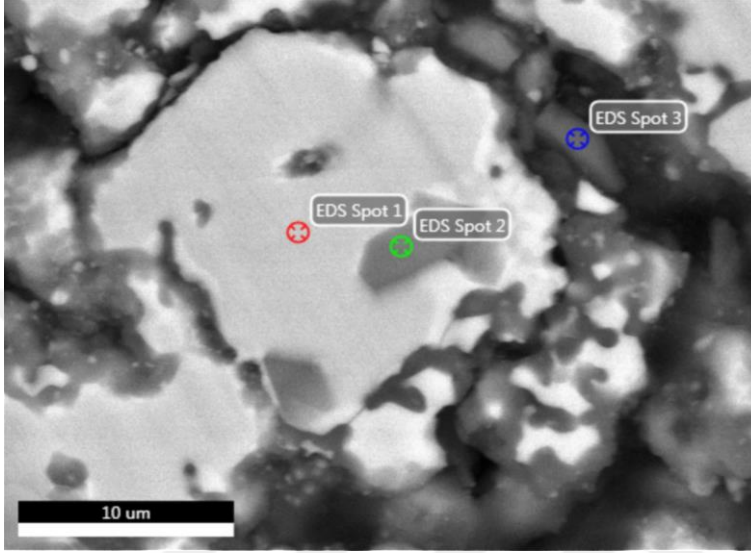


(d)

Şekil 4.4. S25 1-2, öğütülmemiş KİYSS 25TA, 1375 °C'de 1 sa sinter; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 1000x; **d)** 5000x büyütmedeki SEM-GSE görüntüleri

S25 1-2 numaralı, öğütülmemiş, KİYSS ile üretilen 1375 °C'de 1 saat sinterlenen %25 TiB_2 , Al_2O_3 takviye içeren NiAl kompoziti seçilen noktalarda EDS analizine tabii tutulmuştur ve bu noktalardaki elementlerin ağırlıkça yüzde oranları tespit edilmiştir ve Çizelge 4.3'te gösterilmiştir. Elemental analiz yapılmak amacı ile Şekil 4.5'te görüldüğü gibi 3 farklı nokta seçilmiştir.

Geri saçılmış elektron-SEM görüntülerinde, atom numarası düşük olanların fazla olduğu bölgeler koyu renkli, atom numarası yüksek olanların fazla bulunduğu bölgeler ise açık renkli olarak görünmektedir. Ayrıca bor gibi bazı hafif elementler bu analizde tespit edilememektedir, C'den büyük atom numarasına sahip elementlerin algılanması EDS analizlerinde mümkündür (Hamdy Makhoul ve Aliofkhaei 2015). Bu yüzden bazı analizler sonucunda çizelgelerde bor elementinin görülmemesinin nedeni budur.



Şekil 4.5. S25 1-2, öğütülmemiş KIYSS 25TA, 1375 °C'de 1 sa sinter SEM-EDS için seçilen bölge

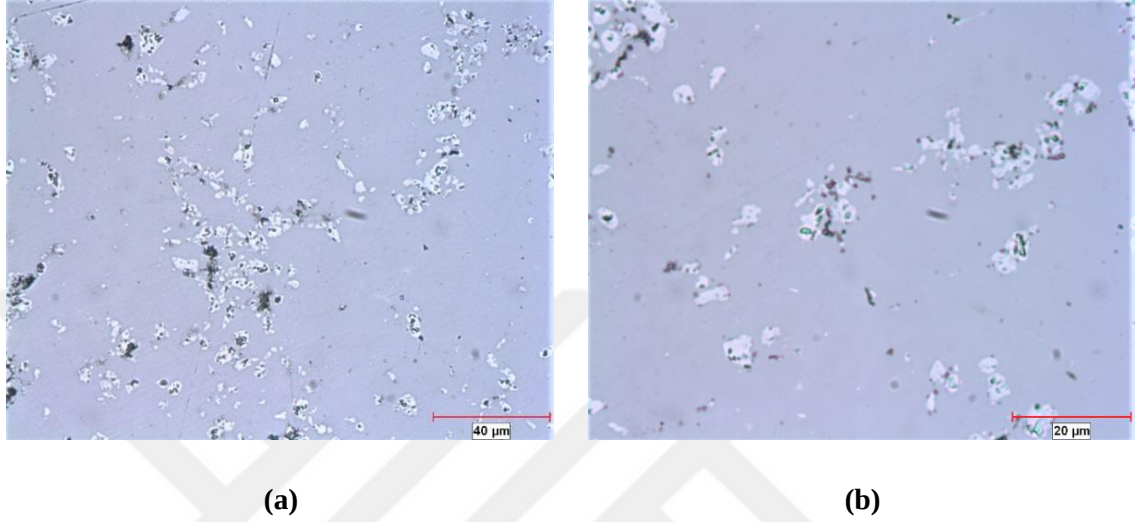
Şekil 4.5'te EDS Spot 1 ile gösterilen nokta 1'de Ni'nin ağırlıkça %72,16 ve %24,78 Al bulunması bu noktanın NiAl matrisi olduğunu açıkça göstermektedir. Bu bölge içinde ton farkı bulunmaması ise, tek fazlı NiAl yapısının oluştuğuna işaret etmektedir. Nokta 2'de yapılan analiz sonucunda yüksek oranda %56,36 Ti, %39,80 Ni ve az oranda Al (%3,94) bulunduğu görülmüştür. Bor'un düşük atom numarasından kaynaklı analizlerde çıkmaması göz önünde bulundurulursa, titanyumun yüksek olması nedeniyle bu noktanın matris içerisinde oluşan TiB_2 olabileceği düşünülmüştür. Son olarak nokta 3'te yüksek oranda C ve Si elementleri görülmektedir. Bunun nedeni ise parçanın SiC partiküller içeren zımpara ile zımparalama sırasında gözeneklere SiC dolmuş olmasından kaynaklanmış olabilmektedir. NiAl matrisin içinde Al_2O_3 parçacıkları bulunmaması göz önüne alınarak, Al_2O_3 parçacıklarının tanelerin arasında olduğu izlenimine varılmıştır.

Çizelge 4.3. Şekil 4.5'te işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	W	C	O	Si
1	24,78	72,16				3,06	
2	3,94	39,80	56,26				
3	5,21	7,66			38,71	14,05	34,36

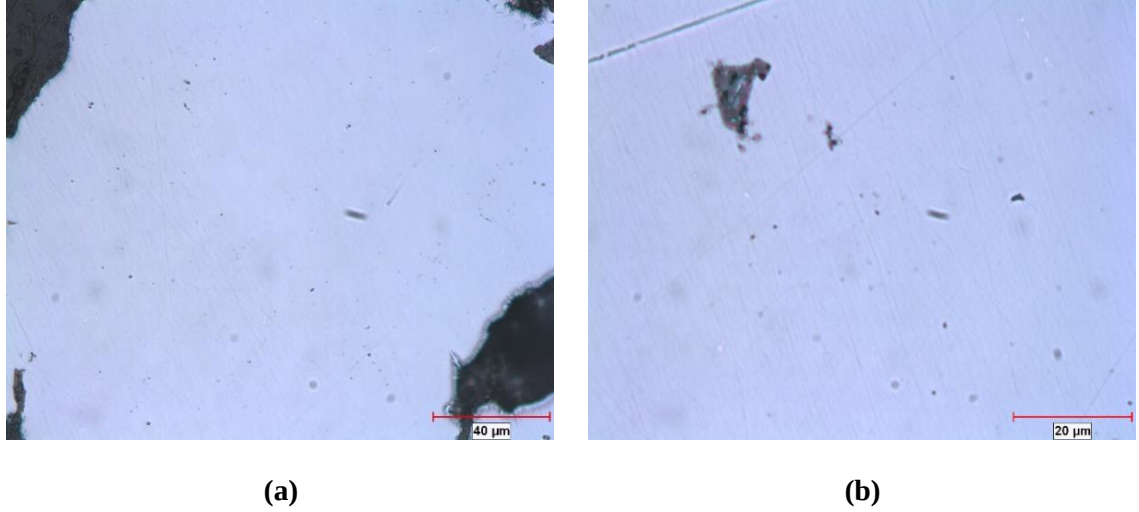
TiB₂ ve Al₂O₃'ün NiAl matris içindeki davranışını anlayabilmek için, ticari TiB₂ içeren NiAl matrisli bir parça ve ticari Al₂O₃ içeren NiAl matrisli bir parça HYS ile üretilerek incelenmiştir.

Aşağıda Şekil 4.6'da gösterilen 10 3-2 (ticari %10TiB₂ - NiAl) numaralı numunenin mikroyapı resimlerinde görüldüğü gibi, TiB₂ partikülleri gri, sürekli olarak görünen NiAl matris içinde başarılı olarak dağılmış şekilde bulunmaktadır.



Şekil 4.6. 10 3-2, öğütülmemiş HYS ticari 10 TiB₂ - NiAl 396,3 HV_{0,2}; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri

Şekil 4.7'de gösterilen 10 3-3 (ticari %10Al₂O₃ - NiAl) numaralı numunenin Al₂O₃ partiküllerinin, genellikle sürekli bir yapı olarak gri renkte görünen NiAl matrisinin dışında, yapıdaki gözeneklerde bulunduğu görülmüştür. Al₂O₃ parçacıklarını NiAl matris yapısının içine girmeme eğiliminde olduğu anlaşılmıştır. Bu durum, HYS sırasında önceki deneylerde oluşmuş olan Al₂O₃'ün davranışı ile benzerlik göstermektedir.



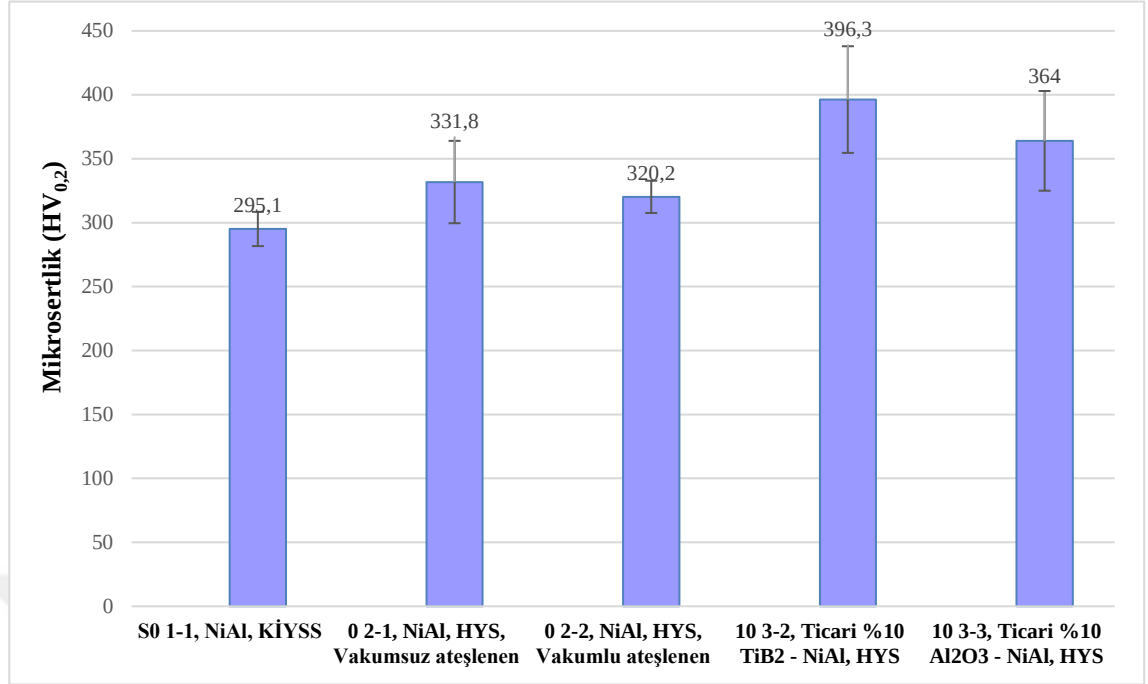
Şekil 4.7. 10 3-3, öğütülmemiş HYS ticari 10 Al₂O₃ - NiAl, 364 HV_{0,2}; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri

4.1.2.2. Mikrosertlik ölçüm sonuçları

İlk grupta mikrosertlik değerleri ölçülmüş olan numunelerin grafiği aşağıdaki Şekil 4.8’de verilmektedir. KIYSS ile üretilen sinterlenmemiş takviyesiz NiAl’lerin mikrosertlik değerlerinin, HYS ile üretilen sinterlenmemiş %10 TiB₂ veya %10 Al₂O₃ takviyeli NiAl numunelerden daha düşük olduğu kaydedilmiştir. S25 1-2 numaralı (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) numune parlatılamadığından mikrosertlik değeri okunamamıştır.

HYS ile üretilmiş olan NiAl parçaların mikrosertlik değerleri 330 ±32 HV_{0,2} civarında bulunmuştur. Bu değer literatürdeki değerlere yakın olduğu anlaşılmıştır (Song vd. 2016).

Takviye fazının eklenmesinin, mikrosertlik değerlerini arttırdığı görülmüştür. Bu beklenen bir sonuçtur çünkü TiB₂ ve Al₂O₃ parçacıklarının sertliği NiAl’dan daha yüksektir.



Şekil 4.8. İlk gruptaki numunelerin numaralarına ve içeriklerine göre hazırlanmış olan ortalama mikrosertlik değerleri

4.2. İkinci Grup Bulguları

Bu grupta HYS ile %10-40 TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl tozları üretilmiştir. Bazı deneylerde bu tozlar öğütülerek sinterlenmiştir. Bazı deneylerde ise bu tozlara düşük oranda (%5-10) elementel nikel ve alüminyum tozları eklenmiş olup presleme işlemi sonrası sinterleme işlemi uygulanmıştır.

4.2.1. İkinci grup toz deneyleri bulguları

Bu başlık altında öncelikle ikinci grupta yapılmış olan tozların deney sonuçları paylaşılacaktır. Çizelge 4.4'te bu grupta yapılmış olan numunelerin ateşlenme sıcaklıkları ve ağırlıklarındaki değişimler gösterilmektedir.

Çizelge 4.4. İkinci grupta yapılmış olan toz deneylerinde elde edilen değerler

Toz deney numarası	TiB ₂ , Al ₂ O ₃ oranı (hac. %)	Ateşlenme sıcaklığı (°C)	Ulaştığı maksimum sıcaklık (°C)	Sentez öncesi toz ağırlığı (g)	Sentez sonrası toz ağırlığı (g)
4.1.	25	1070	1600	0,50	4 numaralı deneyler toplamda 4,27 g
4.2.	25	1000	1600	2,00	
4.3.	25	1000	1540	2,00	

Çizelge 4.4'ün devamı.

5.1.	10	1150	1450	1,00	0,98
5.2.	25	1077	1450	1,00	0,95
5.3.	40	1072	1460	1,00	0,89
6.1.	40	994	1600	2,00	1,65
6.2.	40	1087	1450	2,00	1,63
7.1.	25	960	1600	2,12	1,81
7.2.	25	1019	1630	2,12	1,83
8.1.	10	963	1638	2,08	1,89
8.2.	10	920	1630	2,08	1,82
9.1.	40	969	1560	2,15	1,31
9.2.	40	970	1578	2,15	1,87
10.1.	40	959	1589	2,00	1,27
10.2.	40	940	1647	2,22	1,81
10.3.	40	988	1594	2,22	1,89
11.1.	25	960	1565	2,09	1,94
11.2.	25	969	1591	2,09	1,97
12.1.	10	960	1578	2,03	1,90
12.2.	10	998	1578	2,03	1,92

4.1 numaralı toz deneyinde (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) ilk yapılan pelet 1070 °C'de ateşlenmiştir ve maksimum sıcaklık 1600 °C'lere kadar çıkmıştır. Sentez sonrası toplam ağırlık 0,45 g olarak not alınmıştır. Sentez sonrası oluşan pelet, KİYSS kabininde ön deneylerde yapılmış olan numuneler gibi ezilebilir bir toz haline gelebilecek şekilde oluşmuştur.

4.2 numaralı toz deneyinde (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) yapılan ikinci peletin ateşlenmesi 38. s'de 1000 °C'de gerçekleşmiştir. Ateşlendikten sonra maksimum sıcaklık olarak 1600 °C'lere kadar çıkmış olduğu gözlemlenmiştir.

4.3 numaralı toz deneyinde (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) yapılan üçüncü peletin ateşlenmesi 38. s'de 1000 °C'de gerçekleşmiştir. Maksimum fırın içerisinde ateşlenirken çıktığı sıcaklık 1540 °C olarak kaydedilmiştir.

4 numaralı deneylerin (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) sentez sonrası toplam ağırlığı 4,27 gram olarak tartılmıştır. Bu tozlara daha sonra öğütme işlemi uygulanmıştır.

5.1. numaralı toz deneyinde (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) yapılan pelet 1150 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklığı 1450 °C’lere kadar çıkmıştır. Yanma sentezi sonucu peletin yüzeyinde küresel NiAl’ler oluşmuştur. Sentez sonrası ağırlık 0,98 g’dır. Pelet ezilip toz haline getirilmiştir ve XRD analizine tabi tutulmuştur.

5.2. numaralı toz deneyinde (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) yapılan pelet 1077 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık olarak 1450 °C’lere kadar çıkmıştır. Sentez sonunda ağırlık 0,95 g olarak tartılmıştır. Pelet ezilip toz haline getirilmiştir ve XRD analizine tabi tutulmuştur.

5.3. numaralı toz deneyinde (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) yapılan pelet 1072 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık 1460 °C’lere kadar çıkmıştır. Yanma sentezi sonucu ağırlık 0,89 g olarak kaydedilmiştir. Pelet ezilip toz haline getirilmiştir ve XRD analizine tabi tutulmuştur.

6.1. numaralı toz deneyinde (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) yapılan pelet 994 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum olarak 1600 °C’ye çıkmıştır. Pelet ateşlenmeden önce pota içinde fırındayken dağılmıştır. 1-2 mm çapında küçük top gibi damlalar oluşmuştur. Sentez sonrası ağırlık 1,65 g olarak kaydedilmiştir. Bu durum, takviye oranının artması ile reaksiyonun ekzotermik entalpisinin yükselmesi nedeniyle meydana gelmiş olabilir. TiB₂-Al₂O₃’ün belirtilen reaksiyon ile oluşum entalpisi ($20/3\text{Al} + 2\text{TiO}_2 + 4\text{H}_3\text{BO}_3 = 2\text{TiB}_2 + 10/3\text{Al}_2\text{O}_3 + 6\text{H}_2\text{O}$), NiAl’in oluşum entalpisi ($\text{Ni} + \text{Al} = \text{NiAl}$) yüksektir ($\Delta H_{\text{NiAl}} = -62 \pm 2 \text{ KJ/mol}$).

6.2. numaralı toz deneyinde (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) yapılan pelet 1087 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık olarak 1450 °C’ye çıkmıştır. Ateşlemeden biraz önce dağılmıştır. Sentez sonrası ağırlığı 1,63 g olarak tartılmıştır.

7.1. numaralı toz deneyinde (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) yapılan pelet 960 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık olarak 1600 °C’ye çıkmıştır Sentez sonrası ağırlık 1,81 g olarak not edilmiştir.

7.2. numaralı toz deneyinde (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) yapılan pelet 1019 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık olarak 1630 °C’ye çıkmıştır. Yanma sentezi sonrası ağırlık 1,83g olarak tartılmıştır.

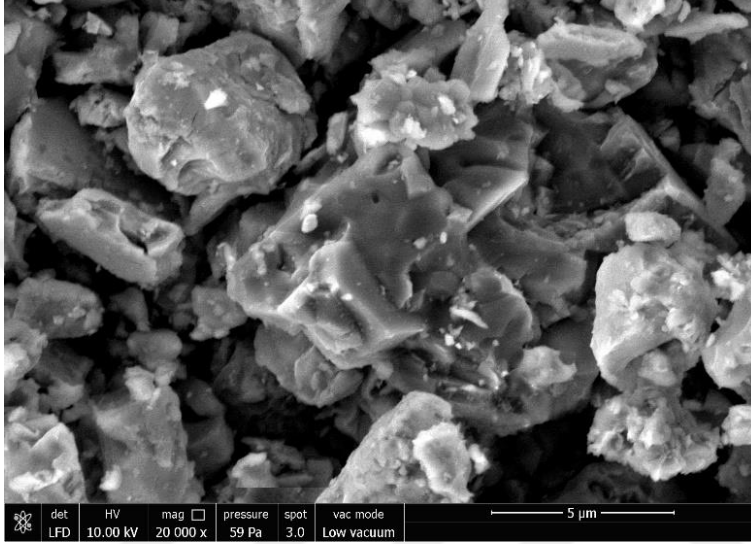
8.1. numaralı toz deneyinde (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) pelet 963 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum 1638 °C’ye çıkmıştır ve yanma sentezi sonrası ağırlık 1,89 g olarak kaydedilmiştir.

8.2. numaralı toz deneyi (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) 920 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklığı 1630 °C’ye çıkmıştır. Sentez sonrası ağırlık 1,82 g olarak tartılmıştır.

9.1. numaralı toz deneyi (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) 969 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık 1560 °C’ye çıkmıştır. Pelet dağılmış bir şekilde fırından çıkmıştır. Potadaki MgO tozuna karışan ürünler alınmamıştır. Sentez sonrası ağırlık 1,31 g’dır.

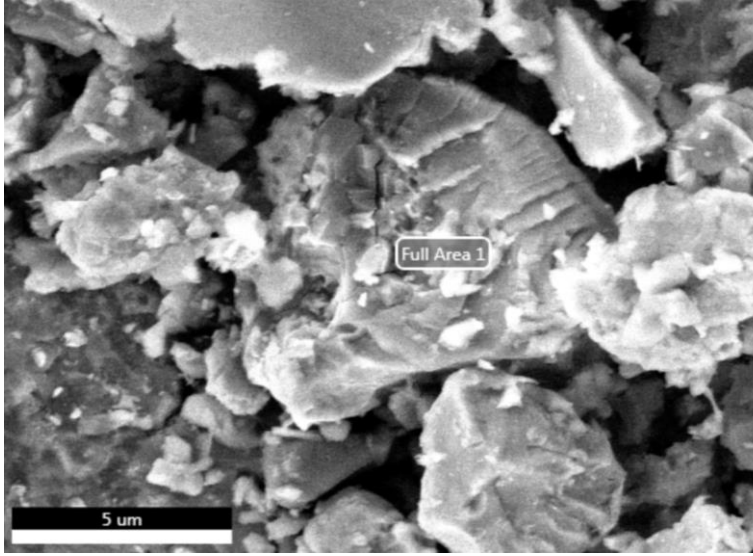
9.2. numaralı toz deneyi (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) 970 °C’de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık 1578 °C’ye çıkmıştır. Pelet dağılmış bir şekilde fırından çıkmıştır. Sentez sonrası ağırlık: 1,87 g’dır.

Şekil 4.9’da üretilmiş olan %40 TiB₂, Al₂O₃ takviye içeren NiAl tozunun taramalı elektron mikroskobu ile alınmış olan görüntüsü sunulmaktadır. Görüntüdeki 2 saat boyunca öğütülmüş olan toz parçacıklarının boyutunun 5-15 mikron civarında veya daha küçük olduğu görülmektedir.



Şekil 4.9. %40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM görüntüsü

Şekil 4.10’da gösterilen %40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölgesinde yapılan EDS analiz sonuçları Çizelge 4.5’te verilmiştir. Çizelge 4.5 analiz sonuçlarına göre seçilen bu bölgede ağırlıkça %47,69 olarak en yüksek Ni ve %31,71 Al bulunduğunu göstermektedir. Ayrıca ağırlıkça %14,83 O ve %5,77 Ti bulunduğu görülmektedir. Al oranının bir kısmının NiAl dışında Al₂O₃’ü de oluşturduğunu söylenmelidir. Bor elementinin atom ağırlığının düşüklüğünden kaynaklı borun varlığı bu analizle algılanamamıştır.



Şekil 4.10. %40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölge (tüm alan)

Çizelge 4.5. Şekil 4.10'daki tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	O
1	31,71	47,69	5,77	14,83

10.1. numaralı toz deneyi (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) 959 °C'de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık olarak 1589 °C'ye kadar çıkmıştır. Pelet dağılmış bir şekilde fırından çıkmıştır. Potadaki MgO tozuna karışan ürünler alınmamıştır. Sentez sonrası ağırlık 1,27 g olarak kaydedilmiştir.

10.2. numaralı toz deneyi (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) 940 °C'de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık 1647 °C'ye çıkmıştır. Sentez sonrası ağırlık 1,81 g olarak tartılmıştır.

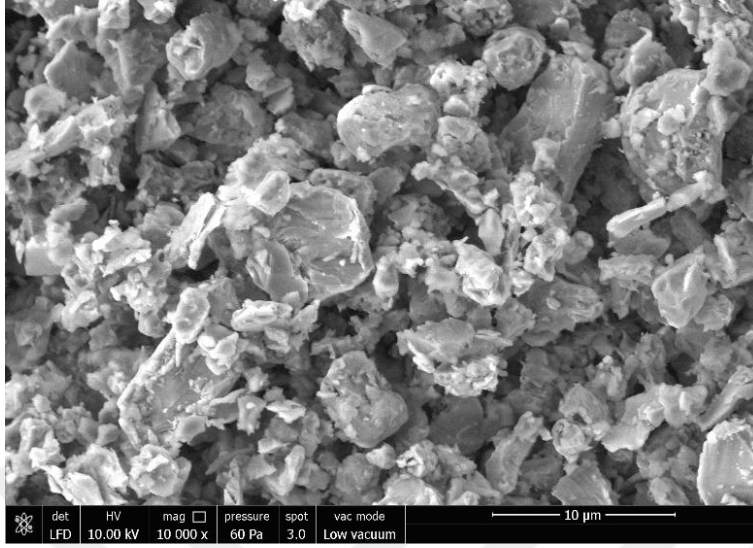
10.3. numaralı toz deneyi (%40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) 988 °C'de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık olarak 1594 °C'ye kadar çıkmıştır. Sentez sonrası ağırlık 1,89 g olarak not alınmıştır.

11.1. numaralı toz deneyi (%25 TiB₂, Al₂O₃) 960 °C'de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık 1565 °C'ye çıkmıştır. Sentez sonrası ağırlık 1,94 g'dır.

11.2. numaralı toz deneyi (%25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) 969 °C'de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık olarak 1591 °C'ye çıkmıştır. Sentez sonrası ağırlığı 1,97 g olmuştur.

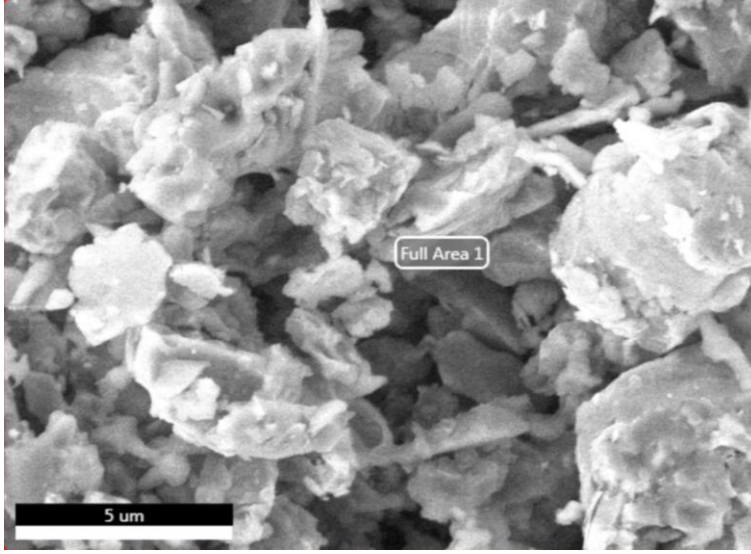
Şekil 4.11'de üretilmiş olan %25 TiB₂, Al₂O₃ takviye içeren NiAl tozunun taramalı elektron mikroskobu ile alınmış olan görüntüsü sunulmaktadır. Görüntüdeki 2

saat boyunca öğütülmüş olan toz parçacıklarının boyutunun 5 mikron civarında veya daha küçük olduğu görülmektedir.



Şekil 4.11. %25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM görüntüsü

Şekil 4.12’de gösterilen %25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölgesinde yapılan EDS analiz sonuçları Çizelge 4.6’da sunulmuştur. Bu analiz sonuçları göz önüne alındığında seçilen bu bölgede ağırlıkça %58,72 olarak en yüksek Ni ve %28,49 Al bulunduğu görülmektedir. Ayrıca %9,14 O ve %3,64 Ti bulunduğu görülmektedir. %40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun analiz sonuçları (Çizelge 4.5) ile bu %25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun (Çizelge 4.6) analiz sonuçları karşılaştırıldığında gerçekten de matris olarak kullanılan Ni elementinin ağırlıkça yüzde değeri, %25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunda daha yüksekken, takviye elementi olan O ve Ti’nin ise daha düşük olduğu görülmektedir. Ayrıca bor elementinin atom ağırlığının düşüklüğünden dolayı borun varlığının bu analizle algılanamadığı tekrardan belirtilmelidir.



Şekil 4.12. %25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölge (tüm alan)

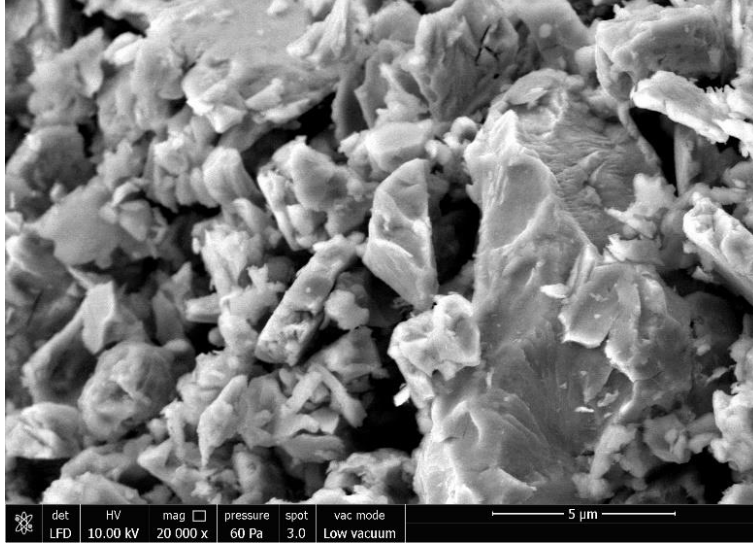
Çizelge 4.6. Şekil 4.12'deki tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	O
1	28,49	58,72	3,64	9,14

12.1. numaralı toz deneyi (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) 960 °C'de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklığı 1578 °C'e çıkmıştır. Sentez sonrası ağırlık 1,90 g'dir.

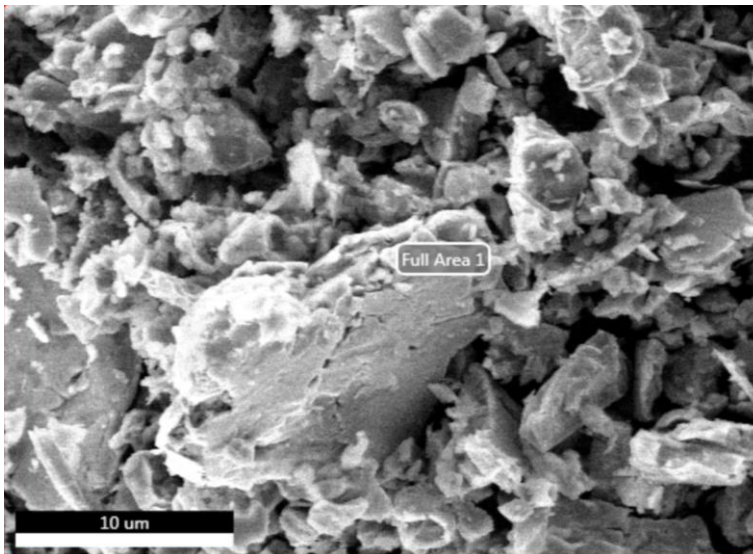
12.2. numaralı toz deneyi (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) 998 °C'de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık 1578 °C'e çıkmıştır. Sentez sonrası ağırlık 1,92 g olarak tartılmıştır.

Şekil 4.13'te üretilen %10 TiB₂, Al₂O₃ takviye içeren NiAl tozunun taramalı elektron mikroskobu ile alınmış olan görüntüsü verilmektedir. Görüntüdeki 2 saat boyunca öğütülmüş olan tozların parçacıklarının boyutunun 5 mikron civarında veya daha küçük olduğu görülmektedir.



Şekil 4.13. %10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM görüntüsü

Şekil 4.14'te %10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun EDS analizi için seçilen bölge gösterilmektedir. %10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölgesinde yapılan EDS analiz sonuçları ise Çizelge 4.7'de sunulmuştur. Bu bölgede ağırlıkça en yüksek %63,85 Ni ve %28,42 Al olduğu görülmektedir. Ayrıca bu bölgede ağırlıkça %6,29 O ve %1,44 Ti bulunduğu görülmektedir. %25 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun analiz sonuçları (Çizelge 4.6) ile bu bahsedilen %10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun (Çizelge 4.7) analiz sonuçları karşılaştırıldığı zaman da görülecektir ki gerçekten de matris olarak kullanılan Ni elementinin ağırlıkça yüzde değeri, %10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunda daha yüksekken, takviye elementi olan Ti ve O elementlerinin ise daha düşük olduğu görülmektedir. Ayrıca B elementinin neden analiz sonuçlarında yer almadığının gerekçesi olarak, atom ağırlığının düşüklüğünden kaynaklı olarak borun varlığının bu analizle algılanamadığı tekrardan belirtilmelidir.



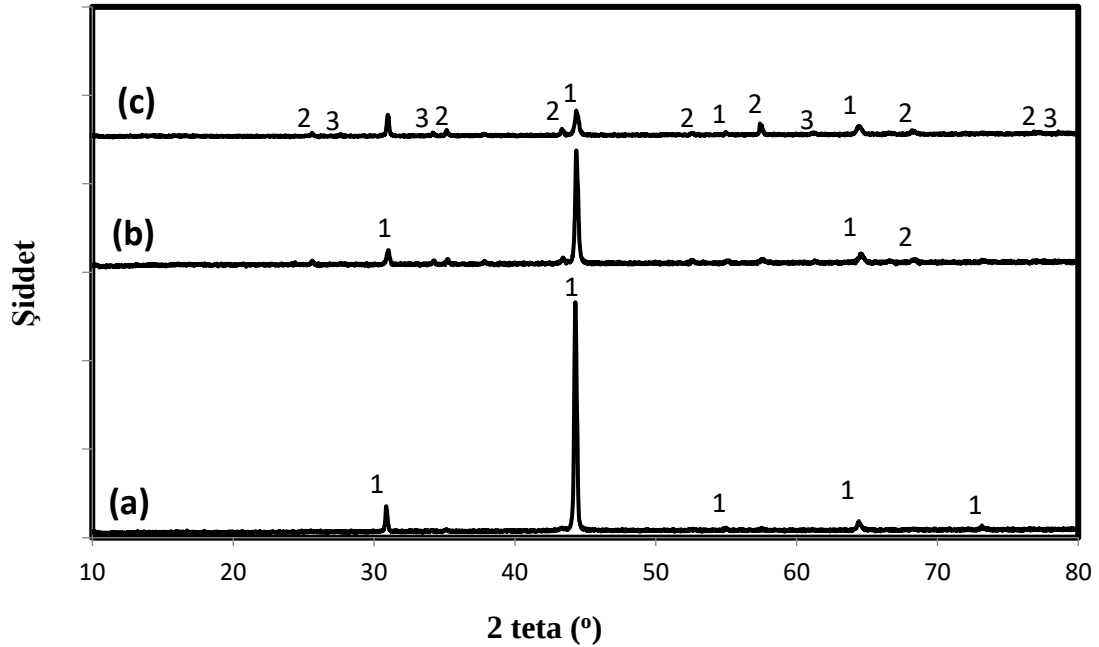
Şekil 4.14. %10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölge (tüm alan)

Çizelge 4.7. Şekil 4.14’teki tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	O
1	28,42	63,85	1,44	6,29

4.2.1.1. XRD Sonuçları

Aşağıdaki Şekil 4.15’te gösterilen, 5.1, 5.2 ve 5.3 numaralı deneyler sonucu elde edilmiş olan NiAl matris içinde sırasıyla hacimce %10, %25 ve %40 oranlarında TiB_2 , Al_2O_3 partikülleri içeren numunelerin XRD desenleri sunulmaktadır. Hacimce %10 oranında TiB_2 , Al_2O_3 içeren numunenin (5.1 numaralı) XRD deseninde, yüksek NiAl pikleri görülmektedir. Oranları düşük olması nedeniyle TiB_2 ve Al_2O_3 pikleri çok zayıf olarak görülmektedir (Şekil 4.15a). Hacimce %25 oranında TiB_2 , Al_2O_3 içeren numunenin (5.2 numaralı) XRD deseninde, TiB_2 ve Al_2O_3 piklerinin büyüdüğü görülmektedir (Şekil 4.15b). Hacimce %40 oranında TiB_2 , Al_2O_3 içeren numunenin (5.3 numaralı) XRD deseninde, TiB_2 ve Al_2O_3 piklerinin büyüdüğü ve NiAl piklerinin küçüldüğü görülmektedir (Şekil 4.15c). Bu durum, ürünlerin içinde oluşan fazların oranlarının değişiminden kaynaklanmaktadır ve bu beklenen bir sonuçtur. XRD analizlerinin sonuçlarına göre, reaksiyon sonucunda, hedeflenen NiAl, TiB_2 ve Al_2O_3 fazlarının elde edildiği ve başka yan fazların oluşmadığı görülmüştür.



Şekil 4.15. Hacim yanma sentezi ile üretilen TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl tozlarının XRD desenleri; **a)** hacimce %10 TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl; **b)** hacimce %25 TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl **c)** hacimce %40 TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl; 1: NiAl, 2: Al_2O_3 , 3: TiB_2

4.2.2. İkinci grup sinterleme deneyleri bulguları

Bu bölümde, önceki bölümde toz olarak üretilmiş olan karışımların preslendikten ve sinterlendikten sonraki özellikleri sunulmaktadır. Bazı numuneler, üretildikleri toz karışımı ile aynı bileşimde sinterlenmiştir. Bazı numuneler ise, üretilmiş olan tozlara düşük oranda (%5-10) elementel Ni ve Al eklenmesi sonrasında preslenmesi ve sinterlenmesi ile elde edilmiştir. Numune numarasının başında S olması o parçanın sinterlendiği anlamına gelmektedir. S'in yanındaki sayı numunedeki takviye oranını göstermektedir. Diğer sayılar ise deney sırasını ifade etmektedir. Örneğin sinterlenmiş bir %40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl parçası S40 gibi gösterilmektedir. Eğer sinter öncesi bu %40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozuna %10 oranında Ni ve Al eklenmesi ile takviye oranı %30'a düşürülmüş ise bu fark numune kodları ile belirtilmiştir (40-30TA gibi).

İkinci grupta üretilmiş olan tozlarla yapılmış olan numunelerin preslendikten sonra sinterleme öncesi ve sonrası boyutlardaki ve ağırlıktaki değişimler Çizelge 4.8'de gösterilmiştir. Kullanılan kalıbın genişliği 6 mm, uzunluğu ise 16 mm'dir. Preslendikten sonra kalıptan çıkan parçanın boyutları da bu şekildedir. Parçanın kalınlığı ise, kullanılan toz miktarına göre değişmektedir. Teorik yoğunlukta peletin 2 mm kalınlıkta olması beklenmektedir.

Çizelge 4.8. İkinci grupta üretilen tozların preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilen parçaların sinterleme öncesi ve sonrası değerleri

Sinterlenen numune numarası	Sinterlenen numunelerin kodu	Sinter öncesi ağırlık (g)	Sinter sonrası ağırlık (g)	Sinter öncesi kalınlık (mm)	Sinter sonrası kalınlık (mm)	Sinter sonrası genişlik (mm)	Sinter sonrası uzunluk (mm)
S10 -1-1	10TA	0,906	0,901	2,94	2,93	6,08	16,03
S10 1-2	10-5TA (kuru olarak tekrar öğütülmüş)	0,990	0,994	2,99	3,20	6,30	16,49
S25 4-1	25TA	0,985	0,985	3,23	3,47	6,27	16,34
S25 -1-1	25TA	0,884	0,870	2,95	2,89	5,96	15,70
S40-1-1	40TA	0,817	0,793	2,85	3,41	6,52	15,55
S40 1-2	40-30TA	0,898	0,888	2,94	3,55	6,66	17,20
S40 1-3	40-30TA (kuru olarak tekrar öğütülmüş)	0,478	0,446	1,70	2,02	5,99	15,61

Şekil 4.16’da ikinci grupta sinterlenen numunelerin sinter sonrası görüntüleri sunulmaktadır. Şekil 4.16’da sağdan ikinci sırada gösterilen S10 1-1 numaralı (%10 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) numunenin sinter sırasında hacminin büyüdüğü göze çarpmaktadır.

Sinter sonrası ağırlıklarda çok düşük oranda ağırlık kaybı meydana geldiği belirlenmiştir. Bu ağırlık kaybı, parçalara presleme sırasında eklenmiş olan polietilen glikol (PEG) bağlayıcıdan kaynaklanmaktadır. Örneğin %2 PEG kullanıldığında, 1 gramlık pelette 0,02 g ağırlık kaybı beklenmektedir.



Şekil 4.16. İkinci gruptaki numunelerin sinter sonrası görüntüleri. Soldan sağa doğru sırasıyla S40 1-1 (40TA), S40 1-2 (40-30TA), S40 1-3 (40-30TA), kuru olarak tekrar öğütülmüş), S25 1-1 (25TA), S10 1-1 (10TA), S10 1-2 (10-5TA), kuru olarak tekrar öğütülmüş), numaralı numuneler. S25 4-1 (25TA) numaralı numune ayrı olarak sinterlenmiştir fakat sinterleme parametreleri bu sinter grubuyla aynıdır

Çizelge 4.9’da ikinci grupta yapılmış olan numunelerin %teorik yoğunluk değerleri verilmiştir. En yüksek yoğunluğa sahip numunenin S25 4-1 (25TA) olduğu görülmektedir. Ayrıca en düşük yoğunluğa sahip numune ise kuru olarak tekrar öğütülen S40 1-3 (40-30TA) olarak görülmektedir.

Çizelge 4.9. İkinci gruptaki numunelerin yoğunluk değerleri

Numune numarası	Numune kodu	Numune yoğunluğu	Teorik yoğunluk	%Teorik yoğunluk
S10 1-1	10TA	4,3	5,72	75,5
S10 1-2	10-5TA (kuru olarak tekrar öğütülmüş)	3,8	5,85	65,2

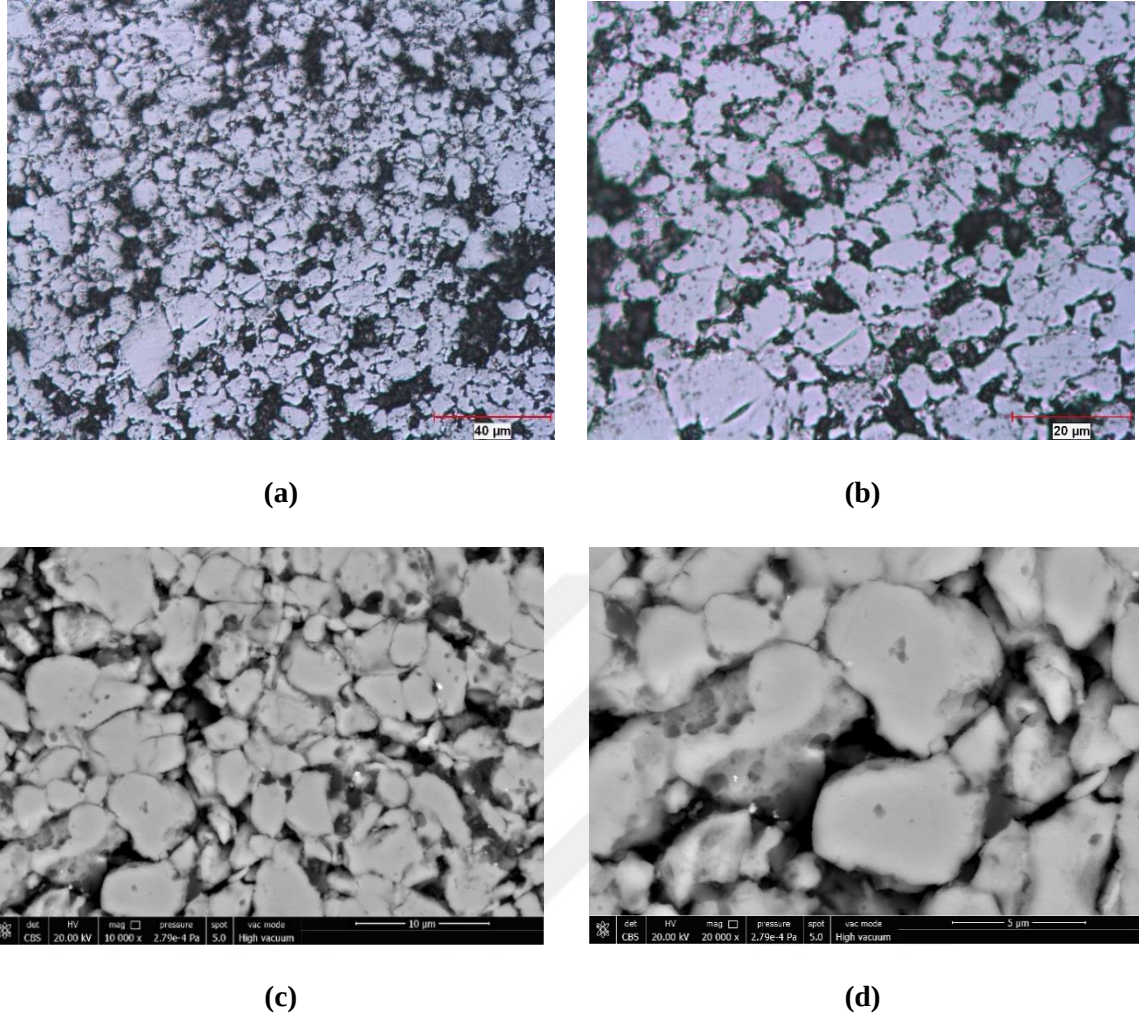
Çizelge 4.9'un devamı.

S25 4-1	25TA	4,4	5,45	81,3
S25 1-1	25TA	4,2	5,45	76,9
S40 1-1	40TA	3,6	5,18	69,0
S40 1-2	40-30TA	4,0	5,36	74,3
S40 1-3	40-30TA (kuru olarak tekrar öğütülmüş)	3,1	5,36	59,3

Sinter öncesinde Ni ve Al eklenmesi ile, %40'tan %30'a takviye oranını düşürülerek oluşturulan numunede yoğunluk artışı sağlanmıştır. Fakat aynı takviye oranına sahip numunede Ni ve Al eklendikten sonra kuru olarak tekrar öğütülmesinin olumsuz etki yarattığı görülmüştür. Yoğunluktaki azalma, takviye oranı %10'dan %5'e düşürülen Ni ve Al eklendikten sonra kuru olarak tekrar öğütülen numune için de meydana gelmiştir.

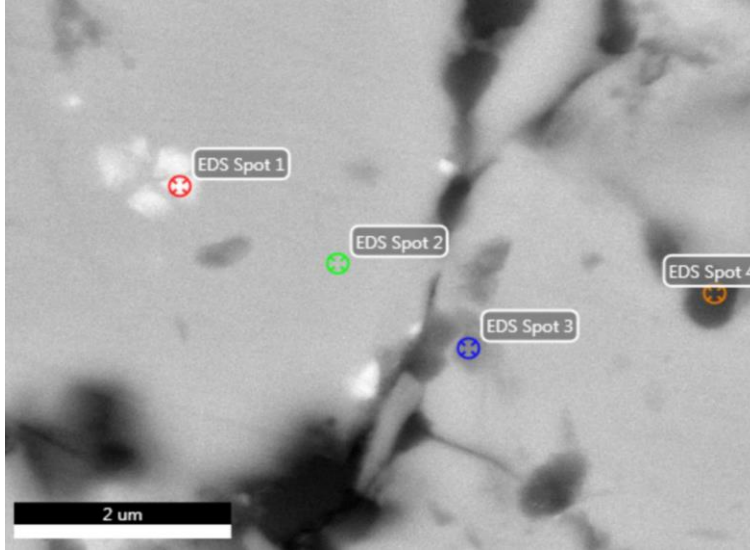
4.2.2.1. Mikroyapı ve EDS incelemeleri

S10 1-1 (10 TA) numaralı numunenin mikroyapı görüntüleri Şekil 4.17'de sunulmaktadır. Şekil 4.17d'de 20000x büyütme SEM-GSE görüntüsü verilen bu numunede NiAl matris içerisinde bulunmayan siyah renkli Al_2O_3 partikülleri matris sınırlarında gözeneklere toplandığı görünmektedir. Bununla birlikte, NiAl matris içerisinde oluşan koyu renkli görünen TiB_2 partiküllerinin az oranda bulunduğu görünmektedir.



Şekil 4.17. S10 1-1, 10TA, 2 s, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 70,4 HV_{0,2}, 44,5 MPa; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmelerdeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 10000x; **d)** 20000x büyütmelerdeki SEM-GSE görüntüleri

Şekil 4.18’de gösterilen S10 1-1 (10TA) numaralı numunenin SEM-EDS için seçilen bölgesinde 4 farklı noktada yapılan EDS analiz sonuçları Çizelge 4.10’da sunulmuştur. Bu analiz sonuçlarına bakılınca nokta 1’de ağırlıkça %61,32 olarak en yüksek Ni ve %26,76 Al bulunduğu görülmektedir ve bu durum NiAl matrisin oluştuğunu açıklamaktadır. Ayrıca %3,55 Ti varlığı ile B’nin analizlerde algılanamaması göz önüne alınırsa TiB₂ oluşumundan da bahsedilebilir. W’nin ise öğütme sırasında (WC öğütme ortamından) numuneye bulaştığı düşünülmektedir. Nokta 2 ve 3’te en yüksek iki değer olarak Ni ve Al varlığını bu noktalarda NiAl matrisinin oluştuğunu açıklamaktadır. Nokta 4’te ise %30,97 Al ve %14,42 O elementlerinin bulunmasının bu noktada Al₂O₃ partikülünün varlığını göstermektedir. Ayrıca bor elementinin atom numarasının düşüklüğünden dolayı borun varlığının bu analizle algılanamadığı tekrardan belirtilmelidir.

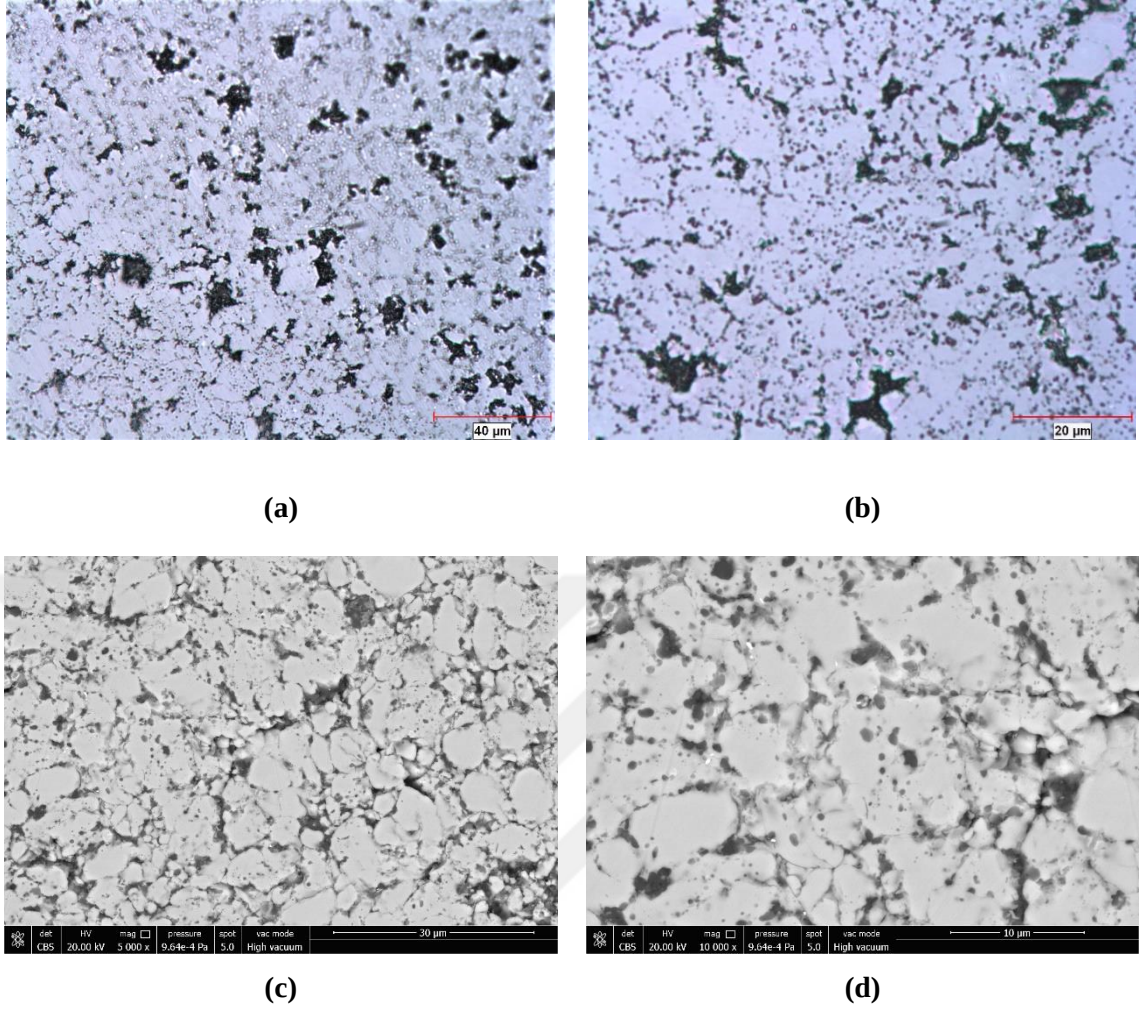


Şekil 4.18. S10 1-1, 10TA, 2 sō, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 70,4 HV_{0,2}, 44,5 MPa SEM-EDS için seçilen bölge ve analiz yapılan noktalar

Çizelge 4.10. Şekil 4.18’de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%)

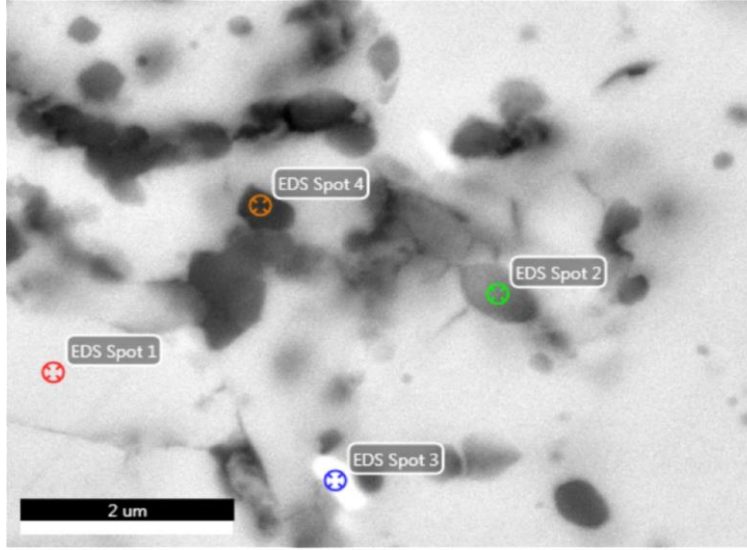
Nokta	Al	Ni	Ti	W	O	C
1	26,76	61,32	3,55	7,50	0,87	
2	30,61	66,50				2,89
3	27,86	71,53	0,61			
4	30,97	53,74	0,87		14,42	

Mikroskop görüntüleri Şekil 4.19’da sunulan S10 1-2 (10-5TA) numaralı öğütülmüş tozların preslenmesi ve sinterlenmesi ile elde edilen peletin mikroyapısı incelenmiştir, Şekil 4.19d’de 10000x büyütmedeki SEM görüntüsü verilen bu numunenin içinde çoğu Al₂O₃ partiküllerinin NiAl matris sınırlarında kalmasının yanında, matris içerisinde biraz TiB₂+Al₂O₃’ün bulunduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.19. S10 1-2, 10-5TA, 2s ö ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 55,3 HV_{0,2}, 44,7 MPa; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmeledeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 5000x; **d)** 10000x büyütmeledeki SEM-GSE görüntüleri

Şekil 4.20’de gösterilen S10 1-2 (10-5TA) numaralı numunenin SEM-EDS için seçilen bölgesinde 4 farklı noktada yapılan EDS analiz sonuçları Çizelge 4.11’de sunulmuştur. Bu analiz sonuçlarına bakılınca nokta 1’de ağırlık %70,13 Ni ve %29,70 Al bulunması ile bu noktada NiAl matrisin olduğu anlaşılmaktadır. Nokta 2’de %27,63 Al ve %18,31 O elementlerinin bulunmasının bu noktada Al₂O₃ partikülünün varlığını kanıtlamaktadır. Ayrıca %44,35 Ni varlığı ile de aynı zamanda NiAl matrisinin de bulunduğu anlaşılmaktadır. W’in öğütme ortamından numuneye bulaştığı düşünülmektedir. Nokta 3’te %21,38 Al ve %6,94 O varlığı ile bu noktada az miktarda Al₂O₃ oluştuğu düşünülebilir ayrıca NiAl matris oluşumu da vardır. Nokta 4’te ise %25,16 O ve %33,14 Al ile bu dört nokta arasında en yüksek Al₂O₃ oluşumunun bu noktada olduğu göstermektedir.

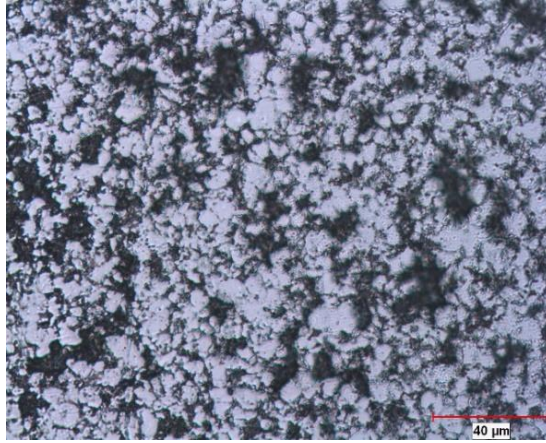


Şekil 4.20. S10 1-2, 10-5TA, 2 sö ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 55,3 HV_{0,2}, 44,7 MPa SEM-EDS için seçilen bölge ve analiz yapılan noktalar

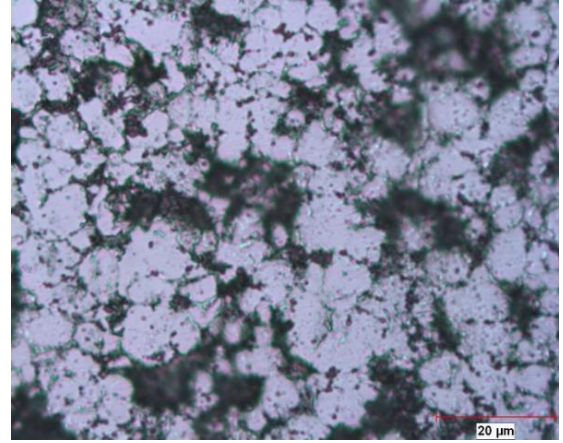
Çizelge 4.11. Şekil 4.20’de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	O	W	C
1	29,70	70,13				
2	27,63	44,35	1,26	18,31	0,21	8,24
3	21,38	46,01		6,94	25,67	
4	33,14	30,34	2,20	25,16		9,15

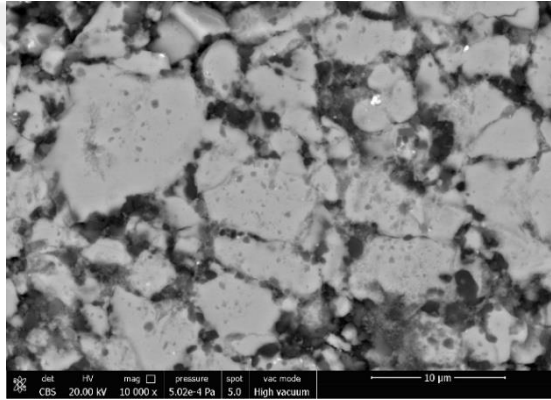
S25 1-1 (25 TA) numaralı numunenin mikroyapı görüntüleri Şekil 4.21’deki gibi sunulmaktadır. Şekil 4.21 d’de 20000x büyütmedeki SEM görüntüsü verilen bu numunede görüldüğü gibi siyah renkli olarak görünen Al₂O₃ parçacıklarının açık gri olarak görünen NiAl matrisinin dışında kaldığı görülmektedir ve ayrıca koyu renkli oval olarak görülen TiB₂ parçacıklarının NiAl matris içerisinde dağılmış olduğu açık bir şekilde görülmektedir.



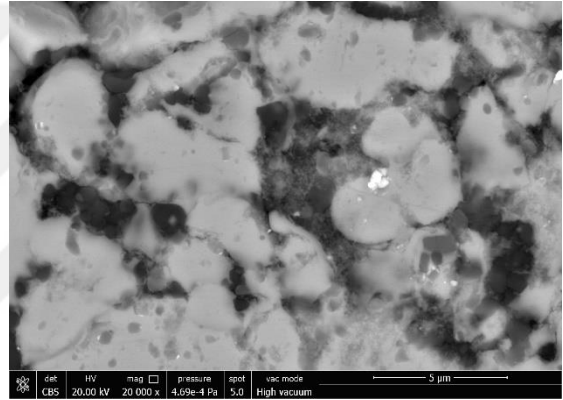
(a)



(b)



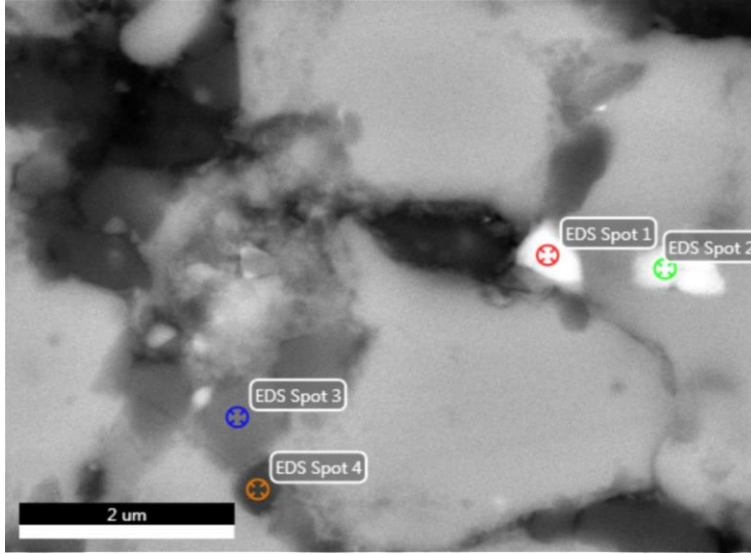
(c)



(d)

Şekil 4.21. S25 1-1, 25TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 103,7 HV_{0,2}, 47,6 MPa; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmelerdeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 10000x; **d)** 20000x büyütmelerdeki SEM-GSE görüntüleri

Şekil 4.22’de gösterilen S25 1-1 (25 TA) numaralı numunenin SEM-EDS için seçilen bölgesinde 4 farklı noktada yapılan EDS analiz sonuçları Çizelge 4.12’de sunulmuştur. Nokta 1 ve 2’de yüksek oranlarda W oluşumu söz konusudur. Beyaz görünümlerin, tungstenin atom numarasının yüksekliğinden kaynaklı olduğu söylenebilmektedir. Bu iki noktada C ve W varlığının öğütme ortamından kaynaklandığı düşünülmektedir. Nokta 3’te, yüksek oranda B (%38,21) ve Ti (%18,88) oluşumu görünmesinin bu noktada TiB₂ nin varlığını açıklamaktadır. Ayrıca bu noktada bulunan %10,62 O, bu noktada TiB₂ ve Al₂O₃’ün içiçe olduğunu ve öğütme sırasında TiB₂ ve Al₂O₃ fazlarının ayrılmamış olabileceğini düşündürmüştür. Nokta 4’te ise Ni ve Al ve O’nun ağırlıkça yüzdeleri en yüksek olarak çıkmıştır. Bu yüzden bu noktada NiAl ve Al₂O₃ oluşumundan bahsedilebilmektedir. Bu gözlemler ile açık gri matris içinde koyu gri bölgelerin TiB₂, siyah bölgelerin ise Al₂O₃ olduğu çıkarımı kuvvetlenmiştir.

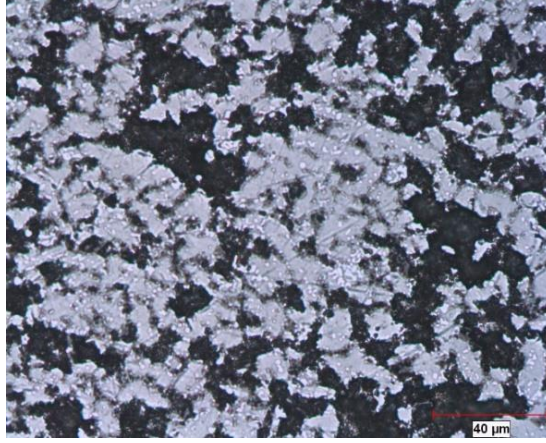


Şekil 4.22. S25 1-1, 25TA, 2 sÖ, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 103,7 HV_{0,2}, 47,6 MPa SEM-EDS için seçilen bölge ve analiz yapılan noktalar

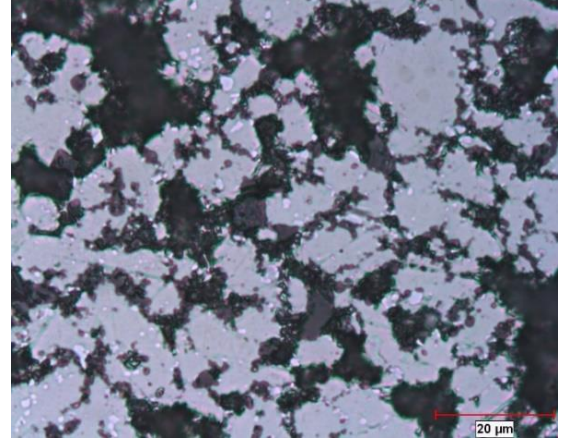
Çizelge 4.12. Şekil 4.22’de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	B	W	C	O	Cr
1	12,19	21,25	19,62		26,30	7,28	12,88	0,48
2	14,05	33,15	17,61		17,88	13,77	3,55	
3	9,66	21,22	18,88	38,21	1,41		10,62	
4	33,87	35,70	4,06		1,68		24,69	

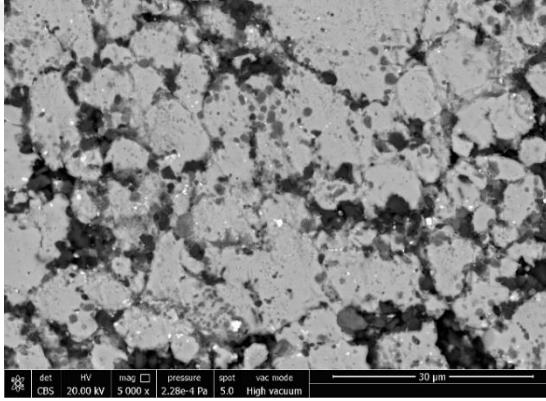
S40 1-1 (40 TA) numaralı numunenin mikroyapı görüntüleri Şekil 4.23’te verilmektedir. Şekil 4.23 d’de 10000x büyütmedeki SEM görüntüsü sunulan S40 1-1 (40TA) numaralı numunede açık gri renkte olan NiAl matris içerisinde koyu gri renkli olarak görünen TiB₂ parçacıklarının oluştuğu açık bir şekilde görülmektedir. Ayrıca siyah renkli görünen Al₂O₃ partiküllerinin de kısmen matris içerisinde oluştuğu SEM görüntülerinde görülmektedir.



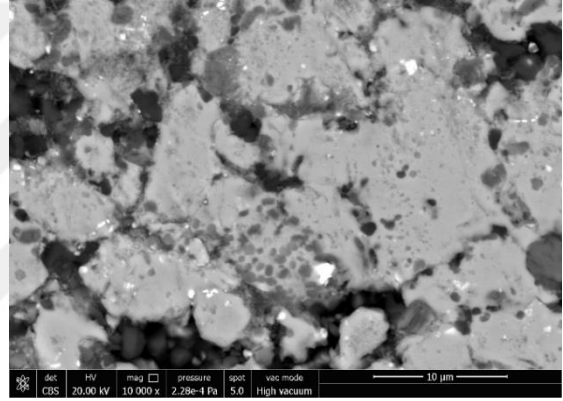
(a)



(b)



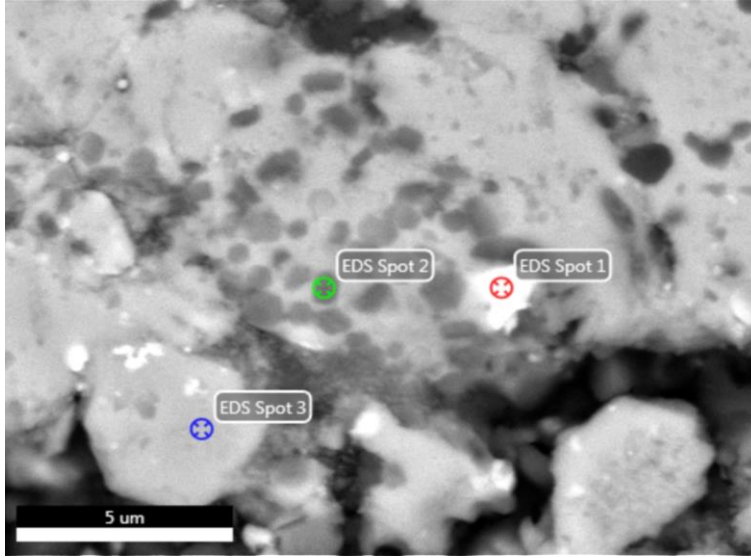
(c)



(d)

Şekil 4.23. S40 1-1, 40TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 177,5 HV_{0,2}, 31,5 MPa; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmeledeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 5000x; **d)** 10000x büyütmeledeki SEM-GSE görüntüleri

Şekil 4.24'te gösterilen S40 1-1 (40 TA) numaralı numunenin SEM-EDS için seçilen bölgesinde 3 farklı noktada yapılan EDS analiz sonuçları Çizelge 4.13'te sunulmuştur. Nokta 1'de W çok yüksek oranda bulunmaktadır. Bu noktadaki beyaz görünümünün, tungstenin yüksek atom numarasından kaynaklanmaktadır. Nokta 2'de yüksek oranda B (%34,79) ve Ti (%29,21) oluşumu görünmektedir. Bu da TiB₂'nin bu noktada olabileceğini göstermektedir. Nokta 3'te NiAl matrisi olduğu açıkça %73,88 Ni ve %25,03 Al değerlerine bakılarak anlaşılmaktadır.

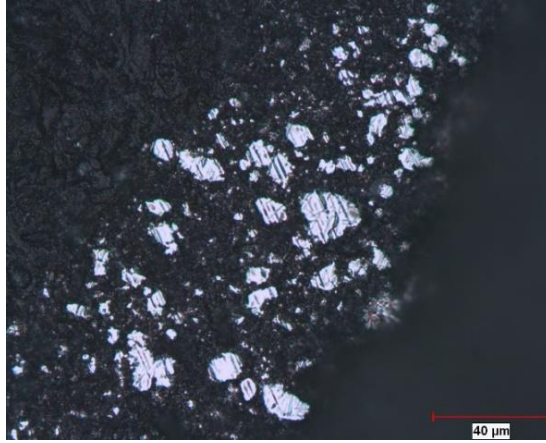


Şekil 4.24. S40 1-1, 40TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 177,5 HV_{0,2}, 31,5 MPa SEM-EDS için seçilen bölge ve analiz yapılan noktalar

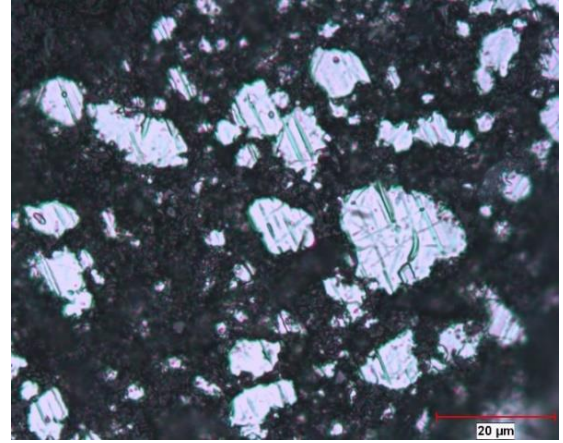
Çizelge 4.13. Şekil 4.24'te işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	B	W
1	2,69	22,95	4,89		68,24
2	5,60	28,81	29,21	34,79	1,60
3	25,03	73,88	0,56		

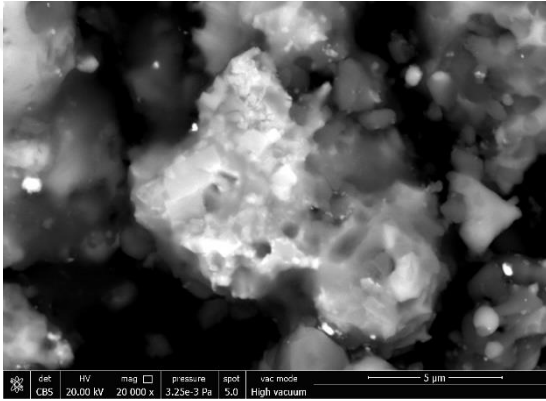
Mikroyapı görüntüleri Şekil 4.25'te sunulan S40 1-2 (40-30TA) numaralı numunedeki TiB₂ partiküllerinin matris içerisinde olduğu Şekil 4.25d'de 50000x SEM görüntüsünde görülmektedir. Fakat Al₂O₃ partiküllerinin matris dışında kaldığı düşünülmektedir.



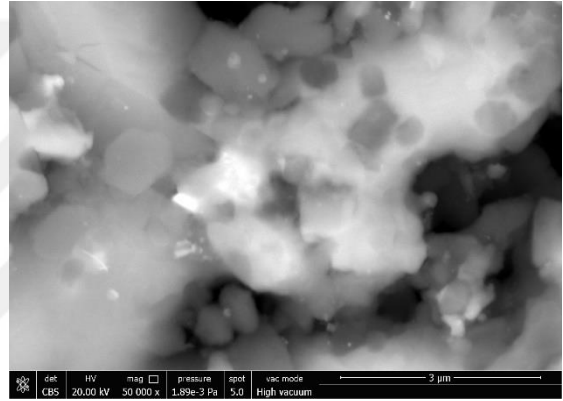
(a)



(b)



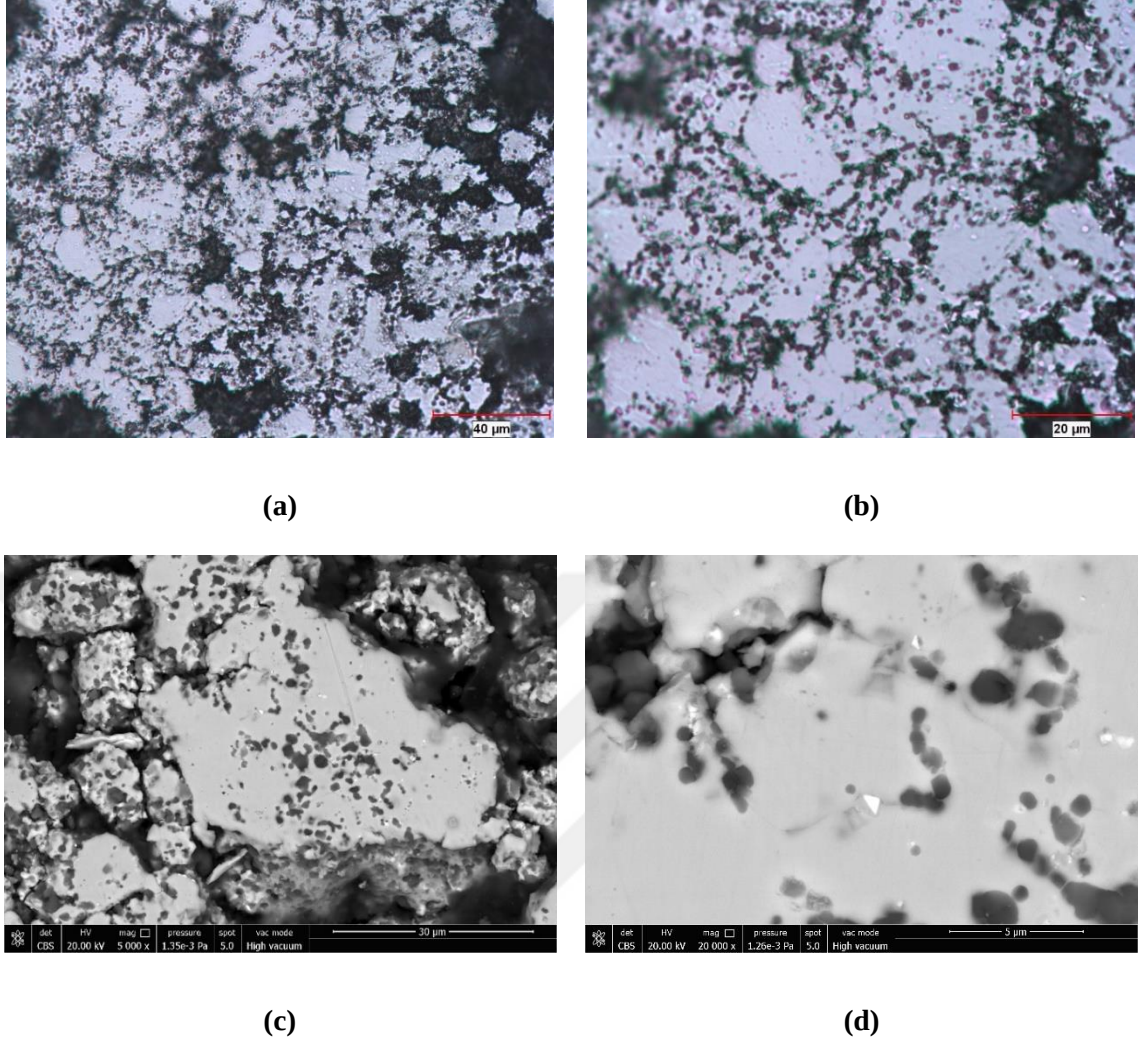
(c)



(d)

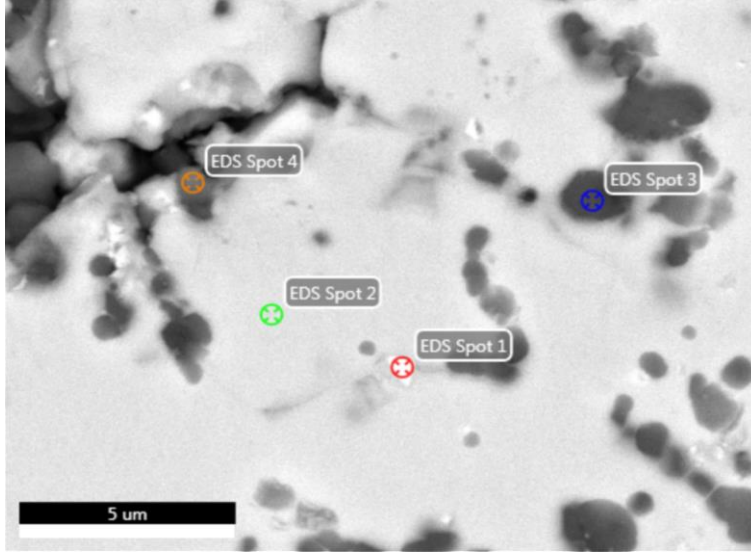
Şekil 4.25. S40 1-2, 40-30TA, 2 sō, %4 PEG, 1375°C 1 sa, 229,4 HV_{0,2}; **a)** 500x; **b)** 1000x büyötmelerdeki optik mikroskop göröntüleri; **c)** 20000x; **d)** 50000x büyötmelerdeki SEM-GSE göröntüleri

Mikroyapı göröntüleri Şekil 4.26’da sunulan S40 1-3 (40-30TA) numaralı numunede koyu gri renkli görönen TiB₂ partiköllerinin ve siyah renkte görönen Al₂O₃ partiköllerinin açık gri renkte sürekli olarak görönen NiAl matrisi içerisinde oluştüğü görölmektedir.



Şekil 4.26. S40 1-3, 40-30TA, 2 sÖ ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375 °C 1 sa, 246,4 HV_{0,2}; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmelelerdeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 5000x; **d)** 20000x büyütmelelerdeki SEM-GSE görüntüleri

Şekil 4.27’de gösterilen S40 1-3 (40-30TA) numaralı numunenin SEM-EDS için seçilen bölgesinde 4 farklı noktada yapılan EDS analiz sonuçları Çizelge 4.14’te sunulmuştur. Nokta 1’de öğütmeden kaynaklı yüksek oranda W ve C bulunmaktadır. Nokta 2’de yüksek oranda Ni ve Al oluşumu görünmesiyle bu noktanın NiAl matrisi olduğu ifade edilmelidir. Nokta 3’te yüksek oranda O (%35,13) ve Al (%44,09) değerlerine bakılarak Al₂O₃ partikülü olduğu anlaşılmaktadır. Aynı şekilde nokta 4’te de Al ve O oranları yüksektir, Al₂O₃ oluşumunun varlığından bu noktada söz edilebilmektedir.

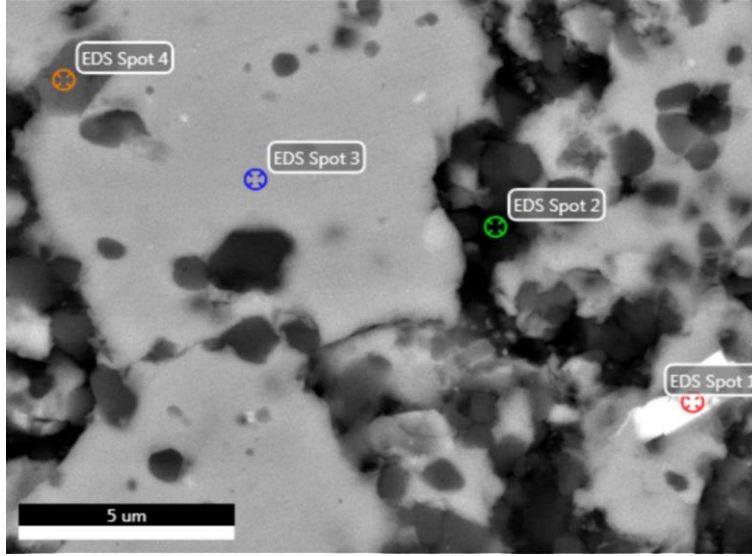


Şekil 4.27. S40 1-3, 40-30TA, 2 s ö ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375 °C 1 sa, 246,4 HV_{0,2} SEM-EDS için seçilen bölge ve analiz yapılan noktalar

Çizelge 4.14. Şekil 4.27’de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	W	C	O
1	7,46	29,12	22,63	24,44	16,34	
2	24,42	75,58				
3	44,09	19,16	1,62			35,13
4	23,64	15,73	8,53	1,69	12,69	37,71

Şekil 4.28’de S40 1-3 (40-30TA) numaralı numunenin SEM-EDS için seçilen ikinci bölge ve noktalar gösterilmektedir. Çizelge 4.15’te ise bu seçilen noktalarda yapılan EDS analiz sonuçları verilmiştir. Nokta 4’te %46,61 Ti ve %38,67 B bulunmaktadır. Bu durum bu noktadaki TiB₂ varlığını açıklamaktadır.



Şekil 4.28. S40 1-3, 40-30TA, 2 s ö ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375 °C 1 sa, 246,4 HV_{0,2} SEM-EDS için seçilen ikinci bölge ve analiz yapılan noktalar

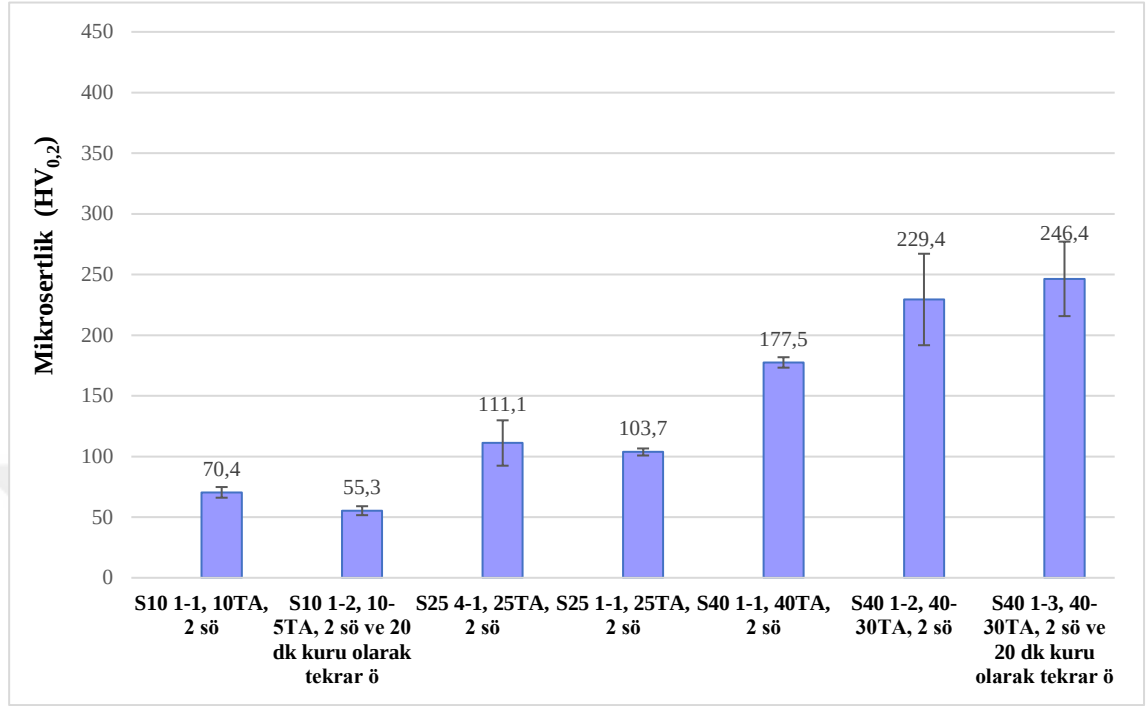
Çizelge 4.15. Şekil 4.28’de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	B	W	C	O	Ca	Fe	Cu
1	2,3	20,5	0,7		66,7	9,8				
2	43,1	39,7	5			3,3	8,7	0,2		
3	23,1	71,1					2,9	1,5	0,5	0,9
4	3,7	10,4	46,6	38,7	0,7					

4.2.2.2. Mikrosertlik ölçüm sonuçları

İkinci gruptaki mikrosertlik değerleri ölçülmüş olan numunelerin mikrosertlik grafiği aşağıdaki Şekil 4.29’da verilmektedir. HYS ile üretilen aynı parametrelerde sinterlenmiş 10-5TA takviyesi içeren NiAl matrisli numunenin mikrosertliği en düşükken ($55,3 \pm 3,7$ HV_{0,2}), 2 saat ve sonrasında 20 dakika kuru olarak olmak üzere iki kez öğütülen S40 1-3 (40-30TA) numunesinin mikrosertliği ikinci grubun en yüksek değeri olan $246,4 \pm 30,7$ HV_{0,2}’yi göstermektedir. S40 1-1 (40TA) numaralı numunenin mikrosertlik değeri, 40-30TA olan numunelerin mikrosertliklerinden daha az olduğu

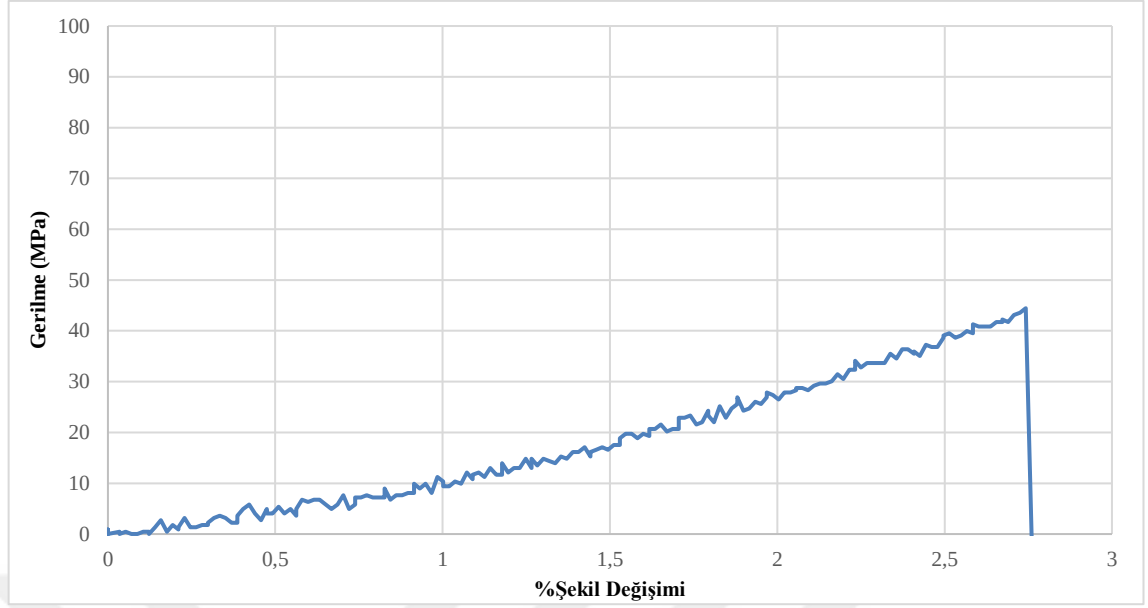
görülmektedir. TiB_2 , Al_2O_3 takviye oranı %30'a kadar arttıkça sertliğin de arttığı söylenebilmektedir.



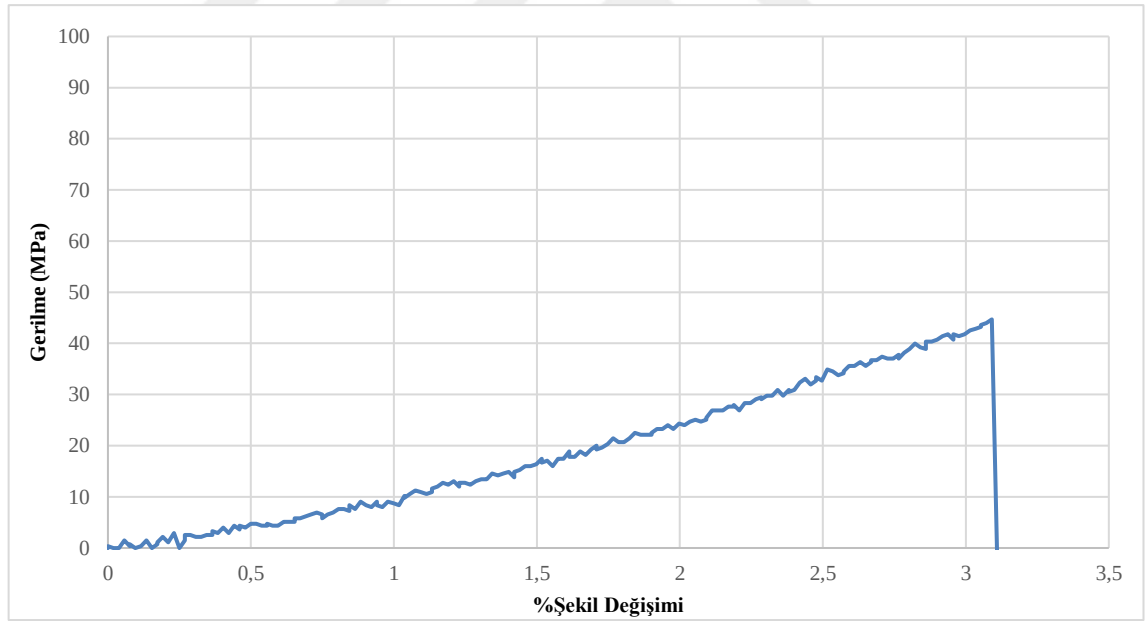
Şekil 4.29. İkinci gruptaki numunelerin numaralarına göre mikrosertlik değerlerini içeren grafik

4.2.2.3. Üç- Nokta eğme testi sonuçları

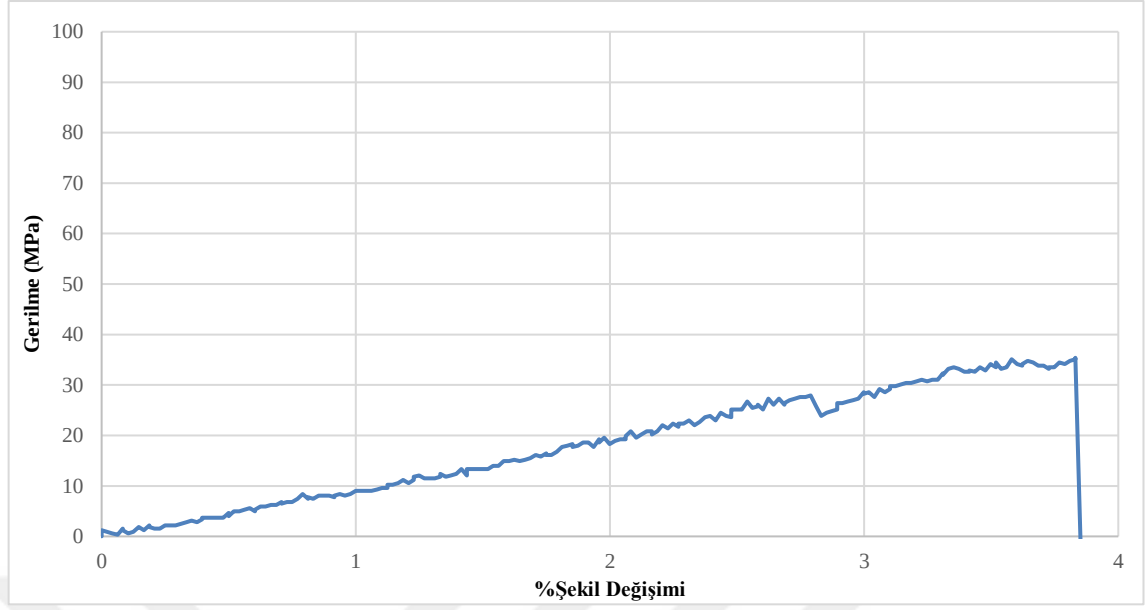
Bu bölümde ikinci gruba ait olan her bir numunenin gerilme - %şekil değişimi grafikleri verilmiştir. Bu aynı sinterleme parametrelerinde sinterlenen numunelerden %4 PEG içeren S25 1-1 (25TA) numaralı numunede en yüksek dayanım (47,55 MPa) görülürken, %1 PEG içeren S25 4-1 (25TA) numaralı numunede en yüksek %şekil değişimi %3,93 olarak görülmektedir. En düşük dayanım ve %şekil değişim değerleri ise 40-30TA takviye içeren numunelerde görülmektedir. Dayanım değerlerinin literatüre kıyasla düşük olmasının nedeninin, parçaların düşük yoğunluğu olduğu düşünülmektedir.



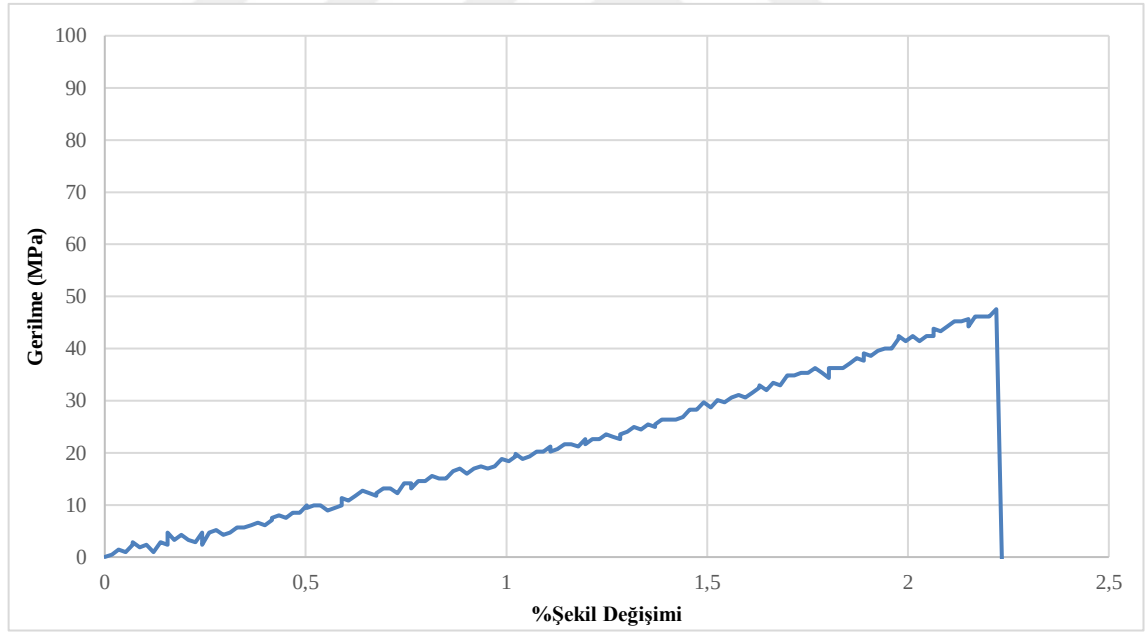
Şekil 4.30. S10 1-1 (10TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği



Şekil 4.31. S10 1-2 (10-5TA, 2 sö ve 20 dk kuru olarak tekrar ö, %4 PEG, 1375°C 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği



Şekil 4.32. S25 4-1 (25TA, 2 sö, %1 PEG, 1375°C 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil deęiřimi grafięi



Şekil 4.33. S25 1-1 (25TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil deęiřimi grafięi



Şekil 4.34. S40 1-1 (40TA, 2 sö, %4 PEG, 1375°C 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği

4.3. Üçüncü Grup Bulguları

Bu grupta HYS ile üretilmiş olan %100 TiB₂, Al₂O₃ tozlarına ve %90 TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl tozlarına yüksek oranda NiAl matris oluşturacak şekilde (%80-90) elementel nikel ve alüminyum tozları eklenip presleme işlemi sonrası sinterleme işlemi uygulanmıştır. Bu tozların ısıtılması sırasında yanma sentezi, yani eklenen nikel ve alüminyum arasında ekzotermik reaksiyon gerçekleşeceği düşünülmüştür.

4.3.1. Üçüncü grup toz deneyleri bulguları

Aşağıdaki Çizelge 4.16'da bu grupta yapılan toz deneylerinin ateşlenme sıcaklıkları, sentez sonrası ulaştıkları en yüksek sıcaklıklar, sentez öncesi ve sonrası tartılan toz ağırlıkları verilmiştir.

Çizelge 4.16. Üçüncü grupta yapılmış olan toz deneylerinin sentezinde elde edilen değerler

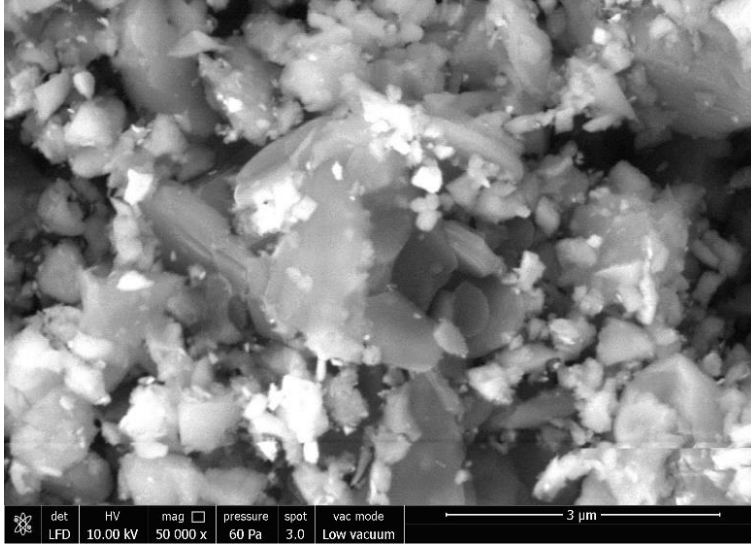
Toz deney numarası	TiB ₂ , Al ₂ O ₃ oranı (hac. %)	Ateşlenme sıcaklığı (°C)	Ulaştığı maksimum sıcaklık (°C)	Sentez öncesi toz ağırlığı (g)	Sentez sonrası toz ağırlığı (g)
13.2	100	1157	1373	1,27	0,34
13.3	100	1126	1288	1,27	0,60
13.4	100	1128	1246	1,24	0,42
14.1	90	1148	1711	1,22	0,88
14.2	90	1052	1347	1,20	0,49

13.1. toz deney numaralı (%100 TiB_2 , Al_2O_3) pelet ateşlenmesi vakumsuz denenmiştir fakat ateşlenememiştir.

13.2. toz deney numaralı (%100 TiB_2 , Al_2O_3) pelet 55. saniyede 1157 °C'de ateşlenmiştir. Ateşlendiği andan itibaren numune saçılmıştır ve bu yüzden maksimum sıcaklık 1373 °C olarak okunmuştur. Sentez sonrası ağırlık 0,38 g olarak kaydedilmiştir.

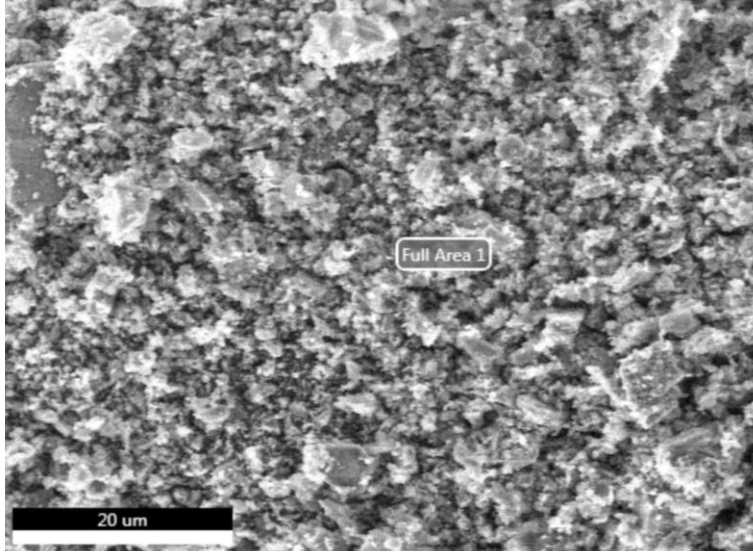
13.3. toz deney numaralı (%100 TiB_2 , Al_2O_3) pelet 58. saniyede 1126 °C' de ateşlenmiştir. Ateşlendiği andan itibaren numune saçılmıştır ve bu yüzden maksimum sıcaklık 1288 °C olarak okunmuştur. Sentez sonrası ağırlık 0,60 g olarak kaydedilmiştir.

13.4. toz deney numaralı (%100 TiB_2 , Al_2O_3) pelet 64. saniyede 1128 °C' de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık 1246 °C'ye kadar çıkmıştır Sentez sonrası ağırlığı 0,42 g olarak not edilmiştir. Şekil 4.35'te üretilen %100 TiB_2 , Al_2O_3 tozunun taramalı elektron mikroskobu ile alınmış olan görüntüsü verilmektedir. 2 saat boyunca öğütülerek oluşan toz parçacıklarının 3 mikrondan küçük olduğu görülmektedir.



Şekil 4.35. %100 TiB_2 , Al_2O_3 tozunun SEM görüntüsü

Şekil 4.36'da gösterilen %100 TiB_2 , Al_2O_3 tozunun SEM-EDS için seçilen bölgesinde yapılan EDS analiz sonuçları Çizelge 4.17'de verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre seçilen bu bölgede ağırlıkça %42,28 olarak en yüksek O ve %29,63 Al varlığı ile Al_2O_3 oluşumunun gerçekleştiğini kanıtlamaktadır. Ayrıca %18,06 Ti'nin de varlığı görülmektedir. Bor elementinin atom numarasının düşüklüğünden kaynaklı borun varlığı bu analizle algılanamamıştır. Ama TiB_2 'nin başarıyla oluşturulduğu düşünülmektedir.



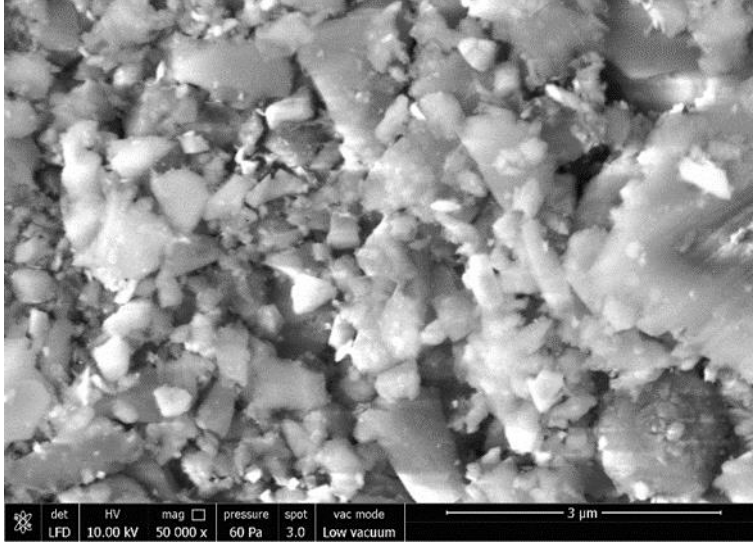
Şekil 4.36. %100 TiB₂, Al₂O₃ tozunun SEM-EDS için seçilen bölge (tüm alan)

Çizelge 4.17. Şekil 4.36'daki tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ti	O	W	Fe	Co
1	29,63	18,06	42,28	5,50	0,83	0,79

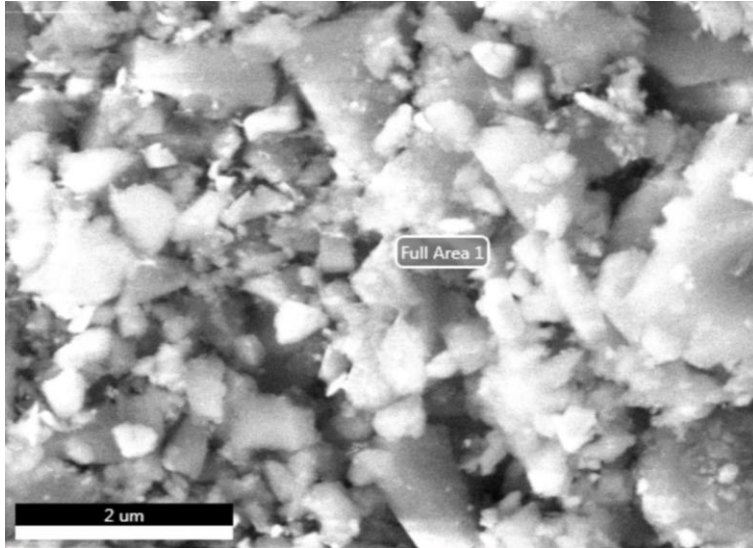
14.1. toz deney numaralı (%90 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) pelet 58. saniyede 1148 °C'de ateşlenmiştir. Maksimum sıcaklık 1711 °C'ye çıkmıştır. Sentez sonrası ağırlık 0,88 g olarak okunmuştur.

14.2. toz deney numaralı (%90 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl) pelet 58. saniyede 1052 °C'de ateşlenmiştir. Ateşlendiği andan itibaren numune saçılmıştır ve bu yüzden maksimum sıcaklık 1347 °C olarak okunmuştur. Sentez sonrası ağırlık ise 0,49 g olarak okunmuştur. Şekil 4.37'de üretilen %90 TiB₂, Al₂O₃ takviye içeren NiAl tozunun taramalı elektron mikroskobu ile alınmış olan görüntüsü verilmektedir. 2 saat öğütme sonrası oluşan toz parçacıklarının 3 mikrondan küçük olduğu görülmektedir.



Şekil 4.37. %90 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM görüntüsü

Şekil 4.38’de gösterilen %90 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölgesinde yapılan EDS analiz sonuçları Çizelge 4.18’de verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre seçilen bu bölgede ağırlıkça %42,19 olarak en yüksek O ve %34,77 Al’in bir kısmı ile Al₂O₃ oluşumu gerçekleşmektedir. Bu bölgede %12,50 Ti’nin de varlığı görülmektedir. Bor elementinin atom ağırlığının düşüklüğünden kaynaklı B varlığı bu analizle algılanamamıştır. Ama TiB₂’nin başarıyla oluşturulduğu düşünülmektedir. Ayrıca %5,04 Ni ile Al’in bir kısmının da NiAl’i oluşturduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.38. %90 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozunun SEM-EDS için seçilen bölge (tüm alan)

Çizelge 4.18. Şekil 4.38’deki tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	O	W
1	34,77	5,04	12,50	42,19	5,50

4.3.2. Üçüncü grup sinterleme deneyleri bulguları

Bu grupta sinterlenmiş parçalar, üretilmiş olan tozlara yüksek oranda (%80-90) elementel Ni ve Al eklenmesi sonrasında preslenmesi ve sinterlenmesi ile elde edilmiştir. Numune numarasının başında S olması o parçanın sinterlendiği anlamına gelmektedir. S’in yanındaki sayı numunedeki nihai takviye oranını göstermektedir. Diğer sayılar ise deney sırasını ifade etmektedir. Sinter öncesi %90 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozuna %80 oranında Ni ve Al eklenmesi ile takviye oranı %10’a düşürülmüş ise bu fark numune kodları ile belirtilmiştir (90-10TA gibi).

Bu gruptaki parçaların fırında ısıtma sırasında, eklenmiş olan elementel Ni ve Al arasındaki ekzotermik reaksiyon sonucunda sıcaklığının ani bir şekilde arttığı düşünülmektedir. Parçaların alt ve üst yüzeylerinde bir miktar bombe olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.19’da üçüncü grupta yapılmış olan numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası boyutlarındaki ve ağırlıklarındaki değişimler gösterilmektedir.

Çizelge 4.19. Üçüncü grupta üretilen tozların preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilen parçaların sinterleme öncesi ve sonrası değerleri

Sinterlenen numune numarası	Sinterlenen numunelerin kodu	Sinter öncesi ağırlık (g)	Sinter öncesi kalınlık (mm)	Sinter sonrası kalınlık (mm)	Sinter öncesi genişlik (mm)	Sinter sonrası genişlik (mm)	Sinter öncesi uzunluk (mm)	Sinter sonrası uzunluk (mm)
S0 1-2	Takviyesiz NiAl	1,1253	2,71		6,05		16,02	
S0 1-3	Takviyesiz NiAl	1,0855	2,71	4,3	6,05	6,65	16,02	13,14
S10 1-3	100-10TA	1,0884	2,76		6,05		16,02	
S10 1-4	100-10TA	1,122	2,71	3,7	6,05	5,7	16,02	14,5
S10 1-5	90-10TA	1,0972	2,72		6,05		16,02	
S10 1-6	90-10TA	1,0828	2,71	3,65	6,05	6,65	16,02	14,4

Üçüncü grupta sinterlenmiş numuneler ikiyeşerli olarak aynı içerikli numuneler üretilmesinden dolayı sadece birer tanesinin yoğunlukları ve mikroyapıları incelenmiştir.

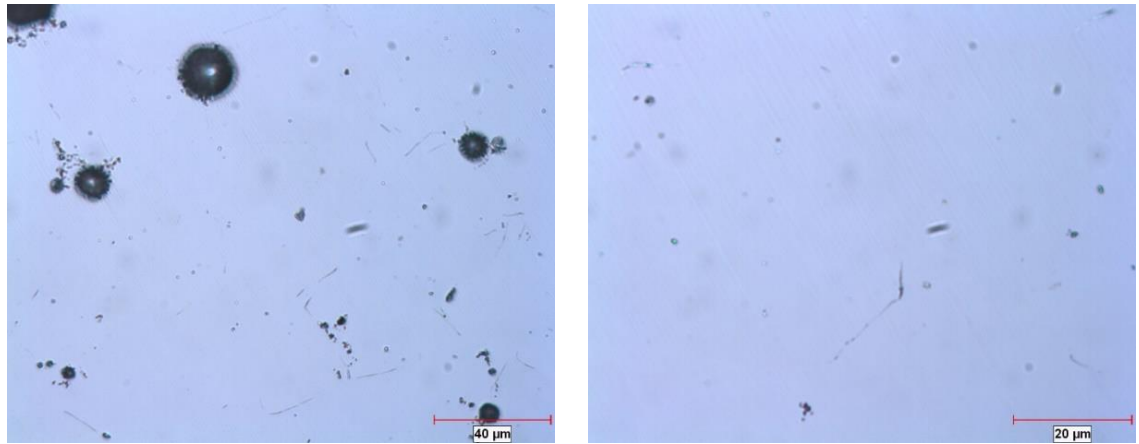
Üçüncü gruptaki numunelerin %teorik yoğunlukları hesaplanmış olup Çizelge 4.20’de değerler verilmiştir. %teorik yoğunluğu en yüksek numune %78,7 ile S0 1-3 numaralı (NiAl) numunedir. En düşük %teorik yoğunluk ise S10 1-6 (90-10TA) numaralı numunede hesap edilmiştir. Bu numunede düşük yoğunluk çıkmasının sebebinin gözenekli yapısından kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

Çizelge 4.20. Üçüncü gruptaki numunelerin yoğunluk değerleri

Numune numarası	Numune kodu	Numune yoğunluğu	Teorik yoğunluk	%Teorik yoğunluk
S0 1-3	Takviyesiz NiAl	4,6	5,9	78,7
S10 1-4	100-10TA	4,1	5,72	71,1
S10 1-6	90-10TA	3,4	5,72	59,4

4.3.2.1. Mikroyapı ve EDS incelemeleri

Mikroyapı görüntüleri Şekil 4.39’da sunulan S0 1-3 (öğütülmemiş takviyesiz NiAl) numaralı numunede küresel kısmi gözeneklerle birlikte sürekli olarak NiAl fazı görülmektedir.

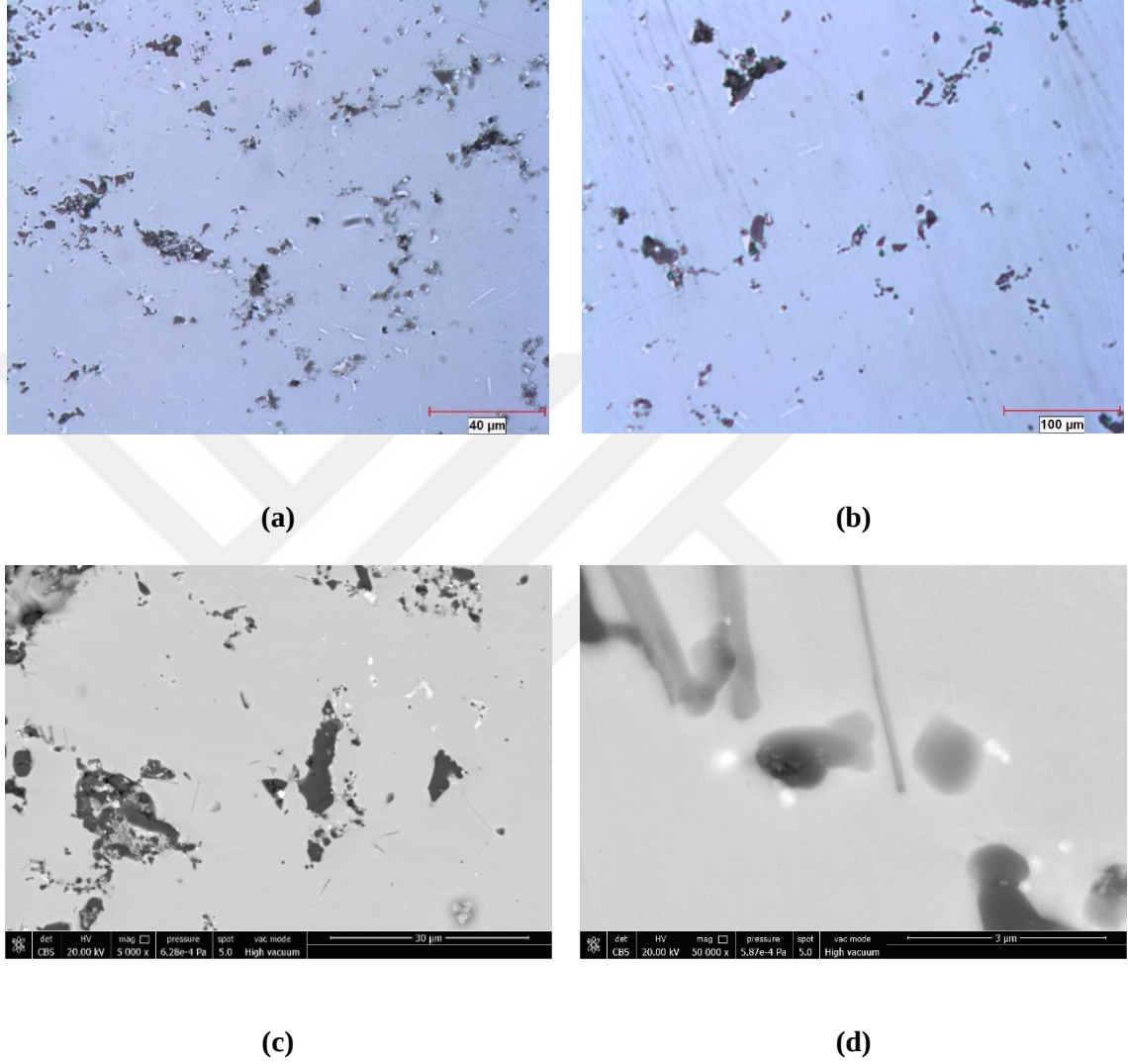


(a)

(b)

Şekil 4.39. S0 1-3, öğütülmemiş takviyesiz NiAl, 1020-1100 °C arasında 1 sa, 311,3 HV_{0,2}, 172,9 MPa; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmelerdeki optik mikroskop görüntüleri

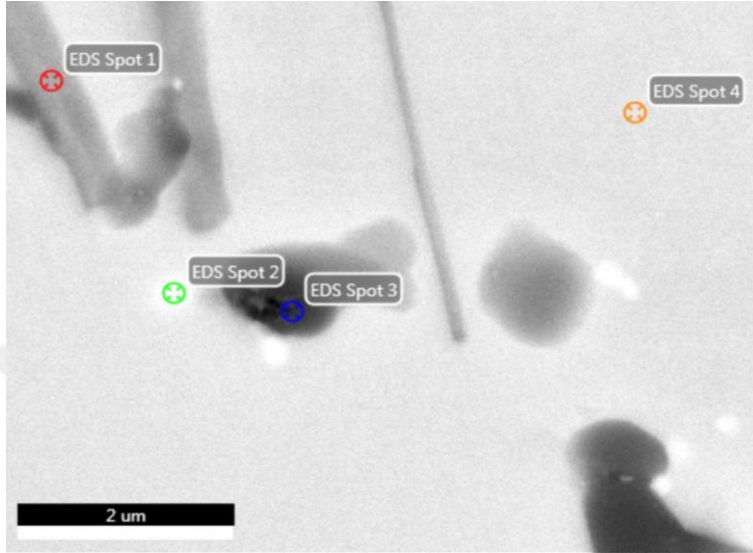
Şekil 4.40'ta S10 1-4 (100-10TA) numaralı numunenin optik mikroskop ve SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 4.40 d'de 50000x büyütmedeki SEM görüntüsü verilen bu numunede NiAl matris içerisinde ince uzun şekilde görülen partiküllerin TiB_2 olduğu düşünülürken, siyah daha oval olarak görünen partikülün ise Al_2O_3 olabileceği ihtimali düşünülmektedir.



Şekil 4.40. S10 1-4, 100-10TA, 2 s, 1020-1100 °C arasında 1 sa, 350 HV_{0,2}, 329,5 MPa; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütmelerdeki optik mikroskop görüntüleri; **c)** 5000x; **d)** 50000x büyütmelerdeki SEM-GSE görüntüleri

S10 1-4 (100-10TA) numaralı numunenin SEM-EDS analizi için seçilen bölge ve bu bölge üzerindeki 4 farklı noktalar Şekil 4.41'de verilmiştir. Çizelge 4.21'de bu seçilen 4 noktanın analiz sonucu gösterilmektedir. Nokta 1'de yüksek oranda B ve Ti oluşumu ile bu noktada TiB_2 oluşumu dikkat çekmektedir. Nokta 2'de Ni elementinin çokluğu göz önüne alındığında ve %19,52 Al ile bu noktada NiAl matrisinin oluşumundan bahsedilebilmektedir. Nokta 3'te Ni ve Al'in %28 gibi neredeyse aynı oranlarda bulunması ile bu noktada NiAl'den bahsedilebilirken ayrıca %20,10 O ile de

alüminyumun Al_2O_3 oluşturduğu düşünülmektedir. Ek olarak, bu noktada %20,54 B ve %1,60 Ti bulunmaktadır. Bu gözlem, reaksiyon ürünü olarak oluşan TiB_2 ve Al_2O_3 'ün iç içe olduğu bölgeler bulunduğunu ve öğütme ile TiB_2 ve Al_2O_3 fazlarının birbirinden ayrılmamış olabileceğini göstermektedir. Nokta 4'te sadece Ni ve Al elementlerinin oluştuğunun görülmesi bu noktanın NiAl matrisi olduğu kanıtlanmaktadır.



Şekil 4.41. S10 1-4, 100-10TA, 2 sö, 1020-1100 °C arasında 1 sa, 350 HV_{0,2}, 329,5 MPa SEM-EDS için seçilen bölge

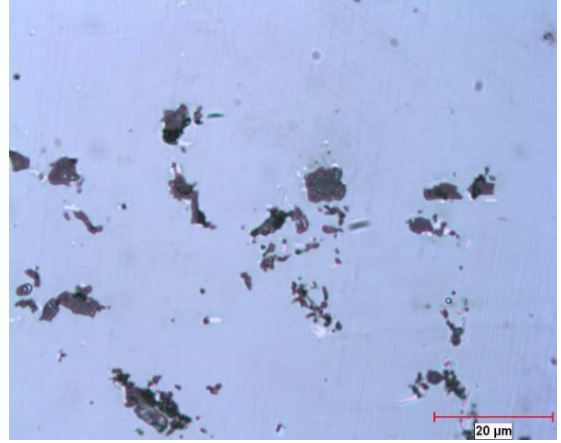
Çizelge 4.21. Şekil 4.41’de işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	B	O	W
1	8,56	20,05	24,74	38,33	5,40	2,91
2	19,52	38,00	9,66	18,97	4,51	9,34
3	28,16	28,94	1,60	20,54	20,10	0,66
4	32,70	67,30				

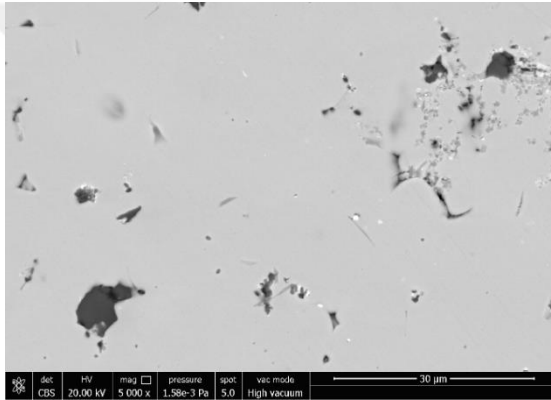
Şekil 4.42’de S10 1-6 (90-10TA) numaralı numunenin optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri sunulmuştur. Şekil 4.42 d’de 20000x büyütmedeki SEM görüntüsü verilen bu numunenin NiAl matrisi içerisinde bulunan koyu renkli daha uzun olarak görülen partiküllerin TiB_2 ’ye ait olduğu, daha oval ve bazen gözeneklere dolmuş olarak daha koyu görünen partiküllerin ise Al_2O_3 ’e ait olduğu düşünülmektedir.



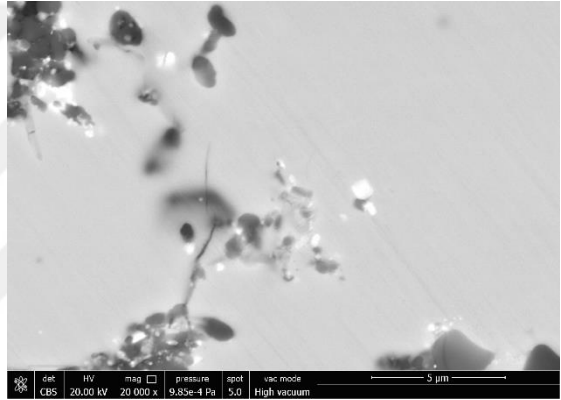
(a)



(b)



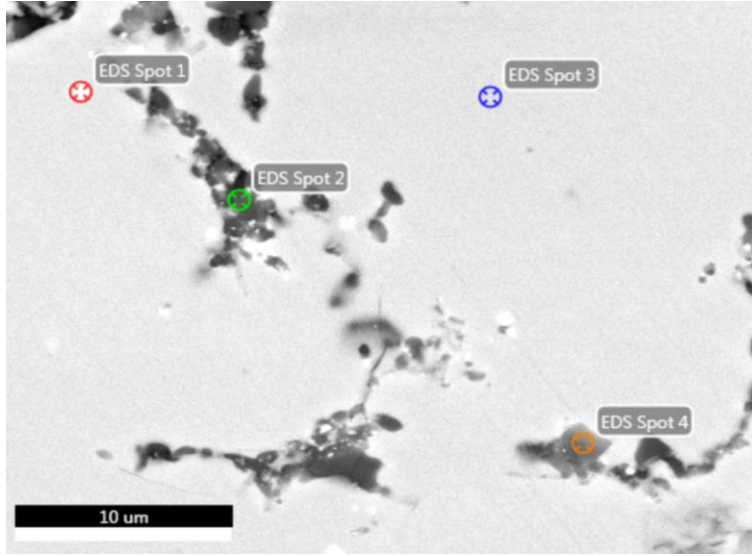
(c)



(d)

Şekil 4.42. S10 1-6, 90-10TA, 2 s, 1020-1100 °C arasında 1 sa sinter, 371,3 HV_{0,2}, 305,9 MPa; **a)** 500x; **b)** 1000x büyütme optik mikroskop görüntüleri; **c)** 5000x; **d)** 20000x büyütme SEM-GSE görüntüleri

S10 1-6 (90-10TA) numaralı numunenin SEM-EDS analizi için seçilen bölge ve bu bölge üzerindeki 4 farklı noktalar aşağıda Şekil 4.43'te verilmiştir. Çizelge 4.22'de bu seçilen 4 noktanın analiz sonucu gösterilmektedir. Nokta 1'de yüksek oranda Ti ve B elementinin bulunmasından dolayı bu noktada TiB₂ oluşumundan söz edilebilmektedir. Nokta 2'de %40 oranlarında Al ve O elementlerinin bulunması bu noktada Al₂O₃'ün varlığını göstermektedir. Nokta 3'te sadece Ni ve Al elementlerinin görülmesi bu noktanın NiAl matrisi olduğunu açıkça göstermektedir. Nokta 4'te yüksek oranlarda Ni (%32,62), Al (%38,39) ve O (%27,91) elementleri bulunmaktadır. Bu analiz sonucu göz önüne alındığında, alüminyumun bir kısmı ile nikel NiAl'i, alüminyumun kalan kısmı ile oksijenin Al₂O₃'ü oluşturduğu düşünülmektedir.



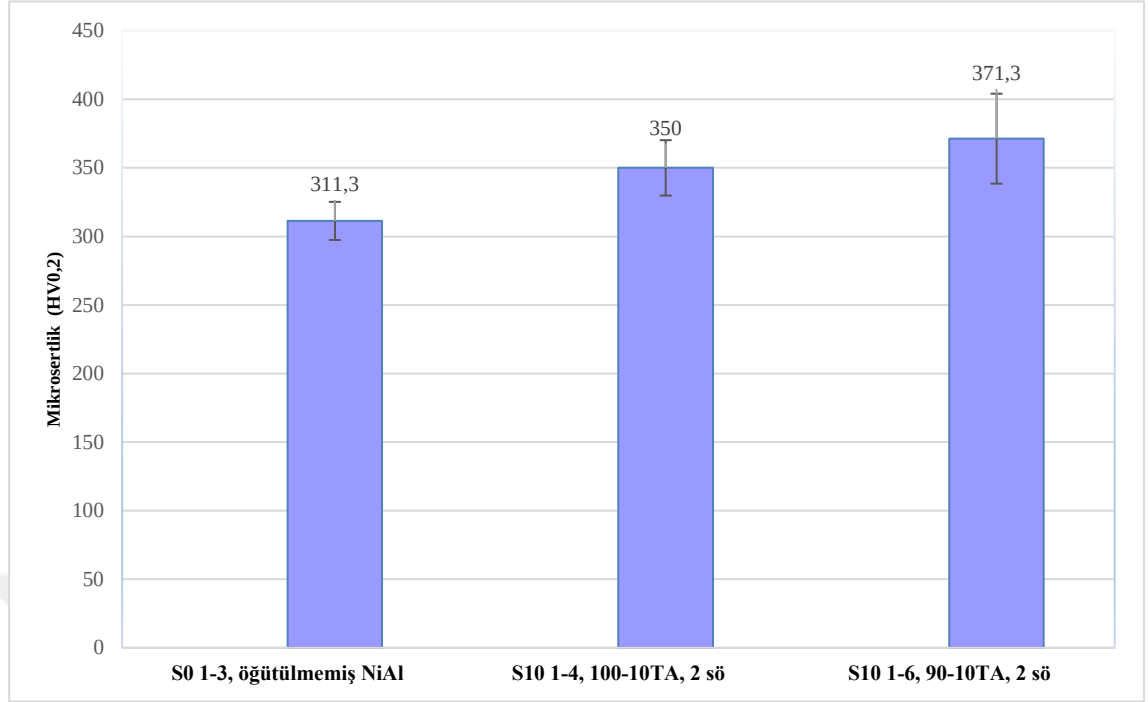
Şekil 4.43. S10 1-6, 90-10TA, 2 s, 1020-1100 °C arasında 1 sa sinter, 371,3 HV_{0,2}, 305,9 MPa SEM-EDS için seçilen bölge

Çizelge 4.22. Şekil 4.43'te işaretlenmiş olan noktaların EDS analiz sonuçları (ağ%)

Nokta	Al	Ni	Ti	B	O	W
1	9,66	27,15	25,12	20,52	0,85	16,70
2	41,07	7,59	7,83		40,54	2,96
3	31,78	68,22				
4	38,39	32,62	1,08		27,91	

4.3.2.2. Mikrosertlik ölçüm incelemeleri

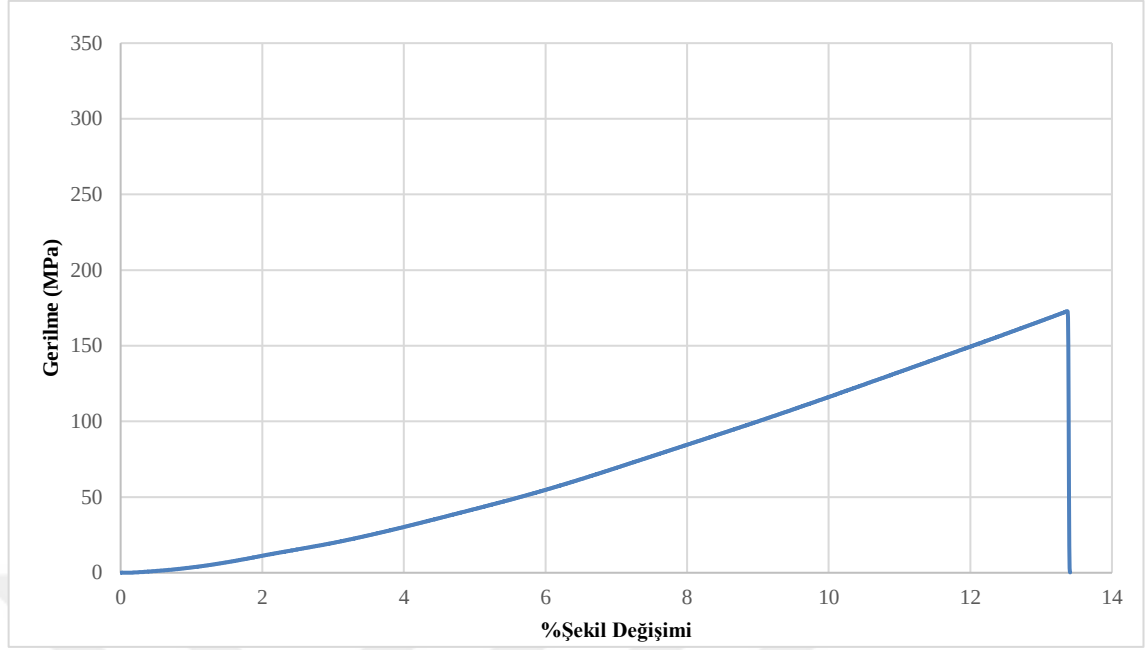
Üçüncü gruptaki mikrosertlik değerleri ölçülmüş olan numunelerin mikrosertlik grafiği Şekil 4.44'te verilmektedir. HYS ile üretilen aynı parametrelerde sinterlenmiş S10 1-6 (90-10TA) numaralı numunenin mikrosertliği ($371,3 \pm 32,8$ HV_{0,2}) S 10 1-4 (100-10TA) numaralı numunenin mikrosertliğinden ($350 \pm 20,2$ HV_{0,2}) daha yüksek olduğu görülmektedir. S10 1-6 (90-10TA) parçanın üretiminde kullanılan Al₂O₃, TiB₂ tozunun üretilirken %10 NiAl içermesi bu farkı yaratıyor olabilir. Ayrıca beklenildiği gibi takviyesiz NiAl'in (S0 1-3 numaralı numune) mikrosertlik değeri ($311,3 \pm 13,9$ HV_{0,2}) diğerlerinden daha düşüktür.



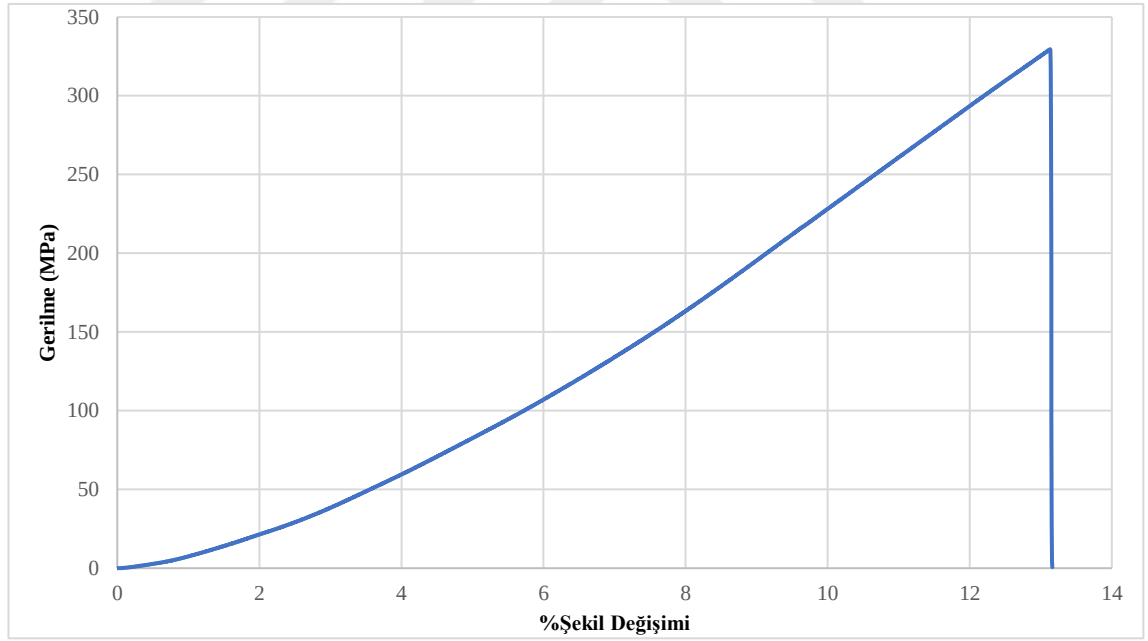
Şekil 4.44. Üçüncü gruptaki numunelerin numaralarına ve içeriklerine göre hazırlanmış olan ortalama mikrosertlik değerleri

4.3.2.3. Üç-Nokta eğme testi incelemeleri

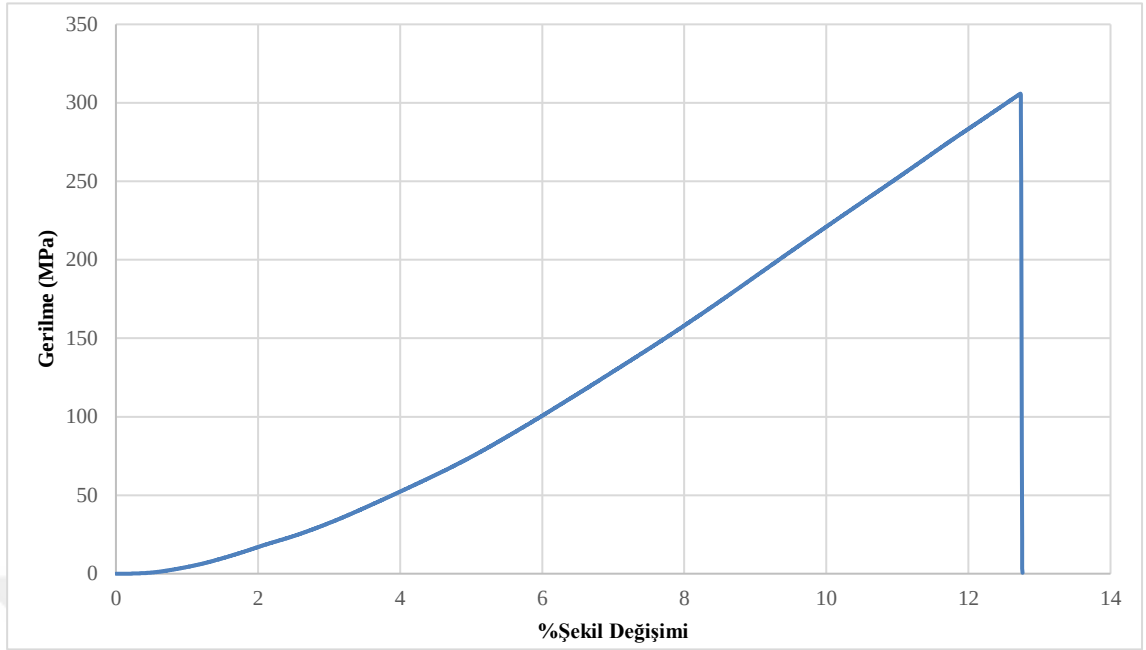
Bu başlık altında üçüncü gruba ait olan her bir numunenin gerilme - %şekil değişimi grafikleri verilmiştir. Bu aynı sinterleme parametrelerinde sinterlenen numunelerden S10 1-4 (100-10TA) numunede en yüksek dayanım (329,53 MPa) görülürken, Ni ve Al tozlarının karıştırılıp preslendikten sonra sinterlenmesiyle üretilen sadece NiAl içeren numunede en düşük dayanım değeri (172,88 MPa) görülmektedir. %şekil değişimleri bu grup için %13,37-12,79 arasında değişmekle birlikte, 3 numunenin de birbirine yakın değerleri olduğu söylenebilir. En yüksek %şekil değişimi sadece NiAl içeren numuneye aitken, en düşük değer ise S10 1-6 (90-10TA) numaralı numuneye aittir.



Şekil 4.45. S0 1-3 (öğütülmemiş takviyesiz NiAl, 1020-1100 °C arasında 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği



Şekil 4.46. S10 1-4 (100-10TA, 2 s, 1020-1100 °C arasında 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği



Şekil 4.47. S10 1-6 (90-10TA, 2 s, 1020-1100 °C arasında 1 sa) numaralı numunenin gerilme - %şekil değişimi grafiği

5. SONUÇLAR

Bulgular ve Tartışma bölümünde her grup için ayrı ayrı sunulmuş olan sonuçlar, bu bölümde karşılaştırmalı olarak birlikte sunulmaktadır ve önemli sonuçlar verilmektedir.

5.1. Yoğunluklar

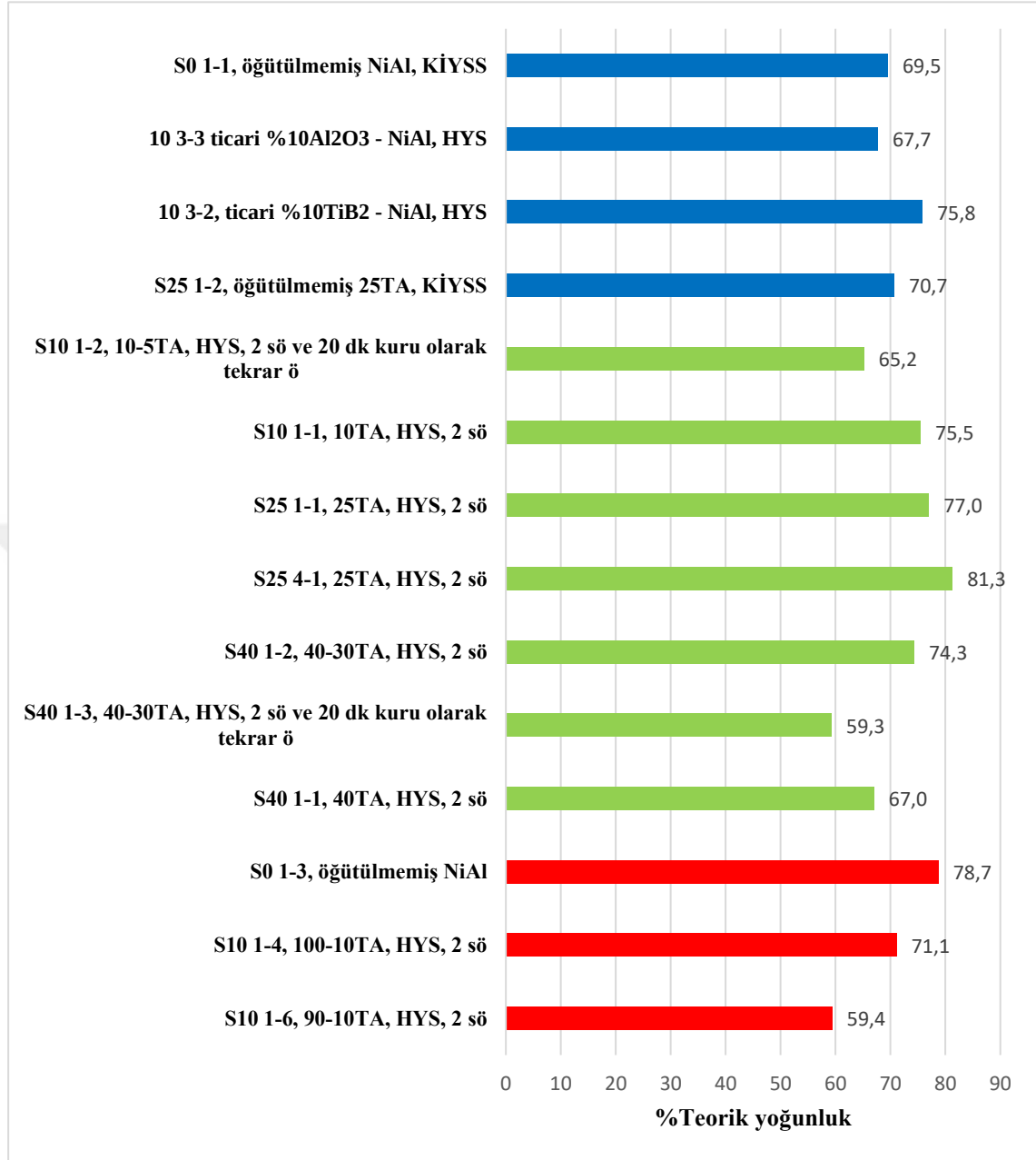
Şekil 5.1’de üç grupta yer alan numunelerin %teorik yoğunluk değerleri karşılaştırmalı grafik olarak verilmiştir. % teorik yoğunluk değerleri en yüksek %81’e ulaşmıştır. TiB_2 , Al_2O_3 takviyeli NiAl matrisli kompozitlerin elde edilmesi için bu çalışmada uygulanmış olan 3 yöntem yoğunluk değerlerinde belirgin bir fark yaratmamıştır.

Birinci grupta KİYSS ile üretilip sinterlenen %25 TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl kompozitinin %teorik yoğunluğunun, ikinci grupta HYS ile üretilip sinterlenen %25 TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl kompozitlerinin %teorik yoğunluğundan daha düşük çıkmıştır. Bu durumun nedeni, ikinci gruptaki tozların öğütülmüş olması olabilir.

İkinci grupta Ni ve Al eklendikten sonra kuru olarak tekrar öğütülen numunelerin (S40 1-3 ve S10 1-2) yoğunluklarında azalma görülmüştür. Bu bilgi ile, tekrar kuru olarak öğütmenin yoğunluklarda düşüşe sebep olduğu söylenebilir.

Ayrıca, üçüncü grupta üretilen %90 TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl ve %100 TiB_2 , Al_2O_3 tozlarına yüksek oranda (%80-90) Ni ve Al eklenerek takviye oranlarının %10’a düşürülmesiyle elde edilen S10 1-4 (100-10TA) ve S10 1-6 (90-10TA) numunelerinin %teorik yoğunlukları, ikinci grupta bulunan S10 1-1 (10TA) numunenin %teorik yoğunluğundan daha düşüktür. Bu durumun nedeni, 3. grup numunelerin ısıtma (sinterleme) sırasında meydana gelen ekzotermik reaksiyon sonucunda sıcaklıklarındaki artış ile bir miktar şişmesi olabilir.

Genel olarak sinterleme sıcaklığının yeterli olamamasından kaynaklı %teorik yoğunluk değerlerinin düşük olabileceği düşünülmüştür. Kullanılan fırının 1375 °C’den fazla sıcaklığa çıkamamasından dolayı, daha yüksek sıcaklıklarda sinterleme işlemi denemesi gerçekleştirilememiştir.

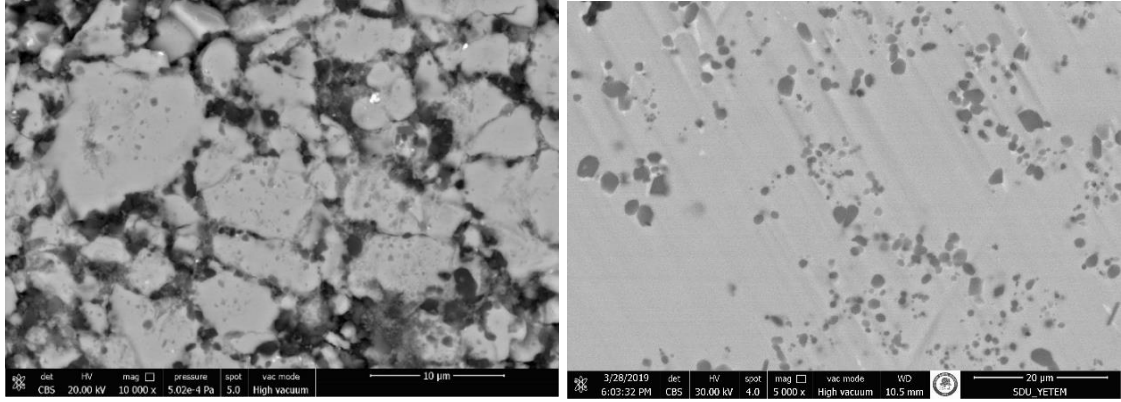


Şekil 5.1. Üç grubun %teorik yoğunluk değerleri. 1. grup: mavi, 2. grup: yeşil, 3. grup: kırmızı ile gösterilmektedir

5.2. Mikroyapılar

Üretilen TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl matrisli kompozitlerin yapıları incelendiğinde, NiAl parçacıklarının içinde TiB₂ parçacıklarının bulunduğu görülmüştür (Şekil 5.2). Al₂O₃ parçacıklarının ise daha çok NiAl'in tane sınırlarında bulunduğu görülmüştür (Şekil 5.2a). HYS ile üretilen ve öğütülen tozun preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilen kompozitte NiAl parçacıkları ve bunların içinde TiB₂ parçacıkları görülmektedir. KİYSS ile üretilen parçada ise nispeten daha büyük NiAl parçaları bulunmaktadır (Şekil 5.2b). Öğütme işlemi uygulanmış olan tozlardan üretilen

kompozitlerin mikroyapılarında W içeren parçacıkların bulunduğu görülmüştür. Bunun nedeninin, WC öğütme ortamından numuneye karışan parçacıklar olduğu düşünülmüştür.

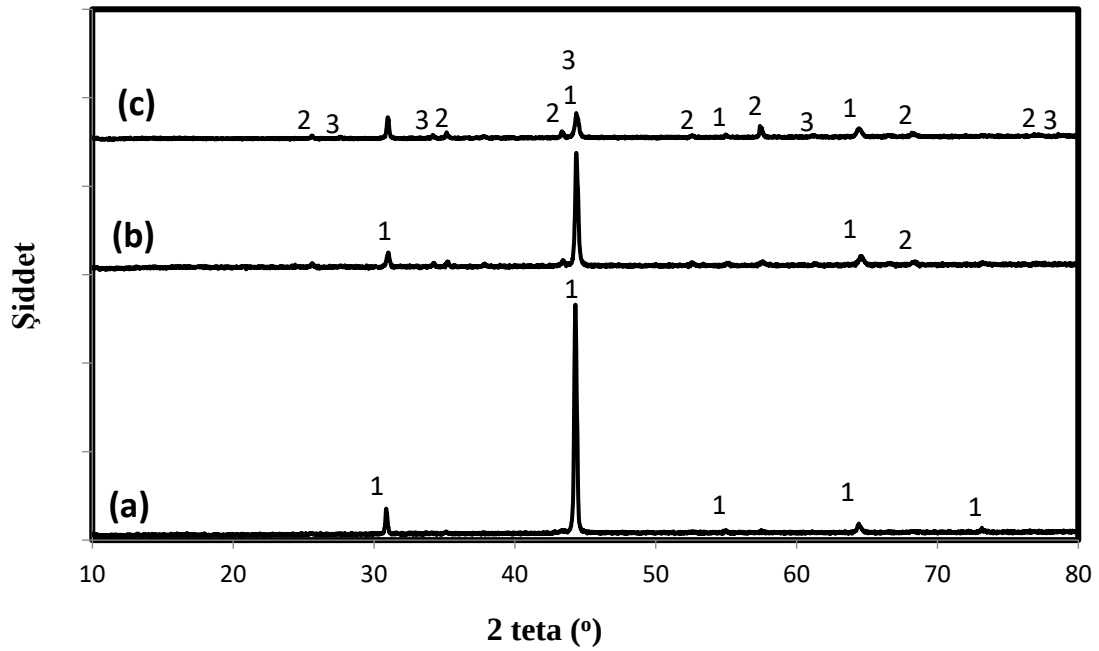


(a)

(b)

Şekil 5.2. a) S25 1-1, 25TA, HYS, 2sö 10000x; **b)** S25 1-2, öğütülmemiş KİYSS 25TA, 5000x büyütmedeki sinterlenmiş parçaların SEM görüntüleri

Şekil 5.3'te, üretilen %10, 25 ve 40 TiB₂, Al₂O₃ - NiAl tozlarının XRD deseni verilmiştir. Çizelge 5.1'de bu oranlara sahip tozların EDS analiz sonuçları verilmiştir. XRD deseninden ve ayrıca EDS analizlerinden de anlaşılabileceği gibi takviye oranının yükselmesiyle Ni ve Al oranı azalmaktadır. Yapılan XRD ve EDS analizlerinin birbiri ile tutarlı olduğu görülmektedir. Takviye oranının artması ile Ni ve Al oranları düşmekte ve Ti ve O oranları artmaktadır.



Şekil 5.3. Hacim yanma sentezi ile üretilen TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl tozlarının XRD desenleri; **a)** hacimce %10 TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl; **b)** hacimce %25 TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl **c)** hacimce %40 TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl; 1: NiAl, 2: Al_2O_3 , 3: TiB_2

Çizelge 5.1. %10, 25 ve 40 TiB_2 , Al_2O_3 - NiAl tozlarının tüm alanın EDS analiz sonuçları (ağ%)

Takviye Oranı (%)	Al (ağ%)	Ni (ağ%)	Ti (ağ%)	O (ağ%)
10	28,42	63,85	1,44	6,29
25	28,49	58,72	3,64	9,14
40	31,71	47,69	5,77	14,83

5.3. Mikrosertlikler

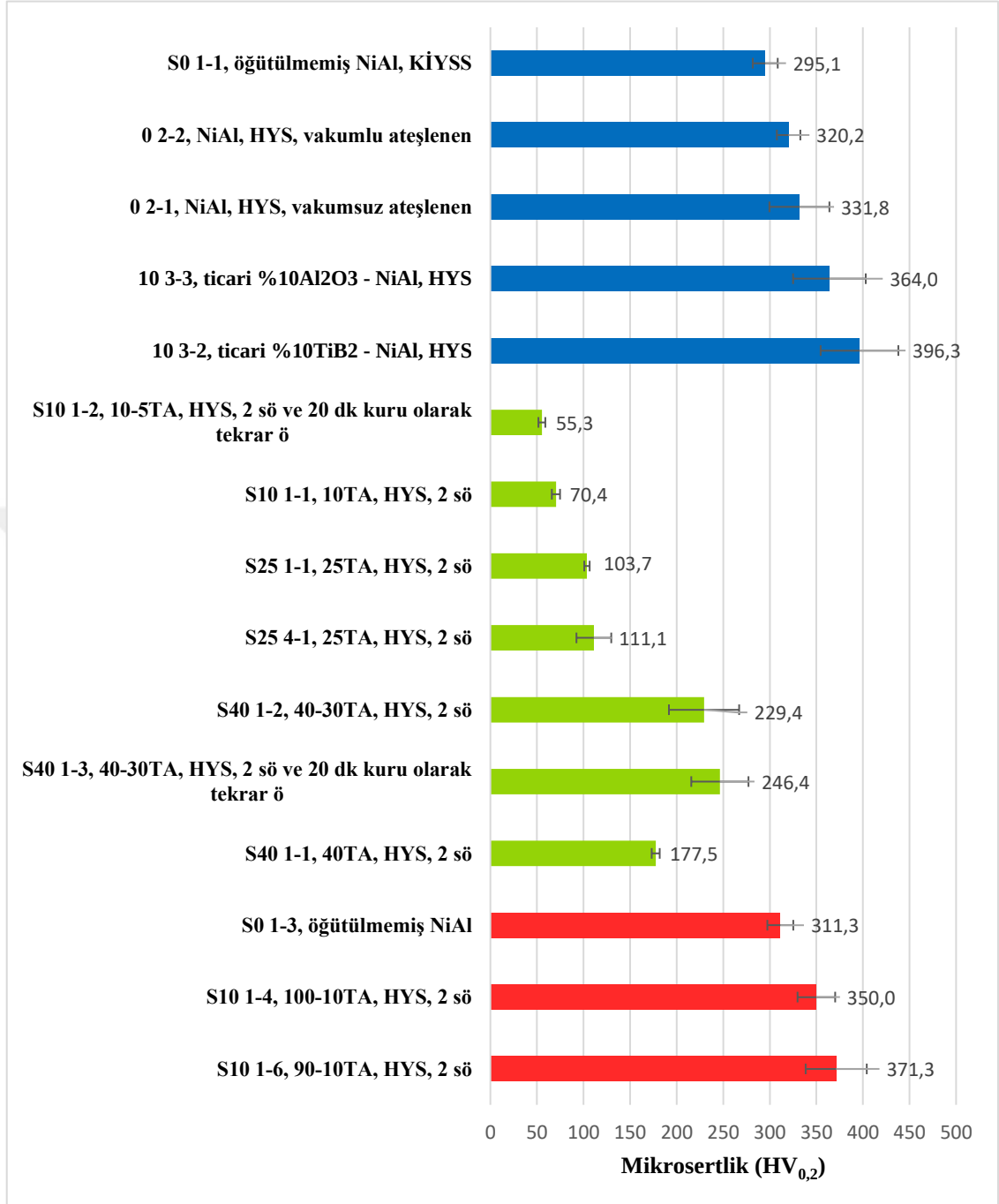
Şekil 5.4'te tüm gruplarda yapılmış olan numunelerim ortalama mikrosertlik değerleri bir arada verilmiştir.

Üretilmiş olan takviyesiz NiAl parçaların mikrosertlik değerlerinin literatürle uyumlu olduğu anlaşılmıştır. Eklenen takviye fazı ile mikrosertlik değerlerinin arttığı görülmüştür.

Birinci gruptaki numunelerde ticari TiB_2 ve ticari Al_2O_3 seramik tozuyla üretilen NiAl matrisli kompozitlerin, aynı grupta aynı teknikle üretilen saf NiAl'den beklenildiği gibi daha yüksek mikrosertlik değerleri elde edilmiştir.

Şekil 5.4'te görüldüğü gibi genel olarak ikinci grup (üretilen toza sinter öncesi düşük oranda Ni ve Al ekleyerek takviye oranı az oranda düşürülen) numunelerinin mikrosertlik değerleri diğer iki gruba kıyasla daha düşük çıkmıştır. Üçüncü grupta (üretilen toza sinterleme öncesi yüksek miktarda Ni ve Al ekleyerek takviye oranı yüksek oranda düşürülerek) yapılan teknikle daha yüksek ve tutarlı sonuçlar elde edildiği düşünülmektedir.



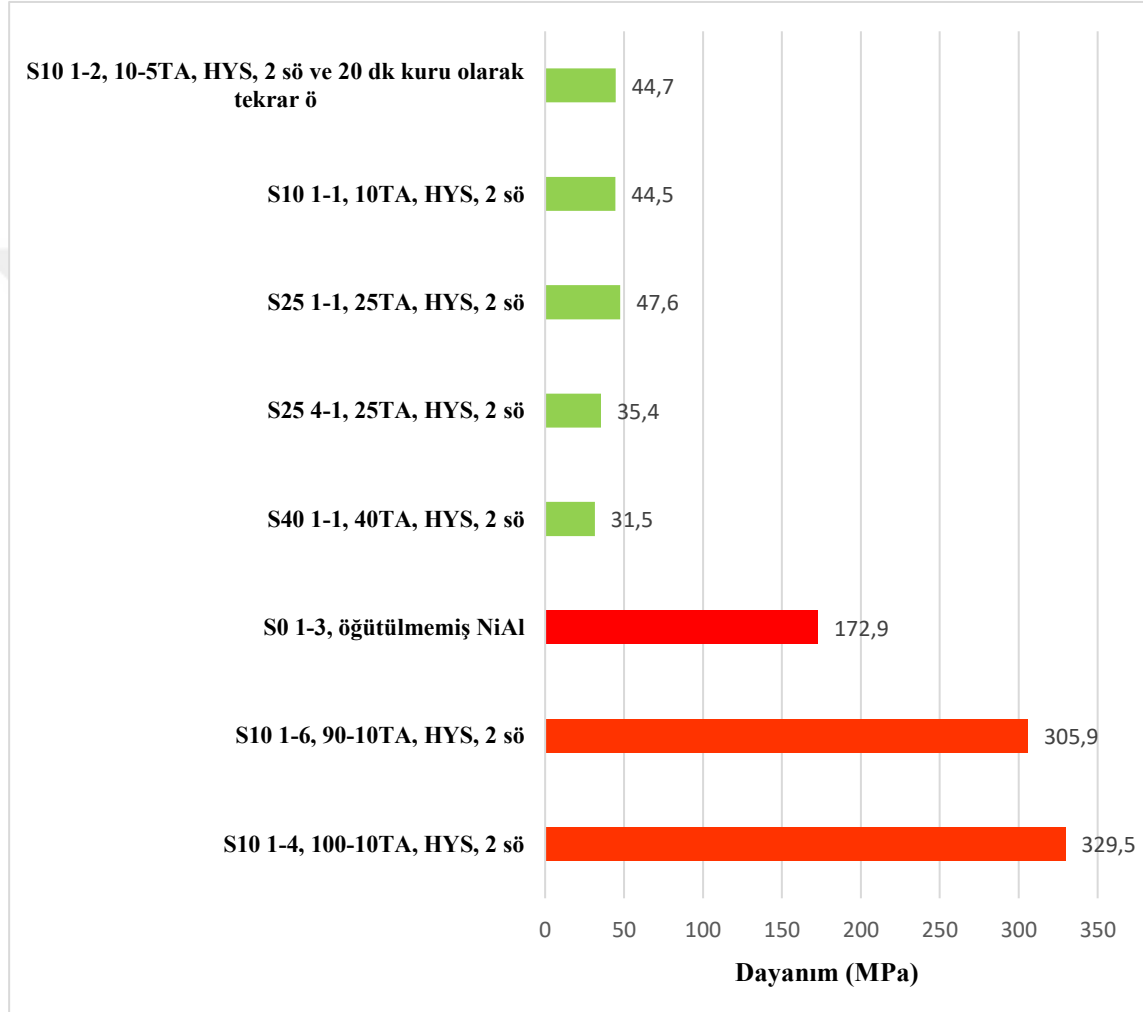


Şekil 5.4. Üç gruptaki numunelerin ortalama mikrosertlik değeri. 1. grup: mavi, 2. grup: yeşil, 3. grup: kırmızı ile gösterilmektedir

5.4. 3-Nokta Eğme Dayanımları

Şekil 5.5'te ikinci ve üçüncü grupta yapılan 3-nokta eğme testi ile bulunan dayanım değerlerini grafik halinde gösterimi sunulmuştur. Birinci grup numuneleri küçük yuvarlak şekilli kalıpta preslendiği için 3-nokta eğme test cihazına yerleştirilemediği nedeni ile 3-nokta eğme testlerine tabi tutulamamışlardır.

Genel olarak Şekil 5.5'te gösterilen dayanım grafiğine bakıldığında, ikinci ve üçüncü grup numuneleri arasındaki büyük dayanım farkının bulunması göze çarpmaktadır. 3. grup tekniği ile %10 TiB₂, Al₂O₃ takviyeli NiAl kompozitlerinde çok daha iyi dayanım sonucu alındığını görülmektedir. Bu durumun nedeni, 3. grup numunelerin ısıtma (sinterleme) sırasında meydana gelen ekzotermik reaksiyon sonucunda sıcaklıklarındaki artış ile yapılarındaki NiAl parçacıklarının kısmen eriyerek birbirine daha iyi kaynaması olabilir. % birim şekil değiştirme değerlerinin de daha iyi olması bu çıkarımı desteklemektedir.



Şekil 5.5. Üç gruptaki numunelerin eğme dayanım değerleri. 2. grup: yeşil, 3. grup: kırmızı ile gösterilmektedir

Üç grubun da mikrosertlik, dayanım, %şekil değişimi ve %teorik yoğunluk değerleri toplu olarak Çizelge 5.2, 5.3 ve 5.4'te verilmiştir. Bu değerlere bakılınca 3. grup numunelerinde (Çizelge 5.4) yapılan teknik ile daha iyi sonuçlar alındığı görülmektedir. En yüksek dayanıma ve sertliğe üçüncü gruptaki S10 1-4 ve S10 1-6 numaralı %10 TiB₂, Al₂O₃ içeren NiAl matrisli kompozitlerde ulaşıldığı görülmektedir.

Çizelge 5.2. Birinci grupta üretilen tozlarla yapılan numunelerin numaralarına ve içeriklerine göre ortalama mikrosertlik ve %teorik yoğunluk değerleri

Numune numarası	Numune kodu	Mikrosertlik (HV _{0,2})	%Teorik yoğunluk
S0 1-1	Takviyesiz NiAl, KİYSS	295,1	69,5
0 2-1	NiAl, Vakumsuz ateşlenen, HYS	331,8	
0 2-2	NiAl, Vakumlu ateşlenen, HYS	320,2	
10 3-2	%10 ticari TiB ₂ - NiAl, HYS	396,3	75,8
10 3-3	%10 ticari Al ₂ O ₃ - NiAl, HYS	364,0	67,7
S25 1-2	25TA, KİYSS		70,7

Çizelge 5.3. İkinci gruptaki numunelerin numaralarına ve içeriklerine göre ortalama mikrosertlik, dayanım, %şekil değişimi, %teorik yoğunluk değerleri

Numune numarası	Numune kodu	Mikrosertlik (HV _{0,2})	Eğme Dayanımı (MPa)	%Şekil değişimi	%Teorik yoğunluk
S10 1-2	10-5TA, HYS	55,3	44,7	3,1	65,2
S10 1-1	10TA, HYS	70,4	44,5	2,8	75,5
S25 4-1	25TA, HYS	111,1	35,4	3,9	81,4
S25 1-1	25TA, HYS	103,7	47,6	2,2	76,9
S40 1-2	40-30TA, HYS	229,4		2,2	74,3
S40 1-3	40-30TA, HYS	246,4		0,1	59,3
S40 1-1	40TA, HYS	177,5	31,5	3,8	69

Çizelge 5.4. Üçüncü gruptaki numunelerin numaralarına ve içeriklerine göre ortalama mikrosertlik, dayanım, %şekil değişimi ve %teorik yoğunluk değerleri

Numune numarası	Numune kodu	Mikrosertlik (HV _{0,2})	Eğme Dayanımı (MPa)	%Şekil değişimi	%Teorik yoğunluk
S0 1-3	Takviyesiz NiAl, HYS	311,3	172,9	13,4	78,7
S10 1-4	100-10TA, HYS	350,0	329,5	13,1	71,1
S10 1-6	90-10TA, HYS	371,3	305,9	12,7	59,4

Elde edilmiş olan ürünlerin yapılarında gözenek bulunduğu göz önüne alındığında, bu malzemelerin endüstriyel uygulama olarak filtreleme, süzme gibi işlemlerde, yüksek sıcaklıkta kullanılma potansiyelinin bulunduğu kanısına varılmıştır.

Elde edilmiş olan sonuçlardan, basınçsız sinterleme işlemleri uygulanarak NiAl matrisli TiB₂, Al₂O₃ partikül takviyeli kompozitlerin gözeneksiz olarak elde edilmesinin, uygulanmış olan sıcaklıklarda mümkün olmadığı anlaşılmaktadır. Bu nedenle bu malzemelerin gözeneksiz olarak elde edilebilmesi için basınç destekli sinterleme işlemlerinin (sıcak presleme, sıcak izostatik presleme, vb.) gerektiği düşünülmektedir.

6. KAYNAKLAR

- Akbulut, H. 1995. Alümina fiber takviyeli Al-Si metal matrisli kompozit üretimi ve mikroyapı özellik ilişkilerinin incelenmesi. Doktora tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 189 s.
- Aktop, S. 2010. Mikronaltı bor karbür katkısının ve reaksiyon sinterlemenin bor karbür-titanyum diborür kompozitlerine etkilerinin incelenmesi. Yüksek lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 95 s.
- Alman, D. E. and Stoloff, N. S. 1990. Processing and properties of intermetallic matrix composites. *MRS Proceedings*, 213.
- Alman D.E. and Stoloff, N.S. 1990. Proc. Symp. on low density high temperature P/M alloys. Press, TMS-AIME.
- Angenete, J., Stiller, K. and Langer, V. 2003. Oxidation of simple and Pt-modified aluminide diffusion coatings on Ni-base superalloys—I. Oxide scale failure. *Oxid. Met.*, 60(1/2): 83-101.
- ASM International Handbook Committee. 1990. ASM Handbook Volume 2. Materials Park, Ohio, 10th edition, 913-939.
- Attar, H., Prashanth, K. G., Zhang, L.C., Calin, M., Okulov, I. V., Scudino, S., Yang, C. and Eckert, J. 2015. Effect of powder particle shape on the properties of in situ Ti-TiB composite materials produced by selective laser melting. *Journal of Materials Science & Technology*, 31(10): 1001-1005.
- Barmak, K., Michaelen, C. and Lucadamo, G. 1997. Reactive phase formation in sputter-deposited Ni/Al multilayer thin films. *J. Mater. Res.*, 12: 133-146.
- Bauri, R. and Yadav, D. 2018. Introduction to metal matrix composites. metal matrix composites by friction stir processing, friction stir welding and processing book series. *Elsevier*, 1-16.
- BDM Federal, Inc 1993. Metal matrix composites- Sector study. The North American Defense Industrial Base Organization, 215 p.
- Biswas, A., Roy, S.K., Gurumurthy, K.R., Prabhu, N. And Banerjee, S. 2002. A study of self-propagating high-temperature synthesis of NiAl in thermal explosion mode. *Acta Materialia*, 757-773.
- Bochenek, K. and Basista, M. 2015. Advances in processing of NiAl intermetallic alloys and composites for high temperature aerospace applications. *Prog. Aerosp. Sci.* 79: 136-146.
- Boehlert, C. J. and Miracle, D. B. 2018. 4.21 Intermetallic Matrix Composites. *Comprehensive Composite Materials II*, 482-524.
- Bose, A. and German, R. M. 1988. Novel processing approaches to intermetallic matrix composites. *Advanced Materials and Manufacturing Processes*, 3(1): 37-56.
- Bose, A. and German, R.M. 1989. Fabrication of intermetallic matrix composites, *Material Sci. and Engr.*, A107: 107-116.
- Campbell, F.C. 2006. Manufacturing technology for aerospace structural materials. *Elsevier Ltd.*, Oxford, UK, 600 p.

- Clemens, H. and Mayer, S. 2012. Design, processing, microstructure, properties, and applications of advanced intermetallic TiAl alloys. *Advanced Engineering Materials*, 15(4): 191-215.
- Curfs, C., Cano, I. G., Vaughan, G. B. M., Turrillas, X., Kwick, A. And Rodriguez, M. A. 2002. TiC-NiAl composites obtained by SHS: a time-resolved XRD study. *J Eur. Ceram. Soc.*, 22: 1039-1044.
- Çamurlu, H. E. and Maglia, F. 2007. Synthesis of zirconium diboride-zirconium nitride composite powders by self-propagating high-temperature synthesis. *Journal of Materials Science*, 42(24): 10288-10295.
- Çamurlu, H. E. and Maglia, F. 2009a. Self-propagating high-temperature synthesis of ZrB₂ or TiB₂ reinforced Ni-Al composite powder. *Journal of Alloys and Compounds*, 478(1-2): 721-725.
- Çamurlu, H. E. and Maglia, F. 2009b. Formation of Zr (C, N)-ZrB₂ composite powders by self-propagating high-temperature synthesis (SHS). *International Journal of Microstructure and Materials Properties*, 4(3): 311-319.
- Çamurlu, H. E. 2016. Effect of Al part size on SHS formation of TiB₂-Al₂O₃ powder. Proceedings of the 18th International Metallurgy-Materials Congress.
- Çanakçı, A. 2006. AA2024 matrisli B₄C parçacık takviyeli kompozitlerin vorteks yöntemiyle üretimi ve özelliklerinin incelenmesi. Doktora tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, 136 s.
- David, S. A., Jemian, W. A., Liu, C. T. and Horton, J. A. 1985. Welding and weldability of nickel-iron aluminides. *Weld J.*, 64(1): 22S-28S.
- Deevi S. C. and Sikka, V. K. 1997. Exo-Melt process for melting and casting of intermetallics. *Intermetallics*, 5: 17-27.
- Dong, Y. O., Hwan, C. K., Jin, K. Y., In, J. S. 2005. Simultaneous synthesis and consolidation process of ultra-fine WSi₂-SiC and its mechanical properties. *Journal Alloys and Compounds*, 270-275.
- Doty, H. and Abbaschian, R. 1995. Structural materials: properties, microstructure and processing. *Mater. Sci. Eng.*, A195 101-111.
- Edelstein, A. E., Everett, R. K., Richardson, G. R., Qadri, S. B., Foley, J. S. and Perepezko, J. H. 1995. Reaction kinetics and biasing in Al/Ni multilayers. *Mater Sci Eng*, A 195: 13-19.
- Ergün, E. 2012. Alüminyum elektroliz hücrelerinde taban kaplama malzemesi adayı TiB₂-BN kompozitlerinin bileşime bağlı olarak aşınma dayanımlarının ölçülmesi. Yüksek lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 86 s.
- Euh, K., Lee, S. and Shin, K. 1999. Microstructure of TiB₂ carbon steel surface-alloyed materials fabricated by high-energy electron beam irradiation. *Metallurgical and Materials Transactions*, A 30(12): 3143-3151.
- Feest, E. A. and Tweed, J. H. 1992. Comparative viability of processing routes for intermetallic based materials. *Materials Science and Technology*. 8: 308-316.
- Fras, E., Janas, A., Kolbus, A. and Olejnik, E. 2009. Cast in situ composites of Ni₃Al / MeC type. *Archives of Foundry Engineering*, 9(2): 81-86

- Fu, Z. Z. and Koc, R. 2016. Sintering and mechanical properties of TiB₂-TiC-Ni using submicronborides and carbides. *Mater. Sci. Eng, A* 676: 278-288.
- German, R. M., Bose, A., Sims, D. 1988. Production of reaction sintered nickel aluminide material. US Patent, Rensselaer Polytechnic Institute. 4,762,558.
- Guo, J. T., Jiang, D. T., Xing, Z. P. and Li, G. S. 1997. Tensile properties and microstructures of NiAl-20TiB₂ and NiAl-20TiC in situ composites. *Mater. Des.*, 18: 357-360.
- Guo, J. T. 2003. Ordered Intermetallic Compound NiAl Alloy. *Science Press*, Beijing, China, 111-112.
- Hamdy Makhoulouf, A.S. and Aliofkhazraei, M. 2015. Handbook of Materials Failure Analysis with Case Studies from the Aerospace and Automotive Industries. Elsevier, pp. 301-302.
- Hamweendo, A., Malama, T. and Botef, I. 2016. Titanium-Nickel alloys for bone tissue engineering application via cold spray. Conference: International Conference on Competitive Manufacturing COMA'15, 6273: 279.
- Herzig, C., and Divinski, S. 2004. Essentials in diffusion behavior of nickel and titanium aluminides. *Intermetallics*, 12(7-9): 993-1003.
- Hou, S.X., Liu, Z.D. and Liu, D.Y. 2011. The study of NiAl-TiB₂ coatings prepared by electrothermal explosion ultrahigh speed spraying technology. *Surf. Coat. Technol.*, 205: 4562-4568.
- Hull, D. 1992. An Introduction to composite materials. Pres, Cambridge University, İngiltere, 71-79.
- Ivanov, E., Grigorieva, T., Golubkova, G., Boldyrev, V., Fasman, A. B., Mikhailenko, S. D., et al. 1988. Synthesis of nickel aluminides by mechanical alloying. *Mater Lett.*, 7:51-54.
- Kalemtaş, A. 2014. Metal matrisli kompozitlere genel bir bakış. *Putech and Composites*, 18-30.
- Kandpal, B. C., Kumar, J. and Singh, H. 2014. Production technologies of metal matrix composite - A review. 4 th International Conference on Advances in Materials and Manufacturing Technology (AMMT-14), 60-65.
- Karimian, H. and Babaluo, A. A. 2006. Effect of polymeric binder and dispersanton the stability of colloidal alumina suspensions. *Iranian Polymer Journal*, 15 (11): 879-889.
- Kim, J. J., McMurty, C.H. 1985. TiB₂ powder production for engineered ceramics. *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 6: 1313-1320.
- Kim, H., Hojo, J. and Lee, S. W. 2007. In-situ joining of combustion synthesized Ni₃Al intermetallic compounds with AZ91D Mg alloy. *Mater. Sci. Forum*, 544-545: 383-386.
- Kishawy, H. A. 2012. Turning processes for metal matrix composites. *Machining Technology for Composite Materials*, 3-16.

- Kothari, K., Radhakrishnan, R. and Wereley, N. M. 2012. Advances in gamma titanium aluminides and their manufacturing techniques. *Progress in Aerospace Science*, 55: 1-16.
- Kubaschewski, O., Alcock, C.B. and Spencer, P.J. 1993. *Materials Thermochemistry*, 6th edition, Pergamon, Oxford, UK, 363 p.
- Kubaski, E. T., Cintho, O. M., Antoniassi, J. L., Kahn, H. and Capocchi, J. D. T. 2012. Obtaining NiAl intermetallic compound using different milling devices. *Adv. Powder Technol.*, 23(5): 667-672.
- Kumar, K. S. and Bao, G. 1994. Intermetallic-matrix composites: An overview. *Composites Science and Technology*, 52(2): 127-150.
- Kumar, K. S. and Bao, G. 1994. Intermetallic-matrix composites: An overview. *Composites Science and Technology*, 58: 1-24.
- Liu, C. T. and Pope, D. P. 1995. *Intermetallic Compounds: Principles and Practice*. Wiley, 2: 287-300.
- Loria, E. A. 2000. Gamma titanium aluminides as prospective structural materials. *Intermetallics*, 8(9): 1339.
- Ma, E., Thompson, C. V. and Clevenger, L. A. 1991. Nucleation and growth during reactions in multilayer Al/Ni films: The early stage of Al₃Ni formation. *J. Appl. Phys.*, 69: 2211-2218.
- Mackay, R. A., Draper, S. L., Ritter, A. M. And Siemers, P.A. 1994. A comparison of the mechanical properties of intermetallic matrix composites fabricated by two different methods. *Metallurgical and Materials Transactions*, 25A: 1443-1455.
- Maslov, V. M., Borovinskaya, I. P. and Merzhanov, A. G. 1976. Problem of the mechanism of gasless combustion. *Combust. Explos. Shock Waves*, 12, pp. 631-636.
- Matsuura, K., Kitamura, T., Kudoh, M. and Itoh, Y. 1996. Changes in microstructure and mechanical properties during solid sintering of Ni-Al mixed powder compact. *Materials Transactions*, 37(5): 1067-1072.
- Matsuura, K., Khan, T. I., Ohmi, T. and Kudoh, M. 2001. Reactive casting of B2-ordered Ni-Al-Co ternary intermetallic alloys. *Materials Transactions*, 42(2): 263-268.
- Maxwell, W.A. and Grala, P. F. 1954. Investigation of nickel aluminium alloys containing from 14 to 34 percent aluminium. NASA technical note, 3259.
- Mazumdar, S. K. 2002. *Composites manufacturing: materials, product and process engineering*. CRC Press LLC, ABD, 385 p.
- McCoy, K. P., Shaw, K. G. and Trogolo, J. A. 1992. Analysis of residual phases in nickel aluminide powders produced by reaction synthesis. *MRS Proceedings*, 288: 909-914.
- McKamey, C.G., Horton, J.A. and Liu, C.T. 1988. *Scripta Metallurgica*, 22: 1679-1685.
- Merzhanov, A. G. 1996. Combustion processes that synthesize materials. *J. Mater. Process Technol.*, 56(1-4): 222-241.

- Merzhanov, A.G. 2002. Self-propagating high-temperature synthesis (SHS), ISMAN, Russia.
- Merzhanov, A. G. 2012. 40 years of SHS: A lucky star of a scientific discovery. *Bentham Science Publishers*. 104 p.
- Minasyan, T. 2020. MoSi₂-based composites by selective laser melting. Doctoral Thesis, Tallinn University of Technology, Estonia, 50 p.
- Miracle, D.B. 1993. The physical and mechanical properties of NiAl. *Acta Metallurgica et Materialia*, 41: 649-684.
- Mitra, R. 2018. Structural intermetallics and intermetallic-matrix composites. *Intermetallic Matrix Composites*, 1-18.
- Molian, P. A., Yang, Y. M. and Srivatsan, T. S. 1992. Laser-welding behaviour of cast Ni₃Al intermetallic alloy. *J. Mater. Sci.*, 27(7): 1857-1868.
- Moo, J. J. and Feng, H. J. 1995. Combustion synthesis of advanced materials: Part I. Reaction parameters. *Prog Mater Sci.*, 39: 243-273.
- Moo, J. J. and Feng, H. J. 1995. Combustion synthesis of advanced materials: Part II. Classification, applications and modeling. *Prog. Mater. Sci.*, 39: 275-316.
- Morsi, K., McShane, H. and McLean, M. 2000. Processing defects in hot extrusion reaction synthesis. *Mater. Sci. and Eng. A*, A290: 39-45.
- Mossino, P. 2004. Some aspects in self-propagating high-temperature synthesis. *Ceramics International*. 30(3): 311-332.
- Munir, Z. A., and Tamburini, U.A. 1989. Self-propagating exothermic reactions: The synthesis of high-temperature materials by combustion. *Materials Science Reports*, 277-358.
- Naiborodenko, Y.S., Itin, V.I. and Savitskii, K.V. 1968. Exothermic effects during sintering of a mixture of nickel and aluminum powders. *Soviet Physics Journal*, 11:19.
- Naplocha, K. 2018. Self-propagating high-temperature synthesis (SHS) of intermetallic matrix composites. *Intermetallic Matrix Composites*, 203-220.
- Noebe, R. D., Bowman, R. R. and Nathal, M. V. 1996. The physical and mechanical metallurgy of NiAl. *In Physical Metallurgy and Processing of Intermetallic Compounds*. Springer, 212-296.
- Nosewicz, S., Rojek, J., Chmielewski, M., and Pietrzak, K. 2019. Discrete element modeling of intermetallic matrix composite manufacturing by Powder Metallurgy. *Materials*, 12(2): 281.
- Nourbakhsh, S. and Margolin, H. 1990. Fabrication of high temperature fiber reinforced intermetallic matrix composites. *Metal and Ceramic Matrix Composites*. 75-89.
- Nourbakhsh, S. and Margolin, R. 1991. Processing of continuous-ceramic-fibre reinforced intermetallic composites by pressure casting. *Materials Science and Engineering*, 144: 133-141.

- Okamoto, H. 2004. Al-Ni (aluminum-nickel). *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 25(4): 394.
- Onat, A. 2015. Kompozit Malzemeler ders notu. Sakarya Meslek Yüksekokulu, Makina ve Metal Teknolojileri Bölümü, Metalürji Programı, Sakarya, 105 s.
- Özdemir, Ö. 2004. Ni-Al İntermetalik Malzemeler, TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası Dergisi, Sakarya, 137, 57-63.
- Pacheco, M. M. 2007. Self-sustained high-temperature reactions-initiation, propagation and synthesis, PhD Thesis, Delft University of Technology, Netherlands.
- Palmer, D. G. W. 1997. The processing of intermetallic matrix composites, PhD Thesis, University of Bath, England. 275 p.
- Perottoni, C. A., Pareira, A. S., Jornada, J. A. H. 2000. Periodic Hartree - fock linear combination of crystalline orbitals calculation of the structure, equation of state and elastic properties of titanium diboride. *J. Phys.: Condens. Matter*, 12: 7205-7222.
- Piconi, C. 2011. Metallic, ceramic and polymeric biomaterials. *Comprehensive Biomaterials*, 1: 73-94.
- Qin, L., Hu, J., Cui, C., Wang, H. and Guo, Z. 2009. Reaction sintering and joining nickel aluminide to AISI 316 stainless steel by self-propagating high temperature synthesis. *Mater. Sci. Technol.*, 25(11): 1364-1368.
- Rawal, S. 2001. Metal-matrix composites for space applications. *J. Mater.*, 53(4): 14-17.
- Saydam, S. 2014. NiAl Metallerarası bileşiğinin kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezlemesi (SHS) ile üretimi. Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi, Elazığ, 70 s.
- Sepin, O. A. 2004. Bor karbür - titanyum diborür kompozitlerinin sıcak presleme ile üretimi. Yüksek lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Sharifi, E. M., Karimzadeh, F. and Enayati. M. 2011. Preparation of Al₂O₃-TiB₂ nanocomposite powder by mechanochemical reaction between Al, B₂O₃ and Ti. *Advanced Powder Technology*, 22(4): 526-531.
- Shatwell, R.A. 1998. DERA, Private Communication.
- Sheng, L.Y., Zhang, W., Guo, J.T., Wang, Z.S. and Ye, H.Q. 2009. Microstructure evolution and elevated temperature compressive properties of a rapidly solidified NiAl-Cr(Nb)/Dy alloy. *Materials and Design*, 30: 2752-2755.
- Shokati, A. A., Parvin, N. and Shokati, M. 2014. Combustion synthesis of NiAl matrix composite powder reinforced by TiB₂ and TiN particulates from Ni-Al-Ti-BN reaction system. *Journal of Alloys and Compounds*, 585: 637-643.
- Sikka, V. K., Deevi, S.C. and Vought, J. D. 1995. Exo-Melt: A commercially viable process. *Adv. Mater. Process*, 147(6): 29-31.
- Skorokhod, V. V. 2000. Processing, microstructure, and mechanical properties of B₄C – TiB₂ particulate sintered composites 1. Pressureless sintering and microstructure evolution. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 39(7/8): 414-423.

- Song, X., Cui, H., Cao, L. and Gulyaev, P.Y. 2016. Microstructure and evolution of (TiB₂+ Al₂O₃)/NiAl composites prepared by self-propagation high-temperature synthesis. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 26(7): 1878-1884.
- Sorenson, J. 1993. In: Darolia, R., Lewandowski, J.J., Liu, C.T., et al. (Eds.). *Structural Intermetallics*. Warrendale, PA: TMS, 23: 717-726.
- Stoloff, N. S. and Sikka, V. K. 1996. Physical metallurgy and processing of intermetallic compounds. *Chapman & Hall*, 635-637.
- Stoloff, N.S., Liu, C.T. and Deevi, S.C. 2000. Emerging applications of intermetallics. *Elsevier Science B.V.*, 1313-1320.
- Subramanian, R. and Schneibel, J.H. 1997. FeAl-TiC cermets-melt infiltration processing and mechanical properties. *Materials Science and Engineering A*, 239-240: 633-639.
- Suresh, S. 2013. Fundamentals of metal-matrix composites. *Butterworth-Heinemann*, 320-353.
- Şahin, U. 2015. Bor Karbür ve titanyum tozlarından hareketle spark plazma sinterleme tekniği ile bor karbür esaslı kompozit üretimi ve karakterizasyonu. Yüksek lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Talaş, Ş. 2018. Nikel alüminitler. *Intermetalik Matris Kompozitleri*, 37-69.
- Torun, O. 2009. Microstructure and bond strength of diffusion-bonded nickel aluminide-titanium joints. *Intermetallics*, 17: 179-181.
- Torun, O. and Celikyurek, I. 2009. Microstructure and strength of diffusion-bonded joint between nickel aluminide Ni75Al25 and AISI 316L stainless steel using a nickel interlayer. *Kovove Mater.*, 47(4): 263-267.
- Tsakiropoulos, P. 2018. On the alloying and properties of tetragonal Nb₅Si₃ in Nb-silicide based alloys. *Materials*, 11:69.
- Varma, A. and Mukasyan, A. S. 1988. Combustion synthesis of intermetallic compound. *Self-Propagating High-temperature Synthesis Of Materials*, 5: 1-34.
- Varma, A., and Mukasyan, A. S. 2004. Combustion synthesis of advanced materials: Fundamentals and applications. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 21(2): 527-536.
- Wang, Y., Wang, Z., Yang, Y. and Chen, W. 2008. The effects of ceria on the mechanical properties and thermal shock resistance of thermal sprayed NiAl intermetallic coatings. *Intermetallics*, 16: 682-688.
- Wei, N., Cui, H.-Z., Wu, J., Wang, J., Wang, G.-L. and Jiang, C. 2015. Effects of forming conditions and TiC-TiB₂ contents on the microstructures of self-propagating high-temperature synthesized NiAl-TiC-TiB₂ composites. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 28(1): 39-47.
- Weimer, A.W. 1997. Thermochemistry and kinetics, in carbide, nitride and boride materials synthesis and processing. *Chapman & Hall*, 79-114.

- Wright, R. N. and Knibloe, J. R. 1990. The influence of alloying on the microstructure and mechanical properties of P/M Ni₃Al. *Acta Metall. Mater.*, 38(10): 1993-2001.
- Wu, J., Yang, Z., Cui Z., Wei N. and Song, X. 2017. Fabrication, pore structures and mechanical properties of (TiB₂-Al₂O₃)/NiAl porous composites. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 30(12): 1145-1154.
- Xiang, H., Feng, Z., Li, Z., and Zhou, Y. 2015. Temperature-dependence of structural and mechanical properties of TiB₂: A first principle investigation. *Journal of Applied Physics*, 117(22): 225902.
- Xing, Z., Guo, J., Yu, L., Dai, J. and Hu, Z. 1996. Influence of hip processing on the interface of NiAl TiC in situ composite. *Materials Letters*, 28(4-6): 361-363.
- Yamaguchi, M., Inui, H. and Ito, K. 2000. High-temperature structural intermetallics. *Acta Materials*, 48, 307.
- Yeh, C. L., Ke, C. Y. and Chen, Y. C. 2018. In situ formation of TiB₂/TiC and TiB₂/TiN reinforced NiAl by self-propagating combustion synthesis. *Vacuum*. 151:185-188.
- Yörük, G. 2010. Yanma sentezi kullanılarak intermetalik matrisli malzeme esaslı kaplama üretimi ve yüzey özelliklerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Sakarya. 124 s.
- Yu, J., Ma, L., Abbas, A., Zhang, Y., Gong, H., Wang, X., Zhou, L. and Liu, H. 2016. Carbotermal reduction synthesis of TiB₂ ultrafine powders. *Ceram. Int.*, 42: 3916-3920.
- Yuan, J. J., Zhang, X.H., Zhang, C. Y., Sun, K. and Liu, C. G. 2016. In-situ synthesis of NiAl/WC composites by thermal explosion reaction. *Ceram. Int.*, 42(9): 10992-10996.
- Zhu, X., Zhang, T., Morris, V. and Marchant, D. 2010. Combustion synthesis of NiAl/Al₂O₃ composites by induction heating. *Intermetallics*, 18(6): 1197-1204.
- Zhu, X., Zhang, T., Marchant, D. and Morris, V. 2011. The structure and properties of NiAl formed by SHS using induction heating. *Materials Science and Engineering, A*, 528(3): 1251-1260.
- Anonim 1: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=1389> [Son erişim tarihi: 11.08.2021]
- Anonim 2: <http://mme.deu.edu.tr/wp-content/uploads/2020/01/SHS-ve-Metalotermik-indirgeme.pdf> [Son erişim tarihi: 15.08.2021]

ÖZGEÇMİŞ

NURDAN OKTAN

ÖĞRENİM BİLGİLERİ

Yüksek Lisans 2019-2021	Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Antalya
Lisans 2014-2018	Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Antalya