

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**YANMA SENTEZİ İLE FONKSİYONEL DERECELİ MALZEMELERİN
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

Gülizar SARIYER

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
UZAY BİLİMLERİ VE TEKNOLOJİLERİ
ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ**

OCAK 2023

ANTALYA

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**YANMA SENTEZİ İLE FONKSİYONEL DERECELİ MALZEMELERİN
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

Gülizar SARIYER

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
UZAY BİLİMLERİ VE TEKNOLOJİLERİ
ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ**

OCAK 2023

ANTALYA

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

**YANMA SENTEZİ İLE FONKSİYONEL DERECELİ MALZEMELERİN
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

**Gülizar SARIYER
UZAY BİLİMLERİ VE TEKNOLOJİLERİ
ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ**

**Bu tez
Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından
FDK-2021-5653 nolu proje ile desteklenmiştir.**

OCAK 2023

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YANMA SENTEZİ İLE FONKSİYONEL DERECELİ MALZEMELERİN
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Gülizar SARIYER
UZAY BİLİMLERİ VE TEKNOLOJİLERİ
ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ

Bu tez 17/01/2023 tarihinde jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU (Danışman)
Prof. Dr. Recai Fatih TUNAY
Doç. Dr. Esin AKARSU
Dr. Öğr. Üyesi Hatice VAROL ÖZKAVAK
Dr. Öğr. Üyesi Burçin DÖNMEZ

ÖZET

YANMA SENTEZİ İLE FONKSİYONEL DERECELİ MALZEMELERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Gülizar SARIYER

Doktora Tezi, Uzay Bilimleri ve Teknolojileri Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Ocak 2023; 180 sayfa

Bu çalışmada, kontrollü oranlarda ve boyutlarda gözenek içeren katmanlara sahip nikel alüminit (NiAl) fonksiyonel dereceli malzeme (FDM) parçaların, hacim yanma sentezi (HYS) ile Ni+Al reaktanlar ve üre (veya NaCl) boşluk oluşturu (BO) kullanılarak üretimi ve karakterizasyonu amaçlanmıştır. FDM yapılarındaki katmanlarını oluşturması hedeflenen her bir tabaka, öncelikle ayrı birer parça olarak üretilip incelenmiştir. Bu amaçla tez kapsamında ayrı bölümler halinde HYS’de termal seyreltici türünün ve oranının, HYS öncesi soğuk pres basıncının, üretilen parçalarda gözenek boyut ve oranının, boşluk oluşturu türünün, NiAl ve Ni_{1,2}Al kullanımının ve NiAl’e hazır ve in-sitü TiB₂ eklemenin etkileri incelenmiştir.

Termal seyreltici olarak ticari TiB₂ (TiB₂-H) ve bu çalışmada üretilmiş olan NiAl tozu (NiAl-H) kullanılmıştır. Her sistem için adyabatik sıcaklıklar hesaplanmıştır. Üretilen parçaların ve gözeneklerinin boyut ve şekillerinin korunması için Ni+Al karışımındaki uygun termal seyreltici oranlarının %30 olduğu belirlenmiştir. NiAl-H ile üretilen parçaların dayanımı, TiB₂-H ile üretilenlerden daha yüksek olmuştur. Soğuk pres basıncı olarak 100 MPa uygun bulunmuştur. 150-300, 300-500, 500-800 mikron boyut aralığındaki üre ve NaCl partikülleri, parçalarda %20-75 aralığındaki oranlarda BO olarak kullanılmıştır.

%20 oranından daha az BO partikülü içeren numunelerde hücre duvarlarının kalın ve kapalı gözeneklerin olmasından dolayı BO partiküllerinin bir kısmının suda giderilemediği görülmüştür. BO miktarı %75’in üzerinde olduğunda ise numuneler sudaki bütünlüklerini koruyamamışlardır. Üre BO ile daha yüksek basma akma dayanımı elde edilmiştir. En yüksek 181,8±1,6 MPa olan dayanım, artan BO boyutu ve oranı ile azalmıştır (Mikrosertlik ~240 HV_{0,2}). Dayanım ile gözenek boyutu ve oranı arasındaki sayısal korelasyonlar belirlenmiştir. Bu amaçla Bal'shin, Hall-Petch, Bhattacharjee ve Gibson-Ashby denklemlerinden yararlanılmıştır. Ni_{1,2}Al bileşimindeki parçalar, NiAl’den daha düşük dayanım ancak daha iyi ısı yalıtım katsayısı göstermiştir. Farklı oranlarda TiB₂ partiküllerinin in-sitü olarak gözenekli NiAl yapısında oluşturulduğu XRD analizleri ile anlaşılmıştır. Oluşan TiB₂ partiküllerinin 1 mikrondan küçük boyutlu olduğu SEM incelemeleri ile görülmüştür. Bu parçalarda en yüksek mikrosertlik değerleri elde edilmiştir (430-600 HV_{0,2}).

Tek katmanlı parçalarla yapılan deneylerde belirlenmiş olan parametrelerden faydalanılarak, yapılarında kontrollü oranlarda (%20, 40, 60 veya %40, 60, 75) ve kontrollü boyutlarda gözenek içeren katmanlara sahip FDM parçaların tamamı tek bir

HYS reaksiyonu ile oluşturulabilmiştir. FDM'lerin dayanım değerleri, en düşük dayanıma sahip katmanla sınırlı olmuştur. Standarda göre ölçülmüş olan ısı yalıtım indeksinin, FDM parçalarda gözeneklerin artan oranı ve azalan boyutu ile arttığı belirlenmiştir.

ANAHTAR KELİMELER: Gözenekli fonksiyonel dereceli intermetalikler, Hacim yanma sentezi, Isıl yalıtım indeksi, NiAl

JÜRİ: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Prof. Dr. Recai Fatih TUNAY

Doç. Dr. Esin AKARUSU

Dr. Öğr. Üyesi Hatice VAROL ÖZKAVAK

Dr. Öğr. Üyesi Burçin DÖNMEZ

ABSTRACT

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF FUNCTIONAL GRADED MATERIALS BY COMBUSTION SYNTHESIS

Gülizar SARIYER

PhD Thesis in Space Sciences and Technologies

Supervisor: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

January 2023; 180 pages

In this study, it is aimed to produce and characterize nickel aluminide (NiAl) functional graded materials (FGM) having layers with pores in controlled proportions and sizes, by volume combustion synthesis (VCS) by using Ni+Al reactants and urea (or NaCl) space holder (SH). Each layer, aimed to form a layer in FGM structures, was initially produced and examined as a separate piece. For this purpose, in separate chapters within the scope of the thesis, the effects of type and ratio of thermal diluent in VCS, cold press pressure before VCS, pore size and ratio in the produced parts, space holder type, using NiAl and Ni_{1,2}Al and adding preformed and in-situ TiB₂ to NiAl were investigated.

Commercial TiB₂ (TiB₂-H) and NiAl powder (NiAl-H) which was produced in this study were used as thermal diluent. Adiabatic temperatures were calculated for each system. It was determined that the appropriate thermal diluent ratios in the Ni+Al mixture were 30% in order to preserve the size and shape of the manufactured parts and their pores. The strength of the parts produced with NiAl-H was higher than those produced with TiB₂-H. The suitable cold press pressure was determined as 100 MPa. Urea and NaCl particles in the size ranges of 150-300, 300-500, 500-800 microns were used as SH in the parts at a rate in of 20-75% range.

It was observed that some of the BO particles could not be removed in water due to the thick and closed pores of the cell walls in the samples containing less than 20% BO particles. When the amount of BO was over 75%, the samples could not maintain their integrity in the water. Higher compressive yield strength was obtained with urea SH. Highest strength was 181.8±1.6 Mpa. It was seen to decrease with increasing size and amount of (Microhardness ~240 HV_{0.2}). Numerical correlations between strength and pore size and ratio were determined. For this purpose, Bal'shin, Hall-Petch, Bhattacharjee and Gibson-Ashby equations were employed. Parts in Ni_{1,2}Al composition showed lower strength but better thermal insulation coefficient than NiAl. It was understood by XRD analysis that TiB₂ particles in different proportions were formed in-situ in the porous NiAl structure. It was seen by SEM examinations that the TiB₂ particles formed were smaller than 1 micron in size. The highest microhardness values were obtained in these parts (430-600 HV_{0.2}).

By making use of the parameters determined in the experiments with single-layered parts, all FGM parts having layers with controlled proportions (% 20, 40, 60 or % 40, 60, 75) and controlled sizes of porosity, could be formed with a single VCS reaction. The strength values of FGMs were limited to the layer with the lowest strength.

It was determined that the thermal insulation index, which was measured according to the standard, increased with the increasing ratio and decreasing size of the pores in FGM parts.

KEYWORDS: Porous functionally graded intermetallics, Volume combustion synthesis, Thermal insulation index, NiAl

COMMITTEE: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Prof. Dr. Recai Fatih TUNAY

Assoc. Prof. Dr. Esin AKARSU

Asst. Prof. Dr. Hatice VAROL ÖZKAVAK

Asst. Prof. Dr. Burçin DÖNMEZ

ÖNSÖZ

Tez çalışmamın başlangıcından bitimine kadar her daim vaktini ayırıp yol gösteren, desteğini ve yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen çok değerli danışman hocam Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU'ya çok teşekkür ederim.

Tezim ile ilgili görüş ve önerileriyle çalışmama katkıda bulunan Doç Dr. Esin AKARSU ve Dr. Öğr. Üyesi Burçin Dönmez'e teşekkürü borç bilirim.

Tez çalışmam süresince Akdeniz Üniversitesi Makine Mühendisliği bölümüne malzeme laboratuvarında çalışma fırsatı sağladıkları için çok teşekkür ederim.

Bu tez çalışmasını FDK-2021-5653 nolu proje ile desteklemiş olan Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne çok teşekkür ederim.

Çalışmalarım ve tüm hayatım boyunca maddi ve manevi destekleriyle, ilgi ve sevgileriyle beni hiçbir zaman yalnız bırakmayan kıymetli aileme çok teşekkür ederim.

Bu süreçte her zorlukta bana manevi destek ve güç veren, sabır ve sevgi gösteren eşim Hilmi SARIYER'e ve huzurum oğlum Ali Cemal SARIYER'e sonsuz teşekkür ederim.

Eğitim hayatımın başlangıcından itibaren beni bu doğrultuda her zaman destekleyen, inanan ve teşvik eden canım babam Cemal AYSAN'a ithafen...

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
ÖNSÖZ.....	v
AKADEMİK BEYAN	xi
SİMGELER VE KISALTMALAR	xii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xiv
ÇİZELGELER DİZİNİ	xxiv
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK TARAMASI	3
2.1. Yanma Sentezi (YS)	3
2.1.1. Yanma sentezinde sıcaklıklar.....	4
2.1.2. Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS).....	6
2.1.3. Hacim yanma sentezi (HYS).....	8
2.2. İntermetalik Malzemeler.....	9
2.2.1. Nikel alüminitler.....	11
2.2.2. Gözenekli intermetalik malzemeler.....	13
2.2.2.1. Gözenekli intermetalik malzemelerin üretimi ve özellikleri.....	14
2.2.2.2. Gözenekli intermetalik malzemelerin uygulamaları.....	24
2.2.3. İntermetalik matrisli kompozitler.....	24
2.3. Fonksiyonel Dereceli Malzemeler.....	28
2.3.1. FDM'lerin kullanım alanları.....	31
2.3.2. FDM üretim yöntemleri.....	31
2.3.2.1. Merkezkaç döküm.....	32
2.3.2.2. FDM kaplama oluşumunda lazer eritme ve benzer yöntemler.....	32
2.3.2.3. Toz metalurjisi.....	33
3. MATERYAL VE METOD	39
3.1. Kullanılan Metal Tozları ve Boşluk Oluşturucu Partiküller	40
3.1.1. Kullanılan metal tozları	40
3.1.2. Kullanılan boşluk oluşturucu partiküller.....	41
3.2. Hazır NiAl Tozların Üretimi	43
3.3. Tek Katmanlı Parçaların Üretimi	44
3.3.1. Başlangıç tozlarının miktarının hesaplanması.....	46

3.3.2. Soğuk presleme ile şekillendirme.....	47
3.3.3. HYS'de termal seyreltici türünün ve oranının etkisinin belirlenmesi için üretilen parçalar.....	48
3.3.4. Uygun soğuk presleme basıncının belirlenmesi için üretilen parçalar.....	52
3.3.5. Boşluk oluşturuç boyutunun ve miktarının basma dayanımı üzerindeki etkisinin belirlenmesi için üretilmiş olan parçalar.....	52
3.3.6. Boşluk oluşturuç türünün etkisi.....	54
3.3.7. NiAl ve Ni _{1,2} Al Kullanımının Etkisi.....	55
3.3.8. İn-sitü TiB ₂ ve ticari TiB ₂ takviye kullanımının etkisi.....	56
3.4.Çok Katmanlı FDM Parçalar.....	57
3.4.1. NiAl çok katmanlı FDM parçalar.....	57
3.4.2. NiAl-TiB ₂ kompozit katmanlı FDM Parçalar.....	60
3.5. Hacim Yanma Sentezi (HYS) ile Ürünlerin Oluşumu.....	61
3.6. Parçaların Karakterizasyonu.....	62
3.6.1. Mikroyapı incelemeleri.....	62
3.6.2. X-ışını kırınımı (XRD) analizleri.....	65
3.6.3. Basma testleri.....	65
3.6.4. Mikrosertlik ölçümleri.....	67
3.6.5. Isı yalıtım özelliğinin belirlenmesi.....	69
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	72
4.1. HYS'de Termal Seyreltici Türünün ve Oranının Etkisinin İncelenmesi.....	72
4.1.1. Üretilen hazır NiAl (NiAl-H) tozları.....	73
4.1.2. Ni+Al sistemine NiAl-H tozunun eklenmesinin etkisi.....	75
4.1.3. NiAl-H seyreltici ve üre boşluk oluşturuç ile yapılan deneyler.....	76
4.1.3.1. Mikroyapı.....	76
4.1.3.2. Mekanik testler.....	81
4.1.4. NiAl-H termal seyreltici ve NaCl boşluk oluşturuç ile üretilen parçalar.....	83
4.1.4.1. Makroyapı.....	83
4.1.4.2. Mikroyapı.....	86
4.1.4.3. Mekanik testler.....	88
4.1.5. Ni+Al sistemine TiB ₂ -H tozunun eklenmesinin etkisi.....	90
4.1.6. TiB ₂ -H ve üre boşluk oluşturuç ile yapılan deneyler.....	91
4.1.6.1. Makroyapı.....	91

4.1.6.2. Mikroyapı.....	94
4.1.6.3. Mekanik özellikleri.....	94
4.1.7. TiB ₂ -H ve NaCl boşluk oluşturuıcı ile yapılan deneyler.....	96
4.1.7.1. Makroyapı.....	96
4.1.7.2. Mekanik testler.....	98
4.1.8. Termal seyreltici türünün mekanik özelliklerdeki etkisinin karşılaştırılması.....	100
4.2. Soğuk Pres Basıncının Etkisi.....	101
4.2.1. Makroyapı.....	101
4.2.2. Mikroyapı.....	104
4.2.3. Mekanik testler.....	105
4.3. Boşluk Oluşturuıcı Boyut ve Miktarının Etkisi.....	107
4.3.1. Makroyapı.....	107
4.3.2. Mikroyapı.....	109
4.3.3. Mekanik testler.....	110
4.3.4. Gözenek miktarı ve mukavemet korelasyonu.....	112
4.3.5. Gözenek boyutu ve mukavemet korelasyonu.....	114
4.3.6. Gözenek miktarı, boyut ve mukavemet korelasyonu.....	115
4.4. Boşluk Oluşturuıcı Türü Etkisi.....	117
4.4.1. Boşluk oluşturuıcı üre ile yapılan deneyler	117
4.4.1.1. Makroyapı.....	117
4.4.1.2. Mikroyapı.....	119
4.4.1.3. Mekanik testler.....	119
4.4.2. Boşluk oluşturuıcı NaCl ile yapılandırılan deneyler.....	120
4.4.2.1. Makroyapı.....	120
4.4.2.2. Mikroyapı.....	121
4.4.2.3. Mekanik testler.....	122
4.4.3. Boşluk oluşturuıcı türünün kıyaslanması.....	123
4.5. NiAl-H ve Ni _{1,2} Al Seyreltici Kullanımının Etkisi.....	123
4.5.1. NiAl-H seyreltici kullanılarak üretilen parçalar.....	124
4.5.1.1. Makroyapı.....	124
4.5.1.2. Mikroyapı.....	125
4.5.1.3. Mekanik testler.....	126
4.5.2. Ni _{1,2} Al seyreltici kullanılarak üretilen parçalar.....	126

4.5.2.1. Makroyapı.....	126
4.5.2.2. Mikroyapı.....	127
4.5.2.3. Mekanik testler.....	128
4.5.3. NiAl-H ve Ni _{1,2} Al mekanik özelliklerin karşılaştırılması.....	129
4.5.4. Isıl yalıtım özellikleri.....	130
4.6. NiAl Matrise Hazır ve İn-sitü TiB ₂ Eklemenin Etkisi.....	132
4.6.1. İn-sitü TiB ₂ içeren gözenekli NiAl numuneler.....	134
4.6.1.1. Makroyapı.....	135
4.6.1.2. Mikroyapı.....	137
4.6.1.3. Mekanik testler.....	139
4.6.2. %40 hazır TiB ₂ - %60 in-sitü TiB ₂ içeren gözenekli NiAl numuneler....	140
4.6.2.1. Makroyapı.....	140
4.6.2.2. Mikroyapı.....	141
4.6.2.3. Mekanik testler.....	142
4.6.3. Hazır TiB ₂ içeren gözenekli NiAl numuneler.....	142
4.6.3.1. Makroyapı.....	142
4.6.3.2. Mikroyapı.....	143
4.6.3.3. Mekanik testler.....	144
4.6.4. Hazır ve in-sitü TiB ₂ mekanik özelliklerin karşılaştırılması.....	144
4.7. Ni _{1,2} Al çok katmanlı FDM parçalar.....	145
4.7.1. %20, 40 ve 60 oranında gözenek içeren katmanlardan oluşan FDM'ler.....	145
4.7.1.1. Makroyapı.....	145
4.7.1.2. Mekanik özellikler.....	147
4.7.1.3. Isıl yalıtım özellikleri.....	148
4.7.2. %40, 60 ve 75 oranında gözenek içeren katmanlardan oluşan FDM'ler..	149
4.7.2.1. Makroyapı.....	149
4.7.2.2. Mekanik özellikler.....	151
4.7.2.3. Isıl yalıtım özellikleri.....	151
4.7.3. Farklı gözenek boyutuna sahip katmanlardan oluşan FDM'ler.....	153
4.7.3.1. Makroyapı.....	153
4.7.3.2. Mekanik özellikler.....	153
4.7.3.3. Isıl yalıtım özellikleri.....	154
4.7.4. Farklı gözenek boyutuna sahip katmanlardan oluşan FDM'ler.....	155

4.7.4.1. Makroyapı.....	155
4.7.4.2. Mekanik özellikler.....	156
4.7.4.3. Isıl yalıtım özellikleri.....	157
4.8. Hazır TiB ₂ Kompozit Katmanlı FDM Parçalar.....	159
4.8.1. Hazır TiB ₂ içeren gözenekli NiAl FDM parçalar.....	159
4.8.1.1. Makroyapı.....	159
4.8.1.2. Mikroyapı.....	160
4.8.1.3. Mekanik testler.....	160
4.8.2. İn-sitü TiB ₂ (TiB ₂ -İ) içeren gözenekli NiAl FDM parçalar.....	161
4.8.2.1. Makroyapı.....	161
4.8.2.2. Mikroyapı.....	162
4.8.2.3. Mekanik testler.....	163
4.8.3. Isıl yalıtım özellikleri	163
5. SONUÇLAR.....	166
6. KAYNAKLAR.....	169
ÖZGEÇMİŞ	

AKADEMİK BEYAN

Doktora Tezi olarak sunduğum “Yanma sentezi ile fonksiyonel dereceli malzemelerin 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.

17/01/2023

Gülizar SARIYER



SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

Al	: Alüminyum
Ni	: Nikel
HV	: Vickers sertlik
TiB ₂	: Titanyum diborür
NiAl	: Nikel Alüminit
Ti	: Titanyum
B	: Bor
MgO	: Magnezyum oksit
NaCl	: Sodyum klorür
HCl	: Hidroklorik asit
NH ₄ HCO ₃	: Üre
µm	: Mikrometre

Kısaltmalar

YS	: Yanma sentezi
HYS	: Hacim Yanma Sentezi
KİYSS	: Kendiliğinden İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi
XRD	: X-Işını Kırınımı
FDM	: Fonksiyonel Dereceli Malzeme
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
T _{ad}	: Adyabatik sıcaklık
T _{at}	: Ateşleme sıcaklığı
T _y	: Gerçek yanma sıcaklığı
NiAl-H	: Hazır nikel alüminit
TiB ₂ -H	: Hazır titanyum diborür

TiB ₂ -İ	: İn-sitü titanyum diborür
BO	: Boşluk oluşturuçu
S	: Seyreltici
BD	: Boydaki değışim
ÇD	: Çaptaki değışim
SS	: Standart sapma
HÖG	: Hacim yanma sentezi öncesi gözenek
HSG	: Hacim yanma sentezi sonrası gözenek
OM	: Optik mikroskop

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. a) HYS, b) KİYSS (Rogachev ve Mukasyan 2014).....	3
Şekil 2.2. Bir ürünün ve reaksiyona girenin ön ısıtmasına ilişkin sıcaklığa karşı NiAl bileşiği oluşumu için entalpi değişiklikleri (Naplocha 2018).....	5
Şekil 2.3. KİYSS’de başlangıç malzemelerinin ateşlenmesi ve reaksiyon dalgasının ilerleyişi (Merzhanov 2012).....	6
Şekil 2.4. Reaksiyon dalgasının pelet boyunca ilerleyişi sırasında oluşan bölgelerin ve parametrelerin değişimi (Naplocha 2018).....	7
Şekil 2.5. Yanmanın meydana geldiği a) FTC35 kompoziti ve b) SEM görüntüsü.....	9
Şekil 2.6. Ni-Al faz diyagramı (Okamoto 2004).....	11
Şekil 2.7. Gözenekli yapı örnekleri a) açık hücre, düşük büyütme ve b) açık hücre yüksek büyütmede görüntüsü c) kapalı hücre silikon köpüğü (Lepage vd. 2012).....	13
Şekil 2.8. Boşluk oluşturu ile gözenekli Al içeren intermetaliklerin üretiminde sürecin şematik gösterimi (Goodall 2013).....	16
Şekil 2.9. %67 oranında gözenekliliğe ve a) 0,4–0,6 mm b) 0,6–0,9 mm ve c) 0,9–2,0 mm aralığında gözenek boyutlarına sahip gözenekli NiAl intermetalik parçaların enine kesit görüntüleri (Jie vd.2011).....	17
Şekil 2.10. a) NaCl çözünmesinden sonra ham parçalar ve b) sinterlenmiş $TiAl_3$ disklerin-görüntüleri. (Jiao vd Şekil 2016).....	18
Şekil 2.11. Hacimce % 0 ve % 60 $CO(NH_2)_2$ içerikli 2 saat ve 750° C’de 30 dakika sinterlenmiş $TiAl_3$ parçaların makro görüntüleri (Jiao vd. 2018).....	19
Şekil 2.12. Hacimce % 50 oranında a) 48µm, b) 86 µm, c) 160 µm, d) 230 µm çaplarında NH_4HCO_3 partikülü eklenerek elde edilmiş olan intermetalik parçaların mikroyapı görüntüleri (Huang vd. 2020).....	19
Şekil 2.13. Farklı miktarlarda NaCl boşluk oluşturu ile 650°C’de 300 saniye sinterlenen numunelerin SEM görüntüleri (Shu vd. 2019).....	20
Şekil 2.14. a) Sinterleme ile hazırlanan numune b) optimize edilmiş bir sinterleme yöntemi kullanılarak hazırlanan numune (Jiang vd. 2019).....	22
Şekil 2.15. Farklı görelî yoğunluklara sahip gözenekli NiAl intermetaliklerinin gerilme-birim şekil değişimi grafiği (Jie vd. 2011).....	23

Şekil 2.16. % 15 10Al – 3B ₂ O ₃ –3TiO ₂ içeren gözenekli (TiB ₂ – Al ₂ O ₃) / NiAl kompozitlerinin kesit morfolojileri ve farklı gözeneklilikler: a) yaklaşık % 60, b) yaklaşık % 72, c) yaklaşık % 85 (Wu vd. 2017).....	25
Şekil 2.17. FDM’lerde takviye fazının özelliğine göre oluşturulabilen gradyanlar (Zhang 2022).....	28
Şekil 2.18. Genel olarak fonksiyonel dereceli malzemelerin yapısında elde edilebilecek farklılaşmalardan bazılarının şematik gösterimi (Zhang 2022).....	29
Şekil 2.19. Cu ve Mo içeren katmanlardan oluşan FDM’nin mikroyapı görüntüsü (Sobczak ve Drenchev 2009).....	30
Şekil 2.20. Katmanlarında farklı boyut ve oranda gözenek içeren FDM’nin kesit görüntüsü (Sobczak ve Drenchev 2009).....	30
Şekil 2.21. Merkezkaç döküm tekniği ile FDM oluşumu (Ebhotu vd. 2016).....	32
Şekil 2.22. Toz metalürjisi yöntemiyle FDM’lerin üretim sürecinin şematik gösterimi (Ebrahimi 2016).....	33
Şekil 2.23. FeAl- NaCl numunelerinde FDM katman düzenlemesinin şematik bir gösterimi (Łazińska vd. 2015).....	34
Şekil 2.24. Beş katmanlı TiC/Ni ₃ Al FGM’nin SEM görüntüsü (Niedzialek vd. 1993) a) %90 TiC, b) %70 TiC, c) %50 TiC, d) %30 TiC ve e) %10 TiC.....	36
Şekil 2.25. Gözenekli numunelerin şekilsel gösterimi (Zhang vd. 2007).....	36
Şekil 2.26. a) HfB ₂ + NiAl FGM, b) ZrB ₂ + NiAl FGM, c) TiB ₂ + NiAl FGM (Bertolino vd. 2003).....	37
Şekil 3.1. Kullanılan a) nikel, b) alüminyum, c) titanyum d) bor ve e) TiB ₂ tozlarının SEM görüntüleri.....	41
Şekil 3.2. Kullanılan üre parçacıklarının stereo mikroskop görüntüsü a) 150-300 mikron b) 300-500 mikron c) 500-800 mikron.....	42
Şekil 3.3. Kullanılan NaCl parçacıklarının stereo mikroskop görüntüsü a) 150-300 mikron b) 300-500 mikron c) 500-800 mikron.....	43
Şekil 3.4. a) Vakumlu, indüksiyon ile ısıtma fırını b) Santrifüj cihazı.....	44
Şekil 3.5. Gözenekli NiAl parçaların üretiminde uygulanan basamakların şematik gösterimi (Jiao vd. 2018; Jiao vd. 2021; Agbedor vd. 2022; Yamada vd. 2007’den uyarlanmıştır).....	45

Şekil 3.6. a) Kullanılan 10 mm çaplı kalıp ve b) ölçülerinin üç boyutlu çizim üzerinde gösterimi.....	47
Şekil 3.7. Soğuk preslenerek üretilen ham parçanın üç boyutlu çizimi ve boyutları.....	47
Şekil 3.8. Üretilen a) 5mm ve b) 10 mm yükseklikteki peletlerin HYS öncesi görüntüleri.....	48
Şekil. 3.9. h-BN kaplı grafit krozeğe yerleştirilmiş olan ham parçaların a) HYS öncesi görüntüsü b) HYS sonrası görüntüsü.....	61
Şekil. 3.10. Kullanılmış olan tel rezistanslı fırının ve kontrol ünitesinin görüntüsü.....	62
Şekil 3.11. a) Bakalit kalıba alma cihazı b) Döner tablalı zımparalama makinesi.....	63
Şekil 3.12. a) Optik Mikroskop, b) Stereo Mikroskop.....	63
Şekil 3.13. Isparta SDÜ Enerji Araştırmaları Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan ve bu tez kapsamında hizmet alımı ile kullanılmış olan taramalı elektron mikroskobu (SEM) (FEI, Quanta FEG 250).....	64
Şekil 3.14. XRD analizinin şematik gösterimi (Khan vd. 2020).....	65
Şekil 3.15. Üniversal Çekme-Basma Cihazı.....	66
Şekil 3.16. Test örneğinin şematik gösterimi (ISO Standart 13314).....	66
Şekil 3.17. Gözenekli ve hücreli metallerin sıkıştırma testinden elde edilen gerilme-birim şekil değiştirme eğrisi (ISO Standart 13314).....	67
Şekil 3.18. Vickers sertlik cihazında a) Batıcı ucun numuneye nüfuz etmesi ve (b) Numune yüzeyinde kalan eşkenar dörtgen iz.....	68
Şekil 3.19. Vickers mikrosertlik cihazı (THV-1DTe Micro Vickers Hardness Tester)...	68
Şekil 3.20. Oksi-(bütan+propan) torç ile ısıtma ve sıcaklık ölçüm sistemi (Elvan vd., 2018'den uyarlanmıştır).....	69
Şekil 3.21. Sıcaklık ölçüm düzeneği.....	70
Şekil 4.1. Termal seyreltici eklenmeden üretilen 60U3-5 numunelerin HYS sonrası görüntüleri, a) indüksiyon fırınında ısıtılmış ve b) boru fırında ısıtılmış.....	73
Şekil 4.2. Ni+Al başlangıç karışımına eklenen MgO termal seyreltici oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi.....	73
Şekil 4.3. Üretilen a) NiAl-H ve b) Ni _{1,2} Al-H tozlarının XRD desenleri.....	74
Şekil 4.4. Üretilen NiAl-H tozlarının SEM görüntüleri a) 1 kX, b) 5 kX.....	75

Şekil 4.5. Ni+Al başlangıç karışımına eklenen NiAl-H oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi.....	75
Şekil 4.6. %20, 30, 40 ve 50 termal seyreltici NiAl-H ve %60 BO üre ile üretilen parçaların HYS sırasında a) boy ve b) çaptaki değişimleri.....	78
Şekil 4.7. %20, 30, 40 ve 50 termal seyreltici NiAl-H ve %60 BO üre ile üretilen parçaların görüntüleri	78
Şekil 4.8. a) %30 NiAl-H eklenerek üretilen parçanın HYS sonrası ve b) 1200 °C’de tavlanma sonrası XRD desenleri.....	79
Şekil 4.9. Gözenekli NiAl SEM görüntüsü a) Birincil gözenekler b) İkincil Gözenekler.....	79
Şekil 4.10. NiAl-H termal seyreltici ve BO üre ile üretilen numunelerin OM Görüntüleri a) 20N60U3-5, b) 30N60U3-5, c) 40N60U3-5, d) 50N60U3-5.....	80
Şekil 4.11. NiAl-H termal seyreltici ve BO üre ile üretilen numunelerin OM Görüntüleri a) 30N25U3-5, b) 30N50U3-5, c) 40N25U3-5, d) 40N75U3-5.....	81
Şekil 4.12. %20, %30, %40, %50 seyreltici NiAl-H ve % 60 üre BO ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafikleri.....	82
Şekil 4.13. a) %30 seyreltici NiAl ve b) %40 seyreltici NiAl-H ve %25, %50, %60 ve %75 üre BO ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafiği.....	83
Şekil 4.14. %20, 30, 40 ve 50 termal seyreltici NiAl-H ve %50 BO NaCl ile üretilen parçaların HYS sırasında a) boy ve b) çaptaki değişimleri.....	85
Şekil 4.15. NiAl-H termal seyreltici ve BO NaCl ile üretilen numunelerin SEM görüntüleri.....	86
Şekil 4.16. Boşluk oluşturu NaCl ve NiAl-H ile üretilen numunelerin SEM Görüntüleri.....	87
Şekil 4.17. %20, 30, 40 ve 50 seyreltici NiAl-H katkılı numunelerde NaCl içeriğinin bir fonksiyonu olarak ürünlerin ortalama basma akma dayanımı değerleri.....	89
Şekil 4.18. %20, 30, 40 ve 50 termal seyreltici NiAl-H ve %50 BO NaCl ile üretilen numunelerin gerilme-gerinim grafiği.....	89
Şekil 4.19. a) %30 NiAl-H ve b) %40 NiAl-H ve %25, %50 ve %75 boşluk oluşturu NaCl ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafikleri.....	90
Şekil 4.20. Ni+Al başlangıç karışımına eklenen TiB ₂ -H termal seyreltici	

oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi.....	91
Şekil 4.21. %20, 25, 35 ve 45 termal seyreltici TiB_2 -H ve %60 BO üre ile üretilen parçaların HYS sırasında boy ve çaptaki değişimleri.....	92
Şekil 4.22. TiB_2 -H termal seyreltici ve BO üre ile üretilen numunelerin OM Görüntüleri.....	93
Şekil 4.23. %25 TiB_2 -H termal seyreltici ve %60 BO üre ile üretilmiş olan bir parçanın mikroyapı görüntüsü.....	94
Şekil 4.24. %20, 25, 30, 35 ve 45 seyreltici TiB_2 ve %60 BO üre ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafiği.....	95
Şekil 4.25. %25 ve 35 seyreltici TiB_2 ve %25, 50 ve 75 BO üre ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafiği.....	96
Şekil 4.26. TiB_2 -H termal seyreltici ve BO NaCl ile üretilen numunelerin OM görüntüleri.....	98
Şekil 4.27. %25 ve 35 TiB_2 -H termal seyreltici ile üretilmiş olan parçaların BO üre ve NaCl oranlarına göre dayanım değerleri.....	99
Şekil 4.28. a) %30 NiAl-H ve %25, %50, %75 NaCl veya üre ilaveli b) %35 TiB_2 -H ve %25, %50, %75 NaCl veya üre ilaveli üretilen numunelerin gerilme-gerinim grafikleri.....	100
Şekil 4.29. a) %30 seyreltici NiAl ve %25, %50, %75 NaCl ile üre ilaveli ve b) %35 seyreltici TiB_2 -H %25, %50, %75 NaCl ile üre ilaveli üretilen numunelerin dayanım değerleri.....	101
Şekil 4.30. Farklı soğuk pres basıncıyla üretilen numunelerin makroyapı görüntüleri.....	102
Şekil 4.31. %30 NiAl-H ve %20, 40 ve 60 oranlarında BO üre kullanılarak 50, 100 ve 200 MPa soğuk pres basıncı ile üretilmiş olan numunelerin HYS sırasında boy ve çaptaki % değişimleri.....	104
Şekil 4.32. Üretilen numunelerin mikroyapıları a) 50M30N40U1,5-3, b) 100M30N40U1,5-3, c) 200M30N40U1,5-3 (500x).....	105
Şekil 4.33. %30 NiAl-H tozu ve %0, 20, 40 ve 60 oranlarında BO üre (150-300 mikron) kullanılarak farklı basınçlarda (50, 100 ve 200MPa) soğuk preslenmiş ve HYS uygulanmış numunelerin dayanım değerleri.....	106
Şekil 4.34. Üretilen numunelerin makroyapıları a) 20U1.5-3, b) 40U1.5-3, c) 60U1.5-3, d) 75U1.5-3, e) 20U3-5, f) 40U3-5, g) 60U3-5, h) 75U3-5, i) 20U5-8, j) 40U5-8, k) 60U5-8, l) 75U5-8.....	109

Şekil 4.35. 300-500 µm boyutunda %20, 40 ve 60 oranında üre içeren NiAl numunelerinin SEM görüntüleri, a) 20U1,5-3, b) 20U3-5, c) 20U5-8, d) 40U1,5-3, e) 40U3-5, f) 40U5-8, g) 60U1,5-3, h) 60U3-5, i) 60U5-8 (100x).....	110
Şekil 4.36. Üre boyutu ve üre miktarının bir fonksiyonu olarak numunelerin ortalama basma akma dayanımı.....	112
Şekil 4.37. Farklı üre boyut aralığı kullanılarak elde edilen numuneler için Bal'shin denklemine göre deneysel veriler ve lineer uyum.....	113
Şekil 4.38. 3 farklı üre boyut aralığı kullanılarak elde edilen numuneler için Gibson-Ashby modeline göre deneysel veriler ve lineer uyum.....	114
Şekil 4.39. 4 farklı üre miktarı kullanılarak elde edilen numuneler için deneysel veriler ve Hall-Petch denklemine göre lineer uyumu	115
Şekil 4.40. Bhattacharjee modeline göre deneysel veriler ve doğrusal uyum.....	116
Şekil 4.41. 150-300 µm boyutunda %20, 40 ve 60 oranında üre içeren NiAl numunelerinin SEM görüntüleri, a) 30N20U1,5-3, b) 30N40U1,5-3, c) 30N60U1,5-3 (kırık görüntü) (500x).....	118
Şekil 4.42. 150-300 µm boyutunda % 20, 40 ve 60 oranında üre içeren NiAl numunelerinin makroyapıları, a) 30N20U1,5-3, b) 30N40U1,5-3, c) 30N60U1,5-3, d) 30N75U1,5-3.....	118
Şekil 4.43. 150-300 µm boyutunda % 20, 40 ve 60 oranlarında üre içeren numunelerinin SEM görüntüleri, a) 30N20U1,5-3, b) 30N40U1,5-3, c) 30N60U1,5-3 (1kX).....	119
Şekil 4.44. %20, 40, 60 ve 75 oranlarında BO üre ve %30 seyreltici NiAl-H ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafiği.....	120
Şekil 4.45. 150-300 µm boyutunda %20, 40, 60 ve 75 oranında NaCl içeren NiAl numunelerinin makroyapıları, a) 30N20N1,5-3, b) 30N40N1,5-3, c) 30N60N1,5-3, d) 30N75N1,5-3.....	121
Şekil 4.46. 150-300 µm boyutunda %20,40, 60 ve 75 oranında NaCl içeren NiAl numunelerinin SEM görüntüleri, a) 30N20N1,5-3, b) 30N40N1,5-3, c) 30N60N1,5-3, d) 30N75N1,5-3 (1000x).....	121
Şekil 4.47. %30 seyreltici NiAl-H ve %20, 40, 60 ve 75 oranlarında boşluk oluşturu NaCl ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafiği.....	122
Şekil 4.48. Üre ve NaCl BO (ve %30 NiAl-H) kullanılarak üretilmiş olan parçaların dayanım değerleri.....	123
Şekil 4.49. 300 K ile 1100 K arasındaki sıcaklıklarda NiAl'in Al konsantrasyonu-	

nun bir fonksiyonu olarak termal iletkenliđi (Terada vd. 2002).....	124
Şekil 4.50. NiAl-H termal seyreltici ve BO üre ile üretilen numunelerin SEM görüntüleri a) 30N20U1,5-3, b) 30N40U1,5-3, c) 30N60U1,5-3.....	125
Şekil 4.51. Üretilen numunelerin makroyapı görüntüleri a) 30N20U1,5-3, b) 30N40U1,5-3, c) 30N60U1,5-3, d) 30N75U1,5-3.....	125
Şekil 4.52. NiAl-H termal seyreltici ve BO üre ile üretilen numunelerin SEM görüntüleri a) 30N20U1,5-3, b) 30N40U1,5-3, c) 30N60U1,5-3 (1kX).....	126
Şekil 4.53. Üretilen numunelerin makroyapı görüntüleri a) 30NN20U1,5-3, b) 30NN40U1,5-3, c) 30NN60U1,5-3, d) 30NN75U1,5-3.....	127
Şekil 4.54. Üretilen numunelerin mikroyapıları a) 30NN20U1,5-3, b) 30NN40U1,5-3, c) 30NN60U1,5-3, d) 30NN75U1,5-3 (50x).....	128
Şekil 4.55. Ni _{1,2} Al bileşimindeki numunenin XRD desenleri a) HYS sonrası, b) 1200°C’de tavlama işlemi sonrası.....	129
Şekil 4.56. %30 seyreltici NiAl-H ve Ni _{1,2} Al-H ile %20, 40, 60, 75 BO üre ile üretilen numunelerin HYS sonrasında boy ve çaptaki değışimleri.....	129
Şekil 4.57. %30 seyreltici NiAl-H ve Ni _{1,2} Al-H ile %20, 40, 60, 75 BO üre ile üretilen numunelerin dayanım değeri.....	130
Şekil 4.58. NiAl-H ve Ni _{1,2} Al ile üretilen dolu parçaların yalıtım indeksi değeri.....	131
Şekil 4.59. Ni _{1,2} Al ile üretilen dolu, %60 ve %75 üre eklenerek üretilen katmanlardan oluşan FDM parçaların ön yüzden ısıtma sırasında eş zamanlı ölçülen ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değışimi.....	131
Şekil 4.60. Ni _{1,2} Al ile üretilen dolu, %60 ve %75 üre ile üretilen parçaların yalıtım indeksi değeri.....	132
Şekil 4.61. Bazı olası ürünlerin oluşumu için Gibbs serbest enerji değeriinin değışimi (Roine 1994).....	133
Şekil 4.62. Farklı oranlarda NiAl-H içeren Ni+Al’e, (Ti+2B olarak) eklenen TiB ₂ oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi.....	134
Şekil 4.63. Ni+Al+Ti+B karışımlarından elde edilen a) NiAl-10TiB ₂ , b) NiAl-20TiB ₂ , c) NiAl-30TiB ₂ kompozitlerinin XRD desenleri. (1) NiAl, (2) TiB ₂	135
Şekil 4.64. İn-sitü TiB ₂ (TiB ₂ -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların OM	

görüntüleri a) 5T30N20U1,5-3, b) 5T30N40U1, c) 5T30N60U1,5-3-3, d) 10T35N20U1,5-3, e) 10T35N40U1,5-3 f) 10T35N60U1,5-3, g) 20T40N60U1,5-3, h)30T50N60U1,5-3 (50x).....	137
Şekil 4.65. İn-sitü TiB_2 (TiB_2 -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların SEM görüntüleri a) 5T30N20U1,5-3, b) 10T35N60U1,5-3, c) 20T40N60U1,5-3, d)30T50N60U1,5-3 (20kX).....	138
Şekil 4.66. Termal seyreltici kullanılmadan üretilmiş olan in-sitü TiB_2 (TiB_2 -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların SEM görüntüleri a) 20T60U3-5, b) 30T60U3-5 (20Kx).....	138
Şekil 4.67. İn-sitü TiB_2 (TiB_2 -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların dayanım Değerleri.....	140
Şekil 4.68. %30 NiAl-H içeren Ni+Al'e, eklenen in-sitü+hazır TiB_2 takviye fazı içindeki hazır TiB_2 oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi.....	140
Şekil 4.69. TiB_2 -H ve in-sitü TiB_2 (TiB_2 -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların OM görüntüleri a) 10TT30N60U1,5-3, b) 20TT30N60U,1,5-3 (50x).....	141
Şekil 4.70. %60 in-sitü TiB_2 (TiB_2 -İ)+ %40 TiB_2 -H takviyeli gözenekli NiAl parçaların SEM görüntüleri (10 kX).....	141
Şekil 4.71. Farklı oranlarda NiAl-H içeren Ni+Al karışımlarına eklenen TiB_2 -H oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi.....	142
Şekil 4.72. TiB_2 -H takviyeli gözenekli NiAl parçaların %60 BO üre ile üretilen numunelerin OM görüntüleri a) 10TH20N60U1,5-3, b) 20TH10N60U1,5-3, c) 30TH60U1,5-3 (50x).....	143
Şekil 4.73. TiB_2 -H takviyeli gözenekli NiAl parçaların %60 BO üre ile üretilen numunelerin SEM görüntüleri a) 10TH20N60U1,5-3, b) 20TH10N60U1,5-3, c) 30TH60U1,5-3 (5kX).....	143
Şekil 4.74. TiB_2 -H takviyeli gözenekli NiAl parçaların gerilme-gerinim diyagramları.....	144
Şekil 4.75. İn sitü ve TiB_2 -H takviyeli gözenekli NiAl parçaların dayanım değerleri.....	145
Şekil 4.76. 10 ve 20 mm boyundaki FDM parçalar a) ve d) 30NN2-4-6U1,5-3, b) ve e) 30NN2-4-6U3-5, c) 30NN2-4-6U5-8.....	147
Şekil 4.77. %20, 40 ve 60 BO üre eklenerek üretilen katmanlardan oluşan FDM parçaların ön yüzden ısıtma sırasında eş zamanlı ölçülen ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değişimi.....	148

Şekil 4.78. Farklı boyut aralığında %20, 40, 60 BO üre ile üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değerleri.....	149
Şekil 4.79. 10 ve 20 mm boyundaki FDM parçalar a) ve d) 30NN4-6-7,5U1,5-3, b) ve e) 30NN4-6-7,5U3-5, c) ve f) 30NN4-6-7,5U5-8.....	150
Şekil 4.80. %40, 60, 75 BO üre eklenerek üretilen katmanlardan oluşan FDM parçaların ön yüzden ısıtma sırasında eş zamanlı ölçülen ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değişimi.....	152
Şekil 4.81. Farklı boyut aralığında %40, 60, 75 BO üre ile üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değerleri.....	152
Şekil 4.82. 10 ve 20 mm boyundaki FDM parçalar a) 30NN6U1,5-3-5-8 (10 mm) b) 30NN6U1,5-3-5-8 (20 mm).....	153
Şekil 4.83. Farklı boyut aralığında %60 BO üre ile 150-300 mikron boyutunda aralığında %60 BO üre üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değerleri.....	154
Şekil 4.84. Farklı boyut aralığında %60 BO üre ile 150-300 mikron boyutunda aralığında %60 BO üre üretilen FDM parçalara termal testte uygulanan sıcaklık karşı ölçülen sıcaklık.....	155
Şekil 4.85. 10 ve 20 mm boyundaki FDM parçalar a) ve c) 30NN2-4-6N1,5-3, b) ve d) 30NN4-6-7,5N1,5-3.....	156
Şekil 4.86. %20, 40, 60 ve %40, 60, 75 BO NaCl eklenerek üretilen katmanlardan oluşan FDM parçaların ön yüzden ısıtma sırasında eş zamanlı ölçülen ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değişimi.....	158
Şekil 4.87. 150-300 mikron boyutlu %40, 60, 75 BO üre ile üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değerleri.....	158
Şekil 4.88. a) 30TH2-4-6U1,5-3 (10 mm) b) 30TH2-4-6U1,5-3 (20 mm) boyundaki FDM parçalar.....	160
Şekil 4.89. 30TH60U1,5-3 parçanın OM görüntüsü a) 500x b) 1000x.....	160
Şekil 4.90. 10 ve 20 mm boyundaki FDM parçalar a) 5T30NN2-4-6U1,5-3, b) ve c) 10T35NN2-4-6U1,5-3.....	162
Şekil 4.91. a) 5T30NN40U1,5-3; b) 10T35NN40U1,5-3 (1000x).....	163
Şekil 4.92. %20, 40, 60 BO üre ve TiB ₂ -H, TiB ₂ -İ eklenerek üretilen katmanlardan oluşan FDM parçaların ön yüzden ısıtma sırasında eş zamanlı ölçülen ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değişimi.....	164

Şekil 4.93. 150-300 mikron %20,40, 60 BO üre ve TiB ₂ -H, TiB ₂ -İ ile üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değerleri.....	165
---	-----



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Yanma sentezi ile üretilen bileşik ve malzeme örnekleri (Merzhanov 1997; Khusid vd. 1994).....	4
Çizelge 2.2. Seçilen intermetaliklerin yapısı ve özellikleri.....	10
Çizelge 2.3. NiAl, TiB ₂ ve NiAl–TiB ₂ kompozitlerinin yoğunluk ve sertlikleri (Hawk ve Alman 1999).....	26
Çizelge 3.1. Hazır NiAl tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	49
Çizelge 3.2. Hazır NiAl tozu ve NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	50
Çizelge 3.3. Hazır TiB ₂ tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	51
Çizelge 3.4. Hazır TiB ₂ tozu ve NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	51
Çizelge 3.5. Hazır NiAl tozu ve üre kullanılarak farklı soğuk preleme basıncı uygulanarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	52
Çizelge 3.6. Hazır NiAl tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	53
Çizelge 3.7. Hazır NiAl tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	54
Çizelge 3.8. Hazır NiAl tozu ve NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	55
Çizelge 3.9. Stokiyometrik NiAl bileşimi ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	56
Çizelge 3.10. Ni _{1,2} Al bileşimi ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri.....	56
Çizelge 3.11. TiB ₂ -H ve in-sitü TiB ₂ (TiB ₂ -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların kodları ve parametreleri.....	57
Çizelge 3.12. NiAl katmanlardan üretilmiş olan FDM’ler ve bulundurduğu katmanların içeriği BO: Boşluk Oluşturucu, S:Seyreltici).....	58
Çizelge 3.13. 150-300 µm (veya 300-500 veya 500-800µm) boyut aralığında BO ile (üre veya NaCl), hac.% 20, 40, 60 BT içeren katmanlara sahip	

FDM'lerin katmanlarının bileşimi.....	58
Çizelge 3.14. 150-300 µm (veya 300-500 veya 500-800µm) boyut aralığında BO ile (üre veya NaCl), hac. % 40, 60, 75 BO içeren katmanlara sahip FDM'lerin katmanlarının bileşimi.....	59
Çizelge 3.15. Katmanlarında farklı boyutta BO bulunduran hac. %60 BT içeren FDM'nin katmanlarının bileşimi.....	59
Çizelge 3.16. Kompozit katmanlardan üretilmiş olan FDM'ler ve bulundurduğu katmanların içeriği (BO: Boşluk Oluşturucu, S:Seyreltici).....	60
Çizelge 3.17. Katmanlarında in-sitü TiB ₂ takviye fazı bulunduran hac. %60 BO içeren FDM'nin katmanlarının bileşimi.....	60
Çizelge 3.18. Katmanlarında hazır TiB ₂ takviye fazı bulunduran hac. %60 BO içeren FDM'nin katmanlarının bileşimi.....	61
Çizelge 4.1. Hazır NiAl tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları.....	77
Çizelge 4.2. NiAl-H tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri.....	82
Çizelge 4.3. NiAl-H tozu ve BO NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları.....	84
Çizelge 4.4. %20, 30, 40 ve 50 oranlarında termal seyreltici NiAl-H ve %25, 50, 75 BO NaCl ile üretilmiş parçaların basma akma dayanımı ve mikrosertlik değerleri.....	88
Çizelge 4.5. Hazır TiB ₂ tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek, boy ve çaptaki değişim oranları.....	92
Çizelge 4.6. Termal seyreltici TiB ₂ -H tozu ve BO üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların basma akma dayanımı ve mikrosertlik değerleri.....	95
Çizelge 4.7. Hazır TiB ₂ tozu ve boşluk oluşturucu NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları.....	97
Çizelge 4.8. Hazır TiB ₂ tozu ve boşluk oluşturucu NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların basma akma dayanımı değerleri.....	99
Çizelge 4.9. %30 NiAl-H tozu ve %20, %40 ve %60 oranlarında boşluk oluşturucu üre (150-300 mikron) kullanılarak farklı basınçlarda (50 MPa, 100MPa, 200MPa) üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları.....	103
Çizelge 4.10. %30 NiAl-H tozu ve %20, 40 ve 60 oranlarında BO üre (150-300 mikron) kullanılarak farklı basınçlarda (50, 100 ve 200MPa) soğuk preslenmiş	

ve HYS uygulanmış olan numunelerin dayanım ve mikrosertlik değerleri.....	105
Çizelge 4.11. Üre miktarı ve boyutunun bir fonksiyonu olarak HYS öncesi ve sonrası peletlerin ortalama gözeneklilik değerleri (ÖGB: ölçülen ortalama gözenek boyutu).....	108
Çizelge 4.12. Gözenek boyutu ve gözenek miktarına bağlı olarak numunelerin ortalama basma akma dayanımı ve standart sapma değerleri.....	111
Çizelge 4.13. Şekil 4.37'den hesaplanan eşitlik 20 için m ve σ_0 değerleri.....	113
Çizelge 4.14. Şekil 4.36'dan hesaplanan Denklem 19 için m ve σ_0 değerleri.....	115
Çizelge 4.15. Hazır NiAl tozu ve %20, %40, %60 ve %75 oranlarında üre kullanılarak üretilmiş olan parçaların gözenek, boy ve çaptaki değişim oranları.....	117
Çizelge 4.16. %20, 40, 60 ve 75 oranlarında BO üre ve %30 NiAl-H ve kullanılarak üretilmiş olan parçaların basma akma dayanımı ve mikrosertlik değerleri.....	119
Çizelge 4.17. Hazır NiAl tozu farklı oranlarda NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları.....	120
Çizelge 4.18. Hazır NiAl tozu ve farklı oranlarda üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların basma akma dayanımı değerleri.....	122
Çizelge 4.19. %30 oranında NiAl-H ve $Ni_{1,2}Al$ -H termal seyreltici ve çeşitli oranlarda BO üre kullanılarak üretilmiş olan parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları.....	124
Çizelge 4.20. NiAl-H ve 150-300 mikron boyutlu BO üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri.....	126
Çizelge 4.21. $Ni_{1,2}Al$ -H ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları.....	127
Çizelge 4.22. $Ni_{1,2}Al$ -H ve 150-300 mikron boyutlu üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri.....	128
Çizelge 4.23. NiAl-H ve $Ni_{1,2}Al$ termal seyreltici ile üretilen parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıkları için ulaşılan sıcaklıkları ve yalıtım indeksleri.....	130
Çizelge 4.24. $Ni_{1,2}Al$ ile üretilen dolu,%60 ve %75 üre ile üretilen parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıkları için ulaşılan sıcaklıkları ve yalıtım indeksleri....	132
Çizelge 4.25. İn-sitü TiB_2 (TiB_2 -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların gözenek ve boydaki değişimleri.....	136

Çizelge 4.26. İn-sitü TiB ₂ (TiB ₂ -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri.....	139
Çizelge 4.27. TiB ₂ -H ve in-sitü TiB ₂ (TiB ₂ -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların gözenek ve boydaki değişimleri.....	141
Çizelge 4.28. TiB ₂ -H ve in-sitü TiB ₂ (TiB ₂ -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri.....	142
Çizelge 4.29. TiB ₂ -H takviyeli gözenekli NiAl parçaların gözenek ve boydaki değişimleri.....	143
Çizelge 4.30. TiB ₂ -H takviyeli gözenekli NiAl parçaların dayanımları ve Mikrosertlikleri.....	144
Çizelge 4.31. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %20, 40, 60 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçaların HYS sonrası gözenek ve boyutlarındaki değişim oranları (ortalama üre oranı %40).....	146
Çizelge 4.32. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %20, 40, 60 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçaların dayanım değerleri...	148
Çizelge 4.33. 150-300, 300-500 ve 500-800 mikron boyutlu %20, 40, 60 oranlarında üretilen FDM parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıkları için ulaşılan sıcaklıkları ve yalıtım indeksleri.....	149
Çizelge 4.34. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %40, 60, 75 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçaların HYS sonrası gözenek ve boyutlarındaki değişim oranları.....	149
Çizelge 4.35. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %40, 60, 75 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçaların dayanım değerleri...	151
Çizelge 4.36. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %40, 60, 75 oranlarında üretilen FDM parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıkları için ulaşılan sıcaklıkları ve yalıtım indeksleri.....	151
Çizelge 4.37. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %60 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçaların HYS sonrası gözenek ve boyutlarındaki değişim oranları.....	152
Çizelge 4.38. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %60 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçalarının dayanım değerleri.....	153
Çizelge 4.39. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %60 oranında üretilen FDM parça ile 150-300 µm boyutunda hac.%60 oranında üretilen parçanın arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıkları için ulaşılan sıcaklıkları	

ve yalıtım indeksleri.....	154
Çizelge 4.40. 150-300 µm, boyut aralığında, hac. %20, 40, 60 ve %40, 60, 75 oranlarında BO NaCl içeren katmanlara sahip FDM parçaların HYS sonrası gözenek ve boyutlarındaki değişim oranları.....	155
Çizelge 4.41. 150-300 µm, boyut aralığında, hac. %20, 40, 60 ve %40, 60, 75 oranlarında BO NaCl içeren katmanlara sahip FDM parçaların dayanım değerleri.....	157
Çizelge 4.42. 150-300 µm boyutlu hac. %20, 40, 60 ve %40, 60, 75 oranlarında BO NaCl ile üretilen FDM parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıkları için ulaşılan sıcaklıkları ve yalıtım indeksleri.....	157
Çizelge 4.43. 150-300 mikron %20, 40, 60 BO üre ve TiB ₂ -H ilaveli gözenek içeren katmanlara sahip FDM parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları.....	159
Çizelge 4.44. 150-300 µm boyutunda %20, 40 ve 60 BO üre ve TiB ₂ -H ile üretilen FDM parçaların dayanımı.....	161
Çizelge 4.45. 150-300 µm boyutlu % 20, 40 ve 60 BO üre ve TiB ₂ -İ içeren Ni _{1,2} Al katmanlara sahip FDM parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları.....	161
Çizelge 4.46. 150-300 µm boyutlu hac. %20, 40, 60 oranında BO üre ve TiB ₂ -İ içeren katmanlara sahip FDM parçaların dayanım değerleri.....	163
Çizelge 4.47. 150-300 mikron boyutlu %20, 40, 60 oranlarında üre, TiB ₂ -H ve TiB ₂ -İ ile üretilen FDM parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıkları için ulaşılan sıcaklıklar ve yalıtım indeksleri.....	164

1. GİRİŞ

Havacılık ve uzay alanlarında hafif, yüksek performanslı, yüksek sıcaklık malzemelerine olan talep; oksidasyona dirençli, yüksek erime sıcaklığına sahip intermetaliklere büyük ilgi uyandırmıştır. İntermetalik bileşikler iki veya daha fazla metalik veya semi metalik element içeren katı fazlar olarak tanımlanmıştır. Matris malzemesi olarak bu çalışmada seçilmiş olan NiAl yüksek sıcaklıkta sürünme direnci, oksidasyon direnci, yüksek dayanım, sertlik ve aşınma direnci gibi üstün özelliklere sahip olan intermetalik bir bileşiktir.

Son zamanlarda, gözenekli intermetalikler, çeşitli potansiyel uygulamalar beklentisi ile, üstün özelliklerinden dolayı dikkat çekmiştir. NiAl, FeAl ve TiAl gibi gözenekli intermetalikler, temel toz sıkıştırma ve sinterleme ile üretilmiştir. Araştırma çalışmalarının tümü, gözenekli intermetaliklerin oksidasyon ve korozyon direncinin geleneksel gözenekli metallere göre daha üstün olduğunu göstermektedir.

Fonksiyonel dereceli malzemeler (FDM) kompozit malzemelerle karşılaştırıldığında üstün mekanik özellikler göstermektedir. FDM’de bileşim veya yapı, hacim boyunca kademeli olarak değişir, bu da malzemenin birçok özelliğinde değişikliklere neden olmaktadır. Örneğin içten yüzeye gözenek dağılımındaki kademeli bir artış, düşük özgül ağırlık, mekanik şok direnci, termal yalıtım, termal stresin gevşemesi gibi birçok özelliği verebilmektedir.

Literatürdeki çalışmalarda yüzey alanını arttırmak ve ağırlığı azaltmak için yüksek miktarda porozite hedeflenmiştir. Yüksek gözeneklilik ve yüksek yüzey alanı, daha iyi filtrasyon, katalitik özellikler ve ısı yalıtım özellikleri gibi istenen özellikleri sağlamaktadır. Üretilen malzemelerde gözenek oranının artırılmasının avantajı, malzemenin yoğunluğunun azalmasını sağlamaktır. Ayrıca gözenekli yapı, ısı yalıtımı uygulamalarında ısıl iletkenliğin düşmesine yardımcı olmaktadır.

Bu tez çalışması kapsamında, fonksiyonel dereceli malzemelerin yapısında gözenek miktarının ve boyutunu değişmesi sağlanmıştır. Bununla birlikte mekanik dayanımı geliştirmek ve malzemenin şeklini koruması amacıyla katmanlara değişen oranlarda termal seyreltici olarak NiAl, Ni_{1,2}Al ve TiB₂ eklenmesi incelenmiştir. Fonksiyonel dereceli malzemenin tamamı tek bir yanma sentezi reaksiyonu ile oluşturulmuştur. Katmanlardaki farklı orandaki gözenek, başlangıç tozlarına boşluk oluşturucu olarak eklenen farklı boyutlarda (150-300, 300-500 ve 500-800 mikron) üretilen ve NaCl parçacıkları ile sağlanmıştır.

Bu çalışmada, FDM yapıları parçaların üretim sonrasında hem şeklini ve bütünlüklerini koruyabilmesi, hem de dayanımı dikkate alınarak deneyler gerçekleştirilmiştir. Gözenek boyutu, gözenek miktarı ve diğer özellikler arasındaki ilişkiyi anlamak ve ölçmek, bu tür malzemelerin devam eden gelişimi için esastır.

Takviye malzemesi olarak kullanılan TiB₂; yüksek erime sıcaklığı, yüksek sertliği, düşük yoğunluğu ve termal genleşme katsayısı, ağırlıkça daha yüksek özellik gerektiren uygulamalar için avantajlıdır. TiB₂’nin aynı zamanda NiAl içinde yüksek sıcaklıklarda kararlı olduğu bilinmektedir.

Fonksiyonel dereceli bir malzeme olarak, farklı özelliklere sahip bölgelerden oluşması hedeflenen parçanın bütününün toz metalürjisi ile tek bir yanma reaksiyonu sentezi (HYS) ile elde edilmiş olması önemli bir avantajdır. Süperalaşımdan imal edilmiş bir parçanın yerine NiAl parçanın kullanılması, NiAl'in daha düşük özgül ağırlığa sahip olması sayesinde havacılık sektörü açısından avantaj sağlayabilecektir. Üretilen malzemelerin yüksek sıcaklıkta filtreleme, katalizör ve uzay araştırmaları araçlarının yeniden kullanılabilir metalik termal koruma sisteminin bir katmanı olarak değerlendirilme potansiyeli bulunmaktadır.

Farklı boyutlarda ve farklı oranlarda boşluk oluşturuca üre ve NaCl parçacıkları ve NiAl, Ni_{1,2}Al, TiB₂ termal seyrelticiler kullanılarak üretilmiş olan FDM parçalarının üretimi ve karakterizasyon sonucu elde edilmiş olan bilgilerin gözenekli intermetalik FDM yapılı malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu hakkında sonraki çalışmalar için faydalı olacağı düşünülmektedir

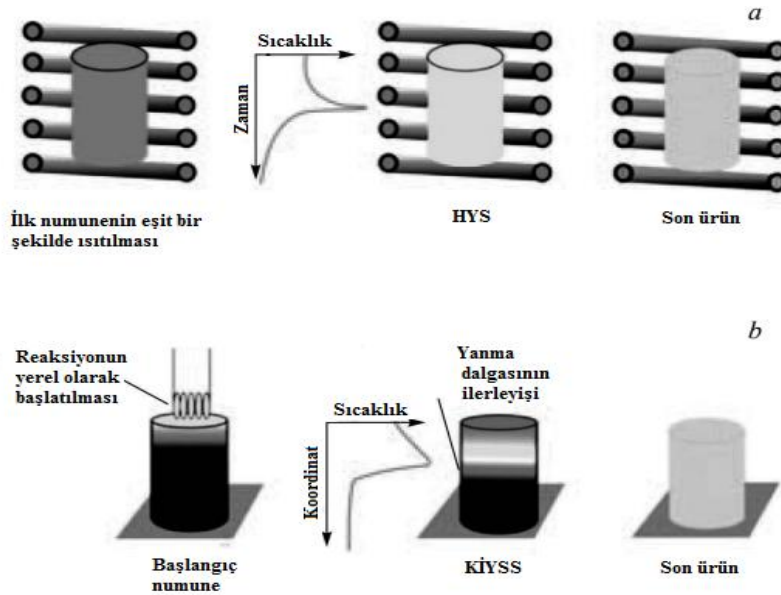


2. KAYNAK TARAMASI

2.1. Yanma Sentezi (YS)

Yanma sentezi (YS), reaksiyonların yüksek ekzotermikliğinden yararlanan bir yöntemdir. Başlangıç malzemeleri arasında gerçekleşen ekzotermik reaksiyon sonucunda ani artan sıcaklık sayesinde, ya başlangıç malzemelerinin tamamı aynı anda reaksiyona girmektedir (hacim yanma sentezi (HYS)) (Şekil 2.1 (b)) ya da başlangıç malzemeleri içinde ilerleyen bir reaksiyon bölgesi ile kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) meydana gelmektedir (Şekil 2.1 (a)). Her iki yanma sentezi türünde de reaktanlar, tipik olarak silindirik bir şekle sahip bir pelet halinde preslenebilir. Örnekler daha sonra bir ekzotermik reaksiyonu başlatmak için harici bir kaynakla (örneğin, tungsten bobin, lazer) ya lokal olarak (KİYSS) ya da üniform olarak (HYS) ısıtılır. KİYSS modunun karakteristik özelliği, yerel olarak başlatıldıktan sonra, heterojen reaktan karışımları boyunca bir reaksiyon dalgasının kendi kendine ilerlemesidir. Dalga cephesinin sıcaklığı oldukça yüksek değerlere (2000-4000 K) ulaşabilmektedir (Varma vd. 1998).

Katı alev olarak da bilinen yanma sentezi (YS), üstün özelliklere sahip olan refrakter bileşikler (karbürler, borürler, nitrürler, intermetalikler, karmaşık oksitler) ve gelişmiş kompozit malzemeleri üretmek için maliyet ve enerji açısından verimli bir yöntemdir. Yanma sentezinin avantajları arasında kısa işlem süresi, düşük enerji tüketimi, safsızlıkların buharlaşması nedeniyle yüksek ürün saflığı ve nihai ürünlerin bazı özellikleri yer alır. Bunun yanı sıra net şekle yakın ürünler üretmek için presleme, ekstrüzyon, döküm ve diğer işlemlerle birleştirilebilmektedir (Merzhanov 1997; Merzhanov ve Mukasyan 2007).



Şekil 2.1. a) HYS, b) KİYSS (Rogachev ve Mukasyan 2014)

Yanma sentezi, inorganik malzeme teknolojisinde aktif olarak kullanılmaktadır (Merzhanov ve Borovinskaya 1972). Literatürde yanma sentezi ile üretilmiş ürünlerin bazıları Çizelge 2.1'de sunulmaktadır.

Çizelge 2.1. Yanma sentezi ile üretilen bileşik ve malzeme örnekleri (Merzhanov 1997; Khusid vd. 1994)

Malzeme Tipi	Bileşikler (ve adyabatik yanma sıcaklıkları (K))
Borürler	TiB ₂ (3190), ZrB ₂ (3310), HfB ₂ (3320), VB ₂ (2670), VB (2520), NbB ₂ (2400), TaB ₂ (2700), CrB ₂ (2470), MoB ₂ (1500), LaB ₆ (2800)
Karbürler	TiC (3210), ZrC (3400), HfC (3900), VC (2400), Nb ₂ C (2600), TaC (2700), SiC (1800), WC, B ₄ C, Cr ₃ C ₂ , Mo ₂ C
Alüminitler	NiAl, Ni ₃ Al, Ni ₂ Al ₃ , TiAl, CoAl, Nb ₃ Al, Cu ₃ Al, CuAl, FeAl
Silisitler	Ti ₅ Si ₃ (2500), TiSi (2000), ZrSi (2700), Cr ₅ Si ₃ (1700), CrSi ₂ (1800), Nb ₅ Si ₃ (3340), MoSi ₂ (1900), TaSi ₂ (1800)
Nitrürler	TiN (4900), ZrN (4900), VN (3500), HfN, NbN (3500), Ta ₂ N (3000), Mg ₃ N ₂ (2900), Si ₃ N ₄ (4300), BN (3700), AlN (2900)
Karbonitrürler	TiC-TiN, NbC-NbN, TaC-TaN, ZrC-ZrN
Karmaşık oksitler	Alüminatlar (YAlO ₂ , MgAl ₂ O ₄), niyobatlar (NaNbO ₃ , BaNb ₂ O ₆ , LiNbO ₃), ferritler (CoFe ₂ O ₄ , BaFe ₂ O ₄ , Li ₂ Fe ₂ O ₄), titanatlar (BaTiO ₃ , PbTiO ₄)
Sermetler	TiC-Ni, TiC-Cr, TiC-Co, TiC-Ni-Cr, TiC-Ni-Mo, TiC-Fe-Cr, TiC-Cr ₃ C ₂ -Ni-Cr, Cr ₃ C ₂ -Ni-Mo, WC-Co, TiC-TiN-NiAl
Kompozitler	TiC-TiB ₂ , TiB ₂ -Al ₂ O ₃ , TiC-Al ₂ O ₃ (2300), TiN-Al ₂ O ₃ , B ₄ C-Al ₂ O ₃ , MoSi ₂ -Al ₂ O ₃ (3300), MoB-Al ₂ O ₃ (4000), Cr ₃ C ₂ -Al ₂ O ₃ , 6VN-5Al ₂ O ₃ (4800), ZrO ₂ -Al ₂ O ₃ -2Nb, AlN-BN

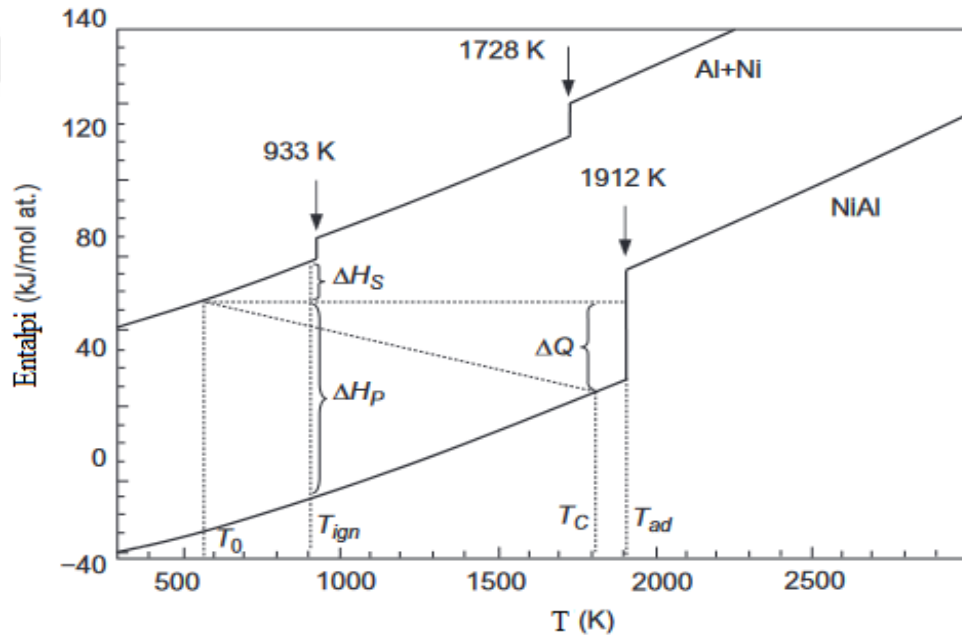
2.1.1. Yanma sentezinde sıcaklıklar

Yanma sentezinde reaksiyon sürecini ve son ürünün özelliklerini etkileyen 3 önemli sıcaklık noktası vardır. Bunlar: 1) Tutuşma (veya ateşleme) sıcaklığı (T_{at}), yanma sentezinin başladığı aşama olarak ifade edilir. 2) Adyabatik sıcaklık (T_{ad}), adyabatik koşullarda, ekzotermik reaksiyon sonucu açığa çıkan enerji ile, ürünlerin ulaşabileceği en yüksek yanma sıcaklığıdır. 3) Gerçek yanma sıcaklığı (T_y), pratikte adyabatik olmayan koşullarda, çevresel ısı kayıpları nedeniyle ürünlerin ulaştığı sıcaklıktır (Moore & Fend 1995). Bazı çalışmalarda, reaksiyon peletinin içine yerleştirilmiş olan termokupl kullanılarak gerçekleştirilmiş sıcaklık ölçümlerinde dahi belirlenmiş olan yanma sıcaklıklarının pratikte adyabatik sıcaklıktan düşük olduğu gözlenmiştir (Bertolio vd. 2003).

Yanma sentezi reaksiyonunda adyabatik sıcaklık; reaksiyona girenler ile ürünler arasındaki entalpi değişimi ile ilgilidir (Yi ve Moore 1990). Reaksiyon entalpisi, reaksiyona giren (ΔH_S) ve ön yüzeyin arkasındaki alt tabaka ürün (ΔH_P) olmak üzere ön ısıtma ve reaktanların ürüne dönüşümü olarak iki kısma ayrılır. Bu nedenle KİYSS'nin tutuşma (veya ateşleme) sıcaklığında (T_{at}) reaksiyon entalpisi denklem (1) ile ifade edilir.

$$-(\Delta H_S + \Delta H_P) = \Delta H_{at} \quad (1)$$

ΔH_{at} noktasındaki reaksiyon entalpisi, adyabatik ısıtma ile üretilen ısı miktarı olarak reaksiyona girenlerin katmanlarının sıcaklığını T_0 'dan T_{at} 'ye yükseltmektedir. Ürünler tarafından emilen enerjinin kalan kısmı (ΔH_P) onları gerçek yanma sıcaklığına (T_y) kadar önceden ısıtır. Reaksiyona girenlerin sıcaklığının T_0 'dan T_{at} 'ye bir ön ısıtması, (ΔH_S) değerini 0 J/mol'e düşürür ve reaksiyondan gelen ısının tamamı ürünler tarafından adsorbe edilerek daha yüksek sentez sıcaklığı elde edilebilmektedir (Şekil 2.2).



Şekil 2.2. Bir ürünün (ΔH_P) ve reaksiyona giren (ΔH_S) ön ısıtmasına ilişkin sıcaklığa karşı NiAl bileşiği oluşumu için entalpi değişiklikleri (Naplocha 2018)

Adyabatik koşullardan sapmalar ve ısı kaybı, sentezi etkilemektedir. Soğuma süresi t_s , maksimum sıcaklığa T_{ms} ulaştıktan sonra meydana gelir. Yanma sentezi ve ilgili yapı oluşumu, erimeyi, eriyiğin yayılmasını içermektedir (Naplocha 2018).

T_{ad} , oluşum entalpisi ve ısı kapasitesi verileriyle termodinamik olarak aşağıdaki eşitlikle hesaplanabilmektedir (Moore ve Feng 1995).

$$-\Delta H_{298}^0 = \int_{298}^{T_e} \Delta C_P (\text{ürün,katı}) dT + \Delta H_e + \int_{T_e}^{T_{ad}} \Delta C_P (\text{ürün,sıvı}) dT \quad (2)$$

ΔH_{298}^0 , 298 K'de ürünlerin (standart) oluşum ısısıdır. C_p , ürünlerin ısı kapasitesidir. (Adyabatik sıcaklıklar $T_0 = 298$ K temelinde rapor edilmektedir). ΔH_e ürünlerin erime entalpisidir.

Bazı durumlarda reaksiyonun ısısı, ürünleri ancak erime sıcaklığının altındaki bir sıcaklığa ısıtmak için yeterli olabilir. Bu durumda adyabatik sıcaklık hesabında Eşitlik (1)'deki son iki parametre dikkate alınmamaktadır. Bazı durumlarda, açığa çıkan ısı, ürünleri erime sıcaklığına kadar ısıtabilmekte ve kısmen erimesine neden olabilmektedir. Bu durumda Eşitlik (1)'deki son iki parametre dikkate alınmamaktadır. Reaksiyon entalpisi yeterince yüksek ise, ürünlerin tamamı eridikten sonra sıcaklık artışı adyabatik sıcaklığa kadar devam edebilir.

NiAl sisteminde, bu çalışmada ve literatürde yapılmış olan hesaplarda Tad 1639°C olarak belirlenmiştir. Bu sıcaklık NiAl'in erime sıcaklığına denk gelmektedir. Elementlerinden yanma sentezi ile oluşumunda NiAl'de kısmen erimenin gerçekleştiği deneysel olarak belirlenmiştir (Zhu vd. 2002).

2.1.2. Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS)

Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi, bir yanma dalgasının yayılmasına benzer bir dalga sürecidir. Bu süreçte, kimyasal olarak aktif bir ortam üzerinde kendiliğinden yayılan bir kimyasal reaksiyon, yanma bölgesinde sınırlandırılmış olur. Şekil 2.3'te verilen silindirik peletin bir uçtan ateşlenmesiyle birlikte reaksiyon başlamakta ve devam etmektedir.

Reaksiyonu başlatmak için pelet bir uçtan genellikle tungsten bir filaman ile hızlı bir şekilde ısıtılmaktadır (Merzhanov 2012). Çeşitli çalışmalarda, lazer gibi farklı ısıtma kaynakları kullanılmıştır. Reaktanların sıkıştırılmış bir karışımı bir uçtan ateşlendiğinde başlatılan reaksiyon, tüm reaktanlar kararlı ürüne dönüştürülene kadar numunenin geri kalanında ilerleyerek kendiliğinden yayılır hale gelir. Bu tür reaksiyonlar, saniyede birkaç milimetreden saniyede birkaç metreye kadar değişen hızlarda ilerleyen reaksiyon dalgalarıyla bir hız oranı ile karakterize edilir (Dyer ve Munir 1995). Bu tür reaksiyonların adyabatik yanma sıcaklığı 5000 K'yi aşabilir, ancak gerçek deneysel koşullar altında yaklaşık 3000 K'ye kadar çıkan sıcaklıklar ölçülmüştür (Dunmead vd. 1992).

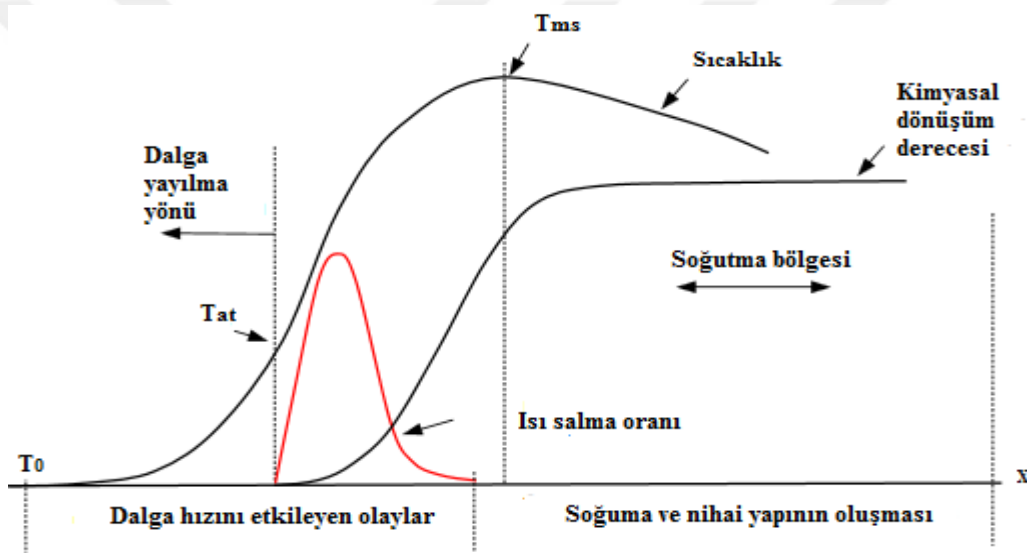


Şekil 2.3. KİYSS'de başlangıç malzemelerinin ateşlenmesi ve reaksiyon dalgasının ilerleyişi (Merzhanov 2012)

Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezinin grafiksel gösterimi (Naplocha 2018) Şekil 2.4'te sunulmuştur. Reaksiyon dalgasının pelet boyunca ilerleyişi sırasında oluşan bölgelerin ve parametrelerin değişimi bu çizim üzerinde belirtilmiştir (Merzhanov 2012). Reaksiyonun gerçekleştiği bölgede maksimum ısı açığa çıkmaktadır (ana ısı salım bölgesi). Bu bölgede en yüksek sıcaklığa ulaşılmaktadır. Dalganın ilerleme yönünde bir sıcaklık gradyanı oluştuğu görülmektedir.

Sıcaklık dağılım eğrisinde görülebileceği gibi, alev cephesinin önünde de (reaksiyona girmemiş olan bölge) sıcaklık artmaktadır (alev önü bölgesi). Bu bölgede reaktantlar henüz reaksiyona girmemiştir fakat sıcaklıkları yükselmiştir (Naplocha 2018). Ön alev bölgesine yeterli ısı iletimi, parçanın ham yoğunluğu ile de ilgilidir. Bu nedenle reaksiyonun devam etmesi için peletin belirli oranda gözenekli olması gerekmektedir. Eğer kullanılan pelet çok sıkışık olursa ileri doğru çok fazla ısı transferi gerçekleşmektedir. Bu nedenle reaksiyon başlayamamakta ya da devam edememektedir. Benzer şekilde kullanılan sıkıştırılmış parçanın ham yoğunluğunun düşük olması durumunda da, dalga önüne ısı iletimi yeterli olmayacağı için reaksiyon devam edememektedir.

Ana ısı salım bölgesi ve ardındaki bölgede reaktantlar ürünlere dönüşmektedir. Bu durum dönüşüm oranı eğrisi ile gösterilmektedir. Ana ısı salım bölgesinde en yüksek değeriye ulaşmış olan sıcaklık, sonrasında çevreye olan ısı kaybı nedeniyle gerçekte düşmektedir (Merzhanov ve Borovinskaya 2008; Merz 2012).



Şekil 2.4. Reaksiyon dalgasının pelet boyunca ilerleyişi sırasında oluşan bölgelerin ve parametrelerin değişimi (Naplocha 2018)

Reaksiyondan salınan ısı miktarı çevreye yayılan ısı miktarından az olduğunda, malzemenin tutuşması ve kendi kendini devam ettiren sentezi mümkün değildir. Öte yandan, ardışık malzeme katmanlarının ısıtılması, yeterli termal iletkenlik ve dolayısıyla sıcaklık gradyanı gerektirmektedir (Naplocha 2018).

Çok kısa reaksiyon süreleri, düşük enerji gereksinimleri, deney düzeneğinin sadeliği ve ürünün yüksek saflığı bu yöntemin bilinen üstünlükleridir (Bertolino vd. 2003). KİYSS hem teknolojiye hem de modern malzeme biliminin çeşitli sorunlarının çözümünde (FDM tasarımı, tek kristal büyümesi, mikro-yerçekimi ve sıfır yerçekimi koşulları altında kimyasal reaksiyonların gerçekleştirilmesi, termokimyasal elektrik ve manyetik alan üretimi) de etkili bir şekilde uygulanmaktadır. Toz metalurjisinde olduğu gibi, reaktanların ve reaksiyon ürünlerinin partikül boyutu, kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezinde önemli bir rol oynamaktadır (Sytshev ve Merzhanov 2004).

KİYSS'de karbürler, borürler, metaller arası bileşikler için işlem; vakumda veya bir inert gazla (argon) doldurulmuş bir reaktörde gerçekleştirilir. Düzlem dalga yayılım modu, numunenin bir ucunun hızlı bir şekilde ısıtılmasıyla reaksiyonun tetiklenmesini içermektedir. İşlem herhangi bir harici güç kaynağı olmaksızın kendi kendine devam eden bir modda gerçekleşir. Ürün soğuduktan sonra gözenekli, kısmen sinterlenmiş bir gövde olarak elde edilmektedir (Levashov vd. 2017). Bazı zayıf ekzotermik reaksiyonlarda tutuşma, yalnızca reaktanlar yüksek sıcaklıktayken meydana gelebilir (Maslov 1976). Bu durumda, reaktant pelete ön ısıtma uygulandıktan sonra KİYSS başlatılabilmektedir.

1800K'dan daha yüksek adyabatik sıcaklıklara sahip sistemlerin KİYSS sırasında kendiliğinden ilerleyebildiği öne sürülmüştür (Merzhanov 1975). Ancak HYS'de ön ısıtma etkisi ile daha düşük adyabatik sıcaklığa sahip sistemlerin sentezi mümkün olabilmektedir. Bu işlem sonraki bölümde ele alınmaktadır.

Çamurlu ve Maglia (2009) yapmış oldukları çalışmada zirkonyum, hekzagonal bor nitrür, karbon ve bor tozlarından kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) ile zirkonyum karbonitrür-zirkonyum diborür kompozit tozlarını üretmişlerdir. Bu çalışmada, KİYSS ile katı çözeltilerin oluşturulabileceği gösterilmiştir. Elde edilen ürünlerin taneleri düzensiz şekillere sahip, Zr (C, N)-ZrB₂ kompozit tozlarının tane boyutunun çoğunlukla 5µm'nin altında, saf ZrC tanelerinin ise bu değerden daha küçük olduğu belirtilmiştir. Peletlerde elde edilen gerçek sıcaklıklar ısı kayıpları nedeniyle hesaplanan adyabatik sıcaklıklardan birkaç yüz derece daha düşük olabileceğini belirlenmiştir. Gözlemlenen ürünlerin tanelerinin kısmi erimesi reaksiyonlar sırasında elde edilen gerçek sıcaklıkların ürünlerin erime noktalarına (~3000°C) yakın olabileceğini göstermiştir. Üretilen tozların yüksek erime noktaları ve sertlikleri nedeniyle yüksek sıcaklık, sertlik ve aşınma direnci gerektiren metal matrisli kompozitlerde ve diğer gelişmiş uygulamalarda partikül takviyesi olarak kullanılabileceği belirtilmiştir.

Çamurlu ve Derin (2016) yapmış oldukları başka bir çalışmada ise TiO₂ + BN + Al karışımlarından yola çıkılarak TiB₂, TiN ve Al₂O₃ toz karışımlarının oluşumunu kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) ile elde etmişlerdir. Seyreltici olarak, oluşturulan parçacıkların boyutunu iyileştirmek için başlangıç karışımına ağırlıkça %0-40 aralığında NaCl ilave edilmiştir. Ürünler XRD, SEM ve partikül boyutu analizlerine tabi tutulmuştur. Ürünlerin XRD desenlerindeki piklerin genişlemesine göre NaCl miktarının artmasıyla ürünlerin kristalit boyutu azalmıştır. Seyreltici miktarındaki artış sonucunda adyabatik sıcaklıkta bir azalma hesaplanmış, KİYSS dalga cephesinin hızında bir azalma gözlemlenmiş ve elde edilen ürünlerin parçacık boyutunda bir azalma olduğu görülmüştür. YS ile üretilen intermetalik, gözenekli ve fonksiyonel dereceli malzemeleri kapsayan literatür incelemesi, ilgili bölümlerde verilecektir.

2.1.3. Hacim yanma sentezi (HYS)

Hacim yanma sentezi (HYS) sırasında reaksiyon esas olarak hacmin tamamında eşzamanlı olarak gerçekleşene kadar numunenin tamamı kontrollü bir şekilde homojen olarak ısıtılır (Liu vd. 2019). Bu sentez modu, ateşlemeden önce ön ısıtma gerektiren zayıf ekzotermik reaksiyonlar için daha uygundur ve bazen termal patlama (TE) modu olarak anılmaktadır. Bununla birlikte, bu bağlamda kullanılan patlama terimi, genellikle patlama veya şok dalgaları ile ilişkili süreci değil, reaksiyon başlatıldıktan sonra sıcaklıktaki hızlı

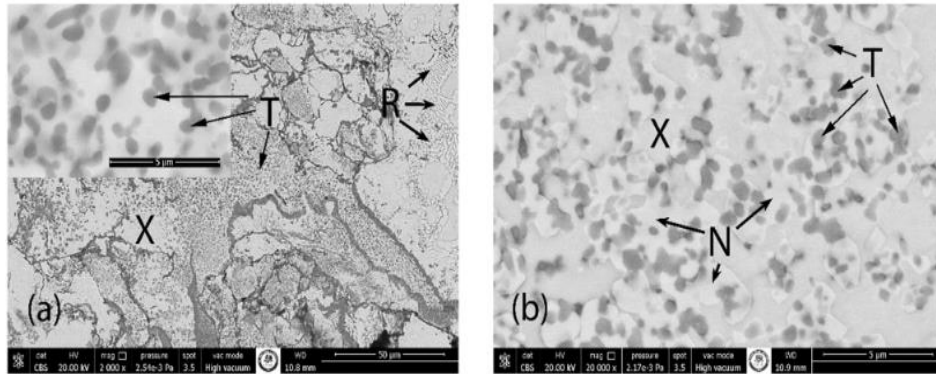
artışı ifade etmektedir (Varma vd. 1998). Reaktan bileşimi, ısıtma hızı ve reaktanların partikül boyutları gibi çeşitli parametreler reaksiyon sürecini etkileyebileceği belirtilmiştir (Liu vd. 2019).

Hacim yanma sentezi (HYS), intermetalik bileşiklerden yapılmış malzemelerin elde edilmesi için uygun bir yöntemdir. Reaksiyonların ekzotermik enerjisini kullanır. Bu nedenle, ekonomik bir süreçtir. Bu yöntemde, bir toz karışımı tüm hacmi boyunca ısıtılarak tutuşturulur ve reaksiyonun tamamı bir kerede gerçekleşir. FeAl, NiAl ve NiTi gibi intermetalik bileşiklerin hazırlanmasında kullanılmıştır (Varma vd. 1998).

HYS’de ön ısıtma etkisi ile düşük adyabatik sıcaklığa sahip sistemlerin sentezi mümkün olabilmektedir. Rosenband ve Gany (2014), hacim yanma sentezi yöntemi ile magnezyum ve bor tozlarının karışımı ile 600°C sıcaklığa ısıttıktan sonra 10 °C/dak hızla 1200°C’ye kadar ısıtarak ekzotermik yoluyla magnezyum diboriti üretmişlerdir.

Zhang ve Zhu (2016), NiAl matrisli ve TiB₂ (in-sitü) ile güçlendirilmiş kompositi hacim yanma sentezi ile üretmişlerdir. Altıgen prizma şeklindeki TiB₂ parçacığının matris içinde düzgün olarak dağıldığı gözlemlenmiştir. Ayrıca Ni+Al→NiAl’in tutuşma sıcaklığının 626 °C Ti+2B→TiB₂’nin tutuşma sıcaklığının ise 1029 °C olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Kocayigit ve Camurlu (2023), HYS ile Fe + Ti + C (FTC) toz karışımlarından Fe matrisinde TiC partiküllerinin in-sitü oluşumunu araştırmışlardır. Oluşan TiC partiküllerinin ortalama boyutlarının 0,5 ile 0,7 µm aralığında olduğu bulunmuştur. Kompozitlerin mikrosertlik değerlerinin ise artan TiC içeriği ile arttığını ve (hac. % 35 TiC’de) 550 HV_{0.2}’ye ulaştığını belirtmişlerdir (Şekil 2.5).



Şekil 2.5. HYS ile üretilmiş olan Fe-%35TiC kompozitinin SEM görüntüleri (Kocayigit ve Camurlu 2023)

2.2. İntermetalik Malzemeler

İntermetalikler, katı olan ve bileşenlerinin yapısından farklı iki veya daha fazla tür metal atomdan oluşan malzeme grubu olarak adlandırılır. Konvansiyonel metaller ve alaşımlara kıyasla intermetalik malzemeler spesifik özellik gösterir. Alaşımlarda, atomlar nispeten zayıf metalik bağlarla bağlanır. İntermetaliklerde ise, kristal yapıdaki atomlar arasında güçlü iyonik ve kovalent bağlar da bulunmaktadır. Bu yapısal özellikler arasında iyi yüksek sıcaklık dayanımı, oksidasyon ve korozyon direnci, düşük malzeme

yoğunluğu ve yüksek erime noktası bulunmaktadır. Bu özelliklerinden dolayı seramiklere benzemektedirler. Seramik malzemelerin aksine, intermetalikler; metalik parlaklık, iyi termal ve elektrik iletkenliği ve plastik deformasyona karşı duyarlılık göstermektedirler (Jozwik vd. 2015). Son yıllarda, metaller arası alaşımların araştırılması ve geliştirilmesi üzerinde çalışılmıştır. Genelde deformasyon ve gevrek kırılmanın mekanizmalarını anlamaya odaklanılmıştır. Uygulamalı araştırmalar ise alaşım ilaveleri, mikroyapı kontrolü ve malzeme işleme değişkenlerinin optimizasyonu yoluyla mekanik ve metalürjik özelliklerini geliştirmeye odaklanmıştır. Böylelikle birçok endüstriyel uygulama için mekanik özelliklere sahip olan nikel, demir ve titanyum bazlı birçok yeni intermetalik alaşımlar geliştirilmiştir (Liu vd. 1997).

Çok sayıda intermetalik bileşik bulunmaktadır. Düşük yoğunluk, yüksek mukavemet ve yüksek sıcaklıklarda iyi oksidasyon/korozyon direnci gibi mükemmel performanslarından dolayı intermetalikler potansiyel yapısal ve fonksiyonel malzemeler olarak geniş çapta araştırılmıştır (Kayani ve Park 2017; Wang vd. 2016). Metalürjik ve performans özellikleri açısından en yoğun çalışmalar Ni-Al, Fe-Al ve Ti-Al ikili sistemlerindeki intermetalik bileşikler için gerçekleştirilmiştir. Ana araştırma çabaları NiAl, Ni₃Al, FeAl, Fe₃Al, TiAl, Ti₃Al ve TiAl₃ gibi bileşiklere odaklanmıştır (Deevi vd. 1997; Liu vd. 1997).

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

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

İntermetalikler; spesifik, mekanik ve fizikokimyasal özellikleri nedeniyle havacılık ve otomotiv endüstrilerinde yüksek sıcaklıktaki yapısal uygulamalar, aşınmaya ve korozyona dayanıklı kaplamalar ve çok çeşitli diğer pratik kullanımlar için çok çekici malzemelerdir. İntermetalik bileşikler arasında alüminitler, elementlerden sentezlendiğinde en yüksek miktarda ısı açığa çıkarır ve bunlar arasında en çok çalışılan sistem NiAl'dir (Levashov vd. 2017).

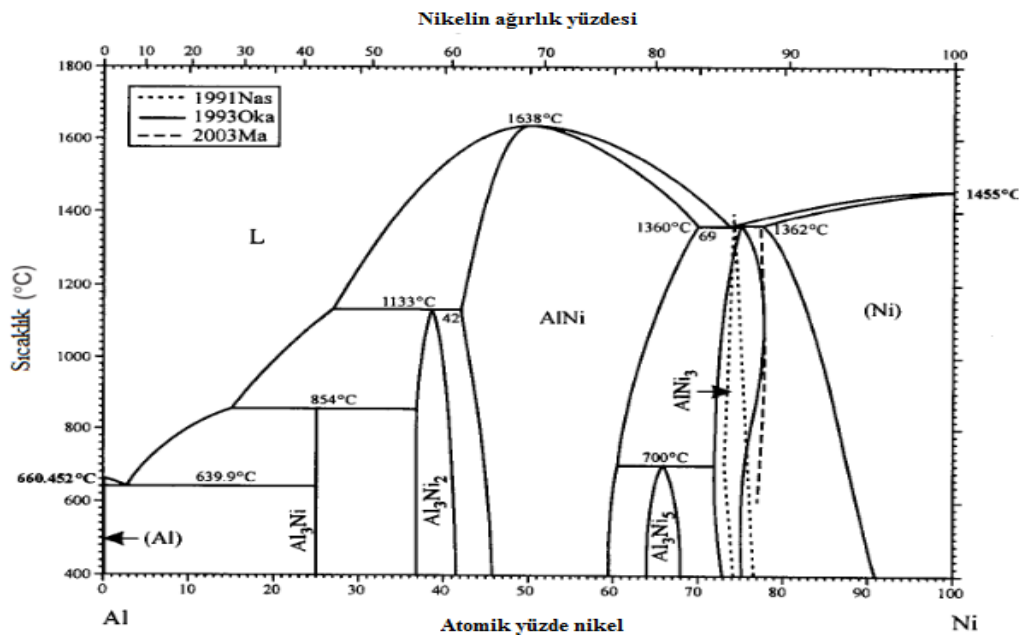
Son zamanlarda, gözenekli intermetalikler, çeşitli potansiyel uygulamalar beklentisi ile benzersiz özelliklerinden dolayı çok dikkat çekmiştir. NiAl, FeAl ve TiAl gibi gözenekli intermetalikler, temel toz sıkıştırma sinterlenmesi ile imal edilmiştir.

Araştırma çalışmalarının tümü, gözenekli intermetaliklerin oksidasyon ve korozyon direncinin geleneksel gözenekli metallerden daha üstün olduğunu göstermektedir (Liang 2014).

2.2.1. Nikel alüminitler

Nikel alüminit intermetalikler, yüksek dayanımları, yüksek erime noktaları, yüksek termal iletkenlikleri, düşük yoğunlukları ve iyi yüksek sıcaklık sürünme dayanımları nedeniyle, havacılık, otomotiv ve enerji üretim endüstrileri dahil olmak üzere sanayi sektörü için iyi adaylar olarak öngörülmüştür. Özellikle nikel alüminitler, yüksek sıcaklıklarda mükemmel korozyon ve oksidasyon direnci nedeniyle zorlu ortamlarda mevcut nikel bazlı süper alaşımların yerini alabilecek malzemeler olarak kabul edilir (Liang 2014).

Ni-Al sisteminin ikili denge fazı diyagramı; Al_3Ni , Al_3Ni_2 , $AlNi$ (veya $NiAl$), Al_3Ni_5 ve $AlNi_3$ (veya Ni_3Al) metaller arası fazları içerir (Şekil 2.6). Bu intermetaliklerden $NiAl$ ve Ni_3Al , yüksek sıcaklıkta yapısal ve kaplama uygulamaları için aday malzemeler olarak kabul edildikleri için bilimsel ilginin büyük çoğunluğunu almıştır (Stoloff ve Jone 1997). $NiAl$ 'in homojen faz alanı, % 45 ile % 59 Ni aralığında oldukça geniştir. Yüksek sıcaklıklı yük taşıma uygulamaları için sürünmeye dayanıklı Ni_3Al bazlı malzemeler geliştirilmiştir. Ni_3Al , nispeten yüksek erime noktası ile birlikte oda sıcaklığında bir miktar süneklik özelliğine sahiptir. Ni_3Al , yüksek sıcaklıktaki sürünme direncini arttırmak için Mo ve Zr gibi çeşitli diğer alaşım elementleriyle ve yeterli oda sıcaklığında süneklik elde etmek için B ile alaşımlanabilmektedir. Ni_3Al bazlı intermetalik malzemelerin oksidasyon ve karbürizasyonun yanı sıra kaviteasyon ve erozyonla çevresel bozulmaya karşı mükemmel direnç gösterdiği bulunmuştur. Bu özellikler ve mukavemeti yüksek sıcaklıklarda koruyabilme kabiliyeti sayesinde yüksek sıcaklık kalıplarında da kullanım için uygun hale gelmektedir (Mitra 2015).



Şekil 2.6. Ni-Al faz diyagramı (Okamoto 2004)

İntermetalik bir bileşik olan NiAl, yüksek sıcaklıklarda veya agresif ortamlarda kullanım için çekici kılan bir dizi fiziksel ve mekanik özelliğe sahiptir. Fiziksel ve mekanik özellikler arasında yüksek erime noktası (1640 °C), düşük yoğunluk (5,86 g / cm³) ve yüksek esneklik modülü (294 GPa) bulunur (Guo vd. 1997; Yeh vd. 2005). Bununla birlikte, çoğu intermetalik bileşik gibi NiAl, düşük sıcaklıklarda bir mühendislik malzemesi için oldukça kırılgandır ve bileşime, tane boyutuna, işleme şartlarına ve gerilme hızına bağlı olarak 500 ile 700 °C arasında bir sünek-gevrek geçiş sıcaklığı (SGGS) sergiler. Şaşırtıcı bir şekilde, NiAl'in sınırlı kayma sistemlerine sahip düzenli bir kristal yapıya sahip olmasına rağmen, NiAl'in sünme direnci üzerinde nispeten zayıftır (Noebe vd. 1993). Kompozit oluşturarak güçlendirme hem tokluğu hem de sürünme direncini artırabilen bir yaklaşımdır.

Nikel bazlı intermetalikler, düşük yoğunlukları, yüksek erime noktaları, iyi oksidasyon ve korozyon dirençleri nedeniyle uzun süredir gelecek nesil için potansiyel yüksek sıcaklık yapı malzemeleri olarak kabul edilmektedir (Deevi ve Sikka 1996). Aynı zamanda NiAl intermetaliklerinin, metalik ve kovalent bağların karışımı nedeniyle hem seramik hem de metallere ait mükemmel özelliklere sahip olduğu da iyi bilinmektedir (Stoloff vd. 2000). NiAl malzemelerinin oda sıcaklığında kırılganlık nedeniyle işlenmesi ve şekillendirilmesi zordur. Yüksek sıcaklıkta ekstrüzyon, sıcak izostatik presleme, vakumda sıcak presleme, termal sprey gibi işlemlerle şekillendirilmektedirler. Oda sıcaklığında ise elektrik ark deşarjı, abrazif kesme gibi yöntemler kullanılması gerekmektedir (Stoloff ve Sikka 2012).

Al-Ni arasında oluşan intermetalik bileşiklerden nikelce zengin olan NiAl ve Ni₃Al, kaplama işlemlerine ve yüksek sıcaklık uygulamalarına aday malzemeler olarak ön görülmektedir. NiAl ve Ni₃Al, Al-Ni sisteminde en kararlı yapılar olmakla birlikte iyi mukavemet özelliklerine, yüksek ergime noktasına, yüksek sıcaklıklarda korozyon ve oksidasyon direncine ve nispeten düşük yoğunluğa sahiptirler.

Ni₃Al, yüksek sıcaklıklardaki oksidasyon direnci ve mükemmel mukavemet özelliğine sahiptir. Nikel-esaslı süperalaşımlarda ikincil faz olarak bulunmakla birlikte en önemli mukavemetlendirici bileşendir. 1100°C sıcaklığa kadar oksidasyona ve karbürleyici atmosfere dirençlidir. Oda sıcaklığı ve 700°C arasında akma mukavemeti, artan sıcaklıkla birlikte maksimuma ulaşır ve sıcaklık artışı ile birlikte malzemede normal yumuşama gözlenir. Ayrıca yüksek sıcaklıklarda (>600°C) aşınma direnci çok iyi olan bir malzemedir.

Ni₃Al bazlı intermetalik alaşımların, kavitasyon ve erozyonun yanı sıra oksidasyon ve karbürizasyon yoluyla çevresel bozulmaya karşı mükemmel direnç gösterdiği bulunmuştur (Lipsitt vd. 1980). Ni₃Al bazlı alaşımlar mükemmel titreşim-kavitasyon direnci ve suya dayanıklılık sunduğundan dolayı, bu malzemeler aynı zamanda hidrotürbinlerde kullanıma uygundur. Ayrıca, bileşime sahip yönlü olarak katılaştırılmış bir alaşım oksitleyici ortamlarda $\geq 1000^\circ\text{C}$ sıcaklıklarda mükemmel mukavemet ve sürünme direncine sahip türbin kanatları ve kanatçıkları için aday bir malzeme olarak geliştirilmiştir (Liang vd. 1992; Wright vd. 1998). Bazı diğer potansiyel uygulamalar, otomotiv dizel motorlarının pistonları ve valfleridir. NiAl bazlı alaşımlar, yüksek Al içeriği önemli oksidasyon direncine katkıda bulunduğundan, yüksek sıcaklık uygulamaları için Ni₃Al'den daha uygundur (Meier ve Pettit 1992)

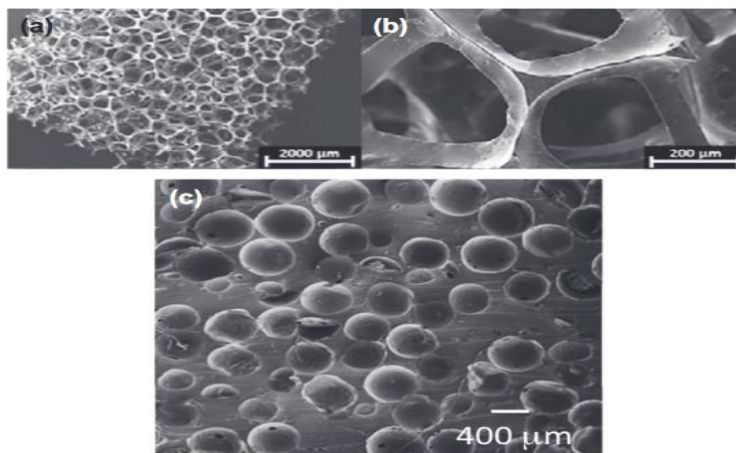
2.2.2. Gözenekli İntermetalik Malzemeler

Malzeme yoğunluğu, mekanik özellikleri ve geçirgenliği tahmin etmek için önemli bir özelliktir. Yoğunluk azaldıkça (ve gözeneklilik arttıkça), mekanik özellikler azalmakta ve geçirgenlik artmaktadır. Gözeneklilik, birbirine bağlı kanallardan ve izole gözeneklerden oluşur. Kapalı veya çıkmaz kanallar olan izole edilmiş gözenekler genel geçirgenliğe katkıda bulunmaz ve bir bileşeni belirtmek için yoğunluk karşılaştırmaları kullanılıyorsa izole edilmiş gözeneklerin yüzdesi dikkate alınmalıdır (Smith ve Brown 1985).

Gözenekli malzemelerin süneklik, dayanım ve yorulma ömrü gibi mekanik özellikleri büyük ölçüde gözenekliliğe ve işleme yöntemine bağlıdır (Lenel 1980). Gözenek boyutu ve gözeneklilik azaldıkça mekanik özellikler önemli ölçüde artar (Tracey 1979). Ancak gözenek boyutu ve gözeneklilik azaldıkça geçirgenlik azalır. Bu nedenle, uygulamanın gereksinimlerini karşılamak için optimum bir mekanik özellikler ve geçirgenlik dengesi sağlanmalıdır. Termal iletkenlik, yorulma, elektriksel iletkenliği ve manyetik özellikler gibi diğer malzeme özellikleri de büyük ölçüde gözenekliliğe bağlıdır ve genellikle gözeneklilik arttıkça azalır (Antsiferov vd. 1988).

Gözenekli malzemeler, düşük termal iletkenlik, düşük görünür yoğunluk, gaz geçirgenliği ve yüksek darbe enerjisi emilimi gibi birçok fiziksel özellik gösterir (Ashby vd. 2000; Banhart 2013). Gözenekli malzemeler 2 şekilde sınıflandırılır. Bunlar; kapalı gözenekli ve açık gözenekli yapılardır. Hafif yapı elemanları gerektiren uygulamalarda (darbe enerjisi emilimi, daha iyi ses vb.) kapalı köpükler kullanılabilir. Açık köpükler ise biyolojik ve kimyasal reaksiyonlar için tıbbi implantlar, filtreler ve elektrotların yanı sıra ısı eşanjörleri ve soğutucular gibi yüksek performanslı uygulamalar için kullanılabilir (Nishiyabu 2012).

Kapalı bir hücrede, hücre duvarının yüzü sürekli bir katı fazdan oluşur. Açık hücreli bir malzemede ise, bu duvarın bir parçası eksiktir. Açık hücreli bir köpükte, Şekil 2.7. (a) ve (b), yapı sıkıştırıldığında veya genişletildiğinde gaz, hücrelerin içine ve dışına serbestçe akabilir. Hücre yüzleri süreksiz olduğundan, bu malzemeler tipik olarak kapalı hücre köpüklerinden daha düşük bir dayanıma sahiptir (Lepage vd. 2012).



Şekil 2.7. Gözenekli yapı örnekleri **a)** açık hücre, düşük büyütme ve **b)** açık hücre yüksek büyütmede görüntüsü **c)** kapalı hücre silikon köpüğü (Lepage vd. 2012)

Şekil 2.7 (a) ve (b)'deki ağ benzeri köpük, tamamen yüz­süz dikmelerden oluştuğu için açık hücreli köpüğün bir örneğidir. Bir malzemenin açık hücre olması için gerekli bazı genel koşullar vardır. Shutov (2004)'a göre, ağırlıklı olarak açık bir hücre yapısı için aşağıdaki iki kriter karşılanmalıdır. (1) Her çokgen hücrenin en az iki süreksiz veya kırık yüze sahip olması gerekir. (2) Hücre desteklerinin çoğunluğu en az üç hücre tarafından paylaşılmalıdır. Bu iki kriterden, açık hücreli köpüklerin fiziksel yapısının ve ortaya çıkan özelliklerin büyük ölçüde değişebileceği açıktır. Açık hücreli yapıda hücre yüzleri süreksiz olduğundan, bu malzemeler tipik olarak kapalı hücreli köpüklerden daha düşük bir modüle ve mukavemete sahiptir (Lepage vd. 2012).

Genel olarak, açık hücreli köpükler, kapalı hücreli köpüklere kıyasla su için iyi emme kapasitesi ve iyi akustik sönümlleme özellikleri sergiler (Zhang vd. 2012). Kapalı hücreli köpüklerde (Şekil 2.7 (c)) yüzler sürekli­dir ve bu da çevredeki hücrelerden izole edilmiş tek tek hücrelerin içinde gazlar bırakmaktadır. Yüzler sağlam olduğundan, kapalı hücreli köpükler tipik olarak açık hücreli köpüklerden daha yüksek mukavemete ve modüle sahiptir. Üstün mekanik özelliklere ek olarak, yalıtım özellikleri için yoğun şekilde kullanılırlar (Jelle 2011), çünkü hücrelerde hapsolmuş hava iyi bir yalıtıcıdır.

Gözenekli intermetalik malzemeler, yüksek sıcaklık alaşımı ve seramik malzemeler arasında yeni bir inorganik gözenekli malzeme türüdür. Metalik ve kovalent bağların kombinasyonu nedeniyle metal ve seramik malzemelerin ortak avantajları ile mükemmel performans gösterir (Sina vd. 2015). Son zamanlarda, gözenekli intermetalikler, çeşitli potansiyel uygulamalar beklentisi ile benzersiz özelliklerinden dolayı çok dikkat çekmiştir. Araştırma çalışmalarının tümü, gözenekli intermetaliklerin oksidasyon ve korozyon direncinin geleneksel gözenekli metallere göre daha üstün olduğunu göstermektedir (Liang 2014). Çok gözenekli NiAl intermetalikler, yüksek sıcaklıkta termal bariyer kaplamaları ve korozyon ortamlardaki filtre malzemeleri gibi aşırı zorlu ortamlardaki uygulamalar için kullanılabilir (Kanetake ve Kobashi 2006; Dong vd. 2009).

2.2.2.1. Gözenekli intermetalik malzemelerin üretimi ve özellikleri

Gözenekli metallerin hazırlanma yöntemleri temel olarak fiziksel gözenek oluşturma mekanizmalarına dayanmaktadır. Bunlar; boşluk oluşturu­cu yöntem (Duan vd. 2019), basınçsız sinterleme (Zhang vd. 2019), gaz salan ajan (Karczewski vd. 2018) ve özel sinterleme yöntemleridir (Dudina vd. 2019). Ayrıcıların içeriği ve parçacık boyutu, köpürtücü ajanların ayrışma özellikleri, üretilen gazın hacmi, vb. gibi parametreler, gözenekli intermetaliklerin gözenek düzenini belirler. Gözenek oluşturma mekanizmaları, başlangıç malzemelerindeki önceden oluşturulmuş boşlukları, Kirkendall etkisini ve faz geçiş sürecini içermektedir (Jiang vd. 2021).

Yanma sentezinde, oluşan ürünün gözenekliliğine katkıda bulunan iki faktör vardır. Birincisi, yanma cephesinden geçen konvektif gaz akışının sonucudur. Yanma dalgası numune boyunca ilerlerken, reaktanların erime noktası (T_e) yanma sıcaklığının (T_y) altındaysa reaksiyon cephesinde sıvı üretilir. Reaksiyonun ısısı ve numunede üretilen sıvı nedeniyle, çevredeki gaz da ısıtılır ve dik bir sıcaklık gradyanı oluşturur. Sıvı, yanma dalgasının arkasında soğudukça, gözenek oluşumuyla sonuçlanan gaz cepleri kalır. Ürün gözenekliliğini etkileyen ikinci katkıda bulunan faktör ise, numunenin ilk gözenekliliğine dayanır. Yanma sentez reaksiyonu sırasında, başlangıçtaki reaktanlar ile sentezlenen

ürünler arasında hacimde bir değişiklik olur. Ürünün T_e T_y 'den düşükse, soğuma üzerine katılma nedeniyle sentezlenen ürünün yoğunlaşması muhtemeldir (Ayers vd. 2007).

Sinterleme yöntemi, gözenekli seramik ve metaller de dahil olmak üzere gözenekli malzemelerin üretiminde kullanılan yöntemlerden biridir. Sinterleme sırasında gözeneklerin özellikleri, başlangıç tozu parçacıkları arasındaki boşluk oluşturu morfolojisi, boyutu ve miktarı fiziksel olarak ayarlanarak düzenlenebilir (Jiang vd. 2021).

NiAl, FeAl ve TiAl gibi gözenekli intermetalikler, temel toz sıkıştırma ve sinterleme ile imal edilebilmektedir. Genellikle toz başlangıç malzemelerin kullanıldığı kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) olarak da bilinen yanma sentezi, gözenekli NiAl intermetalikler üretmek için çekici bir yöntemdir (Hsiung ve Sheu 2009; Dong vd. 2002; Morsi vd. 1999), yanma sentezi sırasında ısı oluşumunu kontrol ederek %60 gözenekliliğe sahip silindirik gözenekli NiAl intermetalikler elde etmiştir.

Kanetake ve Kobashi (2002), yanma reaksiyonları ile Ni-Al köpükler hazırlamış ve gözeneklerin olası oluşum mekanizmalarını önermişlerdir. Hunt vd. (2006) ise kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentez yoluyla, yüksek derecede gözenekli intermetalik alaşımları üretmişlerdir. Reaktanlar olarak nikel (Ni), alüminyum (Al) ve gazlaştırıcı bir madde olan $C_{13}F_{27}COOH$ ile pasifleştirilmiş nano ölçekli Al parçacıkları kullanılmıştır. Yüksek miktarda gözenek oluşturu katkı maddesi eklendiğinde, numunenin sürekliliği bozulabilir ve numune şeklini koruyabilmek için yeterli yapısal kararlılığa sahip olmayabilir. Katkı maddesi için kritik sınır belirlenmiştir. Metalik alaışımın gözenekliliğinin kabaca 8 kat arttığını göstermişlerdir. Gözeneklilikteki bu önemli artış, termal iletkenlikte önemli bir azalma meydana getirmiştir. Gözenekliliği %80'e çıkarmak, etkin termal iletkenliği iki kat azaltmıştır. Termal iletkenlikte bir azalma ile alaşım, gaz türbini bileşenleri gibi yüksek sıcaklıkta ve aşındırıcı uygulamalarda etkili bir termal bariyer kaplaması olma potansiyeline sahiptir.

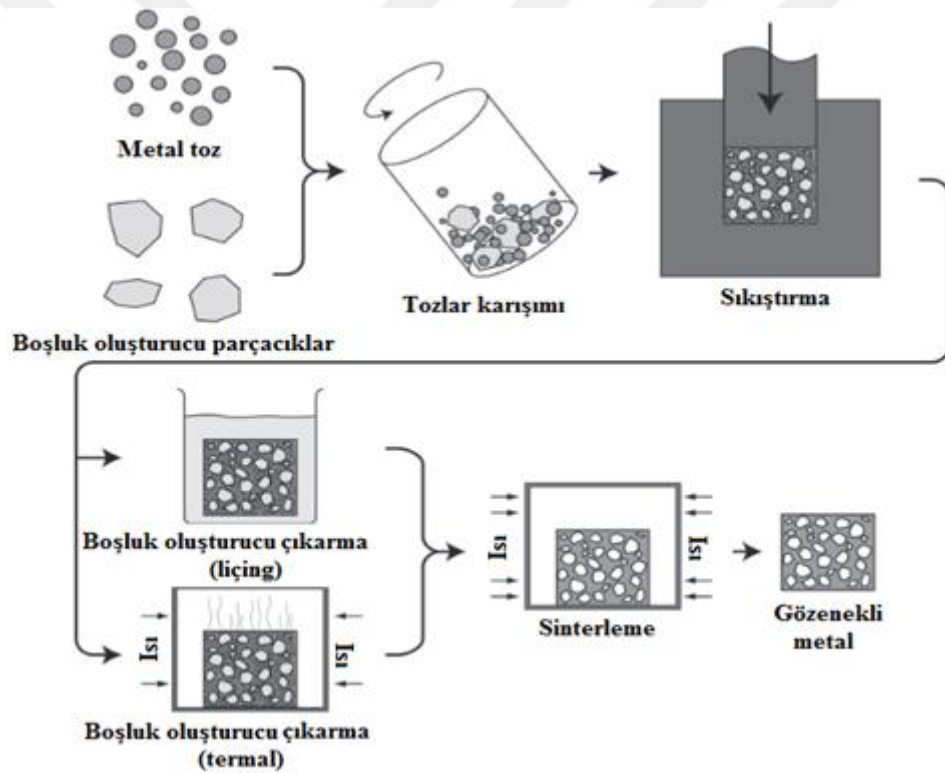
Gözenek boyutunun ve şeklinin daha iyi kontrol edilebilmesi, boşluk oluşturu (yer tutucu, space holder) kullanımı ile mümkün olabilmektedir (Heaney ve German 2001). Bu yöntem, gözenekliliğin ve gözenek morfolojisinin doğrudan ve doğru kontrolünü sağlar (Gaillard vd. 2004). Gözenekli yapıya sahip metaller üretebilmek için sinterleme sonrası elde edilen boşlukların stabil kalması gerekir. Bunu sağlayabildiği için boşluk oluşturu yöntemin uygulanmasında faydalı bulunmuştur (Lefebvre ve Thomas 2003).

Metal ve intermetalik gözenekli malzeme üretiminde, boşluk oluşturu kullanımını inceleyen çalışmaların sayısı giderek artmaktadır. Bu yöntemde, metal tozları ile istenilen oranda karıştırılan boşluk oluşturu partiküller, şekillendirme sonrasında parçadan uzaklaştırılmaktadır. Sonrasında parça sinterlenmektedir. Bu sayede, ham parçada hedeflenen oranda ve boyutta gözenek oluşması sağlanmaktadır. Başlangıç malzemeleri arasında ekzotermik bir reaksiyon meydana gelen sistemlerde, boşluk oluşturu uzaklaştırılması sonrasında parçanın ısıtılması sırasında hacim yanma sentezi gerçekleşebilmektedir (Wu vd. 2017). Bu tez çalışmasında bu yöntem, gözenekli intermetalik parçaların üretiminde uygulanmıştır.

Boşluk oluşturu yöntemi, gözenekliliğin boyutlarını, şeklini ve bağlantısını düzenleme yeteneği nedeniyle ilgi çekmiştir (Arifvianto ve Zhou 2014). Bu yöntemde,

kontrollü boyut ve miktarda gözenekler oluşturmak için çıkarılabilir parçacıklar kullanılır. Metal yapıya şekil verildikten sonra suda çözülerek uzaklaştırılabilirler veya termal ayrıştırma ile uzaklaştırılabilirler (Banhart 2001). Literatürde, gözenekli intermetalik parçaların boşluk oluşturucu partiküller kullanılarak, yanma sentezi ile üretimi ile ilgili bazı çalışmalar bulunmaktadır. Bu çalışmalarda çeşitli boşluk oluşturucular kullanılmıştır. Yaygın olarak kullanılan boşluk oluşturucular NaCl (Łazińska vd. 2015; Shu vd. 2019; Cai vd. 2021) ve üre (Cui vd. 2012; Wu vd. 2011; Wu vd. 2017) partikülleridir. NaCl ve üre, parça şekillendirildikten sonra suda çözündürme işlemi ile giderilebilmektedir. Ürenin ayrıca termal olarak giderilmesi de mümkün olmaktadır. Bu işlem için, düşük bir ısıtma hızında 500°C sıcaklığa kadar ısıtma uygulanmaktadır (Wu vd. 2017).

Boşluk oluşturucu ile gözenekli Al içeren intermetaliklerin üretim süreci Şekil 2.8’de gösterilmektedir. Burada metal tozu ve boşluk oluşturucu parçacıklar karıştırılır, basınç uygulanır ve sinterlemeden önce ya suda çözündürme yöntemi ya da ısıtma yöntemi ile boşluk oluşturucu parçacıklar çıkarılmaktadır (Laptev vd. 2005)

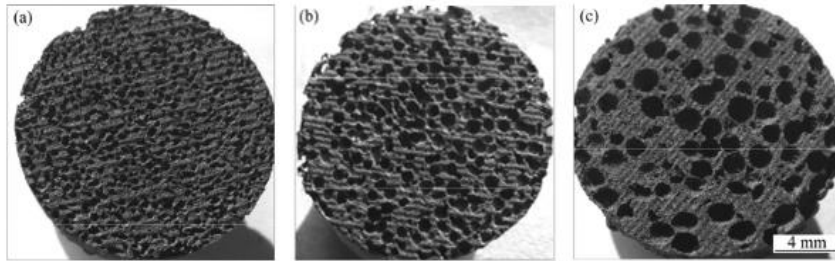


Şekil 2.8. Boşluk oluşturucu ile gözenekli Al içeren intermetaliklerin üretiminde sürecin şematik gösterimi (Goodall 2013)

Toz metalurjisi, yüksek erime noktalarına sahip intermetaliklerden köpük oluşturma imkanı sağlamaktadır. Literatürde bu amaca yönelik iki ana yaklaşım bulunmaktadır. Bunlar kimyasal olarak inert boşluk tutucuların uygulanması veya in-sitü köpüklenme ajanları olarak çalışan kimyasal bileşiklerin uygulanmasıdır. NaCl, sakkaroz, üre; TiAl, TiAl₃ veya FeAl gibi gözenekli intermetalikler oluşturmak için boşluk oluşturucu olarak kullanılmıştır. İsmail vd. (2012) göre, NiTi alaşım köpüğü,

stearik asit ve boşluk oluşturuıcı olarak polimetil metakrilat kullanılarak oluşturulmuştur. Bu yöntemin bir dezavantajı, sinterleme işleminden sonra boşluk oluşturuıcıların gerekli şekilde çıkarılmasıdır. Süzülmemiş, olası kalan sodyum klorür koroziif olurken, benzer şekilde, sızmayan veya yakılmayan organik bileşikler, köpüklerin mekanik özelliklerini bozan kırılğan karbürler oluşturabilir (Pařka vd. 2016; Jakubowicz ve Dewidar 2013). Bu nedenle, TE reaksiyonu üzerindeki sıcaklıklarda bir köpürtücü ajanın eklenmesi, gaz salınımından dolayı hem TE hem de kimyasal köpürme eylemi katkılarının elde edilmesini sağlamaktadır. TE veya kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) kullanılarak, özellikle Ti-Al ve Ni-Al (Michalcová vd. 2016; Novák vd. 2011) ikili diyagramlarından bazıları da dahil olmak üzere yüksek erime noktalarına sahip olanlar kullanılarak bir dizi intermetalikler oluşturulabilir. Ancak bu reaksiyonlar sırasında NiO gibi metal oksitlerin oluşabileceğinin bilinmesi gerekmektedir (Novák vd. 2011).

Jie vd. (2011) yapmış oldukları bir çalışmada, Ni ve Al tozları karbamid partiküllerinin eklenmesinden önce karıştırmışlardır. Bu karışım 200 MPa'lık bir basınç altında ham kompakt halinde tek eksenli olarak sıkıştırılmıştır. Ham kompakt, karbamid parçacıklarını uzaklaştırmak için bir vakum fırınında 300 °C'de 1,5 saat boyunca ısıtılma tabii tutulmuştur. Önceden ısıtılmış olan kompakt bir ucunda ateşleme reaktifi (Ti tozları) ile ateşlenmiştir. Böylelikle gözenekli NiAl intermetalikler, küresel karbamid partiküllerinin oluşturduğu boşlukları içerecek şekilde yanma sentezi tekniğı ile başarıyla hazırlanmıştır (Şekil 2.9). Gözenekli NiAl intermetalikler, düzgün bir şekilde dağılmış ve birbirine bağılı gözenekler sergilemiştir. Gözenekler, karbamid parçacıklarının şeklini ve boyutunu hemen hemen almıştır. Karbamidin hacim ve partikül boyutuna bağılı olarak, gözenekli NiAl intermetaliklerin gözenekliliğı %57,57-79,35 ve gözenek boyutu 0,4–2,0 mm aralığında serbestçe kontrol edilebildiğı görülmüştür.



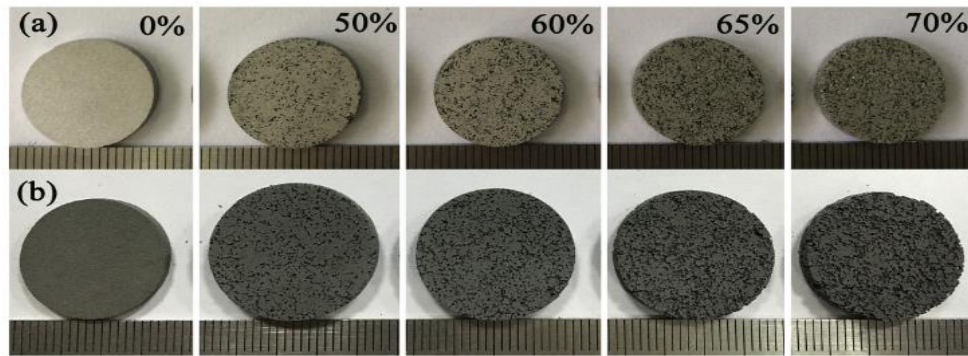
Şekil 2.9. %67 oranında gözenekliliğe ve **a)** 0,4–0,6 mm **b)** 0,6–0,9 mm ve **c)** 0,9–2,0 mm aralığında gözenek boyutlarına sahip gözenekli NiAl intermetalik parçaların enine kesit görüntüleri (Jie vd. 2011)

Liang vd. (2014), gözenekli Ni₃Al intermetaliklerini, boşluk oluşturuıcı karbamid tozlarını kullanarak elemental toz reaktif sentez yöntemiyle üretmişlerdir. Karıştırılan tozlar, 200 MPa'lık bir basınç altında 5 mm x 45 mm x 1 mm boyutlarında preslenmiştir. Daha sonra numuneler 1×10⁻³ Pa altında 1250 °C'de 2 saat vakumlu fırında sinterlenmiştir. Sırasıyla %0, %5, %10 ve %15 karbamid tozları eklenerek üretilen %38, %50, %54 ve %60 gözenekli dört tip numune elde edilmiştir. Gözenekli Ni₃Al intermetaliklerinin korozyon davranışı, elektrokimyasal yöntemler ve daldırma testi kullanılarak 6 mol/L KOH çözeltisi içinde incelenmiştir. Gözenekli yapıların, gözenekli Ni₃Al intermetaliklerinin korozyon davranışı üzerindeki etkisi incelenmiştir. Sonuçlar,

daha yüksek gözenekliliğe sahip Ni_3Al intermetaliklerinin, daha yüksek gözenekli numunelerde karmaşık birbirine bağlı gözenekli yapılar ve geniş gerçek yüzey alanları mevcut olduğundan dolayı, düşük gözenekliliğe sahip olanlardan daha ciddi korozyona maruz kaldıklarını göstermiştir. Ancak gözenekli Ni_3Al intermetaliklerinin korozyon oranları gerçek yüzey alanlarıyla orantılı olmadığı sonucuna varılmıştır. Bunun nedeni, gözenekli Ni_3Al intermetaliklerinin gözenek boyutu, gözenek boyutu dağılımı ve gözenek şeklinin artan gözeneklilik ile değişmesidir. Farklı gözenekliliğe sahip tüm gözenekli Ni_3Al intermetalikleri, güçlü bir alkali çözeltisinde mükemmel korozyon direnci sergilediği görülmüştür.

Wang vd. (2016), yüksek gözenekli TiAl bazlı intermetalikleri hacimce %80 NaCl ilavesi ile Ti-50Al toz oranlarıyla hacim yanma sentezi yoluyla hazırlamışlardır. Boşluk oluşturu parçacıklarının (NaCl) ham kompaktlarda tamamen çıkarıldığı ve gözenekli Ti-Al malzemeleri, 600 °C sıcaklıkta düşük enerji tüketimli bir hacim yanma sentezi yöntemiyle sentezlendiği sonucuna varmışlardır. Hacimce %80 NaCl eklenerek, açık gözeneklilik %84'e yükselmiştir. Ayrıca, gözenekli malzemeler iki modlu bir gözenek boyutu dağılımı sergilemiştir. NaCl partiküllerini kopyalayan büyük gözenekler (200-500 μm) ve gözenek duvarlarına gömülü küçük gözenekler (<50 μm) bulunduğu belirtilmiştir. Birbirine bağlı küçük ve büyük gözenekler ile, ayırma, ısı yalıtımı ve katalizde çok çeşitli uygulamalar için umut vaat eden açık hücreli gözenekli TiAl malzemeleri oluşturulduğu belirtilmiştir.

Jiao vd. (2016), gözenekli TiAl_3 intermetaliklerini, % Ti-75Al elemental tozlarda, boşluk tutucu malzeme olarak NaCl ile termal patlama (TE) reaksiyonu ile sentezlemişlerdir. Sonuç olarak, yüksek açık gözenekliliğe (>%80) sahip gözenekli TiAl_3 intermetalikleri, hacimce %50'nin üzerinde NaCl partikülleri eklendiğinde kolaylıkla elde edilebildiği görülmüştür (Şekil 2.10). XRD desenleri, TE yoluyla sadece tek fazlı TiAl_3 bileşiğinin sentezlendiğini göstermiştir. Hiyerarşik gözenekli TiAl_3 malzemeleri, orijinal NaCl parçacıklarından kopyalanan büyük gözenekler, iskeletler arasındaki küçük gözenekler ve parçacık iskeletlerinden çekiltelen küçük gözenekler dahil olmak üzere üç gözenek yapısı sergilemiştir. Ayrıca, gözenekli TiAl_3 intermetalikleri, düzgün bir gözenek boyutu dağılımı sergilemiş ve sıvı-gaz ayırma ve filtrasyon uygulamalarına izin veren açık hücreli yapılar oluşturduğu gözlenmiştir.



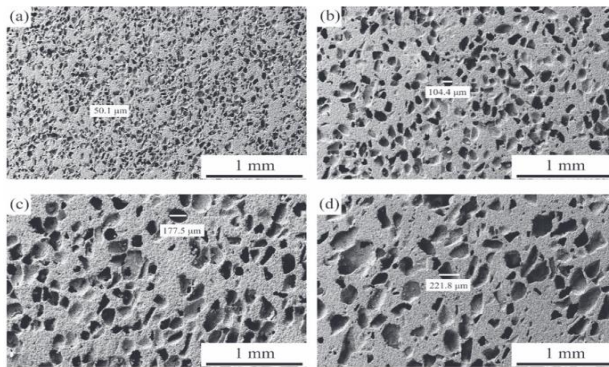
Şekil 2.10. a) NaCl çözünmesinden sonra ham parçalar ve **b)** sinterlenmiş TiAl_3 disklerin-görüntüleri. (Jiao vd. 2016)

Jiao vd. (2018) yapmış oldukları diğer bir çalışmada Al (38-75 μm) ve TiH_2 (38-75 μm) tozları kullanmışlardır. TiH_2 -3Al tozları 4 saat boyunca 450 rpm'de planet bilyalı değirmen kullanılarak 1/3 molar oranında eşit şekilde karıştırılmış. Boşluk tutucu malzeme olarak küresel karbamid ($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$) (0.7-1 mm) partikülleri seçilmiştir. Tozlar hacimce %0, %30, %50 ve %60'luk bir karbamid oranı ile karıştırılmış ve daha sonra 16 mm çapında ve 2-3 mm yüksekliğinde silindirik ham kompaktlar hazırlamak için karışımlar 300 MPa'luk bir basınçla sıkıştırılmış. Daha sonra, ham kompaktlar karbamid parçacıklarını uzaklaştırmak için deiyonize suya konulmuş ve sıcaklık 4 saat 65 ° C'de tutulmuş her yarım saatte bir su yenilenmiş. Numuneler 40 ° C'de 24 saat kurutulmuştur. Gözenekli TiAl_3 intermetalikler, boşluk tutucu malzeme olarak karbamid ile birleştirilerek TiH_2 ve Al element tozları kullanılarak etkili ve basit bir TE reaksiyonu süreci ile sentezlenmiştir (Şekil 2.11). Maksimum açık gözeneklilik %81,4'e ulaşabilmiştir. Büyük gözenekler, karbamid partiküllerinden ve TE reaksiyonu ile oluşan küçük gözeneklerden çoğaldığı ve birbirine bağlı kanallara sahip bu gözenekli malzemelerin ısı yalıtımı, filtreleme ve ayırma alanlarında yaygın olarak uygulanmasını sağladığı, gözenekli malzemelerin yüksek sıcaklıkta mükemmel oksidasyon direncine sahip olduğu sonucuna varılmıştır.



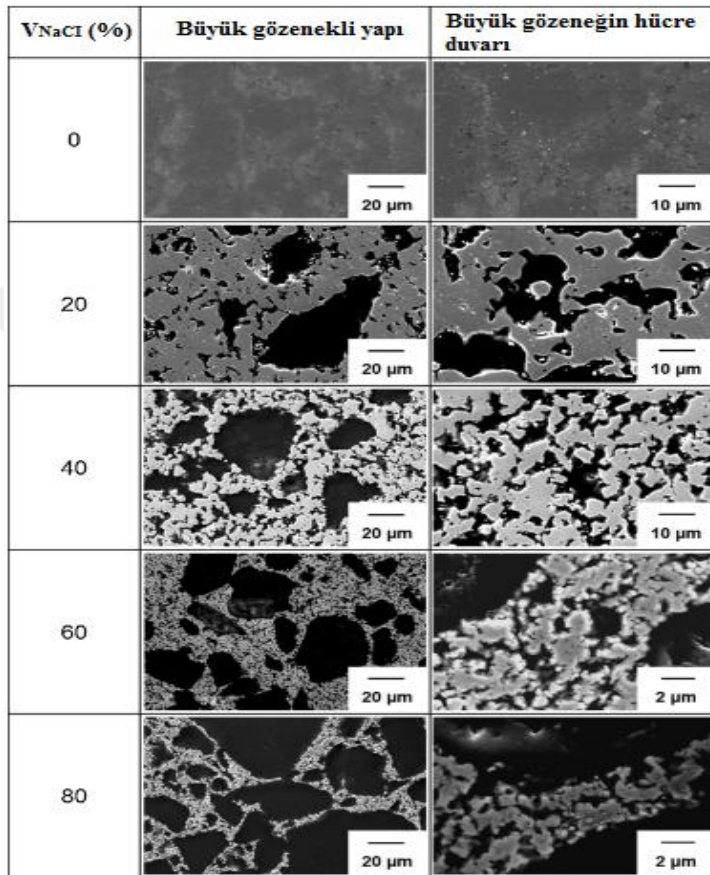
Şekil 2.11. Hacimce %0 ve %60 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ içerikli 2 saat ve 750° C'de 30 dakika sinterlenmiş TiAl_3 parçaların makro görüntüleri (Jiao vd. 2018)

Huang vd. (2020), çift gözenekli yapıya sahip çok fazlı gözenekli intermetalik bileşikler Mo_3Si - Mo_5Si_3 - Mo_5SiB_2 , in-situ reaksiyon sentezini gözenek oluşturu ajan yöntemiyle birleştirerek üretmiştir. Gözenek oluşturu ajan olarak NH_4HCO_3 kullanılmıştır. NH_4HCO_3 'nin içeriği ve boyutunun gözeneklilik, gözenek çapı dağılımı, geçirgenlik ve basma dayanımı üzerindeki etkileri sistematik olarak araştırılmıştır. NH_4HCO_3 'ün hacimce %0'dan %60'a yükselirken, toplam gözeneklilik %46,6'dan %73,2'ye çıkmıştır. Geçirgenlik ve geçirgenlik katsayısı NH_4HCO_3 içeriklerinin artmasıyla artmıştır.



Şekil 2.12. Hacimce %50 oranında a) 48 μm , b) 86 μm , c) 160 μm , d) 230 μm çaplarında NH_4HCO_3 partikülü eklenerek elde edilmiş olan intermetalik parçaların mikroyapı görüntüleri (Huang vd. 2020).

Shu vd. (2019) çalışmasında, Ni+Al+(30-50 μ m) NaCl karışımları 450-650°C aralığında elektrik akımı altında sinterlenirken 5 MPa basınçla preslenmiştir. Sinterlemeden sonra NaCl uzaklaştırılmıştır. 650°C'de sinterlenerek saf NiAl fazı elde edilmiştir. %40-80 gözeneklilik elde edildi (Şekil 2.13). V_{NaCl} %20 olduğunda, NaCl parçacıkları tamamen metalik hücre duvarı tarafından çevrelendiği için NaCl'nin bir kısmı uzaklaştırılamamıştır. Yüksek büyütme görüntülerde de belirtildiği gibi, artan NaCl miktarları ile küçük gözeneklerin boyutu küçülmüştür.



Şekil 2.13. Farklı miktarlarda NaCl boşluk oluşturu ile 650°C'de 300 saniye sinterlenen numunelerin SEM görüntüleri (Shu vd. 2019)

Cai vd. (2021) boşluk oluşturu olarak NaCl kullandı. Ni+Al tozuna %10'luk artışlarla %0-50 NaCl (200-500 μ m boyutunda) eklenmiştir. 200 MPa'da sıkıştırma ve su içinde NaCl'nin uzaklaştırılmasından sonra, peletler 10°C/dakika hızında 700°C'ye ısıtılarak ateşlenmiştir. NaCl içermeyen peletin silindirik şeklini kaybettiği ve küre şeklini aldığı görülmüştür. Bununla birlikte, diğer peletler boyutlarını ve şekillerini korumuştur (Cai vd. 2021). Gözenekli intermetaliklerin gözenek yapısını ve malzeme şeklini kontrol etmek endüstriyel uygulamalar için çok önemlidir (Jiang vd. 2008; Jiang vd. 2019).

Literatürde gözenekli intermetalik yapıların üretiminde bazı çalışmalarda boşluk oluşturu olarak üre kullanılmıştır. Üre, boşluk oluşturu olarak Ni-Al, Ti-Al ve Fe-Al gibi birçok intermetalik bileşiğin gözenekli formda üretilmesi için kullanılmıştır (Cui vd. 2012; Wu vd. 2011; Li vd. 2019).

Gözenekli intermetalik malzemelerin yanma sentezi ile üretiminde Karczewski vd. (2018) çalışmasında elemental demir ve alüminyum tozlarının tartarik asit katkısı ile sinterlenmesiyle gözenekli FeAl oluşturmuşlardır. Demir alüminitler, mekanik ve korozyon direnci özellikleri sayesinde gözenekli formda farklı uygulamalara sahip intermetaliklerdir. Ancak bu malzemelerin gözenekli formlarını elde etmek yüksek erime noktaları nedeniyle kolay değildir. Tartarik asit FeAl intermetalik alaşımının KİYSS sırasında in-sitü gaz salan bir madde olarak çalışılmıştır. Oluşturulan malzemelerin gözenekliliği 36 ± 4 olarak elde edilmiştir.

Literatürde farklı soğuk presleme basıncı uygulanan çalışmalar bulunmaktadır. Wu ve arkadaşlarının (Wu vd. 2011) çalışmasında, şekillendirme için Ni+Al+üre karışımları 200 MPa basınçta soğuk preslenmiştir. Üre, vakumda 300°C'de ısıtılarak çıkarılmıştır. Peletler bir uçtan ateşlenmiş ve reaksiyon KİYSS modunda gerçekleştirilmiştir. Gözenek boyutu ve miktarının sırasıyla 0.4-2.0 mm ve %58-85 aralığında kontrol edildiği bildirilmiştir. %58 gözenekliliğe sahip numune, 27 MPa'lık bir basma mukavemeti sergilemiştir. Artan porozite miktarı ile mukavemet değerleri azalmıştır.

Huang vd. (2020), elementel Mo, Si ve B tozlarını ve gözenek oluşturmak amacıyla 48 µm ile 230 µm boyut aralığında NH₄HCO₃ partikülünü kullanmışlardır. NH₄HCO₃, düşük sıcaklıkta ısıtma ile NH₃, CO₂ ve H₂O'ya ayrıştırılmış ve bu bozunma ürünleri, argon gazı ile sinterleme fırınından hızla atılmıştır. Temel tozlar susuz alkolde 300 rpm'lik bir dönüş hızında 3 saat öğütülmüş ve 8 saat 60 ° C'de vakumla kurutulmuştur. Ham kompaktlara, 300 MPa'lık bir basınç uygulanmıştır. Çalışmada küçük gözeneklerin boyutu 0.1–10 µm, büyük gözeneklerin boyutu ise 10–300 µm olarak elde edilmiştir. Hacimce %0'a göre %40 hacimde, basma dayanımı 329 MPa 'dan 87,3 MPa'ya hızla düştüğü görülmüştür.

Literatürde hem boşluk oluşturucu hem de yanma sentez tekniğini kullanan çalışmalardan birinde Wang vd. (2016), HCS ile gözenekli TiAl bazlı intermetalikler üretmiştir. NaCl'yi boşluk oluşturucu ajan olarak kullanmışlardır. 1100 °C'de sinterlenen malzemelerde ana faz olarak TiAl'in geliştiğini ve Ti-50Al'ye %80 NaCl ilavesiyle açık gözenekliliğin %84'e kadar arttığını bulmuşlardır. Cai vd. (2021), boşluk tutucu NaCl kullanarak termal patlama yoluyla gözenekli NiAl intermetaliklerini hazırlamışlardır. NiAl'deki boşluk tutan NaCl içeriği hacimce %30'a ulaştığında numunede çatlama veya deformasyon olmadığını gösterdiler. Hacimce %50 NaCl eklendiğinde gözenekliliğin %63'e yükseldiğini bildirmişlerdir. Shu vd. (2019) gözenekli Ni₃Al, NiAl ve NiAl₃ 650 °C'de 10800 s reaktif sinterleme ile elde etmişlerdir. Ürünlerin iyi enerji emme özellikleri sergilediği bildirilmiştir.

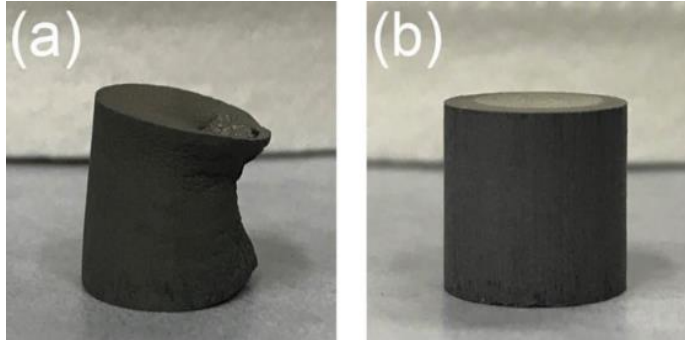
Gözenekli intermetalik matrisli kompozitlerin üretimi ile ilgili olarak, Li vd. (2019) yapmış oldukları çalışmada gözenekli Ni₃Al, NiAl ve NiAl₃ intermetalikleri termal patlama (TE) işlemiyle sentezlemişlerdir. Üç bileşenin gözenek yapısı, faz bileşimi, sıcaklık profili ve oksidasyon direnci üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Numunelerin sıcaklığı birkaç saniye içinde Ni₃Al'in 638°C'den 1381°C'ye, NiAl'in 620°C'den 1613°C'ye ve NiAl₃ 'in 642°C'den 1172°C'ye yükseldiği görülmüştür. TE reaksiyonundan sonra TE ürünlerinde Ni₃Al, NiAl ve NiAl₃ fazları elde edilmiştir. Elde edilen gözenekli Ni₃Al intermetalığının gözenekleri oval şekilli ve dar, gözenekli NiAl intermetalığının gözeneklerinin küresel, gözenekli NiAl₃ intermetalığının ise düzensiz

şekilli gözenek yapıları sergilediği görülmüştür. Ni_3Al , NiAl ve NiAl_3 'ün açık gözenekliliği sırasıyla %27,4, %40,3 ve %41,5'tir. Özellikle gözenekli NiAl 'in mükemmel bir oksidasyon direnci gösterdiğini belirtmişlerdir. Bu nedenle NiAl 'in yüksek sıcaklıkta fonksiyonel malzemeler ve filtrasyon malzemeleri olarak ümit verici olduğunu öngörmüşlerdir.

Shi vd. 2015, Ti-Al gözenekli intermetalik bileşikler termal patlama (TE) reaksiyonları işlemiyle hazırlamışlardır. Ti/Al molar oranlarının sıcaklık profilleri, faz bileşimleri, gözenek özellikleri, yoğunluk, genleşme davranışları üzerindeki etkilerini ve oksidasyon direncini incelenmiştir. Gözenekli Ti-Al alaşımları, %35-56 gibi yüksek bir açık gözeneklilik gösterdiği görülmüştür.

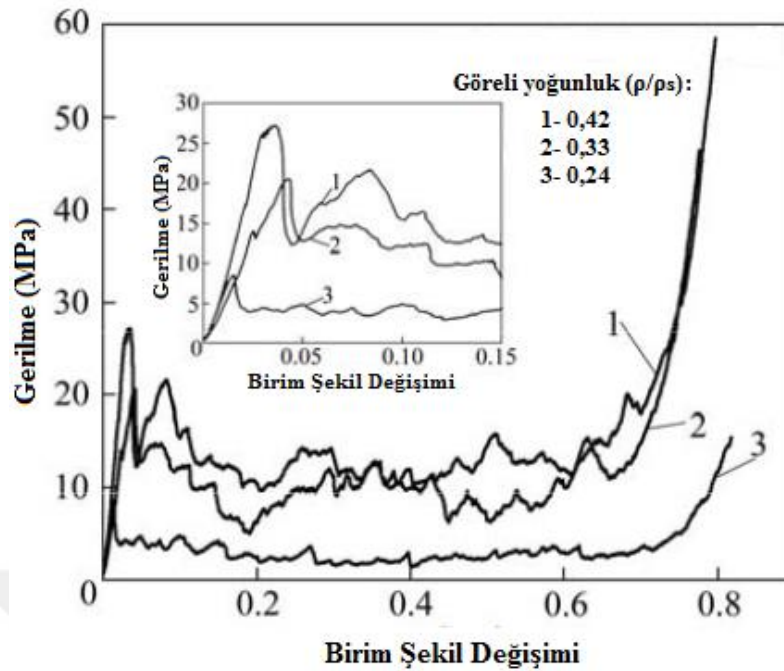
1638,9 °C, NiAl 'in erime sıcaklığıdır. Sistemde seyreltici olmadığında, ürünlerdeki belirli bir NiAl fraksiyonu erimektedir. Seyreltici NiAl olmadığında sistemde oluşan yüksek miktarda sıvı faz, ürün peletinin bozulmasına neden olmaktadır. Adyabatik sıcaklığı ve sistemdeki sıvı faz miktarını azaltarak ürün peletinin şeklinin bozulması önlenilmiştir (Yeh ve Chen 2005; Mishra vd. 2007; Aydinian vd. 2022; Zhang vd. 2019).

Jiang vd. (2019) yaptıkları çalışmada gözenekli Ni_3Al intermetalik (%Al seviyesinde Ni-25) numunelerini elemental toz metalurjisi ile üretmişlerdir. Isıtma hızı, izotermal işlem gibi sinterleme parametrelerinin numunelerin davranışları üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Şekil 2.14 (a)'daki numune oda sıcaklığından 10 °C/dak hızla 1000 °C'ye ısıtılmıştır. Üretilen numunenin şekli erimiş ve deforme olmuştur. Şekil 2.14 (b) ise 480 °C'de 1 saat izotermal olarak işlenmiş ve 1 °C/dk'da 1000 °C'ye kadar ısıtılmıştır. Bu tez çalışmasında, parçanın şekil bütünlüğünün korunması açısından şekil 2.14 (b)'de kullanılan yöntemler uygulanarak deneyler yapılmıştır. Fakat üretilen parçaların şekil bozukluğunun engellenemediği görülmüştür.



Şekil 2.14. a) Sinterleme ile hazırlanan numune, **b)** optimize edilmiş bir sinterleme yöntemi kullanılarak hazırlanan numune (Jiang vd. 2019)

Literatürde gözenek boyutu, miktarı ve mukavemeti hakkında genel bir eğilim önerilmiştir. Gözenek miktarı arttıkça ve ortalama gözenek boyutu arttıkça mukavemetin azaldığı bulunmuştur (Jie vd. 2011; Jian vd. 2015; Jiang vd. 2021; Gao vd. 2015; Jiang vd. 2018; Jiang vd. 2020). Jie vd. 2011, gözenekli NiAl intermetaliklerinin basma akma dayanımını belirlemişlerdir (Şekil 2.15). Şekil 2.15'de de görüldüğü gibi yoğunluk düştükçe (gözenek oranı arttıkça) dayanımında düştüğü görülmektedir.



Şekil 2.15. Farklı göreceli yoğunluklara sahip gözenekli NiAl intermetaliklerinin gerilme-birim şekil değişimi grafiği (Jie vd. 2011)

Gerilme-birim şekil değişimi grafiği; elastik bölge, plato bölgesi ve yoğunlaşma bölgelerinden oluşmaktadır (Wang vd. 2010). Plato bölgesinin tırtıklı bir yapıda olması numunelerin kırılgan yapısından dolayıdır (Hao vd. 2009). Basınç ilerledikçe, çatlaklar yayılır ve birleşir. Böylelikle hücre duvarlarının çökmesinden dolayı gerilmenin düşmesine neden olur. Basınç devam ettiğinde, kırık hücre duvarları sıkışır ve bir sonraki kırılma meydana gelene kadar basıncın tekrar arttığı görülür.

Literatürde, gözenekli NiAl oluşumu ile ilgili kapsamlı çalışmalar olmasına rağmen (Cui vd. 2012; Shu vd. 2019; Cai vd. 2021; Jie vd. 2011), gözenekli NiAl'in gözenek boyutu ve basma dayanımı arasındaki sayısal korelasyona ilişkin bir çalışmaya rastlanmamıştır ve gözenekli NiAl'in gözenek miktarı ve basma dayanımı ilişkisi üzerine çalışmalar nadirdir (Jie vd. 2011). Gözenekli intermetaliklerle ilgili sınırlı sayıda çalışmada, Jie vd. 2011; Jian vd. 2015; Gao vd. 2015; Li ve Aubertin 2003; Ternero vd. 2021) gözenek miktarı, gözenek boyutu ve mukavemet arasında sayısal bir ilişki aranmıştır.

Wu vd. (2011) çalışmasında, karbamid partikülleri kullanılarak kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gözenekli NiAl numuneleri üretilmiştir. Göreceli yoğunluk ve basma dayanımı verileri Gibson-Ashby modeline (Jie vd. 2011) uygundu. Jiang ve arkadaşlarının (Jiang vd. 2020) çalışmasında, TiH_2 , Si ve grafit tozlarının reaktif sentezi yoluyla farklı gözenek boyutlarına sahip gözenekli Ti_3SiC_2 intermetalik numuneler üretilti. Toplam gözeneklilik %44,6-54,1 iken, gözenek boyutunun 2,1'den 21,8 μm 'ye artmasının bir sonucu olarak eğilme mukavemetinin 89'dan 22 MPa'ya düştüğünü bulmuşlardır. Gözenek boyutu ve eğilme mukavemeti hakkındaki verilerinin Hall-Petch denkleminde (Jiang vd. 2020) uyduğu öne sürülmüştür. Gao vd. (2015) çalışmasında, Al içeriğinin ve gözenekliliğin, gözenekli Fe-Al

intermetaliklerinin mekanik özellikleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Açık porozite miktarının ağırlıkça %45 Al içeriğine kadar arttığı ve ardından azaldığı görülmüştür. Artan gözeneklilik ile çekme mukavemeti azalmıştır. Veriler, Bal'shin denklemine (Gao vd. 2015; Li ve Aubertin 2003) göre çekme mukavemeti ve gözeneklilik yüzdesini ilişkilendirmek için kullanıldı.

Nicel ilişkiler üzerine yapılan çalışmaların, yeni gözenekli malzemelerin tasarımında özellik yapısı ilişkileri için daha net yollar bulma konusunda bilim adamlarına destekleyici olması beklenmektedir (Jiang vd. 2021). Bu nedenle, bu çalışmada elde edilen sonuçlar, gözenekli NiAl'in gözenek miktarı, gözenek boyutu ve basma dayanımı arasındaki nicel ilişkileri belirlemek için kullanılmıştır. Bu amaçla Bal'shin, Hall-Petch, Bhattacharjee ve Gibson-Ashby denklemlerinden yararlanılmıştır (; Jie vd. 2011; Jiang vd. 2021; Gao vd. 2015; Jiang vd. 2020; Li vd. 2003; Ternero vd. 2021; Zhao vd. 2014; Ashby vd. 2000). Bu çalışmalardaki hesaplamalardan ve bulgulardan, Bölüm 4.3'te bahsedilmektedir.

2.2.2.2. Gözenekli intermetalik malzemelerin uygulamaları

Gözenekli metaller; filtreler, katalizörler, elektrotlar, yataklar, termal yalıtkanlar, darbe enerjisi emiciler, implantlar vb. gibi çok sayıda önemli uygulama alanı bulmuştur (Xia vd. 2013). Ayrıca otomotiv ve havacılık endüstrileri, gemi yapımı, spor malzemeleri ve biyomedikal endüstrileri dahil olmak üzere çeşitli endüstrilerin yapısal uygulamalarında kullanılmaktadır (Banhart 2001).

Düşük yoğunluklu, gözenekli toz metalürjisi ürünü malzemeler, filtreleme, sıvı akış kontrolü, alev durdurma gibi birçok uygulama için mühendislik alanlarında kullanılmaktadır. Kontrollü gözenekliliğe sahip, sert, geçirgen bir yapı, birbirine bağlı gözenek kanallarına sahip üç boyutlu bir sinterlenmiş toz partikülleri ağı oluşturmak için toz metalürjisi teknolojisi kullanılarak tasarlanabilmektedir. Malzemeler, uygulama gereksinimleri ve ekonominin kombinasyonuna bağlı olarak çok çeşitli toz metal malzemelerden seçilebilmektedir. Gözeneklilik, toz partikül şekli, toz boyutu dağılımı, toz yüzey dokusu ve malzeme işleme yöntemine bağlı olan diğer toz özellikleriyle belirlenmektedir (Samal ve Newkirk 2015).

2.2.3. İntermetalik matrisli kompozitler

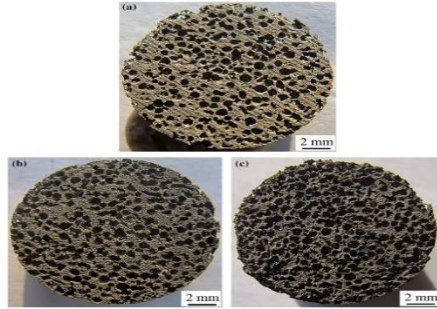
İntermetalikler, kimyasal değerlik kurallarına göre iki farklı metal birleştirildiğinde oluşur. Genel olarak, intermetaliklerdeki bağ metalik değil, iyonik ve kovalenttir. Bu şekildeki alaşımlara intermetalik bileşikler denilmektedir (Villers ve Calvert 1985). Genel olarak, intermetallikler karmaşık bir kristal yapıya sahiptir ve iyonik ve kovalent bağları nedeniyle kırılmandır. Bazı intermetaliklerin, yüksek sıcaklık mukavemeti ve sertliği, düşük yoğunluk ve mükemmel oksidasyon direnci gibi oldukça benzersiz özelliklere sahip olduğu tespit edilmiştir. Kompozit yapmak için bir matris malzemesi olarak kullanıldıkları için, geleneksel malzemelere göre çalışma sıcaklıklarını artırma potansiyeline sahiptirler (Chawla 2012).

İntermetallikler, katı çözeltilerin aksine, genellikle nispeten yüksek sertliğe ve elastik modüle, daha yüksek mukavemete ve daha iyi yüksek sıcaklık özelliklerine sahiptir. Ek olarak, özel kristal yapı ve kimyasal bağ özellikleri genellikle intermetaliklere

yapısal kararlılık ve çevresel korozyona ve karşı mükemmel direnç sağlar (Jiang ve Gao 2021).

Sinterleme ve gerekli mekanik özelliklerin elde edilmesi için yeterli miktarda sıvı faz gereklidir. Öte yandan, fazla miktarda sıvı faz, malzemenin şeklinin bozulmasına neden olur. YS'de adyabatik sıcaklık, reaktan karışımlarına seyrelticilerin eklenmesiyle kontrol edilebilir. Bu nedenle, bu çalışmanın amaçlarından biri, sıvı faz miktarını kontrol etmek ve malzemenin şeklini, ayrıca gözeneklerin şeklini ve boyutunu korumak için önceden oluşturulmuş TiB_2 'yi Ni+Al karışımlarına eklemektir. Seyreltici TiB_2 'nin kritik miktarı, adyabatik sıcaklık hesaplamaları ile belirlenmiştir. Gözenekli intermetaliklerin mukavemetinin artan gözeneklilik ile azaldığı bilinmektedir (Jiang vd. 2021; Wu vd. 2011). Bu nedenle, bu çalışmanın diğer amacı, hacim yanma sentezi (HYS) ile gözenekli NiAl ürünleri oluşturmak ve TiB_2 partikül takviyesinin ürünlerin mekanik özellikleri ve yapısı üzerindeki etkisini araştırmaktır. Gözenekli NiAl ve $TiB_2+Al_2O_3$ takviyeli gözenekli NiAl yapıların oluşumu ile ilgili literatürde bazı çalışmalar bulunmaktadır (Cui vd. 2012; Shu vd. 2019; Cai vd. 2021; Wu vd. 2017). Ancak TiB_2 ile güçlendirilmiş gözenekli NiAl'in oluşumu ve karakterizasyonu üzerine bir çalışmaya rastlanmamıştır. TiB_2 , daha önce TiB_2 'nin NiAl matrisi ile uyumlu olduğu ve NiAl'de yanma sentezi ile yerinde takviye mümkün olduğu için TiB_2 oluşumunun mümkün olduğu gösterildiğinden, takviye fazı olarak seçilmiştir (Torres vd. 2009; Çamurlu ve Maglia 2009).

Wu vd. (2017) yapmış oldukları çalışmada açık hücreli gözenekli $TiB_2-Al_2O_3$ /NiAl intermetalik matrisli kompozitleri KİYSS yoluyla üretmişlerdir. Küresel karbamid boşluk oluşturucuları kullanarak gözenekli yapı elde edilmiştir. Karışım tek eksenli olarak 100 MPa'lık bir basınçla ham kompakt haline sıkıştırılmıştır. Ham parça, karbamid partiküllerini uzaklaştırmak için bir elektrikli fırında 473 K'da 1 saat süreyle bekletilmiştir. Basma dayanımları 19 MPa ve 32 MPa olarak elde edilmiştir (Şekil 2.16).



Şekil 2.16. %15 $10Al - 3B_2O_3-3TiO_2$ içeren gözenekli $(TiB_2 - Al_2O_3) / NiAl$ kompozitlerinin kesit morfolojileri ve farklı gözeneklilikler: **a)** yaklaşık %60, **b)** yaklaşık %72, **c)** yaklaşık %85 (Wu vd. 2017)

Gözeneksiz intermetalik matrisli kompozit üretimi ile ilgili bir çalışmada, Wei vd. 2015; NiAl-TiC- TiB_2 kompozitleri, Ni, Al, Ti, B_4C , TiC ve TiB_2 ham tozları kullanılarak KİYSS yöntemi ile hazırlamışlardır. Üretilen parçaların mikroyapıları ve mikro sertliklerini incelemişlerdir. Kompozitlerdeki NiAl matrisinin taneleri büyük ölçüde rafine edilmiş ve NiAl'in mikro sertliği 381 HV_{100} 'den 779 HV_{100} 'e yükselmiştir. Harici olarak eklenen ağırlıkça %30 TiC- TiB_2 içerenlerin ise 485 HV_{100} mikro sertliğine ulaştığı sonucuna varmışlardır. TiC- TiB_2 parçacıkları, NiAl matrisinde in-sitü olarak oluşmuştur.

Kılıç vd. (2019) bakır ilavesinin, kendiliğinden yayılan yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) vasıtasıyla tutuşturulan sıcak preslenmiş NiTi ve NiTiCu alaşımlarının gözenekliliği, mikroyapısı ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Numunelerin mikroyapısını ve mekanik davranışlarını belirlenmiştir. Deneysel sonuçlar; NiTi, SMA'lara Cu ilavesinin gözenekliliği ve mikrosertliği arttırdığını ancak aynı zamanda basma dayanımını da azalttığı sonucuna varmışlardır.

Kandalova vd. (2002), Al – Ti tane incelticisinin hazırlanmasında kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezini (KİYSS) kullanmışlardır. Başlangıç toz karışımındaki Al/Ti mol oranı, sentezlenen Al_3Ti parçacıklarının morfolojisi ve bileşimi üzerinde etkili olduğu bulunan adyabatik sıcaklığı kontrol etmek için 0:1 ile 4.5:1 arasında değiştirmişlerdir. Al tozu içeriğindeki artış, adyabatik sıcaklık artışa ve titanyum alüminit morfolojisinin iğne benzerinden bloklu yapıya değişmesine neden olduğu görülmüştür.

Hawk ve Alman (1999)'ın yapmış oldukları çalışmada, elemental Ni ve Al tozları, hacimce %0, 10, 20 veya 40 TiB_2 takviyeli bir NiAl matrisiyle sonuçlanan oranlarda TiB_2 tozlarıyla karıştırılmıştır. Toz karışımları, 32 mm çapında ve 75 mm uzunluğunda silindirler halinde soğuk olarak preslenmiş, daha sonra Ni ve Al tozları arasında bir reaksiyon başlatmak için vakumda $700^\circ C$ 'ye ısıtılmıştır. Böylelikle NiAl matrisi oluşturulmuştur. Kompozitin nihai konsolidasyonu $1250^\circ C$ 'de ve 172 MPa basınçta 4 saat boyunca Sıcak İzostatik Presleme ile gerçekleştirilmiştir. NiAl'e partikül takviyesi olarak TiB_2 'nin eklenmesinin, kompozitin NiAl'e göre sertliğini arttırdığı ve TiB_2 'nin, özellikle granat ve Al_2O_3 aşındırıcılara karşı NiAl'in aşınma direncini iyileştirmede çok etkili olduğu sonucuna varılmıştır. Bu koşullar altında TiB_2 parçacıkları kolayca kırılmazlar, matrise iyi bağlanırlar ve aşındırıcının nüfuz etmesine karşı direnç göstermektedirler.

Çizelge 2.3. NiAl, TiB_2 ve NiAl– TiB_2 kompozitlerinin yoğunluk ve sertlikleri (Hawk ve Alman 1999)

Alaşım / Kompozit	Parçacık aralığı (μm)	ρ (mg/mm^3)	H_v (GPa)
Monolitik NiAl	-	5,97	$3,1 \pm 0,1$
NiAl–%10 TiB_2	96	5,80	$3,4 \pm 0,2$
NiAl–% 20 TiB_2	77	5,56	$4,5 \pm 0,4$
NiAl–% 40 TiB_2	66	5,35	$7,3 \pm 1,2$
Monolitik TiB_2	-	4,43	$21,0 \pm 34,0$

Rigney vd. (1994) yapmış oldukları çalışmada ise nikel alüminid intermetalikler ve kompozitleri hidrostatik ekstrüzyon (hem 298 K hem de 573 K'de) veya vakumlu sıcak presleme ile işlemişlerdir. Önceden alaşımlı NiAl (%45'te Al) tozlarının vakumlu sıcak preslemesi ayrıca NiAl ve NiAl + TiB_2 parçacıklı kompozitleri işlemek için kullanmışlardır. İşlenen malzemelerin mikroyapıları, sertlikleri ve basma akma dayanımlarını değerlendirmişlerdir. 573 K'da ekstrüde edilen malzemede sertlik, sıkıştırma akma dayanımı ve toklukta önemli artışlar elde edilmiştir. NiAl'in hacimce %

10 TiB₂ ile kompozit takviyesi de mukavemet artışlarına neden olduğu görülmüştür. TiB₂ partikül ilaveleri, takviye boyutuna ve dağılımına bağlı olarak ve seramik-matris sistemlerindeki gözlemlere benzer şekilde $9.0 \pm 1.8 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$ 'ye kadar tokluk artışı sağladığı sonucuna varılmıştır.

Guo ve Xing (1997); hacimce %0 ve 20 TiB₂ parçacıkları içeren NiAl matris kompozitlerini imal etmek için sıcak presleme yardımlı ekzotermik sentez (HPES) tekniği geliştirmişlerdir. Kompozitin oda sıcaklığında ve $1000 \pm ^\circ\text{C}$ 'deki basma akma dayanımları, takviyesiz NiAl'inkinden yaklaşık üç kat daha kompozitin $980 \pm ^\circ\text{C}$ 'deki çekme mukavemeti, NiAl'inkinden yaklaşık üç kat daha yüksek olduğu bulunmuştur. Kompozitin kırılma tokluğu, monolitik NiAl'inkinden biraz daha büyüktür.

Hawk ve Alman (1999)'ın yapmış oldukları çalışmada, NiAl'e partikül takviyesi olarak TiB₂'nin eklenmesi, NiAl'e göre kompozitin sertliğini, dayanım ve aşınma direncini arttırdığı belirtilmiştir.

Shokati vd. (2013), termal patlama modunda yanma sentezi ile ağırlıkça %0-40 NbB₂ ile güçlendirilmiş yeni bir NiAl matris kompozit tozun sentezi araştırmışlardır. Başlangıç malzemesi olarak Ni, Al, Nb ve amorf bor elementel tozları kullanılmıştır. Tüm bileşimler için nihai ürünler yalnızca NiAl ve NbB₂ fazlarından oluşturmuştur. NiAl'ın mikrosertliği, ağırlıkça %40 NbB₂ ile NiAl için $377 \pm 13 \text{ HV}_{0.05}$ 'ten $866 \pm 81 \text{ HV}_{0.05}$ 'e önemli ölçüde arttığı sonucuna varılmıştır.

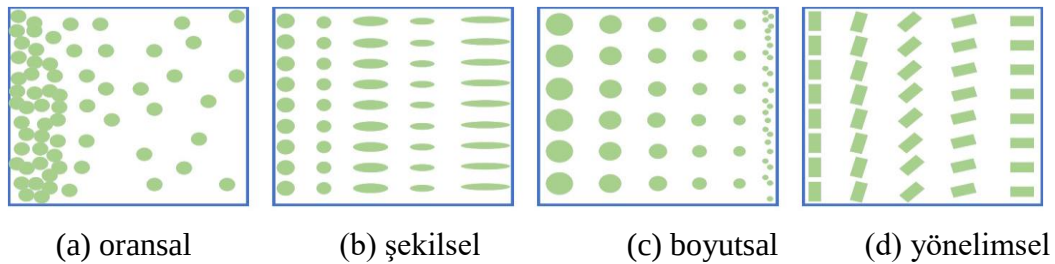
Hyjeck vd. (2013), TiB₂ seramik partikülleri ile güçlendirilmiş, sinterlenmiş NiAl + Ni₃Al alaşımlarını üretilmişlerdir. Deneysel sonuçlar, Bridgman tipi HP-HT yöntemi, 7,5 GPa uygulanan basınç ve 1300, 1400 ve 1500 °C proses sıcaklıkları ile ağırlıkça %5 TiB₂ içeren NiAl/Ni₃Al'den sinterlenmiş kompozitler üretme olasılığını göstermiştir. Hem NiAl'in iyi oksidasyon direnci hem de Ni₃Al'in yüksek sıcaklığındaki olağanüstü mukavemeti olduğundan dolayı iki fazlı matrisli kompozitin TiB₂ partikülleri ile güçlendirmesi, daha yüksek sıcaklıklarda çalışmaya adanmış iyi bir malzeme olacağı sonucuna ulaşılmıştır. Elde edilen kompozitler, minimum gözenekli bir yapı ile karakterize edilmiştir.

Sheng vd. (2013), NiAl–TiC–Al₂O₃ in-sitü kompoziti, element tozları kullanılarak kendi kendine yayılan yüksek sıcaklık sentezi ve sıcak ekstrüzyon (KİYSS/SE) tekniği ile üretmişlerdir. Kompaktın sıcaklığı, SHS/HE sentez sisteminde bir termokupl ile ölçülmüştür. Çalışmanın sonucu, NiAl–TiC–Al₂O₃ kompozitinin SHS/SE işlemi ile yoğunlaştırıldığını ve ince mikroyapıya sahip olduğunu ortaya koymuştur. Kompozitte, NiAl tane sınırı boyunca TiC partikülleri toplanmış ve büyümüş, ancak NiAl tanesindeki TiC parçacıkları hala çokgen ve yönlü kaldığı gözlemlenmiştir. TiC ve Al₂O₃ partikülleri, ekstrüzyon yönü boyunca belirgin bir dağılma eğilimi sergilediği görülmüş. Ayrıca, NiAl tane sınırı boyunca altıgen kristal yapıya sahip Ti₂AlC parçacığı oluşmuştur. NiAl ve TiC arasındaki faz ara yüzü düz ve keskin, hemen hemen hiç ara yüzey çökeltisinin olmadığı, ancak bazı durumlarda ara yüzey boyunca ince amorf tabaka oluştuğu görülmüştür. Genel olarak SHS/HE sentezlenmiş NiAl–TiC–Al₂O₃ kompoziti, özellikle oda sıcaklığında sıcak ekstrüzyonun neden olduğu ince mikroyapıya ve ön deformasyona atfedilmesi gereken daha iyi mekanik özelliklere sahip olduğu görülmüştür.

Hyjeck vd. (2017), hacimce %4 ve %7 oranında TiB_2 seramik parçacıklarının eklenmesiyle zenginleştirilmiş iki fazlı $NiAl/Ni_3Al$ matrisine dayalı üretilen kompozit malzemeler üzerinde testler yapmışlardır. Elde edilen karışımlar, Yüksek Basınçlı Yüksek Sıcaklık (HP-HT) işlemi ile sinterlenmiştir. Kompozitlerin yoğunluğu TiB_2 ilavesiyle orantılı olarak azalmaktadır. Daha düşük bir yoğunlukta, takviye edici parçacıkların eklenmesinin kompozit sertliğini, Young modülünü ve sürtünme aşınmasına karşı direnci arttırdığı görülmüştür. İki fazlı matrise hacimce %4 ve 7 TiB_2 ilavesinin kompozit mukavemetini ve tribolojik özelliklerini arttırdığı gözlemlenmiştir. Bununla birlikte, daha yüksek TiB_2 (%7 hacim) ilavesinin daha yüksek sertliğe ve daha düşük yoğunluğa rağmen test edilen diğer özelliklerde bir azalmaya neden olduğu gözlemlenmiştir. Hacimce %7 TiB_2 'li kompozit, hacimce %4 TiB_2 'li kompozite kıyasla daha yüksek sertlik ve aynı zamanda daha yüksek aşınma oranı ile karakterize edilmiştir. Ayrıca Young modülünün daha düşük bir değeri ile karakterize edilmiştir.

2.3. Fonksiyonel Dereceli Malzemeler (FDM)

Bazı malzeme uygulamaları, yapının değişik bölgelerinde farklı özelliklerin bulunmasını gerektirmektedir. Bir parçanın farklı kısımlarından farklı özelliklerin elde edilmesi, malzemenin farklı bölümlerindeki yapısının, örneğin fazların veya bileşimin değişik olması ile sağlanabilmektedir. Fakat parçada meydana gelen yapısal değişiklikler bazen ani olabilmektedir. Bu tür keskin yapısal farklılıklar nedeniyle ısıl değişimler gibi bazı şartlarda parça içinde gerilmeler oluşabilmektedir ve bu durum zayıfla sonuçlanabilmektedir. Bu durumla özellikle metal-seramik birleşimlerinde karşılaşmaktadır (Araki vd. 1993). Parçanın farklı kısımlarındaki özellik değişiminin nispeten aşamalı olması, gerilme oluşumunu azaltabilmektedir. Aşamalı bir özellik değişiminin, kompozisyon değişimi ile veya yapının farklılaştırılması sonucunda elde edildiği malzeme türüne, fonksiyonel dereceli malzeme (FDM) denilmektedir (Mortensen ve Suresh 1995, Mahamood ve Akinlabi 2017). Yani FDM'ler, belirli uygulamalarda kullanılmak üzere bir eksen boyunca yapısının ve özelliklerinin kademeli şekilde değişim gösterdiği malzeme sınıfıdır. Bu tür malzemelerin mikroyapısı veya içerdiği takviye fazı veya kimyasal bileşimi bir doğrultuda farklılaşmaktadır. Bu sayede parçada birçok özellik açısından aşamalı bir farklılaşma elde edilebilmektedir (Mahamood ve Akinlabi 2017). FDM'lerde takviye fazının özelliklerine göre (sağdan sola) oluşturulabilen gradyanlar Şekil 2.17'de gösterilmektedir (Zhang 2022).

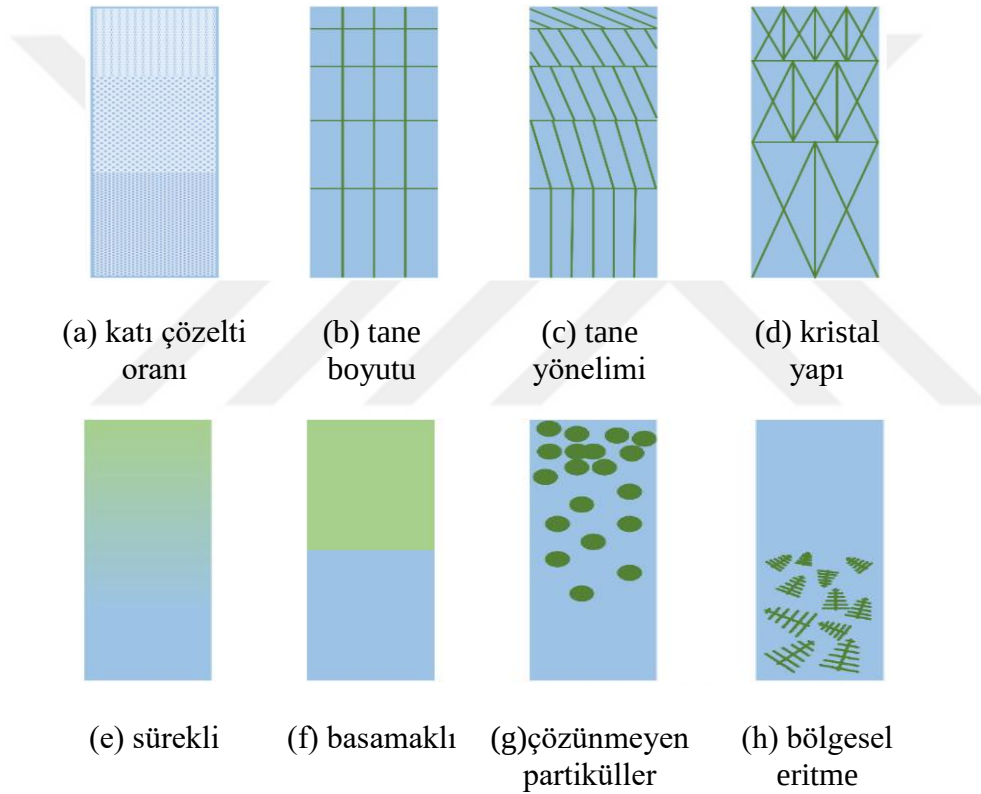


Şekil 2.17. FDM'lerde takviye fazının özelliğine göre oluşturulabilen gradyanlar (Zhang 2022)

FDM'ler bir parçanın performansını en uygun seviyeye getiren malzeme tasarımıdır. Bu tür malzemeler, yüksek oranda mikroyapı ve işlem kontrolü gerektirmesi nedeniyle ileri teknoloji malzemeleri sınıfındadır. Kavram olarak ilk ortaya

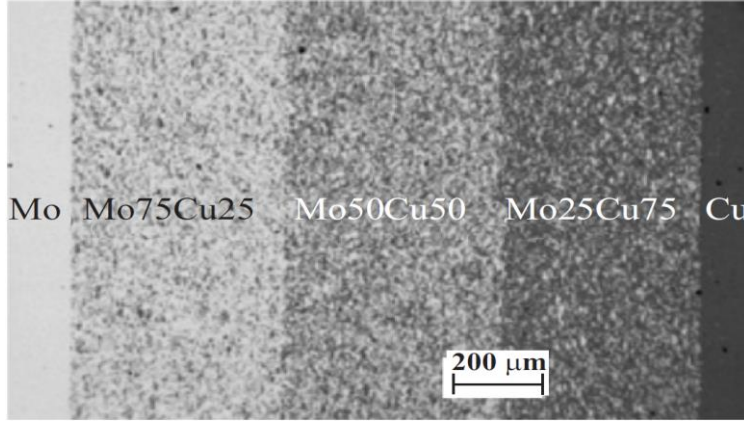
çıkmaları, atmosfere yeniden giriş araçlarının dış yüzeyinde ani oluşan sıcaklık farklarına bağlı olarak ortaya çıkan gerilmeler nedeniyle olmuştur. Keskin geçişlere sahip olan birleştirilmiş seramik ve metal yapılarının bu şartlara dayanamadığı görülmüştür. FDM yapıları ile bu probleme çözüm olmuştur. Daha sonra giderek artan şekilde FDM'ler için imal metotları, malzeme çeşitleri ve mikroyapısı ve FDM'lerin kullanım alanları genişlemiştir. (Mahamood ve Akinlabi 2017).

Genel olarak FDM'lerin yapısındaki farklılaşmalardan bazıları (yukarıdan aşağıya) şematik olarak Şekil 2.18'de sunulmaktadır (Zhang 2022). Fonksiyonel dereceli malzemelerin yapısındaki değişim kimyasal bileşime veya mikroyapıya bağlı olabilmektedir. Mikroyapısal değişim, yapıdaki fazların türündeki, boyutundaki veya gözeneklilik oranındaki farklılaşma şeklinde olabilmektedir. Mikroyapıdaki ve özelliklerdeki değişim gradyan şeklinde sürekli olabilmekte veya basamaklı bir değişim sağlanabilmektedir (Şekil 2.18. (e) ve (f)).



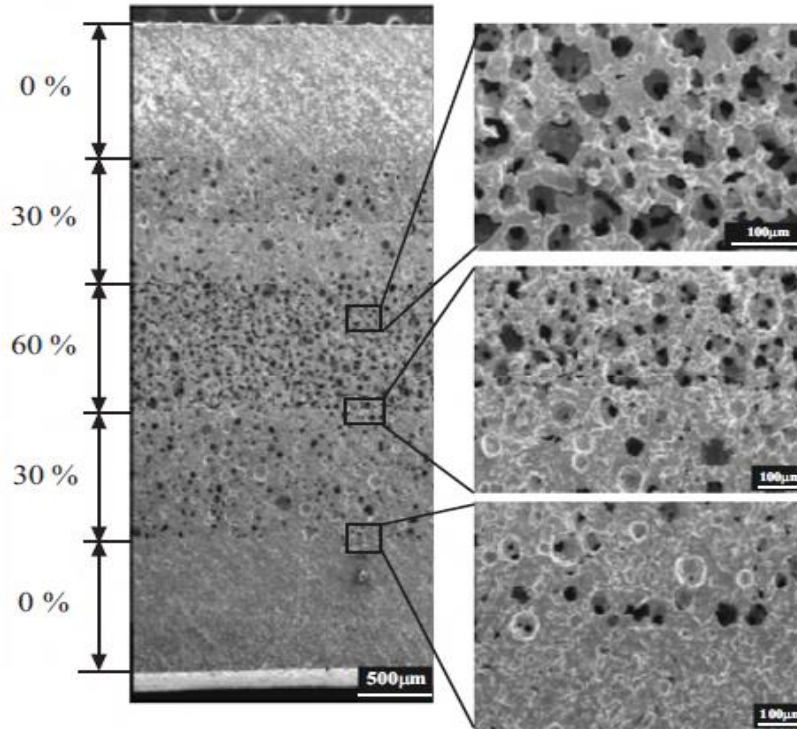
Şekil 2.18. Genel olarak fonksiyonel dereceli malzemelerin yapısında elde edilebilecek farklılaşmalardan bazılarının şematik gösterimi (Zhang 2022)

Kimyasal kompozisyondaki farklılaşma ile oluşturulmuş olan bir FDM'nin kesiti Şekil 2.19'da gösterilmektedir. Bu parça değişen oranlarda Mo ve Cu içeren katmanlardan oluşmaktadır (Sobczak ve Drenchev 2009). Basamaklı geçişe sahip olan bu FDM'de parçanın iki yüzeyi farklı özellik göstermektedir. Aradaki bölgede ise alaşıma bağlı farklılaşan özellik elde edilmiştir. Katman kalınlığının 500 mikron gibi ince boyutta olması, uygulanan yöntemin mikroyapı kontrolündeki üstünlüğünü göstermektedir.



Şekil 2.19. Cu ve Mo içeren katmanlardan oluşan FDM'nin mikroyapı görüntüsü (Sobczak ve Drenchev 2009)

Yapısal olarak özelliklerin farklılaştırılması için uygulanan yöntemlerden birisi, yapıdaki gözenek miktarının çeşitlendirilmesidir. Literatürde, gözenek boyut ve oranının kontrol edilmesi için çeşitli yöntemler uygulanmıştır. Bunlardan birisi, başlangıç toz boyutunun farklılaştırılmasıdır. Bu sayede, nispeten iri partiküllerin arasında daha büyük boşluklar oluşabilmektedir. Bununla birlikte, boşluk oluşturmaya maddeler kullanılarak ve bunların oranı değiştirilerek de benzer yapı elde edilmektedir. Sünek gözenekli fonksiyonel dereceli malzemeler, darbe sönümleyici karakterleri ile araçların belirli bölgelerinde kullanım alanı bulmaktadır. Ses ve ısı ses izolasyonu konularında da fayda sağlamaktadırlar (Miyamoto vd. 1999). Toz presleme ve sinterleme işlemi ile üretilmiş olan kademeli bir FDM Şekil 2.20'de görülmektedir (Sobczak ve Drenchev 2009).



Şekil 2.20. Katmanlarında farklı boyut ve oranda gözenek içeren FDMnin kesit görüntüsü (Sobczak ve Drenchev 2009)

2.3.1. FDM'lerin kullanım alanları

Nispeten yeni tür malzemeler olmalarına rağmen, FDMlerin kullanım alanları hızlı bir şekilde artmaktadır. Spesifik uygulamalar için geliştirilmektedirler ve bileşime veya yapıya bağlı olarak çeşitli özelliklere sahip olabilmektedirler.

Mevcut durumda FDM'lerin kullanıldığı ve ileride de uygulamalarının artması beklenen sektörler arasında uzay ve havacılık, yer ve hava taşıtları, savunma sanayi, katalizör vb. uygulamalar ile enerji sektörü ve medikal uygulamalar bulunmaktadır (Mahamood and Akinlabi 2017).

Ani sıcaklık farklarının bulunduğu şartlarda FDM'ler ısı genleşme katsayısı farklılığından kaynaklanan gerilmeleri azaltabilmektedir (Konez vd. 2005). Termal ve mekanik özelliklere sahip makroskopik olarak sürekli değişen fonksiyonel olarak derecelendirilmiş malzemeler (FDM), uzay araçlarının ince duvarlı yapısal bileşenlerinde, nükleer reaktörlerde ve diğer yüksek termal uygulama alanlarında son zamanlarda önemli uygulamalar almıştır. Metal ve seramikten oluşan FDM'nin avantajı, metal kısım yapısal bütünlüğü korurken, seramik yüzey de yüksek sıcaklığa dayanabilmektedir. FDM'de malzeme özellikleri ve sıcaklık alanı kalınlık yönünde sürekli olarak değiştiği için FDM plakaları simetrik olmayan kalınlıktadır (Prakash 2009).

Uzay mekiğinin dünya atmosferine yeniden girişinde yüksek ısı oluşmaktadır. Bu nedenle uzay mekiğinde seramik karolar termal koruma olarak kullanılır. Ancak ısı genleşme katsayılarındaki farklılıklarından dolayı kullanılan karoların üst yapılarının arayüzlerinde çatlaklıklar oluşabilmektedir. Metal ve seramikten yapılmış bir fonksiyonel dereceli malzeme, hem termal korumayı sağlayabilir hem de yük taşıma kabiliyetini tek malzemede sağlayabilmektedir (Saiyathibrahim vd. 2016).

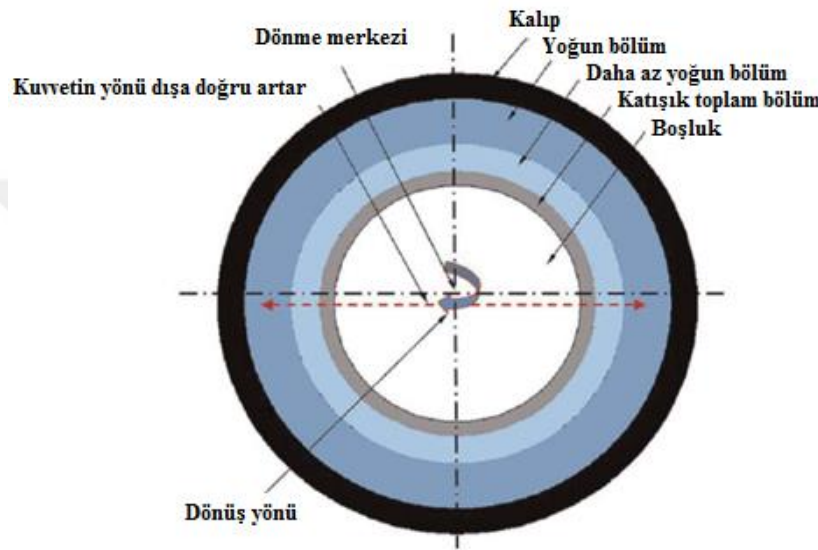
2.3.2. FDM Üretim Yöntemleri

Bir açıdan değerlendirildiğinde, FDM'lerin imalat metotlarını katı ve sıvı faz içeren metotlar ve yüzey metotları halinde sınıflandırılabilir. Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin üretimi için; toz metalürjisi, kimyasal ve fiziksel buhar biriktirme, plazma püskürtme, lazer kaplama, döküm ve kendiliğinden yayılan yüksek sıcaklık sentezi (KİYSS) gibi çeşitli yöntemler kullanılmıştır (Miyamoto 1999; Mahmood ve Akinlabi 2017; Khor vd. 1999; Schubert vd. 1999). Bu yöntemlerin kısa açıklamaları bu bölümde sunulmaktadır.

Plazma püskürtme, toz metalürjisi, lazer kaplama ve buhar biriktirme yöntemlerinin dezavantajı pahalı ve yoğun enerji harcayan donanım gerektirmesidir. Başlangıç malzemelerinin daha düşük maliyeti ve daha iyi bulunabilirliği, basit işleme ekipmanı ve daha az ısı girdisinden ve daha kısa işlem sürelerinden kaynaklanan daha düşük enerji tüketimi ve işlem sırasında daha az reaksiyon, daha yüksek ürün saflığı nedeniyle bu yöntemlerin arasından en ilgi çekici yöntem yanma sentezidir (Doty ve Abbaschian 1995).

2.3.2.1. Merkezkaç döküm

FDM üretimi için eritme-katılaştırma içeren metotlardan en önemlisi merkezkaç dökümdür. Bu metot, takviye fazı ile matris fazının yoğunluk farkı temeline dayanmaktadır. Uygulanan merkezkaç kuvvet, genellikle daha ağır olan takviye fazını dış yüzeye biriktirir (Mahmood ve Akinlabi 2017). Bu metot Şekil 2.21’de sunulmaktadır (Ebrahimi 2016). Sürekli bir takviye eğimcesi elde edilmesi, bu yöntemin avantajlarından biridir. Üretilen parçanın geometri sınırlaması ise bir dezavantajdır (Ebhotu vd. 2016).



Şekil 2.21. Merkezkaç döküm tekniği ile FDM oluşumu (Ebhotu vd. 2016)

2.3.2.2. FDM kaplama oluşumunda lazer eritme ve benzer yöntemler

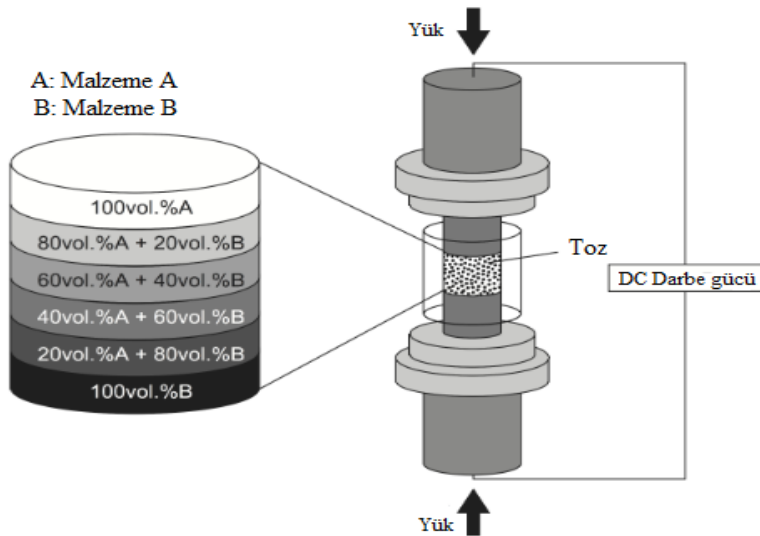
Yüzeyde FDM yapılarını oluşturmak için yüzey eritme işlemlerini içeren metotlar kullanılabilmektedir. Bu amaçla yaygın olarak lazerle yüzey eritme uygulanmaktadır. Bununla birlikte fiziksel ve kimyasal buhar biriktirme yöntemleri, kontrollü olarak yüzeyde FDM oluşumu için kullanılan yöntemler arasındadır. Termal püskürtme yöntemleri ise, nispeten daha kalın yüzey FDM yapılarının oluşumunu sağlayabilmektedir. Bu yöntemlerin tamamında, FDMler bir substrat üzerinde kaplama veya özellikleri değiştirilmiş bölge şeklinde oluşmaktadır. FDM oluşumu için farklı özellikteki tabakalar, tekrarlı geçişler ile oluşturulabilmektedir (Miyamoto 1999).

Plazma püskürtme işlemi yöntemi, FDM'lerin üretilmesi için ekonomik bir yol sunmaktadır (Sampath vd. 1995). Bu yöntem, kalın seramik termal bariyer kaplamaların uzun süre kalıcılığını arttırmak için katmanlı ve dereceli tabakalara uygulamaktadır. Plazma püskürtmede, toz besleme stoğu materyali bir plazma alevine verilir, partiküller geçiş sırasında erir ve düzleştikleri ve hızlı katılaşmaya maruz kaldıkları yüzeye çarpar ve ardışık çarpma yoluyla yüzeyde bir katman oluşturmaktadırlar. Termal sprey, farklı malzemelerin oranları kontrol edilerek doğrusal, parabolik veya kademeli profil derecelendirmesi üretebilmektedir (Sampath vd. 1999).

2.3.2.3. Toz metalurjisi

Toz metalurjisi (TM) yöntemi ile nihai boyut ve geometriye sahip ürünler şekillendirme ve sinterleme basamakları sonucunda elde edilebilmektedir. Parçaların şekillendirmesi için presleme yaygın olarak uygulanmakla birlikte, enjeksiyon kalıplama gibi işlemler de kullanılabilir. FDM oluşumunda TM, başka tekniklere göre üstünlükler içerir. Son ürünün ek işlemlere gerek kalmadan elde edilebilmesinin yanı sıra, TM avantajları arasında düşük maliyet ve üstün mikroyapı kontrolü sayılabilir (German 2005). Örneğin, kompozit katmanlardan oluşan bir FDM hedeflendiğinde, eritme, karıştırma ve döküm yöntemi uygulanırsa, üretilen kompozitin içindeki takviye fazı oranı belirli bir değerin üzerinde olamamaktadır. Destek fazı oranı arttıkça, sıvının viskozitesi yükselmekte ve döküm gerçekleştirilememektedir. Bu sebeple %40 gibi takviye fazı değerlerinden yüksek takviyeli kompozitler oluşturulamamaktadır. TM tekniğinin böyle bir kısıtlaması olmaması sayesinde, takviye fazı oranında teknik olarak bir sınırlama bulunmamaktadır. Üretilen parçanın özellikleri müsaade ettiği oranda takviye mümkün olabilmektedir (Menendez vd. 2008). Bu tez çalışmasında FDM üretimi için toz metalurjisi yöntemleri uygulanmıştır. Bu nedenle, bu bölümde bu yöntemle ilgili literatür bilgisine ağırlık verilmiştir.

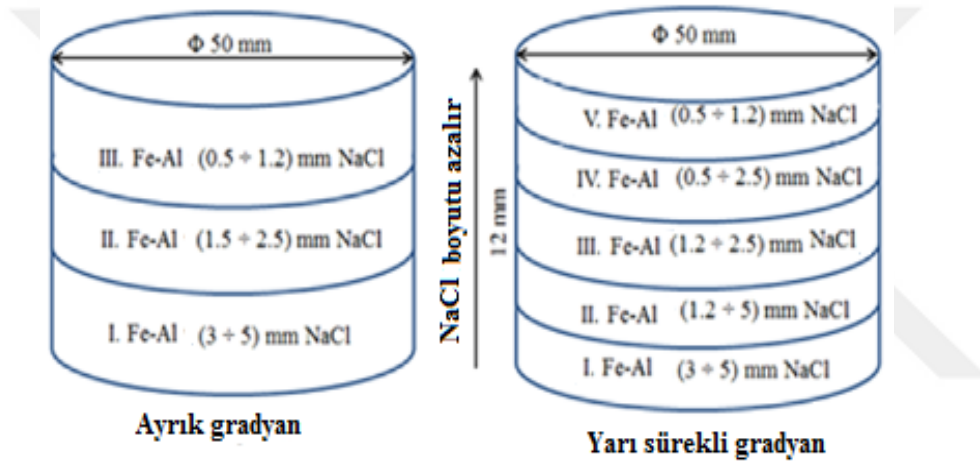
TM ile FDM oluşumunda, değişik kompozisyonlara sahip katların hazırlanarak uygun şekilde sahip bir kalıp içinde dizilmesi ve basınç uygulanması ile ham parçanın elde edilmesi, yaygın bir uygulamadır. Bu sayede, FDM'lerin katlarının kompozisyonları ve özellikleri (takviye oranı, gözenek oranı, gibi) istenilen şekilde düzenlenebilmektedir. Nihai parçada hedeflenen katman kalınlığının yanı sıra, katmanların kompozisyon ve diğer karakteristiklerinin kontrolü, TM'de diğer tekniklere kıyasla daha hassas olabilmektedir (Ebrahimi 2016). Bu yöntemin uygulanışı ve oluşan FDM parçanın tabakalı yapısı Şekil 2.22'de sunulmaktadır.



Şekil 2.22. Toz metalurjisi yöntemiyle FDM'lerin üretim sürecinin şematik gösterimi (Ebrahimi 2016)

Toz metalurjisi (TM) yönteminin FDM üretiminde kullanılmasının önemli avantajlarından birisi, boşluk tutucu kullanımına olanak sağlamasıdır.

Łazińska vd. 2015, yapmış oldukları çalışmada boşluk oluşturuıcı olarak NaCl parçacıklarını (0,5-5mm) kullanmışlardır. Aynı bir gözeneklilik gradyanı elde etmek için Fe-Al/NaCl toz karışımı ve 3 farklı boyutta elenen NaCl parçacıkları (3–5 mm, 1.2–2.5 mm, 0.5–1.2 mm) kullanılmıştır (Şekil 2.23). Aynı bir gözeneklilik gradyanı elde etmek için Fe-Al/NaCl toz karışımı, NaCl'nin en küçük boyutlu fraksiyonuna sahip bir karışımdan başlayarak, her biri 4mm bir kalınlığa sahip bir tabaka olacak şekilde bir kalıba sırayla doldurulmuştur. Yarı sürekli gradyan numunesinde ise Fe-Al/NaCl karışımının beş farklı bileşimi ile doldurulmuştur. Hazırlanan toz karışımlar, 200 MPa basınçta tek eksenli olarak preslenmiştir. Elde edilen numuneler Elbit indüksiyon ısıtılmalı preste vakumda 800 °C'de ve 40 MPa yük altında ön sinterlenme işlemi yapılmıştır. Daha sonra ise 2 saat boyunca sinterleme vakumda 1200°C'lik sıcaklıkta homojenleşme yapılmıştır. Ayrı gözeneklilik gradyanına sahip numunenin basma dayanımı 24,273 MPa, yarı sürekli gradyanına sahip numuneler için basma dayanımı ise 47,376 MPa olarak elde edilmiştir.



Şekil 2.23. FeAl- NaCl numunelerinde FDM katman düzenlemesinin şematik bir gösterimi (Łazińska vd. 2015)

TM ile bu şekilde elde edilen ham parçaların nihai ürün haline dönüştürülmesi amacıyla genellikle sinterleme işlemi uygulanmaktadır. Bu tez çalışmasında ise elde edilen ham parçaların nihai ürün haline dönüştürülmesi amacıyla hacim yanma sentezi uygulanmıştır. Bu sayede, başlangıç karışımındaki Ni ve Al arasındaki ekzotermik reaksiyonun ısısı ile, parçaların nispeten düşük sıcaklıkta sinterlenebilmesi sağlanmıştır. FDM'lerin üretiminde yanma sentezi, toz metalurjisi alanının bir alt dalı olarak, reaksiyon sıcaklıklarını ve kinetiği kontrol etme avantajı ve gözenekli malzemeler üretme yeteneği sağlamaktadır (Merzhanov 1990). Yanma sentezi sürecini bir konsolidasyon adımıyla, yani tek eksenli preslemeyle birleştirmek, tamamen yoğun FDM'ler üretebilmektedir (Burkes ve Moore 2006). Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi ile fonksiyonel olarak derecelendirilmiş malzemelerin oluşumu, literatürde birçok çalışmada incelenmiştir (Bertolino vd. 2003; Levashov vd. 2002; Li vd. 2005). Bu çalışmaların incelemeleri, bu tez kapsamında ilgili bölümlerde verilmektedir. Bu yöntemde kısaca, tepkimeye giren tozların katmanları, bileşimsel olarak derecelendirilmiş bir sırayla istiflenir ve FDM'yi imal etmek için kendi kendini sürdüren bir yanma dalgası başlatmak için bir uçtan ateşlenir. Bununla birlikte, bu yöntemle FDM oluşumu, KİYSS sürecinin aynı termodinamik ve kinetik sınırlamalarına tabidir ve bu nedenle, birçok malzeme

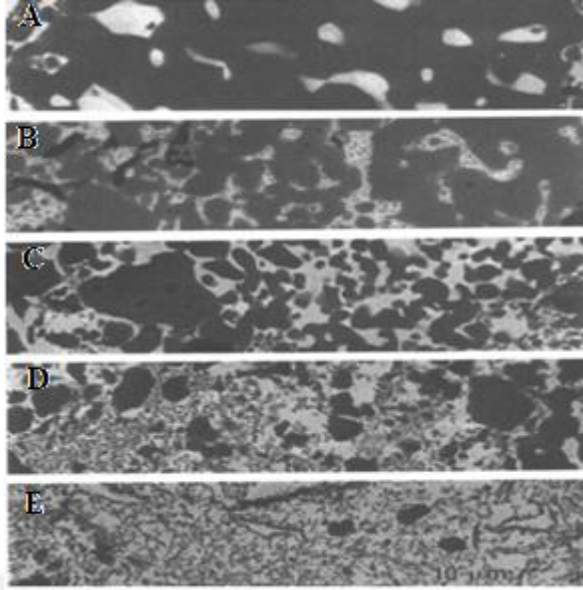
sisteminin sentezi bu yöntemle mümkün olmamaktadır. KİYSS yerine HYS uygulanması, bu sınırlamaları nispeten azaltmaktadır (örneğin adyabatik sıcaklık limiti açısından). Bu sınırlamaların üstesinden gelmek ve dolayısıyla sentez sürecini etkinleştirmek için bir elektrik alanının kullanılması da, FDM sistemleri de dahil olmak üzere birçok malzeme için önceki araştırmalarda gösterilmiştir (Feng ve Munir 1994; Shon ve Munir 1998).

Bu tez çalışması kapsamında HYS sırasında açığa çıkan ısıнын yüksek olması nedeniyle, HYS sonrası parçalarda kısmen erime ve şekil bozukluğu meydana gelmiştir. Bunu önlemek amacıyla termal seyreltici eklenmesi üzerinde çalışılmıştır. YS sırasında termal seyreltici uygulamaları ile ilgili örnek çalışmalardan, yanma sentezi bölümünde bahsedilmektedir. Bu tezde termal seyreltici olarak kullanılmak üzere, Ni ve Al tozlarından, (MgO tozu seyreltici kullanılarak) HYS ile NiAl tozu üretilmiştir. Üretilen bu toz, bu çalışmada Ni+Al başlangıç karışımlarına belirlenen oranlarda eklenerek, HYS ile gözenekli NiAl FDM'lerin üretiminde termal seyreltici olarak kullanılmıştır. Bu sayede, bu çalışmada üretilen FDM parçaların erimesi veya HYS sırasında fazla boyut değiştirmesi engellenmiştir. Literatürde gözenekli intermetalik parçaların yanma sentezi üretiminde bu tür bir uygulamaya rastlanmamıştır. Bu nedenle, bu uygulama çalışmaya özgünlük katmaktadır.

Sonraki bölümde bahsedilen fonksiyonel dereceli intermetalik malzemelerin üretiminde, yanma sentezi uygulanması ile ilgili örnekler sunulmaktadır.

Literatürde fonksiyonel dereceli intermetalik malzemelerle ilgili az sayıda çalışmaya rastlanmıştır. Kılıç (2015), KİYSS uygulayarak NiTi/NiAl/Ni₃Al olacak şekilde 3 tabakadan oluşan intermetalik ile fonksiyonel derecelendirilmiş malzeme üretimini gerçekleştirmiştir. Numunelere uygulanan basınç 150MPa'dır. Argon atmosferinde ön ısıtmada numuneler 200 °C ateşledikten sonra 1000 °C'de 1 saat sinterlenen numunelerde NiTi, NiAl, Ni₃Al fazları ile TiAl₃, NiTiAl, TiAl gibi ara fazların varlığını elde etmiştir. NiTi-NiAl ara bölgede 550 HV'lık, NiTi bölgesinde 450 HV'lık Ni₃Al ve NiAl-Ni₃Al ara bölgelerinden elde edilen sertlik değeri 150-220 HV olmuştur. Bu çalışmadan farklı olarak bu tezde boşluk oluşturuıcı partiküller kullanılmıştır ve sadece NiAl fazı içeren fonksiyonel dereceli malzemelerin yapısında kademeli olarak değişen oranlarda ve boyutlarda gözenek oluşturulmuştur.

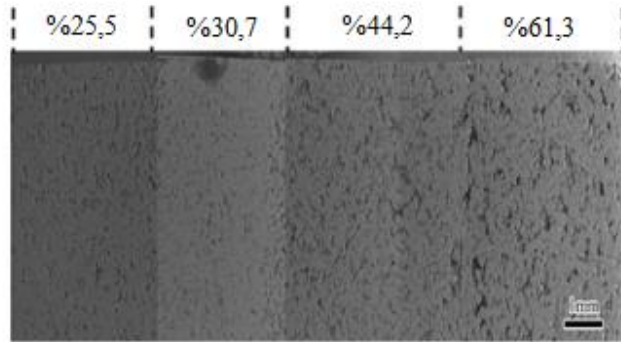
Niedzialek vd. (1993), TiC/NiAl ve TiC/Ni₃Al sistemlerinin FDM'leri tek adımlı kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi ve yoğunlaştırma yöntemi kullanılarak üretmişlerdir. Çalışmada seramik malzeme olarak yüksek sıcaklık, düşük termal iletkenlik, yüksek elastik modülü, korozyon ve aşınmaya dayanıklılık özelliklerinden dolayı TiC seramiği kullanılmıştır. Yüksek sıcaklık sertliği ve korozyona dayanıklılığı sebebiyle NiAl veya Ni₃Al intermetalizi kullanılmıştır. Numuneler genellikle 5 kat soğuk pres kalıbına istiflenmesinden sonra 21 MPa bir basınçta preslendikten sonra çıkarılmıştır. Her katman, 21 MPa uygulanan bir yük altında Ti kullanılarak 2273 K'de reaksiyona girecek şekilde seyreltilmiştir. Bu numune, teorik yoğunluğun %93'ü kadar olup makro çatlak oluşmadığı bildirilmiştir.



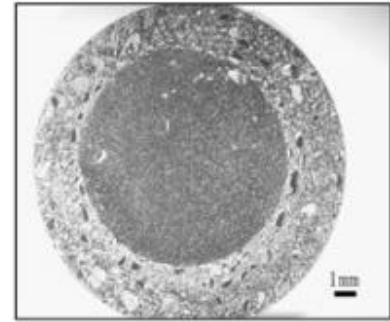
Şekil 2.24. Beş katmanlı TiC/Ni₃Al FGM'nin SEM görüntüsü (Niedzialek vd.,1993)

a) %90 TiC, b) %70 TiC, c) %50 TiC, d) %30 TiC ve e) %10 TiC

Zhang vd. 2007 çalışmasında farklı oranlarda gözenekliliğe sahip gözenekli NiTi alaşımlarını boşluk oluşturucau NH₄HCO₃ kullanarak sinterleme yöntemi ile üretmişlerdir. Gözenek özellikleri, boşluk tutucu olarak eklenen NH₄HCO₃ miktarı değiştirilerek sağlanmıştır. Eksenel gözenekli numunenin (Şekil 2.17 a) soldan sağa doğru %0, %10, %20 ve %30 NH₄HCO₃ içerecek şekilde 4 katmanlı numunenin gözenekliliği %25,5'ten % 61,3'e çıkmaktadır. Alaşımların gözenekliliği ve gözenek boyutu NH₄HCO₃ miktarı ile doğrusal olarak arttığını, NH₄HCO₃ kullanımının gözenekli NiTi alaşımlarının faz dönüşüm davranışı üzerinde hiçbir etkisinin olmadığı sonucuna varılmıştır.



a) Eksenel değişen gözeneklilik (4 katman)



b) Yarıçapsal değişen gözeneklilik (2 katman)

Şekil 2.25. Gözenekli numunelerin şekilsel gösterimi (Zhang vd. 2007)

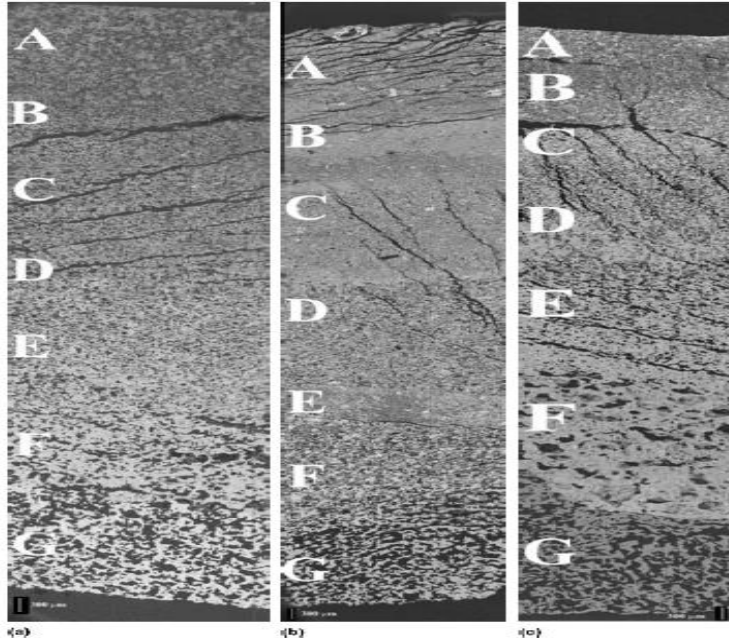
Genelde kullanılan termal koruma malzemeleri SiC/C esaslıdır. Bu malzemeler yüksek sıcaklıkta buharlaşmaları sebebiyle yüksek derecede bir aşınmaya maruz kalırlar. Buharlaşma etkisi yüzey soğumasını sağlarken termal koruma sistemi (TKS) malzemesinin bozulmasına neden olmaktadır. Bertolino vd. (2003); kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezini, atmosfere yeniden giriş araçlarında termal bariyerler

olarak kullanılma potansiyeli olan metal borürler içeren fonksiyonel olarak dereceli malzeme (FDM'ler) hazırlamak için kullanmışlardır. Bu amaçla tasarlamış oldukları FDM'leri metalik bir fazdan termal yalıtıcı seramiğe doğru olacak şekilde üretmişlerdir. FDM'ler seramik [örn., MB_2 (M: Ti, Zr, Hf)] ve iki bileşenin oranlarının dereceli olarak değiştiği kompozit katmanları ile bir araya getirilen bir metalik (NiAl) tarafı olarak oluşturulmuştur (Şekil 2.28). Böylelikle intermetalik tabaka uzay aracının yapısına kolay bir bağlantı sağlarken, aynı malzemede diğer taraftaki borür tabaka termal yalıtım sağlamıştır.

Çalışmada yüksek erime noktası (1911), korozyon direnci, tokluğu ve uzay aracına metalik yapısına bağlanabilmesi sebebiyle NiAl fazı tercih edilmiştir. Seramik yalıtım malzemeleri olarak Ti, Zr ve Hf borürleri kullanılmıştır. Borürler, yüksek erime sıcaklığı, iyi termal şok direnci, iyi oksidasyon dirençleri ve sertlikleri özellikleri nedeniyle kullanılmıştır.

KİYSS sonucunda, iyi bağlanmış katmanlar ve iyi bir bütünsellik sağlamıştır. Oluşan FDM'lerde yüksek gözeneklilik elde etmişlerdir. Farklı katmanlar üzerinde yapılan mikro sertlik testlerinde, NiAl'den (6 GPa) borür tarafına (20–30 GPa) artan değerler göstermiş. İnce ve dağınık küresel gözenekliliğin, malzemeyi termal koruma sistemleri olarak uygun kıldığı öne sürülmüştür. Test edilen FDM'lerde herhangi bir çatlak oluşumu yaşanmamış, termal çevrimler nedeniyle mekanik bütünlüklerini korudukları görülmüştür.

Isı yalıtım testleri, 8 mm çapında ve 12–15 mm yüksekliğindeki numunelere 50 W CO_2 lazer ile seramik tarafından 4 dakika ısıtılmasıyla gerçekleştirilmiş. Sıcaklık ölçümleri için iki adet 50- μ m tip S termokupl kullanılmış. Çalışmada üretilen HfB_2 /NiAl FDM'lerin en verimli yalıtım özelliklerini sergilediği sonucuna varılmıştır.



Şekil 2.26. a) HfB_2 + NiAl FGM, b) ZrB_2 + NiAl FGM, c) TiB_2 + NiAl FGM (Bertolino vd. 2003)

Bu tezde, TiB_2 içeren NiAl matrisli katmanların oluşturulmasında, benzer başlangıç malzemeleri kullanılmış olmasına rağmen Bertolino vd. (2003) çalışmasından farklı yöntemler uygulanmıştır. Bertolino vd. (2003) çalışmalarında boşluk oluşturucu kullanılmamıştır ve KİYSS uygulaması sırasında, bu yöntemle has boşluk oluşumundan faydalanılmıştır. Bu tez çalışmasında ise boşluk oluşturucunun kullanılmış olması bu farklardan birisidir. Diğer bir farklılık ise KİYSS yerine bu çalışmada HYS uygulanmış olmasıdır. Hazır NiAl partiküllerinin termal seyreltici olarak kullanımı da diğer bir özgünlük ve farklılıktır.



3. MATERYAL VE METOT

Gözenekli NiAl ve in-sitü ve ticari TiB₂ partikül takviyeli gözenekli NiAl matrisli kompozit ve FDM yapıların üretiminin ve karakterizasyonunun amaçlandığı bu çalışmada, hacim yanma sentezi (HYS) yöntemi uygulanmıştır. Parçalarda kontrollü boyutta ve oranda gözenek oluşturmak amacıyla, boşluk oluşturuca olarak üre ve NaCl partikülleri kullanılmıştır. Bölüm 3.1’de kullanılan başlangıç malzemelerinin özellikleri sunulmaktadır. Öncelikle tek katman olarak gözenekli parçaların üretimi gerçekleştirilmiş (Bölüm 3.3), sonrasında farklı gözenek oranı veya boyutuna sahip katmanları içeren FDM parçaların üretimi (Bölüm 3.4) ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir.

Ham parçalar soğuk presleme ile üretilmiştir. Bölüm 3.3.2’de bu işlemin ayrıntıları ve 3.3.4’te uygun presleme basıncının belirlenmesi için yapılan deneyler anlatılmaktadır.

Tek katmanlı gözenekli parçaların üretiminde, öncelikle takviyesiz nikel alüminit (NiAl) kullanılmıştır. NiAl yapısını oluşturmak için Reaksiyon (1) uygulanmıştır. Sonraki bölümlerde NiAl yapısına ticari ve in-sitü TiB₂ de eklenmiştir.

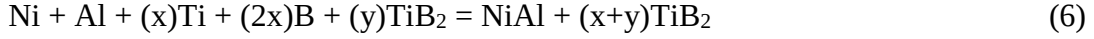
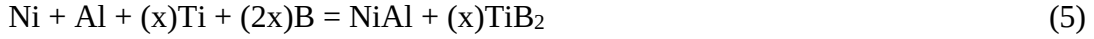


Literatür incelemesinde bahsedildiği gibi, bu reaksiyon sonucunda açığa çıkan ısı, ürünleri NiAl’in erime sıcaklığı olan 1638 °C sıcaklığa ulaştırmaktadır. Bu nedenle ürünlerde kısmen erime meydana gelmektedir (Kubaschewski vd. 1993, Biswas 2004). Bu çalışmada yapılan bazı ön deneylerde parçanın şeklinin ve gözenek yapısının bozulduğu görülmüştür. Bu nedenle, yanma sıcaklığını düşürmek amacıyla başlangıç malzemelerine termal seyreltici eklenmiştir. Termal seyreltici olarak ticari TiB₂ tozu ve bu tez kapsamında üretilen NiAl tozu (hazır NiAl, NiAl-H) kullanılmıştır. Üretilen parçalarda hem termal seyreltici, hem de takviye fazı olarak kullanılmış olan ticari TiB₂ tozu, hazır TiB₂ olarak adlandırılmış ve TiB₂-H olarak kodlanmıştır. Bölüm 3.2’de hazır NiAl tozunun üretimi ve 3.3.3’te termal seyreltici için uygun oranının belirlenmesi için yapılan deneysel çalışmalar sunulmaktadır.

Boşluk oluşturuca oranının ve türünün etkilerinin incelendiği deneyler Bölüm 3.3.5 ve 3.3.6’da anlatılmaktadır. 3.3.7’de NiAl ve Ni_{0,55}Al_{0,45} bileşiminin etkisinin incelendiği deneyler verilmiştir.

Bölüm 3.3.8’de, NiAl matrisli TiB₂ takviyeli kompozit gözenekli malzemelerin üretimi için yapılan deneysel çalışmalar anlatılmıştır. Bir gruptaki numunelerin üretiminde, NiAl matrisle ticari titanyum diborür (TiB₂) partikülleri (TiB₂-H) takviye malzemesi olarak kullanılmıştır. Diğer bir grup kompozit numunenin üretiminde ise NiAl matris içinde in-sitü olarak TiB₂ partiküllerinin oluşumu sağlanmıştır (Reaksiyon (2) (Ye vd., 1996). Bu parçaların oluşumunda Reaksiyon (1) ve (2)’nin toplamı olan Reaksiyon (3) uygulanmıştır. NiAl matrisli TiB₂ takviyeli üçüncü grup numunede ise hem ticari TiB₂ kullanılmış, hem de in-sitü TiB₂ oluşumu sağlanmıştır (Reaksiyon (4)). Kompozit parçaların bazılarının oluşumunda da başlangıç malzemelerine seyreltici eklenmiştir.





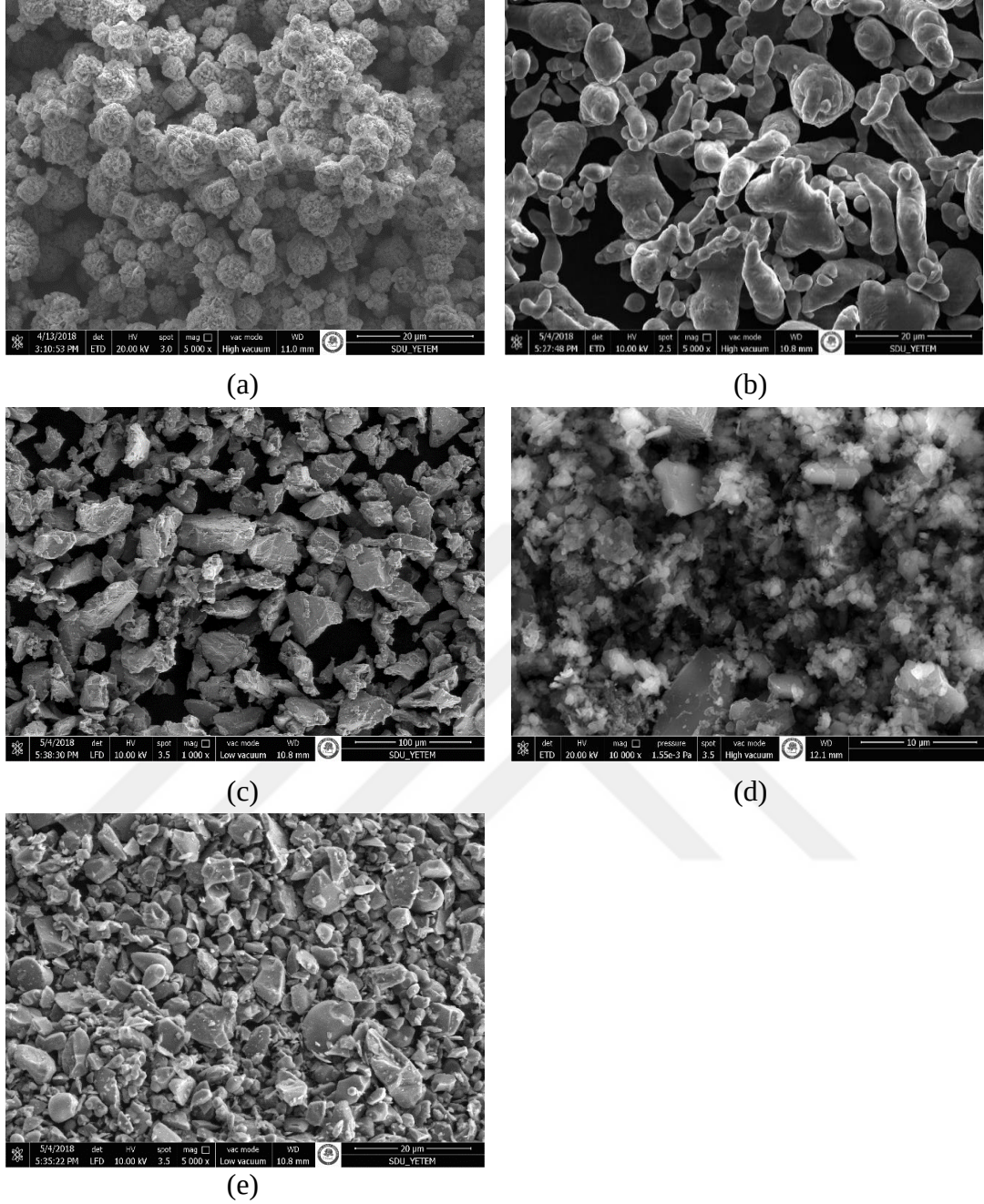
Bölüm 3.4'te çok katmanlı FDM parçaların üretimi için yapılan deneysel çalışmalar anlatılmıştır. Sonraki bölümlerde, tek katmanlı ve çok katmanlı parçalara uygulanmış olan metalografik hazırlama, mikroyapı incelemeleri, yapılan analizler, mikrosertlik ölçümü ve ısıtma testinin yapılışı bulunmaktadır.

Çalışmada ön işlem olarak, deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasal tozların ve boşluk oluşturuucu partiküllerin belirli boyut aralıklarında ayırma ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir ve aşağıdaki bölümlerde sunulmaktadır.

3.1. Kullanılan Metal Tozları ve Boşluk Oluşturucu Partiküller

3.1.1. Kullanılan metal tozları

Reaksiyon (3) ve (4)'de kullanılmış olan nikel (Merck, <10 µm, %99) alüminyum (Alfa Aesar, <10 µm, %99,5), titanyum (Alfa Aesar, -325 meş, %99,5) ve bor (Amorf, Fluka, <1 µm, %97) tozlarının taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri Şekil 3.1'de sunulmuştur. Nikel tozunun, daha küçük partiküllerden oluşan 10 mikrometre civarında küresel topaklardan oluştuğu görülmüştür. Alüminyum tozun 20 mikrometre boyutlarında düzensiz şekilli köşeli olmayan partiküllerden oluşmaktadır. Titanyum tozu, kullanılan nikel ve alüminyum tozuna kıyasla nispeten daha iri taneli olup, 50 mikrometre civarında partiküllerden oluşmaktadır. Kullanılan bor tozunun ise, iri partiküller içermekle birlikte genelde 1 mikrometreden daha küçük partiküllerden oluştuğu görülmüştür. Takviye fazı olarak kullanılan ticari titanyum diborür (TiB₂, Alfa Aesar, <10 µm, %99) partikülleri Şekil 3.1 (e)'de görülmektedir. TiB₂ partiküllerinin boyutunun 10 mikrometre civarında ve daha küçük olduğu görülmektedir. Kullanılmış olan tozların SEM incelemeleri sırasında yapılan EDS analizleri ile başka element içermediği belirlenmiştir.



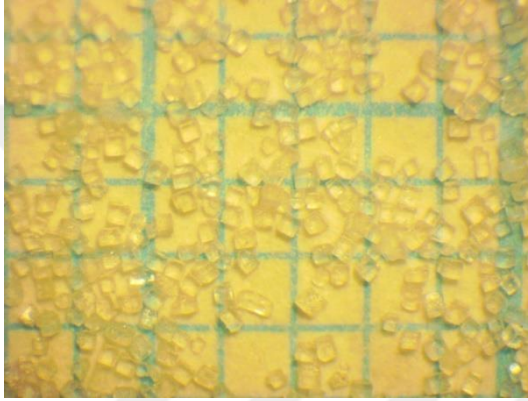
Şekil 3.1. Kullanılan **a)** nikel, **b)** alüminyum, **c)** titanyum **d)** bor ve **e)** TiB₂ tozlarının SEM görüntüleri

3.1.2. Kullanılan boşluk oluşturuç partiküller

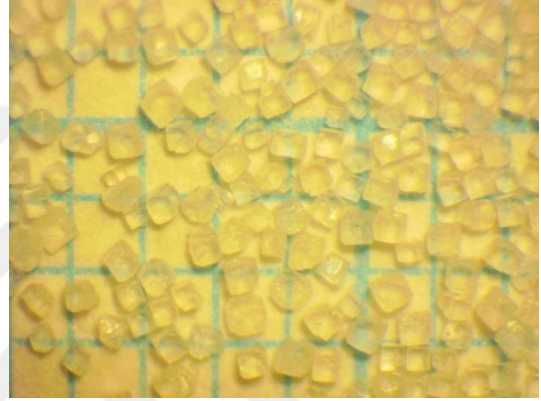
Bu çalışmada NiAl yapısında ve TiB₂ partikül takviyeli NiAl yapısında boşluk oluşturuç olarak üre (NH₄HCO₃ Merck) ve tuz (NaCl, Merck>99,5) partikülleri kullanılmıştır. Bu çalışmada boşluk oluşturuç olarak üre ve tuz kullanılmasının nedeni, suda bekleterek çözündürülebilmeleri ve geride kendi boyutlarında boşluk bırakmalarındır (Jie vd. 2011).

Bu çalışmada, suda çözündürerek uzaklaştırma uygulanmıştır. NiAl ve kompozit gözenekli peletlerin üretiminden önce, 1'er gram üre ve tuz, 1'er litre suya koyulmuştur ve 3 dakikada tamamen çözüldükleri görülmüştür.

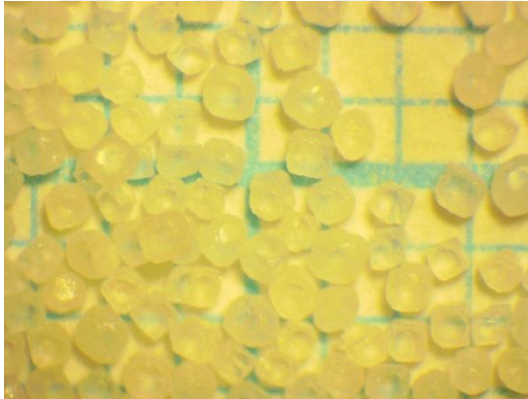
Boşluk oluşturuıcı olarak kullanılmak üzere ticari olarak temin edilmiş olan üre ve tuz partikülleri 150-300-500-800 mikrometre açıklıklara sahip olan elek seti ile elenerek ayrılmıştır. Bu şekilde 150-300, 300-500 ve 500-800 mikrometre boyut aralıklarında boyutlara sahip olan üre ve tuz partikülleri elde edilmiştir. Ayırma işlemi sonucunda elde edilen üre ve tuz partiküllerinin stereo mikroskop ile gözlenmiş yapısı sırasıyla Şekil 3.2 ve 3.3'te sunulmuştur. Her iki cins partikülün de eş eksenli şekilli, iri üre partikülleri haricindekilerin küp benzeri şekilli olduğu ve iri üre partiküllerinin küresele yakın şekilli olduğu görülmüştür.



(a)

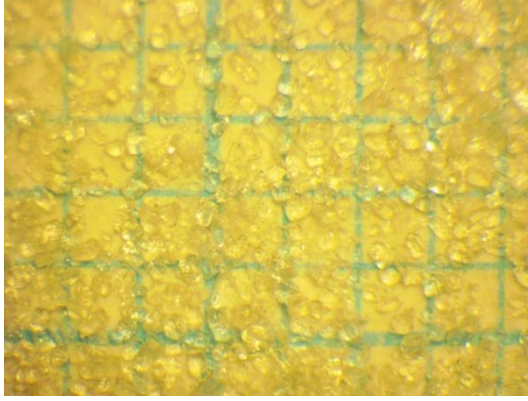


(b)

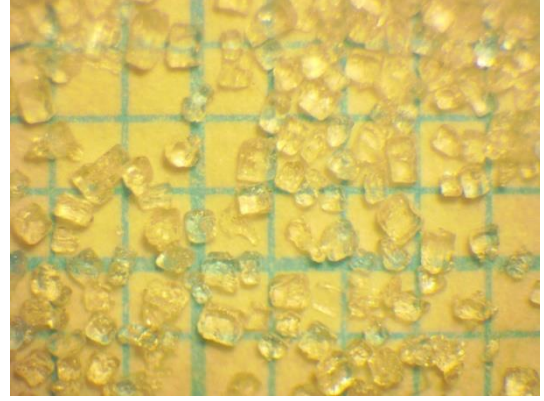


(c)

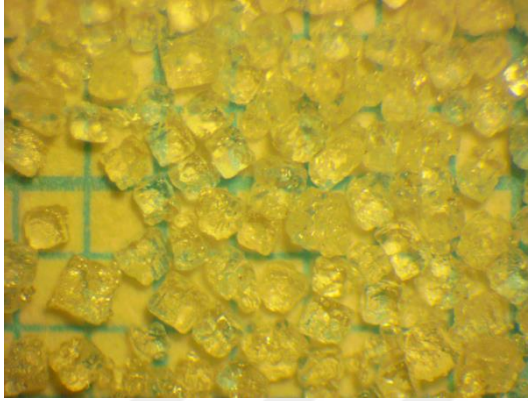
Şekil 3.2. Kullanılan üre parçacıklarının stereo mikroskop görüntüsü **a)** 150-300 mikron **b)** 300-500 mikron **c)** 500-800 mikron



(a)



(b)



(c)

Şekil 3.3. Kullanılan NaCl parçacıklarının stereo mikroskop görüntüsü **a)** 150-300 mikron **b)** 300-500 mikron **c)** 500-800 mikron

3.2. Hazır NiAl Tozların Üretimi

Bu çalışma kapsamında, HYS’de seyreltici olarak kullanılmak amacıyla NiAl tozu üretilmiştir. Bu tezde bu toz hazır NiAl olarak adlandırılmış ve NiAl-H olarak kodlanmıştır. Bu tozun üretimi, Reaksiyon (1)’e göre Ni, Al tozları kullanılarak HYS ile gerçekleştirilmiştir. Adyabatik sıcaklığın düşürülmesi ve oluşan NiAl partiküllerinin kısmen eriyerek birbirine sinterlenmesinin engellenmesi amacıyla Ni ve Al başlangıç tozlarına seyreltici olarak MgO tozu (Merck, %99,5, <1 µm) eklenmiştir. Yapılan deneylerle, MgO’nun Ni ve Al ile reaksiyona girmediği anlaşılmıştır. Kullanılacak olan seyreltici MgO oranının belirlenmesi için adyabatik sıcaklık hesaplaması yapılmıştır. Bu hesaplara göre hacimce %40 oranında MgO kullanılmasına karar verilmiştir. Yapılan hesaplamalar ve hazır NiAl tozunun karakterizasyonu ile ilgili bulgular, Bölüm 4.1.1’de sunulmaktadır. Hacimce %40 oranında MgO içeren Ni ve Al tozları tartılmış ve karıştırılmıştır. Hazırlanan toz karışımı 10 mm çapında çelik kalıba alındıktan sonra 100 MPa basınç uygulanmıştır. Sıkıştırılmış numune indüksiyon ısıtmalı fırında (Şekil 3.4) ısıtılarak argon atmosferinde HYS uygulanmıştır. HYS meydana geldiği, cihazın pirometresi ile ölçülen sıcaklıkta meydana gelen ani artış ile belirlenmiştir. Oluşan ürün havanda ezilmiş ve karışımındaki MgO’yu çözündürmek için 1:1 HCl: saf su karışımında manyetik karıştırıcı ile yaklaşık 2 saat karıştırılmıştır. Bu işlemde 1:100 katı-sıvı oranı uygulanmıştır. Daha sonra bu karışım 5 dakika 5000 devirde santrifüj ile ayrılmış ve elde

edilen toz 1 gün boyunca 65 °C'de etüvde kurutulmuştur. Bu işlemler sonucunda seyreltici hazır NiAl tozu (NiAl-H) elde edilmiştir.

Aynı işlemler uygulanarak $\text{Ni}_{0.55}\text{Al}_{0.45}$ stokiyometrisine sahip nikel alüminit tozu da üretilmiştir. Bu tozda Ni/Al oranı 1,2 olduğu için $\text{Ni}_{1,2}\text{Al-H}$ olarak kodlanmıştır. Bu toz, $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ ($\text{Ni}_{0.55}\text{Al}_{0.45}$) stokiyometrisinde parçaların üretiminde seyreltici olarak kullanılmıştır.

XRD analizleri, her iki çeşit NiAl tozunun tek fazlı saf NiAl olduğunu doğrulamıştır.



(a)



(b)

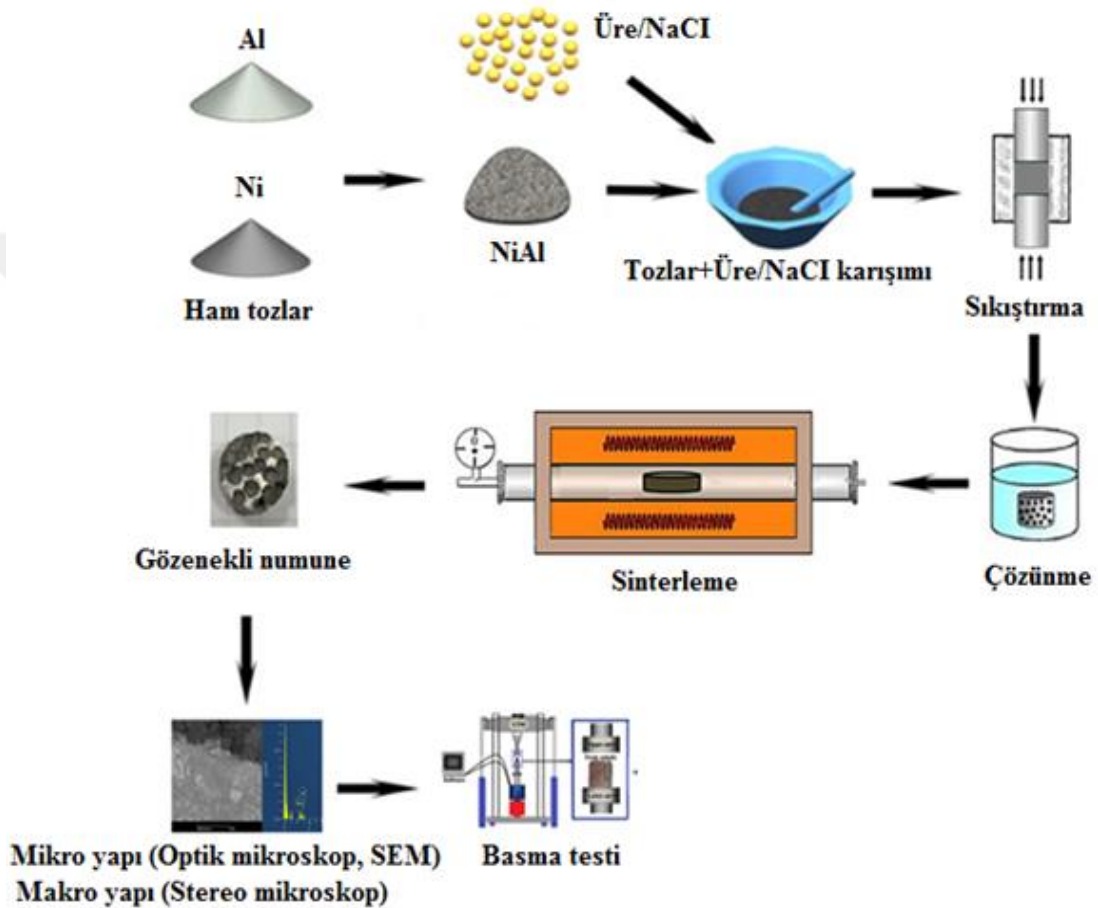
Şekil 3.4. a) Vakumlu, indüksiyon ile ısıtma fırını b) Santrifüj cihazı

3.3. Tek Katmanlı Parçaların Üretimi

Çok katmanlı FDM yapıların tasarlanması için malzemenin tek katman halinde özelliklerinin bilinmesi gerekmektedir. Bu nedenle, çok katmanlı parçaların üretimi öncesinde, farklı özellikteki tek katmanlı malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir.

Gözenekli NiAl parçaların üretiminde uygulanan basamakların şematik gösterimi Şekil 3.5'te sunulmaktadır. Bu şekilde uygulanan ve burada özetlenen basamakların bazılarının ayrıntıları sonraki bölümlerde verilmektedir. Şekil 3.5'te gösterildiği gibi, nikel ve alüminyum elemental tozları tartılıp karıştırıldıktan sonra gözenekliliği oluşturmak amacıyla üre veya NaCl parçacıkları eklenmiş ve karıştırılmıştır. Farklı boyutlarda gözenek elde edebilmek amacıyla 150-300 µm, 300-500µm ve 500-800 µm boyut aralıklarında üre ve NaCl parçacıkları kullanılmıştır. Silindirik numuneler, toz karışımlarına 8 mm ve 10 mm çaplarındaki çelik kalıplarda soğuk preslenerek belirlenen ölçülerde hazırlanmıştır. Uygulanan soğuk pres basıncının etkisini incelemek amacıyla 50, 100 ve 200 MPa basınç uygulanmıştır. Üretilen malzeme üre partiküllerinin çözünmesi için yaklaşık bir gün saf suda bekletilmiştir. Daha sonra numuneler yaklaşık bir gün etüvde kurutulmuştur. Parçalar boru tipi bir fırında, argon gazı altında 10 °C/dk hızla 750 °C sıcaklığa kadar ısıtılarak yanma sentezi reaksiyonuna tabi tutulmuştur.

Üretilen gözenekli NiAl parçalar metalografik inceleme öncesi yüzeylerindeki çizikleri gidermek için 600, 1200 ve 3000 grit zımparalar ile zımparalanmıştır. Parçaların mikroyapısı stereo mikroskop ve optik mikroskop ile incelenmiştir. Ayrıca ürünlerin içyapısını incelemek için taramalı elektron mikroskopundan (SEM) yararlanılmıştır. Ürünler, 5 ton kapasiteli Shimadzu AG-IC üniversal mekanik test makinesi ile basma testlerine tabi tutulmuştur. Mikrosertlik ölçümü ve aşınma testleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.5. Gözenekli NiAl parçaların üretiminde uygulanan basamakların şematik gösterimi (Jiao vd. 2018; Jiao vd. 2021; Agbedor vd. 2022; Yamada vd. 2007'den uyarlanmıştır)

Tek katmanlı parçalar, içerdikleri hazır NiAl veya TiB₂ türüne ve oranına göre ve boşluk oluşturu tür ve oranına göre kodlanmıştır. Kodlamada ilk sayı seyreltici oranını, sonraki harfler ise seyreltici türünü belirtmektedir. Hazır NiAl için N, hazır TiB₂ için T, hazır Ni_{1,2}Al için NN kullanılmıştır. Sonraki sayı boşluk oluşturu oranını ve ardındaki harf, cinsini belirtmektedir. Üre için U, NaCl için N kullanılmıştır. En son sayılar ise, boşluk oluşturu boyut aralığını ifade etmektedir. Örneğin 30N60U3-5 kodu, %30 oranında hazır NiAl seyreltici ve hacimce %60 oranında üre (300-500 µm boyut aralığında) içeren parçayı ifade etmektedir.

3.3.1. Başlangıç tozlarının miktarlarının hesaplanması

Gözenekli NiAl ve TiB₂ partikül takviyeli NiAl matrisli gözenekli kompozitler, Reaksiyon (3, 5 ve 6)'a göre hazırlanmıştır. Boşluk oluşturuca olarak çeşitli oranlarda üre ve NaCl partikülleri eklenmiştir. Bu bölümde hacimce %60 üre ve hacimce %25 TiB₂ takviye NiAl matrisli kompozitten oluşan bir parçanın üretimi için yapılan hesaplama örnek olarak sunulmaktadır.

Tek katmanlı parçalar, 10 mm çap ve 5 mm yükseklikte üretilmiştir. Sonraki bölümlerdeki numune listelerinin bulunduğu tablolar, bu geometriye göre hesaplanmıştır.

Kompozitin içeriğinin oranı: hac. %20 TiB₂ + hac.%80 NiAl

Kompozitin ortalama yoğunluğu: $(\text{hac.}\%_{\text{NiAl}} \times \rho_{\text{NiAl}} + \text{hac.}\%_{\text{TiB}_2} \times \rho_{\text{TiB}_2})/100$

$$=(80 \times 5,96 + 20 \times 4,52)/100=5,6720 \text{ g/cm}^3$$

Kompozit toz + Üre ortalama yoğunluğu: $(\text{hac. } \%_{(\text{NiAl}+\text{TiB}_2)} \times \rho_{(\text{NiAl}+\text{TiB}_2)} + \text{hac.}\%_{\text{üre}} \times \rho_{\text{üre}})/100$

$$=((40 \times 5,6720)+(60 \times 1,33))/100=3,0668 \text{ g/cm}^3$$

NiAl + TiB₂ ağırlığı: $((\text{parçanın hacmi}) \times \text{hac. } \%_{(\text{NiAl}+\text{TiB}_2)}/100)) \times \rho_{(\text{NiAl}+\text{TiB}_2)}$

$$=((((78,5 \times 5)/1000) \times (40/100)) \times 5,672=0,8905 \text{ gr}$$

NiAl ağırlığı: $((\text{parçanın hacmi}) \times \text{hac. } \%_{(\text{NiAl})}/100)) \times \rho_{(\text{NiAl})}$

$$=((((78,5 \times 2)/1000) \times (80/100)) \times 5,96= 0,7486 \text{ gr}$$

TiB₂ ağırlığı: $((\text{parçanın hacmi}) \times \text{hac. } \%_{(\text{TiB}_2)}/100)) \times \rho_{(\text{TiB}_2)}$

$$=((((78,5 \times 2)/1000) \times (20/100)) \times 4,52= 0,1419 \text{ gr}$$

Ti ağırlığı: Mol ağırlık (Ti) x TiB₂ kütle/ TiB₂ mol ağırlık

$$= 47,87 \times (0,1419/ 69,49)=0,0978 \text{ gr}$$

2B ağırlığı: Mol ağırlık (B) x TiB₂ kütle/ TiB₂ mol ağırlık

$$= 10,81 \times (0,1419/ 69,49) \times 2= 0,0442 \text{ gr}$$

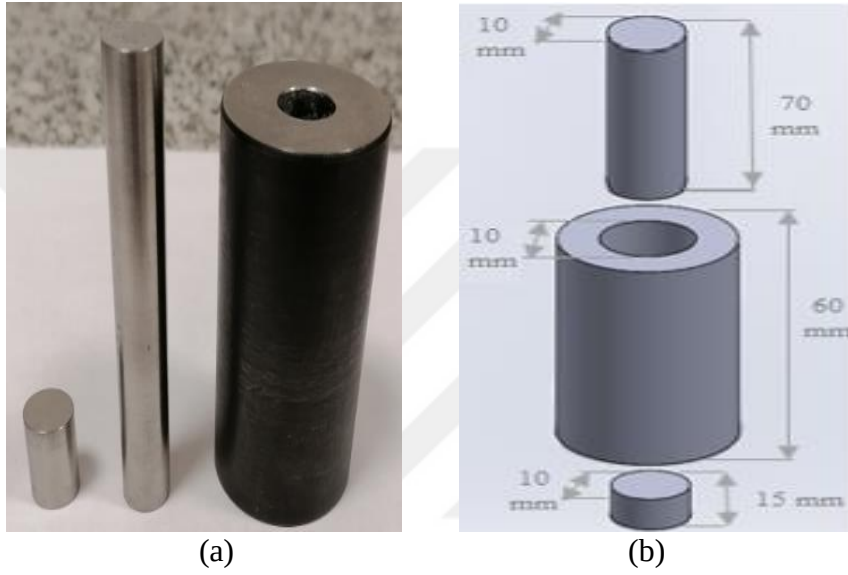
Boşluk oluşturuca (üre) oranı: hac. % 60

Üre ağırlığı: $((\text{parçanın hacmi}) \times \text{hac. } \%_{(\text{üre})}/100)) \times \rho_{(\text{üre})}$

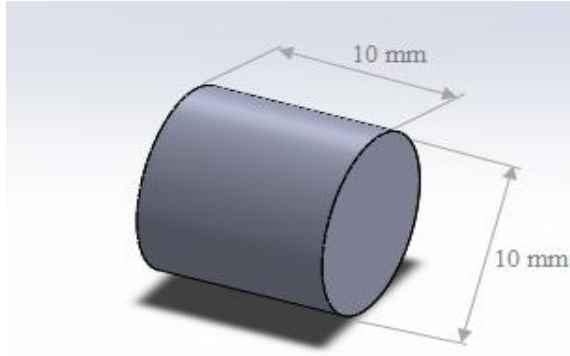
$$=((((78,5 \times 5)/1000) \times (60/100)) \times 1,33= 0,3132 \text{ gr olarak elde edilmiştir.}$$

3.3.2. Soğuk presleme ile şekillendirme

Reaktan toz + üre karışımları hazırlandıktan sonra, soğuk iş takım çeliğinden üretilmiş olan silindirik kalıplarda (Şekil 3.6) preslenmiştir. Karışımı kalıba yerleştirmeden önce, kalıbın zarar görmemesi ve tozların kalıba yapışmasını engellemek amacıyla kalıp, stearik asit + etanol çözeltisi sürülerek yağlanmıştır. Soğuk presleme işlemi (50-200 MPa) ve kalıptan çıkartma işlemi, tek eksenli hidrolik pres kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen peletlerin 3 boyutlu çizimi ve ölçüleri Şekil 3.7’de gösterilmektedir.

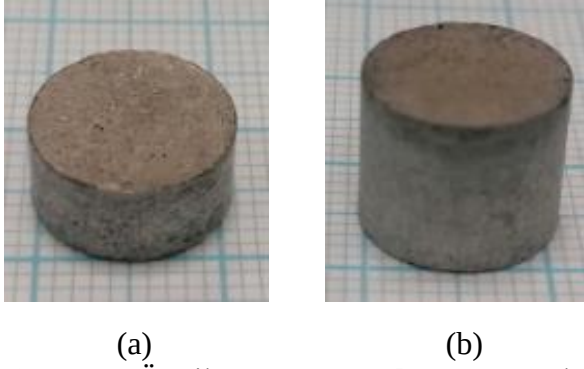


Şekil 3.6. a) Kullanılan 10 mm çaplı kalıp ve **b)** ölçülerinin üç boyutlu çizim üzerinde gösterimi



Şekil 3.7. Soğuk preslenerek üretilen ham parçanın üç boyutlu çizimi ve boyutları

Preslenen parça kalıptan çıkartılarak çap ve yüksekliği ölçülmüştür. Üretilen numune, üre parçacıklarını çözündürerek ayırmak amacıyla suda bekletildikten sonra etüvde kurutulmuştur. Üretilen peletlerin HYS öncesi görüntüleri Şekil 3.8’de sunulmaktadır.



Şekil 3.8. Üretilen **a)** 5mm ve **b)** 10 mm yükseklikteki peletlerin HYS öncesi görüntüleri

Numunelere boşluk oluşturu (BO) olarak eklenen partiküller, HYS öncesi suda çözündürülerek uzaklaştırılmıştır. Fakat %20 oranından daha az üre partikülü içeren numunelerde üre partiküllerinin giderilmesi için basınç uygulanmış numuneler deiyonize suda bekletildikten sonra üre partiküllerinin bir kısmının giderilemediği görülmüştür. Bu durum numunelerin tartılmasıyla doğrulanmıştır. Üre miktarı %20'den düşük olduğunda çözünmesinin mümkün olmayabileceği sonucuna varılmıştır. Bunun nedeni kapalı gözeneklerin varlığı ve hücre duvarlarının kalın olması kaynaklı olabilmektedir. Shu vd. (2019) çalışmasında da benzer bulgular rapor edilmiş, BO partikülleri numuneden uzaklaştırılamamıştır. Bu NaCl partiküllerinin metalik hücre duvarı ile çevrelenmiş olma olasılığına bağlanmıştır. Üre miktarı %75'in üzerinde olduğunda, numunelerin bir kısmı üre giderimi sırasında deiyonize sudaki bütünlüklerini koruyamamışlardır. Preslenmiş peletten partiküllerin dökülmesi gözlemlenmiştir. Su liç yönteminin %20'den düşük üre miktarı ve %75'ten yüksek üre miktarı olan paçraların elde edilmesi için uygun olmayabileceği sonucuna varılabilmektedir.

3.3.3. HYS'de termal seyreltici türünün ve oranının etkisinin belirlenmesi için üretilen parçalar

Literatürde HYS ile gözenekli intermetalik malzemelerin üretiminde, üretilen parçaların şekillerinin bozulmasının önlemek amacıyla, literatür incelemesi bölümünde belirtildiği gibi farklı yaklaşımlar uygulanmıştır. Fakat HYS ile üretilecek olan gözenekli malzemeye, kendi bileşimine sahip ürünün (örn. Hazır NiAl tozu veya hazır TiB₂) seyreltici olarak eklenmesi ile ilgili literatürde çalışma bulunmamaktadır.

İlk deneylerde, uygun seyreltici oranının belirlenmesi amacıyla hazır NiAl, Ni_{1,2}Al ve hazır TiB₂ seyrelticiler kullanılarak deneyler yapılmıştır. Bu amaçla, %20, 30, 40 ve 50 oranlarında hazır NiAl ve %25, 30, 35, 40 oranlarında hazır TiB₂ içeren parçalar üretilmiştir. Bu oranların belirlenmesinde, hazır NiAl ve hazır TiB₂ oranının adyabatik sıcaklıklar üzerindeki etkisinin incelendiği grafiklerden faydalanılmıştır. Bu numunelerin hazırlanmasında, literatürden elde edilen bilgiler kullanılarak 100 MPa soğuk presleme basıncı uygulanmıştır.

Aşağıdaki çizelgedeki değerlere göre, 10mm çaplı, 5mm yükseklikteki peletlerin üretimi gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.1. Hazır NiAl tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Üre Part. Boyutu (µm)	Hazır NiAl veya Ni _{1,2} Al Oranı (%)	Üre Oranı (Hac.%)	Ni (g)	Al (g)	Üre (g)
20N60U3-5	300-500	20	60	0,3282	0,1509	0,2005
30N60U3-5	300-500	30	60	0,2872	0,1321	0,2005
40N60U3-5	300-500	40	60	0,2462	0,1132	0,2005
50N60U3-5	300-500	50	60	0,2051	0,0943	0,2005
30N20U1.5-3	150-300	30	20	0,8974	0,4126	0,1044
30N40U1.5-3	150-300	30	40	0,6731	0,3094	0,2088
30N60U1.5-3	150-300	30	60	0,4487	0,2063	0,3132
30N75U1.5-3	150-300	30	75	0,2805	0,1289	0,3915
30N20U3-5	300-500	30	20	0,8974	0,4126	0,1044
30N40U3-5	300-500	30	40	0,6731	0,3094	0,2088
30N60U3-5	300-500	30	60	0,4487	0,2063	0,3132
30N75U3-5	300-500	30	75	0,2805	0,1289	0,3915
30N25U3-5	300-500	30	25	0,9692	0,4456	0,1503
30N50U3-5	300-500	30	50	0,6462	0,2970	0,3007
30N75U3-5	300-500	30	75	0,3231	0,1485	0,4510
40N25U3-5	300-500	40	25	0,8308	0,3819	0,1503
40N50U3-5	300-500	40	50	0,5539	0,2546	0,3007
40N75U3-5	300-500	40	75	0,2769	0,1273	0,4510

Çizelge 3.2. Hazır NiAl tozu ve NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	NaCl Part. Boyutu (µm)	Hazır NiAl Oranı (%)	NaCl Oranı (Hac. %)	Ni (g)	Al (g)	NaCl (g)
20N50N3-5	300-500	20	50	0,7385	0,3395	0,4906
30N25N3-5	300-500	30	25	0,9692	0,4456	0,2453
30N50N3-5	300-500	30	50	0,6462	0,2970	0,4906
30N75N3-5	300-500	30	75	0,2805	0,1289	0,6388
30N20N1,5-3	150-300	30	20	0,8974	0,4126	0,1703
30N40N1,5-3	150-300	30	40	0,6731	0,3094	0,3407
30N60N1,5-3	150-300	30	60	0,4487	0,2063	0,5110
30N75N1,5-3	150-300	30	75	0,2805	0,1289	0,6388
40N25N3-5	300-500	40	25	0,8308	0,3819	0,2453
40N50N3-5	300-500	40	50	0,5539	0,2546	0,4906
40N75N3-5	300-500	40	75	0,2769	0,1273	0,7359
40N20N3-5	300-500	40	20	0,8862	0,4074	0,1962
40N40N3-5	300-500	40	40	0,6646	0,3055	0,3925
40N60N3-5	300-500	40	60	0,4431	0,2037	0,5887
50N50N3-5	300-500	50	50	0,4615	0,2122	0,4906

Çizelge 3.3. Hazır TiB₂ tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Üre Part. Boyutu (µm)	Hazır TiB ₂ Oranı (%)	Üre (NaCl) Oranı (Hac.%)	Ni (g)	Al (g)	Üre (g)
20T60U3-5	300-500	20	60	0,3282	0,1509	0,2005
25T25U3-5	300-500	25	25	1,0385	0,4774	0,1503
25T50U3-5	300-500	25	75	0,6923	0,3183	0,3007
25T60U3-5	300-500	25	60	0,3077	0,1414	0,2005
25T75U3-5	300-500	25	75	0,3462	0,1591	0,4510
30T60U3-5	300-500	30	60	0,2872	0,1320	0,2005
35T20U3-5	300-500	35	20	0,9600	0,4413	0,1203
35T40U3-5	300-500	35	40	0,7200	0,3310	0,2405
35T60U3-5	300-500	35	60	0,4800	0,2207	0,3608
35T25U3-5	300-500	35	25	0,9000	0,4137	0,1503
35T50U3-5	300-500	35	50	0,6000	0,2758	0,3007
35T75U3-5	300-500	35	75	0,3000	0,1379	0,4510
45T60U3-5	300-500	45	60	0,2256	0,1037	0,2005

Çizelge 3.4. Hazır TiB₂ tozu ve NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	NaCl Part. Boyutu (µm)	Hazır TiB ₂ Oranı (%)	Üre(NaCl) Oranı (Hac.%)	Ni (g)	Al (g)	Üre (g)
20T40N3-5	300-500	20	40	0,8862	0,4074	0,3925
25T20N3-5	300-500	25	20	0,9846	0,4526	0,1744
25T40N3-5	300-500	25	40	0,7385	0,3395	0,3489
25T60N3-5	300-500	25	60	0,4923	0,2263	0,5233
25T25N3-5	300-500	25	25	1,0385	0,4774	0,2453
25T50N3-5	300-500	25	50	0,6923	0,3183	0,4906
25T75N3-5	300-500	25	75	0,3462	0,1591	0,7359
35T25N3-5	300-500	35	25	0,9000	0,4137	0,2453
35T50N3-5	300-500	35	50	0,6000	0,2758	0,4906
35T75N3-5	300-500	35	75	0,3000	0,1379	0,7359
40T20N3-5	300-500	40	20	0,8862	0,4074	0,1962

3.3.4. Uygun soğuk presleme basıncının belirlenmesi için üretilen parçalar

Yanma Sentezi (YS) ile malzeme üretiminde literatür incelemesinde de belirtildiği gibi farklı presleme basınçları uygulanmıştır. Bu çalışmada hazır NiAl tozu ve boşluk oluşturu üre/NaCl kullanılarak farklı soğuk presleme basıncı (50MPa, 100MPa, 200MPa) uygulanmıştır. Böylelikle basınç etkisinin malzemeler üzerinde dayanımı, boydaki ve çaptaki değişim oranları incelenmiştir.

Çizelge 3.5. Hazır NiAl tozu ve üre kullanılarak farklı soğuk presleme basıncı uygulanarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Pres Basıncı (MPa)	Üre Part. Boyutu (µm)	Hazır NiAl Oranı (%)	Üre Oranı (Hac. %)	Ni (g)	Al (g)	Üre (g)
50M30N20U1,5-3	50	150-300	30	20	0,8974	0,4126	0,1044
50M30N40U1,5-3	50	150-300	30	40	0,6731	0,3094	0,2088
50M30N60U1,5-3	50	150-300	30	60	0,4487	0,2063	0,3132
100M30N20U1,5-3	100	150-300	30	20	0,8974	0,4126	0,1044
100M30N40U1,5-3	100	150-300	30	40	0,6731	0,3094	0,2088
100M30N60U1,5-3	100	150-300	30	60	0,4487	0,2063	0,3132
200M30N20U1,5-3	200	150-300	30	20	0,8974	0,4126	0,1044
200M30N40U1,5-3	200	150-300	30	40	0,6731	0,3094	0,2088
200M30N60U1,5-3	200	150-300	30	60	0,4487	0,2063	0,3132

3.3.5. Boşluk oluşturu boyutunun ve miktarının basma dayanımı üzerindeki etkisinin belirlenmesi için üretilmiş olan parçalar

Basıncın dayanım, boydaki ve çaptaki değişim oranlarını belirlemek için yapılan deneyler sonucunda elde edilen basınç değeri 100 MPa soğuk presleme basıncı belirlenmiştir. Bu numunelerin hazırlanmasında NiAl'de boşluk tutucu olarak hacimce %20, %40, %60 ve %75 oranında üre partikülleri kullanılmıştır. Ayrıca 150-300 µm, 300-500 ve 500-800 µm olmak üzere 3 farklı partikül boyutu aralığında üre partikülleri kullanılmıştır. Böylece basınç değerine göre NiAl'in gözenek boyutu ve miktarının etkisi incelenmiştir.

Çizelge 3.6. Hazır NiAl tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Üre Part. Boyutu (µm)	Hazır NiAl Oranı (%)	Üre Oranı (Hac. %)	Ni (g)	Al (g)	Üre (g)
30N20U1,5-3	150-300	30	20	0,8974	0,4126	0,1044
30N20U3-5	300-500	30	20	0,8974	0,4126	0,1044
30N20U5-8	500-800	30	20	0,8974	0,4126	0,1044
30N40U1,5-3	150-300	30	40	0,6731	0,3094	0,2088
30N40U3-5	300-500	30	40	0,6731	0,3094	0,2088
30N40U5-8	500-800	30	40	0,6731	0,3094	0,2088
30N60U1,5-3	150-300	30	60	0,4487	0,2063	0,3132
30N60U3-5	300-500	30	60	0,4487	0,2063	0,3132
30N60U5-8	500-800	30	60	0,4487	0,2063	0,3132
30N75U1,5-3	150-300	30	75	0,2805	0,1289	0,3915
30N75U3-5	300-500	30	75	0,2805	0,1289	0,3915
30N75U5-8	500-800	30	75	0,2805	0,1289	0,3915

Ham peletlerin ve reaksiyona giren peletlerin yoğunluk değerleri, pelet ağırlığının pelet hacmine bölünmesiyle belirlenmiştir (Denklem 7). Ham peletlerin bağıl yoğunluk değerleri, pelet yoğunluğunun Ni+Al karışımının teorik yoğunluğuna (5.17 g/cm^3) bölünmesiyle hesaplanmıştır (Denklem 8). Reaksiyona giren peletlerin nispi yoğunluğu için, NiAl'in teorik yoğunluğu kullanılmıştır (5.9 g/cm^3) (Denklem 9). Toplam gözeneklilik yüzdesi, peletin bağıl yoğunluk yüzdesinin 100'den (Denklem 10) çıkarılmasıyla hesaplanmıştır. Toplam gözeneklilik, üre/NaCl partikülleri tarafından oluşturulan birincil büyük gözenekleri (hücreler) ve hücre duvarlarındaki ikincil gözenekleri içerir. Reaksiyona giren peletin hücre duvarlarındaki tahmini ikincil gözeneklilik miktarları, peletlerin toplam gözeneklilik ve üre içeriğinin farkıyla hesaplanmıştır (Denklem 11).

$$\text{Pelet yoğunluğu} = \text{Peletin ağırlığı} / \text{Peletin hacmi} \quad (7)$$

$$\text{Ham peletin bağıl yoğunluğu (\%)} = (\text{Peletin yoğunluğu} / \text{Ni+Al karışımının teorik yoğunluğu}) * 100 \quad (8)$$

$$\text{Reaksiyona giren peletin bağıl yoğunluğu (\%)} = (\text{peletin yoğunluğu} / \text{NiAl'in teorik yoğunluğu}) * 100 \quad (9)$$

$$\text{Toplam gözeneklilik (\%)} = 100 - \text{Bağıl \% yoğunluk} \quad (10)$$

Reaksiyona giren peletin hücre duvarlarındaki tahmini ikincil gözeneklilik yüzdesi=Toplam gözeneklilik- peletin üre/NaCl içeriği (11)

Numunelere ISO 13314 standardına uygun olarak Shimadzu Autograph Üniversal Gerilim-Sıkıştırma Cihazı (50 kN) ile basma testleri uygulanmıştır. Üretilen numunelerin basma akma dayanımı değerleri belirlenmiş ve raporlanmıştır (Xia vd. 2013; Jie vd. 2011). Metalografik incelemeler için numunelerin yatay kesitleri 600, 1200 ve 3000 kum zımpara ile zımparalanmıştır. Elde edilen gözenekli malzemelerin analizi metalurjik optik mikroskop Nikon Eclipse LV150 (+dijital kamera + Clemex görüntü analizör yazılımı) ve SEM ile yapılmıştır.

3.3.6. Boşluk oluşturunucu türünün etkisi

Bu çalışmada boşluk oluşturunucu olarak üre ve NaCl parçacıkları kullanılmıştır. Boşluk oluşturunucu üre ve NaCl kullanılarak üretilen malzemeler Çizelge 3.7 ve Çizelge 3.8’de gösterilmiştir. İki farklı türde ayrı ayrı boşluk oluşturunucu (üre/NaCl) parçacıklar kullanılarak malzemelerin dayanımı, iç yapısı, gözeneklilik gibi özellikleri incelenmiştir.

Çizelge 3.7. Hazır NiAl tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Üre Part. Boyutu (µm)	Hazır NiAl Oranı (%)	Üre Oranı (Hac. %)	Ni (g)	Al (g)	Üre (g)
30N20U1,5-3	150-300	30	20	0,8974	0,4126	0,1044
30N40U1,5-3	150-300	30	40	0,6731	0,3094	0,2088
30N60U1,5-3	150-300	30	60	0,4487	0,2063	0,3132
30N75U1,5-3	150-300	30	75	0,2805	0,1289	0,3915
30N25U3-5	300-500	30	25	0,9692	0,4456	0,1503
30N50U3-5	300-500	30	50	0,6462	0,2970	0,3007
30N75U3-5	300-500	30	75	0,3231	0,1485	0,4510
40N20U3-5	300-500	40	20	0,8862	0,4074	0,1203
40N40U3-5	300-500	40	40	0,6646	0,3055	0,2405
40N60U3-5	300-500	40	60	0,4431	0,2037	0,3608
40N25U3-5	300-500	40	25	0,8308	0,3819	0,1503
40N50U3-5	300-500	40	50	0,5539	0,2546	0,3007
40N75U3-5	300-500	40	75	0,2769	0,1273	0,4510

Çizelge 3.8. Hazır NiAl tozu ve NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	NaCl Part. Boyutu (µm)	Hazır NiAl Oranı (%)	NaCl Oranı (Hac. %)	Ni (g)	Al (g)	Üre (g)
30N20N1,5-3	150-300	30	20	0,8974	0,4126	0,1703
30N40N1,5-3	150-300	30	40	0,6731	0,3094	0,3407
30N60N1,5-3	150-300	30	60	0,4487	0,2063	0,5110
30N75N1,5-3	150-300	30	75	0,2805	0,1289	0,6388
30N25N3-5	300-500	30	25	0,9692	0,4456	0,2453
30N50N3-5	300-500	30	50	0,6462	0,2970	0,4906
30N75N3-5	300-500	30	75	0,2805	0,1289	0,6388
40N20N3-5	300-500	40	20	0,8862	0,4074	0,1962
40N40N3-5	300-500	40	40	0,6646	0,3055	0,3925
40N60N3-5	300-500	40	60	0,4431	0,2037	0,5887
40N25N3-5	300-500	40	25	0,8308	0,3819	0,2453
40N50N3-5	300-500	40	50	0,5539	0,2546	0,4906
40N75N3-5	300-500	40	75	0,2769	0,1273	0,7359

3.3.7. NiAl ve Ni_{1,2}Al kullanımının etkisi

Malzeme üretiminde seyreltici olarak hazır NiAl ve Ni_{1,2}Al eklenmiştir. Bu iki seyreltici eklenerek malzemeler üzerinde dayanım ve termal iletkenlik özellikleri belirlenmiştir.

Çizelge 3.9. Stokiyometrik NiAl bileşimi ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Üre Part. Boyutu (µm)	Hazır NiAl Oranı (%)	Üre Oranı (Hac. %)	Ni (g)	Al (g)	Üre (g)
30N20U1,5-3	150-300	30	20	0,8974	0,4126	0,1044
30N40U1,5-3	150-300	30	40	0,6731	0,3094	0,2088
30N60U1,5-3	150-300	30	60	0,4487	0,2063	0,3132
30N75U1,5-3	150-300	30	75	0,2805	0,1289	0,3915

Çizelge 3.10. Ni_{1,2}Al bileşimi ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Üre Part. Boyutu (µm)	Hazır Ni _{1,2} Al Oranı (%)	Üre Oranı (Hac. %)	Ni (g)	Al (g)	Üre (g)
30NN20U1,5-3	150-300	30	20	0,9520	0,3581	0,1044
30NN40U1,5-3	150-300	30	40	0,7140	0,2685	0,2088
30NN60U1,5-3	150-300	30	60	0,4760	0,1790	0,3132
30NN75U1,5-3	150-300	30	75	0,2975	0,1119	0,3915

3.3.8. İn-sitü TiB₂ ve ticari TiB₂ takviye kullanımının etkisi

Takviye malzemesi olarak kullanılan TiB₂; yüksek erime sıcaklığı, yüksek sertliği, düşük yoğunluğu ve termal genleşme katsayısı, ağırlıkça daha yüksek özellik gerektiren uygulamalar için avantajlıdır (erime noktası 3225°C, yoğunluk 4,5 g / cm³). Ayrıca TiB₂'nin NiAl içinde yüksek sıcaklıklarda kararlı olduğu bilinmektedir. Bu çalışmada üretilen malzemelerin mekanik özelliklerini artırmak için in-sitü TiB₂ ve ticari TiB₂ kullanılmıştır.

Kompozit parçaların kodlama sistemi, tek katmanlı NiAl parçalarınınkine benzer olarak uygulanmıştır. Tek fark, kodun en başındaki sayı takviye fazının oranını, sonrasındaki harfler ise cinsini göstermektedir. İn-sitü TiB₂ içeren parçalarda bu harf T, %40 hazır+%60 in-sitü TiB₂ içerenlerde TT, hazır TiB₂ içerenlerde TH kullanılmıştır. Örneğin 10T35N60U1,5-3 kodlu tek katmanlı kompozit parça %10 in-sitü TiB₂, %35 hazır NiAl, %60 üre içermektedir.

Çizelge 3.11. TiB₂-H ve in-sitü TiB₂ (TiB₂-İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların kodları ve parametreleri

Numune Kodu	Üre Boy (µm)	Üre (%)	Ni (g)	Al (g)	NiAl-H (g)	TiB ₂ -İ (%)	Ti (g)	B (g)	TiB ₂ -H (g)	Top TiB ₂ (%)
5T30N20U1,5-3	150-300	20	0,85	0,39	0,53	5	0,05	0,02	-	5
5T30N40U1,5-3	150-300	40	0,63	0,29	0,40	5	0,04	0,01	-	5
5T30N60U1,5-3	150-300	60	0,42	0,19	0,26	5	0,02	0,01	-	5
10T35N20U1,5-3	150-300	20	0,60	0,27	0,47	10	0,08	0,03	-	10
10T35N40U1,5-3	150-300	40	0,49	0,22	0,38	10	0,06	0,02	-	10
10T35N60U1,5-3	150-300	60	0,37	0,17	0,29	10	0,05	0,02	-	10
20T40N60U1,5-3	150-300	60	0,30	0,14	0,29	20	0,10	0,04	-	20
30T50N60U1,5-3	150-300	60	0,22	0,10	0,32	30	0,15	0,06	-	30
10TT30N60U1,5-3	150-300	60	0,40	0,18	0,25	6	0,03	0,01	4	10
20TT30N60U,1,5-3	150-300	60	0,35	0,16	0,22	12	0,06	0,03	8	20
10TH20N60U1,5-3	150-300	60	0,46	0,21	0,16	0	0	0	10	10
20TH10N60U1,5-3	150-300	60	0,46	0,21	0,07	0	0	0	20	20
30TH60U1,5-3	150-300	60	0,44	0,20	0	0	0	0	30	30

3.4. Çok Katmanlı FDM Parçalar

Çok katmanlı parçalar, mikroyapı inclemeleri için 10 mm çaplı ve 10 mm yükseklikte üretilmişlerdir. Ayrıca, sıcaklık ölçümleri amacıyla 8 mm çaplı ve 20 mm yükseklikte üretilmişlerdir. Her iki tip numunede de, en üstte 0,25mm kalınlığında, boşluk oluşturmaya içermeyen NiAl (+%30 NiAl-H) katman içermektedir. Sıcaklık ölçümü için kullanılan parçalar, hem stokiometrik NiAl hem de Ni_{1,2}Al bileşimine göre hazırlanmıştır. Örneğin 30N2-4-6U1,5-3 (10/20mm) kodlu çok katmanlı kompozit parça, 1. katman NiAl (+%30 NiAl-H), 2. katman %30 hazır NiAl+ %20 üre, 3. katman %30 hazır NiAl+%40 üre, 4. katman %30 hazır NiAl+%60 üre içermektedir.

3.4.1. NiAl çok katmanlı FDM parçalar

Üretilen fonksiyonel dereceli malzemelerin yapısında, termal izolasyonu sağlayabilmek için gözenek miktarının değişmesi sağlanmıştır. Sıcaklık ölçümü için stokiometrik NiAl ve Ni_{1,2}Al seyrelticileri ile malzemeler hazırlanmıştır. Bu parçalar Çizelge 3.12’de belirtilmiştir. Çizelge 3.12’de örneğin 30NN2-4-6U1,5-3 (10/20mm) kodlu çok katmanlı kompozit parça, 1. katman Ni_{1,2}Al (+%30 Ni_{1,2}Al -H), 2. katman %30

hazır $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ + %20 üre, 3. katman %30 hazır $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ +%40 üre, 4. katman %30 hazır $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ +%60 üre içermektedir.

Çizelge 3.12. NiAl katmanlardan üretilmiş olan FDM'ler ve bulundurduğu katmanların içeriği BO: Boşluk Oluşturucu, S: Seyreltici)

Numune Kodu	Katmanların BO oranı	BO Türü	S Türü
30N2-4-6U1,5-3 (10/20mm)	%0, 20, 40, 60	Üre	NiAl
30NN2-4-6U1,5-3 (10/20mm)	%0, 20, 40, 60	Üre	$\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$
30N2-4-6N1,5-3 (10/20mm)	%0, 20, 40, 60	NaCl	NiAl
30NN2-4-6N1,5-3 (10/20mm)	%0, 20, 40, 60	NaCl	$\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$
30N4-6-7,5U1,5-3 (10/20mm)	%0, 40, 60, 75	Üre	NiAl
30NN4-6-7,5U1,5-3 (10/20mm)	%0, 40, 60, 75	Üre	$\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$
30N4-6-7,5N1,5-3 (10/20mm)	%0, 40, 60, 75	NaCl	NiAl
30NN4-6-7,5N1,5-3 (10/20mm)	%0, 40, 60, 75	NaCl	$\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$
30NN6U1,5-3-5-8 (10/20mm)	%0, 60, 60, 60	Üre	$\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$

Aşağıdaki çizelgelerde sunulmuş olan değerler, 10 mm çaplı ve 10 mm yükseklikteki FDM parçalar için hesaplanmıştır.

Çizelge 3.13. 150-300 μm (veya 300-500 veya 500-800 μm) boyut aralığında BO ile (üre veya NaCl), hac. %20, 40, 60 BT içeren katmanlara sahip FDM'lerin katmanlarının bileşimi

Numune Kodu	Katman No	BO Boyutu (μm)	BO Oranı	Ni (g)	Al (g)
30NN2-4-6U/N1,5-3	1	0	0	0,0595	0,0224
	2	150-300	20	0,5712	0,2148
	3	150-300	40	0,4284	0,1611
	4	150-300	60	0,2856	0,1074
30NN2-4-6U/N3-5	1	0	0	0,0595	0,0224
	2	300-500	20	0,5712	0,2148
	3	300-500	40	0,4284	0,1611
	4	300-500	60	0,2856	0,1074
30NN2-4-6U/N5-8	1	0	0	0,0595	0,0224
	2	500-800	20	0,5712	0,2148
	3	500-800	40	0,4284	0,1611
	4	500-800	60	0,2856	0,1074

Çizelge 3.14. 150-300 µm (veya 300-500 veya 500-800µm) boyut aralığında BO ile (üre veya NaCl), hac. %40, 60, 75 BO içeren katmanlara sahip FDM’lerin katmanlarının bileşimi

Numune Kodu	Katman No	BO Boyutu (µm)	BO Oranı	Ni (g)	Al (g)
30NN4-6-7,5U/N1,5-3	1	0	0	0,0595	0,0224
	2	150-300	40	0,4641	0,1745
	3	150-300	60	0,3094	0,1164
	4	150-300	75	0,1934	0,0727
30NN4-6-7,5U/N3-5	1	0	0	0,0595	0,0224
	2	300-500	40	0,4641	0,1745
	3	300-500	60	0,3094	0,1164
	4	300-500	75	0,1934	0,0727
30NN4-6-7,5U/N5-8	1	0	0	0,0595	0,0224
	2	500-800	40	0,4641	0,1745
	3	500-800	60	0,3094	0,1164
	4	500-800	75	0,1934	0,0727

Çizelge 3.15. Katmanlarında farklı boyutta BO bulunduran hac. %60 BT içeren FDM’nin katmanlarının bileşimi

Numune Kodu	Katman No	BT Boyutu (µm)	BO Oranı	Ni (g)	Al (g)
30N6U1,5-3-5-8	1	0	0	0,0595	0,0224
	2	150-300	60	0,3237	0,1217
	3	300-500	60	0,3237	0,1217
	4	500-800	60	0,3237	0,1217

3.4.2. NiAl-TiB₂ kompozit katmanlı FDM parçalar

Üretilen fonksiyonel dereceli malzemelerin mekanik özelliklerini artırmak amacıyla in-sitü TiB₂ ve Ticari TiB₂ kullanılmıştır (Çizelge 3.16). Ticari (hazır) TiB₂ içerenlerde TH, in sitü TiB₂ içerenlerde T kodu kullanılmıştır. Çizelge 3.16’da örneğin; 10T35NN2-4-6U1,5-3 (10/20 mm) kodlu çok katmanlı kompozit parça 1. katman %10 in-sitü TiB₂, %35 hazır Ni_{1,2}Al, %20 üre (150-300 µm), 2. katman %10 in-sitü TiB₂, %35 hazır Ni_{1,2}Al, %40 üre (150-300 mikron), 3. katman %10 in-sitü TiB₂, %35 hazır Ni_{1,2}Al, %60 üre (150-300 mikron), içermektedir. En sonda parçanın yüksekliği gösterilmiştir.

Çizelge 3.16. Kompozit katmanlardan üretilmiş olan FDM’ler ve bulundurduğu katmanların içeriği (BO: Boşluk Oluşturucu, S: Seyreltici)

Numune Kodu	Katmanda BO	BO	S	Katman TiB ₂ oranı (%)
10T35NN2-4-6U1,5-3 (10/20mm)	%0, 20, 40, 60	Üre	Ni _{1,2} Al	10 (Ti+B)
30TH2-4-6U1,5-3 (10/20mm)	%0, 20, 40, 60	Üre	TiB ₂	30 TiB ₂
5T30NN2-4-6U1,5-3 (10/20mm)	%0, 20, 40, 60	Üre	Ni _{1,2} Al	5 (Ti+B)

Çizelge 3.17. Katmanlarında in-sitü TiB₂ takviye fazı bulunduran hac. % 60 BO içeren FDM’nin katmanlarının bileşimi

Numune Kodu	Katman No	BO (µm)	BO Oranı (%)	Ni (g)	Al (g)	NiAl-H oranı (%)	Katman TiB ₂ -İ oranı (%)
10T35NN2-4-6U1,5-3	1	-	0	0,06	0,02	35	10
	2	150-300	20	0,48	0,18	35	10
	3	150-300	40	0,36	0,13	35	10
	4	150-300	60	0,23	0,08	35	10

Çizelge 3.18. Katmanlarında hazır TiB_2 takviye fazı bulunduran hac. %60 BO içeren FDM'nin katmanlarının bileşimi

Numune Kodu	Katman No	BO Boyutu (μm)	BO Oranı	Ni (g)	Al (g)	Katman TiB_2 -H oranı (%)
30TH2-4-6U1,5-3	1	-	0	0,0595	0,0224	30
	2	150-300	20	0,5712	0,2148	30
	3	150-300	40	0,4284	0,1611	30
	4	150-300	60	0,2856	0,1074	30

3.5. Hacim Yanma Sentezi (HYS) ile Ürünlerin Oluşumu

Gözenekli NiAl ve in-situ ve ticari TiB_2 partikül takviyeli gözenekli NiAl matrisli kompozit ve FDM yapıların üretiminin ve karakterizasyonunun amaçlandığı bu çalışmada, hacim yanma sentezi (HYS) yöntemi uygulanmıştır.

Önceki bölümlerde bahsedildiği gibi, gözenekli ham parçalar soğuk presleme sonrasında suda bekletilerek boşluk oluşturu parçacıkların uzaklaştırılması sağlanmıştır. Kurutma sonrasında parçalar, iç yüzeyi hekzagonal bor nitrür (h-BN) (Ekamold) spreyle kaplanmış olan grafit bir krozeye yerleştirilmiştir. Kroze, tel rezistanslı (Kanthal APM) boru tipi bir fırının içine yerleştirilmiş ve borunun iki ucu hava girişini engelleyecek şekilde kapatılmıştır. Kullanılan boru mullit malzemeden (Haldenwanger) imal edilmiş olup, 50 mm iç çap ve 60 mm dış çapa sahiptir. Borunun bir ucundan argon gazı girişi, diğer ucundan çıkışı sağlanmıştır. Deneylerin ilk 10 dakikasında 1 lt/d sonrasında 200 ml/d akış hızında argon gazının tüpten geçmesi sağlanmıştır. Fırın, programlanabilir bir kontrol ünitesi ile, 10 °C/d ısıtma hızında 750 °C'ye ısıtılmıştır. Parçalar 10 dakika bu sıcaklıkta kaldıktan sonra program sona ermiş ve fırın kapanmıştır. Argon gaz akışı devam ettirilerek fırın soğutulmuştur ve sonrasında kroze fırından çıkartılmıştır.



(a)



(b)

Şekil. 3.9. h-BN kaplı grafit krozeyle yerleştirilmiş olan ham parçaların **a)** HYS öncesi görüntüsü **b)** HYS sonrası görüntüsü



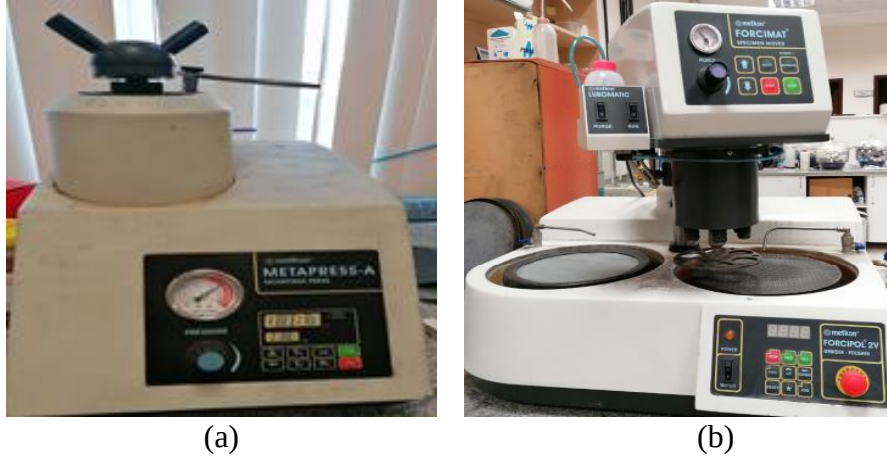
Şekil. 3.10. Kullanılmış olan tel rezistanslı fırının ve kontrol ünitesinin görüntüsü

3.6. Parçaların Karakterizasyonu

Mikroyapı incelemeleri için stereo mikroskop, optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) kullanılmıştır. Ham peletlerin ağırlık değerleri, üre/NaCl partiküllerinin uzaklaştırılmasından önce ve sonra belirlenmiş ve boyutları ölçülmüştür. Numuneler, HCS'den sonra aynı ölçümlere tabi tutulmuştur.

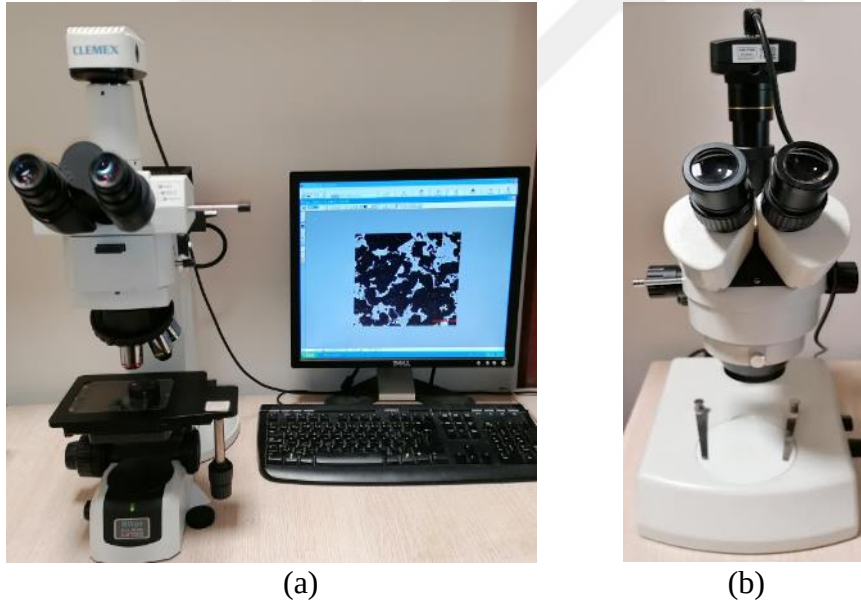
3.6.1. Mikroyapı incelemeleri

Parçaların yüzeylerinin düz bir şekilde zımparalanabilmesi amacıyla, hazırlanan numuneler mikroyapı incelemeleri öncesinde bakalit kalıba alınmıştır (Metapress A, Şekil 3.24(a)). Metalagrofik inceleme öncesinde parçalar, yüzeylerini hazırlamak amacıyla 600, 1200 ve 3000 numara SiC zımparalar ile zımpara kademelerinden geçirilerek döner tablalı zımparalama makinasında (Metkon Forcipol) zımparalanmıştır. Daha sonra 1 µm elmas partikül içeren solüsyon kullanılarak numunelerin yüzeyleri parlatma cihazında kadife baskılı floke kumaş (Metkon) üzerinde parlatılmıştır. Kullanılan döner tablalı zımparalama makinesinin görüntüsü Şekil 3.11 (b)'de gösterilmektedir.



Şekil 3.11. a) Bakalit kalıba alma cihazı b) Döner tablalı zımparalama makinesi

Yüzey incelemeleri laboratuvarımızda bulunan Nikon Eclipse LV150 optik mikroskop (dijital kameralı + lisanslı Clemex Image Analyzer programı) ve stereo mikroskop ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.12). Parlatılan parçaların farklı bölgelerden 50-1000 büyütme aralığında mikroyapı görüntüleri alınarak gözenek ve mikroyapı değerlendirmeleri yapılmıştır. Oluşan gözeneklerin boyutları ölçülmüştür. Hücre duvarlarını oluşturan NiAl yapısının sinterlenme durumu ve takviye fazı olarak kullanılan TiB_2 partiküllerinin dağılımı incelenmiştir.



Şekil 3.12. a) Optik Mikroskop, b) Stereo Mikroskop

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri, hizmet alımı kapsamında Süleyman Demirel Üniversitesi Enerji Araştırmaları Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde gerçekleştirilmiştir (FEI, Quanta FEG 250)

SEM, katı nesnelerin mikroyapısal özelliklerinin incelenmesi ve analizi için kullanılan çok yönlü araçlardan biridir. SEM'in kullanılabilirliğinin başlıca nedeni, elde edilebilen yüksek çözünürlüktür (10 nm). SEM'in bir diğer önemli özelliği, geniş odak

derinliđi sayesinde sayesinde numunenin üç boyutlu görüntüsünün elde edilebilmesidir (Goldstein 2012).

Optik mikroskoba kıyasla SEM çok daha iyi yüksek çözünürlük ve alan derinliđi sağlama avantajına sahiptir. Yüksek çözünürlüğü sayesinde nanometre boyutlu cisim ve yüzey bölgelerinin görüntülenmesi mümkün olmaktadır. Bununla birlikte, geniş alan derinliđi, kırık yüzey incelemelerine olanak sağlamaktadır (Vernon-Parry 2000).

SEM'e eklenen geri saçılmış elektron (GSE) dedektörü ile faz kontrastına sahip görüntü elde edilmektedir. Bu sistem, numune yüzeyine gönderilen elektron ışınına ait elektronların incelenen malzemenin yüzeyine çarparak geri saçılması prensibi ile çalışmaktadır. Daha büyük atom numarasına sahip elektronların bulunduğu bölgelerden geri saçılmanın daha fazla olması sayesinde, o bölgeler diğer bölgelere göre daha aydınlık görüntülenmektedir (Seiler 1983). Bu çalışma kapsamında, HYS ile üretilen NiAl, in-sitü TiB₂ ve ticari TiB₂ takviyeli NiAl matrisli kompozit yapılar GSE görüntüleri alınmış ve incelenmiştir.

Enerji Dağılımlı X-ışını spektrometresi (EDS) analizlerinde, numune yüzeyinden çıkan karakteristik X-ışınlarının dedektörde toplanması ve sayısal veriye dönüştürülmesi sonucunda SEM görüntülemesi sırasında eş zamanlı olarak noktasal, çizgisel veya bölgesel elementsel analiz gerçekleştirilebilmektedir (Girão vd. 2017). EDS ile atom numarası 11 (Na) ve daha yüksek elementlerin kantitatif analizleri yapılabilmektedir. Bu sebeple hafif elementlerin EDS analizleri gerçekleştirilirken hata payları göz önüne alınmalıdır. Bu çalışma kapsamında, HYS ile üretilen NiAl, in-sitü TiB₂ ve ticari TiB₂ takviyeli NiAl matrisli kompozit yapılar EDS ile incelenmiştir.

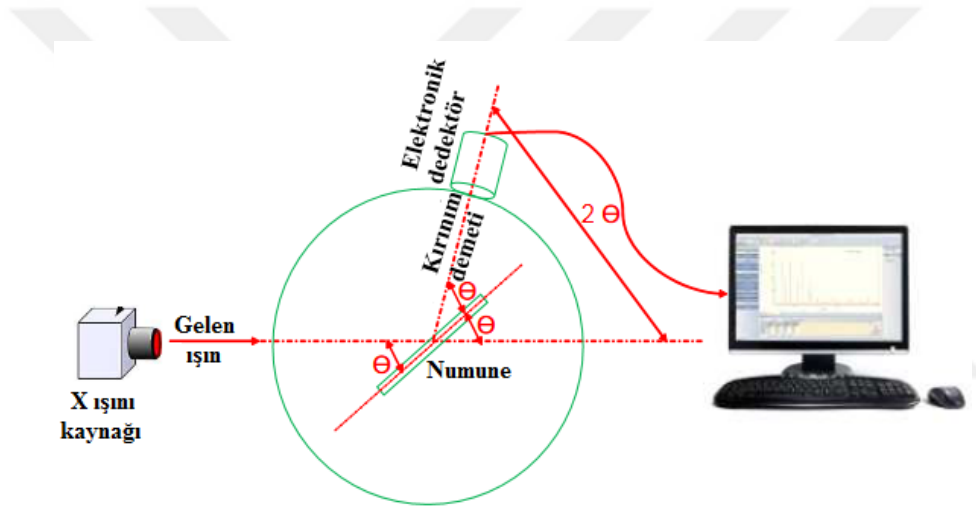


Şekil 3.13. Isparta SDÜ Enerji Araştırmaları Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan ve bu tez kapsamında hizmet alımı ile kullanılmış olan taramalı elektron mikroskobu (SEM) (FEI, Quanta FEG 250)

3.6.2. X-ışını kırınımı (XRD) analizleri

X-ışını kırınımı (XRD), kristal yapı malzemeler için bir karakterizasyon tekniğidir (Hasegawa 2012). Faz tanımlama, kristal boyutu ve numune saflığı gibi önemli bilgiler sağlamaktadır. Bu yöntem, elemental bir analiz yöntemi değildir. Malzemenin yapısında bulunan kristal fazların varlığı hakkında bilgi vermektedir.

Atomlar, kristal yapı bir malzemenin içinde düzlemler halinde üç boyutlu dizilim halinde bulunmaktadır. Şekil 3.14'te gösterildiği gibi gelen bir X-ışını, numune yüzeyinden kırınımına yansır ve elektronik detektör, 2-teta açısına göre sinyalleri toplar. Yapıcı girişim sağlayan sinyaller, XRD deseninde pik olarak görüntülenir. Bu pikler, kristal yapı içindeki atom düzlemlerini temsil etmektedir. Belirlenen bir XRD deseni, veri tabanındaki tüm desenlerle karşılaştırılarak, kristal yapı malzemenin ne olduğu anlaşılabilmektedir.



Şekil 3.14. XRD analizinin şematik gösterimi (Khan vd. 2020)

Bu çalışmada XRD incelemeleri, hizmet alımı kapsamında Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi Teknoloji ve Araştırma Geliştirme Uygulamaları ve Araştırma Merkezi'nde (MARGEM) (Rigaku Smartlab, Cu-K-alfa katot tüp) gerçekleştirilmiştir.

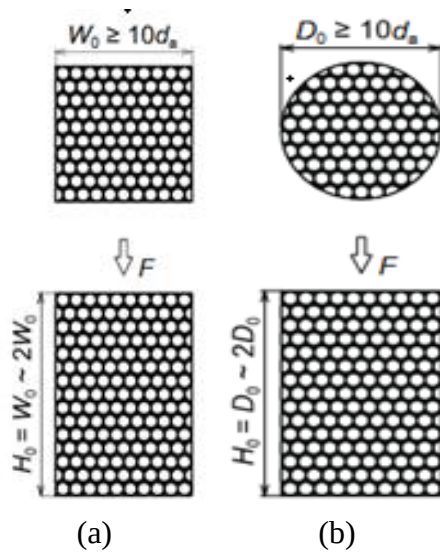
3.6.3. Basma testleri

Basma testi, çekme gerilmesi altında nispeten düşük dayanım sergileyen gevrek malzemeleri karşılaştırmak için daha uygun olan bir yöntemdir (ISO Standart 13314). Bu çalışmada üretilen gözenekli NiAl ve TiB₂ takviyeli NiAl parçalara universal çekme-basma cihazı ile, ISO 13314 "Gözenekli ve Hücreli Metaller Uygulanan Basma Testi" başlıklı standarda uygun olarak basma testleri uygulanmıştır. Bu amaçla 50 kN kapasiteli Shimadzu Autograph çekme-basma test cihazı (Şekil 3.15) kullanılmıştır. Malzemelerin basma gerilme-birim şekil değişimi grafikleri çizilerek basma akma dayanımları belirlenmiştir.

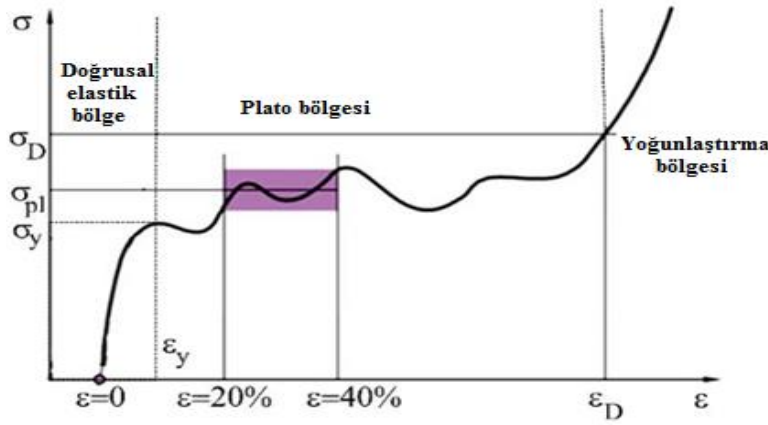


Şekil 3.15. Üniversal Çekme-Basma Cihazı

Bu standarda göre uygun numune geometrileri Şekil 3.16’da sunulmaktadır. Buna göre numune kare veya dairesel kesitli olabilmektedir. Parçanın yüksekliği, çapının 1-2 katı arasında olması tavsiye edilmiştir. Parçanın çapının, içerdiği gözenek boyutunun 10 katından büyük olması önerilmiştir. Bu çalışmada, standarda uygun olarak numune çapı ve boyu 10 mm uygulanmıştır ve boy/çap oranı 1’dir. Elde edilmiş olan en büyük gözenek boyutu 500-800 mikrondur. Uygulanmış olan 10 mm çap, gözenek boyutunun 10 katından büyük olmaktadır. Test numunesi sayısının üçten ve daha fazla olması önerilmiştir. Bu çalışmada test edilen parçalar en az 3 numune olarak üretilmiş ve basma testi uygulanmıştır.



Şekil 3.16. Test örneğinin şematik gösterimi (ISO Standart 13314)



Şekil 3.17. Gözenekli ve hücreli metallerin sıkıştırma testinden elde edilen gerilme-birim şekil değiştirme eğrisi (ISO Standart 13314)

Gözenekli ve sünek karakterdeki malzemeden oluşan yapılarda, plato gerilmesi bölgesi daha düzgün ve uzun olmaktadır. Bu çalışmadaki gibi sünekliği düşük olan gözenekli intermetalik malzemelerde, nispeten daha zik-zaklı olmaktadır (Wu 2011).

Literatürde, gözenekli intermetalik malzemelerin dayanım değerleri genellikle 2 şekilde rapor edilmiştir. Bunlardan birisi basma akma dayanımıdır (Şekil 3.17, σ_y) (Jie 2011, Wu 2017). Diğeri ise plato bölgesindeki gerilme değeridir (Xia 2013). Plato gerilmesi σ_{pl} , σ (20%) ve σ (40%) basma gerinimindeki gerilmelerin aritmetik ortalaması olarak tanımlanır (Şekil 3.17). Bu tez çalışmasında basma akma dayanımları belirlenmiştir. Sünekliği düşük olan intermetalikler gibi malzemelerde, bu noktada ve sonrasında yapıda çatlaklar oluşmaya başlamaktadır. Bu nedenle bu çalışmada basma akma dayanımları kullanılarak kıyaslama yapılmıştır. Bölüm 4.3'te boşluk oluşturu boyutu ve miktarının basma akma dayanımı üzerindeki etkisi incelenmesinde, bu değerler kullanılmıştır.

3.6.4. Mikrosertlik ölçümleri

Bir malzemenin sertliğini ifade etmek için dört yaygın standart makro test yöntemi vardır. Bunlar Brinell, Rockwell, Vickers ve Knoop yöntemleridir. Bu yöntemlerin her biri, uygulanan yük ve batıcı uç geometrisinin bir kombinasyonu ile tanımlanan bir dizi skalaya bölünmüştür (Wang vd. 2003).

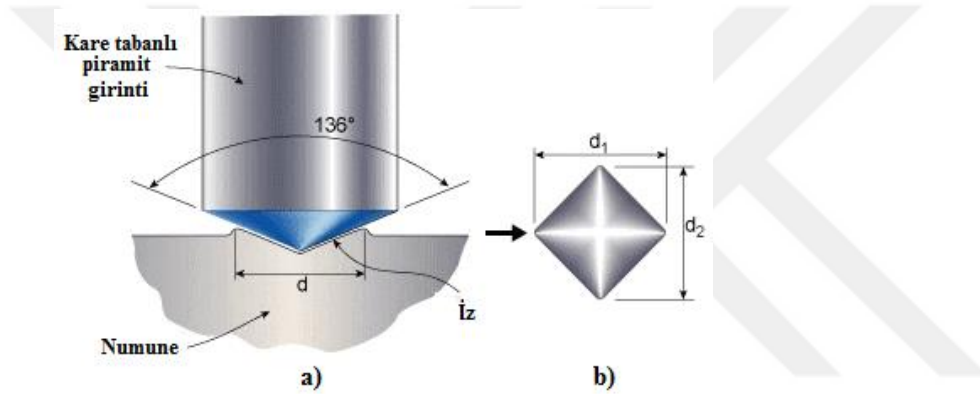
Mikrosertlik ölçümü, makro sertlik ölçümünün uygulanmadığı seramikler gibi kırılgan malzemelere uygulanan bir yöntemdir. Bu amaçla kullanılan başlıca iki yöntem mikro Vickers ve Knoop yöntemleridir. Makro sertlik ölçüm yöntemlerinden başlıca farkları, çok daha düşük yüklerin uygulanması ve çok daha küçük batıcı ucun kullanılmasıdır.

Bu çalışmada, metalografik olarak hazırlandıktan sonra üretilen parçaların yüzeyleri, mikrosertlik cihazında mikro Vickers batıcı ucu kullanılarak 200 gr yük 10 saniye boyunca uygulanarak sertlik ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerde 136°'lik

bir açı ile tabanı kare olan piramit uç kullanılmıştır. (Şekil 3.18). Ölçümlerde, Şekil 3.19'da gösterilen cihaz kullanılmıştır. Sertlik değerleri 15 ayrı ölçümün ortalaması hesaplanarak tespit edilmiştir. Hazırlanan numunenin sertliğini ölçmek için, numune mikroskobun tablasına konulmuştur. Aşağı yukarı hareket ettirerek net bir görüntü elde edilmiştir. Numunenin gözeneksiz bölümünde sertlik ölçen uç numunenin üzerine getirilerek test başlatılmıştır. Otomatik bir şekilde uç, numuneye belirlenen yük altında batmaktadır ve 10 saniye sonra geri çekilmektedir. Bu şekilde numune üzerinde, batıcı ucun geometrisine uygun olarak, eşkenar dörtgen şeklinde iz oluşmaktadır. Elde edilen izin boyutu, cihazın objektifi içindeki 2 çizgi arasına yerleştirerek yatay ve düşey olarak köşegenler ölçülmüştür. Sonuç otomatik olarak Eşitlik (12)'e göre Vickers değerine dönüştürülmüştür ve kaydedilmiştir.

$$HV = 1,5844 F/d^2 \quad (12)$$

Burada d^2 , iz alanıdır. F ise uygulanan yükür (Smith ve Sandly 1922).



Şekil 3.18. Vickers sertlik cihazında a) Batıcı ucun numuneye nüfuz etmesi ve b) Numune yüzeyinde kalan eşkenar dörtgen iz (Anonymous 1)

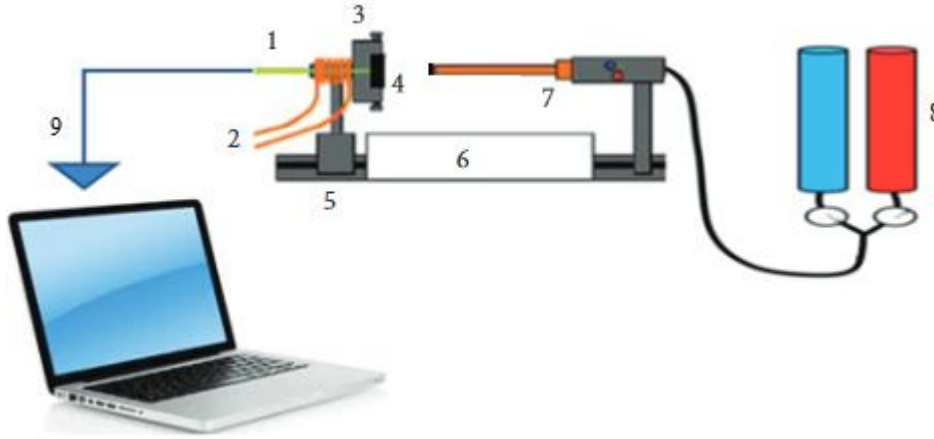


Şekil 3.19. Vickers mikrosertlik cihazı (THV-1DTe Micro Vickers Hardness Tester)

3.6.5. Isıl yalıtım özelliğinin belirlenmesi

Yalıtım malzemelerinin işlevi, yapı boyunca ısının taşınmasını en aza indirmektir (Berge ve Johansson 2012). Atmosfere geri giriş araçlarında yaygın olarak ablatif (harcanabilir) yalıtım malzemeleri kullanılmaktadır. Bu tür ablatif ısı kalkanlarında plastik reçine tabakası bulunur. Yalıtım etkisi, ısı nedeniyle gazlaşarak, ısıyı uzaklaştırma prensibine dayanmaktadır. Bu malzemeler, roket motorları çevresinde ısı korumasını sağlamak veya bir gezegen atmosferi boyunca hipersonik uçuş sırasında araçları ve sondaları korumak için kullanılmaktadır (Natali 2016). Bu çalışmada üretilmiş olan gözenekli intermetalik yapılar ise, kalıcı ısı yalıtımı sağlamaktadır. Diğer yalıtım sistemlerinin alt katmanı olarak görev yapabilmektedir.

Bu çalışmada üretilmiş olan gözenekli NiAl FDM parçaların ısı yalıtım özelliklerinin belirlenmesi amacıyla test gerçekleştirilmiştir. Bu test kapsamında Şekil 3.20’de şematik olarak gösterildiği şekilde, üretilmiş olan parçanın ısıtılan yüzeyinden ve arka yüzeyinden simültane sıcaklık ölçümleri gerçekleştirilmiştir. İki yüzeyin sıcaklık farkları değerlendirilmiştir. Benzer uygulamalarda ısı yalıtım malzemelerinin özelliklerinin belirlenmesi için hazırlanmış olan ASTM E285-80 standardına göre yalıtım indeksleri belirlenmiştir.



Şekil 3.20. Oksi-(bütan+propan) torç ile ısıtma ve sıcaklık ölçüm sistemi. 1) arka yüz termokuplu; 2) gerektiğinde kullanılabilecek su soğutma sistemi; 3) numune tutucu; 4) numune; 5) numune kılavuzu; 6) koruyucu yalıtım; 7) Oksi-(bütan+propan) torç 8) gaz tüpleri; 9) veri kaydedici dizüstü bilgisayar (Elvan vd. 2018’den uyarlanmıştır)

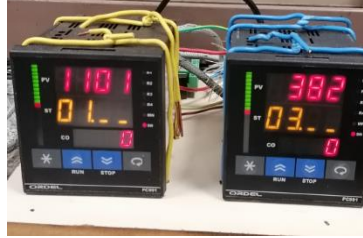
Bu tez çalışmasında, numunelerin bir yüzeyinin ısıtılması ve her iki yüzeyinin sıcaklığının ölçülmesi için Şekil 3.21’de görüntüleri sunulmuş olan deney düzeneği kullanılmıştır. Bu ölçümler için FDM numuneler 8mm çaplı ve 20mm uzunluğunda üretilmiştir. Numunelerin ısıtılması için Oksi-(bütan+propan) alevi kullanılmıştır. Bu sistemle 1200 °C sıcaklık elde edilebilmektedir. Refrakter malzemenin içine yerleştirilmiş olan parçaların 1 yüzü 12 dakika boyunca torç alevi ile ısıtılarak 1100±30 °C sıcaklık aralığında tutulmuştur. Ön yüzün sıcaklığının birkaç saniyede bu sıcaklığa ulaştığı görülmüştür. Düzenekte numunenin ön ve arka yüzeylerindeki sıcaklıkların ölçümü için 2 adet K-tipi termokuplu kullanılmıştır. Simültane sıcaklık verileri kontrol ünitelerine (Ordel PC991) oradan da bir arabirim (Ordel SBA200) kullanılarak Opik01 (Ordel) programı vasıtasıyla bilgisayara aktarılmıştır (Şekil 3.21). Bu şekilde, sıcaklık

değerlerinin zamanın bir fonksiyonu olarak kaydedilmesi sağlanmıştır. Bu sistem saniyede 1 sıcaklık ölçümü kaydetmektedir.

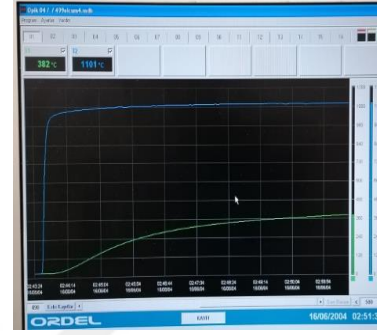
Benzer bir sıcaklık ölçüm uygulaması Bertolino vd. (2002) çalışmasında gerçekleştirilmiştir. Bahsedilen çalışmada, ısıtma işlemi, 50 W lazer ışını ile 8mm çaplı, 12 mm boyundaki numuneler üzerinde, 4 dakika süre ile gerçekleştirilmiştir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 3.21. Sıcaklık ölçüm düzeneği **a)** Oksi-(bütan+propan) alevi ile numunenin ısıtılması **b)** Numunenin ön ve arka yüzeyi için termokupların sıcaklık değerlerini gösteren göstergeler **c)** Opik01 programı ile bilgisayara aktarılan sıcaklık grafiği

Üretilen parçaların yalıtım yeteneğinin değerlendirilmesi için 12 dakikalık ısıtma sonrasında iki yüzeyin sıcaklık farkları karşılaştırılmıştır. 12 dakika ısıtma uygulanmasının nedeni, yapılan deneylerde bu sürede ısı dengelenmiş olmasıdır. Sıcaklık farkları karşılaştırması ile birlikte, ASTM E285-80 standardına göre, arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıkları için yalıtım indeksleri aşağıdaki şekilde belirlenmiştir.

$$I_T = t_T / d \quad (13)$$

Burada, I_T : T sıcaklığında yalıtım indeksi (s/m)

t_T : T = 80, 180 ve 380°C'lik arka yüz sıcaklık değişimleri için süre (s)

d : Numune kalınlığı (m) (bu çalışmada 20 mm)

Ortalama yalıtım indeksi için;

$$(I_T)_{ort} = \sum I_T / N \quad (14)$$

Burada, $(I_T)_{ort}$: T sıcaklığında ortalama yalıtım indeksi (s/m)

I_T : T sıcaklığında yalıtım indekslerinin bireysel değerlerinin toplamı

N: Ölçüm sayısı

Standart sapma aşağıdaki formülle hesaplanmaktadır.

$$s_T = \sqrt{\sum [I_T - (I_T)_{ort}]^2 / (N - 1)} \quad (15)$$

s_T : T sıcaklığında standart sapma

$(I_T)_{ort}$: T sıcaklığında ortalama indeks

I_T : T sıcaklığında bireysel indeks değerleri

N: Ölçüm sayısı



4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. HYS’de Termal Seyreltici Türünün ve Oranının Etkisinin İncelenmesi

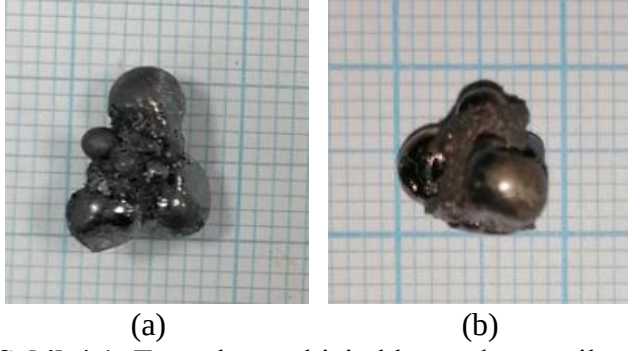
Literatür bölümünde bahsedildiği gibi, NiAl parçaların Ni+Al reaksiyonu ile üretiminde erime meydana gelmektedir. Bu durum, Reaksiyon (1)’in adyabatik sıcaklığının ürün olan NiAl’in erime sıcaklığına eşit olmasından kaynaklanmaktadır (Biswas 2002, Li, 2020). Adyabatik sıcaklık, sistemde ısı kaybı olmadığında, ürünlerin ekzotermik reaksiyon sonucunda ulaşacağı maksimum sıcaklıktır. Reaksiyon (1) sonucu açığa çıkan ısı, ürünlerin kısmen erimesine neden olmaktadır. Bunun sonucunda parçanın şekli ve iç gözenek yapısı bozulmaktadır (Şekil 4.1).

Bu durumun engellenmesi için literatürde çeşitli uygulamalar yapılmıştır. Bunlardan birisi, reaktan peletin ateşleme sıcaklığına kadar yavaş ısıtılması veya ateşleme sıcaklığının atındaki bir sıcaklıkta izotermal bekletilmesidir (Jiang vd. 2019). Bu uygulama sonucunda, yapıda meydana gelen katı hal difüzyonu ile oluşan bileşiklerin, HYS reaksiyonunu yavaşlattığı öne sürülmüştür. Benzer uygulama bu tez çalışmasında gerçekleştirilmiştir. HYS reaksiyonu öncesinde parçalar 2 saat süre ile 500 °C’de bekletilmiştir ve sonrasında 750 °C’ye ısıtılmıştır. Fakat parçalarda yine de erime meydana geldiği görülmüştür.

Diğer bir uygulamada, boşluk oluşturucu olarak eklenmiş olan NaCl partiküllerinin, yapıdan uzaklaştırıldıktan sonra HYS reaksiyonunu gerçekleştirilerek, parçanın bütünlüğünün korunması sağlanmıştır (Cai vd. 2021). Burada, parçada çözünmeden kalmış olabilecek NaCl’nin termal seyreltici olarak etki gösterdiği düşünülmektedir. NaCl uzaklaştırılarak bu tez çalışmasında yapılan deneylerde, parçaların eridiği görülmüştür. NaCl uzaklaştırılmadan bu tez çalışmasında denemeler yapılmıştır fakat NaCl partiküllerini içeren parçaların HYS sırasında ani sıcaklık artışı ile patlayarak dağıldığı görülmüştür.

Bu sonuçlar üzerine, bu tez çalışmasında üretilen parçanın şeklini korumasının sağlanması için başlangıç Ni+Al karışımına, yine tozu ve bu çalışmada üretilen hazır NiAl (NiAl-H) tozu belirli oranlarda termal seyreltici olarak eklenmiştir. Bu uygulamaya daha önce literatürde rastlanmamıştır. Bununla birlikte, ticari TiB₂ (TiB₂-H) tozunun da Ni+Al karışımına termal seyreltici olarak eklenmesinin etkisi incelenmiştir.

Yanma sentezinde, önceden reaksiyona girmiş ürünler, reaksiyonun ısını düşürmek amacıyla reaksiyona girmemiş toz karışımlarına termal seyreltici olarak eklenebilmektedir (Yi ve Moore 1990). Holt ve Munir (1986) çalışmasında Ti + C karışımına %10 oranında TiC ekleyerek yanma sıcaklığını 2720 K’den 2518 K’ye düşürdüğünü bulmuşlardır. Seyreltici eklenmesi, KİYSS reaksiyonunun ekzotermikliğini azaltmaktadır. Seyreltici ekleme ile birim hacim başına salınan toplam ısı azaltılmakta, seyreltici ısı kapasitesi ile orantılı olarak ısıyı absorbe etmekte, sistemin termal iletkenliği değiştirilmektedir (Gennari vd. 2006).

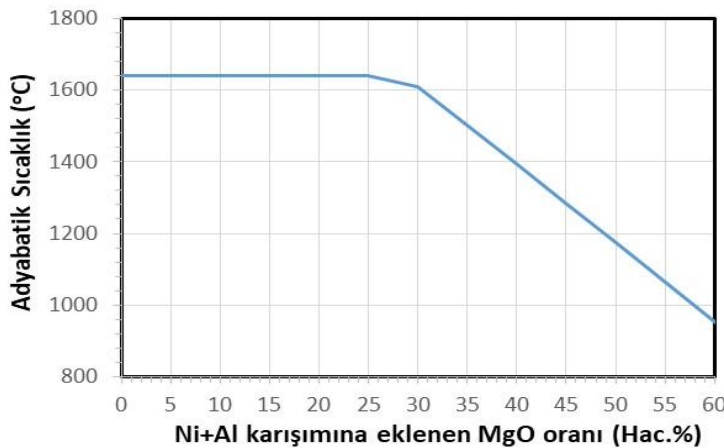
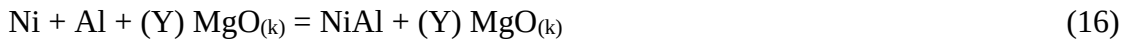


Şekil 4.1. Termal seyreltici eklenmeden üretilen 60U3-5 (NiAl+%60 üre) numunelerin HYS sonrası görüntüleri, **a)** indüksiyon fırınında ısıtılmış ve **b)** boru fırında ısıtılmış

Aşağıdaki bölümlerde hazır NiAl tozunun üretimi ve kullanım oranının belirlenmesi için yapılan çalışmaların sonuçları sunulmaktadır. Bununla birlikte, sonraki bölümde ticari TiB_2 tozunun da (TiB_2 -H) termal seyreltici olarak kullanılması incelenmiştir. Her iki sistemde de boşluk oluşturuca olarak üre ve NaCl partikülleri kullanılmıştır.

4.1.1. Üretilen hazır NiAl (NiAl-H) tozları

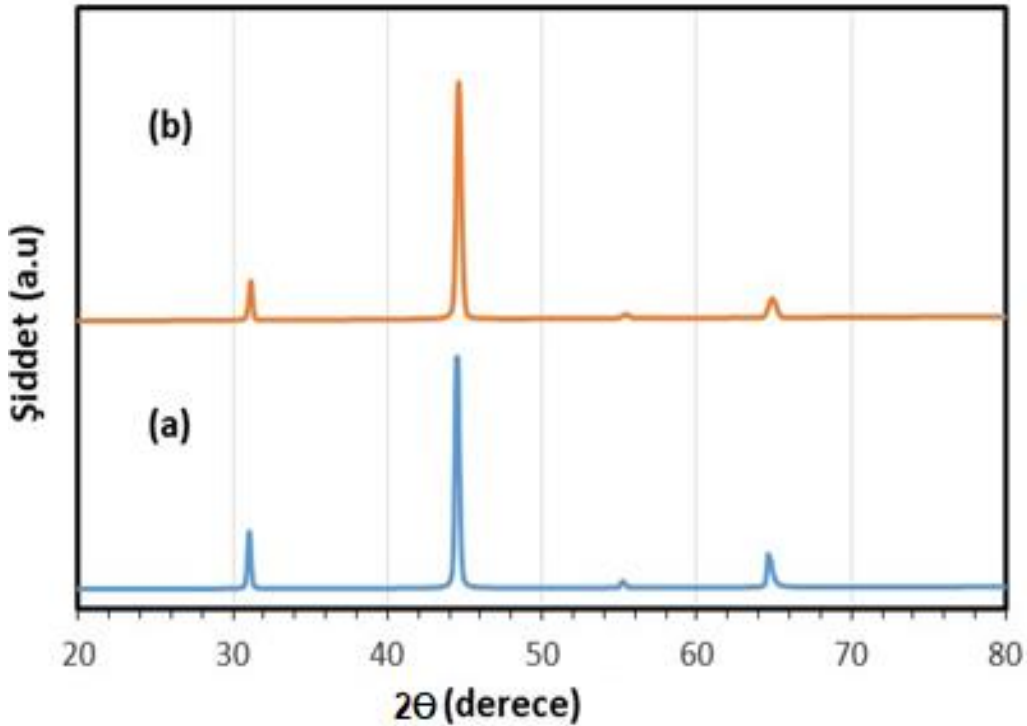
Bu çalışmada termal seyreltici olarak kullanılan hazır NiAl tozları, Reaksiyon (16)'ya göre üretilmiştir. Bu reaksiyonda, NiAl'ın erimesini engellemek amacıyla termal seyreltici olarak MgO kullanılmıştır. Yöntem bölümünde belirtildiği gibi, reaktan karışımlarının adyabatik sıcaklıkları (T_{ad}), Reaksiyon (16)'ya göre HSC Chemistry yazılımı ile hesaplanmıştır. Ni+Al başlangıç karışımına eklenen MgO oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi Şekil 4.2 'de gösterilmektedir. Termal seyreltici olarak MgO'nun seçilmesinin sebebi, reaksiyon sırasında erimemesi, reaktanlar veya ürünler ile reaksiyona girmemesi ve reaksiyon sonrasında asit çözeltisi ile ürünlerden ayrılabilmesidir. Yapılan deneyler sonucunda, ürün peletinin toz hale getirilmesi ve NiAl-H tozlarının oluşturulması için en uygun MgO oranının hacimce %40 olduğu belirlenmiştir.



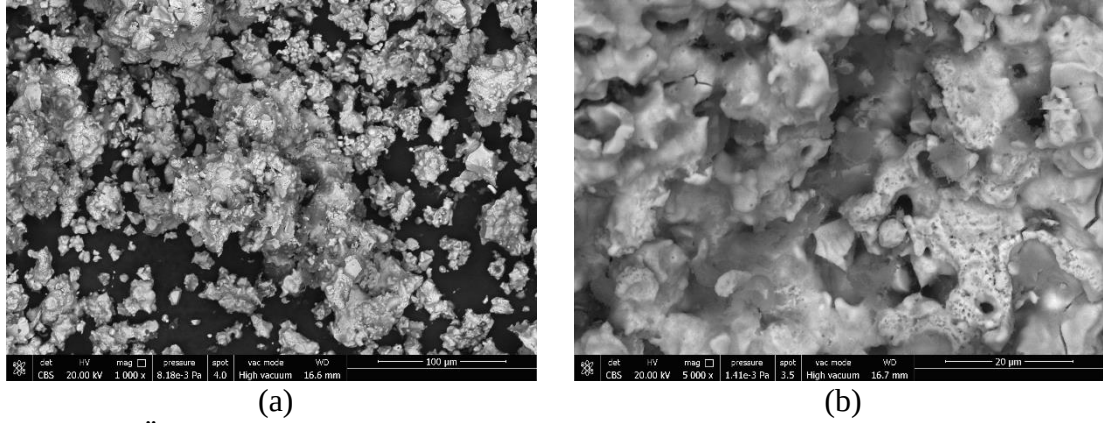
Şekil 4.2. Ni+Al başlangıç karışımına eklenen MgO termal seyreltici oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi

%40 MgO termal seyreltici oranı kullanılarak NiAl-H tozları üretilmiştir. HYS sonrası asitte çözündürme, santrifüj ile ayırma ve kurutma işlemleri sonucunda elde edilen NiAl tozunun XRD deseni Şekil 4.3 (a)'da SEM görüntüleri ise Şekil 4.4'te sunulmaktadır. XRD analizine göre, uygulanan yöntemle saf NiAl tozlarının elde edildiği anlaşılmıştır. Şekil 4.3'teki XRD desenlerindeki piklerin tümü NiAl fazına aittir. XRD analizlerinden, Reaksiyon (13)'ün tamamlandığı ve yan ürün oluşmadığı anlaşılmıştır. Ayrıca MgO piklerinin bulunmaması, termal seyreltici olarak kullanılmış olan MgO'nun tamamen temizlendiğini göstermektedir.

$\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ bileşimindeki parçaların üretiminde termal seyreltici olarak kullanılan $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ -H tozunun da üretimi aynı yöntemlerle gerçekleştirilmiştir. $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ bileşimi de faz diyagramına göre NiAl katı çözelti bölgesi içindedir. XRD analizine göre bu tozun da saf NiAl olduğu görülmüştür (Şekil 4.3 (b)). NiAl bileşimine kıyasla $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ tozunun XRD piklerinde yaklaşık 0,2 derecelik kayma belirlenmiştir. Bu durumun, NiAl katı çözeltisinde Al'dan nispeten büyük atomlara sahip Ni miktarının artması sonucunda, kristal yapıda düzlemler arası mesafelerin artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. SEM incelemelerinde, üretilen hazır NiAl partiküllerinin genellikle 5-10 mikron boyutlu parçalardan oluştuğu (Şekil 4.4 (a)) ve kısmen tam parçalanmamış gözenekli topakların da bulunduğu (Şekil 4.4 (b)) görülmüştür.



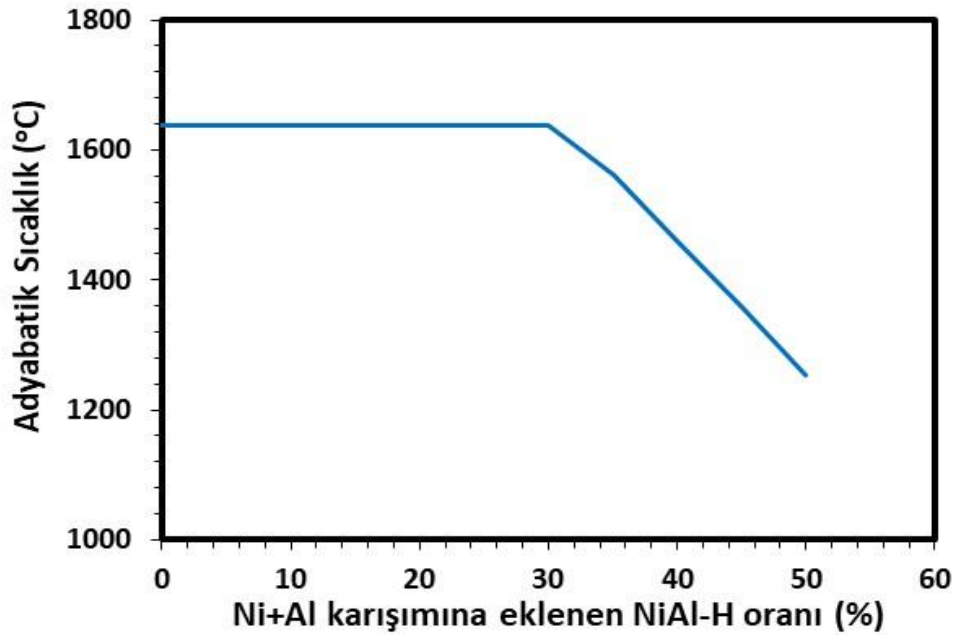
Şekil 4.3. Üretilen a) NiAl-H ve b) $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ -H tozlarının XRD desenleri



Şekil 4.4. Üretilen NiAl-H tozlarının SEM görüntüleri a) 1 kX, b) 5 kX

4.1.2. Ni+Al sistemine NiAl-H tozunun eklenmesinin etkisi

Ni+Al başlangıç karışımlarına NiAl-H eklenerek hazırlanan reaktan karışımlarının adyabatik sıcaklıkları (T_{ad}), Reaksiyon (14)'e göre HSC Chemistry yazılımı ile hesaplanmıştır ve Şekil 4.5'te sunulmaktadır.



Şekil 4.5. Ni+Al başlangıç karışımına eklenen NiAl-H oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi

Reaksiyon (17)'nin hesaplanan adyabatik sıcaklıkları, %50'ye kadar NiAl-H ilavesiyle Şekil 4.5'te görülmektedir. Adyabatik sıcaklığın 1638,9 °C'de %30 NiAl-H ilavesine kadar sabit kaldığı görülmüştür. 1638,9 °C, NiAl'in erime sıcaklığıdır. Sistemde seyreltici olmadığında, ürünlerdeki belirli bir NiAl fraksiyonu erimektedir. Seyreltici NiAl olmadığında sistemde oluşan yüksek miktarda sıvı faz, ürün peletinin bozulmasına neden olmaktadır. Peletin şekli ve gözenekler, HYS'ye seyreltici NiAl ilave edilerek

korunabileceği düşünülmüştür. Bu uygulamaya daha önce literatürde rastlanmamıştır. Başlangıç karışımına termal seyreltici NiAl ilavesinin artmasıyla sıvı fazın oranı azalır, çünkü hem ısı üreten Ni+Al miktarı azalmaktadır, hem de NiAl-H yayılan ısının bir kısmını alır. T_{ad} değeri, %30'a kadar NiAl-H ilavesi oranına kadar 1638,9 °C'de kalmaktadır. Adyabatik sıcaklık, NiAl-H ilavesi ile %30'dan sonra düşmeye başlamaktadır. Teorik olarak bu noktadan sonra oluşan ısı, ürünlerin erimesine neden olmak için yeterli değildir. Bu nedenle ürünlerde sıvı faz oluşumu olmayacaktır. T_{ad} sırasıyla %40 ve %50 önceden oluşturulmuş NiAl eklendiğinde 1460,8 °C ve 1253,2 °C'dir.

Bu sonuçlara göre, adyabatik sıcaklığı ve sistemdeki sıvı faz miktarını azaltmak, ürün peletinin bozulmasını önlemek için önceden oluşturulmuş %20 ve 30 NiAl-H ilavesi ile parçalar üretilmiştir. HCS'de reaksiyon, ön ısıtma etkisi nedeniyle oda sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklıkta başlar (ateşleme sıcaklığı). Bu nedenle, meydana gelen ısı kayıplarına rağmen peletin ulaştığı sıcaklık, hesaplanan adyabatik sıcaklıktan daha yüksek olabilir. Bu sebeple %40 ve %50 seyreltici NiAl ilavesinin etkisi de araştırılmıştır.

4.1.3. NiAl-H seyreltici ve üre boşluk oluşturucu ile yapılan deneyler

4.1.3.1. Makroyapı

Ni+Al karışımına %20, 30, 40 ve 50 oranlarında NiAl-H ve üre boşluk oluşturucu eklenerek üretilmiş olan numunelerin HYS öncesi ve sonrası gözenek oranları, HYS sonrası boy ve çaptaki değişimleri Çizelge 4.1'de sunulmaktadır. Başlangıç karışımına %30-50 oranında termal seyreltici NiAl-H tozunun eklenmesi, silindirik peletin şeklinin korunmasını sağlamıştır. Peletlerde erime olmamıştır. %20 oranında NiAl-H eklendiğinde ise, ürün peletin şekli korunmakla birlikte, boyutlarının önemli ölçüde küçüldüğü görülmüştür. Öte yandan, seyreltici NiAl kullanılmadığında ürün peletinin şekli bozulmuştur (Şekil 4.1). Bu bulgular, NiAl-H seyreltici kullanımının, HYS sırasında parçanın şeklinin ve boyutunun korunmasında etkili ve faydalı olduğunu göstermektedir.

Çizelge 4.1 incelendiğinde, ham peletlerdeki toplam gözeneklilik miktarının, eklenen üre miktarından bir miktar fazla olduğu görülmektedir. Bu farklılığın, ham peletlerin Ni+Al kısımlarının (hücre duvarları) soğuk sıkıştırmadan sonra tam olarak yoğun olmamasından ve gözenekli olmalarından kaynaklandığı düşünülmektedir. HYS'den sonra, 20N60U3-5 hariç tüm numunelerde ortalama toplam gözenekliliğin az oranda arttığı görülmektedir. 20N60U3-5 numunesinde önemli oranda boyut küçülmesi de gözlenmiştir. %20 NiAl-H termal seyreltisinin yeterli olmadığı anlaşılmaktadır. Diğer numunelerdeki gözenekliliğin artış nedenleri ise; kullanılan tozun yüzeylerinde düşük kaynama noktalı safsızlıkların olması ve emilen nemin ani buharlaşması farklı tür elementler arasında denk olmayan karşılıklı difüzyon hızlarının Kirkendall gözenekliliğine yol açması, katılma büzülmesinin getirdiği gözeneklilik ve reaktanlar ile ürünlerin yoğunluk farkıdır (Munir 1992; Freeby vd. 1987).

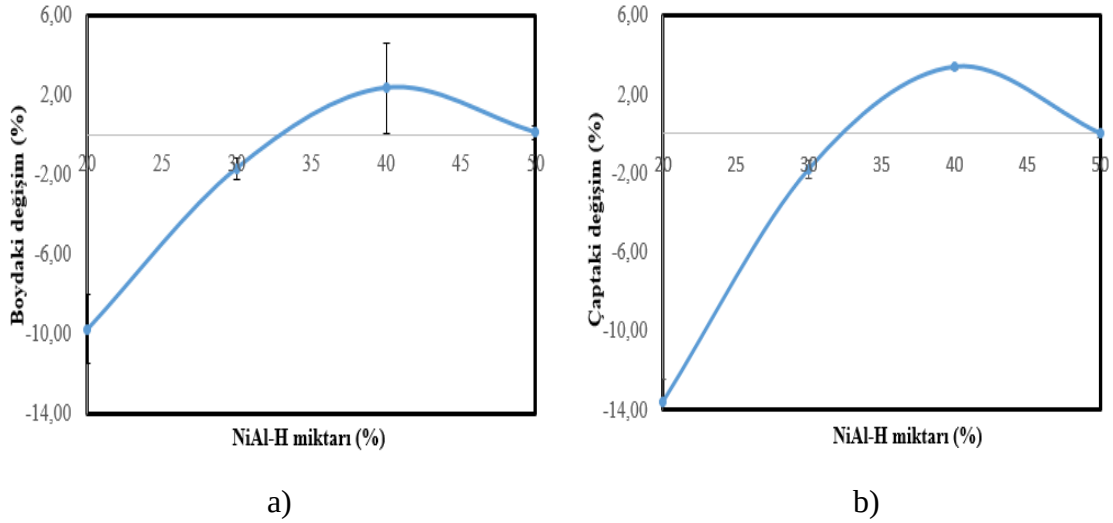
HYS sırasında peletin çapı ve yüksekliği bazı numunelerde küçülmesine rağmen, toplam gözeneklilik artışından reaktan ve ürün fazları arasındaki yoğunluk farkından dolayı ikincil gözeneklerin oluşumunun sorumlu olduğuna inanılmaktadır.

Çizelge 4.1’de de belirtildiği gibi, en optimum oran olan %30 NiAl-H ile %25,50 ve 75 BO üre ilaveli peletlerin dayanım, boy ve çaptaki değişim özellikleri incelenmiştir. Gözenek oranı arttıkça numunelerin dayanımı azalmıştır.

Çizelge 4.1. Hazır NiAl tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
20N60U3-5	64,0	0,1	-9,7	1,7	-13,5	1,1	62,7	5,3
30N60U3-5	65,2	0,3	-1,7	0,5	-1,5	0,6	68,9	1,3
40N60U3-5	64,1	0,1	2,9	3,1	3,9	0,8	71,8	1,3
50N60U3-5	65,0	0,8	0,1	0,4	0	0,2	69,6	0,9
30N25U3-5	45,9	-	-0,4	-	-0,4	-	46,7	-
30N50U3-5	60,9	-	-0,1	-	-0,7	-	61,1	-
30N75U3-5	78,7	-	-1,2	-	1,1	-	79,1	-
40N25U3-5	47,6	-	0,9	-	1,1	-	51,2	-
40N50U3-5	61,8	-	2,4	-	3,5	-	65,6	-
40N75U3-5	78,5	-	2,2	-	0,4	-	79,6	-

Şekil 4.6’da %60 BO üre ile %20, 30, 40 ve 50 termal seyreltici NiAl-H eklenerek üretilen numunelerin boy ve çaptaki değişimi gösterilmektedir. %20 oranında NiAl-H eklendiğinde numunelerin dayanımı en fazla iken bu oran arttığında (%50’de en düşük) dayanım azalmaktadır. Fonksiyonel dereceli malzemelerin üretiminde peletlerin şekilsel bütünlüğü ve dayanımı önemli olduğundan numunelerin boy ve çaptaki değişimleri incelenmiştir. %60 BO üre kullanılarak eklenen NiAl-H oranlarına göre boydaki ve çaptaki değişim incelendiğinde (Şekil 4.6) %30 NiAl-H’nin en uygun oran olduğu sonucuna varılmıştır.

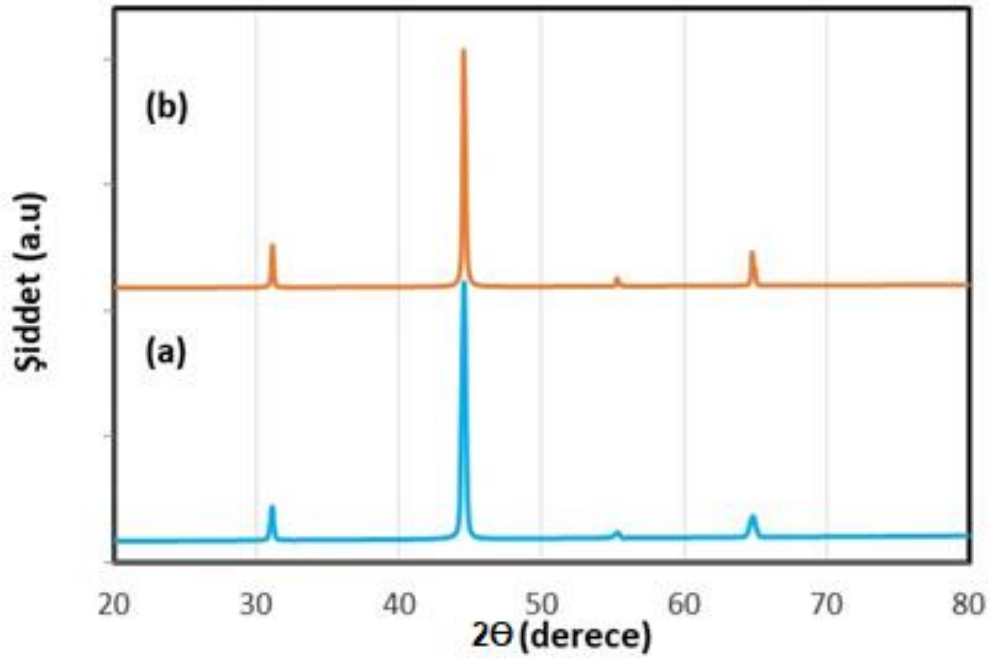


Şekil 4.6. %20, 30, 40 ve 50 termal seyreltici NiAl-H ve %60 BO üre ile üretilen parçaların HYS sırasında a) boy ve b) çaptaki değişimleri



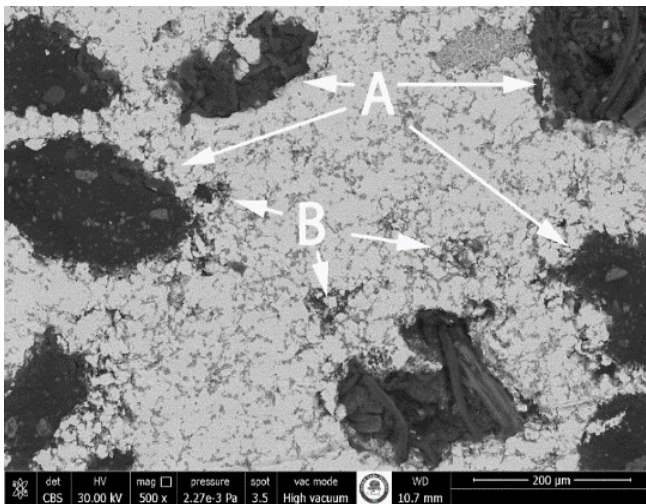
Şekil 4.7. %20, 30, 40 ve 50 termal seyreltici NiAl-H ve %60 BO üre ile üretilen parçaların görüntüleri a) 0 NiAl-H+60üre, b) 20 NiAl-H+60üre, c) 30 NiAl-H+60üre, d) 40 NiAl-H+60üre e) 50 NiAl-H+60üre

Hazırlanan örneklem gruplarında seçilen örnekler XRD analizlerine tabi tutulmuştur. Reaksiyon (17)'ye göre %30 seyreltici NiAl-H ilavesi kullanılarak üretilen numunede saf NiAl fazının oluştuğu tespit edilmiştir (Şekil 4.8 (a)). Bu desenlerdeki tüm pikler NiAl fazına aittir. Bu numunenin 1200 °C'de argon atmosferinde tavlınması ile, HYS sırasında sağlanamamış olabilecek homojenleşmenin sağlanması amaçlanmıştır. Bu deneyler sonucunda, kristal yapıda bir değişiklik olmadığı anlaşılmıştır (Şekil 4.8 (b)).



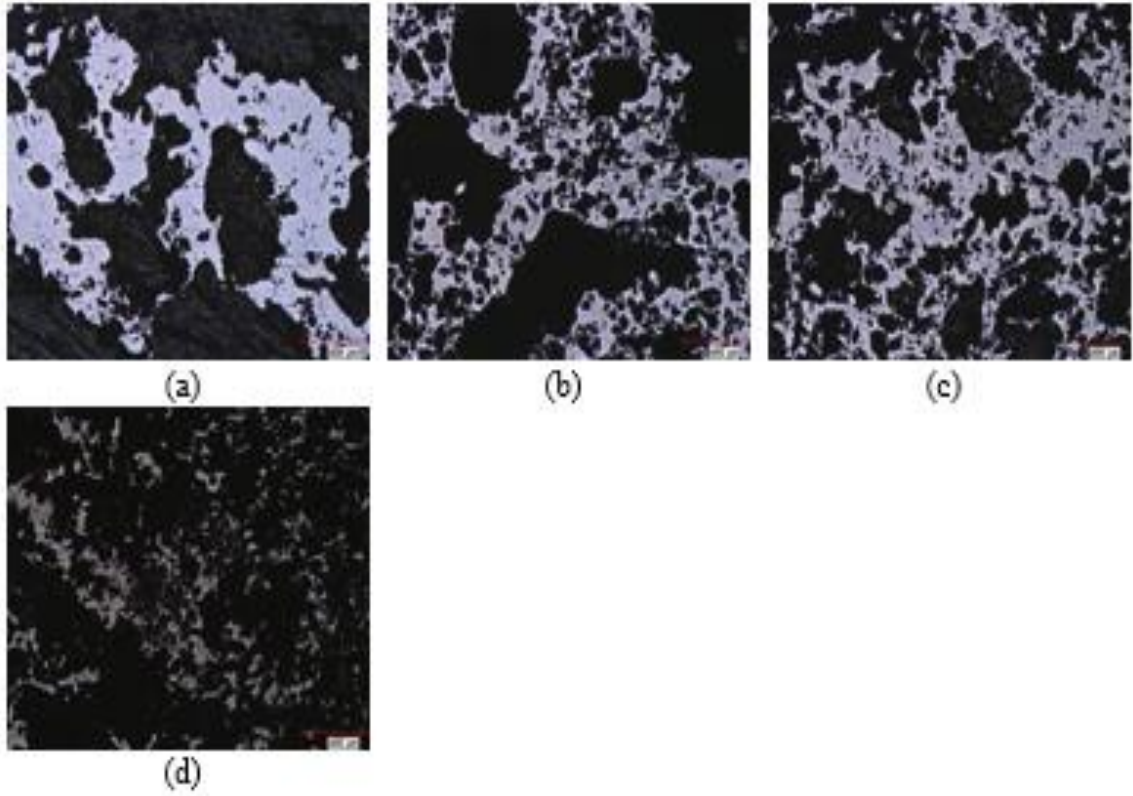
Şekil 4.8. a) %30 NiAl-H eklenerek üretilen parçanın HYS sonrası ve **b)** 1200 °C’de tavlama sonrası XRD desenleri

Parçalarda iki çeşit gözenek oluştuğu görülmektedir. Boşluk oluşturuca üre partiküllerinin bıraktığı boşlukların oluşturduğu gözenekler (birincil gözenekler), kullanılmış olan üre partiküllerinin bıraktığı gözeneklerdir. Hücre duvarlarındaki gözenekler ise ikincil gözenekler olarak tanımlanmaktadır (Shu vd. 2019). Hücre duvarlarındaki bu ikincil gözeneklerin Kirkendall etkisi, ham peletin gözenekliliği ve reaktan ile ürün fazları arasındaki hacim farkı nedeniyle oluştuğuna inanılmaktadır. BO partiküllerinin bıraktığı birincil gözenekler ve hücre duvarında meydana gelen ikincil gözenekler Şekil 4.9’da gösterilmektedir.



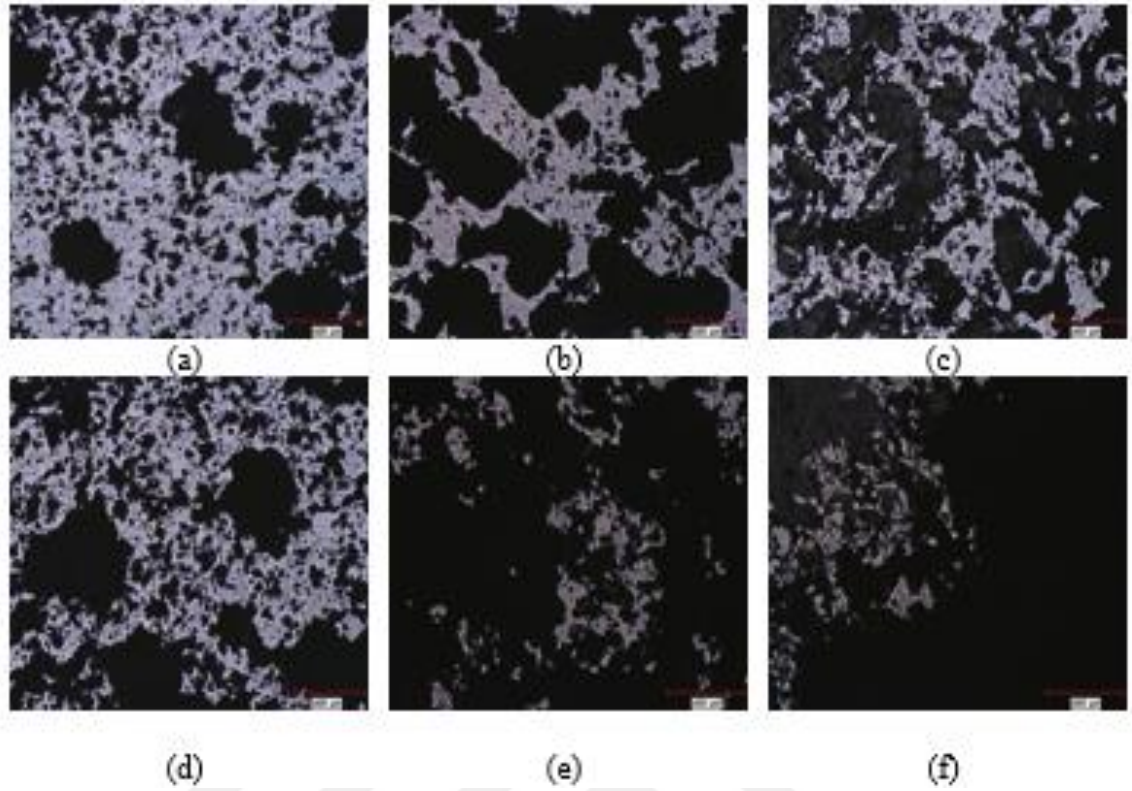
Şekil 4.9. Gözenekli NiAl SEM görüntüsü a) Birincil gözenekler **b)** İkincil gözenekler

Şekil 4.10'da %20, 30, 40 ve 50 NiAl-H termal seyreltici ve boşluk oluşturuıcı üre ile üretilen numunelerin düşük büyütmede (50x) optik mikroskop (OM) görüntüleri sunulmaktadır. İkincil gözenek oranının, artan NiAl-H termal seyreltici oranındaki artış ile arttığı görülmektedir. Artan NiAl-H miktarı ile %30 NiAl-H oranına kadar, sistemde oluşan sıvı fazın azaldığı düşünülmektedir. Daha yüksek NiAl-H eklemelerinde ise adyabatik sıcaklığın azaldığı Şekil 4.10'da görülmektedir. Hücre duvarlarındaki ikincil gözenek oranının artmasının, bu durumun bir sonucu olduğu düşünülmektedir. %20 NiAl-H içeren numunede hücre duvarlarında az gözenek bulunduğu ve NiAl partiküllerinin daha iyi sinterlendiği görülmektedir. Bu parçanın boyutlarında meydana gelen küçülme de, bu gözlemi desteklemektedir.



Şekil 4.10. NiAl-H termal seyreltici ve BO üre ile üretilen numunelerin OM görüntüleri
a) 20N60U3-5, b) 30N60U3-5, c) 40N60U3-5, d) 50N60U3-5 (50x)

%30 ve 40 NiAl-H termal seyreltici ve %25, 50 ve 75 BO üre ile üretilen numunelerin düşük büyütmede (50x) OM görüntüleri Şekil 4.11'de sunulmaktadır. Artan NiAl-H oranı ile, hücre duvarlarındaki gözenek miktarının arttığı görülmektedir. Bununla birlikte, artan BO üre oranı ile, birincil gözeneklerin arttığı ve hücre duvarlarının incelendiği anlaşılmıştır. Bu durumun özellikle %75 BO içeren parçalarda belirgin olduğu ve bu parçaların bütünlüğünü zor koruduğu görülmüştür. BO üre miktarının mekanik özellikler üzerindeki etkisi, Bölüm 4.3'te incelenecektir.



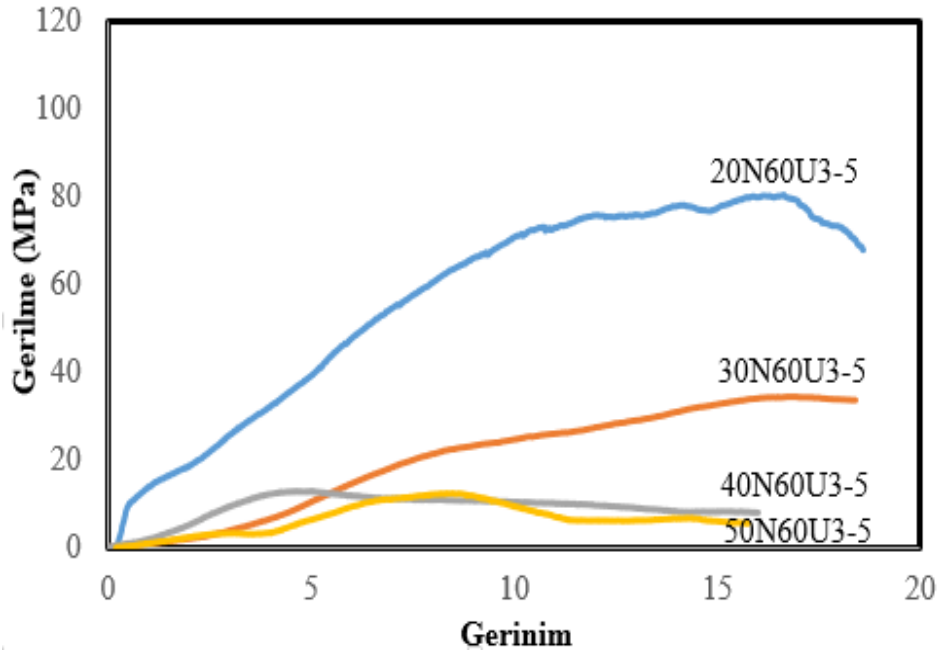
Şekil 4.11. NiAl-H termal seyreltici ve BO üre ile üretilen numunelerin OM görüntüleri
a) 30N25U3-5, **b)** 30N50U3-5, **c)** 30N75U3-5, **d)** 40N25U3-5, **e)** 40N50U3-5, **f)** 40N75U3-5 (50x)

4.1.3.2. Mekanik testler

Çizelge 4.2’de %20, 30, 40 ve 50 termal seyreltici NiAl-H ve BO üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların basma akma dayanım ve mikrosertlik değerleri sunulmuştur. Karışımında boşluk tutucu üre miktarını sabit tutarak (%60 üre), NiAl-H oranını artırılması sonucunda peletlerin mukavemet değerlerinde azalma meydana geldiği görülmüştür (Şekil 4.12 ve 4.13). Bunun nedeninin, artan termal seyreltici oranı ile adyabatik sıcaklığın azalması ve ürünü oluşturan NiAl partikülleri arasındaki sinter bağının zayıflaması olduğu düşünülmektedir. Bununla birlikte, mikroyapı incelemelerinde belirlenmiş olan, hücre duvarlarındaki ikincil gözenek oranının artmasının da etkisi olabilmektedir.

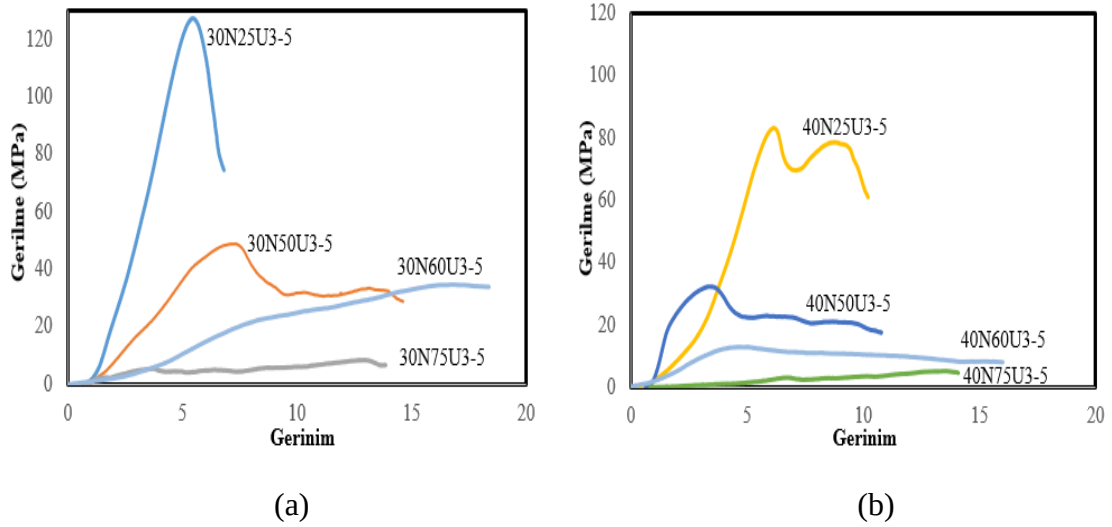
Çizelge 4.2. NiAl-H tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri

Numune Kodu	NiAl-H (%)	Dayanım (MPa)	SS (MPa)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	SS (HV _{0,2})
20N60U3-5	20	66,9	19,1	351,5	54,1
30N60U3-5	30	31,6	4,7	-	-
40N60U3-5	40	12,4	1,0	-	-
50N60U3-5	50	10,2	2,9	140,3	1,9
30N25U3-5	30	129,6	-	210,2	41,6
30N50U3-5	30	48,9	-	-	-
30N75U3-5	30	6,5	0,1	-	-
40N25U3-5	40	83,3	-	103,0	23,3
40N50U3-5	40	32,1	-	-	-
40N75U3-5	40	5,5	-	-	-



Şekil 4.12. %20, %30, %40, %50 seyreltici NiAl-H ve %60 üre BO ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafikleri

NiAl-H oranını sabit tutarak (%30 ve 40), BO üre oranını karışım içerisinde artırmak da gözenekli numunelerin mukavemetlerinin azalmasına neden olmuştur (Şekil 4.13). Gözenek miktarındaki artışla birlikte mukavemet değerlerinin azaldığı görülmüştür. Artan gözeneklilik ile yük taşıyan malzeme miktarı azaldığından bu beklenen bir durumdur.



Şekil 4.13. a) %30 seyreltici NiAl ve b) %40 seyreltici NiAl-H ve %25, %50, %60 ve %75 üre BO ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafiği

HYS sırasındaki boyut değişimlerinin az olması ve dayanım değerlerinin daha fazla NiAl-H termal seyreltici içeren parçalardan daha yüksek olması nedeniyle, NiAl-H termal seyreltici için en uygun oranın %30 olduğuna karar verilmiştir. HYS sırasındaki boyut değişiminin az olması, FDM parçaların üretiminde farklı katmanların boyut değişimlerinin ve katmanlar arası uyumsuzluğun en aza indirilmesi için önem taşımaktadır.

BO üre oranları farklı olmakla birlikte, %20, 30, 40 ve 50 seyreltici NiAl kullanılarak üretilen numunelerin mikrosertlik değerleri sırasıyla 351 ± 54 , 210 ± 41 , 103 ± 23 ve 140 ± 2 HV_{0.2}'dir.

4.1.4. NiAl-H termal seyreltici ve NaCl boşluk oluşturucu ile üretilen parçalar

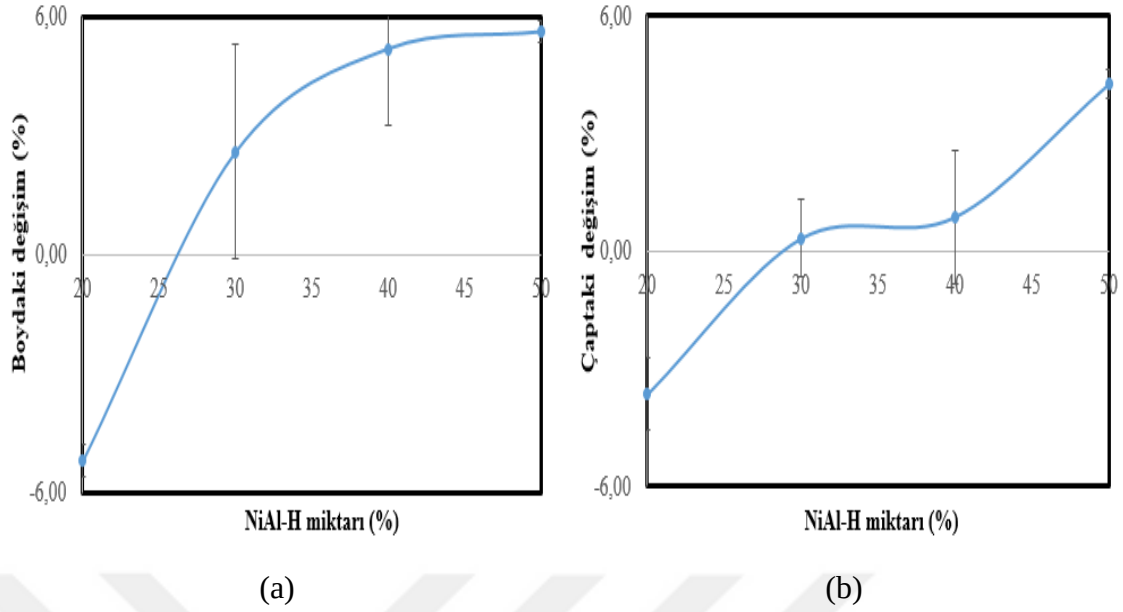
4.1.4.1. Makroyapı

NiAl-H termal seyreltici etkisini incelemek amacıyla NaCl boşluk oluşturucu kullanılan parçalarda da üre kullanılanlardakine benzer şekilde üretilmiş ve karakterize edilmiştir (Çizelge 4.3). HYS sonrası toplam gözenek oranının, HYS öncesine göre az miktarda arttığı görülmüştür. Boy ve çaptaki değişim oranlarının, kullanılan BO boyutundan da etkilendiği anlaşılmıştır. %30 NiAl-H içeren parçaların boy ve çap değişimlerinin daha az olduğu görülmüştür (Şekil 4.14).

Çizelge 4.3. NiAl-H tozu ve BO NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
20N50N3-5	57,3	0,1	-5,2	0,4	-3,6	0,9	57,7	1,0
30N25N3-5	41,6	2,7	1,2	4,7	-0,2	2,3	50,1	3,0
30N50N3-5	57,0	1,8	2,6	2,7	0,3	0,9	64,2	2,0
30N75N3-5	75,3	1,5	1,57	2,7	-0,4	4,2	79,1	1,3
30N20N1,5-3	42,1	0,1	-3,1	2,3	1,2	0,5	49,1	1,9
30N40N1,5-3	59,4	9,4	-3,9	0,8	-2,3	0,1	55,2	0,3
30N60N1,5-3	65,6	0,1	-3,0	0,2	-1,1	0,8	68,5	0,4
30N75N1,5-3	77,0	0,3	-2,1	0,6	-1,4	0,9	79,2	0,2
40N25N3-5	41,9	2,6	4,5	1,9	2,4	3,2	54,3	3,1
40N50N3-5	57,3	1,8	5,2	1,9	0,9	1,7	65,6	1,8
40N75N3-5	74,7	2,6	1,2	1,1	-2,4	2,0	77,9	1,2
40N20N3-5	37,6	-	4,2	-	0,1	-	52,3	-
40N40N3-5	49,0	-	2,6	-	0,7	-	58,3	-
40N60N3-5	63,2	-	0,5	-	0,7	-	69,4	-
50N50N3-5	57,5	0,5	5,6	0,2	4,2	0,3	67,9	0,6

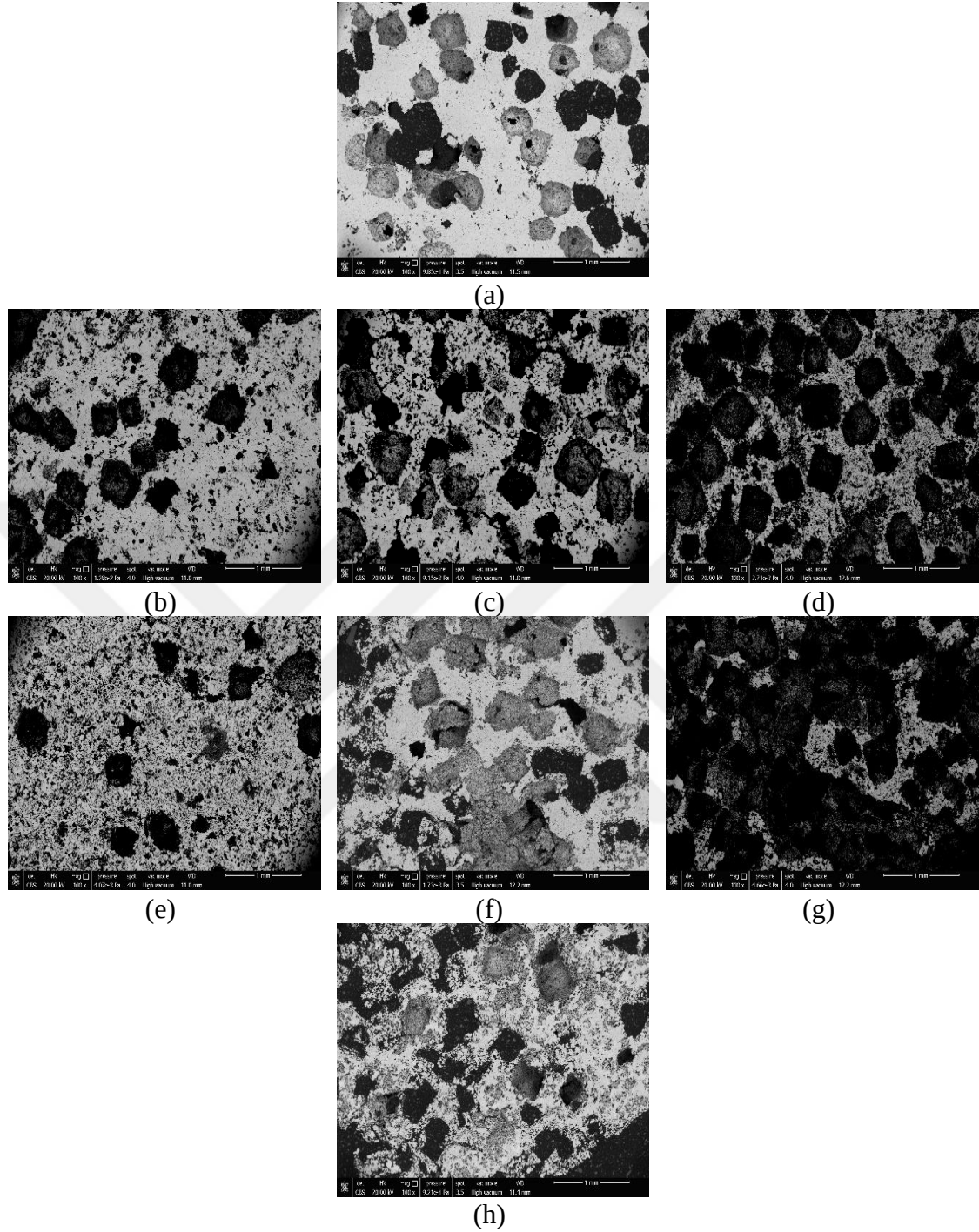
Boy ve çaptaki değişim NiAl-H termal seyreltici oranına göre incelendiğinde, % 30 NiAl-H değerinin uygun olduğu anlaşılmaktadır (Şekil 4.14 (a) ve (b)).



Şekil 4.14. %20, 30, 40 ve 50 termal seyreltici NiAl-H ve %50 BO NaCl ile üretilen parçaların HYS sırasında **a)** boy ve **b)** çaptaki değişimleri

Ürün peletlerinin makroyapıları Şekil 4.15'te verilen SEM görüntülerinde sunulmuştur. Bu görüntüler peletlerin enine kesitlerinden elde edilmiştir. Bu görüntülerde beyaz bölgeler hücre duvarları ve siyah bölgeler gözeneklerdir. Yaklaşık 400 μm boyutundaki büyük birincil gözenekler (hücreler), BO NaCl partikülleri tarafından oluşturulmuştur. Bu büyük gözeneklerin boyutları, kullanılan NaCl parçacıklarının boyutuyla iyi uyum sağlamaktadır. Hücre duvarlarının da bir miktar gözenek içerdiği görülebilir.

Artan NiAl-H oranı ile, hücre duvarlarındaki gözenek oranının arttığı görülmektedir. Oluşturulan gözeneklerin çoğunlukla NaCl parçacıklarının ilk şeklini kopyaladığı anlaşılmıştır. İlk karışımın artan NaCl içeriği ile gözeneklilik artmıştır. %75 NaCl kullanıldığında oluşan gözenekler birleşme eğiliminde olmuştur. %75 boşluk tutucu içeriğinin, parçaların bütünlüğünü koruyabileceği sınırın üzerinde olduğu sonucuna varılabilmektedir. Bunun nedeni, eklenen BO partikülleri nedeniyle hücre duvarlarının kalınlığının çok incelmesidir.

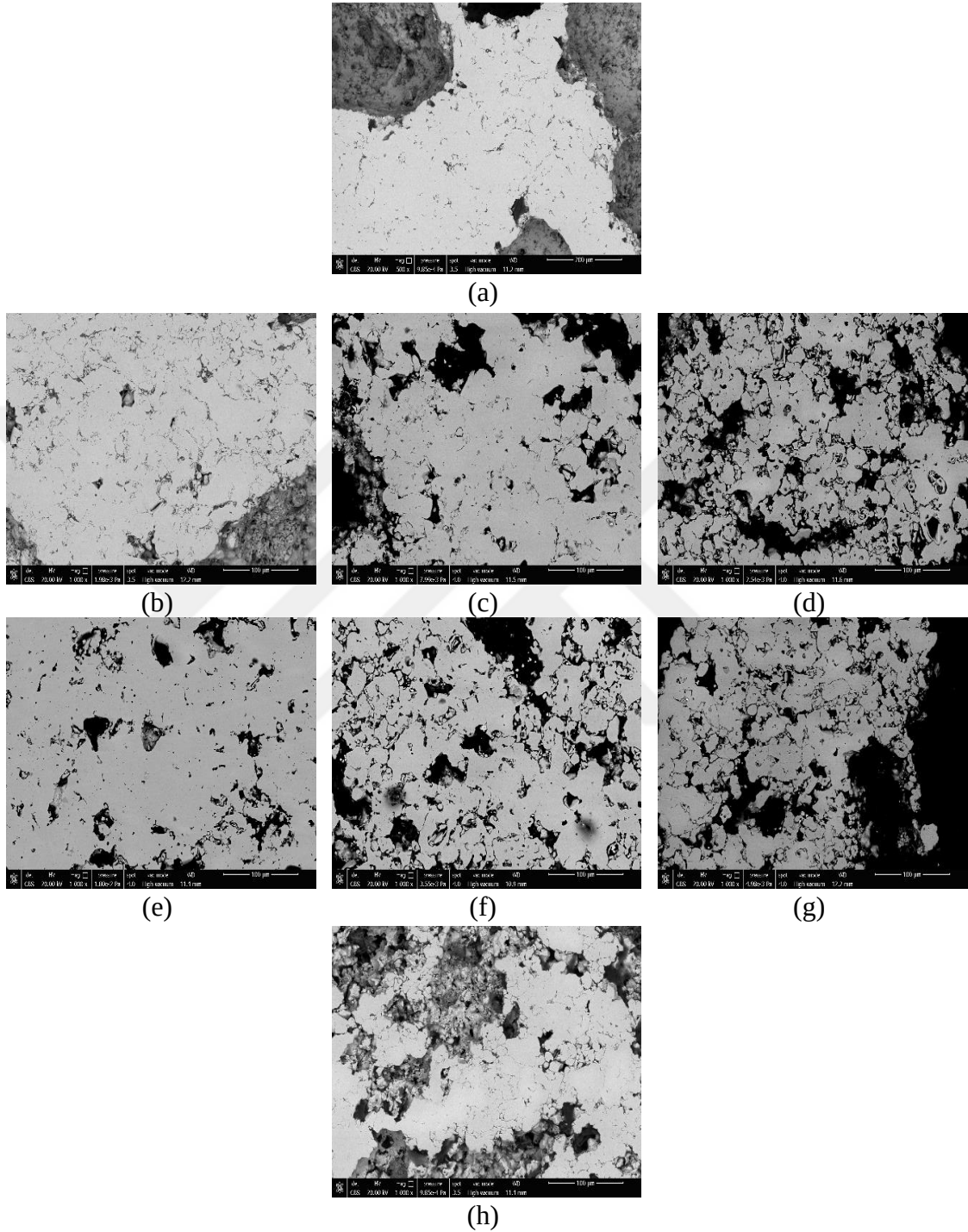


Şekil 4.15. NiAl-H termal seyreltici ve BO NaCl ile üretilen numunelerin SEM görüntüleri **a)** 20N50N3-5, **b)** 30N25N3-5, **c)** 30N50N3-5, **d)** 30N75N3-5, **e)** 40N25N3-5, **f)** 40N50N3-5, **g)** 40N75N3-5, **h)** 50N50N3-5 (100x)

4.1.4.2. Mikroyapı

Örneklerin mikroyapısal görüntüleri Şekil 4.16'da sunulmuştur. Seyreltici NiAl-H miktarının artmasıyla hücre duvarlarındaki ikincil gözeneklerin miktarının arttığı mikroyapı incelemelerinden çıkarılmıştır. Bununla birlikte artan NiAl-H oranı ile,

sinterlenmenin azaldığı anlaşılmıştır. Bu durumun etkisi, basma dayanımı değerlerinde görülmektedir.



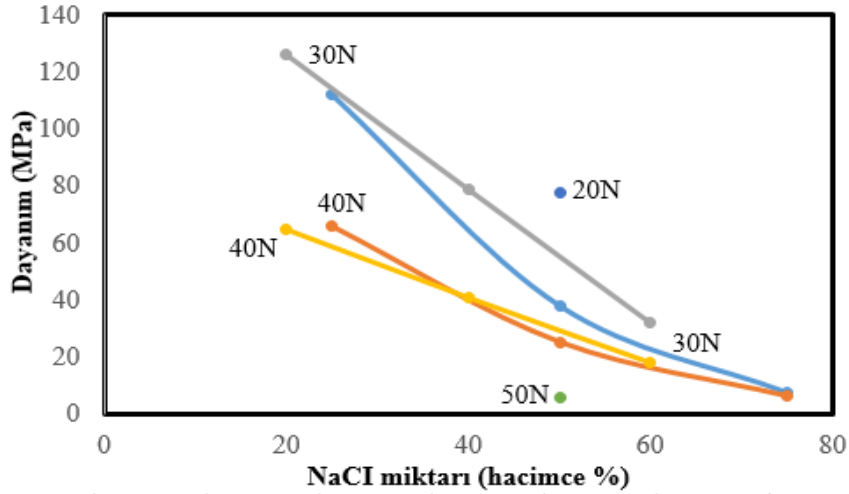
Şekil 4.16. Boşluk oluşturu NaCl ve NiAl-H ile üretilen numunelerin SEM görüntüleri
a) 20N50N3-5, **b)** 30N25N3-5, **c)** 30N50N3-5, **d)** 30N75N3-5, **e)** 40N25N3-5, **f)** 40N50N3-5, **g)** 40N75N3-5, **h)** 50N50N3-5 (1kX)

4.1.4.3. Mekanik testler

%20, 30, 40 ve 50 oranlarında termal seyreltici NiAl-H ve %25, 50, 75 BO NaCl ile üretilmiş olan parçaların basma akma dayanımı ve mikrosertlik değerleri Çizelge 4.4'te sunulmaktadır. Şekil 4.17'de bu serideki tüm numunelerin dayanım değerleri grafik halinde verilmiştir. Artan termal seyreltici oranı ile, dayanım değerlerinin azaldığı görülmektedir. Özellikle %50 ve %75 NaCl katkılı numunelerde dayanım değerlerinde önemli oranda bir azalma olmuştur. Bu, yüksek BO oranlarında, hücre duvarlarının daha ince olmasının bir sonucu olarak beklenen bir durumdur.

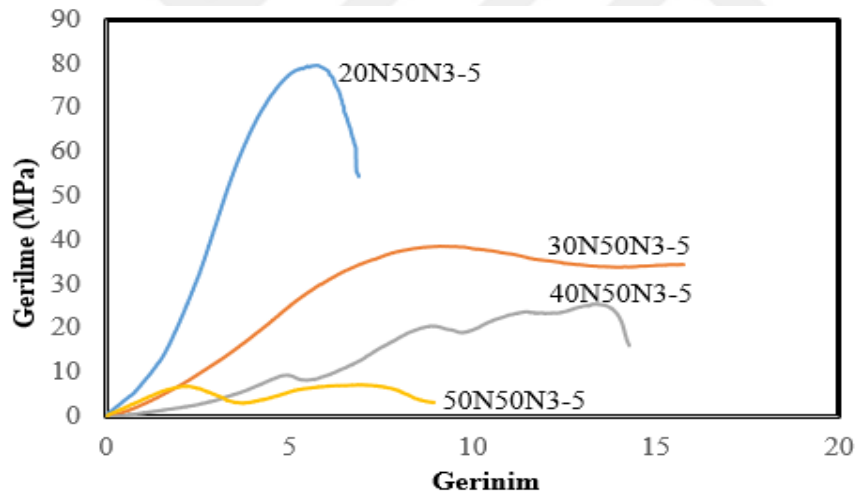
Çizelge 4.4. %20, 30, 40 ve 50 oranlarında termal seyreltici NiAl-H ve %25, 50, 75 BO NaCl ile üretilmiş parçaların basma akma dayanımı ve mikrosertlik değerleri

Numune Kodu	NiAl-H (%)	Dayanım (MPa)	SS (MPa)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	SS (HV _{0,2})
20N50N3-5	20	77,6	2,8	338,0	40,5
30N25N3-5	30	112,0	29,5	243,0	34,0
30N50N3-5	30	38,3	5,4	-	-
30N75N3-5	30	8,0	1,3	-	-
30N20N1,5-3	30	126,2	5,4	-	-
30N40N1,5-3	30	78,9	1,4	-	-
30N60N1,5-3	30	32,1	1,9	-	-
30N75N1,5-3	30	5,4	0,2	-	-
40N25N3-5	40	66,0	20,5	188,0	25,0
40N50N3-5	40	25,4	2,3	-	-
40N75N3-5	40	6,4	0,4	-	-
40N20N3-5	40	64,9	-	-	-
40N40N3-5	40	40,9	-	-	-
40N60N3-5	40	18,1	-	-	-
50N50N3-5	50	6,1	1,2	-	-



Şekil 4.17. %20, 30, 40 ve 50 seyreltici NiAl-H katkıli numunelerde NaCl içeriğinin bir fonksiyonu olarak ürünlerin ortalama basma akma dayanımı değerleri

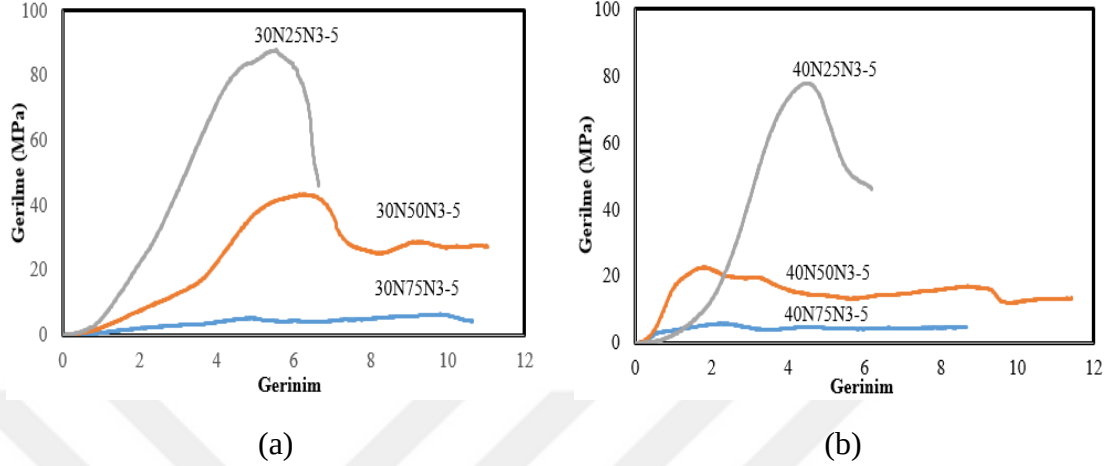
Şekil 4.18’de gösterildiği gibi boşluk oluşturu NaCl içeriği sabit tutulduğunda (%50 NaCl), buna bağlı olarak seyreltici NiAl-H içeriği arttırıldığında basma akma dayanım değerleri azalmıştır.



Şekil 4.18. %20, 30, 40 ve 50 termal seyreltici NiAl-H ve %50 BO NaCl ile üretilen numunelerin gerilme-gerinim grafiği

%30 ve %40 seyreltici NiAl-H ve %25, 50 ve 75 boşluk oluşturu NaCl ilavesi ile oluşturulan numunelerin basma akma dayanım değerleri Şekil 4.19’da sunulmuştur. %30 NiAl-H seyreltici ilaveli numuneler, %40 NiAl seyreltici ilaveli numunelere göre daha yüksek basma akma dayanımı değerlerine sahiptir. Bu, daha yüksek miktarda sıvı fazın ve dolayısıyla %30 seyreltici NiAl içeren numunelerin daha iyi sinterlenmesinin bir sonucu olabilmektedir. Seyreltici NiAl-H miktarının %30’dan %40’a yükselmesiyle, daha yüksek miktarda NiAl-H’nin artan seyreltme etkisinin bir sonucu olarak, HYS sırasında numunede daha az miktarda sıvı faz oluşması beklenmektedir. %30 ve 40 seyreltici NiAl ve %25 boşluk oluşturu NaCl eklenmiş karışımdan elde edilen numuneler sırasıyla $112,0 \pm 29,5$ ve $66,0 \pm 20,5$ MPa ortalama basma akma dayanım değerleri göstermiştir.

NaCl miktarının artmasıyla gözenekli NiAl numunelerin basma dayanımında kademeli bir azalma olmuştur. %30 ve %40 seyreltici NiAl ve %75 NaCl ilaveli karışımlardan elde edilen numunelerin basma akma dayanımı sırasıyla 8.0 ± 1.3 ve 6.4 ± 0.4 MPa'dır (Şekil 4.19).

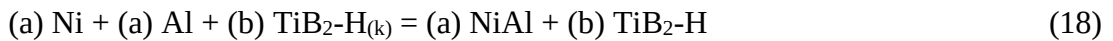


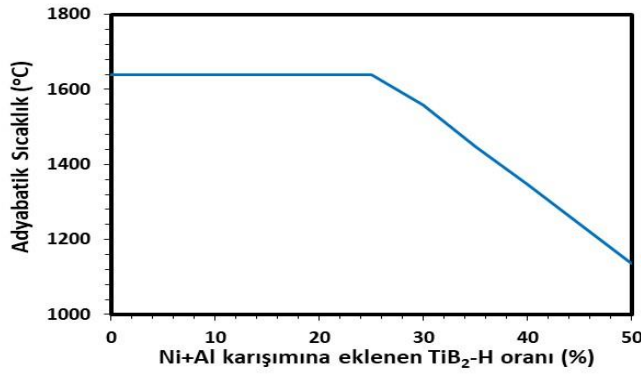
Şekil 4.19. a) %30 NiAl-H ve b) %40 NiAl-H ve %25, %50 ve %75 boşluk oluşturu NaCl ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafikleri

Mikrosertlik ölçümleri, %25 NaCl içeren numuneler üzerinde gerçekleştirilmiştir. Yüksek miktarda NaCl içeren numunelerin hücre duvarlarının kalınlığı mikrosertlik ölçümleri için yeterli olmamıştır. Ayrıca hücre duvarlarında yüksek miktarda ikincil porozite içermişlerdir. Artan termal seyreltici oranı ile, mikrosertliğin azaldığı görülmektedir. Bunun sebebinin, artan termal seyreltici ile HYS sırasında daha az sıvı faz oluşması ve sinterlenmenin daha düşük oranda meydana gelmesi olduğu düşünülmektedir. Bununla birlikte, ikincil gözenek oranı da artmaktadır. BO NaCl oranları farklı olmakla birlikte, %20, 30, 40 seyreltici NiAl kullanılarak üretilen numunelerin mikrosertlik değerleri sırasıyla 338 ± 40 , 243 ± 34 , 188 ± 25 HV_{0.2}'dir. Gözenekli numuneler için bu çalışmada elde edilen mikrosertlik değerlerine uygun olarak, gözeneksiz NiAl'in mikrosertliği daha önce 394 ± 37 HV_{0.2} (Çamurlu ve Maglia 2009) olarak rapor edilmiştir.

4.1.5. Ni+Al sistemine TiB₂-H tozunun eklenmesinin etkisi

Ni+Al başlangıç karışımlarına TiB₂-H eklenerek hazırlanan reaktan karışımlarının adyabatik sıcaklıkları (T_{ad}), Reaksiyon (18)'e göre HSC Chemistry yazılımı ile hesaplanmıştır ve Şekil 4.20'de sunulmaktadır. Daha önceki çalışmalardan, TiB₂'nin NiAl ile reaksiyona girmediği bilinmektedir (Ma vd. 2013; Zhang 2019)





Şekil 4.20. Ni+Al başlangıç karışımına eklenen TiB₂-H termal seyreltici oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi

Reaksiyon (18)'in hesaplanan adyabatik sıcaklıkları, %50'ye kadar TiB₂-H ilavesiyle Şekil 4.21'de görülmektedir. Adyabatik sıcaklığın 1638,9 °C'de %25 TiB₂-H ilavesine kadar sabit kaldığı görülmüştür. 1638,9 °C, NiAl'in erime sıcaklığıdır. Sistemde seyreltici olmadığında, oluşan NiAl'in belirli bir oranı erimektedir. Oluşan sıvı faz, peletin şekli ve gözenek yapısının bozulmasına neden olmaktadır. HYS'ye termal seyreltici TiB₂-H ilave edilerek korunabileceği düşünülmüştür. Bu uygulama daha önce literatürde Bertolino ve ark. (2003) çalışmasında, bu çalışmadakinden farklı oranlarda yapılmıştır. T_{ad} değeri, %25'e kadar NiAl-H ilavesi oranına kadar 1638,9 °C'de sabit kalmaktadır. Ancak başlangıç karışımına termal seyreltici TiB₂-H ilavesinin artmasıyla sıvı fazın oranı azalmaktadır, çünkü hem ısı üreten Ni+Al miktarı azalmaktadır, hem de TiB₂-H yayılan ısının bir kısmını alır. Adyabatik sıcaklık, NiAl-H ilavesi ile %25'ten sonra düşmeye başlamaktadır. Teorik olarak bu noktadan sonra oluşan ısı, ürünlerin erimesine neden olmak için yeterli değildir. Bu nedenle ürünlerde sıvı faz oluşumu olmayacağı düşünülmektedir. T_{ad} sırasıyla %30 ve % 35 TiB₂-H eklendiğinde 1559 °C ve 1448 °C'dir.

Bu sonuçlara göre, adyabatik sıcaklığı ve sistemdeki sıvı faz miktarını azaltmak, ürün peletinin bozulmasını önlemek için %20 ve 25 TiB₂-H ilavesi ile parçalar üretilmiştir. HYS'de reaksiyon, ön ısıtma etkisi nedeniyle oda sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklıkta başlar (ateşleme sıcaklığı). Bu nedenle, meydana gelen ısı kayıplarına rağmen, peletin ulaştığı sıcaklık, hesaplanan adyabatik sıcaklıktan daha yüksek olabilir. Bu sebeple %30 ve 35 termal seyreltici TiB₂-H ilavesinin etkisi de araştırılmıştır.

4.1.6. TiB₂-H ve üre boşluk oluşturunca ile yapılan deneyler

4.1.6.1. Makroyapı

Hazır TiB₂ tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların, gözenek ve boydaki değişim oranları Çizelge 4.5'te gösterilmektedir. Ham numunelerde toplam gözeneklilik miktarı, eklenen üre miktarından daha yüksek olmuştur. HYS sonrası toplam gözenek oranında az miktarda artış meydana gelmiştir.

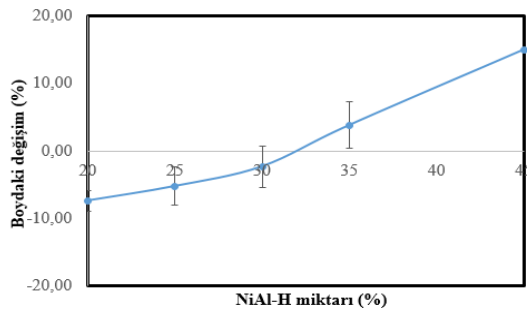
En az boyut değişimi %35 TiB₂-H içeren parçalarda olmuştur. %30 ve altındaki oranlarda TiB₂-H içeren parçalarda boyut küçülmesi olurken, bu parçalarda genelde az oranda boyut büyümesi olmuştur. Boyut küçülmesi, HYS sırasında parçaların daha

yüksek oranda sinterlendiğini göstermektedir. Bu durumun adyabatik sıcaklığı daha yüksek olan parçalarda daha fazla gerçekleşmesi beklenir.

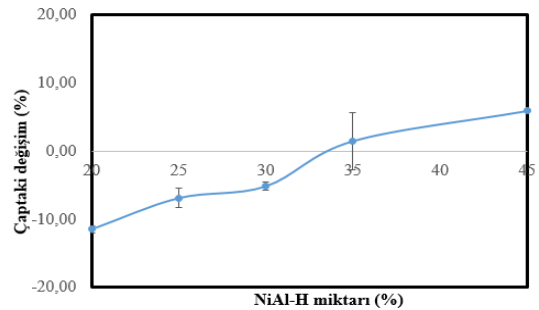
Çizelge 4.5. Hazır TiB_2 tozu ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek, boy ve çaptaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
20TH60U3-5	68,9	0,7	-7,41	1,51	-11,52	0,57	57,4	2,4
25TH25U3-5	48,3	-	-0,71	-	1,35	-	50,9	-
25TH50U3-5	60,9	-	-2,33	-	-1,909	-	59,9	-
25TH60U3-5	69,7	0,5	-5,26	2,83	-6,92	1,42	63,1	2,4
25TH75U3-5	77,4	-	1,95	-	0	-	79,1	-
30TH60U3-5	69,7	0	-2,34	3,11	-5,19	0,64	65,5	1,7
35TH20U3-5	49,2	-	2,51	-	-3,36	-	47,2	-
35TH40U3-5	58,4	-	0,81	-	3,47	-	61,7	-
35TH60U3-5	69,9	0,2	3,78	3,44	1,46	4,21	72,1	3,5
35TH25U3-5	48,4	-	3,42	-	2,99	-	54,3	-
35TH50U3-5	60,8	-	2,29	-	3,10	-	65,4	-
35TH75U3-5	77,6	-	2,97	-	-1,44	-	78,9	-
45TH60U3-5	70,4	0,6	14,97	2,28	5,91	1,76	77,4	1,9

%20, 25, 35 ve 45 termal seyreltici TiB_2 -H ile %60 BO üre eklenerek üretilen numunelerin boy ve çaptaki değişimi Şekil 4.21’de sunulmaktadır. Boy ve çaptaki değişim TiB_2 -H termal seyreltici oranına göre incelendiğinde, %35 TiB_2 -H değerinin uygun olduğu görülmektedir (Şekil 4.21 (a) ve (b)).



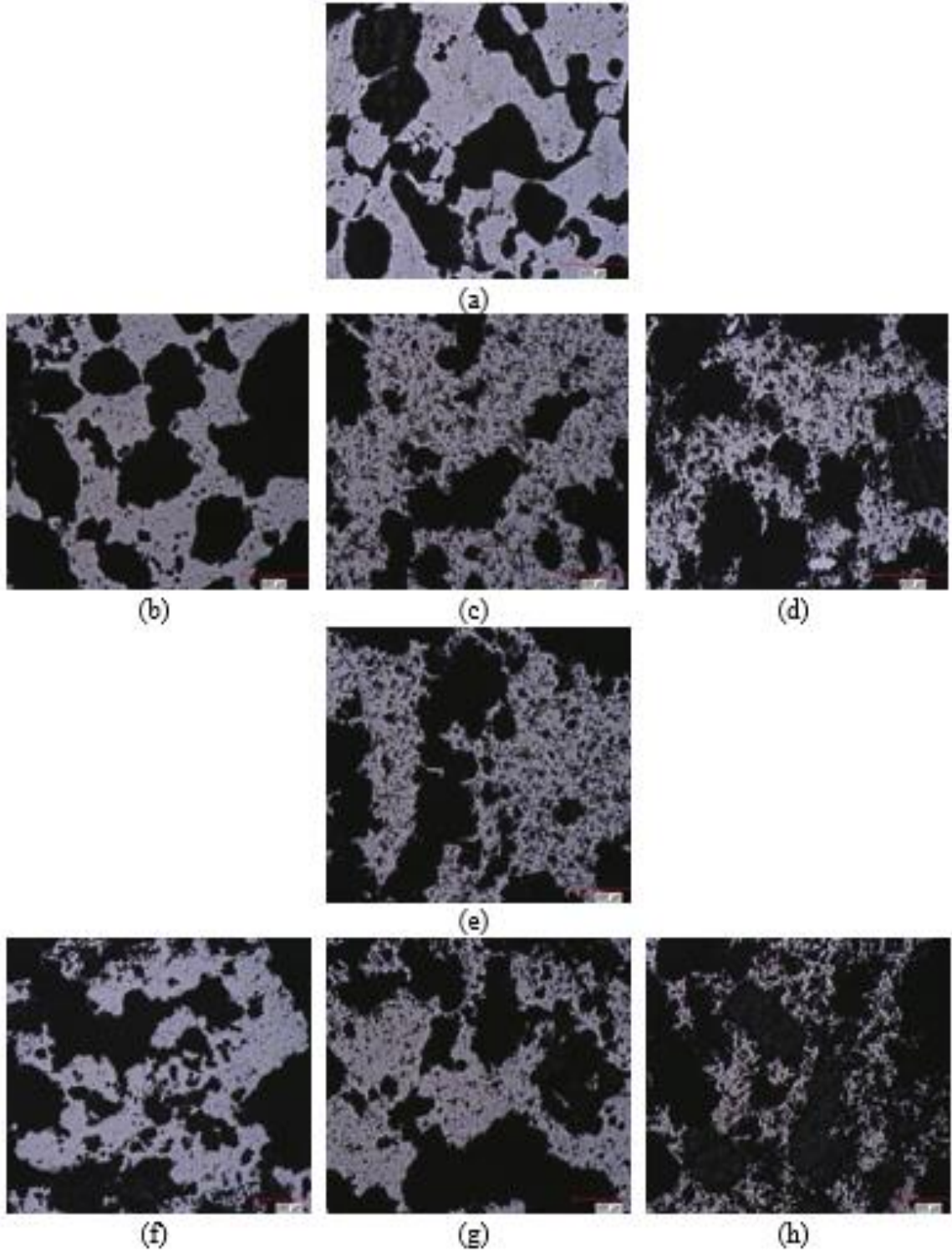
(a)



(b)

Şekil 4.21. %20, 25, 35 ve 45 termal seyreltici TiB_2 -H ve %60 BO üre ile üretilen parçaların HYS sırasında **a)** boy ve **b)** çaptaki değişimleri

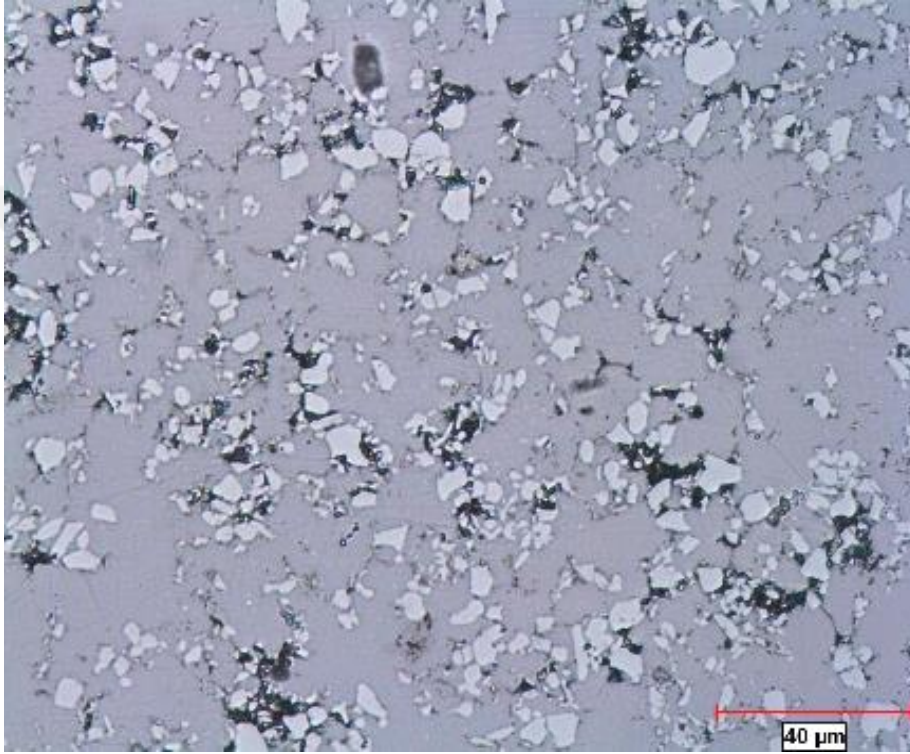
Karışım içinde TiB_2 -H oranı arttıkça gözeneklilik (Şekil 4.22) artmıştır. BO oranının artması ile birlikte gözenekliliğin daha da arttığı Şekil 4.22 görülmektedir.



Şekil 4.22. TiB_2 -H termal seyreltici ve BO üre ile üretilen numunelerin OM görüntüleri **a)** 20TH60U3-5, **b)** 25TH25U3-5, **c)** 25TH50U3-5, **d)** 25TH60U3-5, **e)** 30TH60U3-5, **f)** 35TH20U3-5, **g)** 35TH40U3-5 **h)** 35TH60U3-5 (50x)

4.1.6.2. Mikroyapı

%25 TiB₂-H termal seyreltici ve %60 BO üre ile üretilmiş olan bir parçanın mikroyapı görüntüsü Şekil 4.23'te sunulmaktadır. Burada, hücre duvarının yapısı görülmektedir. Bu yapıda açık renkli olarak görülen köşeli partiküller TiB₂-H partikülleridir. Yöntem bölümünde gösterildiği gibi, boyutları 10 mikron civarındadır. Eklenen TiB₂-H partiküllerinin, oluşan NiAl tanelerinin sınırlarında bulunduğu görülmektedir. Bu durumun dayanımın azalmasına neden olabileceği düşünülmektedir. Siyah bölgeler ikincil gözenektir ve boyutları 10-20 mikron civarında olduğu anlaşılmıştır.



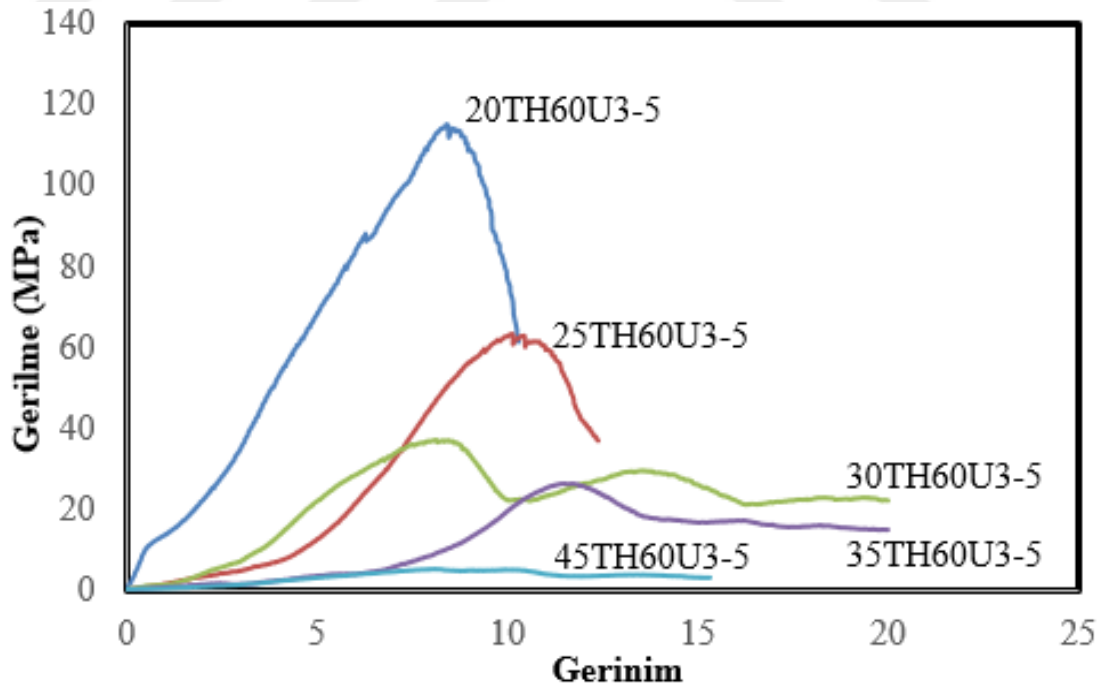
Şekil 4.23. %25 TiB₂-H termal seyreltici ve %60 BO üre ile üretilmiş olan bir parçanın mikroyapı görüntüsü

4.1.6.3. Mekanik özellikler

Termal seyreltici TiB₂-H tozu ve BO üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların basma akma dayanımı ve mikrosertlik değerleri Çizelge 4.6'da sunulmuştur. Aynı oranda BO üre içeren parçaların dayanım değerleri kıyaslandığında, artan termal seyreltici oranı ile dayanımın azaldığı görülmektedir. %60 üre içeren parçaların gerilme-gerinim diyagramlarında bu durum görülmektedir (Şekil 4.24).

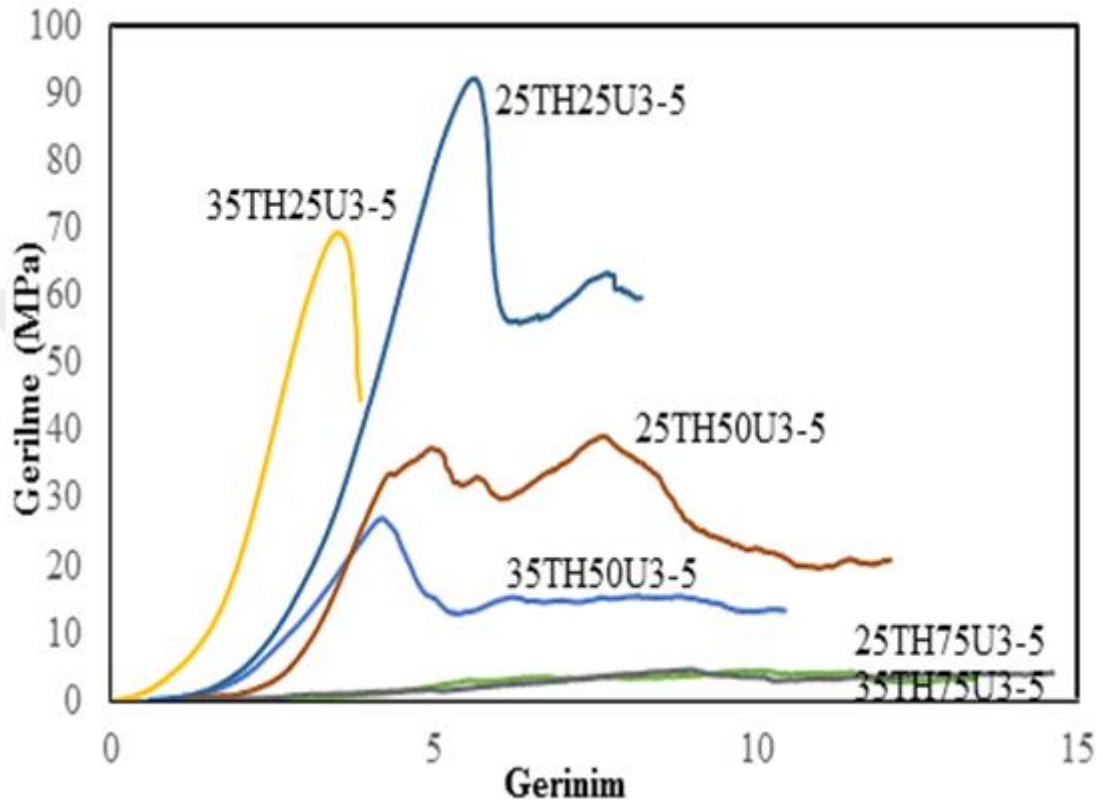
Çizelge 4.6. Termal seyreltici TiB_2 -H tozu ve BO üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların basma akma dayanımı ve mikrosertlik değerleri

Numune Kodu	TiB_2 -H (%)	Dayanım (MPa)	SS (MPa)	Mikrosertlik ($HV_{0,2}$)	SS ($HV_{0,2}$)
20TH60U3-5	20	92,9	31,6	368,0	46,7
25TH25U3-5	25	92,3	-	276,8	53,4
25TH60U3-5	25	66,2	6,7	-	-
25TH75U3-5	25	6,1	-	-	-
30TH60U3-5	30	49,9	19,8	262,4	184,3
35TH20U3-5	35	95,7	-	-	-
35TH40U3-5	35	42,3	-	-	-
35TH60U3-5	35	28,4	11,2	-	-
35TH25U3-5	35	69,4	-	162,1	22,5
35TH50U3-5	35	27	-	-	-
35TH75U3-5	35	2,5	-	-	-
45TH60U3-5	45	3,4	3,3	-	-



Şekil 4.24. %20, 25, 30, 35 ve 45 seyreltici TiB_2 ve %60 BO üre ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafiği

%25 TiB₂ ve %25, %50 ve %75 BO üre ilavesi ile, %35 seyreltici TiB₂ ve %25, %50 ve %75 BO üre ilavesi ile üretilen numunelerin mukavemeti karşılaştırıldığında %25 TiB₂ ilavesi ile üretilen numunelerin mukavemetinin daha fazla olduğu görülmektedir (Şekil 4.25). Bunun sebebi ulaşılan adyabatik sıcaklıkla ilgilidir. TiB₂ seyreltici oranı %25'ten %35'e çıkarıldığında ulaşılan adyabatik sıcaklık düşmekte, buna bağlı olarak dayanım azalmaktadır.



Şekil 4.25. %25 ve 35 seyreltici TiB₂ ve %25, 50 ve 75 BO üre ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafiği

BO üre oranları farklı olarak %20, 25, 30 ve 35 seyreltici TiB₂ kullanılarak üretilen numunelerin mikrosertlik değerleri sırasıyla 368±46, 276±53, 262±184 ve 162±22 HV_{0.2}'dir. TiB₂-H oranının artmasıyla mikrosertlik değerlerinde azalma görülmüştür.

Boşluk oluşturucu oranları aynı olmasa da numuneler kıyaslandığında, artan termal seyreltici oranı ile mikrosertlik değerlerinin azaldığı görülmüştür. Bu durumun, azalan adyabatik sıcaklık sonucunda sinterlenmenin zayıflamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.1.7. TiB₂-H ve NaCl Boşluk Oluşturucu ile Yapılan Deneyler

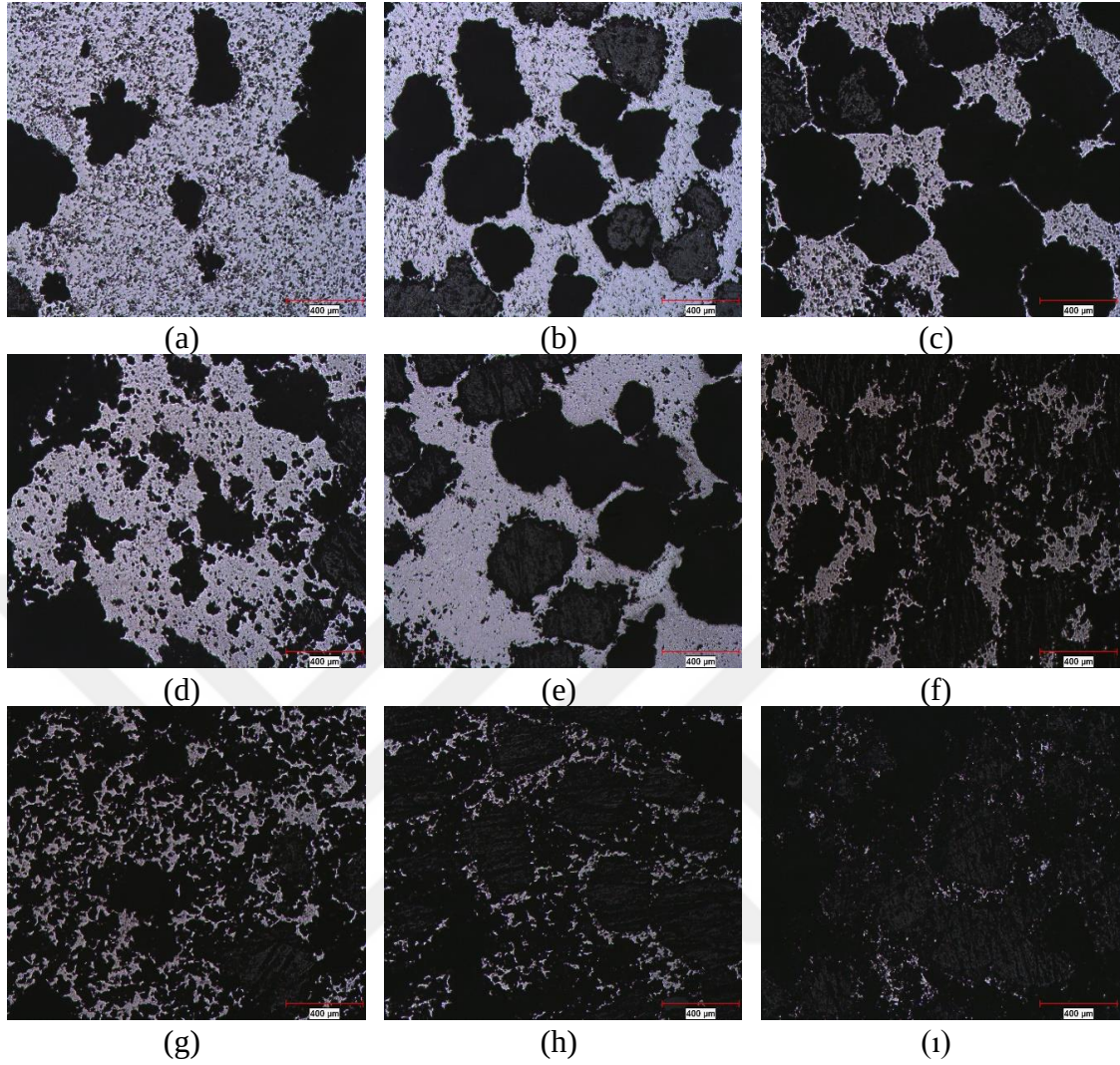
4.1.7.1. Makroyapı

Çizelge 4.7'de termal seyreltici TiB₂-H tozu ve BO NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişimleri sunulmaktadır. %25 termal

seyreltici TiB₂-H içeren parçalarda genellikle boyut küçülmesi olduğu görülmüştür. %35 TiB₂-H içerenlerde ise daha az oranda boyutta büyüme olmuştur. Katmanlı parçaların üretimi için, farklı BO oranlarında en az miktarda boyut değişimi meydana gelen bileşimlerin kullanılması daha uygun olmaktadır.

Çizelge 4.7. Hazır TiB₂ tozu ve boşluk oluşturu NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune Kodu	HÖG (%)	BD (%)	ÇD (%)	HSG (%)
25TH20N3-5	50,10	-6,75	-0,88	46,20
25TH40N3-5	59,20	-7,09	-6,75	50,70
25TH60N3-5	69,80	-5,84	-6,34	64,10
25TH25N3-5	48,80	1,37	0,123	51,10
25TH50N3-5	64,00	-6,46	-6,13	56,50
25TH75N3-5	78,20	-1,88	-3,281	78,10
35TH25N3-5	50,40	2,13	5,54	57,10
35TH50N3-5	62,30	1,60	0,985	64,60
35TH75N3-5	80,60	0,04	-0,88	82,00



Şekil 4.26. TiB₂-H termal seyreltici ve BO NaCl ile üretilen numunelerin OM görüntüleri **a)** 25TH20N3-5, **b)** 25TH40N3-5, **c)** 25TH60N3-5, **d)** 25TH25N3-5, **e)** 25TH50N3-5, **f)** 25TH75N3-5, **g)** 35TH25N3-5, **h)** 35TH50N3-5, **ı)** 35TH75N3-5 (50x)

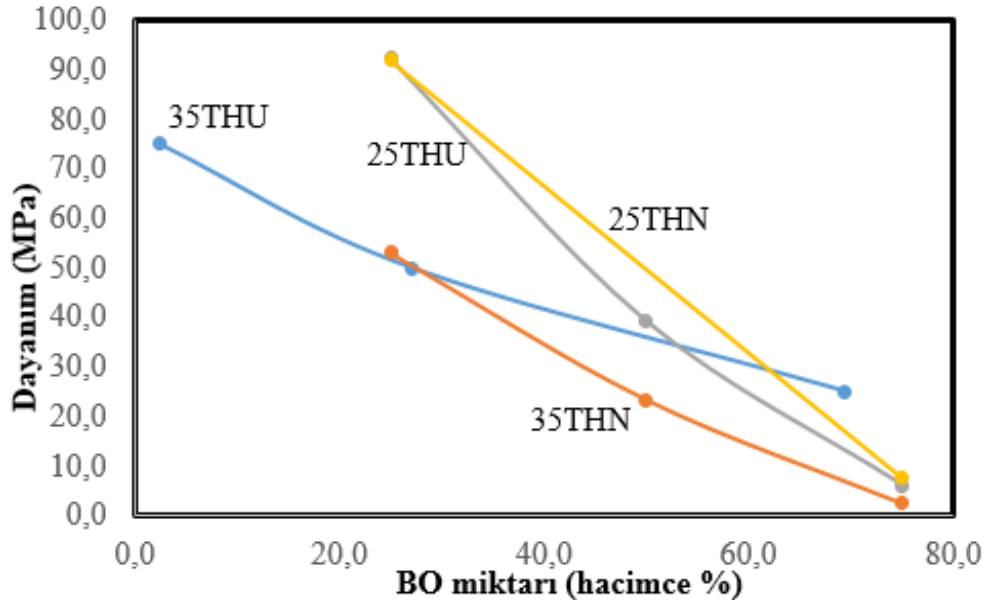
Bu bölümde üretilen parçaların mikroyapılarının, TiB₂-H termal seyreltici ve BO üre ile önceki bölümde üretilmiş olan parçalarla aynı olduğu görülmüştür.

4.1.7.2. Mekanik testler

Şekil 4.27’de ve Çizelge 4.8’de %25 termal seyreltici TiB₂-H ve %20, %40, %50, %60 ve %75 BO NaCl ilavesi ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim değerleri sunulmaktadır. Aynı oranda BO NaCl içeren parçalar kıyaslandığında, artan termal seyreltici TiB₂-H oranı ile, dayanım değerlerinin azaldığı görülmektedir (Şekil 4.27).

Çizelge 4.8. Hazır TiB_2 tozu ve boşluk oluşturu NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların basma akma dayanımı değerleri

Numune Kodu	TiB_2 -H (%)	Dayanım (MPa)	Mikrosertlik ($HV_{0,2}$)	SS ($HV_{0,2}$)
25TH20N3-5	25	312,7	-	-
25TH40N3-5	25	141,3	-	-
25TH60N3-5	25	63,5	-	-
25TH25N3-5	25	91,8 çatlak var	252,5	67,1
25TH50N3-5	25	99,2	-	-
25TH75N3-5	25	7,6	-	-
35TH25N3-5	35	53 çatlak var	147,2	34,8
35TH50N3-5	35	23,5	-	-
35TH75N3-5	35	2,6	-	-



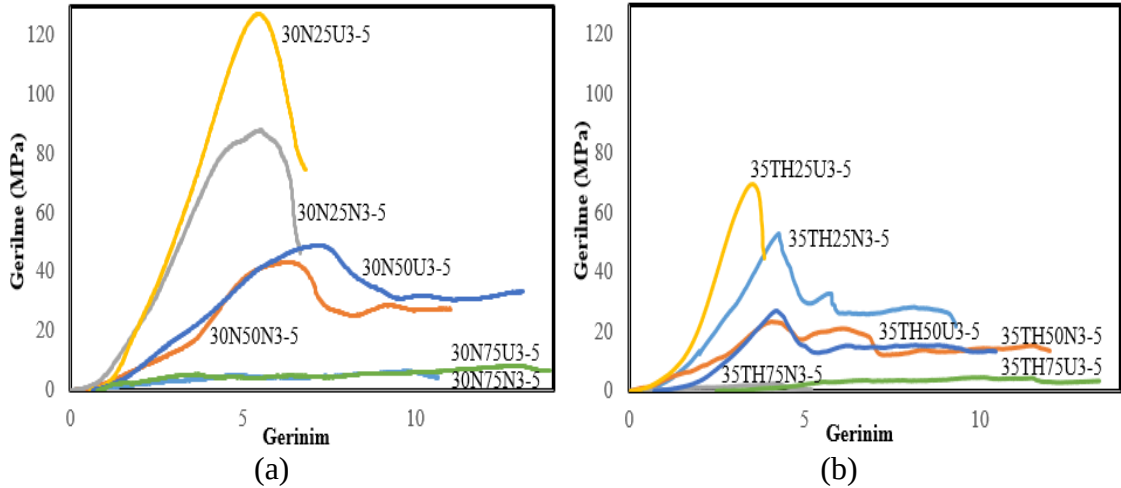
Şekil 4.27. %25 ve 35 TiB_2 -H termal seyreltici ile üretilmiş olan parçaların BO üre ve NaCl oranlarına göre dayanım değerleri

BO NaCl kullanılarak %25, 35 seyreltici TiB₂-H ilaveli numunelerin mikrosertliği de karışım içerisinde TiB₂-H oranı arttıkça azalmıştır. %25 BO NaCl ile %25, 35 seyreltici TiB₂-H kullanılarak üretilen numunelerin mikrosertlik değerleri sırasıyla 252±67, 147±34, HV_{0.2}'dir. Sert TiB₂ fazının oranı artmasına rağmen sertlik değerlerinin azalması, azalan T_{ad} nedeniyle sinterlenmenin daha az olmasından kaynaklanmış olabilir.

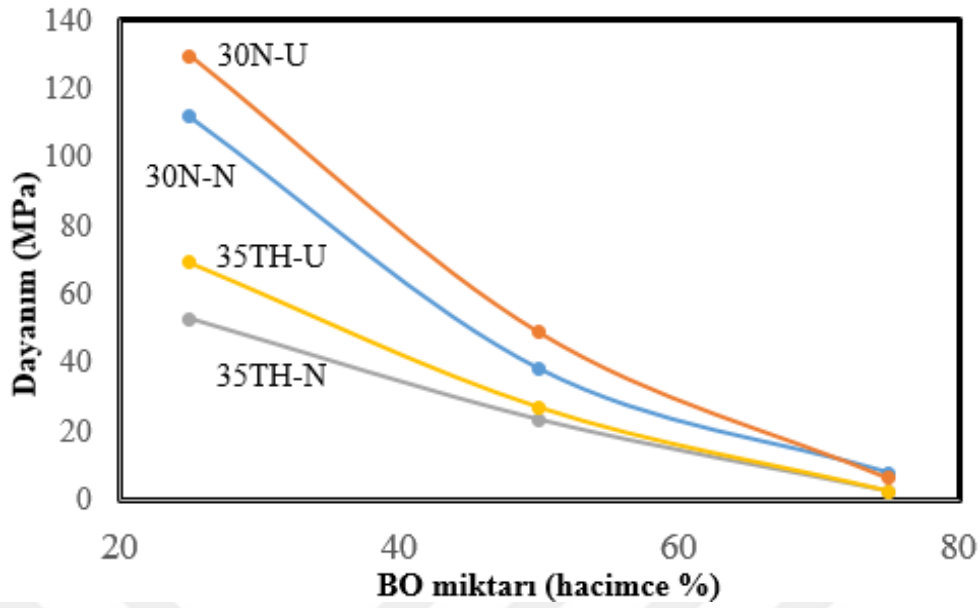
HYS sırasındaki boyut değişimlerinin az olması ve dayanım değerlerinin daha fazla TiB₂-H termal seyreltici içeren parçalardan daha yüksek olması nedeniyle, TiB₂-H termal seyreltici için en uygun oranın %30 ve 35 olduğuna karar verilmiştir. HYS sırasındaki boyut değişiminin az olması, FDM parçaların üretiminde farklı katmanların boyut değişimlerinin ve katmanlar arası uyumsuzluğun en aza indirilmesi için önem taşımaktadır. Bu nedenle %35 oranı daha uygun olabileceği sonucuna varılmıştır.

4.1.8. Termal seyreltici türünün mekanik özelliklerdeki etkisinin karşılaştırılması

Seyreltici olarak kullanılması gereken optimum NiAl-H oranı %30, TiB₂-H oranı ise %30 veya 35 olarak belirlenmiştir. Boşluk oluşturucu olarak NaCl ve üre kullanılmıştır. %30 NiAl-H ve %35 TiB₂-H termal seyreltici kullanılarak üretilen parçaların dayanımları Şekil 4.28 ve 4.29'da gösterilmiştir. 30 NiAl-H ile üretilen parçaların dayanım değerlerinin daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu durumun bir nedeninin, Şekil 4.25'te gösterildiği gibi, eklenmiş olan TiB₂-H partiküllerinin, NiAl tane sınırlarında bulunması olabileceği düşünülmektedir. BO üre kullanarak elde edilen dayanımlar bazı bileşimlerde daha yüksek olmuştur. BO türünün etkisi Bölüm 4.4'te incelenmektedir.



Şekil 4.28. a) %30 NiAl-H ve %25, %50, %75 NaCl veya üre ilaveli **b)** %35 TiB₂-H ve %25, %50, %75 NaCl veya üre ilaveli üretilen numunelerin gerilme-gerinim grafikleri



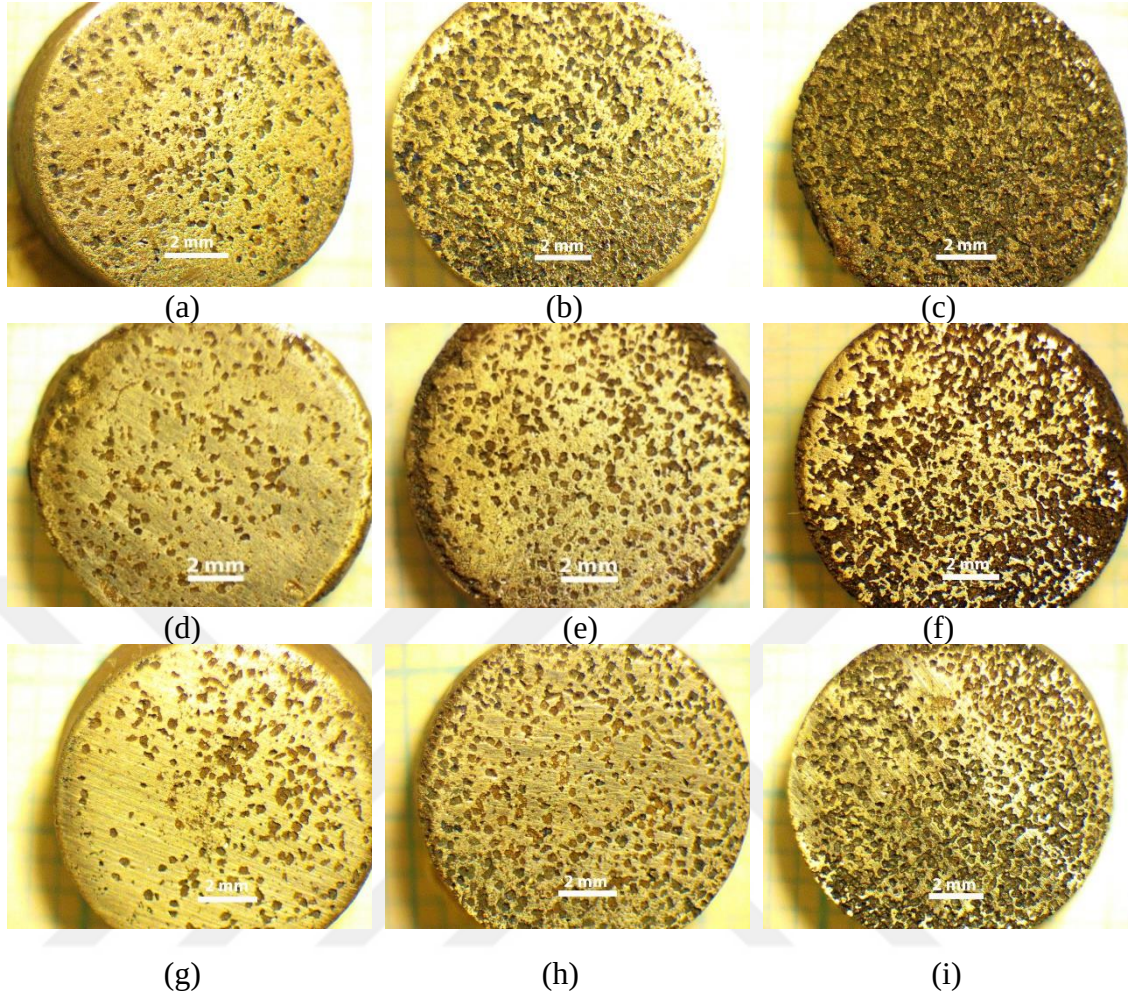
Şekil 4.29. %30 seyreltici NiAl ve %25, %50, %75 NaCl ile üre ilaveli ve %35 seyreltici TiB₂-H %25, %50, %75 NaCl ile üre ilaveli üretilen numunelerin dayanım değerleri

4.2. Soğuk Pres Basıncının Etkisi

Önceki bölümde uygun termal seyreltici NiAl-H oranı %30 olarak belirlenmiştir. Bu bölümde, bu değer kullanılarak ham parçaların üretilmesi için soğuk presleme basıncının belirlenmesi amacıyla deneyler gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla Ni+Al+NiAl-H+üre kullanılarak 50, 100 ve 200 MPa soğuk pres basıncı uygulanmış ve ham parçalar üretilmiştir. Bu bölümde, numune kodlarının başında belirtilen sayılar, uygulanan soğuk pres basıncını belirtmektedir. Soğuk pres basıncının artmasının temel sonucu, ham parçanın bağıl yoğunluğunun artmasıdır. Bu bölümde yapılan deneylerde boşluk oluşturu boyutu sabit tutulmuştur ve (BO) olarak 150-300 mikron boyut aralığına sahip üre kullanılmıştır. Sonraki bölümde BO boyut ve oranının etkisi ayrıntılı şekilde incelenecektir. Presleme sonrasında parçalar suda bekletilerek üre parçacıkları çözündürülmüştür. Kurutulan parçalara HYS uygulanarak gözenekli NiAl parçalar üretilmiştir ve karakterize edilmiştir.

4.2.1. Makroyapı

50, 100 ve 200 MPa soğuk pres basıncı uygulanarak ve %20, 40 ve 60 oranlarında üre ile üretilmiş olan parçaların stereo mikroskopla elde edilmiş olan makro görüntüleri Şekil 4.30'da sunulmaktadır. Gözeneklerin genelde homojen şekilde dağıldığı ve artan üre miktarı ile gözenek oranının arttığı belirlenmiştir. Tüm sistemlerdeki parçaların şekillerini koruduğu görülmektedir. Bununla birlikte, gözenek şekil ve boyutlarının da muhafaza edildiği anlaşılmıştır. Kullanılmış olan %30 oranındaki termal seyreltici NiAl-H tozunun bu kapsamda faydalı olduğu görülmüştür.



Şekil 4.30. Farklı soğuk pres basıncıyla üretilen numunelerin makroyapı görüntüleri **a)** 50M30N20U1,5-3, **b)** 50M30N40U1,5-3, **c)** 50M30N60U1,5-3, **d)** 100M30N20U1,5-3, **e)** 100M30N40U1,5-3, **f)** 100M30N60U1,5-3, **g)** 200M30N20U1,5-3, **h)** 200M30N40U1,5-3, **i)** 200M30N60U1,5-3

Ni+Al karışımına %30 oranında NiAl-H ve %20, 40 ve 60 oranlarında BO üre eklenerek farklı basınçlarda (50, 100 ve 200 MPa) üretilmiş olan ham parçalara ait bulgular Çizelge 4.9’da sunulmaktadır.

Üretilen tüm ham parçalarda toplam gözenek oranının eklenen üre oranından bir miktar fazla olduğu Çizelge 4.9’da görülmektedir. Bu fark, artan BO üre oranı ile azalmaktadır. HYS öncesi uygulanan basınç miktarı arttıkça gözenek miktarlarında azalma meydana gelmiştir. HYS den sonra ise tüm numunelerin ortalama gözenekliliğinde az oranda artış gözlemlenmiştir. Bunun sebebinin reaktan ve ürün fazları arasındaki yoğunluk farkından dolayı ikincil gözeneklerin oluşumu olduğu düşünülmektedir.

HYS sonrasında, 50 MPa basınçla preslenmiş olan parçaların toplam gözenek oranının 100 ve 200 MPa basınçla preslenmiş olan parçalardan az oranda daha yüksek olduğu anlaşılmıştır. 100 ve 200 MPa ile preslenen parçaların HYS sonrası toplam gözeneklilik oranlarının benzer değerlere ulaştığı görülmektedir. Bu durum, bu tezdeki

sonraki deneylerde 100 MPa soğuk presleme basıncın tercih edilmesinin nedenlerinden birisi olmuştur.

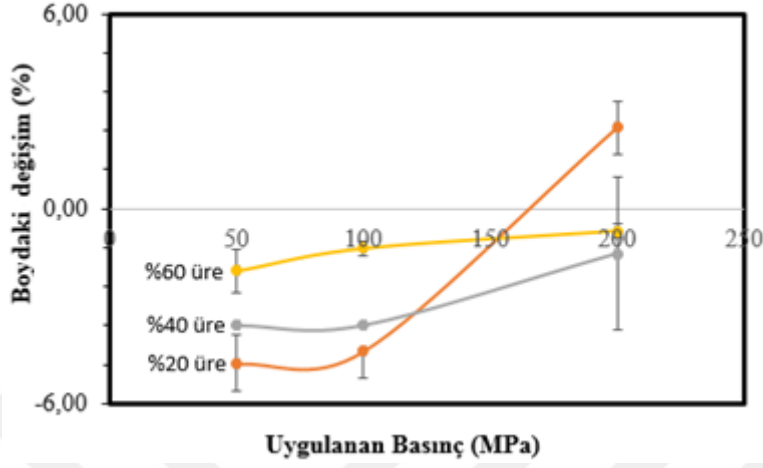
Çizelge 4.9. %30 NiAl-H tozu ve %20, %40 ve %60 oranlarında boşluk oluşturuca üre (150-300 mikron) kullanılarak farklı basınçlarda (50 MPa, 100MPa, 200MPa) üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
50M30N20U1,5-3	46,2	0,1	-4,79	0,93	-3,33	0,47	47,5	0
50M30N40U1,5-3	55,4	0,3	-3,60	0,03	-1,63	0,03	58,4	0,3
50M30N60U1,5-3	67,3	0,1	-1,91	0,67	-2,44	1,75	69,8	1,3
Standart Sapma			1,45		0,85			
100M30N20U1,5-3	41,1	0,4	-4,40	0,08	-1,94	0,29	44,5	0,4
100M30N40U1,5-3	51,9	0,1	-3,59	0,06	-1,46	0,73	55,1	0,2
100M30N60U1,5-3	62,1	0,3	-1,22	0,21	-0,57	0,52	66,9	1,5
Standart Sapma			1,65		0,69			
200M30N20U1,5-3	34,3	0,2	2,49	0,83	-0,25	1,56	44,2	2,1
200M30N40U1,5-3	47,4	0,2	-1,38	2,34	2,89	2,04	56,2	2,9
200M30N60U1,5-3	62,0	0	-0,69	1,40	-1,08	0,69	66,0	0,3
Standart Sapma			2,06		2,09			

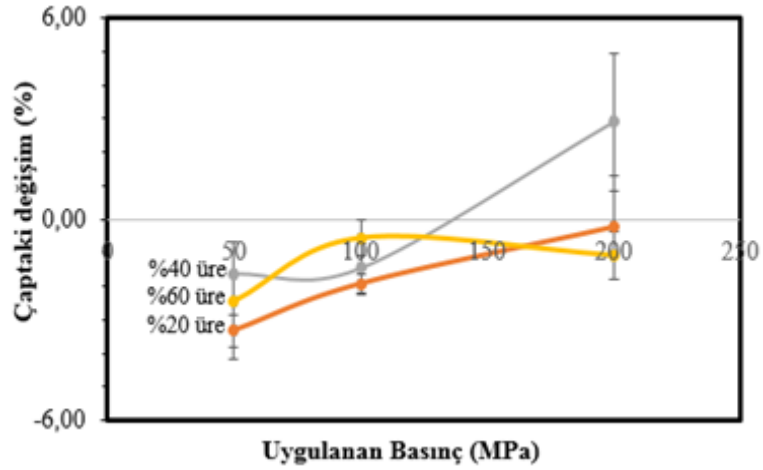
Farklı soğuk pres basıncı uygulanarak üretilmiş olan parçaların boyut değişimleri incelendiğinde, tüm sistemlerde boydaki değişim %4,8'in ve çaptaki değişim %3,3'ün altında olduğu anlaşılmıştır. Bu en büyük boyut değişim değerleri 50 MPa ile preslenen parçalarda meydana gelmiştir.

Parçaların HYS sırasında boy ve çaplarındaki değişim, soğuk pres basıncının bir fonksiyonu olarak Şekil 4.31 (a) ve (b)'de sunulmaktadır. Her iki grafikte de, artan pres basıncı ile, büyük negatif değerlerden sıfıra yaklaşıldığı ve pozitif değerlere geçildiği görülmektedir. 50 ve 100 MPa ile preslenmiş ve farklı oranda BO üre içeren parçalarda boydaki değişim değerleri, 200 MPa ile preslenmiş parçalardakine göre birbirine daha yakındır. Bu durum Çizelge 4.9'da her basınç değeri için verilen standart sapma

değerlerinden de anlaşılmaktadır. Çaptaki değişim değerleri incelendiğinde ise, farklı oranda üre içeren parçalarda mutlak değer olarak en küçük ve birbirine en yakın değerler 100 MPa ile preslenen parçalarda olmuştur. Bu bulgular, bu tezdeki sonraki deneylerde 100 MPa soğuk presleme basıncının tercih edilmesinin nedenlerinden ikincisi olmuştur.



(a)

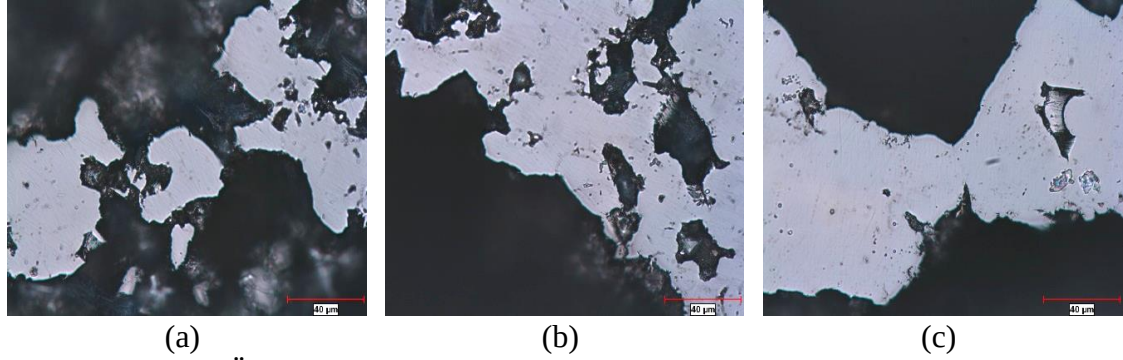


(b)

Şekil 4.31. %30 NiAl-H ve %20, 40 ve 60 oranlarında BO üre kullanılarak 50, 100 ve 200 MPa soğuk pres basıncı ile üretilmiş olan numunelerin HYS sırasında **a)** boy ve **b)** çaptaki % değişimleri

4.2.2. Mikroyapı

50, 100 ve 200 MPa basınçla soğuk preslenmiş olan ve %40 oranında BO üre ile üretilmiş olan parçaların mikroyapı görüntüleri Şekil 4.32 (a), (b) ve (c)'de sırasıyla sunulmaktadır. Mikroyapı incelemelerinde, 50 MPa basınçta preslenmiş olan parçanın HYS sonrası yapısında hücre duvarlarının birbirine daha az oranda bağlandığı ve süreksizliklerin olduğu görülmüştür. 100 ve 200 MPa ile preslenmiş olan parçalarda hücre duvarlarının daha sürekli ve daha az gözenekli olduğu anlaşılmıştır. Bu gözlem, Çizelge 4.9'da verilen HYS sonrası gözenek oranları ile uyushmaktadır.



Şekil 4.32. Üretilen numunelerin mikroyapıları **a)** 50M30N40U1,5-3, **b)** 100M30N40U1,5-3, **c)** 200M30N40U1,5-3 (500x)

4.2.3. Mekanik testler

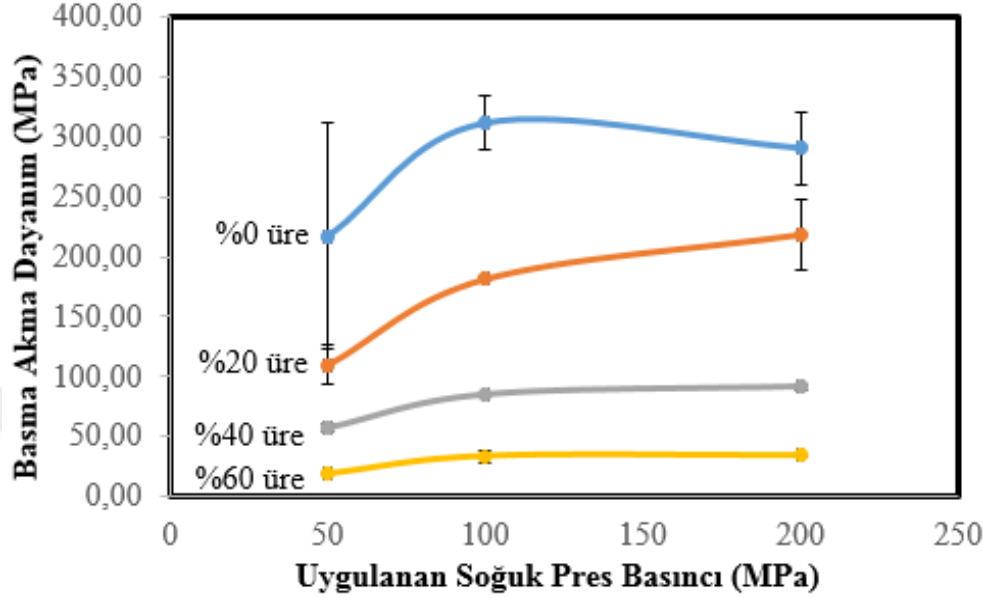
Çizelge 4.10’da %30 NiAl-H tozu ve %20, 40 ve 60 oranlarında BO üre (150-300 mikron) kullanılarak farklı basınçlarda (50, 100, 200 MPa) soğuk preslenmiş ve HYS uygulanmış olan numunelerin dayanım ve mikrosertlik değerleri sunulmaktadır. Uygulanan her basınç grubunda, üre miktarının artmasıyla, gözenek miktarı artmıştır ve buna bağlı olarak dayanımın azaldığı görülmüştür. Aynı oranda BO üre içeren numuneler, farklı basınçta soğuk preslendiğinde ise, artan pres basıncı ile dayanımın arttığı görülmüştür (Şekil 4.33).

Çizelge 4.10. %30 NiAl-H tozu ve %20, 40 ve 60 oranlarında BO üre (150-300 mikron) kullanılarak farklı basınçlarda (50, 100 ve 200MPa) soğuk preslenmiş ve HYS uygulanmış olan numunelerin dayanım ve mikrosertlik değerleri

Numune Kodu	NiAl-H (%)	Dayanım (MPa)	SS (MPa)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	SS (HV _{0,2})
50M30N20U1,5-3	30	109,9	16,9	210,1	56,9
50M30N40U1,5-3	30	56,9	3,1	-	-
50M30N60U1,5-3	30	18,7	0,2	-	-
100M30N20U1,5-3	30	181,7	1,6	224,3	49,8
100M30N40U1,5-3	30	84,6	0,7	-	-
100M30N60U1,5-3	30	33,4	5,0	-	-
200M30N20U1,5-3	30	218,8	29,5	221,1	16,4
200M30N40U1,5-3	30	91,3	2,0	-	-
200M30N60U1,5-3	30	34,1	1,4	-	-

Farklı basınçlar uygulanarak soğuk preslenmiş olan parçalar içerdikleri üre oranlarına göre gruplanarak dayanım değerleri incelendiğinde (Şekil 4.33), soğuk pres basıncının 50 MPa’dan 100 MPa’a çıkması ile dayanım değerlerinde bir artış olduğu anlaşılmaktadır. Soğuk pres basıncının 100 MPa’dan 200 MPa’a çıkmasıyla ise, genelde

daha az oranda artış meydana geldiği görülmektedir. Mikrosertlik değerlerinde de benzer bir eğilim görülmüştür. 100 ve 200 MPa ile soğuk preslenmiş olan parçaların dayanım değerlerinin birbirinden çok farklı olmaması, bu çalışmada sonraki deneylerde 100 MPa soğuk pres basıncının tercih edilmesinin bir diğer nedeni olmuştur.



Şekil 4.33. %30 NiAl-H tozu ve %0, 20, 40 ve 60 oranlarında BO üre (150-300 mikron) kullanılarak farklı basınçlarda (50, 100 ve 200MPa) soğuk preslenmiş ve HYS uygulanmış numunelerin dayanım değerleri

Gao vd. (2015), reaktif sentezi yöntemi ile FeAl intermetalliğini 60- 360 MPa arasında basınçlar uygulayarak üretmişlerdir. Elde edilen gözenekli FeAl intermetaliklerinin gözenek yapısı üzerinde basıncın etkisi incelenmiştir. Üretilen parçalar, 60 dakika 1200 °C'lik bir sinterleme sıcaklığında sinterlenmiştir. Fe ve Al elementleri arasındaki Kirkendall etkisinden dolayı, Al atomları Fe atomlarından daha hızlı yayıldığından Al elementinin difüzyon yönü boyunca çok sayıda gözenek üretilmektedir. Ayrıca saf Al'in akma dayanımının Fe'den daha düşük olduğundan dolayı Al parçacıkları plastik deformasyona uğrayıp Fe parçacıkları boyunca küresel veya küreselden düzensiz şekle dönüşmektedir. Basıncın 60 MPa'dan 360 MPa'ya artırıldığında maksimum gözenek boyutunun %33,7 oranında azaldığı görülmüştür. Basıncın artırılmasıyla parçacıklar arası gözeneklerin ve element difüzyon mesafesini azaltabileceği bunun sonucunda da katı ve sıvı reaksiyon derecesinin değişmesine neden olabileceği bildirilmiştir. Reaktif sentezle üretilen gözenekli FeAl intermetaliklerinin açık gözenekliliği, maksimum gözenek boyutu ve geçirgenliğinin artan basınçla azaltılabileceği sonucuna varılmıştır.

Gözenekli malzeme üretiminde, malzemenin gözenekliliği ve gözenek boyutu artan basınçla azalmaktadır (Gülsoy ve German 2008; Dessai vd. 2013). Bu çalışmada, Şekil 4.33'te 50,100 ve 200 MPa basınç uygulanarak üretilen numuneler incelendiğinde, 200MPa'lık basınç ile üretilen numunelerin gözenekliliğinde 50MPa'lık basınç ile üretilen numunelere göre gözenekliliğinde azalma meydana geldiği görülmüştür. Benzer şekilde 50 MPa ile 100 MPa basınç ile üretilen numunelerin gözenekliliği ele alındığında

100 MPa ile üretilen numunelerin gözenekliliği 50 MPa'a göre daha azdır. Malzeme üretiminde uygulanan basınç gözenekliliği, gözeneklilikte üretilen malzemenin dayanımını etkilemiştir. Şekil 4.33'te gösterildiği gibi üretilen parçaların dayanımları göz önüne alındığında 200 MPa ile üretilen parçanın dayanımı en fazla olandır. Bu çalışmada fonksiyonel dereceli malzemelerin üretimi amaçlandığından üretilen parçaların boy ve çaptaki değişimleri de önemli olduğundan ve 200 MPa basınç ile üretilen numunenin basma dayanımı değerine yakın sonuç verdiğinden dolayı 100MPa'lık basınç ile malzeme üretimi tercih edilmiştir.

4.3. Boşluk Oluşturucu Boyut ve Miktarının Etkisi

Bu çalışmada, boşluk tutucu yöntemiyle HYS ile gözenekli NiAl malzemeler üretilmiştir. HYS sırasında numunelerin şeklini kontrol etmek için seyreltici olarak NiAl-H kullanılmıştır. NiAl'de boşluk tutucu olarak hacimce %20, 40, 60 ve 75 oranlarında üre partikülleri Reaksiyon (17)'ye göre kullanılmıştır. Ayrıca 150-300 µm, 300-500 ve 500-800 µm olmak üzere 3 farklı partikül boyutu aralığında üre partikülleri kullanılmıştır.

Elde edilen malzemeler yüksek sıcaklıkta ısı yalıtımı, yüksek sıcaklıkta filtrasyon ve ayrıştırma için kullanılma potansiyeline sahiptir. Gözenekli intermetalik malzemeler, daha önce de belirtildiği gibi, arzu edilen özelliklerin kombinasyonlarından dolayı büyük ilgi görmektedir. Gözenek boyutu, gözenek miktarı ve diğer özellikler arasındaki ilişkiyi anlamak ve ölçmek, bu tür malzemelerin devam eden gelişimi için esastır. Literatürde, gözenekli NiAl oluşumu ile ilgili kapsamlı çalışmalar olmasına rağmen (Cui vd. 2012; Shu vd. 2019; Cai vd. 2021; Jie vd. 2011), gözenekli NiAl'in gözenek boyutu ve basınç dayanımı arasındaki sayısal korelasyona ilişkin bir çalışmaya rastlanmamıştır ve gözenekli NiAl'in gözenek miktarı ve basma dayanımı ilişkisi üzerine çalışmalar nadirdir (Jie vd. 2011). Bu nedenle, bu çalışmada elde edilen sonuçlar, gözenekli NiAl'in gözenek miktarı, gözenek boyutu ve basma dayanımı arasındaki nicel ilişkileri belirlemek için kullanılmıştır. Bu amaçla Bal'shin, Hall-Petch, Bhattacharjee ve Gibson-Ashby denklemlerinden yararlanılmıştır (Jie vd. 2011; Jiang vd. 2021; Gao vd. 2015; Jiang vd. 2020; Li vd. 2003; Ternero vd. 2021; Zhao vd. 2014; Ashby vd. 2000)

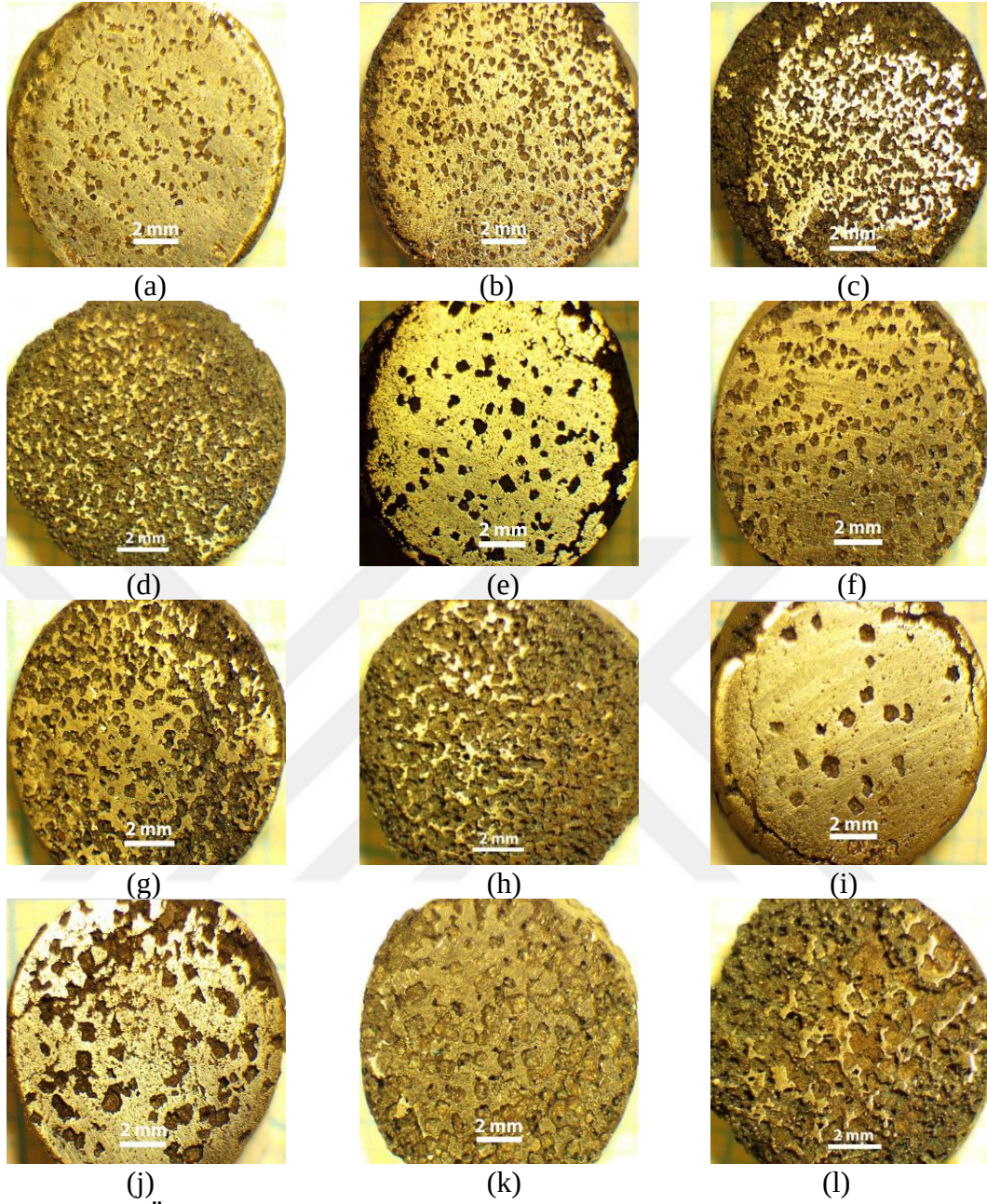
4.3.1. Makroyapı

HYS öncesi ve sonrası peletlerin ortalama toplam gözeneklilik değerleri Çizelge 4.11'de gösterilmektedir. Ham numunelerde toplam gözeneklilik miktarı, eklenen üre miktarından daha yüksektir. Bu farklılığın, ham peletlerin Ni+Al kısımlarının (hücre duvarları) soğuk sıkıştırmadan sonra tam olarak yoğun olmamasından ve gözenekli olmalarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Artan Ni+Al miktarı (düşük üre içeriği) ile bu farkın artması bu açıklamaya uygundur. Bu nedenle toplam gözeneklilik, üre partiküllerinin uzaklaştırılmasıyla oluşan birincil gözeneklerin ve hücre duvarlarında bulunan ikincil gözeneklerin toplamıdır. Çizelge 4.11'de, HYS'den sonra tüm numunelerde ortalama toplam gözenekliliğin biraz arttığı görülebilir. HYS sırasında peletin çapı ve yüksekliği genellikle %1-3 oranında azalmasına rağmen, HYS sırasında toplam gözeneklilik artışından reaktan ve ürün fazları arasındaki yoğunluk farkından dolayı ikincil gözeneklerin oluşumunun sorumlu olduğuna inanılmaktadır. Ni+Al karışımı (5.17 g/cm³) ve NiAl (5,9 g/cm³) ortalama yoğunluk değerlerinden HYS sırasında malzeme hacminde %14'lük bir azalma olduğu hesaplanabilir.

Çizelge 4.11. Üre miktarı ve boyutunun bir fonksiyonu olarak HYS öncesi ve sonrası peletlerin ortalama gözeneklilik değerleri (ÖGB: ölçülen ortalama gözenek boyutu)

Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)	ÖGB (µm)	SS (µm)
30N20U1,5-3	41,3	0,4	-5,09	1,19	-2,40	0,82	43,2	2,3	285	41
30N20U3-5	41,3	0,5	-3,75	0,32	-1,00	2,60	45,8	2,4	472	80
30N20U5-8	41,9	0,4	-3,75	0,32	-1,00	2,60	43,9	2,4	635	138
30N40U1,5-3	52,1	0,4	-3,71	0,20	-1,81	0,80	54,9	0,3	293	41
30N40U3-5	52,1	0,3	-5,40	0,66	-2,45	0,58	53,1	1,0	428	86
30N40U5-8	52,4	0,3	-2,18	2,97	-1,87	1,22	54,9	4,0	655	165
30N60U1,5-3	64,7	0,2	-2,62	0,80	-1,79	0,80	67,4	0,5	265	33
30N60U3-5	65,2	0,3	0,31	3,48	-1,51	0,59	68,9	1,3	473	95
30N60U5-8	65,4	0,2	-0,98	3,03	-1,57	0,85	68,6	1,7	654	138
30N75U1,5-3	76,1	0,5	-1,43	0,00	-1,49	1,65	78,8	0,5	263	35
30N75U3-5	74,5	2,2	-1,25	1,59	1,08	2,70	78,2	0,6	457	42
30N75U5-8	71,7	4,7	3,51	5,80	0,00	1,16	76,2	4,4	667	151

Üretilen gözenekli NiAl numunelerinin stereo mikroskop kullanılarak yatay kesitlerinden elde edilen makroyapı görüntüleri Şekil 4.34'te sunulmuştur. Başlangıç karışımına %30 seyreltici NiAl tozu eklenerek üretilen silindirik peletlerde oluşan gözeneklerin orijinal boyut ve şeklini koruyabildiği makro görüntülerde (Şekil 4.34) görülmüştür. Peletlerin çapı ve yüksekliği %1-3 oranında azalma göstermiştir. Seyreltici miktarı az olan numunelerde azalma miktarı çok daha fazla olmuştur. Seyreltici miktarı %10'dan az olduğunda, peletin deformasyonu ve erimesi meydana gelmiştir. Ayrıca üre boyutunun artmasıyla gözenek sayısının azaldığı ve gözeneklerin boyutunun arttığı görülmüştür (Şekil 4.34). Başlangıç karışımının üre içeriğinin artmasıyla gözeneklilik miktarı arttı. %60 ve %75 üre kullanıldığında gözenekler birleşme eğilimindeydi. Bozulmamış ve ayrı gözenekler içeren bir numunenin elde edilmesi için üre içeriğinin üst sınırının %60'tan az olabileceği sonucuna varılabilir.



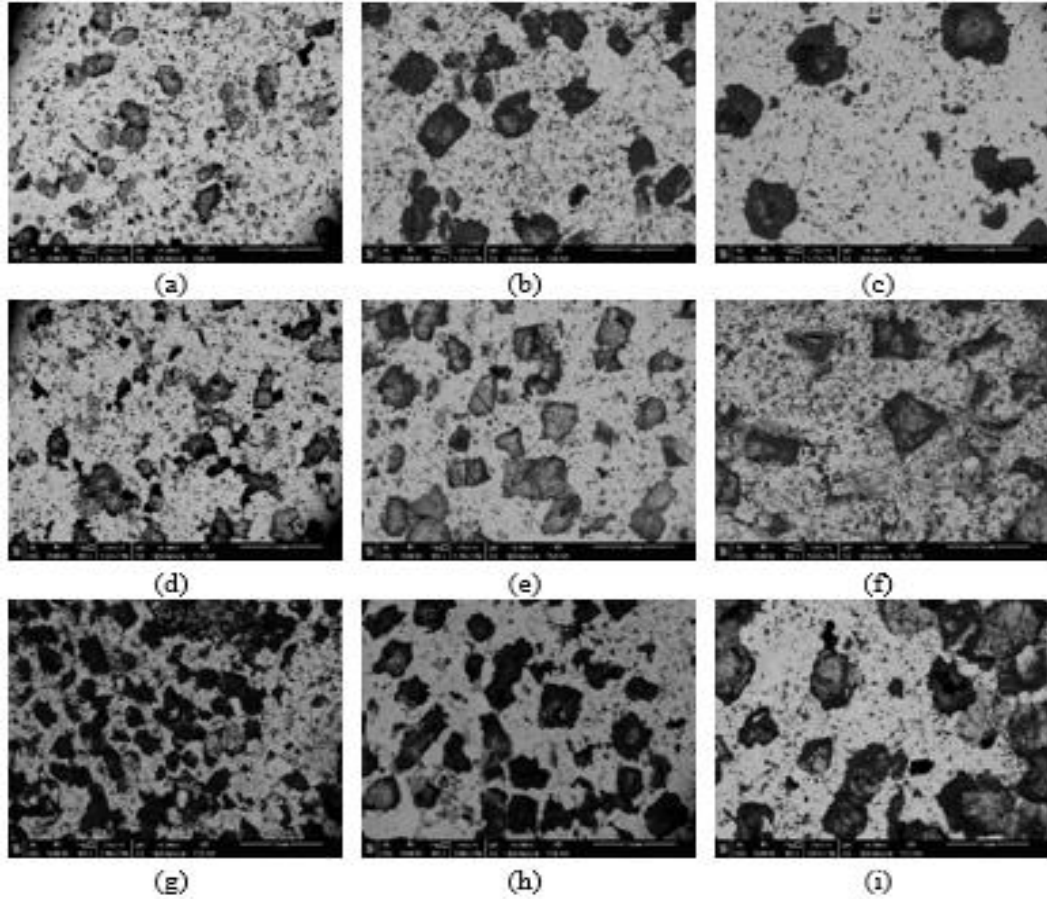
Şekil 4.34. Üretilen numunelerin makroyapıları **a)** 20U1.5-3, **b)** 40U1.5-3, **c)** 60U1.5-3, **d)** 75U1.5-3, **e)** 20U3-5, **f)** 40U3-5, **g)** 60U3-5, **h)** 75U3-5, **ı)** 20U5-8, **j)** 40U5-8, **k)** 60U5-8, **l)** 75U5-8

Seçilen ürün peletleri XRD analizlerine tabi tutulmuş ve numunelerde saf NiAl fazının elde edildiği tespit edilmiştir (Şekil 4.3).

4.3.2. Mikroyapı

300-500 μm boyutlarında %20, 40, 60 üre içeren numunelerin mikroyapı görüntüleri Şekil 4.36'da sunulmuştur. Birincil gözeneklerin çoğunlukla üre partiküllerinin başlangıç boyutunu ve şeklini aldığı görülmüştür. Üre içeriğinin

artmasıyla birincil gözeneklerin miktarının arttığı görülmüştür. İkincil gözenekler, numunelerin hücre duvarlarında açıkça görülebilmektedir. HYS sırasında partiküller üzerinde adsorbe edilen maddelerin buharlaşması, ürünlerin ve reaktanların Kirkendall etkisi ve yoğunluk farkı sonucu olduğu öne sürülmüştür (Shu vd. 2019; Jiang vd. 2021). Ayrıca, reaktan kompaktındaki mevcut gözeneklilik, üründe gözeneklerin oluşmasına neden olmaktadır. Numunelerde beklendiği gibi NiAl miktarının azalması (üre miktarının artması) ile ikincil gözeneklerin miktarı azalmaktadır. Artan üre miktarı ile bu oranın azaldığı görülmüştür.



Şekil 4.35. 300-500 μm boyutunda %20, 40 ve 60 oranında üre içeren NiAl numunelerinin SEM görüntüleri, **a)** 20U1,5-3, **b)** 20U3-5, **c)** 20U5-8, **d)** 40U1,5-3, **e)** 40U3-5, **f)** 40U5-8, **g)** 60U1,5-3, **h)** 60U3-5, **i)** 60U5-8 (100x)

Numunelerin mikroyapısal incelemeleri sırasında birincil gözeneklerin çapları ölçülmüştür. Ortalama birincil gözenek boyutları Çizelge 4.11'de sunulmaktadır. Ölçülen ortalama gözenek boyutu değerleri, kullanılan üre parçacıklarının boyut aralığında olduğu görülmüştür. Bu ortalama gözenek boyutu değerleri, mukavemet ve gözenek boyutu korelasyon hesaplamalarında kullanılmıştır.

4.3.3. Mekanik testler

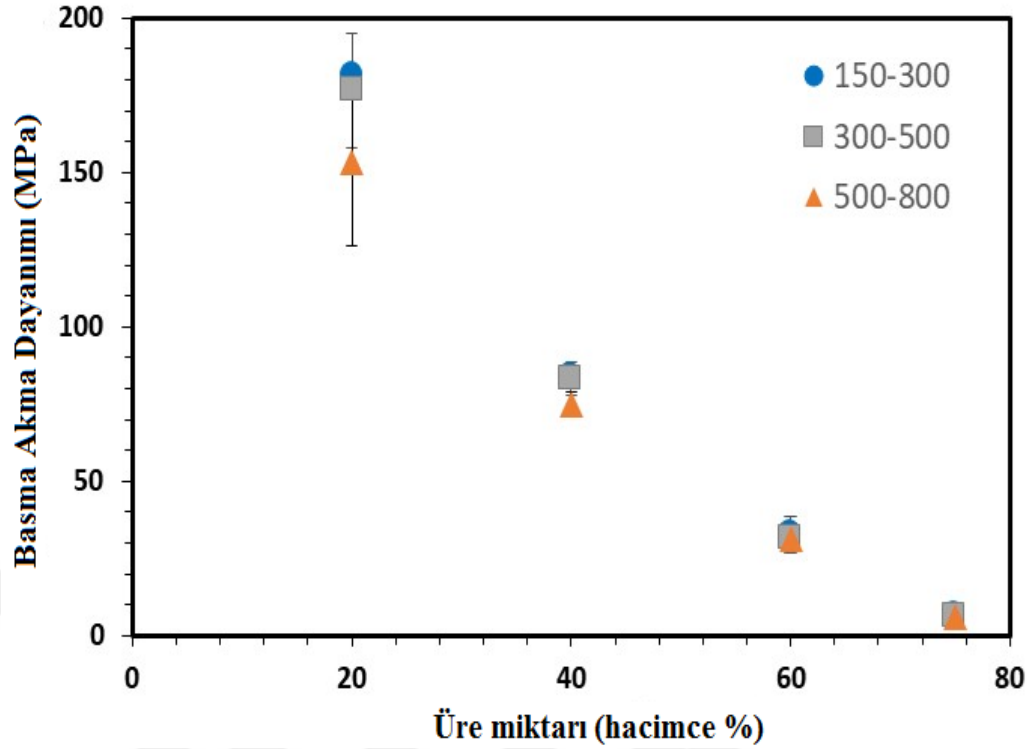
Numunelerin ortalama basma akma dayanımı ve standart sapma değerleri Çizelge 4.12 ve Şekil 4.36'da sunulmuştur. Gözenek miktarındaki artışla birlikte mukavemet değerlerinin azaldığı görülmüştür. Artan gözeneklilik ile yük taşıyan malzeme miktarı

azaldığından bu beklenen bir durumdur. Ek olarak, gözenekler stres yoğunlaştırıcı faktörlerdir. Bu nedenle, miktarlarındaki bir artış kırılma stresini azaltır. Literatürde de benzer sonuçlar elde edilmiştir (Xia vd. 2013; Jian vd. 2015; Jiang ve Gao 2021; Gao vd. 2015; Jiang vd. 2020; Zhao vd. 2014).

Gözenek boyutlarının numunelerin mukavemeti ile ters orantılı olduğu görülmüştür. Bu gözlem, numunelerdeki hücre duvarı kalınlığı ile açıklanabilir. Belirli bir gözenek miktarı için gözenek boyutunun küçülmesi sonucunda gözeneklerin toplam hacmi sabit kalır, ancak daha fazla gözenek oluşumu gerçekleşir. Bu, gözenekler arasındaki hücre duvarı kalınlığının, kaba gözenek boyutundaki duruma göre daha ince olmasına neden olur (Xia vd. 2013). Yine belirli bir gözenek miktarı için, yük taşıyan malzemenin toplam kesiti hem kaba hem de ince gözenek boyutlu malzemelerde aynıdır. Boyut etkisi olarak adlandırılan boyut küçüldükçe malzemenin mukavemetinin arttığı bilinmektedir (Bažant ve Planas 1998). Bu nedenle, hücre duvarlarının toplam kesit alanının sabit olması koşuluyla, daha ince hücre duvarlarına sahip malzemenin, kalın hücre duvarlarına sahip olana göre daha fazla mukavemet gösterdiği önerilebilir. Ayrıca küçük gözenekler, büyük gözeneklere göre daha az stres yoğunlaşma etkisine neden olur (Xu vd. 2012). Hacimce %20 150-300 µm boyutunda üre partikülleri içeren numunede en yüksek mukavemet $181.1 \pm 1,6$ MPa olmuştur. Hacimce %75 500-800 µm boyutunda üre partikülleri içeren numunede en düşük mukavemet $6,0 \pm 1,3$ MPa olarak elde edilmiştir.

Çizelge 4.12. Gözenek boyutu ve gözenek miktarına bağlı olarak numunelerin ortalama basma akma dayanımı ve standart sapma değerleri

Numune Kodu	NİAl-H (%)	Dayanım (MPa)	SS (MPa)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	SS (HV _{0,2})
30N20U1,5-3	30	181,8	1,6	233,8	56,0
30N20U3-5	30	176,6	8,7	229,3	51,3
30N20U5-8	30	153,3	16,8	241,1	56,3
30N40U1,5-3	30	84,6	0,7	-	-
30N40U3-5	30	83,3	5,4	-	-
30N40U5-8	30	75,0	4,0	-	-
30N60U1,5-3	30	33,4	5,0	-	-
30N60U3-5	30	31,6	4,7	-	-
30N60U5-8	30	31,3	2,2	-	-
30N75U1,5-3	30	6,8	0,6	-	-
30N75U3-5	30	6,5	0,1	-	-
30N75U5-8	30	5	0,8	-	-



Şekil 4.36. Üre boyutu ve üre miktarının bir fonksiyonu olarak numunelerin ortalama basma akma dayanımı

4.3.4. Gözenek miktarı ve mukavemet korelasyonu

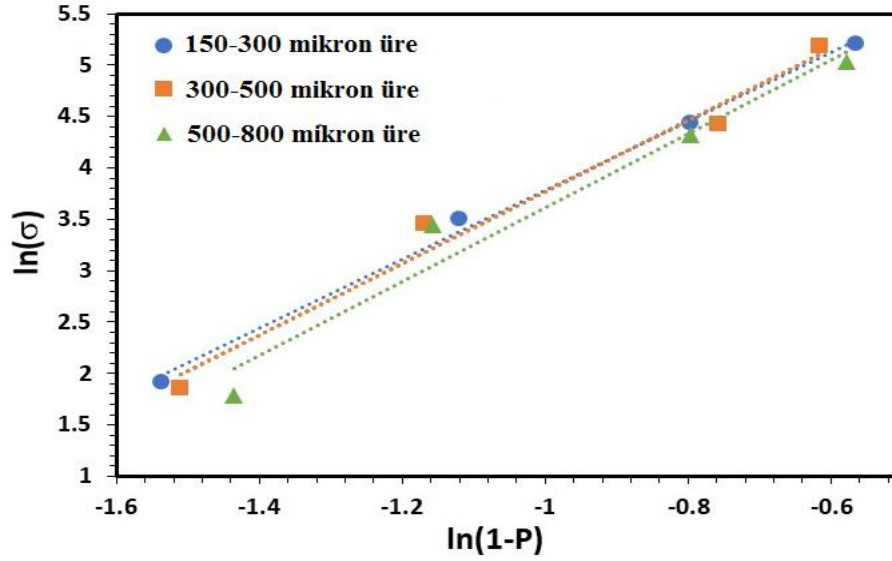
Gözenekli malzemelerin gözenek miktarı (P) ve mukavemetinin (σ) korelasyonunu sağlamak için genellikle Bal'shin denklemi (Archie yasası olarak da bilinir) kullanılır (Denklem 19) (Gao vd. 2015; Li vd. 2003; Ternero vd. 2021).

$$\sigma = \sigma_0 \cdot (1-P)^m \quad (19)$$

σ_0 yoğun maddenin mukavemetini temsil eder ve m bir sabittir (gözenekli malzemeler için yaklaşık 3 olması önerilir (Gao vd. 2015; Li vd. 2003). Bu denklem, her iki tarafın doğal logaritması alınarak kolay hesaplanabilmesi için Denklem (20) olarak ifade edilebilir (Gao vd. 2015; Li vd. 2003).

$$\ln(\sigma) = \ln(\sigma_0) + m \cdot \ln(1-P) \quad (20)$$

Şekil 4.37'de örneklerin $\ln(\sigma)$ ve $\ln(1-P)$ grafikleri verilmiştir. Bu şekilde numuneler, içlerindeki üre partiküllerinin boyut aralığına göre gruplandırılmıştır.



Şekil 4.37. Farklı üre boyut aralığı kullanılarak elde edilen numuneler için Bal'shin denklemine göre deneysel veriler ve lineer uyum

P değerleri Çizelge 4.12'de verilen ortalama gözenek miktarı değerlerinden belirlenmiştir. Kesik çizgiler, doğrusal en iyi çizgileri temsil eder. Doğruların eğimi m sabitini ve y ekseninin kesişimi $\ln(\sigma_0)$ 'ı temsil eder. Bu değerler, lineer denklemin eğri eşleştirmesi belirlenmiştir. Bu nedenle Denklem (19)'daki m ve σ_0 değerleri belirlenmiş ve Çizelge 4.13'te sunulmuştur. R^2 (uyumun doğruluğu), doğrusal model ile deneysel veriler arasındaki ilişkinin doğruluğunu ifade eder. Yüksek R^2 değerlerinden deneysel verilerin bu Bal'shin denklemi modeliyle iyi bir şekilde eşleştiği çıkarılabilir. Denklem (20) ile değişen gözenek miktarlarına sahip üç serideki numunelerin basma akma dayanımının (σ) tahmininde m ve σ_0 değerleri kullanılabilir.

R^2 , doğrusal model ile deneysel veriler arasındaki ilişkinin doğruluğunu ifade eder. Yüksek R^2 değerlerinden deneysel verilerin bu Bal'shin denklemi modeliyle iyi bir şekilde eşleştiği çıkarılabilir.

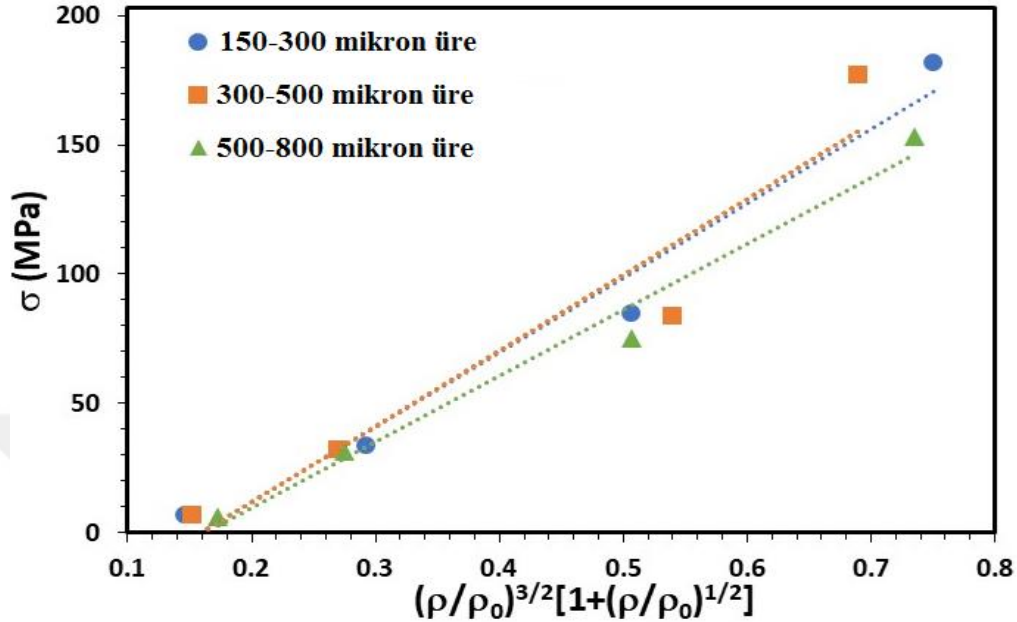
Çizelge 4.13. Şekil 4.38'den hesaplanan eşitlik 20 için m ve σ_0 değerleri

Üre boyutu (mikron)	m	$\ln(\sigma_0)$	σ_0 (MPa)	R^2
150-300	3,35	7,13	1248,9	0,9961
300-500	3,49	7,26	1422,3	0,9785
500-800	3,60	7,21	1352,9	0,9598

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

$$\sigma = \sigma_0 \cdot C \cdot (\rho/\rho_0)^{3/2} [1 + (\rho/\rho_0)^{1/2}] \quad (21)$$

ρ/ρ_0 bağıl yoğunluk, σ ve σ_0 sırasıyla gözenekli ve gözeneksiz malzemenin basma akma dayanımı değerleridir. C bir sabittir. Şekil 4.39'da örneklerin $\sigma - (\rho/\rho_0)^{3/2}[1+(\rho/\rho_0)^{1/2}]$ grafikleri verilmiştir.



Şekil 4.38. 3 farklı üre boyut aralığı kullanılarak elde edilen numuneler için Gibson-Ashby modeline göre deneysel veriler ve lineer uyum

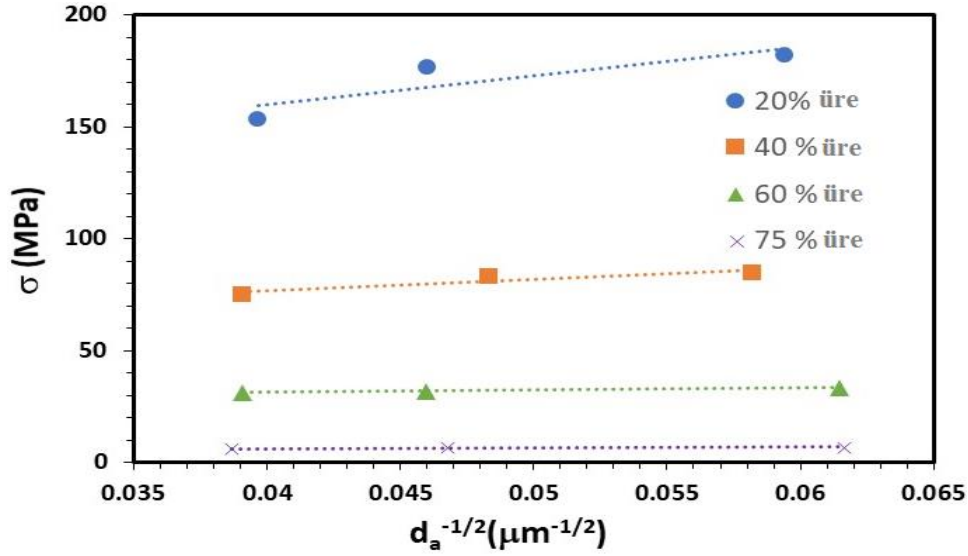
ρ değerleri Çizelge 4.13'te verilen ortalama gözenek miktarı değerlerinden belirlenmiştir. Kesik çizgiler, doğrusal en iyi çizgileri temsil eder. 150-300 μm , 300-500 μm ve 500-800 μm üre boyut aralıkları için R^2 değerleri sırasıyla 0,97, 0,92 ve 0,98 olarak belirlendi. Deneysel verilerin modele uygunluğunun yüksek doğruluğu, elde edilen gözenekli numunelerin Ashby-Gibson modeli ile uyumlu olduğunu göstermektedir (Jie vd. 2011; Ashby vd. 2000). $\sigma_0.C$ değerleri Şekil 4.37'deki en iyi doğruların eğimlerinden 3 üre boyut aralığı için sırasıyla 289, 294 ve 255 olarak hesaplanmıştır. Gibson-Ashby modeline göre, metalik gözenekli yapılar için C katsayılarının mukavemet için 0,1-1 aralığına düştüğü tahmin edilmiştir (Ashby vd. 2000). Bu çalışmada hesaplanan C değerlerinin bu modelde öngörülen aralığa uyduğu görülmüştür.

4.3.5. Gözenek boyutu ve mukavemet korelasyonu

Ortalama gözenek boyutu (d_a) ve mukavemet (σ) arasındaki ilişkinin, Jiang ve diğerleri, tarafından Hall-Petch denklemine (Denklem (22)) uyması önerilmiştir. Bu modelde k ve σ_0 sabitlerdir.

$$\sigma = \sigma_0 + k.d_a^{-1/2} \quad (22)$$

Şekil 4.39'daki örneklerin σ 'ye karşı $d_a^{-1/2}$ grafikleri verilmiştir. Bu şekilde numuneler üre içeriğine göre gruplandırılmıştır.



Şekil 4.39. 4 farklı üre miktarı kullanılarak elde edilen numuneler için deneysel veriler ve Hall-Petch denklemine göre lineer uyumu

Kesikli çizgilerin eğimi k sabitini ve y ekseninin kesişimi σ_0 'ı temsil eder. Lineer denklemin eğri eşleştirmesi ile elde edilen değerler Çizelge 4.14'te sunulmuştur. Artan üre miktarı (veya NiAl miktarındaki azalma) ile R^2 değerlerinin arttığı görüldü. Yüksek miktarda NiAl içeren numunelerdeki düşük R^2 değerleri, hücre duvarlarında yüksek miktarda ikincil gözeneklerin varlığından kaynaklanıyor olabilir. Üre partiküllerinin miktarındaki artış ile hücre duvarlarının miktarı azalır. Bu, ikincil gözeneklerin miktarının birincil gözeneklerin miktarına oranında bir azalma ile sonuçlanır. İkincil gözeneklerin miktarındaki azalma, kullanılan modele deneysel verilerin daha yüksek doğruluğunu sağlar. k ve σ_0 değerleri, Denklem (22) ile değişen gözenek boyutuna sahip üç serideki numunelerin basma akma dayanımının (σ) tahmini için kullanılabilir.

Çizelge 4.14. Şekil 4.35'ten hesaplanan Denklem 19 için m ve σ_0 değerleri

Üre miktarları (hac. %)	m	σ_0 (MPa)	R^2
20	1283,2	108,5	0,7239
40	497,4	56,8	0,8356
60	97,8	27,3	0,9705
75	33,87	4,74	0,9713

4.3.6. Gözenek miktarı, boyut ve mukavemet korelasyonu

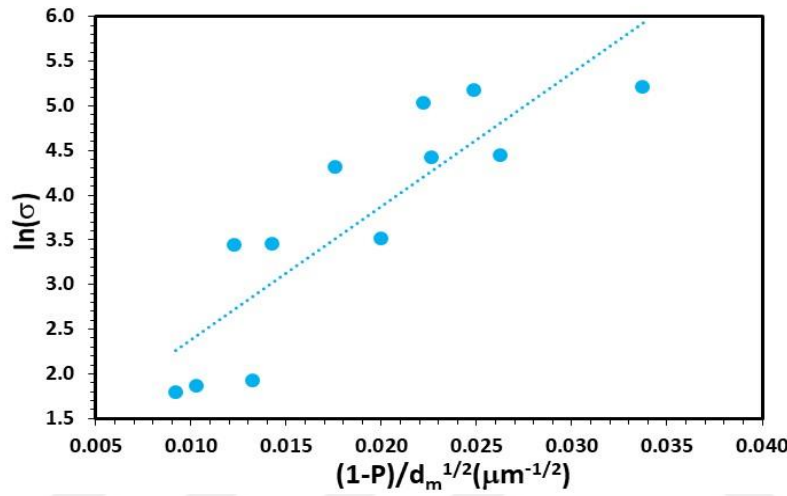
Zhao ve diğerleri, çimento harcı numunelerinde Denk (20) yoluyla ortalama gözenek boyutu (d_a) ve miktarı (P) ile dayanım (σ) arasında ilişki kurmak için genişletilmiş Blattacharjee modelini önermiştir. Bu modelde K ve B sabitlerdir.

$$\sigma = K \cdot \exp \left(B \frac{(1-P)}{\sqrt{d_a}} \right) \quad (23)$$

Bu denklem, her iki tarafın doğal logaritması alınarak kolay hesaplanabilmesi için Denklem (24) olarak ifade edilebilir.

$$\ln(\sigma) = B \frac{(1-P)}{\sqrt{d_a}} + \ln(K) \quad (24)$$

Şekil 4.41'de örneklerin $\ln(\sigma) - \frac{(1-P)}{\sqrt{d_a}}$ grafikleri verilmiştir.



Şekil 4.40. Bhattacharjee modeline göre deneysel veriler ve doğrusal uyum

Kesikli çizgilerin eğimi B sabitini ve y ekseninin kesişimi $\ln(K)$ 'yi temsil eder. Bu değerler, lineer denklemin eğri eşleştirmesi elde edilmiştir. B ve K sırasıyla 89,6 ve 11,04 olarak belirlenmiştir. R^2 , 0,6471'dir ve bu, modelin deneysel verilere göre vasat bir doğruluğunu gösterir. Uyumsuzluk, numunelerde ikincil gözeneklerin varlığından kaynaklanmış olabilir. Düşük üre numunelerinde ikincil gözeneklerin oranının daha yüksek olduğu gösterilmiştir. B ve K değerleri, Denk. (14) ile değişen gözenek boyutu ve gözenek miktarına sahip üç serideki numunelerin basma akma dayanımının (σ) tahmini için kullanılabilir.

Bu bölümde, sonuç olarak, boşluk tutucu olarak üre kullanılarak HYS ile gözenekli NiAl numuneleri üretilmiştir. 3 boyut aralığında (150-300 μm , 300-500 μm ve 500-800 μm) birincil gözeneklilik oluşturmak için %20, 40, 60 ve 75 oranlarında üre kullanılmıştır. Üre boyutu ve miktarındaki artış, basma akma dayanımında azalmaya neden olmuştur. Belirli bir birincil gözeneklilik için, artan gözenek boyutu ile mukavemetteki azalma, boyut etkisine bağlanmıştır. Bal'shin ve Gibson-Ashby modelleri, basma dayanımı ve gözenekliliği ilişkilendirmek için kullanılmıştır. Bal'shin ve Gibson-Ashby modelleri için sırasıyla 96-99.6 ve 92-98 R^2 değerleri elde edilmiştir. Gözenek boyutu ve mukavemet ilişkisi için Hall-Petch denklemi kullanılmıştır. Bu model için R^2 değerleri 0,72-0,98 aralığında olup, artan birincil gözenek miktarı ile artmıştır. Modelin doğruluğundaki artış, hücre duvarlarındaki ikincil gözeneklerin miktarındaki azalmaya bağlanmıştır. Blattacharjee modeli, 0,75'lik bir R^2 değerinin elde edildiği

mukavemet korelasyonunda hem gözenek boyutunu hem de miktarını dikkate almıştır. Bu çeşitli modellerin denklemlerinde bu çalışmada belirlenmiş olan sabitlerin, geniş bir gözenek boyutu ve miktarı aralığında gözenekli NiAl malzemelerin basma akma dayanımı tahmini için faydalı olacağı düşünülmüştür.

4.4. Boşluk Oluşturucu Türü Etkisi

NiAl yapısının içinde kontrollü boyutta ve oranda gözenek oluşturmak amacıyla boşluk oluşturucu madde olarak üre ve NaCl parçacıkları kullanılmıştır. Üre ve NaCl BO kullanarak HYS ile elde edilen parçalardaki gözeneklilik, boy ve çaptaki değişim dayanım değerleri belirlenerek boşluk oluşturucu türünün etkisi incelenmiştir. Bu deneylerde, önceki bölümde optimum oranı %30 olarak belirlenmiş olan NiAl-H seyreltici kullanılmıştır. Her iki boşluk oluşturucunun boyut aralığı aynı tutulmuştur (150-300 mikron).

4.4.1. Boşluk oluşturucu üre ile yapılan deneyler

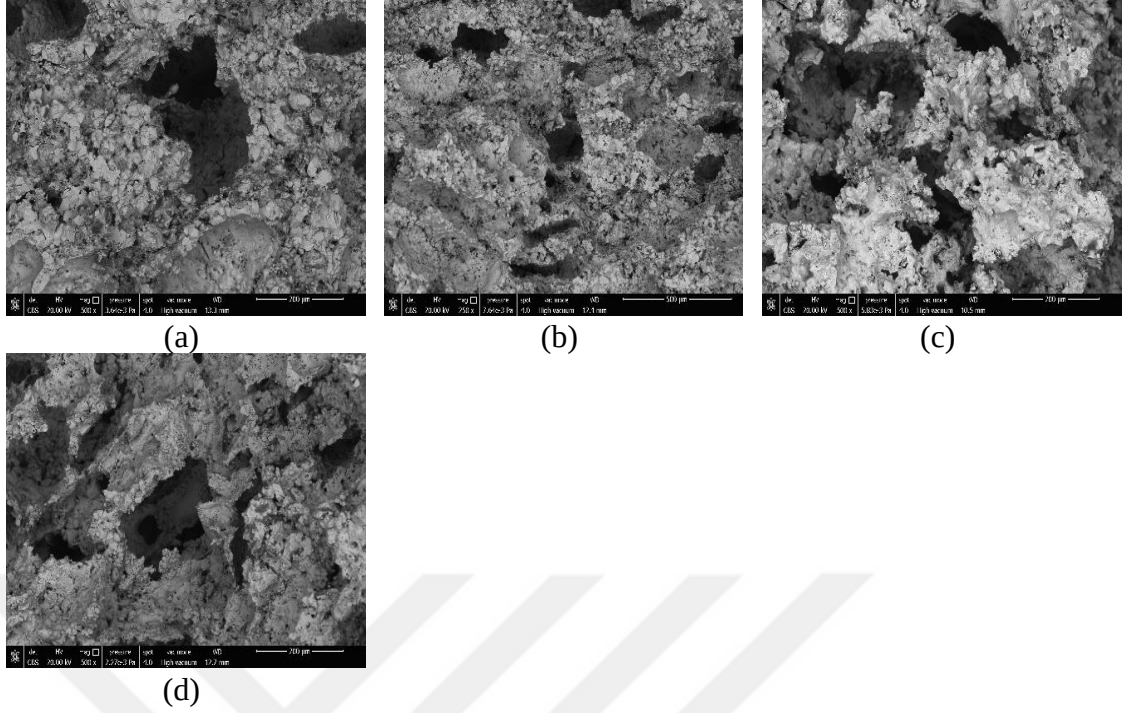
4.4.1.1. Makroyapı

Boşluk tutucu üre ve %30 NiAl-H seyreltici ile üretilen numunelerin HYS sonrası gözeneklilik, boy ve çaptaki değişim değerleri belirlenerek sonuçlar Çizelge 4.15'te sunulmuştur. Önceki bölümlerdeki bulgulara benzer şekilde, soğuk pres sonrası elde edilen ham parçaların gözenek oranı, eklenmiş olan üre miktarının üzerinde olmuştur. HYS sonrasında gözenek miktarının az oranda arttığı görülmüştür. Boydaki ve çaptaki küçülmenin, artan BO üre miktarı ile azaldığı anlaşılmıştır.

Çizelge 4.15. Hazır NiAl tozu ve %20, %40, %60 ve %75 oranlarında üre kullanılarak üretilmiş olan parçaların gözenek, boy ve çaptaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

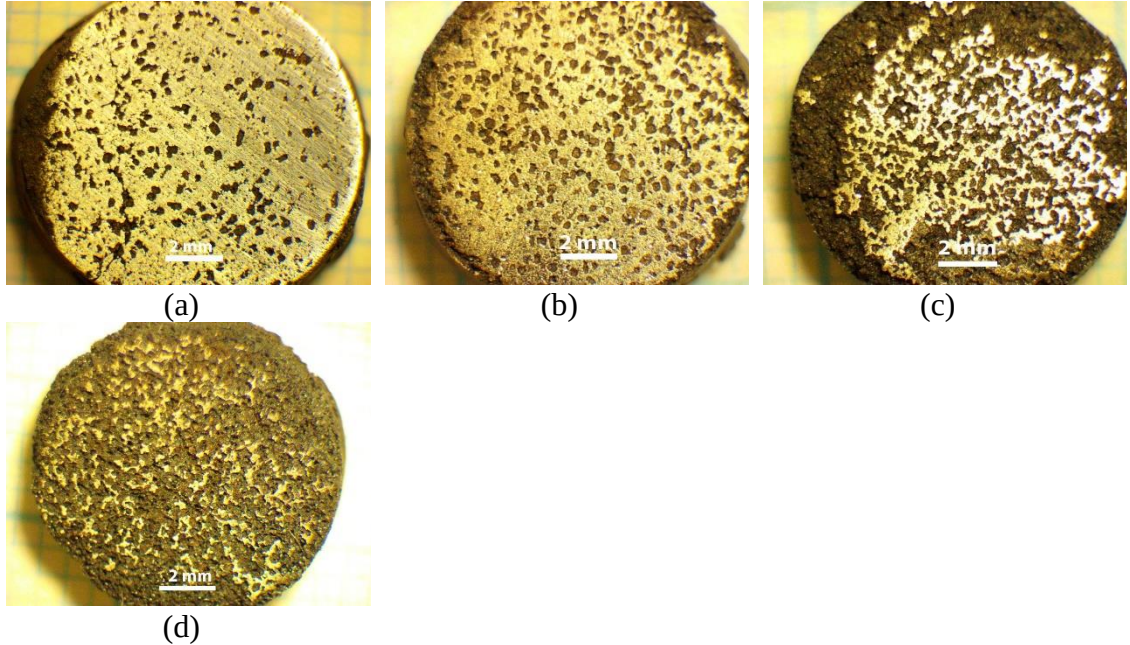
Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
30N20U1,5-3	41,3	0,4	-5,09	1,19	-2,40	0,82	43,2	2,3
30N40U1,5-3	52,1	0,4	-3,71	0,20	-1,81	0,80	54,9	0,3
30N60U1,5-3	64,7	0,2	-2,62	0,80	-1,79	0,80	67,4	0,5
30N75U1,5-3	76,1	0,5	-1,43	0,00	-1,49	1,65	78,8	0,5

150-300 mikron boyutlu üre BO kullanılarak elde edilmiş olan parçaların SEM görüntüleri Şekil 4.40'ta görülmektedir. Üretilen parçaların makro görüntüleri ise Şekil 4.41'de sunulmaktadır.



Şekil 4.41. 150-300 μm boyutunda %20, 40 ve 60 oranında üre içeren NiAl numunelerinin SEM görüntüleri, **a)** 30N20U1,5-3, **b)** 30N40U1,5-3, **c)** 30N60U1,5-3 (kırık görüntü) (500x)

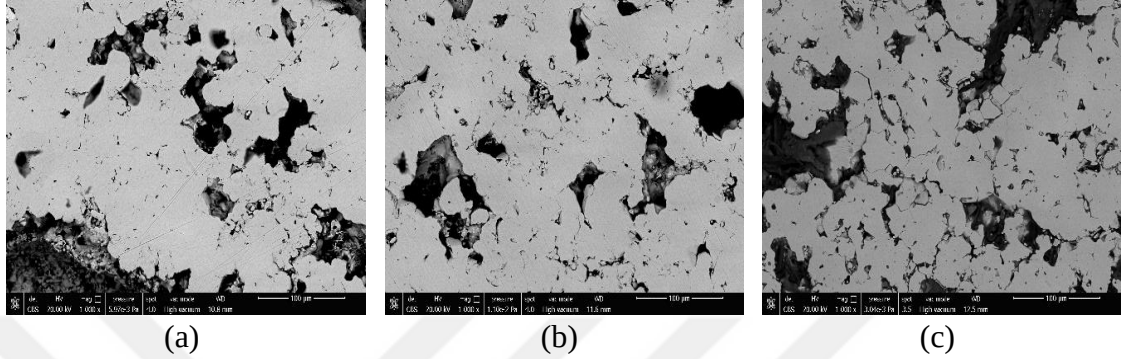
Üretim sonrası oluşan gözenek şekil ve boyutlarının kullanılan üre parçacıkları ile uyumlu olduğu SEM (Şekil 4.41) ve stereo mikroskop görüntülerinden (Şekil 4.42) anlaşılmıştır.



Şekil 4.42. 150-300 μm boyutunda %20, 40 ve 60 oranında üre içeren NiAl numunelerinin makroyapıları, **a)** 30N20U1,5-3, **b)** 30N40U1,5-3, **c)** 30N60U1,5-3, **d)** 30N75U1,5-3

4.4.1.2. Mikroyapı

Şekil 4.43'te %30 NiAl-H termal seyreltici ve 150-300 µm boyutunda % 20, 40 ve 60 oranlarında boşluk oluşturuca üre içeren numunelerin yüksek büyütmede (1000x) SEM görüntüleri sunulmaktadır. SEM görüntülerinden artan üre oranı ile, NiAl hücre duvarlarındaki gözenek oranının arttığı anlaşılmıştır.



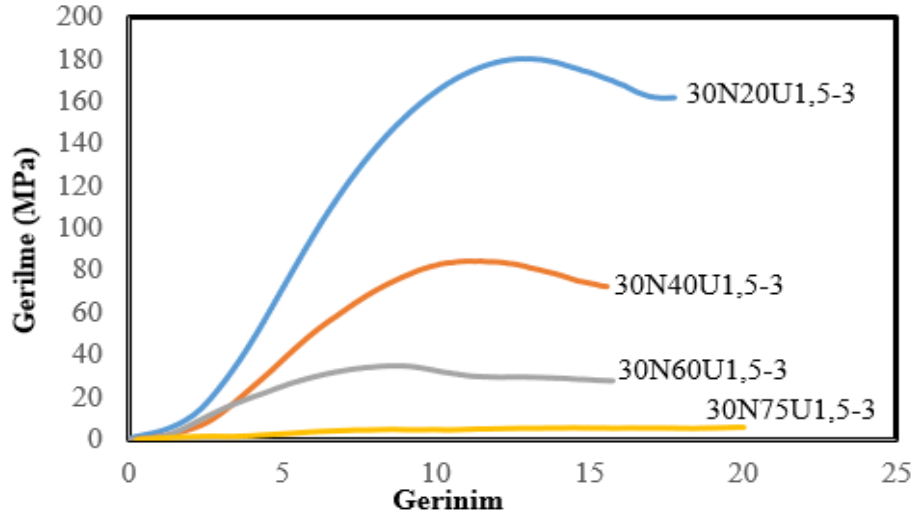
Şekil 4.43. 150-300 µm boyutunda %20, 40 ve 60 oranlarında üre içeren numunelerinin SEM görüntüleri, **a)** 30N20U1,5-3, **b)** 30N40U1,5-3, **c)** 30N60U1,5-3 (1kX)

4.4.1.3. Mekanik testler

Çizelge 4.16'da %20, 40, 60 ve 75 oranlarında BO üre ve %30 NiAl-H ve kullanılarak üretilmiş olan parçaların basma akma dayanımı ve mikrosertlik değerleri sunulmuştur. Üretilen parçaların dayanım değerlerinin, artan BO üre miktarı ile azaldığı görülmektedir (Çizelge 4.16 ve Şekil 4.44).

Çizelge 4.16. %20, 40, 60 ve 75 oranlarında BO üre ve %30 NiAl-H ve kullanılarak üretilmiş olan parçaların basma akma dayanımı ve mikrosertlik değerleri

Numune Kodu	NiAl-H (%)	Dayanım (MPa)	SS (MPa)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	SS (HV _{0,2})
30N20U1,5-3	30	181,6	1,6	233,8	56,07
30N40U1,5-3	30	84,6	0,7	-	-
30N60U1,5-3	30	33,4	5,0	-	-
30N75U1,5-3	30	6,8	0,5	-	-



Şekil 4.44. %20, 40, 60 ve 75 oranlarında BO üre ve %30 seyreltici NiAl-H ile oluşturulan numunelerin gerilme-gerinim grafiği

4.4.2. Boşluk oluşturu NaCl ile yapılan deneyler

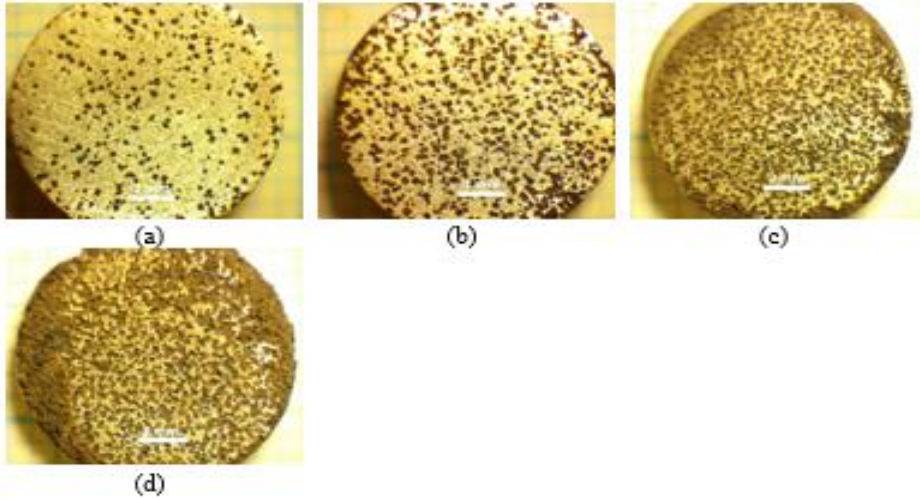
4.4.2.1. Makroyapı

Boşluk oluşturu NaCl ve %30 NiAl-H seyreltici ile üretilen numunelerin HYS sonrası gözeneklilik, boy ve çaptaki değişim gibi özellikleri incelenerek sonuçlar Çizelge 4.17'de sunulmuştur. BO NaCl ile üretilen parçaların gözenek oranı, eklenen NaCl miktarından yüksek olduğu görülmüştür. HYS sonrasında ise gözenek miktarında artış olmuştur. Bunun nedeni, Ni+Al partiküllerini içeren hücre duvarlarında gözenekliliğin bulunmasıdır. BO üre kullanılarak üretilen parçalarda olduğu gibi, artan BO NaCl miktarı ile boydaki ve çaptaki küçülme azalmıştır.

Çizelge 4.17. Hazır NiAl tozu farklı oranlarda NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
30N20N1,5-3	42,10	0,10	-3,07	2,35	1,18	0,49	49,10	1,90
30N40N1,5-3	59,40	9,40	-3,974	0,863	-2,31	0,08	61,5	8,7
30N60N1,5-3	65,60	0,10	-3,019	0,183	-1,10	0,79	68,50	0,40
30N75N1,5-3	77,00	0,30	-2,095	0,652	-1,45	0,86	79,20	0,20

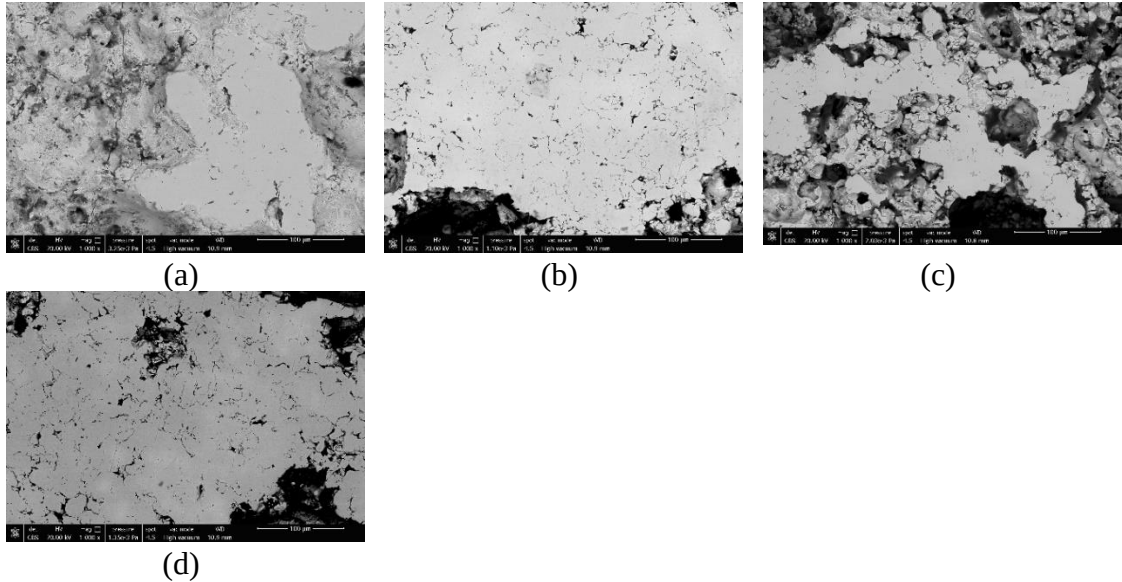
Şekil 4.45'te 150-300 µm boyutunda %20, 40 ve 60 oranında NaCl içeren NiAl numunelerinin makroyapıları sunulmaktadır.



Şekil 4.45. 150-300 μm boyutunda %20, 40, 60 ve 75 oranında NaCl içeren NiAl numunelerinin makroyapıları, **a)** 30N20N1,5-3, **b)** 30N40N1,5-3, **c)** 30N60N1,5-3, **d)** 30N75N1,5-3

4.4.2.2 Mikroyapı

150-300 μm boyutunda %20, 40, 60 ve 75 oranlarında boşluk oluşturmucu NaCl içeren NiAl numunelerin 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri Şekil 4.46'da sunulmuştur. Bu görüntülerde beyaz bölgeler hücre duvarları ve siyah bölgeler gözeneklerdir. Büyük olan birincil gözenekler, boşluk oluşturmucu NaCl partikülleri tarafından oluşturulmuştur. Bu büyük gözeneklerin boyutları, kullanılan NaCl parçacıklarının boyutuyla uyum sağladığı görülmüştür. Hücre duvarlarının da bir miktar gözenek içerdiği mikroyapı görüntülerinden anlaşılabilmektedir.



Şekil 4.46. 150-300 μm boyutunda %20, 40, 60, 75 oranında NaCl içeren NiAl numunelerinin SEM görüntüleri, **a)** 30N20N1,5-3, **b)** 30N40N1,5-3, **c)** 30N60N1,5-3, **d)** 30N75N1,5-3 (1000x)

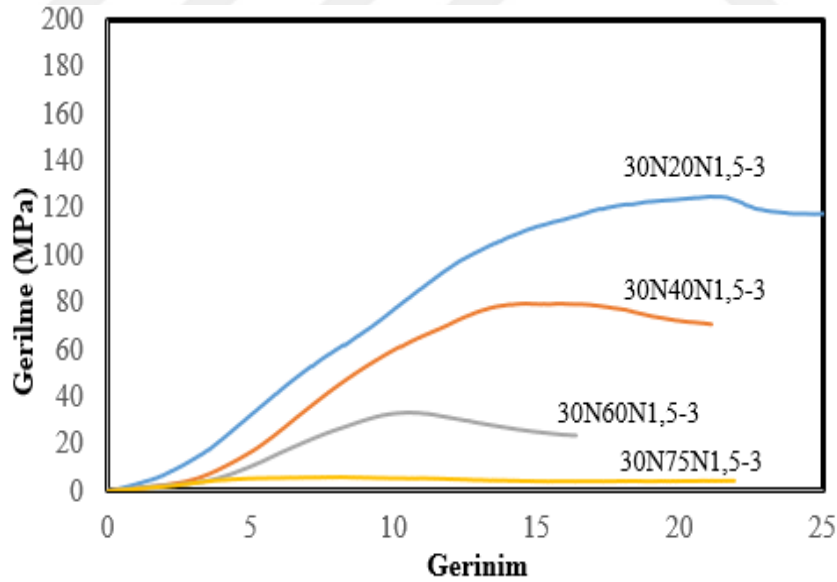
4.4.2.3. Mekanik testler

%30 termal seyreltici NiAl-H ve 150-300 mikron %20, 40, 60 ve 75 boşluk oluşturuca NaCl ilavesi ile oluşturuca numunelerin basma akma dayanım değeri Çizelge 4.18’de sunulmuştur.

%20 boşluk oluşturuca üre ile üretilen numunenin dayanımı, %75 boşluk oluşturuca üre ile üretilen numuneye göre daha yüksek basma akma dayanımı değeri sağıdır. %20 ve %75 boşluk oluşturuca NaCl eklenmiş karışımdan elde edilen numuneler sırasıyla 126,2±5,4 ve 5,4±0,2 MPa ortalama basma akma dayanım değeri göstermiştir (Şekil 4.47). BO NaCl miktarının artmasıyla gözenekli NiAl numunelerin basma dayanımında azalma meydana gelmiştir.

Çizelge 4.18. Hazır NiAl tozu ve farklı oranlarda üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların basma akma dayanımı değeri

Numune Kodu	NiAl-H (%)	Dayanım (MPa)	SS (MPa)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	SS (HV _{0,2})
30N20N1,5-3	30	126,2	5,4	257,0	71,6
30N40N1,5-3	30	78,9	1,4	-	-
30N60N1,5-3	30	32,1	1,9	-	-
30N75N1,5-3	30	5,4	0,2	-	-



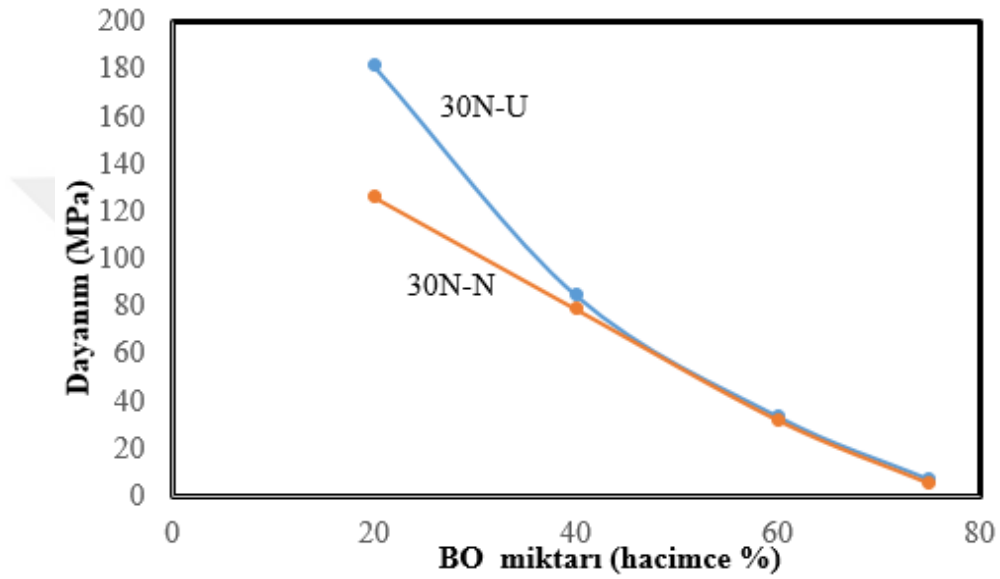
Şekil 4.47. %30 seyreltici NiAl-H ve %20, 40, 60 ve 75 oranlarında boşluk oluşturuca NaCl ile oluşturuca numunelerin gerilme-gerinim grafiğı

Yüksek miktarda NaCl içeren numunelerin hücre duvarlarının kalınlığı mikrosertlik ölçümleri için yeterli olamadığından dolayı %20 NaCl içeren numuneler üzerinde mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır.

4.4.3. Boşluk oluşturunucu türünün kıyaslanması

Üre ve NaCl kullanılarak üretilmiş olan gözenekli NiAl parçaların gözenek yapısında, BO türüne bağlı bir farklılık olmadığı görülmüştür.

Şekil 4.48’de verilen, çeşitli oranlarda üre ve NaCl içeren parçaların dayanım değerlerinden, üre ile üretilmiş olan parçaların dayanımlarının daha yüksek olduğu anlaşılmaktadır. Bu durumun nedeni tam olarak anlaşılamamış olmasına rağmen, suda çözündürme sırasında yapıda kalmış olabilecek NaCl kalıntısının mekanik özellikleri olumsuz etkilemiş olabileceği düşünülmektedir.

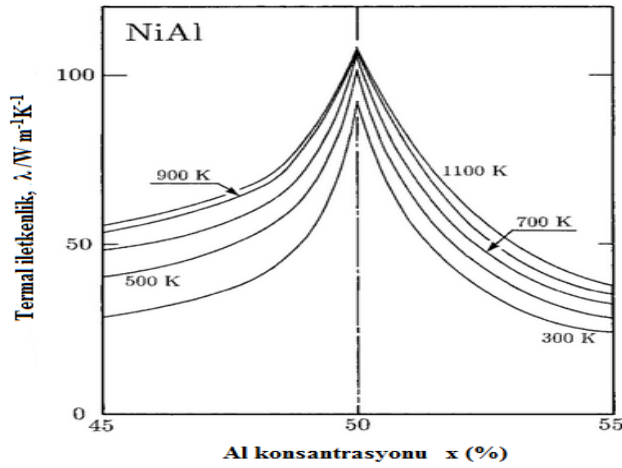


Şekil 4.48. Üre ve NaCl BO (ve %30 NiAl-H) kullanılarak üretilmiş olan parçaların dayanım değerleri

4.5. NiAl-H ve Ni_{1,2}Al-H Seyreltici Kullanımının Etkisi

Şekil 4.49’da verilen Ni-Al faz diyagramında görüldüğü gibi, NiAl katı çözeltisi, molce %46’dan %59 Ni aralığında bulunmaktadır. Bu çalışmada numuneler 1:1 oranda Ni ve Al içeren NiAl fazı kullanılarak üretilmiştir. NiAl’in ısı iletim katsayısı oda sıcaklığında 76 W/m.K ile, nispeten yüksektir (Dey 2003). Ancak, 1:1 oranından farklı NiAl katı çözeltilerinin daha düşük ısı iletim katsayısına sahip olduğu literatürde belirtilmiştir (Terada vd. 2002).

NiAl’in ısı iletim katsayısı, Şekil 4.50’de görüldüğü gibi artan sıcaklıkla yükselmektedir. 1100 °C’de 105 W/m.K’e ulaşmaktadır. Ancak, 1:1 NiAl stokiometrisinden aşağı veya yukarı çıkıldığında, ısı iletim katsayısının önemli ölçüde azaldığı görülmektedir. Örneğin Ni_{0,55}Al_{0,45} (Ni_{1,2}Al) bileşimindeki katı çözeltinin ısı iletim katsayısı 1100 °C’de 55 W/mK’e inmektedir (Terada vd. 2002).



Şekil 4.49. 300 K ile 1100 K arasındaki sıcaklıklarda NiAl'in Al konsantrasyonunun bir fonksiyonu olarak termal iletkenliği (Terada vd. 2002).

Bu tez çalışmasında üretilen parçaların, termal yalıtım gibi ısı iletim katsayısının daha düşük olmasını gerektiren uygulamalarda kullanılabileceği düşünülerek, $\text{Ni}_{0,55}\text{Al}_{0,45}$ ($\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$) katı çözeltisi oluşturularak da HYS ile gözenekli parçaların üretimi gerçekleştirilmiştir. $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ stokiometrisindeki parçaların üretiminde, bu çalışmada üretilmiş olan aynı bileşimdeki $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ -H tozu termal seyreltici olarak kullanılmıştır. Bu bölümde, NiAl ve $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ bileşiminde gözenekli parçaların özellikleri incelenmiştir.

4.5.1. NiAl-H seyreltici kullanılarak üretilen parçalar

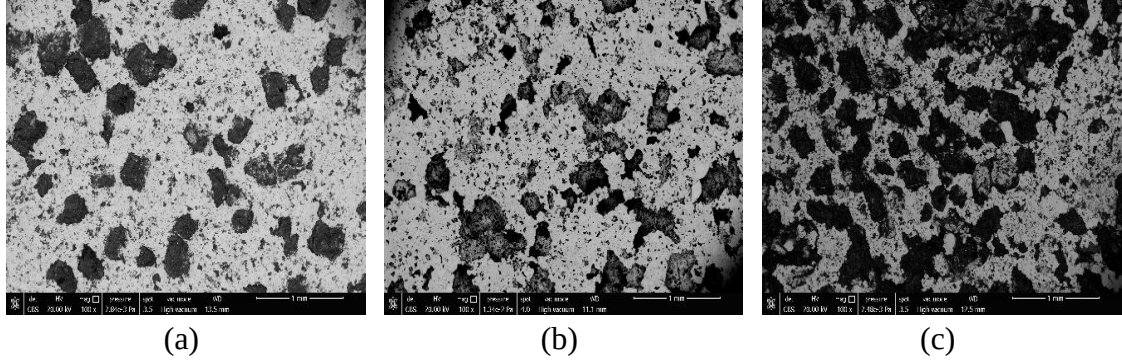
4.5.1.1. Makroyapı

%30 NiAl-H ve %20, 40, 60 ve 75 oranlarında üretilen parçalar elde edilmiş olan gözenekli numunelerin gözenek, boy ve çaptaki değişim oranları Çizelge 4.19'da sunulmuştur. Üretilen ham parçanın gözenek oranı üretim sırasında eklenmiş olan üretilen miktardan fazla olduğu görülmektedir. Ayrıca HYS sonrasında da gözenek miktarının da bir miktar arttığı görülmektedir.

Çizelge 4.19. %30 oranında NiAl-H ve $\text{Ni}_{1,2}\text{Al}$ -H termal seyreltici ve çeşitli oranlarda BO üretilen parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

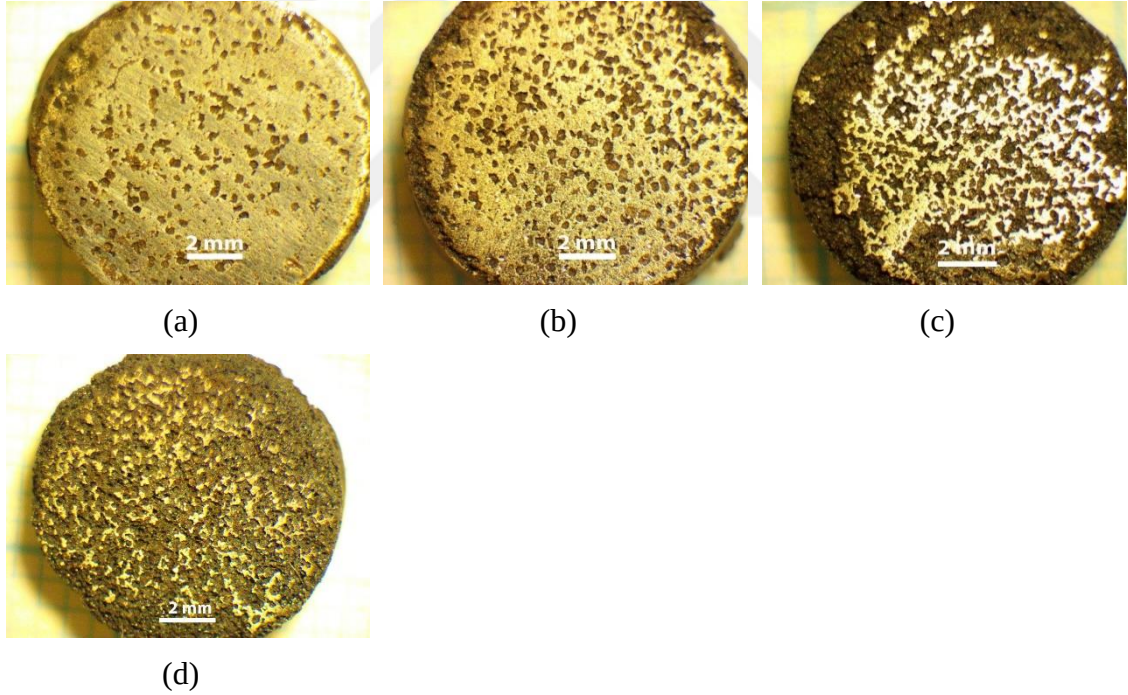
Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
30N20U1,5-3	41,1	0,4	-4,4	0	-1,94	0,2	44,5	0,4
30N40U1,5-3	51,9	0,1	-3,5	0	-1,81	0,8	55,1	0,2
30N60U1,5-3	64,8	0,1	-1,2	0,2	-1,79	0,8	67,4	0,5
30N75U1,5-3	76,1	0,8	-1,4	0	-1,49	1,6	78,5	0,1

Şekil 4.50’de NiAl-H termal seyreltici ve %20, 40, 60 ve 75 oranlarında BO üre üretilen parçaların SEM görüntüleri sunulmaktadır.



Şekil 4.50. NiAl-H termal seyreltici ve BO üre ile üretilen numunelerin SEM görüntüleri **a)** 30N20U1,5-3, **b)** 30N40U1,5-3, **c)** 30N60U1,5-3

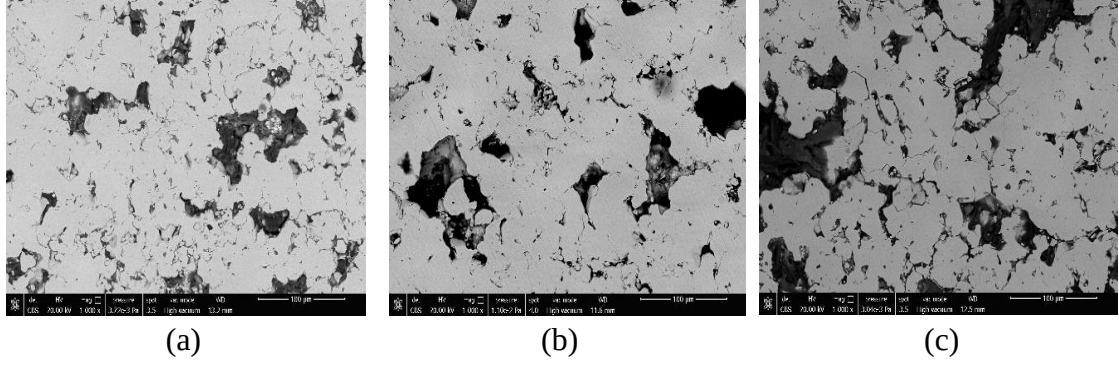
SEM ve 4.51’de gösterilen stereo mikroskop görüntüleri, oluşan gözeneklerin şekil ve boyutlarının üre parçacıklarıyla uyumlu olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.51. Üretilen numunelerin makroyapı görüntüleri **a)** 30N20U1,5-3, **b)** 30N40U1,5-3, **c)** 30N60U1,5-3, **d)** 30N75U1,5-3

4.5.1.2. Mikroyapı

150-300 μm boyutlu BO üre ile elde edilen gözenekli NiAl numunelerin 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri Şekil 4.52’de sunulmuştur. Şekil 4.52’de büyük olan siyah gözenekler BO üre ile oluşturulmuştur. Büyük gözeneklerin boyutları BO oluşturucu üre ile uyumlu olduğu görülmüştür.



Şekil 4.52. NiAl-H termal seyreltici ve BO üre ile üretilen numunelerin SEM görüntüleri
a) 30N20U1,5-3, b) 30N40U1,5-3, c) 30N60U1,5-3 (1000x)

4.5.1.3. Mekanik testler

Çizelge 4.20’de NiAl-H ve BO üre ile üretilen numunelerin dayanım ve mikrosertlik değerleri gösterilmiştir. Elde edilen parçaların dayanım değerleri BO miktarının azalmasıyla arttığını göstermektedir. Üre miktarı fazla olduğunda (örneğin %75 BO) hücre duvarlarının kalınlığı mikrosertlik ölçümleri için yeterli olmamaktadır. Bu nedenle %20 üre içeren numuneler üzerinden mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır.

Çizelge 4.20. NiAl-H ve 150-300 mikron boyutlu BO üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri

Numune Kodu	NiAl-H (%)	Dayanım (MPa)	SS (MPa)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	SS (HV _{0,2})
30N20U1,5-3	30	181,8	1,6	257,0	71,7
30N40U1,5-3	30	84,6	0,7	-	-
30N60U1,5-3	30	33,4	5,0	-	-
30N75U1,5-3	30	6,3	0,6	-	-

4.5.2. Ni_{1,2}Al-H seyreltici kullanılarak üretilen parçalar

4.5.2.1. Makroyapı

%30 Ni_{1,2}Al-H ve %20, 40, 60, 75 oranlarında üre kullanılarak elde edilmiş olan gözenekli numunelerin gözenek ve boydaki değişim oranları Çizelge 4.21’de sunulmuştur.

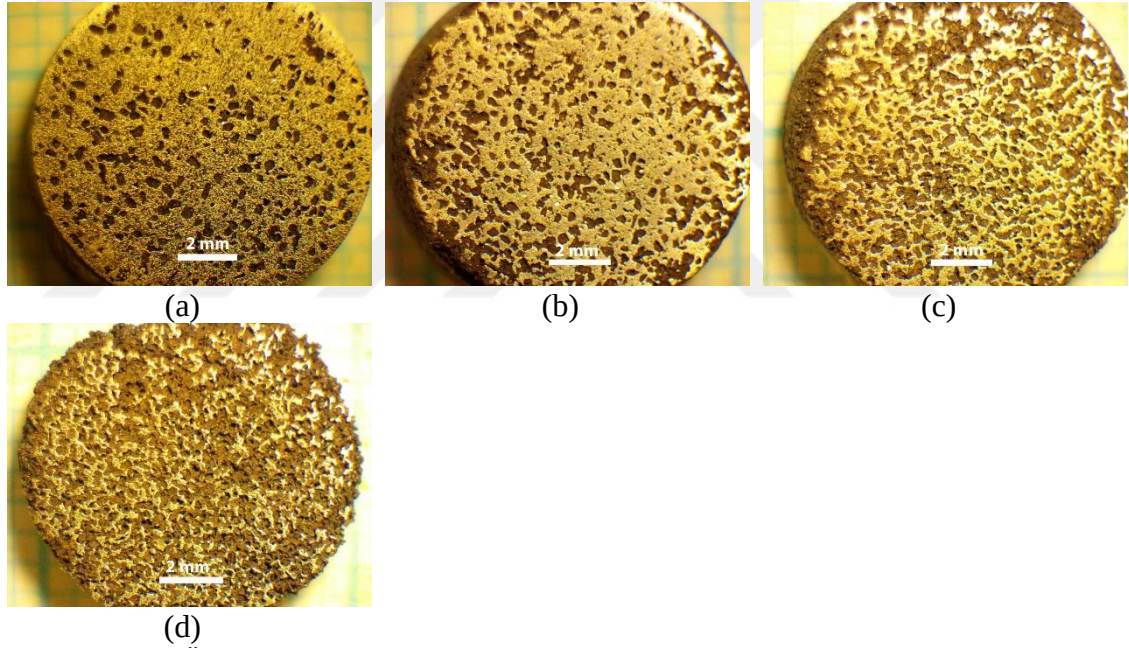
Çizelge 4.21 incelendiğinde, HYS öncesi toplam gözeneklilik miktarı, eklenen üre miktarından fazla olduğu görülmektedir. HYS’den sonra ise tüm numunelerde ortalama toplam gözenekliliğin az oranda arttığı görülmektedir.

Ni_{1,2}Al-H ve NiAl-H ile üretilen numunelerin boy ve çaptaki değişimleri kıyaslandığında (Çizelge 4.19 ve Çizelge 4.21), Ni_{1,2}Al-H ile üretilen numunelerin boy ve çaptaki değişimin daha az olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.21. $Ni_{1,2}Al-H$ ve üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
30NN20U1,5-3	39,5	0,2	-1,44	2,28	-1,41	0,41	44,9	1,6
30NN40U1,5-3	50,8	0,1	-0,62	2,72	-0,20	0,83	56,6	1,8
30NN60U1,5-3	64,0	0,4	-0,99	0,53	-0,21	0,01	68,4	0,5
30NN75U1,5-3	76,5	0,3	0,09	0,22	-3,03	0,34	78,6	0,3

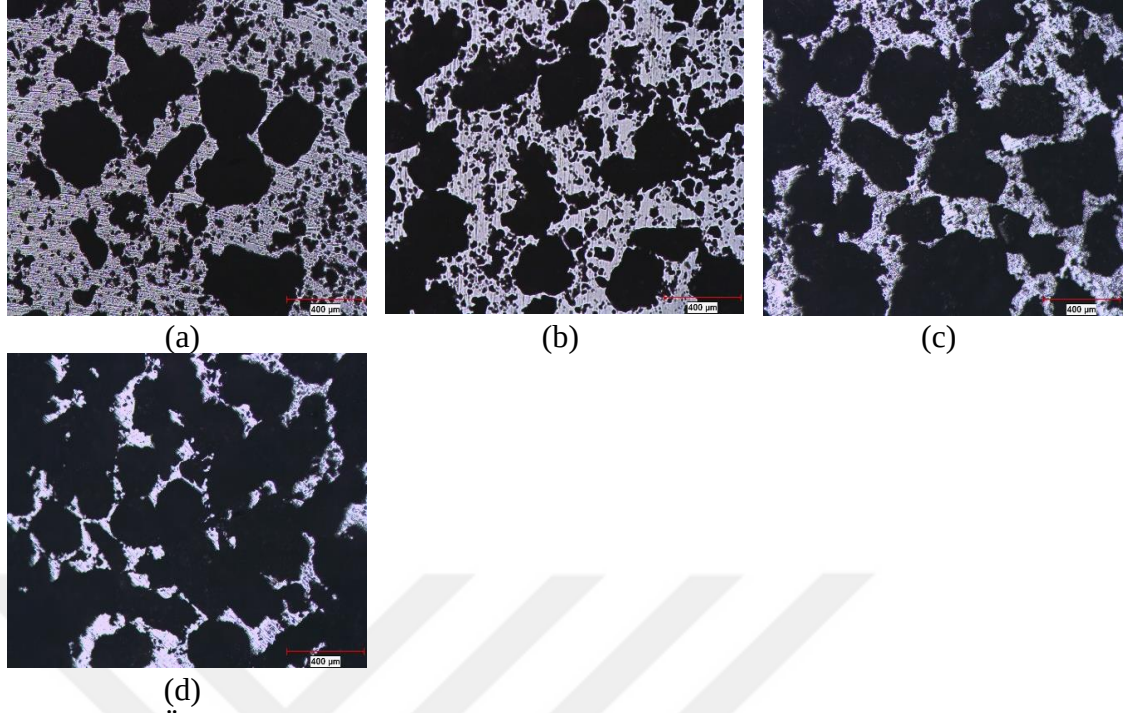
$Ni_{1,2}Al-H$ ile üretilen numunelerin makro görüntüleri Şekil 4.53'te sunulmaktadır. $Ni_{1,2}Al-H$ BO üre ile üretilen numunelerde parçanın şeklinin korunduğu, BO ürenin malzeme içerisinde homojen bir dağılım gösterdiği sonucuna ulaşılmıştır.



Şekil 4.53. Üretilen numunelerin makroyapı görüntüleri **a)** 30NN20U1,5-3, **b)** 30NN40U1,5-3, **c)** 30NN60U1,5-3, **d)** 30NN75U1,5-3

4.5.2.2. Mikroyapı

$Ni_{1,2}Al$ ve %20, 40, 60 ve 75 BO üre ile üretilen numunelerin OM görüntüleri Şekil 4.54'te sunulmuştur. Şekil 4.55'teki görüntülerden üre parçacıklarının oluşturduğu birincil büyük gözenekler ile birlikte hücre duvarlarında da ikincil küçük gözeneklerin oluştuğu görülmüştür.



Şekil 4.54. Üretilen numunelerin mikroyapıları **a)** 30NN20U1,5-3, **b)** 30NN4UN1,5-3, **c)** 30NN60U1,5-3, **d)** 30NN75U1,5-3 (50x)

4.5.2.3. Mekanik testler

Çizelge 4.22’de %20, 40, 60 ve 75 oranlarında BO üre ve %30 Ni_{1,2}Al-H kullanılarak üretilmiş olan parçaların basma akma dayanımı ve mikrosertlik değerleri sunulmuştur. Üretilen parçaların dayanım değerlerinin, BO üre miktarının artmasıyla azaldığı görülmektedir.

Çizelge 4.22. Ni_{1,2}Al-H ve 150-300 mikron boyutlu üre kullanılarak üretilmiş olan gözenekli parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri

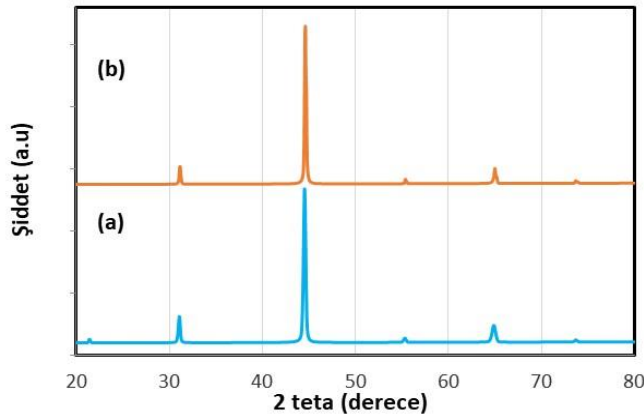
Numune Kodu	Ni _{1,2} Al-H (%)	Dayanım (MPa)	SS (MPa)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	SS (HV _{0,2})
30NN20U1,5-3	30	118,4	11,6	238,4	59,1
30NN40U1,5-3	30	61,7	4,0	-	-
30NN60U1,5-3	30	21,2	2,6	-	-
30NN75U1,5-3	30	2,9	0,3	-	-

Ni_{1,2}Al-H termal seyreltici ve %20 BO üre oranı kullanılarak üretilen numunenin mikrosertlik değeri 238,4±59,1 HV_{0,2}’dir. Ni_{1,2}Al-H ile üretilen numunenin mikrosertlik değerleri de NiAl-H ile üretilen numuneye göre daha az olduğu görülmüştür.

4.5.3. NiAl ve Ni_{1,2}Al mekanik özelliklerin karşılaştırması

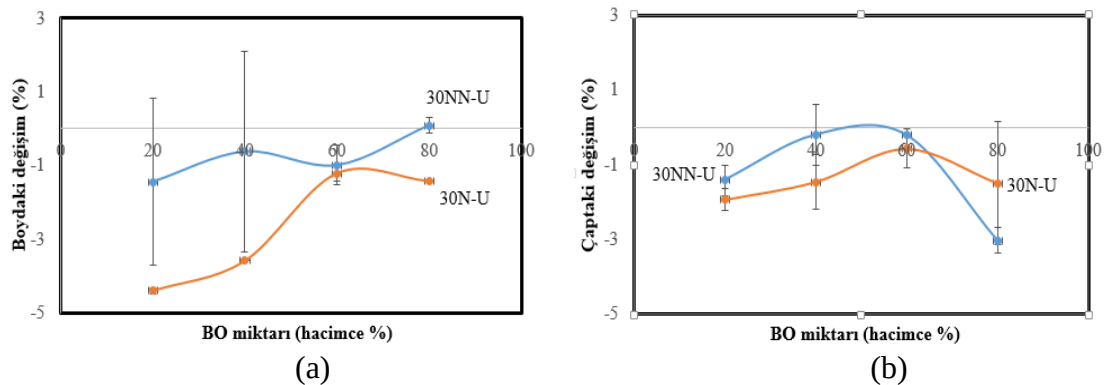
Bu çalışmada üretilmiş olan NiAl ve Ni_{1,2}Al bileşimine sahip tozların XRD desenleri Şekil 4.5’de sunulmuştur. Her iki tozun da saf NiAl olduğu görülmüştür (Şekil 4.55 (b)). NiAl bileşimine kıyasla Ni_{1,2}Al tozunun XRD piklerinde görülen yaklaşık 0,2 derecelik kaymanın, fazla Ni varlığı nedeniyle kristal yapıda düzlemler arası mesafelerin artmasından kaynaklandığı düşünülmüştür.

HYS ile üretilen parçalardan seçilen örnekler XRD analizlerine tabi tutulmuştur. %30 termal seyreltici Ni_{1,2}Al-H ilavesi kullanılarak üretilen numunede saf NiAl fazının olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.55(a)). Bu desenlerdeki tüm pikler NiAl fazına aittir. Bu numunenin 1200 °C’de argon atmosferinde tavlama işlemi ile, HYS sırasında sağlanamamış olabilecek homojenleşmenin sağlanması amaçlanmıştır. Bu deneyler sonucunda, kristal yapıda bir değişiklik olmadığı anlaşılmıştır (Şekil 4.55 (b)).



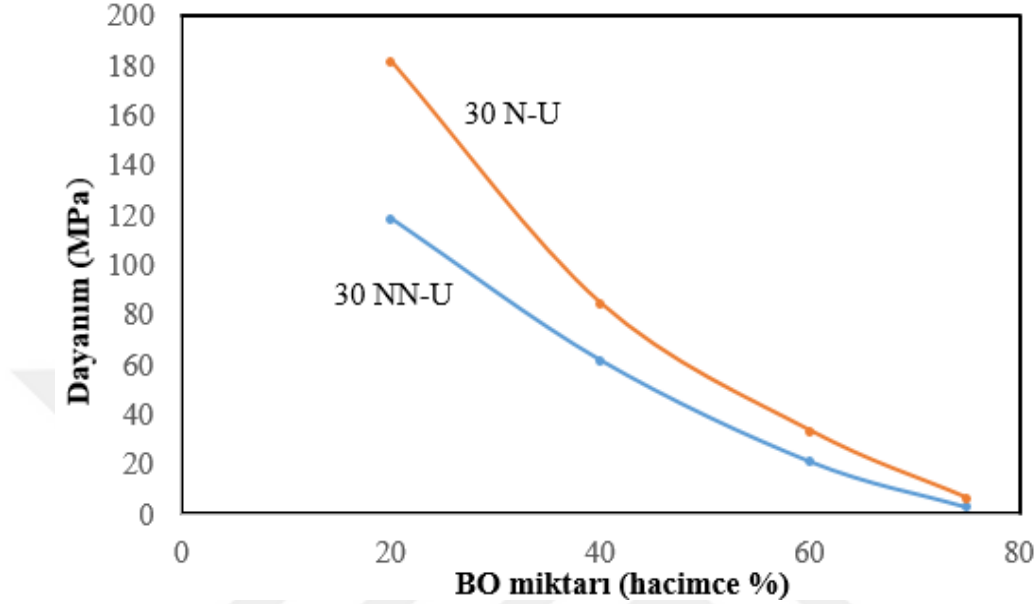
Şekil 4.55. Ni_{1,2}Al bileşimindeki numunenin XRD desenleri (a) HYS sonrası, (b) 1200°C’de tavlama işlemi sonrası

30 seyreltici NiAl-H ve Ni_{1,2}Al-H ile %20, 40, 60, 75 BO üre ile üretilen numunelerin boy ve çaptaki değişimi Şekil 4.56’da sunulmaktadır. Boy ve çaptaki değişim NiAl-H ve Ni_{1,2}Al-H termal seyreltici oranına göre incelendiğinde, Ni_{1,2}Al-H ile üretilen numunelerin boy ve çaptaki değişim oranlarının daha az değişikliğe uğradığı görülmektedir (Şekil 4.56 (a) ve (b)).



Şekil 4.56. %30 seyreltici NiAl-H ve Ni_{1,2}Al-H ile %20, 40, 60, 75 BO üre ile üretilen numunelerin HYS sonrasında a) boy ve b) çaptaki değişimleri

Ni_{1,2}Al-H termal seyreltici ile BO üre kullanarak üretilen numunelerin boy ve çaptaki değişimi yüzdesi, NiAl-H termal seyreltici ile üretilen numunelere göre daha iyi sonuçlar vermesine rağmen, NiAl-H ile üretilen parçaların dayanım değerlerinin daha yüksek olduğu görülmüştür (Şekil 4.57).



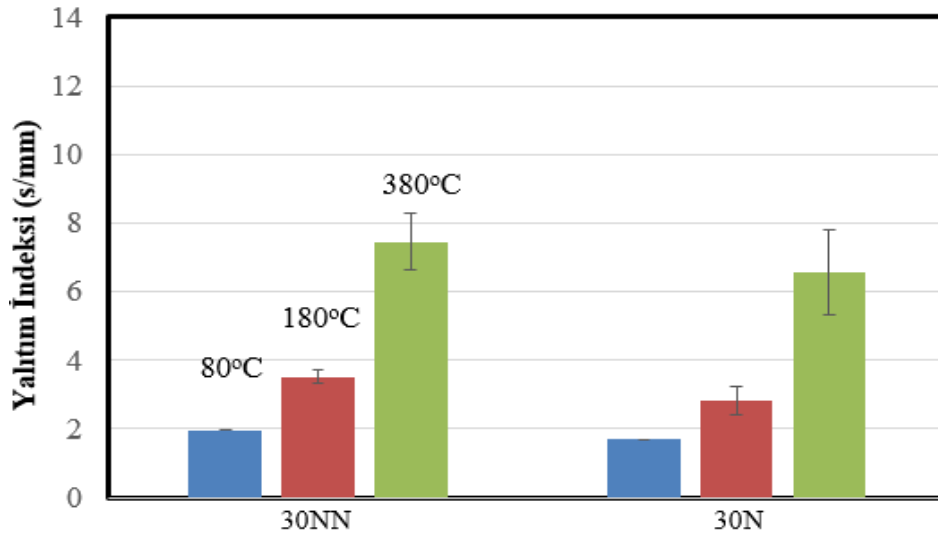
Şekil 4.57. %30 seyreltici NiAl-H ve Ni_{1,2}Al-H ile %20, 40, 60, 75 BO üre ile üretilen numunelerin dayanım değerleri

4.5.4. Isıl yalıtım özellikleri

ASTM E285-80 standardına göre NiAl-H ve Ni_{1,2}Al termal seyreltici ile üretilen gözeneksiz parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıklara ulaşmak için geçen süreler (s) ve yalıtım indeksleri (s/mm) Çizelge 4.23'te sunulmaktadır. Ni_{1,2}Al termal seyreltici ile üretilen parçalar, NiAl-H termal seyreltici parçalara göre daha iyi ısı yalıtım katsayısı göstermiştir.

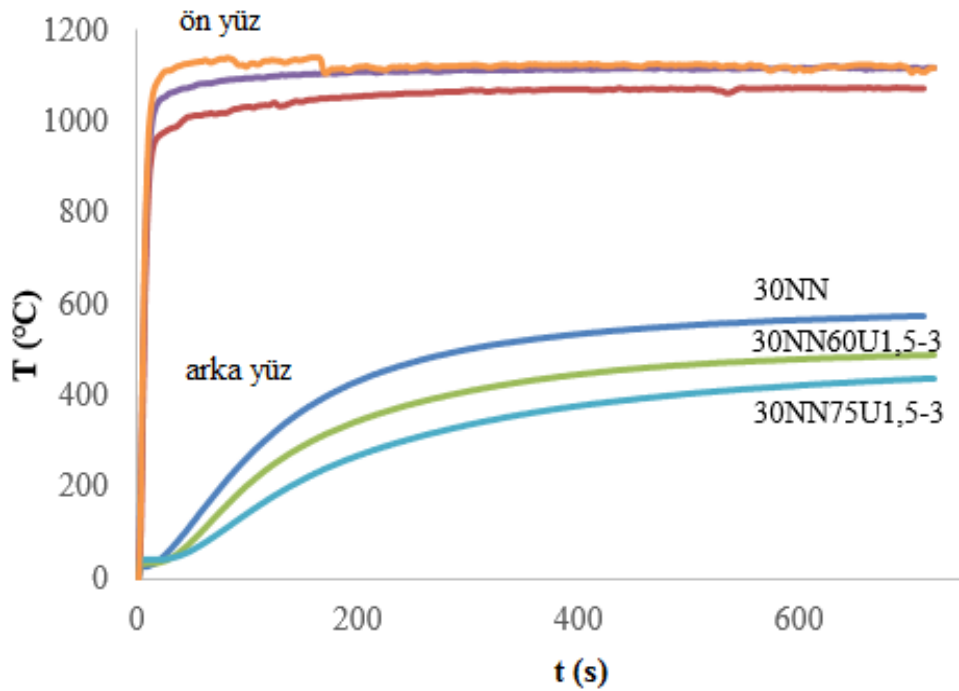
Çizelge 4.23. NiAl-H ve Ni_{1,2}Al termal seyreltici ile üretilen gözeneksiz parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıklara ulaşması için geçen süreler ve yalıtım indeksleri

	80°C		180°C		380°C	
	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)
30N	34±0	1,7±0	56,3±8,1	2,8±0,4	137,1±27,8	6,5±1,2
30 NN	39±0	1,9±0	70,2±3,8	3,5±0,2	162,4±16,6	7,4±0,8



Şekil 4.58. NiAl-H ve Ni_{1,2}Al ile üretilen gözeneksiz parçaların yalıtım indeksi değerleri

Ni_{1,2}Al ile üretilen dolu, %60 ve 75 üre eklenerek üretilen FDM parçaların ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değişimi (Şekil 4.59) incelendiğinde, en düşük arka yüz sıcaklığının %75 üre ile üretilen parçada olduğu görülmüştür. Aynı boyut aralığında gözeneklilik oranı arttıkça arka yüz sıcaklığının düştüğü anlaşılmıştır.

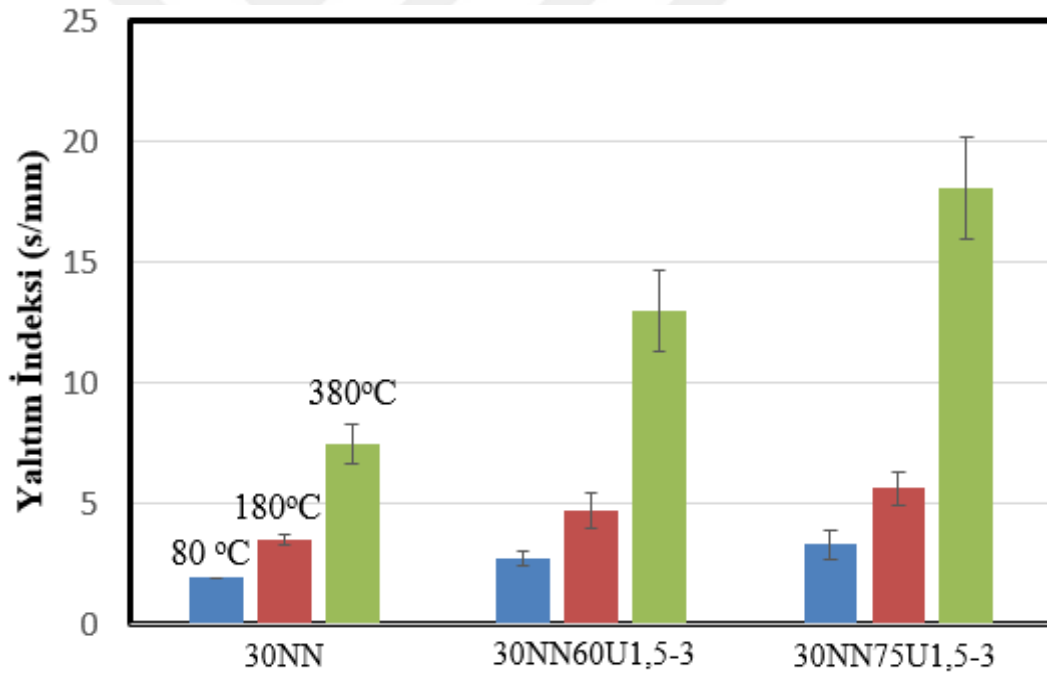


Şekil 4.59. Ni_{1,2}Al ile üretilen dolu, %60 ve 75 üre eklenerek üretilen katmanlardan oluşan FDM parçaların ön yüzden ısıtma sırasında eş zamanlı ölçülen ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değişimi

ASTM E285-80 standardına göre $Ni_{1,2}Al$ ile üretilen dolu, %60 ve 75 üre ile üretilen parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıklara ulaşmak için geçen süreler ve yalıtım indeksleri Çizelge 4.24'te ve Şekil 4.60'ta gösterilmektedir.

Çizelge 4.24. $Ni_{1,2}Al$ ile üretilen dolu, %60 ve 75 üre ile üretilen parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıklara ulaşmak için gereken süreler ve yalıtım indeksleri

	80°C		180°C		380°C	
	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)
30NN	39±0	1,9±0	70,2±3,8	3,5±0,2	162,4±16,6	7,4±0,8
30NN60U1,5-3	54,6±5,5	2,7±0,2	94±15	4,7±0,7	260,6±33,7	13±1,6
30NN75U1,5-3	66,1±12	3,3±0,6	112,5±14	5,6±0,7	361,5±42	18±2,1



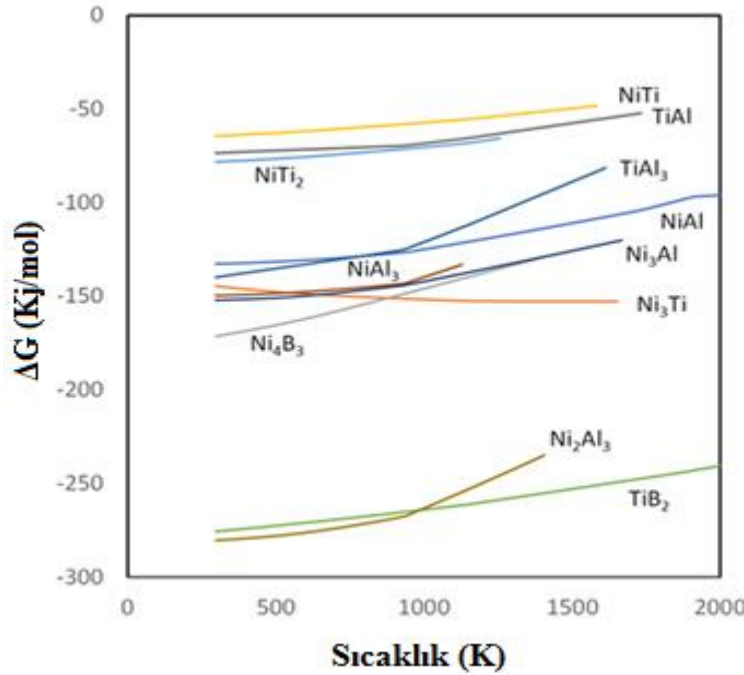
Şekil 4.60. $Ni_{1,2}Al$ ile üretilen gözeneksiz, %60 ve 75 üre ile üretilen parçaların yalıtım indeksi değerleri

4.6. NiAl Matrise Hazır ve İn-sitü TiB_2 Eklemenin Etkisi

Bu bölümde, gözenekli yapıya sahip, TiB_2 partikül takviyeli NiAl matrisli kompozitler HYS ile hazırlanmıştır ve incelenmiştir. TiB_2 , NiAl matrisi ile uyumlu olduğu için ve NiAl yapısının içinde yanma sentezi ile in sitü olarak oluşturulması mümkün olduğundan dolayı takviye fazı olarak seçilmiştir (Torres vd. 2009; Çamurlu ve Maglia 2009). Bu çalışmada farklı oranlarda BO üre partikülleri kullanılarak NiAl

yapısında gözeneklilik oluşturulmuştur. Tüm numunelerde Ni+Al toz karışımının HYS reaksiyonu ile NiAl fazı oluşturulmuştur.

Sıcaklığın bir fonksiyonu olarak olası reaksiyonların Gibbs serbest enerjisindeki değişiklikler Şekil 4.61'de sunulmuştur (HSC Chemistry 9 programı (Roine 1994) ile hesaplanmıştır). TiB₂'nin elementlerinden oluşum reaksiyonu, diğer olası reaksiyonlarla karşılaştırıldığında, 1000 K'nin (727°C) üzerinde en düşük serbest enerjiye sahiptir. NiAl'in elementlerinden oluşum yolunda, Al₃Ni, Al₃Ni₂ ve AlNi₃ gibi ara fazlar bildirilmiştir (Biswas 2004; Školáková 2021). Bu fazların oluşumu serbest enerji hesaplarına göre mümkündür. NiAl oluşumundan önceki olanlar, NiAl'den daha düşük serbest enerji değerlerine bağlanabilir. Bu nedenle lokal stokiometrinin uygun olduğu yerlerde oluşmuş olabilirler. Yeterli difüzyon sonucunda genel stokiometriye uygun olarak NiAl fazı oluşmaktadır. NiAl-TiB₂ sisteminde Ni₃Al, TiAl ve Ti₃Al'in ara fazlar olarak oluştuğu ileri sürülmüştür (Torres vd. 2000). Ti taşıyan bileşiklerin reaksiyon ilerledikçe TiB₂'ye dönüşmesi beklenir. Çünkü TiB₂'nin Gibbs serbest oluşum enerjisi bu bileşiklerden daha düşüktür (Şekil 4.61). Serbest kalan Al, Ni ile reaksiyona girmeye devam eder. Bu nedenle nihai üründe NiAl+TiB₂ oluşması beklenmektedir.



Şekil 4.61. Bazı olası ürünlerin oluşumu için Gibbs serbest enerji değerlerinin değişimi (Roine 1994)

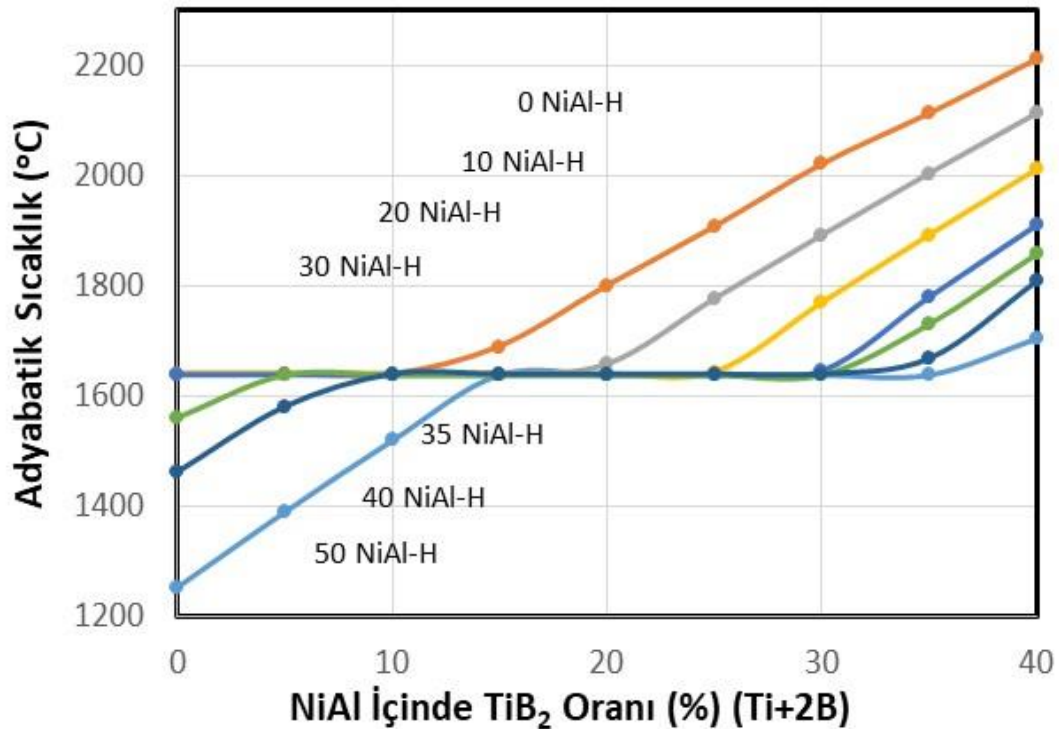
NiAl matrisinde hacimce %5-30 TiB₂ partikül takviyesi 3 yöntemle oluşturulmuştur. Birinci grupta, TiB₂ partiküllerinin tamamı, Ti+B elemental tozlarının NiAl içinde in-situ reaksiyonu ile oluşturulmuştur. Bu reaksiyon da ekzotermiktir ve NiAl parçaların adyabatik sıcaklığını yükseltmektedir. Termal seyreltici NiAl-H oranı, adyabatik sıcaklık grafiklerinden belirlenmiştir. Bu nedenle numunelerde %30 oranının üzerinde NiAl-H termal seyreltici kullanılmıştır. İkinci grupta, TiB₂ takviye

partiküllerinin %40'ı başlangıç malzemelerine TiB_2 -H olarak (termal seyreltici etkisi amacıyla) eklenmiştir. Üçüncü grupta, TiB_2 partiküllerinin tamamı TiB_2 -H olarak NiAl'e eklenmiştir. Farklı gruplardan elde edilen farklı özellikler incelenmiştir.

4.6.1. İn-sitü TiB_2 içeren gözenekli NiAl numuneler

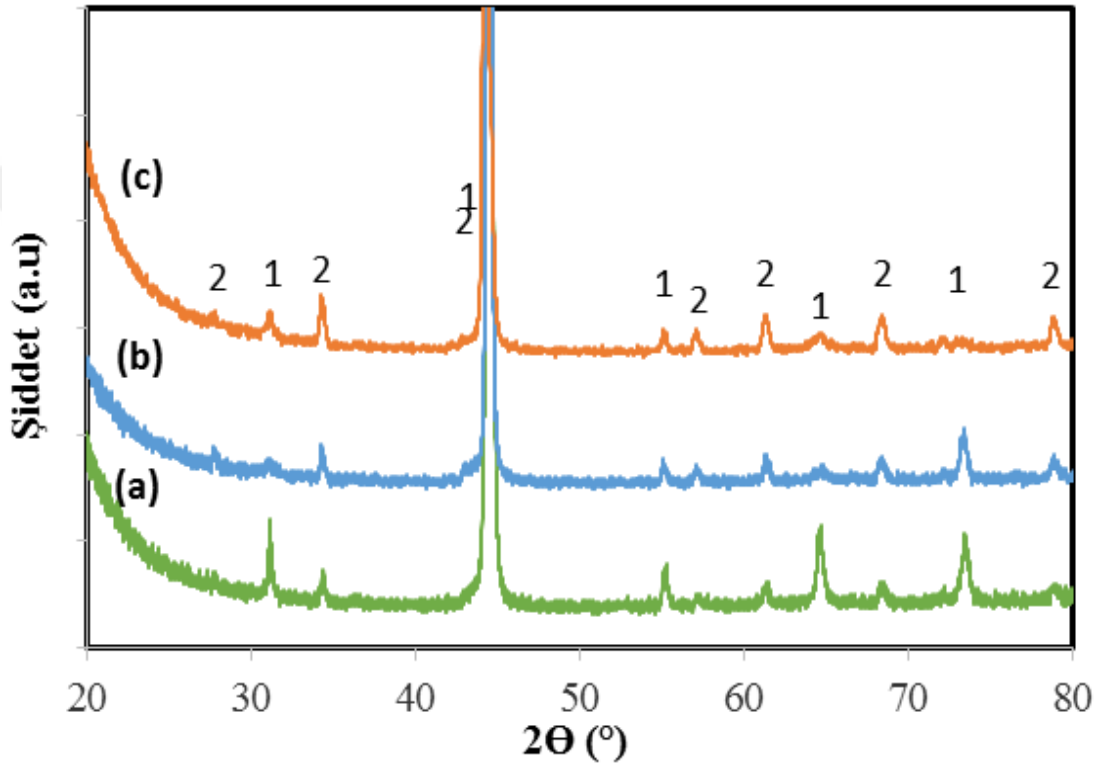
Farklı oranlarda NiAl-H içeren Ni+Al'e, ($Ti+2B$ olarak) eklenen TiB_2 oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi Şekil 4.62'de görülmektedir. $Ti+B$ oranının artması ile, adyabatik sıcaklık artmaktadır. Bu durum, $Ti+B$ reaksiyonunun yüksek negatif entalpiye sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Örneğin, termal seyreltici içermeyen başlangıç karışımına %30 $Ti+2B$ takviyesi yapıldığında, adyabatik sıcaklık $2012^{\circ}C$ 'dir (Şekil 4.63). Bu sıcaklık NiAl'ın erime noktasından ($1638^{\circ}C$) çok daha yüksektir. Bu nedenle peletlerin gözenek yapısının ve silindirik dış şeklinin bozulmasını engellemek amacıyla NiAl-H takviyesi yapılmıştır. Adyabatik sıcaklığı $1638^{\circ}C$ 'de (NiAl) tutmak ve fazla miktarda sıvı faz oluşumunu önlemek için başlangıç karışımına NiAl-H eklenmiştir. Farklı in-sitü TiB_2 içeren bileşimler için uygun NiAl-H oranının belirlenmesi için Şekil 4.62 kullanılmıştır.

Daha önceki bölümlerde, hiç in-sitü TiB_2 içermeyen NiAl parçalar için %30 NiAl-H oranının uygun olduğu belirlenmiştir. Bu bölümde, %5 in-sitü TiB_2 oranı için %30 NiAl-H, %10 in-sitü TiB_2 oranı için %35 NiAl-H, %20 in-sitü TiB_2 oranı için %40 NiAl-H, %30 in-sitü TiB_2 oranı için %50 NiAl-H oranı Şekil 4.62'ye göre uygun bulunmuştur.



Şekil 4.62. Farklı oranlarda NiAl-H içeren Ni+Al'e, ($Ti+2B$ olarak) eklenen TiB_2 oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi

TiB₂ takviyeli NiAl numuneleri Ni+Al+(NiAl-H)+Ti+B karışımları HYS reaksiyonu ile elde edilmiştir. Karışım içlerindeki TiB₂ parçacıkları in situ olarak oluşturulmuştur. Ni+Al+Ti+B karışımlarından elde edilen NiAl-10TiB₂, NiAl-20TiB₂ ve NiAl-30TiB₂ kompozitlerinin XRD desenleri Şekil 4.63'te sunulmaktadır. Bu numuneler, reaktan karışımlarının hacimce farklı oranlarda üre partikülleri ile karıştırılarak numuneler preslenmiş sonrasında üre partikülleri su içinde uzaklaştırılmış ve gözenekli peletler 750°C'ye ısıtılarak HYS'ye tabi tutularak üretilmiştir. TiB₂ fazına ait pikler, TiB₂'nin Ti+2B'nin reaksiyonu ile in-situ olarak NiAl içinde oluştuğunu göstermektedir. NiAl-TiB₂ numunelerindeki tüm pikler NiAl ve TiB₂ fazlarına ait olduğu sonucuna ulaşılmıştır.



Şekil 4.63. Ni+Al+Ti+B karışımlarından elde edilen **a)** NiAl-10TiB₂, **b)** NiAl-20TiB₂, **c)** NiAl-30TiB₂ kompozitlerinin XRD desenleri. (1) NiAl, (2) TiB₂

4.6.1.1. Makroyapı

Ham peletlerin üre içerikleri ile ortalama toplam gözenekliliği ve HYS sonrası gözenekli peletlerin ortalama toplam gözenekliliği Çizelge 4.25'te sunulmaktadır. Ham peletlerin gözenek oranının, eklenen üre oranından yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum, Ni+Al karışımının da gözenekli olmasından kaynaklanmaktadır. HYS sonrası tüm bileşimlerdeki peletlerde gözenek oranında azalma meydana gelmiştir. Ti+B içermeyen NiAl parçalarda ise (Bölüm 4.3), gözenek oranında az oranda artış gözlenmişti. Ti+B eklenmiş olan peletlerde meydana gelen gözenek azalmasının sebebinin Ti+B reaksiyonu ile TiB₂ oluşumu sırasında açığa çıkan ısı ve bu nedenle artan yanma sıcaklığı olduğu düşünülmektedir. Bu ısının absorbe edilmesi için eklenmiş olan termal seyreltici oranının,

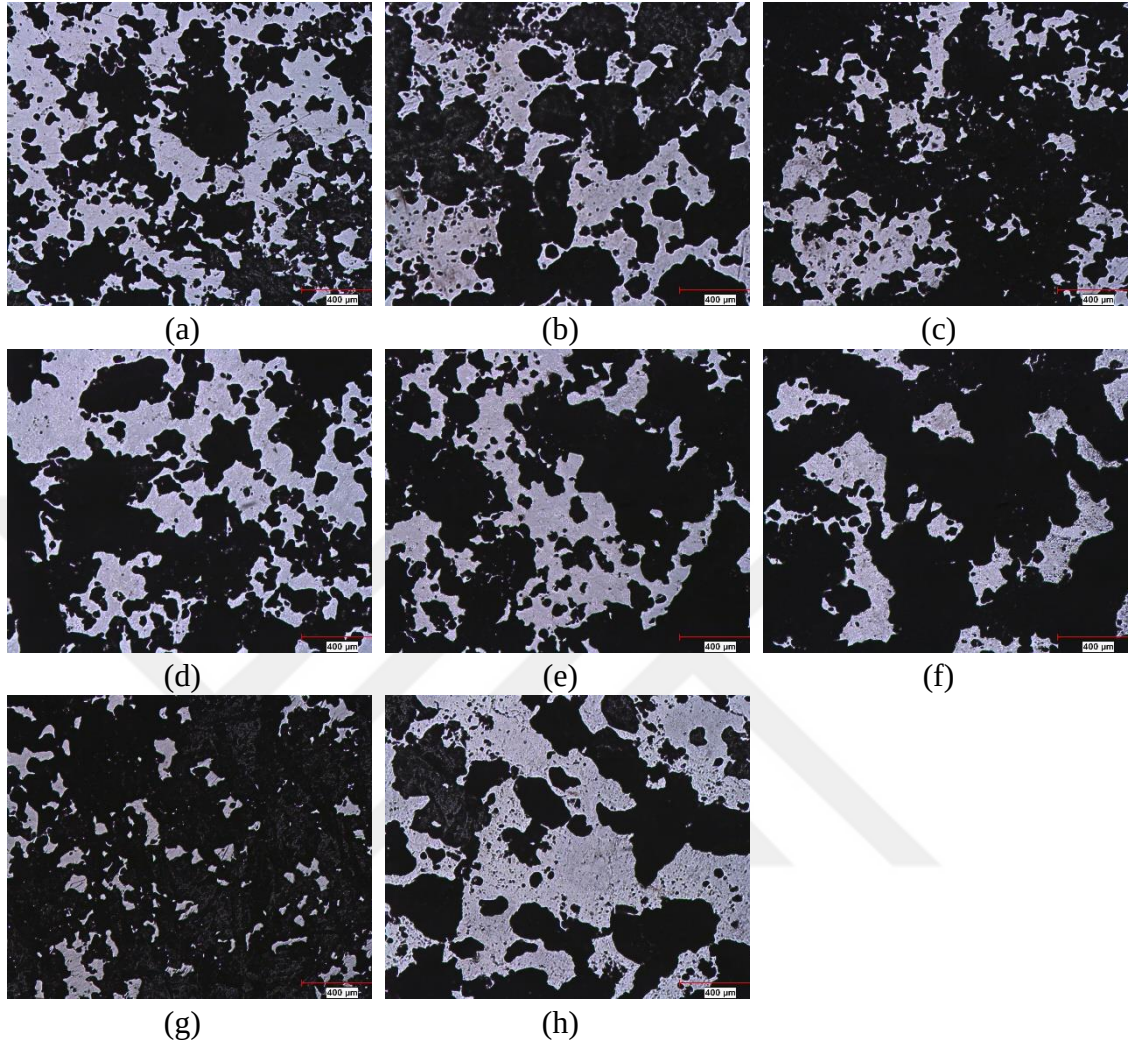
bir miktar daha arttırılması gerektiği görülmektedir. Meydana gelmiş olan boyut küçülmeleri de bunun bir sonucu olabilir.

Çizelge 4.25'te üretilen numunelerin boy ve çaplarındaki değişim incelendiğinde, %30 NiAl-H ve %5 TiB₂-İ takviyeli, %20-40-60 BO üre ile üretilen numunelerde üre oranının artmasıyla boy ve çaptaki değişiminde artış meydana gelmiştir. Hem NiAl-H oranının hem de TiB₂-İ oranı artırıldığında (%10 TiB₂-İ ve %35 NiAl-H), BO üre oranının artmasıyla boydaki değişim azalmıştır. Fakat bu değerden sonra hem TiB₂-İ hem de NiAl-H oranının artırılması (%30 TiB₂-İ ve %50 NiAl-H) boydaki ve çaptaki değişim oranını artırmaktadır.

Çizelge 4.25. İn-sitü TiB₂ (TiB₂-İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların gözenek ve boyutlarındaki değişimleri (HÖG: HYS öncesi gözenek, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune Kodu	HÖG (%)	BD (%)	ÇD (%)	HSG (%)
5T30N20U1,5-3	47,3	2,84	-4,80	45,7
5T30N40U1,5-3	56,7	-5,21	-5,73	50,7
5T30N60U1,5-3	68,1	-7,83	-8,33	60,6
10T35N20U1,5-3	48,8	6,64	-5,02	48,3
10T35N40U1,5-3	57,9	-4,93	-4,32	53,1
10T35N60U1,5-3	68,8	0,38	-6,48	65,6
20T40N60U1,5-3	69,8	-10,39	-9,36	59,3
30T50N60U1,5-3	71,9	-14,37	-10,43	58,9

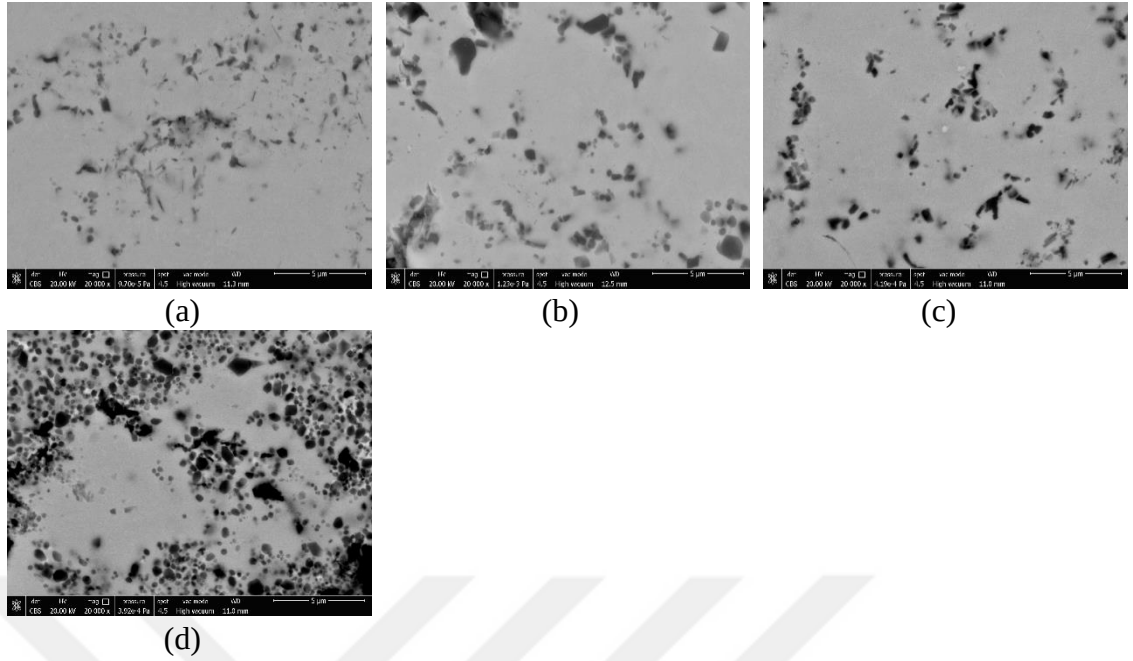
Şekil 4.64'te, %20, 40 ve 60 oranlarda BO üre içeren 5T30N (a-c) ve 10T30N (d-f) parçaların makroyapı görüntüleri verilmektedir. Artan üre oranı ile, gözenek oranının arttığı görülmektedir. Hücre duvarlarında en fazla gözenek 20T40N60U1,5-3 (Şekil 4.64(g)) numunesinde meydana gelmiştir. 30T50N60U1,5-3 numunesinde ise (Şekil 4.64(h)), hücre duvarlarının daha az gözenek içerdiği anlaşılmıştır. Bu parçada ulaşılan yanma sıcaklığının daha yüksek olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.64. İn-sitü TiB_2 (TiB_2 -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların OM görüntüleri **a)** 5T30N20U1,5-33, **b)** 5T30N40U1,5-3, **c)** 5T30N60U1,5-3 **d)** 10T35N20U1,5-3, **e)** 10T35N40U1,5-3, **f)** 10T35N60U1,5-3, **g)** 20T40N60U1,5-3, **h)** 30T50N60U1,5-3 (50x)

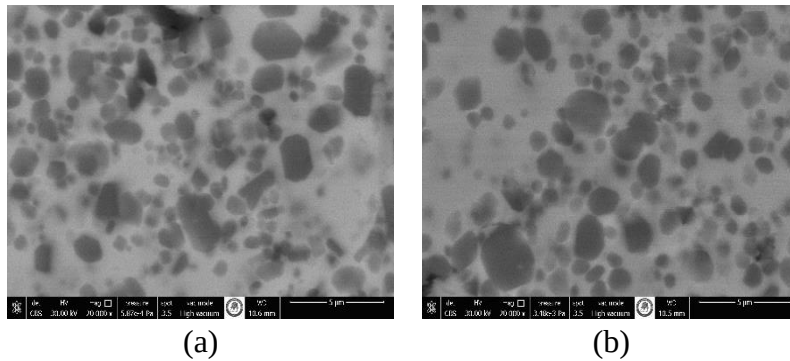
4.6.1.2. Mikroyapı

5T30N60U1,5-3, 10T35N60U1,5-3, 20T40N60U1,5-3 ve 30T50N60U1,5-3 kodlu numunelerin 20kX büyümedeki SEM görüntüleri Şekil 4.66'da sunulmaktadır. Başlangıç karışımlarındaki Ti+2B miktarının artması sonucunda mikroyapıda daha yüksek miktarda TiB_2 partiküllerinin mevcut olduğu görülmüştür (Şekil 4.66). TiB_2 NiAl matrisinde in-sitü oluşturulduğunda TiB_2 dağılımının homojen olduğu görülmüştür. Bu numunelerdeki tüm TiB_2 partikülleri, Ti+2B'nin in sitü reaksiyonundan oluşturulmuştur. İn-situ TiB_2 partiküllerinin boyutu 1 μm 'den küçüktür.



Şekil 4.65. İn-sitü TiB_2 (TiB_2 -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların SEM görüntüleri **a)** 5T30N60U1,5-3, **b)** 10T35N60U1,5-3, **c)** 20T40N60U1,5-3, **d)** 30T50N60U1,5-3 (20 kx)

Başlangıç karışımlarına termal seyreltici NiAl-H eklenmeden üretilmiş olan parçalarda kısmen erime meydana geldiği ve parçaların ve gözeneklerin şekil ve boyutlarının bozulduğu görülmüştür. Bunun nedeni, parçaların yanma sıcaklıklarının NiAl'ın erime sıcaklığının üzerine çıkmasıdır. Termal seyreltici NiAl-H eklenmeden üretilmiş olan 20T60U3-5 ve 30T60U3-5 kodlu numunelerin, yukarıdaki mikrogramlarla aynı büyütmedeki SEM görüntüleri Şekil 4.66'da sunulmaktadır. Oluşmuş olan in-sitü TiB_2 partiküllerinin çok daha büyük olduğu görülmektedir. Bazı TiB_2 partikülleri 1 mikron civarındadır. Termal seyreltici kullanılmamış olan parçalarda NiAl içinde in-situ oluşmuş olan TiB_2 partiküllerinin boyutlarının, termal seyreltici kullanılmış olan numunelere kıyasla daha büyük olması, yanma sıcaklığının daha yüksek olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.66. Termal seyreltici kullanılmadan üretilmiş olan in-sitü TiB_2 (TiB_2 -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların SEM görüntüleri **a)** 20T60U3-5, **b)** 30T60U3-5 (20 kX)

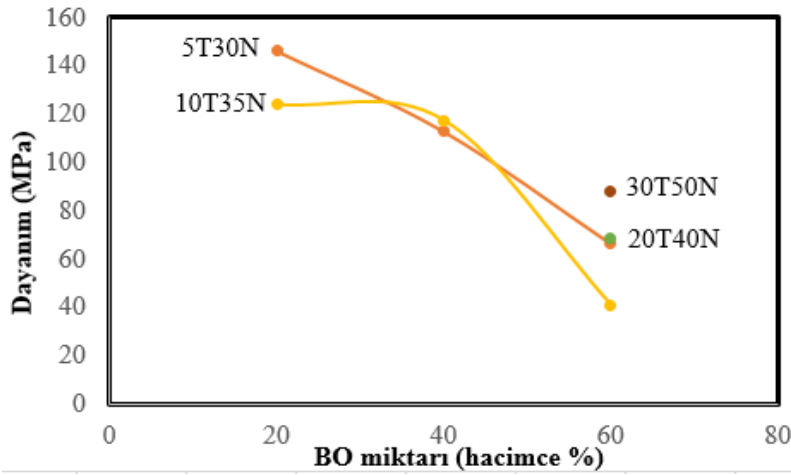
4.6.1.3. Mekanik testler

Üretilen gözenekli in-sitü TiB_2 (TiB_2-I) takviyeli gözenekli NiAl parçaların mikrosertlik değerleri Çizelge 4.26'da sunulmuştur. %5 in-sitü TiB_2 (TiB_2-I) takviyeli ve 30 NiAl-H ile hazırlanan numunenin sertliği $435 \pm 82,1$ $HV_{0,2}$ 'dir. İn-sitü TiB_2 (TiB_2-I) takviye oranı %10'a ve NiAl-H oranı %35'e çıkartılarak üretilen numunenin sertliği $467,1 \pm 51,3$ $HV_{0,2}$ olarak bulunmuştur. Daha sonra, in-sitü TiB_2 (TiB_2-I) takviye oranı ve NiAl-H oranı karışım içerisinde artırıldığında mikrosertlik değerlerinde artış gözlemlenmiştir (Çizelge 4.26).

Çizelge 4.26. İn-sitü TiB_2 (TiB_2-I) takviyeli gözenekli NiAl parçaların dayanım ve mikrosertlik-değerleri

Numune Kodu	NiAl-H (%)	Dayanım (MPa)	Mikrosertlik ($HV_{0,2}$)	SS ($HV_{0,2}$)
5T30N20U1,5-3	30	146,1	435,0	82,1
5T30N40U1,5-3	30	112,8	-	-
5T30N60U1,5-3	30	66,2	-	-
10T35N20U1,5-3	35	123,8	467,1	51,3
10T35N40U1,5-3	35	117,3	-	-
10T35N60U1,5-3	35	40,9	-	-
20T40N60U1,5-3	40	68,8	486,3	72,3
30T50N60U1,5-3	50	87,7	631,7	153,7

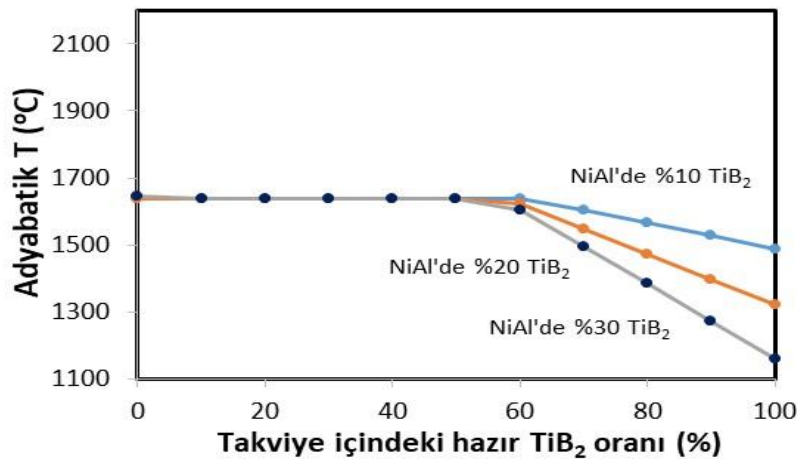
Gözenekli NiAl- TiB_2 (Ti+B) kompozitlerinin basma akma dayanımı değerleri Şekil 4.67'de sunulmuştur. %5 TiB_2-I ve %30 NiAl-H takviyesi ile %20, 40, 60 BO üre ile üretilen numunelerin dayanımı BO oranı arttıkça azalmıştır. Karışım içerisinde TiB_2-I oranını %10'a, NiAl-H oranını %35'e çıkarıldığında dayanımda bir miktar azalma meydana gelmiştir. %60 BO üre sabit alınarak hem TiB_2-I oranının hem de NiAl-H oranı artırıldığında TiB_2-I oranının artmasına bağlı olarak parçaların dayanımlarında artma meydana geldiği görülmüştür. Artan TiB_2-I oranı ile dayanımın artması, bu parçalarda daha fazla sıvı faz oluşmasından kaynaklanmış olabilmektedir.



Şekil 4.67. İn-sitü TiB_2 (TiB_2 -İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların dayanım değerleri

4.6.2. %40 hazır TiB_2 %60 in-sitü TiB_2 içeren gözenekli NiAl numuneler

%30 NiAl-H içeren Ni+Al karışımlarına, eklenen in-sitü+hazır TiB_2 takviye fazı içindeki hazır TiB_2 oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi Şekil 4.68'de görülmektedir. Başlangıçta, adyabatik sıcaklık sabit kalmasına rağmen, başlangıç karışımındaki TiB_2 -H miktarını artırmak ve Ti+B miktarını azaltmak, NiAl'de oluşan sıvı faz miktarında bir azalmaya neden olmuştur. İn-situ+hazır TiB_2 içindeki hazır TiB_2 oranının %50'nin üzerine artması ile, adyabatik sıcaklık düşmektedir. Bu durum, hazır TiB_2 'nin termal seyreltici etkisinden kaynaklanmaktadır. Bu bölümde, %10 ve 20 oranında TiB_2 içeren kompozitler için, takviye fazının %40 oranında hazır TiB_2 içermesinin, adyabatik sıcaklığı 1638 °C'de tutmak için uygun olduğu sonucuna varılmıştır.



Şekil 4.68. %30 NiAl-H içeren Ni+Al'e, TiB_2 takviye fazı içindeki hazır TiB_2 oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi

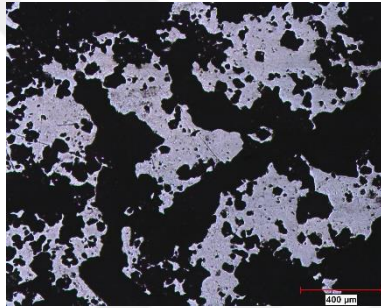
4.6.2.1. Makroyapı

Şekil 4.69'da %40'ı TiB_2 -H, %60'ı TiB_2 -H olacak şekilde takviye malzemesi TiB_2 eklenerek üretilen numunelerin OM görüntüleri sunulmaktadır. Oluşan gözeneklerin,

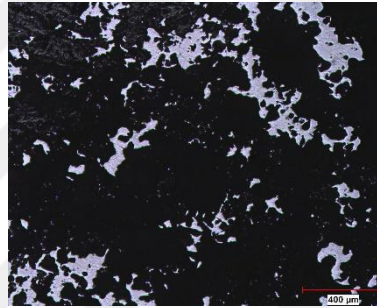
eklenmiş olan BO üre partiküllerinin orijinal boyutları ile uyumlu olduğu görülmüştür. Peletin silindirik şekli, HYS reaksiyonundan sonra iyi korunmuştur. Ancak HYS sırasında yaklaşık %2-10 oranında boyutlarda azalma meydana gelmiştir (Çizelge 4.27).

Çizelge 4.27. %40 TiB₂-H ve %60 in-situ TiB₂ (TiB₂-İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların gözenek, boy ve çaptaki değişimleri (HÖG: HYS öncesi gözenek, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune Kodu	HÖG (%)	BD (%)	ÇD (%)	HSG (%)
10TT30N60U1,5-3	68,8	-2,83	-6,76	64,7
20TT30N60U,1,5-3	70,2	-9,90	-8,55	74,1



(a)

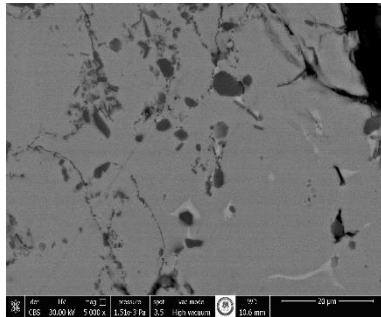


(b)

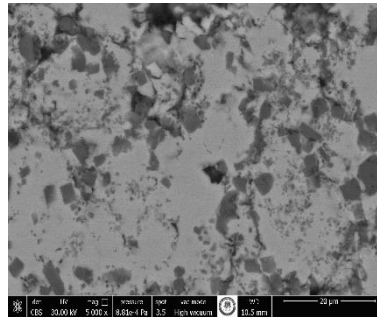
Şekil 4.69. TiB₂-H ve in-situ TiB₂ (TiB₂-İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların OM görüntüleri **a)** 10TT30N60U1,5-3, **b)** 20TT30N60U,1,5-3 (50x)

4.6.2.2. Mikroyapı

Şekil 4.70’de sunulan SEM görüntülerinde üretilen numunelerin hem in-situ hem de TiB₂-H partikülleri içerdiği görülmektedir. TiB₂-H parçacıklarının boyutu <10 µm olarak ölçülmüştür. Şekil 4.70’teki SEM görüntülerinde büyük siyah parçacıklar TiB₂-H, küçük siyah parçacıklar ise in-situ olarak elde edilen TiB₂ parçacıklarıdır.



(a)



(b)

Şekil 4.70. %60 in-situ TiB₂ (TiB₂-İ) + %40 TiB₂-H takviyeli gözenekli NiAl parçaların SEM görüntüleri **a)** 10TT30N60U1,5-3, **b)** 20TT30N60U,1,5-3 (10 kX)

4.6.2.3. Mekanik özellikler

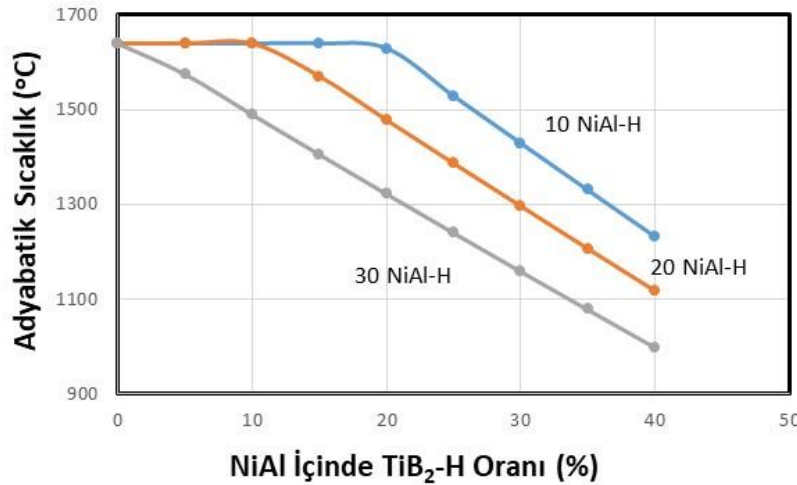
TiB₂-H ve in-situ TiB₂ (TiB₂-İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların dayanımı, eklenen TiB₂-H ve in-situ TiB₂ (TiB₂-İ) oranının artmasıyla artış gösterdiği görülmüştür. Mikrosertlik değerinde belirgin değişiklik olmamıştır.

Çizelge 4.28. TiB₂-H ve in-situ TiB₂ (TiB₂-İ) takviyeli gözenekli NiAl parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri

Numune Kodu	NiAl-H (%)	Dayanım (MPa)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	SS (HV _{0,2})
10TT30N60U1,5-3	30	43,8	342,4	57,3
20TT30N60U,1,5-3	30	74,1	337,1	36,3

4.6.3. Hazır TiB₂ içeren gözenekli NiAl numuneler

Farklı oranlarda NiAl-H içeren Ni+Al karışımlarına eklenen TiB₂-H oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi Şekil 4.71’de gösterilmektedir. Ni+Al başlangıç karışımlarındaki NiAl-H oranı arttıkça, daha düşük TiB₂-H oranlarında adyabatik sıcaklık düşmeye başlamaktadır. Bu bölümde, %10 TiB₂-H takviye oranı için %20 NiAl-H, %20 in-situ TiB₂-H oranı için %10 NiAl-H, %30 TiB₂-H oranı için ise 0 NiAl-H oranı Şekil 4.71’e göre uygun bulunmuştur. Toplam termal seyreltici fazı bu şekilde %30 olmaktadır.



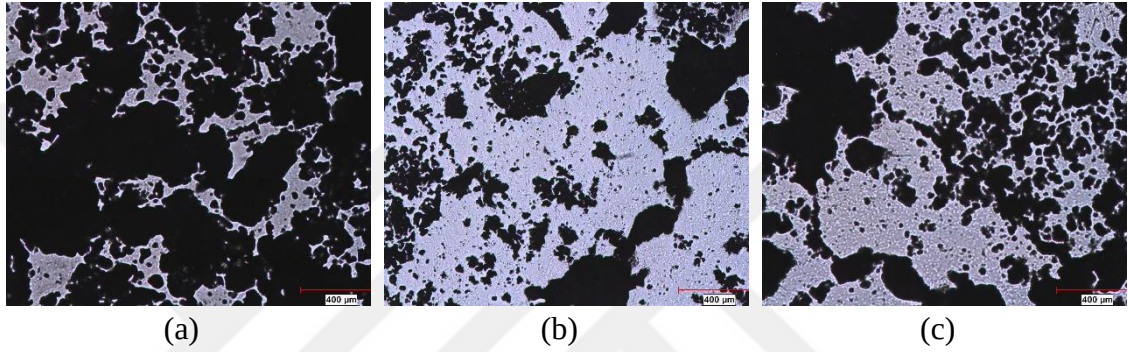
Şekil 4.71. Farklı oranlarda NiAl-H içeren Ni+Al karışımlarına eklenen TiB₂-H oranının adyabatik sıcaklık üzerindeki etkisi

4.6.3.1. Makroyapı

Şekil 4.72’de %60 BO üre ile üretilen TiB₂-H takviyeli gözenekli NiAl parçaların OM görüntüleri sunulmaktadır. OM görüntülerinden karışım içerisinde TiB₂-H oranını artırmak ve NiAl-H oranını azaltmak gözeneklilik yapısında azalma meydana getirmiştir.

Çizelge 4.29. TiB₂-H takviyeli gözenekli NiAl parçaların gözenek ve boydaki değişimleri (HÖG: HYS öncesi gözenek, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

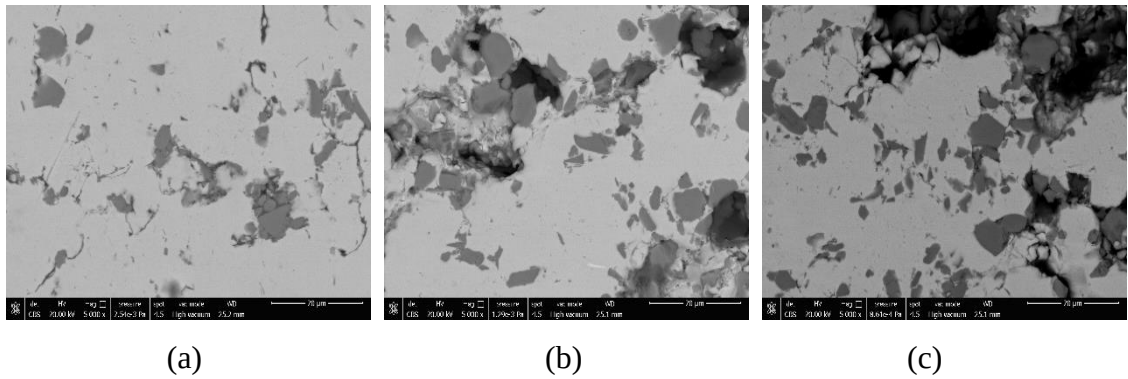
Numune Kodu	HÖG (%)	BD (%)	ÇD (%)	HSG (%)
10TH20N60U1,5-3	70,8	-8,68	-7,41	61,3
20TH10N60U1,5-3	69,1	-5,46	-5,20	65,0
30TH60U1,5-3	69,9	-7,92	-4,39	64,6



Şekil 4.72. TiB₂-H takviyeli gözenekli NiAl parçaların %60 BO üre ile üretilen numunelerin OM görüntüleri **a)** 10TH20N60U1,5-3, **b)** 20TH10N60U1,5-3, **c)** 30TH60U1,5-3 (50x)

4.6.3.2. Mikroyapı

TiB₂-H parçacıklarının boyutu <10 µm olarak ölçülmüş olup bu parçacıkların NiAl matrisi içerisinde genellikle NiAl tane sınırlarında bulunacak şekilde dağılım gösterdiği Şekil 4.73'te görülmektedir.



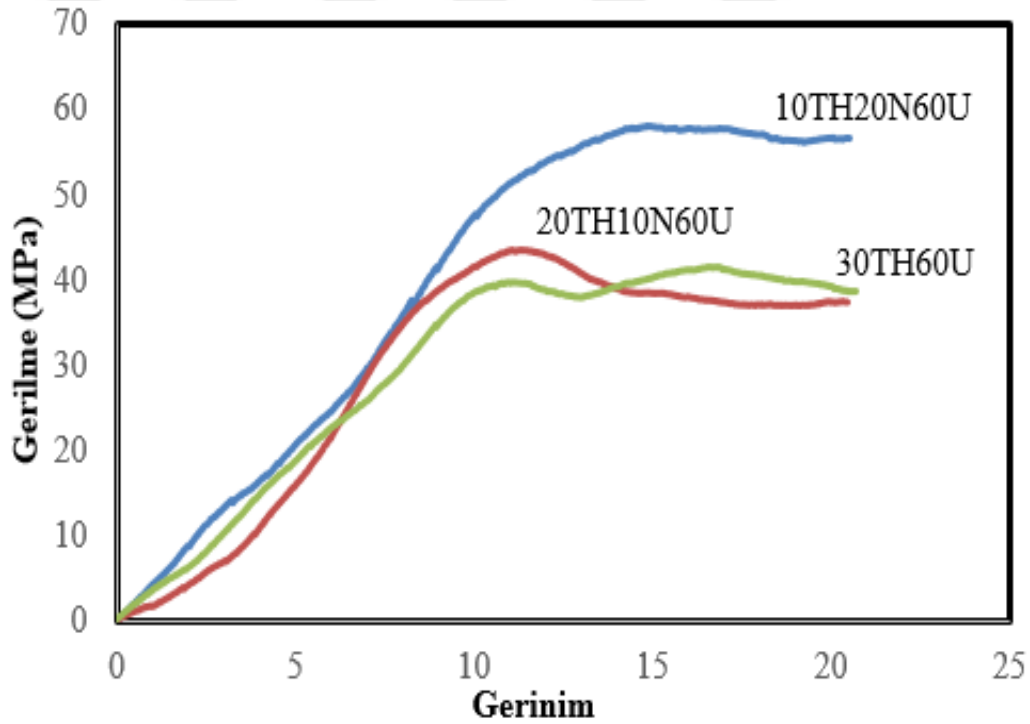
Şekil 4.73. TiB₂-H takviyeli gözenekli NiAl parçaların %60 BO üre ile üretilen numunelerin SEM görüntüleri **a)** 10TH20N60U1,5-3, **b)** 20TH10N60U1,5-3, **c)** 30TH60U1,5-3 (5kX)

4.6.3.3. Mekanik testler

Karışım içerisinde TiB_2 -H oranının artırıp, $NiAl$ -H oranını azaltarak üretilmiş olan parçaların dayanımlarında azalma meydana getirmiştir (Şekil 4.74). Çizelge 4.30'da TiB_2 -H içeren parçaların mikrosertliklerinde belirli bir farklılık olmadığı görülmüştür.

Çizelge 4.30. TiB_2 -H takviyeli gözenekli $NiAl$ parçaların dayanımları ve mikrosertlikleri

Numune Kodu	$NiAl$ -H (%)	Dayanım (MPa)	Mikrosertlik ($HV_{0,2}$)	SS ($HV_{0,2}$)
10TH20N60U1,5-3	20	58,14	248,9	63,2
20TH10N60U1,5-3	10	43,44	303,4	80,3
30TH60U1,5-3	0	41,41	262,4	184,3
30N60U1,5-3	30	33,36	224,3	49,9



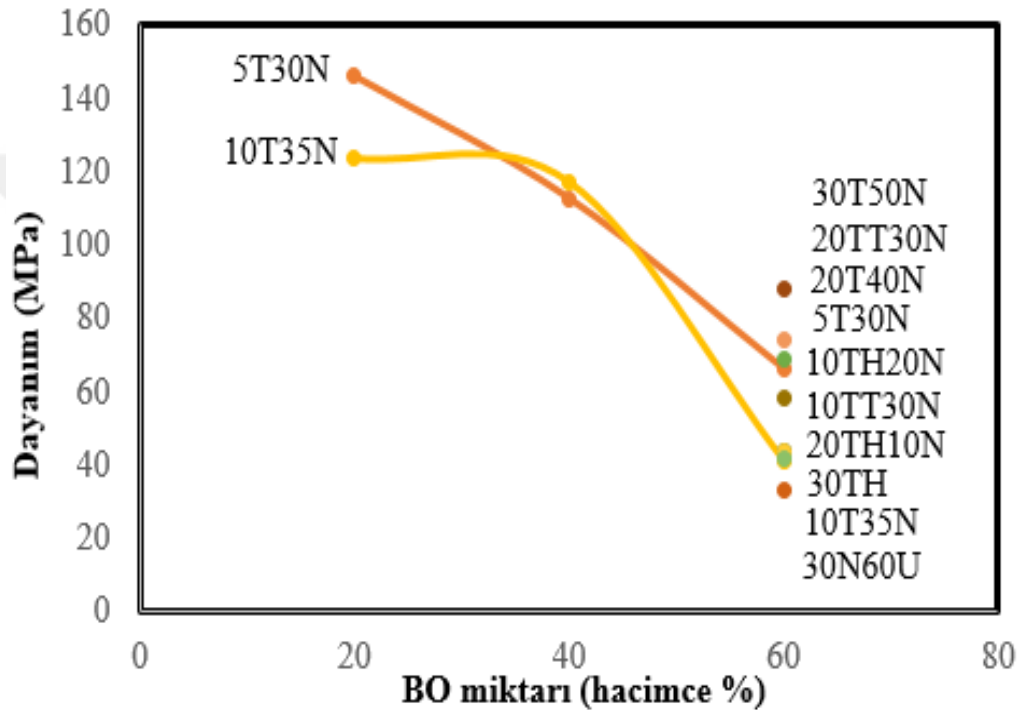
Şekil 4.74. TiB_2 -H takviyeli gözenekli $NiAl$ parçaların gerilme-gerinim diyagramları

4.6.4. Hazır ve in-sitü TiB_2 mekanik özelliklerinin karşılaştırılması

3 grupta üretilen gözenekli $NiAl$ - TiB_2 numunelerinin mikrosertlik değerleri karşılaştırıldığında en fazla sertlik, $NiAl$ içinde in-situ reaksiyonu ile üretilen parçalarda olurken en düşük mikrosertlik TiB_2 -H partiküllerinin $NiAl$ 'e eklenmesiyle üretilen parçalarda olmuştur. Bunun sebebi in sitü takviyelerin daha iyi mekanik özellikler sağladığından dolayıdır (Srinivasa vd. 2016; Wei vd. 2015). Bu, matris ve takviye partikülleri arasındaki daha iyi bağlanma ve daha temiz arayüz oluşturmuş olabilir. Diğer

bir neden in sitü oluşturulmuş TiB_2 parçacıklarının TiB_2 -H'den çok daha küçük boyutu olduklarıdır. Belirli bir takviye miktarı için, takviye partiküllerinin boyutları daha küçük olduğunda, sertliği artırma üzerindeki etkilerinin daha yüksek olabileceği literatürde bildirilmiştir (Chawla 2012; Kainer 2006). Dolayısıyla in sitü oluşan TiB_2 miktarı azaldıkça ve TiB_2 -H miktarı arttıkça sertlik değerlerinin düştüğü görülmektedir.

%60 BO üre sabit olacak şekilde TiB_2 içeren ve TiB_2 içermeyen (30N60U1,5-3) numunelerin dayanımları (Şekil 4.75) ve mikrosertlikleri karşılaştırıldığında (Çizelge 4.30), TiB_2 takviye ile üretilen numunelerin basma dayanımı ve mikrosertlik değerlerinin daha yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 4.75. İn sitü ve TiB_2 -H takviyeli gözenekli NiAl parçaların dayanım değerleri

4.7. $Ni_{1,2}Al$ Çok Katmanlı FDM Parçalar

NiAl ve $Ni_{1,2}Al$ tek katmanlı parçaların özellikleri önceki bölümlerde belirlenmişti. $Ni_{1,2}Al$ parçaların dayanımı NiAl parçalara göre daha düşük olmasına rağmen, ısı yalıtım özelliklerinin daha iyi olduğu görülmüştür. Bu nedenle bu bölümde $Ni_{1,2}Al$ FDM parçalar üretilmiş ve incelenmiştir.

4.7.1. %20, 40 ve 60 oranında gözenek içeren katmanlardan oluşan FDMler

4.7.1.1. Makroyapı

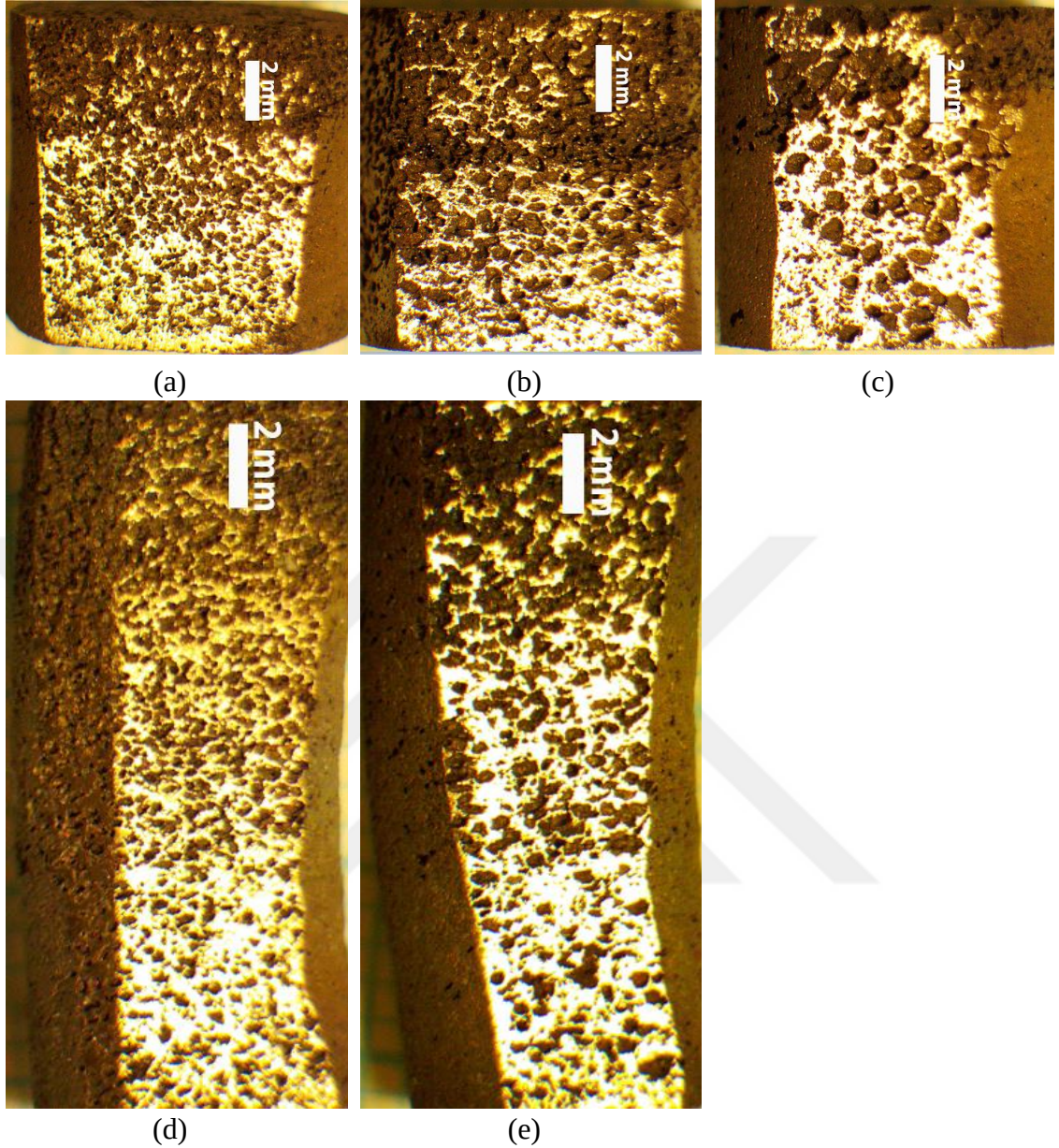
Ni+Al başlangıç malzemelerine %20, 40, 60 oranında BO üre (150-300 μm , 300-500 μm , 500-800 μm) eklenerek, gözenekli katmanlara sahip FDM parçaların oluşumu tek bir HYS reaksiyonu ile gerçekleştirilmiştir. Bu parçaların gözenek ve boyut değişim oranları Çizelge 4.31'de sunulmaktadır. Farklı boyut aralığında üre kullanılarak üretilmiş

olan FDM'ler incelendiğinde, HYS öncesi gözenek oranının birbirine çok yakın olduğu ve eklenmiş olan ortalama üre oranından (%40) fazla olduğu görülmüştür. HYS sonrası gözenek oranında az oranda artış olmuştur. HYS sonrası boydaki değişim değerlerinin birbirine yakın olduğu, çaptaki değişimlerin ise, artan üre boyutu ile azaldığı görülmüştür. Bu değişimlerin %3,7'den az olduğu belirlenmiştir. Meydana gelen boyut değişimlerinin, üretilen çok katmanlı FDM parçaların yapısında olumsuz etkiye neden olmayacak kadar düşük olduğu, makroyapı incelemelerinden anlaşılmıştır.

Çizelge 4.31. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %20, 40, 60 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçaların HYS sonrası gözenek ve boyutlarındaki değişim oranları (ortalama üre oranı %40)

FDM Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
30NN2-4-6U1,5-3	49,8	0,1	-3,02	0,2	-3,69	2,1	51,3	2,0
30NN2-4-6U3-5	50,0	0,6	-3,20	1,3	-2,62	0,9	52,5	1,1
30NN2-4-6U5-8	50,2	0,3	-3,44	0,7	-1,46	2,6	53,6	2,8

FDM parçalar, 3 katmanlı olacak şekilde, 10 ve 20 mm yüksekliğinde üretilmiştir. Şekil 4.76'da %20, 40 ve 60 oranında üre içeren katmanlara sahip olan, 10 ve 20 mm yüksekliğinde üretilen FDM'lerin makroyapıları görülmektedir. Bu parçalar, farklı boyut aralığında üre kullanılarak ayrı ayrı üretilmiştir. Kullanılmış olan tüm üre boyutları için, her iki boyutta üretilen FDM'lerde, parça şeklinin düzgün olduğu ve boyutlarının korunduğu anlaşılmıştır. Bununla birlikte, tek katmanlı parçalarda elde edilmiş olan sonuçlara benzer olarak, gözenek boyut ve şeklinin de muhafaza edildiği görülmektedir. Üretilen tüm parçalarda katmanların istenen gözenek oranına sahip olduğu ve katmanlar arası geçişin sürekli olduğu görülmüştür. Bu durum, daha önce belirlenmiş olan %30 Ni_{1,2}Al-H seyreltici oranının uygun olduğunu göstermektedir. 20 mm yüksekliğindeki FDM'lerde katmanların hedeflenen yükseklikte olduğu ve katmanlar arası geçişin yumuşak olduğu anlaşılmaktadır. 10 mm yüksekliğindeki FDM'lerde %40-60 üre içeren katmanlar arasındaki geçişin biraz daha keskin olduğu görülmektedir.



Şekil 4.76. 10 ve 20 mm boyundaki FDM parçalar **a)** ve **d)** 30NN2-4-6U1,5-3, **b)** ve **e)** 30NN2-4-6U3-5, **c)** 30NN2-4-6U5-8

4.7.1.2. Mekanik özellikler

Çizelge 4.32’de %20, 40 ve 60 oranlarında BO üre kullanarak üretilen katmanlı parçaların dayanımları gösterilmektedir. Bu değerler incelendiğinde, FDM’lerin en düşük dayanıma sahip olan katmanın dayanım değerine eşit bir dayanım değeri gösterdiği görülmüştür.

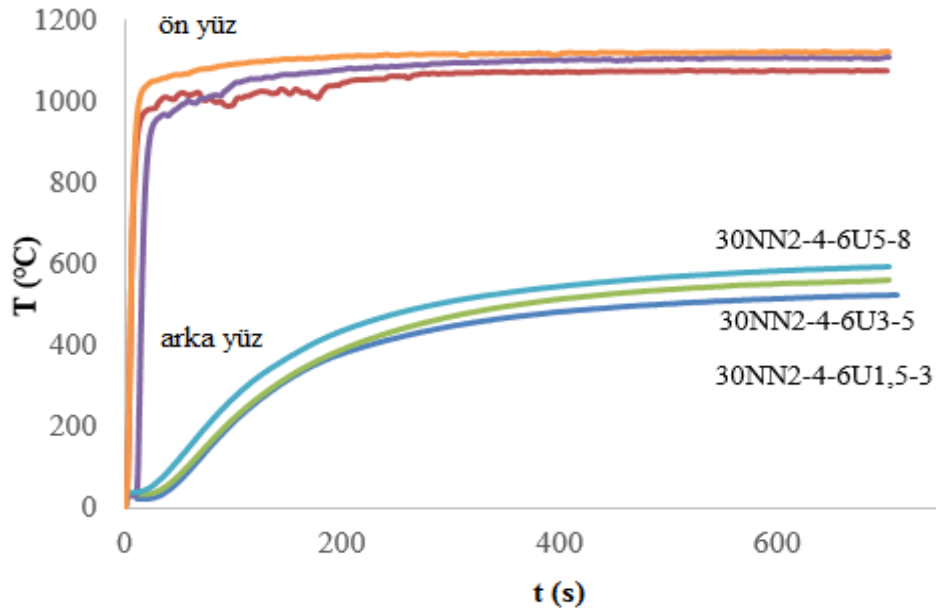
Çizelge 4.32. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %20, 40, 60 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçaların dayanım değerleri

Numune Kodu	Ni _{1,2} Al-H (%)	Dayanım 1 (MPa)	Dayanım 2 (MPa)	Dayanım 3 (MPa)
30NN2-4-6U1,5-3	30	50,98	-	-
30NN2-4-6U3-5	30	28,47	51,54	58,01
30NN2-4-6U5-8	30	32,03	39,24	43,58

4.7.1.3. Isıl yalıtım özellikleri

Üretilmiş olan FDM parçalar, Yöntem bölümünde tarif edildiği şekilde standarda uygun olarak, ön yüzlerinden oksî-bütan-propan alevi ile ısıtılmıştır ve ön ve arka yüzlerinden eş zamanlı ve sürenin bir fonksiyonu olarak sıcaklık ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan ısıtma testlerinde, FDM parçaların yapılarında bir değişiklik olmadığı, uygulanan alevin ve sıcaklığın parçalara zarar vermediği görülmüştür.

%20, 40 ve 60 BO üre eklenerek üretilen katmanlardan oluşan FDM parçaların ön yüzden ısıtma sırasında eş zamanlı ölçülen ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değişimi Şekil 4.78’de sunulmaktadır. Bu grafiklerde, toplam gözenek oranı aynı kalarak, azalan gözenek boyutu ile, arka yüzde ölçülen sıcaklığın azaldığı görülmektedir. Bu bulgular, Pelissari vd. (2017) çalışmasında, alümina köpükler için verilen bilgiler ile uyusmaktadır. O çalışmada, azalan gözenek boyutu ile, 100 mikron gözenek boyutuna kadar ısıl iletkenliğin belirgin şekilde azaldığı belirtilmiştir.

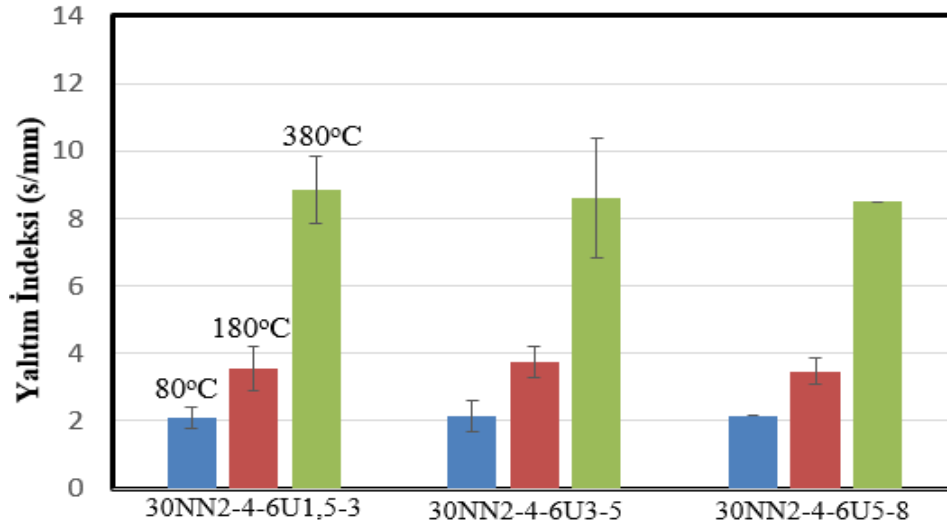


Şekil 4.77. %20, 40 ve 60 BO üre eklenerek üretilen katmanlardan oluşan FDM parçaların ön yüzden ısıtma sırasında eş zamanlı ölçülen ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değişimi

Şekil 4.77’de sunulan, zamana bağlı arka yüz sıcaklık değerleri kullanılarak ASTM E285-80 standardına göre yalıtım indeksi değerleri hesaplanmıştır. Çizelge 4.33’te, FDM parçaların arka yüzlerinin sıcaklıklarının 80, 180 ve 380 °C’ye ulaştığı süreler ve hesaplanan yalıtım indeksi değerleri sunulmaktadır. Yalıtım indeksi değerleri ayrıca grafik olarak Şekil 4.78’de gösterilmektedir. Azalan gözenek boyutu ile yalıtım indeksi değerlerinin genelde arttığı anlaşılmıştır.

Çizelge 4.33. 150-300, 300-500 ve 500-800 mikron boyutlu %20, 40, 60 oranlarında üretilen FDM parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıklara ulaşmak için geçen süreler ve yalıtım indeksleri

	80°C		180°C		380°C	
	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)
30NN2-4-6U1,5-3	42±0	2,3±1,8	71±0	3,5±0,6	177±0	8,8±0,9
30NN2-4-6U3-5	43±1	2,1 ±0,4	75±0	3,7±0,4	172±0	8,6±1,7
30NN2-4-6U5-8	43±0	2,1±0	70±0	3,4±0,4	170±0	8,5



Şekil 4.78. Farklı boyut aralığında %20,40, 60 BO üre ile üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değerleri

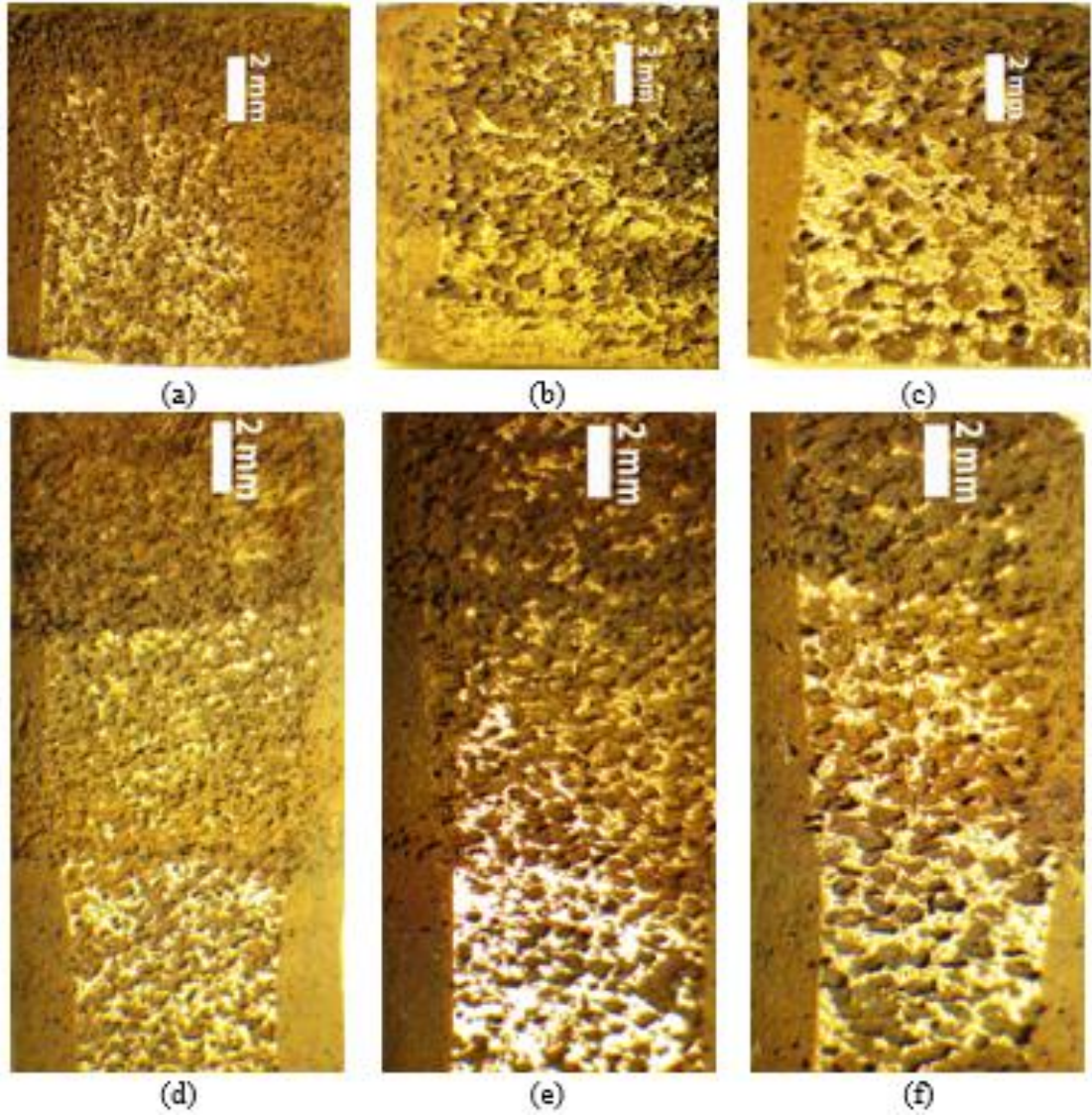
4.7.2. %40, 60 ve 75 oranında gözenek içeren katmanlardan oluşan FDMler

4.7.2.1. Makroyapı

150-300,300-500 ve 500-800 mikron aralığında %40, 60, 75 BO üre ilaveli gözenek içeren katmanlara sahip FDM parçaların tamamı tek bir HYS reaksiyonu ile gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 4.34. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %40, 60, 75 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçaların HYS sonrası gözenek ve boyutlarındaki değişim oranları

FDM Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
30NN4-6-7,5U1,5-3	62,0	0,4	-1,56	0,47	-0,63	0,06	66,0	0,4
30NN4-6-7,5U3-5	62,1	0,2	-1,30	0,64	-0,96	0,33	66,0	0,6
30NN4-6-7,5U5-8	62,4	0,2	-2,21	0,66	-1,00	1,09	65,8	0,9



Şekil 4.79. 10 ve 20 mm boyundaki FDM parçalar **a)** ve **d)** 30NN4-6-7,5U1,5-3, **b)** ve **e)** 30NN4-6-7,5U3-5, **c)** ve **f)** 30NN4-6-7,5U5-8

4.7.2.2. Mekanik özellikler

%30 Ni_{1,2}Al-H ve hac. %40-60-75 oranlarında farklı BO üre boyutlarında üretilen FDM parçaların dayanımları Çizelge 4.35'te sunulmaktadır. Çizelge 4.35'e göre BO üre boyutu küçüldükçe FDM parçaların dayanım değerleri artmıştır.

Çizelge 4.35. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %40, 60, 75 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçaların dayanım değerleri

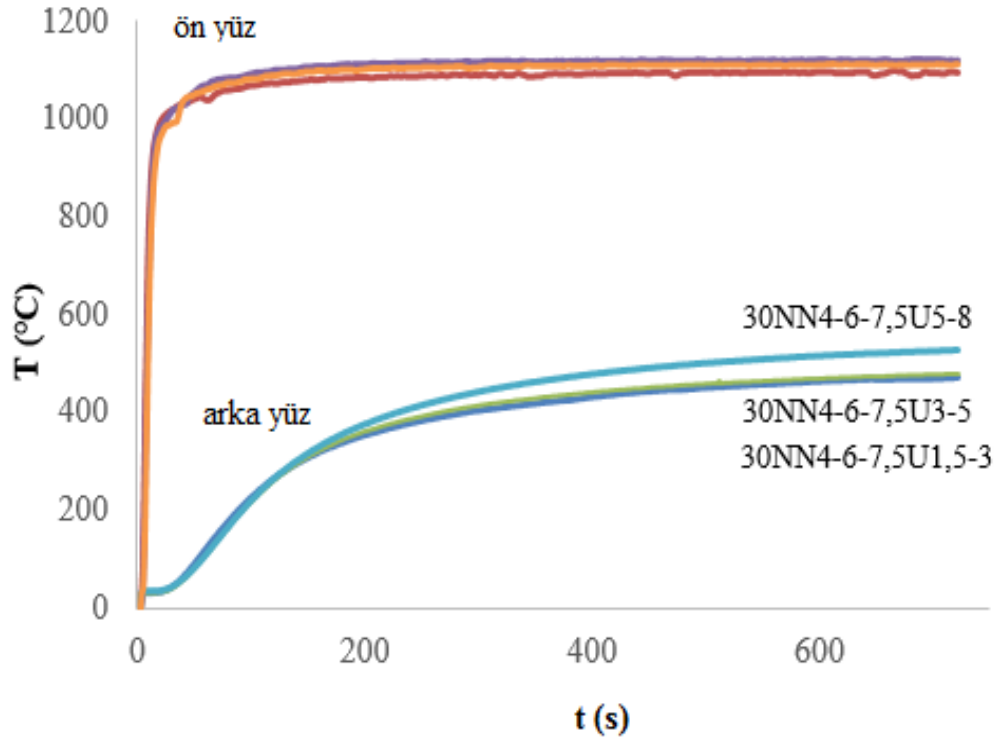
Numune Kodu	Ni _{1,2} Al-H (%)	Dayanım 1 (MPa)	Dayanım 2 (MPa)	Dayanım 3 (MPa)
30NN4-6-7,5U1,5-3	30	12,75	24,23	35,37
30NN4-6-7,5U3-5	30	10,05	18,71	30,24
30NN4-6-7,5U5-8	30	9,71	20,86	25,54

4.7.2.3. Isıl yalıtım özellikleri

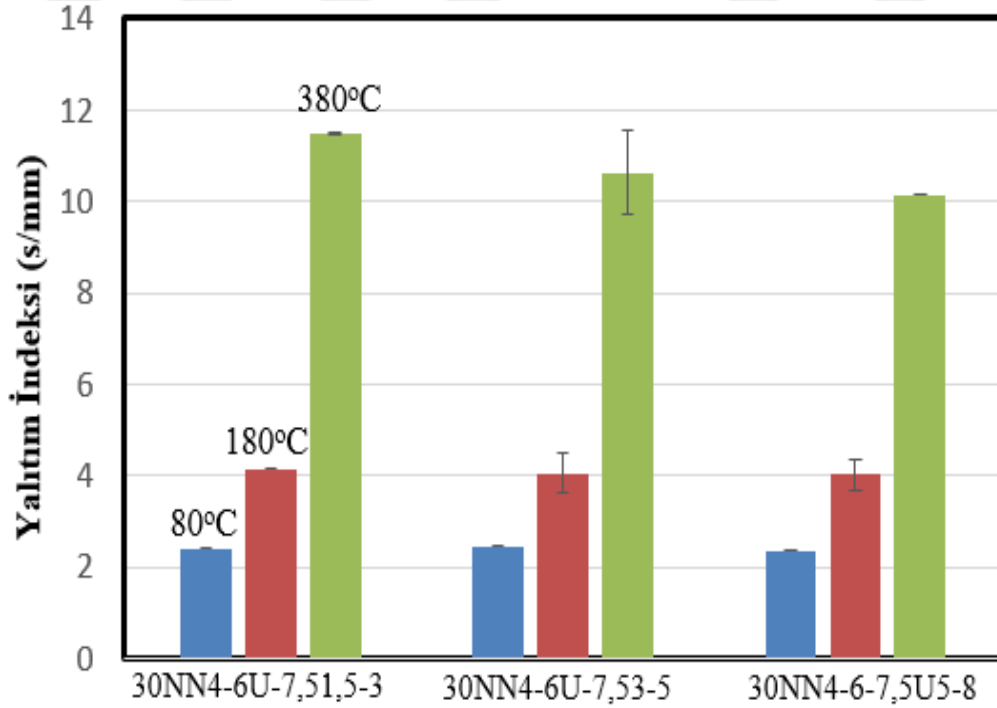
ASTM E285-80 standardına göre 150-300, 300-500 ve 500-800 mikron boyutlu %40,60,75 oranlarında üretilen FDM parçaların arka yüzünün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıkları için ulaşılan sıcaklıkları ve yalıtım indeksleri Çizelge 4.36'da gösterilmektedir. 150-300 mikron boyutlu BO üre ile üretilen FDM parçanın, 500-800 mikron boyutlu FDM parçaya göre yalıtım indeksinin daha fazla olduğu anlaşılmıştır (Şekil 4.80).

Çizelge 4.36. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %40, 60, 75 oranlarında üretilen FDM parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıklara ulaşmak için geçen süreler ve yalıtım indeksleri

	80°C		180°C		380°C	
	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)
30NN4-6-7,5U1,5-3	48±0	2,40±0	83±0	4,15±0	229±0,7	11,4±0
30NN4-6-7,5U3-5	49±0	2,45±0	81±8,6	4,05±0,4	212±18,4	10,6±0,9
30NN4-6-7,5U5-8	47±0	2,35±0	80±6,3	4,01±0,3	203±0	10,2±0



Şekil 4.80. %40, 60, 75 BO üre eklenerek üretilen katmanlardan oluşan FDM parçaların ön yüzden ısıtma sırasında eş zamanlı ölçülen ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değişimi



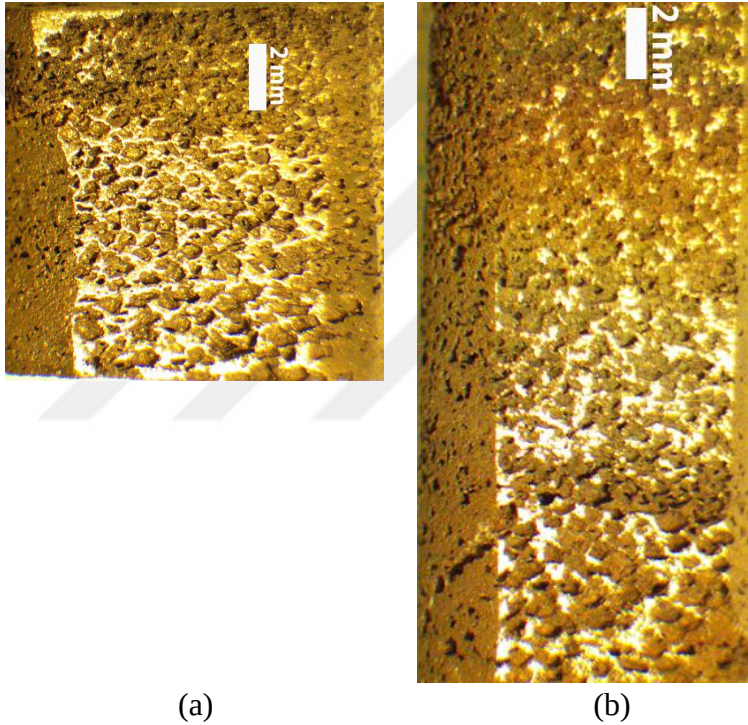
Şekil 4.81. Farklı boyut aralığında %40, 60, 75 BO üre ile üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değerleri

4.7.3. Farklı gözenek boyutuna sahip katmanlardan oluşan FDM'ler

4.7.3.1. Makroyapı

Çizelge 4.37. 150-300 μm , 300-500 μm , 500-800 μm boyut aralığında, hac. %60 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçaların HYS sonrası gözenek ve boyutlarındaki değişim oranları

FDM Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
30NN6U1,5-3-5-8	62,8	0,4	-0,39	1,81	-0,48	0,53	67,2	0,8



Şekil 4.82. 10 ve 20 mm boyundaki FDM parçalar **a)** 30NN6U1,5-3-5-8 (10 mm) **b)** 30NN6U1,5-3-5-8 (20 mm)

4.7.3.2. Mekanik özellikler

Çizelge 4.38. 150-300 μm , 300-500 μm , 500-800 μm boyut aralığında, hac. %60 oranında BO üre içeren katmanlara sahip FDM parçaların dayanım değerleri

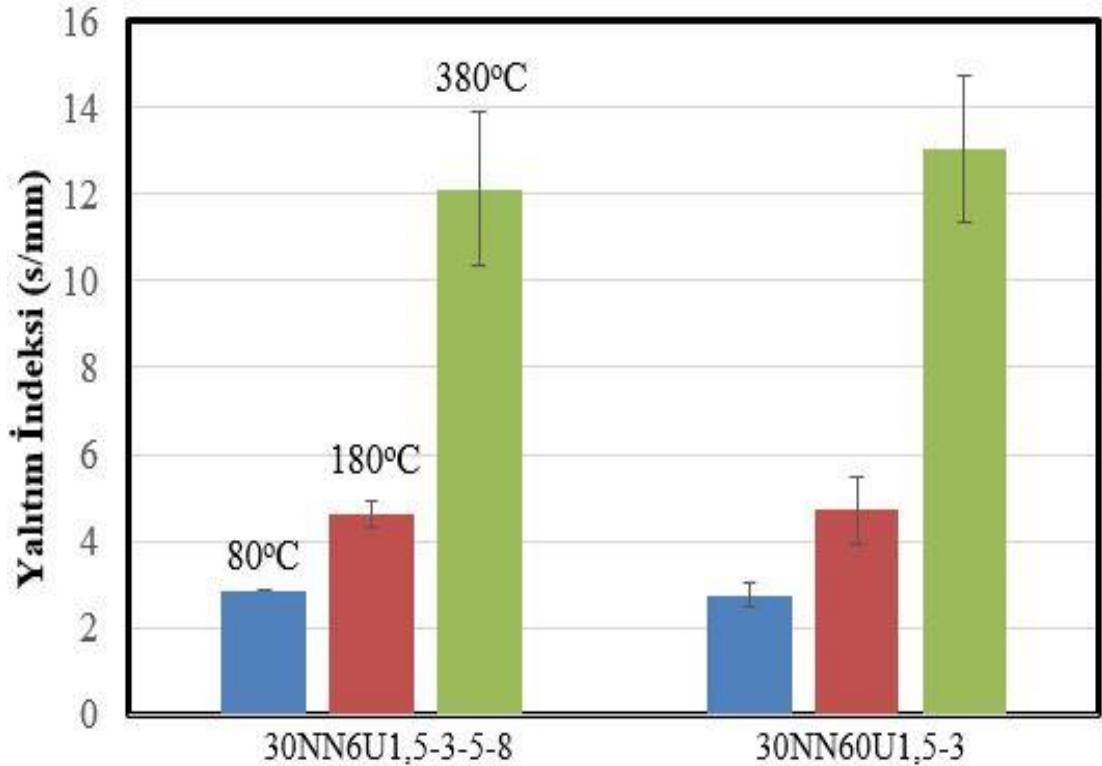
Numune Kodu	Ni _{1,2} Al-H (%)	Dayanım 1 (MPa)	Dayanım 2 (MPa)	Dayanım 3 (MPa)
30NN6U1,5-3-5-8	30	9,55	14,73	18,52

4.7.3.3. Isıl yalıtım özellikleri

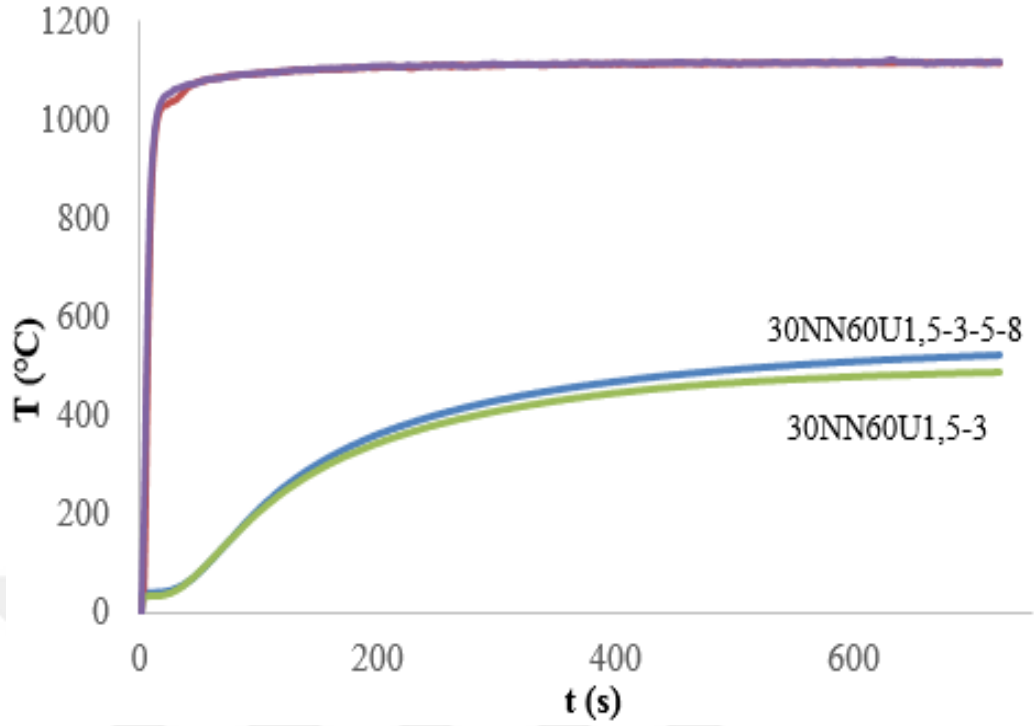
Çizelge 4.39’da FDM parçaların arka yüzlerinin sıcaklıklarının 80, 180 ve 380 °C’ye ulaştığı süreler ve hesaplanan yalıtım indeksi değerleri sunulmaktadır. Şekil 4.83’e göre farklı boyutta %60 oranında BO üre ile üretilen FDM parçanın yalıtım indeksi değerinin, sadece 150-300 mikron ile üretilen parçanın yalıtım indeksi değerine göre yüksek olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.39. 150-300 µm, 300-500 µm, 500-800 µm boyut aralığında, hac. %60 oranında üretilen FDM parça ile 150-300 µm boyutunda hac. %60 oranında üretilen parçanın arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıklara ulaşmak için geçen süreler ve yalıtım indeksleri

	80°C		180°C		380°C	
	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)
30NN60U1,5-3-5-8	57±0	2,85 ±0	92,5±6,4	4,6±0,3	242±35	12±1,8
30NN60U1,5-3	54,6±6	2,7±0,2	94 ±15	4,7±0,7	260±33	13±1,7



Şekil 4.83. Farklı boyut aralığında %60 BO üre ile 150-300 mikron boyutunda aralığında %60 BO üre üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değerleri



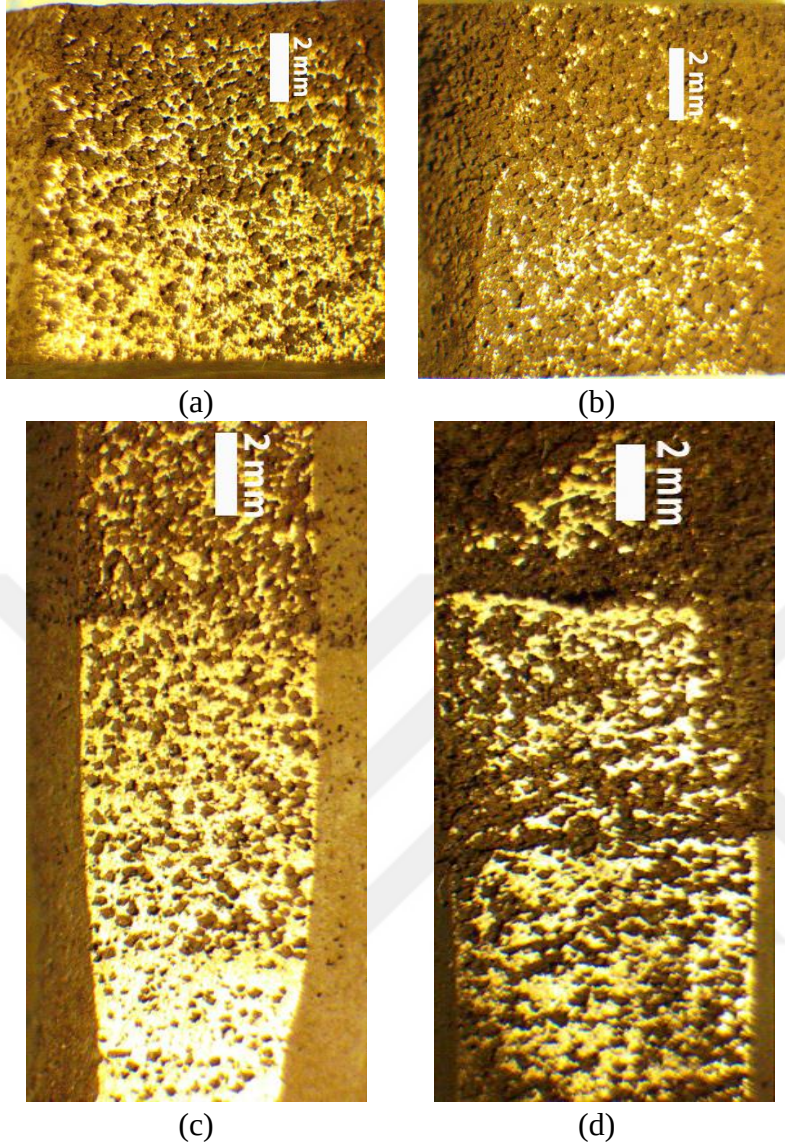
Şekil 4.84. Farklı boyut aralığında %60 BO üre ile ve 150-300 mikron boyutunda aralığında %60 BO üre üretilen FDM parçalara termal testte uygulanan sıcaklığa karşı ölçülen sıcaklık

4.7.4. Boşluk oluşturu NaCl kullanılarak üretilen FDM'ler

4.7.4.1. Makroyapı

Çizelge 4.40. 150-300 µm, boyut aralığında, hac. %20, 40, 60 ve %40, 60, 75 oranlarında BO NaCl içeren katmanlara sahip FDM parçaların HYS sonrası gözenek ve boyutlarındaki değişim oranları

FDM Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
30NN2-4-6N1,5-3	50,5	0,5	0,68	3,33	0,67	4,33	59,7	3,4
30NN4-6-7,5N1,5-3	63,0	0,6	-2,09	1,03	-1,84	1,16	66,1	1,4



Şekil 4.85. 10 ve 20 mm boyundaki FDM parçalar **a)** ve **c)** 30NN2-4-6N1,5-3, **b)** ve **d)** 30NN4-6-7,5N1,5-3

4.7.4.2. Mekanik özellikler

Çizelge 4.41’de %20, 40, 60 ve %40, 40, 75 oranlarında BO NaCl kullanarak üretilen katmanlı parçaların dayanımları gösterilmektedir. Üretilen FDM parçaların dayanım değerleri incelendiğinde, en düşük dayanıma sahip olan (%60 ve %75) katmanın dayanım değerine eşit bir dayanım göstermiştir.

Çizelge 4.41. 150-300 µm, boyut aralığında, hac. %20, 40, 60 ve %40, 60, 75 oranlarında BO NaCl içeren katmanlara sahip FDM parçaların dayanım değerleri

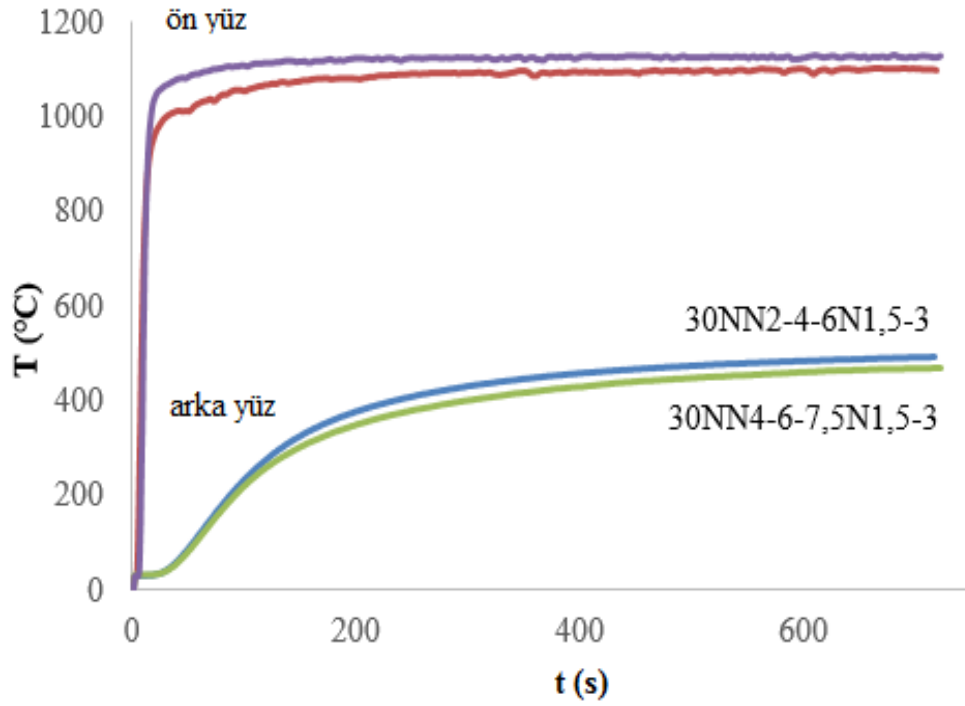
Numune Kodu	Ni _{1,2} Al-H (%)	Dayanım 1 (MPa)	Dayanım 2 (MPa)	Dayanım 3 (MPa)
30NN2-4-6N1,5-3	30	22,6	26	32,46
30NN4-6-7,5N1,5-3	30	22,94	27,76	-

4.7.4.3. Isıl yalıtım özellikleri

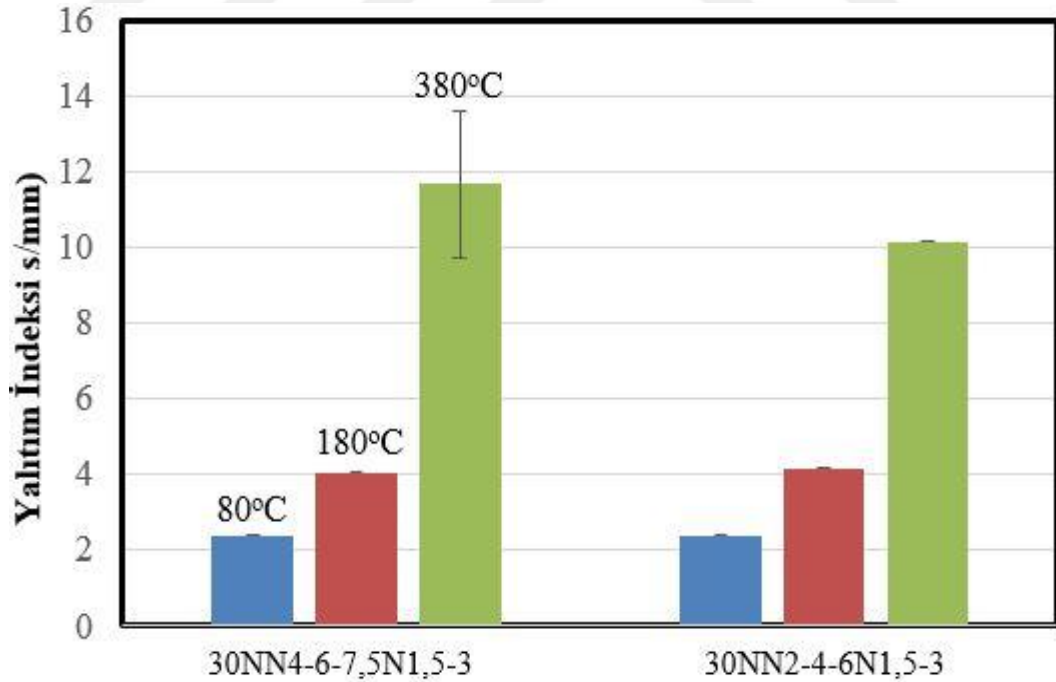
ASTM E285-80 standardına göre 150-300 mikron boyutlu %20,40,60 ve %40,60,75 oranlarında üretilen FDM parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıkları için ulaşılan sıcaklıkları ve yalıtım indeksleri Çizelge 4.41 ve Şekil 4.87’de gösterilmektedir. 150-300 µm boyutlu hac. %20, 40, 60 ve %40, 60, 75 oranlarında BO NaCl ile üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değerleri incelendiğinde, 150-300 mikron aynı boyutlu hac. %40, 60, 75 oranlarında BO NaCl ile üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değerleri, hac. %20, 40, 60 oranlarında BO NaCl ile üretilen FDM parçalara göre daha yüksek olduğu bulunmuştur.

Çizelge 4.42. 150-300 µm boyutlu hac. %20, 40, 60 ve %40, 60, 75 oranlarında BO NaCl ile üretilen FDM parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıklara ulaşmak için geçen süreler ve yalıtım indeksleri

	80°C		180°C		380°C	
	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)
30NN2-4-6N1,5-3	48±0	2,4±0	81±0	4,05±0	203±0	10,15±0
30NN4-6-7,5N1,5-3	48±0	2,4±0	83±0	4,15±0	233±38	11,7±1,9



Şekil 4.86. %20, 40, 60 ve %40, 60, 75 BO NaCl eklenerek üretilen katmanlardan oluşan FDM parçaların ön yüzden ısıtma sırasında eş zamanlı ölçülen ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değişimi



Şekil 4.87. 150-300 mikron boyutlu %40, 60, 75 BO üre ile üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değerleri

4.8. NiAl-TiB₂ Kompozit Katmanlı FDM Parçalar

NiAl matrise takviye olarak (ticari) TiB₂-H ve in-sitü TiB₂ partikülleri eklenmiştir. TiB₂ takviyeli gözenekli kompozit NiAl yapıya sahip FDM'ler üretilmiş ve incelenmiştir.

4.8.1. Hazır TiB₂ içeren gözenekli NiAl FDM parçalar

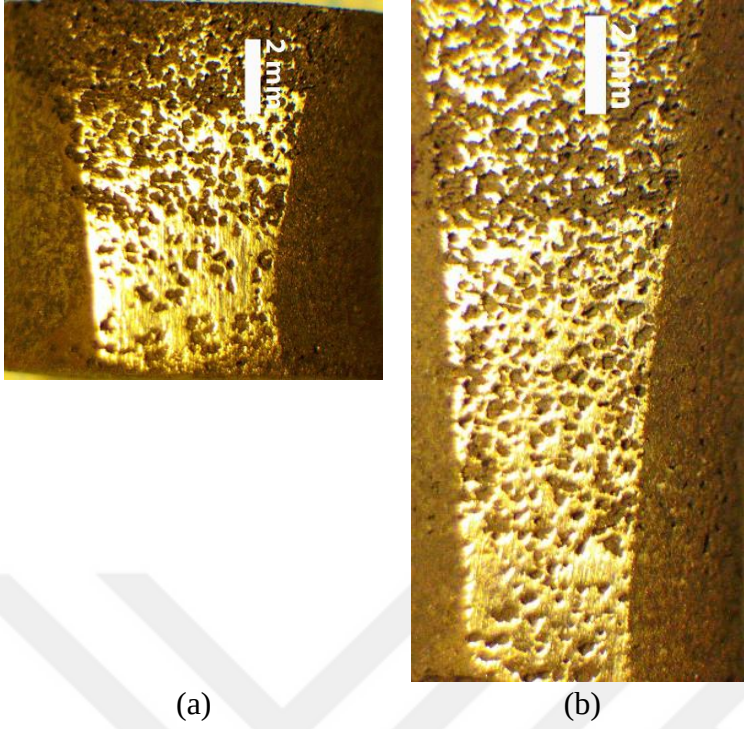
4.8.1.1. Makroyapı

%30 TiB₂-H ilaveli, 150-300 mikron %20, 40, 60 BO üre ile üretilen katmanlara sahip FDM parçaların tamamının oluşumu tek bir HYS reaksiyonu ile gerçekleştirilmiştir. Bu parçanın bileşimi Ni_{1,2}Al'dir. %30 oranında TiB₂-H eklediğinde, 1,2Ni+Al karışımına termal seyreltici olarak Ni_{1,2}Al-H eklenmesine gerek kalmamaktadır (Bölüm 4.6). Çizelge 4.43'te bu parçanın HYS sonrası boyut ve gözenek değişimi sunulmaktadır. Boy ve çaptaki küçülmenin sırasıyla %9 ve %7 civarında olması, termal seyreltici oranının bir miktar artırılabilceğini göstermektedir. Bölüm 4.6'daki bulgular, %35 TiB₂-H oranının uygun olacağına işaret etmiştir. Yine de tüm katmanlarda benzer oranda boyut değişimi gerçekleştiği için, parçaların bütünlüğünün korunduğu anlaşılmaktadır.

Çizelge 4.43. 150-300 mikron %20, 40, 60 BO üre ve TiB₂-H ilaveli gözenek içeren katmanlara sahip FDM parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
30TH2-4-6U1,5-3	57,4	2,3	-9,25	1,13	-7,24	0,78	4,0	3,1

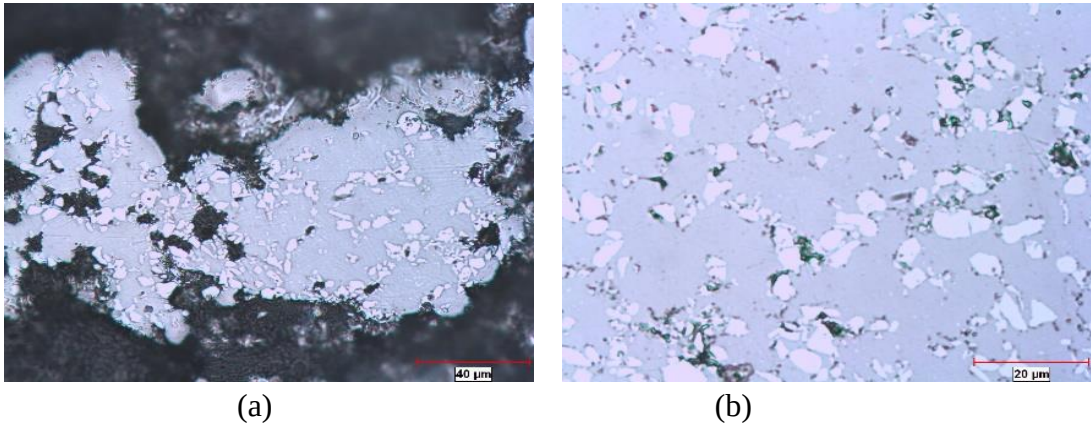
Şekil 4.88'de 10 ve 20 mm boyundaki üretilen 30TH2-4-6U1,5-3 FDM parçaların makroyapısı sunulmaktadır. Parçaların şeklinin korunduğu anlaşılmıştır. Gözenek oranının, parçaların alt kısımlarından yukarı doğru arttığı görülmektedir. Katmanlardaki gözenek miktarındaki değişim makro olarak gözlenebilmektedir. Katmanlar arası geçişin yumuşak ve sürekli olduğu anlaşılmıştır.



Şekil 4.88. a) 30TH2-4-6U1,5-3 (10 mm) **b)** 30TH2-4-6U1,5-3 (20 mm) boyundaki FDM parçalar

4.8.1.2. Mikroyapı

FDM parçanın katmanlarının mikroyapısı incelendiğinde, eklenmiş olan ticari $\text{TiB}_2\text{-H}$ partikülleri görülebilmektedir. Şekil 4.89’da görülen açık renkli partiküller TiB_2 ’dir. Bu partiküllerin genellikle NiAl tane sınırlarında bulunduğu görülmüştür.



Şekil 4.89. 30TH60U1,5-3 parçanın OM görüntüsü a) 500x **b)** 1000x

4.8.1.3. Mekanik testler

30TH2-4-6U1,5-3 FDM parçanın dayanım değeri 88,9 MPa olarak belirlenmiştir (Çizelge 4.44).

Çizelge 4.44. 150-300 µm boyutunda %20, 40 ve 60 BO üre ve TiB₂-H ile üretilen FDM parçaların dayanımı

Numune Kodu	Ni _{1,2} Al-H (%)	Dayanım (MPa)
30TH2-4-6U1,5-3	0	88,9

4.8.2. İn-sitü TiB₂ (TiB₂-İ) İçeren Gözenekli NiAl FDM Parçalar

4.8.2.1. Makroyapı

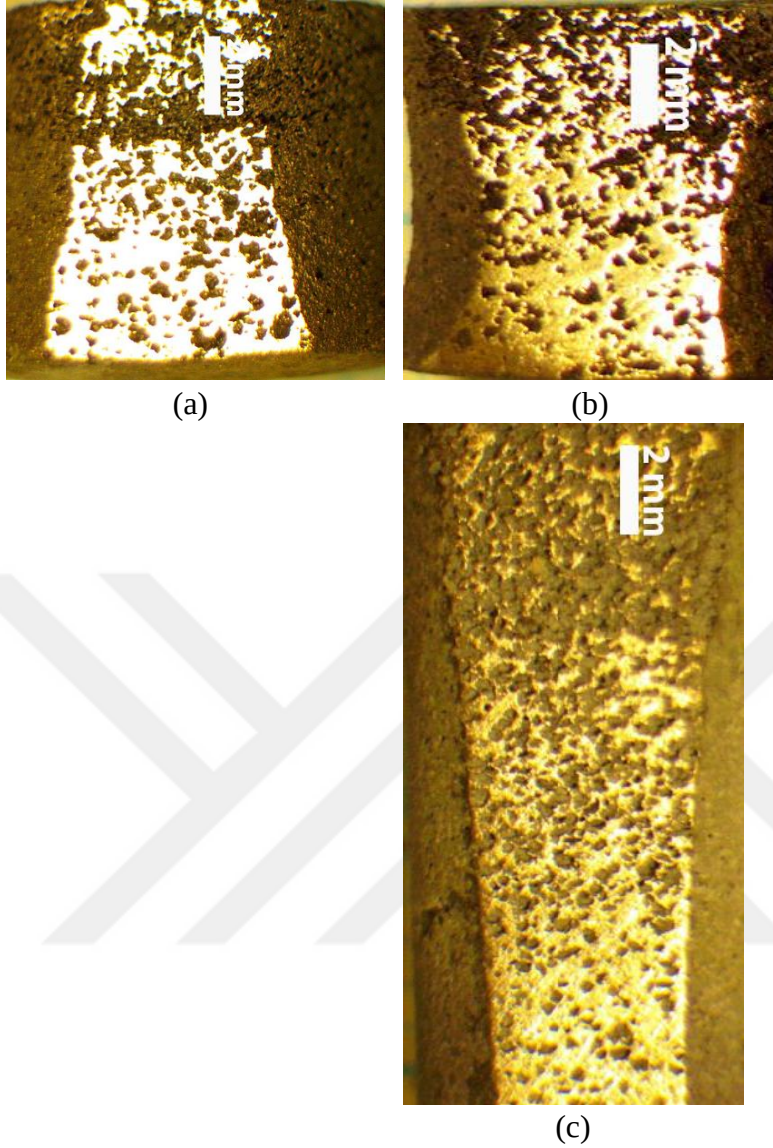
Ni+Al başlangıç karışımına Ti+B tozu eklenerek, NiAl yapısında in-sitü TiB₂ partiküllerinin oluşumu sağlanmıştır (Bölüm 4.6). %5 ve 10 oranlarında TiB₂-İ içeren, 150-300 mikron %20, 40, 60 BO üre ile üretilen katmanlara sahip NiAl FDM parçaların tamamının oluşumu tek bir HYS reaksiyonu ile gerçekleştirilmiştir. Bu parçaların bileşimi Ni_{1,2}Al'dir. %5 oranında Ti+B eklediğinde, %30 oranında, %10 oranında Ti+B eklediğinde, %35 oranında Ni_{1,2}Al-H termal seyreltici eklenmesi gerektiği, adyabatik sıcaklık hesaplarından anlaşılmıştır (Bölüm 4.6).

Çizelge 4.45'te bu parçaların HYS sonrası boyut ve gözenek değişimi sunulmaktadır. Boy ve çaptaki küçülmenin %8-12 civarında olması, termal seyreltici oranının bir miktar artırılabilirliğini göstermektedir. Yine de tüm katmanlarda benzer oranda boyut değişimi gerçekleştiği için, parçaların bütünlüğünün korunduğu anlaşılmaktadır.

Çizelge 4.45. 150-300 µm boyutlu %20, 40 ve 60 BO üre ve TiB₂-İ içeren Ni_{1,2}Al katmanlara sahip FDM parçaların gözenek ve boydaki değişim oranları (HÖG: HYS öncesi gözenek, SS: Standart sapma, BD: Boydaki değişim, ÇD: Çaptaki değişim, HSG: HYS sonrası gözenek)

Numune Kodu	HÖG (%)	SS (%)	BD (%)	SS (%)	ÇD (%)	SS (%)	HSG (%)	SS (%)
5T30NN2-4-6U1,5-3	51,2	0,2	-10,86	0,66	-12,05	1,80	38,0	2,5
10T35NN2-4-6U1,5-3	52,5	0,3	-10,22	1,22	-8,67	0,47	43,6	0,4

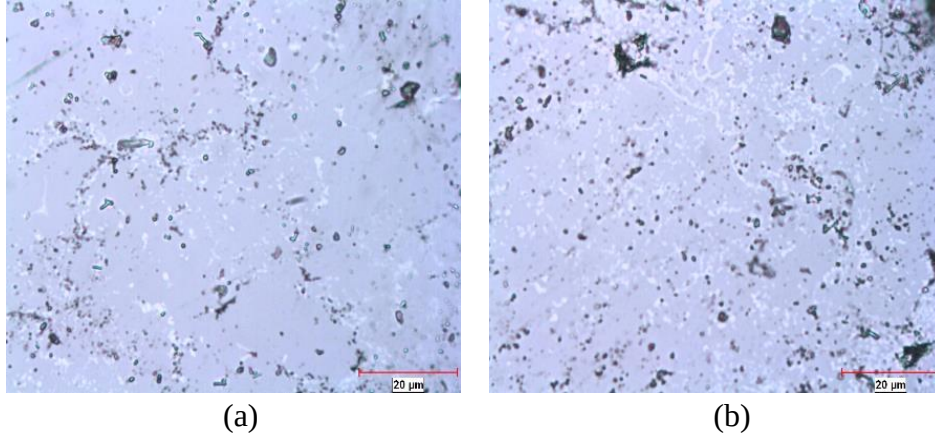
Şekil 4.90'da 10 ve 20 mm boyundaki üretilen 5T30NN2-4-6U1,5-3 ve 10T30NN2-4-6U1,5-3 FDM parçaların makroyapı görüntüleri sunulmaktadır. Parçaların şeklinin korunduğu anlaşılmıştır. Gözenek oranının, parçaların alt kısımlarından yukarı doğru arttığı görülmektedir.



Şekil 4.90. 10 ve 20 mm boyundaki FDM parçalar **a)** 5T30NN2-4-6U1,5-3, **b)** ve **c)** 10T35NN2-4-6U1,5-3

4.8.2.2. Mikroyapı

FDM parçanın katmanlarının mikroyapısı incelendiğinde, eklenmiş olan in-sitü TiB_2 -H partikülleri görülebilmektedir. Şekil 4.91’de görülen açık renkli partiküller in-sitü oluşmuş olan TiB_2 ’dir. Bu partiküllerin boyutlarının 1 mikrondan küçük olduğu ve homojen dağıldığı görülmüştür.



Şekil 4.91. a) 5T30NN40U1,5-3; b) 10T35NN40U1,5-3 (1000x)

4.8.2.3. Mekanik testler

Çizelge 4.46’da %20, 40 ve 60 oranlarında BO üre ve TiB_2 -İ ile üretilen katmanlı parçaların dayanımları gösterilmektedir. %20, 40, 60 BO üre kullanılarak elde edilen FDM parçaların dayanım değerleri incelendiğinde, %5 TiB_2 -İ ve %30 NiAl-H ilaveli FDM yapılı üretilen parçanın dayanımı, %10 TiB_2 -İ ve %35 NiAl-H ilaveli FDM yapılı üretilen parçaya göre daha yüksek bulunmuştur. Karışım içerisinde hem TiB_2 -İ oranını hem de NiAl-H oranını artırmak dayanımda azalmaya neden olmuştur.

Çizelge 4.46. 150-300 µm boyutlu hac. %20, 40, 60 oranında BO üre ve TiB_2 -İ içeren katmanlara sahip FDM parçaların dayanım değerleri

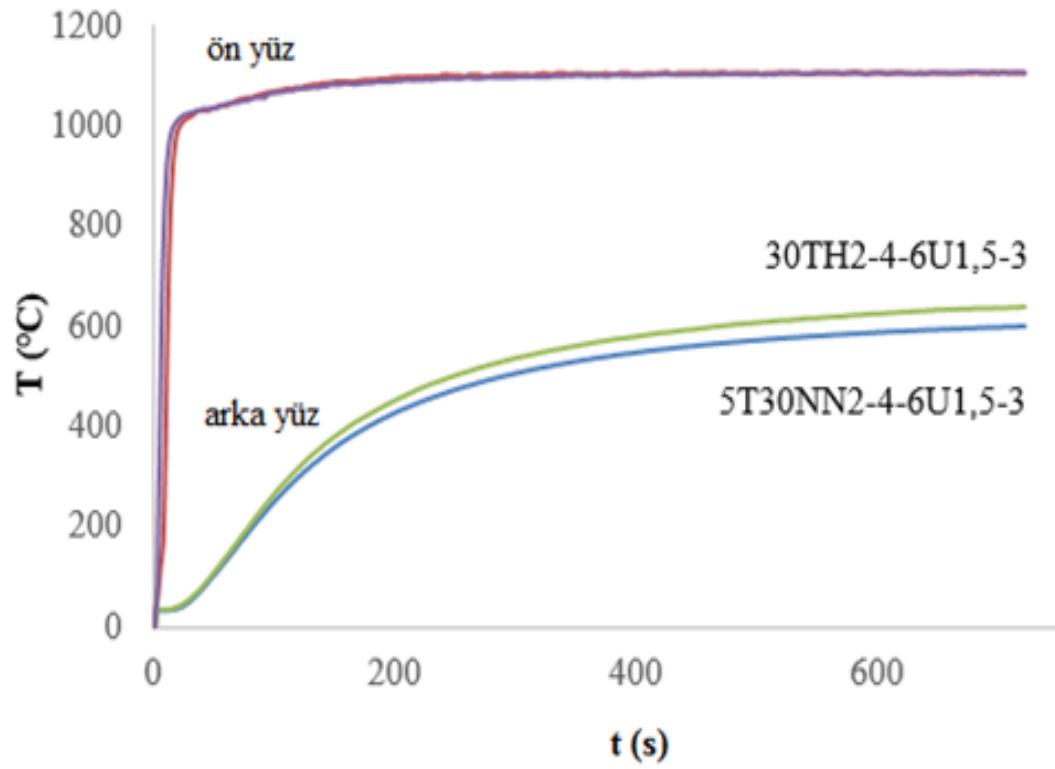
Numune Kodu	Ni _{1,2} Al-H (%)	Dayanım (MPa)
5T30NN2-4-6U1,5-3	30	121,51
10T35NN2-4-6U1,5-3	35	94,58

4.8.3. Isıl yalıtım özellikleri

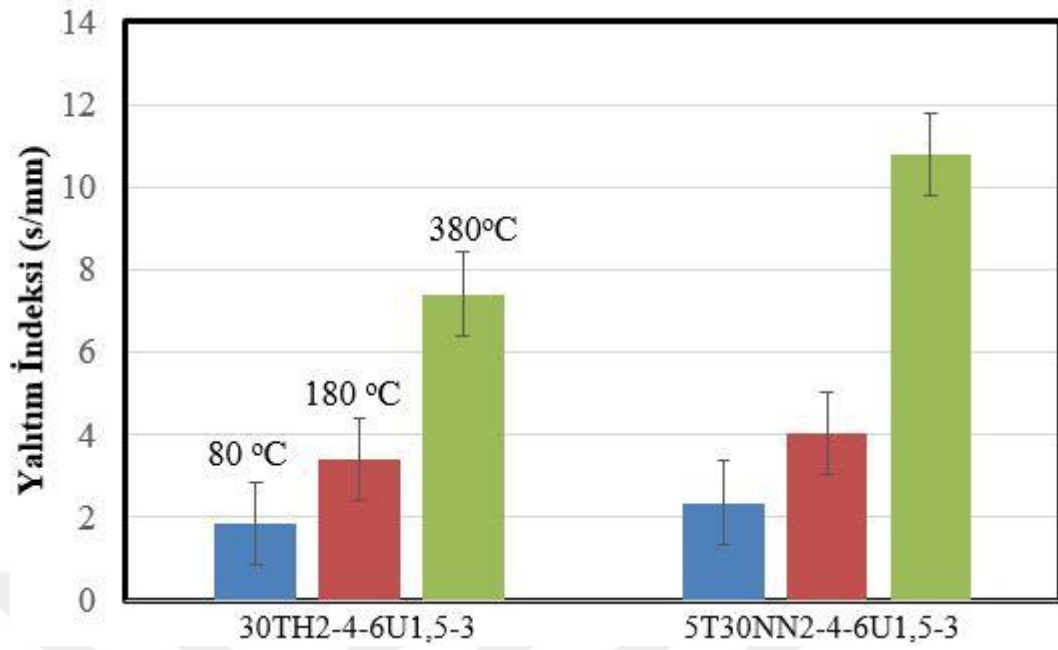
Çizelge 4.47’de %20,40 ve 60 oranlarında BO üre ve TiB_2 -İ ile üretilen katmanlı parçaların arka yüzlerinin sıcaklıklarının 80, 180 ve 380 °C’ye ulaştığı süreler ve hesaplanan yalıtım indeksi değerleri gösterilmektedir. Şekil 4.92 ve Şekil 4.93 incelendiğinde takviye olarak sadece %30 TiB_2 -H ile üretilen FDM parçaların yalıtım indeksinin, 30Ni_{1,2}Al-H ve %5 TiB_2 -İ ile üretilen FDM parçalara göre daha düşük olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.47. 150-300 mikron boyutlu %20, 40, 60 oranlarında üre, TiB_2 -H ve TiB_2 -İ ile üretilen FDM parçaların arka yüzün 80, 180 ve 380 °C sıcaklıklara ulaşmak için geçen süreler ve yalıtım indeksleri

	80°C		180°C		380°C	
	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)	Ulaşılan süre (s)	Yalıtım indeksi (s/mm)
5T30NN2-4-6U1,5-3	47,2±4	2,3±0,2	80,4±14	4,0±0,7	216±0	10,8±0
30TH2-4-6U1,5-3	37±0	1,85±0	67,7±14	3,3±0,7	148±38	7,4±1,9



Şekil 4.92. %20, 40, 60 BO üre ve TiB_2 -H, TiB_2 -İ eklenerek üretilen katmanlardan oluşan FDM parçaların ön yüzden ısıtma sırasında eş zamanlı ölçülen ön ve arka yüz sıcaklıklarının zamanla değişimi



řekil 4.93. 150-300 mikron %20,40, 60 BO üre ve TiB₂-H, TiB₂-İ ile üretilen FDM parçaların yalıtım indeksi değeri

5. SONUÇLAR

Kontrollü oranlarda ve boyutlarda gözenek içeren katmanlara sahip NiAl FDM'lerin, HYS reaksiyonu aracılığıyla Ni+Al reaktanlar ve üre veya NaCl BO kullanılarak üretimi ve karakterizasyonu hedeflenmiştir. FDM yapılarındaki katmanlarını oluşturması amaçlanan her bir tabaka, öncelikle ayrı birer parça olarak üretilerek incelenmiştir. Hacimce %20, 40, 60 ve 75 oranlarında BO üre partikülleri; 150-300 µm, 300-500 ve 500-800 µm olmak üzere 3 farklı boyut aralığında kullanılmıştır. Tek katman olarak üretilen parçalarda, HYS'de termal seyreltici türünün ve oranının, HYS öncesi soğuk pres basıncının, üretilen parçalarda gözenek boyut ve oranının, boşluk oluşturucu türünün, NiAl ve Ni_{1,2}Al kullanımının ve NiAl'e hazır ve in-sitü TiB₂ eklemenin etkileri incelenmiştir.

Numunelere BO olarak eklenen partiküller, HYS öncesi suda çözündürülerek uzaklaştırılmıştır. Fakat %20 oranından daha az üre partikülü içeren numunelerde üre partiküllerinin giderilmesi için basınç uygulanmış numuneler deiyonize suda bekletildikten sonra üre partiküllerinin bir kısmının giderilemediği görülmüştür. Bu durum numunelerin tartılmasıyla doğrulanmıştır. Üre miktarı %20'den düşük olduğunda çözünmesinin mümkün olmayabileceği sonucuna varılmıştır. Bunun nedeni kapalı gözeneklerin varlığı ve hücre duvarlarının kalın olması kaynaklı olabilmektedir. Shu vd. (2019) çalışmasında da benzer bulgular rapor edilmiş, BO partikülleri numuneden uzaklaştırılamamıştır. Bu NaCl partiküllerinin metalik hücre duvarı ile çevrelenmiş olma olasılığına bağlanmıştır. Bu çalışmada, BO oranı %20'den fazla ve %75'ten az üre içeren numunelerde ürenin tamamı su liçi ile giderilebilmiştir. Üre miktarı %75'in üzerinde olduğunda, numunelerin bir kısmı üre giderimi sırasında deiyonize sudaki bütünlüklerini koruyamamışlardır. Preslenmiş peletten partiküllerin dökülmesi gözlemlenmiştir. Su liç yönteminin %20'den düşük üre miktarı ve %75'ten yüksek üre miktarı olan parçaların elde edilmesi için uygun olmayabileceği sonucuna varılabilmektedir.

FDM yapıları malzemelerin üretiminde katmanlar arası uyumsuzluğun ve boyut değişimlerinin en aza indirilmesi önemlidir. Bu çalışmada kullanılan matris malzemesi NiAl'dir. Fakat Ni+Al=NiAl HYS reaksiyonu sonucu açığa çıkan ısı, ürünlerin erimesine neden olmaktadır. Bu da parçanın şeklinde ve gözenek yapısında bozulmalar meydana getirmektedir. Bu nedenle parçanın şeklinin bozulmasını engellemek ve bütünlüğünü korumak amacıyla başlangıç Ni+Al karışımına ticari TiB₂-H ve yine bu çalışmada üretilen (hazır NiAl (NiAl-H)) tozu belirli oranlarda termal seyreltici olarak eklenmiştir. Hem NiAl-H hem de TiB₂-H termal seyreltici eklenen sistemler için adyabatik sıcaklıklar hesaplanmıştır. NiAl-H termal seyreltici içeren parçalar için, HYS sonrasında boyut değişimlerinin az olması ve dayanım değerlerinin daha yüksek olması nedeniyle, en uygun oranın %30 olduğuna karar verilmiştir. TiB₂-H termal seyreltici için yapılan deneyler sonucunda bu oran %35 olarak belirlenmiştir. %30 oranında NiAl-H ile üretilen parçaların dayanım değerlerinin %35 TiB₂-H'ye göre daha yüksek olduğu görülmüştür. %30 NiAl-H ile %60 BO üre ilaveli üretilen parçaların dayanımı 31,6 MPa iken, %35 TiB₂-H ile %60 BO üre ilaveli üretilen parçaların dayanımı 28,4 MPa olarak elde edilmiştir. Bu fark, düşük BO oranlarında daha büyük olmuştur. Bu farkın, TiB₂-H partiküllerinin, NiAl tane sınırlarında bulunmasından kaynaklandığı düşünülmüştür.

HYS öncesi soğuk pres basıncının üretilen gözenekli parçaların dayanımı üzerindeki etkisi incelenmiştir. Parçaların üretiminde daha önce belirlenen en uygun

termal seyreltici ve oranı olarak %30 NiAl-H kullanılmıştır. Bu amaçla Ni+Al+NiAl-H üre kullanılarak 50, 100 ve 200 MPa soğuk pres basıncı uygulanmış ve ham parçalar üretilmiştir. Bu bölümde yapılan deneylerde boşluk oluşturu boyutu 150-300 mikron aralığında BO üre kullanılarak sabit tutulmuştur. Uygulanan üç farklı soğuk pres basıncıyla farklı oranlarda üre kullanılarak üretilen parçalar incelendiğinde, mutlak değer olarak en küçük ve birbirine en yakın değerler veren 100 MPa ile preslenen parçalarda olmuştur. Ayrıca 100 ve 200 MPa ile soğuk preslenmiş olan parçaların dayanım ve mikrosertlik değerlerinin birbirinden çok farklı olmaması, bu çalışmada sonraki deneylerde 100 MPa soğuk pres basıncının tercih edilmesinin diğer bir nedeni olmuştur.

Gözenek boyut ve oranının etkisinin belirlenmesi için yapılan deneylerde, 4 farklı oran ve 3 farklı boyut aralığında BO partikülleri kullanılmıştır. Gözenek boyutu, gözenek miktarı ve diğer özellikler arasındaki ilişkiyi anlamak ve ölçmek, bu tür malzemelerin devam eden gelişimi için esastır. Dayanım, artan BO boyutu ve oranı ile azalmıştır. Hacimce 150-300 μm boyutunda %20 oranında üre partikülleri içeren numunede en yüksek mukavemet $181,1 \pm 1,6$ MPa olmuştur. En düşük mukavemet ise 500-800 μm boyutunda hacimce %75 oranında üre partikülleri içeren numunede ($6,0 \pm 1,3$ MPa) elde edilmiştir. Üretilen malzemelerin dayanım ile gözenek oranı ve boyutu arasındaki sayısal korelasyonlar belirlenmiştir. Bu amaçla Bal'shin, Hall-Petch, Bhattacharjee ve Gibson-Ashby denklemlerinden yararlanılmıştır. Bal'shin ve Gibson-Ashby modelleri, basma dayanımı ve gözenekliliği ilişkilendirmek için kullanılmıştır. Bal'shin ve Gibson-Ashby modelleri için sırasıyla 96-99.6 ve 92-98 R^2 (uyumdaki doğruluk) değerleri elde edilmiştir. Gözenek boyutu ve mukavemet ilişkisi için Hall-Petch denklemi kullanılmıştır. Bu model için R^2 değerleri 0,72-0,98 aralığında olup, artan birincil gözenek miktarı ile artmıştır. Modelin doğruluğundaki artış, hücre duvarlarındaki ikincil gözeneklerin miktarındaki azalmaya bağlanmıştır. Blattacharjee modeli, 0,75'lik bir R^2 değerinin elde edildiği mukavemet korelasyonunda hem gözenek boyutunu hem de miktarını dikkate almıştır. Bu çeşitli modellerin denklemlerinde bu çalışmada belirlenmiş olan sabitlerin, geniş bir gözenek boyutu ve miktarı aralığında gözenekli NiAl malzemelerin basma akma dayanımı tahmini için faydalı olacağı düşünülmüştür.

Boşluk oluşturu türünün etkisinin belirlenmesi amacıyla, BO üre ve NaCl parçacıkları kullanılarak üretilen numunelerin gözeneklilik, boy ve çaptaki değişim ve dayanım değerleri belirlenerek sonuçları karşılaştırılmıştır. Bu deneylerde daha önce optimum olarak elde edilen %30 NiAl-H ve 150-300 μm parçacık boyutlu üre ve NaCl kullanılmıştır. BO türüne göre üre ve NaCl parçacıkları eklenerek üretilmiş olan gözenekli numunelerin gözenek yapısında herhangi bir farklılığın olmadığı görülmüştür. Üre BO ile daha yüksek basma akma dayanımı elde edilmiştir. En yüksek $181,8 \pm 1,6$ MPa olan dayanım 150-300 mikron boyutlu 30 NiAl-H %20 BO üre ilaveli numunede olmuştur. NaCl BO ile üretilen aynı numunede dayanım $126,2 \pm 5,4$ MPa olmuştur (Mikrosertlik ~ 240 HV_{0,2}). %20, 40, 60 ve 75 oranlarında 150-300 mikron boyutlu üre ve NaCl içeren parçaların dayanım değerleri karşılaştırıldığında, üre ile üretilmiş olan parçaların dayanımlarının daha yüksek olduğu görülmüştür. Bunun nedeni tam olarak anlaşılamamış olmakla birlikte, suda çözündürme işlemi sırasında yapıda kalmış olabilecek NaCl kalıntısının mekanik özellikleri etkilemiş olabileceği düşünülmüştür.

NiAl-H ve Ni_{1,2}Al-H seyreltici kullanımının etkisi incelendiğinde, Ni_{1,2}Al-H termal seyreltici ile üretilen parçaların dayanımının NiAl-H termal seyreltici ile üretilen parçalara göre daha düşük olduğu görülmüştür. Ancak Ni_{1,2}Al-H termal seyreltici ile

üretileen numuneler daha iyi ısııl yalıtım katsayısı göstermiştir. NiAl ve Ni_{1,2}Al ile üretileen malzemelerin gözeneklilik, boy ve çaptaki değışimleri kıyaslandığında aralarındaki fark çok olmamakla beraber gözenekli Ni_{1,2}Al numuneler nispeten daha iyi sonuçlar vermiştir.

NiAl matrisi içinde %5-30 aralığında TiB₂-H ve TiB₂-İ takviyesi 3 şekilde sağlanmıştır. İlk grupta eklenen Ti+B elemental tozlarının NiAl içinde in-sitü reaksiyonu ile TiB₂ partikülleri oluşturulmuştur. Üretileen parçaların NiAl yapısında TiB₂ partiküllerinin in-sitü olarak oluştuğu XRD analizleri ile belirlenmiştir. SEM incelemeleri ile TiB₂ partiküllerinin bir mikrondan küçük boyutta olduğu anlaşılmıştır. İkinci grupta, TiB₂ takviye partiküllerinin %40'ı başlangıç malzemelerine TiB₂-H olarak eklenmiştir. Üçüncü grupta ise, TiB₂ partiküllerinin tamamı TiB₂-H olarak NiAl'e eklenmiştir. 3 yöntemle üretileen gözenekli NiAl-TiB₂ numunelerin mikrosertlikleri incelendiğinde en fazla sertlik değeri NiAl içinde in-sitü reaksiyonu ile üretileen parçalarda olurken (430-600 HV_{0,2}), en düşük mikrosertlik TiB₂-H partiküllerinin NiAl'e eklenmesiyle üretileen parçalarda olmuştur. İn-sitü olarak üretileen parçalar daha iyi mekanik özellik sağlamaktadır. Karışım içerisinde TiB₂-İ miktarı azaldıkça ve TiB₂-H miktarı arttıkça sertlik değeriinin düştüğü görülmektedir. Karışım içerisinde hem TiB₂ miktarını hem de NiAl-H miktarının artırılması da üretileen malzemenin dayanımında azalma meydana getirmiştir.

Tek katmanlı olarak üretileen parçalarda belirlenen parametreler dikkate alınarak kontrollü oranda (%20, 40, 60 veya %40, 60, 75) ve kontrollü boyutlarda gözenek içeren katmanlara sahip FDM parçaların üretimi tek bir HYS reaksiyonu ile gerçekleştirilmiştir. FDM olarak üretileen parçaların dayanım değeri, en düşük dayanıma sahip katmanla sınırlı olmuştur. FDM parçalarda standarda göre ölçülmüş olan ısııl yalıtım indeksinin, gözeneklilik arttıkça ve gözenek boyutu azaldıkça arttığı sonucuna ulaşılmıştır.

Üretileen malzemelerin yüksek sıcaklıkta filtreleme, katalizör ve uzay araştırmaları araçlarının yeniden kullanılabilir metalik termal koruma sisteminin bir katmanı olarak değerlendirilme potansiyeli bulunmaktadır.

6. KAYNAKLAR

- Anonymous 1: Diamond hardness tester online. <https://www.hardnessgauge.com/testing-types/vickers-hardness-testing> [Son erim tarihi: 08.01.2023].
- Agbedor, S. O., Yang, D., Chen, J., Saleh, B., Seidu, S. O., Qiu, C., Jiang, J. and Ma, A. 2022. Reactive sintering principle and compressive properties of porous AZ91 magnesium alloy foams produced by powder metallurgy approach. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 53(2): 244-259.
- Antsiferov, V. N., Kunevich, A. P., Basanov, V. A. and Medvedev, A. P. 1988. Electric resistance and thermal conductivity of highly porous permeable cellular materials. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 27(8): 668-672.
- Araki, N., Makino, A. and Ishiguro, T. 1993. Transient temperature response in FGM for step- or pulsewise heating. *Ceramic Transactions*, 34: pp. 305.
- Arifvianto, B. and Zhou, J. 2014. Fabrication of metallic biomedical scaffolds with the space holder method: a review. *Materials*, 7(5): 3588-3622.
- Ashby, M. F., Evans, T., Fleck, N. A., Hutchinson, J. W., Wadley, H. N. G. and Gibson, L. J. 2000. Metal foams: a design guide. Elsevier.
- ASTM-E9-89a 2000. Standard Test Methods for Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature. West Conshohocken, PA, ASTM.
- ASTM, E. 2012. 285-08. Standard test method for oxyacetylene ablation testing of thermal insulation materials.
- Ayers, R. A., Burkes, D. E., Gottoli, G., Yi, H. C., Zhim, F., Yahia, L. H. and Moore, J. J. 2007. Combustion synthesis of porous biomaterials. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 81(3): 634-643.
- Banhart, J. 2001. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. *Progress in materials science*, 46(6): 559-632.
- Banhart, J. 2013. Light-metal foams history of innovation and technological challenges. *Advanced Engineering Materials*, 15(3): 82-111.
- Bazant, Z. P. 1998. Size effect in tensile and compression fracture of concrete structures: Computational modeling and design. *AEDIFICATIO Publishers, Fracture Mechanics of Concrete Structures*, 3: 1905-1922.
- Berge, A. and Johansson, P. Å. R. 2012. Literature review of high performance thermal insulation.
- Bertolino, N., Monagheddu, M., Tacca, A., Giuliani, P., Zanotti, C., Maglia, F., & Tamburini, U. A. 2003. Self-propagating high-temperature synthesis of functionally graded materials as thermal protection systems for high-temperature applications. *Journal of materials research*, 18(2): 448-455.
- 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*, 50(4): 757-773.

- Biswas A, Roy SK. 2004. Comparison between the microstructural evolutions of two modes of SHS of NiAl: key to a common reaction mechanism, *Acta. Mater.*, 52:257-270.
- Burkes, D. E. and Moore, J. J. 2006. Combustion Synthesis of a Functionally Graded Ni Ti-Ti C x Composite.
- Cai, X., Li, Z., Jiao, X., Wang, J., Kang, X., Feng, P., Akhtar, F., Wang, X. 2021. Preparation of porous NiAl intermetallic with controllable shape and pore structure by rapid thermal explosion with space holder. *Metals and Materials International*, 27(10): 4216-4224.
- Çamurlu, H. E. and Derin, C. B. 2016. Formation Of Near-Nano Size TiB_2 - TiN - Al_2O_3 Powder By SHS. *Machines. Technologies. Materials.*, 10(11): 49-51.
- Çamurlu, H. E. and Maglia, F. 2009. Self-propagating high-temperature synthesis of ZrB_2 or TiB_2 reinforced Ni–Al composite powder. *Journal of Alloys and Compounds*, 478(1-2): 721-725.
- Chawla, K. K. 2012. Metal matrix composites. In *Composite materials*. Springer, New York, pp. 197-248.
- Cinca, N., Lima, C. R. C. and Guilemany, J. M. 2013. An overview of intermetallics research and application: Status of thermal spray coatings. *Journal of Materials Research and Technology*, 2(1): 75-86.
- Cui, H., Cao, L., Chen, Y. and Wu, J. 2012. Unique microstructure of porous NiAl intermetallic compound prepared by combustion synthesis. *Journal of Porous Materials*, 19(4): 415-422.
- Deevi, S. C. and Sikka, V. K. 1996. Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications. *Intermetallics*, 4(5): 357-375.
- Deevi, S. C., Sikka, V. K. and Liu, C. T. 1997. Processing, properties, and applications of nickel and iron aluminides. *Progress in Materials Science*, 42(1-4): 177-192.
- Desai, P. D. 1987. Thermodynamic properties of selected binary aluminum alloy systems. *Journal of physical and chemical reference data*, 16(1): 109-124.
- Dessai, R. R., Desa, J. A. E., Sen, D. and Mazumder, S. 2013. Effects of pressure and temperature on pore structure of ceramic synthesized from rice husk: A small angle neutron scattering investigation. *Journal of Alloys and Compounds*, 564: 125-129.
- Dey, G. K. 2003. Physical metallurgy of nickel aluminides. *Sadhana*, 28(1): 247-262.
- Dong, H. X., Jiang, Y., He, Y. H., Song, M., Zou, J., Xu, N. P., Huang, B.Y., Liu, C.T. and Liaw, P. K. 2009. Formation of porous Ni–Al intermetallics through pressureless reaction synthesis. *Journal of Alloys and Compounds*, 484(1-2): 907-913.
- Dong, S., Hou, P., Yang, H. and Zou, G. 2002. Synthesis of intermetallic NiAl by SHS reaction using coarse-grained nickel and ultrafine-grained aluminum produced by wire electrical explosion. *Intermetallics*, 10(3): 217-223.
- Doty, H. and Abbaschian, R. 1995. Reactive hot compaction of NiAl with in situ alumina reinforcement. *Materials Science and Engineering: A*, 195: 101-111.

- Drenchev, L. B. and Sobczak, J. J. 2009. Gasars: A specific class of porous materials. ITS.
- Dudina, D. V., Bokhonov, B. B. and Olevsky, E. A. 2019. Fabrication of porous materials by spark plasma sintering: a review. *Materials*, 12(3): 541.
- Dunmead, S. D., Munir, Z. A. and Holt, J. B. 1992. Temperature profile analysis in combustion synthesis: Ii, experimental observations. *Journal of the American Ceramic Society*, 75(1): 180-188.
- Dyer, T. S. and Munir, Z. A. 1995. The synthesis of nickel aluminides by multilayer self-propagating combustion. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 26(3): 603-610.
- Ebhota, W. S., Karun, A. S. and Inambao, F. L. 2016. Centrifugal casting technique baseline knowledge, applications, and processing parameters: overview. *International Journal of Materials Research*, 107(10): 960-969.
- Ebrahimi, F. (Ed.). 2016. *Advances in functionally graded materials and structures*. BoD–Books on Demand.
- Elwan, I., Jabra, R. and Arafeh, M. H. 2018. Preparation and ablation performance of lightweight phenolic composite material under oxyacetylene torch environment. *Journal of Aerospace Technology and Management*, 10.
- Feng, A. and Munir, Z. A. 1994. Field-assisted self-propagating synthesis of β -SiC. *Journal of applied physics*, 76(3): 1927-1928.
- Freeby, C. L. and Hjort, H. A. N. S. 1987. *1987 Annual Powder Metallurgy Conference, Dallas, TX, May 17-20, 1987, Proceedings* (No. CONF-8705196-). Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.
- Gaillard, C., Despois, J. F. and Mortensen, A. 2004. Processing of NaCl powders of controlled size and shape for the microstructural tailoring of aluminium foams. *Materials Science and Engineering: A*, 374(1-2): 250-262.
- Gao, H. Y., He, Y. H., Shen, P. Z., Jiang, Y. and Liu, C. T. 2015. Effect of pressure on pore structure of porous FeAl intermetallics. *Advanced Powder Technology*, 26(3): 882-886.
- Gao, H. Y., He, Y. H., Zou, J., Shen, P. Z., Jiang, Y. and Liu, C. T. 2015. Mechanical properties of porous Fe–Al intermetallics. *Powder Metallurgy*, 58(3): 197-201.
- Gennari, S., Tamburini, U. A., Maglia, F., Spinolo, G. and Munir, Z. A. 2006. A new approach to the modeling of SHS reactions: Combustion synthesis of transition metal aluminides. *Acta materialia*, 54(9): 2343-2351.
- German, R. M. 2005. Powder metallurgy and particulate materials processing: the processes, materials, products, properties and applications Princeton: Metal powder industries federation, pp. 20-56.
- Girão, A. V., Caputo, G. and Ferro, M. C. 2017. Application of scanning electron microscopy–energy dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDS). In *Comprehensive analytical chemistry* Elsevier, 75: 153-168.
- Goodall, R. (2013). Porous metals: Foams and sponges. In *Advances in Powder Metallurgy* Woodhead Publishing, pp. 273-307.

- Gülsoy, H. Ö. and German, R. M. 2008. Production of micro-porous austenitic stainless steel by powder injection molding. *Scripta Materialia*, 58(4): 295-298.
- Guo, J. T. and Xing, Z. P. 1997. Investigation of NiAl–TiB₂ in situ composites. *Journal of materials research*, 12(4): 1083-1090.
- Hao, G. L., Han, F. S. and Li, W. D. 2009. Processing and mechanical properties of magnesium foams. *Journal of porous materials*, 16(3): 251-256.
- Hawk, J. A. and Alman, D. E. 1999. Abrasive wear behavior of NiAl and NiAl–TiB₂ composites. *Wear*, 225: 544-556.
- Heaney, D. F. and German, R. M. 2001. Porous stainless steel parts using selective laser sintering. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, (8): 8-73.
- Holt, J. B. and Munir, Z. A. 1986. Combustion synthesis of titanium carbide: theory and experiment. *Journal of Materials Science*, 21(1): 251-259.
- Hsiung, L. C. and Sheu, H. H. 2009. A comparison of the phase evolution in Ni, Al, and Ti powder mixtures synthesized by SHS and MA processes. *Journal of alloys and compounds*, 479(1-2): 314-325.
- Huang W, Chang YA. 1998. A thermodynamic analysis of the Ni-Al system. *Intermetallics*, 6: 487-98.
- Huang, Yongan, Laiqi Zhang, and Shizhong Wei. 2020. Double-pore structure porous Mo–Si–B intermetallics fabricated by elemental powder metallurgy method using NH₄HCO₃ as pore-forming agent. *Materials Research Express* 7.9: 096518.
- Hunt, E. M., Pantoya, M. L. and Jouet, R. J. 2006. Combustion synthesis of metallic foams from nanocomposite reactants. *Intermetallics*, 14(6): 620-629.
- HYJEK, P., SULIMA, I. and FIGIEL, P. 2013. NiAl composite reinforced TiB₂ ceramic particles. *structure*, 1(2): 7.
- Hyjek, P., Sulima, I. and Jaworska, L. 2017. Characteristics of the NiAl/Ni₃Al Matrix Composite with TiB₂ Particles Fabricated by High Pressure-High Temperature Sintering. *Archives of Metallurgy and Materials*, 62.
- Ismail, M. H., Goodall, R., Davies, H. A. and Todd, I. 2012. Porous NiTi alloy by metal injection moulding/sintering of elemental powders: Effect of sintering temperature. *Materials Letters*, 70: 142-145.
- ISO 13314 Standard, 2011. INTERNATIONAL STANDARD Mechanical testing Of Metals—Ductility Testing—Compression Test For Porous And Cellular Metals. *Int. Stand. ISO, 13314*
- Jian, Y. T., Yang, Y., Tian, T., Stanford, C., Zhang, X. P. and Zhao, K. 2015. Effect of pore size and porosity on the biomechanical properties and cytocompatibility of porous NiTi alloys. *PLoS One*, 10(6): e0128138.
- Jiang, H., Ye, S., Ma, R. and Yu, P. 2019. Influences of sintering parameters on shape-retention ability of porous Ni₃Al intermetallic fabricated by powder metallurgy. *Intermetallics*, 105: 48-55.

- Jiang, Y., He, Y. and Gao, H. 2021. Recent progress in porous intermetallics: Synthesis mechanism, pore structure, and material properties. *Journal of Materials Science & Technology*, 74: 89-104.
- Jiang, Y., He, Y. and Liu, C. T. 2018. Review of porous intermetallic compounds by reactive synthesis of elemental powders. *intermetallics*, 93: 217-226.
- Jiang, Y., Liu, X., Gao, H. and He, Y. 2020. Reactively Synthesized Porous Ti_3SiC_2 Compound and Its Mechanical Properties with Different Apertures. *Crystals*, 10(2): 82.
- Jiao, X., Feng, P., Liu, Y., Cai, X., Wang, J. and Czujko, T. 2018. Fabrication of highly porous TiAl_3 intermetallics using titanium hydride as a reactant in the thermal explosion reaction. *Journal of Materials Research*, 33(18): 2680-2688.
- Jiao, X., Liu, Y., Cai, X., Wang, J. and Feng, P. 2021. Progress of porous Al-containing intermetallics fabricated by combustion synthesis reactions: a review. *Journal of Materials Science*, 56(20): 11605-11630.
- Jiao, X., Wang, X., Kang, X., Feng, P., Zhang, L., Wang, J. and Akhtar, F. 2016. Hierarchical porous TiAl_3 intermetallics synthesized by thermal explosion with a leachable space-holder material. *Materials Letters*, 181: 261-264.
- Jie, W., Cui, H. Z., Cao, L. L. and Gu, Z. Z. 2011. Open-celled porous NiAl intermetallics prepared by replication of carbamide space-holders. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 21(8): 1750-1754.
- Kainer, K. U. 2006. Basics of metal matrix composites. *Metal Matrix Composites: Custom-made Materials for Automotive and Aerospace Engineering*:1-54.
- Kandalova, E. G., Nikitin, V. I., Wanqi, J. and Makarenko, A. G. 2002. Effect of Al powder content on SHS Al-Ti grain refiner. *Materials Letters*, 54(2-3): 131-134.
- Kanetake, N., & Kobashi, M. 2006. Innovative processing of porous and cellular materials by chemical reaction. *Scripta Materialia*, 54(4): 521-525.
- Karczewski, K., Stępniewski, W. J. and Salerno, M. 2018. Fabrication of FeAl intermetallic foams by tartaric acid-assisted self-propagating high-temperature synthesis. *Materials*, 11(4): 621.
- Kayani, S. H., & Park, N. K. 2017. Effect of Cr and Nb on the phase transformation and pore formation of Ti-Al base alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 708: 308-315.
- Khor, K. A., Dong, Z. L. and Gu, Y. W. 1999. Plasma sprayed functionally graded thermal barrier coatings. *Materials letters*, 38(6): 437-444.
- Khusid, B. M., Khina, B. B. And Demidkov, S. V. 1994. Limits of the self-propagating high-temperature synthesis wave propagation in eutectic composite materials. *Journal of materials science*, 29(8): 2187-2191.
- Kılıç, M. 2015. Kendi ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi ile fonksiyonel derecelendirilmiş intermetalik malzemelerin üretimi ve mikroyapılarının incelenmesi.
- Kılıç, M., Yenigun, B., Bati, S., Balalan, Z. and Kirik, I. 2019. Effect of Cu addition on porous NiTi SMAs produced by self-propagating high-temperature synthesis. *Materials Testing*, 61(12): 1140-1144.

- Kobashi, M. and Kanetake, N. 2002. Processing of intermetallic foam by combustion reaction. *Advanced Engineering Materials*, 4(10): 745-747.
- Kocyigit, M. and Çamurlu, H. E. 2023. Volume Combustion Synthesis in Fe–Ti–C and Fe–Ti Systems. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 54(1): 320-332.
- Konez, A., Alagöz, H., Topal, S. and Gülgeç, M. 2005. Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin üretim teknikleri ve kullanım alanları. *Mühendis ve Makine*, 46(547): 1-25.
- Kubashewski O, Dench WA. 1955. The heats of formation in systems titanium Aluminum and titanium and iron. *Acta Metall*, 3: 339–46.
- Laptev, A., Vyal, O., Bram, M., Buchkremer, H. P. and Stöver, D. 2005. Green strength of powder compacts provided for production of highly porous titanium parts. *Powder Metallurgy*, 48(4): 358-364.
- Łazińska, M., Durejko, T., Lipiński, S., Polkowski, W., Czujko, T. and Varin, R. A. 2015. Porous graded FeAl intermetallic foams fabricated by sintering process using NaCl space holders. *Materials Science and Engineering: A*, 636: 407-414.
- Lefebvre, L. P. and Thomas, Y. 2003. Method of making open cell material. US Patent 6660224
- Lenel, F. V. 1980. Powder metallurgy: principles and applications. Metal Powder Industry.
- Lepage, G., Albernaz, F. O., Perrier, G. and Merlin, G. 2012. Characterization of a microbial fuel cell with reticulated carbon foam electrodes. *Bioresource technology*, 124: 199-207.
- Levashov, E. A., Larikhin, D. V., Shtansky, D. V., Rogachev, A. S., Grigoryan, H. E. and Moore, J. J. 2002. Self-propagating high-temperature synthesis of functionally graded PVD targets with a ceramic working layer of TiB₂-TiN or Ti₅Si₃-TiN. *Journal of Materials Synthesis and Processing*, 10(6): 319-330.
- Levashov, E. A., Mukasyan, A. S., Rogachev, A. S. and Shtansky, D. V. 2017. Self-propagating high-temperature synthesis of advanced materials and coatings. *International Materials Reviews*, 62(4): 203-239.
- Li, L. and Aubertin, M. 2003. A general relationship between porosity and uniaxial strength of engineering materials. *Canadian Journal of Civil Engineering*, 30(4): 644-658.
- Li, Y., Jian, S. and Min, Z. 2005. Application of ceramics metal functionally graded materials on green automobiles. In *Key Engineering Materials*. Trans Tech Publications Ltd, 280: 1925.
- Li, Z., Cai, X., Ren, X., Kang, X., Wang, X., Jiao, X. and Feng, P. 2019. Rapid preparation of porous Ni–Al intermetallics by thermal explosion. *Combustion Science and Technology*.
- Liang, X., Kim, H. K., Earthman, J. C. and Lavernia, E. J. 1992. Microstructure and elevated temperature behavior of a spray-atomized and co-deposited Ni₃Al/SiC/TiB₂ intermetallic matrix composite. In *High Temperature Aluminides and Intermetallics*, pp. 646-653.

- Liang, Y., Yang, F., Zhang, L., Lin, J., Shang, S. and Liu, Z. K. 2014. Reaction behavior and pore formation mechanism of TiAl–Nb porous alloys prepared by elemental powder metallurgy. *Intermetallics*, 44:1-7.
- Lipsitt HA, Shechtman D, Schafrik RE. 1980. The deformation and fracture of Ti3Al at elevated temperatures. *Metall Trans A* 11:1369–75.
- Liu CT. Environmental embrittlement and grain-boundary fracture in Ni3Al. 1992. *Scr Metall Mater*, 27: 25–8.
- Liu CT. Recent advances in ordered intermetallics. *Mater Chem Phys* 1995. 42: 77–86.
- Liu, C. T., Stringer, J., Mundy, J. N., Horton, L. L., & Angelini, P. 1997. Ordered intermetallic alloys: An assessment. *Intermetallics*, 5(8): 579-596.
- Liu, Y., Cai, X., Sun, Z., Zhang, H., Akhtar, F., Czujko, T. and Feng, P. 2019. Fabrication and Characterization of Highly Porous FeAl-Based Intermetallics by Thermal Explosion Reaction. *Advanced Engineering Materials*, 21(4): 1801110.
- Ma, L., Cui, H., Cao, L. L., Teng, F. L., Cui, N. and Liu, L. 2013. The synthesis of porous TiC–TiB2–NiAl composites by SHS. In *Advanced Materials Research* Trans Tech Publications Ltd, 634, pp. 2110-2118.
- Mahamood, R. M. and Akinlabi, E. T. 2017. Types of functionally graded materials and their areas of application. In *Functionally graded materials* Springer, pp. 9-21.
- Meier, G. H. and Pettit, F. S. 1992. The oxidation behavior of intermetallic compounds. In *High Temperature Aluminides and Intermetallics* Elsevier, pp. 548-560.
- Menendez, E., Salazar-Alvarez, G., Zhilyaev, A. P., Surinach, S., Baro, M. D., Nogues, J. and Sort, J. 2008. Cold consolidation of metal–ceramic nanocomposite powders with large ceramic fractions. *Advanced Functional Materials*, 18(20): 3293-3298.
- Merzhanov, A. G. 1975. Combustion processes in chemical technology and metallurgy. *Chernogolovka: ISMAN*, pp. 174-188.
- Merzhanov, A. G. 1990. Self-propagating high-temperature synthesis: twenty years of search and findings. *Combustion and plasma synthesis of high-temperature materials*, pp. 1-53.
- Merzhanov, A. G. 1997. Fundamentals, achievements, and perspectives for development of solid-flame combustion. *Russian Chemical Bulletin*, 46(1): 1-27.
- Merzhanov, A. G. 2012. *40 YEARS OF SHS: A LUCKY STAR OF A SCIENTIFIC DISCOVERY A Presentation with Elements of a Scientific Lecture*. Bentham Science Publishers.
- Merzhanov, A. G. and Borovinskaya, I. P. 1972. Self-spreading high-temperature synthesis of refractory inorganic compounds. *Doklady Akademii Nauk SSSR, Seriya Khimiya*, 204(2): 366-369.
- Merzhanov, A. G. and Mukasyan, A. S. 2007. Solid-flame combustion. *Publishing House of Institute of Macrokinetics and Materials Sciences RAS*, Chernogolovka 20000.
- Merzhanov, A. G. And Borovinskaya, I. P. 2008. Historical retrospective of SHS: An autoreview. *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 17(4): 242-265.

- Michalcová, A., Vojtech, D., Kubatík, T. F., Novak, P., Dvorák, P., Svobodová, P. and Marek, I. 2016. NiAl intermetallic prepared with reactive sintering and subsequent powder-metallurgical plasma-sintering compaction. *Mater. Technol*, 50: 447-450.
- Miracle, D. B. 1993. Overview No. 104 The physical and mechanical properties of NiAl. *Acta metallurgica et materialia*, 41(3): 649-684.
- Mitra, R. 2015. Structural intermetallics and intermetallic matrix composites (Vol. 6). CRC press.
- Miyamoto, Y., Kaysser, W. A., Rabin, B. H., Kawasaki, A. and Ford, R. G. 1999. Processing and fabrication. In *Functionally Graded Materials* Springer, Boston, MA, pp. 161-245.
- Moore, J. J. and Feng, H. J. 1995. Combustion synthesis of advanced materials: Part I. Reaction parameters. *Progress in materials science*, 39(4-5): 243-273.
- Morsi, K., Fujii, T., McShane, H. and McLean, M. 1999. Control of heat generation during reaction synthesis. *Scripta materialia*, 40(3): 359-364.
- Mortensen, A. and Suresh, S. 1995. Functionally graded metals and metal-ceramic composites: Part 1 Processing. *International materials reviews*, 40(6): 239-265.
- Munir, Z. A. 1992. Reaction synthesis processes: mechanisms and characteristics. *Metallurgical Transactions A*, 23(1): 7-13.
- Naplocha, K. 2018. Self-propagating high-temperature synthesis (SHS) of intermetallic matrix composites. In *Intermetallic Matrix Composites* Woodhead Publishing, pp. 203-220.
- Natali, M., Kenny, J. M. ve Torre, L. 2016. Science and technology of polymeric ablative materials for thermal protection systems and propulsion devices: A review. *Progress in Materials Science*, 84: 192-275.
- Niedzialek, S. E., Stangle, G. C. and Kaieda, Y. 1993. Combustion-synthesized functionally gradient refractory materials. *Journal of materials research*, 8(8): 2026-2034.
- Nishiyabu, K. 2012. Powder space holder metal injection molding (PSH-MIM) of microporous metals. In *Handbook of Metal Injection Molding* Woodhead Publishing, pp. 371-406.
- Noebe, R. D., R. R. Bowman, and M. V. Nathal. 1993. Physical and mechanical properties of the B2 compound NiAl. *International Materials Reviews* 38.4: 193-232.
- Novák, P., Šotka, D., Novák, M., Michalcová, A., Šerák, J. and Vojtěch, D. 2011. Production of NiAl–matrix composites by reactive sintering. *Powder Metallurgy*, 54(3): 308-313.
- Pałka, K., Adamek, G. and Jakubowicz, J. 2016. Compression behavior of Ti foams with spherical and polyhedral pores. *Advanced Engineering Materials*, 18(8): 1511-1518
- Pelissari, P. I., Angélico, R. A., Salvini, V. R., Vivaldini, D. O., & Pandolfelli, V. C. 2017. Analysis and modeling of the pore size effect on the thermal conductivity

- of alumina foams for high temperature applications. *Ceramics International*, 43(16): 13356-13363.
- Prakash, T., Singha, M. K. and Ganapathi, M. 2009. Thermal snapping of functionally graded materials plates. *Materials & Design*, 30(10): 4532-4536.
- Rigney, D. A. 1994. The roles of hardness in the sliding behavior of materials. *Wear*, 175(1-2): 63-69.
- Risanti, D., Deges, J., Falat, L., Kobayashi, S., Konrad, J., Palm, M., Pöter, B., Schneider, A., Stallybrass C. and Stein, F. 2005. Dependence of the brittle-to-ductile transition temperature (BDTT) on the Al content of Fe–Al alloys. *Intermetallics*, 13(12): 1337-1342.
- Rogachev, A. S. and Mukasyan, A. S. 2014. *Combustion for material synthesis*. CRC press.
- Roine A. 1994. HSC Chemistry for Windows. Outokumpu Research Oy: Pori.
- Saiyathibrahim A, Subramaniyan R, Dhanapal P. 2016. “Centrifugally Cast Functionally Graded Materials – A Review”. International Conference on Systems, Science, Control, Communication, Engineering and Technology, pp. 68-73.
- Samal, P. and Newkirk, J. 2015. Powder metallurgy methods and applications. *ASM handbook of powder metallurgy*, 7.
- Sampath, S., Smith, W. C., Jewett, T. J., and Kim, H. 1999. Synthesis and characterization of grading profiles in plasma sprayed NiCrAlY-zirconia FGMs. In *Materials science forum* Trans Tech Publications Ltd, 308, pp. 383-388.
- Schubert, E. vd. 1999. Laser beam cladding, a flexible tool for local surface treatment and regeneration, *J Thermal Spray Technology*, 7: 459-467.
- Seiler, H. 1983. Secondary electron emission in the scanning electron microscope. *Journal of Applied Physics*, 54(11): R1-R18.
- Sheng, L. Y., Yang, F., Guo, J. T., Xi, T. F. and Ye, H. Q. 2013. Investigation on NiAl–TiC–Al₂O₃ composite prepared by self-propagation high temperature synthesis with hot extrusion. *Composites Part B: Engineering*, 45(1): 785-791.
- Shi, Q., Qin, B., Feng, P., Ran, H., Song, B., Wang, J. and Ge, Y. 2015. Synthesis, microstructure and properties of Ti–Al porous intermetallic compounds prepared by a thermal explosion reaction. *RSC Advances*, 5(57): 46339-46347.
- Shokati, A. A., Parvin, N., Sabzianpour, N., Shokati, M. and Hemmati, A. 2013. In situ synthesis of NiAl–NbB₂ composite powder through combustion synthesis. *Journal of alloys and compounds*, 549: 141-146.
- Shon, I. J. and Munir, Z. A. 1998. Synthesis of TiC, TiC–Cu Composites, and TiC–Cu Functionally Graded Materials by Electrothermal Combustion. *Journal of the American Ceramic Society*, 81(12): 3243-3248.
- Shu, Y., Suzuki, A., Takata, N. and Kobashi, M. 2019. Fabrication of porous NiAl intermetallic compounds with a hierarchical open-cell structure by combustion synthesis reaction and space holder method. *Journal of Materials Processing Technology*, 264: 182-189.

- Sina, H. and Iyengar, S. 2015. Reactive synthesis and characterization of titanium aluminides produced from elemental powder mixtures. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 122(2): 689-698.
- Smith, D. W. and Brown, E. 1985. Characterization of Controlled Density P/M Structures for Filtration Applications. *Progress in Powder Metallurgy* 41: 653-667.
- Smith, R. L. and Sandly, G. E. 1922. An accurate method of determining the hardness of metals, with particular reference to those of a high degree of hardness. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, 102(1): 623-641.
- Srinivasa, K., Prajwal, A.S., Parashivamurty, K.I., Rakshith, N. 2016. Review on Fe-TiC composites for industries. *Int. J. Eng. Technol*, 3: 394-405.
- Stoloff, N. S. and Jone, R. H. 1997. *Processing and Design Issues in High Temperature Materials*. ENGINEERING FOUNDATION NEW YORK.
- Stoloff, N. S. and Sikka, V. K. 2012. *Physical metallurgy and processing of intermetallic compounds*. Springer Science & Business Media.
- Stoloff, N. S., Liu, C. T. and Deevi, S. C. 2000. Emerging applications of intermetallics. *Intermetallics*, 8(9-11): 1313-1320.
- Sytschev, A. E. and Merzhanov, A. G. 2004. Self-propagating high-temperature synthesis of nanomaterials. *Russian chemical reviews*, 73(2): 147-159.
- Školáková A, Körberová J, Kratochvíl P, Salvetr P, Deduytsche D, Novák P. 2021. A comprehensive description of reactions between nickel and aluminum powders during reactive sintering. *Mater. Chem. Phys.*, 271:124941.
- Terada, Y., Ohkubo, K., Mohri, T. and Suzuki, T. 2002. Thermal conductivity of intermetallic compounds with metallic bonding. *Materials transactions*, 43(12): 3167-3176.
- Ternero, F., Rosa, L. G., Urban, P., Montes, J. M. and Cuevas, F. G. 2021. Influence of the total porosity on the properties of sintered materials—A review. *Metals*, 11(5): 730.
- Torres RD, Reimanis IE, Moore JJ, Mustoe GGW. 2000. Reaction steps in the combustion synthesis of NiAl/TiB₂ composites. *Metall.Mater.Trans.B31*: 433-438.
- Torres, R.D., Lepienski, C.M., Moore, J.J., Reimanis, I.E. 2009. Influence of the processing route in the microstructure and mechanical properties of NiAl/TiB₂ composites produced by combustion synthesis. *Metall. Mater. Trans.*, B 40: 187-195.
- Tracey, V. A. 1979. Effect of sintering conditions on structure and strength of porous nickel. *Powder Metallurgy*, 22(2): 45-48.
- Varma, A., Rogachev, A. S., Mukasyan, A. S., & Hwang, S. 1998. Combustion synthesis of advanced materials: principles and applications. *Advances in chemical engineering*, 24: 79-226.
- Vernon-Parry, K. D. 2000. Scanning electron microscopy: an introduction. *III-Vs Review*, 13(4): 40-44.

- Villers, P. and Calvert, L. D. 1985. Pearson's Handbook of Crystallographic Data for Intermetallics.
- Wang, L., D'Alpino, P. H. P., Lopes, L. G. and Pereira, J. C. 2003. Mechanical properties of dental restorative materials: relative contribution of laboratory tests. *Journal of Applied Oral Science*, 11: 162-167.
- Wang, Q. Z., Cui, C. X., Liu, S. J. and Zhao, L. C. 2010. Open-celled porous Cu prepared by replication of NaCl space-holders. *Materials Science and Engineering: A*, 527(4-5): 1275-1278.
- Wang, Z., Jiao, X., Feng, P., Wang, X., Liu, Z. and Akhtar, F. 2016. Highly porous open cellular TiAl-based intermetallics fabricated by thermal explosion with space holder process. *Intermetallics*, 68: 95-100.
- Wei, N., Cui, H. Z., Wu, J., Wang, J., Wang, G. L., 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. Metall. Sin-Engl.* 28: 39-47.
- Wright, R. N., Anderson, M. T. and Wright, J. K. 1998. Microstructure and properties of an oxide dispersion-strengthened iron aluminide. *Materials Science and Engineering: A*, 258(1-2): 285-290.
- Wu, J., Yang, Z. T., Cui, H. Z., Wei, N. and Song, X. J. 2017. Fabrication, Pore Structures and Mechanical Properties of (TiB₂-Al₂O₃)/NiAl Porous Composites. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 30(12): 1145-1154.
- Xia, X. C., Chen, X. W., Zhang, Z., Chen, X., Zhao, W. M., Liao, B. and Hur, B. 2013. Effects of porosity and pore size on the compressive properties of closed-cell Mg alloy foam. *Journal of Magnesium and Alloys*, 1(4): 330-335.
- Xu, Z., Wen, W. and Zhai, T. 2012. *Metall. Mater. Trans. A* 43.8: 2763-2770.
- Yamada, Y., Banno, T., Xie, Z. K., Li, Y. C. and Wen, C. E. 2007. Preparation and characterisation of open-cell microporous nickel. In *Materials science forum* Trans Tech Publications Ltd., 539: 1833-1838.
- Ye, L. L., Liu, Z. G., Quan, M. X. and Hu, Z. Q. 1996. Different reaction mechanisms during mechanical alloying Ti₅₀C₅₀ and Ti₃₃B₆₇. *Journal of applied physics*, 80(3): 1910-1912.
- Yeh, C. L., Su, S. H. and Chang, H. Y. 2005. Effects of TiC addition on combustion synthesis of NiAl in SHS mode. *Journal of alloys and compounds*, 398(1-2): 85-93.
- Yi, H. C. and Moore, J. J. 1990. Self-propagating high-temperature (combustion) synthesis (SHS) of powder-compacted materials. *Journal of materials Science*, 25(2): 1159-1168.
- Yoshimi K, Hanada S, Tokuno H. 1994. Effect of frozen-in vacancies on hardness and tensile properties of polycrystalline B2 FeAl. *Mater Trans JIM*, 35: 51-7.
- Zhang, C., Li, J., Hu, Z., Zhu, F. and Huang, Y. 2012. Correlation between the acoustic and porous cell morphology of polyurethane foam: Effect of interconnected porosity. *Materials & Design*, 41: 319-325.

- Zhang, H. and Zhu, H. 2020. In-situ TiB₂–NiAl composites synthesised by arc melting: oxidation behaviour, oxidation kinetics and oxidation mechanism. *Corrosion Engineering, Science and Technology*, 55(5): 360-364.
- Zhang, H., et al. 2019. Reactive synthesis and assessment of porous Fe-20.5 Al-18Cr intermetallic material: A comparative study with porous FeCrAl material produced from prealloyed powders. *Separation and Purification Technology*, 220: 152-161.
- Zhang, Y. P., Li, D. S. and Zhang, X. P. 2007. Gradient porosity and large pore size NiTi shape memory alloys. *Scripta Materialia*, 57(11): 1020-1023.
- Zhang, R., Jiang, F., Xue, L. and Yu, J. 2022. Review of Additive Manufacturing Techniques for Large-Scale Metal Functionally Graded Materials. *Crystals*, 12(6): 858.
- Zhao, H., Xiao, Q., Huang, D. and Zhang, S. 2014. Influence of pore structure on compressive strength of cement mortar. *The Scientific World Journal*.
- Zhu, P., Li, J. C. M. and Liu, C. T. 2002. Reaction mechanism of combustion synthesis of NiAl. *Materials Science and Engineering: A* 329: 57-68.

ÖZGEÇMİŞ

GÜLİZAR SARIYER

ÖĞRENİM BİLGİLERİ

Doktora 2015-2023	Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Uzay Bilimleri ve Teknolojileri Anabilim Dalı, Antalya
Yüksek Lisans 2013-2015	Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Uzay Bilimleri ve Teknolojileri Anabilim Dalı, Antalya
Lisans 2007-2012	Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Çanakkale

MESLEKİ VE İDARİ GÖREVLER

Araştırma Görevlisi 2013-Devam ediyor	Akdeniz Üniversitesi Fen Fakültesi, Uzay Bilimleri ve Teknolojileri Bölümü, Antalya
--	---

ESERLER

Uluslararası hakemli dergilerde yayımlanan makaleler

1- Sarıyer, G., Çamurlu, H. E. (2022). Effect of Diluent Amount on Properties of Porous NiAl. Gazi University Journal of Science Part A: Engineering and Innovation, 9 (4), 429-438 DOI: 10.54287/gujisa.1174783

Yayın için gönderilen makaleler

2. Sarıyer, G., Çamurlu, H. E. (2023). Porous NiAl and In-situ and Ex-situ TiB₂ Particle Reinforced Porous NiAl Matrix Composites, Yayın için gönderildi.

3. Sarıyer, G., Çamurlu, H. E. (2023). Correlatins On Compressive Strength Of Porous NiAl In A Wide Pore Size And Amount Range, Yayın için gönderildi.

Ulusal bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitaplarında basılan bildiriler

1- Çamurlu, H. E., Sarıyer, G. (2022). Porous NiAl articles with 500-800 micrometer porosity. International Modern Scientific Research Congress -III, İstanbul, Türkiye, 6 - 8 Mayıs 2022, pp.974-980.

2- Sarıyer, G., Çamurlu, H. E. (2022). Formation of 300-500 micrometer pores in NiAl by spacer carbamide particles. 2. International Dicle Scientific Studies and Innovation Congress, Diyarbakır, Türkiye, 28 - 29 Mayıs 2022, pp.39-44.

3- Sarıyer, G., Çamurlu, H. E. (2022). Effect of space holder size and amount on the microstructure and compressive strength of nickel aluminide. 8. International Mardin Artuklu Scientific Researches Conference, Mardin, Türkiye, 4-6 Haziran 2022, pp.742-750.

4- Sarıyer, G., Çamurlu, H. E. (2022). Use of various polymer space holder particles in formation of porous NiAl structures. VIII. Polimer Bilim ve Teknoloji Kongresi, Malatya, Türkiye, 20 - 23 Haziran 2022, pp.169.