

Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilen L2₁ Yapısındaki Fe-Al-Ti Alaşımların Yüksek Sıcaklık Mekanik Özellikleri

Kerem Aybar

DOKTORA TEZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Haziran – 2021

High Temperature Mechanical Properties of Fe-Al-Ti Alloys in L2₁ Structure Produced by Powder Metallurgy Method

Kerem Aybar

DOCTORAL DISSERTATION

Department of Metallurgical and Materials Engineering

June - 2021

Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilen L2₁ Yapısındaki Fe-Al-Ti Alaşımların Yüksek
Sıcaklık Mekanik Özellikleri

Kerem Aybar

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Lisansüstü Yönetmeliği Uyarınca
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı
Malzeme Bilimi Bilim Dalında
DOKTORA TEZİ
Olarak Hazırlanmıştır

Danışman: Doç. Dr. İbrahim Çelikyürek

Bu Tez Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu
tarafından “2017-1566” no’lu proje çerçevesinde desteklenmiştir.

Haziran – 2021

ETİK BEYAN

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Doç. Dr. İbrahim Çelikyürek danışmanlığında hazırlamış olduğum “Toz Metalurjisi Yöntemi İle Üretilen L2₁ Yapısındaki Fe-Al-Ti Alaşımların Yüksek Sıcaklık Mekanik Özellikleri” başlıklı DOKTORA tezimin özgün bir çalışma olduğunu; tez çalışmamın tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; tezimde verdiğim bilgileri, verileri akademik ve bilimsel etik ilke ve kurallara uygun olarak elde ettiğimi; tez çalışmamda yararlandığım eserlerin tümüne atıf yaptığımı ve kaynak gösterdiğimi ve bilgi, belge ve sonuçları bilimsel etik ilke ve kurallara göre sunduğumu beyan ederim. 02/06/2021

Kerem Aybar

İmza

ÖZET

Bu çalışmada; Kıvılcımlı Plazma Sinterleme ile yapısında $L2_1$ Heusler fazı içeren 4 farklı bileşimde Fe-Al-Ti üçlü alaşımları sentezlenmiş ve bu alaşımların yüksek sıcaklık mekanik özellikleri incelenmiştir. Vakum ark ergitme yöntemi ile hazırlanan $Fe_{50}Al_{40}Ti_{10}$, $Fe_{50}Al_{35}Ti_{15}$, $Fe_{50}Al_{30}Ti_{20}$ ve $Fe_{50}Al_{25}Ti_{25}$ tipi üç bileşenli Demir Alüminat ön alaşımlar; mekanik öğütme işlemi ile toz hale getirilmiş ardından kıvılcımlı plazma sinterleme (SPS) ile sentezlenmiş ve sentezlenen alaşımların oda sıcaklığındaki ve yüksek sıcaklıklardaki mekanik özellikleri incelenmiştir.

Uygun kimyasal bileşimi sağlamak üzere oranlarda hazırlanan şarj malzemesi, vakum ark fırınında homojenliği sağlamak için iki kez ergitilmiş, daha sonra bakır kalıba dökülmüştür. Daha sonra bu alaşımlar başlangıçta kaba kırma ve öğütme yapılarak 20 – 45 μ m boyut aralığında alaşım tozları elde edilmiştir. SPS yöntemi ile 20 mm çaplı disk şeklinde alaşımlar sentezlenmiştir. Sentezlenen bu alaşımların mikroyapıları optik mikroskopi ve SEM ile incelenmiştir. Faz Malzeme karakterizasyonu için X-ışını Kırınımı (XRD) ve Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) kullanılmıştır. Alaşımların sertlik değerleri mikrosertlik cihazında ölçülmüştür.

Bu alaşımlardan tel erozyon yöntemi ile basma testi numuneleri hazırlanmıştır. Alaşımların oda sıcaklığı oda sıcaklığındaki ve yüksek sıcaklıklardaki (600 - 900 °C) basma mukavemeti ve süneklik değerleri kıyaslanmıştır. Sonuç olarak alaşım içerisindeki Ti miktarının artmasıyla sertlik ve basma mukavemetinde artış gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler : Demir alüminatlar, Mekanik özellikler, Sinterleme

SUMMARY

In this study, Fe-Al-Ti ternary alloys in 4 different compositions containing L2₁ Heusler phase were synthesized by using Spark Plasma Sintering and the high temperature mechanical properties of these alloys were investigated. Ternary Iron Aluminate pre-alloys of Fe₅₀Al₄₀Ti₁₀, Fe₅₀Al₃₅Ti₁₅, Fe₅₀Al₃₀Ti₂₀ and Fe₅₀Al₂₅Ti₂₅ prepared by vacuum arc melting method. Pre-alloys were pulverized by mechanical milling, then synthesized by spark plasma sintering (SPS) and the mechanical properties of the synthesized alloys at room temperature and high temperatures were investigated.

Charge material prepared in proportions to provide the appropriate chemical composition were melted twice in order to ensure homogeneity in the vacuum arc furnace, later casted in to copper mold. These cast parts were coarse crushed then milled to obtain alloy powders which particles size range in 20 - 45 μm. Sintered disc shaped alloys with 20 mm diameter were synthesized by SPS method. Microstructures of these synthesized alloys were examined by optical microscopy and SEM. Phase identification has been carried out by means of X-ray powder diffraction (XRD) and energy-dispersive spectrometry (EDS). Alloys hardness was determined on Microhardness tester.

Compression test samples were prepared from these alloys by electrical discharge machining (EDM). Compressive strength and ductility values of the alloys at room temperature and elevated temperatures (600 - 900 °C) were compared. As a result, it was observed that the hardness and compressive strength increased with Ti addition.

Keywords : Iron aluminides , Mechanical properties, Sintering

TEŞEKKÜR

İÇİNDEKİLER

sayfa

ÖZET	vi
SUMMARY	vii
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. METALLER ARASI BİLEŞİKLER	2
3. ALÜMİNATLAR	6
3.1. Demir Alüminatlar	7
3.1.1. Demir Alüminyum Faz Diyagramı	8
3.1.2. Demir Alüminatların Üretim Süreci	10
3.1.3. Demir Alüminatların Mekanik Özellikleri	12
3.1.4. Demir Alüminatların Alaşımlanması	15
3.1.5. Katı Eriyik Oluşturan Alaşım Elementleri	16
3.1.6. Metaller Arası Bileşik Faz Çökeltileri Oluşturan Alaşım Elementleri	17
3.1.7. Demir Alüminatların Ortam Direnci ve Hidrojen Gevrekliği	19
3.2. Fe-Al-X Üçlü Alaşımları	21
3.2.1. Fe-Al-Ti Sisteminin İncelenmesi	23
3.2.2. Fe-Al-Ti Alaşımlarının Kullanım Alanları	25
3.2.3. Fe-Al-Ti Alaşımlarının Mekanik Özellikleri	25
4. SİNERLEME İLE ALAŞIM SENTEZİ	27
4.1. Katı Hal Sinterleme Aşamaları	28
4.2. Yoğunlaşma ve Bağlanma	30
4.3. Tam Yoğunluklu Sinterleme İşlemleri	30
4.4. Hızlı Sinterleme Teknikleri	31
4.5. Kıvılcımlı Plazma Sinterleme	31

İÇİNDEKİLER (devam)

4.5.1. SPS Bileşenleri.....	34
4.5.2. SPS Mekanizmaları.....	35
4.5.3. SPS'nin Avantaj ve Dezavantajları	37
5. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI.....	40
6. MATERYAL VE YÖNTEM	44
6.1. Döküm Çalışmaları	44
6.2. Öğütme Çalışmaları	44
6.3. SPS çalışmaları	45
6.4. Yapısal Karakterizasyon Çalışmaları.....	47
6.5. Mekanik Testler	47
7. BULGULAR VE TARTIŞMA	48
7.1. Alaşımların Yapısal Karakterizasyonu	48
7.2. Alaşımların Isıl Karakterizasyonu	60
7.3. Alaşımların Yoğunluk Değerleri	62
7.4. Alaşımların Sertlik Değerleri.....	63
7.5. Oda Sıcaklığı ve Yüksek Sıcaklık Basma Deneyleri.....	63
8. SONUÇ VE ÖNERİLER	67
KAYNAKLAR DİZİNİ.....	70

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	<u>sayfa</u>
2.1. Geleneksel alaşım ve metaller arası bileşikteki atomlar arası dizilim. a) geleneksel alaşımın düzensiz kristal yapısı, b) metaller arası bileşiğin uzun mesafeli düzenli kristal yapısı	2
2.2. Stokiyometrik ve stokiyometrik olmayan metaller arası bileşikler	2
3.1. Fe-Al denge diyagramı	9
3.2. Fe-Al metaller arası bileşiğinin a) B2 yapısı ve b) D0 ₃ yapısı	10
3.3. Dövme Fe ₃ Al alaşımını ile 310 ve 422 paslanmaz çeliklerinin ortalama çekme özelliklerinin karşılaştırılması: a) akma mukavemeti, b) çekme mukavemeti ve c) birim uzama miktarı	13
3.4. Fe ₃ Al malzemenin (FA129) kırılma enerjisi – sıcaklık diyagramı	14
3.5. Farklı ortamlarda demir alüminatların kırılma tokluğu değerleri.....	15
3.6. Fe ₂ AlTi Heusler fazının L ₂₁ kübik kafes yapısı	24
3.7. Al-Fe-Ti üçlü faz diyagramının sınıvlaşma izdüşümleri	24
3.8. Al-Fe-Ti üçlü sisteminin sırasıyla 800°C (a), 900°C (b), 1000°C (c) ve 1200°C (d) sıcaklıklar için eş sıcaklık izdüşümleri	25
4.1. Gevşek durumdaki küresel parçacıklarda sinterleme ile boyun oluşumunun taramalı elektron mikroskobu görüntüsü	28
4.2. Sinterlemede nokta teması ile başlayan ve parçacıklar arası bağ gelişimini gösteren iki küre sinterleme modeli	29
4.3. Gevşek toz ile başlayan ve sinterlemenin değişik aşamalarını gösteren kavramsal çizimler	29
4.4. SPS şematik yapısı	33
4.5. a)Elektrik akımının kalıp içerisinde toz tanecikleri üzerinden olası geçiş yolu, b) toz tanecikleri yüzeyindeki sıcaklık görseli	36
5.1. Sıcaklığa bağlı olarak ikili Fe-Al ve L ₂₁ Laves fazında Fe-Al-Ti alaşımlarının akma gerilmelerinin karşılaştırılması	42
5.2. Fe-Al-Ti esaslı alaşımların 800°C deki gerilme değerine bağlı olarak en düşük sürünme hızı	43
6.1. Vakum ark ergitme ocağı	44
6.2. Fritsch Pulverisette 5 gezegensel bilyalı öğütücü	45

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

6.3. Grafıt kalıp, zımbalar ve bakır folyolar	45
6.4. SPS süreç kontrol diyagramı	46
6.5. SPS ile sinterlenmiş parçalar ve tel erozyon ile çıkarılan basma numuneleri	46
7.1. Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀ döküm alaşımının optik mikroskop görüntüsü	48
7.2. Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀ SPS alaşımının optik mikroskop görüntüsü	48
7.3. Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅ döküm alaşımının optik mikroskop görüntüsü	49
7.4. Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅ SPS alaşımının optik mikroskop görüntüsü	49
7.5. Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀ döküm alaşımının optik mikroskop görüntüsü	49
7.6. Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀ SPS alaşımının optik mikroskop görüntüsü	49
7.7. Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅ döküm alaşımının optik mikroskop görüntüsü	50
7.8. Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅ SPS alaşımının optik mikroskop görüntüsü	50
7.9. Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀ döküm alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu	51
7.10. Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅ döküm alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu	51
7.11. Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀ döküm alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu	52
7.12. Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅ döküm alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu	52
7.13. Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀ SPS alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu	53
7.14. Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅ SPS alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu	53
7.15. Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀ SPS alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu	54
7.16. Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅ SPS alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu	54
7.17. Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀ alaşımına ait XRD pikleri	55
7.18. Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅ alaşımına ait XRD pikleri	56

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

7.19.	Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀ alaşımına ait XRD pikleri	57
7.20.	Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅ alaşımına ait XRD pikleri	58
7.21.	Rietveld Analizi ekran görünümü	59
7.22.	Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀ alaşımının DTA eğrisi	60
7.23.	Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅ alaşımının DTA eğrisi	60
7.24.	Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀ alaşımının DTA eğrisi	61
7.25.	Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅ alaşımının DTA eğrisi	61
7.26.	Alaşımın manyetik dönüşüm (Curie) sıcaklıkları	62
7.27.	Alaşımın yoğunluk değerleri	62
7.28.	Alaşımın mikrosertlik değerleri	63
7.29.	Oda sıcaklığındaki basma testi grafikleri	64
7.30.	600 °C'deki basma testi grafikleri	64
7.31.	900 °C'deki basma testi grafikleri	65

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge	<u>sayfa</u>
2.1. Çok yüksek sıcaklık malzemelerinin sınıflandırılması	3
2.2. Metaller arası bileşiklerin kritik özellikleri	4
3.1. Bazı alüminatların fiziksel özellikleri	6
3.2. Fe ₃ Al (28 % at. Al) metaller arası bileşiğinin oda sıcaklığındaki çekme özellikleri üzerine test ortamının etkisi	20
4.1. Basınç destekli sinterleme ile özelliklerin gelişimine örnekler	31
5.1. Fe-Al(-Ti) alaşımlarının 900°C’de basma testindeki karşılaştırmalı akma gerilmeleri	41
7.1. Alaşımların içerdiği fazlar	50
7.2. Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀ döküm alaşımının EDS analizi sonuçları	51
7.3. Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅ döküm alaşımının EDS analizi sonuçları	51
7.4. Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀ döküm alaşımının EDS analizi sonuçları	52
7.5. Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₂ döküm alaşımının EDS analizi sonuçları	52
7.6. Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀ SPS alaşımının EDS analizi sonuçları	53
7.7. Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅ SPS alaşımının EDS analizi sonuçları	53
7.8. Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀ SPS alaşımının EDS analizi sonuçları	54
7.9. Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅ SPS alaşımının EDS analizi sonuçları	54
7.10. Alaşımların Rietveld Analiz Sonuçları	59
7.11. Oda sıcaklığındaki basma testi sonuçları	64
7.12. 600 °C’deki basma testi sonuçları	65
7.13. 900 °C’deki basma testi sonuçları	65

SİMGELER VE KISALTMALAR**Kısaltmalar**

EDS

HIP

HMK

HP

SEM

SPS

XRD

YMK

Açıklama

Enerji Dağılım Spektrometresi

Sıcak İzostatik Presleme

Hacim Merkezli Kübik

Sıcak Presleme

Taramalı Elektron Mikroskobu

Kıvılcımlı Plazma Sinterleme

X-ışını Kırınımı

Yüzey Merkezli Kübik

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Mühendislik malzemeleri genel olarak, metaller, seramikler, plastikler ve bunların karışımından meydana gelen kompozit malzemelerden meydana gelmektedir. Bu malzemelerin olumlu özelliklerinin yanında eksik kaldıkları bazı noktalar da bulunmaktadır. Bu eksiklikleri gidermek ve değişken endüstriyel taleplere cevap vermek adına yeni tür malzeme ar-ge çalışmaları sürekli devam etmektedir.

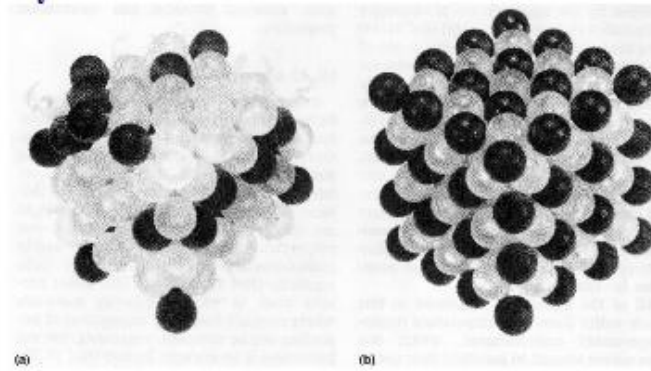
Plastik malzemelerin mukavemet değerlerinin düşük olması, seramik malzemelerin oldukça gevrek olmaları, metallerin yorulma ve korozyon gibi olumsuz özelliklerini barındırmayan yeni nesil malzemelerin geliştirilmesi ve bunların servis şartlarına uygun olarak farklı özellikleri bir arada sağlaması beklenmektedir. Metaller arası bileşik malzemeler bu bakımdan önemli bir potansiyele sahiptir ve üzerinde detaylı çalışmalar yapılmaktadır.

Bu çalışmanın amacı, L2₁ düzenli metaller arası bileşiği oluşturan Fe-Al-Ti üçlü alaşımlarının SPS yöntemi ile sentezlenmesi ve bu alaşımların yüksek sıcaklık mekanik özelliklerinin belirlenmesidir. Gerek ikili Fe-Al alaşımları gerekse Fe-Al-X üçlü alaşımları üzerine yapılan çalışmalar mevcut olmasına rağmen, bunların üretim yöntemine bakıldığında döküm ve ardından oda sıcaklığındaki kırılganlığı olabildiğince azaltmak amacıyla uzun süreli ısıtma işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada Fe-Al-Ti alaşımlarının sentezinde daha üstün mekanik özellikler sağlayacağı düşünülen SPS tercih edilmiştir.

Bu çalışma toplam sekiz bölümden oluşmaktadır. Çalışmanın birinci bölümü genel giriş bölümünden oluşmaktadır. İkinci bölümde metaller arası bileşikler, üçüncü bölümünde ise demir alüminatlar hakkında teorik bilgiler yer almaktadır. Dördüncü bölümde genel olarak Sinterleme ve SPS yöntemi hakkında bilgi verilmiştir. Beşinci bölümde literatürde yapılan çalışmalar ve elde edilen sonuçlardan kısaca bahsedilmiştir. Altıncı bölümde malzeme ve metod açıklanmıştır. Yedinci bölümde ise yapılan malzeme karakterizasyon işlemleri ve mekanik testlerin sonuçları incelenmiştir. Sekizinci bölümde çalışmanın sonuçları maddeler halinde özetlenmiştir.

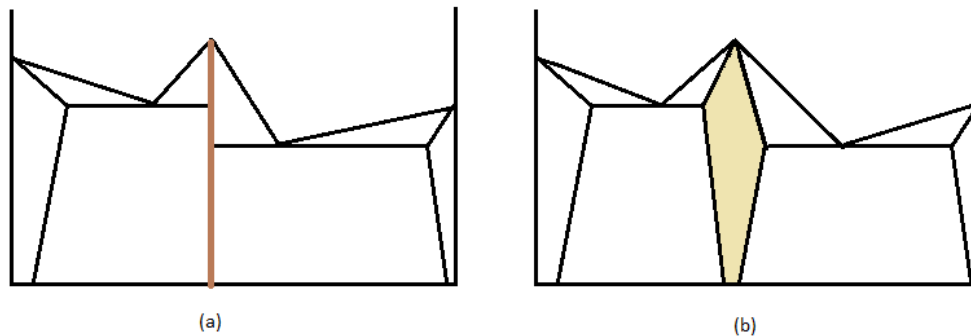
2. METALLER ARASI BİLEŞİKLER

Metaller arası bileşikler, metal-metal ya da metal-yarı metal atom karışımlarının düzenli olarak dizilmesinden meydana gelmiş Ni_3Al , $FeAl$, $TiAl$, $MoSi_3$ gibi malzemelerdir (Morris ve Muñoz-Morris, 2005). Genellikle kimyasal açıdan birbirine benzemeyen ve güçlü afiniteleri olan iki veya daha fazla saf metalin dar bileşim aralıklarında ve basit oranlarda oluşturduğu kristal yapıya bileşik veya katı eriyiklerdir (Özdemir, 2004). Metaller arası bileşikler kritik düzenlenme sıcaklığında ($T_c < 700^\circ C$) uzun mesafeli düzenli kristal yapılar oluşturan (şekil 2.1) kısmen metalik kısmen de kovalent (veya iyonik) bağlı metalik malzemelerdir. Yapıları ve özellikleri bakımından metaller ile seramikler arasında yer alırlar.



Şekil 2.1. Geleneksel alaşım ve metaller arası bileşikteki atomlar arası dizilim. a) geleneksel alaşımın düzensiz kristal yapısı, b) metaller arası bileşiğin uzun mesafeli düzenli kristal yapısı (ASM Handbook Vol 2, 1991).

Metaller arası bileşikler faz diyagramında iki farklı şekilde bulunabilir. Bunlar, Stokiyometrik (şekil 2.2.a) ve Stokiyometrik olmayan (şekil 2.2.b) metaller arası bileşiklerdir.



Şekil 2.2. Stokiyometrik ve stokiyometrik olmayan metaller arası bileşikler

Metaller arası bileşikler, metalik bileşenlerinden tamamen farklı kristal yapıya sahiptir ve bu bileşikler basit stokiyometrik oranlara (AB , AB_3 , A_3B , vb.) ve dar bileşim aralıklarına sahiptir. Her bir stokiyometrik gruptaki metaller arası bileşikler farklı kristal yapıda oluşurlar (Özdemir, 2004).

Metallerarası bileşikler üzerine ilk çalışma 1916 yılında Kumakov vd., tarafından Au-Cu sistemi üzerine gerçekleştirilmiştir. 1950'lere değin bilimsel çalışmalar hızla artmış ve bu bileşiklerin en önemli eksiklikleri olarak gösterilen düşük süneklikten dolayı sonraki yıllarda ilgi azalmıştır. Bundan dolayı uzun yıllar boyunca metalurjik araştırmalarda metaller arası bileşiklerin kayda değer bir etkisi olmamıştır. Fakat günümüzde yüksek sıcaklık uygulamalarında, süper alaşımların yerini alabilecek derecede mukavemetli, kararlı ve sünek yeni tip malzemelerin geliştirilme ihtiyacı, ilgiyi tekrar metaller arası bileşikler üzerine çevirmiştir. Süper alaşımların ergime sıcaklıkları $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'den daha düşük olduğundan, bu sıcaklıklardan daha yüksek servis koşullarına uygun "çok yüksek sıcaklık malzemeleri" (çizelge 2.1) talebi doğmuştur. Bu talebe cevap verebilecek aday malzemeler arasında metaller arası bileşikler bulunmaktadır (Cinca vd., 2013).

Çizelge 2.1. Çok yüksek sıcaklık malzemelerinin sınıflandırılması (Cinca vd., 2013)

Metaller	Metaller arası bileşikler: $TiAl$, $NiAl$, $MoSi_2$, Nb_3Al vs. Yüksek ısıya dirençli metaller ve alaşımlar: W , Ta , Mo , Nb , vs.
Seramikler	Oksitler: Al_2O_3 , $SiAlON$, Al_2O_3/YAG ötektik bileşimden yönlü katılatırılan vs., Oksit olmayanlar: SiC , Si_3N_4 , vs.
Kompozitler	Metal matrisli kompozitler MMC): SiC/Ti , $SiC/TiAl$, $W/süperalaşım$, vs. Seramik matrisli kompozitler (CMC): SiC/SiC , SiC/LAS , C/SiC , vs. Karbon / karbon kompozitleri (C/C): C/C İşlevsel olarak derecelendirilmiş malzemeler (FGM): TiB/Ni , $Al_2O_3+ZrO_2/Ni$ vs.

Metal-metal bileşiminden oluşan metaller arası bileşiklerde düzenli dizilimin sağlanması için atom boyut farklılıkları da önemli bir faktördür. Atomlar arası kuvvetli bağların varlığı elastisite modülünü yükseltir, bu sayede malzeme daha rijit hale gelir. Alüminyum veya silisyum gibi tepkimeye hazır elementler, oksidasyon ve korozyon direncini arttıran koruyucu yüzey tabakası oluşumuna neden olur (Morris ve Muños-Morris, 2005). Bazı metallerarası bileşikler ergime sıcaklığına kadar bu düzenli yapılarını muhafaza ettikleri için, yüksek sıcaklıklarda kuvvetli kararlı yapıya sahiptirler (Cinca vd., 2013).

Metaller arası bileşiklerin düzenli latisleri ile mekanik davranışları ve olağanüstü dislokasyon yapıları arasındaki ilişki 1960'lardan beri detaylı olarak araştırılmaktadır. Bu bileşiklerin deformasyonu ikili dislokasyon veya süperlatis kayması ile kontrol edilir. Oluşan süperlatis yapısında, kafesin plastik deformasyonu için gerekli kayma mesafesinin daha yüksek oluşu ve atomların kayma hareketini kolaylıkla gerçekleştireceği kayma düzlemlerinin olmayışı bu malzemeleri daha mukavemetli ve daha gevrek bir hale getirir. Yüksek sıcaklıklarda süperlatis dislokasyonlarının hareketi nispeten düşük olup, akma davranışında yükselmeye neden olmakta ve artan test sıcaklığına paralel olarak akma mukavemetinde artış gözlenmektedir. Metaller arası bileşiklerin kritik özellikleri ile kimyasal karakteristikleri arasındaki ilişki çizelge 2.2'de listelenmiştir.

Çizelge 2.2 Metallerarası Bileşiklerin Kritik Özellikleri (Özdemir, 2004)

Özellik	Karakteristik tanımlar
Sürünme dayanımı	Ergime sıcaklığı, Bağ yapısı
Oksidasyon direnci	Oksit oluşturan elementlerin yüksek aktivasyonu, Kristal yapı
Süneklik	Kristal yapı, Stokiyometri
Isıl genleşme	Ergime sıcaklığı, Bağ yapısı
Elastik modül	Kristal yapı, Bağ yapısı
Alaşım potansiyeli	Faz alanının genişliği
Yoğunluk	Esas element, Kristal yapı

Rijitlik ve dayanım, oksidasyon direnci gibi vazgeçilmez karakteristik özelliklere sahip olan metaller arası bileşikler, havacılık ve uzay çalışmalarında yapısal uygulamalar için ilgiyi üstlerine çekmiştir. Havacılık ve uzay malzemeleri olarak metaller arası bileşiklerin gelişimi için, ümit verici, hatırı sayılır bir çaba harcanmıştır. Sahip oldukları yüksek mukavemet ve çevresel kararlılığın yanında, düşük süneklik ve tokluk ve orta dereceli sürünme dayanımı, üretim zorlukları ile birlikte, metaller arası bileşiklerin endüstriyel yapısal malzemeler olarak kullanılmaya başlanmasını büyük ölçüde engellemiştir.

Kuvvetli metaller arası bileşiklerin gevrekliklerinden dolayı yapısal uygulamalar için şekillendirilmeleri oldukça zordur. Üretilebilir bile, düşük kırılma tokluğu, yüksek çentik hassasiyeti, aşırı yorulmadan kaynaklanan çatlak büyümesi ve düşük süneklik özellikleri bu malzemelerin kullanım alanlarını oldukça sınırlamaktadır. Ayrıca metaller arası bileşikler

küçük bileşim farklılıklarına ve hidrojen içeren ortamlara karşı aşırı hassastırlar. Son yıllarda fiziksel metalurji prensipleri kullanılarak alaşım tasarımı ile metaller arası bileşiklerin üretilebilirliklerinde ve mekanik özelliklerinde gelişmeler sağlanmıştır. Bunun için mikroyapı kontrolü, mikro alaşımlama ve makro alaşımlama yapılmaktadır (Banerjee ve Balasubramaniam, 1998). Çeşitli çalışmalarda metaller arası bileşiklerde yüksek süneklik değerleri elde etmek için örnek uygulamalar verilmektedir (Chakraborty vd., 1998). Metaller arası bileşiklerin fiziksel ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi ile pek çok uygulamalar için kullanılabileceği görülmüştür.

3. ALÜMİNATLAR

Bir alüminat, alüminyum ile alüminyumdan daha elektropozitif bir metalik element arasında oluşan ikili metaller arası bileşiktir. Yüksek ergime sıcaklığı, nispeten düşük yoğunluk, mükemmel oksidasyon ve korozyon direnci, yüksek sıcaklıkta iyi mekanik özellikler, diğer metalik malzemelerle karşılaştırıldığında alüminatların ana avantajlarıdır. Bu avantajları, alüminatları yüksek sıcaklıkta yapısal uygulamalar için umut verici malzemeler haline getirir. Bazı alüminatların önemli özellikleri çizelge 3.1.'de listelenmiştir. Bununla birlikte, diğer metaller arası bileşikler gibi alüminatlar, oda sıcaklıklarında sınırlı üretilebilirlik, zayıf süneklik sergiler. Bu nedenle, bir mühendislik malzemesi olarak potansiyel kullanımları sınırlandırılmıştır (Yıldırım, 2014).

Çizelge 3.1. Bazı alüminatların fiziksel özellikleri (Yıldırım, 2014)

Alaşım	Kristal Yapısı	Düzenli –Düzensiz Geçiş Faz Dönüşüm Sıcaklığı (°C)	Ergime Sıcaklığı (°C)	Yoğunluk (gr/cm ³)	Bileşimdeki Al oranı (% atom)
FeAl	B2	1318	1330	5.56	23.3 - 54.9
Fe ₃ Al	D0 ₃	552	1540	6.72	23.6 - 34.1
NiAl	B2	1638	1638	5.86	30.9 - 58.2
Ni ₃ Al	L1 ₂	1390	1390	7.50	24.7 - 27.7
TiAl	L1 ₀	1440	1440	3.91	47.7 - 69.5
Ti ₃ Al	D0 ₁₉	1180	1180	4.20	22.4 - 38

Geçiş metali (TM) —TiAl, NiAl, FeAl ve Fe₃Al dahil alüminat metaller arası bileşikler üstün özelliklere sahiptir, örneğin, yüksek ergime sıcaklıkları, geliştirilmiş oksidasyon direnci, nispeten düşük yoğunluk ve yumuşak manyetik malzemeler olarak kullanılabilir. Erken TM-alüminatlar, geç geçiş metal alaşımlarının HMK kristal yapısının aksine YMK kristal yapıya sahiptir. Bi-metalik türler arasındaki son derece çekici kimyasal bağ nedeniyle, düzenli yapıdadırlar ve stokiometriye sahiptirler (Zamanzade, 2016).

Alüminatların ilk olarak Ni esaslı süper alaşımlar yerine yüksek sıcaklıklarda kullanılması hedeflenmiştir. Ni esaslı süper alaşımlara göre yüksek sıcaklıkta yapısal uygulamalar için alüminatların altı ana avantajı şunları içerir:

- (i) Daha yüksek ergime sıcaklığı: çalışma sıcaklığının üst sınırını belirler

- (ii) Daha düşük yoğunlukların (özellikle –TiAl alaşımları) daha küçük ve daha hafif bileşenlerin imal edilmesini mümkün kılan daha düşük çalışma gerilmelerine yol açtığı ve dolayısıyla daha düşük kütle nedeniyle daha iyi motor hızlanmalarına neden olduğu daha düşük yoğunluklu dönen parçalar;
- (iii) Yüksek alüminyum içeriği nedeniyle daha iyi oksidasyon direnci;
- (iv) Daha düşük gevrek - sünek geçiş sıcaklığı (BDTT);
- (v) HMK çelikler ile benzer termal genleşme katsayıları ve
- (vi) Genellikle nadir ve stratejik unsurları içermedikleri için düşük üretim maliyetleri

Aksine, yüksek sıcaklıklarda metaller arası bileşiklerin üç olumsuz özelliği (i) düşük mukavemet; (ii) sınırlı sürünme direnci ve (iii) yüksek ısıl iletkenliktir. Düşük ila orta sıcaklıklarda metaller arası bileşiklerin çoğu ek olarak zayıf süneklik ve düşük kırılma tokluğuna sahiptir. Alaşımların işlenmesi (düşük sıcaklıkta) çok zorlaştığından, bu sorunlar metaller arası malzemelerin geniş kullanımını önemli ölçüde engeller (Zamanzade, 2016).

Alüminyum esaslı metaller arası bileşikler yani alüminatlar pek çok farklı bileşime sahip olabilirler. Ancak yapısal malzeme olarak nikel alüminatlar, titanyum alüminatlar ve demir alüminatların büyük oranda üstünlükleri vardır. Bunun nedeni kolay üretimi ve nispeten ekonomik oluşlarıdır (Sharma et al, 2007). Çağdaş metaller arası bileşikler özellikle günümüzde mevcut olan süper alaşımların çalıştıkları sıcaklıklarda ya da daha yüksek sıcaklıklarda kullanılmak üzere uçak motor uygulamaları için aday malzemeler olarak görülmektedir (Sharma et al, 2010).

3.1. Demir Alüminatlar

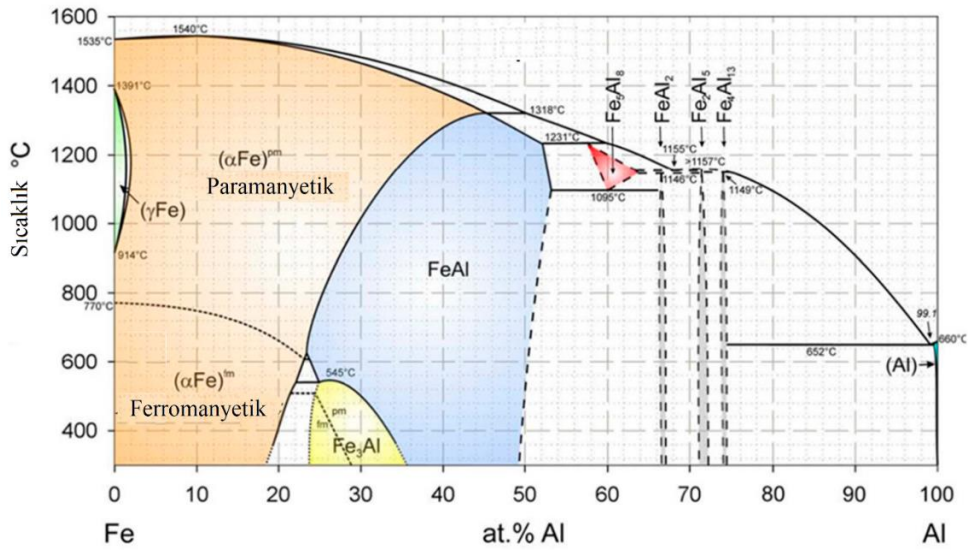
Demir alüminatlar yüksek sıcaklıklar için aday malzemelerdir. Fe-Al faz diyagramında birkaç metaller arası bileşik görülmektedir. Yapısal uygulamalar için metaller arası bileşikler Fe₃Al ve FeAl bileşimleri etrafında toplanmıştır (Balasubramaniam, 2002). Fe₃Al ve FeAl, düşük maliyet, düşük yoğunluk, iyi aşınma direnci, üretim kolaylığı ve oksidasyon ve korozyon direncinden dolayı araştırma konuları arasında önemli bir yere sahiptir (Prochazka 2020, Stoloff, 1998). Bu avantajlarından dolayı demir alüminatlar; jet motoru kompresör kanatçıkları ve gömlekleri, otomotiv ve diğer endüstriyel valf parçaları, sinterlenmiş gözenekli gaz-metal filtreleri, ısı değiştiriciler, düşük yoğunlukları ve daha

yüksek elektriksel dirençleri sebebiyle tel, levha ya da bant şeklinde ısıtma elemanı olarak, gıda üretimi sektöründe, kimyasal süreç ekipmanlarında, manyetik ve elektronik parçalarda ve nükleer reaktör bileşenlerinde kullanımı mevcuttur (Sharma vd., 2007, Balasubramaniam, 2002).

Metaller arası bileşiklerin sahip olduğu yüksek sıcaklık özellikleri nedeniyle tribolojik özellikleri de araştırma konusu olmuştur. Çoğunlukla aşınmayla ilgili uygulamalarda yük basma şeklindedir, bundan dolayı çekmedeki süneklik değeri, sertlik, mukavemet ve sertleşme kabiliyeti kadar kritik değildir. Bu sebeple aşınma mukavemeti gerektiren uygulamalarda sert partiküllerle güçlendirilen metaller arası bileşik esaslı kompozit malzemeler ilgi çekici hale gelmiştir. Fe₃Al alaşımının abrasiv aşınma direnci AISI 1060 karbon çeliği ve 304 paslanmaz çeliği ile kıyaslanabilir (Itoi vd., 2010).

3.1.1. Demir Alüminyum Faz Diyagramı

Şekil 3.1.'de Fe-Al ikili denge diyagramı verilmiştir. Yüksek sıcaklıklarda alüminyumun demir içinde çözüldüğü α -Fe katı eriyiği % 0-45 Al (at) bileşiminde yer almaktadır. Düşük sıcaklıklarda bu bölge üç bölüme ayrılır. İlk kısım oda sıcaklığında % 18,75 bileşimine kadar α alaşımıdır. Yaklaşık % 25 Al ve 545 °C'nin altında Fe₃Al metaller arası bileşiği oluşur. Daha yüksek Al içeriğindeki sonraki faz FeAl'dur. Hem Fe₃Al (D0₃) hem de FeAl (B2) fazları HMK dizilime sahip metaller arası bileşiklerdir ve birinci veya ikinci derece faz dönüşümleri ile α katı eriyiğinden ayrılırlar. Bunların dışında sistemde sınırlı bileşim değerine sahip üç tane metaller arası faz daha vardır: FeAl₂, Fe₂Al₅ ve FeAl₃ (Zamanzade, 2016).



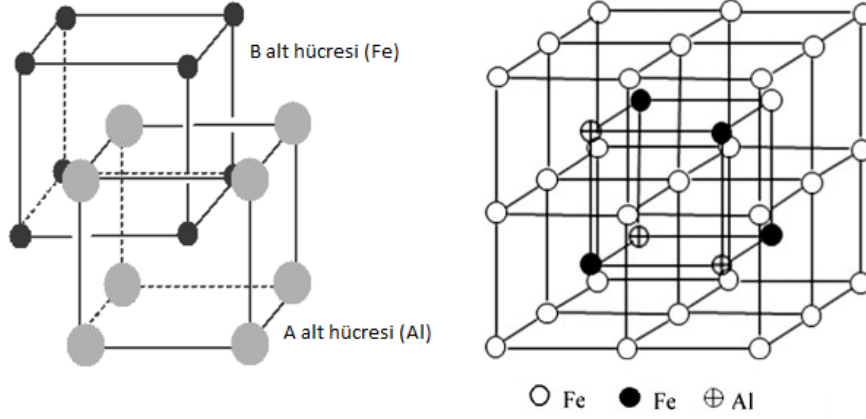
Şekil 3.1. Fe-Al denge diyagramı (Zamanzade, 2016)

FeAl, B2 (cP2) HMK kristal yapısına sahiptir (şekil 3.2.a). Birim hücre 1 alüminyum atomunun etrafını saran ve her biri kübün bir köşesinde bulunan 8 adet alüminyum atomu içeren tip HMK yapıdadır. cP2 yapısı iki tane iç içe geçmiş basit kübik görünümündedir ve demir atomları ikinci alt kafesin köşesinde yer alır (Zamanzade, 2016).

B2-FeAl fazı latis parametresi $a_0=2,90 \text{ \AA}$ olan CsCl yapısındadır. Bu latiste bir tetrahedral (T) ve iki oktahedral (O1, O2) olmak üzere üç tip arayer boşluğu mevcuttur. Tüm tetrahedral boşluklar eş atomlar tarafından çevrilidir. O1 oktahedral boşluğu dört alüminyum atomu tarafından çevrelenmiş ve iki demir atomu tarafından kapatılmışken, O2 oktahedral boşluğu dört demir atomu tarafından çevrelenmiş ve iki alüminyum atomu tarafından kapatılmıştır. Demir atomunun yerleşmediği noktalar kararlı bölgeler iken, Al atomunun yerleşmediği noktalar hemen demir atomu tarafından doldurulur ve uzun süre boş kalmaz (Gonzales vd., 2009).

Fe₃Al, D0₃ (cF16) düzenli kristal kafes yapısına sahiptir (şekil 3.2.b). Bu birim hücre 8 HMK tipindeki alt hücreden ya da 4 tane iç içe geçmiş YMK latisten meydana gelmiş gibidir. Her bir alt hücrenin köşelerinde demir atomları bulunur ve bu atomlar 8 komşu alt hücre tarafından paylaşılır. Bunu sonucunda alt hücre başına 1/8 demir atomu düşer. Buna ek olarak 4 alt hücrenin merkezinde 4 demir atomu bulunur, 4 alt hücrenin merkezinde de 4 alüminyum atomu bulunur. D0₃ tipi birim hücrede 12 demir atomu, 4 alüminyum atomu

olmak üzere birim hücre toplam 16 atomdan oluşur. Fe_3Al 540 °C'nin üzerinde B2 yapısına dönüşür (Cinca vd., 2013).



Şekil 3.2. Fe-Al metaller arası bileşiğinin a) B2 yapısı ve b) D0₃ yapısı

Fe_3Al yaklaşık %22-30 atomik Al aralığındadır. Bu bölgenin hemen solunda $\alpha_2 + B2$ ve $\alpha_2 + D0_3$ ikili faz bölgeleri bulunur. Bu alaşımın ısıl işlemi planlanırken bu ikili faz bölgeleri mutlaka dikkate alınmalıdır. 300-550 °C aralığında %20-25 atomik Al içeren alaşımda, nikel esaslı süper alaşımlardakine benzer, kararlı iki faz oluşumu engellenerek, yaşlandırma sertleşmesi gerçekleştirilebilir. %23-27 atomik Al aralığında Tc kritik sıcak değerinin üzerinden yapılacak su verme işlemi ile düşük sıcaklıklarda B2 yapısı kalıntı halde bulunabilir ama Al miktarı arttıkça D0₃ fazı yerini B2 fazına bırakır. En yüksek eritme oranına sahip B2 kristal dizilimindeki FeAl den sonra kritik sıcaklık değerinin üzerinde kısmi düzenli kristal yapıya sahip diğer stokiometrik bileşimler bulunur (Stoloff, 1998).

3.1.2. Demir Alüminatların Üretim Süreci

Demir alüminatlar ergitme ve döküm yoluyla ya da toz metalurjisi yöntemiyle küçük miktarlarda kolaylıkla hazırlanabilir. Alaşım açık atmosfer indüksiyon ocağı, vakumlu indüksiyon ocağı ve vakumlu ark ocağı gibi çeşitli ergitme teknikleri ergitilebilir.

Açık atmosfer ergitmesi, yassı olmayan hacimli parçaların üretiminde yaygın kullanılan en ekonomik yöntemdir. Ancak Fe-Al içeren metaller arası bileşiklerde çok başarılı bir yöntem değildir. Bunun sebebi döküm parçanın çok fazla gaz boşluğu içermesidir. Ergimiş metale argon gazı üflenerek havanın nemi uzaklaştırılabilir ve gaz

boşlukları en aza indirilebilir. Baligheid vd., bu gözenekli metali elektrot olarak bağlayıp, elektrocuruf ergitme yöntemiyle tekrar ergitip gaz boşlukları ve diğer döküm hatalarından arındırılmış Fe₃Al üretimi gerçekleştirmişlerdir. Yöntemde koruyucu curuf tabakası metal içerisine havanın girişini dolayısıyla gaz boşluklarını önlemektedir. Ark ile ergitme ve vakumlu indüksiyon ergitme ve normal döküm yöntemi ile yüksek saflıkta test numuneleri hazırlanabilmektedir (Sundar vd., 1998).

Bununla birlikte ticari bakımdan daha ucuz ve pratik yöntemlere ihtiyaç duyulmaktadır. Aynı zamanda boşluksuz ingot dökülebilmek için ergimiş metale hidrojen girişi önlenmelidir. Ergimiş metal üzerine argon gazı üfleme gözenekliliği önlemede etkilidir. Hindistan'da gerçekleştirilen başka bir yöntem açık atmosfer indüksiyon ergitmesinin ardından curuf altında yeniden ergitme yöntemidir. Gözenekli ingotun tekrar ergitilmesi ile temiz, boşluksuz bir ingot elde edilmektedir. Bu yöntemle gelişmiş mikroyapı ve mekanik özellikler elde edilir.

Döküm Fe₃Al ingotlar 1000-1200°C arasında sıcak işlem ile en uygun şekilde inceltilbilir; ardından 650-800°C aralığında ılık işlem yapılır. Laboratuvar deneylerinde aynı bileşime sahip döküm alaşım, geniş bir bölgede daha kaba taneli ve daha az tane sınırı bulundurduğundan, dövme alaşıma göre daha az sünektir. Bunun sonucu olarak döküme soğuk işlem uygulanamaz ve dökümden çıkmış parçalar yapısal uygulamalarda direkt olarak kullanılmaz.

Demir ve alüminyum arasında gerçekleşen ekzotermik reaksiyondan ergitme ve toz metalurjisi yöntemlerinde yararlanılabilir. Ancak ısı çıkışı, Exo-Melt yöntemiyle ergitmeye olanak sağlayan düşük tutuşma sıcaklığına sahip, nikel alüminatlarda olduğu kadar iyi değildir. Ekzotermik reaksiyon maliyeti düşürür, daha güvenlidir, ergitme zamanı kısalmış ve süreç kontrolü artar. Chakraborty vd., demir alüminyum esaslı metaller arası bileşiğinin alümina-termik reaksiyonla ergitilmesinin teknik uygulanabilirliğini test etmek amacıyla laboratuvar ölçeğinde bir çalışma yapmışlar ve hedeflenen bileşime çok yakın bileşimde, sünek ve oksidasyon direnci mükemmel bir alaşım elde etmişlerdir (Chakraborty vd., 1998).

Final şekle yakın parçaların sıcak izostatik presle şekillendirilmeleri ya da sprey kaplama için demir alüminat tozları kullanılabilir. Elementel tozların sıcak sıkıştırılması ile

teorik yoğunluğun % 98,2 si oranında tek fazlı Fe₃Al oluşumu sağlanabilir. Sıcak ekstrüzyon ve mekanik alaşımlama ve reaktif sinterleme birleşimi de diğer başarılı yöntemlerdir. Mükemmel mekanik özellikler üniform mikroyapı ve en ince tane boyutu ile ilgilidir (Stoloff, 1998).

3.1.3. Demir Alüminatların Mekanik Özellikleri

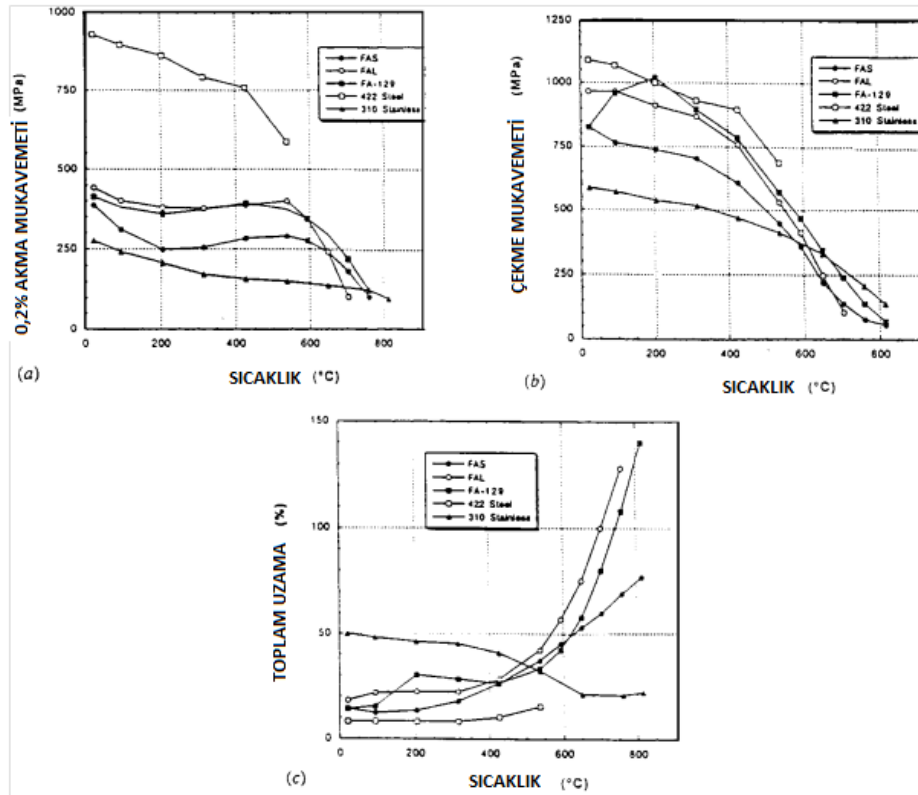
Fe-Al esaslı alaşımların oda sıcaklığı mekanik özellikleri, büyük ölçüde Al içeriğine, kristal kafes tipine, alaşım stokiometrisinden sapmaya, alaşımdaki safsızlıklara ve test ortamına bağlıdır. Fe-Al esaslı alaşımların akma mukavemeti, tek fazlı α - (Fe, Al) ve iki fazlı $\alpha + \text{Fe}_3\text{Al}$ bölgelerinde stokiometrik Fe₃Al bileşimine kadar artan Al içeriği ile doğrusal olarak artar. Daha sonra, tek fazlı D0₃-tipi düzenli Fe₃Al bölgesinde akma dayanımı keskin bir şekilde düşer. B2 tipi düzenli FeAl'un oda sıcaklığındaki akma dayanımı ile ilgili çalışmalar, akma dayanımının %40-48 %Al bileşim aralığında alüminyum içeriğinden bağımsız olduğunu ancak stokiometrik Fe-50Al bileşiminde akma mukavemetinin belirgin şekilde arttığını göstermiştir (> 1000 MPa).

Öte yandan, stokiometriden sapma, B2 tipi düzenli Fe-Al alaşımlarında dislokasyon hareketini bloke etmede önemli bir role sahip olan kristal yapı içerisindeki yeralan ya da arayer hatalarının yoğunluğunu arttırır. Sonuç olarak, kristal kafes yapısındaki boşluk yoğunluğu, kafeste yanlış konumlara yerleşmiş atomların yoğunluğuna kıyasla Fe-Al alaşımlarının mekanik özelliklerine daha çok etki eder.

Diğer metaller arası bileşikler gibi, D0₃-tipi düzenli Fe₃Al ve B2-tipi düzenli FeAl oda sıcaklıklarında çok kırılğan olduğu bilinmektedir. Oda sıcaklığında düşük sünekliğe sahip olmalarının tek bir nedeni yoktur. Şekil değiştirme kabiliyetinin sınırlı olmasının nedenleri, birkaç dış ve iç faktörün birleşimi olabilir. Bu faktörler; çevre, safsızlık, yüzey pürüzlülüğü, alaşımın soğuma hızı, kayma vektörü, kayma sistemleri sayısı, difüzyon ve çekirdeklenmenin zorluğu, tane sınırlarının yetersizliği, vida dislokasyonu hareketinin sınırlı olması (restricted cross slip) ve klivaj düzlemleri (atomsal yoğunluğun en az olduğu düzlemler) arası zayıf bağıdır. Bu faktörler arasında, hidrojen gevrekliği, oda sıcaklığında sünekliği etkileyen ana faktördür.

Akma: İkili Fe-Al alaşımlarında Al içeriği arttıkça, akma mukavemeti stokiyometrik bileşime dek artar, sonrasında B2 kristal dizilimine sahip FeAl bileşiğine dek azalır. Fe₃Al alaşımının mukavemeti uzun mesafeli DO₃ dizilimine ve Al oranı %16'dan fazlalaştıkça oluşan α+DO₃ iki fazlı yapıya bağlıdır.

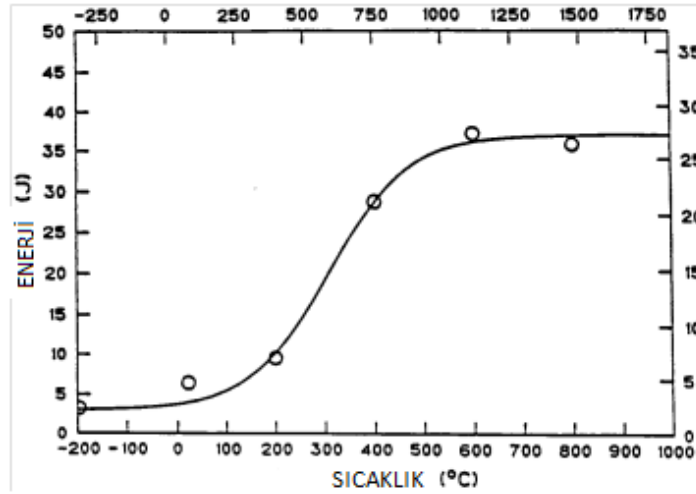
Çekme mukavemeti ve süneklik: Demir alüminatların yapısal ve korozyon direnci gerektiren uygulamalarda paslanmaz çeliklere karşı alternatif olarak gösterilmeye başlanmasından beri, dövme Fe₃Al alaşımın çekme özelliklerinin, 310 (ostenitik) ve 422 (martenzitik) paslanmaz çelikleri ile karşılaştırılması ilginç hale gelmiştir. Oak Ridge Ulusal Laboratuvarında, akma ve çekme mukavemetlerinin sıcaklığa bağlı olarak test edildiği çalışmada 3 farklı bileşimlerdeki demir alüminat alaşım, iki paslanmaz çeliğin arasında yer almıştır. Benzer şekilde alüminatların oda sıcaklığındaki süneklik değerleri de paslanmaz çeliklerin arasında yer alırken yükselen sıcaklıkla beraber sünek davranışa doğru bir geçiş gözlenmiştir. 550 °C nin üzerinde alüminatların toplam uzaması paslanmaz çelikleri çok geride bırakmıştır. İlgili grafikler şekil 3.3.'te verilmiştir (Stoloff, 1998).



Şekil 3.3. Dövme Fe₃Al alaşımı ile 310 ve 422 paslanmaz çeliklerinin ortalama çekme özelliklerinin karşılaştırılması: a) akma mukavemeti, b) çekme mukavemeti ve c) birim uzama miktarı

Demir alüminatların oda sıcaklığında gevrek karaktere sahip olmasının sebebi olarak, yetersiz kayma sistemi, tane sınırlarının zayıflığı, yüksek boşluk konsantrasyonu (Kupka vd., 2011), empüritelerden kaynaklanan gevreklik, düşük klivaj mukavemeti veya düşük yüzey enerjisi, deformasyon sertleşmesi, yüksek gerilme oranlarına hassasiyet ve çevre faktörü olarak sıralanabilir.

Darbe özellikleri: Gerilme giderme işlemi yapılmış Fe_3Al alaşımının darbe dayanımı hakkında yapılan sınırlı çalışmalar malzemeyi kırmak için harcanan enerjinin oldukça düşük olduğunu ve gevrekten sünekliğe geçiş sıcaklığının $308\text{ }^{\circ}C$ olduğunu göstermiştir (şekil 3.4.). Grafikte alt enerji seviyesi 5J olup, üst enerji seviyesi de 37J olarak çok düşük değerlerdir.



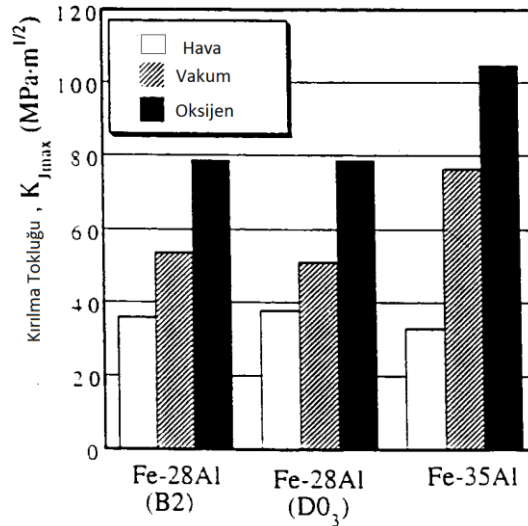
Şekil 3.4. Fe_3Al malzemenin (FA129) kırılma enerjisi – sıcaklık diyagramı

İkili alaşımın kırılma enerjisi çok düşüktür, üçüncü bir alaşım elementi ilavesi ile alaşım daha tok hale getirilebilir. Mn ilavesi ile $D0_3$ HMK α fazı yerine, $L1_2$ düzenli YMK fazı oluşur. Bu sayede hem kırılma tokluğu artar hem de klivaj kırılmasından sünek kırılmaya dönüş gerçekleşir (Stoloff, 1998).

Sürünme direnci: İkili Fe_3Al alaşımının sürünme direnci nispeten düşüktür. Bundan dolayı alaşımlandırmanın öncelikli amacı, oda sıcaklığındaki sünekliği arttırmak değil, sürünme direncini geliştirmektir (Stoloff, 1998).

Kırılma tokluğu: Fe-28Al bileşimindeki test numuneleri üzerine oksijen atmosferinin etkisi, hava ya da vakum ortamına göre çok daha belirgindir. Şekil 3.5.'de görüldüğü gibi oksijen atmosferindeki tokluk, havadakinin iki katıdır. Havadaki nem ve Al atomları arasındaki reaksiyon, kolayca çatlak uçlarına yayılabilen ve sonunda malzemeyi kırılğan hale getiren hidrojenlerin oluşumuna neden olur.

Ancak % 38'den daha yüksek Al içeren demir alüminatlar, yapısı gereği kırılğan tane sınırları nedeniyle hidrojen kaynaklı gevrekleşmeye daha az duyarlıdır. Çatlak uçlarındaki hidrojenin yoğunluğu, artan sıcaklıkla düşer. Oda sıcaklığında kırılğanlığın ana nedeni hidrojen gevrekliği gibi görünse de, %Al miktarı ve alaşım stokiometrisinden sapma, süneklik üzerinde önemli etkiye sahip olan faktörlerdir.



Şekil 3.5. Farklı ortamlarda demir alüminatların kırılma tokluğu değerleri

3.1.4. Demir Alüminatların Alaşımlanması

Alaşım elementlerinin FeAl esaslı metaller arası bileşiklerin yapısal ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisini araştırmak için büyük araştırmalar yapılmıştır. Fe-Al sistemine Ti, Mo, Nb, Zr, Cr gibi üçüncü element modifikasyonları, yüksek sıcaklıkta yapısal malzemeler arayışıyla büyük bir dikkat çekmektedir. Bu alaşım elementlerinden bazıları, örneğin katı eriyik çökeltileri oluşturma, kısa veya uzun mesafeli düzenli faz oluşturma gibi farklı mekanizmalarla mukavemeti artırmayı amaçlamaktadır (Jiraskova, 2020). B2 tipi düzenli FeAl alaşımlarına üçlü alaşım ilaveleri, FeAl fazındaki katı çözünebilirlik davranışlarına göre üç grupta sınıflandırılabilir (Yıldırım, 2014):

I. sınıf elementler: Ni, Co, Mn, Si, Cu, Zn, Mn veya Cr. Bu elementler FeAl'de büyük katı çözünürlüğe sahiptirler ve homojenizasyondan sonra tek fazlı katı çözeltiler oluştururlar. Sınıf I elemanların eklenmesi, oda sıcaklığında sünekliği büyük ölçüde artırır, ancak basınç dayanımını iyileştirmezler.

II. sınıf elementler: Zr, Hf, Nb, Ta, Ti veya Re. Bu elementler, yüksek sıcaklıkta uzun bir homojenleştirme işleminden (175 saat) sonra bile FeAl'de düşük katı çözünürlüğe sahiptir. Üçlü metaller arası bileşiklerin oluşumu mevcuttur. Bu elementlerin eklenmesi, ikili demir alüminatların basma dayanımını iki katına çıkarır.

III. sınıf elementler: Mo veya W, B2 tipi düzenli FeAl alaşımlarında önemli bir katı çözünürlük göstermediği görülmektedir. Yeni ikili metaller arası bileşikler (Fe-Mo, Al-Mo, Fe-W, vb.) oluşur ancak üçlü metaller arası bileşik oluşmaz. Mo veya W eklenmesi, basma mukavemetinde önemli bir artışa neden olur.

3.1.5. Katı Eriyik Oluşturan Alaşım Elementleri

Üçlü alaşım ilavesi olarak Cr, Fe-Al esaslı alaşımların oda sıcaklığında sünekliğinin iyileştirilmesinde en etkilisidir. Hem α - (Fe, Al) hem de B2 tipi FeAl yapısında Cr, katı eriyik bölgesini %50 Al değerine kadar genişleterek, katı eriyiğin oluşumuna izin verir. %28 Al içeren Fe₃Al alaşımına %2-6 Cr ilavesinin oda sıcaklığında çekme birim şekil değiştirme değerinin 2,5 kat arttığı rapor edilmiştir. Öte yandan Cr ilavesi ile oda sıcaklığındaki akma mukavemetinin biraz düştüğünü de ortaya koymuşlardır. Cr ilavesinin, kırılma tipini tane sınırlarından, hem tane içi hem de taneler arası kırılmaya değiştirdiği de gözlenmiştir.

%1 Li veya Ce ilavelerinin Fe-40Al alaşımı üzerinde yumuşatıcı etkisi olduğu, oysa %1 Ni ilavesinin akma mukavemetini artırdığı ve oda sıcaklığında sünekliği azalttığı bildirilmiştir. Munroe, Ni ilaveleri üzerinde çalışmış ve Nikelin B2 tipi düzenli FeAl alaşımların boşluk sertleştirme (vacancy hardening) sürecinde belirgin bir etkiye sahip olduğu gösterilmiştir (Prochazka, 2020).

Demir alüminatların oda sıcaklığındaki sünekliğini katı eriyik oluşturarak arttıran bir diğer element Mn dir. Mn ile oda sıcaklığındaki sünekliğin iyileştirilmesi, Cr ilavesi gibi birkaç faktöre bağlanabilir: tane inceltme, daha kolay çapraz kayma, taneler arası kırılma tipinden, tane içi ve taneler arası karışık kırılma tipine değiştirilmesi, klivaj mukavemetinin iyileştirilmesidir.

3.1.6. Metaller Arası Bileşik Faz Çökeltileri Oluşturan Alaşım Elementleri

Zr, Hf, Nb, Ta ve Ti ilaveleri, bu alaşım elementlerinin Fe-Al esaslı fazlarda sınırlı katı çözünürlüğü nedeniyle Fe-Al esaslı fazın yanı sıra yeni metaller arası bileşiklerin oluşumuna neden olur. Bu yeni faz, genellikle Laves fazı olarak adlandırılan üçlü metaller arası bileşiktir. Çoğunlukla AB_2 bileşimine sahip olan Laves fazları en büyük metaller arası bileşik grubudur. Lave fazının temel avantajı, olağanüstü yüksek sıcaklık dayanımıdır. Bununla birlikte, oda sıcaklıklarında sert ve kırılma olmaları başlıca dezavantajlarıdır.

Laves fazı içeren iki fazlı Fe-Al-X metaller arası bileşiklerin mekanik özelliklerinin optimizasyonu kolaylıkla yapılabildiğinden, yüksek sıcaklıklardaki yapısal uygulamalar için oldukça önemlidir. %38'den yüksek Al içeren demir alüminatlar kırılma tane sınırları nedeniyle hidrojen gevrekliğine daha az duyarlıdır. Böyle bir alaşımda, matris fazının miktarı Al ile kontrol edilirken, Laves fazı miktarı üçüncü alaşım elementi miktarı ile kontrol edilebilir.

Zr, tipik bir Laves fazı oluşturan üçlü alaşım elementidir. Fe-Al alaşımlarında çok düşük bir katı çözünürlüğe sahiptir ve Zr'nin Fe_3Al veya $FeAl$ 'e çok küçük ilaveleri bile ötektik formda sırasıyla $Zr(Fe, Al)_2$ veya $Zr(Fe, Al)_{12}$ fazlarının oluşumuna neden olur. Oda sıcaklığı ile 1000 °C arasındaki tüm alaşımların akma dayanımı, üçlü fazların miktarının artmasıyla yükselmiştir ancak üçlü metaller arası bileşik faz miktarı belirli bir miktarı aştığında oda sıcaklığında plastik deformasyon meydana gelmemiştir.

Nb, Fe-Al sistemindeki bir başka üçlü Laves fazı oluşturan elementtir. Hekzagonal C14-tipi $Nb(Fe, Al)_2$ Laves fazı, Fe-Al alaşımlarında Nb'nin düşük çözünürlüğünün bir sonucu olarak oluşur. Fe-26Al alaşımının basma testleri, Nb ilavesinin, oda sıcaklığı ile 1000 °C arasındaki sıcaklıklar için akma mukavemetini yükselttiğini göstermiştir. Fe-40Al-6Nb

alaşımı ile yapılan çalışmada mukavemet artışı ile birlikte şekil değiştirme kabiliyeti de artmıştır.

Düşük çözünürlüğe sahip olan Ta elementi de Fe_3Al veya $FeAl$ esaslı alaşımlara eklendiğinde Al içeriğine bağlı olarak farklı miktarlarda C14-tipi $Ta(Fe, Al)_2$ Laves fazı oluşur. %2 atomik Ta ilavesi tane sınırlarında çökelti fazı oluştururken artan %Ta ile birlikte tane içinde de çökelti faz oluşmaktadır. Laves fazı, Ta içeriği %6'ya yükseltildiğinde Demirce zengin Fe-Al esaslı alaşıma %6 Ta ilave edildiğinde ötektik bileşim elde edilir.

Fe-Al-Hf üçlü faz diyagramında bulunan C14-tipi $Hf(Fe, Al)_2$ Laves ve $ThMn_{12}$ -tipi üçlü metaller arası bileşik $HfFe_6Al_6$ τ_1 fazları olası mukavemetlendirici fazlardır. Fe-40Al alaşımına %1 Hf ilavesinin, diğer üçlü metaller arası faz oluşturan alaşım elementleri gibi akma mukavemetinde belirgin iyileşmeler sağladığını belirtilmiştir ancak oda sıcaklığında süneklik $HfFe_6Al_6$ τ_1 fazının oluşması nedeniyle azalmıştır.

Üçlü metaller arası bileşik oluşturan son element Ti'dir. Üçlü Fe-Al-Ti sisteminde çeşitli güçlendirme mekanizmaları bulunduğundan, Fe-Al-Ti alaşımları dikkat çekicidir. L_{21} -tipi sıralı Fe_2TiAl Heusler fazı, C14-tipi $Ti(Fe, Al)_2$ Laves fazı ve $Mn_{23}Th_6$ -tipi kübik τ_2 fazı, Fe-Al-Ti sistemindeki olası üçlü metaller arası bileşik fazlardır. Hem demir bakımından zengin hem de alüminyum bakımından zengin Fe-Al-Ti alaşımlarında üçlü metaller arası bileşik fazların çökmesiyle 1100 °C sıcaklıklara kadar akma dayanımında önemli artış elde edilmiştir. Ti ilavesiyle güçlendirilen Fe-Al sistemi çalışmaları, eğer kafes sabitlerinin farkı yeterince küçükse ve uyumlu $A_2 + L_{21}$ mikro yapıları oluşmuşsa, düzensiz A_2 ve L_{21} düzenli Fe_2TiAl arasında iki fazlı bir dengenin var olabileceğini göstermektedir (Jiraskova, 2020).

Son olarak, tüm üçlü metaller arası faz oluşturan alaşım elementleri, iki veya daha fazla sert ve kırılğan üçlü metaller arası fazın çökmesini sağladıkları için, Fe-Al esaslı alaşımların akma dayanımı ve çekme veya basma dayanımı üzerinde önemli etkilere sahiptir. Bununla birlikte, Nb ilavesi dışında oda sıcaklığında kırılğanlık hala üstesinden gelinmesi gereken büyük bir sorundur. Üçlü metaller arası faz oluşturan alaşım elementlerinin C veya B ile birlikte eklenmesiyle borürlerin veya karbürlerin oluşumu ve ilave ısı işlemler, oda sıcaklığında sünekliği iyileştirmek için faydalı olabilir.

3.1.7. Demir Alüminatların Ortam Direnci ve Hidrojen Gevrekliği

Düzenli metaller arası bileşikler, reaktif elementlerden oluştukları için hidrojene karşı aşırı duyarlıdırlar. Hidrojen atomu en küçük yarıçaplı olması sebebiyle malzemelerin içerisine kolayca yayınabilir. Malzeme içerisine yayınan hidrojenin kaynağı atmosferik ortamlarda bulunan su buharıdır. Demir alüminatlarla ilgili yapılan ilk çalışmalarda düşük sıcaklıklarda doğal olarak kırılğan oldukları fikri öne sürülmüştür. Ancak Liu vd., tarafından yapılan çalışma göstermiştir ki; su buharı ve diğer hidrojen kaynakları ortamdaki uzaklaştırıldığında, oda sıcaklığında %10'u aşan süneklik elde edilebilir. Hidrojen içeren ortamın bu olumsuz etkisi, özellikle Ni_3Al , $TiAl$ ve Ti_3Al olmak üzere, diğer tüm metaller arası bileşiklerde de görülür. Cr ya da Zr ilavesi ile veya mikroyapıda yeniden kristalleşme meydana gelmeyecek bir sıcaklıkta gerilme giderme işlemi yapmakla nemli havada bile Fe_3Al alaşımının sünekliği artırılabilir.

Çevrimli yükleme altında ortam etkileri çekmedekine benzer. Vakum ya da oksijen ortamında yapılan yorulma deneylerindeki çatlak ilerleme hızı, hidrojen gazındakine kıyasla çok daha yavaştır. Kırık yüzey analizi, hidrojen gazı ya da havada yapılan deneylerde kırılmanın tane içi klivaj düzlemlerinden, oksijen atmosferinde yapılan testlerde ise mikro boşlukların birleşmesi sonucu meydana geldiğini göstermiştir (Stoloff, 1998).

Hidrojen gevrekliği sebebiyle ikili Ni_3Si ne Ni_3Al alaşımlarında tane içinden (gevrek) kırılmalara ilk dikkati çeken 1991 yılında, Liu ve diğerleri olmuştur. Yapılan çalışmada alüminyum ingotlar soğuk işlem ardından 1000 °C'de tavlama işlemi tekrarlanarak yeniden kristalleştirilmiştir. Açık atmosferde yapılan çekme deneyinde %2,6 uzama gösterirken, kuru oksijen ortamında %7,2 uzama ile üç katlık bir artış meydana gelmiştir.

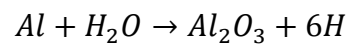
George ve diğ erleri tek kristalli Ni₃Al malzemeyi soğ uk iř lem ve ç ok kontrollü yeniden kristalleř tirme iř lemi ile ç ok kristalli yapıya d ö n ü ř t ü r ü l m ü ř ve ç ekme testine tabi tutmuş lardır. Hava ortamında yapılan test, %3 kopma uzaması göstermiş tir. Ortam vakuma alındıkça süneklik artar ve ç ok yüksek vakumda (10⁻⁸ Pa) kopma uzaması %23'e ulaş mış tir. Bu ç alıř ma ortam etkilerinin oda sıcaklığ ındaki süneklik üzerine baskın etkisini ortaya koymaktadır (Liu ve George, 1996).

Fe₃Al metaller arası bileř iğ inin sünekliđ ine nemin etkisi ç izelge 3.2.'de gösterilmiř tir. Görüleceđ i üzere vakumda ya da saf oksijen atmosferinde süneklik yüksek deđ erdedir. Ancak vakuma alınan hazneye su buharı verilirse süneklik önemli miktarda düş er. İ ç eriyeye hava verilmesi, su buharı ile aynı etkiye sahiptir (Sikka, 1999). %20 at. den daha yüksek Al iç eren Fe-Al esaslı ikili ve üç lü alař ımlar su buharına maruz kaldıklarında düşük Al iç erenlere nispeten korozyona daha dayanıklıdır ancak oluş an koruyucu oksit tabaka kabarıp d ö k ü l m e y e baş lar ve büyük kütle kaybı gerçekleş ir (Vogel, 2010).

Ç izelge 3.2. Fe₃Al (28 % at. Al) metaller arası bileř iğ inin oda sıcaklığ ındaki ç ekme özellikleri üzerine test ortamının etkisi (Sikka, 1999)

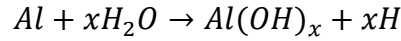
Test Ortamı	Uzama (%)	Akma (% 0,2) Mukavemeti (MPa)	Ç ekme Mukavemeti (MPa)
Hava	3,7	279	514
Vakum (10 ⁻⁴ Pa)	12,4	316	813
Oksijen	11,7	298	888
Su Buharı	2,1	322	439

Diğ er tüm alüminatlarda olduđu gibi, Fe₃Al metalinde hidrojenin neden olduđu gevreklik etkisi farklı miktarlarda hidrojen iç eren ortamlarda ç ekme testi ile kanıtlanmıştır. Ortamdaki hidrojen miktarı arttıkça, süneklikte büyük miktarda azalma meydana gelir. Aç ık atmosferde test edilen numunelerin sünekliđ inin düşük olması, yüzeyde Al ile nemin reaksiyona girerek ař ađ ındaki basit kimyasal reaksiyonun gerçekleş mesi ile açıklanabilir:



Ni₃(Al,Ti) alař ımının H₂O ile kimyasal reaksiyonunun XPS analizi ç alıř masında numune yüzeyinde absorblanan suyun hidroksil (OH) ve H atomuna ayrış tıđ ı kanıtlanmıştır.

Bu durumda OH tercihen Al atomlarına bağlanır ve Al-(OH) oluşturur, H atomları ise Ni ile bağlanır. Bu reaksiyon aşağıdaki şekilde yazılabilir:



Bu reaksiyon ile de gevrekliğe neden olan serbest hidrojen atomu meydana gelir. Burada gevrekliğe sebep olan hidrojen gazı veya katodik reaksiyon sonucu oluşan hidrojen değildir, direkt olarak havadaki nemin ayrışması sonucu atomik hale geçen hidrojendir (Liu ve George, 1996).

Yüzeyde serbest hale gelerek gelişmeye başlayan hidrojen malzeme içerisine girer ve gevrekliğe sebep olur. Çekme testinden önce yüzeylerin oksit kaplanması ya da Ni ya da Cu kaplanması gevrekliği azaltır. Bu yüzey bariyerlerinin malzemenin içerisine hidrojen girişine engel olduğu ve bu sayede gevrekliği azalttığı kabul edilmektedir. Malzemenin hidrojenin uzaklaştırılmasında etkili bir yöntem olan ısı işlemi ile de hidrojen gevrekliği azaltılabilir (Balasubramaniam, 2002).

3.2. Fe-Al-X Üçlü Alaşımları

Fe-Al esaslı malzemeler sahip oldukları korozyon direnci, iyi aşınma özellikleri, düşük spesifik ağırlık ve nispeten düşük malzeme maliyeti gibi üstün özelliklerinden dolayı çok iyi bilinmektedir (Krein vd., 2007). Ergime sıcaklıkları kabaca 1200-1400 °C arasında olan bu alaşımlar, yapısal uygulamalarda 1000 °C servis sıcaklığına kadar kullanılabilir. Bu değerin üzerindeki sıcaklıklarda yeterli mukavemete ve sürünme özelliklerine sahip olmadığından geliştirilmeye ihtiyaç duyarlar.

Yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılmak üzere yeni yapısal malzemeler geliştirmek amacıyla, birçok metaller arası bileşik üzerinde çalışmalar yapılmaktadır. Seçilen fazlar genellikle yüksek sıcaklık mukavemeti ve oksidasyon direncine sahip olmakla beraber düşük sıcaklıklarda kırılgandır. Bu nedenle diğer alaşım elementleri ile optimum süreç şartlarını kullanarak, mukavemet ve kırılganlık arasında bir denge sağlayacak çalışmalar yürütülmektedir. Bunun için bileşim, kristal dizilim, kararlılık ve mekanik özellikler arasındaki ilişkilerin iyi bilinmesi gereklidir.

Titanyum, nikel ve demir alüminatlar, sürünme dirençleri ve oksidasyon dirençleri sebebiyle 1000°C ye kadar ki servis şartlarında ümit vadeden malzemelerdir. Daha yüksek sıcaklıklar için, daha az bilinen daha yüksek mukavemetli metaller arası bileşiklere ihtiyaç duyulmaktadır. Örneğin Laves fazları, metaller arası bileşikler arasında sayıca en çok ve en ilgi çeken grubu oluştururlar. Çeşitli Laves fazları geçmişte süperiletken malzemeler, manyetik malzemeler ve hidrojen depolama malzemeleri gibi çeşitli uygulamalar için denenmiştir. Diğer bazı Laves fazları, 1000 °C nin üzerindeki sıcaklık değerlerinde bile çok yüksek mukavemete sahiptirler, ancak düşük sıcaklıklarda kırılırlar (Von Keitz ve Sauthoff, 2002).

Yapılan araştırmalarda bazı Fe-Al-X sistemleri için 800 ve 1000 °C arasında yüksek sıcaklıklar için üçüncü elementin katı çözünebilirliği ile alakalı faz diyagramları üzerinde çalışmalar yapılmaktadır. Fe-Al esaslı alaşımların, katı eriyik mukavemetlendirmesi, uyumlu ya da uyumsuz ikincil faz partiküllerinin çökeltilmesi, kristal yapıdaki düzenin artırılması gibi işlemlerin yanı sıra oksit ya da borür dispersiyonu, ya da tane inceltici işlemler gibi farklı süreçler ile mukavemetleri artırılabilir. Burada faz diyagramlarından elde edilen mukavemet artırıcı mekanizmanın bilinmesi süreçler arasında karar verme tartışmasını sınırlandırır (Palm, 2005).

Fe₃Al metaller arası bileşiği, oksitleyici ve sülfürleyici ortamlara karşı iyi korozyon direncine sahiptir. Demir esaslı alaşımlara kıyasla dayanımı daha yüksektir. D0₃↔B2 dönüşümünün gerçekleştiği sıcaklığın üzerinde (T_c) dayanımı kaybetmesi, yapısal uygulamalar açısından değerlendirildiğinde üzerinde durulması gereken bir konudur. Yükselen sıcaklıklardaki mukavemeti artırma çabaları başarılı olmamıştır. Bunun nedeni Fe-Al denge diyagramında %25 Al bileşimindeki D0₃ yapısının 550 °C kritik sıcaklık sınırına dek kararlı oluşudur. T_c kritik sıcaklığını arttıran alaşım elementleri araştırılmıştır. Molibden, titanyum ve silisyumun T_c kritik sıcaklığını yükselttiği tespit edilmiş ve yüksek sıcaklık mukavemet özelliği geliştirilmiş demir alüminat malzemeler bulunmuştur (Palm ve Sauthoff, 2004). Fe-Al içerisinde önemli miktarda Ti çözüdürebildiğinden, alaşım içerisindeki Ti miktarı arttıkça L2₁/B2 dönüşüm sıcaklığı yükselir.

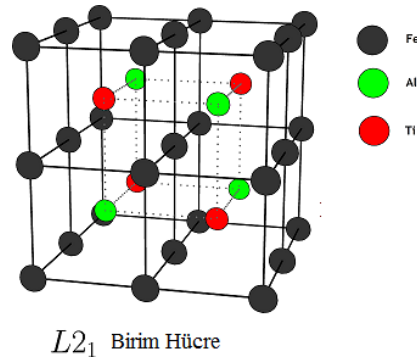
3.2.1. Fe-Al-Ti Sisteminin İncelenmesi

Yüksek sıcaklık uygulamaları için, metaller arası bileşik esaslı malzemeler olarak geliştirilmek üzere Al-Fe-Ti esaslı alaşımlar dikkate değer bulunmuştur. Fe-Al-Ti alaşımı sahip olduğu oksidasyon direnci sebebiyle, difüzyon bariyer kaplaması olarak geliştirilmiş ve patent hakkı alınmıştır. Diğer üçlü sistemlerle karşılaştırıldığında, Al-Fe-Ti sistemi üzerinde çok sayıda araştırmanın gerçekleştirildiği sürekli güncellenen bir sistemdir (Palm ve Lacaze, 2006).

Bu sistemin en göze çarpan özelliği, Fe-Ti ikili faz diyagramında geniş bir Al katı çözünürlüğüne sahip olmasıdır. Fe₂Ti Laves fazı içeriğindeki demirin üçte ikisinden fazlası alüminyum atomları ile yer değiştirebilir, ancak bu iki farklı kristalografik pozisyon herhangi bir faz dönüşümüne neden olmaz. Alüminyum ile yer değiştiren demirin, bileşime bağlı olarak latis parametresini arttırdığı belirtilmiştir. Kübik yapıdaki FeTi bileşiği de yüksek miktarda Al çözüdürebilmektedir. Her iki fazın Al katı çözünürlük oranı, sıcaklıkla doğru orantılıdır.

Tüm Al-Ti fazlarının Fe katı çözünürlüğü oldukça sınırlıdır. En yüksek Fe katı çözüdürme oranı % Al içeren αTi fazında, atomik olarak % 1 civarındadır. Titanyumca zengin bölgede Fe katı çözünürlüğü daha da kısıtlıdır. Ti₃Al, TiAl, Ti₂Al ve TiAl₃ fazlarının Fe katı çözüdürme oranı %1,2-2,5 arasındadır ve sıcaklıkla birlikte az miktarda artmaktadır.

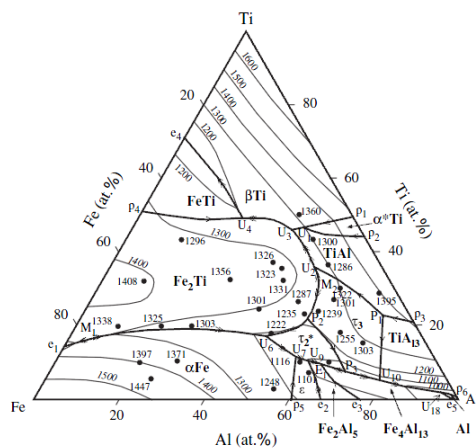
γ-Fe içerisinde Al ve Ti katı çözünürlüğü çok sınırlıdır. αFe ve FeAl içerisinde Ti katı çözünürlüğü sıcaklıkla birlikte artmaktadır ve 1000°C de her iki faz için de % 10'a kadar artmaktadır. Fe₃Al katı çözültisinde % 25'e kadar Ti eritebilir. Fe-Al alaşımında demirce zengin bölgede Ti, D0₃/B2 ve B2/A2 faz dönüşüm sıcaklıklarını belirgin bir şekilde arttırmaktadır. D0₃ yapısı korunmalıdır çünkü Ti atomları, latisin 1/2 1/2 1/2 konumunda bulunan Fe atomlarının yerini alır. Şekil 3.6'da bu durumun gerçekleştiği L2₁ yapısı gösterilmektedir.



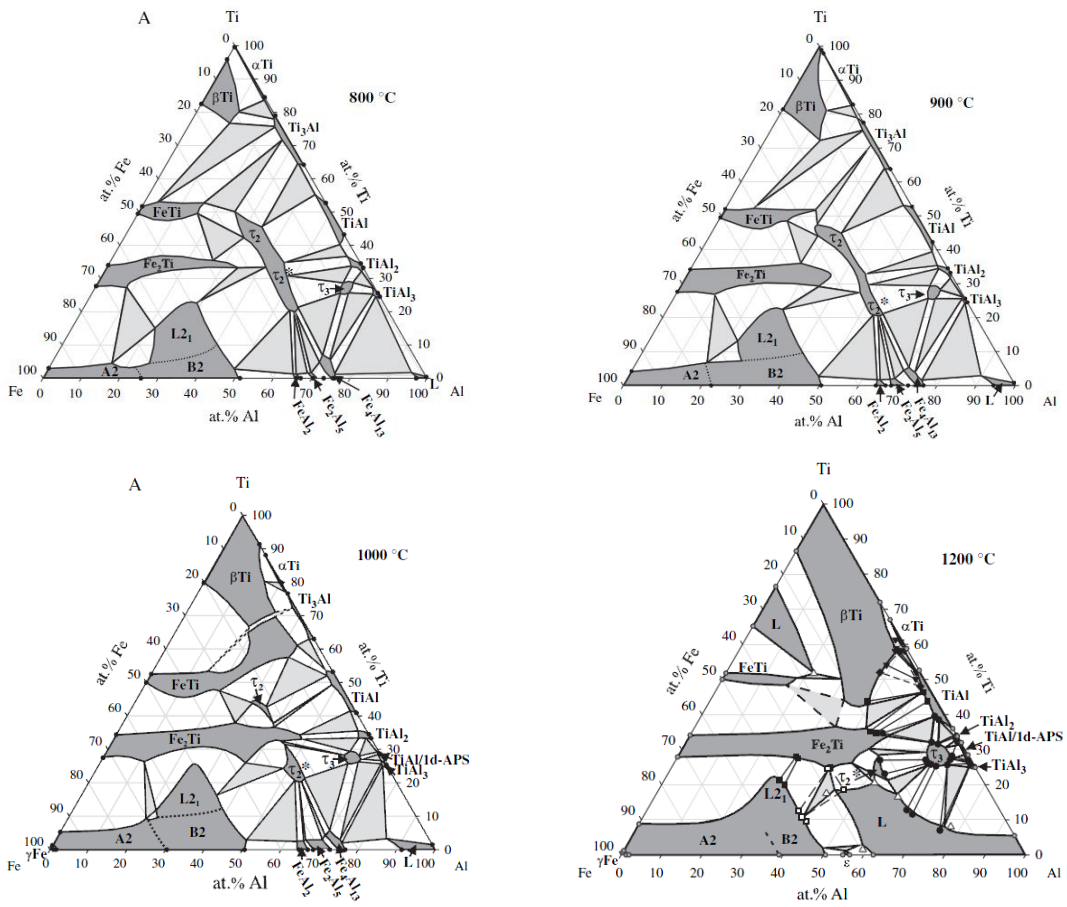
Şekil 3.6. Fe_2AlTi Heusler fazının $L2_1$ kübik kafes yapısı

Ohnuma ve diğerlerinin yaptıkları çalışmada, $D0_3$ yapısı Fe-%25 Al (at) ve Fe- %25 Al (at) – %25 Ti (at) aralığında kararlıdır ve $D0_3/B2$ dönüşüm sıcaklığı ikili sistemde 547 °C iken, üçlü sistemde 1212 °C'ye arttığını bulmuşlardır. Üçlü bileşimde $L2_1$ Heusler fazı olarak sembolize edilen Fe_2TiAl fazın latis parametresi, Fe ile yer değiştiren Ti miktarı ile artmaktadır. Latis parametresindeki artış, $FeAl_{(1-x)}Ti_x$ bileşimindeki Ti artışı ile birlikte de gözlenmiştir (Palm ve Sauthoff, 2004).

Şekil 3.7.'de Al-Fe-Ti üçlü sisteminde kararlı fazlar için yapılan deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen sıvılaşma izdüşümü gösterilmektedir. Şekil 3.8'de ise 800, 900, 1000 ve 1200 °C için tamamlanmış eş sıcaklık kesitleri ve çok sayıda bölgesel eş sıcaklık kesitleri tanımlanmıştır.



Şekil 3.7. Al-Fe-Ti üçlü faz diyagramının sıvılaşma izdüşümleri (Palm and Lacaze, 2006).



Şekil 3.8. Al-Fe-Ti üçlü sisteminin sırasıyla 800°C (a), 900°C (b), 1000°C (c) ve 1200°C (d) sıcaklıklar için eş sıcaklık izdüşümleri (Palm and Lacaze, 2006).

3.2.2. Fe-Al-Ti Alaşımlarının Kullanım Alanları

Sahip oldukları yüksek sıcaklık ve korozyon dayancı bakımından Fe-Al-Ti alaşımları kimya, petrokimya ve elektrik güç jeneratörleri endüstrisinde yüksek sıcaklık uygulamaları için gelecek vadeden malzemeler olarak görülürler. Ana kullanım alanları:

- Buhar kazanı boruları
- Buhar jeneratörleri
- Rafineri fırınları
- Yüksek ve düşük basınçlı eşanjörlerdir (Alonso vd., 2011).

3.2.3. Fe-Al-Ti Alaşımlarının Mekanik Özellikleri

Fe-Al-Ti alaşımlarının L₂₁ fazına ait mekanik özellikler hakkında son yıllarda çalışmalar başlatılmıştır. Diğer Fe-Al esaslı alaşımlar ile kıyaslandığında 1100 °C ye kadar,

yüksek akma gerilmesi ve sürünme direncine sahiptir. Sıcaklık arttıkça akma gerilmesinin anormal olarak artması; artan yapısal düzen ile açıklanabilir ve bu yapısal düzenin mekanik özellikler üzerine etkisinin de kanıtıdır. 800-1100 °C aralığında akma mukavemeti ve sürünme direncinin artması, doğrudan yapıdaki noktasal hataların azalmasına bağlıdır (Palm, 2005)

Fe-Al-Ti sisteminde sınırlı bir kimyasal bileşim aralığında, farklı sertleştirme mekanizmalarının etkilerini birlikte sağlamak mümkündür. Çökeltme sertleşmesi yaparak, matris faz içerisinde C14 (hekzagonal) Laves fazı çökeltmek, çökeltme sertleşmesi yerine, L2₁ yapısının kararlılığını yüksek sıcaklıklara çıkartarak, alaşımın dayanımını artırmak mümkündür. 800, 900 ve 1000 °C eş sıcaklık kesitlerinde L2₁ faz bölgesi küçük değişimle birlikte varlığını korumaktadır.

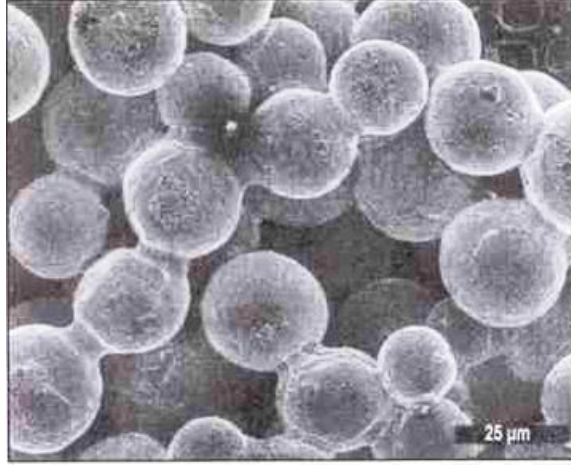
4. SİNERLEME İLE ALAŞIM SENTEZİ

Toz metalurjisi yönteminde uygun kalıplama tekniğiyle çok az talaş kaldırarak ya da hiç talaş kaldırmaya gerek kalmadan nihai parçalar üretilebilmektedir. Gelişen teknoloji ile toz metalurjisinde parça üretimi gereksinimi de hızla artmaktadır.

Toz metalurjisi ile düşük maliyetli, yüksek kaliteli ve amaca uygun olarak şekillendirilmiş ve uygun mikroyapıya sahip parçalar üretilebilir. Bu yöntemde ilk olarak uygun bileşimdeki toz karışımları kalıp içerisinde preslenir. Presleme basıncı ve etki şekli, parçanın fiziksel ve mekanik özelliklerini etkilemektedir. İkinci ve en önemli aşama sinterlemedir. Sinterleme, ergime sıcaklığının altında ve genellikle koruyucu atmosferde gerçekleştirilir (Çavdar ve Atik, 2011).

Sinterleme, tozların ergime sıcaklıklarından daha düşük sıcaklıklarda ısıtılması ve yoğunlaştırılması (konsolidasyon) sürecini ifade eder; burada difüzyonel kütle aktarımı, parçacıklar arasında bağlanmaya ve yoğun bir cisim oluşumunu sağlar. Çeşitli toz malzemeler kullanılarak sinterleme yoluyla hacimli (bulk) numuneler üretilebilir. Genel olarak sinterleme, geleneksel sinterleme, mikrodalga sinterleme, sıcak pres (HP), sıcak izostatik pres (HIP) ve kıvılcımlı plazma sinterleme (SPS) gibi çeşitli yöntemler kullanılarak yapılabilir.

Birbirine temas eden parçacıkların bağlanması işlemi ergime sıcaklığının altında atom hareketleriyle oluşabilir. Fakat pek çok durumda, sıvı faz oluşumu ile birlikte gerçekleşir. Mikroyapısal olarak temas halindeki parçacıklar arasında boyunlaşma ile kendini gösterir. Bu boyunlaşma sayesinde mukavemette artış, gözeneklerin giderilmesi ve tane irileşmesi meydana gelir. Şekil 4.1.'de küresel parçacıklar arasında oluşan boyun oluşumunun taramalı elektron mikroskobu görüntüsü verilmiştir.

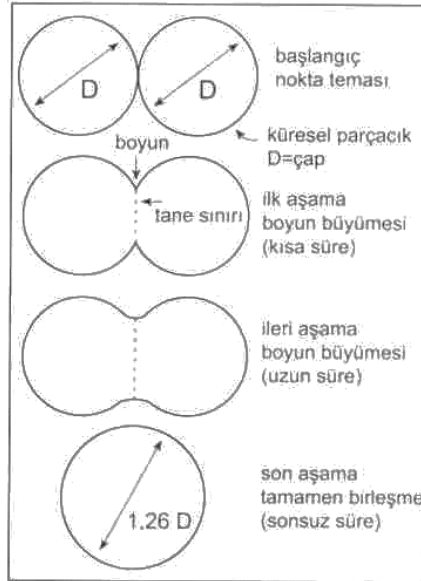


Şekil 4.1. Gevşek durumdaki küresel parçacıklarda sinterleme ile boyun oluşumunun taramalı elektron mikroskobu görüntüsü (German, R.M., 2005).

Yüksek sıcaklıklarda, sıçrayan atomlar rastgele olarak gezinirler. Bu rastgele gezinme sırasında atomlar bazen parçacıkların birleşme yerlerine giderek yüzey alanını ve yüzey enerjisini azaltır. Bu olay meydana geldikten sonra atomların uzaklaşması zordur. Çünkü ayrılma enerjisi arttırır. Buna göre sinterleme; çok azının bağlanmayı arttırdığı ve yüzey enerjisini azalttığı çok sayıda atom sıçramalarının toplamıdır. Atomların hacmi çok küçük olduğundan sinterlenmedeki bağların artması için çok sayıda başarılı atom sıçraması gereklidir. Yapılan ısıtmanın amacı toplam atom sıçramalarının sayısını arttırmaktır. Sinterleme sıcaklığında, her atom her saniyede birçok defa yer değiştirir. Otuz dakika veya daha uzun sinterleme sürelerinde mikroyapıda, parçacıklar arası bağlanmada ve mukavemette önemli değişimler meydana gelir (German, R.M., 2005).

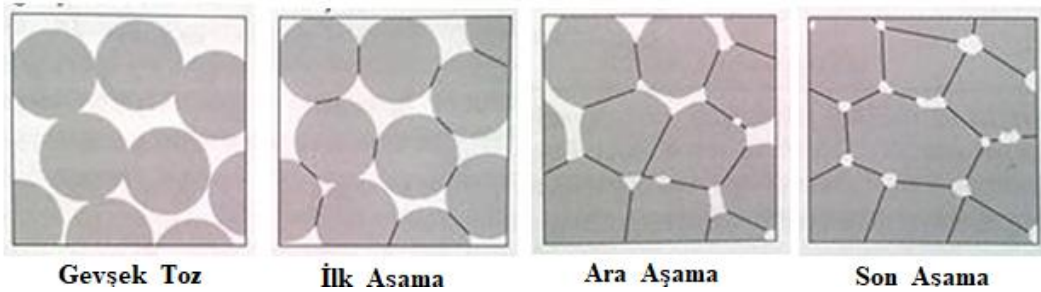
4.1. Katı Hal Sinterleme Aşamaları

Sinterleme işleminde oluşan bağlanmayı anlayabilmek için birbiri ile temas halindeki iki parçacığı ele alalım. Ham parça içindeki her bir parçacık üzerinde bu tür birçok temas noktası vardır. Sinterleme işlemi ilerledikçe birbirine temas eden parçacıklar arasındaki bağ büyür ve birleşir. Uzun süre sinterleme iki parçacığın tamamen birleşerek çapı başlangıç çapının 1,26 katı olan tek küresel parçacık oluşturmaya yol açar. Bu durum şekil 4.2.'de gösterilmiştir. Ham parça içerisinde her parçacığın birçok komşusu vardır. Böylece her parçacığın birkaç değişik noktasında bağ oluşur.



Şekil 4.2. Sinterlemede nokta teması ile başlayan ve parçacıklar arası bağ gelişimini gösteren iki küre sinterleme modeli (German, R.M., 2005).

Sinterlemenin ilk aşaması, her parçacık üzerinde birkaç noktada boyun büyümesi olarak tanımlanır. Fakat boyunlar birbirinden bağımsız olarak büyür. Bu durum şekil 4.3.'te gösterilmiştir.



Şekil 4.3. Gevşek toz ile başlayan ve sinterlemenin değişik aşamalarını gösteren kavramsal çizimler (German, R.M., 2005).

Sıkıştırma olmadan parçacıklarda temas küçük noktalar ile başlar. Başlangıçta gözenekler düzensiz ve köşeli şekildedir. Boyun zamanla dışbükey bölgedeki atomlar tarafından doldurulan bir içbükeyliği temsil eder. Boyun büyüdükçe kavis azalır ve işlem yavaşlar. Sinterlemenin ara aşamasında gözenekler yuvarlaklaşır, fakat gözenekler etrafındaki kavis kütle transferi için itici güç oluşturmaya devam ederek içbükey bölgeleri doldurur. Sinterlemenin ara aşamasında, boyunlar birbiri ile etkileşecek ve örtüşecek biçimde büyümüştür. Her ne kadar gözenekler yuvarlaklaşıp düzgün hale gelse de halâ dışa açıktırlar. Diğer bir değişle akışkanlar ham parça içine girip çıkabilir. Sinterlemenin

ilerlemesiyle taneler büyür ve gözenekler küçülür. Sinterlemenin son aşamasında gözenekler kapalı ve küreseldir. Tam yoğunluğa yaklaşılrken tane sınırı hareketini zorlaştıran gözenek sayısı azaldığından tane büyümesi hızlanır. Gözenekler, sadece önemli oranda bulduklarında tane büyümesine engel oluşturur.

4.2. Yoğunlaşma ve Bağlanma

Hassas parça üretimi yapılırken parçaların boyutlarında değişim meydana gelmesi istenmeyen bir durumdur. Sinterleme esnasında boyutsal çekme engellenirse parça boyutları hassas bir şekilde korunur. Yüksek sıcaklıklarda yoğunlaşma daha hızlı olduğundan çözüm, göreceli olarak düşük sıcaklıkta yapılan kısa süreli sinterlemedir. Nihai yoğunluğu elde etmek için sıkıştırma basıncı yükseltilmelidir. Bazı malzemeler sinterleme sırasında şişme gösterdiğinden takım boyutlarının daha küçük tutulması gerekir. Şişme genellikle karıştırılmış tozlar arasında bir tür kimyasal tepkime sonucu ortaya çıkar.

Yüksek sinterleme yoğunluğu gerektiren uygulamalarda, sinterleme büzülme oluşturacak şekilde uygulanır. Bazı durumlarda sinterlemede %15-20 arasında doğrusal büzülme oluşturularak, tam yoğunlukta parça üretilebilir.

4.3. Tam Yoğunluklu Sinterleme İşlemleri

Uzay ve havacılık, biomedikal, petrokimya, bilgisayar, metal kesme, savunma ve elektronik uygulamalarında gözeneksiz mikroyapılı malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. Tam yoğunluğa ulaşmak için basınç ve sıcaklık aynı anda kullanılır. Sinterleme her zaman tek başına istenilen özelliklerin elde edilmesinde yeterli olamayabilir. Bu tür durumlarda sinterlemeyi dıştan bir gerilme ile desteklemek gerekir.

Pek çok mühendislik özelliği yoğunlaşma ile geliştirilir. Yoğunlaşma doğru olarak uygulandığında, mikroyapıda parçacık boyutundan daha büyük kusurlar ortadan kalkar. Dolayısıyla diğer üretim yöntemleri ile kıyaslandığında, mikroyapı kontrolü performans özelliklerinde önemli kazanım sağlar. Çizelge 4.1.'de bu özellik kazanımlarına örnekler verilmiştir.

Çizelge 4.1. Basınç destekli sinterleme ile özelliklerin gelişimine örnekler (German, R.M., 2005).

Malzeme	Özellik	Basınçsız Sinterleme	Basıncılı Sinterleme
Al ₂ O ₃	Kırılma tokluğu	3,5 MPa√m	4,2 MPa√m
Al ₂ O ₃	Dayanım	490 MPa	605 MPa
Çelik	Süneklik	%2	%39
Fe-10Al ₂ O ₃	Dayanım	430 MPa	1310 MPa
Fe-10Al ₂ O ₃	Göreceli aşınma oranı	1	0,1
Si ₃ N ₄ -15SiC	Dayanım	639 MPa	910 MPa
WC-10Co	Kırılma dayanımı	2750 MPa	3370 MPa
ZnO	Optik geçirgenlik	% 10	% 45

4.4. Hızlı Sinterleme Teknikleri

Geleneksel sinterleme yöntemine göre daha kısa sürede gerçekleştirilecek alternatif sinterleme yöntemleri geliştirilmiştir. İndüksiyonla sinterleme, mikrodalga sinterleme, plazma sinterleme ve lazer sinterleme gibi yöntemler hızlı sinterleme yöntemlerinin en başında gelen örneklerdir. Amaç daha hızlı ve homojen ısınan ve sinterlenen bir parça elde etmektir. Çavdar ve Atik yaptıkları bir çalışmada indüksiyon sistemi ile demir esaslı metal tozlarının sinterleme çalışmasında sinterleme süresini 5 ila 7 kat azaltmayı başarmışlar buna rağmen üç nokta eğme dayanımı, % uzama ve sertlik değerlerinde herhangi bir değişim olmamıştır (Çavdar ve Atik, 2011).

Hızlı sinterleme yöntemlerinde ısınma işlemi numunenin yüzeyinde ve içinde aynı zamanda gerçekleşmektedir. Geleneksel sinterleme işleminde ise ısınma yüzeyde başlamakta ve ısı iletimi ile sağlanmaktadır.

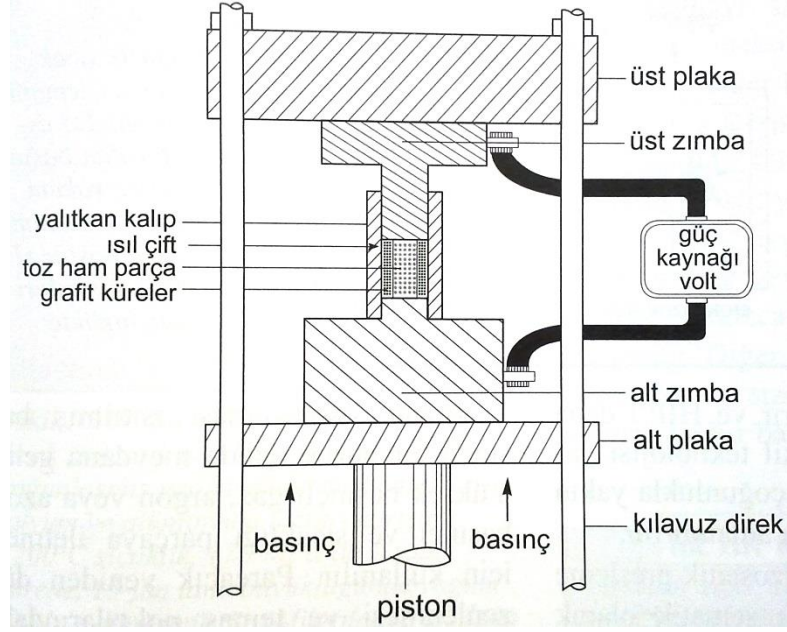
4.5. Kıvılcımlı Plazma Sinterleme

Kıvılcımlı plazma sinterleme tekniği ilk olarak 1930'da geliştirildi, ancak o zamanlar teknoloji ticarileştirilecek kadar iyi değildi. 1980 yılında teknolojinin daha da gelişmesiyle çeşitli araştırma laboratuvarları - özellikle Japonya'da - kullanmaya başladı (Cavaliere, 2019).

SPS, geleneksel yöntemlerle üretilmesi güç bileşimler ve şekil değiştirme kabiliyeti zayıf yüksek sıcaklık yapılarının sentezlenmesinde önemli avantajlar sağlayan ve nispeten yeni bir toz birleştirme tekniğidir. Saf metaller, alaşımlar, seramikler vb. den başlayan çok geniş bir toz yelpazesinden hacimli parçalar üretmek için kullanılabilir. Sinterleme sırasında, sıkıştırılmış tozun yoğunlaşmasını artırmak için harici basınç ve bir elektrik alanı aynı anda uygulanır. SPS'nin HP'ye benzediği söylenebilir, ancak temel fark oluşan ısı ve onu sinterlenmiş malzemeye iletilmesindedir. Harici bir ısıtma kaynağı kullanan HP'nin aksine, SPS'de darbeli bir doğru akımın iletken kalıptan ve numuneden geçmesine izin verilir. Böylece, darbeli doğru akım sinterleme işlemi sırasında bir elektrik alanı üretir. Bu nedenle tozlar hem dışarıdan hem de içeriden ısıtılır.

SPS sürecini fiziksel olarak modellemek için birkaç teori önerilmiştir; aralarında mikro kıvılcım / plazma teorisi en popüler olanıdır. Bu teoride, bir malzemenin parçacıkları arasındaki boşlukta kıvılcım boşalması oluştuğunda, kıvılcımın bir sonucu olarak yerel bir yüksek sıcaklık durumu oluşur. Böylece, SPS işlemi sırasında buharlaşma meydana gelir ve toz parçacık yüzeyleri erir; partiküller arasındaki temas alanı etrafında kademeli olarak daralmış şekiller veya "boyunlar" oluşur. Plastik dönüşüm sinterleme sırasında ilerler ve % 99'un üzerinde yoğunluğa sahip sinterlenmiş bir yapıyla sonuçlanır. Partiküllerin sadece yüzey sıcaklığı kendi kendine ısınma ile hızla yükseldiğinden, başlangıç toz malzemesinin tane büyümesi kontrol edilir. SPS'de, kabalaşma ve tane büyümesine izin verilmediğinden, nispeten yüksek yoğunluklara çok kısa sürede ulaşılır (Şima vd., 2013) ve nano boyutlu tozlar, önemli ölçüde tane büyümesi olmadan sinterlenebilir ki bu, geleneksel bir sinterleme işleminde mümkün değildir.

Son yirmi yıldan beri, aralarında muhtemelen en popüler olan SPS tekniğinin olduğu yüksek akım yoğunluklarının kullanımına dayanan detaylandırma teknikleri büyük ilgi görmüştür. Kıvılcımlı plazma sinterleme (SPS), büyük miktarlarda darbeli doğru elektrik akımı (DC) uygulanması yoluyla bir kalıpta (çoğunlukla grafit) sıkıştırılmış metalik veya seramik esaslı toz partiküllerini birleştirme işlemidir.



Şekil 4.4. SPS şematik yapısı (German, R.M., 2005).

Geleneksel sinterlemeden farklı olarak, SPS işlemi, tane irileşmesini önleyen hızlı ısıtma hızları ve düşük sinterleme sıcaklıkları sağlar. Parçacıklar arası temas noktalarındaki yüzey oksitlerinin SPS ile azaltılabileceği gösterilmiştir. SPS yöntemi, çok çeşitli malzemeleri hızlı ve verimli bir şekilde yoğunlaştırma yeteneği ve temas halindeki katı hal sentezleme ve kısmen sıvı fazların oluşabileceği sentezleri gerçekleştirmeye uygun ekipmanları sayesinde son zamanlarda malzeme bilimi ve malzeme işlemede önemli ilerlemeler kaydetmiştir.

Kıvılcımlı plazma sinterleme (SPS), nanokristalin mikroyapıları koruması ve ilginç fonksiyonel özelliklere sahip malzemeler üretme kabiliyeti nedeniyle büyük ilgi topladı. Malzemeleri geleneksel tekniklere kıyasla daha düşük sıcaklıklarda ve daha kısa sürede sinterleme kabiliyeti, SPS sürecini kısmen denge-dışı fazların üretilmesini sağlayan bir teknik haline getirmiştir. Onlarca yıllık araştırma, SPS'nin neredeyse her malzeme ve özellik kategorisinde başarılı hale geldi. SPS ile minimum tane büyümesi ve yüksek yoğunlukta sentezlenen malzemelerde tane sınırlarının dayanımı arttırması sebebiyle avantajlı bir konuma geçmiştir.

4.5.1. SPS Bileşenleri

SPS donanımı, iletken, yalıtkan veya karma toz malzemeleri, tam yoğunluk dâhil olmak üzere gerekli yoğunluk seviyesine hızla sinterlemek için gereklidir. Hızlı sinterleme/yoğunlaştırma, parçacıklar arasındaki kıvılcım sayesinde oluşan plazmayla gerçekleşmelidir. SPS bileşenlerinin ayrıntıları aşağıdadır.

1. Fırın ve Sıkıştırma Odası: Tüm sinterleme işlemi bir fırın ve sıkıştırma odası içerisinde gerçekleştirilecektir. Oda, tozu vakum, azot veya herhangi bir inert atmosfer gibi çeşitli atmosferlerde sinterleyebilmelidir.
2. Güç Kaynağı: Fırına güç beslemesi, en az 800 °C/dk'ya kadar değişen bir ısıtma hızında vakum/argon/azot atmosferinde 2200 °C'ye kadar bir sıcaklığa ulaşmaya yeterli olmalıdır.
3. Vakum Pompası Sistemi: Hazneyi boşaltmak için bir vakum pompalama sistemi eklenmeli ve yüksek vakum (10^{-4} mbar) seviyelerine ulaşabilmelidir.
4. Pres Sistemi: Tozu, fırın odası içinde istenen basınçta sıkıştırmak için hidrolik olarak (tercihen) kontrollü bir sıkıştırma sistemi sağlanmalıdır. Basınç çok hızlı uygulanabilir ve serbest bırakılabilir ve geleneksel HP'ye göre çok yüksek basınçlar kullanılabilir.
5. Su Sirkülasyon Sistemi: Çift duvarlı vakum haznesi, üst şahmerdan (örs) ve alt şahmerdan (piston), güç besleyici, elektronik cihazlar, vb. donanımın güvenli çalışması için yeterli su ve hava soğutmasına sahip olmalıdır.
6. Gaz Giriş Sistemi: Bölme içindeki inert / azot veya diğer gazı temizlemek için bir gaz giriş sistemi sağlanmalı ve gaz girişi bir solenoid valf kullanılarak kontrol edilmeli ve bir debimetre kullanılarak ölçülmelidir.
7. Kontrol Ekipmanları: Giriş gücü (voltaj ve akım), vakum seviyesi, hidrolik pres, kapalı çevrim su sirkülasyon sistemi ve tüm güvenlik kilitleri kontrol konsolu üzerinden kontrol edilmelidir. Tam işlem manuel olarak çalıştırılmasının yanı sıra uygun uygulama yazılımı kullanılarak bir PC aracılığıyla otomatikleştirilmelidir.
8. Sıcaklık Ölçüm Araçları: Kalıbın farklı yerlerinde sıcaklık hem ısı çifti ısı çifti hem de IR pirometre kullanılarak izlenmelidir. Her iki durumda da, gözlemlenen sıcaklık değerlerini kaydetmek için bir PC arayüzü şarttır. Sıcaklık ölçümlerinden en az biri, numunenin merkez eksenine çok yakın (5 mm içinde) olmalıdır. Farklı sıcaklık aralıkları için uygun ısı çiftleri (K tipi) ve bir IR pirometre sağlanmalıdır.

Her iki durumda da ölçüm doğruluğu %0,2 içinde olmalıdır. IR pirometre 700–2200 C aralığında sıcaklığı ölçmeli ve kontrol etmelidir. Örs ve piston gibi diğer yerlerde uygun ısı çiftleri kullanılarak sıcaklığın ölçülmesi sağlanmalıdır.

9. Kalıp Setleri: Bir kalıp seti, kalıp ve zımbadan oluşur. Farklı sinterlenmiş numune boyutlarını elde etmek için yüksek yoğunluklu grafit veya tungsten karbür kalıp setleri sağlanmalıdır.

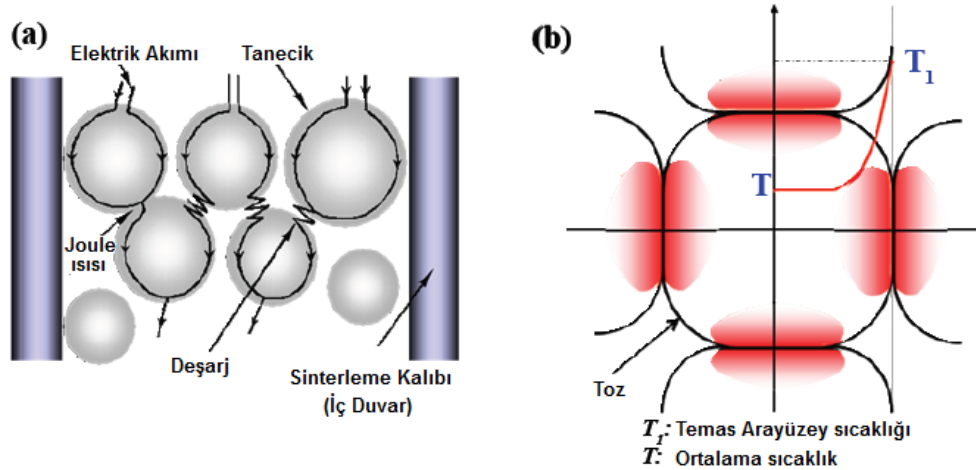
4.5.2. SPS Mekanizmaları

HP ve SPS'nin ısının oluşumu ve iletilmesi farklılığı dışında, toz karışımının kalıba yüklenmesi, harici basınç uygulanması ve sinterleme işlemi sırasında bekleme gibi bazı benzerlikleri vardır. SPS'de sinterleme sıcaklığı, HP gibi geleneksel bir sinterleme işleminde tipik olarak kullanılandan birkaç yüz derece daha düşük olabilir.

Genel olarak kıvılcım plazma sinterlemesi dört ana aşamada gerçekleştirilir. Gazların uzaklaştırılması ve vakum oluşturulması ilk aşamadır. İkinci aşamada basınç uygulanmasını üçüncü aşamada dirençli ısıtma ve son olarak dördüncü aşamada soğutma takip eder.

SPS, toz partikülleri arasındaki boşlukta, darbeli doğru akımın elektriksel deşarjıyla kıvılcım oluşumuna dayanan bir düşük basınçlı sinterleme tekniğidir. Darbeli akımın yayılması, parçacık yüzeyleri boyunca gerçekleşir. Kıvılcım, boşlukta veya toz partiküllerinin temas noktalarına yayıldığında, boşaltma sütununda üretilen yerel ısı, sıcaklığın geçici olarak 1000 °C'nin üzerine çıkmasına neden olur. Bu yüksek sıcaklık, safsızlıkların buharlaşmasına ve ayrıca toz parçacıklarının yüzeyinde buharlaşmaya ve ergimeye neden olur. Bu ergimiş bölgeler, elektron akımı (akım açık) ve vakum oluşumu (akım kapalı) yoluyla birbirine doğru emilir ve sonunda toz parçacıkları arasındaki boşlukları oluşturur (şekil 4.5.). Metal tozlarının yüzeyinde oksit tabakası olduğu bilinmektedir. Oksit tabakasının kalınlığı ve uygulanan basınç ve partikül boyutu, toz hacminin elektriksel iletkenliğini etkiler ve bu nedenle sinterlemenin ilk aşamasında etkilenecektir. SPS'de uygulanan sıkıştırma gerilimi, toz parçacıkları arasında daha iyi temas ile sonuçlanır ve bu temasların miktarını değiştirir ve mevcut yoğunlaştırma mekanizmalarını destekler veya plastik deformasyon ve tane sınırı kayması gibi yeni mekanizmaları harekete geçirir. Partikül-partikül temaslarında azalan temas alanı, oradaki yerel basıncı 100 kat artırır, bu

da 1000–10.000 MPa'lık teorik lokal basınçlarla sonuçlanır. Gözeneklerin, özellikle de büyük olanların kaybolması, homojen tanelere ve dolayısıyla daha fazla yoğunlaşmaya ve sınırlı tane büyümesine izin verir. Bunun aksine, yüksek sıcaklıklarda, plastik deformasyon veya hızlı sürünme gibi ek yoğunlaştırma mekanizmaları etkin olabilse de, yine de tane büyümesi artar. Sonuç olarak, tane büyümesinin önemli ölçüde sınırlandırılması nedeniyle düşük sıcaklıklarda sinterleme, yüksek sıcaklıklardan daha etkilidir.



Şekil 4.5. a)Elektrik akımının kalıp içerisinde toz tanecikleri üzerinden olası geçiş yolu, b) toz tanecikleri yüzeyindeki sıcaklık görseli (Xie, G., 2013)

SPS işlemi sırasında, uygulanan elektrik potansiyeli, iletken malzemelerden elektron akışına neden olur. İletken olmayan seramikler ve iletken malzemenin birlikte olması durumunda, seramik fazlarla ayrılan iletken toz partikülleri arasında potansiyel bir fark oluşabilir. Yüksek basınç ve elektrik potansiyeli, oksit katmanlarını kolayca parçalayabilir ve doğrudan metalden metale temas oluşturabilir. Bu olay, temaslarda atom difüzyonunu kolaylaştırabilir. Boyunlara kütle taşıma mekanizmaları veya boyun oluşumu için sinterlemede yer alan mekanizmalar buharlaşma, yüzey difüzyonu, tane sınırı ve hacim difüzyonudur. İlk aşamada, partiküllerin paketlenmesi ve daraltılması toplam yoğunlaştırmanın %2-3'ü kadardır. Ara aşamada, gözeneklerin çoğu hala açıktır ve sıkışma küçülmesi, toplam yoğunlaştırmanın %92'si elde edilene kadar sürer. Bu aşamadaki aktif mekanizmaların hacim yoğunlaştırma, tane sınırı difüzyonu ve muhtemelen dislokasyon tırmanışı olduğu unutulmamalıdır. Gözeneklerin birbirinden izolasyonu son aşamada gerçekleşir. Çoğu durumda, izole kalan gözenekler üç veya daha fazla partikül arasında yer alır. Ancak uygulanan basıncın neden olduğu plastik deformasyon, dislokasyon ve tane

sınırlarının kaymasına dayalı difüzyonel sürünme gibi bazı ek mekanizmalar izole gözeneklerin ortadan kaldırılması sayesinde yoğunlaşma sürecini hızlandırır.

4.5.3. SPS'nin Avantaj ve Dezavantajları

- SPS'de kullanılan sıcaklık, geleneksel sinterleme tekniklerinden genellikle 200-1000 °C daha düşük olduğundan, düşük sıcaklıkta sinterleme tekniği olarak kategorize edilir. SPS'nin aşamaları - uygulanan basınç, artan sıcaklık ve bekletme süresi - kısa bir süre içinde (5–25 dakika) meydana gelir ve bu nedenle, özellikle nano yapıli malzemelerde, mikroyapı kontrolü ve tane büyümesi olanağı sağlar.
- Yüksek yerel basınçların yanı sıra yüksek amperli akımın varlığı, toz parçacıkları arasında bağlantıların - ve sonuç olarak boyunların - oluşumuna yol açar. Basıncı arttırarak partiküllerin plastik deformasyonu yüksek yoğunluklara neden olur. Bununla birlikte, düşük basınçlarda ve sıcaklıklarda ve ayrıca düşük tutma süresinde, yüksek gözenekliliklere sahip malzemeler imal edilebilir.
- SPS, ile birbirine benzemeyen malzemeler ergitmeden sinterlenebilir. Bu teknik, karşılaştıkları yoğunluk düşük olsa da, homojen mikro yapıya sahip kompozit malzemelerin üretimi için oldukça kullanışlıdır. Ayrıca, bu teknikle katmanlı malzemeler veya özel işlevli malzemeler üretilebilir.
- Mikrodalga veya SPS gibi hızlı sinterleme tekniklerinde sistem sıcaklığının artması, toz karışımının kendiliğinden ısınmasından kaynaklanır.
- SPS tekniğinde kendi kendine ısınma ile ilgili olarak, ısıtma hızı yüksektir ve bu nedenle SPS sürecini tamamlama süresi birkaç dakikadır, oysa HP gibi geleneksel sinterleme teknikleri için bu süre yaklaşık birkaç saatten birkaç güne uzanır. Ek olarak, SPS için bekleme süresi tipik olarak yaklaşık 5–15 dakikadır, geleneksel sinterleme tekniklerinde ise yaklaşık birkaç saattir.
- Ekonomik olarak, SPS'nin maliyeti geleneksel sinterleme tekniklerinden yaklaşık %50 -80 daha düşüktür. Bu tür maliyet düşüşleri, yüksek üretim hızı, yüksek ısıtma hızı ve düşük sinterleme süresine bağlanmıştır.
- SPS'de sıcaklık ve basıncın eşzamanlı kullanımı, yüksek yoğunlaşmaya yol açar ve sonuç olarak, yüksek bir kompakt malzeme elde etmek için sinterleme sıcaklığı, geleneksel sinterleme tekniklerinden yaklaşık 200-250 °C daha düşüktür. SPS'de yüksek ısıtma hızından dolayı tane büyümesi ve kabalaşması gecikir, yüksek nispi

yoğunluklara ulaşılır. Bu nedenle, nano yapıli seramikler ve nanokompozitler, düşük gözenekliliğe ve yüksek yoğunluklara sahip malzemeler olan SPS kullanılarak üretilebilir. Bu nanokompozitler, mukavemet ve sertlik gibi mükemmel ve benzersiz mekanik özellikler gösterir.

- SPS'deki yüksek ısınma hızı nedeniyle istenmeyen reaksiyonlar kısıtlanır ve böylece istenmeyen fazların ve ürünlerin oluşumu ortadan kalkar.
- SPS'nin diğer sinterleme teknikleriyle temel farklılıklarından biri, toz parçacıklarının yüzeyinin fiziksel aktivasyonunda belirgindir. Bu yüzey aktivasyonu, düşük sıcaklıklarda hızlı yoğunlaştırma ile birlikte, diğer tekniklere kıyasla tane büyümesini büyük ölçüde kısıtlar ve bu nedenle mikro yapı daha ince tanelere sahiptir ve mekanik ve fiziksel özellikleri iyileştirir.
- SPS sırasında yoğunlaştırmanın artmasına yardımcı olan dört ana faktör şunlardır:
 - yüksek ısıtma ve soğutma hızı;
 - kalıptan ısı transferi;
 - gözeneklerin ve boşlukların giderilmesine ve difüzyonda artışa neden olan mekanik basınç.
 - ayrıca, DC akım darbelerinin kullanılması difüzyon oranının artmasına neden olur.
- SPS'de geleneksel sinterleme tekniklerine göre daha yüksek basınç kullanılabilir, bu da kısa sürede ve düşük sıcaklıklarda yüksek yoğunluklara ulaşmalarını sağlar.
- SPS'nin yoğunlaşma süresi, geleneksel sinterleme için gereken saatlere kıyasla büyük ölçüde birkaç dakikaya indirilirken, işlemin sinterleme sıcaklığı Şekil 12'de gösterildiği gibi birkaç yüz derece azaltılabilir.
- SPS, çok yönlü ve çok çeşitli iletken ve iletken olmayan malzemeleri sinterlemek için kullanılabilir.
- SPS ile hızlı yoğunlaştırma, sinterleme malzemesi ile grafit kalıp arasındaki etkileşim süresini azaltır ve sonuç olarak istenmeyen ürünlerin oluşma olasılığını azaltır.
- Diğer avantajları şu şekildedir:

Sinterleme işlemi parametrelerinin güvenilir kontrolü ve dolayısıyla mikro yapısının kontrolü

SPS katı fazlı bir sinterleme olarak düşünülebilir, dolayısıyla işlem sırasında ergime meydana gelmez.

SPS-HP, SPS- mikrodalga sinterleme gibi sinterleme yöntemlerini birleştirme imkânı vardır.

Curie sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda SPS aracılığıyla düşük sıcaklıkta sinterleme.
Hızlı sinterleme işlemi.

Düzgün sinterleme.

Düşük tane büyümesi (nano-ölçekli malzemeler hazırlanabilir).

Sıkıştırma ve sinterleme aşamaları tek bir işlemde gerçekleşir.

Bağlayıcılar gerekli değildir.

Toz partikül yüzeylerinin daha iyi saflaştırılması ve aktivasyonu.

Farklı malzemeler (metaller, seramikler, kompozitler) sinterlenebilir.

Yüksek enerji verimliliği sağlar.

Kıvılcım plazma sinterlemesinin dezavantajları:

Yalnızca basit simetrik şekiller hazırlanabilir.

Pahalı darbeli DC jeneratör gereklidir.

100 nm'den küçük çapta malzeme tozlarda, sinterlenmiş malzemeler içinde önemli bir sıcaklık gradyanı oluşturması mümkündür ve bu da homojen olmayan yoğunlaşmaya neden olur.

5. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Bu bölümde özellikle demir alüminatların üretilmesi, alaşımlandırılması ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi konularında yapılan çalışmalar özetlenmiştir.

Baligheid vd., bu gözenekli metali elektrot olarak bağlayıp, elektrocuruf ergitme yöntemiyle tekrar ergitip gaz boşlukları ve diğer döküm hatalarından arındırılmış Fe₃Al üretimi gerçekleştirmişlerdir. Yöntemde koruyucu curuf tabakası metal içerisine havanın girişini dolayısıyla gaz boşluklarını önlemektedir. Ark ile ergitme ve vakumlu indüksiyon ergitme ve normal döküm yöntemi ile yüksek saflıkta test numuneleri hazırlanabilmektedir

Palm ve Sauthoff (2004) un yaptığı çalışmada, 400-600 gr arasında 15 farklı alaşım, argon atmosferinde indüksiyon ocağında ergitilip, soğuk bakır kalıba dökülerek üretilmiştir. Bu çalışma sonucunda Fe₃Al alaşımına nazaran, Ti ilavesi ile çok daha yüksek sıcaklıklarda L₂₁ fazını kararlı halde tutmayı başarmışlar ve Fe-Al-Ti üçlü alaşımının sertliğini, plastik/elastik deformasyon oranını, akma gerilmesini, sürünme dayanımını tek L₂₁ fazı ya da iki uyumlu faz karışımı oluşturarak geliştirmeyi başarmışlardır. Diğer demir alüminat esaslı alaşımlarla kıyaslandığında üçlü Fe-Al-Ti alaşımları 1100 °C'ye kadarki yüksek sıcaklıklarda daha yüksek akma mukavemeti ve sürünme dayanımı sergilemiştir.

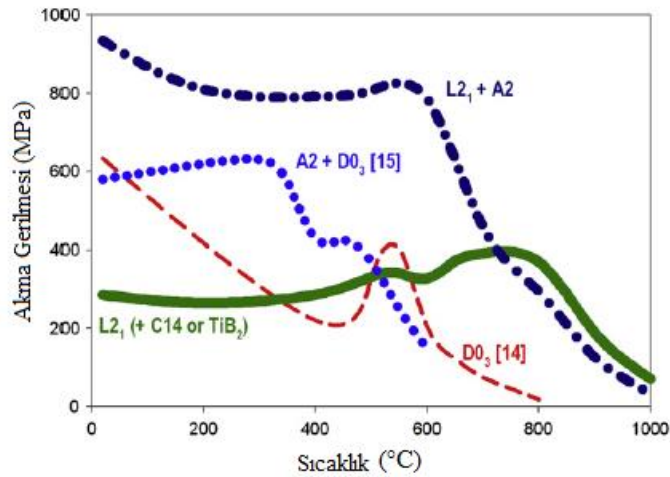
Krein vd., (2009) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada; Ti oranı %8,5-20 arasında, Al oranı %21-25 arasında değişen çeşitli bileşimdeki Fe-Al-Ti alaşımları vakum indüksiyon ergitme yöntemiyle çubuk şeklinde numuneler hazırlamışlar ve bunların yüksek sıcaklık mukavemeti ve sünekliklerini araştırmışlardır. Burada yapılan işlemler, kristal düzeninin artırılması ile mukavemet artırma, borür ya da Laves faz çökeltileri veya L₂₁+A₂ uyumlu mikroyapı ya da bunların karışımı şeklinde olarak özetlemiştir.

Krein vd., (2010) tarafından seçilen alaşımların 900 °C'de basma testindeki akma mukavemeti verileri elde edilmiştir. Bu değerler ve alaşımların sahip oldukları kristal dizilim çizelge 5.1.'de verilmiştir. Mevcut fazlar içerisinde en yüksek $\sigma_{0,2}$ değerine sahip olanı, tek fazlı L₂₁ Laves fazıdır.

Çizelge 5.1. Fe-Al(-Ti) alaşımlarının 900 °C’de basma testindeki karşılaştırmalı akma gerilmeleri (Krein vd., 2010).

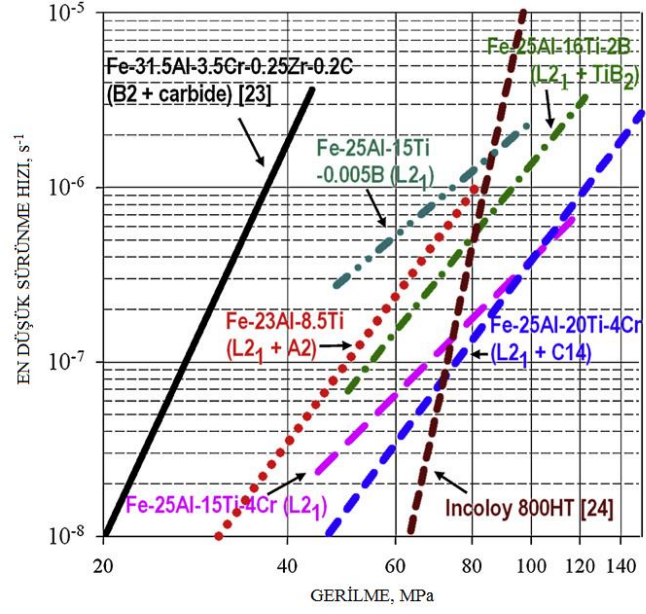
Alaşım Bileşimi, %at	Isıl İşlem Durumu	Faz / Fazlar	900 °C’deki $\sigma_{0,2}$
Fe-25Al	1050 °C - 4 saat	A2	12
Fe-26Al-4Ti	Isıl işlemsiz	B2	35
Fe-25Al-5Ti	1050 °C - 4 saat	B2	90
Fe-25Al -10Ti	1050 °C - 4 saat	L2 ₁	220
Fe-25Al-15Ti	1050 °C - 4 saat	L2 ₁	300
Fe-22,5Al-15Ti	Isıl işlemsiz	L2 ₁ + C14	166
Fe-25Al-15Ti-2Cr	1000 °C - 500 saat	L2 ₁	253
Fe-25Al-15Ti-4Cr	1000 °C - 500 saat	L2 ₁	226
Fe-25Al-15Ti-0,005B	1000 °C - 500 saat	L2 ₁	160
Fe-25Al-15Ti-1B	1000 °C - 500 saat	L2 ₁ + TiB ₂	185
Fe-25Al-16Ti-2B	1000 °C - 500 saat	L2 ₁ + TiB ₂	181
Fe-25Al-20Ti	1000 °C - 500 saat	L2 ₁ + C14	145
Fe-25Al-20Ti-0,005B	Isıl işlemsiz	L2 ₁ + C14	165
Fe-27,5Al-20Ti	Isıl işlemsiz	L2 ₁ + C14	172
Fe-25Al-20Ti-2Cr	1000 °C - 500 saat	L2 ₁ + C14	162
Fe-25Al-20Ti-4Cr	1000 °C - 500 saat	L2 ₁ + C14	163
Fe-23,5Al-20,5Ti	Isıl işlemsiz	L2 ₁ + C14	147
Fe-25Al-25Ti	1000 °C - 500 saat	L2 ₁ + C14	170
Fe-25Al-25Ti	Isıl işlemsiz	L2 ₁ + C14	237
Fe-23Al-8,5Ti	1000 °C - 500 saat	L2 ₁ + A2	128
Fe-21Al-10Ti	1000 °C - 500 saat	L2 ₁ + C14	135

Yapılan yüksek sıcaklık basma deneylerinde elde edilen akma gerilmesi değerleri sıcaklığa bağlı olarak şekil 5.1.’de gösterilmiştir. Şekilden görüleceği üzere 700 °C’ye kadar olan en yüksek akma gerilmesini L2₁+A2 uyumlu çift fazlı alaşım göstermiştir. İkili alaşımlar içinde 500 °C’ye kadar A2+D0₃ uyumlu çift mikroyapılı alaşım, tek fazlı alaşıma kıyasla üçlü sistemdekine benzer şekilde daha yüksek akma gerilmesine sahiptir. 500 °C’nin üzerinde Ti miktarının artması beraberinde L2₁ fazının oluşmasını sağlayarak akma gerilmesini oldukça arttırmıştır. Görünüşe göre bu sadece düzenli dizilimi artırmakla kalmayıp, 700-800 °C arasında yüksek değeri almasını da sağlamıştır.



Şekil 5.1. Sıcaklığa bağlı olarak ikili Fe-Al ve L2₁ Laves fazında Fe-Al-Ti alaşımlarının akma gerilmelerinin karşılaştırılması (Krein vd., 2010)

Seçilen alaşımların sürünme deneylerinde C14 Laves faz çökeltileri ya da karbür fazı çökeltileri L2₁ faz matrisli yapının sürünme direncini daha da artırdığı gözlenmiştir (Şekil 5.2.). 800 °C için geliştirilen ostenitik yapıdaki Fe-Ni-Cr alaşımından geliştirilen ve ticari ismi Incoloy 800HT olan alaşım L2₁ tek fazlı ve L2₁ matris fazı ve çökelti fazları içeren alaşımlar tarafından geride bırakılmıştır. Dikkate alınması gereken bir diğer nokta Fe-Al-Ti alaşımının yoğunluğu Incoloy 800HT'nın sadece %75'i kadardır. Bu demektir ki Laves fazına sahip yüksek Al içeren Fe-Al-Ti alaşımları, Inconel 617 gibi nikel esaslı süper alaşımların yerine, rahatlıkla kullanılabilir (Krein vd., 2010). Spesifik mukavemet gibi yoğunluk ve mukavemetin ilişkili olduğu koşullarda ticari alaşımın yerini alsa dahi yine de kırılgan – sünek geçiş sıcaklıklarının 725 ila 975 °C arasında olması sebebiyle 800 °C uygulamalarında gevrek kırılmaya sebep olacağından yaygın kullanıma geçmesi henüz mümkün değildir.



Şekil 5.2. Fe-Al-Ti esaslı alaşımların 800 °C deki gerilme değerine bağlı olarak en düşük sürünme hızı (Krein et. al., 2010).

6. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada SPS ile elde üretilen ve $L2_1$ fazına sahip Fe-Al-Ti alaşımlarının yüksek sıcaklık mekanik özellikleri incelenmiştir. İlk olarak $Fe_{50}Al_{40}Ti_{10}$, $Fe_{50}Al_{35}Ti_{15}$, $Fe_{50}Al_{30}Ti_{20}$ ve $Fe_{50}Al_{25}Ti_{25}$ olmak üzere dört farklı bileşim seçilmiştir.

6.1. Döküm Çalışmaları

Alfa Aesar tarafından sağlanan Fe %99,97 saflıkta, Al %99,9 saflıkta ve Ti %99,95 saflıkta metalik başlangıç malzemeleri kullanılmıştır. Döküm yapılacak şarj malzemeleri dökümde kullanılacak kalıbın hacmine bağlı olarak, toplam 30 ila 50 gram olacak şekilde 0,0001 gr hassasiyetli terazide tartılarak hazırlanmıştır. Ergitme işlemi $2,3 \times 10^{-1}$ mbar vakum değerine inildikten sonra yüksek safiyette Ar gazı atmosferi oluşturularak, şekil 6.1’de görülen vakum ark ocağında gerçekleştirilmiştir. Homojenliğin sağlanması için her alaşım iki kez bu süreçten geçirildikten sonra metal kalıba dökülmüştür.



Şekil 6.1 Vakum ark ergitme ocağı

6.2. Öğütme Çalışmaları

Döküm parçalar yeterince soğuduktan sonra çekiç yardımıyla 10 mm altına inecek şekilde kaba kırma işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra şekil 6.2’de gösterilen Fritsch Pulverisette 5 bilyalı öğütme cihazında, 20:1 bilya/toz ağırlık oranında sertleştirilmiş çelik

bilyalar ile birlikte 2×250 mL hacimli öğütme kapları (vial) içerisinde 270 d/dak hızda döndürülerek öğütme işlemine tabi tutulmuştur.



Şekil 6.2. Fritsch Pulverisette 5 gezegensel bilyalı öğütücü

6.3. SPS çalışmaları

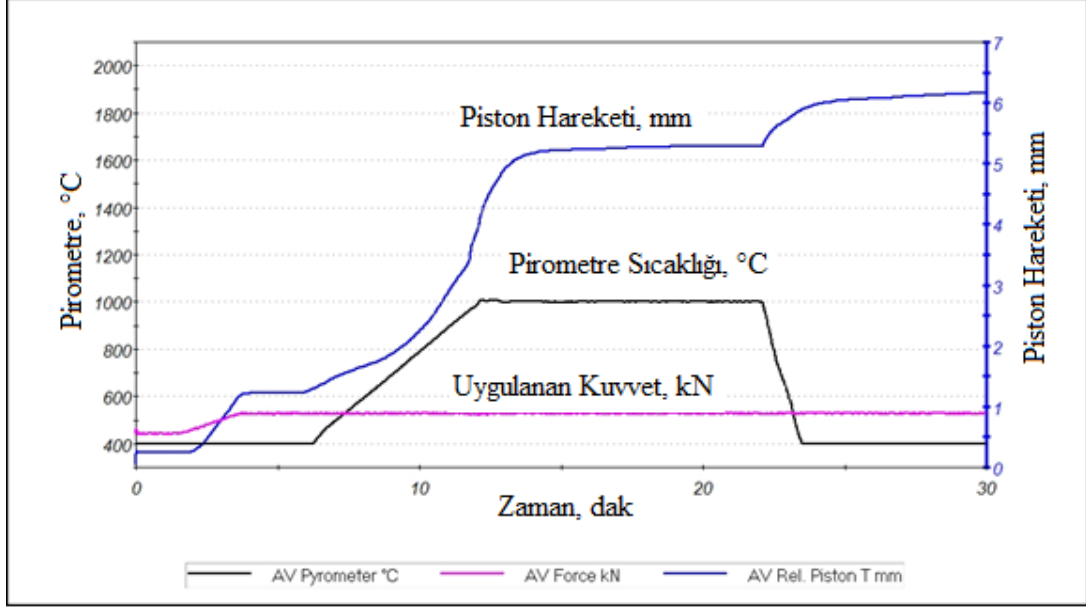
Öğütme sürecinde $-45\ \mu\text{m}$ partikül boyutuna inen tozlar, oksitlenmesini engellemek amacıyla inert atmosfer kabini içerisinde argon atmosferinde paketlenmiştir. SPS işlemleri FCT Systeme marka cihazda gerçekleştirilmiştir. 20 mm çaplı grafit kalıplar kullanılmıştır. Daha iyi iletim ve sıkışmayı sağlamak için kalıp - toz temas yüzeyleri şekil 6.3'te görüldüğü üzere bakır folyo ile sarılmıştır



Şekil 6.3. Grafit kalıp, zımbalar ve bakır folyolar

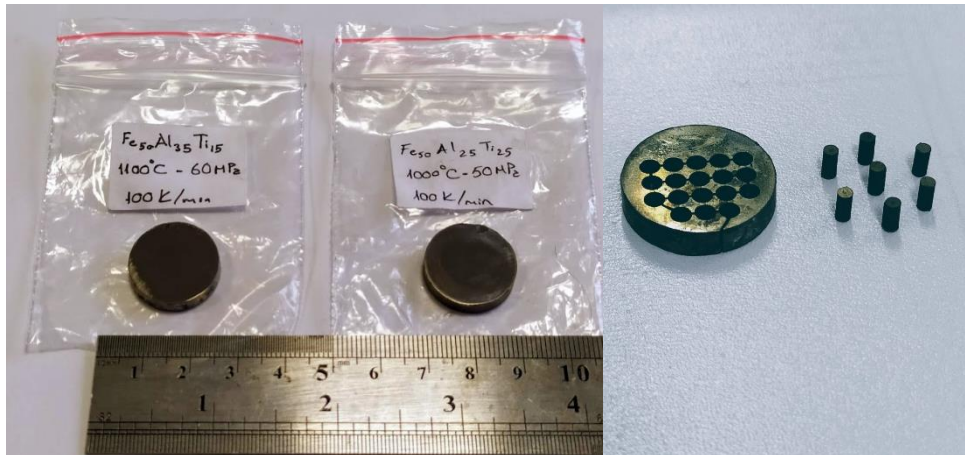
İçerisine sinterlenecek tozların konulduğu kalıp-zimba ikilisine bir ön sıkıştırma kuvveti uygulanarak cihazın sıkıştırma ve ısıtmanın birlikte gerçekleştiği oda bölümüne yerleştirilir. Önce oda vakuma alınır. 400°C 'ye ön ısıtma yapılır. Ardından 1000°C 'ye hızlı ısıtma ve 50MPa'lık sıkıştırma kuvveti uygulanır. Çıkılacak üst sinterleme sıcaklığı ve sıkıştırma basıncının belirlenmesinde bakırın ergime sıcaklığı ($1083\ ^\circ\text{C}$) göz önünde

bulundurulmuştur. Süreç bu şekilde üst sıcaklıkta yaklaşık 10 dakika bekledikten sonra cihaz doğru akım sinyaller vermeyi durdurur ve soğumaya geçilir. Bu arada sıcaklık, sıkıştırma kuvveti ve piston hareketi verileri sürekli kontrol edilir. Bu verilerin bulunduğu diyagram şekil 6.4'te verilmiştir.



Şekil 6.4. SPS süreç kontrol diyagramı

Sinterlenmiş alaşımlardan erozyon yöntemiyle şekil 6.5'te görüldüğü gibi, 2 mm çaplı basma numuneleri çıkarılmıştır.



Şekil 6.5. SPS ile sinterlenmiş parçalar ve tel erozyon ile çıkarılan basma numuneleri

6.4. Yapısal Karakterizasyon Çalışmaları

Sinterlenen alaşımların yapısal incelemeleri, Nikon Eclipse L150 optik mikroskop ve Clemex Vision PE görüntü analiz sistemi ve Hitachi Regulus 8230 FE-SEM taramalı elektron mikroskobu ile gerçekleştirilmiştir. EDS analizlerinde de aynı cihazdan yararlanılmıştır. Dağlayıcı reaktif olarak Ti₂ solüsyonu kullanılmıştır.

Alaşımlardaki fazları tespit etmek için Panalytical EMPYREAN marka X-ışını difraksiyon cihazında Cu K α radyasyonu kullanılarak x-ışını kırınım grafikleri alındı. Faz analizlerinde JCPDS-ICDD (Joint Committee on Powder Diffraction Standards - International Center of Diffraction Data) referans veri tabanı kullanılmıştır. Alaşımlardaki mevcut fazların ve miktarlarının belirlenmesi için XRD ve Rietveld Analizleri gerçekleştirilmiştir.

Alaşımların ısıl davranışını belirlemek için, Perkin Elmer Diamond TG/DTA cihazında oda sıcaklığından 1000 °C'a ısıtıp, geri soğuyacak şekilde 10 °C/dak ısıtma hızında diferansiyel termal analiz yapılmıştır. Alaşımların oksitlenmesini önlemek için 100 ml /dak. hızla Argon gazı geçirilmiştir.

6.5. Mekanik Testler

Üretilen alaşımların sertlik ölçümleri için Future-Tech FM-810 mikrosertlik cihazı kullanılmıştır. 100 gf'luk yük ve 10 s tatbik süresiyle her alaşımdan 5 ölçüm alınarak bu değerlerin aritmetik ortalaması alınmıştır.

Mekanik özellikleri kıyaslamak adına döküm ve sinter alaşımlardan tel erozyon yöntemi ile 2 mm çapında 3,5 mm yüksekliğinde basma numuneleri çıkarılmıştır.

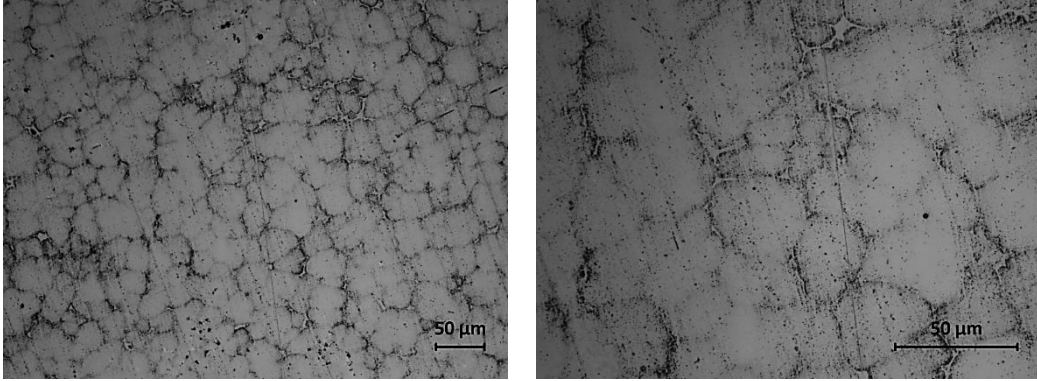
Oda sıcaklığı ve yüksek sıcaklık basma testleri için Shimadzu AG-IS 250 kN mukavemet test cihazı kullanılmıştır. Deformasyon hızı 10⁻⁴ s⁻¹ olarak belirlenmiştir.

7. BULGULAR VE TARTIŞMA

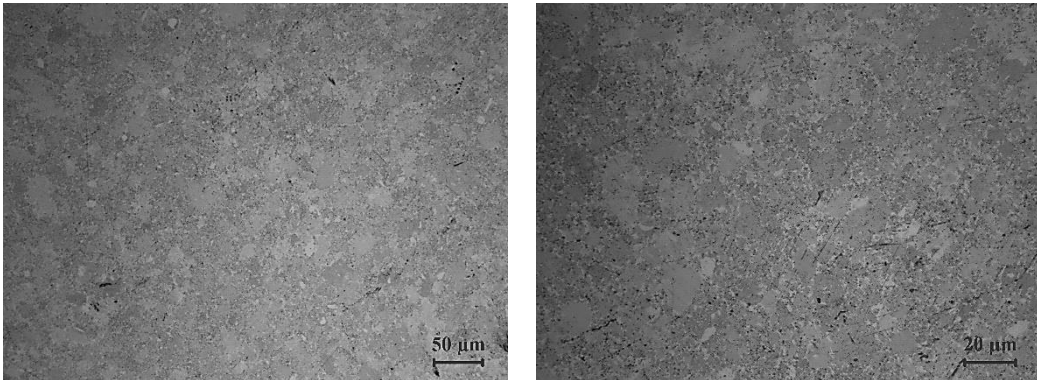
Bu bölümde üretilen alaşımların karakterizasyon işlemleri ve yapılan mekanik testlerin sonuçları alt başlıklar şeklinde irdelenecektir.

7.1. Alaşımların Yapısal Karakterizasyonu

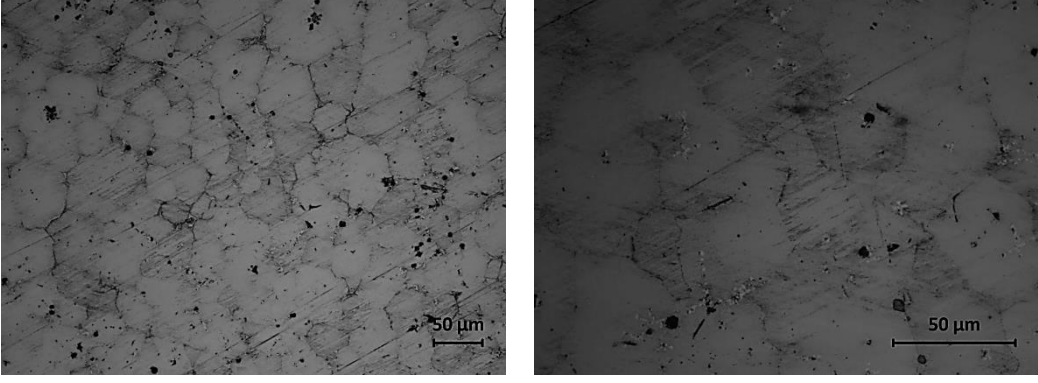
Numunelerin metalografik incelemesi için sırasıyla 400 – 800 – 1000 ve 1200 meş zımpara ile zımparalanmış 3 μ 'luk elmas pasta ile kaba parlatma 1 μ 'luk elmas pasta ile ince parlatma yapılmıştır. “Ti2” reaktifi ile (68 mL gliserin + 16 mL HNO₃ + 16 mL HF) 20 sn pamukla sürtme yöntemi ile dağlama yapılmıştır. Mikroskopik inceleme için Nikon Eclipse L150 marka optik mikroskop kullanılmıştır. Alaşımların 200x ve 500x büyütme değerlerindeki mikroyapı fotoğrafları şekil 7.1-8 verilmiştir.



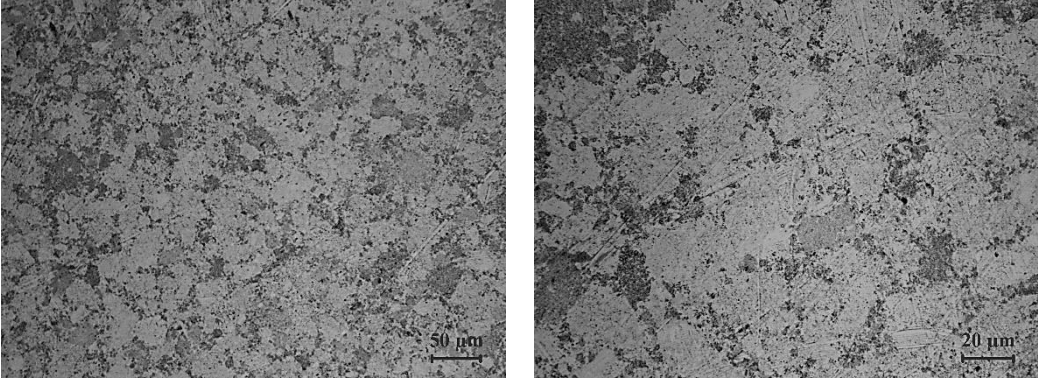
Şekil 7.1. Fe₅₀Al₄₀Ti₁₀ döküm alaşımının optik mikroskop görüntüsü



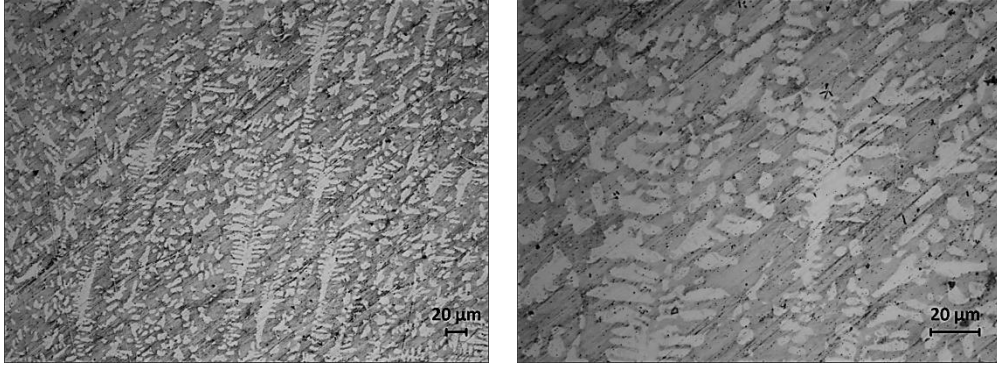
Şekil 7.2. Fe₅₀Al₄₀Ti₁₀ SPS alaşımının optik mikroskop görüntüsü



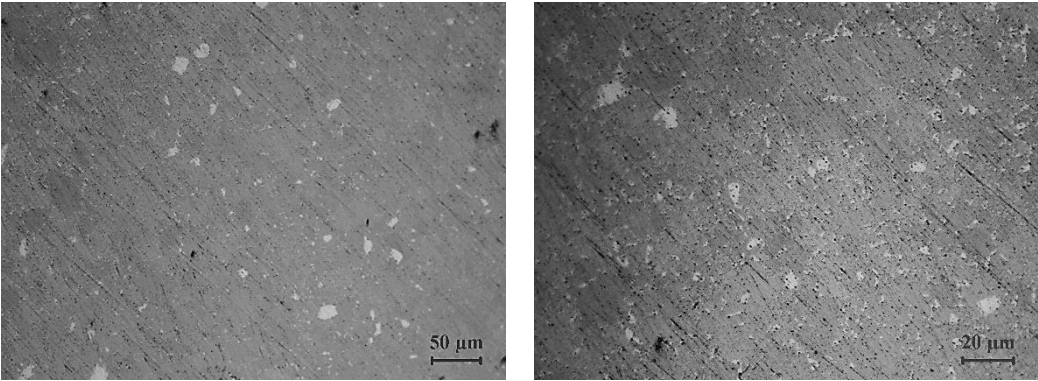
Şekil 7.3. Fe₅₀Al₃₅Ti₁₅ döküm alaşımının optik mikroskop görüntüsü



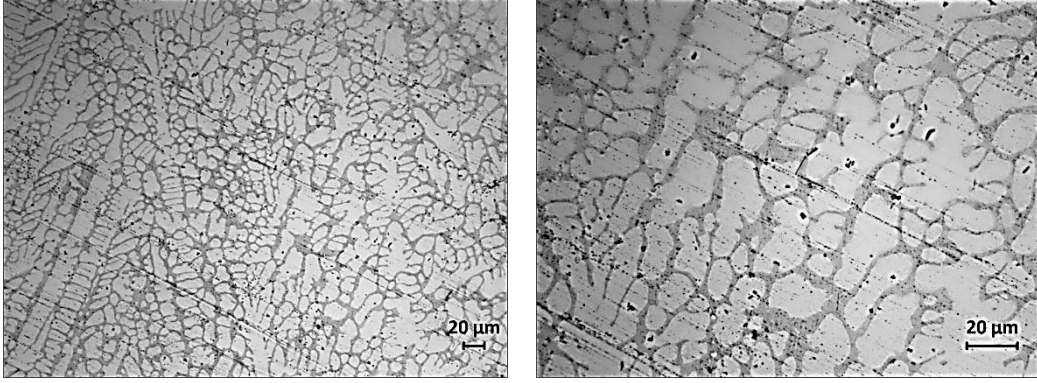
Şekil 7.4. Fe₅₀Al₃₅Ti₁₅ SPS alaşımının optik mikroskop görüntüsü



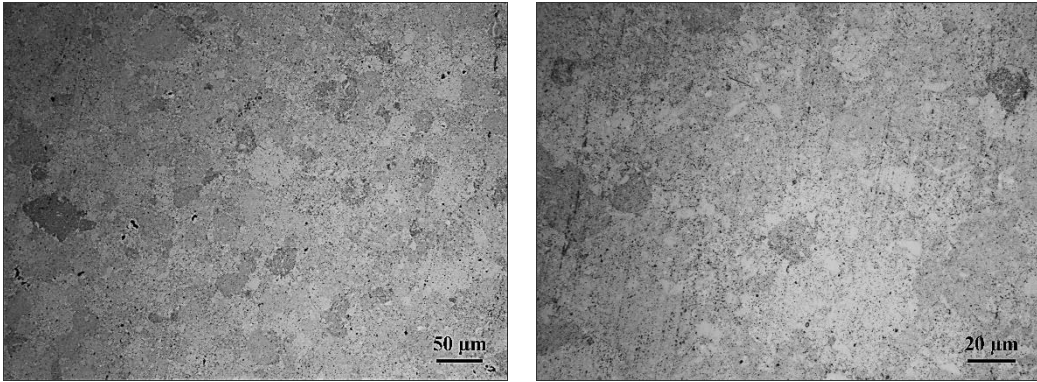
Şekil 7.5. Fe₅₀Al₃₀Ti₂₀ döküm alaşımının optik mikroskop görüntüsü



Şekil 7.6. Fe₅₀Al₃₀Ti₂₀ SPS alaşımının optik mikroskop görüntüsü



Şekil 7.7. $Fe_{50}Al_{25}Ti_{25}$ döküm alaşımının optik mikroskop görüntüsü



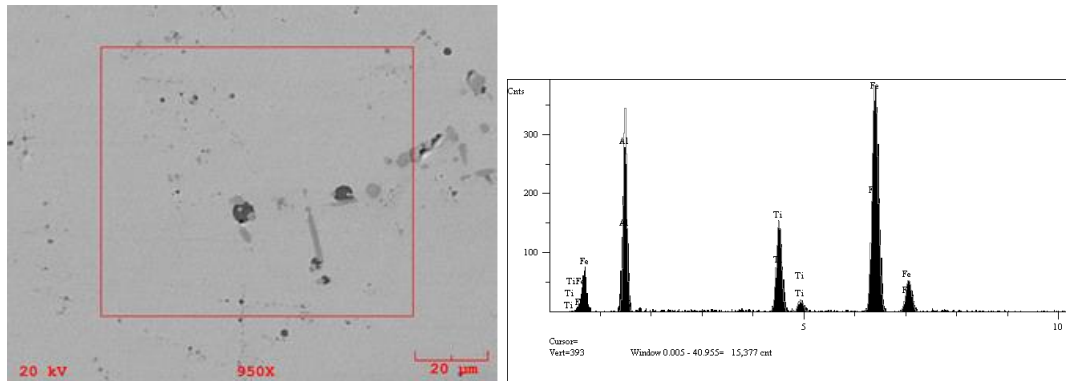
Şekil 7.8. $Fe_{50}Al_{25}Ti_{25}$ SPS alaşımının optik mikroskop görüntüsü

Mikroyapılar incelendiğinde tek faz içeren alaşımlarda yapı $L2_1$ (Fe_2AlTi) fazından oluşmaktadır. Matris fazı içerisinde açık renk görünümdeki ikinci $C14[Ti(Fe,Al)_2]$ fazıdır. % Ti miktarı arttıkça $C14$ Laves fazı da artmaktadır. Görüntülerdeki siyah noktalar numune hazırlamadan kaynaklı hatalardır. Alaşımların içerdiği faz/faz karışımları Çizelge 7.1’de listelenmiştir.

Çizelge 7.1. Alaşımların içerdiği fazlar

Fe	Al	Ti	Döküm	SPS
50	40	10	$L2_1$	$L2_1$
50	35	15	$L2_1$ + az miktarda ikincil faz	$L2_1$ + az miktarda $C14$
50	30	20	$L2_1$ + $C14$	$L2_1$ + $C14$
50	25	25	$L2_1$ + $C14$	$L2_1$ + $C14$

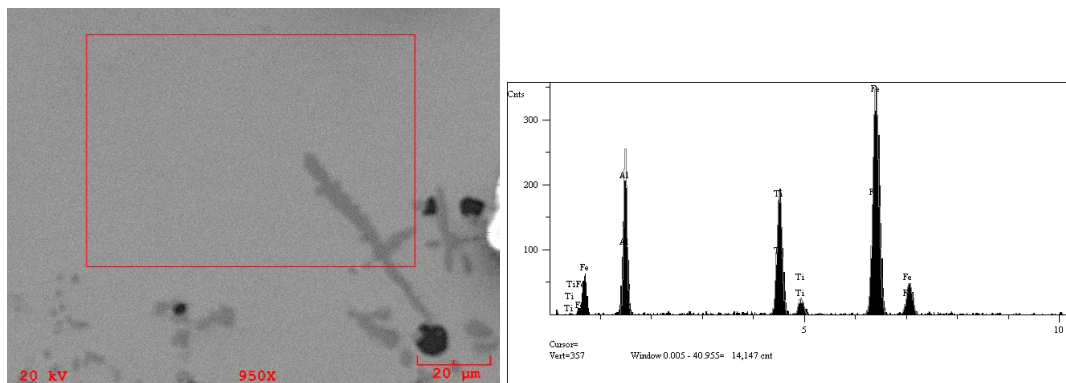
SEM görüntülemeleri Hitachi Regulus 8230 FE-SEM taramalı elektron mikroskobu ile gerçekleştirilmiştir. Görüntülemelerde ikincil elektron (SE) ve geri saçılımlı elektron (BSE) dedektörleri kullanılmıştır. Burada öncelikle alaşımların bileşim kontrolleri yapılmıştır. Döküm ve SPS ile üretilen alaşımların elementel analizleri SEM - EDS ile gerçekleştirilmiştir. Alaşımların EDS analiz sonuçları sırasıyla Şekil 7.9-16 ve Çizelge 7.2-9'da verilmiştir.



Şekil 7.9. $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{40}\text{Ti}_{10}$ döküm alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu

Çizelge 7.2. $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{40}\text{Ti}_{10}$ döküm alaşımının EDS analizi sonuçları

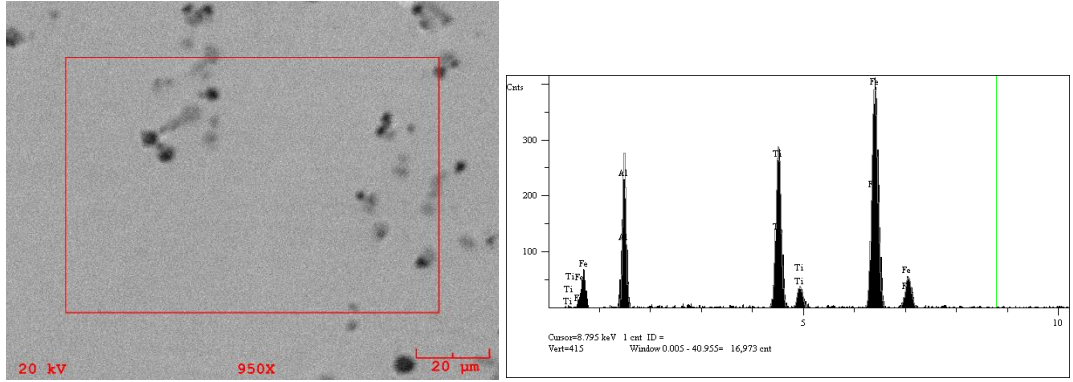
	Fe	Al	Ti
Nominal	50,0	40,0	10,0
EDS	50,027	38,264	11,709



Şekil 7.10. $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{35}\text{Ti}_{15}$ döküm alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu

Çizelge 7.3. $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{35}\text{Ti}_{15}$ döküm alaşımının EDS analizi sonuçları

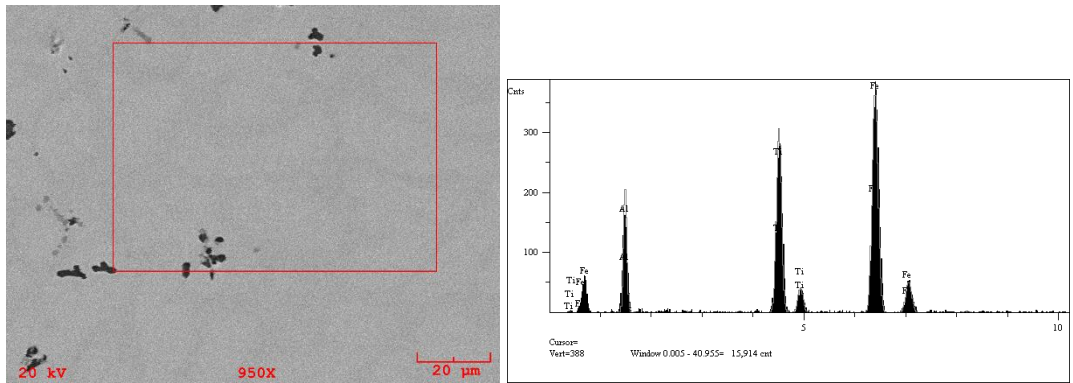
	Fe	Al	Ti
Nominal	50,0	35,0	15,0
EDS	51,290	32,438	16,273



Şekil 7.11. $Fe_{50}Al_{30}Ti_{20}$ döküm alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu

Çizelge 7.4. $Fe_{50}Al_{30}Ti_{20}$ döküm alaşımının EDS analizi sonuçları

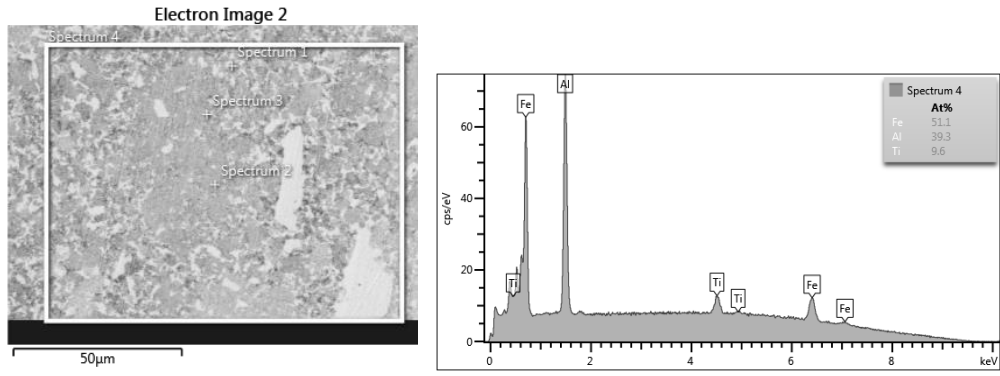
	Fe	Al	Ti
Nominal	50,0	30,0	20,0
EDS	49,295	29,600	21,105



Şekil 7.12. $Fe_{50}Al_{25}Ti_{25}$ döküm alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu

Çizelge 7.5. $Fe_{50}Al_{25}Ti_{25}$ döküm alaşımının EDS analizi sonuçları

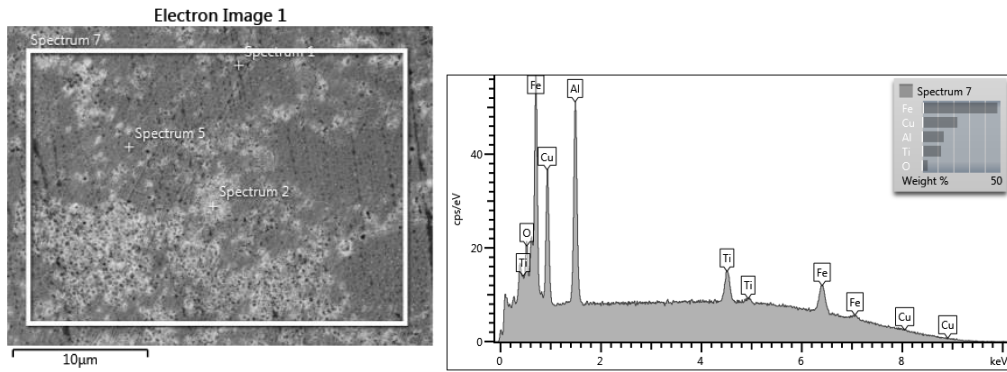
	Fe	Al	Ti
Nominal	50,0	25,0	25,0
EDS	50,650	24,579	24,770



Şekil 7.13. $Fe_{50}Al_{40}Ti_{10}$ SPS alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu

Çizelge 7.6. $Fe_{50}Al_{40}Ti_{10}$ SPS alaşımının EDS analizi sonuçları

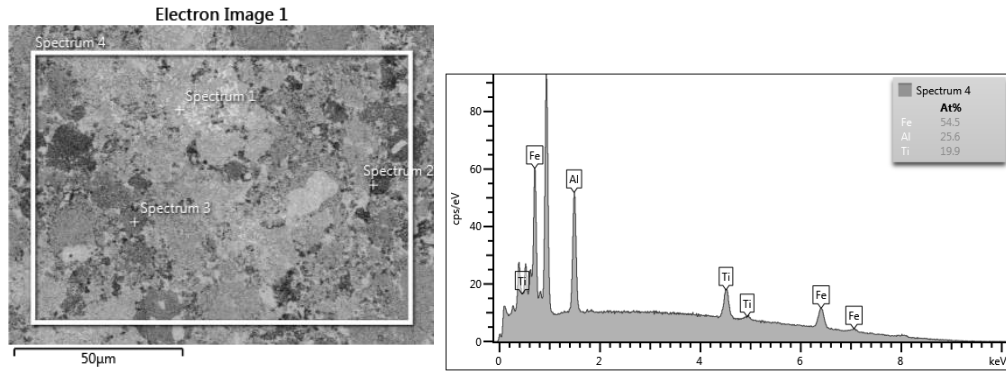
	Fe	Al	Ti
Nominal	50,0	40,0	10,0
EDS	51,1	39,3	9,6



Şekil 7.14. $Fe_{50}Al_{35}Ti_{15}$ SPS alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu

Çizelge 7.7. $Fe_{50}Al_{35}Ti_{15}$ SPS alaşımının EDS analizi sonuçları

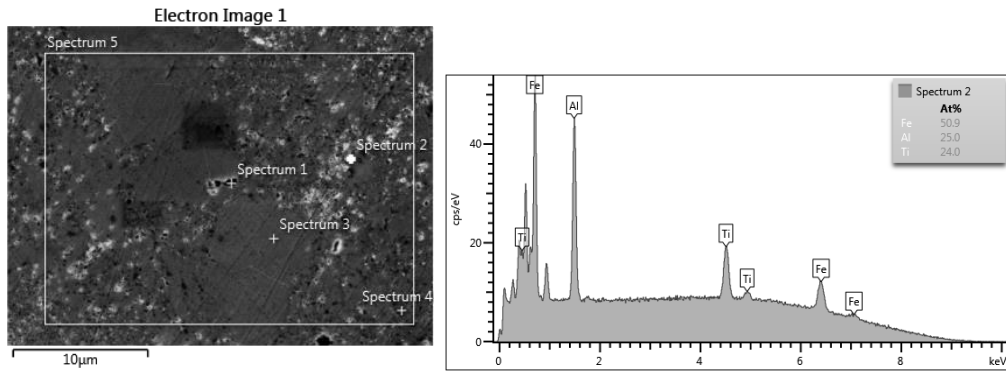
	Fe	Al	Ti
Nominal	50,0	35,0	15,0
EDS	54,4	30,7	14,9



Şekil 7.15. $Fe_{50}Al_{30}Ti_{20}$ SPS alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu

Çizelge 7.8. $Fe_{50}Al_{30}Ti_{20}$ SPS alaşımının EDS analizi sonuçları

	Fe	Al	Ti
Nominal	50,0	30,0	20,0
EDS	54,5	25,6	19,9

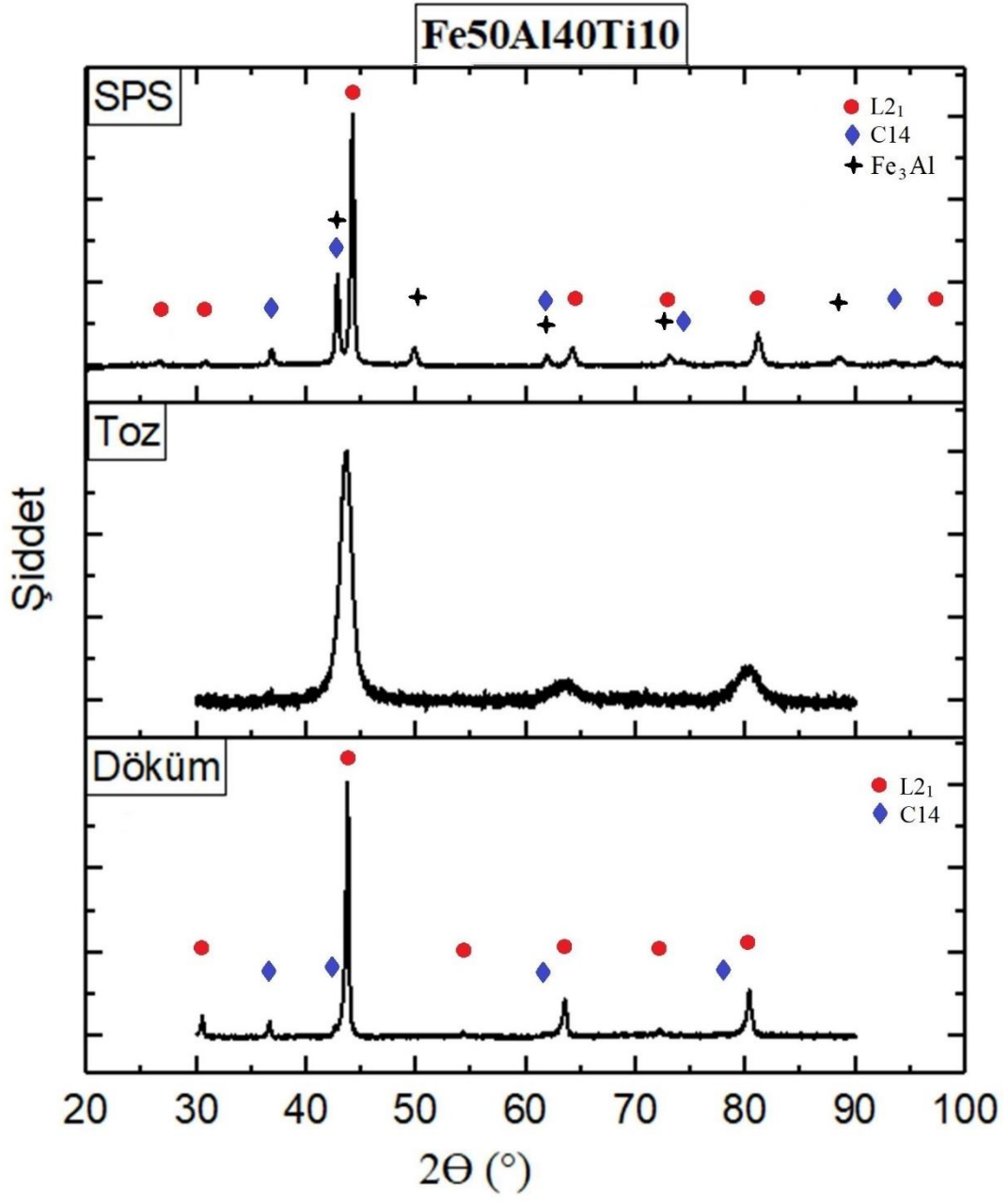


Şekil 7.16. $Fe_{50}Al_{25}Ti_{25}$ SPS alaşımının analiz edilen bölge SEM görüntüsü ve EDS analiz spektrumu

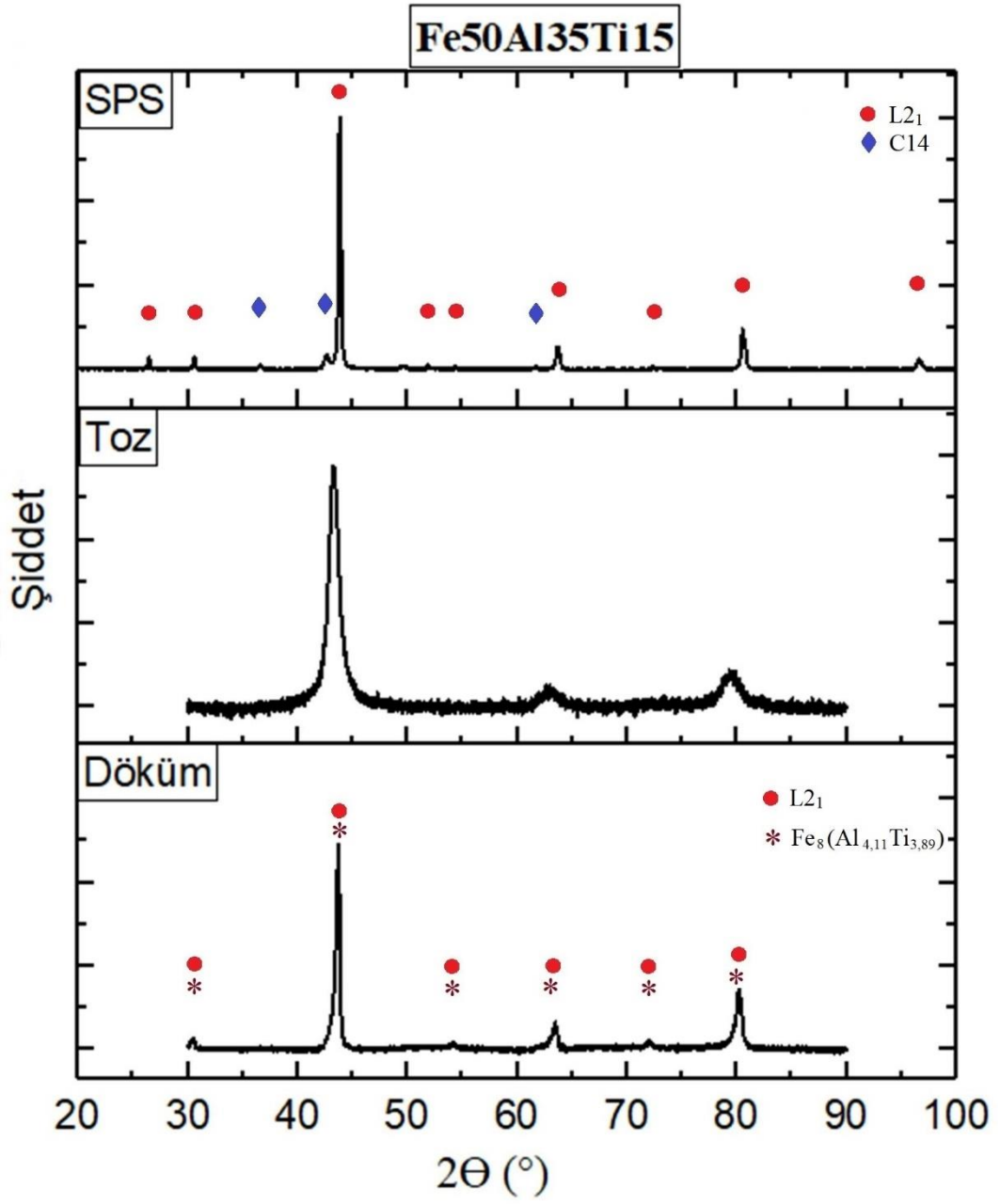
Çizelge 7.9. $Fe_{50}Al_{25}Ti_{25}$ SPS alaşımının EDS analizi sonuçları

	Fe	Al	Ti
Nominal	50,0	25,0	25,0
EDS	52,4	25,1	22,4

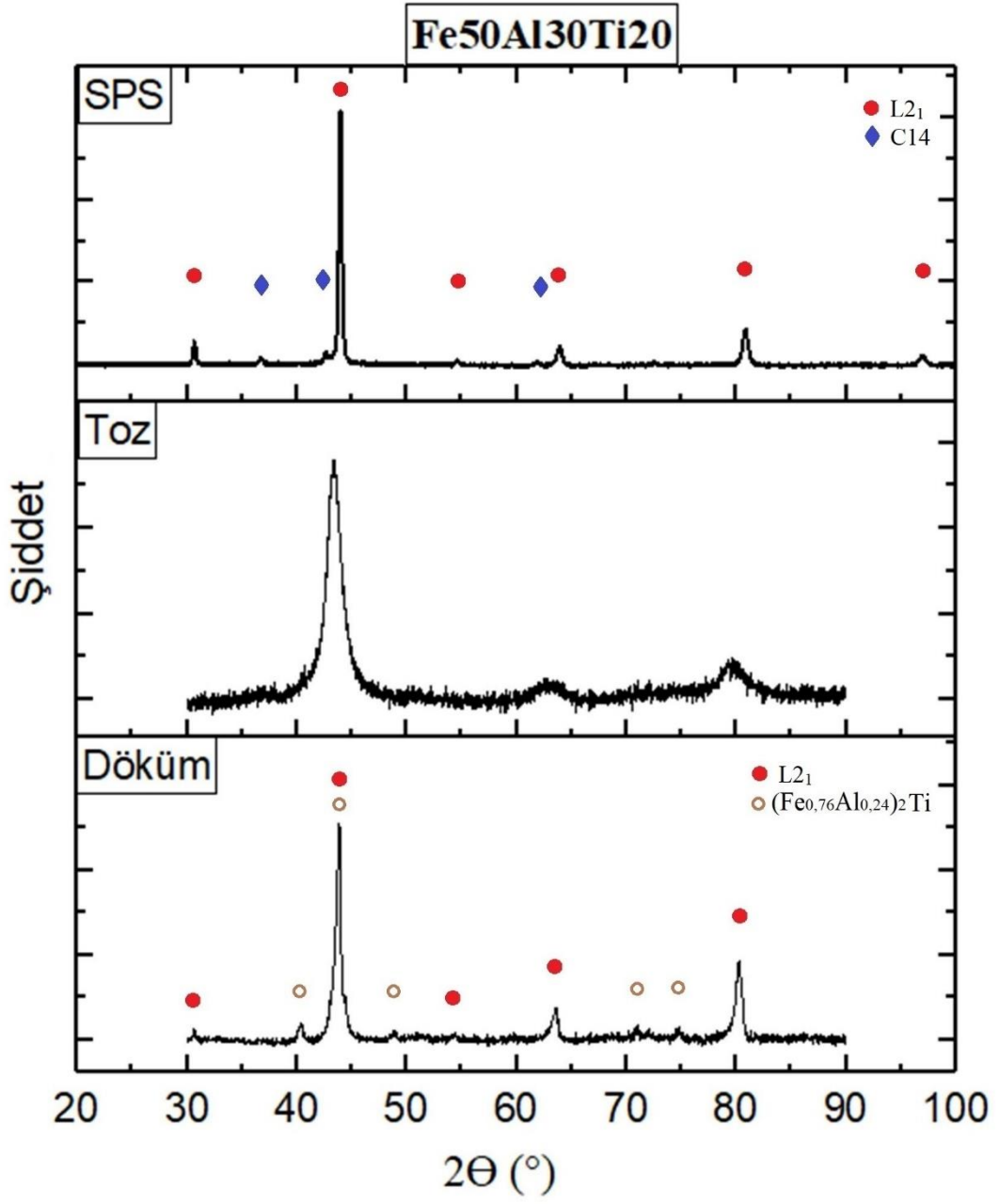
Alaşımın döküm, öğütme ve SPS sonrası X-ışını difraksiyon pikleri kıyaslamalı olarak şekil 7.17-21’de gösterilmiştir.



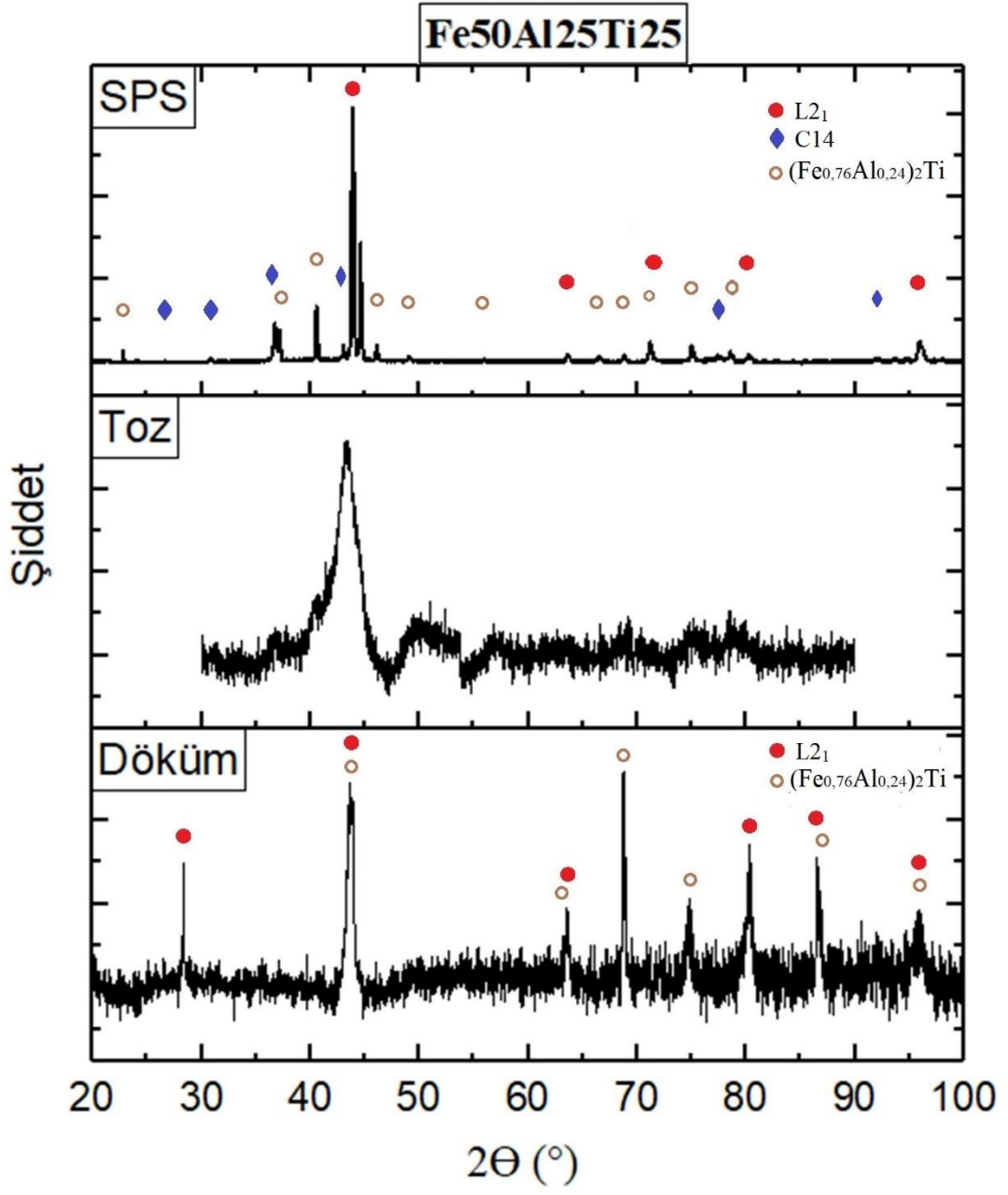
Şekil 7.17. Fe₅₀Al₄₀Ti₁₀ alaşımlarına ait XRD pikleri



Şekil 7.18. Fe₅₀Al₃₅Ti₁₅ alaşımlarına ait XRD pikleri



Şekil 7.19. Fe₅₀Al₃₀Ti₂₀ alaşımlarına ait XRD pikleri

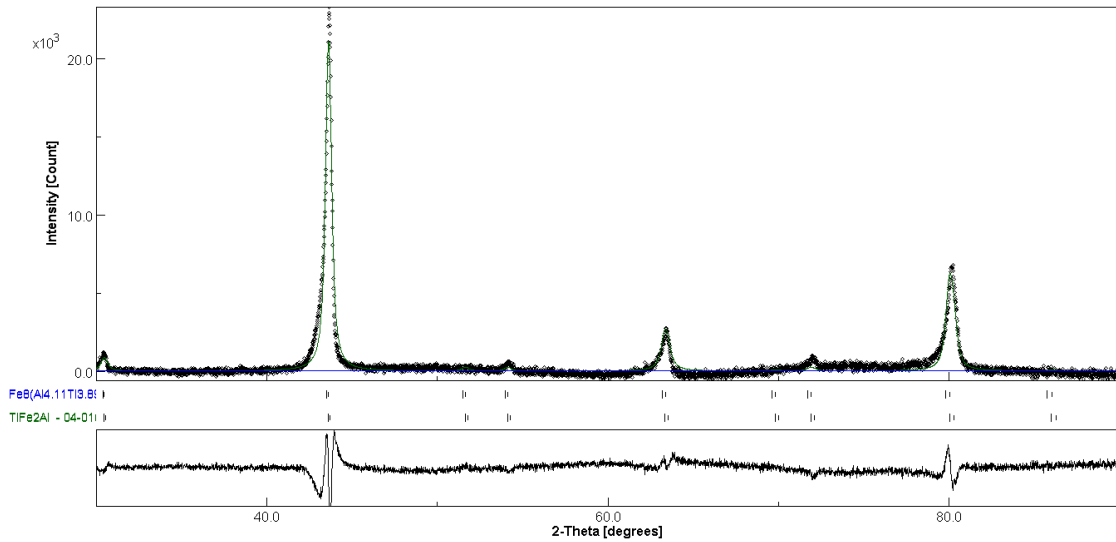


Şekil 7.20. Fe₅₀Al₂₅Ti₂₅ alaşımlarına ait XRD pikleri

Alařımların ierdiđi fazların hacimsel oranlarını hesaplamada Rietveld analizi kullanılmıřtır. izelge 7.10'da bu deđerler listelenmiřtir. Rietveld analizi yapılan ekran grnm Őekil 7.21 de verilmiřtir.

izelge 7.10. Alařımların Rietveld Analiz Sonuları

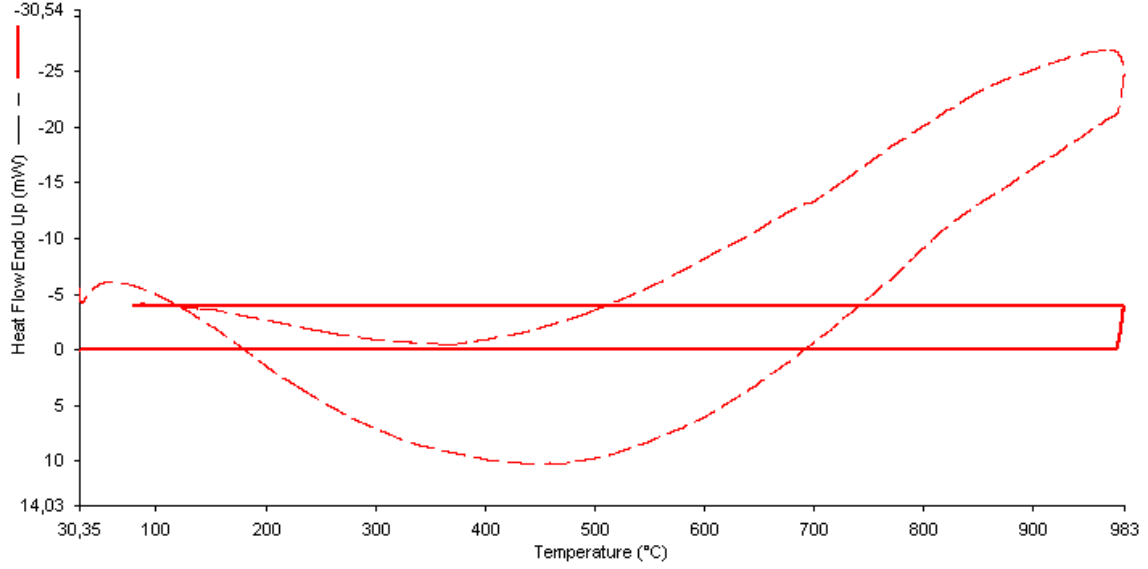
Alařım	Faz / Fazlar	Hacimsel oran %
Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀ (dkm)	L2 ₁ + C14	90,01 + 9,99
Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀ (SPS)	L2 ₁ + C14+ Fe ₃ Al	60,83 + 14,41 + 24,76
Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅ (dkm)	L2 ₁ + Fe ₈ (Al _{4,11} Ti _{3,89})	96,40 + 3,60
Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅ (SPS)	L2 ₁ + C14	96,95 + 3,05
Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀ (dkm)	L2 ₁ + Ti _{0,2} FeAl _{0,79}	94,11 + 5,89
Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀ (SPS)	L2 ₁ + C14	94,52 + 5,48
Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅ (dkm)	L2 ₁ + Ti(Fe _{0,76} Al) ₂	32,22 + 67,78
Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅ (SPS)	L2 ₁ + C14 + Ti(Fe _{0,76} Al) ₂	44,08 + 7,82 + 48,10



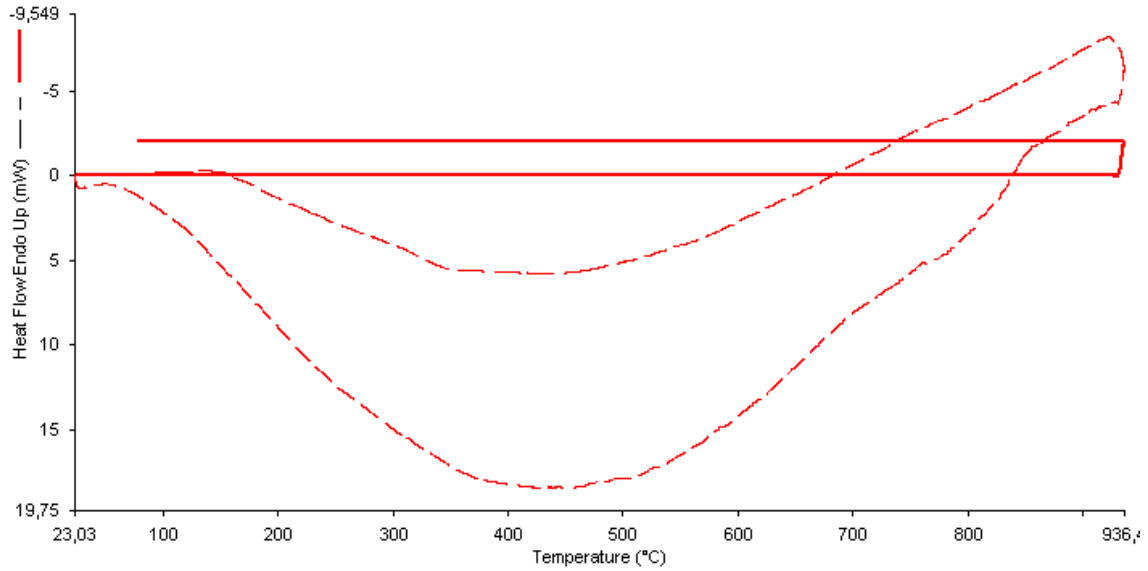
Őekil 7.21. Rietveld Analizi ekran grnm

7.2. Alařımların Isıl Karakterizasyonu

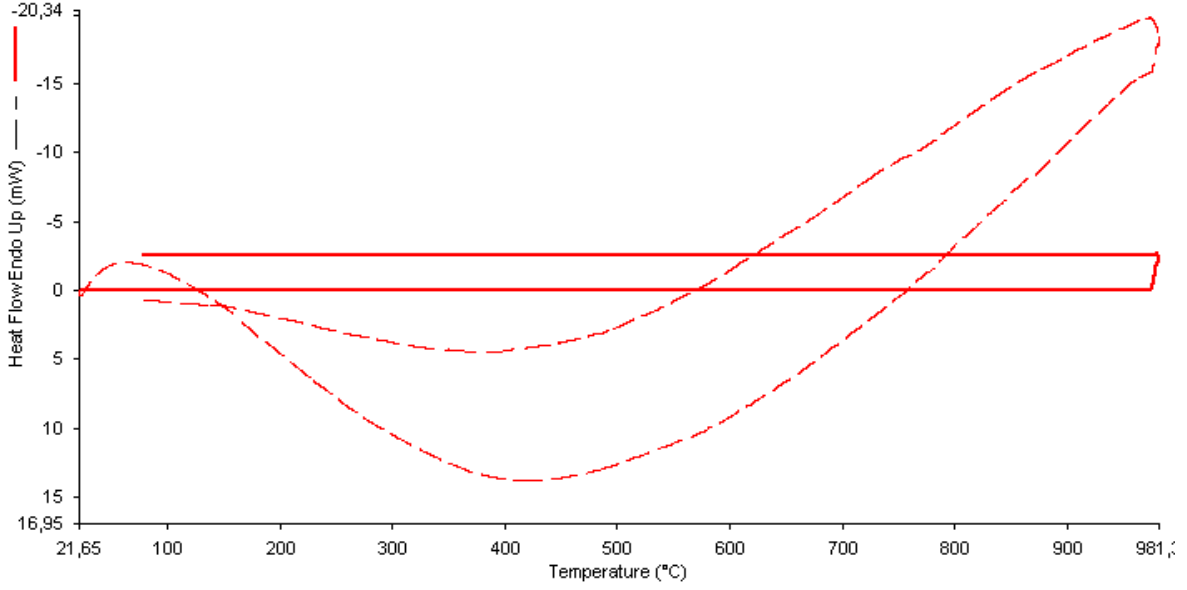
SPS alařımların 1000 °C'ye kadar olan sıcaklıklarda herhangi bir faz donüşümü olup olmadığını belirlemek amacıyla diferansiyel termal analizi (DTA) yapılmıřtır. Elde edilen eđriler Őekil 7.22-25'te verilmiřtir.



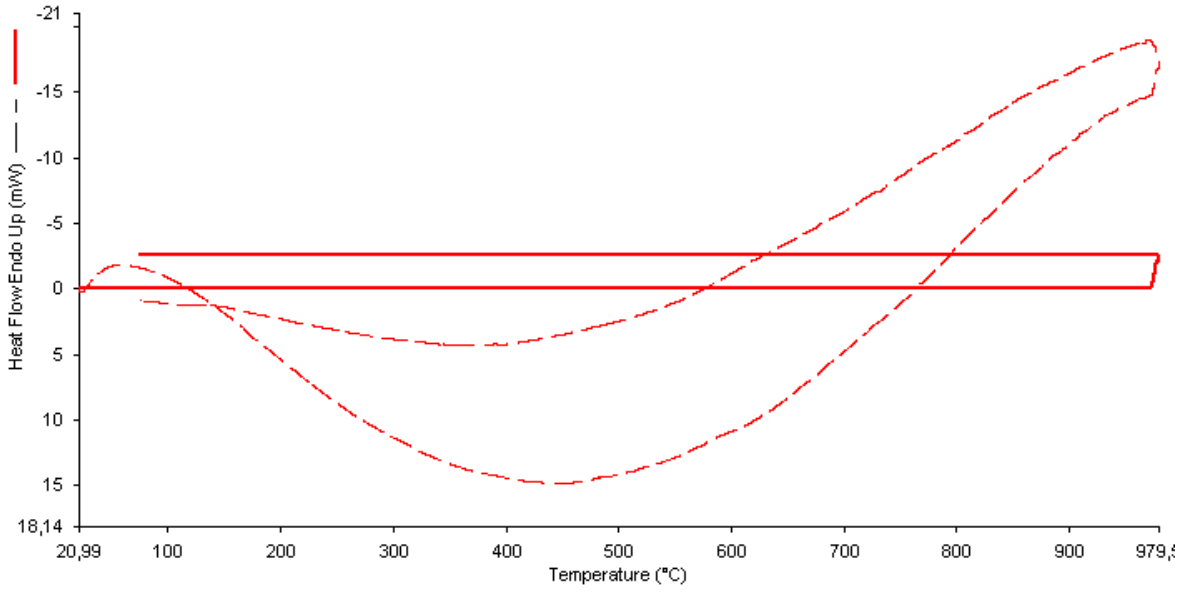
Őekil 7.22. Fe₅₀Al₄₀Ti₁₀ alařımının DTA eđrisi



Őekil 7.23. Fe₅₀Al₃₅Ti₁₅ alařımının DTA eđrisi

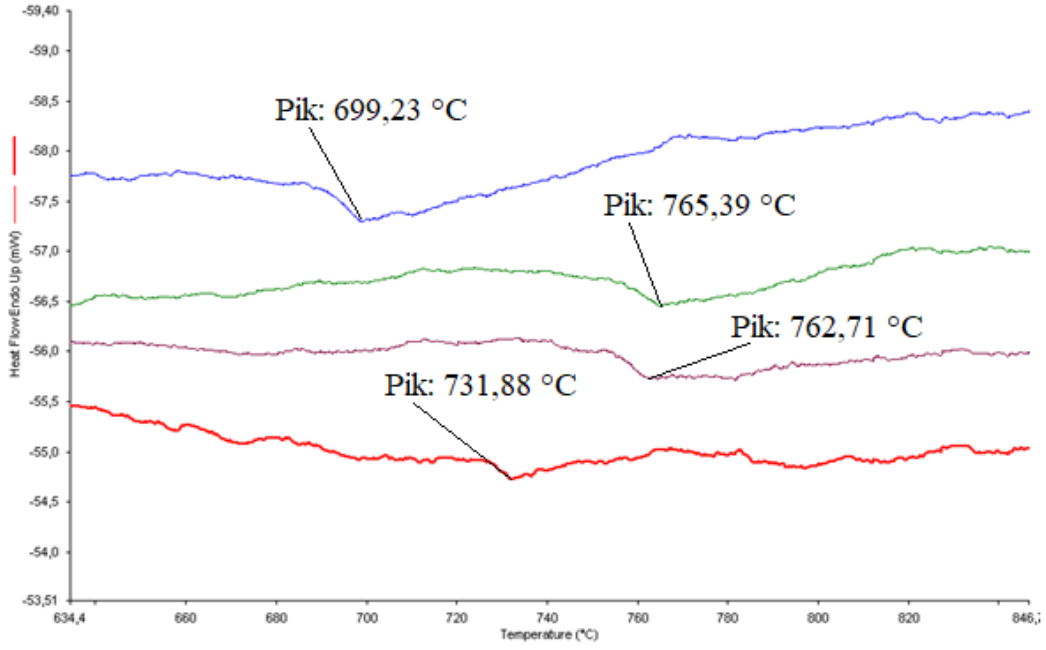


Şekil 7.24. $Fe_{50}Al_{30}Ti_{20}$ alaşımının DTA eğrisi



Şekil 7.25. $Fe_{50}Al_{25}Ti_{25}$ alaşımının DTA eğrisi

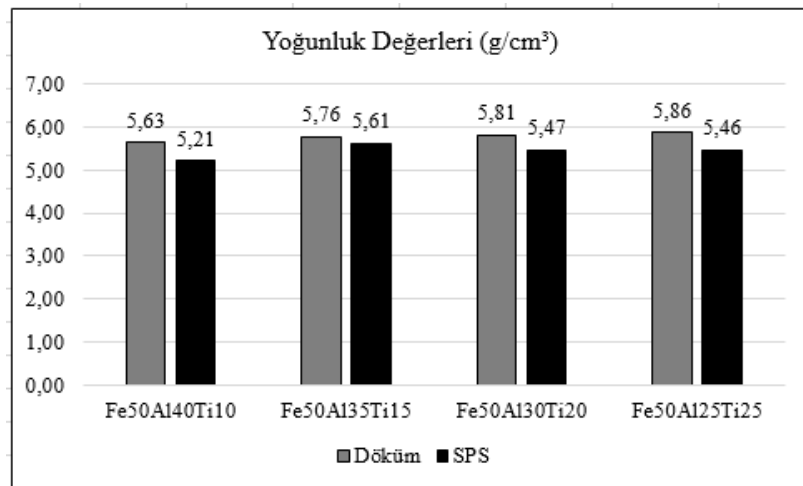
10 °C/dak. Isıtma hızı ile oda sıcaklığından başlayıp 1000 °C değerine kadar yapılan ısıtma, 10 dakika zirve sıcaklıkta bekleme ve ardından aynı hızda yapılan soğutma işleminden elde edilen DTA eğrileri incelendiğinde alaşımlarda faz dönüşümüne dair büyük enerjili bir ekzotermik veya endotermik reaksiyon gözlenmemiştir. Sadece Şekil 7.26’da gösterildiği gibi, manyetik dönüşümün gerçekleştiği Curie sıcaklıkları tespit edilebilmiştir. Bu sonuç literatürde Krein ve Palm’ın yaptığı çalışmadaki sonuçlar ile uyumludur (Krein ve Palm, 2009).



Şekil 7.26. Alaşımların manyetik dönüşüm (Curie) sıcaklıkları

7.3. Alaşımların Yoğunluk Değerleri

Döküm ve SPS yöntemiyle üretilen alaşımların yoğunluklarının belirlenmesinde Arşimet prensibinden yararlanılmıştır. Elde edilen sonuçlar şekil 7.27’de grafik şeklinde gösterilmiştir.

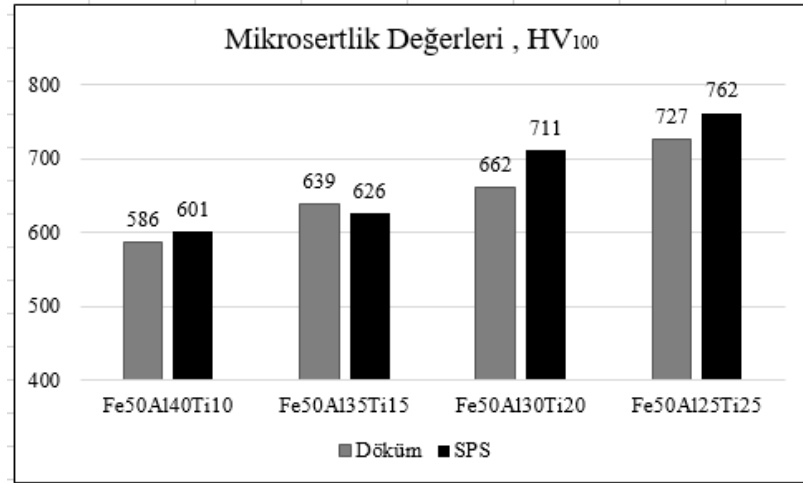


Şekil 7.27. Alaşımların yoğunluk değerleri

Döküm parçalarda yoğunluk artan Ti miktarına bağlı olarak 5,63 den 5,86 g/cm³ değerine yükselmiştir. SPS alaşımlarda ise yoğunluk Ti miktarı ile artmayıp 5,21 ile 5,61 g/cm³ arasında değişmektedir. Döküm alaşımların yoğunluklarına oranlandığında % 93-97 arasında olduğu görülmektedir. SPS alaşımlarda % 2,6-7,5 oranında porozite bulunmaktadır.

7.4. Alaşımların Sertlik Değerleri

Alaşımların sertlik değerlerini belirlemek amacıyla çıkarılan numunelere 100 g yük 10 saniye uygulanarak mikrosertlik değerleri ölçülmüş ve sonuçlar kıyaslama açısından şekil 7.28’de verilmiştir. Şekilden görüleceği üzere SPS alaşımların sertlik değerleri, döküm alaşıma göre biraz daha yüksektir. Aynı zamanda alaşım içerisindeki Ti miktarı arttıkça sertlik değerleri de artmaktadır.

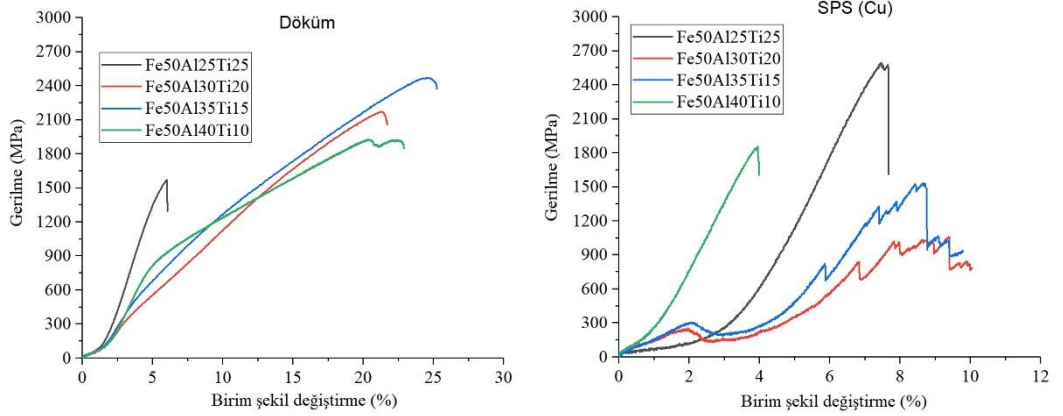


Şekil 7.28. Alaşımların mikrosertlik değerleri

7.5. Oda Sıcaklığı ve Yüksek Sıcaklık Basma Deneyleri

Alaşımlardan çıkarılan basma deney numuneleri oda sıcaklığında ve 900 °C’de basma testine tabi tutulmuştur. Kıyaslamalı olarak Gerilme – Birim Şekil Değiştirme diyagramları verilmiştir. Testler 1×10^{-4} sn⁻¹ deformasyon hızında gerçekleştirilmiştir. Deneylerden elde edilen sonuçlar şekil 7.29-31’da ve çizelge 7.11-13’de verilmiştir.

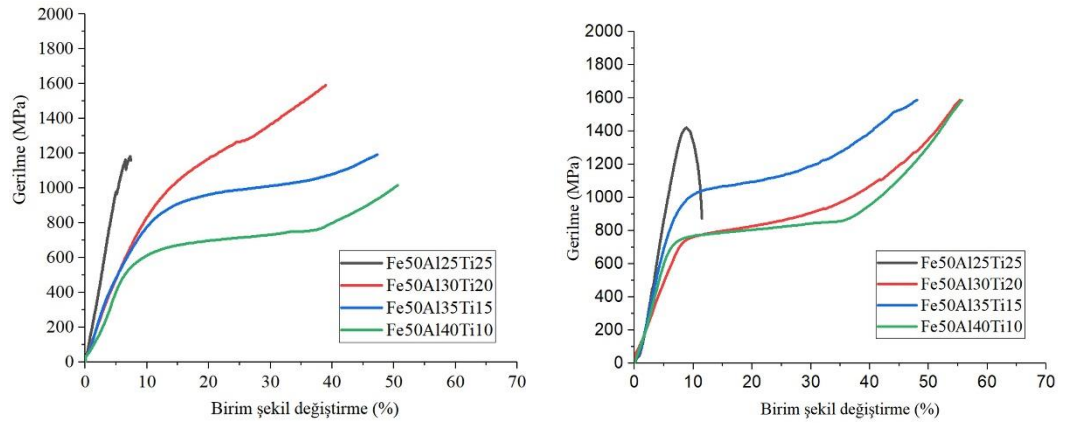
Ancak yüksek sıcaklık basma testinde, seramik basma çeneleri kullanıldığından maksimum 5000 N yükleme yapılabilir. Ayrıca çenelerin birbirine zarar vermemesi açısından test numunesinin boyu göz önünde bulundurularak çenenin hareketi sınırlandırılmıştır. Bu sebeple yüksek sıcaklık testlerindeki maksimum gerilme değerleri ve şekil değiştirme verilerinin kıyaslanması doğru değildir.



Şekil 7.29. Oda sıcaklığındaki basma testi grafikleri

Çizelge 7.11. Oda sıcaklığındaki basma testi sonuçları

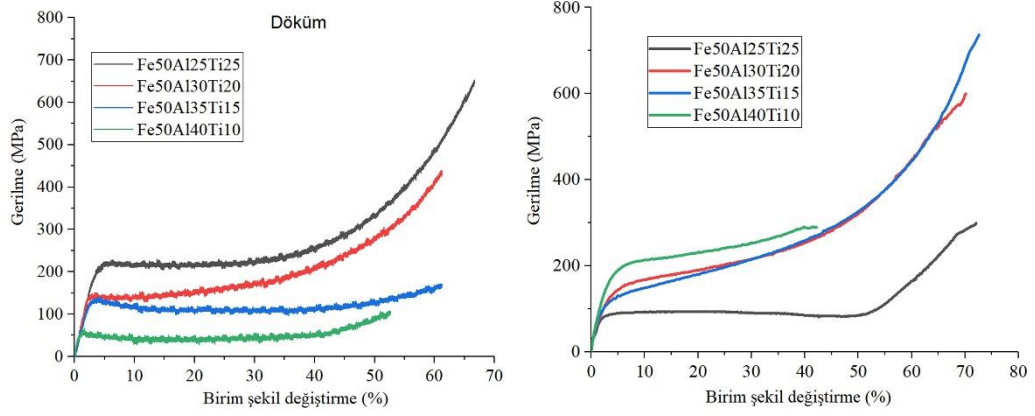
Alaşım	Döküm			SPS		
	σ_{ak} (MPa)	σ_{maks} (MPa)	e %	σ_{ak} (MPa)	σ_{maks} (MPa)	e %
Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀	788	1928	22,9	1685	1860	3,9
Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅	923	2468	25,2	823 (!)	1531	9,8
Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀	1455	2172	21,7	840 (!)	1060	10,0
Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅	1500	1570	6,5	1383	2596	7,7



Şekil 7.30. 600°C'deki basma testi grafikleri

Çizelge 7.12. 600°C'deki basma testi sonuçları

Alaşım	Döküm			SPS		
	σ_{ak} (MPa)	σ_{maks} (MPa)	e %	σ_{ak} (MPa)	σ_{maks} (MPa)	e %
Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀	480	1016	51	647	1592	56
Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅	528	1193	47	727	1592	48
Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀	576	1592	39	678	1592	55
Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅	965	1183	7,4	1065	1421	12



Şekil 7. 31. Döküm alaşımların 900 °C'deki basma testi grafikleri

Çizelge 7.13. Döküm alaşımların 900 °C'deki basma testi sonuçları

Alaşım	Döküm			SPS		
	σ_{ak} (MPa)	σ_{maks} (MPa)	e %	σ_{ak} (MPa)	σ_{maks} (MPa)	e %
Fe ₅₀ Al ₄₀ Ti ₁₀	65	108	52	142	290	42
Fe ₅₀ Al ₃₅ Ti ₁₅	122	173	52	106	736	72
Fe ₅₀ Al ₃₀ Ti ₂₀	132	439	61	127	600	70
Fe ₅₀ Al ₂₅ Ti ₂₅	192	650	67	80	300	72

Fe-Al alaşımlarına eklenen Ti miktarı arttıkça öncelikle A2 katı eriyiği oluşur. Daha sonra B2 metallere arası bileşiği ve daha da artan Ti miktarı ile L₂₁ fazı elde edilir. Tek fazlı alaşımlar kıyaslandığında en yüksek akma mukavemetine sahip olan yapı L₂₁ fazıdır. Laves fazı veya TiB₂ gibi çökeltiler akma mukavemetini daha fazla arttırmamaktadır.

Literatür incelendiğinde $L2_1$ esaslı alaşımların yüksek sıcaklıklardaki akma mukavemeti değerleri incelendiğinde ikincil fazın çok etkili olduğu görülmüştür. Örneğin $L2_1$ fazı ile uyumlu α katı eriyiği faz karışımına sahip malzemeler en yüksek mukavemet değerlerini gösterirken, $L2_1$ matris fazı içerisinde C14 Laves fazı ya da TiB_2 gibi çökeltiler bulunuyorsa nispeten düşük mukavemet değerleri sergiler.

8. SONUÇ VE ÖNERİLER

$L2_1$ yapısındaki Fe-Al-Ti alaşımlarının yüksek sıcaklık mekanik özellikleri incelendiği bu tez kapsamında üretilen alaşımların yapısal karakterizasyonu ve mekanik testleri sonucunda elde edilen bulgular aşağıdaki gibi özetlenebilir:

- Normal şartlarda Kıvılcımlı Plazma Sinterleme işleminde kullanılacak toz, herhangi bir atomizasyon yöntemiyle veya mekanik öğütme ya da kriyojenik öğütme ile elde edilen elementel tozların mekanik alaşımlandırılmasıyla hazırlanırken bu çalışmada farklı olarak elementel şarj malzemelerinin vakum ark ergitme fırınında dökülmesinin ardından mekanik öğütme ile başlangıç tozları elde edilmiştir. Elde edilen tozların XRD paternleri incelendiğinde düzenli yapıların keskin ince pikleri yerine düzenli dizilimin bozulduğu geniş şiddetli pikler görülmüştür.
- Geleneksel yöntemde tozların oksitlenmesi sinterlenmeye engel oluştururken, SPS sürecinde oksit partikülleri sinterlenmeye engel olamamış ve 1000 °C' ta çok kısa sürede (10 dakika) sinterleme işlemi tamamlanmış ve tam yoğunluğa yakın alaşımlar üretilmiştir.
- Normal şartlarda gerçekleştirilen SPS sürecinde toz ve kalıp malzemesi arasında sıkılaştırıcı ve sinyal geçirici olarak grafit kullanılmakta iken, sinterlenmiş yapıda karbür fazları oluşmaktadır. Bu çalışmada farklı olarak karbür fazı oluşumunu engellemek amacıyla demir içerisinde çözünmeyen, kolay şekillendirilen ve iyi bir iletken olan bakır kullanılmıştır. Ancak bakırın düşük ergime sıcaklığına sahip oluşu nedeni ile sinterleme için gerekli olan 1100 °C sıcaklığa ulaşamamakta ve yine sinterleme için gerekli olan 60 MPa sıkıştırma basıncının sağlanamaması daha yoğun bir malzeme elde edilmesini önlemektedir.
- Alaşımlar tek $L2_1$ fazı ya da $L2_1$ yanında artan Ti miktarına bağlı olarak C14 Laves fazı içermiştir. Ayrıca döküm ve SPS metotlarıyla üretilen alaşımların mekanik özellikleri kıyaslandığında SPS yönteminin olumlu sonuçlar verdiği görülmüştür.

- Döküm ve SPS alaşımlarda yapılan EDS analizi sonuçlarında alaşımı oluşturan elementlerin istenilen bileşim değerine yakın alaşımların üretildiği belirlenmiştir.
- Döküm ve SPS alaşımlarda XRD ile oluşan fazlar incelendiğinde beklenen L2₁ fazının oluştuğu ancak bunun yanında C14, Fe-Al, Ti-Fe-Al gibi ikincil ve üçüncül fazların oluştuğu belirlenmiştir.
- SPS alaşımlarda yapılan DTA analizi sonucunda 1000 °C'ye kadar faz dönüşümü gözlenmemiştir. Ancak 700-760 °C aralığında manyetik dönüşümün gerçekleştiği Curie sıcaklıkları tespit edilmiştir.
- Döküm ve SPS alaşımların yoğunluk ölçümleri sonucunda döküm alaşımlarda en düşük Ti içeren alaşım 5,63 g/cm³ yoğunluk değerine sahipken en yüksek Ti içeren alaşım 5,86 g/cm³ değerine sahiptir ve Ti miktarı ile yoğunluk değerleri arasında lineerlik vardır. SPS alaşımların aynı bileşimdeki döküm alaşımlara kıyasla yoğunluk yüzdeleri % 93-97 arasında değişmektedir.
- Döküm ve SPS alaşımlarda yapılan mikrosertlik testi sonucunda Ti artıca sertlik değerinin % 24'e ulaşan oranda sertlik değerleri artmıştır. Döküm alaşımlarında SPS alaşımlarına göre sertlik değerleri % 7'ye ulaşan oranda azalmıştır.
- Oda sıcaklığı, 600 °C ve 900 °C etkisindeki döküm ve SPS alaşımlarda yapılan basma testleri sonucunda oda sıcaklığında en iyi akma dayanımı 1500 MPa ile Fe₅₀Al₂₅Ti₂₅ döküm alaşımında görülürken, 600 °C'de en iyi akma dayanımı 1065 MPa ile Fe₅₀Al₂₅Ti₂₅ SPS alaşımında görülmüştür. 900 °C'de ise en iyi akma dayanımını 192 MPa ile Fe₅₀Al₂₅Ti₂₅ döküm alaşımında görülmüştür. Oda sıcaklığında yapılan basma deneyinde SPS alaşımlarında porozite nedeni ile kırılmanın parçalı bir şekilde gerçekleştiği görülmüştür.

Bu çalışmanın sonucunda porozitenin SPS alaşımların mekanik test sonuçlarını olumsuz etkilediği, bundan dolayı L2₁ yapısındaki Fe-Al-Ti alaşımlarında oda sıcaklığı ve yüksek sıcaklık dikkate alındığında porozite içermeyen SPS Fe₅₀Al₂₅Ti₂₅ alaşımlarının üretilmesi ve kullanılması önerilir. Mikrosertlik sonuçlarına göre daha sert bir alaşım için SPS Fe₅₀Al₂₅Ti₂₅ alaşımlarının tercih edilmesi önerilir. Demir alüminat malzemelerin çevresel ortam koşullarına karşı dayanımlarının belirlenmesi amacıyla SPS ile üretilen

alařımların farklı ortamlardaki aşınma ve korozyon testlerinin de gerekleřtirilmesi bundan sonraki alıřmalar iin nerilir.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Alonso, P.R., Gargano, P.H., Bozzano, 2011, Combined ab initio and experimental study of A_2+L_2 coherent equilibria in the Fe-Al-X (X=Ti, Nb, V) systems, *Intermetallics*, 19, 1157-1167
- ASM Handbook Vol 2, 1991
- Balasubramaniam, R., 2002, Hydrogen in iron aluminides, *Journal of Alloys and Compounds*, 330-332, 506-510
- Banerjee, P., Balasubramaniam, R., 1998, Hydrogen diffusivity in iron aluminides determined by subscale microhardness profiling, *Scripta Materialia*, Vol. 39, No.9, 1215-1219
- Cavaliere, P., 2019, *Spark Plasma Sintering of Materials*, ISBN 978-3-030-05327-7 (eBook), Springer, 3-20
- Chakraborty, S.P., Sharma, I.G., Bose, D.K., 1998, A study on the preparation of iron aluminium based intermetallic alloy by aluminothermic smelting technique, *Journal of Alloys and Compounds*, 280, 255-261
- Cinca, N., Lima, C.R.C., 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
- Çavdar, U., Atik, E., 2011, Geleneksel ve Hızlı Sinterleme Yöntemleri, *CBÜ Soma MYO Teknik Bilimler Dergisi*, Cilt:1 Sayı:15
- German, R.M., 2007, *Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri*, Türk Toz Metalurjisi Derneği Yayınları: 5, Uyum Ajans, Ankara
- Itoi, T., Mineta, S., Kimura, H., Yoshimi, K., Hirohashi, 2010, M., Fabrication and wear properties of Fe_3Al -based composites, *Intermetallics* 18, 2169-2177
- Jiraskova, Y., Pizurova, N., Friak, M., Janikovic, D., 2020, Structural and magnetic study of Fe- Al_{20} -(Ti,Nb) Alloys, *Acta Physica Polonica A*, Vol 137, No:5, 835-838
- Krein, R., Friak, M., Neugebauer, J., Palm, M., Heilmaier, M., 2010, L_2 -ordered Fe-Al-Ti alloys, *Intermetallic*, 18, 1360-1364
- Krein, R. and Palm, M., 2009, Characterization of microstructures, mechanical properties and oxidation behavior of coherent A_2+L_2 Fe-Al-Ti, *J.Mater. Res.*, Vol 24, No. 11, 3412-3421
- Krein, R. And Palm, M., 2007, Two-fold flow stress anomaly in L_2 -ordered Fe-Al-Ti-based alloys, *Materials Science & Engineering A*, 460-461, p174-179

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Kupka, M., Stepien, K., Kulak, K., 2011, Effect of hydrogen on room-temperature plasticity of B2 iron aluminides, *Corrosion Science* 53, 1209-1213
- Liu, C.T., George, E.P., 1996, Recent advances in alloy design of Ni_3Al alloys, *Proceedings of the International Symposium on Nickel and Iron Aluminides: Processing, Properties and Applications*, 21-31
- Morris, D.G., Muños-Morris, M.A., 2005, Intermetallics: past, present and future, *Revista de Metalurgia Madrid Vol. Extr.*, 498-501
- Özdemir, Ö., 2004, Ni-Al intermetalik malzemeler, *Metalurji dergisi*, Nisan, 137, 57-63
- Palm, M., Lacaze, J., 2006, Assesment of the Al-Fe-Ti system, *Intermetallics*, 14, 1291-1303.
- Palm, M., 2005, Concepts derived from phase diagram studies for the strengthening of Fe-Al based alloys, *Intermetallics*, 13, 1286-1295
- Palm, M., Sauthoff, G., 2004, Deformation behaviour and oxidation resistance of single-phase and two-phase $L2_1$ -ordered Fe-Al-Ti alloys, *Intermetallics*, 12, 1345-1359
- Prochazka, I., Vlasak, T., Cizek, J., Lukac, F., Liedke, M. O., Anwand. W., Jiraskova, Y., Janickovic, D., 2020, Quenched-in vacancies and hardening Fe-Al intermetallics, *Acta Physica Polonica A*, Vol 137, No 2, 255-259
- Sharma, G., Gaonkar, K.B., Singh, P.R., 2007, Effect of Cr addition on pitting behaviour of iron aluminide intermetallic, *Materials Letters* 61, 971-973
- Sharma, G., Awasthi, R., Chandra, K., 2010, A facile route to produce Fe-Al intermetallic coatings by laser surface alloying, *Intermetallics* 18, 2124-2127
- Sikka, 1999, V.K., Intermetallic-based high-temperature materials, *Corrosion '99 conference paper*
- Šima, V., Cieslar, M., Çelikyürek, İ., Torun, O., Chraska, T., 2013, Fully dense fine grained FeAl based intermetallics prepared by spark plasma sintering method, in *PRICM: 8 Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing*
- Stoloff, N.S., 1998, Iron aluminides: present status and future prospects, *Materials Science and Engineering A258*, 1-14
- Sundar, R.S., Baligheid, R.G., Prasad, Y.V.R.K., Sastry, D.H., 1998, Processing of iron aluminides, *Materials Science and Engineering A258*, 1998, 219-228

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Vogel, D., Hotař, A., Vogel, A., Palm, M. and Renner, F.U., Corrosion behaviour of Fe-Al(-Ti) alloys in steam, *Intermetallics*, 18, 2010, 1375-1378
- Von Keitz, A. and Sauthoff, G., Laves phases for high temperatures – part II: Stability and mechanical properties, *Intermetallics*, 10, 2002, 497-510
- Xie, G., 2013, Spark plasma sintering: a useful technique to develop large-sized bulk metallic glasses, *J. Powder Metall Min*, Volume:2, Issue:2 e109
- Yıldırım, M., 2014, Design and Development of iron aluminium intermetallic compounds for structural applications at high temperatures, Doktora tezi, Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, 169s
- Zamanzade, M., Barnoush, A., Motz, C., 2016, A review on the properties of iron aluminide intermetallics, *Crystals* 2016,6,10, 1-29s