



T.C.
BATMAN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BOR TOZU İLAVESİNİN SHS YÖNTEMİ İLE
ÜRETİLEN NiAl ve Ni₃Al ALAŞIMLARINA
ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

Serkan BATI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

**Aralık-2017
BATMAN
Her Hakkı Saklıdır**

TEZ BİLDİRİMİ

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.

Serkan BATI

Tarih:

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

BOR TOZU İLAVESİNİN SHS YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN NiAl VE Ni₃Al ALAŞIMLARINA ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Serkan BATI

Batman Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Bahattin İŞCAN

2017, 65 Sayfa

Jüri

Doç. Dr. Bahattin İŞCAN

Doç. Dr. Hüseyin AYDIN

Yrd. Doç. Dr. Haluk KEJANLI

Nikel alüminyum intermetalik bileşikler son yıllarda geleneksel malzemelerin yerine birçok sektörde kullanılmaya başlanmış malzemeler olup, farklı çalışma koşullarına uygunlukları nedeniyle teknolojik anlamda cazip hale gelmişlerdir. Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS) yöntemi ileri bir malzeme üretim tekniği olup her geçen gün hızla gelişmekte ve yayılmaktadır. En büyük avantajı sentezleme için devamlı bir enerji tüketimi gerekmemesi, dolayısıyla maliyetinin düşük olmasıdır. Yapılan tez çalışmasında amaç Ni₃Al ve NiAl intermetalik bileşiklerinin SHS yöntemiyle sentezlenmesi ve belirli oranlarda mikronize bor tozu ilavesinin etkilerinin incelenmesi olmuştur. Yapılan incelemeler neticesinde bor tozu ilavesinin artmasıyla gözenekliliğin azaldığı ve malzemelerin mukavemetini öncelikle yükseldiği daha sonrasında düşürdüğü belirlenmiştir. Ayrıca tane boyutunu küçülttüğü ve mikrosertliği artırdığı belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: NiAl, Ni₃Al, intermetalik bileşikler, SHS, bor.

ABSTRACT

MS THESIS

**INVESTIGATION OF THE EFFECTS OF BORON POWDER ADDITION ON
NiAl AND Ni₃Al ALLOYS PRODUCED BY SHS PROCESS**

Serkan BATI

**THE GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCE OF
BATMAN UNIVERSITY
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
IN MECHANICAL ENGINEERING**

Advisor: Assoc. Prof. Dr. Bahattin İŞCAN

2017, 65 Pages

Jury

Advisor Assoc. Prof. Dr. Bahattin İŞCAN

Assoc. Prof. Dr Hüseyin AYDIN

Assist. Prof. Dr. Haluk KEJANLI

Nickel aluminum intermetallic compounds have been used in many sectors in recent years instead of conventional materials and have become technologically interesting due to their suitability at different operating conditions. Self-propagating high-temperature synthesis (SHS) is an advanced material manufacturing technique that is rapidly evolving and spreading. The biggest advantage of the process is that the continuous consumption of energy is not required for synthesis and therefore the operating cost is low. The aim of this study is to synthesize Ni₃Al and NiAl intermetallic compounds by SHS method and to investigate the effects of boron addition at certain ratios. As a result of the investigations, it was determined that the boron addition reduced the porosity and decreased the strength of the samples after a certain amount. It has also been determined that boron addition reduces grain size and increases microhardness.

Keywords: NiAl, Ni₃Al, intermetallic compounds, SHS, boron.

ÖNSÖZ

Bir üretim tekniđi olan SHS, kendiliđinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezlemesi metodu, ile seramikler, karbürler, nitrürler, borürler, intermetalikler vs. gibi birçok malzeme başarılı bir şekilde üretilebilmektedir. Bu tekniđin en büyük artısı ürünlerin birçok üretim tekniđinin aksine sürekli bir enerjiye ihtiyaç duyulmadan üretilebilmesidir.

Bu teknik ile daha önceden arařtırmacılar tarafından birçok kez gözenekli NiAl ve Ni₃Al intermetalik bileřikleri üretilmiř ve katkı maddelerinin malzemenin yapısına ve özelliklerine etkileri arařtırılmıřtır. Ancak yapılan çalıřmalar malzemenin yapısını ve katkı maddelerinin etkilerini tam olarak anlamak için henüz yeterli görülmemektedir.

Bu çalıřmada SHS tekniđi ile bor katkılı NiAl ve Ni₃Al intermetalik bileřikleri gözenekli bir şekilde üretilmiřtir. Katkı maddesinin malzemenin özelliklerine ve morfolojisine olan etkileri incelenmiřtir.

Tez çalıřmasını BTÜBAP-2016-YüksekLisans-2 nolu proje ile destekleyen Batman Üniversitesi Bilimsel Arařtırma Projeleri Koordinatörlüğüne ve ayrıca benden desteklerini esirgemeyen Batman Üniversitesinin deđerli çalıřanlarına teřekkürü borç bilirim.

Serkan BATI
BATMAN-2017

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT	v
ÖNSÖZ	vi
İÇİNDEKİLER	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR	viii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	2
2.1. Toz metalürjisi	2
2.2. SHS yöntemi	4
2.3. Gözenekli Metaller	8
2.4. Ni-Al intermetalik bileşikleri	11
2.5. Bor ve bor katkısı	14
2.6. Daha önce yapılan çalışmalar	15
3. MATERYAL VE METOD	21
3. 1. Ateşleme ünitesinin tasarımı ve hazırlanması	21
3. 2. Toz karışım oranları ve eldivenli kabinin hazırlanması	22
3. 3. Ateşleme işleminin yapılması	25
3. 4. Ürünlerin analiz için hazırlanması	26
3. 5. Yapılan Analizler	28
4. ANALİZ SONUÇLARI VE TARTIŞMA	30
4.1. Gözenek oranları	30
4.2. Mikrosertlik	34
4.3. Basma deneyi sonuçları	36
4.4. Görüntü Analizleri	38
4.4.1. Optik görüntüleri.....	38
4.4.2. SEM ve EDS Analiz Sonuçları	44
4.5. XRD analizi	50
5. SONUÇLAR	52
KAYNAKLAR	53
ÖZGEÇMİŞ	65

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

Al:	: Aluminyum
At%	: Atomik yüzde
B:	: Bor
D	: Yoğunluk
G%	: Gözeneklilik oranı
m	: Kütle
Ni	: Nikel
NiAl ve Ni ₃ Al	: Nikel aluminatlar
v	: Hacim
Wt%	: Ağırlık yüzdesi

Kısaltmalar

SHS	: Self-propagating high-temperature synthesis, Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezlemesi
A.B.D.	: Amerika Birleşik Devletleri
BOREN	: Bor Araştırma Enstitüsü
CS	: Combustion synthesis, yanma sentezi
CSE	: Concentrated solar energy, konsantre güneş enerjisi
EDS	: Energy Dispersive Spectroscopy, Enerji dağılımı spektrometresi
FDM	: Fonksiyonel derecelendirilmiş malzeme
HE	: Hot extrusion, sıcak ekstruder
HV	: Vickers sertlik skalası
XRD	: X-ray Diffraction, X Işını Kristalografisi
SEM	: Scanning electron microscopy, Taramalı elektron mikroskopu
TIG	: Tugsten inert gas
TM	: Toz metalürjisi

1. GİRİŞ

Tarih boyunca teknolojinin gelişimi malzeme teknolojisinin gelişimiyle paralel bir şekilde ilerlemiştir. İnsanlar ilk çağlarda çeşitli taşlar, hayvan kemikleri, tahta, deri gibi doğada kendiliğinden bulunan malzemeleri işleyerek çeşitli aletler yapmışlar daha sonrasında bakır, tunç, demir gibi madenleri ve ateşi kullanarak doğada bulunan malzemelerden daha üstün özellikleri olan çeşitli aletler yapmışlardır. Tarihin her döneminde malzeme teknolojisi insanlığın gelişiminde en büyük rollerden birini oynamıştır. Modern toplumun ihtiyaçlarını karşılayacak her türlü teknolojik alet belirli özelliklere sahip malzemeler olmadan mümkün olmamıştır. İnsanoğlunun önündeki en büyük engellerden biri malzeme teknolojisinin gelişmemesidir. Dolayısıyla malzeme teknolojisi sürekli olarak gelişme ihtiyacı içerisinde.

Sanayileşmeyle birlikte otomotiv, tarım, gıda, tekstil, tıp, bilgisayar, uzay ve havacılık gibi birçok alanda ihtiyaca yönelik malzemelerin elde edilmesi için birçok araştırma yürütülmektedir. Günümüzde malzeme araştırmaları özellikle ileri teknolojik malzeme ihtiyacına yönelik çalışmalara yoğunlaşmıştır. İleri teknoloji malzemelerin bir türü olan intermetalik malzemeler çeşitli alanlarda araştırmacıların büyük ilgisini çekmektedirler.

İntermetalik bileşikler genel olarak alaşımlardan farklı olarak belirli bir stokiometriye ve düzenli bir kristal yapıya sahiptirler. Bu bileşikler basit oranlarda iki metalin bileşik oluşturabilecek şekilde kimyasal olarak birleşmesiyle oluşurlar. İntermetalik malzemeler, metaller ve seramiklerin göstermiş oldukları özelliklerin arasında özelliklere sahiptirler (Özdemir b.t.). İntermetalik malzemelerinin üretiminde birçok yöntem mevcuttur bunlardan biriside kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezlemesidir (self-propagating high-temperature synthesis, SHS).

SHS yöntemi bir tür toz metalürjisi yöntemidir. Geleneksel toz metalürjisi ürünlerine kıyasla SHS ile üretilen ürünler daha saf bir yapıdadırlar ve diğer yöntemlerle kıyaslandığında SHS yönteminde sürekli bir enerjiye (elektrik, ısı v.s.) ihtiyacı yoktur. Bu yöntem ile birçok ürünün elde edilmesi mümkündür. Özellikle Ni-Al intermetalik bileşiklerin üretiminde son yıllarda birçok araştırma yapılmaktadır. Yapılan tez çalışmasında Ni-Al intermetalik bileşiklerinin SHS yöntemi ile üretimi yapılmış ve belirli oranlarda bor ilave edilerek, malzemeye olan etkileri incelenmiştir.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

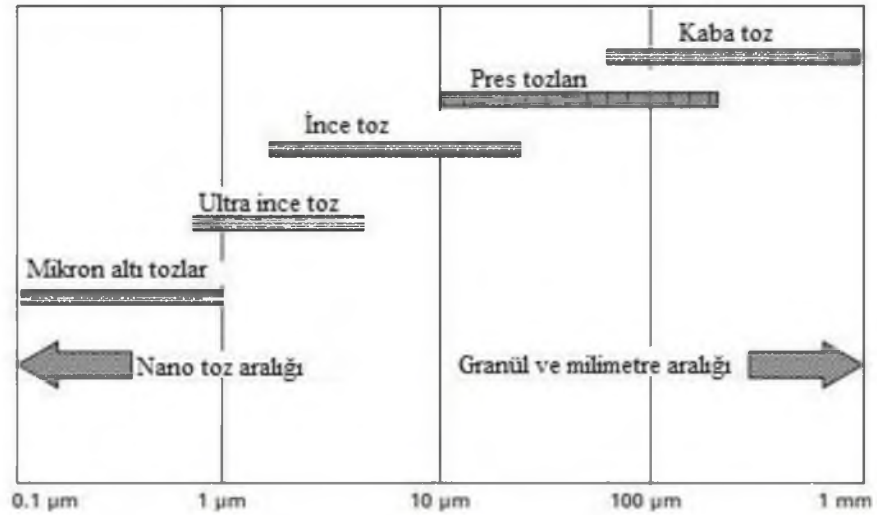
2.1. Toz metalürjisi

Toz metalürjisi (TM) genel olarak metal ya da seramik gibi tozların belirli bir basınç altında bir kalıp içerisinde preslenerek istenilen morfolojide şekillendirilmesi ve daha sonrasında daha sonra kontrollü bir atmosfer fırınında ısıtılması veya sinterlenmesi ile parçacıkların metalürjik olarak bağlanması prensibine dayanır. TM'nin yüksek hassasiyetteki şekillendirme kabiliyeti, net şekle yakın bileşenleri üretir; karmaşık özellikler ve iyi boyutsal hassas parçalar genellikle işleme gerektirmeden TM yöntemiyle tamamlanır (EPMA, b.t.).

Buna ek olarak, TM süreci, bir ürünün fiziksel özelliklerini özel mülk ve performans gereksinimlerinize uyacak şekilde ayarlanmasına izin veren yüksek derecede esnekliğe sahiptir. Bunlar arasında şunlar bulunur:

- Kompleks şekillere sahip yapısal parçalar
- Kontrollü gözeneklilik
- Kontrollü performans
- Stres altında iyi performans ve titreşimleri emme
- Sertlik ve aşınma direnci gibi özel özellikler
- Mükemmel hassasiyet ve iyi yüzey kalitesi
- Dar toleranslara sahip geniş seri parça (EPMA, b.t.)

Toz metalürjisinde kullanılan tozların belirli özelliklere sahip olması gerekmektedir. Granüllü bir katının toz olarak kabul edilebilmesi için 1mm (1000 μm) altında bir tane boyutuna sahip olması gerekmektedir. Toz metalürjisinde (TM) 150 μm (100 mesh) tane boyutunun üzerindeki tozlar kaba toz olarak kabul edilirler. Boyutlar 10-100 nm'ye (0.01-0.1 μm) indiğinde, 'nanoparçacık' sınıflandırması açıkça mantıklıdır. [Chang ve Zhao, 2013; Dunkley, 2013].



Şekil 2.1. Parçacıkların yaklaşık açıklayıcı boyut aralıkları [Chang ve Zhao, 2013; Dunkley, 2013].

Metal tozlarını belli bir şekle bastırma teknolojisi yeni değildir; eski uygarlıklar tarih öncesi çağlarda Delhi'deki demir sütunlarda, bazı Mısır uygulamalarında ve İnkalar tarafından kıymetli metallerde kullanmışlardır. Modern toz metalürjisi (TM) teknolojisi, tungstenli karbürlerin üretimi ve rulmanlar için gözenekli bronz burçların seri üretimi ile 1920'lerde başlamıştır. İkinci Dünya Savaşı sırasında, çok sayıda demir ve demir dışı materyallerin ayrıca kompozitlerin üretiminde birçok gelişme yaşanmıştır ve 1960'ların başlarına kadar savaş sonrası yıllarda gelişen istikrarlı bir büyüme dönemi olmuştur. O zamandan beri, TM'nin büyümesi, esas olarak üç potansiyel (ekonomik işleme, benzersiz özellikler ve esaret süreçleri) nedenden dolayı daha hızlı büyümüştür. Öncelikle, TM işlemi, tozlardan hassas bileşenler üretmek için hızlı, ekonomik ve yüksek hacimli bir üretim yöntemidir. Bununla birlikte, tozların sac içine haddelenebileceği, çubuklara haddelenebileceği vs. vasıtasıyla veya izostatik olarak daha sıkı geometrinin parçalarına sıkıştırılabileceği bir dizi ilgili konsolidasyon tekniği vardır. Daha sonrasında, toz dövme teknolojisi, tozları geleneksel dövülerek üretilenlere kıyasla daha hassas mühendislik parçalarına dönüştürmek için kendini geliştirmiştir [Upadhyaya, 1997].

2.2. SHS yöntemi

Günümüzde verimli ve enerji tasarruflu teknolojilerin geliştirilmesi büyük önem taşımaktadır. Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezlemesi belirli gelişmiş seramik, kompozitler ve intermetalik bileşikler üretmek için nispeten yeni ve basit bir yöntemdir. Bu yöntem, konvansiyonel fırın teknolojisine alternatif olarak büyük ilgi görmüştür (Mossino, 2004; Weimer 2012).

Bu teknik hava veya atıl (inert) bir atmosferde sıkıştırılmış toz karışımının tutuşturulmasıyla başlar ve yeterli ısı salınımına (ekzotermik reaksiyon) sahip bir kimyasal reaksiyon ile kendiliğinden yayılan ürün oluşturmaya yaramaktadır (Yi ve Moore, 1990).

Bu olayı bir kağıdın bir köşesinden tutuşturulması ve devamında kağıdın üzerindeki alevin zamanla ilerleyerek kağıdı tamamen yakmasına benzetilebiliriz. Ancak bu tepkime sonucunda bir tükenme ya da yetersiz bir ürünün oluşması yerine kullanılabilir bir mamul ya da yarı mamul olarak görebiliriz.

Ateşleme esnasında gerçekleşen olayları üç kısma ayırabiliriz. Bunlar; reaksiyon bölgesi, soğuyan bölge yani ürün ve başlangıç karışımıdır. Reaksiyon bölgesinde fazlar ve yapılar oluşurken henüz ateşlemenin gerçekleşmediği bölgede önce ısınma gerçekleşir daha sonra yanma dalgası buraya erişerek burayıda reaksiyona sokar.

Aynı işlemi tanımlamak için yanma sentezi, gazsız yanma, kendiliğinden ilerleyen yanma, kendiliğinden ilerleyen ekzotermik reaksiyon gibi birkaç farklı terminoloji de kullanılmaktadır (Subrahmanyam ve Vijakumar, 1992). Bir tür piroteknik dalı olan bu süreç, Merzhanov ve ark. (Bartuli ve ark. 1997; Merzhanov, 1995; Merzhanov ve ark. 1971; Moore ve Feng, 1995; Munir ve Anselmi-Tamburuni, 1989; Rao ve ark. 2001) tarafından Ti-B karışımları gibi katı silindirik kompaktların yanması üzerine yapılan çalışmalardan gelişmiştir.

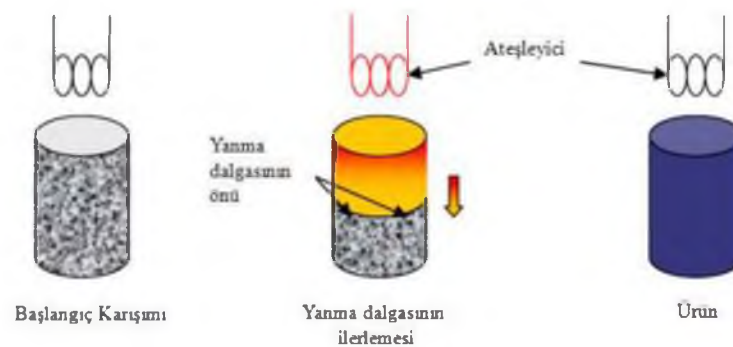
Sovyetler Birliği araştırmacıları bu çalışma alanına öncülük etmişlerdir. Esasında 1960'ların sonlarında başlayan araştırmalar ile Ruslar elektronik malzemeler, metalik ve seramik süper ileticiler, kompozitler, intermetalikler, refrakter malzemeler, aşındırıcılar ve yağlayıcılar gibi 500'den fazla malzemeyi SHS yöntemini kullanarak üretebilmişlerdir. Bunlardan bazıları ticari üretime geçmiştirler. Son zamanlarda ABD ve Japonya'da dikkate değer araştırmalar başlamıştır. ABD'de bazı araştırma enstitüleri ve üniversiteleri nitrürler, borürler, karbürler seramik kompozitler ve bazı intermetalik bileşikleri başarılı bir şekilde sentezlemişlerdir (Mossino, 2004). SHS yöntemi ile

sermaiklerin üretimi, işlem süresinin kısa olması ve herhangi bir yüksek sıcaklık fırınına ihtiyaç duyulmaması sebebiyle çok avantajlıdır (Alkan, 2014).

Tablo 2.1. SHS sistemi ve ürünlerin tarihsel gelişimi (Alkan, 2014; Merzhanov 2012)..

Yıl	SHS Sistemi	Elde Edile Ürünler
1967	Metal ve metal-dışı toz karışımları Metal-azot sistemleri	Borürler, Silisitler, Karbürler, Nitrürler
1972	Metal toz karışımları Sıvı organik monomerler	İntermetalikler Polimerler
1975	Metal-hidrojen sistemleri	Hidrürler
1976	Çok bileşenli sistemler	İstenen bileşimlerde malzemeler
1977	Metal ve S, Se, P tozları karışımı	Kalkogenitler, fosfitler
1979	Oksit toz karışımları	Karışık oksitler
1980	Al redükleyici SHS sistemleri	Refrakter bileşikler + Al_2O_3
1981	Mg redükleyici SHS sistemleri	Refrakter bileşikler + MgO
1983	Metal-azot sistemleri	Nitrürler
1988	Metal-peroksit-oksit-oksijen karışımı	Karışık oksitler
1990	Organik bileşiklerin tozlarının karışımı	Organik bileşikler

Proses iki ateşleme moduna bölünebilir. Birincisi kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezlemesidir, burada reaktif sıkıştırılmış tozlar ısıtılmış tungsten bir bobin kullanılarak ateşlenirler, yanma işlemi dalga halinde sıkıştırılmış tozları tüketir ve ürünleri oluşturur (Morsi, 2001).



Şekil 2.2. Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezlemesi (Altınordu, 2012).

İkincisi ise termal patlama veya eş zamanlı yanma olarak adlandırılır, bu yöntemde tüm hacim ateşleme sıcaklığında ürüne dönüşene kadar ısıtılır Her iki metot daha önceden nikel alüminatların üretilmesinde kullanılmıştır (Morsi, 2001).



Şekil 2.3. Termal patlama veya eş zamanlı yanma (Altınordu, 2012).

İleri malzeme üretiminde yanma reaksiyonlarının bazı avantajları bildirilmiştir. Yüksek sıcaklıkların ortaya çıkmasıyla bazı uçucu kirleticilerin buharlaşmasından dolayı genellikle yüksek saflıkta ürünler oluşmaktadır (Manley ve ark. 1984; Yi ve Moore, 1990). Ayrıca, yüksek sıcaklıkta çalışan fırınlara ihtiyaç duyulmadığından ve normal sinterleme gibi işlem süreleri saatler veya günler yerine saniye cinsindedir. Bundan dolayı enerji ve zamana göre tasarruf yapılabilir. Bir kez ateşlendikten sonra, tepkimelerin aşırı ekzotermik doğasından ötürü, çok kısa sürelerde (örneğin, 2 ila 3 saniye) aşırı yüksek sıcaklıklar elde edilebilir (Yi ve Moore, 1990).

Yanma sıcaklığı çok yüksek olabilir (5000 °K kadar) ve dalga yayılım hızı çok hızlı olabilir (25 cm/s olarak), dolayısıyla bu işlem, aşırı termal gradyan koşullarındaki reaksiyonları inceleme fırsatı sunar (105 K/cm) (Mossino, 2004).

SHS yöntemiyle oluşturulan bileşikler gözenekli olur. Gözenek oluşumu SHS yönteminin spesifik bir özelliğidir (Biswas, 2005; Munir, 1992). Reaksiyon sonucunda oluşan ürünler son derece gözeneklidir, genellikle teorik yoğunluğun %50'si kadardır (Moore ve Feng, 1995; Mossino, 2004).

SHS teknolojisinde iki yaklaşım kullanılmaktadır; Bunlardan ilki daha sonra ileri işlemede hammadde olarak kullanılan ara ürünlerin üretimi; ikinci yaklaşım, bitmiş eşyanın doğrudan üretimine dayanmaktadır, bu durumda sentez, yapılandırma ve şekillendirme bir aşamada (eşzamanlı sentez ve yoğunlaştırma) gerçekleştirilmektedir (Merzhanov, 1995; Yi ve Moore, 1990).

SHS yöntemi ile 600'den fazla bileşik sentezi yapılmıştır. Bu materyallerin bazıları Tablo 2.2.'de listelenmiştir.

Tablo 2.2. SHS ile üretilen malzemeler ve yanma sıcaklıkları (K) (Yi ve Moore, 1990).

Borürler	TiB ₂ (3190), ZrB ₂ (3310), NbB ₂ (2400), TaB ₂ (3370), MoB ₂ (1800), LaB ₆ (2800), HfB ₂ , CrB, VB.
Karbürler	TiC (3210), HfC (3900), B ₄ C (1000), Al ₄ C ₃ (1200), TaC (2700), SiC (1800), WC (1000), ZrC (3400), NbC (2800), Cr ₃ C ₂
Karbonitrürler	TiC-TiN, NbC-NbN, TaC-TaN.
Nitrürler	TiN (4900), ZrN (4900), BN (3700), AlN (2900), Si ₃ N ₄ (4300), TaN (3360), HfN (5100), NbN
Silikatlar	MoSi ₂ (1900), TiSi ₃ (2900), Zr ₅ Si ₃ (2800), Nb ₅ Si ₃ (3340), NbSi ₂ (1900), TaSi ₂ (1800), ZrSi ₂ , WSi ₂ (1500), V ₅ Si ₃ (2260).
Hidratlar	TiH ₂ , ZrH ₂ , NbH ₂ .
İntermetalikler	NiAl, FeAl, Ni ₃ Ge, TiNi, CoTi, CuAl.
Kalkojenler	MoS ₂ , TaSe ₂ , NbS ₂ , WSe ₂ .
Semente karbürler	TiC-Ni, TiC-(Ni, Mo), WC-Co, Cr ₃ C ₂ -(Ni, Mo)
Kompozitler	TiC-TiB ₂ , TiB ₂ -Al ₂ O ₃ , B ₄ C-Al ₂ O ₃ , TiN- Al ₂ O ₃ , MoSi ₂ + Al ₂ O ₃ (3300), MoB + Al ₂ O ₃ (4000), Cr ₂ C ₃ + Al ₂ O ₃ (6500), 6VN + 5Al ₂ O ₃ (4800), TiC + Al ₂ O ₃ (2300).

Bu malzemelerin uygulama alanlarını şu şekilde sınıflandırabiliriz:

Aşındırıcılar, kesici takımlar ve parlatma tozları.

Dirençli ısıtma elemanları.

Şekil hafızalı alaşımlar

Yüksek sıcaklık intermetalik bileşikler

Çelik işleme katkıları (nitürleşmiş ferro alaşımlar).

Aşındırıcı madde elektrolizi için elektrotlar.

Sıvı metallerin ve aşındırıcı ortamların kaplanması için kaplamalar (demir oksit ve alüminyum termit reaksiyon ürünü).

Daha ileri seramik işleme için toz.

İnce film ve kaplamalar.

Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemeler

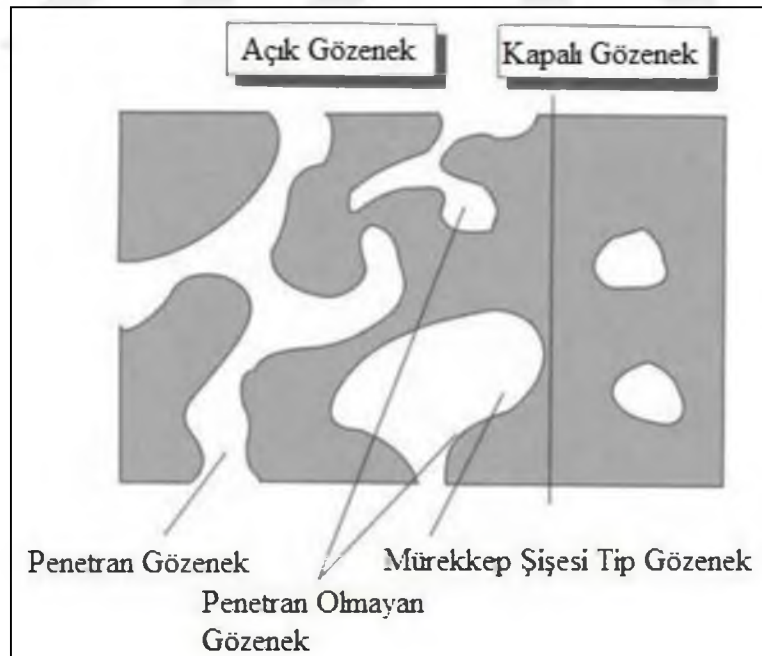
Kompozit materyaller

Spesifik özellikte materyaller (Moore ve Feng, 1995; Yi ve Moore, 1990).

2.3. Gözenekli Metaller

Gözenekli malzemeler, çevremizde yaygın olarak bulunmaktadır ve günlük yaşamımızda önemli bir rol oynamaktadırlar. Enerji yönetimi, titreşim önleme, ısı yalıtımı, ses emme ve sıvı filtreleme gibi birçok alanda gözenekli malzemeler karşımıza çıkmaktadırlar. Gözenekli malzemeler doğada ise ahşap ve kemik gibi yapısal maddeler olarak görev yaparlar (Banhart ve ark., 1997; Gibson ve Ashby, 1999; Liu ve Chen, 2014).

Gözeneklilik, gözenek hacminin toplam hacme oranını ifade eder (Ishizaki ve ark., 2013). Gözenekler iki şekilde sınıflandırılır: Malzemenin dışına bağlanan açık gözenekler ve dışardan izole edilmiş ve bir sıvı ihtiva edebilen kapalı gözenekler. Penetran gözenekler de bir çeşit açık gözenektirler; gözenekli bir malzemenin iki yanında yer alan en az iki açıklıkları vardır. Endüstriyel uygulamalarda en çok açık gözenekler tercih edilirler (Ishizaki ve ark., 2013).



Şekil 2.4. Açık ve kapalı gözeneklerin şematik gösterimi (Ishizaki ve ark., 2013).

Gözenekli olan her malzeme gözenekli malzeme sınıfına girmeyebilir. Örneğin, kusurlar sonucu oluşan delikler, çatlaklar ve yarıklar bir materyalin performansını

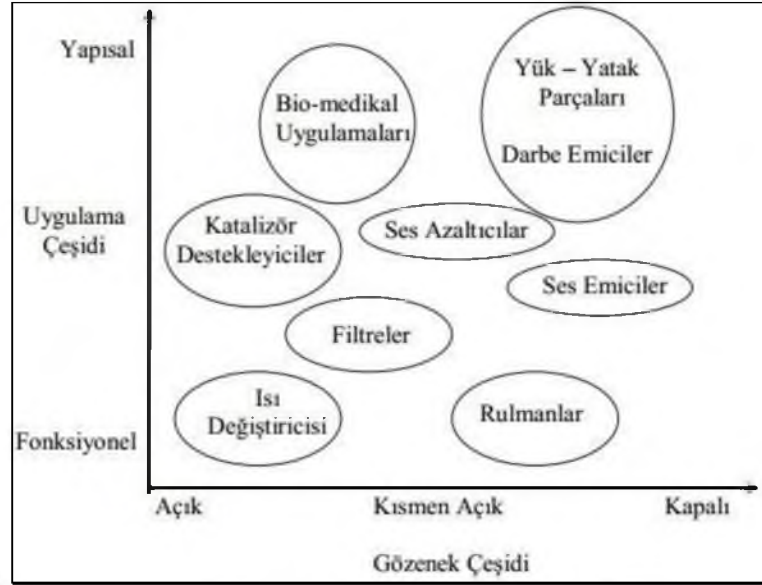
düşürecektir. Dolayısıyla bu durum tasarımcı tarafından malzemede istenmeyen bir özellik olarak karşımıza çıkar ve bu malzemeleri gözenekli malzeme sınıfına sokamayız. Bir malzemenin gözenekli malzeme sınıfına girebilmesi için iki temel karakteristiğinin olması gerekir: birincisi malzeme çok fazla gözeneğe sahip olmalıdır, diğeri ise gözeneklerin malzemenin performansını istenilen etkiyi elde edebilmek için özel olarak tasarlanmış olması gerekir (Liu ve Chen, 2014).

Gözenekli malzemelerin gözenekleri, tasarımcıların ve kullanıcıların malzemede ortaya çıkmayı umduğu şeylerin işlevsel bir safhası olarak düşünülebilir ve malzemenin performansı için bir iyileştirme eylemi sağlar (Liu ve Chen, 2014). Gözenekli malzemeler içinde gözenekli metaller önemli bir yere sahiptir.

Önemli ve yeni bir ürün olan gözenekli metaller fonksiyonel ve yapısal amaçlarla kullanılmaktadırlar (Zeng, 1993; Nakajima ve ark., 2001; Zhu, 1999). Son yıllarda büyük bir gelişim kaydeden gözenekli metaller hayatın birçok alanında karşımıza çıkmaktadırlar. Bu hafif malzemeler yapısını oluşturan metalin tipik özellikleri (elektriksel iletkenlik, kaynak edilebilme kabiliyeti, süneklik v.b.) dışında ayrıca düşük yoğunluk, yüzey alanının fazla olması, düşük ısı geçirgenliği, iyi geçirgenlik, enerji yönetimi, mekanik sönümlenme, titreşim önleme, ses emilimi ve elektromanyetik koruma gibi birçok kullanışlı özelliği de bünyesinde barındırırlar (Liu ve Chen, 2014).

Gelişen teknolojiyle birlikte gözenekli malzemelerin üretimi ve üretimindeki yöntemler giderek çoğalmış ve dolayısıyla bu durum maliyetleri düşürmüştür. Bu durumun doğal bir sonucu olarak köpük malzemelere olan ilgi tekrar artmış ve özellikle darbe sönümleyici etkisinden dolayı otomotiv endüstrisinin ilgisini çekmiştir ve gözenekli malzemeler birçok araçta standart bir malzeme olarak bulunmaktadır.

Katalizörler ve biyoreaktörler taşıyıcıları ve filtreler gibi gözenekli malzemeler açık porozite oranının yüksek olmasına ihtiyaç duyarlar. Penetran gözenekler gibi açık gözenekler ise gaz dağıtımı ve filtreler gibi endüstriye uygulamalarda kullanılırlar. Kapalı gözenekli malzemeler çoğunlukla ses ve termal izolatörler veya düşük özgül ağırlıklı yapısal bileşenler için kullanılırlar (Ishizaki ve ark., 2013). Düşük ağırlıklı yapısal malzeme olarak kapalı gözenekli metaller otomotiv, havacılık ve diğer endüstri uygulamaları için uygundur. Döküm şeklinde kalıplanıp üretilirler (Yavuz, 2010). Gözenekli metaller sadece kapalı yada açık gözenek yapısına sahip değildirler; bir çok gözenekli malzeme her iki türden gözeneği yapısında barındırır (Banhart ve ark., 1997; Gibson ve Ashby, 1999; Kriszt ve Degischer, 2002; Yavuz, 2010).



Şekil 2.5. Gözenekli metallerin kullanım alanları (Banhart ve ark., 1997; Yavuz, 2010).

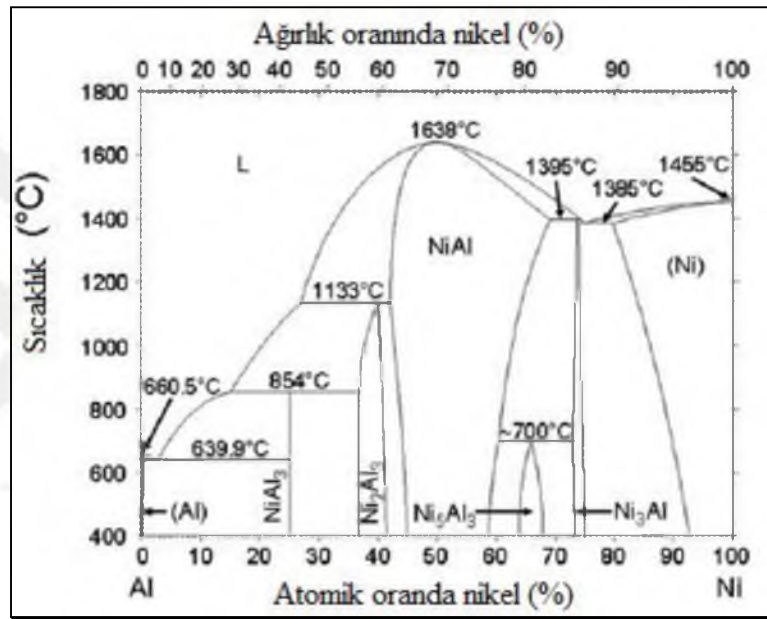
Günümüzde gözenekli metal elde edebilmek için birçok yeni yöntem keşfedilmiştir. Bunlar arasında genel olarak toz metalürjisi, elyaf sinterleme, ergiyik metali köpürtme, ergimiş metale gaz enjekte etme, sıvı metal infiltrasyonu, metal çökeli, kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezlemesi (SHS) gibi yöntemler gösterilebilir (Liu ve Chen).

Gözenekli NiAl alaşımlarının özellikleri hakkında çok az araştırma yapılmıştır, ayrıca gözenekli malzemeler, gözeneklilikleri yüksek olması nedeniyle yalıtım malzemeleri, katalizörler, biyomalzemeler ve destek malzemeleri gibi çeşitli endüstriyel sektörlerde kullanılabilir, bu durum gözenekli malzemelerin termal iletkenliklerini önemli ölçüde düşürür ve aktif yüzey alanlarını geliştirir (Dong ve ark., 2010; Poladi ve Landry, 2002).

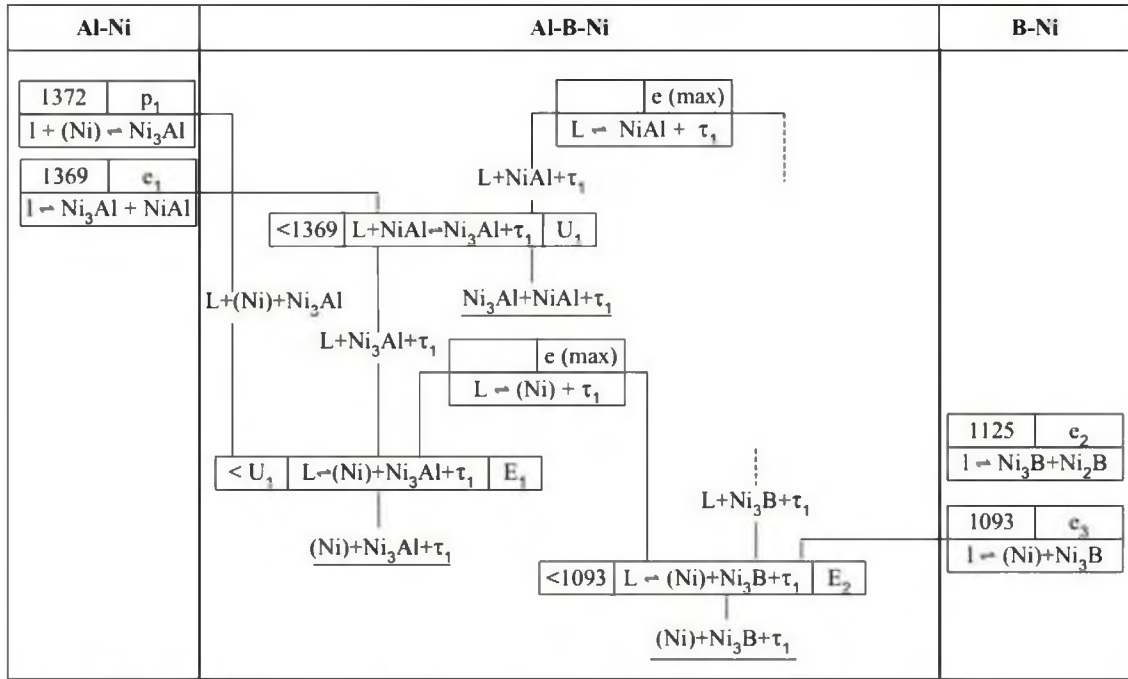
NiAl intermetaliklerinin benzersiz özelliklerden dolayı, gözenekli NiAl alaşımlarının potansiyel olarak hafif ve yüksek sıcaklıkta gözenekli malzemeler olarak kullanılması beklenmektedir. Bu nedenle gözenekli NiAl intermetaliklerin geliştirilmesi, yoğun NiAl alaşımlarının yetersiz kullanımı için yeni bir yol açacaktır. Gözenekli NiAl alaşımlarının pratik uygulamaları için yüksek sıcaklıktaki oksidasyon özellikleri önemli bir konudur. Yığın (Bulk) NiAl alaşımlarının oksidasyon direncinin tatminkar olduğu bildirilmiştir, zira stabil alümina oksit tabakası yüksek sıcaklıklarda oluşturulabilir (Dong ve ark., 2010; Grabke, 1999).

2.4. Ni-Al intermetalik bileşikleri

Ni - Al ikili faz diyagramını 5 farklı intermetalik bileşik (Al_3Ni , Al_3Ni_2 , Al_3Ni_5 , NiAl , Ni_3Al) içerir. Bütün bu intermetalikler içerisinde NiAl ve Ni_3Al yüksek sıcaklık yapısal uygulamaları ve kaplama uygulamaları için aday malzeme olarak görüldükleri için bilimsel olarak büyük ilgi çekmektedirler. Bu bileşiklerin, Ni-Al ikili sisteminde en yüksek erime noktalarına, nispeten düşük yoğunluklara, iyi mukavemete ve yüksek sıcaklık korozyonuna ve oksidasyon direncine sahip oldukları göz önüne alındığında, şartırtıcı değildir (Morsi, 2001).



Şekil 2.6. NiAl faz diyagramı (Shafirovich ve ark., 2002).



Şekil 2.7. Al-B-Ni kısmi reaksiyon şeması (Effenberg ve Ilyenko, 2004).

Nikel alüminyum intermetalikleri, düşük yoğunluğu, yüksek sıcaklık kararlılığı ve yüksek dayanım/ağırlık oranı nedeniyle havacılık, otomotiv ve enerji üretim endüstrileri de dahil olmak üzere birçok endüstriyel sektör için iyi adaylar olarak öngörülmüştür (Dong ve ark.2009; Stoloff ve ark., 2000). Özellikle yüksek sıcaklıktaki mükemmel korozyon ve oksidasyon direncine sahip olan nikel alüminatlar, çetin çevre koşullarında mevcut nikel bazlı süperalaşımın yerini alabilecek malzemeler olarak düşünülmektedirler.

Nikel alüminyum intermetalik alaşımları (NiAl ve Ni₃Al), yanma odaları için ısı kalkanı ve endüstriyel gaz türbinlerinde birinci sıra kanatlar olarak yüksek sıcaklık uygulamalarında yapısal ve kaplama olarak büyük ilgi görmektedirler (Guo ve ark., 2011; Morsi, 2001; Scheppe ve ark, 2002).

Buna ek olarak, çelik üretimi için fırın ruloları ve radyant brülör tüplerinden ısı işlem fişkürleri, dövme kalıpları ve kimya endüstrisi için korozyona dirençli parçalara kadar geniş bir alanda sayısız Ni₃Al esaslı alaşım geliştirilmiştir (Sikka ve ark., 2000; Stoloff ve ark. 2000). 1950 ve 1960'larda NiAl alaşımları, aşındırıcı ortamlardaki termal bileşenler için kaplama malzemeleri olarak da kullanılmışlardır (Kılıç ve ark, 2017).

Alüminyum ve nikel arasında güçlü bağlardan dolayı yüksek sıcaklıklarda süper alaşımlarla ve seramiklerle rekabet edebilecek yüksek ergime noktası, düşük yoğunluk,

yüksek mukavemet hem de iyi korozyon ve oksidasyon direnci gibi mükemmel özellikler göstermektedirler (Dong ve ark., 2009; Guo ve ark. 2011; Morsi, 2001; Stoloff ve ark.; 2000). Bu nedenle, bu alaşımlar, mümkün olan sıcaklıklardan daha yüksek sıcaklıklarda gaz türbinlerinde uygulamalar için geleneksel nikel bazlı süperalaşımlarla oranla yeni fırsatlar sunmaktadır (Scheppe ve ark., 2002). Bu çekici özelliklerine rağmen, düşük süneklik, gevrek kırılma ve işleme problemleri nikel alüminatların en büyük dezavantajları olarak karşımıza çıkmaktadır (Deevi ve Sikka, 1996; Guo ve ark. 2011; Sikka ve ark., 2000; Stoloff ve ark., 2000). Bu sorunu çözmek için büyük bir gelişme, çevre sıcaklığında ve yüksek sıcaklıklarda Ni₃Al için süneklik düzelmesine bor katkısının dramatik etkilerinin keşfedilmesi idi (Yeh ve Sung, 2005). Liu ve ark., 1985, % 0.4'e kadar az miktarda kütleli miktarda borun ilavesi ile Ni₃Al bileşiminde % 40-50 gerilme sünekliliğine ulaşılabileceğini bulmuşlardır. İlginç bir şekilde, B katkılı Ni₃Al'in Al içeriği, % 25 in altına düştüğü için, süneklik önemli derecede artmakta ve kırılma modeli kırılma taneciklerden sünek yumrulu taneciklere dönüşmektedir. Bununla birlikte, Al içeriği % 25 veya daha yüksek bir seviyeye çıkarıldığında, süneklik, yaklaşık % 5'e düşmektedir (Liu ve ark., 1985; Yeh ve Sung, 2005). Sünekliliği arttırmada alaşım elementlerinin rolü tam olarak anlaşılammış olsa da, küçük miktarlarda dahi borun eklenmesi, çevresel zayıflamanın bastırılması ile birlikte tane sınırlarının kohezif enerjisini arttırdığına inanılmaktadır (George ve ark, 1993; Yeh ve Sung, 2005).

NiAl bazlı intermetalliklerin erime noktaları 1460°C'nin üzerindedir ve bu değer geleneksel nikel bazlı süper alaşımların erime noktalarından 100-250°C daha yüksektir. Termal iletkenlikleri ise nikel bazlı alaşımların dört katı kadardır. Dahası, bu malzemeler 6.20-6.35 g/cm³'lük bir yoğunluğa sahiptir ki bu da en son teknoloji ürünü süperalaşımların yoğunluğunun yaklaşık % 75'idir ve kırılma-sünek geçiş sıcaklığının (900-1000°C) üzerinde malzemeye yüksek sıcaklık mukavemeti sağlar (Scheppe ve ark, 2002).

2.5. Bor ve bor katkısı

Türkiye'nin maden ihracatında önemli paya sahip olan bor elementi çok farklı alanlarda kullanılmaktadır. Bor elementi cam, seramik, çimento, gıda, kozmetik, metalurji, otomotiv, sağlık, tarım ve temizlik gibi bir çok sektörde tüketilmektedir ancak tüketim alanlarının hiç birinde ana element olarak kullanılmamaktadır. Bu sebepten dolayı tüketiminde yıllara oranla büyük bir değişim gözlenmemektedir.

Dünya fiili bor üretimi 2014 yılında yaklaşık 4,6 milyon ton (2,13 milyon ton B_2O_3) civarında gerçekleşmiştir. Fiili bor üretiminde (B_2O_3); Türkiye %47,2 ile birinci sırada yer alırken, bunu Kuzey Amerika (ABD) %26, Güney Amerika (Arjantin, Şili, Peru, Bolivya) %13,4 ve Asya (Rusya, Çin, Hindistan) %13,2 payla takip etmiştir (BOREN, 2014).

Bir çok ülkede farklı amaçlar ile kullanılmakta olan bor elementi, A.B.D.'de izolasyon ürünlerinde, Avrupada deterjan ve Japonya'da tekstilde sıkça kullanılmaktadır (Poslu ve Arslan, 1995).

Bor mineralleri endüstride ham (kolemanit, tinkal, üleksit v.b.), rafine (borik asit, perboratlar, pentahidratlar v.b.) ve bor kimyasalları şeklinde kullanılmaktadır. Ancak saflaştırılmış kaliteli cevherler daha fazla tercih edilmektedir (Çalık, 2002). Önemli bor mineralleri ve buldukları ülkeler ve türkiye'de çıkarıldıkları bölgeler Tablo 2.3.'de görülmektedir. Yıllara göre ülkelerin bor üretim oranları Tablo 2.4.'de görülmektedir.

Tablo 2.3. Önemli bor mineralleri ve bileşikleri (Poslu ve Arslan, 1995).

Mineral	Kimyasal Formül	B_2O_3 (%)	H_2O (%)	Bulunduğu Yerler
Tinkal (Borax)	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	36.5	47.2	Kırka, A.B.D. ve Arjantin
Kernit	$Na_2B_4O_7 \cdot 4H_2O$	51.0	26.4	A.B.D. ve Arjantin
Kolemanit	$Ca_2B_6O_{11} \cdot 5H_2O$	50.8	21.9	Emet, Bigadiç, Kestelek, A.B.D. ve Meksika
Üleksit	$NaCaB_3O_9 \cdot 8H_2O$	43.0	35.6	Bigadiç ve A.B.D.
Probertit	$NaCaB_3O_9 \cdot 5H_2O$	49.6	25.6	A.B.D.
Szaybelit	$MgBO_2OH$	41.4	10.7	Kazakistan ve Çin
Datolit	$CaBSiO_4OH$	26.7	5.6	Doğu Rusya ve Kazakistan
Sasolit	H_3BO_3	56.3	43.7	İtalya
Göl Suları				A.B.D., Şili ve Bolivya

Tablo 2.4. Yıllara göre ülkelerin bor üretimi, 1000 metrik ton (Crangle Jr, 2015).

	2011	2012	2013	2014	2015
A.B.D.	-	-	-	-	-
Arjantin	649	479	426	450	450
Bolivya	135	128	150	152	150
Şili	489	444	581	497	500
Çin	150	160	160	160	160
İran	1	1	1	1	1
Kazakistan	300	300	348	507	500
Peru	-	104	224	240	240
Rusya	75	75	76	81	80
Türkiye	6348	4220	4066	7310	7300
Toplam	8150	5910	6030	9400	9380

*A.B.D. yıllık üretim oranlarını açıklamamaktadır.

Bor katkısının malzemelere bir çok etkisi daha önceden araştırılmıştır. Özellikle malzemelerin yüzey kaplamalarında sıkça kullanılan borlama tekniği ile malzemelerin yüzeylerinde bir çok iyileştirme yapılmaktadır. Bor difüze edilmiş yüzeylerin aşınma direncinin normal yüzeylere göre oranla çok daha fazla olduğu belirtilmiştir (Yılmaz ve ark., 2007).

Borlama işlemi görmüş yüzeylerin özelliklerine dair çalışmalar genellikle sertlik, aşınma ve korozyon özellikleri üzerinde yoğunlaşmaktadır (Yılmaz ve ark, 2007).

Görüldüğü üzere bor elementi üretiminde Türkiye önemli bir yere sahiptir ve Türkiye'nin önemli bir ihracat ürünüdür. Bu proje bor elementine katma değer kazandırabilecek veriler elde etmeyi amaçlamaktadır.

2.6. Daha önce yapılan çalışmalar

Gözenekli NiAl ve Ni₃Al intermetalik bileşikler daha önce SHS yöntemiyle ve farklı metotlarla birçok kez başarıyla üretilmiştir. Yapılan çalışmalar şu şekildedir:

Lebrat ve ark., (1992) yaptıkları çalışmada, gözenekli NiAl ve Ni₃Al intermetalik bileşiklerini, elementel Ni ve Al tozları karışımının basınçsız reaksiyon sentezlemesi yöntemiyle üretmişlerdir. Gözenekli Ni₃Al ve NiAl oluşumunun, reaksiyon sentezi prosedürü esnasında ara ürünlerin ve gözeneklerin oluşması nedeniyle hacim genişlemesinin meydana geldiğini bulmuşlardır. Ham peletlerdeki Al içeriği,

ürünlerin hacim genişlemesi ve gözeneklerini etkili biçimde etkileyebileceğini, NiAl'in hacim genişlemesinin ve maksimum gözenek boyutunun, aynı sinterleme prosedürü altında Ni₃Al'den daha yüksek olduğunu ortaya koymuşlardır.

Nakae ve ark. (1997) sızıntı ve yanma sentezinin bir kombinasyonunu kullanarak, sadece birkaç gözenekli, düşük sıcaklık ve atmosfer basıncında, şekil olarak az miktarda değişime sahip olan yüksek erime noktalı bir metalik bileşik (Ni₃Al) üretmek için yeni bir yöntem oluşturulmuştur. Bu yöntemin temel prosedürü, erimiş alüminyum veya Al-Ni alaşımlarının (Ni içeriği% 18'e kadar) 1073 °K'de hacimsel olarak %34-36 gözenekli bir sinterlenmiş nikel numunesine bırakılmasıdır. Erimiş bir alüminyum veya Al-Ni alaşımı bir sinterlenmiş nikel numunesine döküldükten hemen sonra erimiş metal, sinterlenmiş malzemeye, bir ekzotermik reaksiyon eşliğinde sızar. Erimiş bir Al-Ni alaşımı (nikel içeriği% 10'dan fazla kütle ile) dökülürse, Ni₃Al malzemesi sadece birkaç gözenekle ve şekil bakımından çok az değişikliklerle imal edilmiştir.

Yeh ve Sung (2004) yaptıkları çalışmada elementel tozlardan SHS yöntemiyle Ni₃Al üretmişlerdir. İlk numune yoğunluğunun, ön ısıtma sıcaklığının ve reaktanların parçacık boyutunun yanma özelliklerine, ayrıca nihai ürünlerin bileşimine ve morfolojisine etkisi araştırılmıştır.

Yeh ve ark. (2005) yaptıkları çalışmada SHS yöntemi ile elementel toz kompaktından TiC partikülleri eklenmiş NiAl intermetalik bileşiği elde etmişlerdir. İlk numune yoğunluğunun, ön ısıtma sıcaklığının, reaktanların parçacık boyutunun ve TiC içeriğinin yanma özelliklerine, ayrıca nihai ürünlerin bileşimi ve morfolojisine etkisi araştırılmıştır. Reaktanların parçacık boyutunun azalmasının alev ilerleme hızını önemli ölçüde arttırdığı bulunmuştur. Seyreltme etkisi nedeniyle, ham peletlere TiC parçacıklarının eklenmesi yanma sıcaklığını düşürmüştür ve böylece alev ilerleme hızını azaltmıştır. Dahası, TiC eklenen numuneler, SHS süreci boyunca hacim genişlemesi yaşamış ve bu nedenle, TiC içermeyen kompaktlardan elde edilenlerle karşılaştırıldığında daha düşük yoğunluklu nihai ürünler ortaya çıkarmıştır; ateşleme sonrasında numune hacminde çekme gerçekleşmiştir. XRD analizi, TiC ilavesi olmayan örneklerden tek bir NiAl fazlı ürününün oluştuğunu göstermiştir. Yüksek miktarda TiC içerikli numuneler için, ateşlemeden önce kompakt malzemenin ısıtılmasıyla reaksiyon sıcaklığının artırılması, faz dönüşümünün tamamlanmasını artırarak NiAl oluşturmuştur.

Yeh ve Sung (2005) yaptıkları çalışmada SHS yöntemiyle bor katkılı Ni₃Al intermetalik malzemesi üretmişlerdir. Bor içeriğinin, ön ısıtma sıcaklığının ve reaktanların parçacık boyutunun; nihai ürünlerin bileşimine, yanma özelliklerine ve morfolojisine etkisi araştırılmıştır. Sonuç olarak bor katkısının yanma yayılım hızında belirgin bir artışa neden olduğu, ayrıca birbirini takip eden hızlı bir yanmanın yanında hacim yanmanında gerçekleştiği iki aşamalı bir olayın meydana geldiği belirtilmiştir. Ancak, yapılan bor katkısının malzemenin yanma sıcaklığını düşürdüğü tespit edilmiştir. Ayrıca bor ilavesi, Ni₃Al'nin yanma senteziyle ilişkili aktivasyon enerjisinin 97.8'den 86.4 kJ / mol'e düşmesine katkıda bulunmuştur. Bor içermeyen numunelerin son yanmış ürününde ara fazın (NiAl) ve reaksiyona girmemiş Ni'nin varlığının aksine bor katkılı numuneler için tek fazlı bir Ni₃Al ürünü veren tam reaksiyon sağlanmıştır. Üstelik, bor eklenmesi, nihai ürünlerin yoğunluğunu Ni₃Al bileşiğinin yoğunluğuna göre % 80'in üzerine çıkarmıştır.

Dong ve ark. (2009) yaptıkları çalışmada gözenekli NiAl alaşımını Ni ve Al tozlarının karışımından vakum sinterleme metoduyla üretmişlerdir. Maksimum gözenek boyutu, genişleme oranı ve gözeneklilik, kompaktlarda sinterleme sıcaklığı ve Al içeriği ile değiştiği bulunmuştur. NiAl'in hacim genişlemesi ve maksimum gözenek boyutu aynı sinterleme prosedürü altında Ni₃Al'den daha yüksek olduğunu tespit etmişlerdir.

Dong ve ark (2010a) yaptıkları çalışmada, kompaktlanmış NiAl malzemesine ön ısıtma sıcaklığının etkilerini sistematik olarak incelemişlerdir. Gözenekli NiAl alaşımlarının gözenek yapısının, ön ısıtma süresine bağlı olduğu, uzun süreli ön ısıtma işlemi süresi ile hacim genişlemesi, gözeneklilik ve maksimum gözenek boyutunun arttığı, buna karşın nihai ürünün maksimum gözenek boyutu artan ön ısıtma işlemi süresi ile azaldı. Gözenek yapılarının, özellikle maksimum gözenek boyutunun, ön ısıtma sıcaklığından nihai sinterleme sıcaklığına çıkan eksotermik reaksiyon yoğunluğu tarafından belirlenen hacim genişlemesine kuvvetle bağlı olduğu bulunmuştur.

Dong ve ark. (2010b) yaptıkları çalışmada gözenekli NiAl alaşımlarını, Ni + Al toz karışımlarının kalıp preslenmesi ve vakum sinterleme yöntemi ile hazırlamışlardır. Gözenekli NiAl %50 gözenekliliğe ve $1.1 \times 10^3 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ kPa}^{-1} \text{ h}^{-1}$ geçirgenliğe sahiptir. Gözenekli NiAl alaşımlarının döngüsel oksidasyonu sırasıyla 400, 600, 800 ve 1000 ° C havada test edilmiştir. Oksidasyon kinetik eğrileri, farklı devirli koşullardaki numunelerin ağırlık artışı ile belirlenmiştir. Dış ve iç yüzeylerde oluşturulan oksit tabakalarının oluşumunu karakterize ederek gözenekli NiAl alaşımlarının mükemmel izotermal ve devirli oksidasyon direnci sergilediği bulunmuştur. Numune 800 ° C'de

160 saat boyunca oksidize edildiğinde bile XRD tarafından oksit fazı için sadece çok küçük bir pik tespit edilmiştir. Gözenek yapısı 800°C'de çok ince ve süresiz oksit filmlerin oluşması nedeniyle istikrarlı kalmıştır. Gözenekli NiAl, gözenekli 316L paslanmaz çelik (316LSS) ile karşılaştırıldığında verilen ortamda daha iyi bir oksidasyon direnci sağlamıştır ve şiddetli ortamda 316L paslanmaz çeliğe umut verici bir alternatif olduğu belirlenmiştir.

Dong ve ark. (2011) Ni ve Al elemental tozların reaktif sentezi yoluyla Ni-10 ağırlık% Al ila Ni-40 ağırlık% Al arasında değişen farklı nominal kompozisyonlara sahip gözenekli Ni-Al alaşımları imal edilmiştir. Gözenekli Ni-Al alaşımlarının hacim genişlemesi, azami gözenek boyutu ve geçirgenliğinin, Al içeriğinin artmasıyla arttığı ve gözeneklerin Al içeriğinin değiştirilmesiyle manipüle edilebileceğini göstermiştir. Buna ek olarak, detaylı yapısal karakterizasyonlar, Ni-Al faz diyagramı ile iyi uyum içinde, farklı bileşimler kullanıldığında, imal edilen gözenekli Ni-Al alaşımlarının üç kristal faza (yani Ni_3Al , NiAl ve Ni_2Al_3) sahip olabildiklerini göstermiştir. Gözenekli Ni-Al alaşımlarının mekanik mukavemet testleri de gerçekleştirilmiştir. Gözenekli Ni-Al alaşımlarının eğilme mukavemeti ve çekme mukavemeti her ikisi de 5-80 MPa aralığında bulunmuş ve Al içeriğini arttırmakla birlikte azalmıştır.

Guo ve ark. (2011) bor ilave edilmiş ve edilmemiş iyi sıkılaştırılmış Ni_3Al alaşımlarını kendiliğinden ilerleyen sıcaklık sentezlemesi ve sıcak ekstrüzyon (SHS / HE) teknolojisi ile imal etmişlerdir. Mekanik testler, B ilavesinin, akma dayanımı ve sıkıştırma sünekliğinde belirgin bir iyileşmeye yol açtığını, SHS / HE ile sentezlenmiş Ni_3Al ve Ni_3Al-1B alaşımları daha mükemmel mekanik özellikler sergilediğini göstermişlerdir.

Ciui ve ark. (2012) yaptıkları çalışmada nikel ve alüminyum tozlarından yanma sentezi ile gözenekli NiAl intermetalik bileşiği elde etmişlerdir. Sentez işlemleri, gözenek yapısı ve gözenek oluşum mekanizması sistematik bir şekilde çalışılmıştır. Sonuçlar, gözenekli metaller arası bileşiklerin, kompleks gözenek yapısının eşsiz özelliğine sahip tek NiAl fazından oluştuğunu göstermektedir. Sonuçlar gözenekli intermetalik bileşiklerin tek bir NiAl fazından oluştuğunu ve gözenek yapısındaki mikro gözeneklerin makro ve küçük gözenekler etrafında eşsiz bir yapı oluşturduğu gözlenmiştir.

Guojian ve ark (2013) yaptıkları çalışmada yanma sentezi (CS) yöntemi ile ön ısıtma işleminden sonra nikel (Ni) ve alüminyum (Al) toz karışımından doğrudan NiAl tozları imal etmişlerdir. Farklı tesirleri olan faktörlerin yanma ürünlerinin faz

kompozisyonları ve morfolojileri üzerine olan etkileri araştırılmıştır. Sonuçlar, numunenin, Ni + Al sisteminde stokiometrik orana göre fazla miktarda Al / Ni ilave ederek ve ön ısıtma işlemini ayarlayarak NiAl bileşiğini veren tam reaksiyonu arttırmasının avantajlı olduğunu göstermektedir. Nihai ürün olan NiAl ve minimal miktardaki safsızlık içeriğiyle birlikte bulunduğu kompozit, ham peletin göreceli olarak uygun yoğunluğunda imal edilebilir olduğu vurgulanmıştır.

Wu ve ark. (2013) SHS yöntemiyle farklı porozitelerde NiAl intermetalik bileşiklerini başarılı bir şekilde hazırlamışlardır. Ni ve Al arasındaki reaksiyon işleminin yanı sıra oluşturulan malzemelerin oksitlenme özellikleri incelenmiştir. Al'un eritilmesi, Ni ve Al arasındaki reaksiyon için önkoşul olarak belirtilmiş ve reaksiyon işlemi çözülme-çökeltme mekanizması ile açıklanabileceği belirtilmiştir. 650 °C'de 200 saatlik oksidasyondan sonra gözenekli malzemelerin sadece hafif ağırlık kazancı (% 0.06-0.24) ve gözenekli malzemelerin kararlı gözenek yapısı, gözenekli NiAl intermetaliklerinin mükemmel oksidasyon direncine sahip olduğunu göstermektedir.

Sanin ve ark (2014) yaptıkları çalışmada ağırlıkça % 2.3-3.5 B içeren NiAl/Ni₂₀Al₃B₆ dökme kompozitleri, ilk kez santrifüjlü SHS yöntemi ile hazırlanmışlardır. Oluşan kompozit malzeme, Ni₂₀Al₃B₆ ve kompleks borür (Mo, Cr) B kalıntıları içeren NiAl esaslı katı bir çözelti matrisinden oluşmaktadır. En iyi sonuçlar Açık havada 150-200 g'lik santrifüj ivmelerinde en iyi sonuçları elde etmişlerdir. NiAl ve τ-boridlere dayalı döküm malzemeler türbin güç ünitelerinde kullanımının umut verici olduğunu belirtmişlerdir.

Kılıç ve ark. (2015) yaptıkları çalışmada, Ni₃Al/NiAl/NiTi bileşiklerinden oluşan bir fonksiyonel derecelenmiş malzemeyi (FDM) SHS tekniğini kullanarak üretmişlerdir. Bileşiği oluşturan tozlar daha önceden belirlenen oranlar dahilinde karıştırıldıktan sonra 200 MPa basınç altında preslenmiş ve farklı ön ısıtma sıcaklıklarında inert bir ortamda ateşlenerek üretilmişlerdir. Sonuç olarak, SHS yöntemi ile FDM başarıyla üretilmiş ve ayrıca arakesitlerde daha fazla ergime ve boşluk olduğu ana fazlar dışında farklı fazlarında meydana geldiği görülmüştür.

Bautista ve ark. (2006) bir yüksek akı güneş yoğunlaştırıcısı kullanarak intermetalik kaplamaları işlemek için yeni bir yöntem araştırmışlardır. Temel amaçları, bir toz karışımı (Ni ve Al) içinde bir ekzotermik reaksiyon başlatmak ve güneş yardımcı bir SHS işlemi vasıtasıyla yüksek kaliteli kaplamalar (NiAl) elde etmektir. Konsantre güneş enerjisi (Concentrated solar energy, CSE), reaksiyonu başlatmak için yalnızca gerekli sıcaklığı sağlamanın yanı sıra, reaksiyonun tozların bir reaktan karışımı yoluyla

yayılmasına da izin vermiştir. Bu yeni kaplama teknolojisi CSE ve SHS yöntemlerinin bir arada enerji tasarruflu intermetalik bir kaplama yapabilmesinin sağlamıştır. Uygun bir giriş-numune etkileşim zamanı seçerek, homojen, yapışan ve düşük poroziteli NiAl kaplamaları elde etmek mümkün olmuştur.

3. MATERYAL VE METOD

3. 1. Ateşleme ünitesinin tasarımı ve hazırlanması

Ateşleme ünitesi karıştırılan ve preslenen tozların ateşleme esnasında çevre şartlarından etkilenmemesi için argon gazı olan bir ortamda ateşlenebilmesini sağlayan bir dizenektir. Ateşleme ünitesinde preslenen toz karışımlarına ön ısıtma işlemi yapılabilmesi için plastik boru kaynak makinesi üniteye eklenmiştir. Eklenen plastik kaynak makinesinin üzerine konulan yaş peletler belirlenen sıcaklığa gelene kadar bir termokupl yardımıyla sıcaklıkları ölçülmüştür. Ön ısıtma işlemi 200°C sabit sıcaklıkta yapılmıştır.

Ateşleme işlemi için Inverter 201-TIG PFC tipi argon kaynak makinesi kullanılmıştır. Kaynak makinesinin kullanılmasının nedeni üretilen malzemeye herhangi bir kirletici madde bulaştırmamasıdır. Ateşleme ünitesine ve kaynak makinesine aynı argon tüpünden besleme yapılmıştır. Yapılan ünitenin bütün kısımları paslanmaz çelikten oluşmaktadır ünitenin kapağına ise ateşlemenin seyrini görebilmek için cam bir kısım eklenmiştir.



Şekil 3. 1. Ateşleme ünitesi

3. 2. Toz karışım oranları ve eldivenli kabinin hazırlanması

Titanyum ve bor gibi tozlarının atmosferik ortamda oksitlenmeye meyilli olmaları sebebiyle kutularından çıkarılırken, karıştırılırken ve ateşlenme esnasında argon (inert) veya vakum ortamlarında bulunmaları gerekmektedir. Bu sebeple bor tozunun oksitlenmesini önlemek amacıyla mevcut imkanlar doğrultusunda Şekil 3.2.'de görülen plastik bir kaptan basit bir eldivenli kabin (İng. Glovebox) sistemi oluşturulmuş ve tozların kutularından çıkarılması, gerekli miktarların tartılması ve karışım kutularına aktarım işlemleri bu eldivenli kabin içerisinde gerçekleştirilmiştir. Eldivenli kabinin üst kısmına içerisindeki havayı tahliye edebilmesi için bir vana ve yan tarafına ise argon gazının girebilmesi için bir hortum eklenmiştir. Kutunun alt tarafı gaz kaçırmaması için vidalarla ve kauçuk kapı-pencere fitili ile desteklenmiştir. Argon gazının yapısından ötürü havadan daha ağır olması sebebiyle vana üst kısma yerleştirilmiş ve havanın tahliyesi argon gazının dibe çökmesiyle gerçekleşmiştir. Sonrasında vana kapatılarak gerekli işlemler sağlıklı bir şekilde gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.2. Hazırlanan basit eldivenli kabin düzeneği

Ticari olarak temin edilen alüminyum (-325 mesh, %99,5 saflık), bor (<1.5µm, %96,21 saflık) ve nikel (-325 mesh, %99,8 saflık) tozları Tablo 3.1. ve Tablo 3.2.'de

belirtilen miktarlarda karıştırma kaplarının içerisine alındıktan sonra homojen bir şekilde karışabilmeleri için 12 saat süreyle Şekil 3.3.'de görülen markasız planet tip bilyalı karıştırıcıda karıştırılmıştır. Karıştırılan tozların miktarları atomik oranlarına göre hesaplanmıştır. Sonrasında karıştırılan tozlar contalı hava geçirmez saklama kaplarına aktarılmışlardır ve kapların içerisine argon gazı eklenerek tozların sıkıştırılmalarına kadar geçen sürede oksitlenmelerinin önüne geçilmiştir.



Şekil 3.3. Planet tipi bilyalı karıştırıcı

Tablo 3.1. Ni₃Al karışım için hesaplanan ağırlıkça toz yüzdeleri ve miktarları.

B (%)	Ni (gr)	Al (gr)	B (gr)	Toplam Ağırlık (gr)	Atomik Yüzdeler
-	86,712	13,296	-	100	Ni ₇₅ Al ₂₅
2	86,332	13,230	0,438	100	Ni _{73,5} Al _{24,5} B ₂
4	85,950	13,171	0,879	100	Ni ₇₂ Al ₂₄ B ₄
8	85,136	13,046	1,818	100	Ni ₆₉ Al ₂₃ B ₈

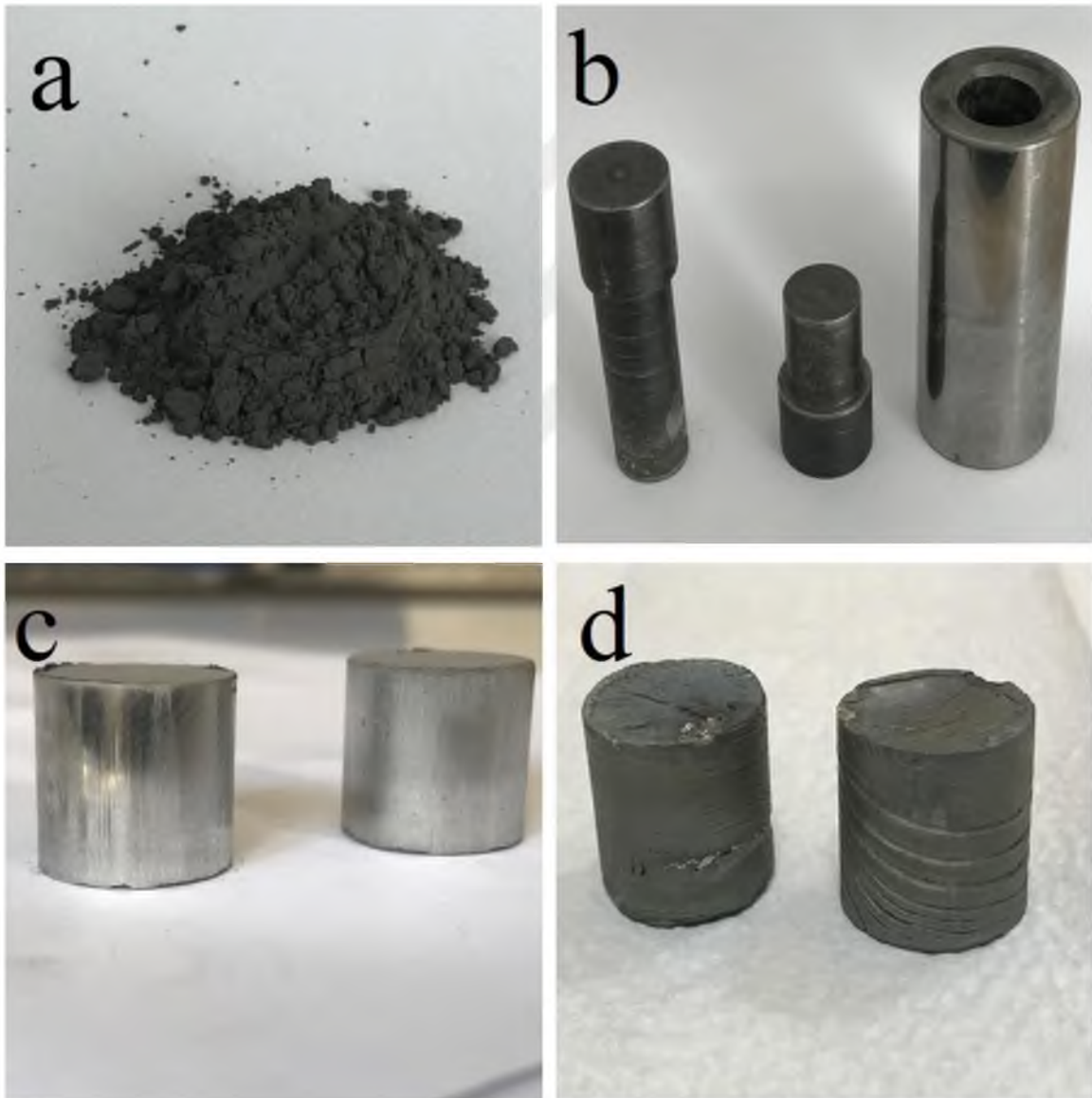
Tablo 3.2. NiAl karışım için hesaplanan ağırlıkça toz yüzdeleri ve miktarları.

B (%)	Ni (gr)	Al (gr)	B (gr)	Toplam Ağırlık (gr)	Atomik Yüzdeler
-	68,506	31,493	-	100	Ni ₅₀ Al ₅₀
2	68,155	31,332	0,513	100	Ni ₄₉ Al ₄₉ B ₂
4	67,794	31,166	1,040	100	Ni ₄₈ Al ₄₈ B ₄
8	67,035	30,817	2,147	100	Ni ₄₆ Al ₄₆ B ₈

Karışımların ağırlıkça oranları şu şekilde hesaplanmıştır:

$$Wt\%x = \frac{(At\%x)(At.Wt.x)}{(At\%x)(At.Wt.x) + (At\%y)(At.Wt.y) + \dots + (At\%z)(At.Wt.z)} \quad (1)$$

Ağırlıkça yüzdesi belirlenen bileşen daha sonra toplam kaç gr karışım hazırlanacaksa ona göre eklenecek miktar hazırlanır. Yapılan çalışmada her karışım toplam 100 gr olacak şekilde ayarlanmıştır.



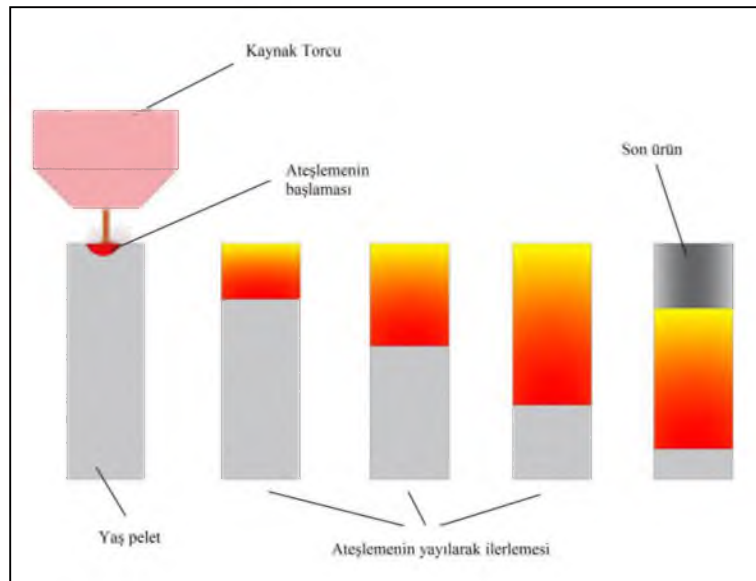
Şekil 3.4. a) toz karışımı, b) perno yuvası ve zimbalar, c) yaş pelet, d) son ürün

Sıkıştırma işlemi için Şekil 3.4. b'deki motor perno yuvaları kalıp olarak kullanılmıştır. Tozları sıkıştırmak için torna tezgahında çeşitli çaplarda ve boylarda bir adet alt ve iki adet üst zımba hazırlanmıştır. Daha sonra zımbalara ısıl işlem uygulanarak olası bir yüksek basınçta şişme veya sıkışma yapmasının önüne geçilmiştir. Bir adet üst zımba toz karışımını sıkıştırmak için kullanılırken diğer üst zımba ise toz karışımını kalıptan çıkarmak için kullanılmıştır.

Toz karışımları perno yuvalarında 20 MPa ve 40 MPa olmak üzere iki farklı yükte 20 ton kapasiteli atölye tipi kollu hidrolik preste sıkıştırılmışlardır. Sıkıştırıldıktan sonraki parça ıslak sıkıştırma, yaş pelet ya da ham pelet (İng. green compact) gibi farklı şekillerde adlandırılmaktadırlar. Toz karışımlarının yaş peleti Şekil 3.4. c'de görülmektedir. Sıkıştırılan tozlar yaş pelet halinde iken ağız kilitli poşetlere içerisindeki hava vakumlanarak ayrı ayrı paketlenmiş ve ateşleme işlemine kadar muhafaza edilmiştir.

3. 3. Ateşleme işleminin yapılması

SHS deneylerinde ateşleme işlemi genellikle tungsten tel, lazer ya da mikrodalga enerjisi gibi yöntemlerle yapılmaktadır. Bazı çalışmalarda ise çeşitli kaynak makineleri de kullanılmaktadır. Bu çalışmada ateşleme işlemi TIG kaynak makinesi ile yapılmıştır. TIG kaynak makinesinin seçilmesinde tungsten telin numunelere bulaşmaması ayrıca ateşleme esnasında kaynak torcundan ekstra argon gazı gelmesi ve ateşleme bölgesine ekstra koruma sağlayacak olması etkili olmuştur.



Şekil 3.5. TIG kaynağı ile ateşlemenin yapılması ve ürünün oluşum safhaları

Ateşleme işlemi yapılırken öncelikle numunelerin olduğu ateşleme ünitesinin içi dakikada 15 lt argon gazıyla doldurulmuş ve daha sonra numuneler 200°C’de ön ısıtmaya tabi tutulmuşlardır. Ön ısıtma sonrası numuneler kaynak makinesi ile 80 amper akım şiddetinde numuneye arasında yaklaşık 1 mm mesafe olacak şekilde ateşlenmişlerdir. Ateşlenen ürünler yükselen sıcaklık nedeniyle oluşabilecek etkilerden korunabilmeleri için soğuduktan sonra ateşleme ünitesinden çıkarılmıştır. Çıkarılan ürünler kilitli poşetlerde muhafaza edilerek analizler öncesi saklanmıştır.

3. 4. Ürünlerin analiz için hazırlanması

Her parametre için üçer adet numune ateşlenmiştir. Ateşlenen numunelerden ikisi basma deneyi için 1 tanesi ise gözeneklilik, mikroyapı, mikrosertlik, SEM-EDS ve XRD analizleri için kullanılmıştır.

Gözeneklilik hesabı için öncelikle her bir malzemenin teorik yoğunluk değerleri hesaplanmıştır. Teorik yoğunluklar Tablo 3.3.’de görülmektedir. Teorik yoğunlukları hesaplanan her bir numunenin ağırlıkları ve hacimleri ölçülerek gerçek yoğunlukları hesaplanmıştır. NiAl numunelerde hesaplanan yoğunluk değeri ve teorik yoğunluk değeri malzemenin gözeneklilik oranının hesaplanmasında kullanılmıştır.

Teorik yoğunluk hesaplanması şu şekildedir.

$$\frac{1}{D_t} = \frac{x}{D_{Ni}} + \frac{y}{D_{Al}} + \frac{z}{D_B} \quad (2)$$

x, y ve z her bir bileşenin kütle fraksiyonu yani bileşenin kütlelerinin toplam kütleyle oranı, D_{Ni} , D_{Al} ve D_B her bir bileşenin yoğunluğu, D_t karışımın teorik yoğunluğu. Hesaplama sonucunda elde edilen değerler Tablo 3.3.’de görülmektedir.

Tablo 3.3. NiAl ve Ni₃Al malzemeler için atomik karışım oranları ve teorik yoğunluk değerleri

	Atomik Karışım Oranları (%)			Teorik Yoğunluk (gr/cm ³)		Atomik Karışım Oranları (%)			Teorik Yoğunluk (gr/cm ³)
	Ni	Al	B			Ni	Al	B	
NiAl	50	50	0	5,167	Ni₃Al	74	25	0	6,822
NiAl-B2	49	49	2	5,128	Ni₃Al-B2	73,5	24,5	2	6,757
NiAl-B4	48	48	4	5,088	Ni₃Al-B4	72	24	4	6,689
NiAl-B8	46	46	8	5,007	Ni₃Al-B8	69	23	8	6,552

Teorik yoğunluk hazırlanan karışımın gözeneksiz bir haldeyken oluşturduğu ölçüleri belli bir katı cismin yoğunluğudur. Üretilen ürünlerin ölçüleri alınır ve hacmi hesaplanır (v), hassas terazide kütlesi (m) belirlenir ve ürünün gerçek yoğunluğu (D_g) hesaplanır.

$$D_g = \frac{m}{v} \quad (3)$$

Teorik yoğunluğu ve gerçek yoğunluğu belirlenen ürünün gözenek oranı:

$$G_{\%} = \frac{D_i - D_g}{D_i} \times 100 \quad (4)$$

Gözeneklilik oranları belirlenen numuneler daha sonra görüntü alınabilmesi için Şekil 3.6. a'da görülen manuel hareketli Presi Mecatome T260 marka kesme cihazında kesilmiştir. Kesilen numuneler Şekil 3.6. b'de görülen Presi Minitech 233 marka zımparalama ve parlatma cihazında sırasıyla 240, 400, 600, 800, 1000 ve 1200'lük zımparalanmış ve sonrasında çuha ve elmas pasta ile parlatılarak dağlama işlemine geçilmiştir.

Dağlama işlemi için sırasıyla 3:2:5 oranlarında nitrik asit (HNO₃), hidroflorik asit (HF) ve saf su karıştırılarak dağlama çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltilere daldırılan numuneler 15 sn boyunca bekletilmiş ve sonrasında su ve alkol ile temizlenerek kurutulmuşlardır. Daha sonra mikroskopta kontrol edilerek dağlama işleminin gerçekleştiği doğrulanmıştır. Kurutulan numuneler gözenekli olmaları sebebiyle içerisinde muhafaza edebileceği dağlayıcı ve suyu emmesi için peçeteye sarılmışlar ve kilitli poşetlerde muhafaza edilmişlerdir.



Şekil 3.6. Metalografi deneyinde kullanılan cihazlar.

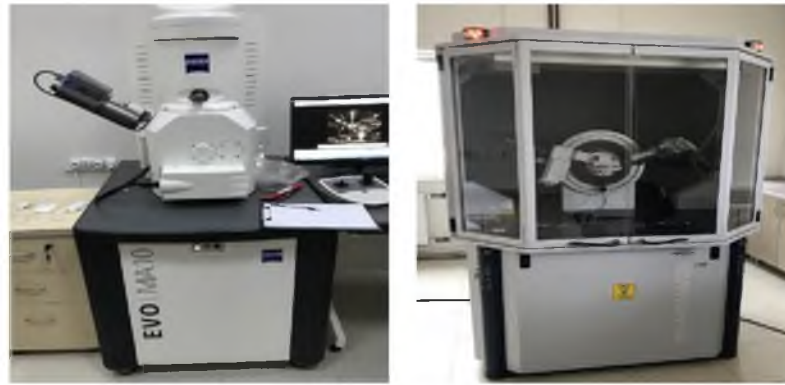
3. 5. Yapılan Analizler

Hazırlanan numunelerin öncelikle Şekil 3.7.'de görülen bilgisayarlı mikroskopta 5x ve 100x olarak makro görüntüleri alınmıştır.



Şekil 3.7. Mikroskop (solda) ve mikrosertlik (sağda) cihazları.

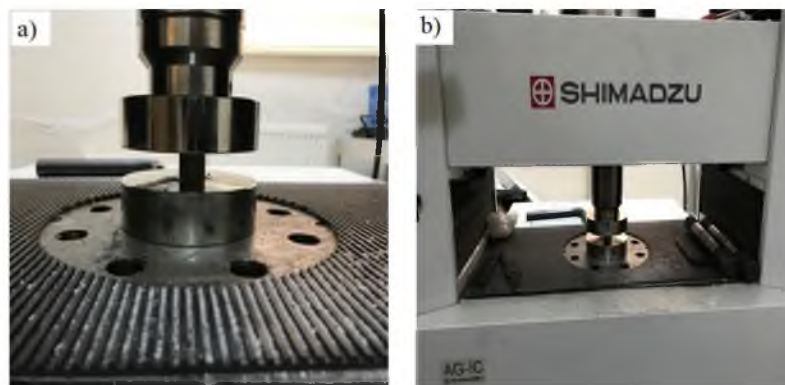
Daha sonra numuneler SEM-EDS ve XRD analizleri için Fırat Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarları MERLAB'da bulunan Şekil 3.8.'de görülen Zeiss MA10 marka elementel analiz destekli görüntü incelemesi cihazında 100x, 500x, 1000x ve 2000x ölçeğinde SEM görüntüleri alınmış ve yine aynı cihazda EDS analizi yapılmıştır. XRD analizi ise her bir numune için Şekil 3.8.'de görülen Bruker D8 Advance Eco marka cihazda 20°-80° arasında 0,040° adımda 0,4 s aralıklarla yapılmıştır.



Şekil. 3.8. SEM-EDS (solda) ve XRD (sağda) cihazları

Tüm görüntü alma işlemleri bittikten sonra sağlıklı bir şekilde görüntü almayı etkileyebilecek olan sertlik alma işlemi gerçekleştirilmiştir. Mikrosertlik ölçümü Şekil 3.6. b’de görülen vickers tipi Shimadzu HMV-2T mikrosertlik cihazında dağınık bir şekilde alınmıştır. Normalde sertlik değeri belirli bir doğrultuda ve belirli bir aralıkta alınır ancak yapılan deneyde hazırlanan numunelerin gözenekli olması bu işlemi dağınık bir şekilde mikrosertlik cihazının ucu iz bırakacak şekilde yapılmıştır. Her numuneden yaklaşık olarak 20 sertlik değeri farklı noktalardan alınmıştır.

Son olarak üretilen malzemelerin basma mukavemetini ve elastisite modülünü hesaplamak için her parametre için iki numune olmak üzere basma deneyi gerçekleştirilmiştir. Deneyin uygulanış biçimi Şekil 3.9. a’da görülmektedir. Basma deneyi Şekil 3.8. b’de görülen Shimadzu AG-IC tipi üniversal test cihazında ASTM-E 09 standardına göre $L/D=0,8$ olacak şekilde 1mm/dak parametrelerinde yapılmıştır.



Şekil 3.9. Basma deneyi ve deneyin yapıldığı cihaz

4. ANALİZ SONUÇLARI VE TARTIŞMA

Ateşleme esnasında bor katılmayan NiAl numunelerde herhangi bir şekil bozukluğu olmamasına rağmen bor katkılı olan her numunede ateşleme çok ani gelişmiş ve çoğu numune patlayarak ürün oluşturmuştur. Bu sebeple oluşan gözenek yapıları çok dağınık, gereğinden fazla büyük olmuştur ve sağlıklı numuneler elde edilememiştir. Gözenek yapıları literatürde de belirtildiği üzere gözenekten çok kusur olarak tabir edilebilirler. Elde edilen numunelerden gözenek hesaplamasının yanında basma deneyi de mümkün olmamıştır.

Farklı sıkıştırma oranları, farklı ön ısıtma ve hatta ön ısıtmasız denenen ürünlerde de aynı sonuçlar elde edilmiştir. Bunun sebebi olarak borun literatürde bahsedildiği gibi reaksiyonu hızlandırması (Yeh ve Sung, 2005) ayrıca literatürde belirtilen (Dong ve ark., 2011; Dong ve ark., 2009) aliminyumun oranının ve tane boyutunun malzemenin genişmesi üzerine olan etkilerinden dolayı olduğu düşünülmektedir. Bu yüzden NiAl numunelerinden sadece mikroskop görüntüleri alınabilmiş ve herhangi bir teste tabi tutulamamışlardır.

4.1. Gözenek oranları

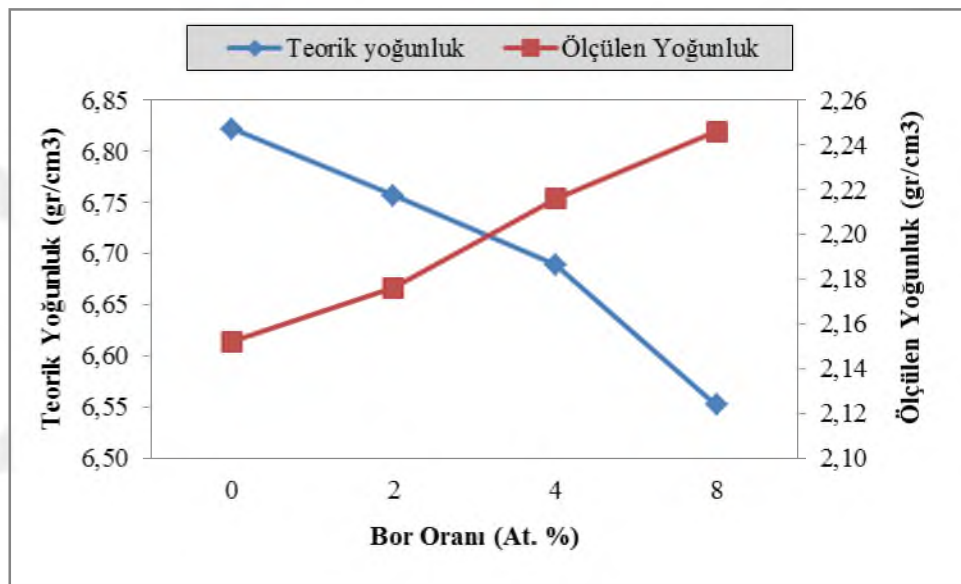
Gözenek oranları belirlenirken hazırlanan malzemelerin düzgün bir geometriye sahip olmaları hesaplanan gözeneklilik oranlarının sağlıklı olmasını sağlamıştır. Ni₃Al numunelerde ise ne şekil bozulması ne de gözenek yapılarında herhangi bir problem olmamıştır. Dolayısıyla her türlü testi rahat bir şekilde yürütmek mümkün olmuştur.

Gözeneklilik hesabı yapılırken, her parametreden üçer adet numunenin geometrisinden faydalanılarak hacmi hesaplanmış ve kütleleri tartıldıktan sonra olması gereken teorik yoğunluğa göre gözeneklilik oranları hesaplanmıştır. Daha sonrasında gözeneklilik değerleri Arşimet prensibine göre tekrar hesaplanmış ve yapılan işlemin sağlanmasını yapılmıştır.

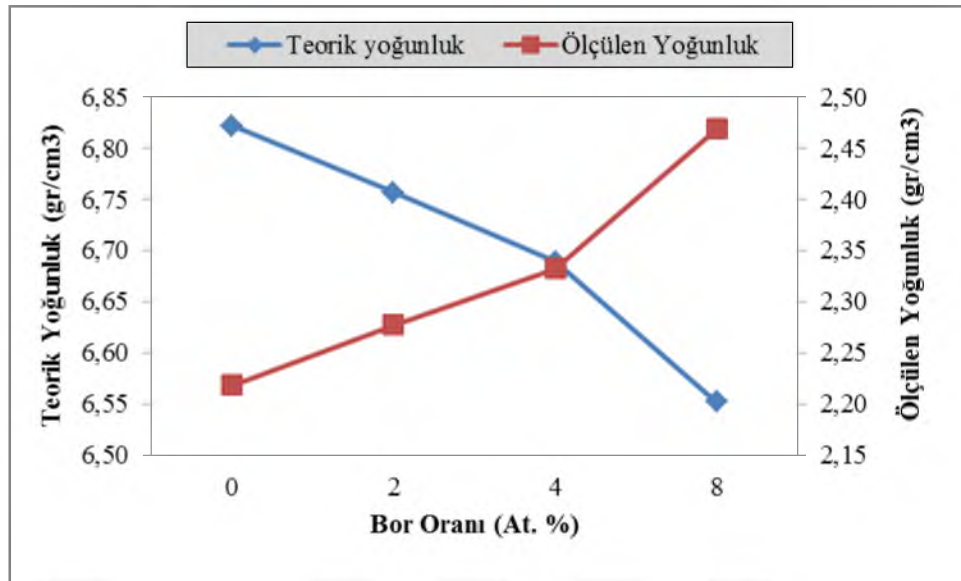
Ni₃Al numuneleri için gözeneklilik oranları Tablo 4.1. ve 4.2'de gösterilmektedir.

Tablo 4.1. 20 MPa ile sıkıştırılmış numuneler için gözeneklilik oranları

Numune No (20 Mpa)	Teorik Yoğunluk (gr/cm ³)	Ölçülen Yoğunluk (gr/cm ³)	Gözeneklilik (%)
Ni ₃ Al	6,822	2,152	68,461
Ni ₃ Al %2 B	6,757	2,176	67,801
Ni ₃ Al %4 B	6,689	2,216	66,879
Ni ₃ Al %8 B	6,552	2,246	65,725

**Şekil 4.1.** 20 MPa sıkıştırma oranına sahip ürünlerin teorik ve gerçek yoğunlukları**Tablo 4.2.** 40 MPa ile sıkıştırılmış numuneler için gözeneklilik oranları

Numune (40 Mpa)	Teorik Yoğunluk (gr/cm ³)	Ölçülen Yoğunluk (gr/cm ³)	Gözeneklilik (%)
Ni ₃ Al	6,822	2,218	67,488
Ni ₃ Al %2 B	6,757	2,277	66,306
Ni ₃ Al %4 B	6,689	2,332	65,131
Ni ₃ Al %8 B	6,552	2,469	62,310

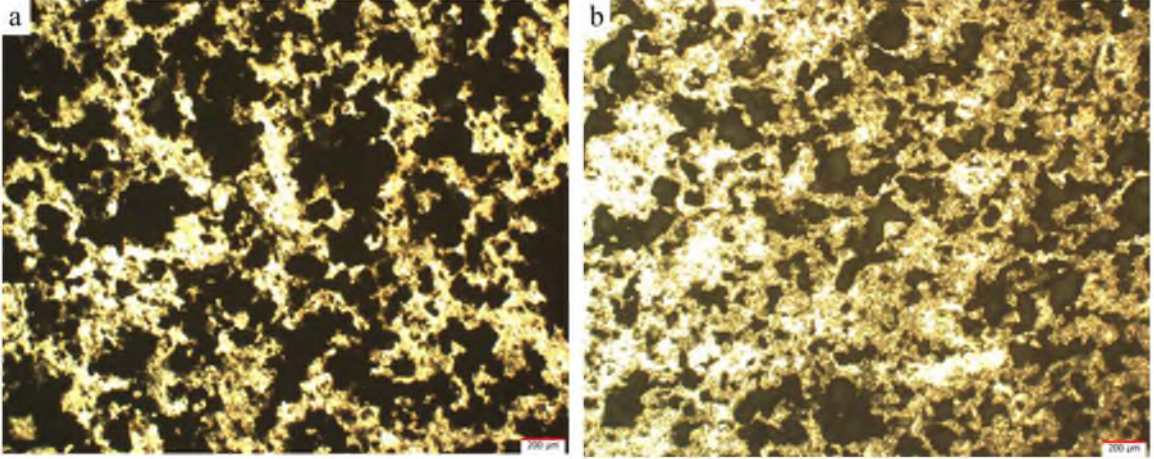


Şekil 4.2. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip ürünlerin teorik ve gerçek yoğunlukları

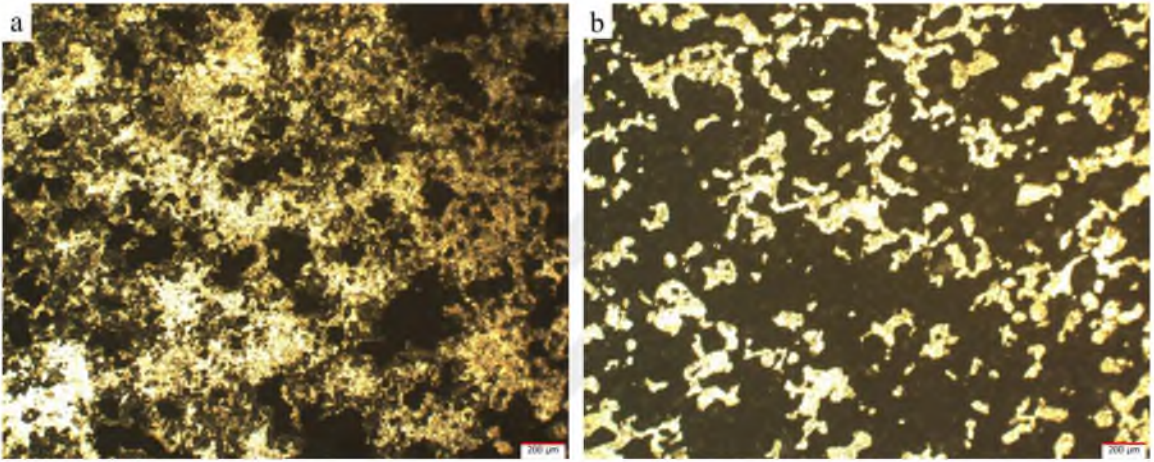
Şekil 4.1 ve 4.2.'de görüldüğü üzere 20 MPa ve 40 MPa sıkıştırma oranına sahip olan numunelerde bor oranının artmasıyla beraber teorik yoğunluk düşerken ölçülen yoğunluklarında artış olmuştur bu durum literatürde uymaktadır (Yeh ve Sung, 2005). Dolayısıyla her iki sıkıştırma oranında numune gözeneklilik oranları bor oranının artmasıyla ters orantılı bir şekilde düşüş göstermiştir.

Gözenekliliklerin en belirgin olduğu makro fotoğraflar Şekil 4.3. ve 4.4.'de görülmektedir. Fotoğraflara bakıldığında gözenek oranı artmış gibi görülmektedir. Ancak malzemenin her yerinde görüntünün farklı olmasının yanında gözeneklerin küçülmesinde bu olaya sebep olabileceği düşünülmektedir. Şekil 4.5 ve 4.6.'de görüldüğü üzere 40 MPa sıkıştırma oranına sahip ürünlerde de benzer bir görüntü oluşmaktadır.

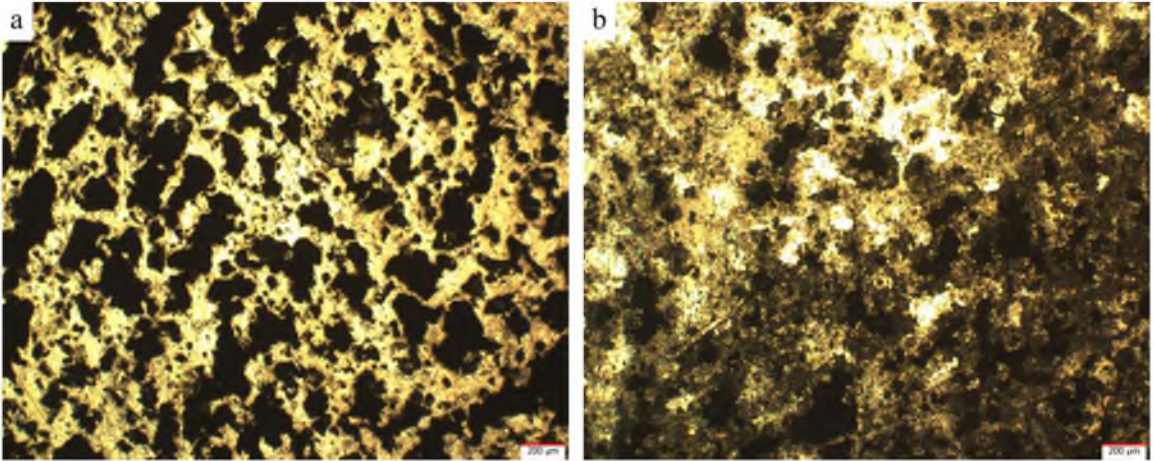
Bir diğer ayrıntı ise 40 MPa sıkıştırma oranına sahip olan ürünlerin gözenek oranları 20 MPa sıkıştırma oranına sahip olan ürünlerden daha düşük olmuştur.



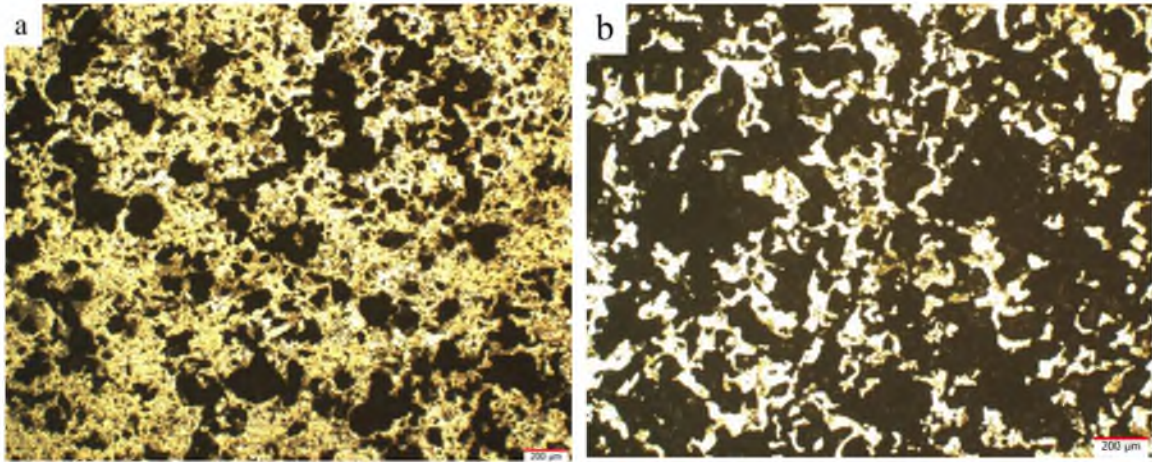
Şekil 4.3. Numunelerin (20 Mpa) 5x makro fotoğrafları a) Ni_3Al ve b) Ni_3Al -%2B



Şekil 4.4. Numunelerin (20 MPa) 5x makro fotoğrafları a) Ni_3Al -%4B ve b) Ni_3Al -%8B



Şekil 4.5. Numunelerin (40 Mpa) 5x makro fotoğrafları a) Ni_3Al ve b) Ni_3Al -%2B



Şekil 4.6. Numunelerin (20 MPa) 5x makro fotoğrafları a) Ni₃Al-%4B ve b) Ni₃Al-%8B

4.2. Mikrosertlik

Sertlik deneyi kolay ve diğer testlere oranla daha az tahribatlı olmasından dolayı çok tercih edilen bir yöntemdir. Sertlik deneyi sonucunda elde edilen bilgi malzemenin mukavemeti, çizmeye, sürtünmeye ve kesmeye karşı direnci gibi bazı özellikleri hakkında bilgiler verebilmektedir. Dolayısıyla bu gibi nedenlerden dolayı hazırlanan numunelerin mikrosertlik değerleri ölçülmüştür. Yapılan ölçümlerin sonucu Tablo 4.3’de görülmektedir.

Tablo 4.3. Elde edilen numunelerin mikrosertlik ölçümleri

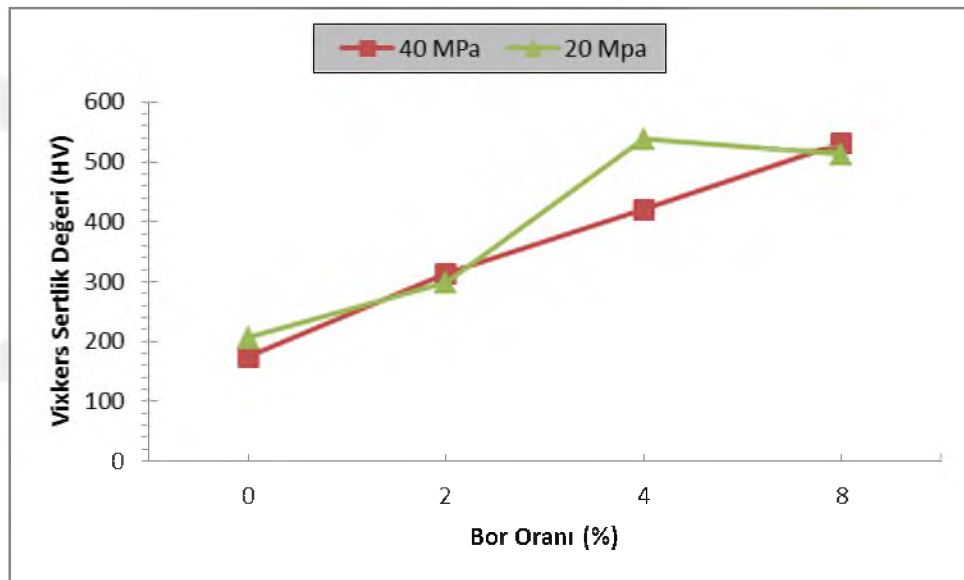
20 MPa				40 MPa			
Ni ₃ Al	Ni ₃ Al %2 B	Ni ₃ Al %4 B	Ni ₃ Al %8 B	Ni ₃ Al	Ni ₃ Al %2 B	Ni ₃ Al %4 B	Ni ₃ Al %8 B
187	298	1075***	339	294**	95*	106	551
212	307	172	527	29,2*	324	123	439
127	423**	210	565	155	288	686**	737
252**	230	657	506	94,2	663**	136	750**
238	207	149	611	26,9*	309	207	305
84,6*	199	84,2*	728**	42,7*	234	251	509
222	197	326	574	125	366	492	600
34,2*	311	755	603	124	244	397	472
36,6*	307	663**	424	32,7*	193	618	579
97,6*	188	315	382	31*	170	573	373
206	237	1058***	378	175	338	323	591

* Dikkate alınmayacak olan sertlik değerleri

** En yüksek sertlik değerleri

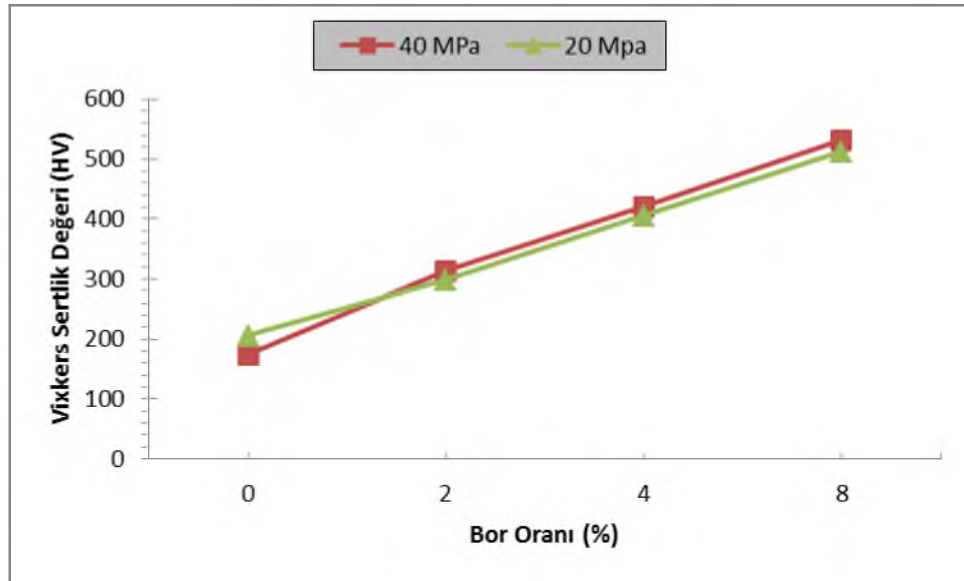
*** Elde edilen maksimum sertlik değerleri

Bor oranının artması ile maksimum sertlik değerlerinde belirgin bir artış olduğu görülmektedir. Sarı renkteki değerlerin ölçülmesinin sebebi batıcı ucun yük uyguladığı yüzeyin altında gözenek olan yerlere denk gelmesidir. Bu değerler dikkate alınmayacaktır. En yüksek değerlerin ölçüldüğü noktalarda ise Al_2O_3 ya da bor bileşiği olan Ni_3B yada Ni_2B denk geldiği düşünülmektedir. Her numune için birbirine yakın olan değerlerin (200 HV civarı) ise Ni_3Al veya $NiAl$ bölgesinin sertlik değerlerinin yansıttığı düşünülmektedir. Bu bölgelerden elde edilen değerler literatüre uymaktadır (Matsuura ve ark. 1997; Sheng ve ark., 2009). 20 MPa Ni_3Al -%4 B numunesinde 2 adet (kırmızı alan) çok daha yüksek sertlik değeri elde edilmiştir ve diğer numunelerde bu değere ulaşamamıştır.



Şekil 4.7. Sertlik değerlerinin ortalaması

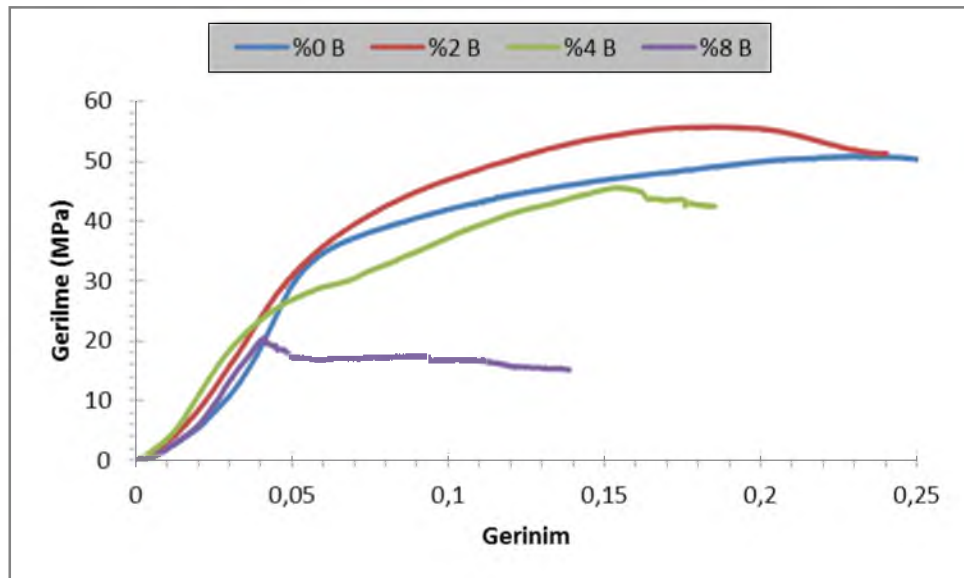
Yapılan diğer sertlik ölçümlerinde en yüksek değer 750 HV olarak 40 MPa %8 B numunesinde ölçülmüştür. Tıpkı en düşük değerleri elimine ettiğimiz gibi 40 MPa Ni_3Al %4 B numunesinden elde edilen ve yaklaşık 1000 HV sertlik değerine sahip olan iki değeri elimine ettiğimiz zaman Şekil 4.8.'deki gibi anlamlı bir grafik oluşmaktadır. Bu grafiği incelediğimizde sertlik değerlerinin birbirine çok yakın olduğu ancak 40 MPa sıkıştırma oranına sahip olan numunelerin sertliklerinin genel olarak daha yüksek olduğu görülmektedir. Buradan sıkıştırma oranıyla sertlik değerinin doğru orantılı olduğu sonucuna varılabilir.



Şekil 4.8. Ortalama sertlik değerleri

4.3. Basma deneyi sonuçları

Basma deneyi için hazırlanan 2 şer adet numunenin sonuçları birbirleriyle kıyaslanmış ve doğrulukları kontrol edilmiştir. Elde edilen sonuçların grafiklere dökülmüş hali Şekil 4.9. ve 4.10'da sırasıyla 20 MPa ve 40 MPa olmak üzere gösterilmiştir.

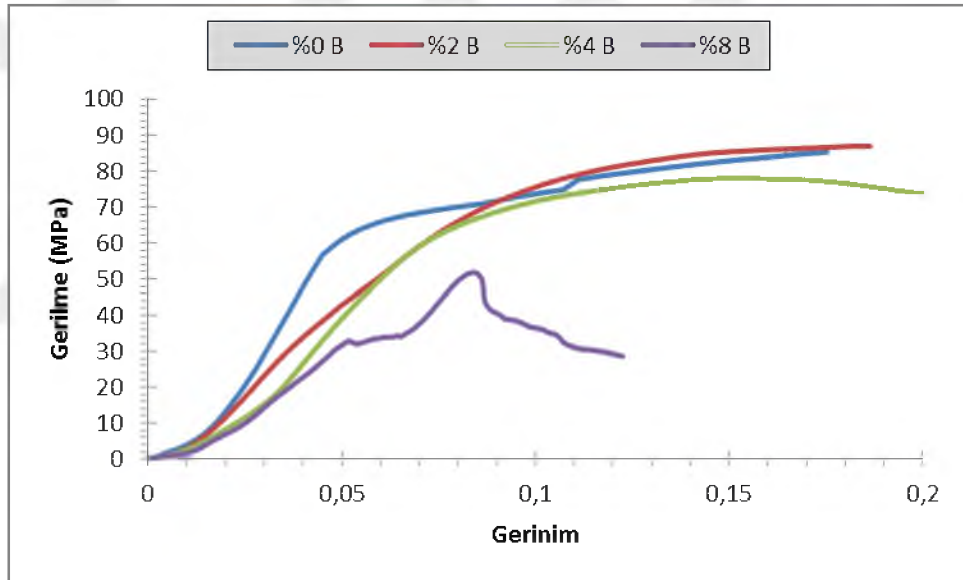


Şekil 4.9. 20 Mpa sıkıştırma oranında gerilme-gerinim grafiği

Şekil 4.7’de gösterilen grafiğe bakıldığında bor oranının artmasıyla beraber grafikte gözle görülür değişiklikler olmuştur. Maksimum gerilme miktarları sırasıyla 50.92, 55.80, 45.64 ve 20,66 MPa olarak ölçülmüştür.

Yapılan değerlendirmeye göre %2 bor oranı ile malzemenin maksimum gerilmesinde bor katılmayan ürüne oranla artış görülmektedir. Bu artış oranı bor katılmayan numuneye göre %9.58 lik bir artış göstermektedir.

Ancak bor oranının artmaya devam etmesiyle beraber maksimum gerilmelerde daha düşük maksimum gerilme değerleri elde edilmiştir. %4 bor oranına sahip olan ürünün maksimum gerilmesi bor katılmayan ürüne oranla %10.37, %2 bor katılan ürüne oranla %18,21 düşüş göstermektedir. Özellikle %8 bor oranına sahip olan malzemenin maksimum gerilmesi diğer üç malzemenin çok altında bir değer göstermektedir.



Şekil 4.10. 40 Mpa sıkıştırma oranında gerilme-gerinim grafiği

Şekil 4.10’de görüldüğü üzere bor oranı 40 MPa sıkıştırma oranında üretilen ürünlerin maksimum gerilme miktarlarında da değişikliklere sebep olmuştur, ancak %8 bor oranına sahip malzeme dışındaki tüm malzemelerin maksimum gerilme miktarları birbirine yakın seyretmiştir. Maksimum gerilme miktarları sırasıyla 85.33, 87, 78.11 ve 51.88 MPa olarak ölçülmüştür. Maksimum gerilme miktarı 20 MPa sıkıştırma oranına sahip ürünlerde olduğu gibi 40 MPa sıkıştırma oranına sahip ürünlerde de %2 bor oranında gerçekleşmiştir. Maksimum gerilme miktarlarını Tablo 4.4.’te görülmektedir.

Tablo 4.4. Ürünlerin maksimum gerilmeleri

Numune No (20 MPa)	Maksimum Gerilme (MPa)	Numune (40 MPa)	Maksimum Gerilme (MPa)
Ni ₃ Al	50,92	Ni ₃ Al	85,33
Ni ₃ Al %2 B	55,80	Ni ₃ Al %2 B	87,00
Ni ₃ Al %4 B	45,64	Ni ₃ Al %4 B	78,11
Ni ₃ Al %8 B	20,66	Ni ₃ Al %8 B	51,88

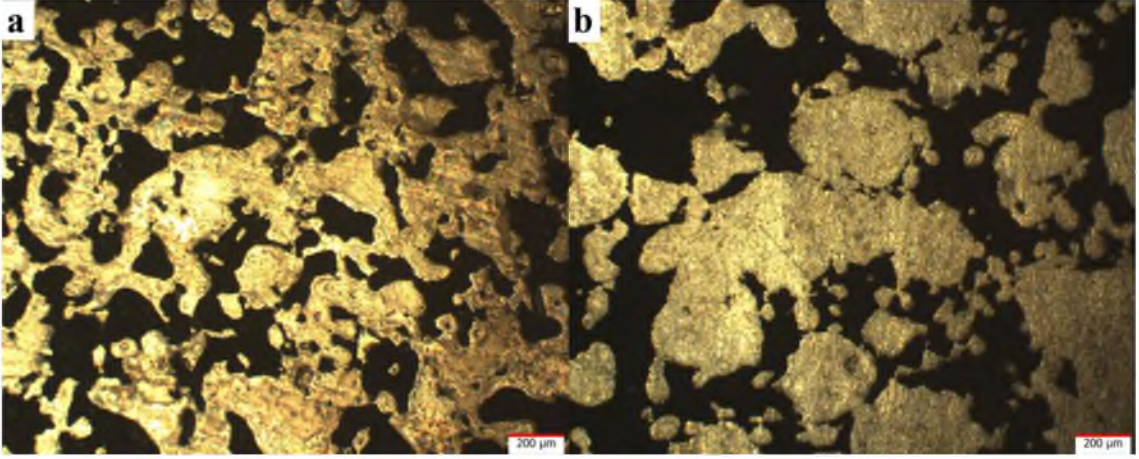
Tablo 4.4.'te anlaşılacağı üzere sıkıştırma oranıyla beraber malzemenin mukavemetinde ciddi artış görülmektedir. Ayrıca %2 bor oranına sahip olan ürünlerde bor katkısı olmayan ürünlere oranla belirli bir artış olduktan sonra bor oranının artmasıyla (%4-8) maksimum gerilmelerde düşüşler gözükmemekte ve özellikle %8 bor oranına sahip olan ürünlerde ciddi maddede mukavemet kaybı olmaktadır. Bu durum bor oranının artmasının mukavemeti yükselttiği ancak bir yerden sonra ciddi mukavemet düşüşüne sebep olduğunu göstermektedir.

4.4. Görüntü Analizleri

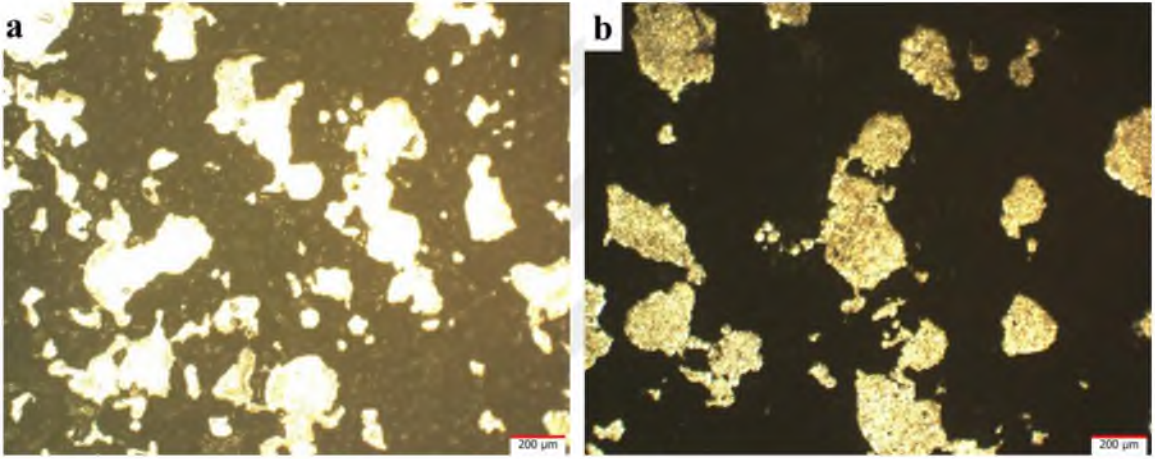
4.4.1. Optik görüntüleri

Numunelerin optik görüntüleri için yaklaşma oranları 5x ve 100x olarak belirlenmiştir, 5x görüntüler malzemenin temel gözenek yapısını ortaya koyarken 100x görüntü tane sınırları ve dağılayıcı etkisiyle oluşan farklı renklerdeki faz yapılarını göstermektedir.

Şekil 4.11.'i incelediğimizde %2 bor olan numunede gözeneklerin bor katılmayan numuneye oranla giderek büyüdüğü görülmektedir. Ana malzemenin ise büyük adacıklar şeklinde bir kısmının birbirinden bağımsız olduğu görülmektedir. Aynı basma oranına sahip olan her iki numunede böyle bir farklılığın olmasını bor oranına bağlayabiliriz.

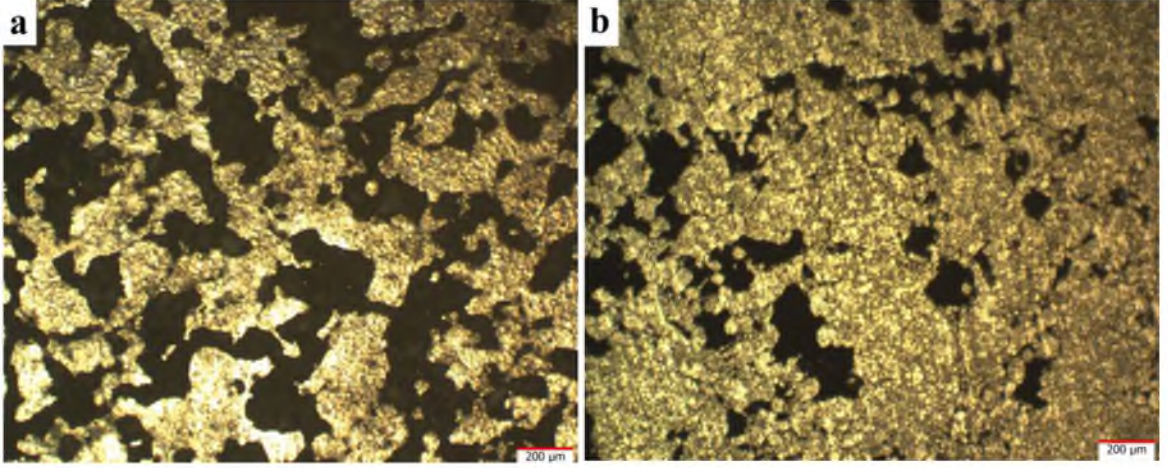


Şekil 4.11. 20 MPa sıkıştırma oranına sahip 5x görüntüler a) NiAl %0 B, b) NiAl %2 B

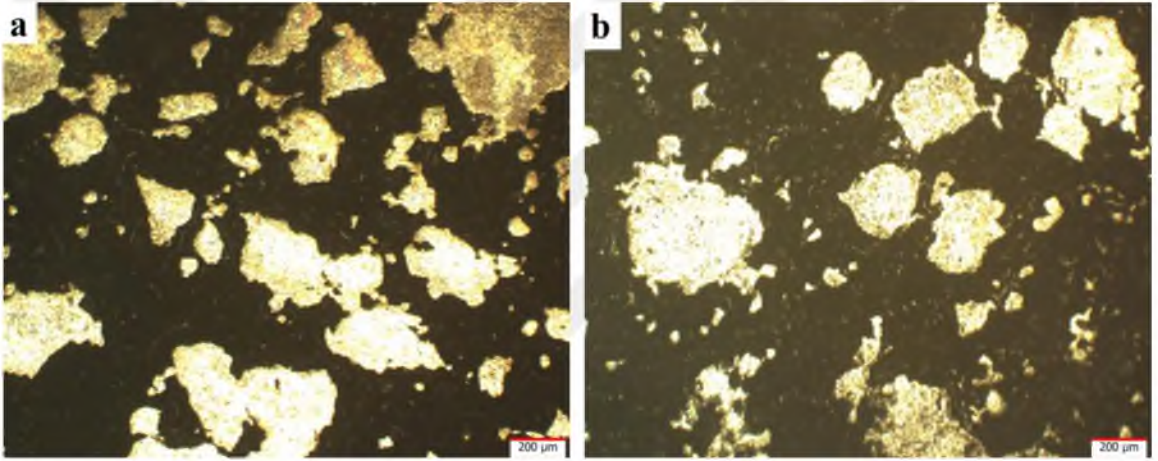


Şekil 4.12 . 20 MPa sıkıştırma oranına sahip 5x görüntüler a) NiAl %4 B, b) NiAl %8 B

Şekil 4.12'a baktığımızda önceki fotoğrafa oranla çok daha fazla gözenekli alan ve çok daha az ana malzeme olduğu görülmektedir. Bor oranının artmasıyla beraber gözeneklerin büyüdüğü görülmektedir. Bu durum borun malzemeye olan gözenek etkisini göstermektedir. NiAl malzemelerde oluşan büyük yarıklardan ve patlamalardan dolayı gözenek hesabı yapılamadığından daha öncede bahsetmiştik. Bunun literatürde bahsedildiği üzere bor katkısının malzemenin yanma hızını artırmasından dolayı olduğu düşünülmektedir (Yeh ve Sung, 2005). Bunun yanı sıra NiAl numunelerde bulunan Al miktarının Ni_3Al 'a oranla daha yüksek olmasında etkili olduğu düşünülmektedir.

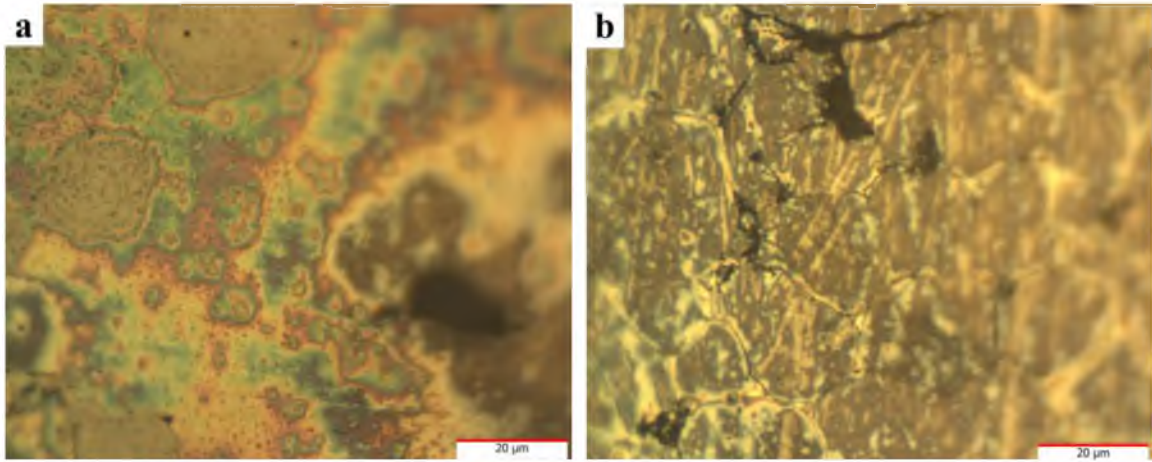


Şekil 4.13. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip 5x görüntüler **a)** NiAl %0 B, **b)** NiAl %2 B,

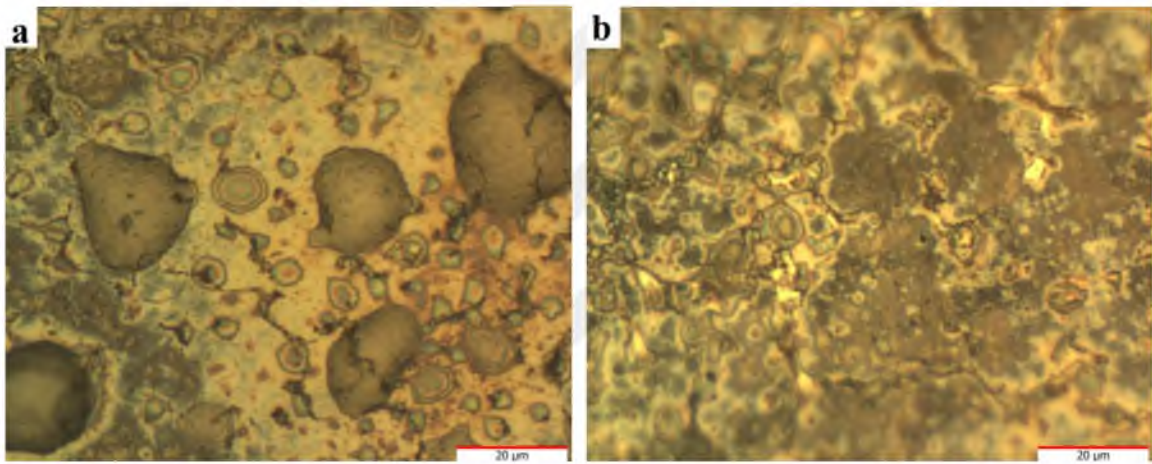


Şekil 4.14. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip 5x görüntüler **a)** NiAl %4 B, **b)** NiAl %8 B

20 MPa sıkıştırma oranına sahip olan numunelere benzer görüntüler 40 MPa sıkıştırma oranına sahip olan NiAl numunelerde de görülmektedir. Bor oranıyla birlikte taneler arasındaki mesafeler özellikle Şekil 4.13'de %4 B ve %8 B olan numunelerde açıkça görülmektedir. 40 Mpa %2 bor oranına sahip olan numunenin yüzeyinde 20 MPa %2 bor oranına sahip olan numuneye oranla daha fazla gözenek olduğu görülüyor ancak malzemenin farklı bölgelerinde yüzeyin aynı karakteristiği göstermediği aşikardır. NiAl malzemeler için gözenek hesabının yapılamaması sağlıklı bir analiz yapmayı engellemektedir.



Şekil 4.15. 20 MPa sıkıştırma oranına sahip 100x görüntüler a) NiAl %0 B, b) NiAl %2 B

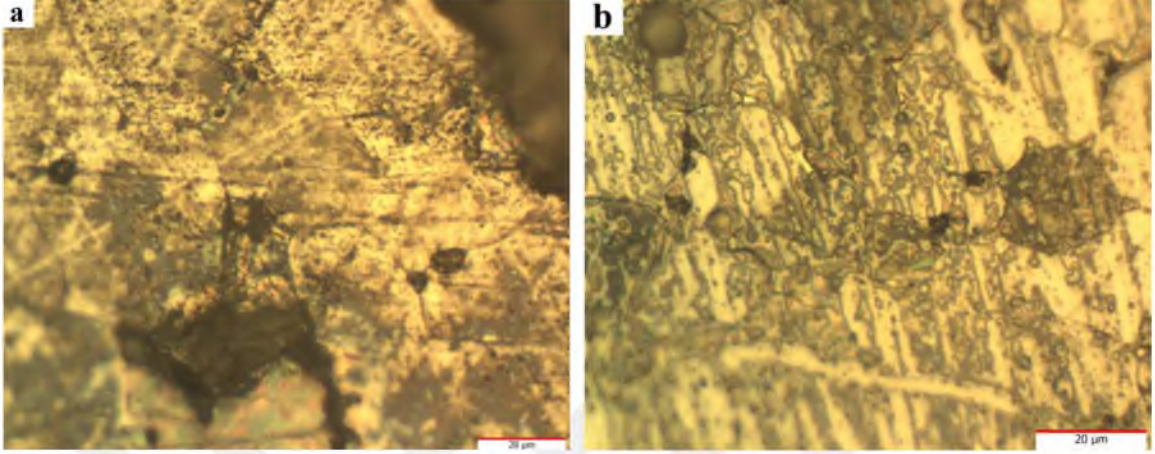


Şekil 4.16. 20 MPa sıkıştırma oranına sahip 100x görüntüler a) NiAl %4 B, b) NiAl %8 B

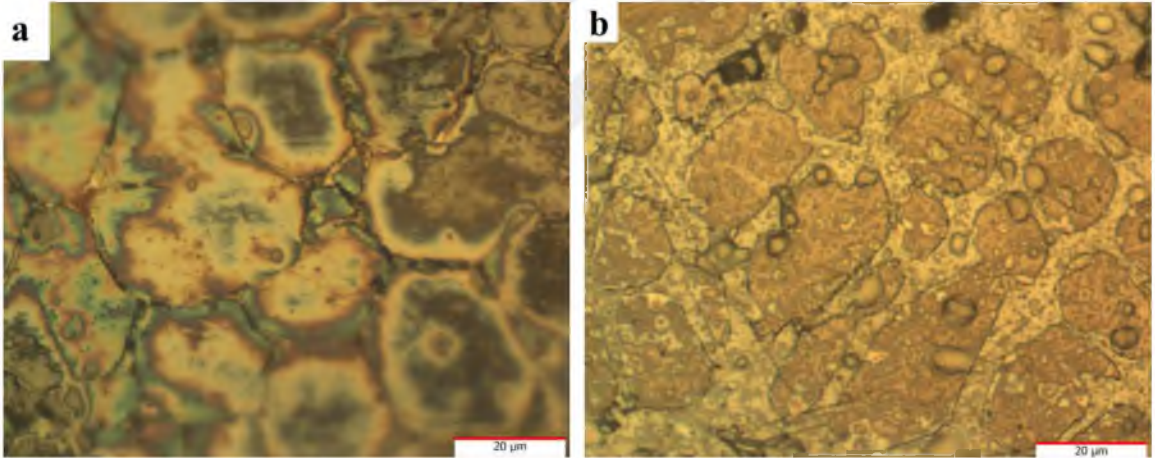
Şekil 4.15 ve 4.16'da görüldüğü üzere 20 MPa sıkıştırma oranına sahip numunelerin 100x görüntüsünde malzeme yüzeyinde dağlayıcının etkisiyle farklı renklerde bölgeler oluşmuştur. Bunun temel sebebi farklı fazların dağlayıcı asitlere olan farklı tepkilerinden gelmektedir. Ayrıca numunelerin yüzeylerine bakıldığında bor katkısı olmayan numunelere nazaran bor katkılı yüzeylerde tane sınırları net bir şekilde görünmektedir. Bu durum bor katkısının tane boyutunu düşürerek gözenekliliği azalttığı tezini doğrulamaktadır. Ayrıca bor katkılı yüzeylerde oluşan renkler birbiriyle benzemektedirler bu da bor katkılı numunelerde hemen hemen benzer fazların oluştuğunu göstermektedir.

Şekil 4.17 ve 4.18'de görüldüğü üzere 40 MPa sıkıştırma oranına sahip olan numunelerde 20 MPa sıkıştırma oranına sahip olan numunelere oranla tane sınırları daha belirgin bir şekilde görülmektedir. Yine aynı şekilde bor katkılı numunelerde tane

sınırları görünürken bor katkısı olmayan numunelerde tane sınırı net bir şekilde gözlenememiştir. Yine aynı şekilde farklı renkler farklı fazların oluştuğunu göstermektedir.

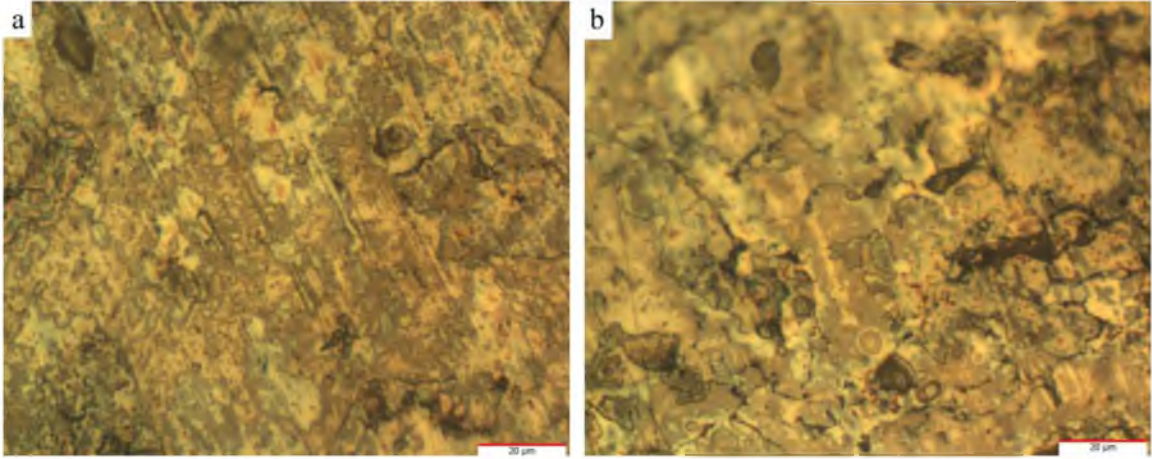


Şekil 4.17. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip 100x görüntüler a) NiAl %0 B, b) NiAl %2 B

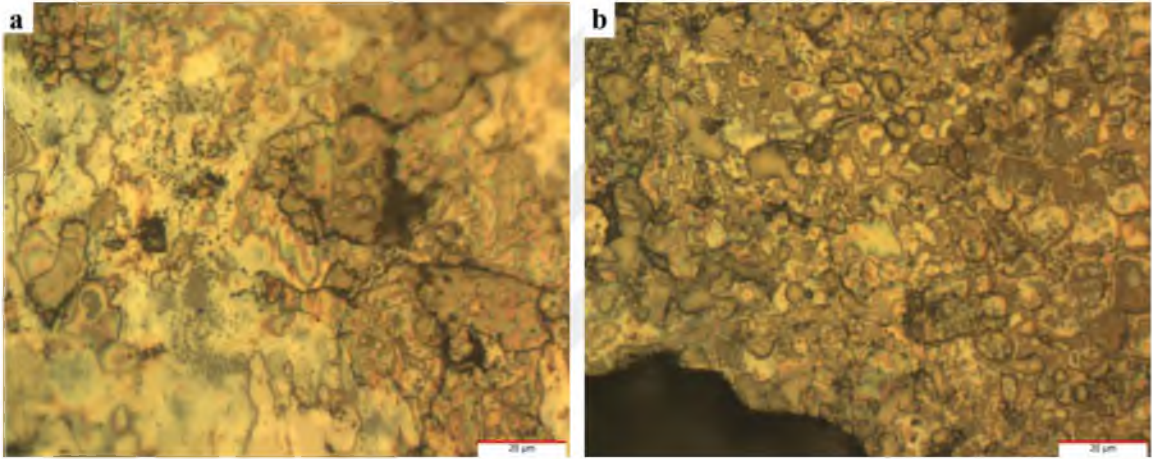


Şekil 4.18. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip 100x görüntüler a) NiAl %4 B, b) NiAl %8 B

Ni₃Al numunelerde ise görüntüler Şekil 4.19 ve 4.20'de görülmektedir.

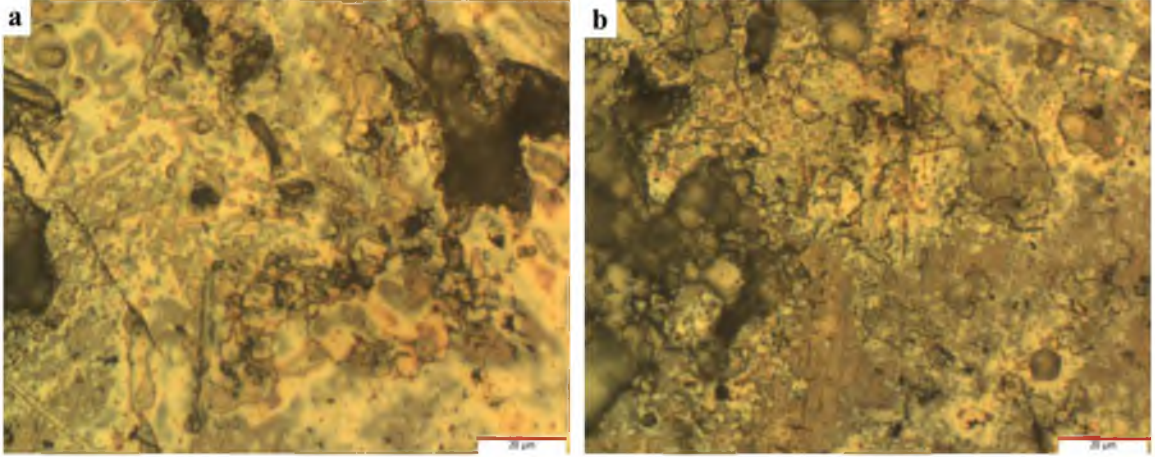


Şekil 4.19. 20 MPa sıkıştırma oranına sahip 100x görüntüler **a)** Ni₃Al %0 B, **b)** Ni₃Al %2 B



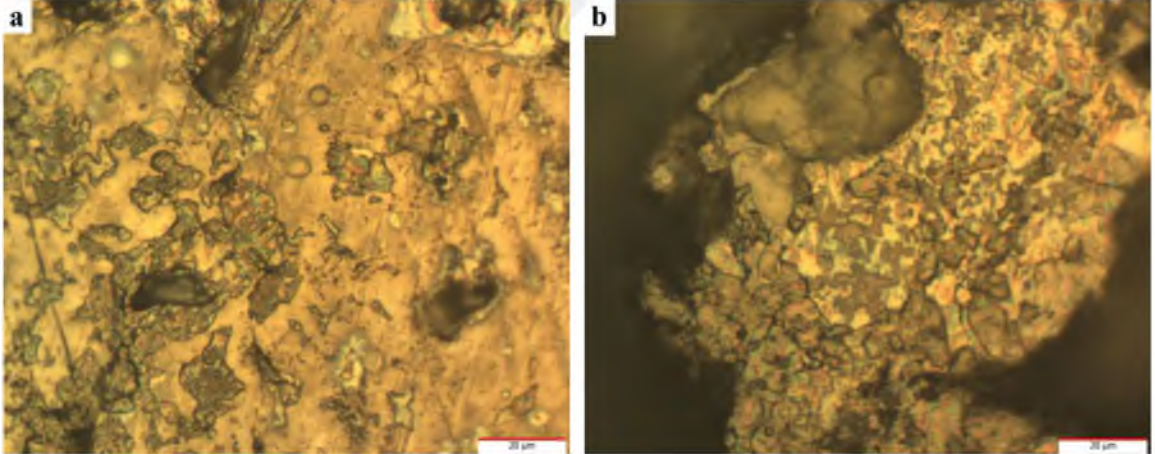
Şekil 4.20. 20 MPa sıkıştırma oranına sahip 100x görüntüler **a)** Ni₃Al %4 B, **b)** Ni₃Al %8 B

Aynı NiAl numunelerde olduğu gibi Ni₃Al numunelerde de tane sınırları bor oranıyla beraber görünmeye başlamış ve tanelerin küçüldüğü görülmüştür. Yine aynı şekilde gözeneklilik oranlarını doğrular şekilde küçük tanecikler ve küçük gözenekler oluşmuştur.



Şekil 4.21. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip 100x görüntüler a) Ni₃Al %0 B, b) Ni₃Al %2 B

Tane boyutu en net Şekil 4.22 b’de görülmektedir. Her ürün için hem sertlik alınırken tanelerin küçük olmasından ötürü en zor değerler %8 bor olan ürünlerde alınmıştır, hem de net görüntü almak bir hayli güç olmuştur. Daha önceki numunelerde olduğu gibi 40 MPa sıkıştırma oranına sahip olan Ni₃Al ürünlerde de tane sınırları net bir şekilde görülmektedir.



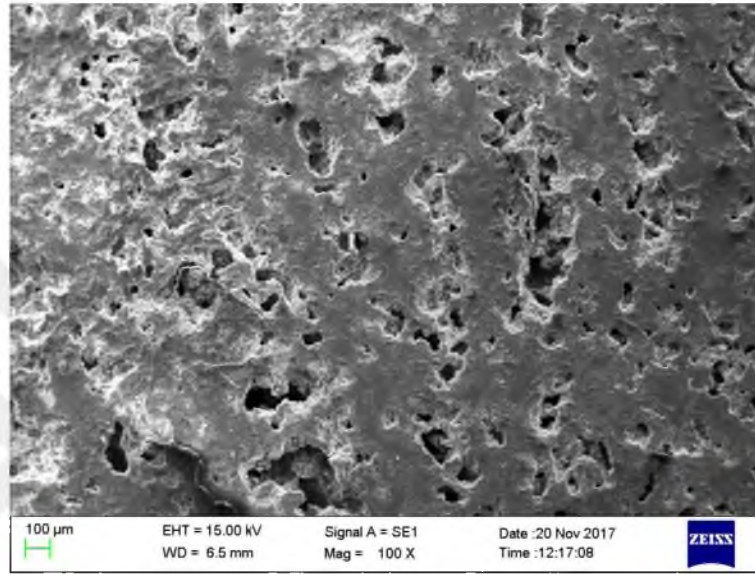
Şekil 4.22. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip 100x görüntüler a) Ni₃Al %4 B, b) Ni₃Al %8 B

4.4.2. SEM ve EDS Analiz Sonuçları

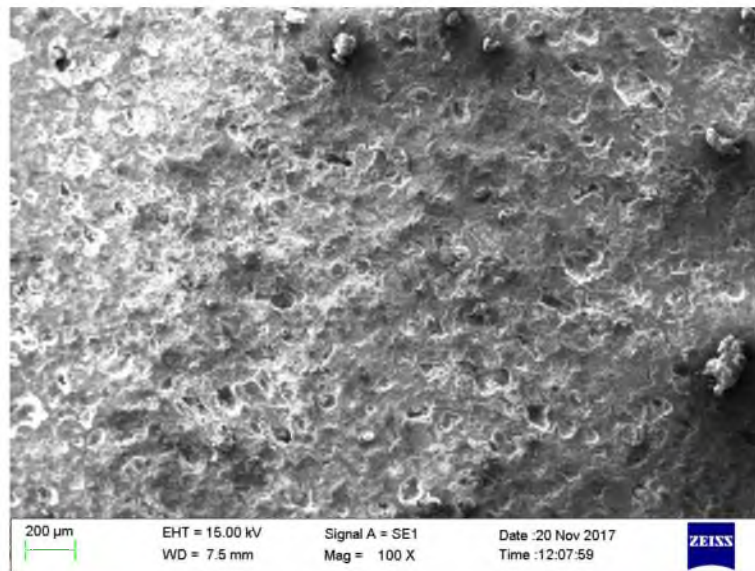
SHS ile üretilen Ni₃Al numunelerinin SEM ve EDX analiz sonuçları uygulanan iki farklı (20 ve 40Mpa) sıkıştırma oranı baz alınarak değerlendirmeleri yapılacaktır.

20 Mpa presleme basıncı ve farklı bor katkıları (%2, 4, 8 ve katkısız) kullanılarak üretilen numunelere ait SEM görüntüleri Şekil 4.23., 4.24., 4.25. ve 4.26.’da sırasıyla verilmiştir. Bu numunelere ait SEM görüntüleri incelendiğinde;

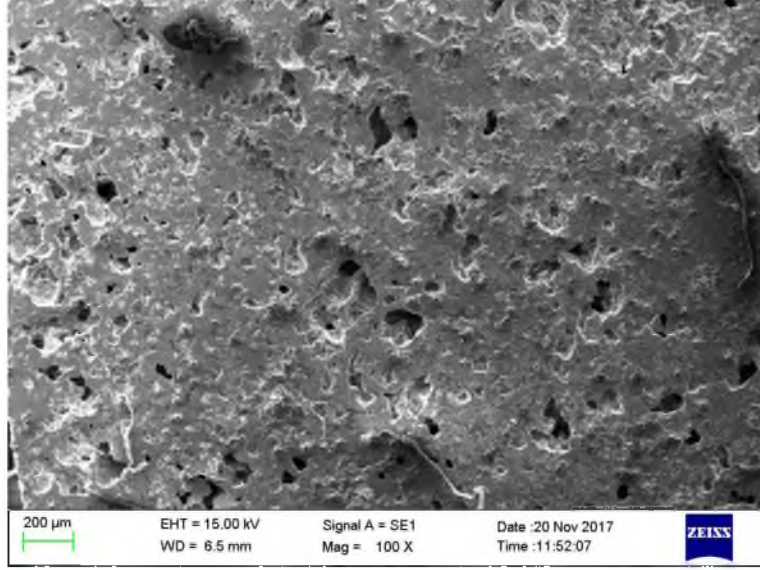
Artan bor katkısıyla gözenek ve porozitenin azaldığı ancak yüzey kalitesi ve porozite homojenliği azaldığı görülmektedir. En iyi homojen poroziteye sahip numuneler %8 bor takviyesine sahip numune olduğu şekilde görülmektedir. Ayrıca, sentezlenen numunelerin yüzeylerinden alınan SEM mikroyapı fotoğraflarından ideal gözenek formunda % 8 katkılı numuneden elde edildiği fakat %2 ve %4 te bu durumun kaybolduğu görülmüştür.



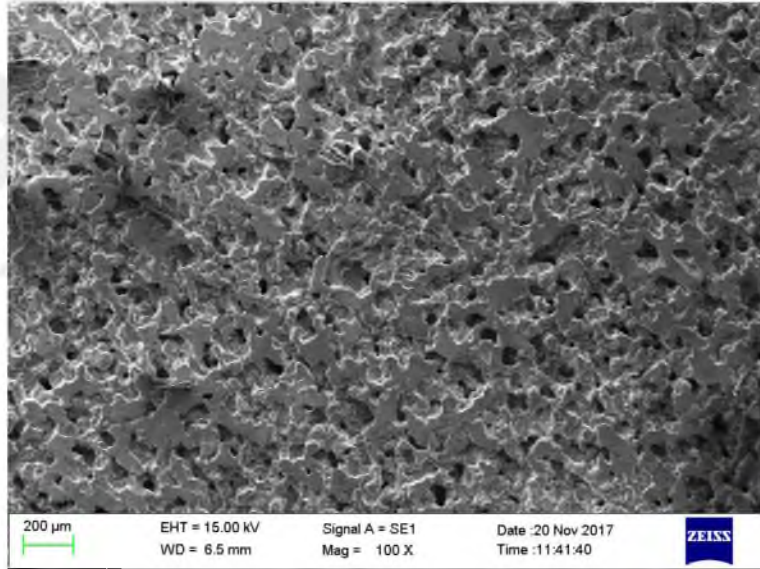
Şekil 4.23. 20 MPa sıkıştırma oranında %0 bor katkılı ürünün SEM görüntüsü, 100X



Şekil 4.24. 20 MPa sıkıştırma oranında %2 bor katkılı ürünün SEM görüntüsü, 100X

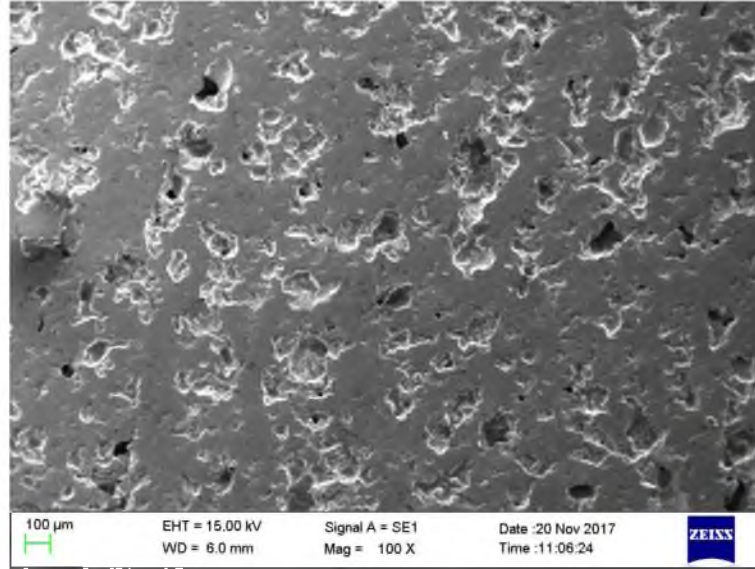


Şekil 4.25. 20 MPa sıkıştırma oranında %4 bor katkıli ürünün SEM görüntüsü, 100X

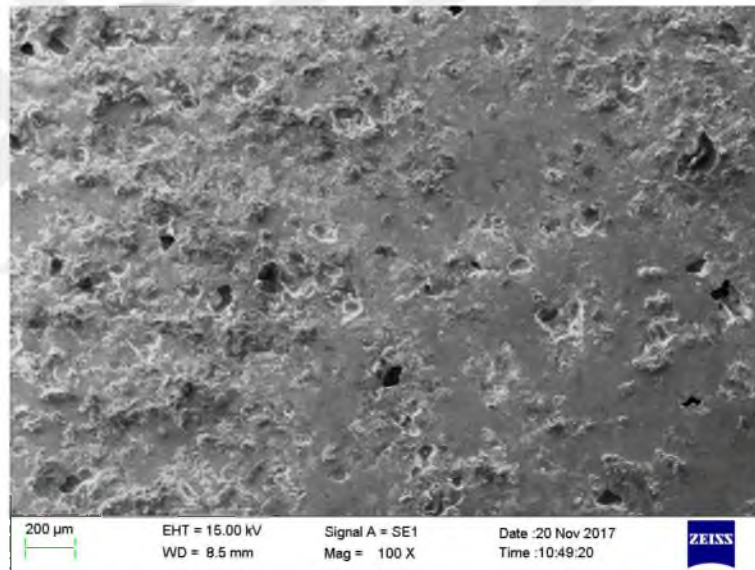


Şekil 4.26. 20 MPa sıkıştırma oranında %8 bor katkıli ürünün SEM görüntüsü, 100X

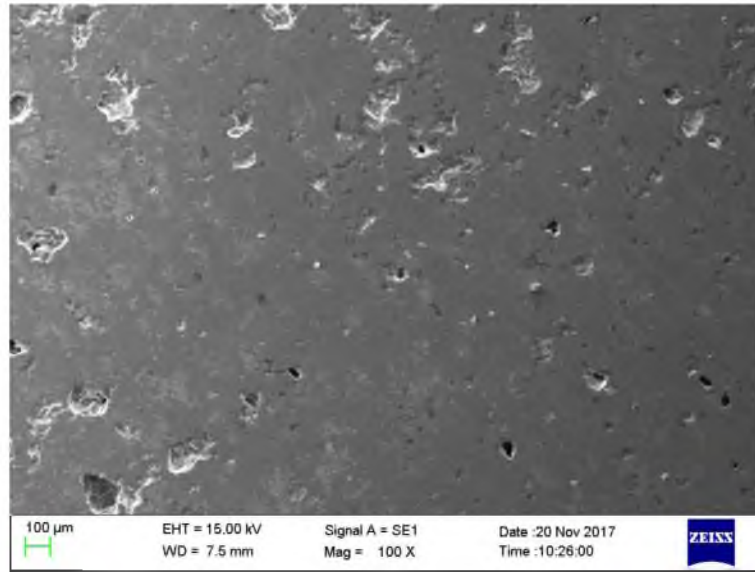
Presleme basıncının 20 Mpa artırılması ile üretilen bor katkıli numunelere ait mikroyapı SEM resimleri Şekil 4.27., 4.28., 4.29 ve 4.30.'da sırasıyla verilmiştir. Bu numunelere ait resimler incelendiğinde artan basınçla gözenek derinliğinin ve formunun azaldığı görülmüştür. %2 ve 4 katkı oranına sahip numunelerde çok az gözeneklerin olduğu görülmektedir. Bu numuneler 20 Mpa basınç kullanılarak üretilen numunelerle kıyaslandığında porozite ve gözenekliliğin azaldığı görülmüştür. Yine aynı zamanda, mikroyapı fotoğraflarından dentritik oluşum gözlemlenmemiştir. Ayrıca fotoğraflarında taneler belirgin olarak görülmemektedir.



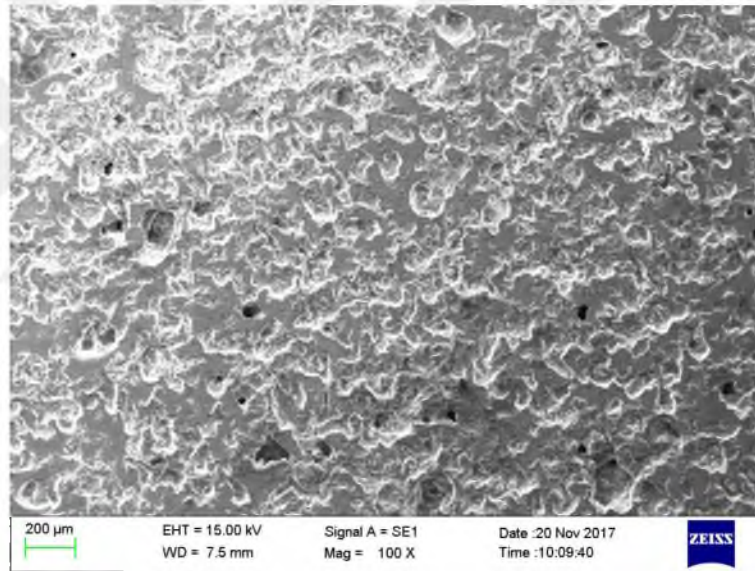
Şekil 4.27. 40 MPa sıkıştırma oranında %0 bor katkılı ürünün SEM görüntüsü, 100X



Şekil 4.28. 40 MPa sıkıştırma oranında %2 bor katkılı ürünün SEM görüntüsü, 100X



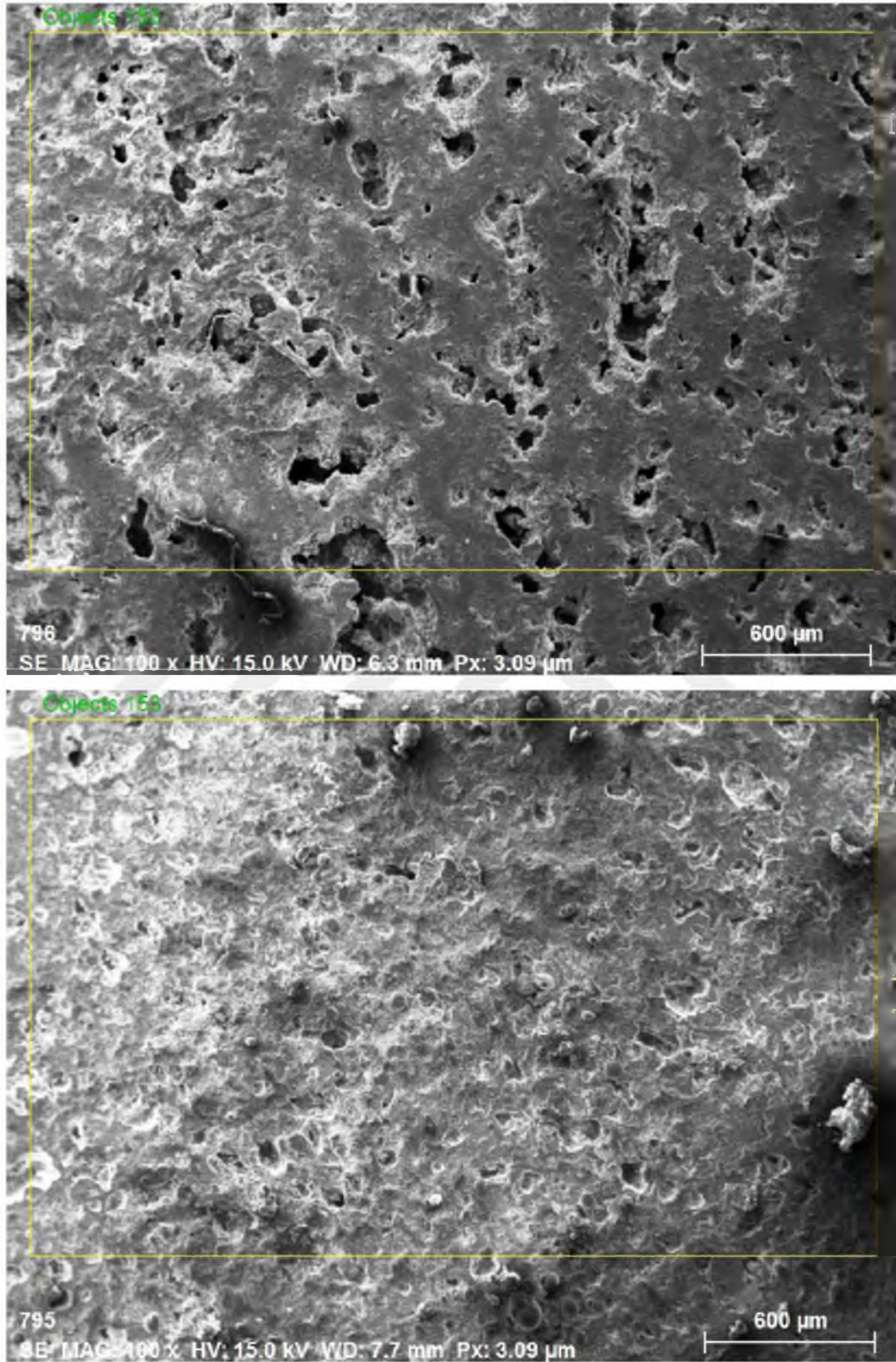
Şekil 4.29. 40 MPa sıkıştırma oranında %4 bor katkıli ürünün SEM görüntüsü, 100X



Şekil 4.30. 40 MPa sıkıştırma oranında %8 bor katkıli ürünün SEM görüntüsü, 100X

Bor elementinin düşük enerjisinden dolayı EDS analizi sağlıklı bir şekilde yapılamamıştır. Ancak yapılan EDS sonuçları Tablo 4.5.'te görülmektedir.

SHS ile üretilen Ni_3Al intermetalik bileşiklere borun etkisi SEM resimlerinden de açıkça görüldüğü gibi sadece yanma özellikleri (yanma boşlukları, çukurlar, gözeneklilik) değil XRD analizleri dikkate alındığında ürün bileşimlerinin ve morfolojilerinin de etkilendiği açıkça görülmektedir.



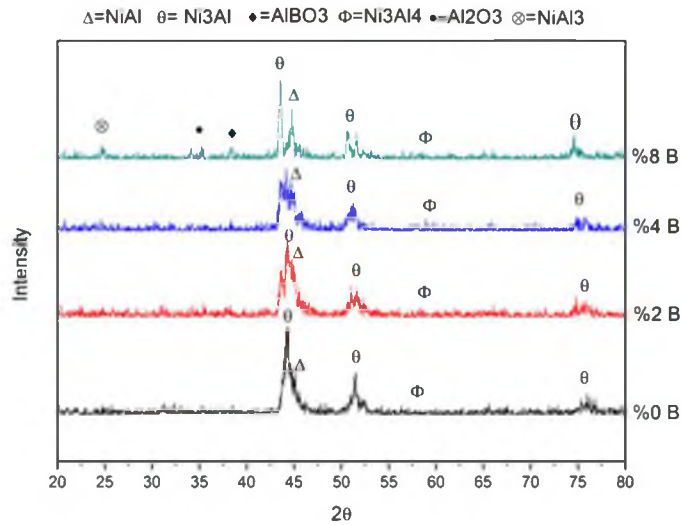
Şekil 4.31. EDS analiz örnekleri

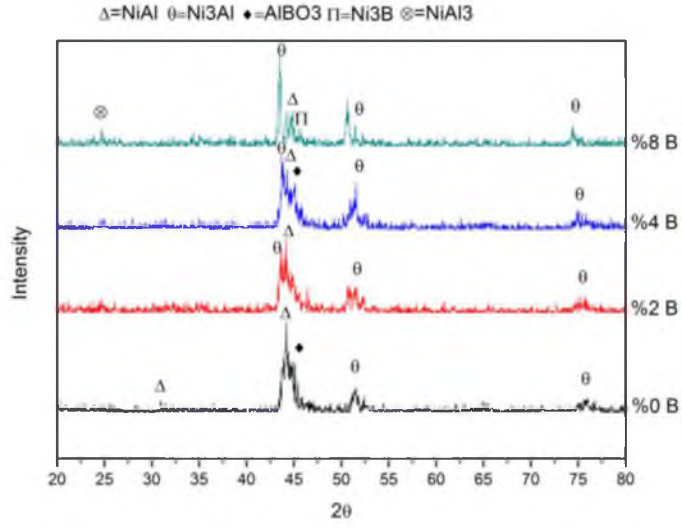
Tablo 4.5. EDS analizi sonuçları

Sıkıştırma Oranı	Numune	Al (%)	Ni (%)	B (%)
20 MPa	Ni ₃ Al	26,80	73,20	-
	Ni ₃ Al %2 B	28,63	71,37	-
	Ni ₃ Al %4 B	30,48	64,08	-
	Ni ₃ Al %8 B	18,86	77,55	-
40 MPa	Ni ₃ Al	8,95	91,05	-
	Ni ₃ Al %2 B	19,62	80,38	-
	Ni ₃ Al %4 B	26,40	73,60	-
	Ni ₃ Al %8 B	14,60	85,40	-

4.5. XRD analizi

XRD sonuçları incelenildiğinde 20 MPa sıkıştırma oranına sahip olan bor katkısız ve %8 bor olan numunelerde piklerin belirginleştiği ve daha saf ürünlerin ortaya çıktığı görülmektedir. Aynı şekilde 40 MPa sıkıştırma oranına sahip olan numunelerde de pikler belirginleştiği ve daha saf ürünlerin oluştuğu söylenebilir. XRD analizinde Ni₂B, Ni₃B, Ni₃Al, AlBO₃ ve NiAl piklerinin 43-45° arasında birbirine çok yakın olmaları sebebiyle çok fazla pik oluşan bir bölge oluşmuştur. Ancak aynı bölgede %8 B olan numunelerin bulunduğu yerde piklerin daha belirgin olduğu görülmektedir. Bu durum %8 B oranında daha saf ürünlerin oluştuğunu göstermektedir.

Şekil 4.31. 20 MPa sıkıştırma oranına sahip olan Ni₃Al malzemelerin XRD sonuçları



Şekil 4.32. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip olan Ni₃Al malzemelerin XRD sonuçları

Şekil 4.32’de görüldüğü üzere bor oranının artmasıyla beraber NiAl fazların Ni₃Al fazlara dönüştüğü anlaşılmaktadır. Her iki sıkıştırma oranında da %2 ve 4 B oranlarında çok fazla pik oluştuğu görülmektedir. Bu durum borun hem alüminyumla AlBO₃, hem de nikel ile Ni₂B, Ni₃B gibi bileşikler oluşturmasıdır. Deneyler esnasında argon atmosferinin başarılı bir şekilde uygulandığı Al₂O₃ fazının çok az olmasından anlaşılmaktadır.

5. SONUÇLAR

Yapılan çalışma neticesinde şu sonuçlara varılmıştır:

20 MPa ve 40 MPa sıkıştırma oranına sahip olan numunelerde artan bor miktarıyla beraber teorik yoğunluk düşerken numune yoğunluklarında artış olmuştur bu durum ürünlerin gözenekliliklerini düşürmüştür. Ayrıca sıkıştırma oranın artmasından dolayı gözenek miktarı düşmüştür.

Mikrosertlik testi sonucunda malzemenin artan bor oranıyla doğru orantılı olarak mikrosertliğinin arttığı görülmüştür. Mikrosertliğin bazı bölgelerde 1075 HV'ye kadar çıktığı görülmüştür.

Basma deneyi sonucunda elde edilen veriler ise şu şekildedir; artan bor miktarıyla beraber öncelikle ürünlerin mukavemetinde belirli bir iyileşme olsada daha sonrasında ürünlerin mukavemetinde düşüş gözlemlenmiştir. Özellikle %8 bor oranına sahip olan ürünler çok daha çabuk bir şekilde kırılmıştır. Bu durum malzemenin kırılabilirliğinin bor oranıyla beraber belirli bir orandan (%2 B) sonra arttığını göstermektedir.

Görüntü analizlerinde malzemenin bor oranındaki artışla beraber daha küçük taneler oluşturduğu ve bu durumun gözenekliliği düşürdüğü düşünülmektedir.

XRD analizlerinden anlaşıldığı üzere bor oranının artmasıyla beraber daha saf Ni_3Al ürünler elde edildiği görülmüştür. Ayrıca Ni_2B , Ni_3B , Ni_3Al , Al_2O_3 ve $NiAl$ fazlarının birbirine çok yakın olmasından dolayı 40-45° arasında çok fazla pik oluştuğu görülmüştür.

KAYNAKLAR

- Alkan, M., 2014, *Kendiliğinden İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi Yöntemi İle Yeni ve Özel Alaşımların Üretimi ve Geliştirilmesi*. (Doktora Tezi), İTÜ.
- Altınordu, Ş. Ö., 2012, *Kendiliğinden İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi Yöntemi İle Nikel Esaslı Yeni Ve Özel Alaşımların Üretimi Ve Geliştirilmesi*. Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Banhart, J., Baumeister, J., & Weber, M., 1997, Metal foams near commercialization. *Metal Powder Report*, 53, 38.
- Bartuli, C., Smith, R. W., & Shtessel, E., 1997, SHS powders for thermal spray applications. *Ceramics international*, 23(1), 61-68.
- Bautista, C. S., Ferriere, A., Rodríguez, G., López-Almodovar, M., Barba, A., Sierra, C., & Vázquez, A., 2006, NiAl intermetallic coatings elaborated by a solar assisted SHS process. *Intermetallics*, 14(10), 1270-1275.
- Biswas, A., 2005, Porous NiTi by thermal explosion mode of SHS: processing, mechanism and generation of single phase microstructure. *Acta Materialia*, 53(5), 1415-1425.
- BOREN, Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü, 2014, *Bor Üretimi*, [Ziyaret Tarihi: 14 Kasım 2017].
- Çalık, A., 2002, Türkiye'nin bor madenleri ve özellikleri. *Mühendis ve Makine Dergisi*, 508, 1-9.
- Chang, I., & Zhao, Y., 2013, *Advances in powder metallurgy: Properties, processing and applications*. Elsevier.
- Crangle Jr, R. D., 2015, Minerals Yearbook Boron [advance release]. *US Geological Survey: Washington, DC*, 13.11-13.18.
- Cui, H., Cao, L., Chen, Y., & Wu, J., 2012, Unique microstructure of porous NiAl intermetallic compound prepared by combustion synthesis. *Journal of Porous Materials*, 19(4), 415-422.
- Deevi, S., & Sikka, V., 1996, Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications. *Intermetallics*, 4(5), 357-375.
- Dong, H., He, Y., Jiang, Y., Wu, L., Zou, J., Xu, N., . . . Liu, C., 2011, Effect of Al content on porous Ni–Al alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 528(13), 4849-4855.
- Dong, H., He, Y., Zou, J., Xu, N., Huang, B., & Liu, C., 2010, Effect of preheating treatment at 575° C of green compacts on porous NiAl. *Journal of alloys and compounds*, 492(1), 219-225.
- Dong, H., Jiang, Y., He, Y., Song, M., Zou, J., Xu, N., . . . Liaw, P., 2009, Formation of porous Ni–Al intermetallics through pressureless reaction synthesis. *Journal of alloys and compounds*, 484(1), 907-913.
- Dong, H., Jiang, Y., He, Y., Zou, J., Xu, N., Huang, B., . . . Liaw, P., 2010, Oxidation behavior of porous NiAl prepared through reactive synthesis. *Materials Chemistry and Physics*, 122(2), 417-423.
- Dunkley, J. J., 2013, Advances in atomisation techniques for the formation of metal powders. In *Advances in Powder Metallurgy* (pp. 3-18).
- Effenberg, G., & Ilyenko, S., 2004, *Ternary Alloy Systems: Phase Diagrams, Crystallographic and Thermodynamic Data*: Springer.
- EPMA, European Powder Metallurgy Association, *What is powder metallurgy?*, <https://www.epma.com/what-is-powder-metallurgy>, [Ziyaret Tarihi: 4 Aralık 2017].

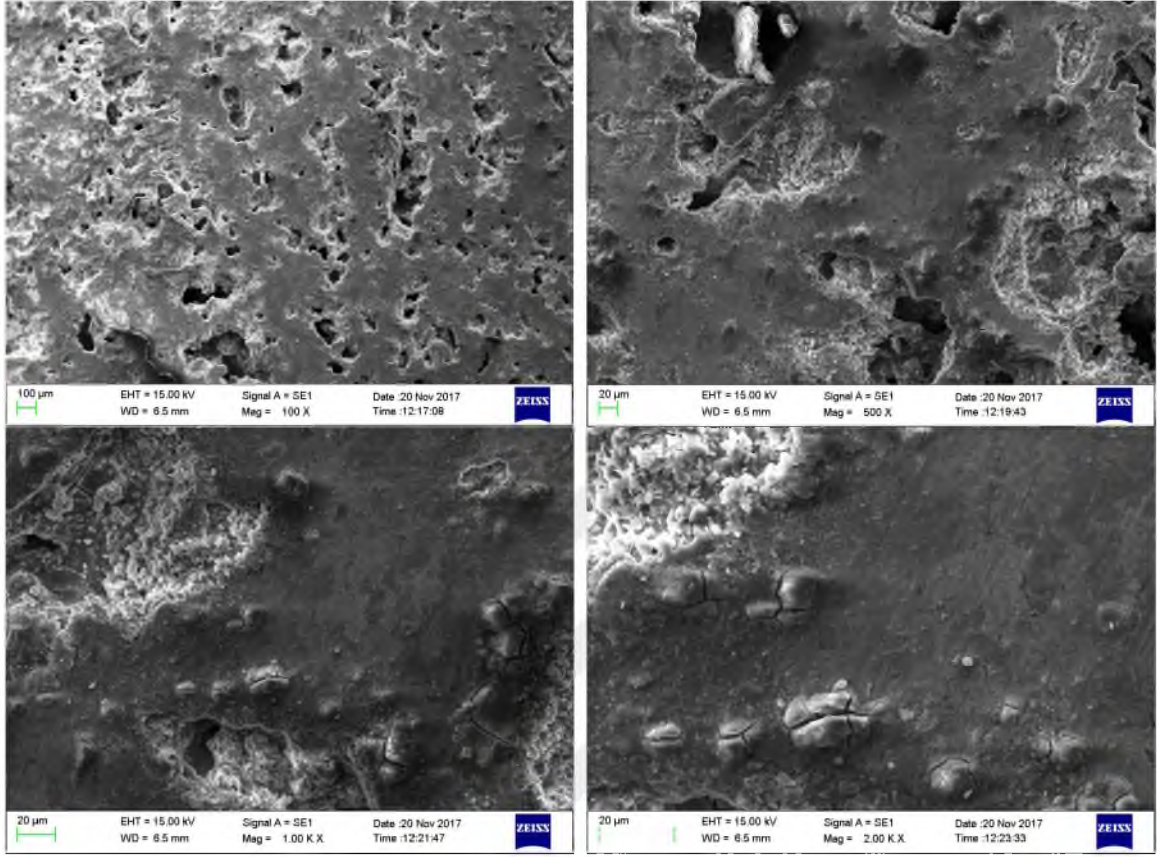
- George, E., Liu, C., & Pope, D., 1993, Intrinsic ductility and environmental embrittlement of binary Ni₃Al. *Scripta metallurgica et materialia*, 28(7), 857-862.
- Gibson, L. J., & Ashby, M. F., 1999, *Cellular solids: structure and properties*: Cambridge university press.
- Grabke, H., 1999, Oxidation of NiAl and FeAl. *Intermetallics*, 7(10), 1153-1158.
- Guo, J., Sheng, L., Xie, Y., Zhang, Z., Ovcharenko, V., & Ye, H., 2011, Microstructure and mechanical properties of Ni₃Al and Ni₃Al-1B alloys fabricated by SHS/HE. *Intermetallics*, 19(2), 137-142.
- Guojian, J., Jiayue, X., Hanrui, Z., Wenlan, L., & Lei, Z., 2013, Combustion Synthesis of NiAl and NiAl-Mo Compound in SHS Model After Preheating Process. *Materials Focus*, 2(4), 277-282.
- HM., Z., 1993, *General introduction to high technology and new materials*. Beijing: China Science and Technology Press.
- Ishizaki, K., Komarneni, S., & Nanko, M., 2013, *Porous Materials: Process technology and applications* (Vol. 4): Springer Science & Business Media.
- Kilic, M., Kirik, I., & Okumus, M., 2017, Microstructure examination of functionally graded NiTi/NiAl/Ni₃Al intermetallic compound produced by self-propagating high-temperature synthesis. *KOVOVE MATERIALY-METALLIC MATERIALS*, 55(2), 97-106.
- Kılıç, M., Kırık, İ., Kurt, B., & Orhan, N., 2015, Ön ısıtma sıcaklığının Ni₃Al/NiAl/NiTi bileşiklerinden oluşan fonksiyonel derecelendirilmiş malzemenin yapısına etkisinin incelenmesi. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 21(8), 358-364.
- Kriszt, B., & Degischer, H., 2002, Handbook of cellular metals: Production, processing, applications. *Weinheim: Wiley-VCH*, 2002.
- Lebrat, J., Varma, A., & Miller, A., 1992, Combustion synthesis of Ni₃Al and Ni₃Al-matrix composites. *Metallurgical Transactions A*, 23(1), 69-76.
- Liu, C. T., White, C., & Horton, J., 1985, Effect of boron on grain-boundaries in Ni₃Al. *Acta Metallurgica*, 33(2), 213-229.
- Liu, P., & Chen, G.-F., 2014, *Porous materials: processing and applications*: Elsevier.
- Manley, B., Holt, J., & Munir, Z., 1984, Sintering of combustion-synthesized titanium carbide *Materials Science Research* (pp. 303-316): Springer.
- Matsuura, K., Kitamura, T., & Kudoh, M., 1997, Microstructure and mechanical properties of NiAl intermetallic compound synthesized by reactive sintering under pressure. *Journal of materials processing technology*, 63(1-3), 298-302.
- Merzhanov, A., 1995, History and recent developments in SHS. *Ceramics international*, 21(5), 371-379.
- Merzhanov, A., Borovinskaya, I., & Shkiro, V., 1971, Synthesis of refractory inorganic compounds. *Byull. Izobr*, 10.
- Merzhanov, A. G., 2012, *40 Years of Shs a Lucky Star of a Scientific Discovery*: Bentham Science Publishers.
- Moore, J. J., & Feng, H., 1995, Combustion synthesis of advanced materials: Part I. Reaction parameters. *Progress in materials science*, 39(4-5), 243-273.
- Morsi, K., 2001, Reaction synthesis processing of Ni-Al intermetallic materials. *Materials Science and Engineering: A*, 299(1), 1-15.
- Mossino, P., 2004, Some aspects in self-propagating high-temperature synthesis. *Ceramics International*, 30(3), 311-332.

- Munir, Z., 1992, *The use of self-propagating combustion reactions for the preparation and consolidation of metallic and ceramic powders*. Paper presented at the Solid State Phenomena.
- Munir, Z. A., & Anselmi-Tamburini, U., 1989, Self-propagating exothermic reactions: the synthesis of high-temperature materials by combustion. *Materials Science Reports*, 3(7-8), 277-365.
- Nakae, H., Fujii, H., Nakajima, K., & Goto, A., 1997, Infiltration and combustion synthesis of an intermetallic compound Ni₃Al. *Materials Science and Engineering: A*, 223(1-2), 21-28.
- Nakajima, H., Hyun, S., Ohashi, K., Ota, K., & Murakami, K., 2001, Fabrication of porous copper by unidirectional solidification under hydrogen and its properties. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and engineering aspects*, 179(2), 209-214.
- Özdemir, Ö. (b.t). Ni-Al İntermetalik malzemeler. *TMMOB Metalurji ve Malzeme Mühendisleri Odası Metalurji Dergisi*, 139.
- Poladi, R. H., & Landry, C. C., 2002, Oxidation of octane and cyclohexane using a new porous substrate, Ti-MMM-1. *Microporous and mesoporous materials*, 52(1), 11-18.
- Poslu, K., & Arslan, İ., 1995, Dünya bor mineralleri ve bileşikleri üretiminde Türkiye'nin yeri. *Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu*, 33-34.
- Rao, M. M., Liebenow, C., Jayalakshmi, M., Wulff, H., Guth, U., & Scholz, F., 2001, High-temperature combustion synthesis and electrochemical characterization of LiNiO₂, LiCoO₂ and LiMn₂O₄ for lithium-ion secondary batteries. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 5(5), 348-354.
- Sanin, V., Ikornikov, D., Andreev, D., Yukhvid, V., Levashov, E., & Pogozhev, Y. S., 2014, Cast NiAl/Ni₂₀Al₃B₆ composites by centrifugal SHS. *Intern. J. Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 23(4), 230-237.
- Scheppe, F., Sahm, P., Hermann, W., Paul, U., & Preuhs, J., 2002, Nickel aluminides: a step toward industrial application. *Materials Science and Engineering: A*, 329, 596-601.
- Shafirovich, E., Mukasyan, A., Thiers, L., Varma, A., Legrand, B., Chauveau, C., & Gökalp, I., 2002, Ignition and combustion of Al particles clad by Ni. *Combustion science and technology*, 174(3), 125-140.
- Sheng, L., Zhang, W., Guo, J., Wang, Z., Ovcharenko, V., Zhou, L., & Ye, H., 2009, Microstructure and mechanical properties of Ni₃Al fabricated by thermal explosion and hot extrusion. *Intermetallics*, 17(7), 572-577.
- Sikka, V., Deevi, S., Viswanathan, S., Swindeman, R., & Santella, M., 2000, Advances in processing of Ni₃Al-based intermetallics and applications. *Intermetallics*, 8(9), 1329-1337.
- Stoloff, N., Liu, C., & Deevi, S., 2000, Emerging applications of intermetallics. *Intermetallics*, 8(9), 1313-1320.
- Subrahmanyam, J., & Vijayakumar, M., 1992, Self-propagating high-temperature synthesis. *Journal of Materials Science*, 27(23), 6249-6273.
- Upadhyaya, G. S., 1997, *Powder metallurgy technology*. Cambridge Int Science Publishing.
- Weimer, A. W., 2012, *Carbide, nitride and boride materials synthesis and processing*: Springer Science & Business Media.
- Wu, J., Cui, H. Z., & Zeng, L. L., 2013, *Investigation of porous NiAl intermetallics prepared by self-propagating high-temperature synthesis*. Paper presented at the Advanced Materials Research.

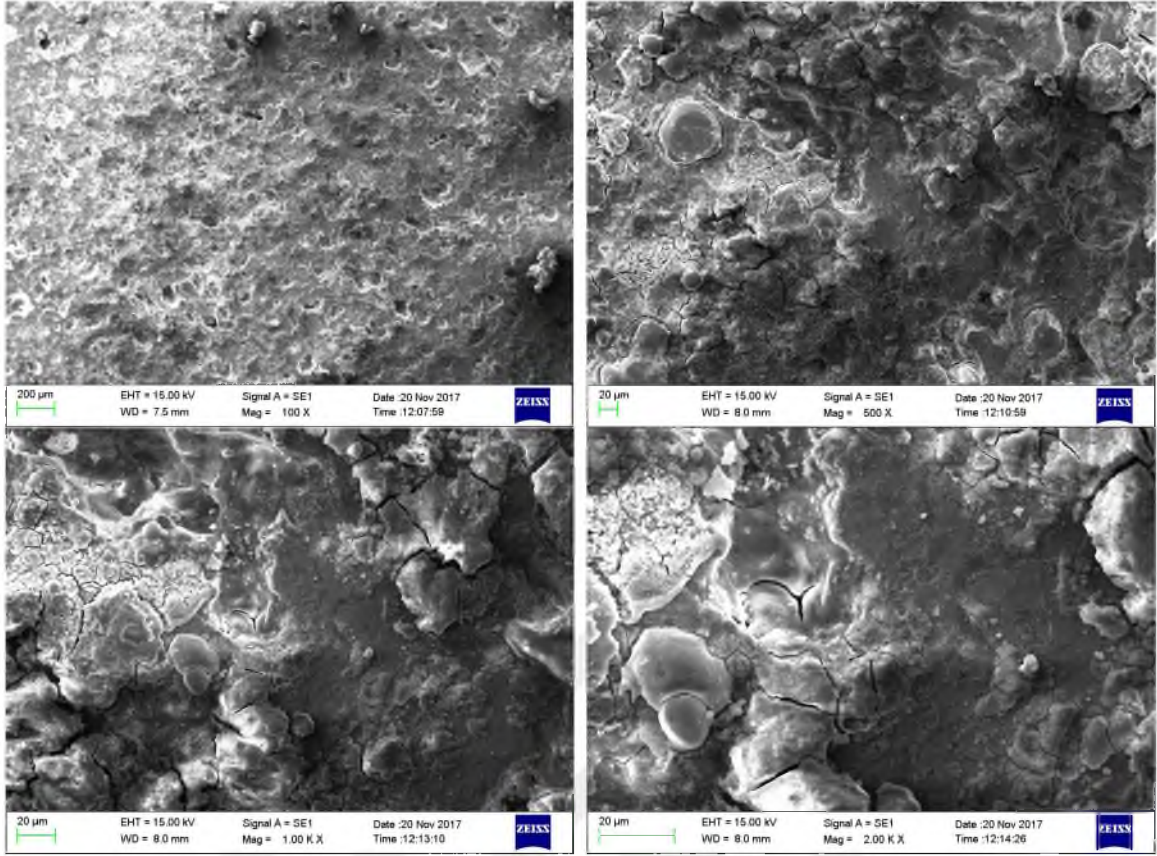
- Yavuz, İ., 2010, Metalik Köpük Malzemeler ve Uygulama Alanları. *Teknik Not, Taşıt Teknolojileri Dergisi (TATED) Cilt, 2*, 49-58.
- Yeh, C., Su, S., & Chang, H., 2005, Effects of TiC addition on combustion synthesis of NiAl in SHS mode. *Journal of alloys and compounds*, 398(1), 85-93.
- Yeh, C., & Sung, W., 2004, Combustion synthesis of Ni₃Al intermetallic compound in self-propagating mode. *Journal of alloys and compounds*, 384(1), 181-191.
- Yeh, C., & Sung, W., 2005, Combustion synthesis of Ni₃Al by SHS with boron additions. *Journal of alloys and compounds*, 390(1), 74-81.
- Yi, H., & Moore, J., 1990, Self-propagating high-temperature (combustion) synthesis (SHS) of powder-compacted materials. *Journal of materials Science*, 25(2), 1159-1168.
- Yılmaz, S., Unlu, B., & Varol, R., 2007, 'Borlama ve Bilyalı Dövmenin Demir Esaslı TM Malzemelerde Yorulma Davranışına Etkisi'. *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 1, 61-68.
- Zhu, Z., 1999, Metallic foam materials. *WULI-BEIJING-*, 28, 84-87.

EKLER

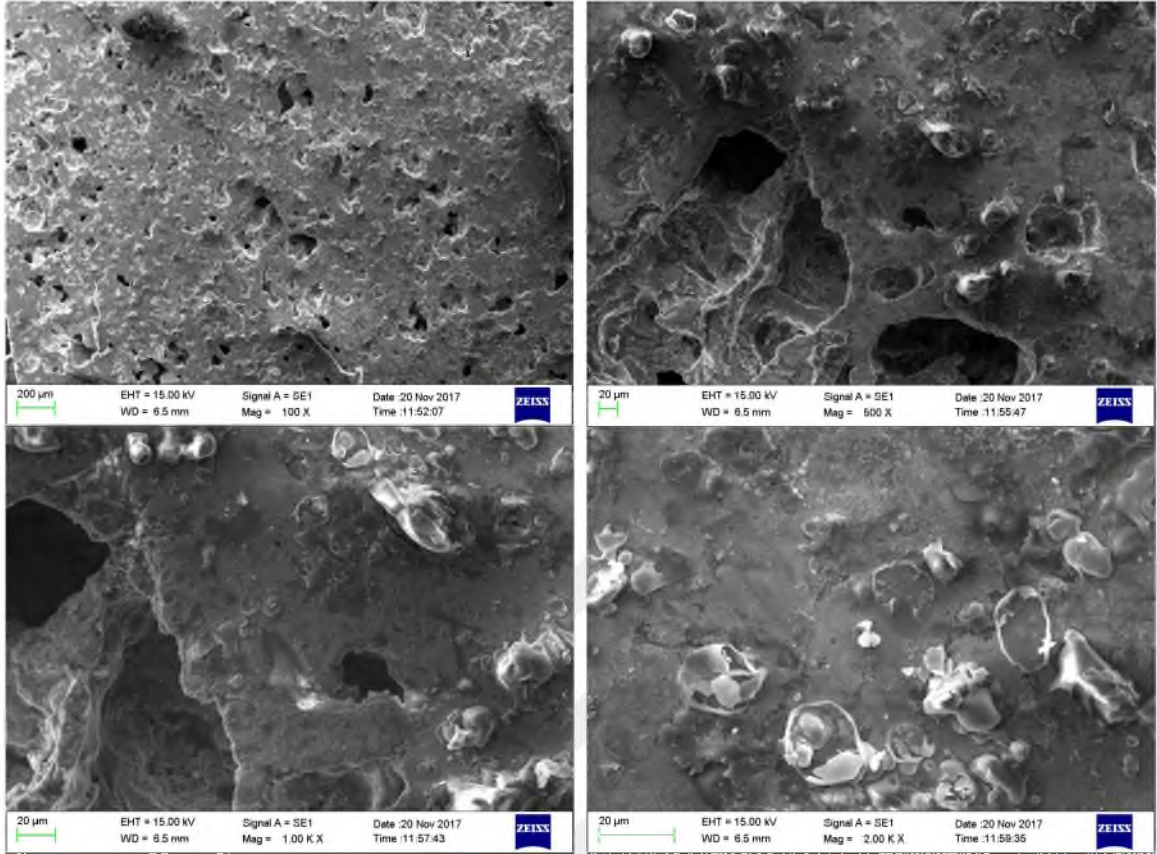
EK-1 Numunelerin SEM görüntüleri



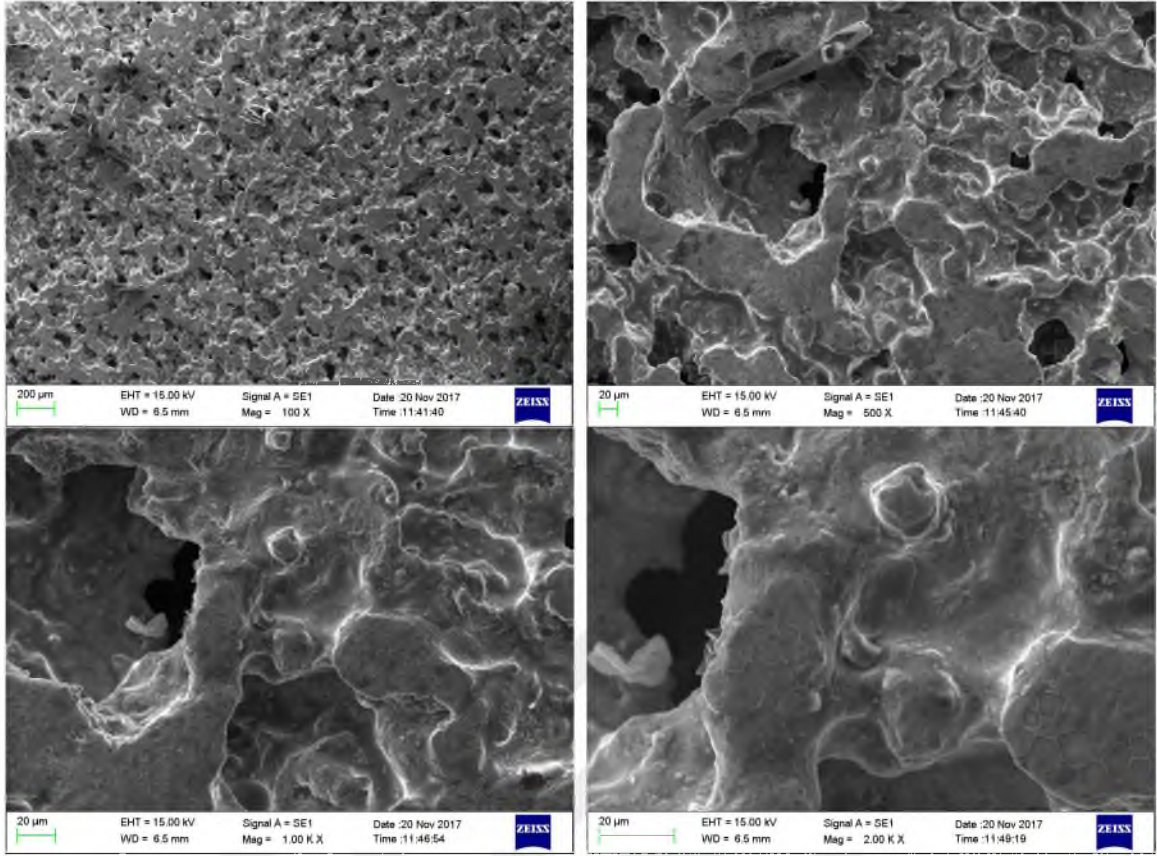
Şekil EK-1. 20 MPa sıkıştırma oranına sahip Ni₃Al numunesine ait SEM fotoğrafları, a) 100x, b) 500x, c) 1000x ve d) 2000x



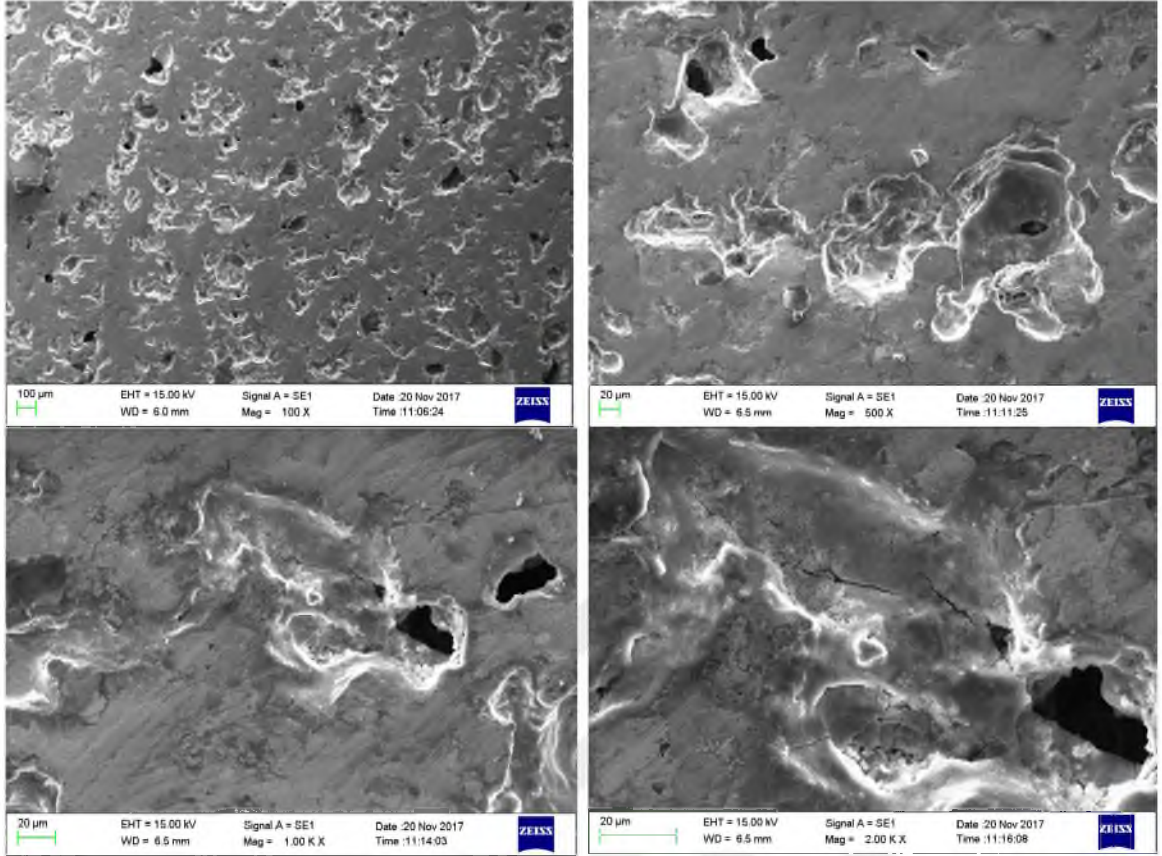
Şekil EK-2. 20 MPa sıkıştırma oranına sahip Ni_3Al %2 B numunesine ait SEM fotoğrafları, 100x, 500x, 1000x ve 2000x



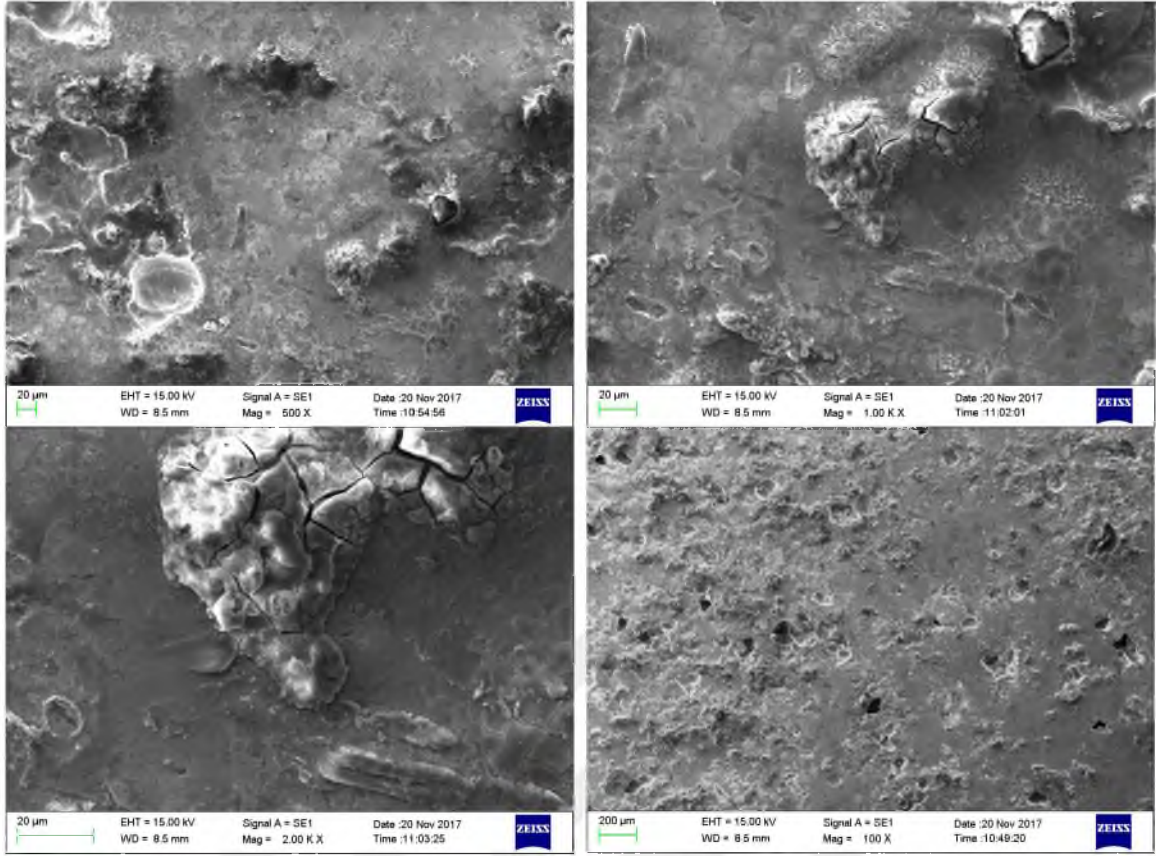
Şekil EK-3 20 MPa sıkıştırma oranına sahip Ni_3Al %4 B numunesine ait SEM fotoğrafları, 100x, 500x, 1000x ve 2000x



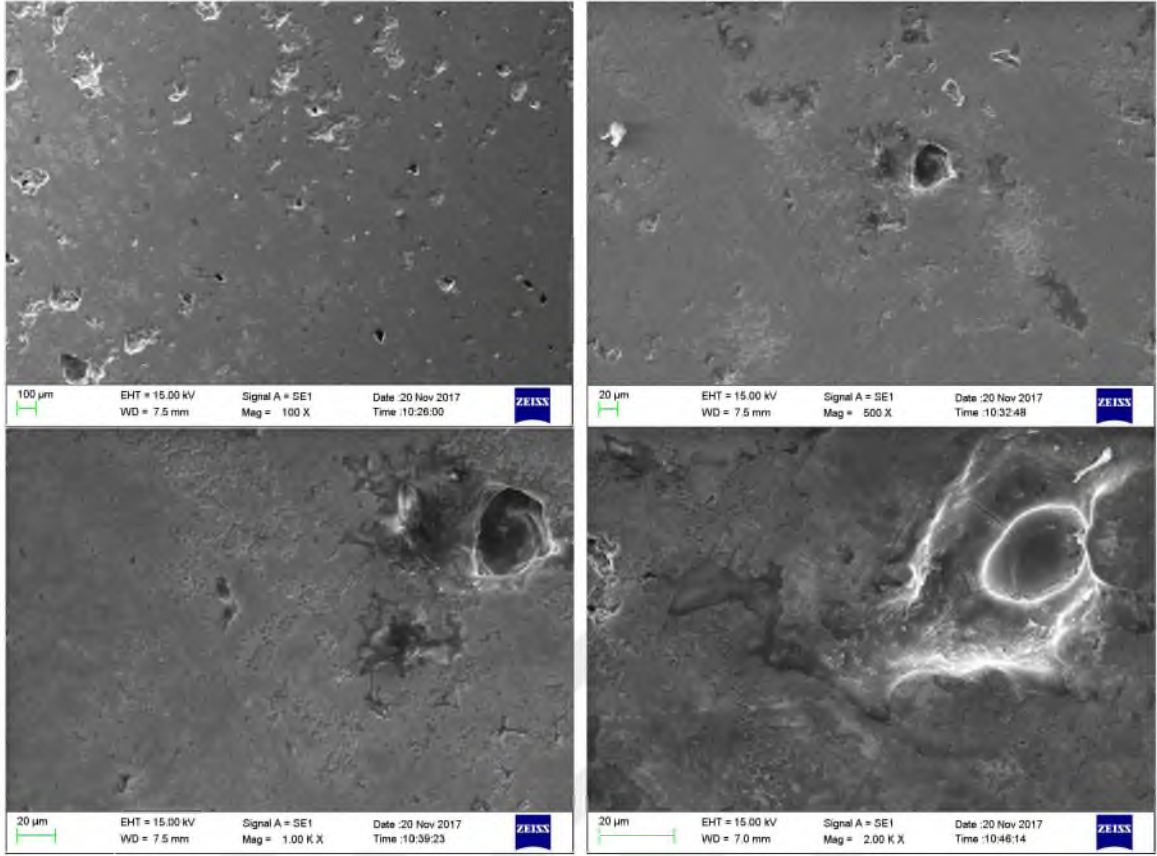
Şekil EK-4. 20 MPa sıkıştırma oranına sahip Ni_3Al %8 B numunesine ait SEM fotoğrafları, 100x, 500x, 1000x ve 2000x



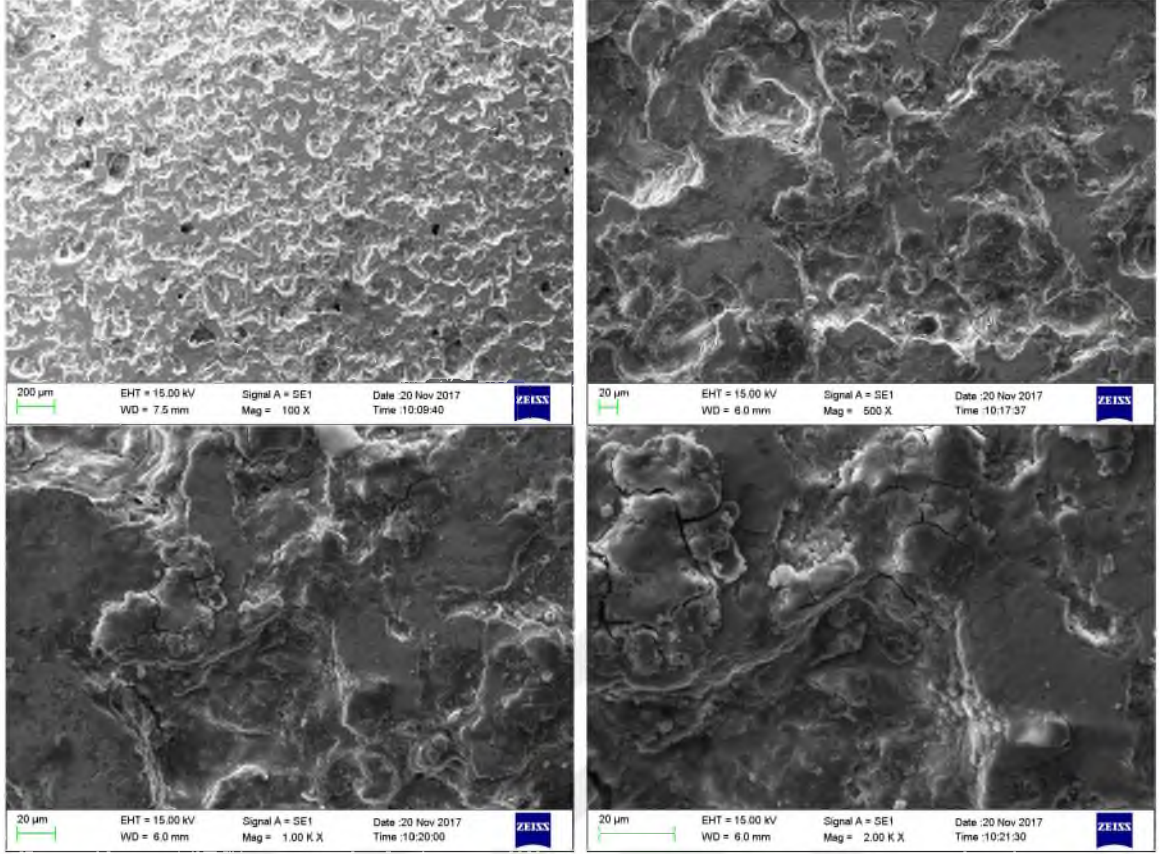
Şekil EK-5. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip Ni_3Al numunesine ait SEM fotoğrafları, 100x, 500x, 1000x ve 2000x



Şekil EK-6. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip Ni₃Al %2 B numunesine ait SEM fotoğrafları, 100x, 500x, 1000x ve 2000x



Şekil EK-7. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip Ni₃Al %4 B numunesine ait SEM fotoğrafları, 100x, 500x, 1000x ve 2000x



Şekil EK-8. 40 MPa sıkıştırma oranına sahip Ni₃Al %8 B numunesine ait SEM fotoğrafları, 100x, 500x, 1000x ve 2000x