

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

**ELEKTRİK AKIMI DESTEKLİ SİNERLEME  
YÖNTEMİ İLE INCONEL 718 SÜPERALAŞIMININ  
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

**DOKTORA TEZİ**

**Nuri ERGİN**

**Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ**

**Tez Danışmanı : Doç. Dr. Özkan ÖZDEMİR**

**Kasım 2018**

T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ELEKTRİK AKIMI DESTEKLİ SİNERLEME  
YÖNTEMİ İLE INCONEL 718 SÜPERALAŞIMININ  
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

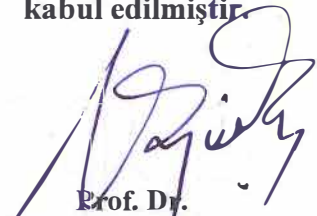
DOKTORA TEZİ

Nuri ERGİN

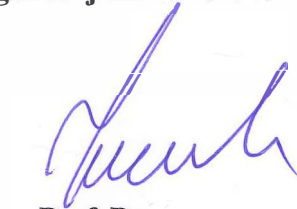
Enstitü Anabilim Dalı

METAL EĞİTİMİ

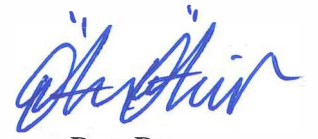
Bu tez 05/11/2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği / oyçokluğu ile kabul edilmiştir.



Prof. Dr.  
Uğur ŞEN  
Jüri Başkanı



Prof. Dr.  
Zafer TATLI  
Üye



Doç. Dr.  
Özkan ÖZDEMİR  
Üye



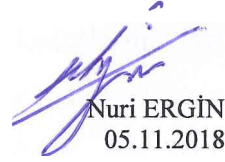
Doç. Dr.  
A. Şiikran DEMİRKIRAN  
Üye



Doç. Dr.  
Uğur ÖZSARAÇ  
Üye

## BEYAN

Tez içindeki tüm verilerin akademik kurallar çerçevesinde tarafımdan elde edildiğini, görsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uygun şekilde sunulduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezde yer alan verilerin bu üniversite veya başka bir üniversitede herhangi bir tez çalışmasında kullanılmadığını beyan ederim.

  
Nuri ERGİN  
05.11.2018

## TEŞEKKÜR

Yüksek lisans ve doktora eğitimim boyunca ilminden faydalandığım, insani ve ahlaki değerleri ile örnek aldığım, yanında çalışmaktan onur duyduğum değerli hocam Doç. Dr. Özkan ÖZDEMİR' e özellikle bu süreçte göstermiş olduğu hoşgörü ve sabırdan dolayı teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Çalışmalarım boyunca yol gösterici ve destekleyici olan hocalarım Prof. Dr. Uğur ŞEN, Prof. Dr. Zafer TATLI ve Doç. Dr. A. Şükran DEMİRKIRAN' a şükranlarımı sunarım. Çalışmamda olan manevi katkılarından dolayı değerli arkadaşlarım Yrd. Doç. Dr. Mehmet UYSAL'a, Yrd. Doç. Dr. Harun GÜL'e Arş. Gör. Merve Gizem ÖZDEN'e, Arş. Gör. Fatih ÖZEN'e, Arş. Gör. Mustafa DURMAZ'a, Arş. Gör. Mahmud TOKUR'a, Arş. Gör. Hasan ALGÜL'e, Uzman Fuat KAYIŞ'a, Murat KAZANCI'ya, Emre SAKA'ya, Ahmet Yiğit ÖZER'e ve Yiğit GARİP'e teşekkür ederim.

Hayatım boyunca örnek aldığım, gerek maddi gerekse manevi hiçbir yardımını esirgemeyen fedakarlık timsali babam Necmi ERGİN'e, sevgisini üzerimden hiçbir zaman eksik etmeyen ve her zaman yanımda hissettiğim annem Navire ERGİN'e sonsuz minnet ve teşekkürlerimi sunarım. Çalışmalarımın tüm aşamalarında göstermiş oldukları sabır, fedakarlık ve desteklerinden dolayı, daima yanımda olan ve her zaman yanımda olacağını bildiğim eşim Fatma ERGİN ve oğlum Aybars Eymen ERGİN'e sonsuz sevgilerimi sunarım.

# İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	i
İÇİNDEKİLER .....	ii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ .....	v
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	vii
TABLolar LİSTESİ.....	ix
ÖZET.....	xi
SUMMARY .....	xii

## BÖLÜM 1.

GİRİŞ .....	1
-------------	---

## BÖLÜM 2.

SÜPER ALAŞIMLAR .....	5
2.1. Giriş.....	5
2.2. Süper Alaşımların Tarihsel Gelişimi.....	6
2.3. Süper Alaşımların Sınıflandırılması.....	8
2.3.1. Demir esaslı süper alaşımlar .....	9
2.3.2. Kobalt esaslı süper alaşımlar.....	10
2.3.3. Nikel esaslı süper alaşımlar.....	12
2.4. Süper Alaşımlara Alaşım Elementlerinin Etkisi .....	18
2.5. Süper Alaşımların Mukavemetlendirme Mekanizmaları .....	19
2.6. Süper Alaşımların Üretim Karakteristikleri .....	21
2.6.1. Süper alaşımların döküm prosesi ile üretimi.....	21
2.6.2. Süper alaşımların dövme prosesi ile üretimi .....	23
2.6.3. Süper alaşımların toz metalurjisi yöntemi ile üretimi .....	24
2.6.4. Süper alaşımların işlenebilirliği .....	26

2.7. Inconel 718 Süper Alaşımları.....	27
<b>BÖLÜM 3.</b>	
<b>ELEKTRİK AKIMI DESTEKLİ SİNERLEME .....</b>	<b>31</b>
3.1. Giriş.....	31
3.2. Elektrik Akımı Destekli Sinterleme (ECAS) Yönteminin Gelişim Süreci .....	32
3.3. ECAS Yönteminin Ekipmanları ve Sistem Parametreleri.....	35
3.4. ECAS Yönteminin Sınıflandırılması.....	39
3.4.1. Elektrik deşarj sinterlemesi .....	40
3.4.2. Dirençle sinterleme (RS).....	43
3.5. ECAS Yöntemi ile Üretilen Malzemeler .....	44
3.5.1. Metal ve alaşımları .....	44
3.5.2. İntermetalik bileşikler .....	48
3.5.3. Karbürler .....	51
3.5.4. Borürler .....	52
3.5.5. Nitrürler.....	53
3.5.6. Oksitler .....	53
3.5.7. Seramik-metal ve seramik-intermetalik kompozitler .....	55
3.5.8. Polimer içeren malzemeler.....	57
3.5.9. Fonksiyonel kademeli malzemeler.....	57
3.5.10. Diğer sistemler .....	57
<b>BÖLÜM 4.</b>	
<b>DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....</b>	<b>59</b>
4.1. Giriş.....	59
4.2. Üretim Aşamasında Kullanılan Cihaz ve Ekipmanlar .....	60
4.2.1. Elektrik güç kaynağı (Redresör) .....	61
4.2.2. Şekillendirme kalıpları .....	61
4.2.3. Mekanik sistem .....	62
4.2.4. Gezegenel bilyalı değirmen .....	64
4.2.5. Soğuk izostatik pres (CIP).....	65

4.3. DeneYlerde Kullanılan Tozlar .....	66
4.4. Inconel 718 Süperalaşımın Üretim Prosesi .....	67
4.4.1. Inconel 718 süperalaşımının geleneksel TM yöntemi ile üretimi .....	67
4.4.2. Inconel 718 süperalaşımının ECAS yöntemi ile üretimi.....	68
4.4.3. Inconel 718 süper alaşımının ısı işlemleri.....	68
4.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizleri.....	71
4.6. Yoğunluk Ölçümleri.....	71
4.7. X-Işınları Difraksiyon Analizi .....	72
4.8. Metalografik İncelemeler .....	72
4.9. Mikrosertlik Ölçümleri.....	73
4.10. Korozyon Ölçümleri.....	74
4.10.1. Tafel ekstrapolasyon yöntemi .....	74
4.10.2. Lineer polarizasyon yöntemi.....	75
4.10.3. Elektrokimyasal empedans spektroskopisi .....	77
4.10.4. Sıcak korozyon.....	81

## BÖLÜM 5.

DENEYSSEL SONUÇLAR VE İRDELEMELER .....	83
5.1. Kullanılan Tozların Özellikleri .....	83
5.2. DSC Analizi .....	92
5.3. Metalografik İncelemeler .....	93
5.4. X-Işınları Difraksiyon Analizi .....	98
5.5. Yoğunluk Ölçümleri.....	101
5.6. Sertlik Ölçümleri .....	103
5.7. Korozyon Özellikleri.....	104
5.7.1. Sıcak korozyon özellikleri.....	105
5.7.2. Elektrokimyasal korozyon özellikleri .....	116

## BÖLÜM 6.

GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	124
6.1. Genel Sonuçlar .....	124

6.2. Öneriler.....	126
KAYNAKLAR .....	127
ÖZGEÇMİŞ .....	144



## SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

A	: Amper
AC	: Alternatif Akım
AISI	: Amerikan Demir ve Çelik Enstitüsü
ASTM	: Amerikan Test ve Malzemeler Birliği
CIP	: Soğuk İzostatik Presleme
DC	: Doğru Akım
DIN	: Alman Standartlar Enstitüsü
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
$E_{Kor}$	: Korozyon Potansiyeli
ECAS	: Elektrik Akımı Destekli Sinterleme
EDS	: Elektrik Deşarj Sinterlemesi
EIS	: Elektrokimyasal Empadans Spektroskopisi
ESR	: Elektro Cüruf Ergitme
FAPA	: Alan Aktiveli Basınç Destekli Yanma Sentezi
FAPACS	: Elektrik Alanı Destekli Yanma Sentezi
FAPAS	: Basınç Destekli Elektrik Alan Aktive Edilmiş Sinterleme
FAST	: Elektrik Alan Aktive Edilmiş Sinterleme Tekniği
FGM	: Fonksiyonel Kademeli Malzeme
FRC	: Fiber Takviyeli Seramik
HEHR	: Yüksek Enerji Yüksek Hız
HP	: Sıcak Presleme
HPG	: Homo-Polar Jeneratör
I	: Akım
$I_{Kor}$	: Korozyon Akımı
MA	: Akım Yoğunluğu
MMK	: Metal Matrisli Kompozit

P <sup>2</sup> C	: Plazma Basınçlı Sinterleme
PAS	: Plazma Aktivasyon Sinterlemesi
PECS	: Darbeli Elektrik (Pulse) Akımı İle Sinterleme
PC	: Darbeli Akım
PCPS	: Darbeli Akımlı Basınç Sinterleme
PDS	: Pulse Deşarj Sinterlemesi
PM	: Toz Metalurjisi
R <sub>P</sub>	: Polarizasyon Direnci
RS	: Direnç Sinterleme
SPS	: Spark Plazma Sinterlemesi
ODS	: Oksit Dispersiyon Sertleşmesi
TZM	: Titanyum-Zirkonyum-Molibden esaslı alaşım
V	: Voltaj
VAR	: Vakum Ark Ergitme
VIM	: Vakum İndüksiyon Ergitme
XRD	: X-Işınları Difraksiyonu
$\rho$	: Yoğunluk
$\gamma'$	: Ni <sub>3</sub> (Al,Ti) fazı
$\gamma''$	: Ni <sub>3</sub> Nb fazı

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Rolls Royce Trent 1000 uçak motorunda kullanılan RR1000 PM süper alaşımları.....	6
Şekil 2.2. Süper alaşımların zamana bağlı olarak gelişimleri ve sıcaklık dayanımları. ....	8
Şekil 2.3. Kimyasal bileşimin Ni esaslı süper alaşımların mikroyapısına etkisi. ....	12
Şekil 2.4. (a) $\gamma$ ve (b) $\gamma'$ fazlarının kristal yapıları.....	13
Şekil 2.5. Süper alaşımlarda kullanılan alaşım elementleri ve etkileri .....	18
Şekil 2.6. (a) Ni-Cr-Al ve (b) Ni-Cr-Ti sistemlerinde nikelce zengin kısmın izotermal kesiti .....	20
Şekil 2.7. İngot metalurjisi ile süper alaşım üretimi .....	23
Şekil 2.8. Süper alaşım toz üretimi için kullanılan gaz atomizasyon sistemi .....	25
Şekil 2.9. Mekanik alaşımlama prosesi.....	26
Şekil 2.10. Inconel 718 süper alaşımına uygulanan ısı işlemin şematik görünümü .....	29
Şekil 3.1. ECAS prosesinin enerji tasarrufu açısından diğer yöntemlerle mukayesesi .....	32
Şekil 3.2. 1900-2008 yılları arası alınan ECAS yönteminin patent sayıları .....	33
Şekil 3.3. ECAS ile üretilen a)fonksiyonel ve b)yapısal malzeme gruplarının patent sayıları.....	34
Şekil 3.4. ECAS prosesinin şematik görünümü .....	35
Şekil 3.5. ECAS değişkenlerinin şematik gösterimi .....	37
Şekil 3.6. Tipik elektrik akımı dalga formları (a) DC, (b) AC, (c) pulsed DC, (d) pulsed DC + DC.....	38
Şekil 3.7. RS prosesinin farklı isimlerle gösterimi .....	43
Şekil 3.8. RS yönteminde kullanılan akım tiplerinin yüzde dağılımları .....	44

Şekil 4.1. Elektrik güç kaynağı olarak kullanılan redresör .....	61
Şekil 4.2. Numunelerin şekillendirilmesinde kullanılan kalıpların şekli ve boyutları.....	62
Şekil 4.3. Probların şematik görünümü.....	63
Şekil 4.4. Güç iletim ünitesinin şematik görünümü.....	64
Şekil 4.5. Deneysel çalışmalarda kullanılan gezegensel değirmen.....	65
Şekil 4.6. Deneysel çalışmalarda kullanılan soğuk izostatik pres.....	66
Şekil 4.7. Üretilen numunelerin şekil ve boyutları .....	67
Şekil 4.8. Inconel 718 süperalaşımına uygulanan ısıl işleminin sıcaklık-zaman eğrisi .....	69
Şekil 4.9. Üretim prosesinin şematik görünümü .....	70
Şekil 4.10. Vickers sertlik ölçme yönteminin şematik gösterimi .....	73
Şekil 4.11. Tafel ekstrapolasyon yöntemi ile korozyon hızının belirlenmesi .....	75
Şekil 4.12. Korozyon potansiyeli yakınında oluşan lineer polarizasyon eğrisi .....	76
Şekil 4.13. Nyquist grafiği .....	79
Şekil 4.14. Bode grafiği.....	80
Şekil 4.15. Korozyon deney düzeneği.....	81
Şekil 5.1. Fe tozunun SEM-EDS analizi.....	83
Şekil 5.2. Ni tozunun SEM-EDS analizi.....	84
Şekil 5.3. Cr tozunun SEM-EDS analizi.....	85
Şekil 5.4. Nb tozunun SEM-EDS analizi.....	85
Şekil 5.5. Mo tozunun SEM-EDS analizi .....	86
Şekil 5.6. Ti tozunun SEM-EDS analizi .....	87
Şekil 5.7. Al tozunun SEM-EDS analizi.....	87
Şekil 5.8. Eser oranda bulunan elementlerin SEM-EDS analizi (a)Co, (b)Mn ve (c)Si .....	88
Şekil 5.9. Ticari Inconel 718 tozunun SEM-EDS analizi .....	89
Şekil 5.10. Mekanik karıştırma sonucu elde edilen Inconel 718 tozunun SEM-EDS analizi .....	89

Şekil 5.11. Inconel 718 alaşımına ait toz karışımın XRD analizi (a)Ticari (b)Elementel Karışım .....	90
Şekil 5.12. Başlangıç tozlarının toz boyut dağılımı (a) Ticari In718 (b) elementel karışım In718.....	91
Şekil 5.13. Inconel 718 alaşımına ait toz karışımın DSC analizi (a) Ticari In718 (b) Elementel Karışım.....	92
Şekil 5.14. Numunelerin kırık yüzeylerinden alınan SEM Mikrografları a) Elementel ECAS b) Elementel TM c) Ticari ECAS d) Ticari TM .....	94
Şekil 5.15. Elementel toz karışım kullanılarak ECAS tekniği ile üretilen numunenin noktasal EDS analizi.....	95
Şekil 5.16. Ticari In718 hazır toz kullanılarak ECAS tekniği ile üretilen numunenin noktasal EDS analizi.....	96
Şekil 5.17. Elementel toz karışım kullanılarak geleneksel TM yöntemi ile üretilen numunenin noktasal EDS analizi .....	97
Şekil 5.18. Ticari In718 hazır toz kullanılarak geleneksel TM yöntemi ile üretilen numunenin noktasal EDS analizi .....	97
Şekil 5.19. Inconel 718 süper alaşımının üretim sonrası XRD difraksiyon analizleri .....	98
Şekil 5.20. Inconel 718 süper alaşımının ısıtılma sonrası XRD difraksiyon analizleri .....	99
Şekil 5.21. Üretilen numunelerden ısıtılma sonrası alınan DSC analizleri .....	101
Şekil 5.22. Üretilen numunelerin ısıtılma sonrası nispi yoğunlukları .....	102
Şekil 5.23. Üretilen numunelerin ısıtılma öncesi ve sonrası ölçülen sertlik değerleri.....	104
Şekil 5.24. ECAS tekniği ile üretilen Ticari In718 numunelerinin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları.....	106
Şekil 5.25. Geleneksel TM ile üretilen Ticari In718 numunelerinin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları.....	107
Şekil 5.26. ECAS tekniği ile üretilen elementel 718 numunelerinin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları.....	107

Şekil 5.27. Geleneksel sinterleme tekniği ile üretilen elementel 718 numunelerinin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları .....	108
Şekil 5.28. 650°C sıcak korozyon sonrası numunelerin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları.....	109
Şekil 5.29. 750°C sıcak korozyon sonrası numunelerin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları.....	109
Şekil 5.30. 850°C sıcak korozyon sonrası numunelerin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları.....	110
Şekil 5.31. 650°C sıcak korozyon sonrası numunelerin parabolik hız sabitleri .....	111
Şekil 5.32. 750°C sıcak korozyon sonrası numunelerin parabolik hız sabitleri .....	111
Şekil 5.33. 850°C sıcak korozyon sonrası numunelerin parabolik hız sabitleri .....	111
Şekil 5.34. 850°C’de 30 saat sıcak korozyona maruz bırakılan numunelerin SEM-EDS görüntüleri (a) Elementel ECAS, (b) Elementel TM, (c) Ticari ECAS, (d) Ticari TM.....	113
Şekil 5.35. 850°C’de 30 saat sıcak korozyona maruz bırakılan numunelerin XRD paternleri .....	114
Şekil 5.36. Üretilen numunelerin ısıtılma işlem sonrası %3.5 NaCl çözeltisindeki OCP ölçümleri .....	117
Şekil 5.37. Üretilen numunelerin ısıtılma işlem sonrası %3.5 NaCl çözeltisindeki Tafel eğrileri .....	118
Şekil 5.38. Numunelerin ağırlık %3.5 NaCl çözeltisi içindeki SEM-EDS analizleri (a) Elementel ECAS, (b) Elementel TM, (c) Ticari ECAS, (d) Ticari TM .....	119
Şekil 5.39. Üretilen numunelerin ısıtılma işlem sonrası %3.5 NaCl çözeltisindeki OCP ölçümleri.....	120
Şekil 5.40. Üretilen numunelerin ısıtılma işlem sonrası %10 NaNO <sub>3</sub> çözeltisindeki Tafel eğrileri.....	121

Şekil 5.41. Numunelerin ađ.%10 NaNO<sub>3</sub>çözeltisi içindeki SEM-EDS analizleri (a) Elementel ECAS, (b) Elementel TM, (c) Ticari ECAS, (d) Ticari TM ..... 122

## TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1. Süper alaşımların sınıflandırılması .....	9
Tablo 2.2. Yüksek sıcaklık dayanımlı Ni esaslı süper alaşımların kullanım alanları .....	15
Tablo 2.3. Korozyon dayanımlı Ni esaslı süper alaşımların kullanım alanları .....	15
Tablo 2.4. Yumuşak mıknatıs nikel esaslı süper alaşımların kimyasal bileşimleri .....	16
Tablo 2.5. Fe-Ni düşük genleşme katsayılı alaşımların kimyasal bileşimi.....	16
Tablo 2.6. Süper alaşımlar üzerine elementlerin etkisi .....	18
Tablo 2.7. Mukavemetlendirme mekanizmalarının süper alaşımlar üzerine etkileri .....	20
Tablo 2.8. Inconel 718'in kimyasal bileşimi.....	28
Tablo 2.9. Inconel 718 süper alaşımının bazı özellikleri .....	28
Tablo 4.1. Inconel 718 süper alaşımının genel kompozisyon aralığı.....	66
Tablo 4.2. Deneylerde kullanılan tozların özellikleri.....	67
Tablo 5.1. $\gamma'$ ve $\gamma''$ fazlarının difraksiyon düzlemi ( $hkl$ ), düzlemler arası mesafesi ( $d$ ), difraksiyon açısı ( $2\theta$ ) ve relatif yoğunluğu ( $I$ ).....	100
Tablo 5.2. Tüm numunelerin deneysel olarak tespit edilen yoğunlukları.....	101
Tablo 5.3. Üretilen numunelerin sertlik değerleri.....	103
Tablo 5.4. Numunelerin parabolik hız sabit değerleri.....	112
Tablo 5.5. Numunelerin %3.5 NaCl çözeltisi içindeki Tafel analiz sonuçları .....	118
Tablo 5.6. Numunelerin NaNO <sub>3</sub> çözeltisi içindeki Tafel analiz sonuçları .....	121



## ÖZET

Anahtar kelimeler: Süperalaşım, Inconel 718, Elektrik Akımı Destekli Sinterleme, Elektrokimyasal Korozyon, Sıcak Korozyon

Inconel 718, hacim merkezli tetragonal  $\gamma''$ -Ni<sub>3</sub>Nb ve düzenli yüzey merkezli kübik  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>(Al,Ti) çökeltileri ile mukavemetlendirilen, yüksek sıcaklıklarda mükemmel oksidasyon, aşınma ve sürünme direnci sergileyen, nispeten düşük maliyetlerle elde edilebilirliği olan, -253°C ile 650°C sıcaklık aralığında mükemmel mekanik özelliklere sahip Nb katkılı Ni-Fe-Cr esaslı süperalaşımdır. Bu malzemeler yüksek sıcaklığın ve korozyon dayanımının ön plana çıktığı uzay, uçak ve petrokimya endüstrisinde yaygın olarak kullanım alanı bulmaktadır. Bu bileşiklerin eldesinde kullanılan üretim teknikleri, malzemelerin mekanik özelliklerini dolayısıyla servis şartlarındaki kullanım kalitesi ve kullanım ömrünü etkilemektedir. Son yıllarda yapılan çalışmalar özellikle korozyon dayanımına sahip yapısal malzemeler olarak kullanılan süperalaşım gruplarının daha homojen, daha ince tane boyutu ve üniform faz dağılımının elde edildiği yöntemler üzerine yoğunlaşmaktadır. Bu gereksinimleri karşılayacak yöntemlerden birinin de geleneksel toz metalurjisine alternatif bir yaklaşım olan elektrik akımı destekli sinterleme yöntemi olabileceği düşünülmektedir.

Bu çalışmada elementel tozlardan hazırlanan ve ticari olarak temin edilen In718 toz karışımları, geleneksel TM (1300°C/4h) ve ECAS (1700-2300A/10dak) yöntemleriyle üretilmiş, ikili yaşlandırma adımından oluşan ısıl işlemleri gerçekleştirilmiştir. Numunelerin karakterizasyon çalışmaları kapsamında Archimed prensibiyle yoğunlukları, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapıları, x-ışın paternleri ve kantitatif noktasal EDS analizleri ile faz yapıları tespit edilmiş ve mikrosertlik testleri yardımıyla ısıl işlem öncesi ve sonrası sertlik değişimleri incelenmiş ayrıca korozyon özellikleri; elektro-kimyasal korozyon ve sıcak korozyon çalışmaları ile tespit edilmiştir.

Karakterizasyon çalışmaları neticesinde en iyi sonuçlar, Elementel toz karışımı kullanılarak ECAS yöntemi ile üretilen numunede elde edilmiştir. Isıl işlem sonrası hedeflenen çökelti  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  ve  $\delta$  fazları elde edilmiş, 344.7 HV<sub>0.5</sub> sertlik değerine ve %98.96 nispi yoğunluğa ulaşılmıştır. 650-850°C sıcaklık aralığında ve NaSO<sub>4</sub>+%60V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ortamında yapılan izotermal sıcak korozyon çalışmaları sonucunda yüksek korozyon direnci sergileyerek yüzey bütünlüğünü korumuştur. %3.5 NaCl ve %10 NaNO<sub>3</sub> çözeltileri içerisinde elektrokimyasal korozyon testleri gerçekleştirilen numunenin korozyon hızı sırasıyla 45.59 mpy ve 10.56 mpy olarak belirlenmiştir.

# SYNTHESIS OF SUPERALLOYS BY ELECTRIC CURRENT ACTIVATED SINTERING

## SUMMARY

Keywords: Superalloys, Inconel 718, Electric Current Activated Sintering, Corrosion

Inconel 718 strengthened with body centered tetragonal  $\gamma''$ -Ni<sub>3</sub>Nb and regular face centered cubic  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>(Al,Ti) precipitates is a Nb-doped Ni-Fe-Cr based alloy, showing excellent oxidation, abrasion and friction resistance at elevated temperatures, having relatively low cost producibility and excellent mechanical properties in the interval of -253 °C and 650 °C. The alloy is widely used in gas turbine and combustion chambers of commercial and military aircraft engines, steam turbines of power plants, casting molds of metal production processes, heat treatment equipment, chemical and petrochemical industries. Production techniques used to obtain materials affect its mechanical properties, quality under service conditions and lifetime. To meet the present requirements of high fatigue strength and lightweight combination, a great demand exists for new processing methods for alloy 718. Electric Current Activated Sintering (ECAS) is a new class of consolidation methods in which mechanical pressure is combined with electric and thermal fields to enhance interparticle bonding and densification.

In the present study, Inconel 718 superalloys were produced by electric current activated sintering (1700-2300A/10dak) and traditional powder metallurgy (1300°C/4h) techniques using commercial powders and mixture powders prepared from elemental powders. Then, the sample was exposed to double aging heat treatment in order to improve the properties of the Inconel 718 super alloy such as strength, hardness and its high temperature properties. The samples properties were also investigated using various techniques including scanning electron microscopy (SEM-EDS) and X-ray diffraction (XRD). In order to determine hardness and density of the test materials, a Vickers indenter and Archimedes' technique were utilized. In addition to these, corrosion properties of materials were determined by hot and electrochemical corrosion tests.

The results showed that best of the sample was elemental ECAS sample detected.

## **BÖLÜM 1. GİRİŞ**

Dünyadaki bilimsel ve teknolojik gelişmelerin bu kadar güncel ve hızlı bir şekilde ilerlemesi ve buna paralel olarak geleneksel malzemelerle karşılanamayan günümüz gereksinimleri, yeni malzeme gruplarının oluşturulmasını veya yeni üretim prosesleri kullanılarak mevcut malzemelerin özelliklerinin geliştirilmesini zorunlu kılmıştır. Kullanım amacına en uygun malzemelerin seçilmesini, farklı üretim yöntemleri geliştirmeyi ve global dünyada rekabet edilebilirliği sağlayacak ekonomiklikte malzeme üretmeyi amaç edinen malzeme bilimi araştırmacıları; son yıllarda malzemelerin özellikle aşınma, korozyon, yorulma, oksidasyon ve yüksek sıcaklığa dayanım özelliklerini geliştirmeyi amaçlamakta ve yüksek sıcaklıkta kullanılacak malzemeler üzerine yoğun çalışmalar yapmaktadır.

Yüksek sıcaklıkta kullanılacak malzemelerin, kullanıldığı atmosferin aşındırıcı etkilerine karşı dirençli olmaları için oksidasyon ve sürünme dayanımlarının yüksek, dizayn şartlarına bağlı olarak yeterli mukavemete sahip, mümkün olduğunca düşük yoğunluklu, kolay üretilebilir ve bunların yanı sıra yüksek sıcaklıklarda metalurjik veya yapısal değişimlere karşı koyabilecek kimyasal ve mekanik kararlılıkta olması arzu edilmektedir. Güneş enerji sistemleri, nükleer enerji santralleri gibi yüksek sıcaklık özelliklerinin ön plana çıktığı uygulamalarda paslanmaz çelikler, Ni-Cr esaslı alaşımlar, süper alaşımlar, seramik malzemeler ve refrakter metaller kullanılmaktadır. Refrakter malzemesi olarak kullanılan metallerin oksidasyon direnci çok düşüktür, bu nedenle bu malzemeler daha çok oksidasyona uğramayan alanlarda kullanılmaktadır. Seramik malzemeler ise birçok yapısal uygulama için yeterli tokluğa sahip değildir. Uygulamalarda yetersiz kalan malzeme teknolojisi ve mevcut teknolojiye sınırlamalar, süperalaşım malzemelerinin kullanımını kaçınılmaz hale getirmiştir [1-4].

Süper alaşımlar, düşük ve yüksek (değişken) sıcaklıklarda yüksek yüzey bozunma direnci ve yüksek mukavemet sergileyen Ni, Fe ve Co esaslı, genellikle VIII-B grubu elementlerden geliştirilmiş ısıya dayanıklı, yüksek sıcaklık malzemeleridir. Bu alaşımlardan Inconel 718, hacim merkezli tetragonal  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Nb ve düzenli yüzey merkezli kübik  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub> (Al,Ti) çökeltileri ile mukavemetlendirilen, yüksek sıcaklıklarda mükemmel oksidasyon, aşınma ve sürünme direnci sergileyen nispeten düşük maliyetlerle elde edilebilirliği olan, -253°C ile 650°C sıcaklık aralığında mükemmel mekanik özelliklere sahip Nb katkılı Ni-Fe-Cr esaslı süperalaşımdır. Bu alaşımlar, ticari ve askeri uçak motorlarının gaz türbin ve yanma odalarında, elektrik santrallerinin buhar türbinlerinde, metal üretim proseslerinin sıcak iş takımları ve döküm kalıplarında, ısıtım ekipmanlarında, kimyasal ve petro-kimyasal endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır [5-10].

Bu bileşiklerin üretiminde döküm, dövme, toz metalürjisi gibi çeşitli üretim yöntemleri kullanılmaktadır. Malzemelerin elde edilmesinde kullanılan üretim teknikleri, malzemelerin mekanik özelliklerini, dolayısıyla servis şartlarındaki kullanım kalitesi ve kullanım ömrünü etkilemektedir. İmalat yöntemi olarak döküm yönteminin seçilmesi durumunda büyük ingotlardan ürün eldesinde mekanik özellikleri zayıflatacak laves fazı ve makro segregasyon oluşumu gibi problemler meydana gelmektedir. Nihai ürün eldesine imkan vermeyen bir üretim yöntemi kullanıldığında ise süper alaşımların sahip olduğu gevrek karakterleri ve işleme süresince oluşan ikinci faz sertleşmesi gibi sebeplerden dolayı talaşlı imalat yöntemleriyle işlenebilirliği oldukça güç olduğundan servis şartlarındaki son şekline sahip ürünlerin üretilmesine olanak sağlayan üretim yöntemlerinin kullanımı tercih edilmektedir. Bu olumsuzlukları ortadan kaldıran, daha homojen, daha ince tane boyutu ve üniform faz dağılımının elde edildiği yöntemlerden biri olan toz metalürjisi, süper alaşımların elde edilmesinde kullanımı artan üretim yöntemlerindedir. Nihai şekle sahip, yüksek yorulma mukavemeti ve hafifliğin bir arada olmasının istendiği uygulamalardaki gereksinimleri karşılamak için süper alaşımların yeni üretim yöntemleriyle elde edilme düşüncesi, üzerinde çalışılan konular arasında yer almaktadır [11-15]. Bu gereksinimleri karşılayacak

yöntemlerden birinin de toz metalurjisine alternatif bir yaklaşım olan elektrik akımı destekli sinterleme yöntemi olabileceği düşünülmektedir.

Elektrik akımı destekli sinterleme yöntemi; geleneksel toz metalurjisi yöntemine alternatif bir teknik olup, arzu edilen yoğunlukta spesifik ürünlerin sentezlenmesi için, soğuk şekillendirilmiş veya ön şekillendirilme yapılmamış toz karışımının kalıp içine yerleştirilerek, mekanik basınç ile beraber elektrik akımının uygulanması ve sonuç olarak elektrik akımının meydana getirdiği ısı ile birlikte tozların sinterlenmesi prensibine dayanmaktadır. Bu yöntem geleneksel sinterleme metotları ile karşılaştırıldığında; daha hızlı ısıtma hızı, daha düşük sinterleme sıcaklığı, daha kısa işlem süresi, yardımcı sinterleme ekipmanlarının azlığı, kontrollü bir atmosfere ve soğuk preslemeye ihtiyacın duyulmaması gibi üstünlükler sağlamaktadır. Özellikle düşük sıcaklık ve daha kısa işlem süresi sayesinde küçük tane boyutuna sahip, teorik yoğunluğa yakın malzemelerin üretimi ve nano boyuttaki yarı kararlı tozların sinterlenmesi gerçekleştirilebilmektedir. Nispeten kısa faz dönüşüm süresi, başlangıç malzemelerinde arzu edilmeyen reaksiyonların oluşmasını ve istenmeyen faz dönüşümlerinin gerçekleşmesini önlemekte ve malzemelerin üniform bir şekilde tamamen sinterlenmesini sağlamaktadır. Ayrıca, yardımcı ekipman gereksiniminin azlığı nedeniyle ilk yatırım maliyeti düşük ve malzeme kaybını azaltması sebebiyle ekonomik bir yöntemdir [15-19].

Yapılan literatür incelemelerinde Inconel 718 başta olmak üzere süperalaşımların elektrik akımı destekli sinterleme yöntemiyle üretimi hakkında herhangi bir araştırma söz konusu değildir. Bu tez çalışmasında elementel tozların stokiometrik bileşimi oluşturacak şekilde hazırlanmasıyla oluşturulan ve bunun yanı sıra piyasadan temin edilen toz formundaki Ticari Inconel 718 süperalaşımlarının elektrik akımı destekli sinterleme yöntemiyle üretilmesi hedeflenmiştir. Böylece diğer üretim yöntemleriyle ürün eldesinde karşılaşılan dezavantajların ortadan kaldırılması, talaşlı imalat gibi ikincil işlemlere duyulan gereksinimlerin minimize edilmesi ve kısa işlem süresi sayesinde üretim maliyetlerinin azaltılması ön görülmüştür. Ayrıca ticari In718 ve elementel tozlar kullanılarak elde edilen toz karışımlarından geleneksel toz metalurjisi yöntemiyle üretilmiş numuneler, elektrik akımı destekli sinterleme

yöntemiyle üretimi gerçekleştirilen numunelerle karşılaştırılmıştır. Her iki yöntemle üretilen numuneler mikroyapı (taramalı elektron mikroskobu (SEM)) ve faz analizinden (x-ışın paternleri, kantitatif noktasal ve çizgisel EDS) oluşan metalografik incelemeler, yoğunluk (Archimed prensibi), mikrosertlik ve korozyon testleri yardımıyla karakterize edilmiştir.

## **BÖLÜM 2. SÜPER ALAŞIMLAR**

### **2.1. Giriş**

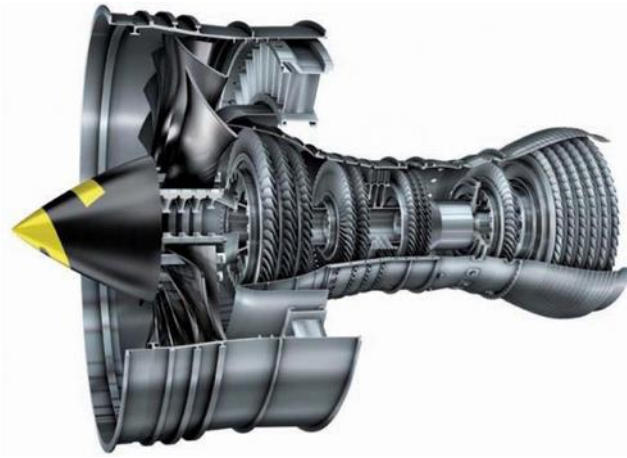
Süper alaşımlar; ana yapısı demir, nikel ya da kobalt olan, matris içerisinde ince dağılmış karbür ve intermetalik ikincil fazlar içeren yüksek sıcaklık malzemeleridir. Yüksek miktarda krom, az miktarda molibden, wolfram, alüminyum, titanyum gibi alaşım elementler içerikleri ile yüksek sıcaklıklarda yüksek mukavemet, mükemmel korozyon, oksidasyon ve sürünme özellikleri sergileyen, ergime sıcaklığının 0.8 katına kadar kullanılabilen, servis sıcaklığında metalurjik ve yapısal kararlılığını sürdürebilen yüksek sıcaklıklarda yüksek performans gösteren malzemelerdir. Katı çözümlü oluşumu ve çökelme sertleşmesi gibi mekanizmalar ile mukavemet kazandırılan süper alaşımlar, seramik malzemelerin sert ve kırılğan yapılarından kaynaklanan düşük tokluk özelliklerini, refrakter malzemesi olarak kullanılan metallerin ise yüksek sıcaklıktaki düşük mukavemet ve oksidasyon özelliklerini iyileştirmek amacıyla geliştirilmiştir. Bu malzemeler genel itibariyle yüzey özelliklerinin değişimine karşı kararlılığın ve mekanik gerilmelere karşı mukavemetin ön planda olduğu 650°C ve üzeri sıcaklıklarda kullanılmak üzere tasarlanmış alaşımlardır.

Yüksek oranda Cr, Ni, Co gibi stratejik elementlerden oluşan süper alaşımlar, mikroyapısal kusurları en aza indirebilen üretim yöntemleriyle üretildiğinde mükemmel yüksek sıcaklık özellikleri sergilemekte, dolayısıyla yüksek sıcaklık uygulamalarında diğer yapısal malzemelerden daha çok tercih edilmektedir. Sahip oldukları üstün özellikler sayesinde süper alaşımlar, gemi ve uçak endüstrisinde kullanılan gaz türbinlerinin disk, şaft ve pervane kanatçıklarında, araç motorlarının turbo yükleyici, valf ve contalarında, tıbbi uygulamalarda protez ekipmanları olarak, nükleer güç ünitelerinin hareket mekanizmaları için kullanılan kontrol çubuklarında,

uzay araçlarının aerodinamik araç zırhları ve roket motor parçalarında, ısıl işlem ekipmanlarının konveyör bantlarında yaygın olarak kullanılmaktadır [16-21].

## 2.2. Süper Alaşımların Tarihsel Gelişimi

Süper alaşım ifadesi demir-nikel-kobalt-krom bileşimleri veya demir-nikel-kobalt alaşımları için kullanılan bir terimdir. Bu açıklamanın ışığında süper alaşımların tarihsel gelişimi incelendiğinde, ilk olarak 1800'lü yıllarda buhar türbinlerinde ve 1904 yılında Avrupa'da endüstriyel elektrik üreten gaz türbinlerinde kullanıldığı bildirilmiştir. 1929 yılında Ni-20Cr alaşımına düşük miktarda titanyum ve alüminyum elementleri ilave edilerek özellikleri incelenmiş ve sisteme dahil edilen alaşım elementlerinin sürünme direncini arttırdığı tespit edilmiştir. 1930'lu yıllarda uçak motorlarının turbo yüklenicisi olarak kullanılabilirliği araştırılmış ve benzer uygulamalar 1937 yılında Almanya'da, 1939 yılında İngiltere'de hayata geçirilmiştir.

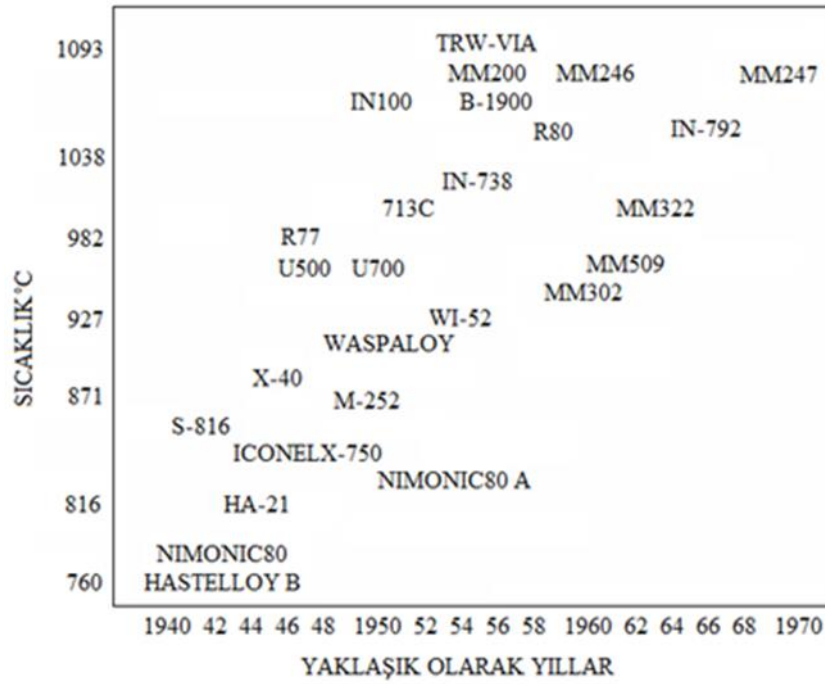


Şekil 2.1. Rolls Royce Trent 1000 uçak motorunda kullanılan RR1000 PM süper alaşımları [22].

1940'lı yıllarda özellikle II. Dünya Savaşı sırasında süper alaşımlar üzerine yoğun çalışmalar yapılmıştır. 1940'lı yılların başında İngiltere'de Ni-esaslı süper alaşımların ticari üretimine başlanmış, ilk olarak Nimonic 80 üretilmiş, daha sonra Nimonic 80A geliştirilmiştir. Bu alaşımlara yaklaşık %20 oranında kobalt ilavesi yapılarak sıcaklık dayanımı 50°C daha yüksek olan Nimonic 90, sonrasında molibden ilavesiyle Nimonic 105 ve Nimonic 115 alaşımları elde edilmiştir. 1940'lı yılların sonlarında Waspalloy ve M-252 ticari isimleriyle iki yeni nikel esaslı dövme



alaşımı keşfedilmiştir. 1950'li yıllarda, süper alaşımı oluşturan hammaddelerde bulunan uçucu elementlerin uzaklaşmasına imkan sağlayan vakumla ergitme gibi yöntemlerin geliştirilmesiyle Udimet 700, Inco 713C gibi daha mukavemetli süper alaşımlar üretilmiştir. 1960'lı yıllarda Rene 77 ve Rene 80 alaşımları benzer titanyum ve alüminyum içerikleriyle geliştirilmiştir. Süper alaşımlardaki mukavemeti arttırabilmek için titanyum ve alüminyum katkısının maksimum noktasına geldiği tespit edilmiştir. Bu durumda katı eriyik mukavemetini arttırabilmek için titanyum ve alüminyum oranları azaltılmış, buna karşılık molibden ve tantalyum içerikleri arttırılarak B-1900 döküm alaşımı geliştirilmiştir, sonrasında molibden yerine tungsten elementi kullanılarak Mar-M 200 alaşımı üretilmiştir. Yetersiz geldiği düşünülen mevcut sürünme ve kopma mukavemeti değerlerini arttırmak için 1969 yılında, Mar-M 200 alaşımına %2 mertebesinde hafniyum ilave edilmiştir; sonrasında hafniyumun yararlı etkisi göz önünde bulundurularak Inco 713LC ve B1900 gibi birçok döküm alaşımında da hafniyum kullanılmıştır. Süper alaşımların özelliklerini geliştirmek için alaşım elementinin sistem üzerindeki etkileri araştırılmış ve proses kontrolü sağlayan yeni üretim yöntemleri geliştirilmiştir. Günümüzde kullanım alanı bulan birçok süper alaşım türü 1950-1970 yılları arasında keşfedilmiştir. Yüksek sıcaklık ve gerilmelerin bir arada bulunduğu uygulamaların başında gelen motorlarda kullanılan süper alaşım miktarı, 1990'lı yıllarda %60 mertebesine ulaşmıştır. Günümüzde yapılan ve yakın gelecekte yapılacak olan araştırmalar neticesinde süper alaşımların kullanım alanlarının genişleyeceği ve kullanım miktarlarının her geçen gün biraz daha artacağı düşünülmektedir [1, 23-25]. Şekil 2.2.'de süper alaşımların zamana bağlı olarak gelişimleri ve artan sıcaklık dayanımları verilmiştir [25].

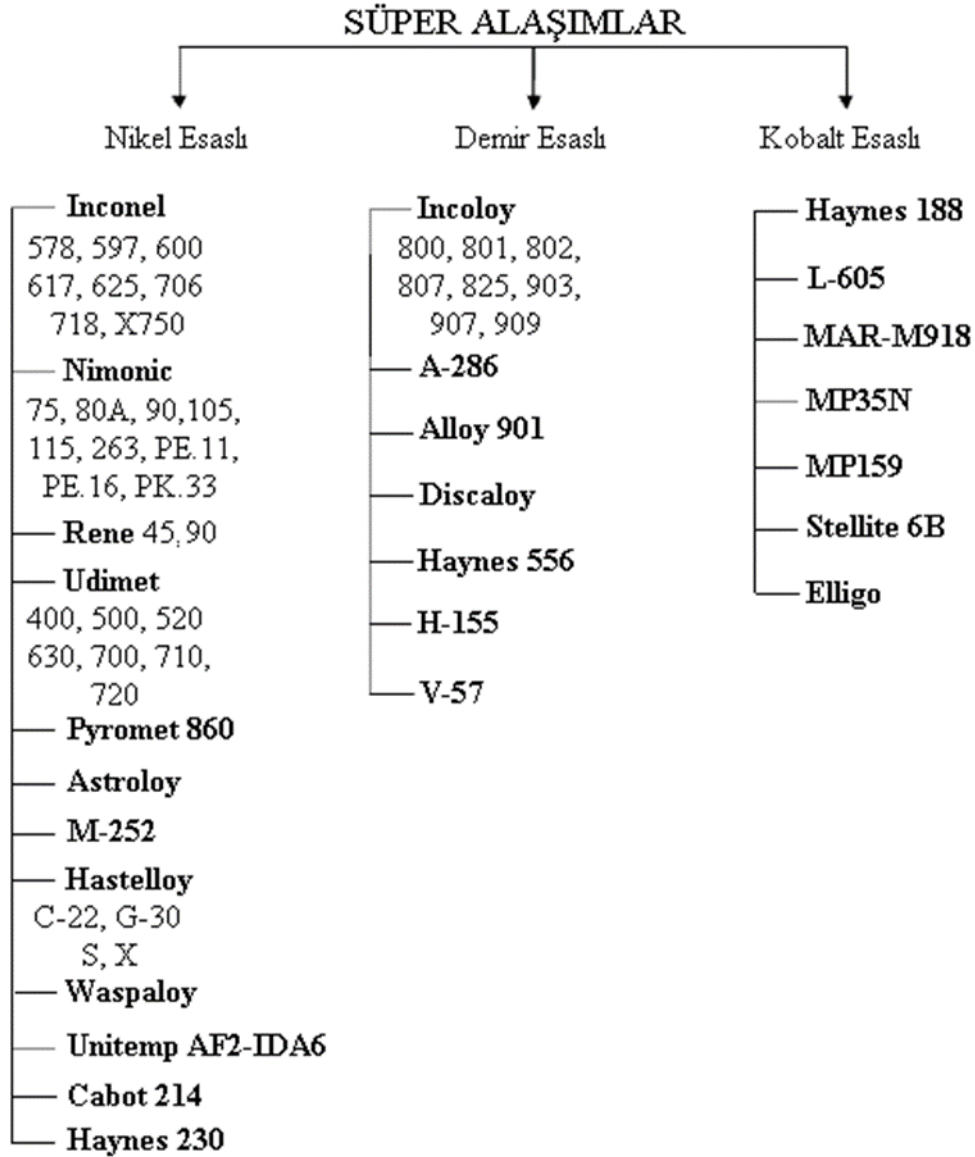


Şekil 2.2. Süper alaşımların zamana bağlı olarak gelişimleri ve sıcaklık dayanımları [25].

### 2.3. Süper Alaşımların Sınıflandırılması

Günümüzde yaygın olarak kullanılan süper alaşımlar; demir-krom-nikel alaşımları, demir-nikel-krom-kobalt alaşımları, karbürlerle mukavemetlendirilmiş kobalt esaslı alaşımlar, katı çözeltili ile mukavemetlendirilmiş ve çökelme sertleşmesi uygulanmış nikel esaslı alaşımlar olarak sınıflandırılabilir. Süper alaşımlar, yapılarında bulunan alaşım elementlerine bağlı olarak üç ana gruba ayrılırlar [1,21]. Süper alaşımların sınıflandırılması Tablo 2.1.'de verilmiştir.

Tablo 2.1. Süper alaşımların sınıflandırılması [21]



### 2.3.1. Demir esaslı süper alaşımlar

Demir esaslı süper alaşımlar, başta demir elementi (%15-60) olmak üzere önemli oranda krom (%15-28), nikel (%25-45) ve az miktarda molibden veya tungsten (%1-6) elementleri içeren alaşımlardır. Bu malzeme grubu; karbür, intermetalik fazlarının çökmesi ile veya katı-eriyik ile mukavemetlendirilmektedir. İntermetalik çökelti genellikle  $Ni_3$  (Al,Ti) ( $\gamma'$ ) şeklindedir. Süper alaşımların önemli bir kısmı yüksek oranda Fe ihtiva etmesine rağmen bu alaşımların hepsi demir esaslı süper alaşım olarak değerlendirilmemektedir. Çünkü bu süper alaşımlar demir, nikel, krom,

kobalt, az miktarda molibden, tungsten ve niyobyum gibi elementlerin kompleks kombinasyonlarıdır. Bu duruma örnek olarak; katı-eriyik dayanımlı %16Fe ve %49Ni içeren Hastelloy X ile  $\gamma''$ - mukavemetlenen %18.5Fe ve %52.5Ni içeren INCO 718 alaşımları verilebilir. Bu alaşımlar, Fe ihtiva eden nikel esaslı süper alaşımlardır. Demir esaslı süper alaşımların krom-nikel oranları ve mukavemetlendirme mekanizmaları, paslanmaz çeliklerden farklıdır. Paslanmaz çelikler %12-25 Cr ve %0-20 Ni içerirken, demir esaslı süper alaşımlar %20'den daha fazla Ni (%25-35) içermektedir.

Demir esaslı süper alaşımlarda, düşük maliyetli demir, nikel kısmen yer değiştirmiş durumdadır. Dolayısıyla düşük nikel içeriğinden dolayı yüksek sıcaklık özellikleri kobalt ve nikel esaslı süper alaşımların özelliklerinden düşüktür. Demir esaslı süper alaşımların çoğu %25-45 Ni ve %15-60 Fe ihtiva etmektedir. Bu alaşımlara yüksek sıcaklık oksidasyon direnci için %15-28 mertebesinde Cr ve katı eriyik mukavemetlenmesi için %1-6 mertebesinde Mo ilave edilmektedir. Ayrıca mukavemet arttırıcı çökelti oluşturmak için Ti, Al ve Nb elementleri sisteme dahil edilmektedir.

Demir esaslı süper alaşımlar 650°C sıcaklığa kadar uygun olup, daha yüksek sıcaklıklarda diğer süper alaşımlara nazaran daha düşük mekanik özellik sergilediğinden kritik yerlerde kullanılmamaktadır. Bu malzemeler gaz türbin motorlarında, kanatlarında, diskler ve şaftlar ile buhar türbinlerindeki bazı parçaların imalatında tercih edilmektedir. Demir esaslı süper alaşımları ön plana çıkaran en önemli özellik diğer süper alaşımlara kıyasla daha ucuz olmalarıdır [2, 24-27].

### **2.3.2. Kobalt esaslı süper alaşımlar**

Kobalt esaslı süper alaşımlar, temel bileşen olarak kobalt ve önemli oranda krom ve tungsten, az miktarlarda molibden, niyobyum, tantal, titanyum ve duruma göre demir içeren, katı eriyik ve karbür çökmesi ile mukavemetlendirilen alaşımlardır. 1943 yılında kobalt elementi, krom, nikel, tungsten, karbon ve diğer alaşım elementleri ile alaşımlandırılarak ilk kobalt esaslı süper alaşımlar üretilmiş ve gaz türbin

motorlarında kullanılmaya başlanmıştır. Kobalt esaslı süper alaşımlar, kimyasal bileşim olarak nikel esaslı süper alaşımlar kadar karmaşık yapıya sahip değildir. Döküm yöntemleriyle elde edilen kobalt esaslı süper alaşımlar yaklaşık %50-60 Co, %20-30 Cr, %5-10 W ve %0.1-1 C elementlerinden oluşmakta ayrıca nikel, tantal, demir ve niyobyum ile alaşımlandırılabilir. Dövme yöntemleri ile elde edilen kobalt esaslı süper alaşımlar ise yaklaşık %40 Cu ve kaynaklanabilirlik özelliğini arttırmak için yaklaşık %20 mertebesinde Ni içermektedir. Bu alaşımlar, yüksek sıcaklıklarda kararlılık göstermesi ve iyi kopma gerilmesi özellikleri sayesinde nispeten düşük gerilmelerde ve yüksek sıcaklıklarda statik parçalar için kullanılacak yapı malzemeleridir. Kaynak yapma ve talaşlı imalat yöntemleriyle işleme durumlarının dışında normal servis şartlarındaki kullanımları için ısı işleme gerek duyulmamaktadır [2,30].

Kobalt esaslı süper alaşımlarda genellikle yüzey merkezli kübik  $\gamma$  matris ve çeşitli tip karbürler görülmektedir. Bu alaşımlarda mukavemetlenme, öncelikle katı eriyik mukavemetlenmesi ve karbür çökmesi kombinasyonundan elde edilmektedir. Kobalt katı eriyik alaşımları;

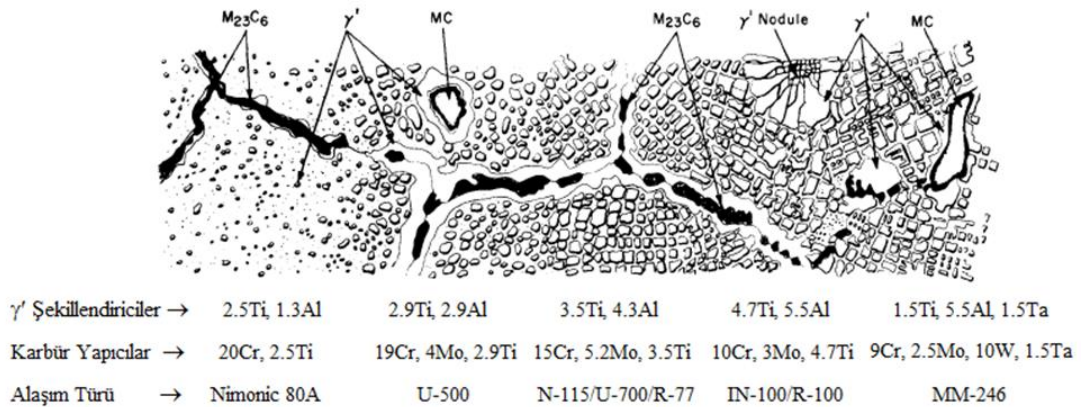
- a- 650°C'den 1150°C'ye kadar kullanılan Haynes 188, UMCo-50 ve S-816,
- b- Yaklaşık 650°C'de kullanılan bağlayıcı alaşımlar MP-35N ve MP-159,
- c- Aşınma dirençli Stellite 6B alaşımları olarak üç gruba ayrılmaktadır.

Haynes 25 yaygın olarak kullanım alanı bulan kobalt esaslı bir süper alaşımdır. Bu alaşım gaz türbinlerinin yüksek sıcaklığa maruz kalan kısımlarında, nükleer reaktörlerde, implant malzemelerde ve soğuk çalışma şartlarında kullanılmaktadır. Haynes 188 mükemmel özelliklere sahip olup tutuşturucularda, geçiş kanalları ve gaz türbinlerinin iç tasarımında kullanılmaktadır. Bileşimlerinde ise lantan, silisyum, alüminyum ve magnezyum bulunmaktadır. Bu alaşımın, 1100°C de oksidasyon ve sürünme direnci yüksektir. Oda sıcaklığında şekillendirilebilmekte ve uzun süreli yaşlanmadan sonra servis sıcaklığında sünekliğini korumaktadır. %21 Fe içeren UMCo-50 alaşımı, Haynes 25 veya Haynes 188 kadar sert olmakla birlikte fırın parçaları ve karıştırıcılar için uygun malzemelerdir. MP-35N ve MP-159 alaşımları,

yüksek dayanım ve süneklığe sahiptir. Kobalt katı-eriyik alaşımlarının son grubu olan Stellite 6B alaşımı, sahip olduğu yüksek krom içeriği sayesinde yüksek sıcaklık sertliği ve oksidasyon direnci sergilemekte ve genellikle buhar türbinlerinde kullanılmaktadır. Karbür çökmesi ile mukavemet kazandırılan kobalt esaslı süper alaşımlar X-40, WI-52, MAR-M302 ve MAR-M509 malzemeleri olup yaygın olarak uçak yakıt motor türbinlerinde ve statik kanat uygulamalarında kullanılmaktadır. Bu malzemeler, yüksek sıcaklık dayanımına, yüksek oksidasyon direncine ve kaynak ile onarılabilme özelliğine sahip alaşımlardır [2, 28-30].

### 2.3.3. Nikel esaslı süper alaşımlar

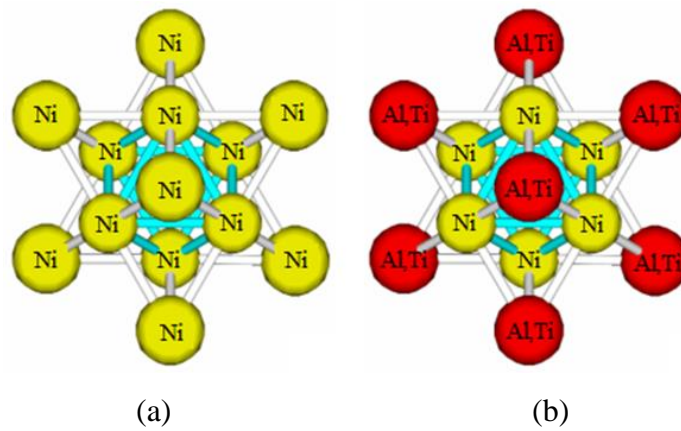
Nikel esaslı süper alaşımlar en çok kullanılan ve üzerinde en çok çalışılan süper alaşım türü olup, ana element olarak %30-70 Ni, önemli oranda (%30 ve üzeri) Cr içermektedir. Inconel, Nimonic ve Hastelloy gibi nikel esaslı süper alaşımlar içinde az miktarda, Incoloy 901 ve Inconel 706 gibi alaşımlarda ise yüksek oranda Fe ihtiva etmektedir (yaklaşık %35) ayrıca Al, Ti, Nb, Mo, W gibi elementlerle de alaşımlandırılmaktadır. Bu süper alaşım türü genel olarak yapı içerisinde önemli fonksiyonları yerine getirecek 10'dan fazla alaşım elementi içermektedir. İntermetalik oluşumunu sağlayan elementler alüminyum, titanyum ve niyobyumdur. Nikel ve krom, oksidasyon direncini arttırmak için karbon, bor ve zirkonyum tane sınırı mukavemetini geliştirmek için sisteme dahil edilen elementlerdir.



Şekil 2.3. Kimyasal bileşimin Ni esaslı süper alaşımların mikroyapısına etkisi [31].

Nikel esaslı süper alaşımların mikroyapısı, östenitik matris ( $\gamma$ ) içerisinde

dağılmış matrisle koherant bağlanmış intermetalik  $Ni_3(Al,Ti)$  ( $\gamma'$ ) çökeltisi ve tane sınırları boyunca biriken karbür ve borür fazlarından oluşmaktadır.  $\gamma$  fazı yüzey merkezli kübik yapı ve farklı atomların (Al, Ti ve Ni atomları) rasgele dağılımı ile katı eriyik halindedir.  $\gamma'$  fazı da yüzey merkezli kübiktir fakat  $\gamma$  fazından farklı olarak Al ve Ti atomları kübik kafesin köşelerinde, Ni atomları yüzeylerde bulunmaktadır. Bu atomik dizilimin kimyasal formülü  $Ni_3Al$ ,  $Ni_3Ti$  veya  $Ni_3(Al,Ti)$  şeklindedir. Şekil 2.4.'de  $\gamma$  ve  $\gamma'$  fazlarının kristal yapıları gösterilmiştir.



Şekil 2.4. (a)  $\gamma$  ve (b)  $\gamma'$  fazlarının kristal yapıları [33].

Nikel esaslı süper alaşımların yüksek sıcaklıklarda korozyona, mekanik ve termal yorulmalara, mekanik ve termal şoklara, sürünmeye ve aşınmaya dayanıklı olmaları, zorlu çalışma koşullarında kullanılmalarını mümkün kılmaktadır. Özellikle  $650^{\circ}C$  üstü sıcaklıklarda sahip oldukları mekanik dayanımları sayesinde paslanmaz çeliklerden daha üstün özellik sergilemekte ve daha fazla uygulamada tercih edilmektedir. Nikel esaslı süper alaşımlar; uçakların gaz türbinlerinde, motor pistonlarında, ısı işlem ekipmanlarında, uzay araçlarında, nükleer güç ünitelerinde, elektrik santrallerinin buhar tribünlerinde, metal işleme, kağıt ve fosil yakıt fabrikalarında yaygın olarak kullanılmaktadır [30-36].

Nikel esaslı süper alaşımların mukavemet artırıcı mekanizmaları katı eriyik sertleşmesi, çökeltme sertleşmesi ve dispersiyon sertleşmesidir. Katı eriyik elementleri tipik olarak  $\gamma$  fazında bulunmaktadır ve bu elementleri nikel atomuna göre atom çapı farklılık gösteren Al, Cr, Fe, Ti, W, V, Mo ve Co oluşturmaktadır.

Katı eriyik nikel alaşımlar, nispeten düşük sıcaklık aralığında (genelde 870-980°C) en yüksek genişleme ve yorulma mukavemetini elde etmek için kullanılmaktadır. 1120-1200°C yüksek sıcaklık aralığında 600°C'de olduğundan daha yüksek genişleme mukavemeti ve sürünme-kopma özellikleri sergilemektedir. Başta Hastelloy X, Inconel 601, 617 ve 625 olmak üzere katı eriyik nikel alaşımlar uzay çalışmalarında kullanılmaktadır. Hastelloy X, Inconel 601 jet motorlarında ve gaz türbin parçalarında kullanılırken Inconel 625 ısı kalkanlarında, uçak sistemlerinde, egzoz sistemlerinde ve türbin kaplamalarında kullanılmaktadır. Çökme ile mukavemetlendirilen nikel alaşımları, ikinci bir fazın çökmesi ile elde edilmektedir. Çökelen faz, (genellikle  $\gamma'$  veya  $\gamma''$ ) alaşımın sertliğini ve dayanımını önemli ölçüde arttırmaktadır. Bu alaşımların çoğunda,  $\gamma'$  intermetalik  $Ni_3(Al,Ti)$  fazın şekillenerek çökme sertleşmesini sağlamak amacıyla Al, Ti ve bazı alaşımlarda da Nb kullanılmaktadır. Bunun sonucunda ise  $\gamma''$   $Ni_3Nb$  oluşmaktadır. Kaynak sıcaklığının sertleşmeye neden olmaması ve ön kaynak çatlaması görülmemesi nedeniyle bu alaşımların kaynak kabiliyetleri iyidir. Çökme-dayanımlı süper alaşımların en önemli kullanım alanı uzay endüstrisidir. Ayrıca bu süper alaşımlar roket motorlarında, uçak türbin parçalarında (disk, shaft, halka, pervane kanadı) ve nükleer reaktörlerde (cıvata, yay) kullanılmaktadır.  $\gamma'$  fazının ergime derecesinin üzerindeki yüksek sıcaklıklarda, bu alaşımların mukavemetini sağlayabilmenin en etkili yolu, matris içerisinde çözünmeyen, farklı ve kararlı bir dağılım fazının sisteme dahil edilmesidir. Yüksek sıcaklıklarda çalışma kabiliyeti için en iyi dispersiyon malzemeleri; toryum dioksit, itriyum oksit, lantan oksit gibi yüksek serbest enerji değerlerine sahip olan elementlerin oksitleridir. Bu oksitler, küçük ve uniform dağılımlı olmalıdır. Mukavemet artırma özelliğini dağılım fazının büyüklüğü ve dağılım etkinliği belirlemektedir [37-40].

Denizcilik sektöründen uzay-uçak endüstrisine kadar geniş uygulama alanı bulan nikel esaslı süper alaşımlar, kullanım alanlarına göre beş ana gruba ayrılmaktadır [33];

- Yüksek Sıcaklık Dayanımlı Nikel Esaslı Süper Alaşımlar
- Korozyon Dayanımlı Nikel Esaslı Süper Alaşımlar



- Elektriksel Alaşımalar
- Yumuşak Mıknatıs ve Düşük Genleşme Katsayılı Alaşımalar
- Şekil Hafızalı Alaşımalar

Yüksek sıcaklık dayanımlı nikel esaslı süper alaşımların en temel özelliği yüksek sıcaklıklarda yüksek akma mukavemeti ve çekme dayanımı sergilemeleridir. Ni-Cr ve Ni-Cr-Fe elementlerinin kombinasyonlarından geliştirilen bu alaşımlar askeri ve ticari güç sistemlerinin oluşturulmasında kullanılmaktadır. Bu malzeme grubu içinde yer alan bazı ticari alaşımların isimleri ve kullanım alanları Tablo 2.2.'de verilmiştir.

Tablo 2.2. Yüksek sıcaklık dayanımlı Ni esaslı süper alaşımların kullanım alanları [33]

Alaşımın Ticari İsmi	Kullanım Alanı
Inconel 625	Hava, Uzay ve Deniz Araçları, Kimya Endüstrisi, Nükleer Reaktörler
Inconel HX	Gaz Tribünleri, Endüstriyel Ocaklar, Isıl İşlem Ekipmanları, Nükleer Enerji Uygulamaları
Nimonic 75	Endüstriyel Ocaklar, Isıl İşlem Ekipmanları, Boru Tesisatları, Isı Değiştiriciler, Nükleer Buhar Jeneratörleri
Nimonic 90	Türbin Kanatları ve Diskleri, Sıcak İş Takımları
Inconel 718	Havacılık ve Uzay Sanayi, Roket Motor Endüstrisi, Nükleer Reaktörler, Türbin Pervane Bıçakları, Petro-Kimya Endüstrisi

Korozyon dayanımlı nikel esaslı süper alaşımlar korozif ortamlarda sergiledikleri mükemmel korozyon direnci ile ön plana çıkmaktadır. Bakır ihtiva eden bu alaşımlar, deniz suyunda ve indirgeyici ortamlarda kimyasal kararlılığını korumakta ve nükleer denizaltılarda, yüksek sıcaklıktaki klor ve kükürt içeren hammaddelerin bulunduğu petrokimyasal ortamlarda kullanılmaktadır. Bu malzeme grubu içinde yer alan bazı ticari alaşımların isimleri ve kullanım alanları Tablo 2.3.'de verilmiştir [33].

Tablo 2.3. Korozyon dayanımlı Ni esaslı süper alaşımların kullanım alanları [33]

Alaşımın Ticari İsmi	Kullanım Alanı
Monel 400	Deniz Yapıları, Kimyasal ve Hidrokarbon İşleme Ekipmanları, Vana, Pompa, Bacalar, Isı Değiştiriciler
Inconel 600	Kimya, Gıda, Nükleer Enerji Sektörleri
Inconel G-3	Fosforik ve Sülfürik Asit İşlemleri
Incoloy 20	Depo, Boru, Isı Değiştiriciler
Incoloy 925	Yağ İmalat Ekipmanları

Yüksek oranda nikel içeren çeşitli elektriksel özellikleri ön planda olan süper alaşımlar; ısı üretme amacıyla veya ölçme ve kumanda aletlerinde elektriksel özellikleri ölçmek ve düzenlemek için kullanılmaktadır. Elektriksel alaşımlar, endüstriyel ocaklardan, evde kullanılan su ısıtıcı ve tost makinelerine kadar pek çok alanda kullanım alanı bulmaktadır. Yumuşak mıknatıs nikel esaslı süper alaşımlar, Fe-Ni alaşım sisteminden geliştirilmiştir. Yüksek nikel ihtiva eden alaşımlar (Fe, %79Ni, %4-5 Mo) yüksek bir manyetik geçirgenlik değerine ve düşük doyum induksiyonu değerine sahiptir. Yumuşak mıknatıs nikel esaslı süper alaşımların ticari isimleri ve kimyasal bileşimleri Tablo 2.4.'de verilmiştir.

Tablo 2.4. Yumuşak mıknatıs nikel esaslı süper alaşımların kimyasal bileşimleri [33]

Alaşım Türü	Elementlerin % Miktarı								
	Ni	C	Co	Cr	Cu	Fe	Mn	Mo	Si
Ni30	29-32	0,4	-	-	-	Balans	1	-	0,6
Ni40	39-42	0,05	-	-	-	Balans	1	-	0,3
Ni36 RNi24	35-38	0,05	-	-	-	Balans	1	-	0,3
Ni48 RNi12 RNi8	46-49	0,05	-	-	-	Balans	0,5	-	0,3
NiFe44	Balans	0,05	-	-	-	42-46	0,5	-	0,3
NiFe16CuCr	Balans	0,05	-	1,5-2,5	4-6	15-18	1	-	0,3
NiFe16CuMo	Balans	0,05	-	-	4-6	12-16	1	2-5	0,4
NiFe15Mo	Balans	0,05	-	-	-	11-17	1	2-6	0,4

Düşük genleşme katsayılı alaşımlar ise; cam-metal bağlantılarında, sızdırmazlık istenen lamba endüstrisinde ve elektronikte önemli rol oynamaktadır. Demir ve % 36 nikel içeren alaşım (Invar) Fe-Ni alaşımları içinde en düşük genleşmeye sahiptir. Demir ve nikel ile ilave olarak katılacak kobalt ise düşük genleşme katsayısı, sabit bir elastisite modülü ve yüksek dayanımı beraberinde getirmektedir. Tablo 2.5.'de düşük genleşme katsayılı alaşımların kimyasal bileşimi gösterilmiştir [33].

Tablo 2.5. Fe-Ni düşük genleşme katsayılı alaşımların kimyasal bileşimi [33]

Alaşım Türü	Elementlerin % Miktarı								
	Ni	C	Co	Cr	Cu	Fe	Mn	Mo	Si
Ni36	35-37	0,05	-	-	-	Balans	0,5	-	0,3
Ni38	37-40	0,05	-	-	-	Balans	0,5	-	0,3
Ni42	40-43	0,05	-	-	-	Balans	1	-	0,3
Ni46	45-47	0,05	-	-	-	Balans	1	-	0,3
Ni48	47-49	0,05	-	-	-	Balans	0,5	-	0,3
NiCr 42 6	41-43	0,07	-	5-6	-	Balans	0,5	-	0,3

Tablo 2.5. (Devamı)

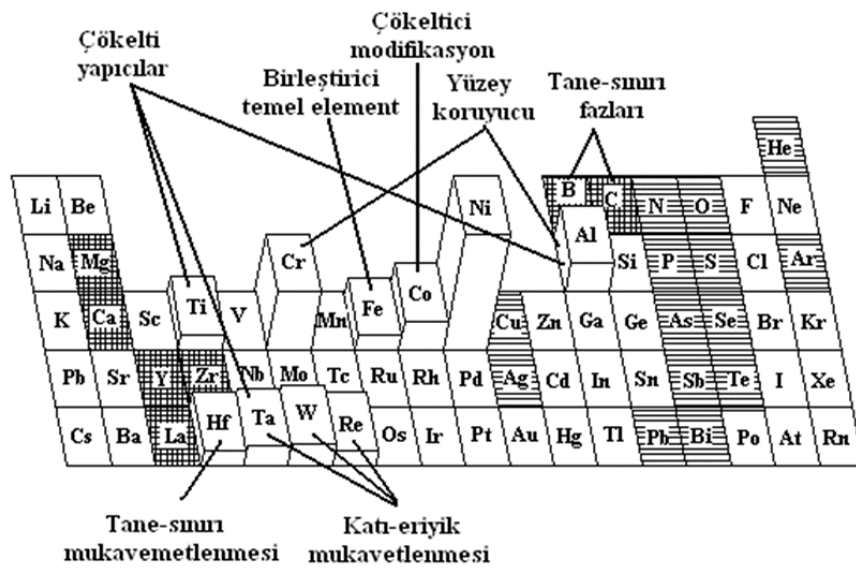
NiCo 29 18	28-30	0,05	16-18	-	-	Balans	0,5	-	0,3
NiCo 28 23	27-29	0,05	22-24	-	-	Balans	0,5	-	0,3
NiFe45	Balans	0,02	-	-	-	44-46	0,6	-	0,3
NiFe46	Balans	0,02	-	-	-	46-49	0,6	-	0,3
NiFe47	Balans	0,02	-	-	-	47-50	0,6	-	0,3
NiFe48Cr	Balans	0,02	-	0,7- 15	-	45-48	1	-	0,3
NiFe47Cr6	Balans	0,02	-	5,5- 6,5	-	44-47	1	-	0,3

Düşük genleşme katsayılı nikel esaslı süper alaşımlardan Nilo 42, oda sıcaklığından 300°C'ye kadar sabit bir ısı genleşme katsayısına sahiptir. Entegre devrelerde yarı iletken kurşun çerçevelerde, bimetal termostat şeritlerinde, termostat çubuklarında, seramik-metal sızdırmazlığında ve elektrik ampülü, televizyon tüpleri, flüoresan lambalar gibi pek çok cam-metal sızdırmazlığı gereken yerlerde kullanılmaktadır. Nilo K, düşük genleşme katsayılı % 29 nikel içeren bir nikel-demir-kobalt alaşımıdır. Alaşımın sıcaklık artışıyla artan genleşme katsayısı değeri, borosilikat cam ve alüminyum oksit seramiklerin genleşme katsayısı değerleri ile uyumludur. Yüksek güvenilirlik veya termal şoklara dayanım gerektiren cam-metal sızdırmazlık uygulamalarında kullanılmaktadır. Entegre devrelerdeki yarı iletken kurşun çerçeveler ve fotoğrafçılıktaki flaş lambaları bilinen en yaygın örnekleridir. Nilomag 77, bakır ve molibden takviyeli bir nikel-demir alaşımı olup yüksek başlangıç geçirgenlik değeri gösteren yumuşak mıknatıslık özelliğine sahiptir. Bu alaşımlar transformatörler, indüktörler, manyetik güçlendiriciler, teyp kayıt kafaları ve kayıt cihazları gibi özellikle güç gereksiniminin en aza indirgenmesinin zorunlu olduğu uygulamalarda kullanılmaktadır.

Nikel esaslı süper alaşımların son grubunu oluşturan şekil hafızalı alaşımlar, özel ısı işlem uygulanarak şekillendirildiğinde, daha sonra ilk şekline dönme kabiliyeti olan metalik malzemelerdir. Nikel-titanyum alaşımları (%50 Ni - %50 Ti) birkaç önemli ticari şekil hafızalı alaşımlardan bir tanesidir [33,41,42].

## 2.4. Süper Alaşımlara Alaşım Elementlerinin Etkisi

Süper alaşımlara bazı alaşım elementleri ilave edilerek farklı birçok özellik kazandırılmaktadır. Bu elementler ve kazandırdıkları özellikler Şekil 2.5. ve Tablo 2.6.'da verilmiştir. Genellikle alaşımlara ilave edilen katkı elementleri, alaşımların bileşim oranına bağlı olarak mukavemetlerini, sertlik, korozyon, manyetiklik, yüksek sıcaklık özellikleri, elektrik direnci gibi mekanik ve fiziksel özelliklerini değiştirmektedir [43-48].



Şekil 2.5. Süper alaşımlarda kullanılan alaşım elementleri ve etkileri [49]

Tablo 2.6. Süper alaşımlar üzerine elementlerin etkisi [49]

Alaşım Elementlerinin Etkileri		Fe Esaslı	Co Esaslı	Ni Esaslı
Katı Eriyik Mukavemetlendiriciler		Cr, Mo	Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta	Co, Cr, Mo, W, Ta, Re
YMK Matris Stabilize Ediciler		C, Ni, Co	Ni, Co	Ni, Co
Karbür Yapıcılar	MC	Ti	Ti	W, Ta, Ti, Mo, Nb
	M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	-	Cr	Cr
	M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	Cr	Cr	Cr, Mo, W
	M <sub>6</sub> C	Mo	Mo, W	Mo, W
Karbonitrürler M(CN)		C, N	C, N	C, N
Karbürlerin Genel Çökelticileri		P	-	-
$\gamma'$ Ni <sub>3</sub> (Al,Ti)		Al, Ni, Ti	-	Al, Ti
Hegzagonal $\eta$ Ni <sub>3</sub> Ti Dönüşüm Geciktiriciler		Al, Zr	-	-
$\gamma'$ Çözücü Sıcaklığını Yükselticiler		-	-	Co
$\gamma'$ Çözücü Sıcaklığını Düşürücüler		-	-	Cr

Tablo 2.6. (Devamı)

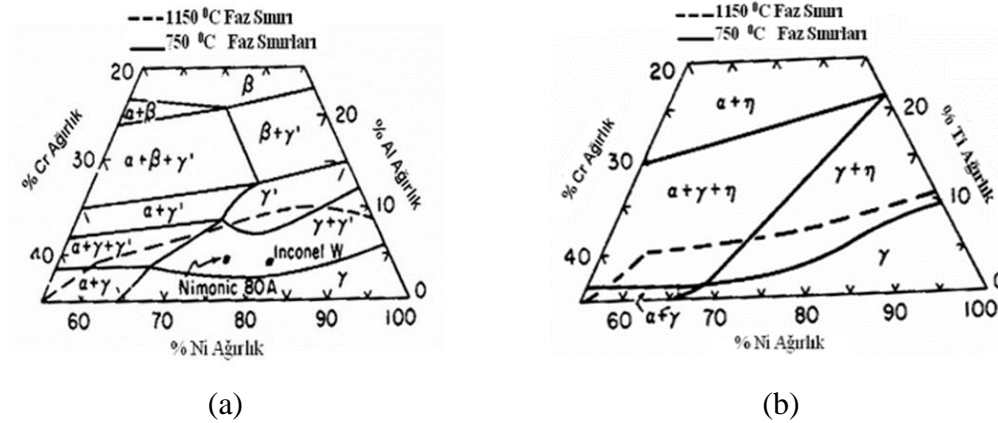
Çökeltme Sertleşmesi veya İntermetalikler	Al, Ti, Nb	Al, Mo, W, Ta	Al, Ti, Nb
Oksidasyon Direnci	Cr	Al, Cr, Ta	Al, Cr, Ta
Sıcak Korozyon Direnci Geliştiriciler	La, Y	La, Y, Th	La, Th
Sülfidasyon Direnci	Cr	Cr	Cr
Sürünme Özellikleri Geliştiriciler	B	B, Zr	B, Zr
Ara Sıcaklık Sünekliğini Geliştiriciler	-	-	Hf
Tane Sınırı Segregasyonu Yapıcılar	-	-	B, C, Zr

## 2.5. Süper Alaşımların Mukavemetlendirme Mekanizmaları

Süper alaşımlar kompleks alaşım sistemleri olup bu malzemelerin mukavemetlendirilmesinde çeşitli yöntemler kullanılmaktadır;

- $\gamma$  fazı ile katı çözeltili mukavemetlendirme,
- $\gamma'$  ve  $\gamma''$  fazlarının hacim yüzdelerinin artırılması,
- Yapıda az miktarda  $\sigma$  ve  $\eta$  fazlarını oluşturma,
- $\gamma'$  fazıyla tane sınırlarını ve karbürleri kontrol ederek mukavemeti yükseltme,
- Tane büyüklüğü oranı için bileşen kalınlığının kontrolü

Süperalaşımlar için en etkili mukavemetlendirme mekanizması, katı çözeltili mukavemetlendirmesidir ve bütün süper alaşımlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Matris veya bileşimi oluşturan alaşım sistemi içerisinde diğer metal çözünüp katılaştığında sert bir yapı meydana gelmektedir. Nikel esaslı alaşımlar içinde oluşan  $\gamma'$  Ni<sub>3</sub> (Al, Ti) fazı en önemli fazdır. Bu mekanizmada doymuş katı çözeltili düşük sıcaklıklara hızla soğutulmaktadır. Bu durumda katı çözeltili daha düşük sıcaklıklarda daha fazla miktarda ikinci bir malzemeyi bileşiminde bulundurabilmektedir. Böylece malzeme süper doymuş şartlardadır ve bu da malzemenin mukavemetini arttırmaktadır [2]. Ni-Cr-Al ve Ni-Cr-Ti gibi üçlü alaşım sistemlerinde, Ni<sub>3</sub>Al ve Ni<sub>3</sub>Ti intermetaliklerinin çökeltmesi Şekil 2.6.'da gösterilmiştir.



Şekil 2.6. (a) Ni-Cr-Al ve (b) Ni-Cr-Ti sistemlerinde nikelce zengin kısmın izotermal kesiti [2]

$\gamma'$  fazının hacimce artması yüksek sıcaklık mukavemetinin de beraberinde artmasına sebep olmaktadır. Dolayısıyla nikel esaslı süper alaşımlardaki alüminyum ve titanyum miktarı arttıkça, yüksek sıcaklık mukavemeti de artmaktadır. Nikel esaslı süper alaşımların mukavemetlendirilmesinde uygulanan diğer önemli bir mekanizma da, yapıda  $\gamma''$  fazı olan  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  intermetaliklerinin oluşturulmasıdır. Süper alaşımların mukavemetleri,  $\gamma'$  fazıyla tane sınırlarını ve karbürleri kontrol ederek de artırılabilir. Yüksek sıcaklık deformasyonu sırasında matristen daha sert olan karbürler, tane sınırları boyunca dağılarak tane sınırlarının kaymasını engellemekte ve böylece bu alaşımların yüksek sıcaklık dayanımlarını, sünekliğini ve sürünme özelliklerini geliştirmektedir [2,50-54]. Süper alaşımların mukavemetlendirme mekanizmalarının, süper alaşımların özellikleri üzerine etkileri Tablo 2.7.'de verilmiştir.

Tablo 2.7. Mukavemetlendirme mekanizmalarının süper alaşımlar üzerine etkileri [2]

Faz	Kristal Yapı	Formül	Açıklama
$\gamma'$	YMK	$\text{Ni}_3\text{Al}$ $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$	Birçok Ni ve Ni-Fe esaslı süperalaşım içindeki mukavemetlendirme fazıdır. Östenit matris içindeki kristal kafesleri küçüktür, küreselden kübiğe değişik şekillerde, sıcaklık ve zamanın etkisiyle de değişik boyutlardadır.
$\eta$	HSP	$\text{Ni}_3\text{Ti}$	Fe, Co ve Ni esaslı süper alaşımlarda yüksek Ti/Al oranlarına uzun süre maruz kalmasıyla oluşur.
$\gamma''$	HMT	$\text{Ni}_3\text{Nb}$	Inconel 718'in ana mukavemetlendirme fazıdır.
$\text{Ni}_3\text{Nb}(\delta)$	Ortorombik	$\text{Ni}_3\text{Nb}$	Aşırı yaşlanan Inconel 718 içinde gözlenir; 815-980°C arasında şekillendiğinde iğnemsiz bir görüntüye sahiptir; yüksek yaşlanma sıcaklıklarında intragranular çökteticiler tarafından ve düşük yaşlanma sıcaklıklarında gözenekli reaksiyonlar tarafından şekillenir.

Tablo 2.7. (Devamı)

MC	Kübik	TiC, NbC, HfC	Titanyum karbür, azot, zirkonyum ve molibden için çözülebilirliğe sahiptir; bileşimi farklıdır; küresel olarak görülür, "M" elementleri Ti, Ta, Hf, Nb, Th, Zr
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	YMK	Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> , (Fe,W,Mo) ) <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	Çökeltme şekli önemli olup; film, küresel, levha, lamelli ve hüresel olarak çökebilir; genellikle tane sınırlarında şekillenir; "M" elementi genellikle Cr, ancak Ni-Co, Fe, Mo ve W'de yerine geçebilir.
M <sub>6</sub> C	YMK	Fe <sub>3</sub> Mo <sub>3</sub> C Ta <sub>3</sub> Co <sub>3</sub> C	Gelişigüzel dağılan karbürlerdir; pembemsi görünebilir; "M" elementi genellikle Mo, W dir.
M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	Hegzagonal	Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	Genellikle intergranular bir blok şeklinde görülür; 1000°C sıcaklığın üstünde bir sıcaklığa maruz kaldıktan sonra Nimonic 80A gibi alaşımlarda ve bazı kobalt esaslı alaşımlarda görülür.
M <sub>3</sub> M <sub>2</sub>	Tetragonal	Ta <sub>3</sub> B <sub>2</sub> , V <sub>3</sub> B <sub>2</sub>	Yaklaşık %0.03 veya daha fazla B'lu, Fe-Ni ve nikel esaslı alaşımlarda gözlenir; boridler karbürlere benzer; "M" elementleri Mo, Ta, Nb, Ni, Fe ve V
MN	Kübik	TiN, ZrN, NbN	Nitridler, Ti, Nb ve Zr içeren alaşımlarda görülür; bunlar ergime sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda ergimezler.
μ	Rombohedral	Co <sub>7</sub> W <sub>6</sub>	Genellikle yüksek oranda Mo ve W içeren alaşımlarda; kaba, düzensiz Widmanstent plakalar şeklinde görülmektedir.
Laves	Hegzagonal	Fe <sub>2</sub> Nb, Fe <sub>2</sub> Ti, Fe <sub>2</sub> Mo, Co <sub>2</sub> Ta, Co <sub>2</sub> Ti	Fe ve Co esaslı süperalaşımlar içinde çok yaygındır; genellikle düzensiz küreler şeklinde olup, yüksek sıcaklıklarda plakalar halindedir.
σ	Tetragonal	FeCr, FeCrMo, CrFeMoNi , CrCo, CrNiMo	En çok Fe ve Co esaslı süper alaşımlar içinde, bir miktar da Ni esaslı süperalaşımlarda görülür, düzensiz küreler şeklindedir; 540-980°C arasındaki sıcaklıklarda uzun süre bekletildikten sonra şekillenirler.

## 2.6. Süper Alaşımların Üretim Karakteristikleri

Süper alaşımların üretiminde genel olarak döküm, dövme, toz metalürjisi gibi çeşitli üretim yöntemleri kullanılmaktadır. Üretilen süper alaşımların %45'ini dövme ve %25'ini döküm ile üretilen nikel esaslı süper alaşımlar oluşturmaktadır. Malzemelerin elde edilmesinde kullanılan üretim teknikleri, bu malzemelerin mekanik özelliklerini, dolayısıyla servis şartlarındaki kullanım kalitesi ve kullanım ömrünü etkilemektedir [55-57].

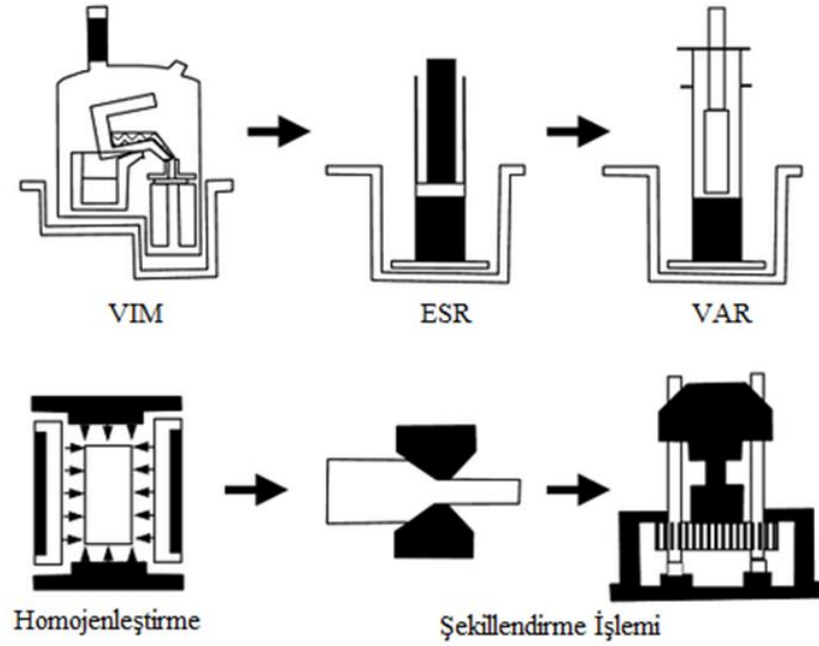
### 2.6.1. Süper alaşımların döküm prosesi ile üretimi

Süper alaşımların döküm ile üretimlerinde genellikle ingot döküm metalürjisi kullanılmakta olup, kalıp ve levha formunda ürünler elde edilmektedir. Vakum

indüksiyon ergitme (VIM), vakum ark ergitme (VAR) ve elektro cüruf ergitme (ESR) yöntemleri süper alaşımların ingot formunda elde edilmesi için kullanılan döküm yöntemleridir. VIM prosesinde sıvı metal, ısıtılmış indüksiyon potasında vakum altında tutulmaktadır. Bu yöntem, açık atmosferde ergitildiğinde oluşabilecek cüruf ve kalıntı problemlerini elimine etmek, mukavemet arttıran Al ve Ti elementlerinin kontrol edilebilirliğini mümkün kılmak ve döküm prosesi için istenmeyen gazları sistemden uzaklaştırmak için kullanılmaktadır. VIM bir başlangıç prosesi olup, VIM işleminden sonra süper alaşımlar VAR veya ESR yöntemleriyle tekrar ergitilmektedir. Alaşım elementlerinin ilavesinden önce oksijen, azot ve hidrojen gibi istenmeyen gazları ve diğer empüriteleri uzaklaştırarak arzu edilen kimyasal bileşimde malzeme elde etmede etkili bir yöntemdir. Hammadde olarak saf elementler veya geri dönüşüme uygun hurdalar kullanılmaktadır. VIM ingotlar genellikle iri tane boyutuna ve üniform olmayan tane dağılımına sahip olduklarından ikincil işlemlerle endüstride kullanıma uygun hale getirilmektedir.

Vakum ark ergitme ve elektro cüruf ergitme prosesleri, VIM prosesi ile elde edilen süper alaşım ingotların tane yapısını inceltmede kullanılmaktadır. VAR prosesinde ark, su soğutmalı bakır potada ingot ile elektrot arasında meydana gelmektedir. Bu yöntemde ergimiş alaşımın katılaşma oranı hassas bir şekilde kontrol edilerek istenilen yapı elde edilmektedir. Elektro cüruf ergitme prosesinde ise istenilen kalitedeki süperalaşım, klasik usüllerle elde edildikten sonra su soğutmalı bakır pota içinde kimyasal olarak aktif bir cüruf tabakası altında hava ile temas ettirilmeden ergitilmektedir. ESR prosesi, aşağıdan yukarıya doğru yönlendirilmiş katılaşma mikroyapısı elde edilebilmesi açısından önem teşkil etmektedir. Süper alaşımların döküm ile elde edilmesinde VIM-ESR-VAR üçlü döküm prosesleri kullanılmaktadır. Şekil 2.7.'de VIM-ESR-VAR üçlü döküm proseslerinin şematik görünümü verilmiştir.





Şekil 2.7. İngot metalurjisi ile süper alaşım üretimi [58]

Süperalaşımın döküm prosesi ile üretiminde kullanılan bir diğer yöntem hassas döküm tekniğidir. Bu teknik 1960'lerden günümüze motor parçaları, kanatçıklar ve türbin bıçakları gibi karmaşık şekilli süper alaşımların üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu proseste, istenen parçanın modeli balmumundan yapılmakta ve özel bir seramik karışımla kaplanmaktadır. Kaplama işlemi gerçekleştirildikten sonra mum basınç yardımıyla şeklini aldığı seramik kabın dışına alınıp, ergimiş süper alaşım vakum altında boşaltılarak nihai şekle yakın döküm numuneler elde edilmektedir.

Süper alaşımların döküm prosesi ile üretimlerinin gerçekleştirilmesinde meydana gelen dezavantajları ortadan kaldırmak için yeni döküm teknikleri geliştirilmiş ancak büyük ingotlardan ürün eldesinde mekanik özellikleri zayıflatacak Laves fazı oluşumu gibi problemler tam olarak çözümlenememiştir [58-62].

### 2.6.2. Süper alaşımların dövme prosesi ile üretimi

Süper alaşımların üretiminde yaygın olarak kullanılan üretim proseslerinden biri de dövme işlemidir. Şekillendirilebilirlikleri alaşım tipine ve kimyasal bileşimine bağlı

olan süperalaşım, yüksek sıcaklıklarda mukavemetlerini korudukları için birçok metal ve alaşımından daha zor şekillendirilmektedir. Süper alaşımların dövme prosesleri ile şekillendirilmesinde açık kalıpta dövme, kapalı kalıpta dövme, şişirme dövme, ekstrüzyon, halkalı haddeme ve izotermal dövme yöntemleri kullanılmaktadır. Açık kalıpta dövme, genellikle türbin diskleri gibi nispeten büyük parçaların şekillendirilmesinde tercih edilmektedir. Süper alaşımların genel olarak dövme ile şekillendirilmesinde birden fazla prosesin bir arada kullanımı tercih edilmektedir. Açık kalıpta dövme, ekstrüzyon, ve şişirme dövme ile ön şekillendirme yapılan ürünlerin nihai şekli kapalı kalıpta dövme ile gerçekleştirilmektedir.

Geleneksel dövme yönteminde kullanılan geleneksel ısı işlemler, üretim aşamasında süper alaşımların tane boyutu kontrolünü mümkün kılmamaktadır. Dolayısıyla dövülen parçaların mekanik özelliklerini optimize etmede tahmin edilen mikro yapı elde edilmemektedir. Dövme yöntemi ile elde edilen süper alaşımlar, döküm ile elde edilen ürünlerle kıyaslandığında, orta dereceli sıcaklıklarda mukavemet ve işlenebilirlik özellikleri daha iyi, 540°C üzerindeki yüksek sıcaklıktaki mekanik özellikleri daha düşüktür [20,63,64].

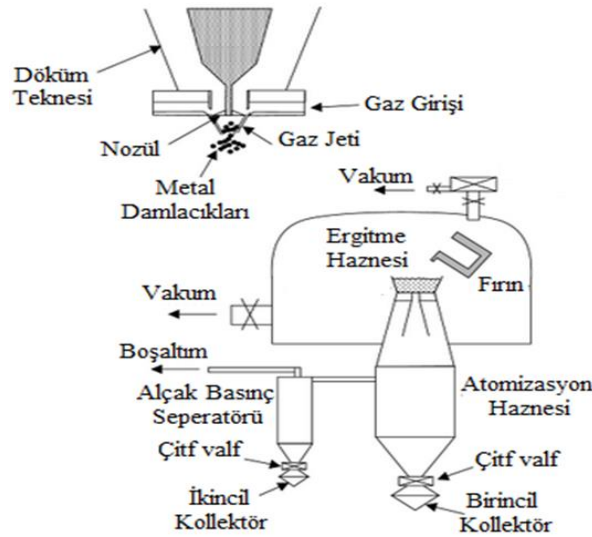
### **2.6.3. Süper alaşımların toz metalurjisi yöntemi ile üretimi**

Süper alaşımların imalatında tercih edilen diğer bir yöntem de toz metalurjisidir. Kimyasal ve metalurjik olarak üniform yapıların elde edilmesine olanak sağlayan toz metalurjisi yöntemi inert ortamlarda, mükemmel yakın saflıkta ve istenilen boyutta ürün eldesini ve başlangıç tozlarına ön alaşımlama uygulanabilmesini mümkün kılmaktadır. Üretimde kullanılan sıcak izostatik presleme ve izotermal şekillendirme gibi uygun şekillendirme tekniklerinin geliştirilmesi, süper alaşım üretiminde bu yöntemin kullanımını artırmıştır. Özellikle yüksek mukavemetli nikel esaslı süper alaşımlardaki yüksek makro-segregasyon, toz metalurjisi yöntemiyle ortadan kaldırılabilmektedir [58,65,66].

Süper alaşımların toz metalurjisi yöntemi ile üretilmesi; genellikle gaz atomizasyon prosesi ile toz üretimi ve mekanik alaşımlama olmak üzere iki ana gruba ayrılmaktadır.

### 2.6.3.1. Toz metalurjisi ile şekillendirilen süper alaşımlar

Süper alaşımların toz metalurjisi ile üretimlerinde hammadde olarak gaz atomizasyon yöntemi ile elde edilmiş küresel şekle sahip tozlar kullanılmaktadır. Bu tozların üretimindeki en yaygın metot inert gaz atomizasyonudur. Şekil 2.8.'de gaz atomizasyonunun şematik görünümü verilmektedir. Yüksek basınçlı argon gazı hızlı bir şekilde nozülde akmakta olan sıvı metal üzerine gönderilmek suretiyle istenen özellikte tozların elde edilmesi sağlanmaktadır.



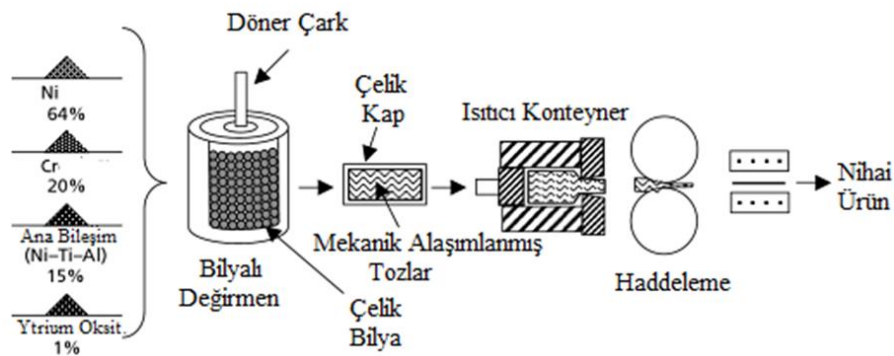
Şekil 2.8. Süper alaşım toz üretimi için kullanılan gaz atomizasyon sistemi [58]

Gaz atomizasyon yöntemi ile elde edilen süper alaşım tozlarının birleştirilmesi genellikle sıcak izostatik presleme veya sıcak ekstrüzyon yöntemleriyle gerçekleştirilmektedir.

### 2.6.3.2. Mekanik alaşımlama

Mekanik alaşımlama MA6000 gibi oksit dispersiyon sertleşmesi (ODS) ile mukavemetlendirilen alaşımların üretiminde kullanılan bir yöntemdir. Mekanik

alaşımlama prosesinde, bilyalı değirmen içinde yüksek enerjiyle dönen katı haldeki tozlar birbirlerine periyodik olarak kaynaklanmakta daha sonra kaynaklanan tozlar kırılmaktadır. Böylece daha ince ve homojen mikro yapıya sahip süper alaşımlar elde edilmektedir. Mekanik alaşımlama sonrası tozlar, istenen şekli verecek tarzda tasarlanmış kalıplar içine yerleştirilerek şekillendirilmekte ve sinterlenmektedir. Şekil 2.9.'da mekanik alaşımlama prosesinin şematik görünümü verilmiştir.



Şekil 2.9. Mekanik alaşımlama süreci [58]

#### 2.6.4. Süper alaşımların işlenebilirliği

Dövme, döküm gibi proseslerle üretilen süper alaşımların, üretimi gerçekleştirildikten sonra, talaşlı imalat yöntemleri gibi ikincil işlemlerle şekillendirilmeleri, süper alaşımların sahip oldukları yüksek aşınma dirençleri, yüksek sertlikleri ve gevrek karakterlerinden dolayı oldukça zordur. Bu malzemelerin zayıf termal iletkenlikleri, talaş kaldırma işlemi esnasında işleme kaleminin sıcaklığını arttırmakta ve talaş, numune ve kesme kalemi arasında mikro çatlaklar oluşturmaktadır. Taşlama işlemi esnasında yüksek sıcaklığa bağlı olarak yapısal değişiklikler meydana gelmekte, yüzey tabakasının sertliği değişmekte, mikro ve makro çatlaklar oluşabilmektedir. Ayrıca işlem süresince ikinci faz ( $Ni_3Nb$ ) sertleşmesi meydana gelmektedir. Özellikle nikel esaslı süper alaşımların işlenmesi esnasında kesici takıma yapışması, takımın yontulmasına, dökülmesine ve çentik aşınmasına sebep olmaktadır. Bu alaşımların işlenmeleri esnasında kullanılan kesici ucun takım ömrü, süper alaşımların karakteristiklerinden ötürü oldukça kısadır ve işlenen parçada istenen yüzey kalitesi elde edilememektedir [10,12,20,67].

Günümüz malzeme teknolojileri, süper alaşımları ergime noktasına yakın sıcaklıklarda kullanılacak duruma getirmiştir. Ancak şu anda gelinen noktayı daha da ileriye götürecek üretim metotlar üzerinde çalışılmaktadır. Süper alaşımların üretiminde üniform faz dağılımının elde edildiği, termo-mekanik işlem kontrolünü mümkün kılan, ikincil işlemlere gerek duyulmadan nihai şekle sahip ürün elde edilmesini sağlayan üretim yöntemlerinin kullanılması gerektiği vurgulanmaktadır [2,20].

## 2.7. Inconel 718 Süper Alaşımları

Inconel alaşımlar, geniş kompozisyon aralığında değişim gösteren ve kompozisyondaki bileşim oranına bağlı olarak farklı mekanik özellikler sergileyen Cr-Ni esaslı süperalaşımların bir türüdür. Krom ve nikel elementleri korozyon, oksidasyon ve karbürizasyon gibi yüksek sıcaklıklarda meydana gelen hasar mekanizmalarına karşı direnç sağlamaktadır. Inconel alaşımlar iyi kriyojenik özelliklere, orta dereceli sıcaklıklarda iyi mekanik özelliklere ve nispeten iyi sürünme direncine sahiptir. Genellikle bu alaşımların mekanik ve yüksek sıcaklık özelliklerini arttırmak için Al, Ti, Nb, Co, Cu ve W elementleri ile alaşımlama yapılmaktadır. Kompozisyon içerisinde Fe elementi % 1-20 aralığında değişim göstermektedir. Bu alaşımlar ısıtılma işlem ekipmanlarının yapımında, tribünlerde, nükleer güç santrallerinde ve havacılık uygulamalarında kullanılmaktadır.

Inconel 718, Inconel alaşımlarının son geliştirilen bir türü olup, Nb elementi ile özellikleri geliştirilmiş ve 1965 yılında endüstriyel olarak kullanılmaya başlanılmış yüksek performans malzemeleridir. Bu malzemeler önemli miktarda Fe, Nb, Mo içeriğine sahiptir ve Al, Ti gibi elementlerle zenginleştirilerek, çökelme sertleşmesi ile mukavemetlendirilen alaşımlardır. Inconel 718 alaşımları iyi korozyon direncine, mükemmel oksidasyon direncine, yüksek sürünme mukavemetine ve yüksek aşınma direncine sahip olup, -253°C ile 650°C sıcaklıkları arasında mükemmel mekanik özellikler sergilemektedir. Ayrıca bu alaşımların statik ve tekrarlı yükler altındaki çatlak ilerleme direnci yüksek olup, üretilebilirlikleri ve kaynak edilebilirlikleri oldukça iyidir [68-76]. Ana bileşenini nikel, krom ve demirin oluşturduğu ve 10'un

üzerinde alaşım elementi ilavesi ile meydana gelen Inconel 718 süper alaşımının kimyasal bileşimi Tablo 2.8.'de verilmektedir.

Tablo 2.8. Inconel 718'in kimyasal bileşimi [77]

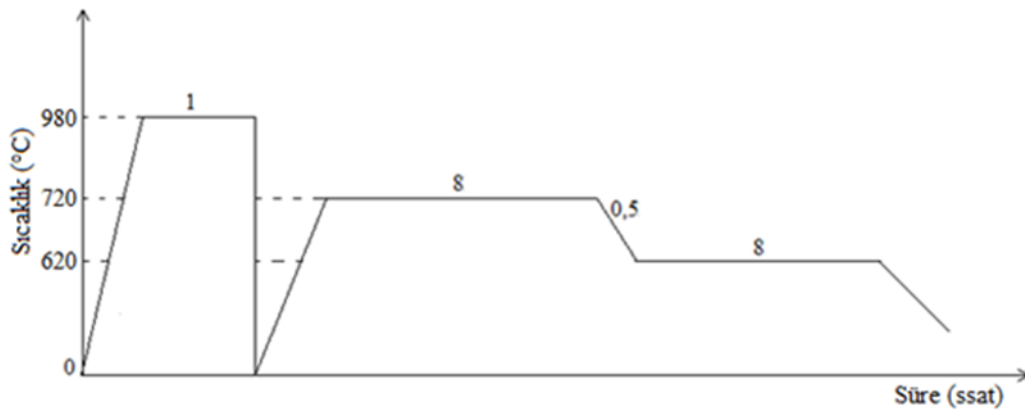
Element	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Ti	Al	Co	Cu
Ağ. % Miktarları	50-55	17-21	Balans	4.7- 5.5	2.8- 3.3	0.6-1.1	0.2- 0.8	max 1	max 0.3

Inconel 718 süper alaşımını oluşturan ana bileşenlerin ve alaşım elementlerinin, bu alaşımlar üzerine farklı etkileri bulunmaktadır. Cr ve Ni bu malzemelerin korozyon ve aşınma direncini arttırmaya katkı sağlamakta ve yüzey merkezli kübik kristal kafes yapısına sahip  $\gamma$  matris fazını oluşturmaktadır. Nb, yüksek sıcaklık mukavemeti kazandıran  $\gamma$  matrisine disperse olmuş hacim merkezli tetragonal kristal yapısına sahip  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) ana çökelti fazını meydana getirmektedir. Ti ve Al yoğunluğu azaltıp mukavemeti artırırken, yüzey merkezli kübik yapısına sahip,  $\text{Ni}_3(\text{Al-Ti})$  intermetalik çökeltisi olan  $\gamma'$  fazını oluşturmaktadır. Co, oksitlenmeye karşı direnç sağlamakta ve Mo, katı hal sertleşmesi ile yüksek sıcaklıklarda aşınmaya karşı mukavemeti arttırmaktadır. MC tipi karbürler (M çoğunlukla Nb) ve ortorombik  $\delta$ , tane sınırlarına çökelmekte ve yüksek sıcaklıklarda tane sınırlarındaki kaymayı engellemekte, böylece sürünme özelliklerini geliştirmektedir. Ayrıca Al ve Cr,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  oksit filmler şeklinde koruyucu tabaka oluşturarak bu alaşımların korozyon direncinin sağlamaktadır [78-82]. Inconel 718 süper alaşımının termal, mekanik, elektriksel ve fiziksel özelliklerinin bazıları Tablo 2.9.'da verilmiştir.

Tablo 2.9. Inconel 718 süper alaşımının bazı özellikleri [77]

<b>Fiziksel Özellikler</b>	
Yoğunluk ( $\text{g/cm}^3$ )	8.19
<b>Mekanik Özellikler</b>	
Çekme Mukavemeti (MPa)	1375
Akma Mukavemeti (MPa)	1100
Kopma Uzaması (%)	25
<b>Termal Özellikler</b>	
Isı İletkenliği ( $\text{W m}^{-1}\text{K}^{-1}$ )	11.4
Ergime Noktası ( $^{\circ}\text{C}$ )	1260-1336
<b>Elektriksel Özellikler</b>	
Özdirenç ( $\text{ohm/cm}$ )	0.000125
Curie Sıcaklığı ( $^{\circ}\text{C}$ )	-112

Inconel 718 süper alaşımının mukavemet, sertlik gibi mekanik özelliklerini geliştirmek ve yüksek sıcaklıkta kullanılacak optimum nitelikte ürün elde etmek için ikili yaşlandırma prosesinden oluşan ısıl işlem uygulanmaktadır. Inconel 718 süper alaşımına uygulanan ısıl işlemin şematik görünümü Şekil 2.10.'da verilmiştir.  $\gamma''$  çökeltisi genellikle 720°C gibi daha yüksek yaşlandırma sıcaklıklarda oluşurken,  $\gamma'$  çökeltisi 620°C gibi daha düşük sıcaklıklarda meydana gelmektedir. Bu alaşımların ısıl işlemi, çift yaşlandırma ile oluşturulmaktadır ve faz dağılımları hacimsel olarak %20  $\gamma''$  ve %5  $\gamma'$  mertebesindedir. Yarı kararlı  $\gamma''$  fazı uzun süre 650°C'nin üzerindeki sıcaklıklara maruz kaldığında kararlı  $\delta$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) fazına dönüşmekte ve bu da mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilemektedir. Literatürde bu fazların çökeltme kinetiği ile ilgili farklı görüşler bildirilmektedir. Bazı yazarlar  $\gamma''$  ve  $\gamma'$  partiküllerinin 550°C ve 660°C sıcaklık aralığında uzun yaşlanma süreleri sonunda çökeleceğini savunurken, bazı yazarlar atomik yüzde miktarı  $(\text{Ti}+\text{Al})/\text{Nb} = 0,66$  değerine kadar 700°C ve 900°C sıcaklık aralığında daha kısa yaşlanma sürelerinde bekletilmesi gerektiğini savunmaktadırlar.



Şekil 2.10. Inconel 718 süper alaşımına uygulanan ısıl işlemin şematik görünümü [77]

Inconel 718 süperalaşımlarının mekanik özellikleri mikroyapısına bağlı olarak değişmektedir ve bu alaşımların en önemli avantajı mikroyapı kontrolü ile istenilen mekanik özelliklerin elde edilmesidir. Yüksek sıcaklık ve yüksek gerilim altında çalışan bu malzemelerin arzu edilen yorulma mukavemeti değerlerine ulaşabilmesi için üniform ve ince taneli bir mikroyapıda üretilmeleri gerekmektedir. Bu malzemeler kademeli sıcak deformasyon prosesleri ile üretildiğinde istenilen

mikroyapıya ulaşamadığından istenilen mekanik özellikler de elde edilememektedir. Geleneksel döküm yöntemleriyle üretimleri gerçekleştirildiğinde katılaşma esnasındaki yavaş soğuma hızından dolayı iri tane yapısına sahip, yoğun dentritik segregasyonları olan, nispeten zayıf mekanik özelliklere sahip ürünler meydana gelmekte ve porozite, mikro çatlak gibi katılaşma hataları oluşmaktadır.

Inconel 718 süperalaşımının düşük termal iletkenlikleri, işlem esnasında meydana gelen hızlı deformasyon sertleşmesi ve kesici takıma yapışma eğilimi göstermelerinden dolayı talaşlı imalat gibi ikincil işlemlerle şekillendirilmeleri oldukça zordur. Bu alaşımların nispeten yavaş çökme kinetiğinden dolayı kaynak edilebilme özellikleri iyidir, ancak kaynak bölgesinde veya ısının tesiri altında kalan bölgede bor niyobyum segregasyonu, Laves fazı ve mikro çatlak oluşumundan kaçınmak için termal deformasyona sebebiyet vermeyecek düşük ısı girdisine sahip kaynak yöntemleri tercih edilmektedir.

Son yıllarda yapılan birçok çalışma üniform ve ince taneli mikroyapı elde edilmesine imkan sağlayan sıcak izostatik presleme gibi proses kontrollerine imkan sağlayan toz metalurjisi yöntemlerinin bu malzemelerin üretimlerinde kullanılması gerektiğini vurgulamaktadır.

Üzerinde en çok çalışılan nikel esaslı süper alaşımlardan biri olan Inconel 718, yüksek sıcaklıklarda yüksek yorulma mukavemeti, yüksek oksidasyon direnci ve hafifliğin gerekli olduğu, ticari ve askeri uçak motorlarının gaz tribünleri ve yanma çemberlerinde, elektrik santrallerinin buhar tribünlerinde, metal üretim proseslerinin sıcak iş takımları ve döküm kalıplarında, ısıtım ekipmanlarında, kimya, petrokimya, biomedikal ve nükleer enerji endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır [83-94].



## **BÖLÜM 3. ELEKTRİK AKIMI DESTEKLİ SİNERLEME**

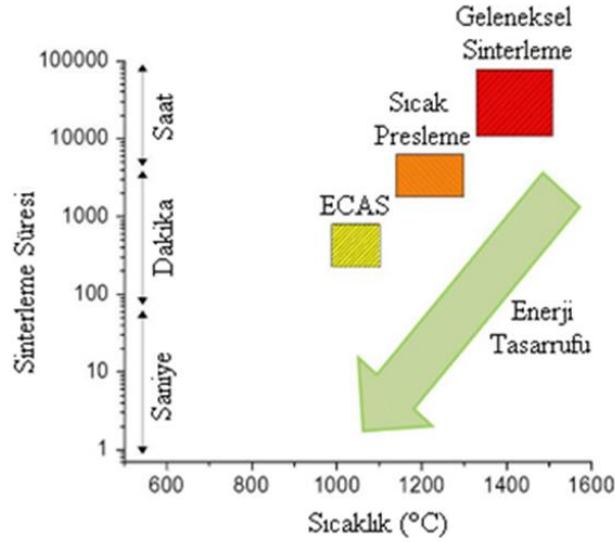
### **3.1. Giriş**

Elektrik Akımı Destekli Sinterleme Yöntemi (ECAS, electric current activated sintering), çeşitli malzemelerin özellikle de geleneksel üretim yöntemleriyle kolay üretilemeyen ürünlerin sinterlenmesine imkan tanıyan alternatif bir toz metalurjisi tekniğidir. Bu yöntem; kalıplar içerisine yerleştirilen şekillendirilmemiş veya soğuk şekillendirilmiş tozların belirlenen zaman aralığında, istenen basınçta ve arzu edilen sıcaklıkta tutulması ile ürün eldesi prensibine dayanan yeni bir üretim prosesidir. Burada ısı, tozlardan veya kalıptan elektrik akımının geçirilmesi sonucu meydana gelen Joule etkisi ile sağlanmaktadır.

Düşük sinterleme sıcaklığında ve kısa işlem süresinde sinter bağları oluşturmayı sağlayan bu yaklaşım; geleneksel metotlarla üretimi zor olan nano boyuttaki yarı kararlı tozların, metal matrisli kompozitlerin (MMK), fiber takviyeli seramiklerin (FRC), intermetalik bileşiklerin ve fonksiyonel kademeli malzemelerin (FGM) sentezlenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır.

Bu yöntem geleneksel sinterleme metotları ile karşılaştırıldığında; daha hızlı ısıtma hızı, daha düşük sinterleme sıcaklığı, daha kısa işlem süresi, zor sinterlenen tozların sentezlenmesine imkan vermesi, yardımcı sinterleme ekipmanlarının azlığı, kontrollü bir atmosfere ve soğuk preslemeye ihtiyacın duyulmaması gibi üstünlükler sağlamaktadır. ECAS yöntemiyle özellikle düşük sıcaklık ve daha kısa işlem süresi sayesinde küçük tane boyutuna sahip teorik yoğunluğa yakın malzemelerin üretimi gerçekleştirilmekte ve nano boyuttaki yarı kararlı tozlar sentezlenmektedir. Nispeten kısa dönüşüm zamanı, başlangıç malzemelerinde arzu edilmeyen reaksiyonların oluşmasını ve istenmeyen faz dönüşümlerinin gerçekleşmesini önlemekte ve malzemelerin üniform bir şekilde sinterlenmesini sağlamaktadır. Ayrıca, yardımcı ekipman gereksiniminin azlığı nedeniyle ilk yatırım maliyeti düşüktür ve nihai şekle

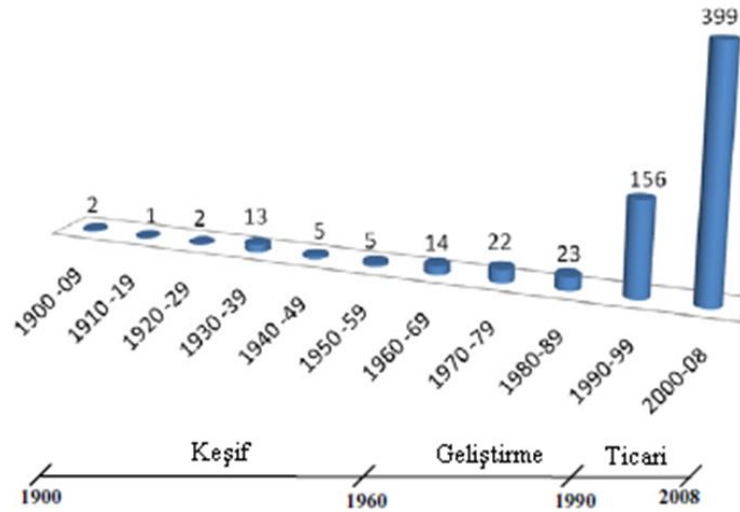
sahip ürün eldesine imkan vermesi sayesinde malzeme kaybının olmaması sebebiyle ekonomik bir yöntemdir [15,19,95,96]. ECAS yönteminin enerji tasarrufu açısından diğer yöntemlerle mukayesesi Şekil 3.1.'de verilmiştir.



Şekil 3.1. ECAS prosesinin enerji tasarrufu açısından diğer yöntemlerle mukayesesi [97]

### 3.2. Elektrik Akımı Destekli Sinterleme (ECAS) Yönteminin Gelişim Süreci

Toz sinterleme proseslerinden biri olan elektrik akımı destekli sinterleme yöntemi son yıllarda yaygın olarak kullanılmasına rağmen, bu yöntemin ilk uygulanmaya başlanması 1900'lü yıllara dayanmaktadır. Toz partiküllerinin birleştirilmesinde elektrik akımının ya da elektrik alanının kullanılması düşüncesi çok eskilerden beri var olup, geçmişte elektrik akımı ve alanı uygulanarak malzeme üretiminin gerçekleştirildiği bilinmektedir. Literatürde ECAS yönteminin tarihsel gelişimi 1900'lü yıllarından günümüze kadar yapılmış yayınlar ve alınmış patentler ışığında incelenmiştir. ECAS yönteminin alınan patent sayısına bağlı olarak gelişim süreci Şekil 3.2.'de verilmiştir. İngiltere'de 1906 yılında ECAS yöntemi ile üretilen W/Mo lamba flamaları, bu yöntem ile üretimi gerçekleştirilen ilk malzemeler olarak literatüre geçmiştir. Bunu takiben ABD'de 1913 yılında aynı yöntem kullanılarak karbür nitrür üretimi gerçekleştirilmiştir. 1922 yılında oksit tozların üzerine direk elektrik akımı tatbik edilerek birleştirilmesi sağlanmış, konu ile ilgili patent alınmıştır [15,19,98].



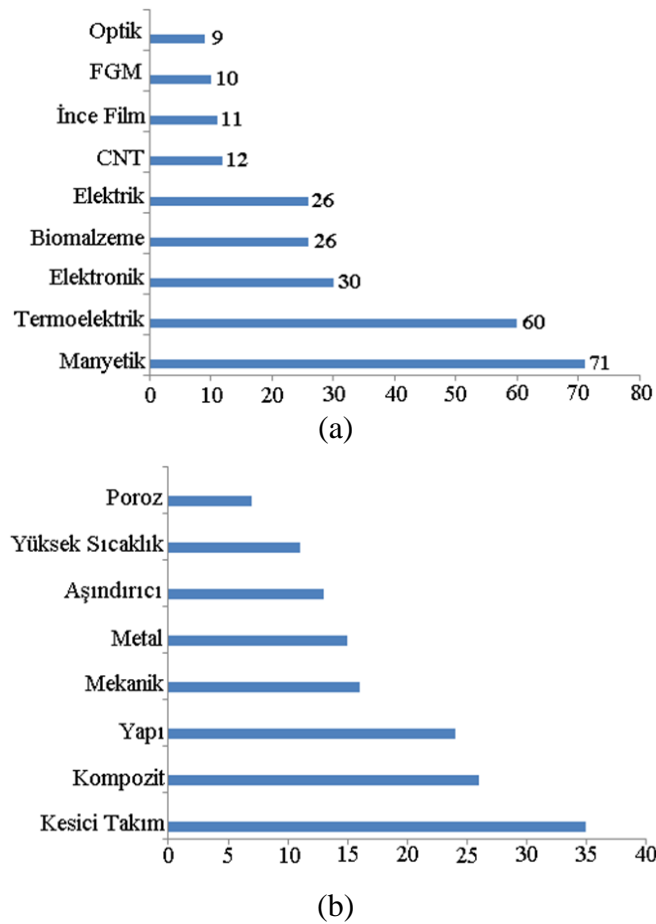
Şekil 3.2. 1900-2008 yılları arası alınan ECAS yönteminin patent sayıları [19]

1927 yılında Hoyt tarafından eş eksenli mekanik yük ile beraber elektrik akımı uygulanarak metal tozlarının birleştirilmesi fikri ortaya atılmış ve mekanik basınçla paketlenen WC/Co tozlara, doğru ve alternatif akım aynı anda tatbik edilerek birkaç dakikada sinterlenmesi sağlanmıştır. Hoyt tarafından patenti alınan bu proseste birkaç dakikada tam yoğun bulk malzemeler elde edilirken 1933'de Taylor WC/Co Sermet karbürleri, alternatif ve pulse (darbeli) doğru akımı birlikte kullanarak tamamen yoğun yapıları birkaç saniye gibi kısa bir sürede elde ettiğini bildirmiştir. Başlangıçta tozların dirençleri yüksek olduğundan sistem düşük voltajlı alternatif güç kaynağına bağlandığında elektrik akımının geçmesi problem teşkil ederken Taylor'un patentinde bu sorunun sistemin düşük voltajlı jeneratöre bağlanarak tozların dirençlerinin azaltılması suretiyle aşılabacağı iddia edilmiştir.

1944 yılında Cramer, yaklaşık 20kA doğru (DC) veya alternatif akım (AC) ve mekanik basıncın aynı anda uygulanmasıyla çok kısa sürelerde (1/60-1/15 saniyede) metalik tozların sinterlenmesini sağlayan bir cihazın patentini yayınlamıştır. 1950'lerde basınçlı direnç sinterleme yöntemi olarak adlandırılan bu proses 1960'lı yıllarında ECAS terimiyle kullanılmıştır. Yine aynı yıllarda iki işlem adımından oluşan Spark Plazma Sinterleme (SPS) tekniği geliştirilmiştir. İlk adımda düşük basınç altında 15-30 sn. süreyle 500-1000 Hz frekanslı bir alternatif akım uygulanarak spark deşarjları oluşturulmakta ve toz partiküllerinin yüzeyleri aktive olmaktadır. İkinci adımda ise numune aynı basınçta veya basıncın daha da arttırılmak

suretiyle elektriksel olarak ısıtılması yer almaktadır. Spark sinterleme yöntemiyle 1960'lı yılların sonu 1970'lerin başında Al, Be, Cu, Ni, Fe, Ti ve bunların alaşımları, refrakter metaller, karbürler, borürler, oksitler ve berilitler gibi birçok malzeme grubu deneysel olarak üretilmiştir.

Elektrik akımı destekli sinterleme yöntemi için 1900-1960 yılları arasındaki süreç keşif aşaması, 1960-1990 yılları arası gelişme süreci ve 1990 yılları sonrasındaki süreç ticarileşme aşaması olarak kabul edilmektedir. 1900-2008 yılları arasındaki süreçte yayınlanan patent sayıları göz önüne alındığında 1990'dan sonra yapılan çalışmaların arttığı açıkça görülmektedir. Yayınlanan patentlerde ECAS ile üretilen yapısal ve fonksiyonel malzeme grupları için alınan patent sayıları Şekil 3.3.'de verilmiştir.

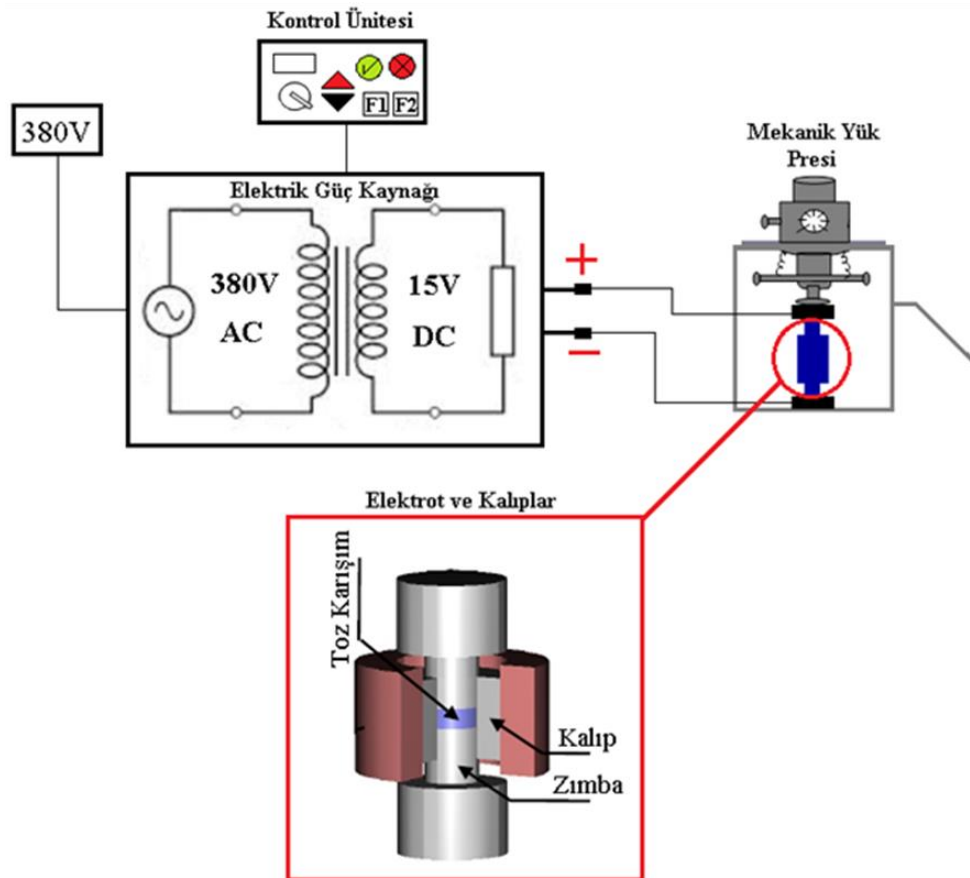


Şekil 3.3. ECAS ile üretilen a)fonksiyonel ve b)yapısal malzeme gruplarının patent sayıları [19]

ECAS yönteminin artan önemini son yıllarda yayınlanan bilimsel makalelerin sayısındaki artış göstermektedir. 1970-2006 yılları arasındaki süreçte konu ile ilgili 2000 civarında makale yayınlanmış ve çoğu Uzakdoğu ülkeleri tarafından yapılmıştır. ECAS yöntemi ticarileştiğinden bu yana en çok bilimsel çalışma yaklaşık 550 yayın ile Japonya’da yapılırken ve bunu sırasıyla 380 yayın ile Çin, 270 yayın ile Kore, 130 yayın ile ABD ve 70 yayın ile Rusya izlemiştir [15,19,99,100].

### 3.3. ECAS Yönteminin Ekipmanları ve Sistem Parametreleri

ECAS prosesinde tozların birleştirilmesi ve arzu edilen yoğunlukta spesifik ürünlerin sentezlenmesi için mekanik basınç ile beraber elektrik akımı uygulanmaktadır. Uygulanan elektrik akımı ve mekanik yük özellikleri otomatik sistemler yardımıyla kontrol edilebilmektedir. ECAS prosesinin şematik görünümü Şekil 3.4.’de verilmiştir.



Şekil 3.4. ECAS prosesinin şematik görünümü

Üretimi gerçekleştirilecek tozlar, elektriksel özelliklerine bağlı olarak iletken veya yalıtkan kalıplar içerisine yerleştirilerek elektrik akımı kullanılmak suretiyle birleştirilmektedir. Hammadde olarak kullanılacak tozların yalıtkan olması durumunda, tozların şekillendirilmesi ve elektrik akımının iletimini sağlamak amacıyla kullanılacak kalıbın iletken olması gerekmektedir. İletken toz kullanımında ise kalıpların iletken ya da yalıtkan olması veya iç yüzeyi yalıtkan malzeme ile astarlı iletken kalıpların kullanılması üretim sürecini etkilememektedir. İletken tozlar, kalıp ile elektrotlar arasında meydana gelen ısı transferi ve Joule etkisi ile ısınırken, iletken olmayan tozlarda ise ısı sadece ısı transferi ile sağlanmaktadır. ECAS yönteminde kullanılan kalıplar genellikle seramik, çelik veya mekanik basıncın düşük olduğu yerlerde kullanılacak ise grafit malzemelerden imal edilmektedir.

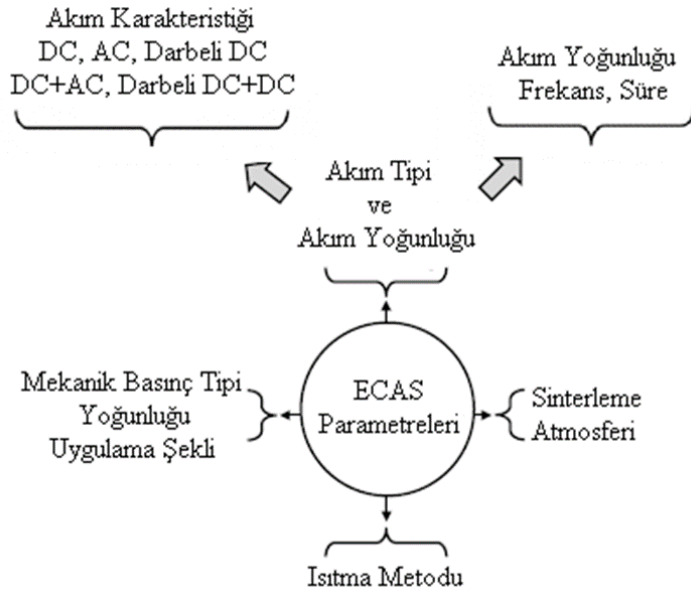
Sistemde bulunan elektrotlar ise elektrik güç kaynağından aldığı elektrik akımını kalıpların temas yüzeylerine iletmektedir. Elektrotlar, ısının en yoğun olduğu bölgelerde bulunduğundan ergime derecesi yüksek ve elektrik akımının minimum kayıplarla iletilmesi açısından elektriksel direnci düşük malzemelerden imal edilmektedir. Elektrotların üretiminde genellikle bakır ve alaşımları kullanılırken 100MPa basınca kadar grafit, yüksek ısı ve basıncın ön plana çıktığı yerlerde ise paslanmaz çelik malzemeler tercih edilmektedir [15,19].

ECAS prosesinde kullanılacak elektrik güç kaynağı; tercih edilen akım tipi (doğru, alternatif veya kombinasyonları), akım yoğunluğu ve akımın uygulama şekline bağlı olarak belirlenmektedir. Mekanik yük ise amaca yönelik olarak işlem esnasında akım ile beraber aynı süreçte basınç uygulamak ya da ön şekillendirilmesi yapılmış numunelerin elektrotlar arasında sabitlenmesini sağlamak için kullanılmaktadır. ECAS prosesi süresince genellikle tek eksenli mekanik yük tatbik eden geleneksel presler kullanılırken laboratuvar ortamlarında yapılan spesifik deneylerde izostatik presler tercih edilmektedir.

ECAS yöntemi sıcaklık ve basıncın aynı anda uygulanması açısından sıcak presleme (HP) prosesine benzer özellikler sergilemektedir. Ancak bu teknikte kullanılan elektrik akımı sayesinde ısıtma işleminin çok hızlı bir şekilde gerçekleştirmesi, toz

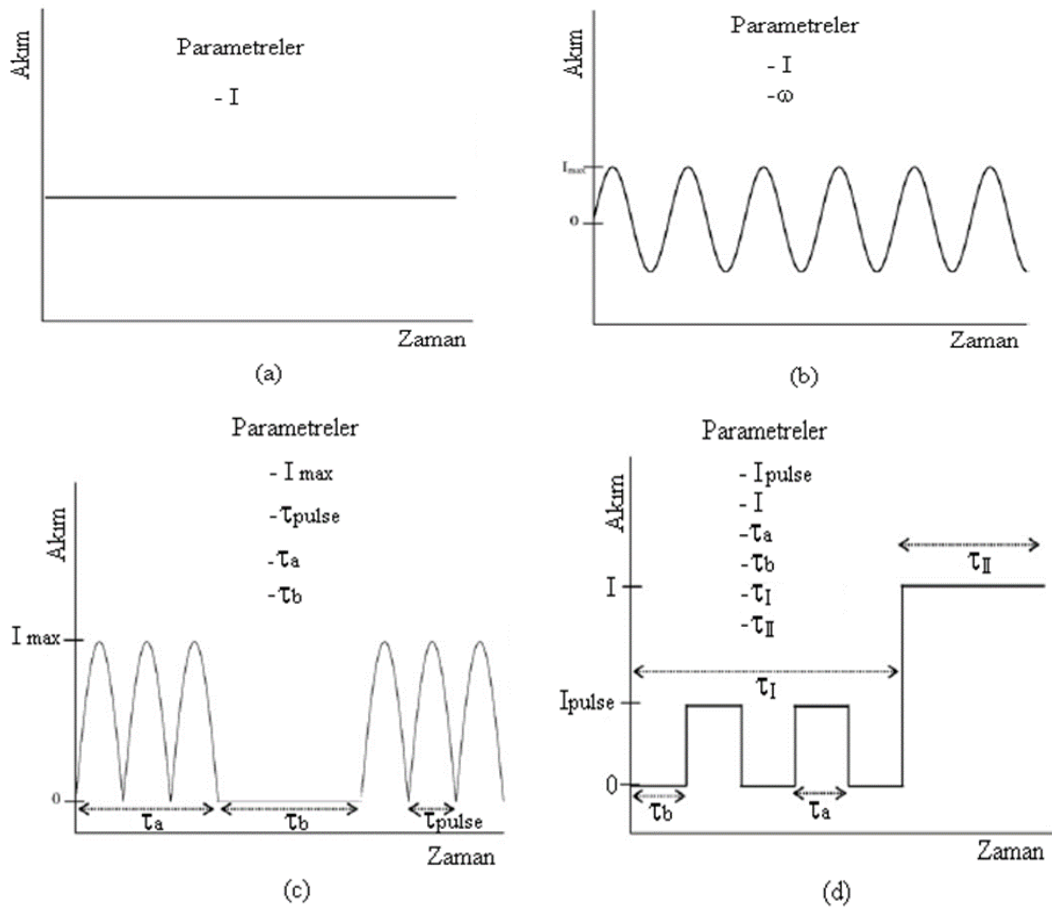
partiküllerinde farklı birleşme mekanizmalarının oluşması ve işlem süresinin çok kısa olması açısından büyük farklılıklar göstermektedir. ECAS prosesindeki ısıtma hızı numunenin son şekline, termal ve elektriksel özelliklerine, kalıp geometrisine ve uygulanan elektriksel güce bağlı olarak değişmektedir. Sonuç olarak işlem süresi; malzemenin cinsine, partikül boyutuna ve nihai şekline göre farklılık göstermektedir [15,19].

Geleneksel sıcak presleme tekniğinde kalıplar, genellikle isteğe bağlı olarak koruyucu gaz ortamında harici ısıtıcı elemanlar ile fırın içerisinde ısıtılmaktadır. Bu nedenle numunenin ısıtılması, kalıpların dış yüzeylerinden iç yüzeylerine doğru ısı iletimi ile gerçekleşmektedir. Dolayısıyla ısıtma hızı yavaş ve işlem süresi uzundur. Ayrıca fırın hacminin ısınarak numuneye ısının dolaylı yoldan ulaşması nedeniyle ısının büyük bir kısmı kaybedilmektedir. Geleneksel üretim yöntemlerinin aksine ECAS, kısa süreli elektrik akımı uygulamak suretiyle malzeme eldesine imkan vermesi sayesinde ısının ve enerjinin etkili bir şekilde kullanımı ile ön plana çıkan bir prosestir. ECAS prosesi değişkenlerinin şematik gösterimi Şekil 3.5.'te verilmiştir [19].



Şekil 3.5. ECAS değişkenlerinin şematik gösterimi [19]

ECAS prosesinde karşılaşılan başlıca problem, homojen ham yoğunluk dağılıma sahip olmayan numunelerin üretiminde meydana gelen ısı farklılığıdır. Homojen yoğunluğa sahip olmayan numunelerde, elektrik akımının geçişi bölgesel olarak başlamakta ve bu bölgelerde ısı artışları ve ergimeler meydana gelmektedir. Özellikle elektrik akımının ve preslemenin aynı anda uygulandığı durumlarda üniform sıcaklık dağılımını elde etmek oldukça zor olduğundan ECAS yönteminde şimdiye kadar küçük boyutlu, silindirik veya dikdörtgen kesitli basit şekillere sahip numunelerin üretimi tercih edilmektedir. ECAS yönteminde uygulanan mekanik basıncın büyüklüğü ve elektrik akımı altında uygulanıp uygulanmadığı, sinterleme işleminin koruyucu gaz atmosferinde yapılıp yapılmadığı kadar önemli olan bir diğer parametre de akım karakteristiğidir. ECAS prosesinde; DC, AC, Pulsed DC, Pulsed DC + DC, AC + DC, düşük frekanslı AC + yüksek frekanslı AC veya pulsed DC kombinasyonları olmak üzere farklı akım tipleri kullanılmaktadır. ECAS prosesinde kullanılan elektrik akımı dalga tipleri Şekil 3.6.'da verilmiştir.



Şekil 3.6. Tipik elektrik akımı dalga formları (a) DC, (b) AC, (c) pulsed DC, (d) pulsed DC + DC [15]



Kullanılan akımın karakteristiğine (dalga tipine) bağlı olarak farklı parametreler ön plana çıkmaktadır. Sürekli DC kullanıldığında etkin olan parametre akım şiddeti iken, AC kullanıldığında maksimum akım şiddeti ve frekans etkilidir. Pulsed DC tercih edildiği uygulamalarda işlem değişkenlerini; maksimum akım şiddeti, pulsed süresi ve pulsed aktif-pasif olduğu zaman dilimi oluşturmaktadır. Pulsed DC+DC kombinasyonlarında elektrik akımı pulsed DC ve DC olmak üzere iki dalga formunda oluşmaktadır ve birinci dalga formunda pulsed DC parametreleri, ikinci dalga formunda sürekli DC parametreleri etkili olmaktadır.

ECAS prosesinde sistem parametrelerinin dışında üretim kalitesini etkileyen diğer unsur, üretimi gerçekleştirilecek malzeme özellikleridir. İkincil parametreler olarak kabul edilen bu özellikler; malzemenin cinsi, termal ve elektriksel özellikleri, numunenin nihai geometrisi ve başlangıç tozlarının partikül boyutudur [15,19,101-105].

### **3.4. ECAS Yönteminin Sınıflandırılması**

Elektrik akımı destekli sinterleme yöntemi uygulanan akım karakteristiğine bağlı olarak Dirençle Sinterleme (RS) ve Elektrik Deşarj Sinterlemesi (EDS) olmak üzere 2 kategoride sınıflandırılmaktadır. RS düşük voltajlı, yüksek amper değerinde üretimi gerçekleştirilebilecek malzemelerin sentezlenmesinde tercih edilmekte ve akım tipi olarak doğru akım, alternatif akım, pulsed doğru akım ve bunların kombinasyonları kullanılmaktadır. EDS de ise kapasitörde biriken elektrik enerjisi bir anda ön şekillendirilmiş toz tablet üzerine boşaltılması suretiyle sinterleme gerçekleştirilmektedir. EDS'de elektrik enerjisi olarak pulsed elektrik akımı kullanılmaktadır ve RS'ye göre daha yüksek amper ve daha yüksek voltaj değerlerindedir. Ayrıca, EDS prosesi süresince akımın zamanla değişimi elektromanyetik etkiye neden olduğundan paketlenmeye önemli etki sağlamaktadır. EDS ile RS arasındaki diğer önemli fark işlem süresidir. Spesifik olarak EDS prosesinin işlem süresi genellikle  $10^{-5}$ - $10^{-2}$  s aralığında değişirken, RS işlemi  $10^0$ - $10^3$  s'de gerçekleşmektedir. Bugüne kadar yapılmış iki yöntem arasındaki bilimsel araştırmaların %94.8'ini RS, %5.2'sini EDS oluşturmaktadır [15,19,106].

### 3.4.1. Elektrik deşarj sinterlemesi

Elektrik Deşarj (Boşaltım) Sinterlemesi (EDS) veya Çevresel Elektro-Deşarj Sinterlemesi (EEDS) olarak isimlendirilen bu proseste, kapasitörde biriktirilen elektrik enerjisi yalıtkan tüpler içerisinde bulunan tozlara anlık boşaltılmaktadır. Geçici olarak uygulanan yüksek değerlikli elektrik akımı, toz partiküllerinin ısınmasına ve kendi kendine sinterlenmesine neden olmaktadır. Eş zamanlı olarak bu akım, kuvvetli bir manyetik alanı meydana getirmektedir. Bu nedenle deşarj sonrası şekillendirilen numune kalıp içerisinde rahat hareket etmekte ve daha sonraki işlemler için kolayca dışarı çıkarılabilmektedir. Numunelerin kalıptan kolay çıkması sayesinde zarar görmeyen kalıplar birkaç kere daha kullanılabilir.

EDS prosesinde kullanılan kapasitörler, genellikle toplam kapasitesi 25 mF ve şarj voltajı 30 kV'a kadar olan birkaç kondansatörden meydana gelmektedir. Kapasitör transformatör, doğrultma ve yumuşatma ünitesi kullanılarak şarj edilmektedir. Uygulanan deşarj akımının yoğunluğu ve şiddeti sırasıyla 2800 MA/m<sup>2</sup> ve 90 kA'e kadar çıkabilmektedir. Özellikle akım; numunelerin boyu arttıkça azalırken, çapı arttıkça artmaktadır. Araştırmalar, prosesin iki aşamada gerçekleştiğini göstermektedir. Birinci aşamada, sinterleme işlemi 10<sup>2</sup>-10<sup>3</sup> A/cm<sup>2</sup> akım yoğunluğunda gerçekleşirken, ikinci adımda tozlar darbeli yüksek voltaj ile şekillendirilmektedir.

Bu proses, basınç uygulanarak veya uygulanmadan gerçekleştirilebilmektedir. İlk durumda ön şekillendirme statik veya dinamik basınç uygulamaları ile yapılabilmekte ve statik olarak 710 MPa mekanik basınca ulaşılabilir. Dinamik eksenel yük ve elektrik deşarjının eş zamanlı uygulaması ile daha yoğun numuneler elde etmekte ayrıca maksimum eksenel yük ve deşarj başlangıcı arasındaki ilişki üzerine çalışmalar yapılmaktadır. Yapılan incelemeler neticesinde, %95'in üzerinde yüksek yoğunluklu numuneler elde etmek için ham yoğunluğun %80'in üzerinde olması gerektiği, bu nedenle soğuk preslemeye ihtiyacın olduğu bildirilmektedir. Ayrıca, etkili deşarjın gerçekleştirilmesi için az miktarda basınç gerekmektedir. İşlem öncesi dağınık olarak bulunan tozlardan akım geçtiğinde

yoğunlaşma gerçekleşirken, aynı zamanda tozlar arasında şiddetli kıvılcımlar meydana gelmektedir. Bu olay bazı durumlarda kalıbın kırılmasına neden olmakta ve hava boşluğunu ortadan kaldırmak için yeterli enerji girişinin olmamasına sebebiyet vermektedir [15,19,107-109].

Birçok metalik toz EDS ile sentezlenmesine rağmen ferro malzemelerde her zaman başarılı sonuçlar alınamamaktadır. Bu yöntem ile çubuk ve şeritlerin üretildiği, ancak yüksek yönlendirme oranlarının olduğu bildirilmektedir. Tane boyutu ve elektrik akımının yönü, istenen yoğunlukta ve mekanik özelliklerde homojen ürünler elde etmek için temel etkidir. İddia edilmektedir ki, normal toz metalurjisi ile üretimi zor olan sert yüzeye sahip uzun çubukların üretimi bu yöntemle düşük maliyetlerde ve sürekli sinterleme yapmaksızın gerçekleştirilebilmektedir.

Elektriksel parametreler ve toz özellikleri gibi değişkenler kadar kalıp tasarımı ve geometrisi de verilen enerjinin miktarını etkilemektedir. Ancak nispi yoğunluk mekanik yük uygulanmadığı zamanlar oldukça düşmekte, bu yüzden yoğun numuneler elde etmek için basınç uygulanması gerekmektedir. Ayrıca kapasitör, sıvı akış kontrol ünitesi, katalizör yapılar ve basınç kontrol ünitesi gibi uygulamalar için yüksek voltajda toz şekillendirilerek poroz ürünler elde edilmektedir. Bu şekilde üretilmiş çeşitli preformların çekme mukavemeti, izostatik olarak şekillendirilmiş benzer yoğunluktaki preformlardan daha yüksektir. Mukavemetin yüksek olmasının nedeni, elektrik akımı esnasında oluşan ısıdan dolayı toz partiküllerin kaynakla birleşmesi ve metaller arasındaki metal-metal bağlarının güçlenmesidir.

150 µm civarındaki partikül dağılımına sahip ön şekillendirilmiş tabletler, EDS prosesiyle sıvı faz oluşum sıcaklıklarının hemen altındaki sıcaklıklarda çok kısa süre sinterleme ile üretildiğinde yetersiz difüzyon sonucu numunenin homojen bir yapıda olmadığı tespit edilmiştir. Bu nedenle tabletler, karışımı oluşturan metal tozlar arasındaki reaksiyonun veya alaşımlandırmanın gerçekleşmesi için sıvı faz oluşum sıcaklığına kadar ısıtılmalıdır. EDS prosesinde akım büyük çaplı yani düşük yönlendirme oranına sahip tabletlerden geçirildiğinde, akımın akış yönünde sürekli aksel fiber yapılar oluşmaktadır. Numune merkezinde oluşan daha yüksek

yoğunlaşma, toz tabletin merkezinde oluşan daha yüksek sıcaklığın sonucudur [15,19,107-109].

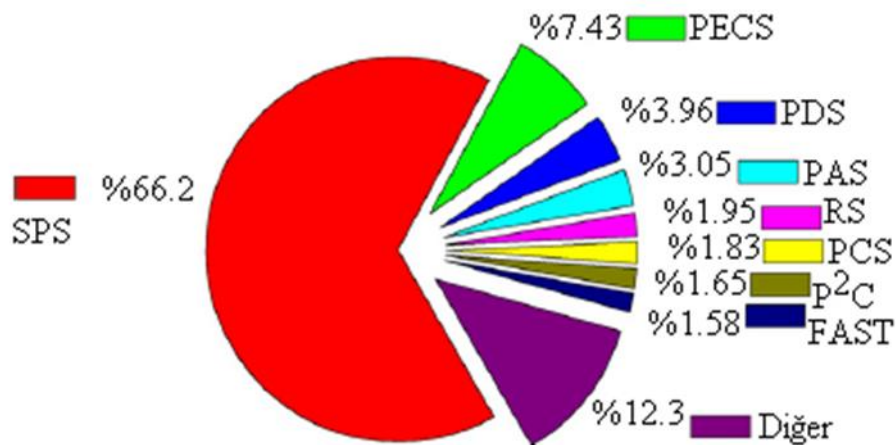
Toz tabletlerin deşarjı ile ilişkilendirilen enerji, elektrik akışı ile orantılıdır. Akım seviyesi; direnç, kapasite ve indüktans ile ilişkilidir. İşlem süresince indüktans'da küçük değişiklikler olurken, partiküllerin aşamalı olarak kaynağı ve ısınmadan dolayı devredeki elektrik direnci değişiklik göstermektedir. Devredeki daha yüksek akım yoğunluğu; mukavemet ve ham yoğunluğu arttırmada katkı sağlayan daha büyük manyetik gücü beraberinde getirmektedir. Bu nedenle numunedeki anlık akım şiddeti, işlemin gerçekleşmesindeki en önemli faktördür. Dolayısıyla akımın artmasıyla yoğunluğun da arttığı tahmin edilmektedir. Ancak unutulmamalıdır ki tozlar arasındaki kaynak ve birleşme işlemi belli bir enerji aralığında gerçekleşmektedir. Bu aralık toz tabletlerin boyutuna ve malzeme tipine göre farklılık göstermektedir. Çok yüksek enerji girdisi numunenin tamamen veya kısmen ergimesine, patlayarak parçalanmasına, daha sonra da kalıbın yanmasına sebebiyet vermektedir. Ancak belli seviyenin altında uygulanan voltaj değerlerinde, verimli bir üretim gerçekleşmemektedir. Ayrıca çok düşük çaplı numunelerde küçük boşaltım enerjisi, yeterli olmayan manyetik alanı oluşturmakta ve tüpe zarar vermeden numuneyi çıkartmak zor olmaktadır. Bu, elektrik direncinin önemli rol oynadığının göstergesidir. Bu proste üretilen numunenin direnci çok yüksekse sinterleme için akım etkili olmayacaktır, diğer taraftan eğer direnç çok düşükse akım uniform olarak geçmeyeceğinden sinterleme istenildiği gibi gerçekleşmeyecektir. Aslında akım, en düşük direnç gösteren yolu izleyecek ve daha fazla akım geçişi ile birlikte bu bölge etkili bir şekilde ısınacaktır. Nispeten akımın daha zor geçtiği bölgeler daha soğuk iken akımın ilk izlediği yol aşırı derecede ısınacaktır. Numunenin istenilen yoğunlukta, uniform olarak elde edilmesi için gerekli olan enerji girişi, EDS tekniği ile elde edilmiş tecrübelerden tahmin edilerek belirlenmektedir.

Yüksek Enerji–Yüksek Hız (HEHR, High Energy-High Rate) olarak isimlendirilen bir diğer EDS metodunda üretim, Faraday etkisi kullanılarak elektrik enerjisini kinetik enerjiye çeviren 10 MJ Homo-Polor Jeneratör (HPG) kullanılarak

gerçekleştirilmektedir. HPG’de düşük voltaj (5-25V) ve büyük avantaj sağlayan pulse (darbeli) yüksek akım kullanılmaktadır. Bağlar, partiküllerin ara yüzelerindeki direnç sonucu meydana gelen ısı ile oluşmaktadır. Uygulanan akım çok yüksektir, akım yoğunluğu 100-500 MA/m<sup>2</sup> aralığındayken, birkaç 100 ms’den sonra 250 kA’ e kadar ulaşabilmektedir. Bu proste ilk 0,5 saniyede enerjinin büyük bir kısmı açığa çıkmakta ve genellikle 3 saniyeden daha kısa bir zamanda üretim gerçekleşmekte ve yüksek basınç uygulanması 3-5 dakika kadar devam ettirilmektedir. Spesifik enerji girişi 400-14250 J/g aralığında değişiklik göstermektedir [15,19,107-109].

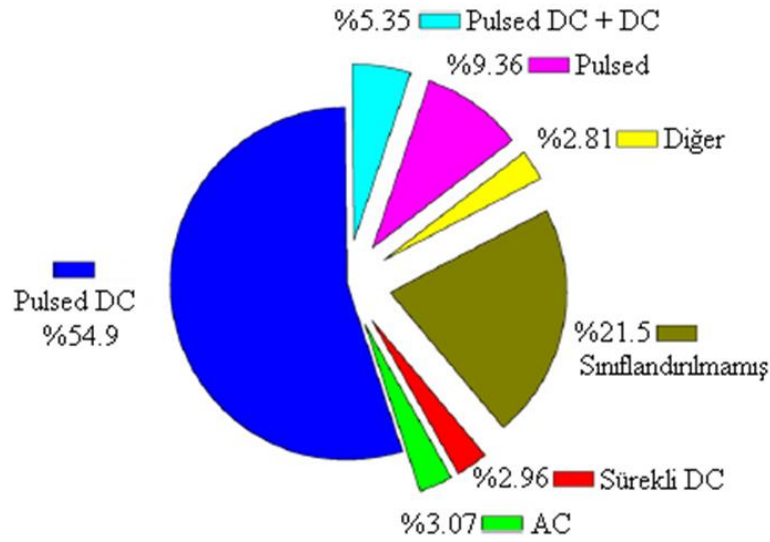
### 3.4.2. Dirençle sinterleme (RS)

RS prosesi, 80 yılı aşkın süredir bilimsel araştırma konusu olup bazı ticari uygulamalarda kullanım alanı bulmaktadır. EDS yönteminden farklı olarak burada sürekli akım uygulanmakta ve iletken veya yalıtkan kalıplar kullanılmaktadır. İşlem süresi EDS prosesine göre nispeten daha uzun ve proses kontrolü daha kolay olan bir üretim yöntemidir. RS prosesi, farklı akım tipleriyle veya farklı ekipmanlarla yapıldığında farklı isimlerle anılmaktadır. Yapılan araştırmalarda proses, farklı elektriksel özellikler, farklı akım değerleri ve farklı ekipmanlar ile tanımlanmaktadır. RS prosesinin farklı isimlerle tanımlandığını gösteren şema Şekil 3.7.’de verilmiştir [15].



Şekil 3.7. RS prosesinin farklı isimlerle gösterimi[15]

RS prosesinin temelini, uygulanan elektrik akımı oluşturur ve literatürde işlem süresince uygulanan akım tipi göz önüne alınarak sınıflandırmalar yapılmaktadır. RS yönteminde doğru akım, alternatif akım, darbeli akım ve bu akım tiplerinin kombinasyonları kullanılmaktadır. RS yöntemiyle yapılan çalışmalarda kullanılan akım tiplerinin yüzde dağılımları Şekil 3.8.'de verilmiştir.



Şekil 3.8. RS yönteminde kullanılan akım tiplerinin yüzde dağılımları [15]

### 3.5. ECAS Yöntemi ile Üretilen Malzemeler

ECAS yönteminin tarihsel gelişimi incelendiğinde elektrik akımı veya elektrik alanının etkisine bağlı olarak kullanılan çeşitli ECAS prosesleri ile metal ve alaşımları, intermetalikler, karbürler, borürler, nitrürler, oksitler, seramik-metal kompozitler, seramik-seramik ve seramik-intermetalik kompozitler, fonksiyonel kademeli malzemeler gibi malzeme gruplarının üretimi gerçekleştirilmiştir.

#### 3.5.1. Metal ve alaşımları

Alüminyum ve Alaşımları: Alüminyum ve alaşımlarının elektrik akımı destekli sinterleme yöntemiyle üretimi ilk olarak Sovyetler Birliği'nde, %5.7-30 Cu içeriğine sahip Al alaşımları kullanılarak EDS prosesiyle gerçekleştirilmiştir. Daha sonra X7091 alaşımı (Al-6.5Zn-2.5Mg-1.5Cu-0.4Co-0.04Fe-0.05Si) HEHR prosesi ile

üretmiş ve %95 nispi yoğunluk elde edilmiştir. HEHR prosesinde kullanılan kombine akım tipleri sayesinde başlangıç tozlarında oluşan oksit tabakalarını kırmak suretiyle partiküller arasındaki bağlanmanın kuvvetlendiği bildirilmiştir. Şimdiye kadar yapılan çalışmalarda, başta SPS yöntemi olmak üzere ECAS prosesinin farklı türleri kullanılarak farklı kimyasal bileşime sahip Al alaşımlarının üretildiği görülmektedir [15].

**Kobalt ve Alaşımları:** Kobalt esaslı camısı  $Co_{65}Ti_{20}W_{15}$  alaşımları, mekanik alaşımlama sonrası SPS teknolojisi ile üretilmiştir. Üretim işlemi argon atmosferinde  $570^{\circ}C$ 'de 19.6-38.2 MPa basınç altında gerçekleştirilmiştir. 180 saniye sonunda elde edilen numunelerin nispi yoğunluğu %99.6 olarak tespit edilmiştir. Farklı bir çalışmada poroz yapıdaki Co-29Cr-6Mo biomedikal malzemelerinin SPS yöntemiyle üretildiği bildirilmiştir [15,110].

**Bakır ve Alaşımları:** Öncelikle bakır tozlarının Plazma Aktivasyon Sinterlemesi (PAS) yöntemi ile üretilebilirliği araştırılmış ve akım, basınç gibi PAS parametrelerinin etkisi üzerine çalışmalar yapılmıştır. İki aşamadan meydana gelen bu sürecin ilk adımında 0-30 saniye 400A darbeli akım uygulanmış ikinci adımında ise 12.6-25.2 MPa basınç altında 300-800A DC akım kullanılmıştır. Burada DC akımın daha yüksek olması, daha yüksek ısıtma hızına dolayısıyla daha yüksek yoğunlaşma hızına sebebiyet vermektedir. Mekanik basıncın yüksek olması ise daha düşük sıcaklıkta daha yüksek yoğunlaşma hızını beraberinde getirmektedir [111]. Başka bir çalışmada saf bakır tozlarının farklı proses şartları (akım tipi, sıcaklık, zaman) kullanılarak Plazma Basıncılı Sinterleme ( $P^2C$ ) yöntemiyle üretilebilirliği araştırılmıştır. Bir diğer çalışmada Cu-Ni kompoziti izotermal sinterleme yöntemiyle  $1050^{\circ}C$ 'de 4 saat sonunda elde edilirken EDS prosesi kullanılarak sadece 45 saniyede üretildiği bildirilmiştir. SPS ile yapılan başka bir çalışmada %98'in üzerinde nispi yoğunluğa sahip Cu-6Ni-22Zr-18Ti metalik camların üretildiği görülmektedir [15].

Krom ve Alaşımaları: Kromun ECAS ile üretimi üzerine yapılan çalışmalardan bu malzemelerin optimum özelliklerinin 1400°C'de 300 saniye bekletilmesi sonucu sağlanacağı bildirilmektedir [15].

İridyum ve Alaşımaları: Çeşitli ikili ve dörtlü iridyum alaşımlarının ön alaşımlama yapılan elementel tozlardan Darbeli Elektrik (Pulse) Akımı İle Sinterleme (PECS) prosesi ile üretildiği görülmektedir. Ir-Nb-Ni-Al alaşımları (Ir-13.5Nb-8.1Ni-1.9Al, Ir-10Nb-41.6Ni-8.4Al, Ir-2.21Nb-76.9Ni-9.96Al) elementel tozlar kullanılarak PECS prosesi ile üretilmiş ve elde edilen faz dönüşümü ve mikroyapılarının geleneksel ark kaynağı metodu ile üretilenden farklılık gösterdiği bildirilmiştir [112,113].

Demir ve Alaşımaları: Demir esaslı malzemelerin ECAS yöntemiyle üretimi süresince etkili olan sinterleme şartları ve metal tozlar ile kalıp duvarı arasındaki etkileşimin araştırılması üzerine birçok çalışma yapılmıştır. Demir tozlarının saniyede 327°C ısıtma hızında ısıtılmak suretiyle 6 dakikadan daha az bir süre 800°C'de dirençle sinterlenmesi sonucu %95 nispi yoğunluk elde edildiği bilinmektedir. Aynı şekilde SPS yöntemiyle 60 MPa basınç altında 900°C'de 5 dakika tutularak Fe-Co esaslı nano kristal malzemelerden benzer yoğunluk değerlerine ulaşıldığı görülmüştür. Diğer çalışmalarda Elektrik Alan Aktive Edilmiş Sinterleme Tekniği (FAST) ile (900°C,125 MPa) Fe-Co-Cr-V miktatısları üretildiği ve SHS yöntemi ile Fe-Pt esaslı (Fe-50Pt, Fe-35Pt-30P ve Fe-44Pt-3C) alaşımların ve yüksek azot içeren paslanmaz çeliklerin (Fe-Cr-Ni-N ve Fe-Cr-Mo-N) üretildiği (900°C, 10 dk.) bildirilmiştir [15,114,115].

Magnezyum ve Alaşımaları: Hammadde olarak magnezyum (AZ91D, AM60B, AZ31) alaşımlarının kullanılmasıyla poroz yapıda malzemeler PECS prosesi ile elde edilmiştir. Üretim işlemi esnasında numuneler oda sıcaklığından üretim sıcaklıklarına (500, 530, 550, 575, 600) kadar 10 dakikada ısıtılmış ve bu sıcaklıklarda 10 dakika bekletilmiştir [15].

Molibden ve Alaşımaları: Molibden alaşımlarının ECAS yöntemi ile üretimi üzerine birçok çalışmaya rastlanılmaktadır. Bir çalışmada mikro boyuttaki tozlar 48 MPa



basınç altında 1650°C’de 1-2 dakika tutularak %98 yoğunluğa ulaşılmıştır. Bir diğer çalışmada başlangıç malzemesi olarak 100 nano boyuttaki tozlar kullanılmış ve 48MPa basınç altında, 1400°C’de 3 dakika bekleme süresi sonunda %97 yoğunluk değeri elde edilmiştir. Başka bir çalışmada Titanyum-Zirkonyum-Molibden (TZM) esaslı alaşımı 690MPa basınç altında 2-3 saniyede dirençle sinterleme tekniğiyle üretilmiştir [15].

**Nikel ve Alaşımları:** Nikel alaşımları üzerine yapılan bir çalışmada, EDS prosesi ile sinterlenmesi esnasında oluşan mekanizmasını anlamak için oksitlenmiş nikel tozları yüksek voltaj ve yüksek akım yoğunluğuna tabi tutulmuştur. Deneysel sonuçlar oluşum mekanizmasının oksit tabakasının elektronik ve fiziksel parçalanması, boyun oluşumu ve büyümesi sonucu meydana gelen 4 adımdan oluştuğunu göstermektedir. Farklı bir çalışmada SPS yöntemi kullanılarak 40 MPa basınç altında 360 saniyede oda sıcaklığından 900°C’ye ısıtılmak suretiyle üretimin gerçekleştirildiği bildirilmiştir. Başka bir çalışmada nikel esaslı metalik camlar 600 MPa basınç altında 500°C’de SPS tekniğiyle üretilerek %100 yoğunluk elde edilmiştir[15].

**Niyobyum ve Alaşımları:** Niyobyum alaşımları üzerine yapılan çalışmada, mekanik alaşımlanmış Nb tozları (Nb-Al, Nb-Al-W, Nb-Al-Mo ve Nb-Al-N) SPS tekniği kullanılarak sentezlenmiştir. Özellikle atomik olarak %10-25 Al içeriğine sahip Nb alaşımları 49 MPa basınç altında 1500°C’de sinterlenerek tamamen yoğun olarak üretildiği ve Nb-Al-N alaşımlarından alınan XRD analizlerinden Nb<sub>2</sub>N fazının elde edildiği tespit edilmiştir [116].

**Nadir Toprak Metaller:** Nano kristal saf nadir toprak metaller, özellikle Sm, koruyucu gaz atmosferinde SPS tekniğiyle sentezlenmiştir. Ortalama tane boyutu 40 nm olan Sm tozları 50 MPa basınç altında dakikada 50°C’de ısıtma hızıyla 240°C’ye ısıtılmak suretiyle numune üretimi gerçekleştirilmiş ve %99 nispi yoğunluk elde edilmiştir [15].

**Tantal:** Tantal üzerine yapılan bir çalışmada mikron ve nano boyuttaki Ta tozları P<sup>2</sup>C tekniği ile hızlı bir şekilde sentezlenmiştir. 1300A ve 0-5V aralığında 60 ms DC

pulsed uygulayarak 3 dakika tutulmuş, daha sonra dakikada 500°C ısıtma hızıyla ısıtılarak maksimum sinterleme değerinde (1750-2000°C) bir dakikadan az süre bekletilerek %95 nispi yoğunluk elde edilmiştir. Başka bir çalışmada SPS tekniği kullanılmış, 20-30 MPa basınç altında, dakikada 100°C ısıtma hızı ile 1500-1900°C'ye ısıtılarak 1 dakika bekleme süresi sonunda %84-95 nispi yoğunluğa ulaşılmıştır [15].

Titanyum ve Alaşımları: Ti ve alaşımlarının ECAS prosesi ile üretimi farklı akım tiplerine bağlı olarak farklı yöntemlerle yapılmaktadır. Dirençle sinterleme yöntemiyle 2 saniyede yapılan üretim sonucunda %96 nispi yoğunlukta Ti elde edilmiş ve diğer toz metalurjisi yöntemleriyle üretilen numunelerle karşılaştırıldığında nispeten daha yüksek akma mukavemeti ve çekme mukavemeti sergilediği tespit edilmiştir. Ti ve alaşımlarının yüksek mukavemet ve biyouyumluluk özelliklerinden dolayı farklı akım destekli sinterleme teknikleri kullanılarak poroz ürünler elde edilmektedir. Ti-6Al-4V alaşımları SPS tekniği ile üretilmiş ve biyouyumluluk açısından yeterli sonuçlar elde edilmiştir. Daha sonra aynı alaşım tipi EDS yöntemleriyle daha kısa işlem sürelerinde implant için uygun numuneler üretilmiştir [15].

Tungsten ve Alaşımları: Bu konu üzerine yapılan bir çalışmada alaşımsız tungsten ve tungsten esaslı (W-Nb, W-Ni) alaşımların üretiminde HEHR tekniği kullanılmış olup basınç ve enerji girişi gibi proses parametrelerinin mikroyapı ve özellikler üzerine etkisi incelenmiştir. Başka bir çalışmada tungsten tozlar PAS prosesi ile açık atmosfer veya vakum ortamında 1750-2400°C sıcaklıkları arasında 2-8 dakika bekleme süresi sonunda üretilmiştir. Üretimi gerçekleştirilen numunelerin nispi yoğunluğu %80.2 ile %91.5 arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir [15].

### 3.5.2. İntermetalik bileşikler

NbAl: Nb<sub>3</sub>Al intermetalik bileşiğinin üretimi, PAS yöntemi ile mekanik alaşımlama sonucu elde edilmiş nano boyuttaki Nb-at.% 15.4Al tozlarla gerçekleştirilmiştir. Bu işlem 30 MPa basınç altında 3 ile 14 dakika zaman aralığında ve 750-1250°C

sıcaklıklarda yapılmıştır. Bir diğer çalışmada Nb<sub>3</sub>Al intermetalik bileşiği SPS yöntemiyle 49 MPa basınç altında 1500-1600°C aralığında 5 dakikada üretilmiş ve yapılan incelemeler neticesinde Nb<sub>3</sub>Al ana fazı yanında Nb<sub>2</sub>Al fazının da oluştuğu tespit edilmiştir. SPS yöntemiyle yapılan başka bir çalışmada tamamen yoğun NbAl<sub>3</sub> intermetalik bileşiğinin elde edildiği bildirilmiştir [15].

NiAl: Ortalama partikül boyutu 6 mikron olan NiAl tozları PAS tekniği kullanılarak 30 MPa basınç altında 1100-1343°C sıcaklık ve 0.5-3 dakika zaman aralığında üretilmiştir [117].

FeAl: Stokiometrik bileşim oranında (Fe:Al = 53:47) nano boyuttaki (70-90 nm) FeAl tozları yüksek basınç (70-106 MPa) ve yüksek alternatif akımla (60 Hz, 1250-1500A) oldukça kısa işlem süresinde (2.5-3.5 dk.) üretilmiş ve %98-99 arasında nispi yoğunluğa sahip numuneler elde edilmiştir. Bu çalışmayı takiben SPS tekniği ile Fe-at.%47Al ve Fe-at.60Al alaşımları 70 MPa basınç altında DC akım kullanılarak sırasıyla %93.5 ve %98.5 nispi yoğunluklar elde edilmiştir. Son olarak Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile mukavemetlendirilen Fe-at.%40Al intermetalik bileşiğinin SPS tekniği ile tek eksenli pres kullanarak 70 MPa yük altında dakikada 250°C ısıtma hızıyla ısıtılarak 1050°C'de üretimi gerçekleştirilmiştir. Fe<sub>3</sub>Al intermetalik bileşiğinin SPS tekniği ile üretiminin yapıldığı farklı bir çalışmada 50 MPa basınç altında 1050°C'de 5 dakikada işlemin gerçekleştiği bildirilmiştir [15].

TiAl: TiAl intermetaliklerinin ECAS tekniği ile üretiminde EDS, SPS ve Darbeli Deşarj Sinterlemesi (PDS) proseslerinin kullanıldığı görülmektedir. EDS metodu ile yapılan üretimde nano boyuttaki Ti-50Al amorf tozların kullanıldığı, 87 MPa basınç altında DC+AC akım kombinasyonları ile 1000A akım şiddeti ve 70 saniyede işlemin gerçekleştirildiği bildirilmiştir. SPS tekniği ile yapılan üretim 30 MPa basınç altında dakikada 30°C ısıtma hızıyla 1100-1200°C'ye ısıtılarak gerçekleştirilmiş ve oldukça yoğun numuneler elde edilmiştir. PDS yönteminde ise aynı özellikteki bileşik kullanılarak 800A pulsed akım şiddetiyle 30 saniyede üretim sağlandığı bildirilmiştir.

TiNi: TiNi üzerine yapılmış bir çalışmada üretim, SPS yöntemiyle 50 MPa basınç altında 900°C'de 10 dakikada gerçekleştirilmiştir. Üretim sonunda yoğun ve TiNi, Ti<sub>2</sub>Ni ve TiNi<sub>3</sub> fazlarından oluşan çok fazlı bir yapı elde edilmiştir. Başka bir çalışmada elementel tozlardan oluşan başlangıç malzemeleri Basınç Destekli Elektrik Alan Aktive Edilmiş Sinterleme Tekniği (FAPAS) tekniği kullanılarak 800-1500A'de 0-40 dakikada elde edilmiş ve sonuç olarak ikinci faz miktarının azaldığı bildirilmiştir. Bir diğer çalışmada 50 nm boyutuna sahip Ti<sub>50</sub>Ni<sub>50</sub> tozları 30 MPa basınç ve 700-1000°C'de sentezlenmiştir. 30 saniye pulsed DC akıma maruz bırakılan numuneler yüksek oranda poroziteye maruz kalmasına rağmen şekil hafıza özelliği sergilendiği bildirilmiştir.

IrNb: Ir<sub>3</sub>Nb bileşiği PECS prosesiyle Ir-at.%25Nb oranına sahip elementel tozlardan vakum ortamında 40 MPa basınç altında saniyede 0.016-2.5°C ısıtma hızıyla ısıtılarak 1700-2000°C sıcaklık ve 0-4 saat zaman aralığında üretilerek %70-90 arasında nispi yoğunluk elde edildiği tespit edilmiştir [15].

Silisitler: Molibden silisitler üzerine yapılan bir çalışmada Mo+2Si tozları yüksek AC (1600A) ve 106 MPa basınç altında 3-6 dakika gibi kısa zaman aralığında üretilmiştir. Elde edilen ürünlerin nispi yoğunlukları % 82-93 olarak belirlenmiştir. Başka bir çalışmada %45 oranında poroziteye sahip poroz FeSi<sub>2</sub> bileşiğinin SPS teknolojisi ile elde edildiği bildirilmiştir. SPS kullanılarak yapılan bir diğer çalışmada elementel Re ve Si tozları kullanılarak tek fazlı ReSi<sub>1.75</sub> bileşiğinin üretildiği görülmüştür. Magnezyum silisitler üzerine yapılan bir çalışmada ise oda sıcaklığında 60 saat mekanik alaşımlama sonucu elde edilen Mg<sub>66.7</sub>Si<sub>33.3</sub> tozları grafit kalıp içerisinde 50 MPa basınç altında 800-900°C sıcaklık aralığında SPS yöntemiyle üretildiği görülmüştür. Mangan silisitlerin SPS yöntemiyle, üretim şartlarına bağlı olarak özelliklerinin değişimini gösteren başka bir çalışmada MnSi<sub>1.73</sub> bileşimi 20 MPa basınç ve 650°C üretim şartlarında kısmen oluşurken 40 MPa basınç ve 900°C'de 15 dakika tutularak tamamen elde edildiği bildirilmiştir.

### 3.5.3. Karbürler

$B_xC_y$ : Yapılan çalışmalarda  $B_{12+x}C_{3-x}$ , ( $x=0-1$ ) tozları kullanılarak SPS yöntemi ile bor karbür ince filmlerin oluşturulduğu bilinmektedir. Farklı bir incelemede argon atmosferinde  $2000^\circ C$ 'de 20 dakika sonunda nispi yoğunluğu %96 olan  $B_4C$  elde edildiği görülmüştür. FAPAS metodu kullanılarak argon atmosferinde 1000A sürekli akım uygulanarak 5 dakikada ince taneli oldukça yoğun  $B_4C$  bileşiği elde edilmiştir. SPS yöntemiyle  $B_4C$  üretimi üzerine yapılan son çalışmalarda vakum ortamı kullanılmış 70 MPa tek eksenli pres altında dakikada  $200^\circ C$  ısıtma hızıyla 1300-2100°C aralığında üretim gerçekleştirilmiş ve %95'in üzerinde nispi yoğunluklar elde edildiği bildirilmiştir.

$Cr_xC_y$ : Krom ve amorf karbon tozları kullanılarak SPS yöntemi ile tek eksenli pres altında 30 MPa basınç ve pulsed DC şartlarında  $Cr_3C_2$ ,  $Cr_7C_3$  ve  $Cr_{23}C_6$  üç farklı bileşiğin üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretim sonunda %98'in üzerinde nispi yoğunluklar elde edilmiş ancak ana fazın yanında az miktarda  $Cr_2O_3$  fazına rastlanılmıştır [118].

$Fe_3C$ : Sementitin SPS tekniği ile üretilebilirliği ve Cr, Mo, Ti, Ni gibi alaşım elementlerinin üretim ve özellikler üzerine etkisini belirlemek için yapılan çalışmalarda  $900^\circ C$ 'de 300 saniye gibi bir sürede elde edilen numunelerde %98 nispi yoğunluğa ve 1000H<sub>v</sub> mikrosertlik değerine ulaşıldığı bildirilmiştir [15].

TiC: PAS tekniği kullanılarak nano boyuttaki  $Ti_{44}C_{56}$  bileşiği oluşturulmuştur. Sentezleme işlemi vakum ortamında  $1750^\circ C$ 'de 300 saniyede gerçekleştirilmiş, %99.9 nispi yoğunluk ve 32 GPa sertlik elde edilmiştir [119].

WC: ECAS yöntemi ile WC üretimi prosesin çıkış aşamasından günümüze kadar oldukça yoğun çalışılan bir konudur. Bu çalışmaların birinde başlangıç malzemesi olarak nano boyuttaki  $WO_3$ , Mg ve C tozları kullanılarak MgO liç işlemini takiben ECAS tekniği ile  $1680^\circ C$ 'de 300 saniye bekletilerek tamamen yoğun WC üretilmiştir. Başka bir çalışmada farklı partikül boyutlarına (0.2, 0.8 ve 12  $\mu m$ ) sahip

WC tozları vakum ortamında 45 MPa basınç altında pulsed DC ve DC akım kombinasyonları kullanılarak 1 dakikada üretilmiş olup maksimum %96 nispi yoğunluk elde edilmiştir. Bir diğer çalışmada farklı boyuttaki (0.57, 1.33 ve 4.06  $\mu\text{m}$ ) WC tozlar dakikada 100°C ısıtma hızıyla 1550-1800°C'ye ısıtılarak bu sıcaklıklarda bekletilmeksizin üretilmiştir. 1700°C ve üzeri sıcaklıklarda tamamen yoğun numuneler elde edilmiş ancak sinterleme sıcaklığında 1 dakika ve üzeri sürelerde bekletildiğinde aşırı derecede kaba taneli yapılar gözlenmiştir. Farklı bir çalışmada Elektrik Alanı Destekli Yanma Sentezi (FAPACS) prosesi kullanılarak vakum altında 3000A akım değerinde 3 dakika bekleme süresi sonunda WC üretilebilirliği araştırılmıştır. XRD sonuçlarına göre WC ve W<sub>2</sub>C fazları tespit edilmiş ve %80'in üzerinde nispi yoğunluk elde edilmiştir [15].

#### 3.5.4. Borürler

HfB<sub>2</sub>: Önceden hazırlanmış HfB<sub>2</sub> tozlar ve stokiometrik oranda hafniyum ve bor elementel tozlarından oluşan bileşim SPS tekniği ile üretilmiştir. Her iki malzeme grubunun üretimi benzer şekilde olup 30-95 MPa basınç altında dakikada 100°C ısıtma hızıyla ısıtılarak 1800-1900°C'de 10 dakika bekletilerek gerçekleştirilmiştir. Sıcaklık ve basınca bağlı olarak %87 ile %98 arasında nispi yoğunluğa ulaşıldığı görülmüştür [120].

MgB<sub>2</sub>: MgB<sub>2</sub> süper iletkeninin SPS tekniği ile üretimi ticari MgB<sub>2</sub> tozlarıyla 30 MPa basınç altında 1200A'de gerçekleştirilmiştir. Benzer bir çalışmada MgB<sub>2</sub> üretimi 50 MPa basınçta 950-1050°C'de 10-30 dakika zaman aralığında yapılmıştır. Numunelerde %99'un üzerinde nispi yoğunluğa ulaşılmış ve XRD sonuçlarından MgB<sub>2</sub> ana fazının yanında az miktarda MgO fazının da oluştuğu tespit edilmiştir. SPS tekniği ile elde edilen MgB<sub>2</sub> numunelerin mükemmel süper iletken özellik sergilediği görülmüştür [15].

SiB<sub>6</sub>: 700°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda mükemmel termo-elektrik özellik sergileyen saf SiB<sub>6</sub> bileşiğinin geleneksel yöntemlerle sinterlemesi oldukça zordur.

Oysa SPS tekniđi ile 1600°C’de tamamen yođun yapıların elde edildiđi bildirilmiřtir [121].

### 3.5.5. Nitrürler

AlN: AlN tozları (partikül boyutu: 0.44-0.08 µm) PAS yöntemiyle 50 MPa basınç altında 1730°C’de 5 dakika tutulması suretiyle üretilerek %99.3 nispi yođunluđa ulařılmıştır. İşlem süresi 5-10 dakikaya çıkarıldığında nispi yođunluk %97-99 mertebelerine çıktığı bildirilmiştir.

Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>: Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> SPS yöntemiyle üretimi geleneksel sıcak presleme ile karşılaştırıldığında daha düşük sıcaklıkta ve daha kısa zamanda gerçekleştiğinden sinterleme süresindeki tane büyümesi minimize edilmektedir. SPS ile üretim sonucunda %98.5 nispi yođunluk elde edilmiştir. PAS yöntemi kullanılarak mikron altı tozlardan 1750°C’de 5 dakika gibi bir zamanda %99 nispi yođunluđa ulařıldığı görülmüřtür [15].

TiN: Nano boyuttaki TiN tozları ile SPS yöntemi kullanılarak 60MPa basınç altında 1380, 1430, 1480 ve 1510°C farklı sıcaklıklarda 1 dakika bekletilmek suretiyle dört farklı üretim gerçekleştirilmiş ve %98’in üzerinde nispi yođunluklar elde edilmiştir [122].

### 3.5.6. Oksitler

Titanatlar: Titanatlar üzerine yapılan çalışmada Na<sub>0.21</sub>Nd<sub>0.6</sub>TiO<sub>3</sub> SPS yöntemiyle 40 MPa basınç ve 1250°C’de 5 dakikada üretilmiştir. Başka bir çalışmada SPS yöntemiyle 39 MPa basınç altında 1100-1200°C’de tamamen yođun (La,Li)TiO<sub>3</sub> seramiklerinin üretimi gerçekleştirilmiştir. Bir diđer çalışmada SPS tekniđi ile 0.1 ve 0.5 µm tane boyutuna sahip BaTiO<sub>3</sub> tozları 5 dakika gibi bir zamanda üretilerek %95 nispi yođunluđa ulařılmıştır. Benzer bir çalışmada aynı yöntem kullanılarak dakikada 200°C ısıtma hızıyla daha ince taneli BaTiO<sub>3</sub> seramiklerinin 3 dakikada üretildiđi bildirilmiştir [15].

Ferritler: Mn-Zn veya Ni-Zn-Cu ferritlerinin SHS yöntemiyle 1000°C'de 30 dakikada üretildiği yapılan çalışmalarda görülmüştür [123]. Başka bir çalışmada (NiZn)Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> geleneksel sinterleme ile 1150°C'de 4 saat bekleme süresi sonunda %95 nispi yoğunlukla üretilirken SPS tekniği ile 600A değerinde 0-5 dakika zaman aralığında üretilerek üniform dağılmış ince tane yapısına ve %98 nispi yoğunluğa ulaşıldığı tespit edilmiştir [124].

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Esaslı Oksitler: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seramiğinin SPS tekniği ile üretiminin yapıldığı bir çalışmada 40 MPa basınçta dakikada 600°C ısıtma hızıyla 1350-1700°C'lere ısıtılarak 3 dakikadan daha az bir zamanda üretimin gerçekleştiği bildirilmiştir. PACS metodu kullanılarak yapılan başka bir çalışmada 1200-1600°C ve 29-66 MPa basınç aralığında değişen farklı üretimler sonucu %57-96 aralığında farklı nispi yoğunluklar elde edilmiştir. Bir diğer çalışmada partikül boyutu 3-4 ve 64-124 µm olan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> tozları SPS tekniği ile 1690-1710°C'de 5-60 dakika zaman aralığında üretilmiş %99.5 nispi yoğunluk elde edilmiştir.

Zirkonya Esaslı Oksitler: SPS yöntemi kullanılarak yapılan bir çalışmada ticari ZrO<sub>2</sub> tozları 100 MPa basınç altında dakikada 50°C ısıtma hızıyla 950-1200°C'de 5 ile 180 dakika bekleme süresi sonunda üretildiği bildirilmiştir. Bekleme süresi ve sinterleme sıcaklığına bağlı olarak %61-90 arasında nispi yoğunluklar elde edilmiştir. SPS yönteminin kullanıldığı başka bir çalışmada nano boyutlu ZrO<sub>2</sub>-3molY<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozları 1050-1500°C'de 1-10 dakika gibi zamanda üretilerek %98 mertebesinde nispi yoğunluk sağlanmıştır [15].

Alumina/Zirkonya Oksitleri: SPS tekniği ile yapılan bir çalışmada ağ.%5SiC-ağ.%15ZrO<sub>2</sub>(3Y)-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozları kullanılarak dakikada 600°C ısıtma hızıyla 1350-1600°C arasındaki farklı sinterleme sıcaklıkları sonunda üretilen numunelerde %100 yoğunluğa ulaşılmıştır [125]. Benzer şartlarda SPS tekniği kullanılarak yapılan bir diğer çalışmada nano boyutlu ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)-%20molAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozları 2 dakikada %100 yoğunlukta üretildiği bildirilmiştir [126].



SiO<sub>2</sub>: Başlangıç malzemesi olarak 70 µm SiO<sub>2</sub> kullanılarak 1500-1600°C aralığında 2 dakikada PECS prosesi ile üretim gerçekleştirilmiştir. Başka bir çalışmada SPS prosesi ile La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:SiO<sub>2</sub> = 25:75 filmleri oluşturulmuş ve %97 nispi yoğunluğa ulaşıldığı görülmüştür [15].

Mullit: SPS tekniği ile ağı.%0.2 MgO-ağı.%0.5SrO katkılı mullit tozlar 1500°C'de 2 dakikada üretilmiştir. Numunelerin nispi yoğunluğu %98 olarak tespit edilmiştir [127].

ZnO: Farklı boyuttaki ZnO seramikler SPS tekniği ile 400-750°C değişen sıcaklıklarda dakikada 200°C ısıtma hızıyla 1 dakikada üretilmiştir. Üretilen numunelerden elde edilen sonuçlara göre en iyi özellikler 100 nm tane boyutuna sahip tozlar kullanılarak 550°C'de üretimi yapılan numunede elde edilmiş ve nispi yoğunluk %98.5 olarak belirlenmiştir [128].

### 3.5.7. Seramik-metal ve seramik-intermetalik kompozitler

WC-Co: WC-Co bileşiğinin ECAS tekniği ile üretiminde mikro ve nano boyutlu WC tozları kullanılarak üretim sonrası özellikleri incelenmiştir. WC ve WC-ağı.%A Co (A=0, 8,10,12) malzemeleri 2800A pulsed DC kullanılarak 2 dakikada üretilmiş ve %99.2 nispi yoğunluk elde edilmiştir. Başka bir çalışmada 1µm'dan daha küçük tane boyutuna sahip WC-Co elementel tozları FAPACS prosesiyle 3000A, 18V akım değerinde 3-4 dakika gibi bir zaman aralığında üretilmiş ve numunelerin nispi yoğunluğu %98 olarak belirlenmiştir [15].

TiC-%20Ni: Çok ince TiC partikülleri içeren sermet kompozitleri pulsed DC yöntemiyle üretilmiştir. Öncelikle mekanik alaşımlanan Ti, grafit, Ni tozları 70 MPa basınç altında 950°C'de üretim gerçekleşmiş ve numunelerin nispi yoğunluğu %92 ve sertliği 2260 Hv olarak belirlenmiştir [129].

TiC takviyeli Fe-at.%28Al: Hammadde olarak Fe, Al, Ti ve grafit tozları kullanılarak pulsed DC deşarj sinterlemesi ile 1000, 1100 ve 1200°C farklı sıcaklıklarda 10

dakika bekleme süresi sonunda TiC takviyeli Fe<sub>3</sub>Al kompoziti oluşturulduğu görülmüştür [130].

TiB Takviyeli Metal Matris Kompozitleri: TiB takviyeli Ti metal matris kompoziti mekanik alaşımlanan Ti ve TiB<sub>2</sub> tozları kullanılarak SPS tekniği ile 800-1200°C aralığında 5 dakika gibi bir zaman zarfında üretilmiştir. Üretim sonunda Ti matris içerisine üniform olarak dağılmış TiB takviyelerden oluşmuş numuneler elde edilmiştir. Maksimum yoğunluk (%99.6) 1000°C'de sinterlenen numunelerde tespit edilmiştir.

Al-SiC: Seramik partikül takviyeli metal matris kompozitlerinden birini oluşturan Al-SiC, başlangıç malzemesi olarak Al ve β-SiC (0.3-85 µm) tozlarının mekanik alaşımlama sonrası RS yöntemiyle 4000A'de sinterlenmesi sonucu üretilmiş ve %95 nispi yoğunluğa ulaşıldığı bildirilmiştir [15].

Al-Al<sub>3</sub>Ti: Al-Al<sub>3</sub>Ti metal-intermetalik kompozitleri PDS prosesi ile 38 MPa basınç altında vakum ortamında 800A pulsed DC kullanılarak 30 saniyede üretilmiştir. Farklı bir çalışmada SPS tekniği ile Ti ve Al folyolar arasında yanma sentezi reaksiyonu oluşturularak Ti ve TiAl içeren kompozitler elde edilmiştir[15].

Metal-Silisit Kompozitler: Başlangıç malzemesi olarak ticari Fe<sub>0.91</sub>Mn<sub>0.09</sub>Si<sub>2.5</sub> ve Cu tozları kullanılarak metal-silisit kompozitleri üretilmiştir. Sinterleme işlemi 25 MPa basınç altında 3 aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada numuneler 900°C'de 60 saniye bekletilmektedir. İkinci aşamada sıcaklık 180 saniyede 670°C'ye düşürülmektedir. Üçüncü aşama bu sıcaklıkta farklı sürelerde bekletilmekten oluşmaktadır. Metal-silisit kompozitler üzerine yapılan bir diğer çalışmada reaktif SPS tekniği ile ortalama partikül boyutu 30 µm olan mekanik alaşımlanan Nb ve Si tozları kullanılarak Nb/Nb<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> kompozitlerinin üretimi gerçekleştirilmiştir. Sentezleme işlemi 30 dakika bekleme süresi ve 1200-1700°C aralığında yapılmıştır [131].

NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oksit-intermetalik kompozitleri dirençle sinterleme veya pulsed deşarj yöntemiyle üretilmektedir. Dirençle sinterleme prosesi 800A'de 1 ile 3 dakika zaman aralığında gerçekleşmektedir. Pulsed deşarj prosesinde ise üretim 200 µF kapasitörde biriktirilen maksimum 10 kV enerjinin numune üzerine deşarjı ile gerçekleşmektedir. Her iki yöntemle üretilen numunelerde %90'ların üzerinde nispi yoğunluk elde edildiği görülmüştür [15].

### **3.5.8. Polimer içeren malzemeler**

ECAS prosesi ile polimer üretimi üzerine yapılan çalışmalarda düşük yoğunluklu polietilen-karbon çeliği tozlarından meydana gelen kompozitlerin yüksek voltaj EDS prosesi ile üretiminin gerçekleştirildiği, SPS tekniği ile polimid termosetinin ve polimer içeren Ni-P alaşımının üretildiği belirtilmektedir [132].

### **3.5.9. Fonksiyonel kademeli malzemeler**

ECAS yöntemi ile FGM üretimi üzerine yapılan çalışmalardan Darbeli Akımlı Basınç Sinterleme (PCPS) prosesiyle Al ve Ti tozları kullanılarak Al, Ti, Al<sub>3</sub>Ti fazlarından oluşan 5 tabakalı FGM üretildiği bildirilmiştir. Diğer çalışmalarda SPS tekniği ile polimid, AlN ve Cu tozlarından oluşan FGM'lerin, W, Mo ve FeC tozlarından oluşan FGM'lerin ve Nb<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>/Nb tozlarından oluşan 2 ve 5 kademeli FGM'lerin üretildiği görülmüştür [15].

### **3.5.10. Diğer sistemler**

MgSiBi: N tipi Bi katkılı Mg<sub>2</sub>Si termoelektrik malzemeleri SPS tekniği ile vakum ortamında 750-780°C'de 15 dakikada üretilmiş ve %99 nispi yoğunluğa ulaşılmıştır [133].

SiGe: P ve N tipi Si<sub>0.8</sub>Ge<sub>0.2</sub> tozları kullanılarak PCS prosesiyle 1250°C'de 180 saniyede SiGe termoelektrik malzemeleri üretilmiştir [134].

CoSb: Bařlangıç malzemesi olarak elementel Co ve Sb tozları kullanılarak SPS tekniđi ile 400-700°C ve 5-30 dakika aralıđında farklı üretimler gerekleřtirilerek %97.4 nispi yođunlukta tek fazlı CoSb<sub>3</sub> alařımı elde edilmiřtir [135].

ZrNiSn: Elementel tozlar kullanılarak SPS tekniđi ile argon atmosferinde 700-850°C ve 15-30 dakika aralıđında ZrNiSn alařımının üretilebilirliđi ve farklı süre ve sıcaklıklara bađlı olarak yođunluk deđiřimi üzerine etkisi arařtırılmıřtır. En iyi sonuçlar 900°C'de 25 dakika bekleme süresi sonunda sađlanmış ve %97.8 nispi yođunluk elde edilmiřtir [136].

Ba<sub>6</sub>C<sub>60</sub>: Hammadde olarak Ba ve C<sub>60</sub> katı hal reaksiyonu ile hazırlanan tozlar kullanılarak Ba<sub>6</sub>C<sub>60</sub> bileřiđi SPS yöntemiyle üretilmiřtir. Üretim argon atmosferinde 50 MPa basın altında 1600°C ve 12 dakika bekleme süresi sonunda gerekleřtirilmiřtir. Üretim sonunda %84 nispi yođunluk elde edilmiřtir [137].

## BÖLÜM 4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 4.1. Giriş

Süper alaşımlar, değişken (düşük ve yüksek) sıcaklıklarda yüksek yüzey bozunma direnci ve yüksek mukavemet sergileyen Ni, Fe ve Co esaslı, genellikle VIII-B grubu elementlerden geliştirilmiş ısıya dayanıklı, yüksek sıcaklık malzemeleridir. Bu malzeme grubu içerisinde yer alan nikel esaslı süper alaşımlar en çok kullanılan ve üzerinde en çok çalışılan süper alaşım türü olup, ana element olarak %30-70 Ni, önemli oranda (%30 ve üzeri) Cr içermektedir. Yüksek sıcaklıklarda korozyona, mekanik ve termal yorulmalara, mekanik ve termal şoklara, sürünmeye ve aşınmaya dayanıklı olmaları, zorlu çalışma koşullarında kullanımlarını mümkün kılmaktadır. Özellikle 650°C üstü sıcaklıklarda sahip oldukları mekanik dayanımları sayesinde paslanmaz çeliklerden daha üstün özellik sergilemekte ve daha fazla uygulamada tercih edilmektedir. Bu alaşımlardan Inconel 718, hacim merkezli tetragonal  $\gamma''$ -Ni<sub>3</sub>Nb ve düzenli yüzey merkezli kübik  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>(Al,Ti) çökeltileri ile mukavemetlendirilen, iyi korozyon direncine, oldukça yüksek oksidasyon direncine, yüksek sürünme mukavemetine ve yüksek aşınma direncine sahip olup, -253°C ile 650°C sıcaklıkları arasında mükemmel mekanik özellikleri ile ön plana çıkan alaşımlardır [16-20].

Süper alaşımların üretiminde genel olarak döküm, dövme, toz metalürjisi gibi çeşitli üretim yöntemleri kullanılmaktadır. Üretilen süper alaşımların %45'ini dövme ve %25'ini döküm ile üretilen nikel esaslı süper alaşımlar oluşturmaktadır. Malzemelerin elde edilmesinde kullanılan üretim teknikleri, bu malzemelerin mekanik özelliklerini, dolayısıyla servis şartlarındaki kullanım kalitesi ve kullanım ömrünü etkilemektedir. Son yıllarda yapılan çalışmalarda süper alaşımların üretiminde üniform faz dağılımının elde edildiği, termo-mekanik işlem kontrolünü

mümkün kılan, ikincil işlemlere gerek duyulmadan nihai şekle sahip ürün elde edilmesini sağlayan üretim yöntemlerinin kullanılması gerektiği vurgulanmaktadır. Toz metalurjisine alternatif bir yaklaşım olan elektrik akımı destekli sinterleme (ECAS) prosesi; yüksek ısıtma hızı, düşük sinterleme sıcaklığı ve kısa işlem süresi sayesinde küçük tane boyutuna sahip, teorik yoğunluğa yakın, üstün mekanik özelliklerde malzeme üretimine imkan tanımaktadır. Ayrıca bu yöntem yardımcı ekipman gereksiniminin azlığı, kontrollü bir atmosfere ve ön şekillendirme için soğuk preslemeye ihtiyacın duyulmaması ve toplamda 4 ile 6 saat arasında değişen sinterleme süresinin dakikalar mertebesinde gerçekleştirilmesi sonucu dikkate değer nicelikte enerji tasarrufunun sağlanması açısından önem arz etmektedir [16-20]. Sahip olduğu bu özellikleri ile ECAS yöntemi, süper alaşım malzeme üretimi için beklentileri karşılayacak bir yöntem olarak düşünülmüştür.

Bu çalışmada, stokiometrik bileşime uygun olarak elementel tozlardan hazırlanan toz karışımı ve ticari olarak üretilen (piyasadan temin edilen) In718 hazır tozlar kullanılarak geleneksel toz metalurjisi (1300°C/4h) ve elektrik akımı destekli sinterleme (1700-2300A/10dak) yöntemleriyle, Inconel 718 nikel esaslı süperalaşımının üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen süperalaşımın mekanik (mukavemet, sertlik gibi) ve yüksek sıcaklık özelliklerini geliştirmek için ikili yaşlandırma prosesinden oluşan ısıl işlem uygulanmıştır. Optimum üretim şartlarının belirlenmesi amacıyla her iki toz karışımının DSC analizi yapılmıştır. Üretilen numunelerin karakterizasyon çalışmaları kapsamında Archimed prensibiyle yoğunlukları, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapıları, x-ışın paternleri ve kantitatif noktasal EDS analizleri ile faz yapıları tespit edilmiş ve mikrosertlik testleri yardımıyla ısıl işlem öncesi ve sonrası sertlik değişimleri incelenmiş ayrıca korozyon özellikleri, elektro-kimyasal korozyon ve sıcak korozyon çalışmaları ile tespit edilmiştir.

#### **4.2. Üretim Aşamasında Kullanılan Cihaz ve Ekipmanlar**

ECAS prosesi, yüksek yoğunluklu malzemelerin üretilmesi için mekanik basınç ve elektrik akımının aynı anda uygulanarak sinterlemenin gerçekleştirilmesi prensibine

dayanmaktadır. Bu yöntemde kullanılan ekipmanlar; elektrik güç kaynağı olarak redresör, üretim sırasında akım ile aynı süreçte iki yönlü basınç uygulamak için pres ve numunelerin şekillendirilmesi için kullanılan kalıplardan oluşmaktadır. Redresör, doğrultulmuş tam doğru akım sağlayacak şekilde taleplerimiz doğrultusunda MRS Elektrik Cihazları San. ve Tic. A.Ş firmasına yaptırılmıştır. Sistemi oluşturan diğer ekipmanların tasarımları tarafımızca yapılmıştır.

#### 4.2.1. Elektrik güç kaynağı (Redresör)

Elektrik güç kaynağı olarak, yüksek voltaj (380V) ve alternatif akıma sahip endüstriyel elektrik enerjisinin, ECAS prosesinin çalışma prensibine uygun olarak düşük voltaj (max.30V) ve tam doğrultulmuş yüksek akım (max.5000A) değerlerine çevrilmesini sağlayan redresör (Şekil 4.1.) kullanılmıştır. Ayrıca redresör, numune üretimi sırasında istenilen akım değerlerini  $\pm 1$  hassasiyette uygulayabilecek şekilde kontrol edilebilmektedir.

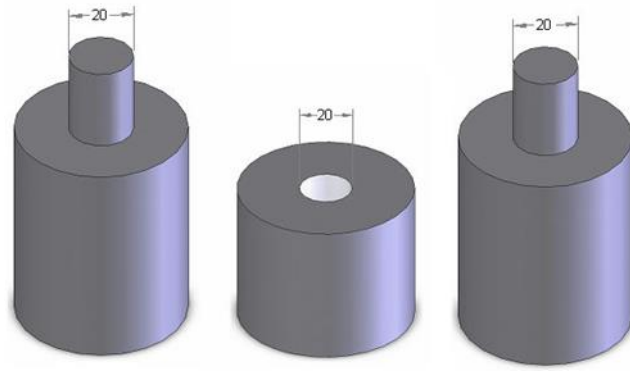


Şekil 4.1. Elektrik güç kaynağı olarak kullanılan redresör

#### 4.2.2. Şekillendirme kalıpları

Üretimi gerçekleştirilecek numunelerin ön şekillendirme işlemi, geometrisi önceden tasarlanan kalıplar vasıtasıyla yapılmaktadır. Kalıp malzemesi olarak talaşlı imalatla

üretilebilirliği, kalıp ömrü boyunca bakım ve onarım kolaylığı, yeterli seviyede tokluk ve mukavemet özellikleri ve seçilen malzemelerin ısıl işleme uygunluğu göz önünde bulundurulmak suretiyle AISI 4140 çeliği ve DIN 2365 sıcak iş takım çeliği seçilmiştir. Soğuk şekillendirme sonrası 5 mm yükseklik ve 20 mm çapa sahip numune üretimi hedeflendiği için kalıplar 0,001 mm hassasiyette, matris çapı 20 mm, yüksekliği 45 mm; punchlar ise 40 mm yükseklik ve 20 mm çapa sahip olacak şekilde tasarlanmıştır. Şekil 4.2.'de soğuk şekillendirme işleminin gerçekleştirilmesi için kullanılan kalıpların şematik görünümü verilmiştir.

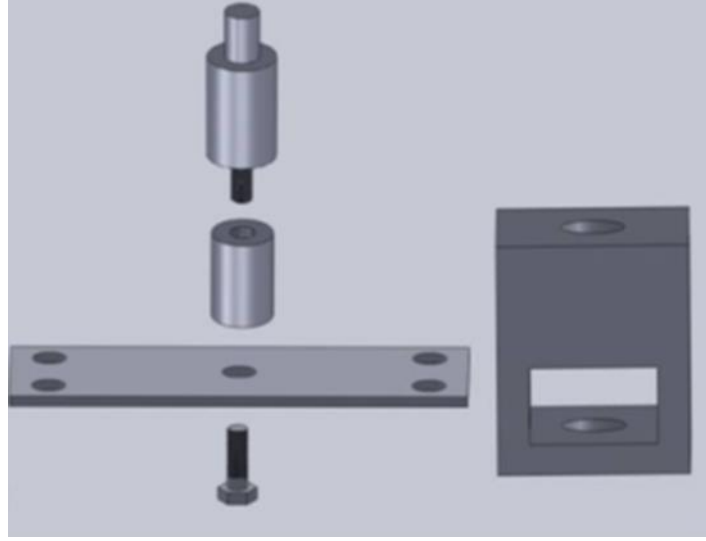


Şekil 4.2. Numunelerin şekillendirilmesinde kullanılan kalıpların şekli ve boyutları

#### 4.2.3. Mekanik sistem

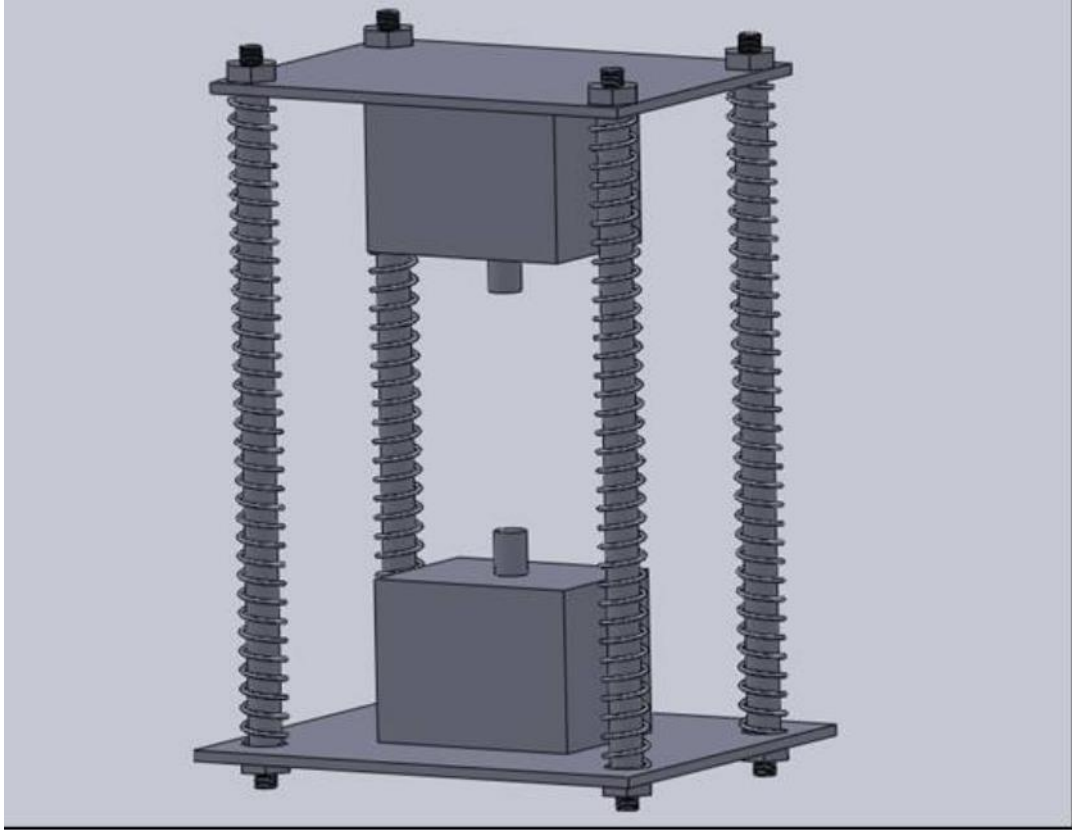
Sistemi oluşturan bir diğer ekipman, işlem esnasında akımın yanı sıra basınç uygulamak ve (+), (-) kutuplara sahip problemleri temas ettirmek için kullanılan ve aynı zamanda işlemin yapıldığı ana merkezi oluşturan mekanik gövdedir. Tasarımını yaptığımız ve üretimini gerçekleştirdiğimiz mekanik gövde, problemler ve güç iletim ünitesi olmak üzere iki kısımdan oluşmaktadır. Problemlerin şematik gösterimi Şekil 4.3.'de verilmiştir.





Şekil 4.3. Probların şematik görünümü

Probların (+) ve (-) kutupları arasına yerleştirilen numune uygulanan elektrik akımı vasıtasıyla ısıtılmaktadır. Isıya dayanıklı ve yüzeyi bozulduğunda kolayca değiştirilebilecek şekilde düşünülen problar, paslanmaz çelik malzemeden üretilip, vidalı sistemle bağlanmıştır. Redresörden gelen ana bağlantı kabloları ise yüksek iletkenliğe sahip bir metalle (bakır bara) bağlanıp enerji kaybı olmadan sisteme uygulanmıştır. Mekanik gövdeyi oluşturan bir diğer ekipman olan güç iletim ünitesi, probların ve kabloların sisteme temasını önleyecek, gerektiğinde basınç hızla düşürülüp numuneye müdahale edilebilecek ve farklı mesafelerde çalışarak birçok kalıba uygun olacak şekilde tasarlanmış ve imalatı gerçekleştirilmiştir. Güç iletim ünitesinin şematik gösterimi Şekil 4.4.'de verilmiştir.



Şekil 4.4. Güç iletim ünitesinin şematik görünümü

#### 4.2.4. Gezegenel bilyalı değirmen

Inconel 718 süperalaşımının elementel tozlardan üretimini gerçekleştirmek için belirlenen stokiometrik bileşim oranına göre hazırlanan tozların homojen bir şekilde karıştırılmasının sağlanması gerekmektedir. Mekanik olarak yapılan karıştırma işlemleri Fritsch Planetary Mono Mill Pulverisette-6 model gezegenel bilyalı değirmen ile gerçekleştirilmiştir. Değirmenin iç haznesinin cidarı aşınmaya dayanıklı WC' den imal edilmiş olup, karıştırma işlemlerinde 10 mm çapında WC bilyeler kullanılmıştır.



Şekil 4.5. Deneysel çalışmalarda kullanılan gezegensel değirmen

#### 4.2.5. Soğuk izostatik pres (CIP)

Geleneksel toz metalurjisi yöntemi ile üretilecek olan numuneler, sinterleme öncesi şekillendirilmiştir. Numunelerin kompakt hale getirilmesinde  $600 \text{ kg/cm}^2$  ye kadar basınç uygulayabilen tek eksenli hidrolik pres kullanılmıştır. Tozların kalıp içerisinde tek eksenli preslenmesinde, pistonla kalıp yüzeyi ve tozlarla kalıp yüzeyi arasında meydana gelen sürtünmeden dolayı uygulanan basınç tüm tozlara eşit olarak iletilmemesinden dolayı numune içyapısındaki homojen olmayan yoğunluk dağılımını ortadan kaldırmak ve daha yüksek ham yoğunluk elde etmek için ön şekillendirilmiş numuneler latekse alınıp vakumlandıktan sonra 250 MPa basınçta 150 saniye soğuk izostatik preste (CIP) preslenmiştir. İzostatik presleme işlemleri Stansted Fluid Power marka FPG2330A-40 model CIP cihazı ile yapılmıştır.



Şekil 4.6. Deneysel çalışmalarda kullanılan soğuk izostatik pres

### 4.3. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Tozlar

Inconel 718 süper alaşımı, geniş kompozisyon aralığında değişim gösteren ve kompozisyondaki bileşim oranına ve alaşım elementlerine bağlı olarak farklı mekanik özellikler sergileyen Fe-Cr-Ni esaslı süper alaşımların bir türüdür. Genel olarak Inconel 718 süper alaşımının kompozisyon aralığı Tablo 4.1.'de verilmiştir. Bu çalışmada Inconel 718 alaşımı toz metalurjisi yöntemi ile üretileceğinden, toz boyutlarının ve morfolojisinin malzeme özellikleri üzerindeki etkisi göz önüne alınarak ihtiyaçlara cevap verecek nitelikte olmasına dikkat edilerek hammadde seçimi yapılmıştır.

Tablo 4.1. Inconel 718 süper alaşımının genel kompozisyon aralığı

Element	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Ti	Al	Diğer
Ağ.%	50-	17-	Balans	4,75-	2,8-	0,65-	0,2-	max
	55	21		5,5	3,3	1,15	0,8	2,116

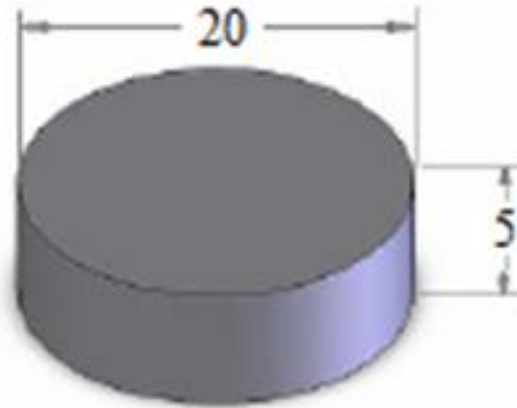
Deneysel çalışmalarda kullanılan tozlardan demir, nikel ve alüminyum Goodfellow Cambridge Ltd. (İngiltere); titanyum, molibden, silisyum ve mangan Alfa Aesar GmbH&Co KG. (Almanya); kobalt ve krom Atlantic Equipment Engineers (ABD); niyobyum Famoschem.. (Çin) ve Ticari In718 Huarui Industr. (Çin) Ltd. şirketlerinden temin edilmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılan tozların özellikleri Tablo 4.2.'de verilmiştir.

Tablo 4.2. Deneylerde kullanılan tozların özellikleri

Malzeme	Safılık (%)	Tane Boyutu ( $\mu\text{m}$ )	Kaynak	Ürün Kodu
Nikel	99.8	3-7	Goodfellow	NI006021
Demir	99.0	6-8	Goodfellow	FE006041
Krom	99.8	1-5	Atlantic Equipment	CAS:7440-47-3
Kobalt	99.9	10	Atlantic Equipment	CAS:7440-48-4
Titanyum	99.5	$\leq 40$	Alfa Aesar	CAS:7440-32-6
Alüminyum	99.0	7-15	Goodfellow	AL006038
Niobyum	99.8	1-50	Famousschem.	92.90638
Molibden	99.95	3-7	Alfa Aesar	CAS:7439-98-7
Mangan	99.6	$< 10$	Alfa Aesar	CAS:7439-96-5
Silisyum	99.9	1-5	Alfa Aesar	CAS:7440-21-3
Ticari In718	100	1-20	Huarui Industr.	HR-Inconel 718

#### 4.4. Inconel 718 Süperalaşımın Üretim Prosesi

Bu tez çalışmasında, stokiometrik bileşimi oluşturacak şekilde elementel tozlardan hazırlanan ve piyasadan temin edilen Ticari In718 süperalaşım karışım tozlarından geleneksel toz metalurjisi ve elektrik akımı destekli sinterleme yöntemi ile üretimleri gerçekleştirilmiştir. Metalografik, mekanik ve korozyon özelliklerini belirlemek için Şekil 4.7.'de verilen boyutlarda numuneler üretilmiştir.



Şekil 4.7. Üretilen numunelerin şekil ve boyutları

##### 4.4.1. Inconel 718 süperalaşımının geleneksel TM yöntemi ile üretimi

Elementel tozlar kullanılarak Inconel 718 süperalaşıma uygun stokiometrik bileşim hazırlanmış ve daha sonra homojen karışım için gezegensel bilyalı değirmene 1:20 oranında (ağırlıkça toz/bilye) besleme yapılarak kuru ortamda 600 rpm hızda 30

dakika süre ile karıştırılmıştır. Hazırlanan karışım ve ticari alaşım tozları, yüzey pürüzlülüğü en aza indirgenmiş kalıplar içerisine yerleştirilip 150 MPa basınç altında preslenerek tablet haline getirilmiştir. Bu numuneler, 250 MPa basınç altında 150 saniye süre ile soğuk izostatik presleme (CIP) işlemine tabii tutulmuştur. Optimum numune üretim şartlarını belirlemek amacıyla yapılan DSC ile belirlenen endotermik ve ekzotermik sıcaklıklar göz önüne alınarak, preslenen numunelerin üretimleri 1300°C'de 4 saat sinterlenerek gerçekleştirilmiştir. İşlem sonrası fırın içerisinden alınan numuneler açık atmosferde soğutulmuştur.

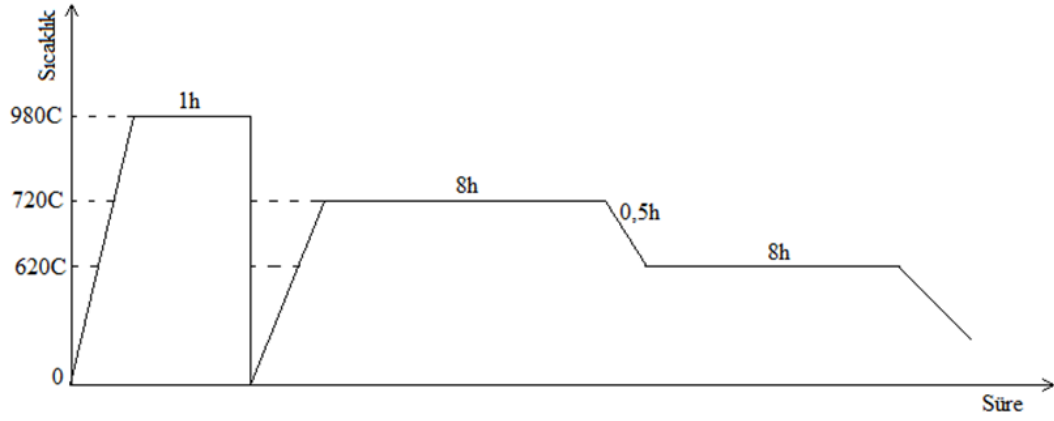
#### **4.4.2. Inconel 718 süperalaşımının ECAS yöntemi ile üretimi**

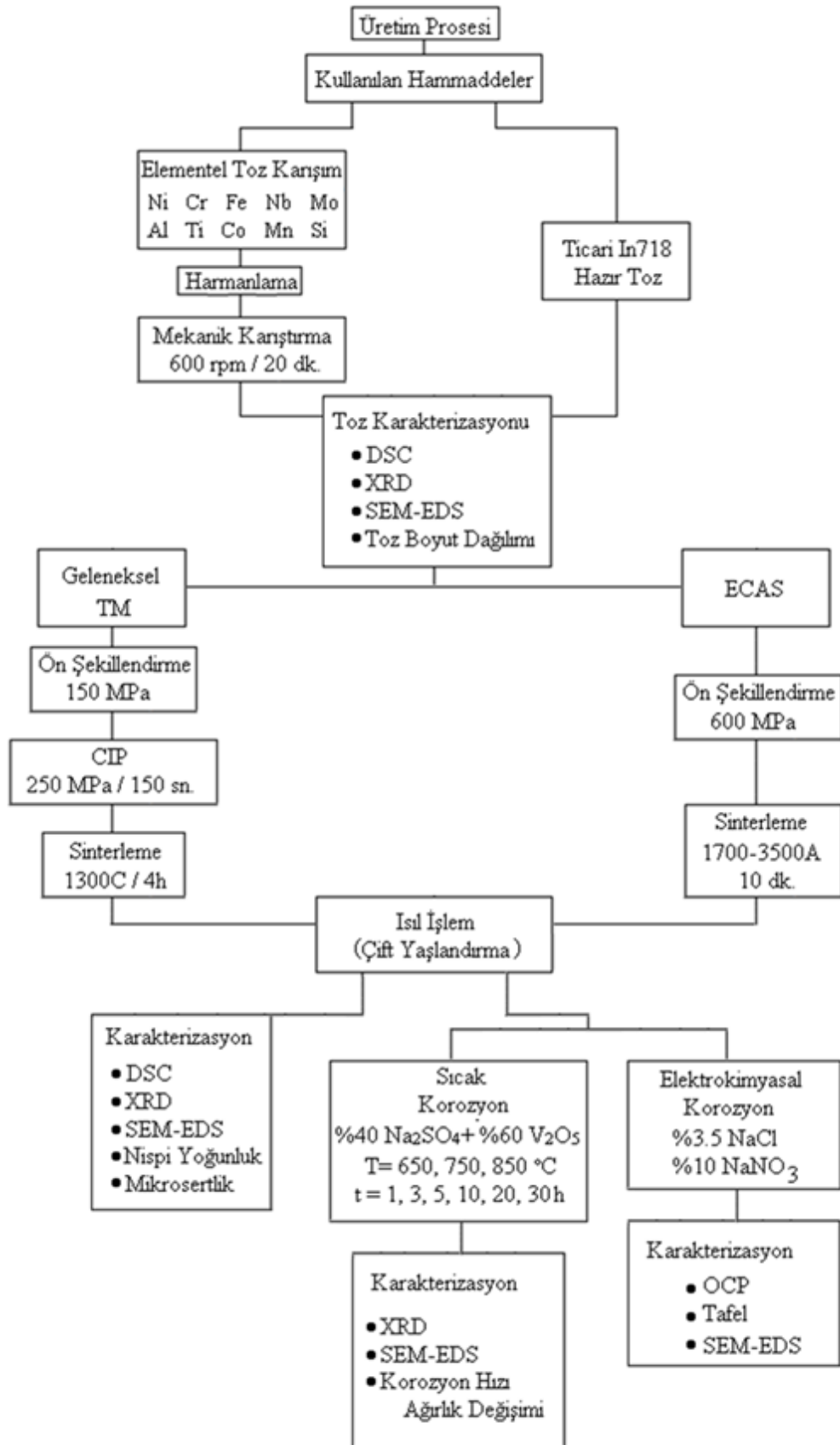
Elementel tozlar kullanılarak hazırlanan homojen karışım ve ticari alaşım tozları, yüzey pürüzlülüğü en aza indirgenmiş ve yüksek sıcaklıkta numune kalıp yüzeylerinin yapışmasını engellemek için bor nitrür ile yağlanmış kalıp içine yerleştirilerek 600 MPa basınç altında tek eksenli presle şekillendirilmiştir. Açık atmosferden etkilenmemesi için kalıp içerisinde tutulan numuneler, akım tipi olarak doğrultulmuş tam doğru akım kullanılmak suretiyle 1700-3500A değerleri aralığında 10 dakika sabit sürede bekletilerek elektrik akımı destekli sinterleme yöntemi ile üretimleri gerçekleştirilmiştir.

#### **4.4.3. Inconel 718 süper alaşımının ısıl işlemi**

Üretilen Inconel 718 süperalaşımı mukavemet, sertlik gibi mekanik özelliklerini geliştirmek ve optimum özellikleri elde etmek için ikili yaşlandırma adımından oluşan ısıl işleme tabii tutulmuştur. Isıl işlem, numuneleri açık atmosferin menfi etkilerinden korumak amacıyla argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Numuneler 980°C de fırında ısıtılarak 1 saat bekleme süresi sonunda suda soğutulmuş, 720°C ye tekrar ısıtılıp 8 saat bekletildikten sonra fırın sıcaklığı 30 dakikada 620°C olacak şekilde soğutulmuştur. 620°C de 8 saat bekleme süresi sonunda fırından alınıp havada soğutulmak suretiyle numunelerin ısıl işlemi gerçekleştirilmiştir. Birinci yaşlandırma işleminde 720°C'de bekletilerek  $\gamma''$  çökeltisinin oluşumu ve ikinci

yaşlandırma işleminde 620°C’de bekletilerek  $\gamma'$  çökeltisinin oluşumu hedeflenmiştir. Numunelere uygulanan ısıtım işleminin şematik görünümü Şekil 4.8.’de verilmiştir.





Şekil 4.9. Üretim prosesinin şematik görünümü



#### 4.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizleri

DSC tekniđi, malzemelerin ısı özelliklerini belirlemek için kullanılan termo-analitik bir yöntemdir. Ölçme prensibi, numune ile referans arasındaki ısı akı farkının ölçümü esasına dayanmaktadır. Çok küçük ısı farklarının algılanabilmesi için bu işlem dış ortama karşı iyi izole edilmiş bir hücre içinde gerçekleştirilmektedir. Sıcaklık değıştikçe ısı akımı değerlerinin de değıştiđi görülmektedir. Dolayısıyla ısı akı değışimlerinin kolaylıkla tespit edilebilmesi için kullanılan numune miktarının küçük olması gerekmektedir. DSC cihazı ile malzemelerin entalpi, ergime enerjileri, özgül ısıları, camsı nokta, kristalleşme, termal kararlılık, yaşlanma, saflık, faz dönüşümleri ve ötektik nokta gibi fiziksel özellikleri belirlenebilmektedir.

Bu çalışmada, üretimi hedeflenen Inconel 718 süper alaşımın optimum üretim şartlarının belirlenebilmesi için ekzotermik ve endotermik dönüşüm entalpileri ve faz dönüşüm sıcaklıkları tespit edilmiştir. Bunun için her iki toz karışımın DSC analizleri argon ortamında 1200°C sıcaklığa kadar 10°C/dk ısıtma hızında TA Instruments SDT-Q600 model DSC cihazı ile yapılmıştır.

#### 4.6. Yoğunluk Ölçümleri

Numunelerin yoğunluk ölçümleri, suyun kaldırma kuvveti yani Archimed prensibi kullanılarak RADWAG AS 60/220.R2 marka yoğunluk ölçüm cihazı ile yapılmıştır. Bu yöntemde yoğunluk, numunenin kuru ağırlığı ve yoğunluğu bilinen bir sıvı içindeki (saf su) ağırlığından ve ölçüm yapılan sıvının sıcaklığı dikkate alınarak tespit edilmektedir. Üretilen numunelerin yoğunlukları eşitlik 4.1'e ve nispi yoğunlukları eşitlik 4.2'e göre hesaplanmıştır.

$$\rho = \frac{W_k}{\frac{W_k - W_s}{d_s}} \quad (4.1)$$

$\rho$  = bulk yoğunluk, gr/cm<sup>3</sup>

$W_k$  = numunenin kuru ağırlığı, gr

$W_s$  = numunenin saf su içindeki ağırlığı, gr

$d_s$  = suyun yoğunluğu, gr/cm<sup>3</sup>

$$\% N.Y = \left( \frac{\rho}{d_T} \right) 100 \quad (4.2)$$

N.Y = nispi yoğunluk

$d_T$  = teorik yoğunluk

#### 4.7. X-Işınları Difraksiyon Analizi

Üretimi gerçekleştirilerek çift yaşlanma ısıl işlemi uygulanan numunelerdeki fazları tespit etmek için RİGAKU D MAX 2200 PC model x-ışınları difraktometresi kullanılmıştır. Analiz sırasında  $CuK_{\alpha}$  ( $\lambda=1,5418^{\circ}A$ ) ışın demetleri kullanılarak oluşan bileşiklerin tespitinde ASTM kartlarından yararlanılmıştır.

#### 4.8. Metalografik İncelemeler

Üretimi gerçekleştirilen ve üretim sonrası ısıl işlem uygulanan numunelerin boyutları göz önüne alınarak karakterizasyon işleminin kolay bir şekilde yapılabilmesi için 180°C sıcaklıkta ve 4 dakikada bakalite alma işlemi gerçekleştirilmiştir. Bakalite alınan numuneler, standart numune hazırlama yöntemlerine uygun olarak sırasıyla 60, 180, 240, 400, 600, 800, 1000 ve 1200 meshlik SiC zımpara ile zımpara kademelerinden geçirilmiştir ve sonra 0,3µm'lık elmas pasta ile parlatılmıştır.

Üretimi gerçekleştirilen ve üretim sonrası ısıl işlem uygulanan süperalaşımın morfolojilerinin incelenmesinde JOEL JSM-6600 marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Farklı morfolojide gözlenen fazlardan noktasal EDS analizleri alınarak elementel değişimler tespit edilmiştir. X-ışını spektrometrisi analizleri için SEM cihazıyla senkronize çalışan IXRF 500 EDS cihazı kullanılmıştır.

#### 4.9. Mikrosertlik Ölçümleri

Vickers sertlik deneyi,  $136^\circ$  tepe açısı ve tabanı kare olan standartlaştırılmış elmas piramit batıcı ucun, malzeme cinsi ve kalınlığına bağlı olarak seçilen belirli yükler sayesinde belirli bir süre batırılması sonucu oluşan izin köşegen uzunluklarının ölçülmesi prensibine dayanmaktadır (Şekil 4.10.). Vickers sertlik değerini (HV) bulmak için kare şeklindeki izin yatay ve dikey köşegenleri mikroskop yardımı ile hassas bir şekilde ölçülmektedir. HV değeri uygulanan yükün, test sonucu oluşan izin alanına bölünmesi sonucu elde edilmektedir (Eşitlik 4.3).

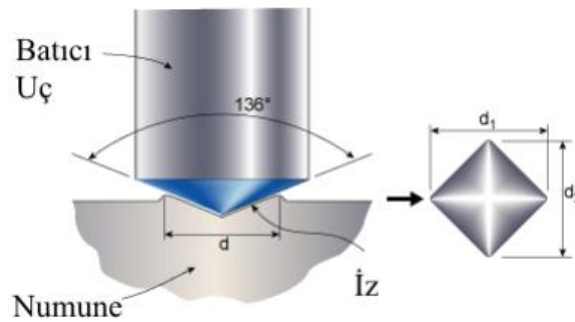
$$Hv = \text{Katsayı} \frac{\text{Test Yüğü (F)}}{\text{İzin Alanı (A)}} = \text{N/mm}^2 \quad (4.3)$$

$$Hv = 0,102 \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0,189 \frac{F}{d^2}$$

F = uygulanan yük, kgf (N)

A = izin alanı,  $\text{mm}^2$

d = oluşan izin köşegen uzunluklarının ortalaması, mm



Şekil 4.10. Vickers sertlik ölçme yönteminin şematik gösterimi

Metalografik olarak hazırlanan numunelerin ısıl işlem öncesi ve sonrası sertlik ölçümleri, FUTURE TECH. FM 700 marka mikrosertlik cihazında Vickers sertlik ucu kullanılarak 10s süresince 500 gr N yük uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Sertlik değerleri 6 ayrı ölçümün ortalaması alınarak tespit edilmiştir.

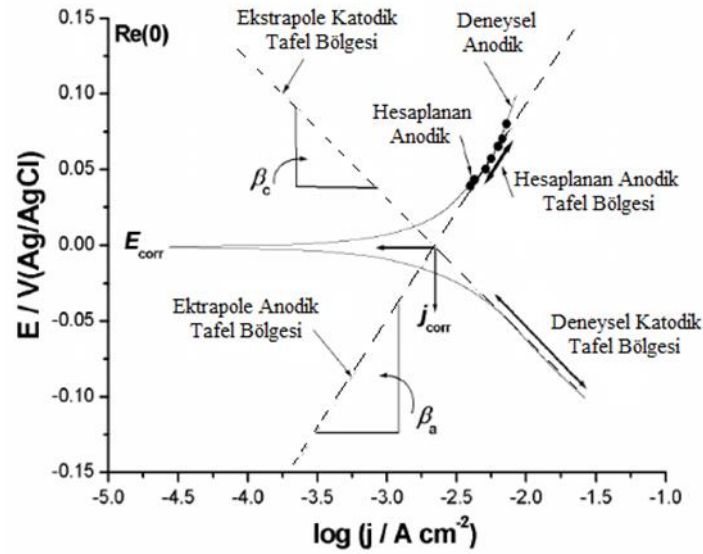
#### 4.10. Korozyon Ölçümleri

Korozyon, malzemelerin buldukları ortamlarla kimyasal veya elektrokimyasal reaksiyona girerek bozunması ve fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerinde değişmelerin meydana gelmesi neticesinde işlevini yitirmesi olayıdır. Korozyon, korozif ortamın türüne göre incelendiğinde, metal ve alaşımları gaz ortamlar içerisinde bozunuyorsa “kimyasal reaksiyon” veya “kuru korozyon” olarak adlandırılırken, çevre şartlarına bağlı olarak nemli veya sulu bir ortamda gerçekleşiyor ise “ıslak korozyon” veya diğer bir deyişle elektrokimyasal korozyon olarak ifade edilmektedir. Metalin birim zamanda çözünme miktarı olarak tanımlanan korozyon hızı, kimyasal olaylarda kütle kaybı yöntemiyle; elektrokimyasal olaylarda ise Tafel ekstrapolasyon yöntemi, lineer polarizasyon yöntemi ve alternatif akım empedans ölçme ile belirlenmektedir. Kimyasal yöntemlerle korozyon hızının tespit edilmesi, korozif ortam içinde belirli bir süre bekletilen malzemelerin, bu süre zarfında meydana gelen ağırlık kayıplarının tartılarak tayin edilmesi prensibine dayanmaktadır. Elektrokimyasal korozyonda ise reaksiyonlar yükseltgenme reaksiyonunun meydana geldiği anot ile indirgenme reaksiyonunun meydana geldiği katot yüzeyinde eş zamanlı olarak oluşan elektron alış veriş şeklinde gerçekleşmektedir. Korozyonun meydana geldiği reaksiyonların belirlenmesi, korozyon hızının tespit edilmesi ve korozyonun önlenmesi konusunda büyük önem arz etmektedir. Korozyon mekanizmasındaki yükseltgenme ve indirgenme reaksiyonları sonucu oluşan elektrokimyasal düzeneğin potansiyeli ölçülerek genel olarak bilgi edinilebilmektedir. Bir galvanik hücreden akım geçtiğinde katot potansiyelinde negatif yönde, anot potansiyelinde pozitif yönde değişme meydana gelmektedir. Bu değişikliğe polarizasyon adı verilmektedir. Burada korozyon hızı, katodik ve anodik polarizasyon eğrilerinden biri veya ikisinin birlikte kullanılmasıyla belirlenmektedir [138-141].

##### 4.10.1. Tafel ekstrapolasyon yöntemi

Yüksek gerilime (yaklaşık korozyon akımının on katı) sahip dış akım uygulandığında polarizasyon eğrilerinde bir kırılma meydana gelmektedir. Polarizasyon eğrisindeki

değişim, oluşan bu kırılma noktasından sonra lineer hale gelmektedir. Uygulanan yüksek gerilimli dış akımın logaritmasının lineer olarak değiştiği bu bölgelere “Tafel Bölgesi” ve doğrunun eğimine de “Tafel Eğimi” denilmektedir. Tafel ekstrapolasyon yönteminde, deneysel olarak belirlenen Tafel eğrilerinin çizgisel olan kısımları uzatılarak kesim noktasından o sistem için korozyon akım yoğunluğu ( $j_{\text{kor}}$ ) ve korozyon potansiyeli ( $E_{\text{kor}}$ ) belirlenmektedir (Şekil 4.11.).



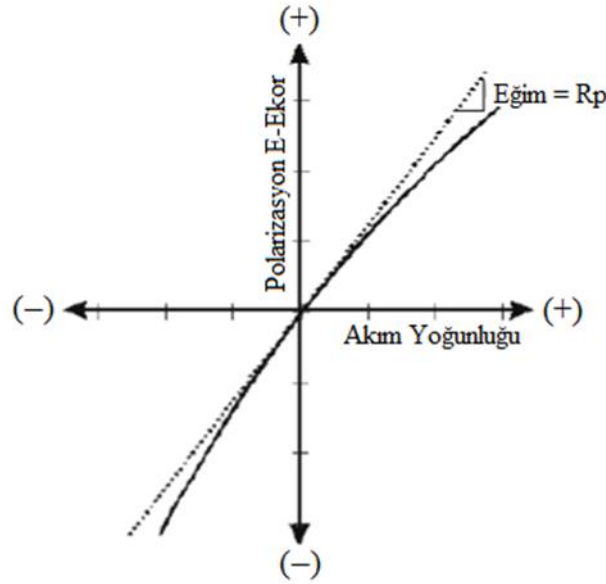
Şekil 4.11. Tafel ekstrapolasyon yöntemi ile korozyon hızının belirlenmesi [142]

Tafel yönteminde, katodik ve anodik reaksiyonların polarizasyon eğrileri korozyon potansiyelinden uzakta potansiyellerde belirlenir. Dış devrede tespit edilen akım yoğunluğu her zaman  $I_{\text{anot}} + I_{\text{katot}}$  toplamına eşittir ve korozyon potansiyelinde ( $E_{\text{kor}}$ ) sıfırdır. Bu bağlamda, korozyon akımı, korozyon potansiyeli ölçümü ile belirlenebilmektedir [143].

#### 4.10.2. Lineer polarizasyon yöntemi

Günümüzde korozyon hızını belirlemek için yaygın olarak kullanılan, kuramsal temelleri 1957 yılında Stern ve Geary tarafından atılmış olan bu yöntemde, güç kaynağından değişken bir direnç yardımıyla çalışma elektrodu ile karşı elektrot arasında belirli potansiyeller uygulanarak bunlara karşılık gelen akım değerleri ölçülmesi ve  $\Delta E - \Delta I$  eğrilerinin elde edilmesi prensibine dayanmaktadır. Polarizasyon

eğrileri korozyon potansiyelinin  $\pm 10$  mV civarında, uygulanan dış akım yoğunluğu ve aşırı gerilim arasında lineer bir değişim göstermektedir. Polarizasyon eğrilerinin korozyon potansiyeli yakınındaki lineer bölgedeki eğimine  $R_p = (\Delta E / \Delta I)$  “polarizasyon direnci” denilmektedir. Deneysel olarak tayin edilen bu direnç korozyon hızının hesaplanmasında kullanılmaktadır (Şekil 4.12.).



Şekil 4.12. Korozyon potansiyeli yakınında oluşan lineer polarizasyon eğrisi [143]

$$\frac{\Delta E}{\Delta I} = \frac{\beta_a \beta_c}{2.3 \dot{I}_{cor} (\beta_a + \beta_b)}$$

$$\dot{I}_{cor} = \Delta I / \Delta E \{ [\beta_a \beta_c] / [2.303 (\beta_a + \beta_b)] \} \rightarrow \dot{I}_{cor} = \Delta I / \Delta E \{ \underbrace{[\beta_a \beta_c] / [2.303 (\beta_a + \beta_b)]}_{\mathbf{B}} \} \quad (4.6)$$

**B**

$$\dot{I}_{cor} = \mathbf{B} \Delta I / \Delta E$$

$\dot{I}_{cor}$ : Korozyon akım yoğunluğu

$\beta_{anot}$  ve  $\beta_{katot}$ : Tafel katsayıları

$R_p$ : polarizasyon direnci

Çok duyarlı sonuçlar istenmediği durumlarda  $\beta_a$  ve  $\beta_c$  değerleri 0.12 V alınarak B değeri 0.026V kabul edilmektedir. Daha hassas ölçümler için  $\beta_a$  ve  $\beta_c$ , polarizasyon eğrilerinden tespit edilmektedir [143,144].

$$\dot{I}_{cor} = \frac{B}{R_p} \rightarrow \dot{I}_{cor} = \frac{0.026}{R_p} \quad (4.7)$$

#### 4.10.3. Elektrokimyasal empedans spektroskopisi

Serbest kinetik mekanizması hakkında bilgi veren elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) yöntemi ile korozyon, yarı iletkenler, piller, elektrolitik kaplama ve elektro-organik sentezlerin elektrot kapasitansı ve yük transfer kinetiği belirlenebilmektedir. Empedans, bir devredeki toplam direnci ifade etmektedir. Bir veya daha fazla eşdeğer devre ile elektrokimyasal sistem arasında ilişki kurarak empedans eğrileri elde edilmektedir.

$R_0$ , seri resistans olup elektrolit direncini temsil etmektedir. Yüzeydeki filmler ve teller hücreyle birleştirilip, ölçüm yapılmaktadır. Yük transfer direnci olan ve  $R_t$  ile gösterilen paralel direnç, korozyonun reaksiyon derecesini belirlemektedir. Çift tabaka kapasitansı ( $C_{dl}$ ), elektrot ile elektrolit arayüzeyini tanımlamaktadır. Elektrot yüzeyi, elektrolit içindeki zıt yükteki maddelere eşit değerinde yüklenerek denge kurulmaktadır. Ara yüzeyin dayanıklı bölgelerinde yükler sırayla dağılmakta ve böylece iyon transfer derecesi tespit edilmektedir.

Yüksek frekanslarda, kapasitans ( $C_{dl}$ ) sadece seri dirence ( $R_0$ ) yönelmektedir. Frekans azaldıkça kapasitans iletimi azalmakta ve  $R_t$ 'nin yanıtı artmaktadır. Frekans sıfıra yaklaştığında kapasitör iletimi durmakta ve hücrenin empedansı  $R_t$  ve  $R_0$ 'dan ölçülmektedir. Eklenen element Warburg empedansdan bulunmaktadır. Bu empedans frekansın karaköküyle orantılıdır ( $1/(\omega)^{1/2}$ ). Bu oran düşük ve yüksek frekanslarda geçerlidir. Difüzyon ise sadece düşük frekanslarda bu orantıya uymaktadır. Difüzyon tabaka etkisi düşük frekanslarda eksenin gerçek bölümünde empedansın bükülmesine sebep olmakta, çift yarım daire vermektedir [140-146].

Elektrokimyasal hücre, elektronik modeli temsil etmektedir. Buna göre;  
Doğru akım (DC) teorisinde,

$$E = I \times R \quad (4.8)$$

E: Voltaj

I: Akım

R: Direnç

Alternatif akım (AC) teorisinde,

$$E = I \times Z \quad (4.9)$$

Z: empedans

Akım ve potansiyel, sinüs akım dalgası şeklindedir;

$$I = A \times \sin(\omega t + \Phi) \quad (4.10)$$

$\omega$ : frekans:  $2\pi f$

A: maksimum akım şiddeti

$\Phi$ : değişen faz

Alternatif akım vektörü 3 şekilde gösterilmektedir:

1. Vektörün bittiği nokta x ve y koordinatlarının değeri ile,
2. Vektör bir açı ( $\theta$ ) ve  $|I|$  büyüklüğü ile,
3. Açılar gerçek  $I'$  ve farazi  $I''$  ile

tanımlanmakta ve  $I'$  koordinat değeri j ile çarpılmaktadır.

$$J = (-1)^{1/2}$$

$$I_{\text{toplam}} = I' + I''j$$

Benzer şekilde, AC gerilim vektörü;  $E_{\text{toplam}} = E' + E''j$

$$\text{AC empadansı; } Z_{\text{toplam}} = Z' + Z''j \quad (4.11)$$

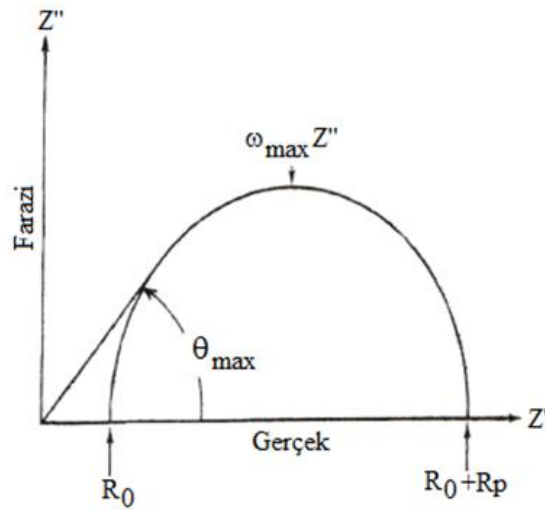


Nyquist grafiğinde  $Z''$ (farazi) ne karşı  $Z'$ (gerçek) çizilir (Şekil 4.13.). Elde edilen grafikten;

$$\omega^{\theta_{\max}} = 1/CR_P[(1+R_P)/R_0]^{1/2}$$

$$\omega^{\theta_{\max}} = 22\pi f^{\theta_{\max}}$$

kullanılarak  $R_0$ ,  $R_P$  ve  $C_{dl}$  hesaplanabilir.



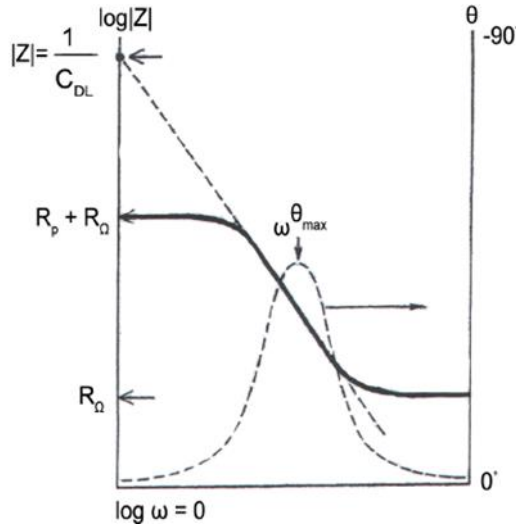
Şekil 4.13. Nyquist grafiği [145]

Bode grafiği Nyquist grafiğinden daha avantajlı olup, ölçümler daha kısa zamanda elde edilip düşük frekanslarda  $R_P$  belirlenebilir. Veriler dağınık olduğu zaman Bode grafiği, tam yarım daire olduğu zaman Nyquist grafiği tercih edilmektedir. Frekans, elektrokimyasal sistemin davranışına bağlıdır. Elektrokimyasal sistem Bode grafiğiyle daha iyi belirlenebilmektedir. Bode grafiğinde frekans çok geniş aralıkta olup logaritmik olarak verilmekte ve böylece geniş empedans alanı bu eksene yerleştirilebilmektedir.  $\log |Z|$  ve  $\log \omega$  eğrileri,  $R_P$  ve  $R_0$  değerleridir (Şekil 4.14.). Yüksek frekanslarda ohmik direnç, empedasdan yüksektir ve  $\log (R_0)$  yüksek frekanstaki horizontal eğriden okunur. Düşük frekanslarda, polarizasyon direnci  $\log(R_0+R_P)$  verir. Bu değer düşük frekanstaki horizontal yaydan okunabilir. Orta seviyedeki frekanslarda, grafik düz çizgi şeklindedir ve eğim -1'dir. Bu çizginin  $\log|Z|$  ekstrapolasyonunda eksen  $\omega=1$  ( $\log\omega=0, f=0,16$  Hz)  $C_{dl}$  ile ilişkisi;

$$|Z| = 1/C_{dl}\omega \quad \omega=2\pi f \quad \text{şeklindedir.}$$

Çift tabaka kapasitansı  $C_{dl}$ ;

$$\omega_{\theta_{max}} = [(1/C_{dl}R_p)(1+R_p/R_0)]^{1/2} \text{ hesaplanmaktadır.}$$



Şekil 4.14. Bode grafiği [145]

Bu çalışmada, korozyon deneyleri potansiyodinamik polarizasyon tekniği kullanılarak Şekil 4.15.'de verilen Gamry marka bilgisayar kontrollü potansiyostat/galvanostat test cihazında oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Cam korozyon hücresinde üç elektrot tekniğine göre yapılan deneylerde referans elektrot olarak doymuş Ag/AgCl, yardımcı elektrot olarak ta grafit kullanılmıştır. Üretimi gerçekleştirilen numunelerin sadece 0,785 cm<sup>2</sup>'lik alanı korozyona uğratılmış, diğer kısımları izole edilmiştir. Korozyon testleri sırasında, solüsyon olarak ağı.%3,5 NaCl ve ağı.%10 NaNO<sub>3</sub> olmak üzere iki farklı çözelti ortamı kullanılmıştır. Korozyon deneyleri sonrası akım (i) - potansiyel (E) eğrilerinden (Tafel) potansiyodinamik polarizasyon parametreleri olan korozyon akımı (I<sub>kor</sub>) ve korozyon potansiyeli (E<sub>kor</sub>) değerleri elde edilmiştir. Korozyon testleri tamamlandıktan sonra, numune yüzeyleri SEM-EDS ile incelenmiştir.



Şekil 4.15. Korozyon deney düzeneği

#### 4.10.4. Sıcak korozyon

Inconel 718 süperalaşımı, korozif ortamların ön planda olduğu uzay-uçak endüstrisinden petro-kimya endüstrisine kadar geniş kullanım alanına sahip çökeltme dayanımlı yüksek sıcaklık malzemeleridir. Bu alaşımlar özellikle roket motorlarında, uçak tribün parçalarında (disk, şaft, pervane kanadı), nükleer reaktörler gibi sıcak korozyona maruz kalan bölgelerde tercih edilmektedir [147].

Sıcak korozyon, türbin motorlarının yakıtlarında bulunan Na, S ve V gibi saflığı bozan empürütelerin düşük sıcaklıklarda ( $950^{\circ}\text{C}$ ) eriyen  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ve  $\text{V}_2\text{O}_5$  tuzlarının oluşumuna yol açarak, metal parçayla etkileşimi sonucu sistemin kararlılığının bozunması olayıdır [148]. Ayrıca, deniz ortamında bulunan uçak ve deniz araçlarının gaz türbinlerinde deniz ortamında bulunan tuz buharı ve bunun gibi saflığı etkileyen dış etmenler sebebiyle yüksek sıcaklık korozyonu oluşmaktadır [149].

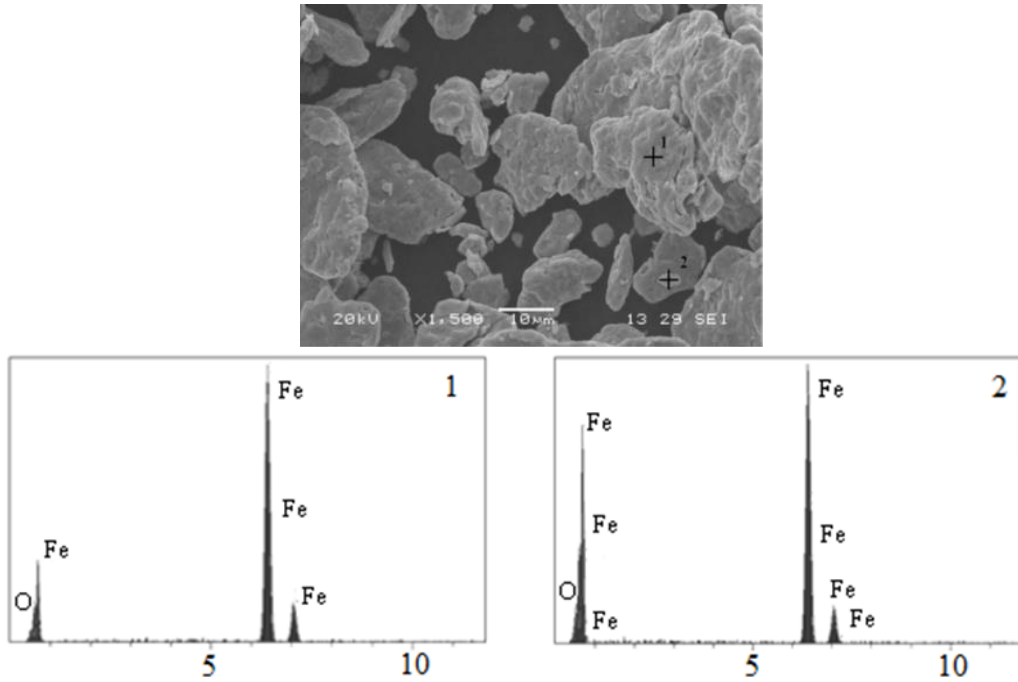
Bu çalışmada, yüksek sıcaklık malzemesi olarak tanımlanan In718 numunelerin sıcak korozyon davranışlarını belirlemek amacıyla gaz türbin motorlarının servis şartları simule edilerek ağırlıkça %40  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ + %60  $\text{V}_2\text{O}_5$  karışım korozif tuz ortamı

hazırlanmıştır. İki farklı başlangıç tozları kullanılarak iki farklı yöntemle üretilen ve çift yaşlanma ısıl işlemi gerçekleştirilen numuneler, bu tuz karışım içerisine gömülerek 650°C, 750°C ve 850°C'lerdeki sıcaklıklarda 1, 3, 5, 10, 20 ve 30 saat sürelerde bekletildikten sonra oda sıcaklığına soğutulmuştur. İzotermal sıcak korozyon çalışmaları sonrasında numune yüzeyine çöken tuz kalıntılarını uzaklaştırmak için numuneler saf su ile yıkanmış ve kurutulmuştur. Korozyon hızı, numunelerin ağırlık değişiminin yüzey alanına oranı dikkate alınarak kütle kaybından hesaplanmıştır. Numunelerin ağırlık değişimleri 0.00001g hassasiyetteki bir elektronik terazi vasıtasıyla belirlenmiştir. Ayrıca korozyon sonrası numunede meydana gelen bozulmaları tespit edebilmek için taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDS) ve XRD kullanılarak yüzey morfolojileri ve faz oluşumları incelenmiştir.

## BÖLÜM 5. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEMELER

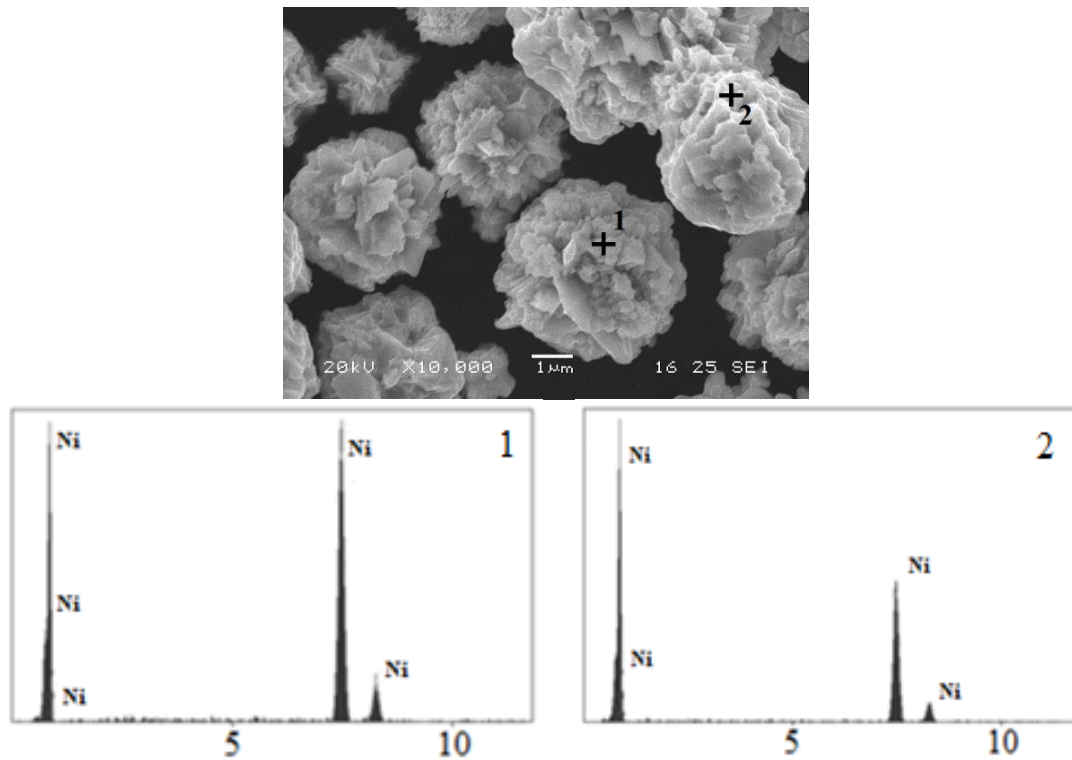
### 5.1. Kullanılan Tozların Özellikleri

Malzeme üretim tekniği olarak toz metalurjisi yöntemi kullanıldığında, nihai ürünün kalitesini, üretim süreci ve hammadde olarak kullanılan tozların özellikleri belirlemektedir [150]. Özellikle toz morfolojisinin nihai ürün üzerindeki etkisi göz önüne alındığında toz özelliklerinin üretim öncesi belirlenmesi büyük önem arz etmektedir [151]. Numune üretiminde özellikleri Tablo 4.1. ve Tablo 4.2.'de verilen elementel tozlar ve ticari In718 tozu kullanılmıştır. Üretimde kullanılan tozların şeklinin belirlenmesi ve yüzey alanının büyüklüğünden dolayı saklama koşullarında oksitlenme olasılığı olan partiküllerin oksit içeriğinin tespit edilmesi amacıyla SEM-EDS analizleri yapılarak numune üretimindeki başlangıç toz özellikleri belirlenmiştir (Şekil 5.1.-11.).

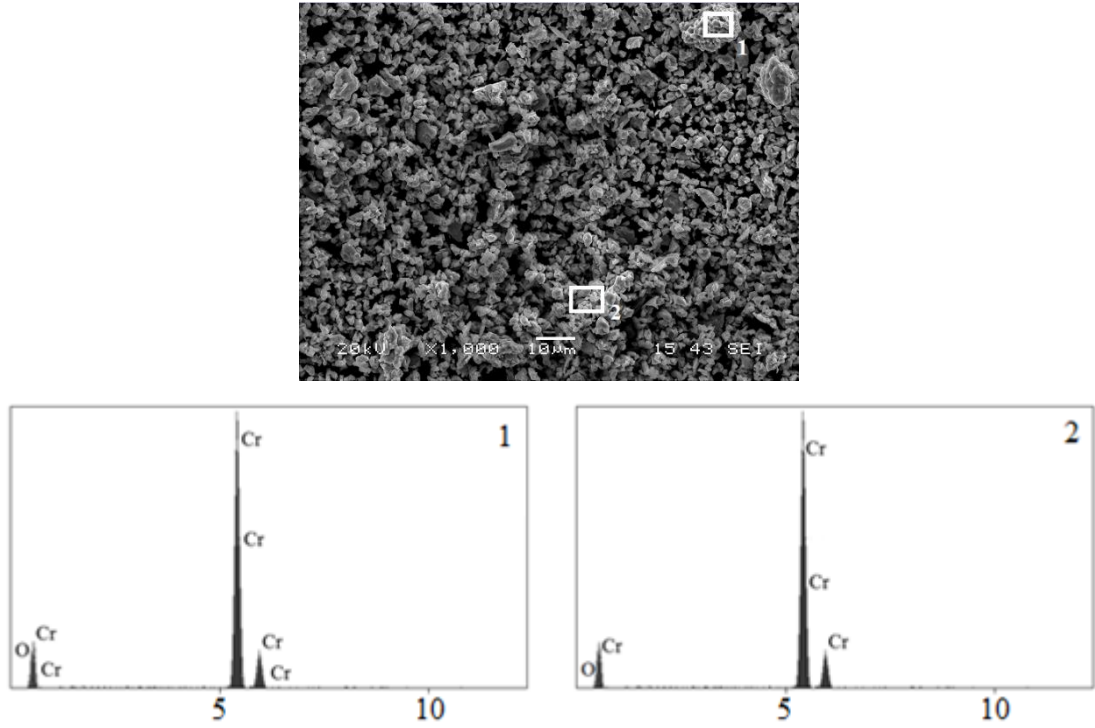


Şekil 5.1. Fe tozunun SEM-EDS analizi

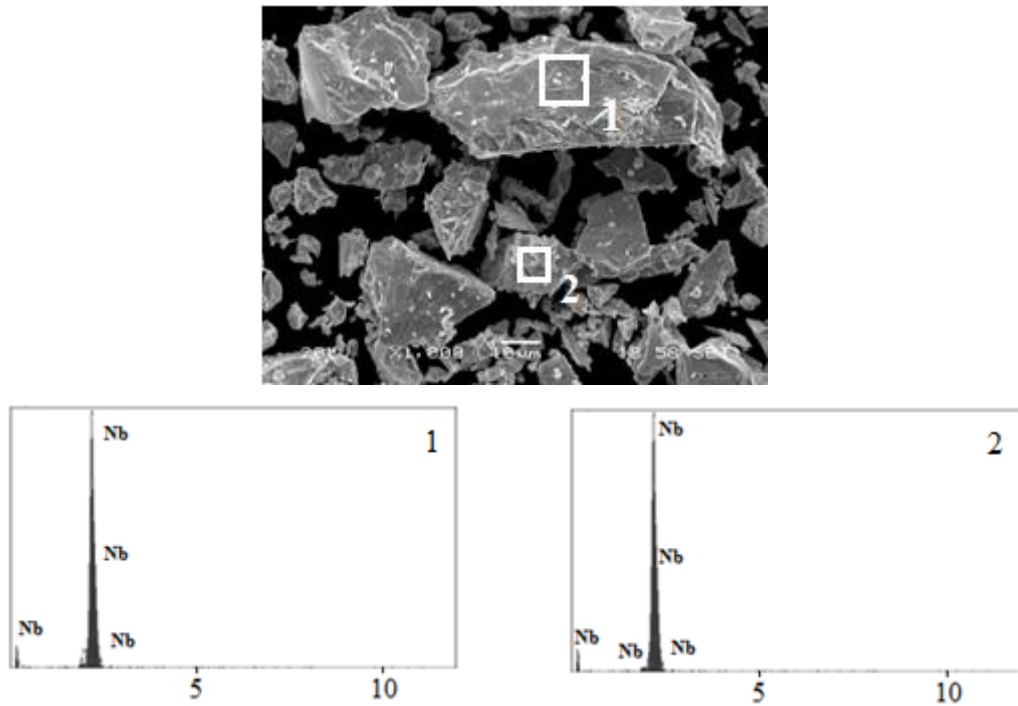
Elementel demir tozunun flake şeklinde olduğu, farklı noktalardan alınan SEM-EDS analizlerine (Şekil 5.1.) göre %9 oranında oksijen içerdiği tespit edilmiştir. %99.8 saflığa sahip carbonyl olarak üretilmiş nikel tozunun genel olarak küresel forma yakın ve yapraksı çıkıntılarının bulunduğu pürüzlü bir yüzeye sahip olduğu görülürken, oksijen içeriğine rastlanmamıştır (Şekil 5.2.). Krom tozu ise homojen olmayan ve keskin köşeli tane yapısında olduğu Şekil 5.3.'de görülmekte olup, %11 oranında oksijen içerdiği belirlenmiştir.



Şekil 5.2. Ni tozunun SEM-EDS analizi



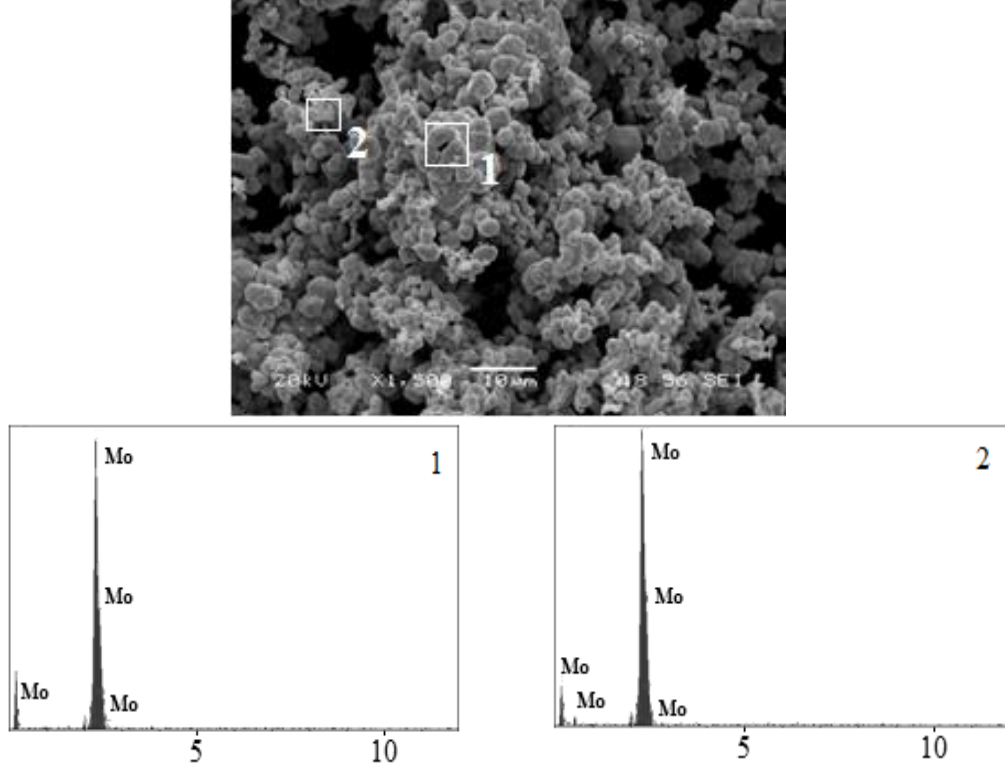
Şekil 5.3. Cr tozunun SEM-EDS analizi



Şekil 5.4. Nb tozunun SEM-EDS analizi

Niyobyum toz boyutu Şekil 5.4.'de görüldüğü gibi oksijen ihtiva etmeyen, oldukça geniş bir aralıkta değişim göstermekte olup, keskin köşeli bir yapıya sahiptir.

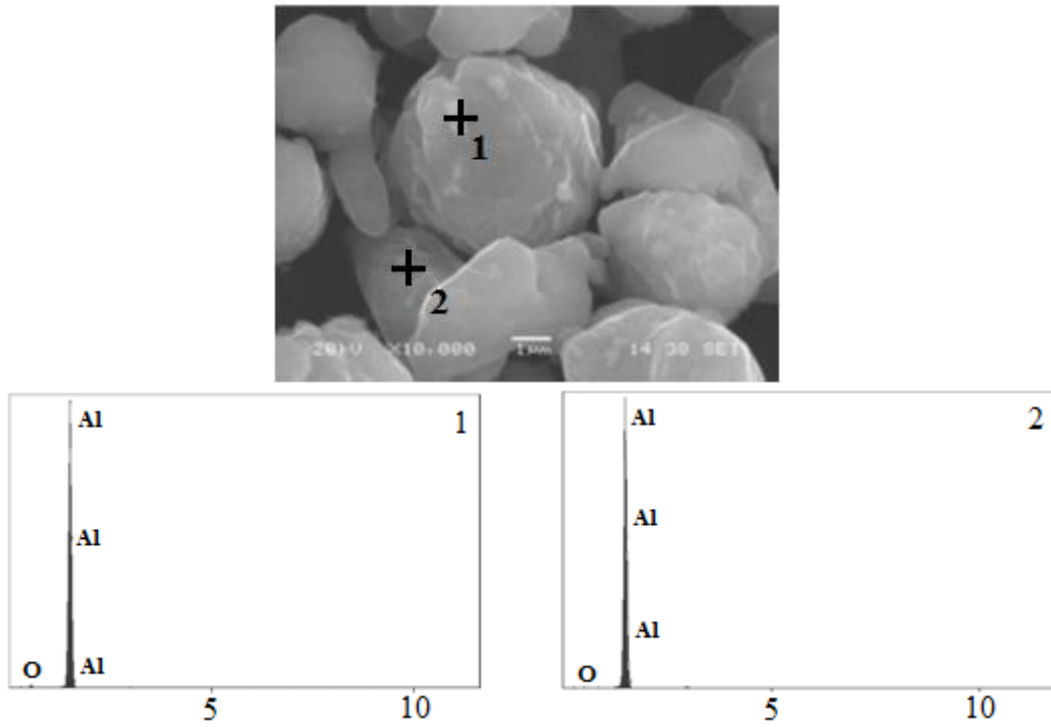
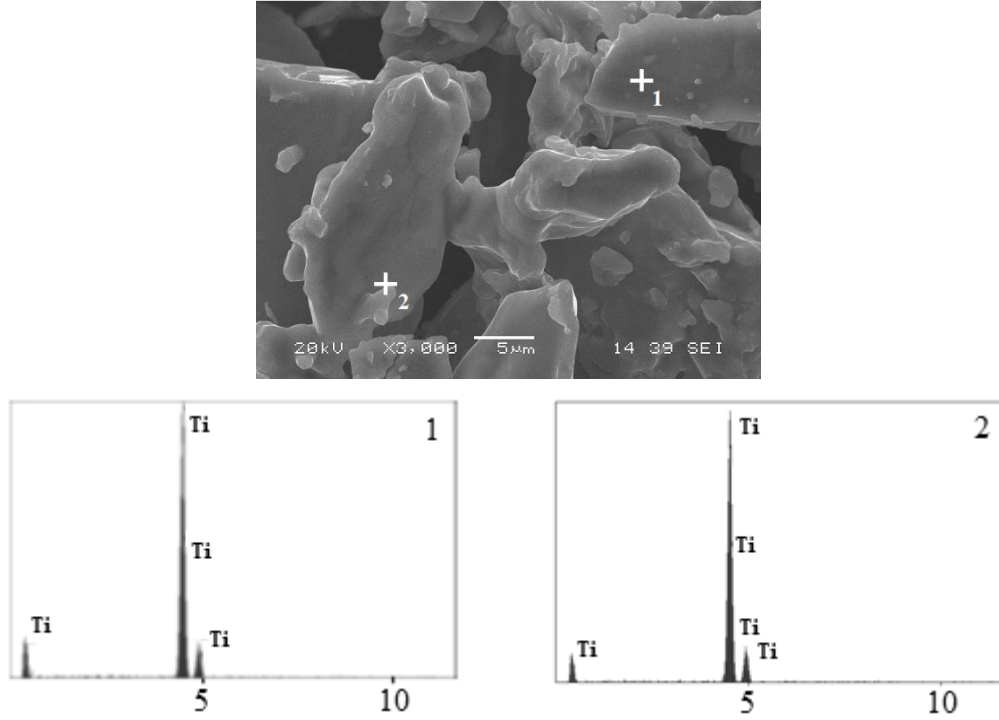
Molibden tozları ise küresel forma yakın olup büyük yüzey alanından dolayı topaklanma eğiliminde olduğu ve oksijen içermediği tespit edilmiştir (Şekil 5.5.).



Şekil 5.5. Mo tozunun SEM-EDS analizi

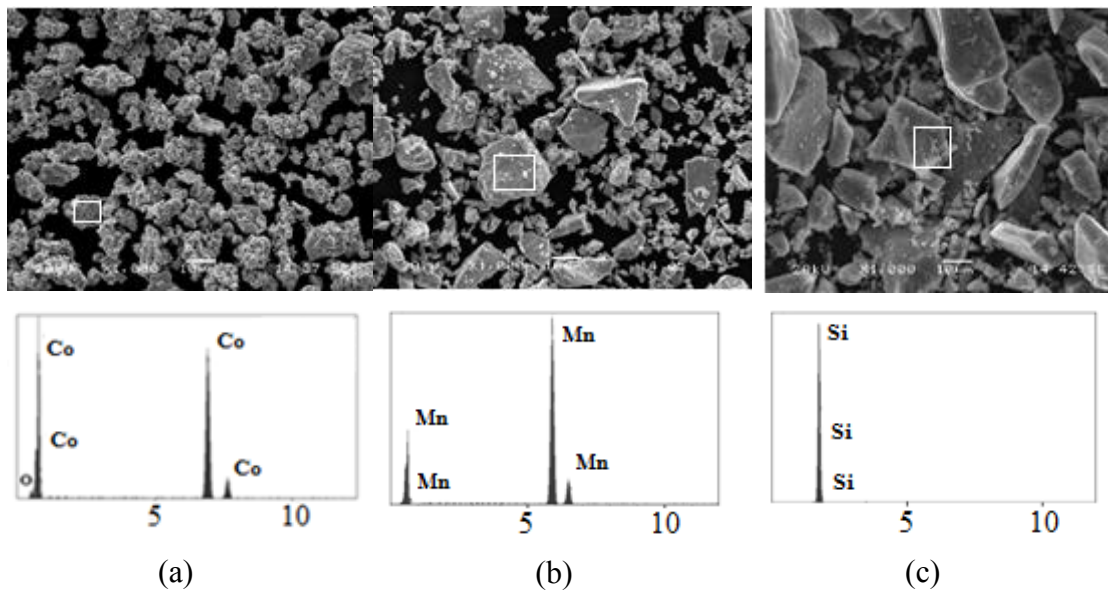
Titanyum tozunun flake şeklinde olduğu, toz boyut dağılımının geniş bir aralıkta değiştiği ve oksijen içermediği görülmüştür (Şekil 5.6.). Atomizasyon yöntemi ile üretilen alüminyum tozunun genel itibari ile küresel forma yakın olduğu ve oksijene affinitesi olan alüminyum tozunun 2 farklı noktasından alınan SEM-EDS analiz sonuçlarına göre 1 nolu noktada ağırlık % 8.9, 2 nolu noktada ağırlık % 4.1 oksijen içeriği tespit edilmiştir (Şekil 5.7.).





In718 süperalaşımının kimyasal bileşiminde eser miktarda bulunan Si, Mn, Co tozlarının SEM-EDS analizleri Şekil 5.8. (a-c) verilmiştir. Silisyum ve mangan

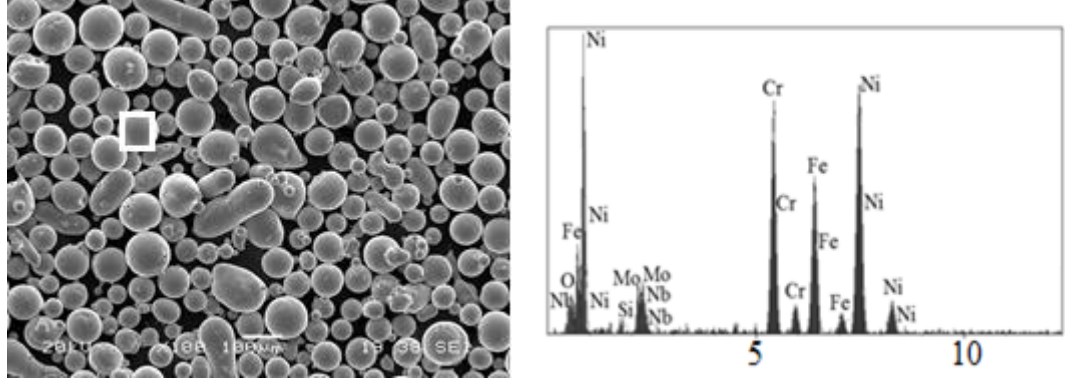
tozlarının geniş bir aralıkta değişim gösterdiği, keskin köşeli ve düzensiz bir geometriye sahip olduğu görülürken, kobalt tozunun ise homojene yakın bir partikül boyutuna sahip olduğu, demir tozunda olduğu gibi yapraksı bir yapıya benzediği ve ağırlıkça %4 mertebesinde oksijen içerdiği tespit edilmiştir. Toz karakterizasyon işlemlerinde tüm tozlar birbirleri ile karşılaştırıldığında genel olarak farklı morfolojiye sahip oldukları ve toz boyutlarının birbirine yakın olsa da farklı boyut dağılımında olduğu belirlenmiştir. Farklı toz boyutları ile çalışıldığında daha küçük tane boyutuna sahip tozlar, daha büyük olanların ara boşluklarına yerleşerek daha yüksek paketlenme faktörü sergilemekte ve yüksek yoğunluğa ulaşmada önemli rol oynamaktadır [152].



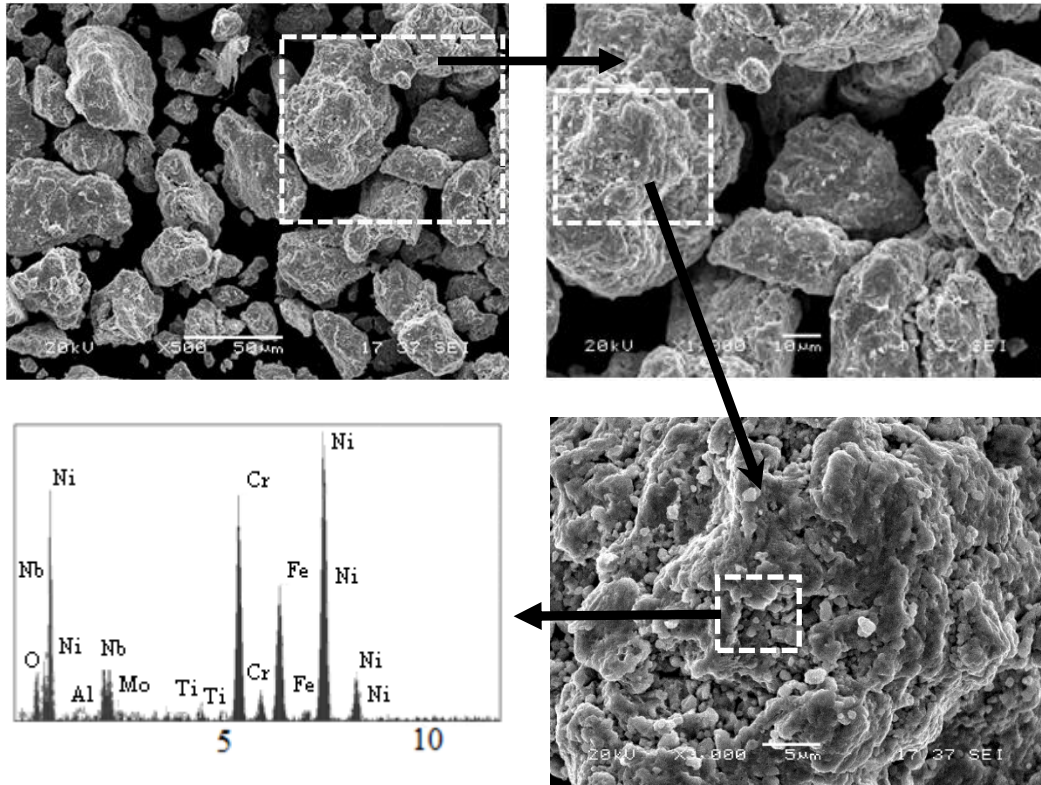
Şekil 5.8. Eser oranda bulunan elementlerin SEM-EDS analizi (a)Co, (b)Mn ve (c)Si

Numune üretimi için piyasadan temin edilen Ticari In718 tozu gaz atomizasyon yöntemiyle üretilmesinin bir sonucu olarak küresel formdadır ve yaklaşık ağırlıkça % 2 oranında oksijen içeriğine sahiptir (Şekil 5.9.). Stokiyometrik orana göre hazırlanan elementel toz karışımının homojen yapıda elde edebilmek için gezegensel değirmende toz bilya oranı 1/20 oranında kuru ortamda 600 rpm hızda 20 dk. karıştırılmıştır. Karıştırma sonucu elde edilen tozların yüzey morfolojisini belirlemek amacıyla SEM-EDS analizi yapılmıştır (Şekil 5.10.). Detay incelemelerinde topaklanmanın olduğu net olarak görülmekte olup buradan alınan EDS analizi

sonuçları da hazırlanan kimyasal bileşime uygun sonuçların elde edildiğini ve ağırlık % 6.3 oranında oksijen içeriğine sahip olduğunu göstermektedir.



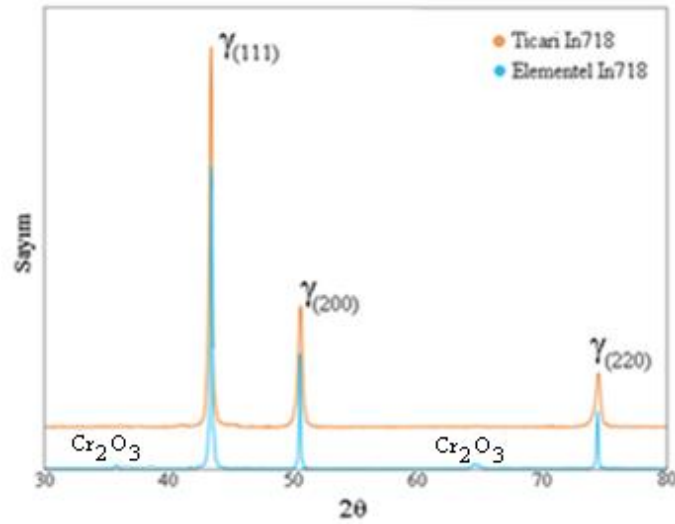
Şekil 5.9. Ticari Inconel 718 tozunun SEM-EDS analizi



Şekil 5.10. Mekanik karıştırma sonucu elde edilen Inconel 718 tozunun SEM-EDS analizi

Başlangıç malzemesi olarak kullanılan ticari Inconel 718 tozunda ve elementel tozların gezegensel değirmende homojen karıştırılması sonucu elde edilen Inconel 718 tozunda sinterleme öncesi oluşan fazları tespit etmek amacıyla x-ışınları difraksiyon analizi yapılmıştır (Şekil 5.11.). Her iki tozun paternlerinden gama ( $\gamma$ )

matrisine ait pikler tespit edilmiştir. Elementel Inconel 718 karışımında  $\gamma$  piklerinin yanı sıra  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  pikinin de varlığına rastlanılmıştır. Inconel 718 süperalaşımında üretim ve ısıl işlem sonrası elde edilmesi beklenen  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  pikinin karıştırma işlemi sonrası oluşması, alaşımı oluşturan tozların bazılarının saklama koşullarına bağlı olarak sahip oldukları yüksek oksijen miktarlarından kaynakladığı düşünülmektedir.

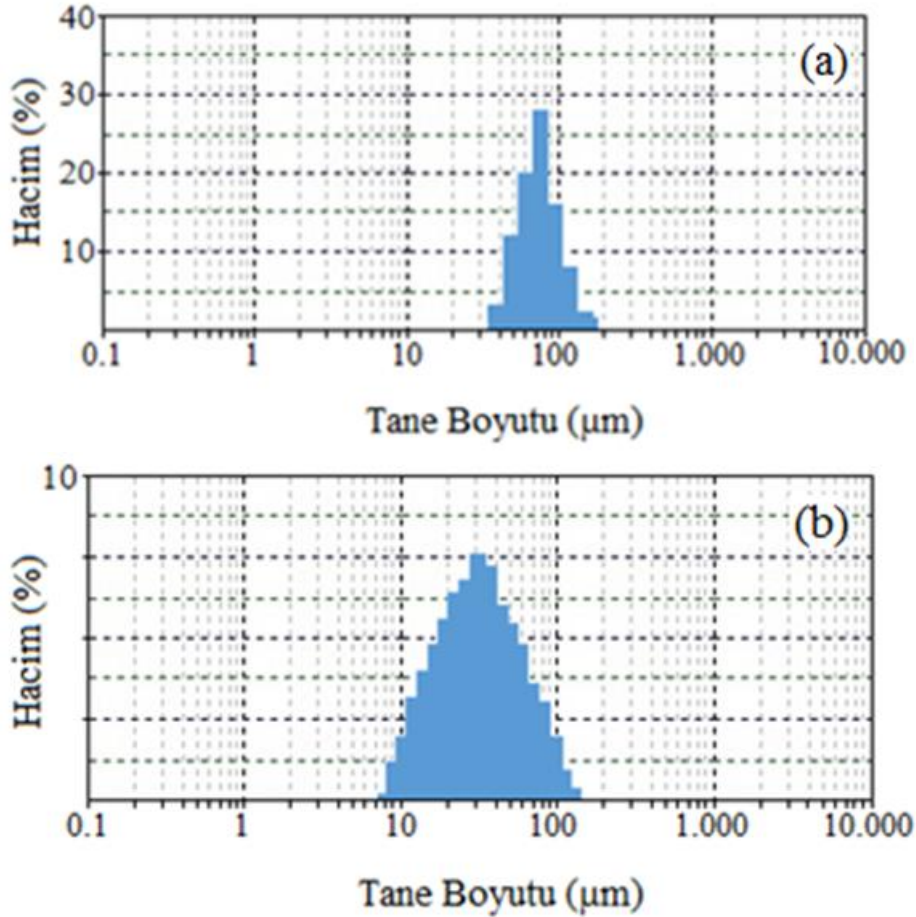


Şekil 5.11. Inconel 718 alaşımına ait toz karışımın XRD analizi (a)Ticari (b)Elementel Karışım

Benzer içeriğe sahip ticari Inconel 718 tozu kullanılarak yapılan çalışmalarda, XRD analizinde  $\gamma$  piklerinin yanı sıra  $\delta$  fazına ait piklerin tespit edildiği bildirilmiştir [153]. Cao ve arkadaşları [154] lazer ertitme yöntemi ile üretimini gerçekleştirdikleri Inconel 718 süperalaşımının ısıl işlem sonrası oluşan çökelti fazlarını incelemişler ve benzer sonuçlar bulmakla birlikte XRD çalışmalarının ısıl işlem sonrası yapıldığından pik şiddetlerinde farklılık gözlemişlerdir. Anbasan ve arkadaşları [155] Inconel 718 süperalaşımının özelliklerine ısıl işlemin etkisi ile ilgili araştırmalarında, üretim süreci sonunda ve her bir ısıl işlem kademesinde karşılaştırmalı olarak yapılan XRD çalışmalarında çöken fazlar net olarak tespit edilememekle birlikte sertlik değişimi incelemelerinden bu tespitin yapılabileceğini belirtmişlerdir.

TM tekniğinde tozların tane boyut dağılımı, numunelerin yoğunluk ve akış özelliğini etkileyen dolayısıyla gözenek miktarı ve mekanik özellikleri belirleyen faktörlerden

biridir [156]. Inconel 718 süperalaşımının üretimi için hammadde olarak kullanılan ticari toz ve elementel toz karışımının tane boyut dağılımı Şekil 5.12. (a,b) de verilmiştir.

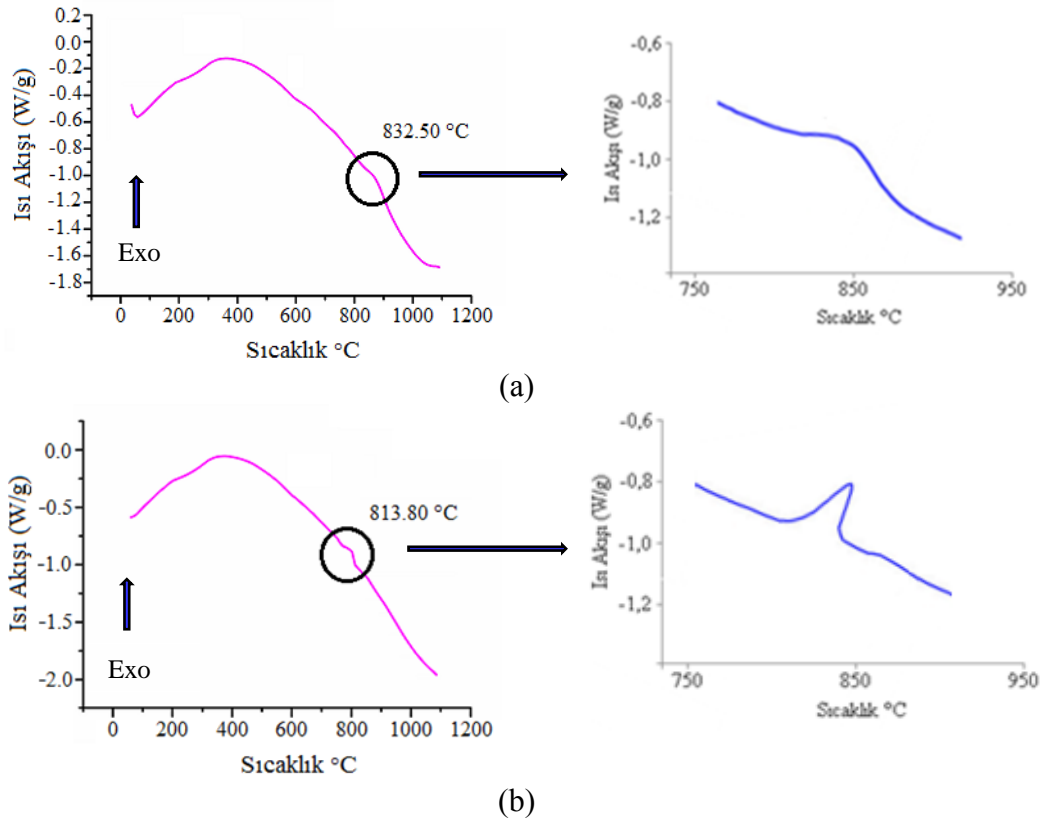


Şekil 5.12. Başlangıç tozlarının toz boyut dağılımı (a) Ticari In718 (b) elementel karışım In718

Ticari In718 tozlarının tane boyut dağılımı analizinden ortalama tane boyutunun 74 µm olduğu, 57.02 – 118.6 µm aralığında dağılım gösterdiği tespit edilirken, elementel toz karışımının ortalama tane boyutunun 53 µm olduğu ve 8.19 – 111.1 µm aralığında dağılım gösterdiği belirlenmiştir. Elementel toz karışımının tane boyut dağılımı ticari In718 alaşım tozlarına göre daha geniş bir aralıkta olup, bunun gezegensel değirmende karıştırma işlemi esnasında oluşan topaklanmadan ve yüksek devirde çarpma etkisi ile farklı ebatlarda kopan partiküllerden kaynaklandığı düşünülmektedir.

## 5.2. DSC Analizi

Faz dönüşüm çalışmalarında DSC analizi genellikle anahtar bir teknik olarak kabul edilip, endotermik veya ekzotermik pikler sayesinde faz dönüşümleri tespit edilebilmektedir [157]. İki farklı toz kaynağı kullanılarak iki farklı yöntemle Inconel 718 numunelerinin üretiminde, geleneksel sinterleme yöntemi için sıcaklığın belirlenmesi ve ekzotermik enerjinin kullanımı esasına dayalı ECAS yöntemi için de ekzotermik reaksiyon sıcaklığının tespit edilmesi amacıyla yapılan DSC analiz sonuçları Şekil 5.12. (a,b)'de verilmiştir.



Şekil 5.13. Inconel 718 alaşımına ait toz karışımın DSC analizi (a) Ticari In718 (b) Elementel Karışım

Faheem ve arkadaşları [157], Inconel 718 süperalaşımının üretim sonrası iki farklı ısıl işlem sıcaklığında ve iki farklı tutma süresi için yapılan DSC analiz çalışmalarında, 869°C ve 901°C sıcaklıklarında ekzotermik reaksiyon olduğunu bildirmişlerdir. Mei ve arkadaşları [158], soğuk haddelenmiş Inconel 718 süperalaşımının DSC analiz çalışmalarında, 804°C' de  $\gamma'$ -çökeltisinin ve 928°C' de

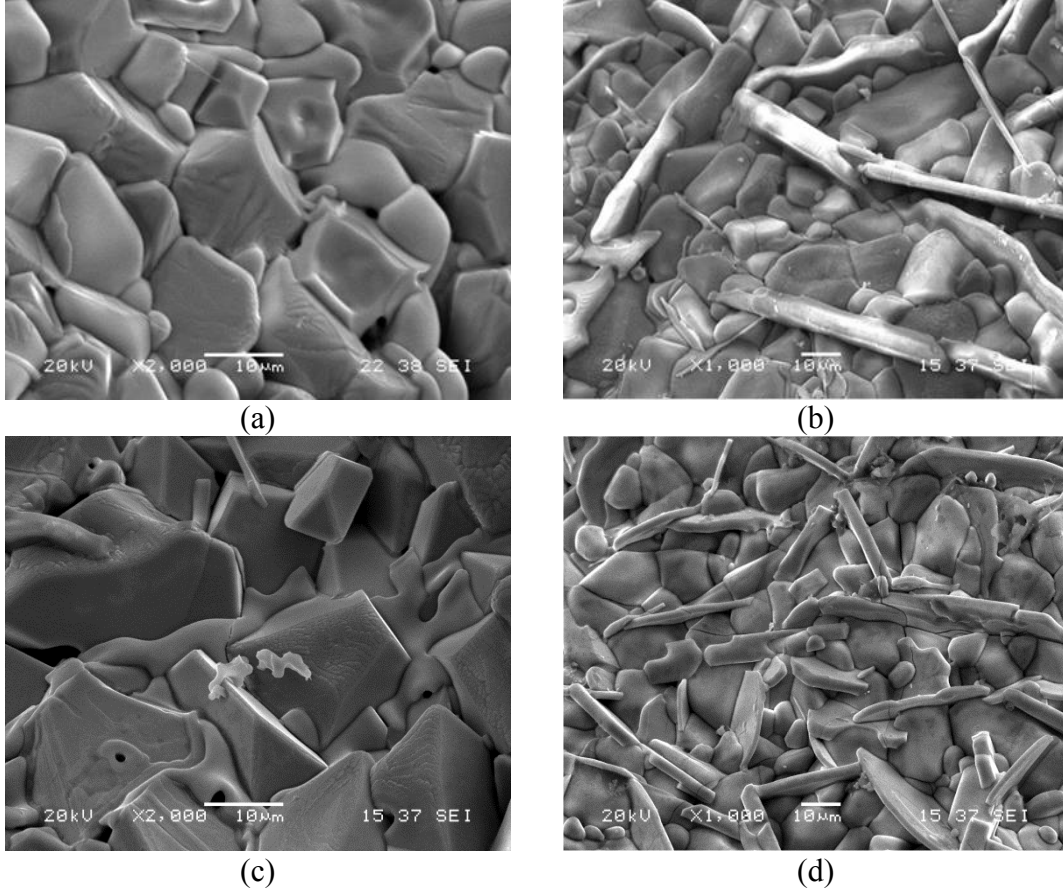


$\delta$ -çökeltisinin oluştuğunu bildirmişlerdir. Bu çalışmada Inconel 718 üretiminde kullanılacak iki farklı tozun DSC analizlerinde, ticari tozda 832,5°C ve elementel karışım tozda 813,8°C’ de ekzotermik pikler tespit edilmiştir (Şekil 5.13. a,b). Üretim öncesi hammadde olarak kullanılan tozlardan alınan DSC çalışmaları ile belirlenen sıcaklıkların Inconel 718 süperalaşımının matris fazı ( $\gamma$ ) oluşum sıcaklığı olduğu düşünülmektedir. Inconel 718, geniş kompozisyon aralığında farklı element içeriği ve farklı üretim yöntemleri ile elde edilebilen Ni esaslı süperalaşımlardır [159]. Inconel 718 içerdiği element ve element miktarlarına bağlı olarak farklı özellikler sergilemektedir. Dolayısıyla DSC analizlerindeki küçük sapmaların, alaşımın kimyasal bileşimine bağlı olarak değişebileceği bildirilmektedir [158].

### 5.3. Metalografik İncelemeler

Süperalaşımların genel itibari ile metalografik olarak hazırlanması oldukça güçtür. Numunelerin ihtiva ettiği karbür tabakaları kesme, zımparalama ve parlatma işlemleri esnasında gevrek karakter sergilemelerine neden olmakta ve aşındırma işlemi esnasında kolaylıkla koparak malzeme yüzeyinde derin hasarlar oluşturmaktadır. Ayrıca süperalaşımların sahip olduğu korozyon direncine bağlı olarak dağlama işleminin dakikalar mertebesinde sürmesi bölgesel olarak aşırı korozyon oluşmasına sebebiyet vermektedir [160]. Bu nedenle numunelerin mikroyapı incelemeleri, SEM analiz tekniği kullanılarak kırık yüzeyler oluşturmak suretiyle yapılmıştır. Elementel toz karışım ve ticari tozlardan iki farklı üretim yöntemi ile elde edilen numunelerin SEM mikroyapı görüntüleri Şekil 5.14.’de verilmiştir. SEM analiz sonuçlarından tüm numuneler için faz dönüşümünün tamamlandığı ve düşük poroziteler içeren yoğun mikroyapıların elde edildiği görülmektedir. Elementel toz karışım kullanılarak ECAS tekniği ile üretilen numunenin iri tane yapısına sahip olduğu, homojen yapıda ve diğer numunelere göre yüksek yoğunluklu olduğu gözlenmiştir. Ticari toz kullanılarak ECAS tekniği ile üretilen numune benzer yapıda olmakla birlikte heterojen dağılımda ve nispeten düşük yoğunluktadır. Geleneksel TM yöntemi ile üretilen numuneler ise eş eksenli tane yapısı yanında çubuksu görünüme benzer ikinci bir tane yapısı sergilemektedir. Mikroyapı görüntülerinden Ticari tozlar kullanılarak elde edilen numunenin homojen

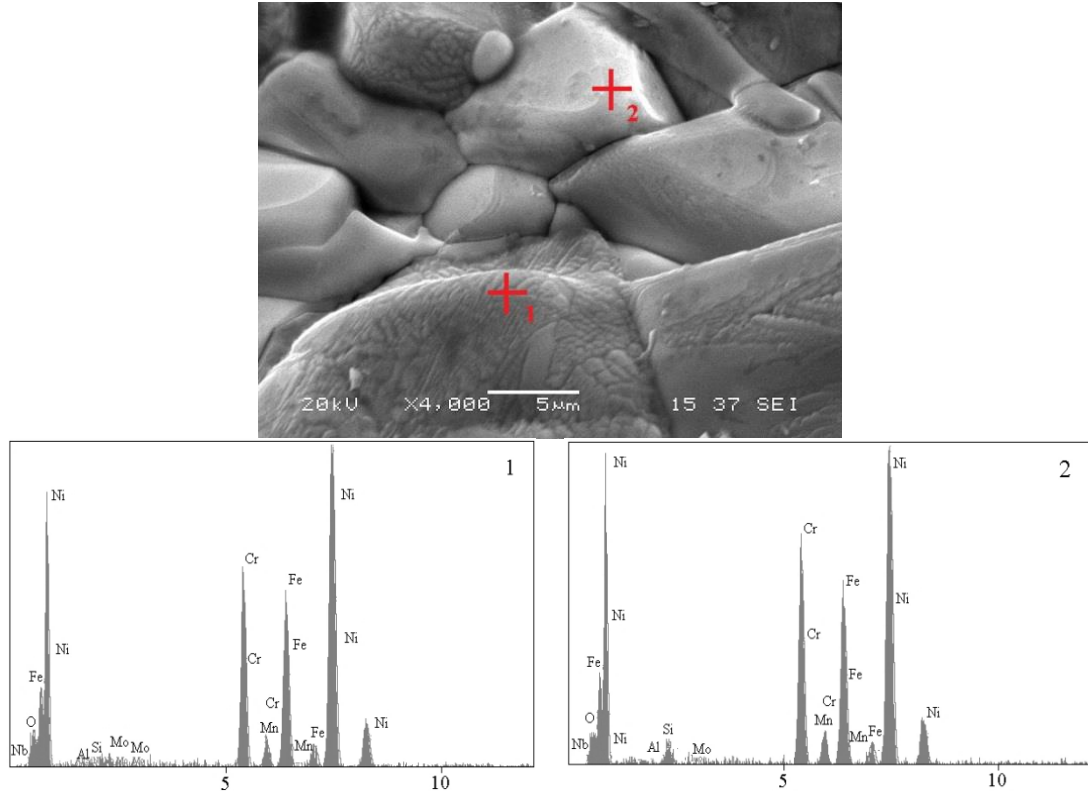
yapıda olduğu, elementel toz karışım ile elde edilenin numunenin ise daha yoğun yapıda olup çubuksu görünümdeki fazın daha az olduğu görülmüştür.



Şekil 5.14. Numunelerin kırık yüzeylerinden alınan SEM Mikrografları a) Elementel ECAS b) Elementel TM c) Ticari ECAS d) Ticari TM

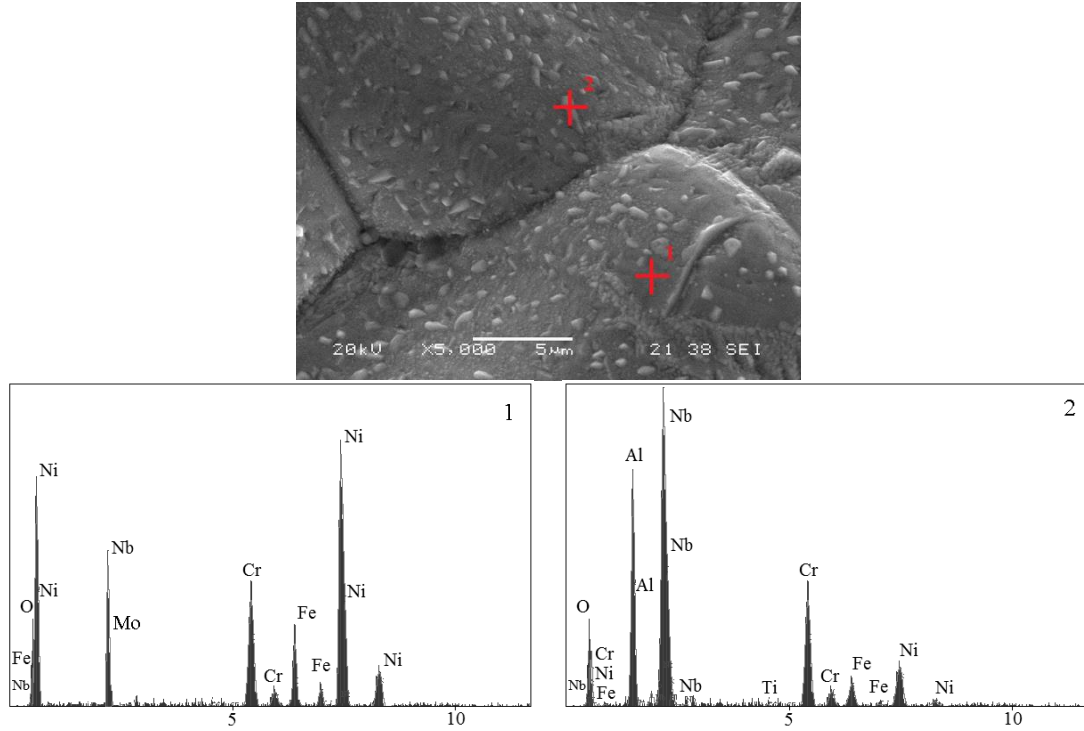
Üretimi gerçekleştirilen ve ısıl işleme yapılan numunelerin çökelti fazlarının belirlenmesi ve malzemeye belirli özellikler kazandıran elementlerin mikroyapıdaki dağılımlarının tespit edilmesi için SEM noktasal elementel analiz incelemesi yapılmıştır. Şekil 5.15.'de elementel toz karışım kullanılarak ECAS tekniği ile üretilen numunenin noktasal EDS analizi verilmiştir. Numunenin farklı bölgelerden alınan EDS analiz sonuçlarına göre numunenin her bölgesinin benzer kompozisyona sahip olduğu, elementlerin yapıda homojen dağılım gösterdiği ve hedeflenen Inconel 718 kimyasal kompozisyonuna ulaşıldığı görülmektedir.





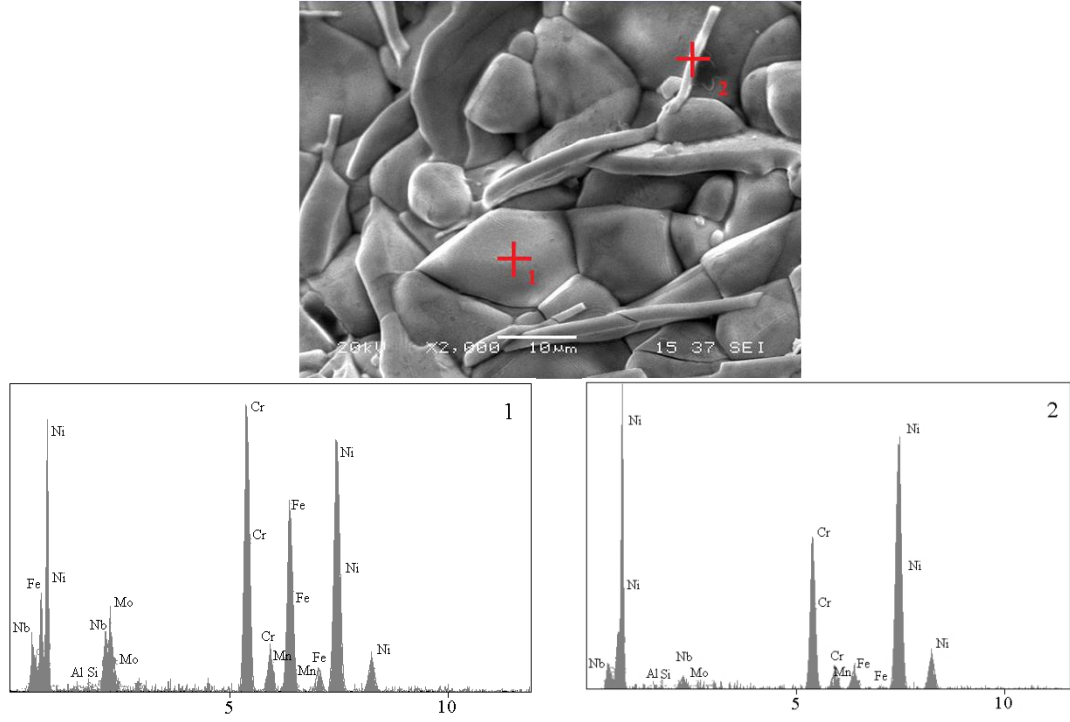
Şekil 5.15. Elementel toz karışım kullanılarak ECAS tekniği ile üretilen numunenin noktasal EDS analizi

Ticari In718 hazır toz kullanılarak ECAS tekniği ile üretilen numunenin noktasal EDS analizi Şekil 5.16.'da verilmiştir. Yüksek büyütme mikroyapı görüntüsünden matris üzerine homojen dağılım gösteren çökelti şeklindeki faz net olarak görülmektedir. Matris fazının (1. Numaralı bölge) beklenen kimyasal kompozisyona çok yakın olduğu ve bunun yanı sıra oksijen ihtiva ettiği görülmektedir. 2 numaralı bölgede ise Inconel 718'i oluşturan ana elementler olan Ni ve Fe miktarının belirgin bir şekilde azaldığı, Al ve Nb miktarlarının arttığı tespit edilmiştir.

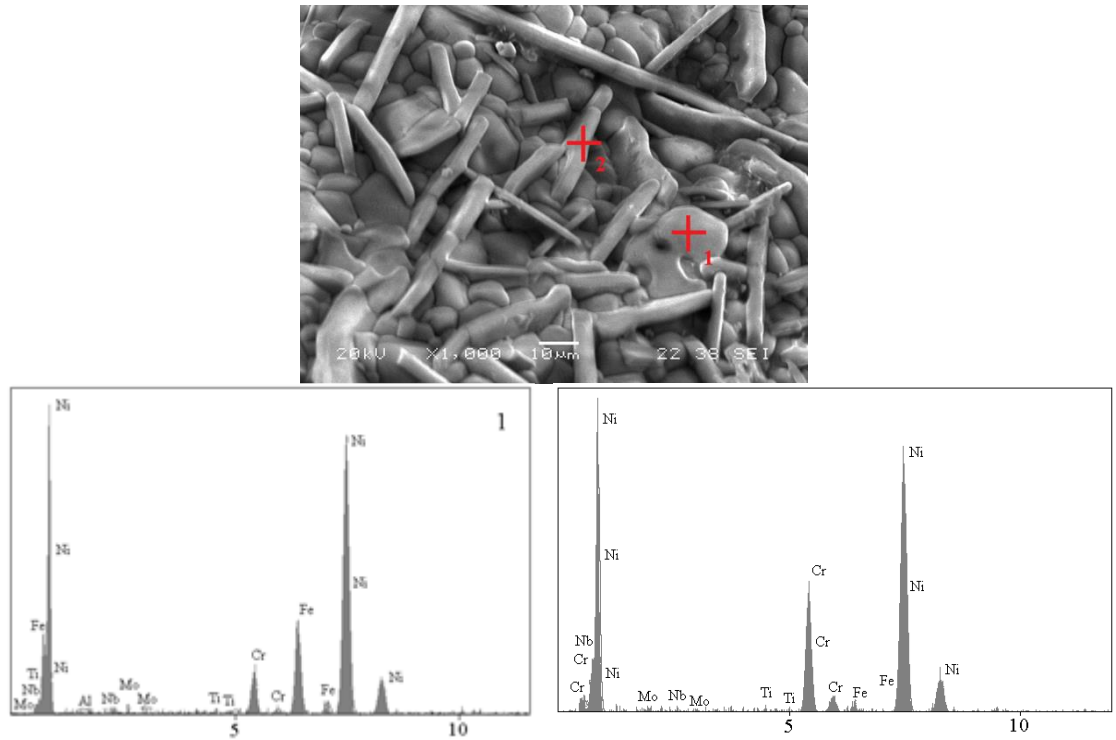


Şekil 5.16. Ticari In718 hazır toz kullanılarak ECAS tekniği ile üretilen numunenin noktasal EDS analizi

Geleneksel TM yöntemi ile üretilen her iki toz karışımının noktasal EDS analizi Şekil 5.17. ve Şekil 5.18.'de verilmiştir. Üretim sonrası ısıl işlemleri gerçekleştirilen numuneler genel olarak eş eksenli ve çubuksu görünüme benzer tane yapısından oluştuğu görülmüştür. Farklı tane yapıları üzerinden 2 ayrı noktadan EDS analizi alınmıştır. Geleneksel TM yöntemi kullanılarak elementel toz karışım ile elde edilen numunenin eş eksenli fazdan (1 numaralı bölge) alınan EDS analiz sonuçlarından ECAS ile üretilen numuneye yakın kompozisyona sahip olduğu görülmektedir. 2 numaralı bölge olan çubuksu görünümdeki fazdan alınan sonuçlara göre Ni miktarının artarken, Fe miktarının oldukça azaldığı belirlenmiştir. Geleneksel TM yöntemi ile Ticari tozlar kullanılarak üretilen numunenin ise benzer bileşime yakın olup Nb ve Mo miktarının oldukça az olduğu ve çubuksu görünümdeki fazda Fe miktarının aynı şekilde azalıp, Cr miktarında artış olduğu görülmektedir. Ayrıca geleneksel TM ile elde edilen numunelerde oksijen içeriğine rastlanmamıştır. Geleneksel TM yöntemiyle üretilen numunelerin sahip olduğu çubuksu yapıyı Zhu ve arkadaşları [161], sütunlu dentritler olarak yorumlamış ve katılaşma işlemi esansındaki sıcaklık gradyanlarından kaynaklandığını vurgulamıştır. Geleneksel TM yönteminde tercih edilen sıcaklığın, bu malzemelerin ergime sıcaklığına yakın olduğu göz önüne alındığında benzer durumun olduğu düşünülmektedir.



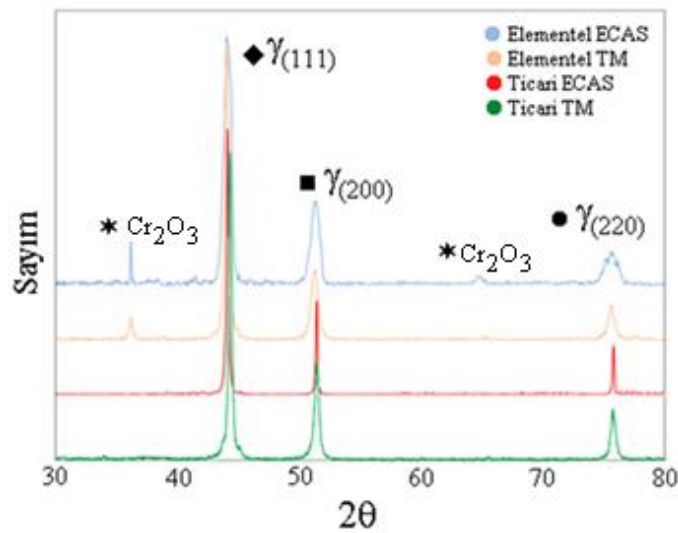
Şekil 5.17. Elementel toz karışım kullanılarak geleneksel TM yöntemi ile üretilen numunenin noktasal EDS analizi



Şekil 5.18. Ticari In718 hazır toz kullanılarak geleneksel TM yöntemi ile üretilen numunenin noktasal EDS analizi

#### 5.4. X-Işınları Difraksiyon Analizi

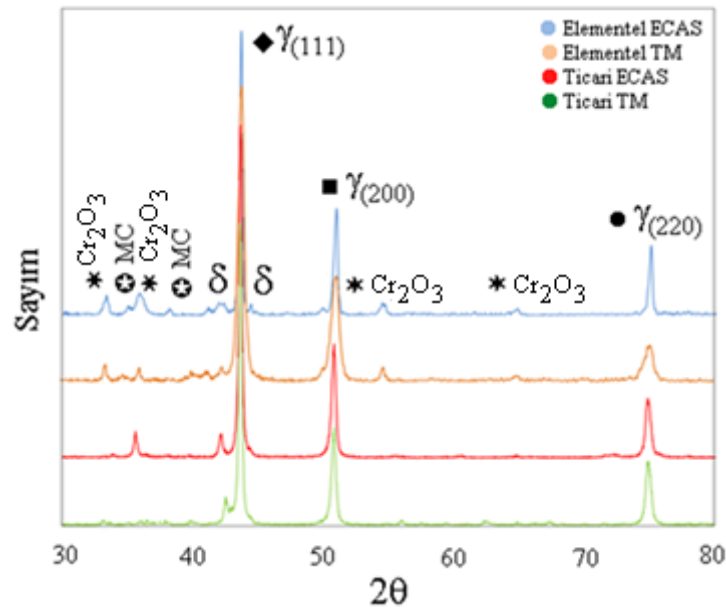
Elementel tozlardan hazırlanan homojen karışım ve ticari In718 tozları kullanılarak, ECAS ve geleneksel TM yöntemleriyle benzer şartlar altında üretimi gerçekleştirilen ve üretim sonrası ısıl işlemleri yapılan Inconel 718 süperalaşımlarda oluşan fazları tespit etmek için x-ışınları difraksiyon yöntemi kullanılmıştır.



Şekil 5.19. Inconel 718 süper alaşımlarının üretim sonrası XRD difraksiyon analizleri

Üretim sonrasında numunelerin XRD paternlerinde, Inconel 718 gama ( $\gamma$ ) matrisine ait piklerin elde edildiği tespit edilmiştir. Elementel toz karışımı kullanılarak yapılan her iki üretim yönteminde de matris fazının yanı sıra  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  pikinin varlığı belirlenmiştir. Elementel toz karışımının SEM-EDS analizinde oksijen içeriği % 6.3 (Şekil 5.10.) iken, ticari In718 de yaklaşık %2 (Şekil 5.9.) olarak tespit edilmiştir. Bu nedenle elementel toz karışım kullanılarak gerçekleştirilen üretimlerde yüksek oksijen içeriğinden dolayı  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  pikinin oluştuğu düşünülmektedir. Ticari In718 tozu kullanılarak benzer üretim süreci sonunda gerçekleştirilen numunelerde ise  $\text{C}_2\text{O}_3$  pikine rastlanmamıştır.

Üretilen numunelerin mukavemet, sertlik gibi mekanik ve yüksek sıcaklık özelliklerini geliştirmek için yapılan çift yaşlandırma işlemi sonrası XRD paternlerinde (Şekil 5.11.)  $\delta$ , MC ve  $\text{C}_2\text{O}_3$  fazları tespit edilmiştir.



Şekil 5.20. Inconel 718 süper alaşımının ısı işlem sonrası XRD diffraksiyon analizleri

Elementel tozlar kullanılarak her iki yöntemle üretimi gerçekleştirilen numunelerde literatürde tanımlanan çökelti fazlarına ulaşılırken, ticari toz kullanılarak ECAS ile yapılan üretimde MC fazı tespit edilememiş ve geleneksel TM ile üretilen numunede de çökeltiler, düşük pik şiddeti ile belirlenmiştir. Literatür incelemelerinde, bazı çalışmalarda ısı işlem sonrası  $\delta$  ve NbC çökelti fazları kolaylıkla tespit edilirken [162, 163], bazı çalışmalarda [153, 164] çökelti fazlarının X-ray ile yakalanmasının zor olduğu bildirilmiştir. Ancak çökeltilerin varlığının matris fazının paternlerinde meydana gelen değişimlerle dolaylı olarak belirlenebileceği ifade edilmektedir [165].

Inconel 718 süper alaşımı içeriğindeki Cr ve Ni; yüzey merkezli kübik kristal kafes yapısına sahip  $\gamma$  matris fazını, Nb;  $\gamma$  matrisine disperse olmuş hacim merkezli tetragonal kristal yapıdaki  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) ana çökelti fazını ve Ti, Al ise yüzey merkezli kübik yapısına sahip  $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$  intermetalik çökeltisi olan  $\gamma'$  fazını oluşturmaktadır. Inconel 718'in sürünme özelliklerini tane sınırlarına çökelen ortorombik  $\delta$  fazı ve MC tipi karbürler (M çoğunlukla Nb,Ti) geliştirmektedir. Ayrıca Al ve Cr;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  oksit filmleri şeklinde yüzeyde koruyucu tabaka oluşturmaktadır [166, 167]. Inconel 718 süperalaşımına uygulanan çift yaşlanma ısı işleminin  $720^\circ\text{C}$ ' de yapılan ilk yaşlandırma adımında  $\gamma''$  çökeltisinin ve  $620^\circ\text{C}$ ' de yapılan ikinci yaşlandırma işleminde  $\gamma'$  çökeltisinin oluşacağı bildirilmektedir [168].  $\gamma''$  ve  $\gamma'$  faz pikleri,  $\gamma$

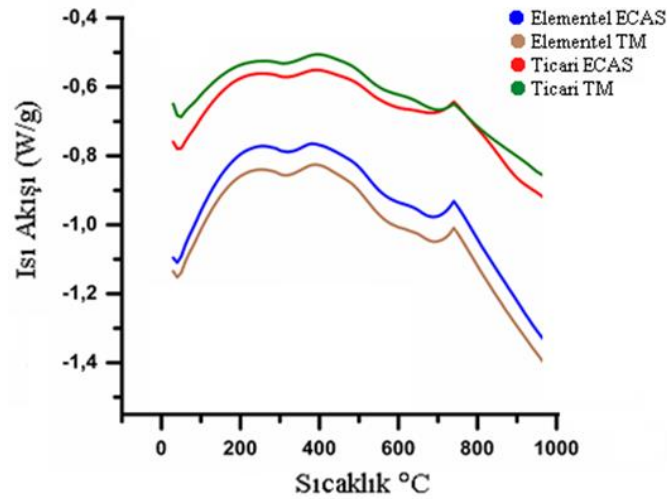
fazının difraksiyon pikine çok yakın değerlere sahip olduğunu için [162] ısıtma işlemi sonrası XRD paternlerinde tespit edilmeleri oldukça zordur. DO<sub>22</sub> (düzenli tetragonal, pearson sembolü; tI8) yapısındaki  $\gamma''$  fazının kafes parametresi a=0,3624 ve c=0,7406 nm iken, L1<sub>2</sub> (düzenli YMK, pearson sembolü; cP4) yapısındaki  $\gamma'$  fazının kafes parametresi a=0,3690 nm değerlerindedir.  $\gamma'$  ve  $\gamma''$  fazlarının difraksiyon düzlemi, düzlemler arası mesafesi, difraksiyon açısı ve relatif yoğunluğu Tablo 5.1.'de verilmiştir.

Tablo 5.1.  $\gamma'$  ve  $\gamma''$  fazlarının difraksiyon düzlemi (hkl), düzlemler arası mesafesi (d), difraksiyon açısı (2 $\theta$ ) ve relatif yoğunluğu (I) [162]

$\gamma''$ Fazı				$\gamma'$ Fazı			
hkl	d	2 $\theta$	I	hkl	d	2 $\theta$	P
101	3.262	27.34	5	100 <sup>s</sup>	3.600	24.73	W
110	2.561	35.04	1	110 <sup>s</sup>	2.546	35.26	W
112	2.107	42.92	100	111	2.079	43.54	VS
103	2.040	44.41	-	200	1.800	50.72	S
004	1.852	49.20	16	210 <sup>s</sup>	1.610	57.22	VW
200	1.812	50.36	31	211 <sup>s</sup>	1.470	63.28	VW
202	1.627	56.57	1	220	1.273	74.56	S
211	1.587	58.13	1	300 <sup>s</sup>	1.200	79.95	VW
204	1.294	73.13	18	310 <sup>s</sup>	1.138	85.25	VW

VS: çok güçlü, S: güçlü, W: zayıf, VW: çok zayıf.

Üretimi gerçekleştirilip ısıtma işlemleri yapılan süperalaşımların XRD paternlerinde ısıtma işlemi sonrası oluşan çökelti fazlarının kolaylıkla tespit edilemediği için ısıtma işlemi sonrası numunelerin mekanik özellikleri incelenmekte ya da DSC analizleri yapılmaktadır [169, 170]. Mevcut çalışmada iki farklı üretim yöntemi ve iki farklı toz kullanılarak elde edilen numunelere ısıtma işlemi sonrası DSC analizi yapılarak çökelti fazının oluşup oluşmadığı tespit edilmiştir. Üretilen numunelerden ısıtma işlemi sonrası alınan DSC analizleri Şekil 5.21.'de verilmektedir. DSC analiz sonuçlarından numunelerde birbirine çok yakın sıcaklıklarda çökelti fazlarının oluştuğu görülmektedir.



Şekil 5.21. Üretilen numunelerden ısıtım işlem sonrası alınan DSC analizleri

### 5.5. Yoğunluk Ölçümleri

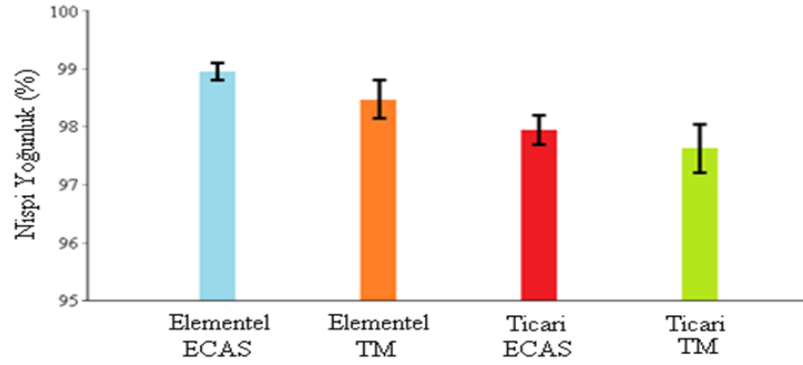
Archimed prensibine göre ölçülen numune yoğunlukları Tablo 5.2.'de verilmiştir. Üretilen numunelerin nispi yoğunlukları %97'nin üzerindedir (Şekil 5.22.).

Tablo 5.2. Tüm numunelerin deneysel olarak tespit edilen yoğunlukları

Malzeme	Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )	Teorik Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )	Nispi Yoğunluk %
Elementel ECAS	8,106	8,192	98.96
Elementel TM	8,065		98.46
Ticari ECAS	8,050	8,220	97.94
Ticari TM	8,025		97.63

Elementel tozlarla üretimi gerçekleştirilen numunelerin nispi yoğunlukları %98'in üzerinde olup, en yoğun numunenin bu grupta ECAS ile elde edilen numune (%98.96) olduğu belirlenmiştir. Ticari toz, dar bir boyut aralığında (57.02–118.6 µm) ve genel olarak küresel formdadır, karışımı meydana getiren elementel tozlar ise geniş tane boyut aralığına (8.19–111.1 µm) sahip, şekilsiz ve keskin köşeli yapıdadır. Elementel toz kullanılarak üretilen numunelerin üretim sonrası belirlenen nispi yoğunlukların, ticari In718 toz ile üretilen numunelerden yüksek olması, elementel tozların geniş bir boyut dağılımında ve açığa çıkan ilave ekzotermik reaksiyon sıcaklığından kaynaklandığı düşünülmektedir. Gezegensel değirmende uygulanan karıştırma işlemi sonrası topaklanma olmakla birlikte düzgün olmayan şekil yapısını

korumaktadır. Bu durum ticari toza göre dezavantaj gibi görülse de karmaşık şekilli tozların presleme sonrasında bağlanma noktaları oluşturma kabiliyetinin daha fazla olduğu ve keskin köşeli yapısı ile komşu partiküllerin yüzeyinde oluşabilecek oksit tabakasını kırmada etkili olduğu bilinmektedir [171].



Şekil 5.22. Üretilen numunelerin ısıtılma sonrası nispi yoğunlukları

Inconel 718 süperalaşımının farklı üretim teknikleri sonucu elde edilen nispi yoğunluk incelemelerinde Joon-Phil ve arkadaşları [172], seçimli (selective) lazer ergitme yöntemi ile  $>99\%$ , Tillman ve arkadaşları [173] ise seçimli (selective) lazer ergitme ile üretilen numunelere uygulanan ilave sıcak izostatik presleme sonucu  $99.998\%$  nispi yoğunluk değerinin elde edildiğini bildirmişlerdir. Tercih edilen üretim yönteminde ergimenin gerçekleştiği ve ilave yoğunlaştırma işleminin uygulanmasından dolayı TM yöntemine göre yüksek yoğunluklu numunelerin elde edilmesi olağandır. Özgür ve arkadaşları [174], toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle  $1280^{\circ}\text{C}$  ve  $1290^{\circ}\text{C}$ 'de 1 saat tutma süresi ile üretilen numunelerin sırasıyla  $94.9\%$  ve  $95.5\%$  nispi yoğunluk değerleri elde edilirken bu sıcaklıklarda 3 saat tutma süresi sonunda ise sırasıyla  $96.2\%$  ve  $97.3\%$  değerlerine ulaştıklarını bildirmişlerdir. Johnson ve arkadaşları [175] ise metal enjeksiyon kalıplama yöntemi ile  $1260^{\circ}\text{C}$ 'de 1 ve 2 saat sinterleme süresi sonunda sırasıyla  $96.7\%$  ve  $98.8\%$  nispi yoğunluk değerlerinin elde edildiğini rapor etmişlerdir. Geleneksel sinterleme (elementel 718 için  $98.46\%$  ve ticari In718 için  $97.63\%$ ) ve alternatif bir sinterleme yöntemi olan ECAS tekniği (elementel 718 için  $98.96\%$  ve ticari In718 için  $97.94\%$ ) ile üretilen numunelerin nispi yoğunlukları, literatür çalışmaları ile karşılaştırıldığında yüksek yoğunluk değerlerine ulaşıldığı görülmektedir. Ayrıca ECAS yöntemi ile 10 dakika



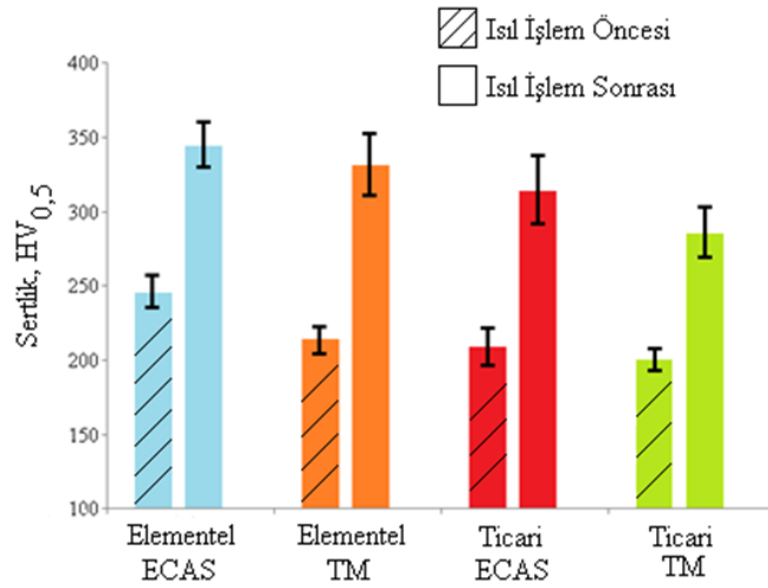
gibi kısa bir sinterleme süresinde yüksek nispi yoğunluk değerlerinin de elde edildiği görülmektedir (Tablo 5.1.).

### 5.6. Sertlik Ölçümleri

Numunelerin sertlik değerlerinin tespit edilmesi, mekanik özellikleri ile ilgili bilgi vermesi açısından oldukça önemlidir. Sertlik ölçümleri mikrosertlik cihazında Vickers sertlik ucu kullanılarak yapılmıştır. Numunelerin ısıtılma işlemi öncesi ve sonrası sertlik değerleri, metalografik olarak hazırlanmış numunelerden 500 gr yük altında 6 farklı ölçümün ortalaması alınarak tespit edilmiş (Tablo 5.3.) ve bulunan sertlik değerleri Şekil 5.23.'de verilmiştir. Isıtılma işlemi öncesi üretilen tüm numunelerin sertlik değerleri 200-245HV<sub>0.5</sub> aralığında iken, ısıtılma işlemi sonrası 285-344 HV<sub>0.5</sub> arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir. Sertlik değerlerinin, nispi yoğunluk artışına (Şekil 5.22.) paralel olarak arttığı gözlemlenmiştir. Elementel toz karışım kullanılarak ECAS yöntemi ile üretilen numunelerin çift yaşlandırma ısıtılma işlemi sonrası XRD paterninde (Şekil 5.20.) çökelti faz piklerinin şiddetinin diğer numunelere göre daha fazla olduğu ve bu numunelerin en yüksek sertlik ve yoğunluk değerlerine sahip olduğu belirlenmiştir.

Tablo 5.3. Üretilen numunelerin sertlik değerleri

Malzeme	Üretim Sonrası (HV <sub>0.5</sub> )	Isıtılma İşlem Sonrası (HV <sub>0.5</sub> )
Elementel ECAS	245.4	344.7
Elementel TM	214.5	331.6
Ticari ECAS	208.9	314.1
Ticari TM	200.2	285.3



Şekil 5.23. Üretilen numunelerin ısıtıl işlem öncesi ve sonrası ölçülen sertlik değerleri

Geniş bir kompozisyon aralığında üretilen Inconel 718 süperalaşımının sertliği, uygulanan yaşlanma ısıtıl işlem sıcaklığı ve süresine bağlı olarak 30-40 HRC (285-388 HV) aralığında değiştiği bildirilmektedir [176]. Qin ve arkadaşları [177], vakum enjeksiyon ergitme, elektro cüruf ergitme ve vakum ark ergitme teknikleri kullanılarak elde edilen Inconel 718 süperalaşımının ısıtıl işlem sonrası 3 farklı bölgesinden aldıkları sertlik değerlerini 37.3 HRC, 41.67 HRC ve 44.2 HRC (351 HV, 393 HV ve 438 HV) olarak bildirmişlerdir. Tucho ve arkadaşları [178] ise seçici lazer ergitme yöntemi ile üretimini gerçekleştirdikleri numunelerin, ısıtıl işlem sıcaklığı ve süresine bağlı olarak sertlik değerlerinin 207-304 HV aralığında olduğunu bildirmişlerdir. Bu çalışmada elde edilen sertlik değerlerinin, literatür ile uyumlu olduğu görülmektedir.

### 5.7. Korozyon Özellikleri

Korozyon, malzemelerin buldukları ortamla kimyasal veya elektrokimyasal reaksiyona girerek bozunması ve meydana gelen değişimler neticesinde işlevini yitirmesi olayıdır. Metalin birim zamanda çözünme miktarı olarak tanımlanan korozyon hızı; kimyasal korozyonda kütle kaybı yöntemiyle, elektrokimyasal korozyonda ise Tafel ekstrapolasyon, lineer polarizasyon ve alternatif akım

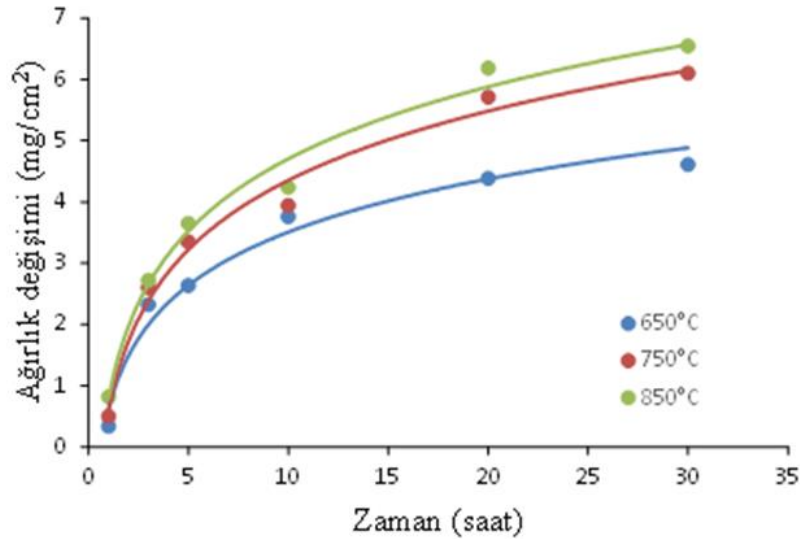
empedans ölçme yöntemleri ile belirlenmektedir. Kimyasal yöntemlerle korozyon hızının tespit edilmesi, korozif ortam içinde belirli bir süre bekletilen malzemelerin, bu süre zarfında meydana gelen ağırlık kayıplarının ölçülerek tayin edilmesi prensibine dayanmaktadır. Elektrokimyasal korozyonda ise korozyon mekanizmasındaki yükseltgenme ve indirgenme reaksiyonları sonucu oluşan elektrokimyasal düzeneğin potansiyeli ölçülerek korozyon hızı tespit edilebilmektedir. Bu çalışmada numunelerin korozyon özellikleri, sıcak korozyon ortamına maruz bırakılan numunelerin zamana bağlı olarak ağırlık değişimleri ile ve elektrokimyasal olarak Tafel bölgelerinin korozyon potansiyeline ekstrapolasyonu ile belirlenmiştir.

### 5.7.1. Sıcak korozyon özellikleri

Inconel 718 süperalaşımının geçmişten günümüze kullanım alanları incelendiğinde ticari olarak 1960'larda havacılık uygulamaları için kritik hareketli (dönen) parçalarda, kanatlarda, destek yapılarında ve basınçlı kaplarda en çok kullanılan alaşımlar olduğu görülmektedir. Günümüzde jet motor bileşenleri, ticari gaz türbinleri, nükleer yakıt elemanı ara parçaları, kriyojenik depolama tankları gibi uygulamalarda kullanım alanı bulmaktadır. Önümüzdeki 5 yıl için öngörülen Inconel 718 süperalaşımlarının "Düşük Maliyetli Yüksek Sıcaklık Yapı Malzemeleri" olarak gaz türbin motorlarından petro-kimya endüstrisine kadar geniş bir kullanım alanında değerlendirileceği yönündedir [179-181]. Gaz türbin motorları emilen havanın kompresörlerle sıkıştırılması ve yanma odasında yakıt ile karıştırılarak yakılması sonucu elde edilen yüksek basınç ve sıcaklıktaki gazların türbinler vasıtasıyla mekanik güce dönüştürülmesini sağlayan makinelerdir [182, 183]. Bu makineler kullanım alanlarındaki servis şartlarına bağlı olarak türbin motorlarının yakıtlarında bulunan Na, S ve V gibi saflığı bozan empürilerin düşük sıcaklıklarda (950°C) eriyen  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ve  $\text{V}_2\text{O}_5$  tuzlarının oluşması sonucu sıcak korozyon hasarlarına maruz kalmaktadır [148].

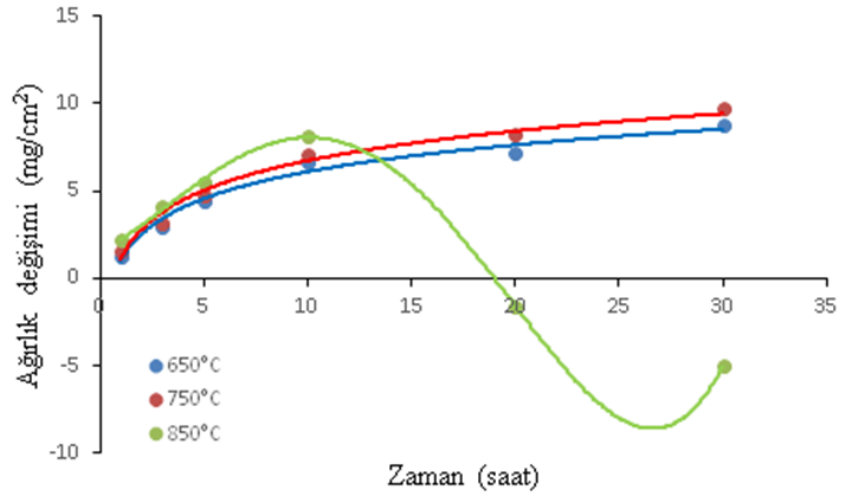
Bu çalışmada, yüksek sıcaklık malzemesi olarak tanımlanan In718 numunelerin sıcak korozyon davranışlarını belirlemek amacıyla gaz türbin motorlarının servis

şartları simule edilerek ağırlıkça %40 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + %60 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> karışım korozif tuz ortamı hazırlanmıştır. İki farklı başlangıç tozları kullanılarak iki farklı yöntemle üretilen ve çift yaşlanma ısıl işlemi gerçekleştirilen numuneler, bu tuz karışım içerisine gömülerek 650°C, 750°C ve 850°C'lerdeki sıcaklıklarda 1, 3, 5, 10, 20 ve 30 saat sürelerde bekletilerek izotermal sıcak korozyon çalışmaları ile ağırlık değişiminden korozyon hızı tespit edilmiştir. Şekil 5.24.'de Ticari In718 tozları kullanılarak ECAS yöntemi ile üretilen numunelerin sıcaklık ve süreye bağlı olarak ağırlık değişimleri verilmiştir. Sıcaklığın ve sürenin artışıyla birlikte numunelerin de ağırlık değişiminde artışın meydana geldiği görülmektedir. Numunenin 30 saat izotermal sıcak korozyon deneyleri sonunda 650, 750 ve 850°C sıcaklıklardaki ağırlık değişimleri sırasıyla yaklaşık olarak 4.5, 6 ve 6.5 mg/cm<sup>2</sup> olarak tespit edilmiştir.



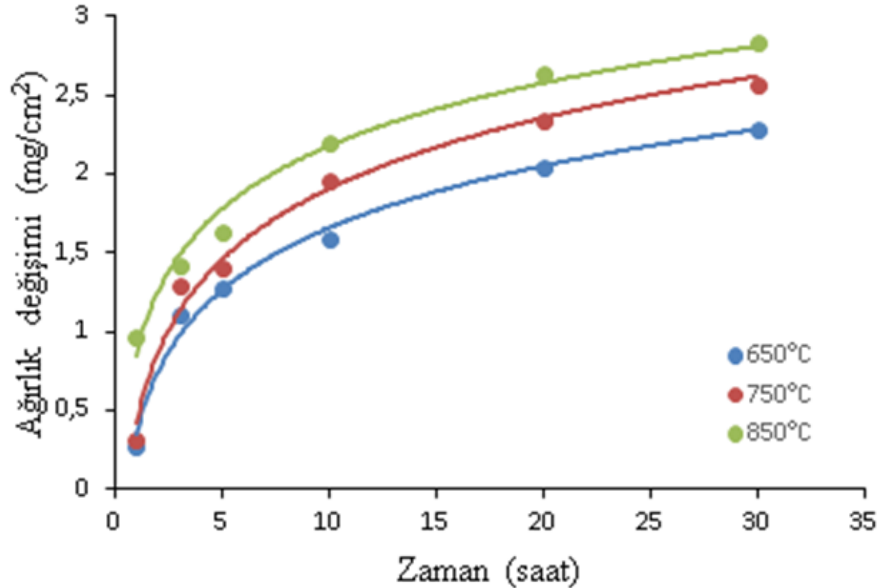
Şekil 5.24. ECAS tekniği ile üretilen Ticari In718 numunelerinin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları

Ticari In718 tozları kullanılarak geleneksel TM yöntemi ile üretilen numunelerin sıcaklık ve süreye bağlı olarak ağırlık değişimleri Şekil 5.25.'de verilmiştir. 650°C ve 750°C sıcaklıklarda sıcak korozyona maruz kalan numunelerde herhangi bir dökülmenin olmadığı görülmektedir. Ancak 850°C'de sıcak korozyona maruz kalmış numunede 10. saate kadar ağırlık artışı gözlemlenirken, 10. saatten sonra korozyon sonucu yüzeyde oluşan tabakaların dökülmesi ile ağırlığında ciddi bir azalmanın meydana geldiği görülmüştür.

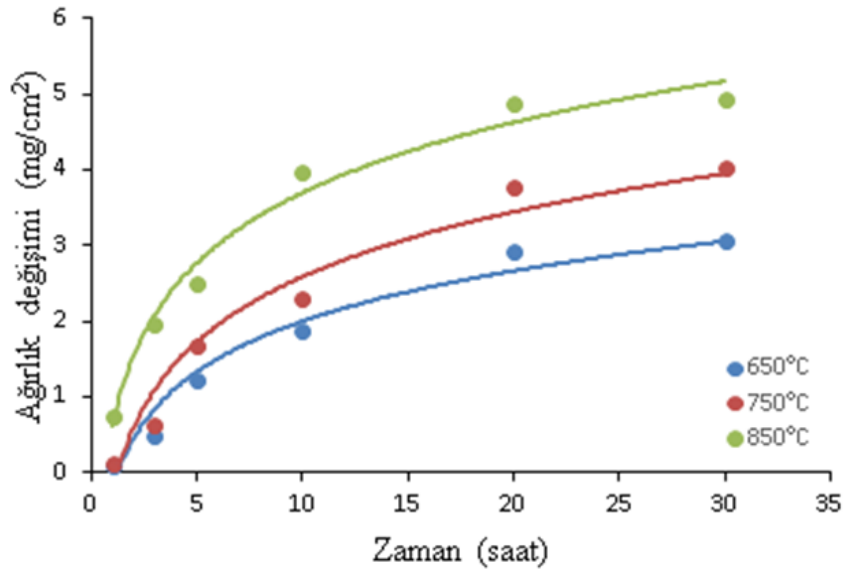


Şekil 5.25. Geleneksel TM ile üretilen Ticari In718 numunelerinin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları

Elementel toz karışımı kullanılarak ECAS yöntemi ve geleneksel TM tekniği ile üretilen numunelerin sıcaklık ve süreye bağlı olarak ağırlık değişimleri Şekil 5.26. ve Şekil 5.27.'da verilmiştir. Sıcaklığın ve sürenin artışıyla birlikte her iki grup numune için ağırlık değişim eğrilerinin parabolik değişime uygun olarak değiştiği görülmüştür.



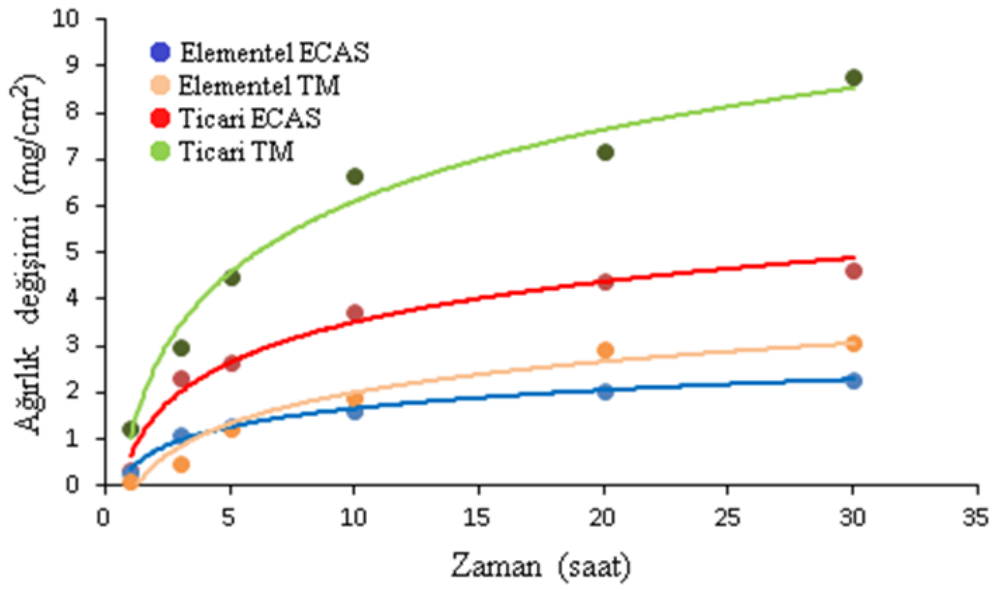
Şekil 5.26. ECAS tekniği ile üretilen elementel 718 numunelerinin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları



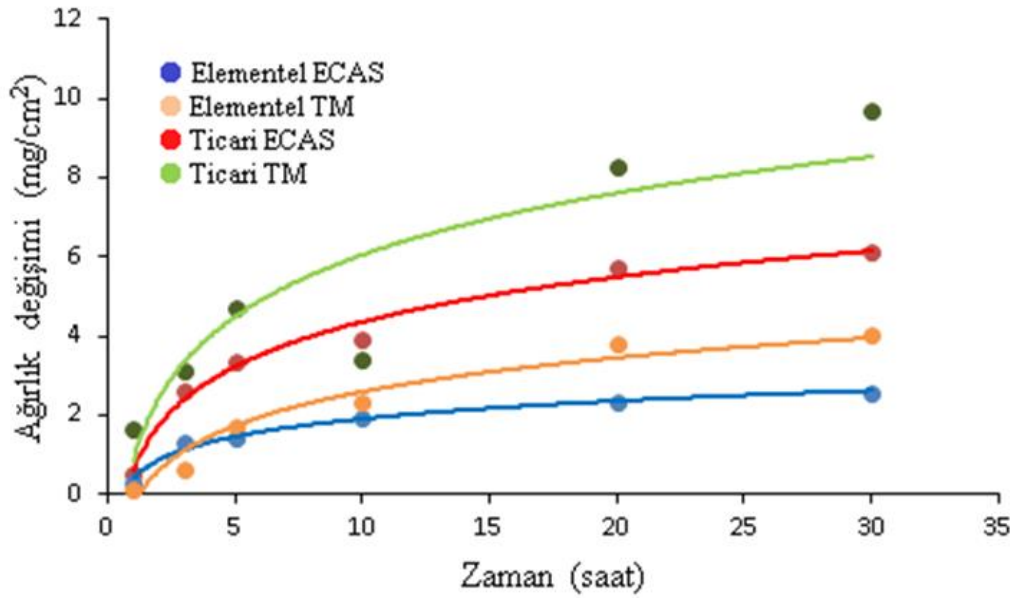
Şekil 5.27. Geleneksel sinterleme tekniği ile üretilen elementel 718 numunelerinin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları

İki farklı üretim yöntemi ve iki farklı toz karışımı kullanılarak üretilen numunelerin süreye bağlı olarak 650, 750 ve 850°C sabit sıcaklıklardaki, sıcak korozyon davranışları karşılaştırılmıştır. Şekil 5.28–5.30’da numunelerin bu sıcaklıklardaki süreye bağlı olarak ağırlık değişim grafikleri verilmiştir. Elementel toz karışım kullanılarak ECAS yöntemi ile üretilmiş numunelerin tüm test sıcaklıklarındaki ağırlık değişimi en az iken, Ticari tozlardan geleneksel TM yöntemi ile üretilmiş numunenin ağırlık değişiminin 650 ve 750°C en fazla olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca bu malzeme için sıcak korozyon sıcaklığı 850°C’ye çıkartıldığında 10 saat deney süresi sonunda yüzeyde oluşan tabaka kalınlıklarının artarak dökülmesi ile ağırlığının önemli ölçüde azaldığı görülmüştür. Ticari TM numunesi için hesaplamalar 10 saat korozyon süresi esas alınarak yapılmıştır.

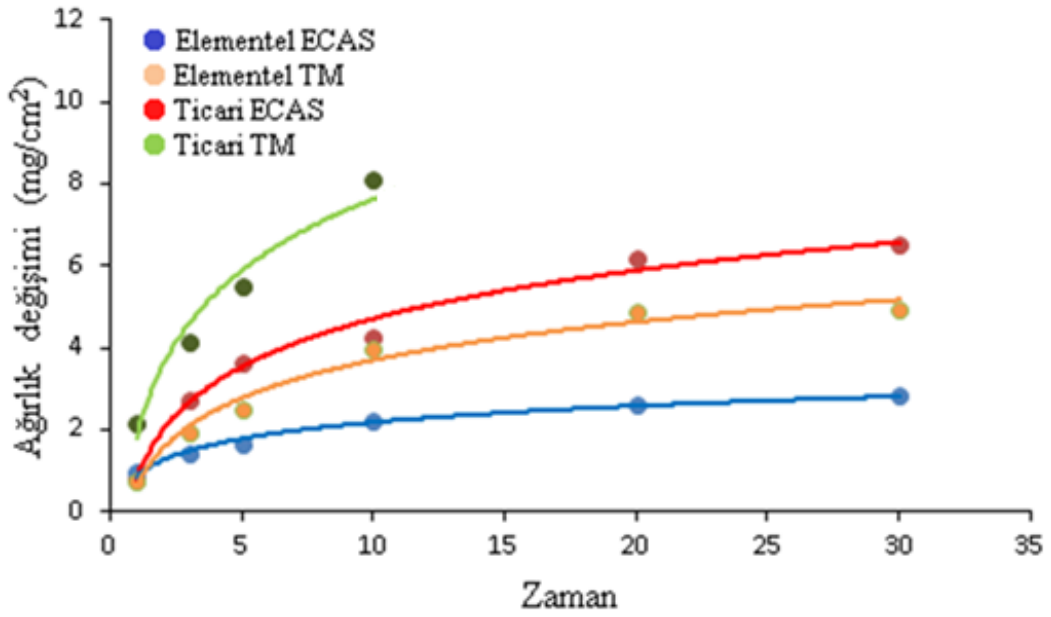
Numuneler üretim yöntemi ve kullanılan başlangıç malzemesi türüne göre farklı korozyon sıcaklıklarında benzer davranış göstermektedir. Dolayısıyla malzeme ve üretim yöntemine bağlı olarak korozyon özellikleri karşılaştırıldığında en iyiden en kötüye davranış sergileyen numuneler sırasıyla Elementel ECAS, Elementel TM, Ticari ECAS ve Ticari TM şeklindedir.



Şekil 5.28. 650°C sıcak korozyon sonrası numunelerin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları



Şekil 5.29. 750°C sıcak korozyon sonrası numunelerin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları



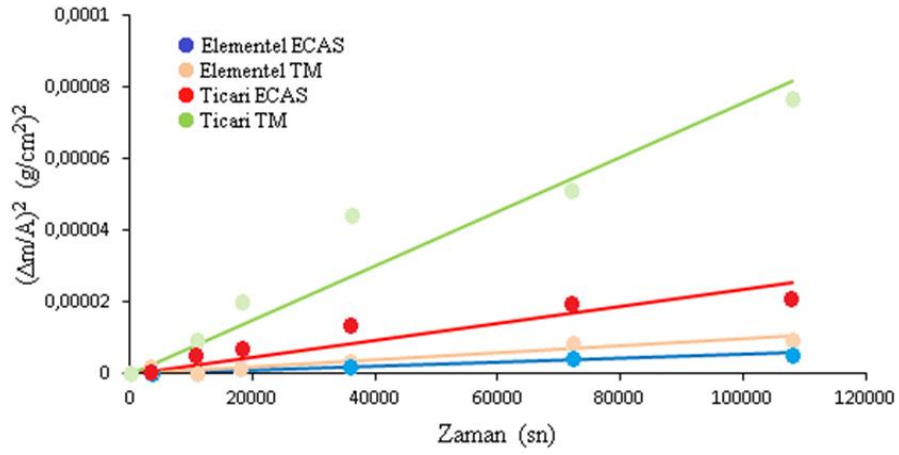
Şekil 5.30. 850°C sıcak korozyon sonrası numunelerin süre ve sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimi diyagramları

Numunelerin sıcak korozyon davranışlarını belirlemek için parabolik hız sabit değerleri eşitlik 5.1 esas alınarak hesaplanıp Tablo 5.5.'te verilmiştir.

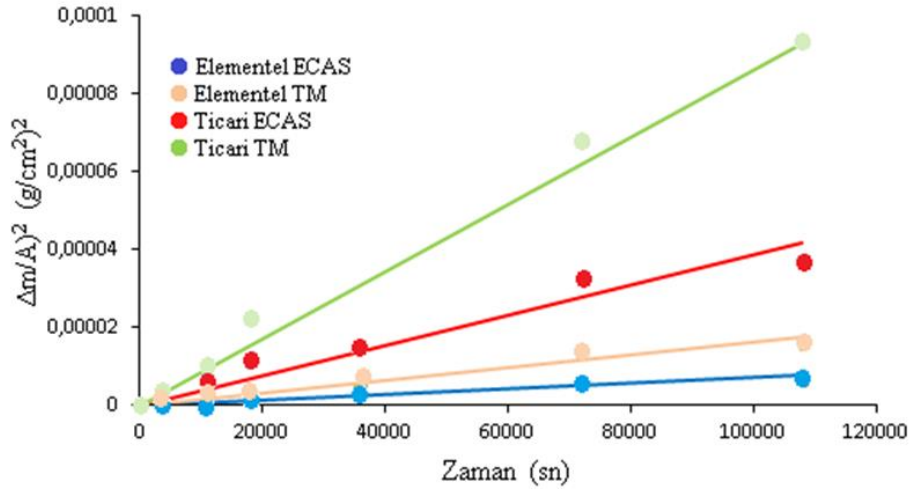
$$\left(\frac{\Delta m}{A}\right)^2 = k_p \cdot t \quad (5.1)$$

Burada,  $W$ , numunenin birim alandaki ağırlık değişimi ( $gcm^{-2}$ ),  $K_p$ , parabolik hız sabiti ( $g^2cm^{-4}s^2$ ),  $t$ , süre (sn). 650, 750 ve 850°C'de sıcak korozyona maruz bırakılmış farklı tozlar kullanılarak ECAS ve TM yöntemleri ile üretilmiş numunelerin parabolik hız sabit grafikleri Şekil 5.31.– Şekil 5.33.'de verilmiştir. Parabolik hız sabiti ile malzemenin korozyon davranışı arasında ters orantı olduğu bilinmektedir. Dolayısıyla 650, 750 ve 850°C'de sıcak korozyona maruz bırakılmış numuneler arasında Ticari In718 TM numunesi en kötü korozyon davranışına sahip iken elementel Inconel 718 ECAS numunesi en iyi korozyon davranışına sahip olduğu tespit edilmiştir.

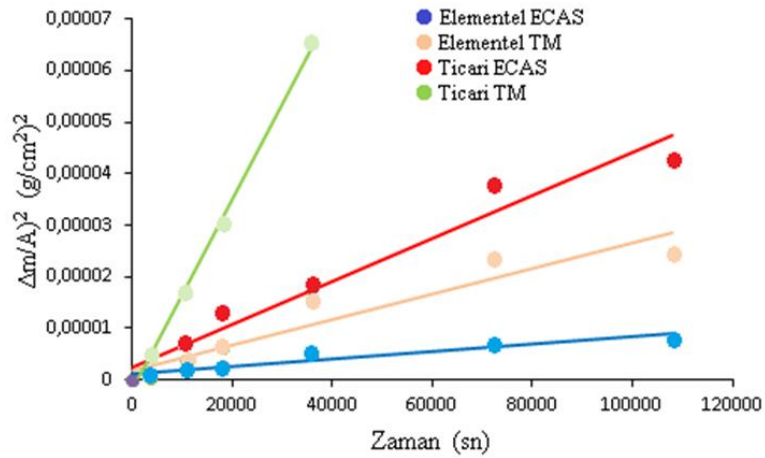




Şekil 5.31. 650°C sıcak korozyon sonrası numunelerin parabolik hız sabitleri



Şekil 5.32. 750°C sıcak korozyon sonrası numunelerin parabolik hız sabitleri

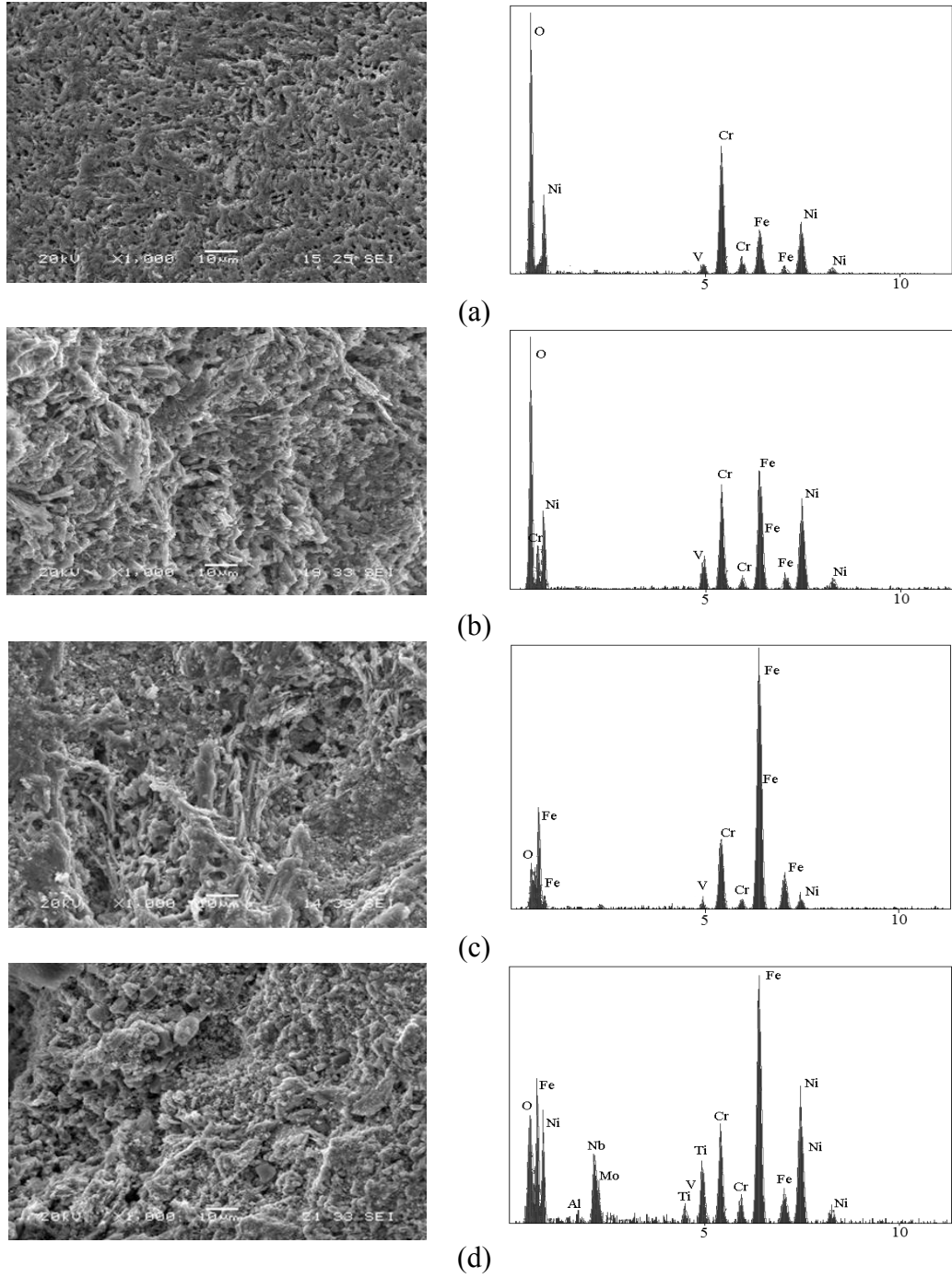


Şekil 5.33. 850°C sıcak korozyon sonrası numunelerin parabolik hız sabitleri

Tablo 5.4. Numunelerin parabolik hız sabit değerleri

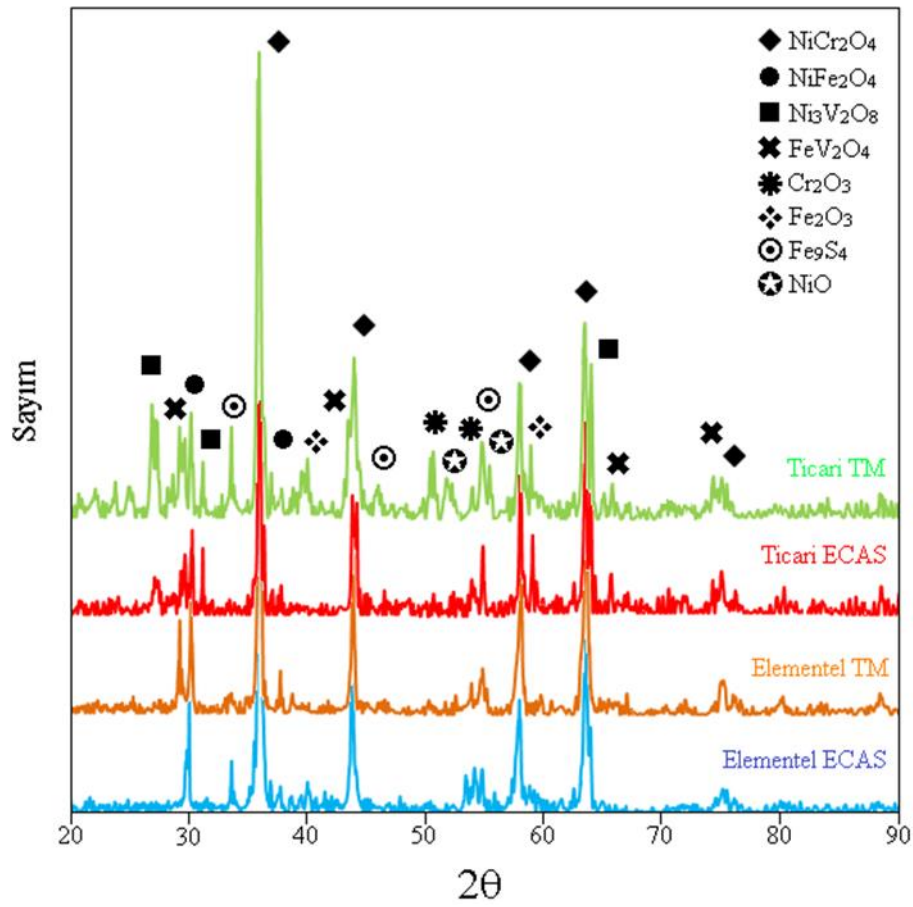
Malzeme	650°C		750°C		850°C	
	K <sub>p</sub>	R <sup>2</sup>	K <sub>p</sub>	R <sup>2</sup>	K <sub>p</sub>	R <sup>2</sup>
Elementel Inconel 718 ECAS	0,52	0,96	0,61	0,93	0,76	0,93
Elementel Inconel 718 TM	1,06	0,96	1,61	0,96	2,33	0,89
Ticari In718 ECAS	2,23	0,89	3,72	0,95	4,97	0,95
Ticari In718 TM	7,02	0,94	9,57	0,94	6,56	0,99

850°C'deki izotermal sıcak korozyon testine maruz bırakılmış numunelerin 30 saat bekleme süresi sonrasında numunelerin yüzey morfolojilerini incelemek ve yüzeyde oluşan korozyon ürünlerinin elementel dağılımını tespit etmek için SEM-EDS analiz incelemeleri yapılmış ve Şekil 5.34. (a-d)'de gösterilmiştir. Yüzey görüntülerinden sıcak korozyon sonrası numunelerin yüzeylerinin porozlu bir morfolojiye sahip olduğu görülmüştür. Ağırlık değişim eğrilerinden en az değişim gösteren Elementel ECAS numunesi (Şekil 5.34. (a)) yüzey karakteristiği olarak en iyi durumda olup yüzey bütünlüğünü korumuştur. Ticari TM numunesinin ise Şekil 5.36. (d) yüzey morfolojisi incelendiğinde yüzeydeki bozulmanın daha fazla olduğu ve bölgesel olarak dökülmelerin meydana geldiği görülmektedir. Kütle kaybı yöntemi ile korozyon hızının belirlenmesinde yüzeyin belirli yerlerinde gelişen ve homojen dağılım göstermeyen korozyon olayında, kütle kaybı fazla anlam ifade etmemektedir. Bölgesel olarak oluşan korozyon, malzemeyi belli bir noktadan delinmeye kadar götürebilirken, yüzeyin diğer kesimlerinde hiç hasar bırakmayabilmektedir. Bu nedenle kütle kaybı ile korozyon hızı belirlenmek istendiğinde, öncelikle korozyonun bölgesel mi yoksa homojen dağılımlı mı olduğu hakkında bilgi sahibi olmak gerekmektedir [184]. Dolayısıyla mikroyapı incelemeleri ile net bir şekilde görülen bölgesel değişimler Ticari TM numunesinin 850°C'lerde uzun süre kullanımına uygun olmadığını göstermiştir.



Şekil 5.34. 850°C'de 30 saat sıcak korozyona maruz bırakılan numunelerin SEM-EDS görüntüleri (a) Elementel ECAS, (b) Elementel TM, (c) Ticari ECAS, (d) Ticari TM

850°C'deki izotermal sıcak korozyon testine maruz bırakılmış numunelerin 30 saat bekleme süresi sonrasında numune yüzeyinde oluşan faz oluşumlarını tespit etmek için XRD difraksiyon analizi yapılmış ve Şekil 5.35.'de verilmiştir. XRD analiz sonucundan  $\text{NiCr}_2\text{O}_4$ ,  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  spin fazlarının yanı sıra  $\text{Ni}_3\text{V}_2\text{O}_8$ ,  $\text{FeV}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_9\text{S}_{10}$  ve  $\text{NiO}$  fazları tespit edilmiştir.



Şekil 5.35. 850°C’de 30 saat sıcak korozyona maruz bırakılan numunelerin XRD paternleri

Kamal ve arkadaşları [185], Superfer 800H süperalaşımının 900°C’de  $\text{Na}_2\text{SO}_4 + \%60\text{V}_2\text{O}_5$  sıcak tuz çözeltisi içerisindeki sıcak korozyon davranışlarını incelemiş, kp değerlerini 10 çevrim sonunda 1,684, 20 çevrim sonunda 2,931 ve 35 çevrim sonunda 2,437  $\text{g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^2$  olarak tespit etmişlerdir. Superfer 800H süperalaşımının kimyasal kompozisyonunu oluşturan elementler Inconel 718 süperalaşımıninkine benzer ve ihtiva ettiği Cr miktarı aynı olup, içeriğinde Nb ve Mo alaşım elementi bulunmamaktadır. Süperalaşımın sıcak korozyon direncini sağlayan ana elementin Cr olduğu ancak Ti, Al ve Nb elementlerinin sıcak korozyon direncini arttırmada önemli rol oynadığı bilinmektedir [186]. Dolayısıyla bu çalışmada elde edilen korozyon dirençlerinin Superfer 800H süperalaşımı ile karşılaştırıldığında yüksek olmasının nedeni olarak ihtiva ettiği Nb içeriği olduğu düşünülmektedir. Superfer 800H süperalaşımının XRD paternlerinden, bu çalışmada

tespit edilen fazlara benzer,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{NiO}$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  fazlarının ve spin  $\text{NiCr}_2\text{O}_4$  fazının oluştuğu belirlenmiştir.

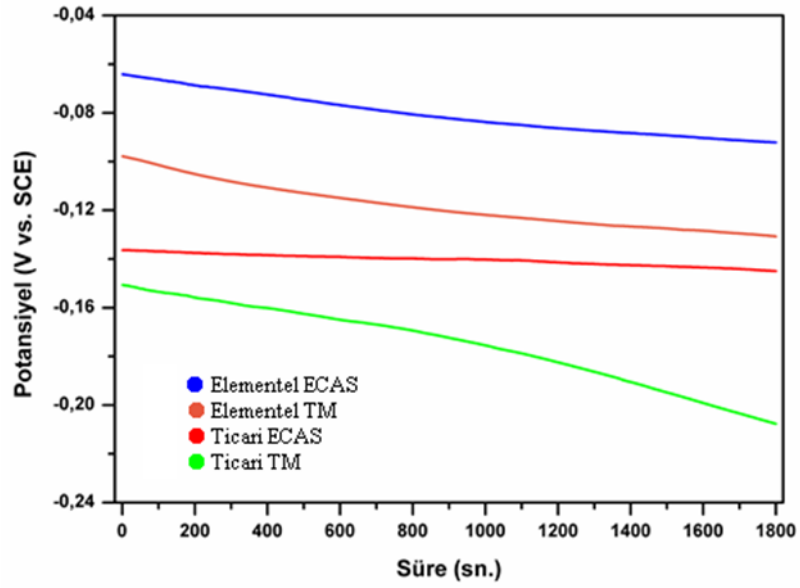
Son yıllardaki çalışmalar, gaz türbinlerinde kullanılmak üzere tasarlanan malzemelerin özellikle süperalaşımların kaplamalarla yüzey özelliklerinin geliştirilmesi sonucu sıcak korozyon dayanımlarının arttırılabileceği yönündedir [187-189]. Kamal ve arkadaşları [190], D-gun termal sprej prosesi ile  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ -NiCr kaplanmış ve kaplanmamış Superni 718 süperalaşımının  $900^\circ\text{C}$ 'de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ +%60 $\text{V}_2\text{O}_5$  sıcak tuz çözeltisi içerisindeki sıcak korozyon davranışları üzerine yaptığı çalışmada zamana bağlı ağırlık değişiminin yüzey alanına oranı incelendiğinde numune 25 çevrime kadar parabolik bir davranış sergilemiş ancak 25 çevrimden sonra ağırlığında hızlı bir şekilde düşme görülmüştür. Aynı malzemenin  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ -NiCr kaplama işlemi sonrası 50 çevrime kadar iyi bir korozyon dayanımı sergilediği, daha sonra özelliğini kaybettiği tespit edilmiştir. Kp değerleri incelendiğinde, kaplanmış numunenin 2,29 kaplanmamış numunenin 6,874  $\text{g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^2$  olduğu belirlenmiştir. XRD paternlerinden kaplanmamış numunede NiO,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ni}(\text{VO}_3)_2$ ,  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{NiCr}_2\text{O}_4$  ve  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  fazları tespit edilirken, kaplama sonrası numunede majör faz olarak NiO,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  ve  $\text{NiCr}_2\text{O}_4$  fazlarının oluştuğu belirlenmiştir. Sreedhar ve arkadaşları [191], standart kimyasal kompozisyona sahip Inconel 718 süperalaşımının yüzeyini farklı oranlarda NiCrAlY+(%25-50-75)YZS plazma sprej yöntemi ile kaplayarak ağırlıkça 1:1 oranında  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ + $\text{V}_2\text{O}_5$  sıcak tuz çözeltisi içerisindeki sıcak korozyon özelliklerini incelemişler, sonuç olarak termal çevrim ömrünü dolayısıyla bozulma direncini arttırmışlar ve Inconel 718 süperalaşımının  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ + $\text{V}_2\text{O}_5$  ortamındaki sıcak korozyon sonrası beklenen faz yapısı yanında  $\text{YVO}_4$  ve  $\text{ZrO}_2$  fazlarını da elde etmişlerdir.

Yüksek sıcaklık korozyonunun 4 aşamadan oluşan oluşum mekanizması incelendiğinde, ilk aşamada oksit tabakasının biraz büyümesi ve bölgesel parçalanmalardan dolayı yüzeyde pürüzlenmenin olması beklenmektedir. İkinci aşamada oksit tabakasının parçalanması devam ederek Cr tüketimi başlamakta ve üçüncü aşamada Cr miktarı oldukça azalmakta ve tükenen Cr elementi ile gözenekli bir yapı oluşmaktadır. Son aşamada ise dökülmeler ile birlikte malzeme kayıpları

meydana gelmektedir [192]. Ticari TM numunesinin 850°C’de 10 saat korozyona dayanım sergileyerek sürenin 10 saatin üzerine çıkmasıyla birlikte yüksek sıcaklık korozyonunun 4. aşamasına gelerek yüzeyinden kopmaların meydana gelmesi sonucu bozulduğu düşünülmektedir. Yapılan bu çalışmada, Ticari TM dışındaki numunelerin sıcak korozyon dayanımlarının benzer kimyasal kompozisyona yakın olan süperalaşım ile benzer, hatta Elementel ECAS numunesinin literatürdeki bazı çalışmalardan daha iyi sonuç verdiği görülmüştür.

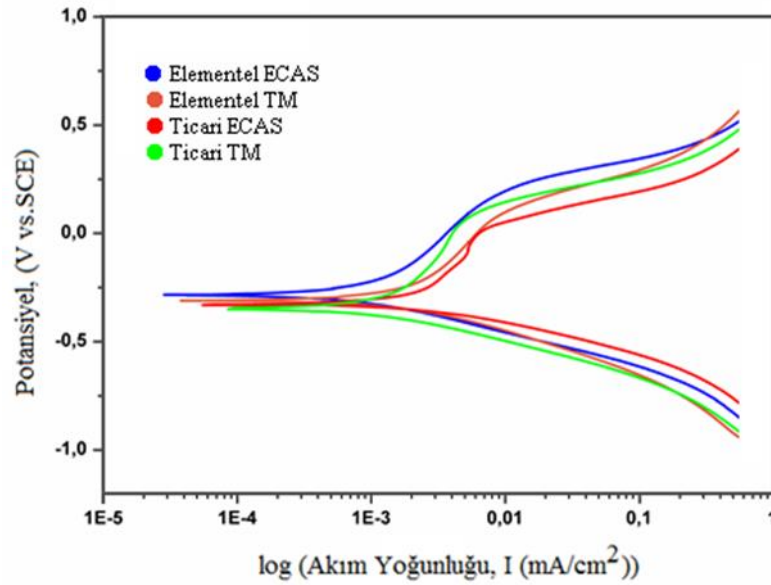
### 5.7.2. Elektrokimyasal korozyon özellikleri

Elementel toz karışım ve ticari toz kullanılarak iki farklı üretim yöntemi ile elde edilen numunelerin elektrokimyasal korozyon testleri ağı.%3,5 NaCl ve ağı.%10 NaNO<sub>3</sub> çözelti ortamında üç elektrot tekniği kullanılarak yapılmıştır. Elektrokimyasal korozyon deneyleri öncesi sistemin kararlı duruma gelmesi için -1V ve 1V aralığında 5 mV/sn tarama hızında 1800 saniye bekleme süresi sonunda numunelerin referans elektroda karşı açık devre potansiyelleri (OCP) belirlenmiştir. OCP ölçümleri sonrası -1V ve +1V aralığında 0,5 mV/sn tarama hızıyla Tafel eğrileri elde edilmiş, I<sub>corr</sub>, E<sub>corr</sub> ve korozyon hızı belirlenmiştir. Üretimi gerçekleştirilip ısıtma işlemi yapılan numunelerin ağı.%3,5 NaCl çözeltisindeki zamana bağlı olarak OCP ölçümlerine ait eğriler Şekil 5.36.’da ve akabinde elde edilen polarizasyon eğrileri Şekil 5.37.’de verilmiştir. OCP eğrilerinden Ticari TM numunesinin kararsız bir davranış sergilediği anlaşılırken diğer tüm numunelerin daha kararlı bir davranış sergilediği belirlenmiştir. OCP değerleri ile korozyon hızı arasındaki ilişki esas alındığında OCP değerlerinin pozitif değere yakın olması korozyona karşı direncin yüksek olduğu anlamına gelmekte, dolayısıyla en düşük korozyon hızının pozitif değere en yakın olan elementel tozlar kullanılarak ECAS yöntemi ile üretilen numunedan elde edildiği görülmüştür. Korozyon direncinin en iyiden en kötüye sıralaması yapıldığında Elementel ECAS numunesini takiben sıralama Elementel TM, Ticari ECAS ve Ticari TM şeklindedir.



Şekil 5.36. Üretilen numunelerin ısıtılma işlemi sonrası %3.5 NaCl çözeltisindeki OCP ölçümleri

Elementel Inconel 718 toz karışımının ECAS ve TM yöntemleriyle, Ticari In718 hazır tozlarının ECAS ve TM yöntemleriyle üretilmesi sonucu elde edilen numunelerin korozyon potansiyelleri sırası ile -0,2838mV, -0,3112mV, -0,3306mV ve -0,3498mV olarak ölçülmüştür. Bu potansiyellere bağlı korozyon akım yoğunlukları ise Gamry cihazı kullanılarak sırasıyla 1,28 mA/cm<sup>2</sup>, 1,35 mA/cm<sup>2</sup>, 1,47 mA/cm<sup>2</sup> ve 1,52 mA/cm<sup>2</sup> olarak hesaplanmıştır. Hesaplamalarda tafel yaklaşımı uygulanmıştır. Elde edilen korozyon değeri Tablo 5.5.'te verilmiştir. Tafel eğrilerinden elde edilen E<sub>corr</sub> değerlerinin sıfıra yakınlığı ve akım (I<sub>corr</sub>) değerlerinin düşük olması malzemenin korozyon direncinin yüksek olduğu anlamına gelmektedir [193]. Şekil 5.37.'de elementel toz karışımı kullanılarak hazırlanıp ECAS yöntemi ile üretilen numunenin diğer numunelere kıyasla daha yüksek korozyon potansiyeline ve daha düşük korozyon akım yoğunluğuna sahip olduğu ve bu numunenin korozyon hızının diğer numunelere göre daha düşük olduğu görülmüştür. Genel itibari ile elementel toz karışımı ile üretilen numuneler, ticari toz ile elde edilenlere göre daha iyi korozyon dayanımı sergilemekte ve en yüksek korozyon hızının dolayısıyla en düşük korozyon dayanımının Ticari TM numunesinde elde edildiği tespit edilmiştir.



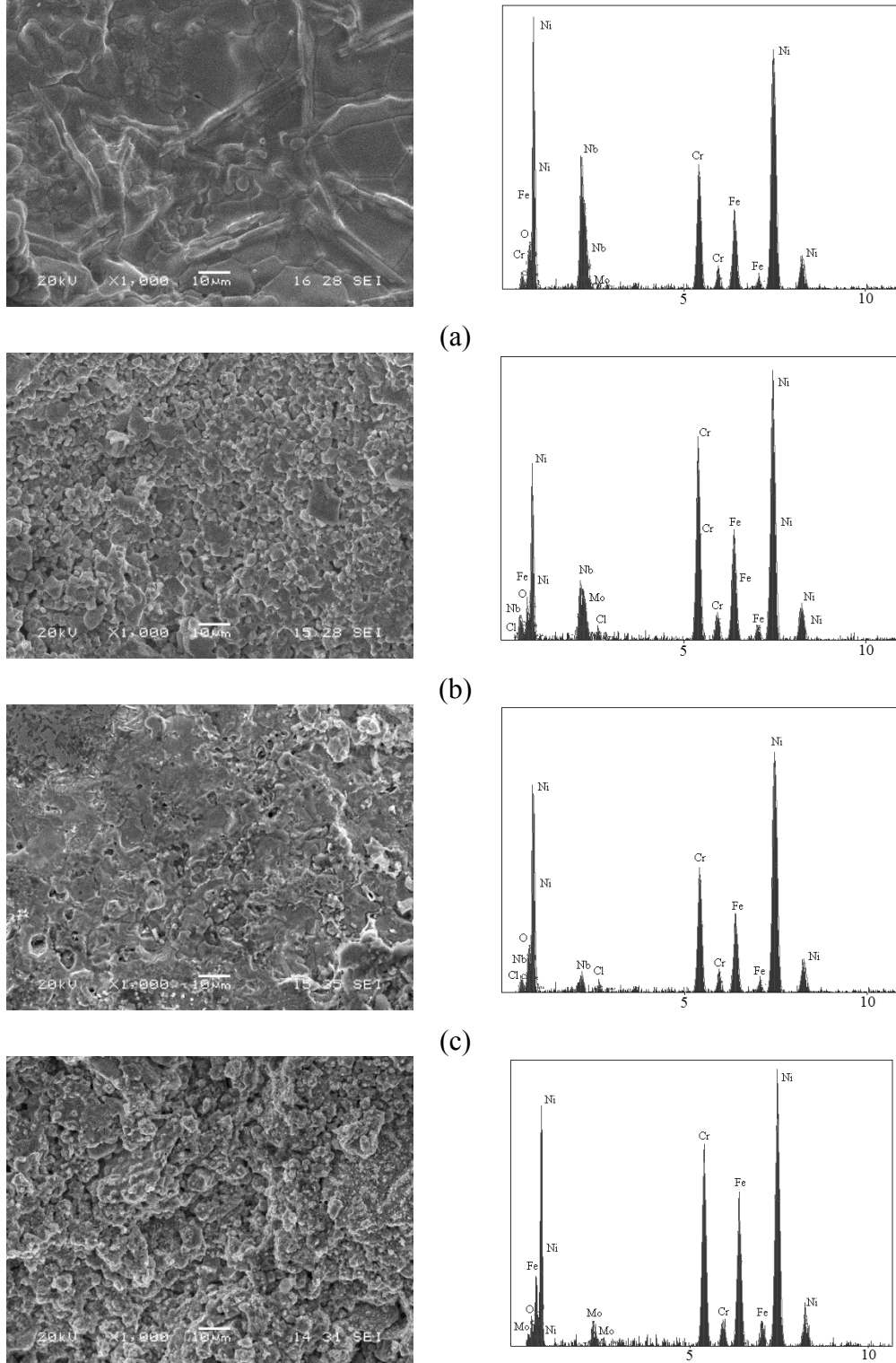
Şekil 5.37. Üretilen numunelerin ısıtılma işlemi sonrası %3.5 NaCl çözeltisindeki Tafel eğrileri

Tablo 5.5. Numunelerin %3.5 NaCl çözeltisi içindeki Tafel analiz sonuçları

Malzeme Türü	$E_{\text{corr}}$ (mV)	$I_{\text{corr}}$ (mA/cm <sup>2</sup> )	Korozyon Hızı (mpy)
Elementel ECAS	-0,2838	1,28	45,59
Elementel TM	-0,3112	1,35	65,93
Ticari ECAS	-0,3306	1,47	76,09
Ticari TM	-0,3498	1,52	77,82

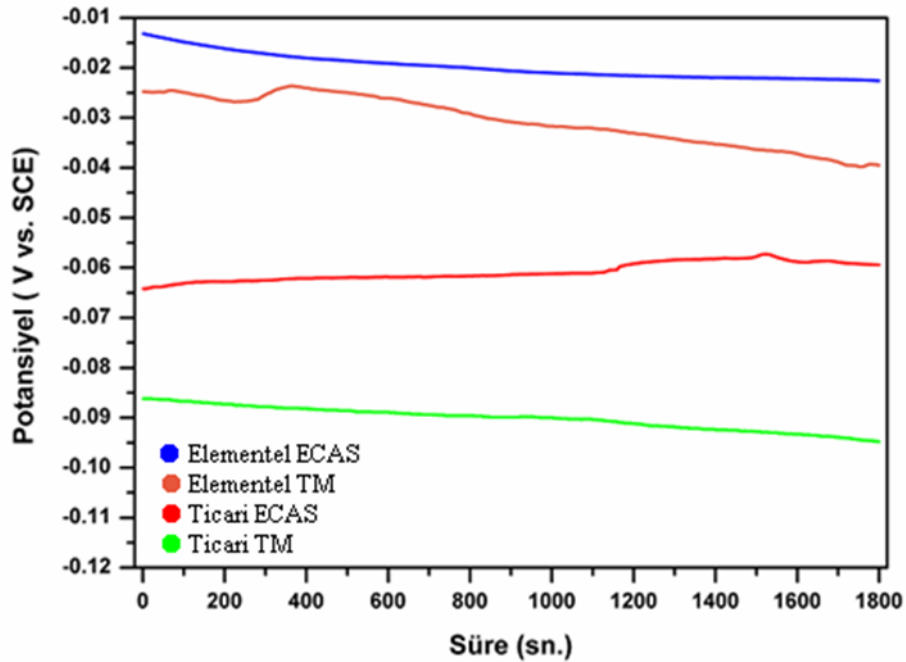
Numunelerin ağırlık %3,5 NaCl çözeltisi içerisinde gerçekleştirilen korozyon deneyleri sonrasında yüzeylerinde oluşan mikroyapı değişimleri ve elementel analizleri SEM-EDS analiz incelemeleri ile gerçekleştirilmiş ve Şekil 5.38.(a-d)'de gösterilmiştir. Ticari toz kullanılarak her iki yöntemle üretilen numunelerin elementel tozlar ile elde edilenlere kıyasla daha fazla korozyona uğradığı görülmüştür. Elementel ECAS numunesinin yüzey bütünlüğünü koruyarak korozyondan daha az etkilendiği gözlemlenmiştir. Numuneler korozyon direnci açısından iyiden kötüye doğru sıralandığında numunelerden alınan EDS analizlerinden Nb miktarının kötü olan numuneye doğru gidildikçe azaldığı görülmektedir.





(d)  
 Şekil 5.38. Numunelerin ağırlık %3.5 NaCl çözeltisi içindeki SEM-EDS analizleri (a) Elementel ECAS, (b) Elementel TM, (c) Ticari ECAS, (d) Ticari TM

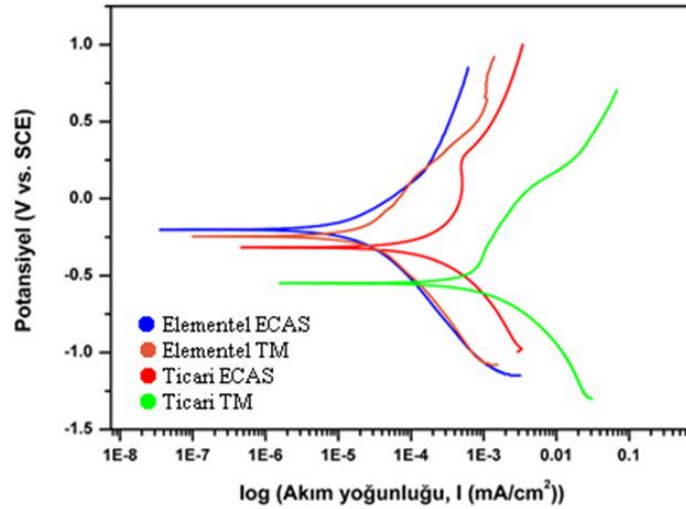
Elementel toz karışım ve ticari toz kullanılarak iki farklı üretim tekniği ile üretilen numunelerin ağı.%10 NaNO<sub>3</sub> çözeltisi içerisindeki korozyon davranışlarını belirlemek için üç elektrot tekniği kullanılarak elektrokimyasal testleri yapılmıştır. Ağı.%3,5 NaCl çözeltisinde gerçekleştirilen işlem adımları bu numuneler için de uygulanmış, -1V ve 1V aralığında 5 mV/sn tarama hızında 1800 saniye bekleme süresinde sistemin kararlı hale gelmesi sağlanmış ve açık devre potansiyelleri tespit edilmiştir. OCP ölçümleri sonrası -1V ve +1V aralığında 0,5 mV/sn tarama hızıyla Tafel eğrileri elde edilmiştir. Numunelerin OCP ölçümlerine ait eğriler Şekil 5.39.'da ve Tafel polarizasyon eğrileri Şekil 5.40.'da verilmiştir. OCP eğrilerinden tüm numuneler için sistemin kararlı duruma geldiği görülmüş ve OCP değerleri ile korozyon hızı arasındaki ilişki esas alındığında ağı.%3.5 NaCl çözeltisindeki korozyon davranışları ile benzer sonuçlar elde edilmiş, korozyon direnci en iyi olan numune Elementel ECAS iken korozyon dayanımı en kötü olan numune Ticari TM olarak belirlenmiştir.



Şekil 5.39. Üretilen numunelerin ısıtılma işlemi sonrası %3.5 NaCl çözeltisindeki OCP ölçümleri

OCP ölçümlerini takiben -1V ve +1V aralığında 0,5 mV/sn tarama hızıyla gerçekleştirilen korozyon deneyi sonrası oluşan Tafel eğrilerinden faydalanarak elde edilen korozyon değerleri Tablo 5.6.'da verilmiştir. Elementel Inconel 718 toz

karışımının ECAS ve TM yöntemleriyle, Ticari In718 hazır tozlarının ECAS ve TM yöntemleriyle üretilmesi sonucu elde edilen numunelerin korozyon potansiyelleri sırası ile -0,188mV, -0,202mV, -0,246mV ve -0,550mV olarak ölçülmüştür. Bu potansiyellere bağlı korozyon akım yoğunlukları ise Gamry cihazı kullanılarak sırasıyla 0,93 mA/cm<sup>2</sup>, 1,08 mA/cm<sup>2</sup>, 1,41 mA/cm<sup>2</sup> ve 5,56 mA/cm<sup>2</sup> olarak hesaplanmıştır. Numunelerin bu çözelti ortamındaki korozyon davranışları kıyaslandığında potansiyel değeri açısından sıfıra daha yakın, korozyon akımının ise daha düşük değere sahip olması neticesinde en iyi korozyon direnci sergileyen numunenin tüm korozif ortamlarda olduğu gibi Elementel ECAS numunesi olduğu belirlenmiştir.



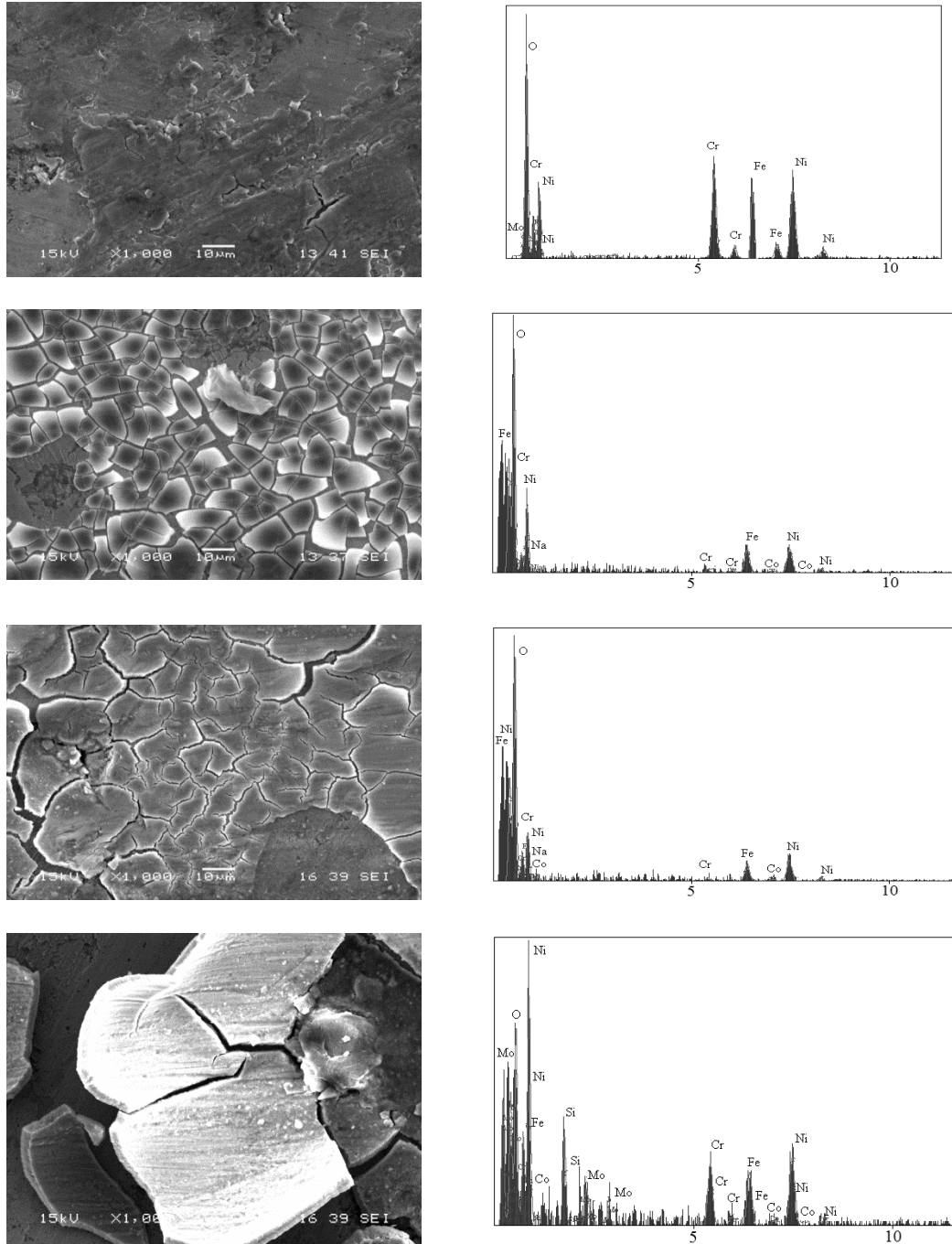
Şekil 5.40. Üretilen numunelerin ısl işlem sonrası %10 NaNO<sub>3</sub> çözeltisindeki Tafel eğrileri

Tablo 5.6. Numunelerin NaNO<sub>3</sub> çözeltisi içindeki Tafel analiz sonuçları

Malzeme Türü	E <sub>corr</sub> (mV)	I <sub>corr</sub> (mA/cm <sup>2</sup> )	Korozyon Hızı (mpy)
Elementel ECAS	-0,188	0,93	10,56
Elementel TM	-0,202	1,08	30,27
Ticari ECAS	-0,246	1,41	70,31
Ticari TM	-0,550	5,65	152,27

Numunelerin korozif ortam olarak ağırlıkça %10 NaNO<sub>3</sub> çözeltisi kullanılarak yapılan korozyon deneyleri sonrasında yüzeylerindeki mikroyapı değişimleri ve elementel analizleri SEM-EDS analiz incelemeleri ile yapılmış ve Şekil 5.41. (a-d)'de gösterilmiştir. Mikroyapı incelemelerinden numunelerin korozyona uğradığı, yüzeylerinde çatlaklı bir yapıda korozyon tabakasının oluştuğu görülmüştür.

Elementel ECAS numunesinin yüzeyinde oluşan korozyon ürünlerinin ve çatlak miktarının diğerlerine göre daha az olduğu tespit edilmiştir. Ticari TM numunesinde ise diğer numunelere göre korozyon hasarının daha fazla olduğu ve yüzeyde ayrılmaların olduğu görülmüştür. Numunelerin EDS analizlerinden yüzeylerinde ağ.%50 mertebesinde yoğun bir oksit tabakasının oluştuğu tespit edilmiştir.



Şekil 5.41. Numunelerin ağ.%10 NaNO<sub>3</sub>çözeltisi içindeki SEM-EDS analizleri (a) Elementel ECAS, (b) Elementel TM, (c) Ticari ECAS, (d) Ticari TM

Elektrokimyasal korozyon ortamları esas alınarak numunelerin çözeltiler içerisindeki korozyon davranışları incelendiğinde Ticari TM numunesi dışındaki numunelerin  $\text{NaNO}_3$  ortamında daha iyi sonuçlar verdiği görülmüştür. Elementel ECAS numunesinin  $\text{NaCl}$  ortamındaki korozyon hızı 45,59 mpy iken  $\text{NaNO}_3$  ortamındaki hızı 10,56 mpy seviyesindedir. Benzer özellik sergileyen Elementel TM ve Ticari ECAS numunelerinin  $\text{NaCl}$  ortamındaki korozyon hızları sırasıyla 65,93 ve 76,09 mpy iken  $\text{NaNO}_3$  ortamındaki korozyon hızları sırasıyla 30,27 mpy ve 70,31 mpy olarak tespit edilmiştir. Elementel toz karışım kullanılarak hazırlanıp ECAS yöntemi ile üretimi gerçekleştirilen numunenin diğer numunelere göre daha iyi korozyon davranışı sergilemesinin sebebinin ısıtılma sonrası çökelen  $\delta$  ve  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  fazları olduğu düşünülmektedir. You ve arkadaşları [194], Inconel 718 süperalaşımı üzerine yaptığı çalışmada  $\gamma'$  ve  $\gamma''$  fazlarının korozyon direncini olumsuz etkilediğini ve  $\delta$  fazının korozyon direncini arttırıcı özelliğe sahip olduğunu vurgulamaktadır.

Inconel 718 süperalaşımın elektrokimyasal korozyonu üzerine yapılan literatür incelemelerinde bu alaşımların özelliklerini belirlemek için ağırlık %3-3.5  $\text{NaCl}$  ve ağırlık %10  $\text{NaNO}_3$  çözeltilerinin kullanıldığı ve standart kimyasal kompozisyona sahip malzemelerde yaptığımız çalışma ile benzer davranış sergilediği belirlenmiştir [195-197].

## **BÖLÜM 6. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER**

### **6.1. Genel Sonuçlar**

Bu çalışmada, korozyon direncinin ön plana çıktığı ortamlarda yapısal malzeme olarak kullanılmak üzere ince tane boyutu ve üniform faz dağılımına sahip Inconel 718 süperalaşımının toz metalürjisine alternatif bir yaklaşım olan ECAS tekniği ile üretiminin gerçekleştirilmesine çalışılmıştır. Böylece diğer üretim yöntemleriyle ürün eldesinde karşılaşılan dezavantajların ortadan kaldırılması, talaşlı imalat gibi ikincil işlemlere duyulan gereksinimlerin minimize edilmesi ve kısa işlem süresi sayesinde üretim maliyetlerinin azaltılması amaçlanmıştır. Bu kapsamda elementel tozlardan stokiometrik bileşimine uygun olarak hazırlanmasıyla oluşturulan karışım tozu ve ticari olarak piyasadan temin edilen toz olmak üzere iki farklı toz kaynağı kullanılarak In718 süperalaşımının hem elektrik akımı destekli sinterleme hem de geleneksel TM yöntemi ile üretimleri gerçekleştirilmiştir.

Üretimde kullanılan tozların şeklinin belirlenmesi ve yüzey alanının büyüklüğünden dolayı saklama koşullarında oksitlenme olasılığı olan partiküllerin oksit içeriğinin tespit edilmesi amacıyla SEM-EDS analizleri yapılarak numune üretimindeki başlangıç toz özellikleri belirlenmiştir. Tozların homojen karışımını sağlamak için 600 rpm hızı ile 20 dk. mekanik karıştırma işlemine tabii tutulmuş ve toz karakterizasyonları DSC, XRD, SEM-EDS ve toz boyut dağılımı analizleri ile gerçekleştirilmiştir. Elementel tozların DSC analizinden 813.80°C’de ve ticari tozun DSC analizinden 825.50°C’de ekzotermik reaksiyon pikleri tespit edilmiştir.

Geleneksel TM yöntemi ile üretilen numuneler 150 MPa basınçta ön şekillendirilip 250 MPa basınç altında 150 sn. boyunca CIP işlemine tabii tutulmuştur. Sinterleme işlemi 1300°C’de 4 saat süre ile gerçekleştirilmiştir. ECAS yöntemi kullanıldığında

600 MPa basınçla şekillendirilip 1700-3500A akım aralığında 10 dk. gibi kısa bir sürede üretilmiştir. Üretilen Inconel 718 süperalaşmaları mukavemet, sertlik gibi mekanik özelliklerini geliştirmek ve optimum özellikleri elde etmek için argon atmosferinde ikili yaşlandırma adımından oluşan ısıl işleme tabii tutulmuştur.

Üretim sonrası ısıl işlemleri gerçekleştirilen numunelerin mikroskobik incelemelerinden ECAS tekniği ile üretilen numunenin iri tane yapısına sahip ve diğer numunelere göre yüksek yoğunluklu olduğu gözlenmiştir. Ticari toz kullanılarak ECAS tekniği ile üretilen numune de benzer yapıda olup nispeten düşük yoğunluktadır. Geleneksel TM yöntemi ile üretilen numunelerin ise eş eksenli tanelerin yanı sıra çubuksu görünüme benzer bir yapıdaki tanelere sahip olduğu gözlenmiştir. Mikroyapı görüntülerinden Ticari tozlar kullanılarak sinterlenen numunede çubuksu görünüme benzer yapıdaki tanelerin homojen dağılımlı olduğu ancak elementel toz karışımı kullanılarak sinterlenen numunede ise bu fazın daha az oranda ve homojen dağılım sergilemediği gözlenmiştir. XRD çalışmalarından elementel tozlar kullanılarak her iki yöntemle üretimi gerçekleştirilen numunelerde literatürde tanımlanan  $\gamma$ ,  $\delta$ , MC ve  $C_2O_3$  çökelti faz pikleri tespit edilmiş ancak ticari toz kullanılarak ECAS ile yapılan üretimde MC faz piki tespit edilememiş ve geleneksel TM ile üretilen numunede ise bu çökeltilerin pik şiddetlerinin zayıfladığı gözlenmiştir. Isıl işlem sonrası çökelti fazlarının XRD paternleri ile tespit edilmesi zor olduğundan üretilen numunelerin ısıl işlem sonrası DSC analizleri yapılmış ve numunelerde birbirine çok yakın sıcaklıklarda çökelti fazlarının oluştuğu tespit edilmiş ve bu sonuçlar literatür ile karşılaştırıldığında uyumlu olduğu görülmüştür. Elementel ECAS, Elementel TM, Ticari ECAS ve Ticari TM numunelerinin nispi yoğunlukları sırasıyla %98.96, %98.46, %97.94 ve %97.63 olarak hesaplanmıştır. Üretilen numunelerin mikrosertlik değerleri ısıl işlem öncesi 245.4 HV<sub>0.5</sub>, 214.5 HV<sub>0.5</sub>, 208.9 HV<sub>0.5</sub> ve 200.2 HV<sub>0.5</sub> mertebelerinde iken ısıl işlem sonrası ise 344.7 HV<sub>0.5</sub>, 331.6 HV<sub>0.5</sub>, 314.1 HV<sub>0.5</sub> ve 285.3 HV<sub>0.5</sub> olarak tespit edilmiştir.

Numunelerin korozyon davranışları %40Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+%60V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> tuz ortamında 650, 750 ve 850°C sıcaklıklarda 1, 3, 5, 10, 20 ve 30 saat sürelerde izotermal sıcak korozyon ve ağı.%3.5 NaCl ile ağı.%10 NaNO<sub>3</sub> çözeltileri içinde elektrokimyasal korozyon

testleri yardımıyla belirlenmiştir. Ağ.%3.5 NaCl çözeltisi ile yapılan elektrokimyasal korozyon sonrası Elementel ECAS, Elementel TM, Ticari ECAS ve Ticari TM numunelerinin korozyon hızları sırasıyla 45.59 mpy, 65.93 mpy, 76.09 mpy ve 77.82 mpy olarak belirlenirken, ağ.%10 NaNO<sub>3</sub> çözeltisi içindeki korozyon hızları sırasıyla 10.96 mpy, 30.27 mpy, 70.31 mpy ve 152.27 mpy olarak tespit edilmiştir. Bu numunelerin izotermal sıcak korozyon sonrası parabolik hız sabiti (kp) değerleri; sırasıyla 650°C için 0.52, 1.06, 2.23 ve 7.02 g<sup>2</sup>cm<sup>-4</sup>s<sup>2</sup>; 750°C için 0.61, 2.47, 4.41 ve 9.57 g<sup>2</sup>cm<sup>-4</sup>s<sup>2</sup>; 850°C için 0.93, 0.89, 0.95 ve 0.99 g<sup>2</sup>cm<sup>-4</sup>s<sup>2</sup> olarak belirlenmiştir. Genel olarak sonuçlar değerlendirildiğinde elementel tozlar kullanılarak ECAS tekniği ile üretilen numunelerin en iyi sonuçlara sahip olduğu tespit edilmiştir.

## 6.2. Öneriler

Bu çalışmada, Ticari In718 ve elementel tozlar kullanılarak elde edilen toz karışımlarından ECAS ve geleneksel TM yöntemleriyle Inconel 718 süperalaşımı üretilmiştir. Bu malzemelerin mikroyapısı, faz analizi, yoğunlukları, sertlik özellikleri, izotermal sıcak korozyon ve elektrokimyasal korozyon yöntemleriyle korozyon davranışları araştırılmıştır.

Bu malzemelerin kullanım alanlarından dolayı ECAS tekniği ile üretilen numunelerin sürünme, sıcak aşınma ve sıcak çekme davranışları incelenebilir.

Bu yöntemle üretilen Inconel 718 süperalaşımların yüzeyleri NiAl gibi intermetalik bileşiklerle veya ZrO<sub>2</sub> gibi seramiklerle kaplanarak servis şartlarındaki performans davranışları araştırılabilir.

Ayrıca bu alaşıma, karbon nano tüp, grafen gibi ilaveler yapılarak ECAS tekniği ile üretilebilirliği ve malzemenin mekanik ve elektrokimyasal özellikleri incelenebilir.



## KAYNAKLAR

- [1] Reed, R.C., The Superalloys Fundamentals and Applications. Cambridge University Press., pp. 1-14., 2006.
- [2] ay, V.V., Ozan, S., Speralařımlar ve Uygulama Alanları. Doęu Anadolu Blgesi Arařtırmaları., pp. 178-188., 2005.
- [3] Choudhury, I.A., El-Baradie, M.A., Machinability of nickel-base super alloys: a general review. Journal of Materials Processing Technology 77., pp. 278–284., 1998.
- [4] zdemir, ., Basın Destekli Yanma Sentezi ile retilen Ni-Al İntermetalik Malzemelere Kobalt İlavесinin Etkisinin İncelenmesi. Doktora Tezi, SA Fen Bilimleri Enstits., 2004.
- [5] Cho, H., Lee, D.M., Lee, J.H., Bang, K.H., Lee, B.W., Thermal Oxidation Behavior of Ceramic-Coated Ni-Cr-base superalloys. Surface&Coating Technology 202., pp. 5625-5628., 2008.
- [6] Rao, G., Kumar. M., Srinivas, M., Sarma, D.S., Effect of Standart Heat Treatment on The Microstructure and Mechanical Properties of Hot Isostatically Pressed Superalloy Inconel 718. Materials Science and Engineering A355., pp. 114-125., 2003.
- [7] Glsoy, H.., zbek, S., Gnay, V., Baykara, T., Mechanical Properties of Powder Injection Molded Ni-Based Superalloys. Advanced Materials Research., Vol. 278., pp. 289-294., 2011.
- [8] <http://www.specialmetals.com>, Eriřim Tarihi: 15.03.2011.
- [9] Penkala, H.J., Wosik, J., Filemonowicz, A., Quantitative Microstructural Characterization of Ni-Base Superalloys. Materials Chemistry and Physics 81., pp. 417-423., 2003.
- [10] Chen, Y.C., Liao, Y.S., Study on Wear Mechanisms in Drilling of Inconel 718 Superalloy. Journal of Materials Processing Technology 140., pp. 269-273., 2003.

- [11] Alniak, M.O., Bedir, F., Hot Forging Behavior of Nickel Based Superalloys Under Elevated Temperatures. *Materials and Design* 31., pp. 1588-1592., 2010.
- [12] Kasim, M.S., Haron, C.H, Ghani, J.A., Sulaiman, M.A., Yazıd, M.Z.A., Wear Mechanism and Notch Wear Location Prediction Model in Ball Nose End Milling of Inconel 718. *Wear.*, Vol. 302., pp. 1171-1179., 2013.
- [13] Rao, G.A., Srinivas, M., Sarma, D.S., Effect of Thermomechanical Working on The Microstructure and Mechanical Properties of Hot Isostatically Pressed Superalloy Inconel 718. *Materials Science and Engineering A383.*, pp. 201-212., 2004.
- [14] Ergin, N., Özdemir, Ö., An Investigation on TiNi Intermetallic Produced By Electric Current Activated Sintering. *Acta Physica Polonica A.*, Vol.123., pp. 248-249., 2012.
- [15] Orru, R., Licheri, R., Locci, A.M., Cincotti, A., Cao, G., Consolidation/Synthesis of Materials By Electric Current Activated/Assisted Sintering. *Materials Science and Engineering R63.*, pp. 127-287., 2009.
- [16] Wu, K., Liu, G., Hu, B., Li, F., Zhang, Y., Tao, Y., Liu, J., Solidification Characterization of a New Rapidly Solidified Ni-Cr-Co Based Superalloy. *Materials Characterization* 73., pp. 68-76., 2012.
- [17] Arslan, G., Characterization of Cyclic Crack Growth Behaviour of Nickel Base Superalloys at Elevated Temperatures. Master's Thesis, Middle East Technical University., 1993.
- [18] Chu, Z., Yu, J., Sun, X., Guan, H., Hu, Z., Tensile property and deformation behavior of a directionally solidified Ni-base superalloy. *Materials Science and Engineering A* 527., pp. 3010–3014., 2010.
- [19] Grasso, S., Sakka, Y., Maizza, G., Electric Current Activated/Assisted Sintering (ECAS): a review of patents 1906-2008. *Sci. Technol. Adv. Mater.* 10, pp. 1-24, 2009.
- [20] Wang, Q., Sun, D.L., Na, Y., Zhou, Y., Han, X.L., Wang, J., Effects of TIG Welding Parameters on Morphology and Mechanical Properties of Welded Joint of Ni-base Superalloy. *Procedia Engineering* 10., pp. 37–41. 2011.
- [21] Altın, A., Nikel Esaslı Inconel 718 Süper Alaşımının İşlenebilirliğinin İncelenmesi. Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü., 2005.
- [22] <http://www.ipmd.net/articles/001700.html>, Erişim Tarihi: 06.08.2012.

- [23] Sims, C.T., A History of Superalloys Metallurgy for Superalloys Metallurgist. General Electric Company, Schenectady., pp. 399-419., 1984.
- [24] Charre, M.D., Microstructure of Superalloys. CRC Press, pp. 1-12., 1997.
- [25] Tatlı, D., Nikel Esaslı Inconel 718 Süper Alaşımının Tornalanmasında Yüzey Pürüzlülüğünün İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü., 2010.
- [26] Geddes, B., Leon, H., Huang, X., Superalloys, Alloying and Performance. The Materials Information Society., pp: 9-12., 2010.
- [27] Altınçekiç, A., Evolution Of Precipitate Microstructure In The Superalloy In7381C During Compression Creep. Master of Science, Boğaziçi University, Mechanical Engineering., 2008.
- [28] Odabaşı, A., Süper Alaşımların Karbondioksit Lazer Kaynak Şartlarının Optimizasyonu. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü., 2010.
- [29] Knezevic, M., Carpenter, J.S., Lovato, M.L., McCabe, R.J., Deformation behavior of the cobalt-based superalloy Haynes 25: Experimental characterization and crystal plasticity modeling. Acta Materialia 63., pp. 162-168, 2014.
- [30] Ping, D.H., Cui, C.Y., Gu, Y.F., Harada, H., Microstructure of a Newly Developed  $\gamma'$  strengthened Co-base Superalloys. Ultramicroscopy 107., pp. 791-795, 2007.
- [31] Muralı, A., Phase and Residual Stress Analysis of Alloys 600/82 Used in Nuclear Reactor Components. Master of Science, The University of Manchester, 2016.
- [32] Davis, J.R., Alloying; Understanding The Basics. The Materials International Society., pp. 255-303, 2001.
- [33] Kovan, V., Oksit Dispersiyon Sertleşmesi Yapılmış NiCr8020 (2.4869) Nikel Esaslı Süper Alaşımın Termomekanik Yorulma Davranışının Belirlenmesi. Doktora Tezi, Pamukkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2006.
- [34] Abbadi, M., Hohner, P., Belouettar, S., Zenasmi, M., Fatigue Crack Growth in Nickel Based Superalloys at Elevated Temperatures. Materials and Design 32., pp. 2710-2716, 2011.
- [35] Kim, C., Creep Damage Characterization of Ni-based Superalloy by Acoustic Nonlinearity. Progress in Natural Science: Materials International 22(4)., pp. 303–310, 2012.

- [36] Maralcan, C., Nikel Esaslı Süper Alaşımların Endüstriyel Gaz Türbinlerinde Kullanım Sürelerinin Mikroyapıları Üzerine Etkisinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2008.
- [37] Zhang, M., Li, F., Wang, L., Wang, S., Investigations of Inhomogeneous Mechanical Properties and Plastic Deformations in HIPed P/M Nickel-base Superalloy FGH96 by Using Micro-Indentation Methods. *Materials Science & Engineering A* 556., pp. 233–245, 2012.
- [38] Huron, E.S., Reed, R.C., Hardy, M.C., Mills, M.J., Montero, R.E., Portella, P.D., Telesman, J., *Superalloys 2012*, Wiley TMS, pp. 1-178, 2012.
- [39] Kutz, M., *Handbook of Materials Selections*, Wiley Second Edition., pp.293-335, 2002.
- [40] Lin, Y.C., Wen, D., Deng, J., Liu, G., Chen, J., Constitutive Models For High-Temperature Flow Behaviors Of A Ni-Based Superalloy. *Materials and Design*., pp. 1-33, 2014.
- [41] <http://alloy.hpalloy.com/category/corrosion-resistant-alloys>, Erişim Tarihi: 12.10.2013.
- [42] Davis, J.R., *Nickel, Cobalt and Their Alloys*. ASM Specialty Handbook, pp.100-103., 2000.
- [43] Erdeniz, D., *The Precipitate Evolution In The Nickel Based Superalloy In738IC*. Master of Science., Ege University., 2005.
- [44] Erdoğan, M., Çakmakkaya, M., Erol, A., Katkı Elementlerinin Süper Alaşımlara Kazandırdığı Genel Özellikler. *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi*, pp.41-46., 2005.
- [45] Harada, H., Yamazaki, M., Koizumi, Y., Sakuma, N., Furuya, N., Kamiya, H., *Alloy Design For Nickel-Base Superalloys*. *High Temperature Alloys For Gas Turbines*., pp. 721-735., 1982.
- [46] Dong, J., Bi, Z., Wang, N., Xiel, X., Wang, Z., *Structure Control Of A New Type High Cr Superalloy*. *The Minerals, Metals&Materials Society*., pp. 41-50. 2008.
- [47] Shi, Z., Li, J., Liu, S., Han, M., *High Cycle Fatigue Behavior Of The Second Generation Single Crystal Superalloy DD6*. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 21., pp.998-1003., 2011.
- [48] Yang, Z.G., Stevenson, J.W., Paxton, D.M., Singh, P., Weil, K.S., *Materials Properties Database For Selection Of High Temperature Alloys And Concepts Of Alloy Design For SOFC Applications*. Pacific Northwest

- [49] National Laboratory., pp.2-41., 2002.  
Davis, J.R., Heat Resistant Materials.ASM The Materials Information Society, pp.225., 1997.
- [50] Zhang, S., Zhao, D., Aerospace Materials Handbook. CRC Press., pp.151-236., 2012.
- [51] Kablov, E.N., Petrushin, N.V., Physicochemical And Technological Features Of Creating Metal Based High Superalloys. Pure Appl. Chem Vol. 76., pp. 1679-1689.
- [52] Petronic, S., Milosavljevic, A., Heat Treatment Effect on Multicomponent Nickel Alloys Structure. FME Transactions 35., pp.189-193., 2007.
- [53] Colombo, D., Nickel Based Superalloys And Their Application In The Aircraft Industry Ders Notlari. Universita' Degli Studi Di Trento., 2006.
- [54] Dong, X., Zhang, X., Du, K., Zhou, Y., Jin, T., Ye, H., Microstructure Of Carbide At Grain Boundaries In Nickel Based Superalloys. J. Mater. Sci. Technol. 11., pp. 1031-1038., 2012.
- [55] Lin, Y.C., Deng, J., Jiang, Y., Wen, D., Liu, G., Hot Tensile Deformation Behaviors And Fracture Characteristics Of A Typical Ni Based Superalloys. Materials and Design 55., pp. 949-957., 2014.
- [56] Choudhury, I. A., Machinability Studies of High Strength Materials and the Development of A Data Base System. PhD Thesis., Dublin City University., 1995.
- [57] Radavich, J.F., The Physical Metallurgy Of Cast And Wrought Alloy 718. The Minerals, Metals & Materials Society., pp. 229-240., 1989.
- [58] Campbell, F.C., Manufacturing Technology For Aerospace Structural Materials. BH Press., pp. 213-248., 2006.
- [59] Pollock, T.M., Tin, S., Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure, and Properties. Journal Of Propulsion And Power Vol.22., pp.361-374., 2006.
- [60] Mitchel, A., Solidification In Remelting Processes. Materials Science and Engineering A 413-414., pp.10-18., 2005.
- [61] Kennedy, R.L., Jones, R.M.F., Davis, R.M., Benz, M.G., Carter, W.T., Superalloys made by conventional vacuum melting and a novel spray forming process. Pergamon S0042-207X., pp.819-824., 1996.

- [62] Otuboa, J., Rigob, O.D., Netoa, C.M., Mei, P.R., The effects of vacuum induction melting and electron beam melting techniques on the purity of NiTi shape memory alloys. *Materials Science And Engineering A* 438-440., pp. 679-682. 2006.
- [63] Muzyka, D.R., *Physical Metallurgy And Effect Of Process Variables On The Microstructure Of Wrought Superalloys*. American Society For Testing And Materials., pp. 526-546. 1979.
- [64] Schonfeld, K.H., Donth, B., Cambi, M.G., Thamboo, S.V., Manning, M.P., *Manufacturing And Properties Of A Large Alloy 706 Disc Made By The Open Die Forging Process*. The Minerals, Metals & Materials Society., pp.185-192., 2001.
- [65] Gessinger, G.H., *Powder Metallurgy Of Superalloys*. BMM Press., pp.19-89., 1984.
- [66] Tien, J.K., Caulfield, T., *Superalloys, Supercomposites And Superceramics*. Materials Science Series., pp.237-279. 2012.
- [67] Thellaputta, G.R., Bose, P.S.C., Rao, C.S.P., *Machinability of Nickel Based Superalloys: A Review*, *Materials Today: Proceedings* 4., pp.3712-3721. 2017.
- [68] Maj, J., Zdunek, J., Gizynski, M., Mizera, J., Kurzydowski, K.J., *Statiscal Analysis of the Portevin Le-Chatelier Effect in Inconel 718 at High Temperature*. *Materials Science&Engineering A*., pp. 1-14. 2014.
- [69] Wei, X., Zheng, W., Song, Z., Lei, T., Yong, Q., Xie, Q., *Elemental Partitioning Characteristics of Equilibrium Phases in Inconel 718 Alloy at 600-1100°C*. *Journal of Iron and Steel Research, International*., pp.88-94. 2013.
- [70] Sui, F., Xu, L., Chen, L., Liu, X., *Processing Map For Hot Working of Inconel 718 alloy*. *Journal of Materials Processing Technology* 211., pp.433-440. 2011.
- [71] Gao, P., Zhang, K., Zhang, B., Jiang, S., Zhang, B., *Microstructure and High Temperature Mechanical Properties of Electron Beam Welded Inconel 718 Superalloy Thick Plate*. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 21. pp.315-322. 2011.
- [72] Thomas, A., El-Wahabi, M., Cabrera, J.M., Prado, J.M., *High Temperature Deformation of Inconel 718*. *Journal of Materials Processing Technology* 177. pp.469-472. 2006.

- [73] Zhang, S., Zhang, H., Cheng, M., Tensile Deformation and Fracture Characteristics of Delta-Processed Inconel 718 Alloy at Elevated Temperature. *Materials Science and Engineering A* 528. pp.6253-6258. 2011.
- [74] Ankit, K., Prasad, N., Simulation of Creep Cavity Growth in Inconel 718 Alloy. *Materials Science and Engineering A* 528. pp.4209-4216. 2011.
- [75] Chamanfar, A., Sarrat, L., Jahazi, M., Asadi, M., Weck, A., Koul, A.K., Microstructural Characteristics of Forged and Heat Treated Inconel 718 disks. *Materials and Design* 52. pp.791-800. 2013.
- [76] Wang, H.P., Zheng, C.H., Zou, P.F., Yang, S.J., Hu, L., Wei, B., Density determination and simulation of Inconel 718 alloy at normal and metastable liquid states. *Journal of Materials Science & Technology* 34. pp.436-439. 2018,
- [77] <http://www.specialmetals.com/documents/Inconel%20alloy%20718.pdf>, Erişim Tarihi: 07.03.2012.
- [78] Zhang, H., Zhang, S., Cheng, M., Li, Z.X., Deformation Characteristics of  $\delta$  Phase in The Delta Processed Inconel 718 Alloy. *Materials Characterization* 61. pp.49-53. 2010.
- [79] Jeong, D., Choi, M., Goto, M., Lee, H., Kim, S., Effect of Service Exposure on Fatigue Crack Propagation of Inconel 718 Turbine Disc Material at Elevated Temperatures. *Alloy. Materials Characterization* 95. pp.232-244. 2014.
- [80] Akça, E., Gürsel, A., A Review on Superalloys and IN718 Nickel-Based Inconel Superalloy. *Periodicals of Engineering and Natural Sciences* Vol.3. pp.15-27. 2015.
- [81] Slama, C., Abdellaoui, M., Structural Characterization Of The Aged Inconel 718. *Journal Of Alloys And Compounds* 306., pp. 277-284. 2000.
- [82] Jafarian, F., Ciaran, M.I., Umbrello, D., Arrozola, P.J., Filice L., Amirabadi H., Finite Element Simulate of Machining Inconel 718 Alloy Including Microstructure Changes. *International Journal of Mechanical Sciences* 88. pp.110-121. 2014.
- [83] Chang, L., Sun, W., Cui, Y., Zhang, F., Yang, R., Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of The Hot Isostatic Pressed Inconel 718 Powder Compact. *Journal Of Alloys And Compounds* 590., pp. 227-232. 2014.

- [84] Zhou, J., Bushlya, V., Peng, R.L., Chen, Z., Johansson, S., Stahl, J.E., Analysis of Subsurface Microstructure and Residual Stresses in Machined Inconel 718 With PCBN and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC<sub>w</sub> Tools. *Procedia CIRP* 13. pp.150-155. 2014.
- [85] Hong, J.K., Park, J.H., Park, N.K., Eom, I.S., Kim, M.B., Kang, C.Y., Microstructures and Mechanical Properties of Inconel 718 Welds by CO<sub>2</sub> Laser Welding. *Journal Of Materials Processing Technology* 201. pp.515-520. 2008.
- [86] Lambarri, J., Leunda, J., Navas, V.G., Soriano, C., Sanz, C., Microstructural and Tensile Characterization of Inconel 718 Laser Coatings For Aeronautic Components. *Optics and Lasers in Engineering* 51. pp.813-821. 2013.
- [87] Zhou, J.M, Bushlya, V. Stahl, J.E., An Investigation of Surface Damage in The High Speedf Turning of Inconel 718 With Use of Whisker Reinforced Ceramic Tools. *Journal of Materials Processing Technology* 212. pp.372-384. 2012.
- [88] Kuo, C.M., Yang, Y.T., Bor, H.Y., Wei, C.N., Tai, C.C., Aging Effects on The Microstructure and Creep Behavior of Inconel 718 Superalloy. *Materials Science and Engineering A* 510-511. pp 289-294. 2009.
- [89] Bhaduri, D., Soo, S.L., Novovic, D., Aspinwall, D.K., Harden, P., Waterhouse, C., Bohr, S., Mathieson, A.C., Lucas, M., Ultrasonic Assisted Creep Feed Grinding of Inconel 718. *Procedia CIRP* 6. pp 615-620. 2013.
- [90] Rao, G.A., Srinivas, M., Sarma, D.S., Influence Of Modified Processing On Structure And Properties Of Hot Isostatically Pressed Superalloy Inconel 718. *Materials Science and Engineering A* 418, pp.282-291., 2006.
- [91] Cao, J., Wang, Y.F., Song, X.G., Li, C., Feng, J.C., Effects of post-weld heat treatment on microstructure and mechanical properties of TLP bonded Inconel 718 superalloy. *Materials Science & Engineering A590.*, pp.1-6., 2014.
- [92] Thomas, A., Wahabia, M., Cabreraa, J.M., Prado, J.M., High Temperature Deformation Of Inconel 718. *Journal Of Materials Processing Technology* 177., pp.469-472., 2006.
- [93] Zhanga, H.Y., Zhanga, S.H., Chenga, M., Lib, Z.X., Deformation characteristics of  $\delta$  phase in the delta-processed Inconel 718 alloy. *Materials Characterization* 61., pp. 49-53., 2010.
- [94] Brooks, J.W., Forging of Superalloys. *Materials and Design* 21. pp.297-303. 2000.



- [95] Li, X.Q., Xin, H.W., Hu, K., Li, Y.Y., Microstructure and Properties of Ultra-Fine Tungsten Heavy Alloys Prepared By Mechanical Alloying And Electric Current Activated Sintering. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 20. pp.443-449. 2010.
- [96] Ye, Y., Li, X., Cheng, Z., Zhang, M., Qu, S., The Influence of Sintering Temperature And Pressure On Microstructure And Mechanical Properties Of Carbonly Iron Powder Materials Fabricated By Electric Current Activated Sintering. *Vacuum* 137. pp.137-147. 2017.
- [97] [www.fastseramics.com/innovative-reseach.html](http://www.fastseramics.com/innovative-reseach.html), Erişim Tarihi: 20.04.2015.
- [98] Zhou, Y., Hirao, K., Yamauchi, Y., Kanzaki, S., Effects of Heating Rate And Particle Size On Pulse Electric Current Sintering Of Alumina. *Scripta Materialia* 48. pp.1631-1636. 2003.
- [99] Somiya, S., *Handbook of Advanced Ceramics, Chapter 11.2.3. SPS Method, Systems and Applications. Second Edition.* 2013.
- [100] Munir, Z.A., Tamburini, U. A., Ohyanagi, M., The Effect Of Electric Field And Pressure On The Synthesis And Consoludation Of Materials: A Review Of The Spark Plasma Sintering Method. *J MATER SCI* 41. pp.763-777. 2006.
- [101] Wang, X., Casolco, G., Xu, G., Garay, J.E., Finite Element Modeling Of Electric Current-Activated Sintering: The Effect Of Coupled Electrical Potential, Temperature And Stress. *Acta Materialia* 55. pp.3611-3622. 2007.
- [102] Liu, Y., Jin, Z., Electric Current Assisted Sintering Of Continuous Functionally Graded Ti<sub>2</sub>AlN/TiN Material. *Ceramics International* 38. pp.217-222. 2012.
- [103] Cura, M., Lagerbom, J., Ritasalo, R., Syren, J., Lotta, J., Soderberg, O., Ritvonen, T., Turunen, E., Hannula, S.P., Process Parameter Optimization Of Pulsed Electric Current Sintering Of Recycled WC-8Co Powder. *Estonian Journal Of Engineering*. pp.255-265. 2009.
- [104] Desouky, A.M.L., Multi-Scale Current Activated Tip-Based Sintering Of Powder-Based Materials. PhD Thesis. University Of California. 2012.
- [105] Munir, Z.A., Quach, D.V., Electric Current Activation Of Sintering: A Review Of The Pulsed Electric Current Sintering Process. *J Am. Ceram. Soc.* 94. pp.1-19. 2011.
- [106] Nanko, M., Dang, K.Q., Pulsed Electric Current Sintering Of Transparent Alumina Ceramics. *Intech Sintering Techniques Of Materials*. pp.3-24. 2015.

- [107] Fang, Z.Z., Sintering Of Advanced Materials Fundamentals And Process. Woodhead Publishing In Materials. pp.249-268. 2010.
- [108] Fais, A., Processing Characteristics And Parameters In Capacitor Discharge Sintering. Journal Of Materials Processing Technology 210. pp.2223-2230. 2010.
- [109] Yurlova, M.S., Demenyuk, V.D., Lebedeva, L.Y., Dudina, D.V., Grigoryev, E.G., Olevsky, E.A., Electric Pulse Consoludation: an alternative To Spark Plasma Sintering. J Mater. Sci. 49. pp.952-985. 2014.
- [110] El-Eskandarany, M.S., Omori, A., Inoue, A., Solid-State Synthesis Of New Glassy Co<sub>65</sub>Ti<sub>20</sub>W<sub>15</sub> Alloy Powders And Subsequent Densification Into A Fully Dense Bulk Glass. J. Mater. Res. 20. pp.2845-2853.
- [111] Wang, S.W., Chen, L.D., Kang, Y.S., Nuno, M., Hirai, T., Effect Of Plasma Activated Sintering (PAS) Parameters On Densification Of Copper Powder. Materials Research Bulletin 35. pp. 619-628. 2000.
- [112] Huang, C., Mitarai, Y.Y., Harada H., Fabrication Of Quaternary Ir-Nb-Ni-Al Alloys Via Pulse Electric Current Sintering. Materials Letters 57. pp.10-14. 2002.
- [113] Huang, C., Mitarai, Y.Y., Harada H., Ir-Based Refractory Superalloys By Pulse Electric Current Sintering (PECS) Process (II. Prealloyed Powder). J. Mater. Eng. Perform.11. pp.32-36. 2002.
- [114] Feng, K., Yang, Y., Shen, B., Guo, L., He, H., Rapid Sintering Of Iron Powders Under Action Of Electric Field. Powder Metallurgy 48. pp.203-204. 2005
- [115] Kim, Y.D., Chung, J.Y., Kim, J., Jeon, H., Formation Of Nanocrystalline Fe-Co Powders Produced By Mechanical Alloying. Materials Science and Engineering A291. pp.17-21. 2000.
- [116] Murakami, T., Kitahara, A., Koga, Y., Kawahara, M., Inui, H., Yamaguchi, M., Microstructure Of Nb-Al Powders Consolidated By Spark Plasma Sintering Process. Materials Science and Engineering A239-240. pp.672-679. 1997.
- [117] Groza, J.R. Consolidation Of Atomized NiAl Powders By Plasma Activated Sintering Process. Scripta Metall. Mater. 30. pp.47-52. 1994.
- [118] Hirota, K., Mitani, K., Yoshinaka, M., Yamaguchi, O., Simultaneous Synthesis And Consoludation Of Chromium Carbides (Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> and Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>) By Pulsed Electric-Current Pressure Sintering. Materials Science and Engineering A399. pp.154-160. 2005.

- [119] El-Eskandarany, M. S., *Mechanical Alloying: For Fabrication of Advanced Engineering Materials*, Noyes Publications. pp. 66-67. 2001.
- [120] Tamburini, U.A., Kodera, Y., Gasch, M., Unuvar, C., Munir, Z.A., Ohyanagi, M., Johnson, S.M., Synthesis and characterization of dense ultra-high temperature thermal protection materials produced by field activation through spark plasma sintering (SPS): I. Hafnium Diboride. *Journal of Materials Science* 41. pp. 3097-3104. 2006.
- [121] Lee, D. W., Won, J. H., Kim, K. H., Matsushita, J., Microstructural evolution of La-doped SiB<sub>6</sub> high-temperature thermoelectric material during a Spark Plasma Sintering. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 691. pp.239. 2002.
- [122] Wang, L., Jiang, W., Chen, L., Yang, M., Zhu, H., Consolidation of Nano-Sized TiN Powders by Spark Plasma Sintering. *Journal of the American Ceramic Society* 89. pp. 2364-2366. 2006.
- [123] Yamamoto, S., Horie, S., Tanamachi, N., Kurisu, H., Matsuura, M., Fabrication of high-permeability ferrite by spark-plasma-sintering method. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 235. pp.218-222. 2001.
- [124] Sun, J., Li, J., Sun, G., Qu, W., Synthesis of dense NiZn ferrites by spark plasma sintering. *Ceramics International* 28. pp. 855–858. 2002.
- [125] Gao, L., Wang, H. Z., Hong, J. S., Miyamoto, H., Miyamoto, K., Nishikawa, Y., Torre, S.D.D.L., SiC-ZrO<sub>2</sub>(3Y)-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposites Superfast Densified By Spark Plasma Sintering. *Nanostructured Materials* 11. pp.43-49. 1999.
- [126] Hong, J., Gao, L., Torre, S.D.D.L., Miyamoto, H., Miyamoto, K., Spark plasma sintering and mechanical properties of ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites. *Materials Letters* 43. pp.27-31. 2000.
- [127] Jayaseelan, D.D., Rami, D.A., Anburaj, D.B., Ohji, T., Pulse electric current sintering and microstructure of industrial mullite in the presence of sintering aids. *Ceramics International* 30. pp.539-543. 2004.
- [128] Gao, L., Li, Q., Luan, W., Preparation and Electric Properties of Dense Nanocrystalline Zinc Oxide Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* 85. pp.1016-1018. 2002.
- [129] Kobayashi, K., Ozaki, K., Fabrication of TiC-20 mass%Ni Cermet Using MA-PCS Process. *Materials Transaction* 47. pp.2561-2565. 2006.

- [130] Ko, S.H., Park, B.G., Hashimoto, H., Abe, T., Park, Y.H., Effect of MA on microstructure and synthesis path of in-situ TiC reinforced Fe-28at.% Al intermetallic composites. *Materials Science and Engineering A* 329–331. pp.78–83. 2002.
- [131] Nogi, K., Kita, T., Influence of Copper Addition to  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>Si<sub>5</sub> on Thermoelectric Properties of Iron-Silicides Produced by Spark-Plasma Sintering. *Materials Transactions* 42. pp.862-869. 2001.
- [132] Alp, T., Darvızeh, A.F., Al-Hassanı, S.T.S., Preforming of Metal-Polymer Composites by Electrical Discharge Compaction of Powders. *Powder Metallurgy* 31. pp.173-177. 1988.
- [133] Tanı, J., Kido, H., Thermoelectric properties of Bi-doped Mg<sub>2</sub>Si semiconductors. *Physica B* 364. pp.218–224. 2005.
- [134] Otake, M., Sato, K., Sugiyama, O., Kaneko, S., Thermoelectric Properties of p- and n-Type Si-Ge Dense Bodies Formed by Pulse-Current Sintering of Their Gas-Atomized and Pulverized Powders. *Journal of the Ceramic Society of Japan* 111. pp.907-911. 2003.
- [135] Zhang, J.X., Lu, Q.M., Liu, K.G, Zhang, L., Zhou, M.L., Synthesis and thermoelectric properties of CoSb<sub>3</sub> compounds by spark plasma sintering. *Materials Letters* 58. pp.1981 – 1984. 2004.
- [136] Shen, Q., Zhang, L.M., Chen, L.D., Goto, T., Hirai, T., Synthesis and sintering of ZrNiSn thermoelectric compounds. *Proceedings of the 21st international conference on thermoelectrics*. pp.166-169. 2002.
- [137] Shi, X., Chen, L.D., Bai, S.Q., Zhang, W. B., Zhao, X.Y., Electrical and thermal transport properties of Ba<sub>6</sub>C<sub>60</sub> compound. *Physica B* 369. pp.28–32. 2005.
- [138] Akdoğan, A., Korozyon ve Korozyon Mekanizmaları Ders Notları. Yıldız Teknik Üniversitesi. 2009.
- [139] Şimşek, İ., Toz Metalürjisi İle Üretilen Titanyum Alaşımı Biyomalzemelerin Korozyon Ve Aşınma Davranışlarının İncelenmesi. Karabük Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İmalat Mühendisliği Bölümü, Doktora Tezi, 2017.
- [140] Çeğil, Ö., Termoreaktif Difüzyon Yöntemiyle Çeliklerin Yüzeyinde Ti-Al-N Esaslı Kaplamaların Oluşturulması Ve Özelliklerinin İncelenmesi. Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Doktora Tezi, 2012.

- [141] Eren, H., Paslanmaz Ferritik Çeliğin Korozyon Davranışına Karbür Yapıcı Alaşım Elementlerinin Etkilerinin İncelenmesi. Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji Eğitimi Bölümü, Doktora Tezi, 2005.
- [142] [https:// www.researchgate.net /figure/a-Tafel-extrapolation-method-for-the-cathodic-and-anodic polarization-curves-for\\_fig4\\_270344472.](https://www.researchgate.net/figure/a-Tafel-extrapolation-method-for-the-cathodic-and-anodic-polarization-curves-for_fig4_270344472), Erişim Tarihi: 18.03.2018.
- [143] Asan, A., Korozyon Hızı Ölçüm Metotları Ders Notları. Hitit Üniversitesi. 2017.
- [144] [www.npl.co.uk/upload/pdf/the\\_electrochemistry\\_of\\_corrosion\\_with\\_figures](http://www.npl.co.uk/upload/pdf/the_electrochemistry_of_corrosion_with_figures) Erişim Tarihi: 12.07.2018.
- [145] Küstü, C., Asitli Ortamdaki Korozyona Karşı Schiff Bazı Temelli Yeni İnhibitörlerin Geliştirilmesi. Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2008.
- [146] [https://nptel.ac.in/courses/113108051/module2/lecture10.pdf.](https://nptel.ac.in/courses/113108051/module2/lecture10.pdf), Erişim Tarihi: 07.01.2018.
- [147] Bradley, E.F., Superalloys: ASM International Metals Park, OH 44073. pp.280. 2002.
- [148] Habıboğlu, M.H., Hot corrosion behaviour of new candidates for thermal barrier coatings application in turbine simulated environments. Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College. Doktora Tezi, 2014.
- [149] Aydınmakina, F., Jet Motoru Türbin Kanatçıklarının Alüminit Kaplamalarının Element Hareketlerinin İncelenmesi. Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji Mühendisliği Bölümü, Doktora Tezi, 2014.
- [150] German, R.M., Rabın, B.H., Enhanced sintering through second phase additions. Powder Metallurgy 28. pp.7-12, 1985.
- [151] Hardy, C., The fundamentals necessary to apply powder metallurgy. ASTM International. pp. 1-10. 1943.
- [152] Canikoğlu, N., Toz Metalurjisi Teknolojisi 2 Ders Notları. Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi. 2017.
- [153] Özgün, Ö., Nikel Esaslı Süperalaşım Malzemelerin Toz Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi İle Üretilmesi ve Karakterizasyonu. Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Bölümü, Doktora Tezi, 2012.

- [154] Cao, G.H., Sun, T.Y., Wang, C.H., Li, X., Liu, M., Zhang, Z.X., Hu, P.F., Russell, A.M., Schneider, R., Gerthsen, D., Zhou, Z.J., Li, C.P., Chen, G.F., Investigations of  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  and  $\delta$  precipitates in heat-treated Inconel 718 alloy fabricated by selective laser melting. *Materials Characterization* 136. pp.398-406. 2018.
- [155] Anbarasan, N., Gupta, B.K., Prakash, S., Muthukumar, P., Oyyaravelu, R., Kumar, J.F., Jerome, S., Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718. *Materials Today: Proceedings* 5. pp.7716-7724. 2018.
- [156] Kurt, A.O., Toz metalurjisi dersi ders notları, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, 2011.
- [157] Faheem, M., McCormick, S., Charit, I., Microstructural and DSC studies of Alloy 718 plus. *Thermochimica Acta* 496. pp.151-155. 2009.
- [158] Mei, Y., Liu, Y., Liu, C., Li, C., Yu, L., Guo, Q., Li, H., Effect of cold Rolling on the precipitation kinetics and the morphology evolution of intermediate phases in Inconel 718 alloy. *Journal of Alloys and Compounds* 649. pp.949-960. 2015.
- [159] <http://www.matweb.com/search/QuickText.aspx> Erişim Tarihi: 09.06.2017.
- [160] Voort, G.F.V., Manilova, E.P., Lucas, G.M., Metallographic Techniques for Superalloys. *Microscopy and Microanalysis*. pp.1-22. 2004.
- [161] Zhu, L., Xu, Z.F., Liu, P., Gu, Y.F., Effect of processing parameters on microstructure of laser solid forming Inconel 718 superalloy. *Optics and Laser Technology* 98. pp. 409–415. 2018.
- [162] Liu, W.C., Yao, M., Chen, Z.L., Wang, S.G., Niobium segregation in Inconel 718. *Journal of Materials Science* 34. pp.2583-2586. 1999.
- [163] Wang, C., Li, R., Effect of double aging treatment on structure in Inconel 718 alloy. *Journal of Materials Science* 39. pp.2593-2595. 2004.
- [164] Li, R.B., Yao, M., Liu, W.C., He, X.C., Isolation and determination for  $\delta$ ,  $\gamma'$  and  $\gamma''$  phases in Inconel 718 alloy. *Scripta Materialia* 46. pp.635-638. 2002.
- [165] Rai, S.K., Kumar, A., Shankar, V., Jayakumar, T., Rao, K.B.S., Raj, B., Characterization of microstructures in Inconel 625 using X-ray diffraction peak broadening and lattice parameter measurements. *Scripta Materialia* 51. pp.59-63. 2004.

- [166] Sundararaman, M., Mukhopadhyay, P., Banerjee, S., Carbide Precipitation in Nickel Base Superalloys 718 and 625 and Their Effect on Mechanical Properties. The Minerals, Metals & Materials Society. pp.367-378. 1997.
- [167] Delaunay, F., Berthier, C., Lenglet, M., Lameille, J.M., SEM-EDS and XPS Studies of the High Temperature Oxidation Behaviour of Inconel 718. Mikrochim. Acta 132. pp.337-343. 2000.
- [168] Candioto, K.C.G., Calıarı, F.R., Reis, D.A.P., Couto, A.A., Nunes, C.A., Characterization of the Superalloy Inconel 718 After Double Aging Heat Treatment. Springer International, Advanced Structured Materials 70. pp.293-300. 2015.
- [169] Lia, F., Park, J.Z., Keist, J.S., Joshi, S., Martukanitz, R.P., Thermal and microstructural analysis of laser-based directed energy deposition for Ti-6Al-4V and Inconel 625 deposits. Materials Science & Engineering A 717. pp.1-10. 2018.
- [170] Park, J.M., Ryu, W.S., Kang, Y.H., DSC study on carbide precipitation reaction in Inconel 600. Journal of Nuclear Materials 209. pp.221-225. 1994.
- [171] Sherwood, M., Powder metallurgy aluminum parts. United States Patent, 1971.
- [172] Choi, J.P., Shin, G.H., Yang, S., Yang, D.Y., Lee, J.S., Brochu, M., Yu, J.H., Densification and microstructural investigation of Inconel 718 parts fabricated by selective laser melting. Powder Technology 310. pp.60-66. 2017.
- [173] Tillman, W., Schaak, C., Nellesen, J., Schaper, M., Aydınöz, M.E., Hoyer K.P., Hot isostatic pressing of In718 components manufactured by selective laser melting. Additive Manufacturing 13. pp.93-102. 2017.
- [174] Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Yılmaz, R., Fındık, F., Microstructural and mechanical characterization of injection molded 718 superalloy powders. Journal of Alloys and Compound 576. pp.140-153. 2013.
- [175] Johnson, J.L., Tan, L.K., Suri, P., German, R.M., Mechanical Properties and Corrosion Resistance of MIM Ni based Superalloys. Advanced Materials Technologies. pp.89-99.
- [176] [http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/inconel\\_alloy\\_718.pdf](http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/inconel_alloy_718.pdf)  
Erişim Tarihi:05.06.2017.
- [177] Qin, H., Bi, Z., Yu, H., Feng, G., Du, J., Zhang, J., Influence of stress on  $\gamma''$  precipitation behavior in Inconel 718 during aging. Journal of Alloys and Compound 740. pp.997-1006. 2018.

- [178] Tucho, W.M., Cuvillier, P., Atle, S.K., Hansen, V., Microstructure and hardness studies of Inconel 718 manufactured by selective laser melting before and after solution heat treatment. *Materials Science & Engineering A* 689. pp.220-232. 2017.
- [179] Schafric, R.E., Ward, D.D., Groh, J.R., Application of Alloy 718 in GE Aircraft Engines: Past, Present and Next Five Years. *The Minerals, Metals & Materials Society*. pp. 1-11. 2001.
- [180] <https://www.altempalloys.com/inconel-718.html> Eriřim Tarihi:08.06.2018.
- [181] Sequera, A., Guo, Y.B., Uncertainty Analysis Of Tool Wear And Surface Roughness In End Milling. *Proceedings of the ASME 2013 International Manufacturing Science and Engineering Conference MSEC2013, USA*. pp. 1-7. 2013.
- [182] Torak, S., Gaz Türbin Kanatlarının Soğutulmasının Önemi ve Soğutma Yöntemlerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Trakya Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü., 2007.
- [183] <https://www.americanscientist.org/article/the-adaptable-gas-turbine> Eriřim Tarihi: 12.09.2018.
- [184] Şen, Ş., Korozyon ve korozyondan korunma ders notları, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, 2014.
- [185] Kamal, S., Sharma, K.V., Abdul-Rani, A.M., Hot Corrosion Behavior of Superalloy in Different Corrosive Environments. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. pp.26-36. 2015.
- [186] Eliaz, N., Shemesh, G., Latanision, R.M., Hot corrosion in gas turbine components. *Engineering Failure Analysis* 9. pp.31-43. 2002.
- [187] Azarmehr, S.A., Shırvanı, K., Schutze, M., Galetz, M., Microstructural evolution of silicon-platinum modified aluminide coatings on superalloy GTD-111. *Surface & Coatings Technology* 321. pp.455-463. 2017.
- [188] Savithaa, U., Srinivasa, V., Reddya, G.J., Gokhalep, A.A., Sundararaman, M., Additive laser deposition of YSZ on Ni base superalloy for thermal barrier application. *Surface & Coatings Technology* 354. pp.257-267. 2018.
- [189] Obrtlık, K., Celko, L., Chraska, T., Sulak, I., Gejdos, P., Effect of alumina-silica-zirconia eutectic ceramic thermal barrier coating on the low cycle fatigue behaviour of cast polycrystalline nickel-based superalloy at 900°C. *Surface & Coatings Technology* 318. pp.374-381. 2017.



- [190] Kamal, S., Jayaganthan, R., Prakash, S., Kumar, S., Hot corrosion behavior of detonation gun sprayed  $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$  coatings on Ni and Fe-based superalloys in  $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-60\% V}_2\text{O}_5$  environment at  $900^\circ\text{C}$ . *Journal of Alloys and Compounds* 463. pp.358-372. 2008.
- [191] Sreedhar, G., Alam, M.M., Raja, V.S., Hot corrosion behaviour of plasma sprayed YSZ/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  dispersed NiCrAlY coatings on Inconel-718 superalloy. *Surface & Coatings Technology* 204. pp.291-299. 2009.
- [192] Salehnasab, B., Poursaeidi, E., Mortazavi, S.A., Farokhian G.H., Hot corrosion failure in the first stage nozzle of a gas turbine engine. *Engineering Failure Analysis* 60. pp.316-325. 2016.
- [193] Dehri, İ., Özcan, M., Sözüsağlam, H., Polyester Kaplamalı Galvanize Çelik Üzerine  $\text{SO}_2$  ve  $\text{NH}_3$  Gazlarının Korozif Etkilerinin EIS Yöntemi ile Belirlenmesi, 7. Uluslar arası Korozyon Sempozyumu, İstanbul, 2000.
- [194] You, X., Tan, Y., Zhao, L., You, Q., Wang, Y., Ye, F., Effect of solution heat treatment on microstructure and electrochemical behavior of electron beam smelted Inconel 718 superalloy. *Journal of Alloys and Compounds* 741. pp.792-803. 2018.
- [195] Chen, T., John, H., Xu, J., Lu, Q., Hawk, J., Liu, X., Influence of surface modifications on pitting corrosion behavior of nickel-base alloy 718. Part 2: Effect of aging treatment. *Corrosion Science* 78. pp. 151-161. 2014.
- [196] Ge, Y., Zhu, Z., Wang, D., Electrochemical Dissolution Behavior of the Nickel-Based Cast Superalloy K423A in  $\text{NaNO}_3$  Solution. *Electrochimica Acta* 253. pp. 379-389. 2017.
- [197] Huang, C.A., Wang, T.H., Han, W.C., Lee, C.H., A study of the galvanic corrosion behavior of Inconel 718 after electron beam welding. *Materials Chemistry and Physics* 104. pp.293-300. 2007.

## ÖZGEÇMİŞ

Nuri ERGİN, 12.03.1982 yılında İzmit'te doğdu. İlk, orta ve lise eğitimini Sakarya'da tamamladı. 2000 yılında Sakarya Anadolu Lisesi, Fen Bilimleri bölümünden mezun oldu. 2000 yılında başladığı Sakarya Meslek Yüksekokulu, Makine bölümünü 2002 yılında bitirdi, aynı sene Sakarya Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, Metal Öğretmenliği bölümüne girdi ve 2005 yılında mezun oldu. 2005 yılında başladığı Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Bölümü'nden 2007 yılında yüksek lisans derecesi aldı, aynı yıl doktora eğitimine başladı. 2010 yılında Sakarya Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümü'ne Araştırma Görevlisi olarak atandı. Sakarya Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde görevini sürdürmektedir.