

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ İLE NİOBYUM
ALÜMİNİD OLUŞUMUNUN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Met. ve Malz. Müh. Mehmet Harun ERDOĞAN

**Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME
MÜHENDİSLİĞİ**

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Sakin ZEYTİN

Eylül 2011

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ


TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ İLE NİOBYUM
ALÜMİNİD OLUŞUMUNUN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Met. ve Malz. Müh. Mehmet Harun ERDOĞAN

Enstitü Anabilim Dalı : Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Bu tez 22/09/2011 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği ile kabul edilmiştir.



Prof. Dr. Sakin
ZEYTİN

Jüri Başkanı



Prof. Dr. Cuma
BİNDAL

Üye



Yrd. Doç. Dr.
Özkan ÖZDEMİR

Üye

TEŐEKKÜR

Bu tezi bitirmeme izin veren ve yolumu aıp, zihnimi aydınlatan Cenab-ı Hak Hz.Allah (c.c.)'a hamd ve Őükür ederim.

Yardımlını ve bilgisini benden hiç gizlemeyen ve her an desteęini gördüğüm başta saygıdeęer hocam Prof. Dr. Sakin ZEYTİN olmak üzere bütün metalurji ve malzeme mühendislięi bölümü öğretim görevlilerine yürekten teşekkür ederim. Teknik anlamda bana her türlü desteęi veren bölümümüz araştırma görevlilerine ve teknik elemanlarına gönülden teşekkür ederim.

Son olarak dualarıyla her zaman varlıklarını yanımda hissettiğim, moralimi ve heyecanımı her kaybettiğimde bana tekrar özgüven aşıl原因an AİLEME ve DOSTLARIMA teşekkür ederim.

ÖNSÖZ

Gelişen sanayi ve teknoloji artık konvensiyonel yapı malzemelerinden daha gelişmiş ve kompleks yapı malzemelerine ihtiyaç duymaktadır. Bu kapsamda kompozitler, polimerik malzemeler ve intermetalik malzemeler ön plana çıkmaktadır.

Yüksek sıcaklıklarda mukavemetlerini korumaları ve yüksek oksidasyon özelliklerine sahip olarak ön plana çıkan alüminid intermetalikler özellikle yüksek sıcaklık fırınları ve uzay teknolojisinde ön plana çıkmaktadır. Niobyum alüminidler ise zaten bir refrakter metali olan niobyum ile oksitlenmeyi önleyici alüminyum oksit tabakası oluşturan alüminyumdan meydana geldiği için araştırmacıların ilgisini çekmektedir.

Gerekli alaşımlamalar yapılarak kullanılabilir hale getirilebilen niobyum alüminidler ne yazık ki gevrek karakterlidir. Bundan dolayı henüz gerektiği kadar sanayide kullanılamamaktadır. Ancak gelişen teknoloji ve çalışmalar ile bu intermetaliklerin hak ettiği noktaya gelmesi kaçınılmazdır.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
ÖNSÖZ	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ	viii
TABLolar LİSTESİ.....	xiv
ÖZET.....	xvi
ABSTRACT.....	xvii
BÖLÜM 1. GİRİŞ.....	1
BÖLÜM 2. İNTERMETALİKLER.....	5
BÖLÜM 3. ALÜMİNİDLER.....	23
3.1. Demir Alüminidler.....	24
3.2. Nikel Alüminidler	30
3.3. Titanyum Alüminidler	37
BÖLÜM 4. NİOBYUM ALÜMİNİD	50
4.1. Alüminyum ve Özellikleri	50
4.1.1. Atom Yapısı ve Kristal Kafesi	52
4.1.2. Fiziko-Kimyasal Özellikleri.....	54
4.1.2.1. Yoğunluk	54
4.1.2.2. Ergime Noktası.....	55
4.1.2.3. Kaynama Noktası	56
4.1.2.4. Isıl Genleşmesi	56
4.1.2.5. Isı İletkenliği.....	57

4.1.2.6.	Viskozite ve Yüzey Gerilime	57
4.1.2.7.	Elektrik İletkenliği.....	58
4.1.3.	Mekanik Özellikleri.....	59
4.1.4.	Kimyasal Özellikler	60
4.1.5.	Termoşimik (Termokimyasal) Özellikleri	61
4.1.5.1.	Ergime ısısı	61
4.1.5.2.	Özgül ısı ve entropi	62
4.2.	Niobyum	63
4.2.1.	Özellikleri.....	63
4.2.2.	Niobyumun Mekanik Özellikleri	65
4.2.3.	Niobyumun Atomik ve Fiziksel Özellikleri.....	68
4.2.4.	Niobyumun Kimyasal Özellikleri ve Reaktiviteleri.....	70
4.2.5.	Niobyum ve Diğer Refrakter Metallerin Üretimi.....	76
4.2.6.	Niobyum ve Alaşımlarının Kullanım Alanları.....	80
4.2.6.1.	Niobyumun metal ve alaşım elementi olarak kullanım alanları	84
4.2.6.2.	Niobyum alaşımlarının kullanım alanları	86
4.2.7.	Niobyumun Üretimi	88
4.3.	Niobyum Alüminidler.....	93
4.3.1.	Niobyum Alüminidler Hakkında Genel Bilgi	93
4.3.2.	Niobyum Alüminilerin Toz Metalurjisi Yöntemi ile Oluşturulması....	96
4.3.2.1.	Toz karıştırma	97
4.3.2.2.	Presleme	97
4.3.2.3.	Sinterleme.....	98
4.4.	Nb-Al İkili Alaşımları.....	98
4.4.1.	Nb ₃ Al.....	101
4.4.2.	Nb ₂ Al.....	105
4.4.3.	NbAl ₃	106
BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....		109
5.1.	Deneyin Amacı	109
5.2.	Deney Malzemeleri.....	109
5.3.	Deneyin Yapılışı	111
5.3.1.	Karışım Hazırlama	111
5.3.2.	Presleme	111

5.3.3.	Piřirme.....	112
5.3.4.	Karakterizasyon.....	113
5.4.	Deneysel Sonular	115
5.4.1.	Optik Mikroskop İncelemeleri	115
5.4.2.	SEM ve EDS Sonuları	128
5.4.3.	XRD Sonuları	168
5.4.4.	Sertlik Deney Sonuları	173
BÖLÜM 6. SONULAR.....		177
KAYNAKLAR		179
ÖZGEÇMİŐ		182

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

Ağ.	:Ağırlıkça
Akb.	:Atomik kütle birimi
BDTT	:Süneklik-gevreklik geçiş sıcaklığı
dk.	:Dakika
EPMA	:Elektron taramalı mikro analiz
HMK	:Hacim merkezli kübik
h	:Saat
K	:Kelvin
Nb _{ss}	:Katı eriyik Nb (Nb _{solidsolisyon})
RHQT	:Hızlı ısıtma, su verme ve dönüşüm tavlaması (rapid-heating, quenching anda transformation annealing)
T/M	:Toz metalurjisi
°C	:Santigrat derece
α	:Alfa fazı
β	:Beta fazı
γ	:Gama fazı
δ	:Delta fazı
μm	:Mikron metre
μ	:Mü fazı
σ	:Sigma fazı

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	HMK (a) ve YMK (b) yapılarından türemiş bazı basit intermetalik kristal yapıları [2].....	8
Şekil 3.1.	Fe-Al ikili faz diyagramı ve oluşabilecek fazlar [2].....	28
Şekil 3.2.	B2 faz yapısı [2].....	29
Şekil 3.3.	Fe ₃ Al alaşımlarının (D0 ₃) yapısı (sarı atomlar Fe, gri atomlar Al) [8].....	29
Şekil 3.4.	Ni-Al alaşımlarının kristal kafes yapıları ve atomların yerleşim düzenleri [8].....	32
Şekil 3.5.	Ni-Al ikili denge diyagramı ve oluşabilecek fazlar [3].....	33
Şekil 3.6.	Ni ₃ Al kristal yapısı (sarı atomlar Ni, kırmızı atomlar Al) [8].....	34
Şekil 3.7.	Titanyuma ait fazlar ve kristal yapıları [1].....	38
Şekil 3.8.	Titanyumca zengin bölgede alfa ve beta faz sınırları [1].....	41
Şekil 3.9.	Ti-Al ikili denge diyagramı [17].....	42
Şekil 3.10.	Sıcaklığa bağlı olarak farklı Ti-Al bileşimlerinin dönüşüm serbest enerjileri grafiği [2].....	46
Şekil 3.11.	Ti ₃ Al alüminidlerin kristal yapısı (Kırmızı atomlar Ti, Gri atomlar Al) [8].....	47
Şekil 4.1.	Refrakter metallerin (a) çekme mukavemetleri ve (b) elastik modüllerinin sıcaklıkla değişimi [5].....	68
Şekil 4.2.	Niobiyumun perododik cetvelde bileşik oluşturabileceği elementlerin gösterimi [13].....	71
Şekil 4.3.	Refrakter metallerin fabrikasyon üretimi için işlemlerin tipik sıralaması [5].....	77

Şekil 4.4.	Niobyumun ingotların üretim akım şeması [5].....	91
Şekil 4.5.	Niobyum ve Tantal tozlarının üretim akış şeması [20].....	92
Şekil 4.6.	Niobyum tozu üretimi akış şeması [5].....	93
Şekil 4.7.	Nb-Al ikili alaşımlarının oluşum entalpileri [23].....	95
Şekil 4.8.	Niobyum alüminidlerin oluşum ısıları ve serbest enerjileri [10]..	95
Şekil 4.9.	Nb-Al ikili denge diyagramı [25].....	100
Şekil 4.10.	A-15 süperiletkenlerin kristalografik düzenlenimi [4].....	103
Şekil 4.11.	Nb-%16Al alaşım kompozisyonun olduğu yerde Nb ₃ Al ve Nb dengesi ile Al kompozisyonu arasındaki ilişki [26].....	105
Şekil 5.1	Presin şematik görünümü ve ölçüleri [29].....	111
Şekil 5.2.	ağ.%53Nb-ağ.%47 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C.....	118
Şekil 5.3.	ağ.%53Nb-ağ.%47 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2,5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C	119
.Şekil 5.4.	ağ.%53Nb-ağ.%47 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C	120
Şekil 5.5.	ağ.%60Nb-ağ.%40 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2,5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C	121
Şekil 5.6.	ağ.%65Nb-ağ.%35 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2,5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C	122
Şekil 5.7.	800°C'de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ağ.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ağ.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ağ.%47Al içerikli ve 30 dakika sinterlenmiş, d) ağ.%47Al içerikli ve 60 dakika sinterlenmiş, e) ağ.%47Al içerikli ve 90 dakika sinterlenmiş, f) ağ.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, g) ağ.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, h) ağ.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş.....	124

Şekil 5.8.	850°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ağ.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ağ.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ağ.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ağ.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ağ.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş.....	125
Şekil 5.9.	900°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ağ.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ağ.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ağ.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ağ.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ağ.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş.....	126
Şekil 5.10.	950°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ağ.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ağ.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ağ.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ağ.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ağ.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş.....	127
Şekil 5.11.	1000°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ağ.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ağ.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ağ.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ağ.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ağ.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş.....	128
Şekil 5.12.	%47Al içerikli 800°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	130
Şekil 5.13.	%47Al içerikli 850°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	131
Şekil 5.14.	%47Al içerikli 900°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	132
Şekil 5.15.	%47Al içerikli 950°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	133
Şekil 5.16.	%47Al içerikli 1000°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	134
Şekil 5.17.	%47Al içerikli 800°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	135
Şekil 5.18.	%47Al içerikli 850°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	136

Şekil 5.19.	%47Al içerikli 900°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	137
Şekil 5.20.	%47Al içerikli 950°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	138
Şekil 5.21.	%47Al içerikli 1000°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	139
Şekil 5.22.	%47Al içerikli 800°C de 30 dakika sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	140
Şekil 5.23.	%47Al içerikli 800°C’de 60 dakika sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	141
Şekil 5.24.	%47Al içerikli 800°C’de 90 dakika sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	142
Şekil 5.25.	%47Al içerikli 1000°C (2h)-400°C C(2)-650°C (30 min)-900°C (4h) işlemleri ile sinterlenmiş ve yaşlandırılmış numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	143
Şekil 5.26.	%47Al içerikli 800°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	144
Şekil 5.27.	%47Al içerikli 850°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	145
Şekil 5.28.	%47Al içerikli 900°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	146
Şekil 5.29.	%47Al içerikli 950°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	147
Şekil 5.30.	%47Al içerikli 1000°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	148
Şekil 5.31.	%40Al içerikli 800°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analiz.....	149
Şekil 5.32.	%40Al içerikli 850°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analiz.....	150
Şekil 5.33.	%40Al içerikli 900°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	151

Şekil 5.34.	%40Al içerikli 950°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	152
Şekil 5.35.	%40Al içerikli 1000°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	153
Şekil 5.36.	%35Al içerikli 800°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	154
Şekil 5.37.	%35Al içerikli 850°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	155
Şekil 5.38.	%35Al içerikli 900°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	156
Şekil 5.39.	%35Al içerikli 950°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	157
Şekil 5.40.	%35Al içerikli 1000°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	158
Şekil 5.41.	%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a) 800°C, (b) 850°C, (c) 900°C, (d) 950°C, (e) 1000°C.....	159
Şekil 5.42.	%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a) 800°C, (b) 850°C, (c) 900°C, (d) 950°C, (e) 1000°C.....	160
Şekil 5.43.	%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a) 800°C, (b) 850°C, (c) 900°C, (d) 950°C, (e) 1000°C.....	161
Şekil 5.44.	%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a) 800°C, (b) 850°C, (c) 900°C, (d) 950°C, (e) 1000°C.....	162
Şekil 5.45.	%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a) 800°C, (b) 850°C, (c) 900°C, (d) 950°C, (e) 1000°C.....	163

800°C’de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin

Şekil 5.46.	karşılaştırılması; (a)%47Al (2h), (b) %47Al (2,5h), (c)%47Al (30 dk), (d)%47Al (1h), (e)%47Al (1,5h), (f)%47Al (5h), (g)%40Al (2,5h), (h)%35Al (2,5h)	165
Şekil 5.47.	850°C’de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a)%47Al (2h), (b) %47Al (2,5h), (c)%47Al (5h), (d)%40Al (2,5h), (e)%35Al (2,5h)	166
Şekil 5.48.	900°C’de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması: (a)%47Al (2h), (b) %47Al (2,5h), (c)%47Al (5h), (d)%40Al (2,5h), (e)%35Al (2,5h)	167
Şekil 5.49.	950°C’de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a)%47Al (2h), (b) %47Al (2,5h), (c)%47Al (5h), (d)%40Al (2,5h), (e)%35Al (2,5h)	168
Şekil 5.50.	1000°C’de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a)%47Al (2h), (b) %47Al (2,5h), (c)%47Al (5h), (d)%40Al (2,5h), (e)%35Al (2,5h)	169
Şekil 5.51.	%47Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C’de 2 saat sinterleme işlemi görmüş numunenin XRD analizi.....	170
Şekil 5.52.	%47Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C’de 2,5 saat sinterleme işlemi görmüş numunelerin XRD analizi.....	171
Şekil 5.53.	%47Al içerikli ve 800°C’de 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika sinterleme işlemi görmüş numunelerin XRD analizi.....	172
Şekil 5.54.	%47Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C’de 5 saat sinterleme işlemi görmüş numunelerin XRD analizi.....	173
Şekil 5.55.	%40Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C’de 2,5 saat sinterleme işlemi görmüş numunenin XRD analizi.....	174
Şekil 5.56.	%35Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C’de 2,5 saat sinterleme işlemi görmüş numunenin XRD analizi.....	175

TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1.	İntermetaliklerin geçmişte ve günümüzde bazı kullanım uygulamaları [2].....	6
Tablo 2.2.	Bazı intermetaliklerin stokiometrik formülleri ve değişik özellikleri [3]	11
Tablo 2.3.	İntermetaliklerin tokluk ve süneklik değerlerinin geliştirilmesi [1].	15
Tablo 2.4.	Metal, intermetalik e seramiklerin bazı özelliklerinin kıyaslanması [2]	17
Tablo 2.5.	İntermetalik malzemelerin tokluk ve süneklik değerlerinin geliştirilmesi için uygulanan yöntemler [8]	18
Tablo 2.6.	Bazı süper iletken intermetaikler ve dönüşüm sıcaklıkları [12]...	22
Tablo 3.1.	NiAl ve Ni ₃ Al bileşiklerinin özelliklerinin karşılaştırılması [3]...	33
Tablo 3.2.	Titanyumun fiziksel özellikleri [1]	39
Tablo 3.3.	Ti alüminidlerin, Ti-esaslı geleneksel alaşımların ve Ni-esaslı süperalaşımların özellikleri [8]	40
Tablo 3.4.	Al–Ti ve aralarında oluşturdukları fazların kristal yapı ve parametreleri [8]	44
Tablo 4.1.	Yerkabuğunda de bulunan elementler ve oranları [14].....	51
Tablo 4.2.	Alüminyumun 20°C’de fiziksel özellikleri [1].....	53
Tablo 4.3.	Alüminyumun yoğunluğunun değişimi ile ergime sıcaklığındaki değişimler [19]	55
Tablo 4.4.	Artan safiyet ile alüminyumun ergime sıcaklığındaki yükseliş [19]	56
Tablo 4.5.	Alüminyumun iletkenliğinin sıcaklık ile artışı [19]	58

Tablo 4.6.	Alüminyumun iletkenliğinin sıcaklık ile artışı [19]	66
Tablo 4.7.	Saf refrakter metallerin fiziksel, termal, elektriksel, manyetik ve optik özelliklerinin karşılaştırılması [5].....	67
Tablo 4.8.	Tablo V, Nb, Ta un fiziksel özellikleri [13].....	69
Tablo 4.9.	V, Nb ve Ta: iyonizasyon enerjileri [13].....	70
Tablo 4.10	V, Nb ve Ta; kristal yapıları, allotroplarının latis parametreleri ve yoğunluk ölçümleri [13]	70
Tablo 4.11.	V, Nb ve Ta alaşımlarındaki geleneksel yapı tipleri ve ikili alaşımlarında ara fazlardan bazı seçilenler [13].....	73
Tablo 4.12.	Niobyum ve alaşımları için haddeleme işlem sıcaklıkları [5].....	78
Tablo 4.13.	Niobyum ve tantal için talaş kaldırma karakteristikleri [5].....	79
Tablo 4.14.	Refrakter metallerin başlıca kullanım alanları [5].....	80
Tablo 4.15.	Refrakter metaller ve alaşımlarının endüstri alanlarına göre ticari uygulamaları [5]	81
Tablo 4.16.	Niobyum ve alaşımlarının dövme, ekstrüzyon ve haddeleme sıcaklıkları [5]	85
Tablo 4.17.	Ticari olarak kullanılan refrakter metallerin yaygın olarak kullanılan bazı alaşımlarının kimyasal bileşimleri [5].....	87
Tablo 4.18.	Bazı A-15 tipi süperiletkenlerin Tc ve Hc2 değerleri [4].....	104
Tablo 5.1.	Hazırlanan numuneler ve uygulanan işlemlerin gösterimi.....	115
Tablo 5.2.	Sertlik deney sonuçları.....	177

ÖZET

Anahtar kelimeler: İntermetalik, Niobyum Alüminid, Sinterleme, Toz Karışımı, SEM-EDX, XRD

Bu çalışmada, elementel tozlardan hareketle niobyum alüminid oluşumu incelenmiştir. Bu maksatla ağırlık %99,5 saflıkta 325 mesh altı alüminyum tozu ve %99,5 saflıkta 325 mesh altı niobyum tozu başlangıç malzemesi olarak kullanılmıştır. Al-Nb ikili denge diyagramına göre, Al_3Nb intermetalikliği hedeflenerek %47Al-%53Nb bileşimine sahip toz karışımları hazırlanmıştır. Bu karışımlar 800-850-900-950 ve 1000°C'lerde 2 saat süre ile sinterlenmiştir.

İlk incelemeler, sinterlenmiş numunelerin mikroyapısının niobyum alüminid ve metalik alüminyumdan ibaret olduğunu göstermiştir. Metalik alüminyum niobyumla reaksiyona sokarak harcamak için, %53'ten daha fazla niobyum gereklidir. Bunun için, ağırlık %40Al-%60Nb ve %35Al-%65Nb içeren yeni karışımlar hazırlanmış ve 800-850-900-950 ve 1000°C'de 2,5 saat süreyle sinterlenmiştir. Sinterlenmiş numuneler mikroskopik inceleme ve sertlik ölçümü yapmak için metalografik olarak hazırlanmıştır. Optik mikroskopik ve taramalı elektron mikroskopik (SEM) incelemeler bu numuneler üzerinde gerçekleştirilmiştir. Bu numuneler üzerinde ayrıca Vickers mikrosertlik ölçümleri ve x-ışınları difraksiyonu (XRD) incelemeleri de yapılmıştır.

Sonuçlar göstermiştir ki, numunelerin mikroyapısı niobyum alüminid ve metalik alüminyumdan ibarettir. Fakat kısa sürelerde sinterlenmiş numunelerde mikroyapıda az miktarda metalik niobyum da vardır. Alüminid fazı küresel bir yapıya sahiptir. Sinterleme sıcaklığı arttıkça, alüminid fazı kabalaşır ve şekli dikdörtgen gibi bir geometrik forma dönüşmektedir. Yüksek sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelerde, alüminid bölgeleri daha geniş alanlar kapsar. Alüminyum içeriği ağırlık %47'den 35'e düşüncü, yapıdaki alüminyum miktarı azalmış fakat kaybolmamıştır.

XRD sonuçları da yapının iki bileşene sahip olduğunu teyit etmiştir; niobyum tri alüminid ve metalik alüminyum.

INVESTIGATION of NIOBIUM ALUMINIDE FORMATION BY POWDER METALLURGY METHOD

ABSTRACT

Key Words: Intermetallics, Niobium Aluminide, Sintering, Powder Mixture, SEM-EDX, XRD

In this work, by using elemental powders, the formation of niobium aluminides was investigated. For his reason, 99.5 wt % pure Al powder with under 325 mesh and 99.5 wt % pure Nb powder with under 325 mesh were used as starting materials. According to Al-Nb binary diagram, for producing NbAl₃ niobium tri aluminide, powder mixture containing 47 wt % of Al and 53wt% of Nb were prepared and then were sintered at 800-850-900-950 and 1000°C for 2 and 2.5 hours.

Preliminary investigations showed that the microstructure of sintered samples consists of niobium aluminide and metallic aluminum. For spending the metallic aluminum by reacting to niobium, it is required more niobium than 53 wt %. For this, new mixtures with 40wt % Al-60 wt % Nb and 35 wt% Al-65 wt % Nb were prepared and sintered at 800-850-900-950 and 1000°C for 2.5 hours. Sintered samples were prepared metallographicly for microscopic examination and hardness measurements. Optic microscopic and scanning electron microscopic studies were conducted on these samples. In addition, vickers microhardness measurements and XRD studies were also done on these samples.

The results showed that, the microstructure of samples consists of niobium aluminide and metallic aluminum. But there is a little amount of metallic niobium in microstructure in the samples at sintered for short times. Aluminide phase has a globular form. As the sintering temperature increases, the aluminide phase is coarsened and its shape changes to geometrical form like rectangular. In samples sintered at elevated temperatures, aluminide regions cover larger areas. As aluminum content decreased from 47 wt % to 35 wt %, metallic aluminum in the structure was decreased, but not displayed.

XRD studies also confirmed that the structure has two components; niobium tri aluminide and metallic aluminum.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

İnsanođlu malzemeyi kullanmayı öğrendiđi günden beri sürekli daha üstün özellikli malzemelere ihtiyaç duymuştur. O kadar ki kullanmayı öğrendiđi malzeme o çađa ismini vermiştir. Ancak günümüz çađında artık çok daha farklı ve karmaşık malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır.

Malzeme mühendisliđinin 1900'lerin başından itibaren kurulması ile beraber insanlık kullandığı malzemeleri çok daha iyi tanımaya başlamıştır. Mühendislik malzemeleri geleneksel olarak seramik, plastik ve metallerden oluşmaktadır. Ama ne var ki bu malzemelerin iyi oldukları özellikleri olduğu kadar eksik olduğu noktalarda vardır. Seramiklerin gevrek oluşu, metallerin yorulma ve paslanma gibi olumsuz özellikleri, plastiklerin göreceli olarak düşük mukavemetleri gibi. Bununla beraber kullanım yerine ve ortamına göre değişen özellikleri bir sorun teşkil etmektedir.

Yüksek sıcaklıkta kullanılacak malzemelerin yüksek oksitlenme ve sürünme dirençlerine, düşük yoğunluk gibi özelliklere sahip olmaları arzu edilir. Bunun nedeni çalışma ortamında istenilen mekanik özellikleri temin etmek için tasarlanmış kimyasal yapının korunması, yüksek sıcaklıklarda atomik difüzyon nedeniyle deformasyonun önlenmesi ve enerji tasarrufunun sağlanmasıdır [1]. Ancak genellikle metal olarak imal edilen bu yüksek sıcaklık yapısal malzemelerin 1000°C gibi yüksek sıcaklıklarda gerekli performansı veremezler. Bu sıcaklıkta mukavemete ve yüksek oksitlenme ve sürünme dirençlerine sahip metaller ise istenen şekle sokmak çok emek ve masrafa sebep olmaktadır. Bu noktada devreye yeni nesil malzemeler yani kompozitler ve intermetalik malzemeler girmektedir.

İntermetalik malzemeler iki farklı metalin üstün özelliklerini kullanabilmek maksadı ile bileşik oluşturmasını sağlayarak elde edilen yapay metallerdir. Günümüzde birçok çeşit intermetalik malzeme hali hazırda mevcuttur. Kolay şekillenebilirlikleri, alüminyum oksit tabakası oluşturarak kazandırdıkları üstün oksidasyon direnci ve metallere olan bileşik oluşturabilme sınırının geniş olması alüminyum esaslı intermetalikleri diğerlerine göre daha ön plana çıkarmaktadır [1].

Alüminyum esaslı intermetalikler yani alüminidler pek çok farklı kombinasyona sahip olabilirler. Ancak yapı malzemesi olarak nikel alüminidler, titanyum alüminidler ve demir alüminidler hatırı sayılır oranda üstünlükleri vardır. Bunun nedeni kolay üretimi ve nispeten ekonomik oluşlarıdır. Ancak bu malzemelerinde en büyük sorunları gevreklik ve yüksek sıcaklıklarda mukavemetlerini kaybetmeleridir. Yapısal olarak tok olan metallere alaşıma katılması ile gevreklik problemi; yüksek sıcaklığa dayanıklı refrakter metallere alaşıma katılması ile mukavemet problemleri nispeten çözülmüş olur [1].

Refrakter elementlerden alaşımlara katılan başlıca metallere ilk sırasında niobyum gelir. Genellikle ikinci alaşım elementi olarak katılsa da 1960 yıllardan itibaren 1000°C sıcaklığın üstünde dahi mukavemetlerini koruyabilen saf niobyum alüminidler üretilmek istenmiştir. Bu intermetalikler uzay teknolojilerinde ve yüksek sıcaklık uygulamalarında yapı malzemesi olarak geleceği parlak görülmektedir [1].

Son yıllarda yapılan araştırmalarda, alüminidler alaşımlama ve üretim işlemleri kontrol altında tutularak kristal yapıları, mikro yapıları, tane yapıları ve kompozisyonları incelenerek gevreklik problemleri giderilmeye çalışılmaktadır [1].

Genel anlamda malzemeleri üretmek ve şekillendirmek için döküm, ekstrüzyon, dövme gibi kapsamlı ve çok sayıda yöntem vardır. Ancak yanma sentezi başta olmak üzere, intermetaliklerin üretimine sınırlı sayıda üretim yöntemi imkân vermektedir [2]. Bu yöntemler şu şekilde sıralanabilir; ergitme ve döküm, alaşım tozlarının

kullanıldığı toz metalurjisi, saf orijinal malzemeli reaktif sinterleme ve yanma sentezi bunların başlıcalarıdır[1].

Ergitme yönteminde genellikle indüksiyon fırınları ve vakum ark ergitme ocakları kullanılır. Her iki yöntemde de elektrik akımı kullanılarak elde edilen ısı enerjisiyle ergitme yapılır [1].

Yanma sentezi, inorganik bileşikleri ve çeşitli özel uygulama malzemelerini elde etmek için maddenin kimyasal enerji reaksiyonlarından maksimum faydalanma prensibine dayanan bir tekniktir [2]. Bu sentezleme yaklaşımı, sentezleme reaksiyonuyla büyük ısı çıkışı sayesinde çok yüksek hızda, kendi kendine ilerleyen işlemlerden meydana gelmektedir. Katı reaktan yapısına sahip malzemelerin yanma sentezi, yanma reaksiyonlarının başlatılma şartlarına bağlı olarak, kendi kendini destekleyen yüksek sıcaklık sentezi (self-propagating high temperature synthesis, SHS) ve hacim yanma sentezi (Volume Combustion Synthesis) olarak iki şekilde tanımlanmaktadır [2]. Kendi kendini destekleyen yüksek sıcaklık sentezinde, harmanlanmış reaktan tozlar, ham yoğunluğa sahip tabletler şeklinde preslenir; daha sonra lokal olarak bir noktadan tutuşturulur. Tutuşturma işlemi; lazer ışını, ısıtıcı bobin, kıvılcım gibi ekipmanlarla gerçekleştirilir [2]. Hacim yanma sentezinde ise, reaktan karışım tozdan şekillendirilmiş olan numunenin tamamı, hacimde meydana gelen kendi kendini destekleyen tutuşma sıcaklığına kadar, kontrollü bir biçimde, üniform olarak ısıtılır ve yanma sırasında reaktanlar kendiliğinden dönüşüme uğrar [2]. Bu işlemde maksimum sıcaklığa alüminyumun ergime sıcaklığının hemen üzerinde ulaşılmaktadır [1]. Bu yöntem; seramikler, metaller ve intermetalik tozları teorik yoğunluğa yakın, başarıyla birleştirebilen verimli bir sinterleme tekniğidir [2] ve intermetalik, kompozit, seramik ve fonksiyonel değişkenli malzemeler üretilebilmektedir [2].

Diğer bir yöntem ise toz metalurjisi yöntemidir. Bilinen toz metalurjisinde olduğu gibi saf elementel tozlar karıştırılır ve yüksek bir basınç ile preslenir. İstenilen şekle getirilmiş parça alüminyumun ergime sıcaklığının üzerinde bir sıcaklığa ısıtılarak ergiyik alüminyum ile aktif hale gelmiş diğer elementin alaşım oluşturması sağlanır. En sık kullanılan ve en ucuz olan laboratuvar yöntemi budur [2].

Bu alıřmada eřitli oranlarda toz metalurjisi ile hazırlanmıř saf niobyum ve saf alüminyum tozlarından eřitli řartlarda ve sıcaklıklarda; niobyum alüminid ikili denge diyagramında yer alan Nb_3Al , Nb_2Al ve $NbAl_3$ intermetaliklerinin oluřumu incelenmiř ve karakterize edilmiřtir. İntermetalikler, alüminidler ve toz metalurjisinden bahsedildikten sonra deneylerin yapılıřı ve yorumlanmasına yer verilmiřtir.

BÖLÜM 2. İNTERMETALİKLER

İntermetalik bileşikler, metaller ile seramikler arasında yer alan genellikle kimyasal açıdan birbirine benzemeyen iki veya daha fazla saf metalin dar kompozisyon aralıklarında ve basit oranlar çerçevesinde oluşturduğu kristal yapılu bileşik veya katı çözeltilerdir [1, 2, 3]. Kritik düzenleme sıcaklığında ($T_c < 700^\circ\text{C}$) uzun mesafede düzenli kristal yapılar oluşturan metalik bağlı bir malzeme sınıfı olan intermetalik bileşikler, metalik karakterdedir [3]. Isığı yansıtırlar ve iletkenlerdir [1]. Ancak intermetalliği oluşturan metallerle benzer metalik bağ özelliği göstermezler. İntermetalikleri oluşturan farklı atomlar arasındaki bağ mukavemeti, aynı atomları arasındaki bağ mukavemetinden daha büyüktür ve bu nedenle intermetalikler, farklı atomlarla tercihli olarak çevrilmiş düzenli atom dağılımı ile özel kristal yapıları oluştururlar [2].

İntermetalik bileşikler, metalurjinin başlangıcından beri kullanılan bir malzemedir. Tarihsel süreç incelendiğinde, geçmişi M.Ö 2500 yıllarına dayanmaktadır. İntermetalik bileşikler, fiziksel metalurjinin gelişmesiyle son yüzyılda bilimsel araştırma konusu olmuş ve ilk olarak Almanya'da 1939'lu yıllarda Karsten tarafından çalışılmıştır [2]. Ancak içyapı ve mekanik davranışlar açısından detaylı olarak 1960'lı yıllardan itibaren araştırılmaya başlanılmıştır [2].

İntermetalikler, yüksek sertlik ve yüksek aşınma direnci gibi üstün mekanik özelliklere bağlı uygulamaların yanı sıra dekoratif uygulamalar için de kullanılmıştır. Örneğin, metalik parlaklıklarından dolayı Antik Mısır'da bronz kaplamaların yapıldığı bilinmektedir. Tablo 2.1'de intermetalik bileşiklerin geçmişteki ve günümüzdeki bazı uygulama alanları verilmiştir [2].

Tablo 2.1. İntermetaliklerin geçmişte ve günümüzde bazı kullanım uygulamaları [2]

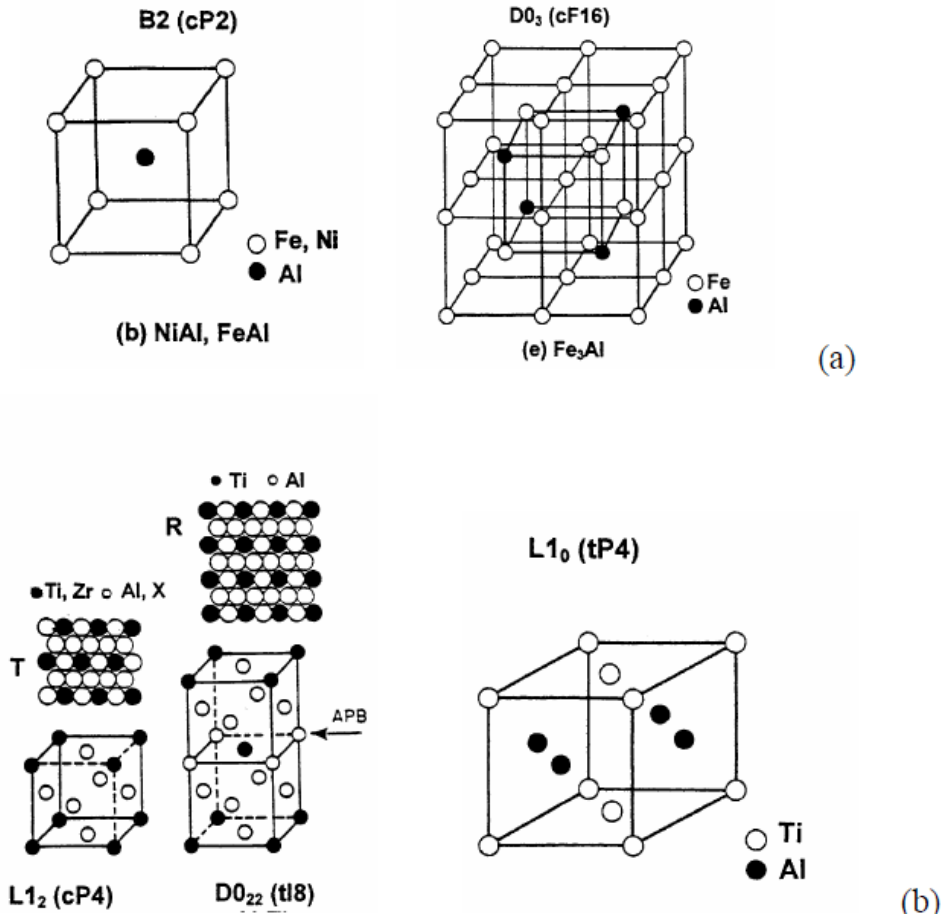
Takribi Zamanı	Malzeme veya Üretim Prosesi	Faz	Uygulama
M.Ö 2500	Sementasyon	Cu_3As	Bronz Kaplama Aletler (Mısır, Anadolu, İngiltere)
M.Ö 100	Sarı Pirinç	$CuZn$	Madeni Para, Dekoratif Parçalar (Roma)
0	Kalay İçeriği Yüksek Bronz	$Cu_{31}Sn_8$	Ayna (Çin)
600	Amalgam	$Ag_2Hg_3+Sn_6Hg$	Diş Sağlığı (Çin)
1500	Amalgam	Cu_4Hg_3	Diş Sağlığı (Almanya)
1505	Amalgam	Sn_8Hg	Ayna Yüzeyi (Venedik)
1540	Metal	$SbSn$	Basma Kalıbı
1910	Acutal	$(CuMn)_3Al$	Meyve Bıçağı (Almanya)
1921	Permalloy	Ni_3Fe	Yüksek Geçirgenli Manyetik Alaşımlar
1926	Permendur	$FeCo(-2V)$	Yumuşak Manyetik Alaşımlar
1931	Alnico	$NiAl-Fe-Co$	Kalıcı Miknatıs Malzeme
1935	Sendust	$Fe_3(SiAl)$	Manyetik Malzeme
1938	Cu-Zn-Al Cu-Al-Ni	$CuZn-Al$ $(Cu,Ni)_3Al$	Hafıza Şekilli Alaşımları
1950	Alüminit Kaplama	$NiAl,CoAl$	Ortamdan Koruma İçin Yüzey Kaplaması
1956	Kanthal, Mosilit	$MoSi_2$	Elektriksel Isıtıcı Elementler
1961	A15 Bileşiği	Nb_3Sn	Süper İletkenler
1962	Nitinol	$NiTi$	Hafıza Şekilli Alaşımları
1967	Co-Sm Miknatısları	Co_5Sm	Kalıcı Miknatıslar

Stokiyometrik oranın dışında intermetalığı oluşturan metallerin birbiri içinde çözünürlüğü olmayan çizgisel (tek bir bileşim noktası olan) intermetalik malzemelerin (tek fazlı) üretimleri oldukça zordur. Belli bir kompozisyon aralığında oluşan katı-hal faz dönüşümlü (birbiri içinde çözünürlüğü olan) intermetalik fazın dönüşüm tokluk özelliği malzemeye önemli bir avantaj sağlamaktadır [3]. İntermetalik malzemelerde atomlar arasında sadece metalik bağ mevcut değildir. Aynı zamanda bir miktar kovalent bağ da oluşabilir. Örneğin NiAl bileşiğinde metalik bağın yanı sıra kovalent bağ da tespit edilmiştir [1,3].

İntermetalik bileşikler normal valans bileşikleri ve elektron bileşikleri formunda olabilir [3].

1. Normal valans bileşikleri: kimyasal valans kurallarına uygun olarak oluşurlar (Mg_3Sb_2 , Mg_3Bi_2 gibi). Bu valans bileşikleri genellikle kuvvetli metalik kimyasal özelliklere sahip bir metal zayıf metalik kimyasal özellik gösteren metal arasında oluşur. Çoğunlukla bu bileşiklerin ana metallerden daha yüksek bir ergime sıcaklıkları vardır. Valans bileşiklerine örnek olarak Mg_2Sn verilebilir. Mg $650^\circ C$ ve Sn $232^\circ C$ de erir iken Mg_2Sn $780^\circ C$ de erir [3].
2. Elektron bileşikleri: Bu bileşikler normal valans kurallarına uymazlar. Söz konusu intermetalik bileşiklerin bir molekülünde atomların toplam sayısı ve bütün atomların valans bağlarının toplam sayısı (toplam valans sayısı/toplam atom sayısı) arasında sabit bir Hume-Rothery oranı vardır [3]. Genel olarak Hume-Rothery oranları 3'e ayrılır.
 - a. $3/2$ oranı ($21/14$)- yapıları (HMK) ($CuZn$, Cu_3Al , Cu_5Sn , $NiAl$, $FeAl...$) [1].
 - b. $21/13$ oranı - yapıları (Karmaşık kübik) (Cu_5Zn_8 , Cu_9Al_4 , $Cu_{31}Sn_8$, $Ag_5Zn_8..$) [1].
 - c. $7/4$ oranı ($21/12$) - yapıları (HSD) ($CuZn_3$, Cu_3Sn , $AgCd_3$, $Ag_5Al_3..$) [1].

Bununla birlikte, pek çok intermetalik bileşik valans bileşiklerine veya Hume-Rothery oranlarına uymaz ve genellikle topolojik olarak sıkı paket fazlarını oluştururlar [1,3]. Şekil 2.1'de tipik bazı intermetaliklerin kristal kafes yapıları görülmektedir [2].



Şekil 2.1. HMK (a) ve YMK (b) yapılarından türemiş bazı basit intermetalik kristal yapıları [2]

L1₂ ve B2 yapısına sahip kübik intermetaliklerin latis parametreleri ve hacim boyut faktörü makroskobik atom modeli yoluyla elde edilebilir. İlk adımda, iki geçiş metalinin ikili katı solüsyonunda hacimsel boyut faktörü hesaplanarak bir denklem elde edilmiştir. Daha sonra, kübik intermetaliklerin latis parametreleri literatürde bulunan yalnızca kısmi molar hacimi ve hacimsel boyut faktörü kullanılarak oluşturulan denklem ile hesaplanır. Tahminler ile elde edilen hacimsel boyut faktörü arasında geniş farklılık bulunurken, ölçülen ile hesaplanan latis parametreleri arasındaki fark 0.05 -5.45% arasındadır [4].

Miedema ve yardımcıları makroskobik atom modelini kullanarak iki değişen ya da değişmeyen metalin oluşturduğu alaşımların oluşum entalpilerini, dH^{for} , hesaplamada aşağıdaki denklemi takip etmişlerdir [4].

$$\Delta H^{\text{for}} = f_B^A C_a \left[V_a^{2/3} / (n_{\text{ws}}^{-1/3})_{\text{av}} \right] \times \left\{ -P(\phi^*)^2 + Q(\Delta n_{\text{ws}}^{-1/3})^2 \right\}$$

O. Coreno Alonso ve J. Coreno Alonsonun beraber yaptıkları çalışmada kübik $L1_2$ ve B2 yapılarındaki intermetaliklerin tahmini latis parametreleri kullanılarak hacimsel boyut faktörleri hesaplanmıştır. Literatürde rapor edilen denklemler bu amaç için kullanılmış, böylece tahmini latis parametreleri göreceli olarak basit deneysel denklemlerden elde edilmiştir [4].

A metalinin çözücü, B metalinin çözünen olduğu bir katı çözeltide hacimsel boyut faktörünü ($\Omega_{\text{sfB/A}}$) şöyle ifade eder;

$$\Omega_{\text{sfB/A}} = \frac{(\Omega_B^* - \Omega_A)}{\Omega_A}$$

Ω_A , A'nın atomik hacmidir. Bir metalin ya da katı karışım alaşımın atomik hacim (Ω), atom başına düşen olarak tanımlanır. Ω_B çözünen B nin atomik hacim etkisidir ve %100 çözünmüş durumda konsantride hacimin lineer ekstrapolasyonu ile elde edilir. Karşı kompozisyon atomik hacminin lineer bir alanında hacimsel boyut faktörü alternatif olarak şöyle tanımlanır [4].

$$\Omega_{\text{sfB/A}} = \left(\frac{1}{\Omega_A} \right) \left(\frac{d\Omega}{dc} \right)$$

denklemden

$$\frac{d\Omega}{dc} = \Omega_{\text{sfB/A}}(\Omega_A)$$

Bu denklemlerden yola çıkan ve bir dizi denklem sonrasında Coreno şunları bildirmiştir [4];

1. Bir A_3B bileşiğinin birim hücrenin hacmi

$$V_{A_3B} = \Omega_A(4 + \Omega_{\text{sfB/A}})$$

2. $L1_2$ intermetalik bileşiminin latis parametresi

$$a_{A_3B} = [\Omega_A(4 + \Omega_{sfB/A})]^{1/3}$$

3. Bir AB bileşiminin birim hücrenin hacmi

$$V_{AB} = \Omega_A(2 + \Omega_{sfB/A})$$

Benzer şekilde

$$V_{BA} = \Omega_B(2 + \Omega_{sfA/B})$$

4. Bir B2 intermetalik bileşiminin latis parametresi

$$a_{AB} = [\Omega_A(2 + \Omega_{sfB/A})]^{1/3}$$

ya da

$$a_{BA} = [\Omega_B(2 + \Omega_{sfA/B})]^{1/3}$$

formülleri ile bulunabilmektedir.

Yapı çalışmalarıyla, intermetalik bileşiklerin karbür, nitrür ve borürlerden farkları belirlenmiştir. Başlar genel olarak s, p ve d seviyesindeki elektronlarca kontrol edildiğinden metalik karakter göstermektedir [3]. Bu bileşikler genellikle A ve B gibi iki elementten oluşan A_3B , A_2B , A_5B_3 , A_7B_6 ve AB şeklinde 5 farklı stokiometrik kombinasyonla sınıflandırılır. Her bir stokiometrik gruptaki intermetalik bileşikler farklı kristal yapı oluşurlar [3]. Tablo 2.2’de bazı intermetaliklerin kristal yapıları ve değişik özellikleri verilmiştir.

Tablo 2.2. Bazı intermetaliklerin stokiometrik formülleri ve değişik özellikleri [3]

Stokiometri	Kristal yapı	Grup ismi	Örnek	Ergime noktası(°C)	Yoğunluk(gr/cm ³)
A ₃ B	L1 ₂ D0 ₁₉ D0 ₂₂	(Geometrik sıkı paket)	Ni ₃ Al	1397	7.41
			Pt ₃ Al	1556	17.47
			Ti ₃ Sn	1670	5.29
	Ni ₃ Al		1547	11.8	
	Al ₃ Nb		1607	4.52	
	Al ₃ Ta		1550	6.9	
	A15	Alfa-Mn	Nb ₃ Al	1960	7.29
			Mo ₃ Si	2025	8.97
			V ₃ Si	1925	6.47
			Cr ₃ Si	1770	6.46
A ₂ B	C1 C11 _b	Silisidler	CoSi ₂	1326	4.98
			MoSi ₂	2030	6.31
	C14	Laves fazları	Cr ₂ Hf	1870	10.24
			Cr ₂ Nb	1720	7.68
	C15	(Topolojik sıkı paket)	W ₂ Hf	2512	-
			Co ₂ Nb	1520	9.0
			Co ₂ Zr	1560	8.23
			Fe ₂ Zr	1645	7.69
	C36		Mo ₂ Hf	2170	11.4
	D8 _b	Sigma fazları	Nb ₂ Al	1871	6.87
A ₅ B ₃	D8 _m		Mo ₅ Si ₃	2180	8.2
	D8 ₈		Ti ₅ Si ₃	2130	4.38
A ₇ B ₆	D85	Mü fazları	Nb ₆ Fe ₇	1620	-
			W ₆ Co ₇	1689	-
AB	B2		NiAl	1640	5.88
			CoHf	1640	12.5

Pek çok kristal yapı, geometrik sıkı paket yapı olarak tanımlanan düzlemde iki elementin sıkı paket köşelerine istiflenmesi ile ifade edilir. Benzer şekilde, kompleks yapıların çoğu topolojik sıkı paket olarak tanımlanır. Bu yapıda hayali polihedrada atom gruplarının istiflenmesinden kaynaklanan farklılıklar mevcuttur. Atomlar arası etkileşim, intermetalik bileşik oluşumu, kimyasal ve fiziksel özellikleri uygun elementlerin kombine edilmesi ile kolaylaştırılır [3].

İntermetalik bileşiklerin düzenli kafes yapıları ile mekanik davranışları ve dislokasyon yapıları arasındaki ilişki yıllardan beri detaylı olarak araştırılmaktadır. Bu bileşiklerin deformasyonu ikili dislokasyon veya süperlatis kaymasıyla açıklanmıştır [2, 3]. Yüksek sıcaklıklarda süperlatis dislokasyonlarının hareketi nispeten düşük olmasından dolayı akma mukavemeti yükselmekte ve artan test sıcaklığına paralel olarak akma mukavemeti de artış göstermektedir. Dislokasyon hareketi sonucu akma mukavemetindeki artış pek çok bileşikte gözlenmiştir [1].

Yüksek sıcaklık uygulamaları için malzemenin yüksek mukavemeti ve tokluğu yanı sıra mikroyapısal kararlılığı, oksidasyon ve sürtünme direncinin de yüksek olması gerekmektedir. İntermetalik malzemeler yüksek ergime noktası, korozyon direnci, kararlılığı ve mukavemet özellikleri ile ilgi çekmektedir. Fakat bu malzemelerin kullanımını sınırlandıran en önemli faktör gevrek karakterli olmalarıdır. Gevrek karaktere sebep olarak yetersiz kayma sistemi, yüksek enerjili tane sınırları, empüritelerden kaynaklanan gevreklik, düşük klivaj mukavemeti veya düşük yüzey enerjisi, deformasyon sertleşmesi, yüksek gerilim oranlarına hassasiyet ve çevre faktörü olarak sıralanabilir [3].

İntermetaliklerde ki gevreklik problemi ve nedenleri çok çeşitlidir. Çatlak ucunda gerilim sönmemesi ve plastik deformasyon olmayan gevrek karakterli kırılmalar, yani akma gerilmesi, kırık veya çatlama için gerekli gerilmelerden daha yüksektir. Bunun sebebi, yetersiz kayma sistemi veya dislokasyon değişkenliğidir [2,5].

İntermetaliklerin gevrek karakterlerinden dolayı şekillendirilmeleri oldukça zor ve pahalıdır. Gevrek karakterlerinden dolayı düşük kırılma tokluğuna sahiptirler. Ayrıca yüksek yorulmadan dolayı çatlak büyümesine ve yüksek çentik hassasiyeti olan malzemelerdir. Tüm bu olumsuzluklarından dolayı kullanım alanları oldukça sınırlı kalmıştır [2].

Kristal anizotropi de gevreklikte önemli bir faktördür ve elastik modül ilişkisine karşılık olarak kullanılır. Gevrek kırılma, zayıf tane sınırının sonucudur ve diğer heterojen mikroyapı gerilim konsantrasyonuna ve bölgesel deformasyona yol açmaktadır. Akma gerilimi ve kırılma gerilimi oransızlığı, muhtemelen çok düşük yüzey enerjisi nedeniyle, kolay kırılma ve çatlama oluşmaktadır. Bu, genellikle yüzey enerjisini azaltan empuritelerin segregasyonu ile şiddetlenmektedir. Özellikle oksijen, malzemelere difuze olabilir ve böylece lokal gevrekleşme oluşarak birçok intermetalik bileşiğin özelliklerini sınırlandırmaktadır [2].

Çatlak gibi mevcut bir kusurun yayılmasına maksimum direnç kırılma tokluğu olarak bilinmektedir. Düşük kırılma tokluğu sünek malzemenin eksikliğinin kesinliğinden dolayıdır. Bu eksikliği kırılma mekanizması ile anlaşılabilir. Ortam sıcaklığında ilginç mekanik özelliklerine rağmen, alaşımlar yapısal malzeme gibi kullanılabilmesi için toklaştırılmalıdır. Toklaştırma, kristal yapının değiştirilmesine sebep olacak alaşımlamalar ile ya da tok fazların varlığını uyararak gerçekleştirilebilir [6].

Gevrek malzemeler için kırılma tokluğu K_{Ic} olarak anılır. Bir yapısal birleşen belirli bir stres düzeyine kadar dayanır; eğer bir çatlak varsa, çatlağın yayılmasına sebep olabilecek stres-çatlak uzunluğu kombinasyonunun spesifik değeri söz konusudur. Kırılma tokluğu, katastrofik hatanın oluşturacağı çatlak yayılmasının önlenmesi için tam anlamıyla doğru sonuçların elde edilmesinde kullanılır [6].

Kırılma tokluğunu bulmada identasyon metodu Vickers sertlik identasyonu olarak istenir. Metod basit, hızlı ve 20 yıldan daha fazla bir süredir seramikler için kullanılmaktadır. Günümüzde, bu yöntem metal-seramik kompozitlerin ve intermetaliklerin analizinde kullanılmaktadır. Gevrek malzemeler idente

edildiklerinde çatlaklar. İki tür çatlak kırılma tokluğunun bulunmasında kullanılabilir; (1)WC ve WC/Co gibi tipik toklaştırılmış malzemelerde palmqvist çatlak ve (2)diagonal çatlaklar [6].

Blendell kırılma tokluğu ile çatlak-girinti(ident) çapı arasındaki ilişkinin evrensel davranışını hesaplamış ve şu şekilde ifade etmiştir [6].

$$K_{IC} = 0.0285H_v^{0.6}E^{0.4}a^{0.5}\log(8.4a/c)$$

Burada H_v vickers sertliğin (Gpa), E young's modülünü, a vickers izinin yarıçapı ve c yarı sürküler çatlağın yarıçapıdır. Ötektik reaksiyonlar ve intermetalik fazların oluşması ile elde edilen in situ kompozitler, Ni esaslı süper alaşımlara alternatif olarak araştırılmıştır. Çünkü bu malzemeler yapı malzemesi olarak çok yüksek sıcaklıklarda çalışılmasına olanak vermiştir. Bunun yanı sıra fazlar arasında termodinamik olarak kararlı interfazlar göstermiştir ve güçlü interfaz bağlarına sahiptir [6].

İntermetalik bileşiklerin mikro yapısal kontrolü sayesinde mukavemet özelliklerini kaybetmeden sünekliğini ve tokluğunu geliştirmek mümkündür [1]. Mikro yapısal kontrol, tane boyutu kontrolü, çok fazlı yapı (ötektik gibi) oluşumu ve kristal yapı değişimi ile sağlanmaktadır. Tane boyut kontrolü mikron altı seviyeden tane sınırlarının tamamen yok edilmesine kadar geniş bir aralıkta değişmektedir. Örnek olarak yönlü katılaşma sonucu oluşan tane yapısı ve tek kristalli yapı verilebilir. İki veya çok fazlı mikroyapıların tokluğu tek fazlı yapılara kıyasla daha yüksektir. Örnek olarak ötektoid çelikler ve temperlenmiş martenzitik çelikler verilebilir. Tablo 2.3'de intermetalik malzemelerin mikro yapısal kontrolü ile tokluk değerlerini geliştirme yöntemlerine örnekler verilmiştir [1].

Tablo 2.3. İntermetaliklerin tokluk ve süneklik değerlerinin geliştirilmesi [1].

Mikro Alaşımlama	Ni ₃ Al, Ni ₃ Si, PdLn'a B Ni ₃ Al'a Be Ni Al,'a Fe, Mo, Ga Ni ₃ Al,'a Ag
Makro alaşımlama	Co ₃ V'a Fe TiAl'a Mn, V, Cr Ti ₃ Al 'a Nb Ni ₃ Ti'a Mn, Cr Ni ₃ Al'a Pd
Tane Boyutu Kontrolü	NiAl
Hidrostatik Basınç	Ni ₃ Al
Martenzit Dönüşüm	NiAl 'a Fe
Kompozit (fiber takviyesi)	NiAl/ 304SS Al ₃ Ta/Al ₂ O ₃ MoSi ₂ / Nb-IZr
Kompozit (sünek partikül takviyesi)	TiAl'a Nb Ni ₃ Al'a Fe, Mn MoSi ₂ 'a Nb

İntermetalik bileşikler küçük kompozisyon değişikliklerine ve hidrojen içeren ortamlara karşı aşırı hassastırlar. 1970'li yıllarda fiziksel metalurji prensipleri kullanılarak alaşım dizaynı ile intermetalik bileşiklerin üretilebilirliklerinde ve mekanik özelliklerinde gelişmeler sağlanmıştır [7]. Bunun için yapı kontrolü, mikro alaşımlama ve makro alaşımlama yapılmaktadır. Co₃V un sünekliği Fe ile makro alaşımlama yapılarak iyileştirilmiştir [7]. Fe ilavesi, ortalama elektron konsantrasyonunu azaltarak bileşiğin yapısını hegzagonal yapıdan kübik yapıya dönüştürmüştür [7]. Kübik L1₂ yapılu (Fe, Co, Ni)₃V alaşımın oda sıcaklığındaki süneklik değerinde %40'dan fazla iyileşme sağlanmıştır. Aynı şekilde Al₃Ti bileşiğine Cr ve Mn, Ni₃Al bileşiğine de Mn, Fe ve Cr ile makro alaşımlama yapılarak süneklik özellikleri iyileştirilmiştir. Çok kristalli Ni₃Al bileşiğine ilave edilen bor'un tane sınırlarına segregasyonu ile taneler arası kırılma önlenerek kırılma tarzı değişmekte ve süneklik değeri hızla artmaktadır [7]. Mikroyapı kontrolü ile de

intermetalik bileşiklerin sünekliliği iyileştirilmektedir. Ni_3Al bileşiğinin tane boyutu inceltirilerek $400^{\circ}C$ 'den yüksek sıcaklıklarda süneklik değeri artırılmıştır. Ni_3Al bileşiğinin sünekliliğinin artırılmasında diğer bir yaklaşım ise yönlü katılaşmadır. Bunlar kuvvetli intermetalik bileşiklerde yüksek süneklik değerlerine ulaşmada örnek uygulamalar olarak verilmektedir. İntermetalik bileşiklerin fiziksel ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi ile pek çok uygulamalar için kullanılabilceği görülmüştür [7].

İntermetalik bileşikler, grup olarak belirli kullanımlar için çok çekici hale gelen bazı özelliklere sahiptir. Örneğin, saf metallere göre daha güçlü bağ mukavemeti eğilimi ve düzenli yapıları sayesinde daha düşük kendi kendine yayılma özelliğine sahiptir. Bu iki özellik, birçok Al ve Si içerikli bileşik ile birleştirildiğinde iyi oksidasyon direncine ve düşük yoğunluğa sahip yapıları meydana getirir ve sahip olduğu üstün özelliklerle intermetalik malzemeler, seramiklerden daha güvenilir ve geleneksel alaşımlardan daha iyi özelliklere sahip olduğundan yüksek sıcaklık uygulamaları için aday malzemeler haline gelmektedir [2,5]. Tablo 2.4'de intermetalik malzemelerin mekanik özelliklerinin, seramik ve metallere mukayesesi verilmiştir [2].

Tablo 2.4. Metal, intermetalik e seramiklerin bazı özelliklerinin kıyaslanması [2]

Metaller	İntermetalikler	Seramikler
Yüksek yoğunluk	Orta yoğunluk	Düşük yoğunluk
Orta seviyede elastik modül	Oldukça yüksek elastik modül	Yüksek elastik modül
İyi sünek (oda sıcaklığında)	Düşük süneklik (oda sıcaklığında)	Süneklik yok (oda sıcaklığında)
Yüksek çekme ve basma mukavemeti (oda sıcaklığında)	Değişken çekme mukavemeti, oldukça yüksek basma mukavemeti (oda sıcaklığında)	Değişken çekme mukavemeti, yüksek basma mukavemeti (oda sıcaklığında)
Çok düşük mukavemet (yüksek sıcaklıkta)	Yüksek mukavemet (yüksek sıcaklıkta)	Oldukça yüksek mukavemet (yüksek sıcaklıkta)
Düşük oksidasyon direnci (yüksek sıcaklıkta)	Oldukça yüksek oksidasyon direnci (yüksek sıcaklıkta)	Yüksek oksidasyon direnci (yüksek sıcaklıkta)
Yüksek elektriksel iletkenlik	Genel olarak yüksek elektriksel iletkenlik	Düşük elektriksel iletkenlik
Yüksek kırılma tokluğu (oda sıcaklığında)	Düşük kırılma yokluğu (oda sıcaklığında)	Çok düşük kırılma tokluğu (oda sıcaklığında)

Tablo 2.5’de intermetalik malzemelerin tokluk ve süneklik değerlerinin gelişebilmesi için uygulanan yöntemler gösterilmiştir [8].

Tablo 2.5. İntermetalik malzemelerin tokluk ve süneklik değerlerinin geliştirilmesi için uygulanan yöntemler [8]

Mikro alaşımlama	Ni ₃ Al, Ni ₃ Si, PdLn'a- B Ni ₃ Al'a -Be NiAl'a- Fe, Mo, Ga Ni ₃ Al,'a -Ag
Makro alaşımlama	Co ₃ V'a- Fe TiAl'a- Mn, V, Cr Ti ₃ Al'a- Nb Al ₃ Ti'a- Mn, Cr Ni ₃ Al'a- Pd
Tane boyutu kontrolü	NiAl
Hidrostatik basınç	Ni ₃ Al
Martenzit dönüşümü	NiAl'a- Fe
Kompozit (fiber takviyesi)	NiAl/304SS Al ₃ Ta/Al ₂ O ₃ MoSi ₂ /Nb-IZr
Kompozit (sünek partikül takviyesi)	TiAl'a -Nb Ni ₃ Al'a- Fe, Mn MoSi ₂ ' a -Nb

İntermetalikler, yeterli sürünme direnci ile kullanım sıcaklığında yeterli sürünme mukavemetine sahiptir. Sürünme direncini, difüzyon katsayısı ve kayma modülü

belirler ve bu iki parametre de ergime sıcaklığına bağlıdır. Dolayısıyla geleneksel metalik alaşımların % 75'i düşük ergime sıcaklığı ile yapısal uygulamalar için kullanımları sınırlıdır [2].

Düzensiz alaşımlarda ve elementel metallerde sürtünme direnci, düşük sıcaklıklarda yüksektir ve dislokasyonların ısıl aktivasyon hareketi sonucu sıcaklığın artması ile düşer. Ancak Ni_3Al gibi bazı intermetalikler bunun tersine bir davranış sergilemektedir [2].

Birçok fonksiyonel ve yapısal uygulama için yoğunluk çok önemlidir ve genellikle temel bir parametredir. Hareketli parçalarda kullanım için intermetalik malzemeler, hacim yoğunluğu ve mukavemet oranı gibi yeterince yüksek spesifik mukavemete sahiptir. Ti, Al, Si ve Mg gibi hafif elementler içeren fazlar, geleneksel alaşımlarla benzer şartlarda karşılaştırıldığında düşük yoğunluğa sahiptir. İntermetalikleri plastik deformasyonu; daha kompleks kristal yapılarından, düzenli atomik dağılımından ve daha kuvvetli atomik bağından dolayı metallere ve geleneksel alaşımlardan daha zordur [2]. İntermetalik malzemeler oldukça yüksek elastik modül, yüksek ergime noktası, nispeten düşük yoğunluk, iyi korozyon direnci, yüksek elektriksel iletkenlik ve yüksek mukavemet özellikleriyle tanımlanmaktadır [2]. Ayrıca intermetalik bileşiklerin bazılarının özellikle aluminidlerin sürtünme ve kayma aşınması direnci düşüktür. Ni-Al intermetalik bileşiğinde; kayma düzlemleri boyunca çatlama ile kabuk kabuk soyulma ve karşılıklı temas halindeki yüzey tabakalarının mekanik olarak meydana getirdiği aşınmadan söz edilmektedir. Aşınma direncinin, Ni-Al intermetalik alaşımlarının sertliğinin artmasıyla arttığı bilinmektedir [2].

Bir veya daha çok demir grubu metaller, nadir toprak elementleri veya aktinid metal içeren intermetalik bileşikler magnetizmin anlaşılması ve uygulanmasında önemli avantajlar sağlayan bir alandır. Bu konuda önde gelen örnekler şunlardır; nadir toprak elementleri ile geçiş metallere bileşikleri olağanüstü kalıcı mıknatıs yapımında; ağır fermiyon bileşikleri olarak adlandırılan seryum veya uranyum bileşikleri; camsı özellikler gösteren kısmi kimyasal düzensiz magnetik intermetalikler ve süperiletken oksidleri sayesinde rekor kritik sıcaklık sağlayan niobyum alaşımı süperiletken intermetalikler [9].

Magnetik özellik gösteren intermetalik bileşiklerin uzun ve güzide bir tarihi vardır. Bundan yaklaşık yüzyıl kadar önce (1903–1904) Heusler bilinen ferromagnetik metallere (demir, nikel ve kobalt) hiçbirini içermeyen ama yine de ferromagnetik olan üçlü alaşımları keşfetti ve daha sonra spesifik stokiometrilere kimyasal olarak düzenli bu alaşımları X-ray difraksiyonu kullanarak buldu. Her nasılsa prototip Heusler bileşikler (Cu_2MnSn ve Cu_2MnAl) demir gibi geçiş metal serisi benzeri içinde mangan içerecek şekilde yapılmıştır ve bu nedenle doldurulmamış 3d elektron kabuğundan kaynaklanan atomik magnetik momentten doğan benzer özelliklere sahiptirler [9]. Benzer bir şekilde son zamanlarda keşfedilen, zirkonyum 4d elektron kabuğu kısmen doldurulmuş ağır geçiş metalleri içinde iken; vanadyum ve skandiyumun demir serisi içinde olduğu Au_4V , Sc_3I ve ZrZn_2 zayıf ferromagnetik intermetalikleri örnek olarak verilebilir [9]. Aslında, 1920’lerde quantum mekanizmasının gelişmesi ile elementlerden meydana gelen periyodik tablonun elektronların temeli magnetik içerikler anlaşılmıştır. Hiçbir ferromagnetik özellik göstermeyen geçiş grup elementlerinden oluşturulan bu kadar az intermetalik bileşik şaşırtıcı bir gelişim göstermiştir [9].

İntermetalik malzemelerin, uçak mühendisliğinde geleneksel olarak kullanılan süperalaşımlardan daha yüksek sıcaklıklara dayanması ile aday malzeme olarak görülmektedir. En avantajlı yüksek sıcaklık alaşımı nikel esaslı süper alaşımlardır ki 1100°C civarına kadar kullanılabilir. Metalik alaşımların yapı malzemesi olarak kullanımında sıcaklık limitleri genellikle eğime sıcaklığının %75’i olarak kabul edilir [10]. Eğer uygulama sıcaklığı süper alaşımın tasarlandığından daha yüksek ise, ergime derecesi 1600°C dereceden daha fazla olan refrakter fazlar kullanım için seçilmelidir. İkili Nb_3Al alaşımları yüksek sıcaklık malzemesi olarak kullanmak için çeşitli çekici özelliklere sahiptir. Bu özellikler düşük yoğunluk ($4,5 \text{ g/cm}^3$), yüksek ergime noktası (1605°C) ve krom, silisyum ve yitrium ile alaşımlandıktan sonra bir Al_2O_3 tabakasının oluşumu ile 1200°C de mükemmel oksidasyon direnci sayılabilir [10].

İntermetalikler, düzenli yapıları ve üstün mekanik özellikleriyle, otomotiv endüstrisinde piston, valf, bilezik gibi elemanların yapımında; uzay ve petrokimya

endüstrisinde yüksek sıcaklık malzemesi olarak, korozyon ortamlarda korozyon direncini arttırmada kaplama malzemesi olarak, başta kamara tipi fırınlar olmak üzere ısıtıcı elemanlar ve fırın donanımı olarak, enerji depolama ünitelerinde; pil, takım ve kalıp gibi ekipmanların yapımında, magnetik ve elektronik devrelerde seçici malzemeler olarak kullanılan, geniş uygulama alanına sahip bileşiklerdir [2]. İntermetaliklerin fiziksel ve kimyasal özellikleri iyileştirilerek genel olarak otomotiv, uzay sanayi, magnetik uygulamalar, enerji depolama işlemleri, pilleri hidrojen depolama, ısıtıcı elemanların yapımında, takımlar ve kalıpların yapımında, fırın donanımında, korozyon ortamlarda, kimyasal endüstri için yapılan borularda, kaplamalarda ve elektronik devre yapımında kullanılmaktadır [3]. Hali hazırda uzay çalışmalarında yapısal malzeme olarak kullanılabilen birçok intermetalik sistem bilinmektedir. Ti alaşımları ($Ti_3Al-Ti_3NbAl-TiAl_3$), Ni alüminidler ($NiAl-Ni_3Al$), Nb alüminidler ($Nb_3Al-NbAl_3$), $MoSi_2$ ve bir takım ileri intermetalik bileşikler üzerinde bu konu için çalışmalar yapılmıştır [11].

İntermetaliklerin diğer bir kullanım alanı ise süperiletken uygulamalarıdır. 2 tip süper iletken vardır. Metalik süperiletkenler tip-1 olarak adlandırılırlar [12]. Tip-1 malzemelerde bütün magnetik akış malzemenin yüzeyindeki tabakanın içinde meydana gelir. Tip-2 süperiletkenler ise yüksek sıcaklık süperiletken seramiklerdir ve çok yüksek manyetik alanın bulunduğu yerlerde daha yeteneklidir [12]. Tip-2 süper iletkenlerde eğer akış noktaları noktasal değilse, kritik magnetik alanda manyetik akış malzemenin içine nüfuz eder, akım yoğunluğuna bağlı olarak magnetik akış hareketlerinin derinleştiği yerlerde akım yoğunlaşır ve direnç enerjisi kaybolur. Eğer akış hatları yalnızca noktasal, impurite, inklüzasyon veya ikinci fazlar gibi kristal kusurları ile kontrol edilebilir. Yüksek manyetik alan daha yüksek manyetik akımları tolere edebilir [12].

Oda sıcaklığında süperiletken sorusu yüzlerce bileşik oluşturularak incelenmiş ve Tablo 2.6'da verilen kritik sıcaklıklar bulunmuştur. Tablo 2.6'da çeşitli süper iletken malzemelerin sonsuz küçük değerlerde dirençteki düşüşün olduğu geçiş sıcaklığının altındaki sıcaklıklarla ilgili olduğunu göstermektedir [12].

Tablo 2.6. Bazı süper iletken intermetaikler ve dönüşüm sıcaklıkları [12]

ELEMENT/BİLEŞİK	T _c ,K
SrTiO _{3-x}	0,5
Sn	3,7
Hg	4,2
Pb	7,2
Nb	9,2
BaPb _{1-x} BiXO ₃ (X = 0,25)	13
Li _{1+x} Ti _{2-x} O ₄ (0<X<1/3)	14
Nb ₃ Sn	18
Nb ₃ Al _{0,5} Ge _{0,2}	20,9
Nb ₃ Ge	23
BaKBiO	30
La _{2-x} Ba _x CuO _{4-y}	35
PbSrCaLaCuO	55
YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x}	93
Bi ₂ Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _x	110
Bi _{1,5} Pb _{0,5} Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _x	110
BiAlCaSrCuO	114
T1CaBaCuO	100-125
HgBa ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₈	133

Süper iletken mazlemelerin kullanımı sayısı gün geçtikçe artan bir oranda yükselmektedir. Birçok uygulama 3 kategorinin birinin altında uygulanmaktadır: (1)düşük kayıplı transmisyon elektronikler, (2)yüksek manyetik alan jeneratörleri veya (3)yüksek akım taşıyan iletkenler [12]

BÖLÜM 3. ALÜMİNİDLER

Alüminid terimi, alüminyum esaslı intermetalikleri belirten bir kelimedir. Alüminidler, intermetalikler içerisinde gerek alüminyumun ucuz oluşu gerek diğer metaller ile kolay bağ kurabilmesi ve sinter için göreceli düşük sıcaklığa ihtiyaç duyması nedeniyle oldukça yoğun çalışılmıştır. Bu intermetaliklerin bir özelliği de sinter işlemi esnasında yapı yüzeyinde oksidasyona karşı direnci geliştiren alüminyum oksit tabakasının oluşmasıdır. Ayrıca bu bileşikler yüksek ergime noktasına, iyi korozyon direncine ve yüksek mukavemete sahip olup, nispeten düşük yoğunluklu malzemelerdir [2, 3].

Alüminidler birçok farklı oranda ve değişik varyasyonda olabilir. Magnetik, süperiletken veya yüksek sıcaklıklarda mukavemetlerini koruyabilen üstün özellikli malzemeler olabilirler. Yüksek sıcaklıklarda süper alaşım veya çelik gibi yoğun malzemelere alternatif olarak nikel alüminidler (NiAl , Ni_3Al), titanyum alüminidler (TiAl , Ti_3Al) ve demir alüminidler (FeAl , Fe_3Al) geliştirilmiştir ve uygulanmaktadır [2].

Alüminidler için yapılan araştırmalar daha hafif, hızlı ve daha kullanışlı olarak taşımacılık endüstrisi ve özellikle uzay endüstrisi için gerekli olan özelliklere itici güç oluşturmaktadır. Bu durumda alüminidler nikel esaslı süperalaşımlarla yarışmaktadır [8]. Yüksek sıcaklıkta kullanılacak malzemeler yüksek oksitlenme, sürünme dirençleri ve düşük yoğunluk gibi özelliklere sahip olmalıdır. Tüm bu özelliklerinin mükemmel bir bileşime sahip olan alüminidler, kırılma dirençleri giderildiği takdirde yüksek sıcaklık uygulamaları için en uygun adaylardır [8]. Bununla birlikte bu intermetalikler yüksek korozyon direnci ve ısı şok direnci gösterirler [8].

Yüksek sıcaklık uygulamaları için oldukça elverişli olan Ti, Fe ve Ni alüminidler üzerinde son yıllarda yapılan araştırmalarda, alaşımlama ve üretim işlemleri kontrol altında tutularak kristal yapıları, mikro yapısal oluşumları, tane yapıları ve kompozisyonları geliştirilerek gevreklik problemleri giderilmeye çalışılmaktadır [2]. Yeterli miktarda alüminyum içeren bileşiklerde oksitleyici ortamda, malzeme yüzeyinde koruyucu alümina tabakası oluşmaktadır. Bundan dolayı alüminidler düşük yoğunluklu, oldukça yüksek ergime noktalı, yüksek mukavemet ve iyi korozyon direncine sahip malzemelerdir [2]. Niobiyum alüminidler yüksek sıcaklıkta mukavemetini korumaları ile nikel alüminidlere, titanyum alüminidlere ve demir alüminidlere alternatif olarak ortaya çıkmıştır. Bir refrakter metali olan niobiyum ile alüminyum kararlı 3 değişik bileşik ($NbAl_3$, Nb_2Al , Nb_3Al) oluşturabilirler. Bu malzemelerin geliştirilmesi günümüzde de devam etmektedir.

Alüminidlerin çoğu belirtilen kompozisyon aralığının üzerinde oluşmakta ve stokiyometriden sapma artarken düzen oranı da düşmektedir. İlave edilen alaşım elementleri yapıda herhangi bir düzensizlik oluşturmadan atomik pozisyonlara yerleşirler. Örneğin Ni_3Al 'da Si atomları alüminyum konumlarına, Co atomları nikel konumlarına ve Fe atomu ise her iki konuma da yerleşebilmektedir [2].

Alüminidlerin üretimi için döküm, hızlı katılaştırma, mekanik alaşımlama veya toz metalurjisi gibi pek çok yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemlerin üretim maliyeti oldukça yüksek olup aynı zamanda bu malzemelerin gevrek karakterlerinden dolayı işlenmeleri ve şekillendirilmeleri oldukça problemlidir. Toz metalurjisinde alternatif bir yaklaşım olan yanma sentezi (combustion synthesis), toz reaksiyonu ve egzotermik reaksiyon ısısı kullanılarak inorganik bileşik malzemelerin üretiminde kullanılan yeni bir yöntemdir [8]

3.1. Demir Alüminidler

Demir ($Fe, [Ar]3d^64s^2$), İngilizce "iron" ismi anglo-saxon dilinde ki demir anlamına gelen "iron"dan gelir; sembolü ise latince demir anlamına gelen "ferrum" dan gelir. Demirin tarih öncesi devirlerden beri kullanılmakta olduğu bilinmektedir [13]. Katı

hali kırmızımsı gri renktedir [13]. Atomik numarası 26, atomik kütlesi 55.847 akb dir [13].

Demir yer kabuğunda yüksek oranda bulunmaktadır (yer kabuğunun yaklaşık %5.5'i kadar); demirin nikel ile beraber dünyanın çekirdeğini oluşturduğuna inanılır. En çok bilinen cevheri hematitdir (Fe_2O_3). Magnetit, limonit, siderit, pirit gibi değişik cevherlerde de demir bulunmaktadır. Ayrıca demir siderit olarak bilinen göktaşlarında doğal olarak bulunmaktadır [13].

Demir alüminidlerin ilk çalışmaları, 1924–1960 yılları arasında kristal yapı, faz diyagramları ve manyetik özellikleri üzerine odaklanmıştır. Fe_3Al ($D0_3$) süper kafesin keşfi Albert Bradley tarafından yapılmıştır. Fe_3Al alaşımlarının sürünme davranışları incelenmiş ve yapıdaki boş atom tespiti önce $NiAl$ 'de yapılmıştır [8].

Hansen ve Anderko'nun ifadelerine göre; $FeAl$ 'nin B2 kristal yapısı ilk olarak 1930'da İsveç Westgren tarafından kaydedilmiştir. Bradley ve A.H.Jay çalışmalarını Westgren'in belirlediği (B2) $FeAl$ yapısı üzerine inşa etmiş ve Heusler alaşımı olan Cu_2MnAl gibi diğer alüminidlerin kristal yapısı üzerine çalışmaya devam etmişlerdir. Bu çalışmada üç teknik gelişme kaydedilmiştir [8];

- a. Toz metodu kullanılarak, kafes parametresinin kesin ölçümünün nasıl yapılacağını bulmuşlar,
- b. Absorbsiyon arayüzeyinde oluşan veya yayılan tozları daha net ayırt etmeye izin veren dalga boyutlarının karakteristiklerinin yararlarını keşfetmişler,
- c. 1936'da Bradley'in arkadaşları Sykes ve Janes, ZnK yayını kullanarak $CuZn$ süper kafesini saptamışlardır.

İlk olarak Bradley ve Jay'in demir alüminid alaşımlarının düzenlenme davranışları üzerindeki çalışmaları başarılı olmuştur ve hala önemini korumaktadır [8]. Bradley'in en önemli bulgusu, alaşımın ısıl işlemini kontrol eden parametrelerin nasıl

değiştirdiği ve her durumda alaşımın XRD numunelerinin nasıl hazırlanması gerektiği olmuştur. Bradley ve Jay, Fe_3Al düzenli yapısının 8 tane hacim merkezli kübik birim hücreden oluşan, büyük bir kübik hücreye sahip olduğunu göstermiştir. Bradley ve Jay, alüminyum ve demir atomlarının dağılımını saptayan ilk bilim adamları olmuşlardır [8].

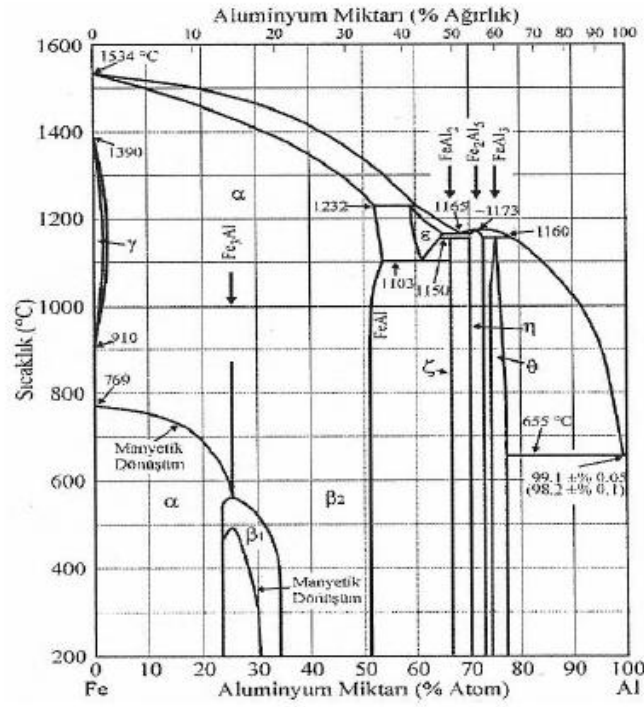
Faz Diyagramı

Fe-Al ikili faz diyagramında Fe_3Al , $FeAl$, $FeAl_2$, Fe_2Al_5 ve $FeAl_3$ intermetalik bileşikler mevcuttur. Bu intermetalik bileşiklerden, Fe-Al faz diyagramının demirce zengin kısmında bulunan, B2 yapısı ile $FeAl$ ve $D0_3$ yapısı ile Fe_3Al , Fe-Al sisteminin en kararlı yapıları olup; fiziksel, ısıl, elektrik ve mekanik yönden çekici özelliklere sahiptir [1,2]. Şekil 3.1’de Fe-Al ikili faz diyagramı görülmektedir [2].

Demir alüminidler; yüksek ergime noktasına, yüksek mukavemete, demir esaslı malzemelere göre düşük yoğunluğa, nispeten düşük malzeme maliyetine, yüksek sertliğe, mükemmel korozyon ve oksidasyon direncine, yüksek elastik modüle ve ticari metalik alaşımlardan farklı olarak yüksek elektrik direncine sahiptirler [2]. Bununla birlikte, bu alaşımların başlıca dezavantajları; zor elde edilmeleri, oda sıcaklığında düşük sünekliğe ve kırılma tokluğuna sahip olmaları, 500-600°C civarındaki sıcaklıklarda mukavemetinin düşmesi, rutubete maruz kaldığında orta ve oda sıcaklığında lokal gevrekleşme hassasiyeti, atmosferik su buharı ve metaller arasında, hidrojenle kimyasal reaksiyon sonucu gevrekleşme meydana gelmesidir [2, 5].

Demir alüminidlerin kullanımını sınırlandıran en önemli faktör gevrek karakterleridir [2]. Demir alüminidlerin gevrekliğinin muhtemel nedenlerini; zayıf tane sınırı, lokal gevrekleşme ve boşluk sertleşmesi oluşturmaktadır [2]. Havadaki mevcut nemin sebep olduğu lokal gevrekleşme Fe_3Al ve $FeAl$ ’un düşük gerilme sünekliğinin ana nedenidir. Fe_3Al alaşımlarının gevrek karakterinin nedeni lokal gevreklik iken, % 38 üzerinde alüminyum seviyesine sahip $FeAl$ bileşimlerindeki gevrekliğin nedeni tane sınırlarının zayıflığı ve boşluk sertleşmesidir [2]. $FeAl$ alaşımları için taneler arası

kırılma baskın olduğunda oda sıcaklığındaki düşük gerilme süneklikleri tane büyüklüklerine bağlı olmakta ve küçük taneli malzemeler daha iyi süneklik özelliklerine sahip bulunmaktadır. İşleyiş bakımından lokal kırılma, havadaki nem ile Al atomlarının reaksiyonunu ve hidrojenin açığa çıkmasını kapsayan bir kimyasal reaksiyon ile izah edilmektedir. Hidrojen atomunun çatlak uçlarına girmesi FeAl alaşımlarında hidrojenin neden olduğu gevrekliğe yol açmaktadır. Bununla birlikte, lokal gevreklik FeAl alaşımlarındaki zayıf gevreklik ve düşük sünekliğin tek sebebi değildir. Artan Al konsantrasyonu tane sınırı zayıflığına neden olmakta ve gerilme sünekliğini sınırlamaktadır. Buna ilave olarak, FeAl alaşımlarındaki ısıl boşluklar, kayma düzlemleri boyunca klivaj kırılmasını arttırmaktadır [2]. Ancak bu tip malzemelerin mekanik özellikleri, alaşımlama ve mikroyapı kontrolü ile geliştirilebilmektedir [1]. Ayrıca demir alüminidlerin sürünme dayanımı, kararlı ikinci faz partiküllerine ve varolan ince disperse olmuş partiküllere bağlıdır ve 500–600°C sıcaklık aralığında sürünme dayanımının, çözelti veya karbür eklemesiyle geliştiği bilinmektedir [2, 5].

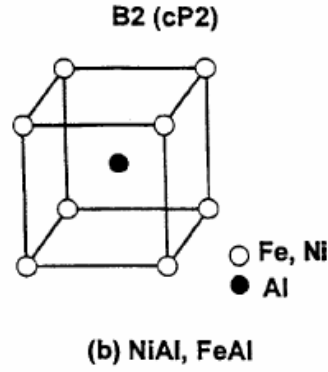


Faz	Bileşim, Ağırlıkça % Al	Pearson Sembolü
(α Fe)	0-28	cI2
(γ Fe)	0-0,6	cF4
FeAl	12,8-37	cP8
Fe ₂ Al	13-20	cF16
ϵ	40-47	cI16
FeAl ₂	48-49,4	aP18
Fe ₃ Al ₂	53-57	oC?
FeAl ₃	58,5-61,3	mC102
(Al)	100	cF4
Meta fazlar		
Fe ₃ Al ₁₀	68,5	mP22
FeAl ₆	74,3	oC28

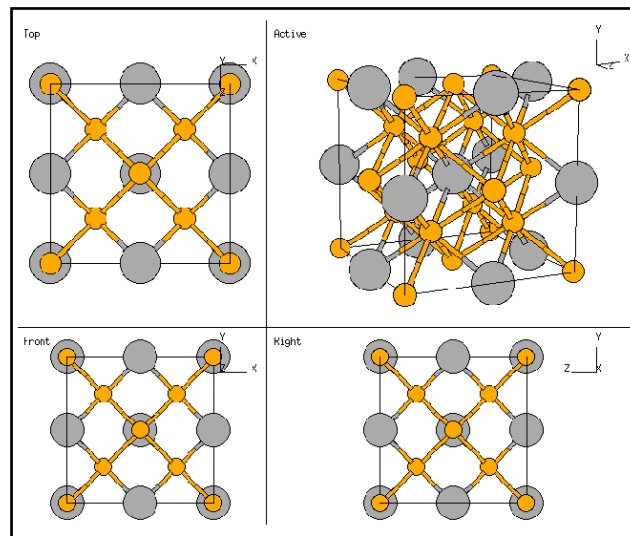
Şekil 3. 1 Fe-Al ikili faz diyagramı ve oluşabilecek fazlar [2]

Demir alüminidlerin, ticari anlamda yaygın kullanımı için, düşük maliyet avantajının yanında, güvenilir malzeme üretim tekniklerine ihtiyaç vardır [2]. Demir alüminidler; mekanik alaşımlama, geleneksel ergitme ve dökme teknikleri, geleneksel haddeleme veya toz metalurjisi yöntemleri ile üretilebilmektedir. Döküm işlemi sırasında demir alüminidler, kolayca hidrojeni absorbe ederek hidrojen gaz boşlukları oluşturabilmektedir. Eğer demir alüminid nemli havada ergitilecekse He ve Ar gibi koruyucu gaz atmosferi gereklidir [2]. Demir alüminidlere sıcak işlem veya ekstrüzyon ile de şekil verilmektedir [2]. Demir alüminidlerin üretimindeki bir diğer yöntem ise basınçlı sinterleme metodu olup bu metot az miktarda malzeme ve teçhizat kullanımına, ikincil deformasyon işleme gerek duyulmamasına, son şekle yakın malzeme üretimine ve üründe mikroyapı kontrolüne imkân vermektedir [2].

Demir alüminidlerin düzenli süper kafes yapıları dislokasyon hareketini azalmakta, bu nedenle oda sıcaklığında sünekliği ve 600°C üzerindeki sıcaklıklarda mukavemeti düşmektedir. Özellikle düzenli $D0_3$ bölgesinden düzenli B2 bölgesine geçiş esnasında yapı kararsızlaşmakta; gerilim ve sürünme mukavemeti hızla düşmektedir. Dolayısıyla bu malzemeler tam olarak ticari hale gelmemiştir [2]. Şekil 3.2’de B2 yapısı şematik olarak gösterilmiştir. A atomları birim kafes yapının hacim merkezine, B atomları ise birim kafesin köşelerine yerleşmektedir [2]. Şekil 3.3’de Fe_3Al alaşımlarının $D0_3$ yapısı gösterilmektedir [8].



Şekil 3. 2 B2 faz yapısı [2]



Şekil 3.3. Fe_3Al alaşımlarının ($D0_3$) yapısı (sarı atomlar Fe, gri atomlar Al) [8]

Demir alüminidler, demir esaslı ticari alaşımlarla karşılaştırıldığında mükemmel oksidasyon direnci, yüksek sıcaklıklarda iyi mukavemet ve düşük yoğunluk özelliklerinden dolayı, otomotiv endüstrisinde özellikle enerji verimini arttırmada tercih edilen bileşiklerdir [2].

Demir alüminidlerin yüzeyinde koruyucu alümina tabakası oluşması nedeniyle oksidasyon atmosferinde mükemmel korozyon direnci sergilemeleri, bu alaşımları kömür enerji dönüşüm sistemleri, gaz filtreleri, korozyon direncini arttırmada kaplama malzemesi ve ara yüzey tabakasında bağlayıcı eleman olarak kullanım için aday malzemeler haline getirmiştir [2]. Demir alüminidler sahip oldukları üstün özellikler sayesinde ısı değiştirici borularda, gaz-metal filtrelerinde, başta otomobil endüstrisi olmak üzere endüstriyel valflerde, fırın malzemelerinde, yüksek ısıda kararlılık gerektiren birçok özel uygulamada ve iyi korozyon direnci gerekli olan petrokimya endüstrisinde ve geleneksel güç ünitelerinde ostenitik ve ferritik paslanmaz çeliklerin ve nikel esaslı alaşımların yerine kullanılacak aday malzemelerdir [2]. Ayrıca demir alüminidler, nikel ve krom gibi stratejik elementler ilave edilen daha pahalı yüksek sıcaklık yapı malzemeleri için düşük maliyetli alternatif potansiyel malzemelerdir ve bu alaşımlar yüksek elektriksel dirence sahip olduklarından, direnç gösteren ısıtıcı eleman olarak kullanılacak ideal yapılardır [2].

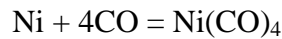
3.2. Nikel Alüminidler

Nikel (Ni, $[Ar]3d^84s^2$), ismi alman “kupfarnikel (sahte bakır)” den gelmektedir. 1751 yılında İsveçli kimyager Axel F. Cronstedt tarafından bulunmuştur [13]. Gümüşümsü beyaz renktedir [13]. Atomik numarası 28, atomik kütlesi 58.69 akb'dir [13].

Nikelin ticari olarak önemli cevherleri genellikle Co, Cu ve kıymetli metallere bileşik halinde sülfidler (pentlandit $(Ni,Fe)_9S_8$) gibi ve oksit/silikat cevherlerinde $((Ni,Mg)_6Si_4O_{10}(OH)_8$) ve $(Fe,Ni)O(OH)_nH_2O$ gibi bulunur. As ve Sb ile

kombinasyon halinde de (NiAs veya NiSb, NiAs₂ içeren depositler gibi) bulunabilir. Demir gibi çeşitli meteoritlerde bulunur ve dünyanın çekirdeğini oluşturduğuna inanılır [13].

Yüksek sıcaklıkta ki Ni doğrudan elektrolitik proses veya karbonil proses ile üretilebilir. 200–230°C sıcaklıkta doğrudan reaksiyona girerek ayrıştığı gözlenen metale (%99.9–99.99 saflık) uçucu tetrakarbonili vermek için saf olmayan Ni (ya da Ni-Cu matı) 50°C de karbon monoksit ile reaksiyona sokulur [13]:



Nikel alüminidler, yüksek ergime derecesine, yüksek sıcaklıklarda oksijen içeren ortamlarda yüzeyde oluşan alümina (Al₂O₃), nikel oksit (NiO) ve nikel alüminat (NiAl₂O₄) olarak şekillenen koruyucu oksit tabakalarına ve iyi mukavemet özelliklerine sahiptir [2].

Ni-Al ikili faz diyagramında NiAl₃, Ni₂Al₃, Ni₅Al₃, NiAl, Ni₃Al intermetalik bileşikler mevcuttur. Bu intermetalik bileşiklerinden nikelce zengin NiAl ve Ni₃Al yüksek sıcaklık uygulamalarına ve kaplama işlemlerine aday malzemelerdir [2, 7]. Bunlar Al-Ni sisteminde en kararlı yapı olup en yüksek ergime noktasına, düşük yoğunluğa, iyi mukavemet özelliklerine ve yüksek sıcaklıklarda korozyon ve oksitlenme direncine sahiptirler [7].

Ni₃Al bileşiği yüzey merkezli kübik (YMK) yapının bir türevi olan L1₂ kristal yapısına, NiAl ise hacim merkezli kübik (HMK) yapının bir türevi olan B2 yapısına sahiptir [2, 7]. Şekil 3.5’de Ni-Al alaşımlarının kristal kafes yapıları ve atomların yerleşim düzenleri şematik olarak gösterilmiştir [8]. Tablo 3.1’de ise NiAl ve Ni₃Al bileşiklerinin bazı fiziksel özellikleri verilmiştir [3].

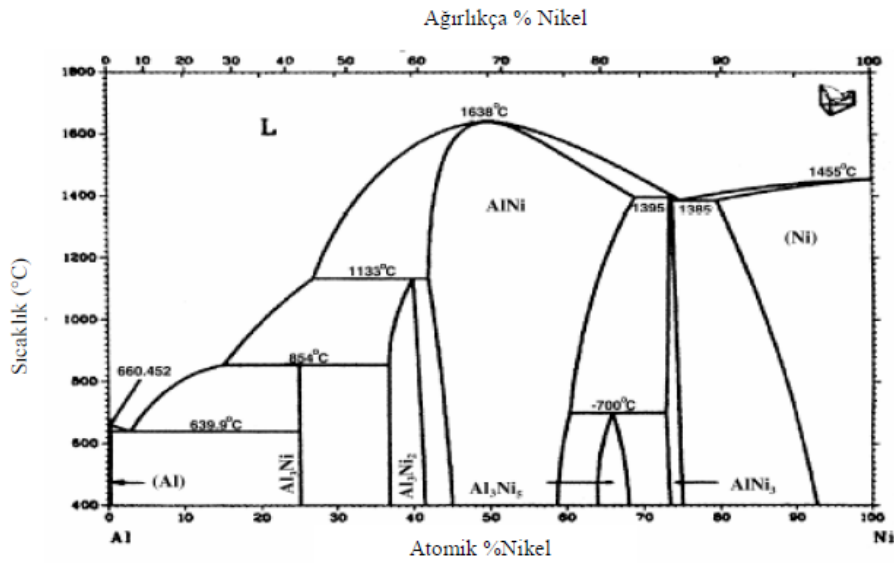
	Composition	Strukturbericht	Pearson Symbol	Prototype	Space Group	Lattice Parameters	Internal Parameters
	Ni	A1	cF4	Cu	$Fm\bar{3}m$ (#225)	$a = 0.352 \text{ nm}$	None
	AlNi ₃	L1 ₂	cP4	Cu ₂ Au	$Pm\bar{3}m$ (#221)	$a = 0.357 \text{ nm}$	None
	Al ₃ Ni ₅		oC16	Ga ₂ Pt ₂	$Cmnm$ (#65)	$a = 0.744 \text{ nm}$ $b = 0.668 \text{ nm}$ $c = 0.744 \text{ nm}$	$x_1 = 0.250$ $x_2 = 0.250$
	AlNi	B2	cP2	CsCl	$Pm\bar{3}m$ (#221)	$a = 0.288 \text{ nm}$	None
	Al ₃ Ni ₂	D5 ₁₀	hP5	Al ₂ Ni ₂	$P\bar{3}m1$ (#164)	$a = 0.4036 \text{ nm}$ $c = 0.490 \text{ nm}$	Unknown
	Al ₃ Ni	D0 ₁₁	oP16	Fe ₂ C	$Pnma$ (#62)	$a = 0.65982 \text{ nm}$ $b = 0.73515 \text{ nm}$ $c = 0.48021 \text{ nm}$	$x_1 = 0.869$ $x_2 = 0.445$ $x_3 = 0.011$ $y_1 = 0.915$ $y_2 = 0.174$ $y_3 = 0.053$ $z_2 = 0.356$
	Al	A1	cF4	Cu	$Fm\bar{3}m$ (#225)	$a = 0.405 \text{ nm}$	None

Şekil 3.4. Ni-Al alaşımlarının kristal kafes yapıları ve atomların yerleşim düzenleri [8]

Tablo 3.1. NiAl ve Ni₃Al bileşiklerinin özelliklerinin karşılaştırılması [3]

Özellikler	Ni ₃ Al	NiAl
Elektriksel Direnç (10 ⁻⁸ m)	32,59	8-10
Isıl İletkenlik (W/m.K)	28.85	76
Isıl genleşme katsayısı (10 ⁻⁶ /K-1)	12,5	13.2
Kafes Parametresi (nm)	0.35	0.2887
Young modülü (MPa)	169	188
Spesifik ısı (J/g.K)	0.54	0.64
Ergime Sıcaklığı (0 C)	1395	1682
Bağ Yapısı	Kovalent/metalik	Kovalent/metalik

Şekil 3.6'da Ni-Al ikili denge diyagramı, bu diyagram üzerinde bulunan ikili bileşikler ve bu bileşiklere ait ağırlık yüzdeleri ve semboller verilmiştir [3].



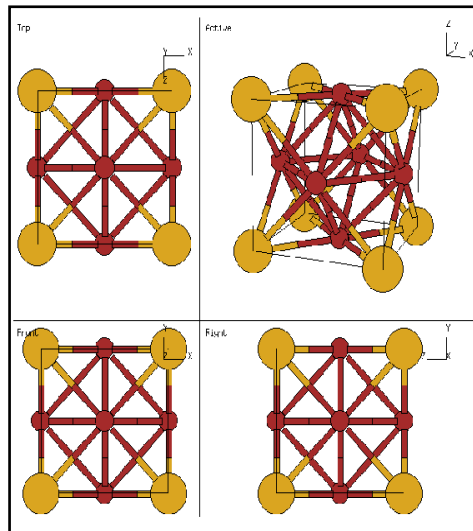
Faz	Bileşim, Ağırlıkça %Ni	Pearson Sembolü
(Al)	0 - 0.24	cF4
Al ₃ Ni	42	oP16
Al ₃ Ni ₂	55.9-60.7	hP5
AlNi	61-83	cP2
Al ₃ Ni ₅	79-82
AlNi ₃	85-87	cP4
(Ni)	89-100	cF4

Şekil 3.5. Ni-Al ikili denge diyagramı ve oluşabilecek fazlar [3]

Ni_3Al bileşiği yüzey merkezli kübik (YMK) yapının bir türevi olan $L1_2$ kristal yapısına sahiptir. 7.5 gr/cm^3 yoğunluğu ile titanyum alaşımlarından ağır, süper alaşımlardan daha hafiftir. Ni ve Al saf elementlerinin ikisinden de daha yüksek ergime derecesine (1395°C) sahip olup, 1380°C 'de sıvı Ni-Al ve B2 fazına sahip NiAl ile otektik esitliğe sahiptir [2]. Erime derecesine kadar kararlıdır [2].

Ni_3Al , Ni esaslı süper alaşımlarda ikincil faz olarak bulunur. Tek fazdan ibaret Ni_3Al 'un mukavemeti sıcaklık artışıyla düşmez. Bu faz tek kristalli durumda sünek, çok kristalli durumda ise kırılmandır [8]. Ni_3Al kayma bölgelerindeki mukavemet 600°C - 800°C arasında maksimuma ulaşmaktadır [8]. Düşük polikristalin özelliğine sahip olan Ni_3Al oda sıcaklığında gevrek yapıya sahiptir. Ni_3Al 'un tane sınırlarında çökme olmamakta ve empüriteler bulunmamaktadır. Aslında empüritelerin polikristalin Ni_3Al 'e bor (B) ilave edildiğinde özellikleri önemli derecede iyileşmektedir. Yapısal boşlukların büyük olmasına rağmen Ni_3Al ile alaşımlarının mekanik özellik davranışları son derece iyidir [8].

Şekil 3.7'de Ni_3Al un kristal kafes yapısı gösterilmektedir [8].



Şekil 3.6. Ni_3Al kristal yapısı (sarı atomlar Ni, kırmızı atomlar Al) [8].

Ni_3Al 'un sürünme direnci jet motor tribün ağızlarında kullanılan Ni-esaslı süper alaşımlarla karşılaştırılamasa da, birçok süperalaşımla kıyaslanabilir. Ni_3Al içindeki Al, $1200^{\circ}C$ 'nin üzerindeki sıcaklıklarda koruyucu, kararlı Al_2O_3 oluşumu için yeterlidir. Dolayısıyla yüksek sıcaklıkta oksidasyon direnci yüksektir. Düzensiz alaşımlarda sürünme direnci, düşük sıcaklıklarda yüksektir ve dislokasyonların ısı aktivasyon hareketi sonucu sıcaklığın artması ile düşerken, Ni_3Al tersine bir davranış sergilemektedir [2].

Nikel esaslı süper alaşımlarda en önemli mukavemetlendirici Ni_3Al 'dir. Geleneksel malzemelerin tersine Ni_3Al ve alaşımlarında akma mukavemeti artan sıcaklıkla düşme yerine artma gösterir [8]. Ni_3Al 'ın tek kristali oldukça sünek, fakat polikristaller düşük sıcaklıklarda kırılmandır. Polikristalin Ni_3Al 'ın kırılma dayanımı tane sınırlarındandır. Ni_3Al oda sıcaklığında çevresel, bir dış faktör kırılma dayanımına meyillidir [8].

$NiAl$, en geniş intermetalik gruplardan biri olup, kübik B2 yapısı ile en iyi bilinen intermetalik bileşiktir. % 50 Al içeriğine sahip $NiAl$ bileşiklerinin ergime sıcaklığı $1640^{\circ}C$ 'dir. Stokiyometrik bileşimde 5.9 g/cm^3 yoğunluğu ile Ni esaslı geleneksel alaşımlarla karşılaştırıldığında oldukça düşük bir değere sahiptir ve bu değer azalan Al ile artar [2]. Stokiyometrik bileşimdeki polikristal $NiAl$ 'un oda sıcaklığındaki young modülü 235 GPa civarındadır. Sürünme direnci düşük sıcaklıklarda nispeten yüksek olmasına rağmen yüksek sıcaklıklarda doğrusal olarak hızla düşmektedir [5].

Tam doymuş nikelce zengin (% 60'dan fazla Ni içeren) $NiAl$ 'da martenzitik dönüşüm olabilir, ancak Ni_5Al_3 ve/veya Ni_3Al ayrışma ve çökmesinden düşük sıcaklıklarda hızlı su vermeyle yüksek sıcaklıklarda tavlama ile kaçınılabılır. Martenzitik dönüşüm sıcaklığı, % 60 nikel için $-240^{\circ}C$ 'den, %70 nikel için $1000^{\circ}C$ 'ye kadar nikelin doymuşluğunun artması ile doğrusal olarak artar. Nikelce zengin $NiAl$ martenzitik dönüşümü, yüzeysel uygulama gerilimlerine neden olabilir. Yüksek sıcaklık uygulamaları için düşünülen birçok alüminidenden farklı olarak B2 yapısı ile $NiAl$, oksidasyon süresince kolayca oluşan koruyucu Al_2O_3 ile mükemmel

oksidasyon direnci sergilemektedir [2]. Bazı silisitlerden başka sadece gerçek intermetalik oksidasyon direnci, NiAl bileşiminde görülmektedir [2].

NiAl'ın dört kilit avantajı vardır. Yoğunluğu nikel esaslı süper alaşımların yaklaşık üçte ikisi, termal iletkenliği bileşime ve sıcaklığa bağlı olarak nikel esaslı süperalaşımların 4 ile 8 katı, mükemmel oksidasyon direnci ve birçok intermetalik bileşikle karşılaştırıldığında plastik deformasyon kabiliyetini kolaylaştıran basit düzenli hacim merkezli kübik (CsCl) kristal yapısıdır [2].

NiAl tek kristalleri, Ni-esaslı süperalaşımlarla mukayese edilebilir sürünme direncine sahip iken mekanik özellikleri yeterli değildir. Yapılan araştırmalar sonrasında tek kristallerin darbe mukavemetinin gaz türbin pervaneleri için yetersiz fakat sabit parçalarda örneğin, vanalarda ve yanma contalarında kullanım için yeterli olduğu gözlenmiştir [2].

Ni₃Al alaşımları, iyi mukavemet, erozyon ve oksidasyon içeren aşınmaların ve iyi yorulma direncinin gerekli olduğu yerlerde; gaz, su ve buhar tribünlerinde, otomotiv parçalarında, uçaklarda bağlantı elemanı olarak ve sabit kalıp gibi uygulamalar için aday malzemelerdir. Vanalar, emniyet valfleri, piston başı, piston halkası, dizel motorlarında dönen parçalar gibi uygulamalar için umut vermektedirler. Son yıllarda endüstriyel kuruluşlarda ısıtıcı tel olarak, pompa pervanelerinde, aşındırıcı mekanizmalarda, sıcak presleme kalıplarında ve dizel motor uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır [2, 5]. Bunlardan başka fırın rulosu olarak, döküm rulosu olarak, radyan yanma tüplerinde, karbürleme fırınları için bağlantı elemanları, ısıtma işlem fırınları için bağlantı elemanları, fırın gözü, yüksek sıcaklıklar için reaksiyon kapları, tüp askıları, fosfat kalsinasyonu için paletler, pompa pervaneleri, etilen kırıcılar için, yüksek sülfürlü ortamda hava brülörleri, dövme kalıpları, kalıpların kaynaklı tamirinde kullanılmaktadır [8]. Ayrıca, termal bariyer kaplama olarak, yarı iletkenlerde otomotiv turbo şarjlarında, yüksek sıcaklık kalıplarında, fırın sabitleyicilerde, ısıtma fırınlarındaki merdanelerde, hidrotürbinlerinde, kesici

takımlarda, pistonlarda ve gıda, plastik, kimya veya ilaç endüstrisi için ikiz vida sürücülerinde kullanılmaktadır [8].

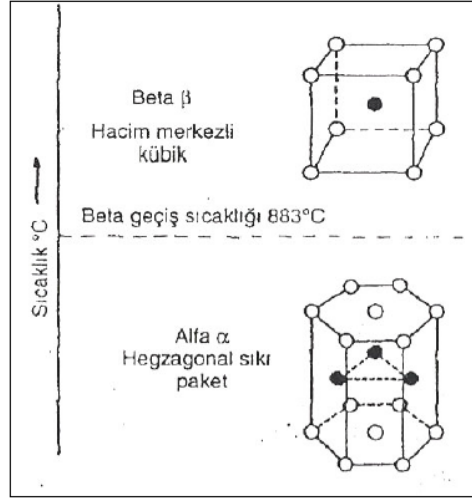
3.3. Titanyum Alüminidler

Titanyum (T, $[Ar]3d^24s^2$), ismi ve sembolü yunan mitolojisindeki titanlardan gelir. 1791 yılında İngiliz araştırmacı William Gregor tarafından keşfedilmiştir [13]. Periyodik cetvelin 4. gurubunda yer alan, çok sert, gümüşümsü beyaz renkte, parlak bir elementtir [1, 13]. Ergime noktası $1668^{\circ}C$, kaynama noktası $3287^{\circ}C$, özgül ağırlığı $4,5g/cm^3$ dür. Atomik numarası 22, atomik kütlesi 47.867 akb'dir [13].

Bu üstün metalik özelliklerine karşın cevher üretiminin çoğu metale indirgenmeden TiO_2 biçiminde kullanılır [1]. Titanyum nadir bir element olarak bilinirse de yer kabuğunda en çok bulunan altıncı elementtir. Yer kabuğunda yaklaşık olarak ($\approx 6300ppm$) kadar bulunmaktadır [13]. Cevher yoğunlaşmasının seyrek olması ve cevherden titanyum elde edilmesinin çok zor olması, onu değerli bir metal yapar. En önemli mineralleri rutil (TiO_2 nin bir çeşit kristalin formu), antas ve ilmenit dir ($FeTiO_3$) [1, 13].

Titanyumun üretiminde geniş oranda Kroll metodu kullanılır ve ilmenite ($TiFeO_3$) ya da rutil (TiO_2) üzerinde karbon ve klor reaksiyonlarının içerir. Ortaya çıkan titanyum tatraklorür ($TiCl_4$) kademeli damıtma yoluyla demir triklorürden ($FeCl_3$) hazırlanır. Sonunda $TiCl_4$, metalik titanyum ve magnezyuma indirgenir. Fazlalık olan magnezyum ve magnezyum diklorid su ile muayene edilerek alınır ve hidroklorik asit geride bir titanyum "süngerini" bırakır. Bu sünger ingot ve bar olarak dökülmek üzere helyum veya argon atmosferi altında ergitilir. Titanyum ergimiş halde iken bütün geleneksel pota malzemeleri ile reaksiyona girebilir, ergitme yüksek termal iletkenlikte (bakır gibi) soğutmalı metal potalarda başarılabilir. Ergitme, elektrik ark, plazma, elektron yayılması veya indüksiyon yardımı ile yapılabilir. Yüksek saflıkta Ti, Van Arkel iyodid termal ayrışma ($TiCl_4$, W kablo veya Ti tellerle elektirksel ısıtılarak ayrıştırılır) ile elde edilebilir [13].

Titanyum iki allotropik kristal yapıda bulunur. Bunlar hekzagonal sıkı paket (HSP) yapıya sahip alfa ve hacim merkezli kübik (HMK) yapıya sahip beta yapılarıdır. HSP kristal yapısına sahip saf titanyum fazı 883°C'ye kadar kararludur. Bu sıcaklığın üzerinde Ti, HMK kristal yapısına sahip β -Ti fazına dönüşür. Şekil 3.7'de α -Ti ve β -Ti fazlarının kristal yapısı verilmiştir [1].



Şekil 3.7. Titanyuma ait fazlar ve kristal yapıları [1]

Titanyum düşük yoğunluğa sahip nispeten hafif bir metaldir. Bu yoğunluk alüminyum (2.71 g/cm^3) ve demirin (7.87 g/cm^3) arasında ortadadır. Titanyumun yoğunluk, ergime noktası ve elastiklik modülü gibi fiziksel özellikleri Tablo 3.2'de verilmiştir [1].

Tablo 3.2. Titanyumun fiziksel özellikleri [1]

Yoğunluğu	4.507 g/ml
Erime noktası	1668°C (1941K)
Kaynama noktası	3287°C (3560K)
Molar hacmi	10.64 ml/mol
Mineral Setliği	6.00
Isı iletkenliği(300K)	0.219W cm-1 K-1
Özgül ısı	0.520 J g-1 K-1
Buharlaşma Entalpisi	425 kJ mol-1
Atomlaşma Entalpisi	471 kJ mol-1

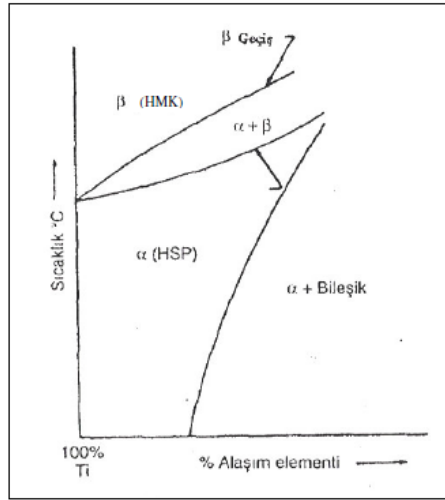
Titanyum alüminyum alaşımlarının yüksek ergime sıcaklığı, yüksek sıcaklık mukavemeti ve tokluğu, mikro yapısal kararlılığı, yüksek oksitlenme, korozyon ve sürünme direnci bu alaşımları çekici kılmaktadır. Fakat bu malzemenin kullanımını sınırlayan en önemli faktör düşük sıcaklıklarda kırılma bir yapıya sahip olmasıdır. İntermetaliklerin kırılma direncinin muhtemel nedenleri; yetersiz kayma sistemi, yüksek enerjili tane sınırları, düşük yüzey enerjisi, deformasyon sertleşmesi gibi faktörler olarak sıralanabilir [11, 14, 15]. Titanyum alüminyum alaşımlarının kırılma özelliğinden dolayı şekillendirilmeleri oldukça zordur. Ayrıca düşük sıcaklıklarda düşük kırılma tokluğu ve süneklik, yüksek çentik hassasiyeti, aşırı yorulmadan kaynaklanan çatlak büyümesi bu malzemelerin kullanım alanlarını oldukça sınırlandırmaktadır. Titanyum alüminidlerde Nb mukavemet, tokluk ve sünekliği artırıcı etki oynar [11]. Tablo 3.3’de titanyum alüminidler ile nikel esaslı süperalaşımların özellikleri gösterilmiştir [8].

Tablo 3.3. Ti alüminidlerin, Ti-esaslı geleneksel alaşımların ve Ni-esaslı süperalaşımların özellikleri [8]

	Geleneksel			Nikel-esaslı süperalaşımlar
	Ti alaşımları	Ti ₃ Al	TiAl	
Yoğunluk, g/cm ³	4,5	4,1-4,7	3,7-3,9	8,3
Young modülü, MPa	96-100	100-145	160-176	206
Akma mukavemeti, MPa	380-1150	700-990	400-650	...
Çekme mukavemeti, MPa	480-1200	800-1140	450-800	...
Sürünme limiti, °C	600	760	1000	1090
Oksidasyon limiti, °C	600	650	900	1090
Oda sıcaklığında süneklik, %	20	2-10	1-4	3-5
Yüksek sıcaklıkta süneklik, %	Yüksek	10-20	10-60	10-20
Kristal Yapı	HSP/HMK	DO ₁₉	L1 ₀	YMK/L ₂

Faz Diyagramları

Titanyum alaşımlarında gözlenen çeşitli mikro yapıları yorumlamak için farklı titanyum alaşımlarının kararlı sistemleri ve ikili faz diyagramlarının bazı bilgilerine sahip olmak gerekir. İkili titanyum alaşımları α ve β olmak üzere iki kararlı sisteme sahiptir. Alfa fazının kararlı olduğu bölge α kararlaştırıcı elementlerin ilavesiyle genişletilebilir. Benzer şekilde beta fazının kararlı olduğu bölge β kararlaştırıcı elementlerin ilavesiyle genişletilebilir. Alfa ve beta kararlı bölgeleri Şekil 3.8'de gösterilmiştir [1].



Şekil 3.8. Titanyumca zengin bölgede alfa ve beta faz sınırları [1]

İkili α kararlı sisteminde, alaşım elementleri şekilde gösterildiği gibi α fazında daha fazla çözünür ve β fazına geçiş yükselir. Titanyum alfa fazını kararlı hale getiren bazı yer alan elementleri, alüminyum, galyum ve germanyumdur. Bunlar içerisinde en önemli olanı alüminyumdur. Çünkü alüminyum, titanyumun sünekliğini ve hafifliğini artırır. Alüminyumun en büyük etkisi, titanyumun alfa ve beta geçiş sıcaklığını yükseltmesidir [1].

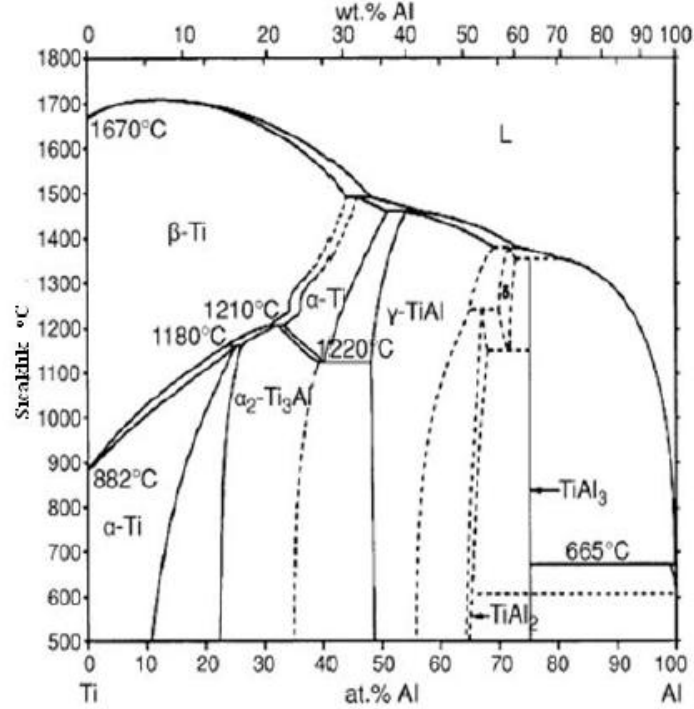
Titanyum alüminid intermetalikleri özellikle yüksek mukavemet-ağırlık oranı ve yüksek sıcaklık özellikleri ile dikkat çekmektedir. Bununla birlikte düşük sıcaklıklarda zayıf kırılma tokluğu, düşük süneklik ve gevreklik özelliklerine sahiptir. Alaşım elementi ilavesiyle (Örneğin; bor, mangan, krom, niobyum, vanadyum gibi) fiziksel ve kimyasal özellikleri iyileştirilebilmektedir. Titanyum alüminidler yüksek sıcaklıklara maruz kaldığında alüminyumdan daha reaktif olan titanyumun oksijenle reaksiyona girmesi sonucunda Al_2O_3 yerine TiO_2 koruyucu oksit tabakası oluşur. Bu oluşum titanyum alüminidlerin maksimum kullanım sıcaklıklarında oksitlenme direncini artırır. Tablo 3.3'de Ti-Al alaşımları karşılaştırılmıştır [8].

Krom, molibden, vanadyum, niobyum, tantal, kobalt ve yitrium gibi alaşım elementleri Ti-Al intermetalik malzemelerin mekanik özelliklerini ve mikro yapısını

etkilemektedir. Niobyum, krom, molibden ve volfram, alfa-beta faz geçiş sıcaklığını düşürür ve beta fazının kararlılığını sağlar [1]. Bunların yanında, niobyum elementi, titanyum alüminyum intermetalik malzemelerin yüksek sıcaklık mukavemetini artırmakla birlikte kırılganlığa sebep olmaktadır [1]. Ayrıca niobyum elementinin miktarı arttıkça titanyum alüminyum alaşımlarının üretimi de zorlaşmaktadır. Bugün ki teknolojide yüksek miktarda niobyum içeren Ti-Al intermetalik malzemeler döküm yöntemiyle üretilmektedir [1]. Bu alaşımlar en fazla %10 niobyum içermektedir [1].

Şekil 3.9'da gösterilen Ti-Al denge diyagramı oldukça karışıktır ve farklı kaynaklardaki diyagramlarda önemli farklar bulunur. Alüminyum 665°C ve titanyum 1670°C'de ergimektedir. Katı halde alüminyum herhangi bir faz dönüşümü göstermez. Titanyum ise faz dönüşümü gösterir: sıkı paket hegzagonal yapılı α -Ti oda sıcaklığında 882°C'ye kadar kararlıdır; bu sıcaklıkta ergime sıcaklığına kadar kararlı olan β -Ti'a dönüşür. Birçok titanyum alaşımının özellikleri bu fazların oranları ayarlanmak sureti ile kontrol edilebilmektedir [16].

Ti-Al ikili denge diyagramda 4 intermetalik bileşik vardır [16]:



Şekil 3.9. Ti-Al ikili denge diyagramı [17]

α_2 -Ti₃Al: Yaklaşık olarak ağırlıkça %13–23 Al içerikleri arasında kararlı olan bu faz yaklaşık 1210°C de ökteoid reaksiyonla (α -Ti + β -Ti \rightarrow Ti₃Al) oluşur [16].

γ -TiAl: Yaklaşık ağırlıkça %36–42 Al içerikleri arasında yaşayan bu bileşik bileşime bağlı olarak 1350°C üzerindeki sıcaklıklarda ergir. Yaklaşık 1430°C’de ve ağırlıkça % 40 Al bileşiminde α -Ti ve sıvıdan peritektik reaksiyonla oluşur (α -Ti + Sıvı \rightarrow γ -TiAl) [16].

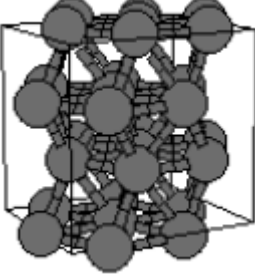
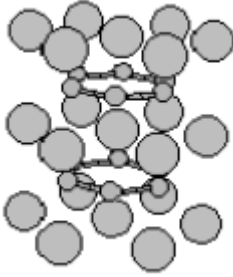
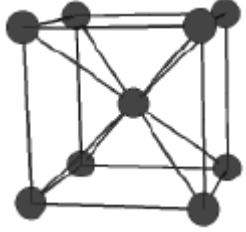
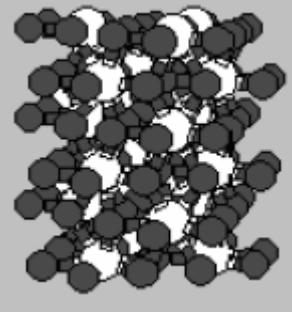
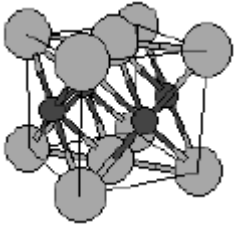
TiAl₂: Yaklaşık olarak ağırlıkça %51–52 Al bileşim aralığında bulunan bu bileşik 1250°C’de γ -TiAl ve δ (delta) fazlarından ökteoid reaksiyon ile (γ -TiAl+ δ \rightarrow TiAl₂) oluşur. δ fazı yaklaşık 1150°C üzerinde dar bir aralıkta kararlıdır [16].

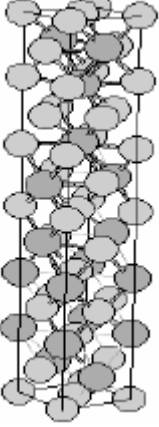
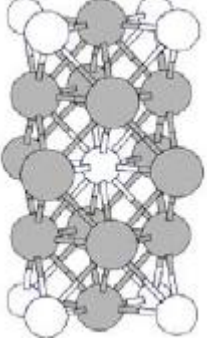
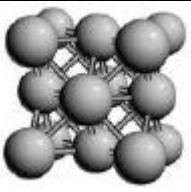
TiAl₃: Ağırlıkça yaklaşık %63 Al bileşiminde bulunan bir intermetaliktir. Yaklaşık 1330°C’de ağırlıkça %63 Al bileşiminde δ ve sıvı fazlarından peritektik reaksiyon ile oluşur. Daha düşük alüminyum bileşimlerinde TiAl₂ ve daha yüksek Al bileşimlerinde sıvı (yüksek sıcaklıklar) veya Al (düşük sıcaklıklar) ile beraber bulunur. Bu bileşik yüksek elastik modül, yüksek katılık ve yüksek basma mukavemeti gibi özellikleri ile dikkat çekmektedir [16].

Titanyum alüminidlerin, sıkı paket hegzagonal A3 yapısı ile α -Ti (Ti₃Al) ve HMK A2 yapısı ile γ -Ti (TiAl) bileşikleri sahip oldukları üstün özelliklerle ilgi uyandırmaktadır [2].

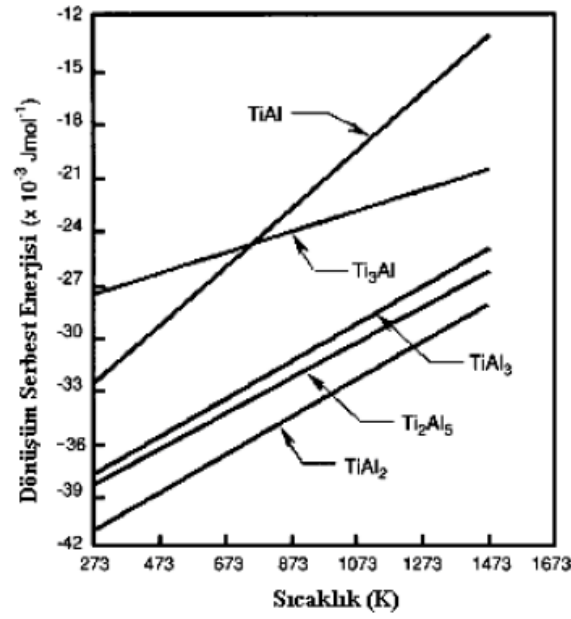
Tablo 3.4’de Al–Ti ve aralarında oluşturdukları fazların kristal yapı ve parametreleri gösterilmektedir [8].

Tablo 3.4. Al-Ti ve aralarında oluşturdıkları fazların kristal yapı ve parametreleri [8]

Kristal Yapı	Bileşim	Sınıfı	Yapı sembolü	Latis Parametreleri
	Ti(alfa)	A3	hP2	a=0.295 nm c=0.468 nm
	Ti(gama)	C32	hP3	a=0.4625 nm c=0.2813 nm
	Ti(beta)	A2	cI2	a=0.331 nm
	AlTi ₃	D0 ₁₉	hP8	a=0.5780 nm c=0.4647 nm
	AlTi	L1 ₀	tP2	a=0.400 nm c=0.407 nm

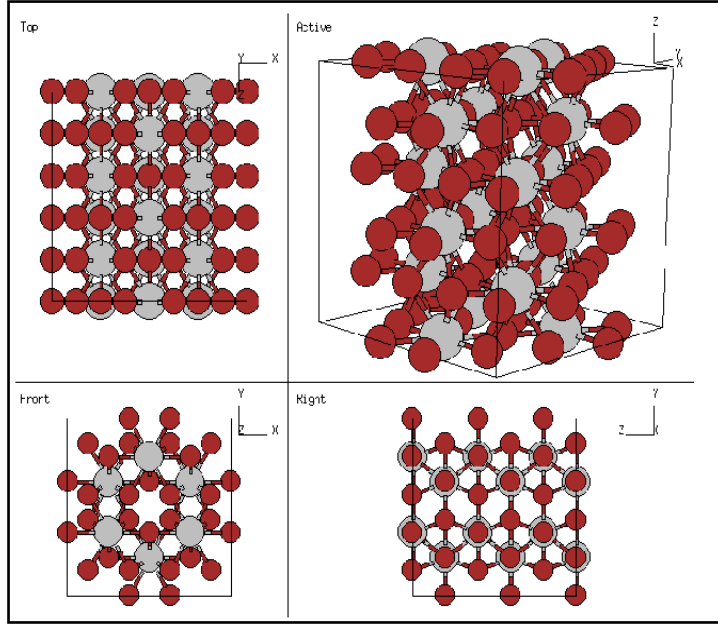
	Al_2Ti		tI24	$a=0.3976 \text{ nm}$ $c=0.2436 \text{ nm}$
	Al_3Ti	DO_{22}	tI8	$a=0.385 \text{ nm}$ $c=0.429 \text{ nm}$
	Al	A1	cF4	$a=0.405 \text{ nm}$

Şekil 3.10'da serbest enerji değerlerinin karşılaştırıldığı şekilde Ti-Al sisteminde mevcut aluminidlerden Al_3Ti aluminidinin oluşumu, Al direkt olarak Ti ile reaksiyona girdiği zaman, termodinamik ve kinetik açıdan diğer aluminidlere tercih edilir [2]. Al_3Ti 'un bu tercihli oluşumu, bu alüminidin 216 GPa'lık Young Modülü, yüksek oksidasyon direnci ve $AlTi_3$ ve $AlTi$ gibi diğer alüminidlerden düşük olan $3,3 \text{ g/cm}^3$ 'lük yoğunluğu göz önüne alındığında, bir şanstır. Yüksek basma mukavemeti ve yüksek basma katılığı yüksek bağ mukavemetinden ileri gelir [2].



Şekil 3.10. Sıcaklığa bağlı olarak farklı Ti-Al bileşimlerinin dönüşüm serbest enerjileri grafiği [2]

Ti₃Al, DO₁₉ düzenli hegzagonal kristal yapısına sahip olup kafes parametreleri c ve a oranı (c/a) 0.8'dir. Genellikle yoğunluk için kabul edilen değer 4.2 g/cm³'tür. Oda sıcaklığında, % 26 Al içeriği ile Ti₃Al için, poisson oranı 0.29, young modülü 149 GPa, kayma modülü 58 GPa olarak bulunmuştur. Ti₃Al esaslı alaşımlar için young modülü 100–145 GPa arasındadır, Ti esaslı geleneksel alaşımlar da ise bu değer 96–110 GPa arasındadır [2, 8]. Ti₃Al bileşikler düşük yoğunlukları ve yüksek sıcaklık özellikleriyle dikkat çekmektedir. Bununla birlikte, 600°C üzerindeki düşük sıcaklıklarda pratik olarak deformasyon kabiliyeti olmayışı ile gevrek karakterdedir. Yüksek sıcaklıklarda deformasyon kabiliyeti artmaktadır [2, 8]. Ti₃Al kristal yapısı şekil 3.11'de görülmektedir. [8]



Şekil 3.11. Ti_3Al alüminidlerin kristal yapısı (Kırmızı atomlar Ti, Gri atomlar Al) [8]

Ti_3Al 'un (veya genel olarak, intermetaliklerin) yüksek basma mukavemeti ve yüksek basma katılığı onların yüksek bağlanma mukavemetinden ileri gelir. Ne var ki, intermetalikler düşük sıcaklıklarda sınırlı dislokasyon hareketi, yetersiz sayıdaki kayma ve ikizlenme sistemleri ve/veya çatlak ucunda çok az plastik deformasyon olması veya hiç olmamasından ileri gelen çok düşük yüzey enerjisi nedeniyle gevreklerdir. Örneğin, Ti_3Al oda sıcaklığında aşırı gevrek ve yaklaşık $2 \text{ MPam}^{1/2}$ 'lik çok düşük bir kırılma tokluğuna sahiptir. Çeşitli araştırmacılar bu intermetalikleri partiküllerle, çubuklarla ve sünek metal tabakaları ile takviye ederek tokluğunu artırmayı denemişlerdir [2].

$TiAl$, tetragonal $L1_0$ kristal yapısına sahiptir. Kafes parametreleri c ve a oranı (c/a) 1.015'tir. 3.76 gr/cm^3 olan yoğunluk değeri ile Ti esaslı alaşımlardan ve Ti_3Al bileşiğinden daha düşük yoğunluğa sahiptir. Oda sıcaklığındaki stokiometrik $TiAl$ için poisson oranı 0.23, kayma modülü 70 GPa, young modülü 174 GPa olarak bulunmuştur. Ti_3Al ile karşılaştırıldığında elastik sabiti daha büyük, poisson oranı daha küçüktür. $TiAl$ geniş bileşim dağılımına sahip olup ergime noktasına kadar kararlıdır. Mukavemet ve süneklik özellikleri Ti_3Al alaşımları ile benzer özellik taşımaktadır. 700°C 'ye kadar pratik olarak deformasyon kabiliyeti olmayışı ile

gevreklik ve sadece yüksek sıcaklıklarda plastik deformasyon gözlemlenir [2]. 700°C'ye kadar, yaklaşık 500 MPa kırılma mukavemetine sahiptir [2].

TiAl, korozyon davranışını ve mekanik özellikleri optimize etmek ve kontrol etmek amacıyla çeşitli atomik yer değişimleriyle ve ara yer elementlerle alaşımlandırılmıştır. Yapılan çalışmalarda V, Mn ve Cr, Al ile veya hem Al hem Ti ile yer değiştirirken Nb, Ta, Zr, Mo ve W ise Ti ile yer değiştirmektedir [8].

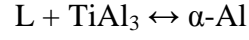
TiAl'un oksidasyon direnci, yüksek Al içeriği nedeniyle Ti_3Al 'dan daha yüksektir [2]. Titanyum alüminidler, hafiflik ve diğer fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikleri ile uzay endüstrisinde yapısal malzemeler olarak kullanılabilen ideal yapılardır [2].

TiAl, geniş bileşim aralığına sahiptir ve ergime noktasına kadar kararlıdır. Çözünürlük sınırları arasındaki Al içeriğindeki değişim Ti veya Al bölgelerinde aşırı Ti veya Al atomlarıyla yapısal düzensizliklere sebep olmaktadır ve c/a oranı (tetragonal gibi) minimum Al içeriği için 1.01 ve maksimum Al içeriği için 1.03 arasında değişmektedir. Ti-Al sistemindeki çeşitli fazların kararlılığı first prensip hesaplamalarıyla teorik olarak çalışılmıştır [8].

Ti_3Al ve TiAl esaslı titanyum alüminidler çok düşük yoğunluklarından dolayı geliştirilmiş uçak motoru uygulamaları için aday malzemelerdir. Kırılma direncinin düşük olmasına rağmen titanyum alüminidler yüksek performans için büyük potansiyele sahiptirler. Bu alaşımlar geleneksel titanyum alaşımlarından daha yavaş difüzyon hızına sahip olduğundan mukavemetin korunması, sürünme ve gerilme kopması ve yorulma direnci gibi artan yüksek sıcaklık özellikleri gösterirler. En büyük dezavantajları ise düşük sıcaklıklarda düşük sünekliğe ilaveten yüksek sıcaklıklarda istenilenden daha düşük oksidasyon direnci göstermesidir [8].

İkili Ti-Al sisteminde $TiAl_3$ intermetalikliğinin oluşumu pek çok araştırmacı tarafından incelenmiştir. Bu çalışmalar genel olarak titanyum alüminidlerin tane inceltici etkisi

üzerine olmuştur. İkili konumda alaşım Al ve Ti'den oluşmaktadır. Sistemin Al'ca zengin köşesinde yaklaşık olarak % 1,2 Ti bileşimi ve 665°C sıcaklıkta



peritektik reaksiyonu oluşmaktadır [8].

TiAl₃ intermetalikleri ağırlıkça % 36,5–37,5 arası Ti içerirler ve 3370 kg/m³ yoğunluğa sahiptirler. Al ile olan büyük yoğunluk farkından dolayı TiAl₃ partikülleri sıvı Al içinde dibe doğru gitme eğilimindedirler. Yüksek sıcaklıktan yavaş soğutma yapraksı partiküllere neden olur [8].

Hızlı soğutma ve yüksek ısı farklılık iğnesel oluşumlara neden olmaktadır. Eğer alaşım göreceli olarak düşük sıcaklıkta üretildiyse ve yüksek Ti içeriyorsa kübikten uzun tabakalara değişkenlik gösteren bloklarlar oluşacağı tespit edilmiştir [8].

BÖLÜM 4. NİOBYUM ALÜMİNİD

Niobyum alüminidler son yıllarda pekçok araştırmacının ilgisini çekmiş, yüksek sıcaklık uygulamaları için geleneksel süper alaşımların yerini alacak bir malzeme olarak görülmeye başlanmıştır [18]. 1000°C gibi çok yüksek sıcaklıklarda mukavemetini koruması ile meşhur olmuştur. Bu özelliği ile yüksek sıcaklıkta çalışan fırınların yapımında kullanılabilirliği vardır [18].

Niobyum alüminidlerin bu üstün özelliği şüphesiz kendisini oluşturan metallere kaynaklanmaktadır. Konunun daha iyi anlaşılabilmesi için niobyum ve alüminyum hakkında bazı bilgiler verdikten sonra niobyum alüminidlerden bahsetmek daha doğru olacaktır.

4.1. Alüminyum ve Özellikleri

Alüminyum (Al, [Ne] 3s²3p¹) ismi, latince bir kelime olan “alumen” den [alum, (K₂Al₆(OH)₁₂(SO₄)₄), antik devirlerde kullanılan bir çeşit kanamayı durduran ilaç] gelir. Eski Yunanlılar ve Romalılar, alüminyumun tuzlarını, boyaların renklerini sabitleştirmede ve kan durdurucu olarak kullanmışlardır. Alum günümüz tıbbında hala kan durdurucu ve damar büzücü olarak kullanılmaktadır [14].

Gümüşümsü beyaz renkte metaldir [13]. Atomik numarası 13, atomik kütlesi 26,981539 akm'dir [13]. Yerkabuğunda bol miktarda (%7,5 – 8,1) bulunmasına rağmen serbest halde çok nadir bulunur ve bu nedenle bir zamanlar altından bile daha kıymetli görülmüştür. Tablo 4.1'de yerkürede bulunan elementler ve yüzde miktarları verilmiştir. Alüminyumun ticari olarak üretiminin tarihi 100 yıldan biraz fazladır [14].

Tablo 4.1. Yerkabuğunda de bulunan elementler ve oranları [14]

Oksijen (O) %47.3	Sodyum (Na) %2.5
Silis (Si) %27.7	Potasyum (K) %2.5
Alüminyum (Al) %7.9	Magnezyum (Mg) %2.2
Demir (Fe) %4.5	Titanyum (Ti) %0.5
Kalsiyum (Ca) %3.5	Hidrojen (H) %0.1

Alüminyum, mikas ve feldispat gibi bazı silikatlar, hidro oksitler (boksit) ve kriyolit (Na_3AlF_6) içerisinde bulunmaktadır [13].

Friedrich Wöhler'in, alüminyumu, 1827'de, susuz alüminyum klorürü potasyum ile karıştırarak ayrıştıran ilk kişi olduğu bilinirse de metal, o tarihten iki sene kadar önce, Danimarkalı bir fizikçi ve kimyacı olan Hans Christian Oersted tarafından saf olmayan bir formda üretilmiştir. Dolayısıyla yıllıklarda ve kimya literatüründe Oersted'in adı alüminyumu bulan kişi olarak geçer. Fransız Henri Saint-Claire Deville, 1846'da, Wöhler'in metodunu, daha pahalı olan potasyum yerine sodyum kullanarak geliştirmiştir [14]. Amerikalı Charles Martin Hall 1886'da, alüminyumun elektrolitik bir prosesle eldesine ilişkin bir patent başvurusunda bulunmuş, aynı yıl, Hall'un bu buluşundan tamamen habersiz olmak üzere Fransız Paul Héroult da aynı tekniği Avrupa'da geliştirmiştir. Bu nedenle iki bilim adamının adı verilen Hall-Heroult prosesi, günümüzde alüminyumun cevherinden eldesinde bütün dünyada kullanılan temel yöntemdir [14].

Alüminyum geniş ölçekte boksit içerisinde bulunur ($\text{AlO}_x(\text{OH})_{3-2x}$ $0 < x < 1$). Boksit, Fe_2O_3 , SiO_2 gibi impürütelerden ve diğer oksitlerden sodyum hidroksit solüsyonu ile ayrıştırılarak saflaştırılır. $\text{Al}(\text{HO})_3$ çöktürülür, filtreden geçirilir, yıkanır ve 1200°C de saf alümina (Al_2O_3) haline gelmesi için ısıtılma tabi tutulur [13]. Alüminyum, $800\text{--}1000^\circ\text{C}$ de krolit içinden çözündürülmüş saf Al_2O_3 den elektrolitik metod kullanılarak elde edilir. Elektrolitik rafinasyon hücrelerinde yüksek saflıkta

alüminyum üretimi için impüritelerin giderildiği segregasyon çukuru eklenmiştir. Kısmi kristalizasyon (sonraki adımlarda muhtemelen) alüminyumun karakterizasyonunda kullanılmaktadır. Ekonomik nedenlerden birincil üretimdeki büyük çalışmaların yüksek fiyatından dolayı içecek kutuları gibi geri dönüşümlü hurdalar toplatılmaya başlanmıştır [13].

Alüminyum güç, hafiflik ve basit yapı malzemesi olarak ihtiyaç duyulan yerlerde (modern uçaklar, roketle vb.), endüstriyel uygulamalar gibi binlerce farklı alanda kullanılmaktadır. İletkenliği bakırın sadece %60 kadar olmasına rağmen hafifliğinden dolayı elektrik iletim tellerinin yapımında da kullanılmaktadır. Bir vakum altında buharlaştırılıp, ışık ve ısı yansıtıcı kaplamalar yapılmasında da kullanılmaktadır. Bu kaplamalar yüzeylerinde koruyucu bir ince oksit tabakası oluştururlar ve dekoratif kâğıt, paket ve oyuncak yapımında kullanılırlar [13].

4.1.1. Atom Yapısı ve Kristal Kafesi

Alüminyum periyodik sistemin 3A grubunda, atom numarası 13, atom çapı 1.43Å , iyon çapı 0.86Å ve atom ağırlığı $26,97\text{ g/mol}$ 'dür. Al yüzey merkezli kübik bir atom kafesine sahiptir, koordinasyon sayısı 12 dir. Elementel küpünün kafes parametresi a %99.97'lik bir saflığa sahip metalde $4.046(+0.004)\text{Å}$ ve %99.996'lık metalde 4.0413Å 'dur. Elementel küpte biririne en yakın komşu iki iyon arasındaki mesafesi 2.86Å dur [19].

Normal olarak Al +3 değerliklidir ancak 2 ve 1 değerlikli bileşiklerde bilinmektedir. Al_2S , Al_2O , AlO , AlF , AlCl gibi. [19]

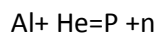
Tablo 4.2'de alüminyumun 20°C sıcaklıkta fiziksel özellikleri gösterilmiştir [1].

Tablo 4.2. Alüminyumun 20°C’de fiziksel özellikleri [1]

Yoğunluk	2,7gr/cm ³
Erime noktası	658°C
Kaynama noktası	2450°C
Isınma ısısı	0,224cal/gr(1000°C)
Erime ısısı	400cal/gr
Isı iletkenliği	0,5Wcm ⁻¹ K ⁻¹
Işık yansıtabilirliği	%90

Atomlarda elektronların enerjetik bağı için iyonlaştırma enerjisi bir ölçü olarak kullanılabilir. Bu enerjinin değeri 3p deki elektron için 137,3 ve 3s deki ikinci ve üçüncü valans elektronlar için sırasıyla 430,6 ve 652,1 kcal/gr-atom’dur [19].

Alüminyumun alfa (α) partikülleri ile bombardımanından ilk defa suni olarak üretilebilir bir radyoaktif elementin, silisyum teşekkülü ve bir pozitron (${}^3_0\text{P}$) ihracı altında parçalanmış radyoaktif fosfor izotopunun, mevcudiyet ihtimali ortaya çıkarılmıştır [19]:



Daha sonraları çok daha fazla sayıda suni radyoaktif izotoplar üretildi. Bunlardan bugün takriben 200 kadarı kimya ve tıpta pratik kullanım alanı bulmuştur. Al için üç suni radyoaktif varlığı kanıtlanmıştır. Bunların atom ağırlıkları 26, 28 ve 29, yarılanma süreleri 7sn, 2,3 dk ve 6,7 dk’dır [19]. Alüminyumun radyoaktif izotopları özellikle bir nötronun çekirdeğe yerleşmesiyle teşekkül edebilir. Alüminyumun stabil izotopu yoktur [19].

Saf Al de atomlar iyonize olmuştur yalnız bu, tam iyonizasyon değildir. Elementel küpte iyonlar arasındaki elektron yoğunluğunun hesabı, atomun tam iyonizasyonunda olması gerektiği gibi üç elektronun değil iki elektronun düzgün

dağılımının yoğunluğuna tekabül ettiğini göstermektedir. Dolayısıyla Al atomu kristal kafeste çift yüklü bir pozitif iyon halinde bulunmaktadır [19].

Elektron yoğunluğunun dağılım eğrileri sayesinde Al iyonunun kendi kristal kafesi içindeki çapı tayin edilebilir. Bunun değeri 0.86\AA olarak tespit edilmiştir [19].

Katılma sırasında ayrışan Al kristalleri düzensiz çok yüzeylemler kendi aralarında üç boyutta birbirine temas eden elementel küplerden kristalitler meydana getirirler. Al ne kadar saf ise kristalleri de o nispette büyük ve strüktürü o nispette daha kabadır [19].

4.1.2. Fiziko-Kimyasal Özellikleri

4.1.2.1. Yoğunluk

Hem sıvı hem katı alüminyumun yoğunluğu artan safiyet derecesi ile düşer. %99.971Al, %0.003Si, %0.0012Fe, %0.014Cu ihtiva eden saf bir numunenin 20°C de yoğunluğu 2.6996 gr/cm^3 değerinde; %99.996Al, %0.0020Si, %0.001Cu, herbiri %0.0003Na, Ca ve Mg, %0.001Fe li bir metalin aynı sıcaklıkta yoğunluğu 2.6989 gr/cm^3 olarak ölçülmüştür [19].

%99.75'lik bir Al metalin yoğunluğunun ergime noktası üzerindeki sıcaklıkla bağıntısı Tablo 4.3'de görülmektedir [19].

Tablo 4.3. Alüminyumun yoğunluğunun değişimi ile ergime sıcaklığındaki değişimler [19]

Sıcaklık C	Yoğunluk g/cm ³
658.7	2.382
700	2.371
800	2.343
900	2.316
950	2.303
1000	2.289
1100	2.262

Bu değerler aşağıdaki lineer denklem ile ifade edilebilir [19].

$$D_t = 2.382 - 0.000273(t - 659)$$

4.1.2.2. Ergime Noktası

Tablo 4.4'de görüldüğü gibi alüminyumun ergime noktası artan safiyet ile yükselir [19].

Tablo 4.4. Artan safiyet ile alüminyumun ergime sıcaklığındaki yükseliş [19]

Al %	Sıcaklık °C
99.2	657
99.5	658
99.6	658.7
99.97	659.8
99.996	660.24

Katıdan sıvıya geçişte metal hacmindeki artış %99.65 Al'lu metalde %6.26; %99.75 Al'lu metalde %6.60'dır [19].

4.1.2.3. Kaynama Noktası

1917 ve 1924 yıllarının yayınlarında alüminyumun buharlaşma noktası 1800°C olarak tanımlanmıştı. Oysa 1934 de bu değer 2270°C olarak veriliyordu. 1936 da açıklanan neticelere göre Al kaynama noktası 750mmHg basınçta 2497°C ve vakumda (1mmHg) 1607°C dir [19].

4.1.2.4. Isıl Genleşmesi

%99.952 lik çok saf Al için 20°C den 600°C ye kadar ki sıcaklık diliminde lineer ısı genleşmesi denklemi [19];

$$L_t=L_0[1+(22.58t+0.000989t^2).10^{-6}]$$

Burada L_0 başlangıçtaki uzunluk ve L_t , $t^\circ\text{C}$ de ki uzunluk. %99.996 safiyette bir Al için 20–500°C sıcaklık diliminde aşağıdaki denklem bulunmuştur [19]:

$$L_t=L_0[1+(23.22t+0.0046t^2+0.000078t^3).10^{-6}]$$

Her iki denklemin birbiri ile karşılaştırılmasından alüminyumun lineer genişmesinin artan safiyet derecesi ile biraz daha büyüdüğü görülmektedir [19].

4.1.2.5. Isı İletkenliği

Alüminyumun ısı iletkenliği artan safiyet ile beraber büyür. Bu, %99.489 Al'lu bir metal için 200°C'de 0.5 ve %99.70 Al'lu bir metal için 0.531 cal/cm.s °C dir [19]. Elektrolit olarak rafine edilmiş %99.90'lık alüminyum için ısı iletkenliği 190°C'de 0.82 cal/cm.s °C ye ulaşır [19].

4.1.2.6. Viskozite ve Yüzey Gerilime

Elektroliz sıcaklığında (930–950°C) alüminyum, ergime noktası üzerinde öylesine aşırı ısıtılmıştır ki yeterli derecede akışkan haldedir. Dolayısıyla metalin karışması ve difüzyonu için uygun şartlar mevcuttur [19]. Metalin safiyet derecesi azaldıkça viskozite değeride düşer.

Ergimiş alüminyumun gaz fazı sınırındaki (argon) yüzey gerilim sıcaklık ile lineere bir bağıntı içindedir [19]:

$$D_t= 500- 0.135(t-660) \text{ dyn/cm}$$

Yüzey gerilimi 1000°C de 454 dyn/cm dir. Karşılaştırma için aynı sıcaklıkta ergimiş kriyolitın yüzey geriliminin sadece 145.4 dyn/cm olduğuna işaret edilebilir [19].

Saf alüminyumun en büyük ıslatma kenar açısı (yani en kötü ıslatma özelliği) gösterdiği bulunmuştur. Şayet (kalsiyum müstesna) başka metaller karışmış ise ıslatma kenar açısı daha küçüktür, yani karbon plakanın yüzeyi metal ile daha iyi ıslanır. Karbon yüzeyi çok az miktarlarda metalik sodyumun mevcudiyetinde ergimiş alüminyum tarafından çok daha iyi ıslatılır, kenar açısı sodyum mevcudiyetinde 163'den (saf alüminyum için) 105'e düşer [19].

4.1.2.7. Elektrik İletkenliği

Alüminyumun elektrik iletkenliğinin bakır ile karşılaştırılması Tablo 4.5'de gösterilmiştir. Alüminyumun iletkenliği artan safiyet ile artmaktadır [19].

Tablo 4.5. Alüminyumun iletkenliğinin sıcaklık ile artışı [19]

Al%	Sıcaklık °C	Cu %
99.50	0	62.5
99.95	0	64.5
99.971	20	64.9
99.996	20	65.45

Alüminyumda mevcut safsızlıklar elektrik iletkenliğini değişik ölçülerde etkilerler. Bilhassa krom, vanadyum ve manganezin etkisi zararlıdır. Bu metallere birinin %0.25–3.30 nispetinde mevcut olması halinde her %0.01'i saf alüminyumun elektrik iletkenliğini takriben %1.0–1.2 oranında azaltır. Demir ve silisyumun etkisi çok daha zayıftır. Takriben % 1.5 Fe veya Si mevcudiyetinde iletkenlik %5 düşer, şayet alüminyumda %1.5 bakır varsa bu % 20 oranında azalır. Kadmiyum, nikel ve kobalt alüminyumun iletkenliğini ancak çok az miktarda etkiler [19]. Araştırmalar

neticesine göre bu metaller, iletkenliđi azaltma kabiliyetlerine göre 3 gruba ayrılırlar [19]:

1. Altın, berilyum, nikel, silisyum, demir ve çinkonun etkisi son derece küçüktür.
2. Bakır, gümüş ve magnezyum iletkenliđi daha kuvvetli düşürür.
3. Titanyum, vanadyum, manganez ve krom iletkenliđi çok kuvvetli düşürür.

Bu görüş çerçevesinde ergimiş alüminyumun da elektrik iletkenliđi veya özgül elektrik direnci önem taşır. Sıvının iletkenliđinin katıya göre oranı 1.64'tür.

Ergiyik elektrolizi sıcaklıklarında (930–950°C) alüminyumun özgül elektrik direnci takriben $30 \cdot 10^{-3} \Omega \text{mm}^2/\text{m}$ kıymetindedir [19].

4.1.3. Mekanik Özellikleri

Mekanik özellikler de büyük ölçüde safiyet derecesine bağlıdır. Yüksek safiyetteki Al teknik safiyetteki metale nazaran çok daha yumuşak ve plastiktir, mekanik mukavemeti ise daha düşüktür [19].

Alüminyum ilk keşfedildiđi yıllarda cevherinden ayrıştırılması çok zor olan bir metal idi. Alüminyum rafine edilmesi en zor metallere biridir. Bunun nedeni, çok hızlı oksitlenmesi, oluşan bu oksit tabakasının çok kararlı oluşu ve demirdeki pasın aksine yüzeyden sıyrılmayıdır [14].

%99.25 Al'lu bir metalin elastikiyet modülü 7100 kg/mm^2 'dir. Çok saf alüminyumunki ise ancak 6700 kg/mm^2 'dir. Dövülmüş ve tavllanmış %99.2'lik Al brinell sertliđi 24 civarındadır, %99.9'luk alüminyumunki 15 kg/mm^2 'dir. %99.996

safiyetindeki soğuk haddelenmiş Al %75'lik bir incelemeden sonra takriben 27, yumuşatılmış halde 12–15 kg/mm² brinel sertliğe sahiptir [19].

Çok sayıda araştırmalar Al'un çekme mukavemetinin artan safiyet ile azaldığını göstermiştir. Kopma anında ki kesit yüzeyi küçülmesi yüksek safiyette ki alüminyumda (%99.9'dan fazla Al) en fazladır yalnız bu halde metalin %95 nispetinde şekil değiştirmesine kadar pratik olarak sabit kalmaktadır. Uzamada artan safiyet ile büyümektedir [19].

%99.996'lık saf Al için çekme dayanımı (soğuk haddelenmiş) 11–13 kg/mm², (tavlanmış) 3.5–6 kg/mm², basınç dayanımı 10.8 ve 1.2 kg/mm², uzama %5.5 ve %40–50 kadardır [19].

4.1.4. Kimyasal Özellikler

Alüminyum, kimyasal aktivitesinin yüksek olması nedeniyle saf halde bulunmaz. Bu nedenle eldesi alüminyum silikat, demir oksit ve alüminyum silikat, demir oksit ve alüminyum oksitten oluşan boksit (bauxite) cevherinden yapılır. Bundan dolayı, metalik alüminyum hakkında ortaçağ sonlarına kadar hiçbirşey bilinmiyordu. Aslında Tablo 4.1'de görüldüğü gibi, yerkabuğunun % 7.9'u alüminyumdur ve kabuk içinde yaklaşık 250 farklı alüminyum minerali vardır. Bu minerallerin en önemli grupları silikatlar ve oksit hidratlardır. Günümüzde alüminyum üretiminin en önemli bileşiği olan boksit bir alüminyumhidrattır. Kriyolit ise doğal olarak oluşmuş, alüminyum halojen bileşikler grubuna dâhil bir mineraldir [14].

Al yüksek bir kimyasal aktiviteye sahiptir; oksijen, halojenler, kükürt ve karbon ile bileşiklerinin teşekkül enerjisi çok yüksektir. Elektromotris kuvvet serisinde en kuvvetli elektronegatif elementlere dâhildir [19].

Al havada ince fakat çok sıkı bir alüminyumoksit tabakası ile kaplanır. Elektron mikroskopunda bu örtünün sık ve gözeneksiz olduğu görülür. Bu örtü, metali oksitlenmenin devam etmesine karşı korur ve ona yüksek bir korozyon mukavemeti sağlar. Bu koruyucu alüminyumoksit tabakası takriben 0.2 mikron kalınlığındadır. Alüminyum, havada ergime noktasının (660°C) hemen altına kadar ısıtılırsa oksitlenme devam eder, bu meyanda oksidasyon, sıcaklık, parça bütünlüğü ve diğer metallere gelen safsızlıklara bağlıdır [19]. Alüminyumun oksijen ile reaksiyonu kuvvetli ekzotermiktir ve birçok etalin oksitlenmesinde olduğundan çok daha fazla, yaklaşık olarak 400 Kcal/gmol kadar ısı verir [19].

Alüminyumda magnezyum, kalsiyum, sodyum, silisyum veya bakırın mevcudiyeti oksidasyon eğilimini kuvvetlendirir. Bilhassa Al-Mg alaşımları ısıtılınca kolayca oksitlenir ve satırlarında gevrek oksit tabakaları meydana gelir [19].

Safiyet derecesinin alüminyumun korozyon mukavemetine etkisi örneği, 0.1 n tuz asidi ile beş saatlik muamelede 10 cm² lik metal yüzeyinden intişar eden hidrojen miktarı ile tanımlanır [19]. Alüminyum hidrojen ile reaksiyona girmemektedir, fakat onu kolayca çözer. Hidrojenin ergimiş Al içinde çözünürlüğü 1000°C de her bir cm³ Al için 0.2 cm³ değerine ulaşmaktadır. Alüminyum hücresinde hidrojenin kaynağı, H² ayrışımı ile katotta elektrolitik olarak parçalanmış nemdir [19].

4.1.5. Termoşimik (Termokimyasal) Özellikleri

4.1.5.1. Ergime ısısı

Metalik alüminyumun ergime ısısı birçok araştırmacı tarafından tesbit edilmiştir. Bu değerler arasında oldukça büyük farklar vardır (71 den 94 Kcal/gr'a kadar), bununla

beraber çoğunluk üst sınıra daha yakındır. Özgül ısının doğru değeri takriben 93 Kcal/gr, atom ısısınınki ise 2520 Kcal/gr atom olmalıdır. Alüminyumun özgül ergime ısısı küçük atom ağırlığı nedeniyle diğer metallere karşılık çok yüksektir (örneğin demirin özgül ergime ısısı 49,2, bakırın ki 41,7 Kcal/g dır) [19].

4.1.5.2. Özgül ısı ve entropi

Bir maddenin özgül ısısına teknik termodinamik hesaplamalar için ihtiyaç vardır. Birinci çeşit hesaplamalar için genellikle ortalama ve ikincileri için gerçek özgül ısı kullanılır [19].

Daha önce yapılmış bir ısıl işlem ve mekanik işlem alüminyumun özgül ısısına çok tesir etmektedir. Bu durum, yapının deforme olmasında ve bunun neticesi kristal kafes enerjisinin değişiminde izahını bulur [19].

Katı halden sıvı hale geçişte alüminyumun gerçek özgül ısısı diğer metallerde de olduğu gibi küçülmektedir; 0.0225 cal/gr veya %8.25 nispetinde düşmektedir [19]. Katı alüminyumun gerçek atom ısısı 273–932.7 K sıcaklık diliminde;

$$C_p=4.80+3.22 \cdot 10^{-3} \cdot T$$

denklemleri ile ifade edilebilir. 931.7–1273 K sıcaklık diliminde sıvı alüminyumunki ise 7.00 cal/gr-atom değerinde sabit kabul edilebilir. Alüminyumun normal entropisi ise;

$$S_{298.2} = 6.71 \pm 0.1 \text{ Kcal/grmol}^\circ\text{C}' \text{ dir.}$$

4.2. Niobyum

4.2.1. Özellikleri

Niobyum ($\text{Nb} [\text{Kr}]4d^45s^1$) ismi ve sembolü Yunan mitolojisinde Tantalusun kızının adı olan beyaz “Niobe” den gelir [13]. Aslında bu element ilk defa İngiliz kimyacı Charles Hatchett tarafından 1801 yılında keşfedilmiş ve kolombiyum ismi verilmiştir. 1864 yılında metalik olarak ilk kez Blomstrand tarafından, klorür yapısındaki niobyumu hidrojen ortamında ısıtarak redüklenmesiyle elde edilmiştir. Elde edilşinin yaklaşık 100 yıl sonrasında ismi, “the International Union of Pur and Applied Chemistry” tarafından 1949'da milletlerarası kimya anlaşmasına göre niobyum ve sembol olarak da (Nb) kabul edildi [5]. Günümüzde niobyum ismi orijinal ismi olan kolombiyumdan daha çok kullanılmaktadır [13].

Niobyum, parlak, yumuşak ve sünek bir metaldir [5]. Rengi gri veya gümüşü beyazlıktadır [5, 13]. Atom ağırlığı, 92.90638 g/mol, atom numarası 41'dir [5, 13]. On iki tane radyoaktif izotopu vardır. Radyoaktif olmayan niobyumun atom ağırlığı 93 g/mol'dür. On iki izotopun atom ağırlıkları 89 ila 101 akb arasında değişmektedir. Yoğunluğu 8,4 g/cm³ tür. Erime noktası 1950°C, kaynama noktası 2900°C'dir [5].

Niobyum sert ve cilalı bir metal olup dövülebilirdir. Uzun süre havada oksitlenirse mavimsi bir renk almaktadır [5, 13]. 200°C de havada oksitlenmeye başlar ve bu sıcaklığın üzerinde çalışacaksa koruyucu atmosfer gereklidir [5]. Ark kaynak elektrotlarında kullanılmaktadır. Havacılık ve uzay sanayinde çok miktarda kullanılmaktadır. Süper iletken özellik sergilemektedirler ve süper iletken mıknatıslar Nb-Zr tellerden yapılmaktadır ve kuvvetli magnetik alanlarda süper iletkenlikleri kalmaktadır [5].

Niobyum tantalla oldukça fazla benzerlikler gösterse de refrakter metaller arasında en düşük ergime sıcaklığına, en düşük yoğunluğa, en düşük elastik modüle, en düşük

termal iletkenliğe, en düşük mukavemete ve en yüksek termal genleşmeye sahiptir [5]. Çalışma sıcaklığı ise demir, nikel ve kobalt esaslı metallere daha yüksek olup yeniden kristalleşme sıcaklığı 982°C-1093°C aralığındadır [5]. Korozyona tantal kadar dayanıklıdır. Ergimiş alkali metallere, hidroklorik, sülfürik, nitrik ve fosforik asite karşı dayanıklıdır fakat hidroflorik asit ve hidroflorik asit karışımlarına karşı dayanıksızdır. Ergime sıcaklığı molibdeninkine yakın olmakla beraber maliyeti tantalın altıda biri, molibdenden ise %25 daha fazladır [5].

Yüksek sıcaklıkta, oksijenle, karbonla, halojenlerle, azotla, kükürtle ve diğer ametallerle reaksiyon verir. Nitrik ve hidroflorik asit karışımında çözünür [5]. Tane inceltici ve karbür yapıcı etkiye sahip olduğundan, akma sınırının yükselmesini ve sertliğin artmasını sağlar [5].

Niobyumun mekanik özellikleri oldukça iyidir. İşlenebilmesi, tavlanabilmesi Nb'u çok yönlü bir malzeme yapar [5]. 300-500°C arasında deformasyon yaşanması özelliği gösterir. Düşük yoğunluğu ve düşük termal nötron özelliği atom reaktörlerinde kullanımını öngörür. 200°C'nin altındaki çoğu gazlara dirençlidir. 350°C'nin üzerinde oksitlenir. 300°C'nin üzerinde N ile reaksiyona girer. 250°C'nin üzerinde hidrojen kırılabilirliği hassasiyeti vardır. Oda sıcaklığında florür ve HF gazı ile reaksiyona girer [5]. Yüksek sıcaklıkta oksijene afinitesi yüksektir. Oluşan oksit metali yalıtkan yapar. Alaşımız Nb, ergimiş Na, K, Li, Ca, Ce, Bi, Pb ve Ag'e 1000°C'nin üzerinde dirençlidir [5].

En önemli mineralleri piroklor ($\text{NaCaNb}_2\text{O}_6\text{F}$) ve çeşitli metalik oranları ile kolombit-tantalit serisidir [13]. Niobyum elementi niobit (kolombit), niobit-tantalit, paraklor ve öksenit içerisinde bulunur [5]. Niobyumun büyük miktarlarda bulunuşu karbonatitler halindedir (karbon-silikat kayaları) ve paraklorürlerle beraberdir [5]. Genel olarak cevherleri Brezilya, Kanada, Nijerya, Zaire ve Rusya dadır. Genelde niobyum tantalyumla birlikte bulunmakta ve çeşitli yollarla elde edilmektedir [5].

Niobit; kolombit, niobit-tantalit $[(\text{Fe}, \text{Mn})(\text{Nb}, \text{Ta})_2\text{O}_6]$ adlarıyla da bilinir. Niobit siyah mineral grubu içinde olup tantalyum ve niobyumun cevheridir. Bünyesinde %50 ila %76 arasında Nb_2O_5 bulundurur. Niobit hemen hemen metal kadar olan



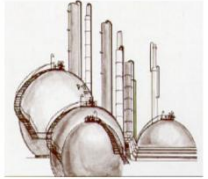
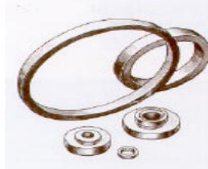
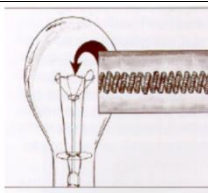


parlaklığını ve yüksek yoğunluğunu içindeki demir ve mangandan almaktadır. Bu mineral grubu ilk olarak ABD’de bulunmuştur. Çeşitli formları bulunmaktadır. Tantalyumun baskın olduğu ferrotantalit, manganın baskın olduğu mangankolombit, içerisinde zengin demir cevheri içeren kolombit grubu ise ferrokolombittir. Mineral içinde biraz kalay ve tungsten de bulunabilir. Yitriyum kolombit de yitriyumun zengin olduğu kolombit cevheridir ve $(Y,U,Fe)(Nb,Ta)O_4$ kimyasal formülü ile gösterilir. Bu radyoaktif mineral Mozambik’de bulunmuştur [5].

Kolombit, tantalit gibi aynı bileşime ve ortorombik kristal yapısına sahiptir [5]. Aslında, bu iki mineral grubu mineral serisinde birlikte kolombit-tantalit ya da kotlan (kolombit-tantalitin ticari adı) olarak geçer [5]. Buna rağmen tantalitin özgül ağırlığı kolombitten yüksektir. Diğer cevherleri pyrochloride, euxenite, fergusonite ve loparite olarak sayılabilir. Pyrochloride, $(Ca,Na)_2(Nb,Ta,Ti)_2O_6(OH,F)$ %40 ile %70 aralığında Nb_2O_5 içerir. İkincil en önemli cevheri fergusonite, $Y(Nb,Ta)O_4$ %38 ile %58 arasında Nb_2O_5 içerir. Euxenite, $Y(Nb,Ti,Ta)_2O_6$ %21 ile %34 ve loparite, $(Na,Ce,Ca)(Ti,Nb,Ta)O_3$ %7 ile %20 aralıklarında niobyum içerir [5].

4.2.2. Niobyumun Mekanik Özellikleri

Niobyum 5. Grup elementi bir refrakter metal olduğu için bu grup elementler ile bariz benzerlikler gösterir. Bu grup elementleri içinde vanadyum (V) ve tantalyum (Ta) niobyum ile beraber bulunan elementlerdir. Nb ve Ta daima kolombit ve tantalit içerisinde beraber bulunurlar ve bu ortamdan solvent ekstrüzyon kullanılarak ayrıştırılırlar [13]. Refrakter metaller; Niobyum, Tantal, Molibden, Tungsten ve Renyum metallerini içermektedir. Platin grubu metallerin ikisi haricinde (osmiyum ve iridyum) tamamı bütün metaller içerisinde en yüksek ergime derecelerine ve en düşük buhar basıncına sahip olan metallerdir [5]. Tablo 4.6’da genel olarak refrakter metallerin özellikleri gösterilmiştir [5].

Tablo 4.6. Refrakter metallerin özellikleri [5]

	<p>a) Çok yüksek ergime sıcaklığı (2468°C – 3410°C) Tungsten, tantal ve molibdenin yüksek ergime sıcaklıkları cam üretimi benzeri ergimiş metal işlemlerinde onları önemli kılar.</p>
	<p>b) Yüksek sıcaklıklarda mükemmel mukavemet 1000°C 'nin üzerine ısıtıldığında tungsten roket burun konileri, hala oda sıcaklığındaki demirin çekme mukavemetinin iki katı çekme mukavemeti değerine sahiptir</p>
	<p>c) Çok yüksek korozyon direnci Kimya sektöründe kullanılan paslanmaz çelik borular refrakter metal içerirler.</p>
	<p>d) Mükemmel aşınma (abrasiv) direnci Refrakter metaller sık sık contalar, sızdırmazlık elemanları, buşingler, nozüller, valf iç donanımları ve aşınmaya dayanıklı birçok alanda kullanılmaktadır. Altın ve gümüşle yapılan alaşımları elektronik ekipmanlarda mükemmel uzun ömürlü kontakt elemanlar olarak kullanıma alanı bulur.</p>
	<p>e) Yüksek termal şok direnci Isınma sebebiyle hızlı genişlemenin sebep olduğu gerilmeler lamba flamanlarında kısa açma kapama döngülerinde hasara sebep olmaktadır. Bu sebeple bir W flaman yüksek ergime sıcaklığı ve düşük termal genişleme özelliği sebebiyle binlerce defa açma kapama yapılmasına rağmen sağlam kalabilmektedir.</p>
	<p>f) İyi elektrik ve ısı iletim özellikleri Refrakter metaller bir çok elektrik ve elektronik uygulamalarının yanında genel olarak ısı kalkanı olarak da kullanılırlar. Bu yarı iletken çipler Mo ve W kalkanlarla birlikte dizayn edilirler.</p>
	<p>g) Yüksek öz kütle veya yoğunluk Refrakter metallerin bazıları en yüksek yoğunluk aralığındadır. Hava taşıtlarının ve golf sopalarının ucunda balans ağırlıklar olarak kullanılır.</p>

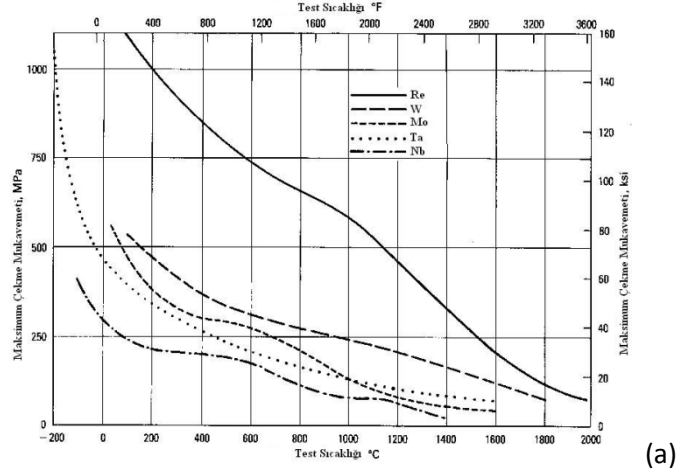
Tablo 4.7'de saf refrakter metallerin fiziksel, termal, elektriksel, manyetik ve optik özelliklerini karşılaştırmaktadır [5].

Tablo 4.7. Saf refrakter metallerin fiziksel, termal, elektriksel, manyetik ve optik özelliklerinin karşılaştırılması [5].

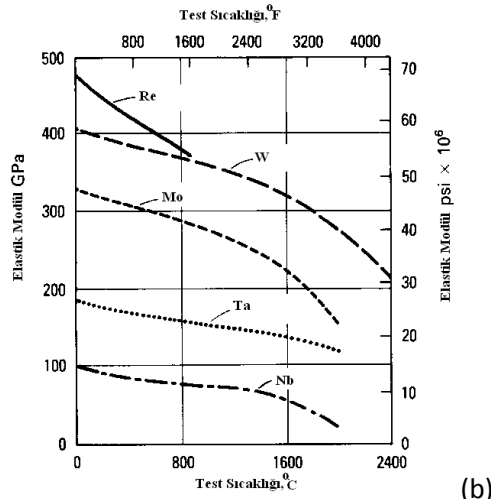
Özellik	Niobyum	Tantal	Molibden	Tungsten	Renyum
Yapısal ve atomik özellikleri					
Atom Numarası	41	73	42	74	75
Atom ağırlığı	92.9064	180.95	95.94	183.85	186.31
20 °C de yoğunluk, g/cm ³	8.57	16.6	10.22	19.25	21.04
Kristal yapısı	HMK	HMK	HMK	HMK	HSP
Latis sabitleri,nm					
a	0.3294	0.3303	0.3147	0.3165	0.27609
c					0.45829
Oda sıcaklığında kayma düzlemleri	110	110	112	...	0001-1010
Isıl özellikleri					
Ergime sıcaklığı, °C	2468	2996	2610	3410	3180
Kaynama sıcaklığı, °C	4927	5427	5560	5700	5760
2500 K de buhar basıncı, mPa	5.3	0.11	80	0.0093	0.17
Genleşme katsayısı, RT civarında, $\mu\text{m/m.K}$	7.3	6.5	4.9	4.6	6.7
20 °C de spesifik ısı, kJ/kg.K	0.268	0.139	0.276	0.138	0.138
Ergime gizli ısı, kJ/kg	290	145-174	270	220	177
Buharlaştırma Gizli ısı, kJ/kg	7490	4160-4270	5123	4680	3415
Termal iletkenliği, W/m.K					
20 °C de	52.7	54.4	142	155	71
500 °C de	63.2	66.6	123	130	...
Elektriksel Özellikler					
18 °C de elektriksel iletkenlik, %IACS	13.2	13.0	33.0	30.0	8.1
20 °C de direnç, n Ω .m	160	135	52	53	193
Elektrokimyasal ekuvalant, mg/C	0.1926	0.375	0.166	0.318	0.276
Hall sabiti, nV.m/A.T	0.09	0.095
Magnetik özellikler					
25 °C de magnetik duyarlılık (hacimsel),	28×10^{-6}	10.4×10^{-6}	1.17×10^{-6}	4.1×10^{-6}	0.37×10^{-6}
Optik özellikler					
1500°C de toplam emisyon kabiliyeti, %	0.19	0.21	0.19	0.23	...
$\square = 650 \text{ nm}$ de spektral emisyon, %	0.37	0.49	0.37	0.43	...
Diğer özellikler					
25 °C de poisson oranı	0.38	0.35	0.32	0.28	0.49
Elastik modülü, Gpa	103	185	324	400	469
Sünek gevrek geçiş sıcaklığı, K	<147(c)	<25(c)	...	250(d)	...

(a) RT, oda sıcaklığı. (b) IACS, uluslararası tavllanmış bakır standardı. (c) saf demir ile viskozitesi. (d) Çekilmiş malzeme için değeri; Tavllanmış tungsten için DBTT, 325 °C dir

Şekil 4.1’de refrakter metallerin çekme mukavemetleri ve elastik modüllerinin sıcaklıkla değişimi gösterilmektedir [5].



(a)



(b)

Şekil 4.1. Refrakter metallerin (a) çekme mukavemetleri ve (b) elastik modüllerinin sıcaklıkla değişimi [5]

4.2.3. Niobyumun Atomik ve Fiziksel Özellikleri

Niobyum, vanadyum ve tantalum sadece HMK ve W-tipi yapılarında olabilirler; bu metallerin yüksek sıcaklık ve yüksek basınçta polimorfozları olmadığı bilinmektedir [13].

Bu metaller nispeten yumuşak ve sünektirler ancak impürütelerin genellikle mukavemetleştirme ve gevreklik katma özellikleri vardır. Lantanit konsantrasyonunda benzer sonuçları, Nb ve Ta un birbirine yakın atomik hacimlere sahip oldukları ve çok farklı yoğunluklara sahip oldukları literatüre geçmiş bilgilerdir [13].

Tablo 4.8’de V, Nb ve Ta un fiziksel özellikleri belirtilmiştir [13]. Tablo 4.9’da iyonizasyon enerjileri görülmektedir [13]. Tablo 4.10’da ise V, Nb ve Ta un kristal yapıları, allotroplarının latis parametreleri ve yoğunluk ölçümleri görülmektedir[13].

Tablo 4.8. Tablo V, Nb, Ta un fiziksel özellikleri [13]

Özellikler	V	Nb	Ta
r/pm, metalik, CN 12	134,6	146,8	146,7
['metalik valence']	[5]	[5]	[5]
iyonik radyus (pm) M ⁺² , CN 6	79		
iyonik radyus (pm) M ⁺³ , CN 6	64	72	72
iyonik radyus (pm) M ⁺⁴ , CN 6	58	68	68
iyonik radyus (pm) M ⁺⁵ , CN 6	54	64	64
Tmelting/C	1910	2469	3020
Tboling/C	3409	4744	5458
dHmelting (Tm de)/kj/mol	22.8	26.9	36.6
298,15 K/kj/mol de gaz Me ₁ için d _f H ⁰	515	733	782

Tablo 4.9. V, Nb ve Ta: iyonizasyon enerjileri [13]

Element	1. İyonizasyon enerjisi/kj/mol	2. İyonizasyon enerjisi/kj/mol	3. İyonizasyon enerjisi/kj/mol	5. iyonizasyon enerjisi/kj/mol	6. iyonizasyon enerjisi/kj/mol
V	650	1414	2828	6299	12362
Nb	664	1382	2416	4877	9900
Ta	761	1500	-	-	-

Tablo 4.10. V, Nb ve Ta; kristal yapıları, allotroplarının latis parametreleri ve yoğunluk ölçümleri [13]

Element(allotrop)	Kristal yapısı	Latis parametresi/pm	Atomik hacim/pm ³ 10 ⁶	Molar hacim/cm ³ /mol	Yoğunluk g/cm ³
Vanadyum V<1910	cI2-W	302.40	13.83	8.33	6.12
Niobyum Nb<2469	cI2-W	330.04	17.975	10.82	8.58
Tantalyum Ta<3020	cI2-W	330.30	18.02	10.85	16.68

4.2.4. Niobyumun Kimyasal Özellikleri ve Reaktiviteleri

Bu grup elementleri 4. grup elementleri ile birçok benzer özelliğe sahiptir [13]. Bu grup elementleri yüksek sıcaklıklarda en çok stokiometrik olmayan ve interstisyel türevlerde oluşmuş metal olmayan elementlerle reaksiyona girerler. Bu malzemeler genellikle yüzeylerinde oluşana oksit filmleri nedeniyle korozyona karşı mukavemetlidirler [13].

Nb ve Ta; Zr ve Hf gibi birbirlerine yakın derecede özdeş olmasalarda kimyasal olarak birbirlerine benzerler. Ancak bu benzerlik yüksek hafiflikleri ve bu durumdan

dolayıda lantanit konsantresindeki benzer etkileri ile ilgilidir [13]. Yalnızca HF konsantresi veya daha iyi bir karışım olan HF-HNO₃ karışımı asitlere karşı tepkirler. Bir alkali hidroksit veya hidrojen sülfür ile yapılan füzyon sonrası çözünebilirler. Yüksek sıcaklıkta hava ortamında oksitlenebilirler [13].

Refrakter Metallerinin İntermetalik Kimyası

Nb bileşik oluşturabileceği elementler Şekil 4.2’de gösterilmiştir. Bu gösterimde;



İşareti metalin bileşik oluşturabileceği elementleri,



İşareti ikili veya üçlü faz diyagramları bilinen ama ara faz bileşenleri olmayan elementleri,

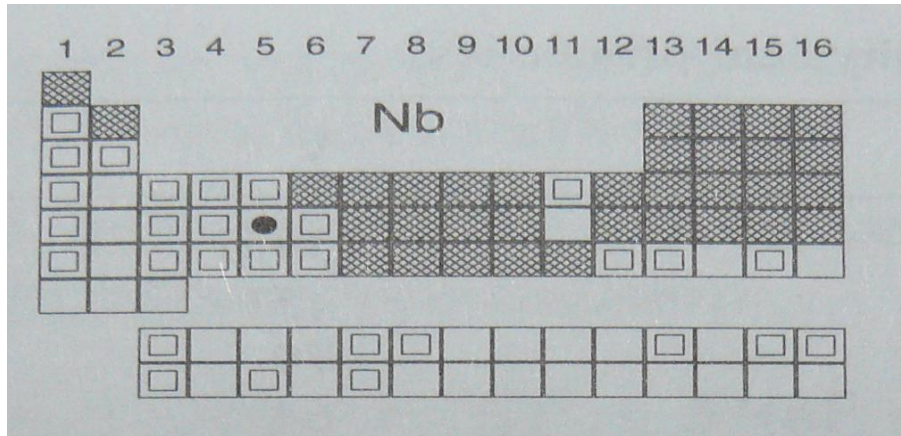


İşareti metalin bileşik oluşturabilme kabiliyetinin kuşkulu olduğu elementi ve



İşareti metalin bileşik oluşturmadığı elementi göstermektedir.

Bileşik oluşturabilecek yeterlilik içerisinde bir boşluk ve daha fazlası, daha ilerideki grupların metalleri ile belli analogiler gösteren 11. ve 12. Grup elementleri civarındaki elementler olduğu not edilmiştir [13].



Şekil 4.2. Niobiyumun perodik cetvelde bileşik oluşturabileceği elementlerin gösterimi [13]

V,Nb ve Ta alaşımlarında ki geleneksel yapı tipleri Tablo 4.11’de gösterilmiştir [13]. Bilinene yakın stokiometrik bileşikleri ve katı karışım alanları verilmiştir. V(Nb, Ta) ca zengin bölgeler içerisinde 3:1 stokiometrik oranında bileşikler, cP8-Cr₃Si faz formasyonlarında (tetrahedral sıkı paket yapısı örnek olabilir) bulunmuştur. Bu fazlar, 3., 4., 5. ana gruplarındaki metaller ile bazı geçiş elementlerinin alaşımları gözlenmiştir [13]. Bu fazların bir tanesi süperiletken özelliklere sahip Nb alaşımları içerisinde oluşmuştur, tetrahedral sıkı paket familyasından değişik yapılara sahip bazı alaşımlar V, Nb, Ta sistemleri içerisinde gözlenmiştir. σ fazı (tP30-Cr-tipi), bazı metallerin Fe tipi oluşumları, metallerin benzer kombinasyonu ile belirlenen μ fazı (hR39-W₆Fe₇ tipi) kadar dikkate değerdir. Bu yapılar katı karışım aralıklar alanlarına karşılıktır [13]. Hızlı soğutulan Al-Nb VE Al-Hf alaşımlarında kübik L1₂(cP4) fazı gözlenmiştir [11].

Bazı laves-tipi fazlar bu metallerin alaşımlarında oluşmaktadır; farklı laves politipleri α NbCr₂ (T<1625°C ve %32-40 Nb oranında stabil Cu₂Mg tipi) ve β NbCr₂ (1585<T<1730 sıcaklıkta %30-38Nb oranında MgZn₂ tipi) gibi benzeri sistemlerde (genellikle kompozisyona ve sıcaklığa bağlı olarak) genellikle mevcuttur. Başka örneklerde olduğu gibi; %37 Ta’a karşılık gelen yüksek T fazı (1130<T<1540) MgZn₂ tipi, %30-36 Ta ile (T<1620°C) stabil Cu₂Mg tipi ve %28-29 Ta (T<1450) oranında stabil Ni₂Mg tipi olarak tanımlanan 3 laves politipinin bulunduğu Ta-C sistemiden de bahsedilebilir [13].

Tablo 4.11. V, Nb ve Ta alaşımlarındaki geleneksel yapı tipleri ve ikili alaşımlarında ara fazlardan bazı seçilenler [13]

Yapı tipi	CN _E (Me)	isostructural fazlara örnekler	
		V bileşikleri	Nb ve Ta bileşikleri
cP8-Cr ₃ Si	14	V₃X :X=Os(45-50Os), Co, Rh(23-39Rh), Ir(25-39Ir), Ni(≈ 22Ni), Pd, Pt(18-34Pt), Au(19-24Au), Al(≈10-35Al), Ga(18-32Ga), Si(19-25Si), Ge, Sn(≈20Sn), As, Sb	Nb₃X :X=Os(25-29Os), Rh, Ir(21-29Ir), Pt(19-28Pt), Au(17-27Au), Al(18-25Al), Ga(20-25Ga), In(12-25In), Ge(18-23Ge), Sn(15-33Sn), Sb(24-27Sb) Ta₃X :X=Sn,Au(16-18Au)
tP32-Ti ₃ P	13-16		Nb₃X :X=Si Ta₃X :X=Ge, Si
tI12-CuAl ₂	15		Ta₂X :X=B(28-31B), Be, Co, Ni(30-33Ni), Si
cF24-Cu ₂ Mg	12	V₂X :X=Zr(33-35Zr), Hf(33-35Hf), Ta(33-36Ta)	
tI32-W ₅ Si ₃	14-15	V₅X₃ :X=Si, Ge, As	Nb₅X₃ :X=Si(38-41Si) Ta₅X₃ :X=Ga, Ge, Si
cP2-CsCl	14	VX :X=Mn(30-55Mn), Tc(35-61Tc), Ru(25-55Ru), Os(≈20-45Os)	

cF8-NaCl	6	VX :X=C(38-48), N(38-50N)	NbX :X=C(38-50C) TaX :X=C(38-49C), N(40-50N)
hP4-NiAs	8	VX :X=P, Sb(42Sb), S, Se(\approx 50Se), Te	NbX :X=Sb(50-51Sb), S(\approx 47S), C(\approx 29-34C)
tP4-AuCu	12	VX :X=Rh(52- 60Rh), Ir(52-60Ir)	
tP30- σ -CrFe	12-15	V-X :X=Mn(\approx 70- 80Mn), Fe(33- 68Fe), Co(29- 55Co), Ni(25-42Ni)	Nb-X :X=Re(\approx 54Re), Os(27- 46Os), Rh(28-40Rh), Ir(33-42Ir), Pt(31-38Pt), Al(30-42Al) Ta-X :X= Re(\approx 55Re), Os(22- 44Os), Rh(20-40Rh), Ir(11-41Ir), Pd(21-29Pd), Au(22-35Au), Al(21-35Al)
cI58-Mn	16		Ta-X :X=Re(65-80Re), Os(48- 65Os)
hR39-W ₆ Fe ₇	12-16		Nb-X :X=Fe(\approx 52Fe), Co(47- 50Co), Ni(45-50Ni), Zn(55- 60Zn) Ta-X :X=Fe(\approx 51), Co(44-56Co), Ni(46-50Ni)
hP12-MgZn ₂	16	VX₂ :X=Be, Re(68- 72Re)	NbX₂ :X=Cr(62-70Cr), Mn(60- 72Mn), Fe(63-66Fe), Co(\approx 64Co) TaX₂ :X=Cr(62-70Cr), Mn, Fe(63- 74Fe), Co(\approx 63Co)
cF24-Cu ₂ Mg	16	V-X :X=Sn(60- 62Sn)	NbX₂ :X=Be, Cr(64-67Cr), Co(64- 70Co), Sn TaX₂ :X=Be, Cr(64-67Cr), Co(64-

			70Co), Sn(\approx 60Sn)
cP4-AuCu ₃	12	VX₃ :X=Rh(65-77Rh), Ir(61-78Ir), Zn	NbX₃ :X=Ru(74-76Ru), Rh(71-79Rh), Ir(63-80Ir), Cd,Zn TaX₃ :X=Rh(69-78Rh), Ir(66-76Ir)
tI8-TiAl ₃	12	VX₃ :X=Ni(72-79Ni), Pd(74-78Pd), Pt(73-78Pt),Al	NbX₃ :X=Al(75-76Al), Ga(77-79Ga) TaX₃ :X=Pd, Al

Nb tıpkı diğerk reaktif metallerde olduđu gibi korozif ortamlarda korozyona dayanım esnasında yüzeyinde pasif filmi oluşturmaktadır. Niobyumun korozyona dayanım özellikleri tantalınkine benzer fakat yüksek konsantrasyona sahip asit mineralleri ihtiva eden etkili ortamlarda tantala oranla daha az dayanıma sahiptir [15].

Nb tuzlu çözeltilere karşı mükemmel derecede korozyon dayanımına sahiptir [15]. 100°C sıcaklığın altındaki bütün sıcaklık değerlerinde Nb güçlü organik mineral asitlere, hidroflorik (HF) içeren tüm asit ortamlarına ayrıca hidroklorik asit (HCl), hidroiyonik asit (HI), hidrobromik asit (HBr), sülfürik asit(H₂SO₄) ve fosforik asit (H₃PO₄) ortamlarına karşı dayanıklıdır [15]. Sulu alkalın çözeltileri ile çevrili ortamlarda 0.025 mm/yr'den daha az korozyon dayanımına sahiptir. Bununla beraber yükselen sıcaklık değerlerinde korozyon büyüme hızında aşırı bir değışim görülmemektedir. 200°C nin üzerindeki sıcaklıklarda kolayca korozyona uğrarlar. Fakat 500°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda korozyona uğrama miktarında ani ve hızlı bir değışim meydana gelmektedir. 980°C sıcaklıkta oksidasyon değışimi 430 mm/yr değerindedir [15].

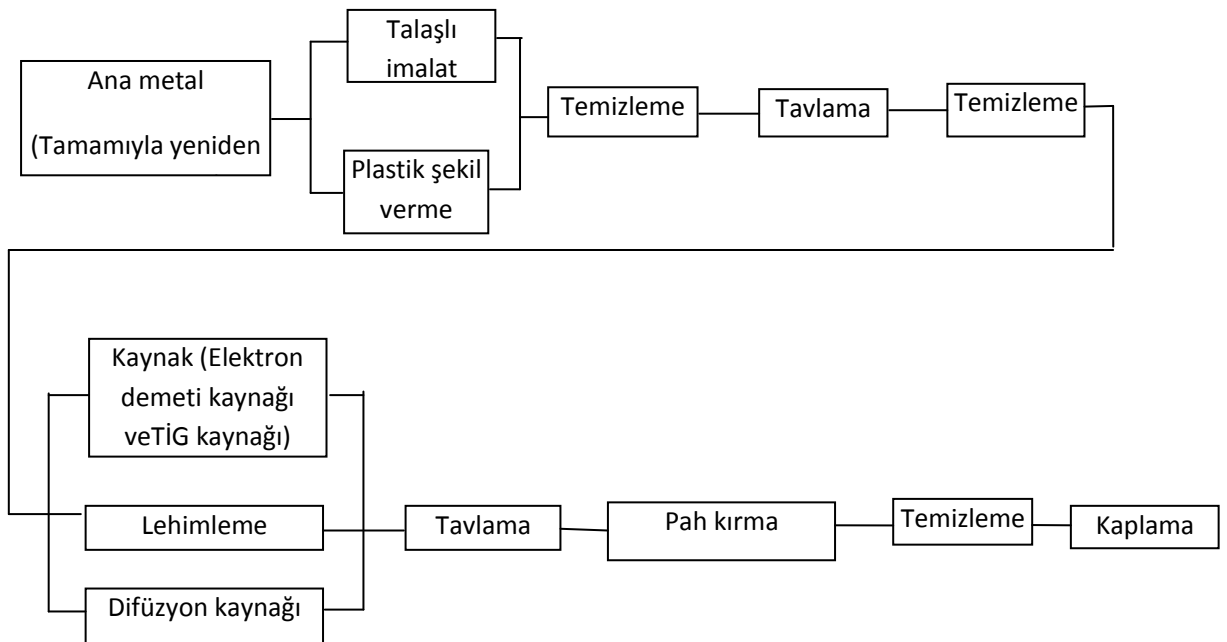
Nb yüksek sıcaklıklara sahip olan sıvı metaller içerisinde iyi korozyon dayanımı özelliđi göstermektedir. Örneđin Bi'ye 510°C'ye, Ga' a 400°C'ye, Li'ye 1000°C'ye sodyum, potasyum ve sodyum-potasyum alaşımlarına yine 1000°C'ye kadar dayanım

göstermektedir. Bu özelliklerinden dolayı çok sağlam yapılı termal sistemlerde, hızlı üretim yapılan uzay araştırma reaktörlerinde ve fizyon reaktörlerinde kullanılmaktadırlar. Ayrıca yine yüksek sıcaklıklardaki sodyumun zorlama etkisine karşı dayanıklıdır [15].

Nb lokalize etkilere karşı, aşınma, çentik korozyonu ve stres korozyonu gibi, yüksek oranlarda korozyon direncine sahiptir [15].

4.2.5. Niobyum ve Diğer Refrakter Metallerin Üretimi

Niobyum hariç bütün refrakter metaller yaygın olarak toz metal olarak üretilirler ve sonrasında sinterleme ve/veya ergitme işlemine tabii tutulurlar [5]. Sadece niobyum için proses diğerlerinden farklıdır, burada çok yaygın olarak metal oksidin alümino-termik redüksiyon ile redüklenmesi ile elde edilir. Bu proseste, oksit empüriteler curuf olarak sistemden uzaklaştırılır [5]. Şekil 4.3’de refrakter metallerin üretiminin şematize edilmiş hali görülmektedir [5].



Şekil 4.3. Refrakter metallerin fabrikasyon üretimi için işlemlerin tipik sıralaması [5]

Tantal ve niobyum için, elektron demetiyle ergitme işlemi ve daha sonra saflaştırma işlemleri yaygın olarak kullanılmaktadır [5]. Hidrid-öğütme-dehidrit prosesleri ile ingottan bu metaller için de tozlar üretilebilmektedir [5].

Alaşım elementleri olarak bu metaller, ergitme sırasında alaşımlara ilave edilebilmektedir. Sıcak dövme ve ekstrüzyon işlemleri, ingotlardan çubuk veya dikdörtgen kesitli levhasal parça üretiminde kullanılmaktadır. En az sinterlenmiş ürünler kadar bu baralar sac, plaka, folyo, tüp çekme işlemlerinde kullanılmaktadır. Tablo 4.12’de niobyum ve alaşımları için haddeleme işlem sıcaklıklarını vermektedir [5].

Tablo 4.12. Niobyum ve alaşımları için haddeleme işlem sıcaklıkları [5]

Metal veya alaşım	Dövme			Ekstrüzyon			Haddeleme		
	Sıcaklık (a)		%RA	Sıcaklık(a)		%RA	Sıcaklık(a)		%RA
	°C	°F		°C	°F		°C	°F	
Niobyum	980- 650	1800- 1200	50-80	1095- 650	2000- 1200	10:01	315- 205	600- 400	50 breakdown
								20	70
Nb-1Zr	1205- 980	2200- 1800	50-80	1205- 980	2200- 1800	10:1	315- 205	600- 400	50 breakdown
								20	70
FS-85	1315- 980	2400- 1800	50	1315- 980	2400- 1800	4:1	370- 205	700- 400	40 breakdown
								20	70
Cb-752	1205- 980	2200- 1800	30	1315- 980	2400- 1800	4:1	370- 260	700- 500	50 breakdown
								20	70
C-103	1315- 980	2400- 1800	50	1315- 980	2400- 1800	8:1	205	400	50 breakdown
								20	70
C-129Y	1315- 980	2400- 1800	50	1315- 980	2400- 1800	4:1	425	800	50 breakdown
								20	70

Niobyum alaşımları ve tantal alaşımları yüksek hız takım çelikleri veya karbür uçlar kullanılarak talaşlı imalata tabii tutulabilirler. Bu alaşımların talaş kaldırma karakteristikleri ve aşındırma karakteristikleri tavllanmış bakır, tavllanmış paslanmaz çelik malzemelere benzer [5]. Tablo 4.13’de niobyum ve tantal için talaş kaldırma karakteristikleri verilmiştir.

Tablo 4.13. Niobyum ve tantal için talaş kaldırma karakteristikleri [5]

Yaklaşma açısı	15-20°
Kenar açısı	30-35°
Köşe kenar netliği	5°
Plan yükseklik açısı	15-20°
Alın yarıçapı	0.50-0.75 mm
HSS takımlar için kesme hızı	0.3-0.4 m/dk.
Karbür takımlar için kesme hızı	1.3-1.5 m/dk.
Besleme yüzey pürüzlülüğü	0.23-0.30 mm/rev
Bitiş yüzey pürüzlülüğü	0.13 mm/rev, (Mak.)
Kesme derinliği	0.75-3.2 mm

Niobyum ve tantal plakalar çok sayıda teknikler kullanılarak şekillendirilir [5]. Bunların içerisinde sıvama, hidroforming, şişirme ve kimyasal aşındırma gibi geleneksel tekniklerde mevcuttur. Kompleks bir parçanın üretilmesi için tasarım yapan kişiler, nihai ürünü elde etmeden önce çeşitli şekillendirme ve birleştirme işlemlerine ihtiyaç duymaktadır. Bu malzemelerin şekillendirme davranışları yumuşak çeliğin davranışlarına benzer ancak farklı olarak yırtılmaya yüzeyde işlem sırasında sürtünmeden doğan tahrişlere ve kalkmalara daha dayanıklıdır. 0.1 mm ile 1.5 mm arasındaki kalınlıklar için tantal ve niobyum, oda sıcaklığında çelik kalıplarda tüp çekme, dövme, model basmak ve derin çekme işlemine tabii tutulabilirler [5]. Bu işlem %6 hassasiyetle sac kalınlığına bağlı olarak yapılabilir. İyi bir sonuç için plakanın her tarafı homojen olmalı ve ince taneli olmalı. Kaba taneli plakalarda yerel olarak bozulmalar görülebilmektedir [5].

4.2.6. Niobyum ve Alaşımlarının Kullanım Alanları

Refrakter metaller, lamba filamanları, elektron tüp elemanları ve elektrik kontakları olarak kullanılmaktaydılar. Ancak daha sonra, uzay araçları, elektronik, nükleer, yüksek enerji fiziği ve kimyasal proseslere dayalı endüstriyel alanlar gibi birçok alanda kullanım alanı bulmuştur [5].

Renyum haricinde diğer bütün refrakter metaller yılda 1000 tondan fazla kullanılmaktadır [5]. Yüksek mukavemetli düşük alaşımlı ve paslanmaz çelik üretimi sebebiyle en çok niobyum kullanılmaktadır [5]. Toplam tüketimin yaklaşık %6'sını niobyum teşkil etmektedir [5].

Tablo 4.14'de refrakter metallerin ticari olarak uygulama alanlarını özetlemektedir [5].

Tablo 4.14. Refrakter metallerin başlıca kullanım alanları [5]

Uygulama	W	Mo	Ta	Nb	Re
Elektronik	X	X	X	X	X
Aalaşımlama	X	X	X	X	X
Nükleer güç	X	X		X	
Havacılık	X	X	X	X	
Kiyasallar/Katalistler	X	X	X		X
Metal kesme ve Şekillendirme	X	X	X		
Mekanik parçalar	X	X			
Madencilik petrol sondaj	X				

Refrakter metaller ve alaşımlarının endüstri alanlarına göre ticari uygulamaları tablo 4.15'de verilmiştir [5].

Tablo 4.15. Refrakter metaller ve alaşımlarının endüstri alanlarına göre ticari uygulamaları [5]

Uygulama	Malzeme
Uzay ve Nükleer Endüstri	
Dengeleyici ağırlıklar(Uzay, hareketsiz yardımcı sistemler)	Tungsten alaşımları
Katı yakıtlı roketler	
2650-2750 °C yanma sıcaklığı	Molibden, tungsten
3425-3550 °C yanma sıcaklığı	Gümüş ve bakır infiltre edilmiş Tungsten
Uçak ve uzay araçlarında kullanılan tekerlek askıları ve yardımcı elemanları	Cb-752(a), FS-85(a), C-129Y(a) <i>(a)- Silisit kaplı parçalar</i>
Hipersonik uçak tekerleri için kenar ve burun elemanları	Cb-752(a), FS-85(a), Ta-10W(a)
Güvenlik kabini	C-103(a)
Radyasyon nozül genişleticileri	C-103(a), FS-85(a)
Jet motor Parçaları	
Hız artırıcı elemanlar	C-103(a)
Merkezi gövde	Cb-752(a)
Alev tutucular	Cb-752(a)
Roket nozülleri	FS-85(a), Ta-10W (Ta-Hf clad)
Isı kalkanları	C-129Y(a)
Poroz iyonlaştırıcı plakalar	Tungsten
Isı kalkanları ve sezyum buhar giriş tüpleri (İyon motoru)	Tantalyum
Sürgüler	Nb-Ti
Arı peteği yapılar	Molibden, Cb-752, Ta-10W
Sıcak gaz boruları	Ta10W(a)
Sıcak gaz pompaları	C-103(a)
Katı iticili genişletici nozülleri	C-103(a)
Nükleer ve yüksek enerji Fizigi	
Lineer hızlandırıcı, micro dalga boşlukları	Niobyum
Süper iletkenler	Nb-Ti, Nb ₃ Sn
Sıvı metal kapları ve borular	Nb-1Zr
Elektronik sanayi	
Kapasitörler	Toz tantal, folyo, tel
Kapasitör kızakları	Tantal şerit
Redresör, demiryolu sinyalleri	Tantal
Pil şarj edicileri	Tantal

Transdüserler	Molibden, Tungsten
Elektron tüpü parçaları	
Isıtıcılar	Tungsten, W-Re
Destekler	Molibden
Katotlar	Tantal
Anodlar	Molibden, Tungsten
Süper iletken teller	Nb-Ti, Nb3Sn
X-ışını hedef metalleri	Tungsten, molibden, renyum, komposit W-Mo
Elektrotlar (civalı düğmeli)	Molibden, Tungsten
İnce film altlıklar	Molibden, Tungsten
Elektrik kontakları	Tungsten, Renyum, W-Ag, W-Cu
Isı alıcılar	Molibden, Tungsten
Destekleyici şeritler, yarı iletkenler	Molibden, Tungsten
Filamanlar, iyon ölçerler, fotoflaşlar	Renyum, W-Re
Proses endüstrisi	
Isıtma ve soğutma bobinleri	Tantal, Ta-Nb
Kabuk ve tüp ısı değiştiricileri	Tantal
Kondenserler	Tantal
Tantal kaplı çelik tekerler	Tantal
Distilasyon kuleleri	Tantal
Sıcak sülfürik asit servisi için valfler	Molibden, Tantal, Ta-Nb
Genişleme bağlantıları(körükler)	Tantal
Cam üretim elemanları	Tantal
1m çapa 1.3m boya kadar bütün potalar	Tungsten, Tantal, Ta-40Nb
Mekikler, tekstil sanayii	Tantal, Niobyum
Termokupul koruyucu tüpler	Tantal kaplı bakır veya çelik
Kırıcı diskler	Tantal
Isı duvarları	Tantal kaplı bakır, Tantal
Püskürtücüler, huniler, jet fırlatıcıları	Tantal
Fişek ısıtıcılar	Tantal
30 Psi basınçta 150°C de HCl servisi için pompalarda	Tantal (bozulan parçalarda)
Katodik koruma elektrotlarında	Niobyum
Özel donanımlar	
Fırın parçaları	

Isıtma elemanları, ısı kalkanları, perçinler, fikstürler, dramlar, sepetler	Tungsten, Molibden, Tantal
Askı elemanları (İndüksiyon fırınları)	Tungsten
Ekstrüzyon kalıpları	Tungsten, Molibden
Delici uçları, sıcak çekiçler	Tungsten, Molibden
Fırın kapları	Tungsten, Molibden, Tantal
Bağlantı elemanları(vida, perçin, çivi, klips,vs	Tungsten, Molibden, C-3009, C-129Y
Basınçlı döküm kalıpları, maçaları	Molibden, Tungsten
Vakumda metal difüzyonu bobinleri ve üniteleri	Tungsten, Molibden
Yaylar	Tungsten, Molibden, Tantal
Delici çubuklar	Tungsten, Molibden
İmplant malzemeler	Tantal
Müzik enstrümanları	Tantal
Elaktrolitik kaplama ekipmanları	Tantal
Termokupullar, nokta direnç kaynak elektrotları	W, W-Re alaşımları
Katotlar, plazma jeneratörleri	W-1Ni
Makinelili tüfek mekanizmaları	C-3009(a)
Sodyum buhar lamba elektrotları	Nb-1Zr

(a) Silisit kaplı olarak kullanılan parçalar

Refrakter metallerin herhangi bir tanesi seçilirken sıklıkla bu alaşımın mukavemeti veya korozyon direncinden çok o alaşımın üretilebilirliği esas alınır [5]. Niobyum, tantal ve bu metallerin alaşımları en kolay üretilebilen refrakter metallerdir [5]. Bu saf haldeyken sünektir ve karbon, azot, oksijen ve hidrojeni yüksek miktarlarda çözebilirler [5]. Niobyum ve tantal'in bu yüksek çözünürlüğü sebebiyle üretim esnasında kırılmalık göstermezler [5]. Ancak tantal ve niobyum yüksek sıcaklıklarda oksijen çözünürlüklerinin fazla olması sebebiyle sünekliğini kaybetmektedirler [5]. Bu sebeple bu metallerin yüksek sıcaklıktaki üretimleri gerekli görülmedikçe kullanılmaz [5]. Tablo 4.16'da niobyum ve alaşımları için dövme, ekstrüzyon ve haddeleme sıcaklıkları görülmektedir [5].

Tablo 4.16. Niobyum ve alaşımlarının dövme, ekstrüzyon ve haddeleme sıcaklıkları [5]

Metal veya alaşım	Dövme			Ekstrüzyon			Haddeleme		
	Sıcaklık (a)		%RA	Sıcaklık(a)		%RA	Sıcaklık(a)		%RA
	°C	°F		°C	°F		°C	°F	
Niobyum	980- 650	1800- 1200	50-80	1095- 650	2000- 1200	10:01	315- 205	600- 400	50 breakdown
								20	
Nb-1Zr	1205- 980	2200- 1800	50-80	1205- 980	2200- 1800	10:1	315- 205	600- 400	50 breakdown
								20	
FS-85	1315- 980	2400- 1800	50	1315- 980	2400- 1800	4:1	370- 205	700- 400	40 breakdown
								20	
Cb-752	1205- 980	2200- 1800	30	1315- 980	2400- 1800	4:1	370- 260	700- 500	50 breakdown
								20	
C-103	1315- 980	2400- 1800	50	1315- 980	2400- 1800	8:1	205	400	50 breakdown
								20	
C-129Y	1315- 980	2400- 1800	50	1315- 980	2400- 1800	4:1	425	800	50 breakdown
								20	

4.2.6.1. Niobyumun metal ve alaşım elementi olarak kullanım alanları

Nb un metal olarak kullanım alanları çelik üretimi, süper alaşımlar, süper iletken mıknatıslar olarak sıralanabilir.

Çelik Üretiminde: Niobyum çok etkili bir alaşım elementidir. Çelik mikroyapısında niobyum karbit ve niobyum nitrit yapıları oluşturur. Bu bileşikler çeliğin tane yapısını inceltir, yeniden kristalleşmesini geciktirir ve çökelme sertleşmesi özelliği katar [5]. Tüm bunlar tokluğu, şekillendirilebilirliği, mukavemeti, kaynaklanma özelliklerini artırır. Niobyum genellikle düşük alaşımlı yüksek mukavemet sağlayan çeliklerde alaşım elementi olarak kullanılır ve bu çelikler de boru hatlarında kullanılır [5].

Süper Alaşımalar: Niobyum içerikli süper alaşımalar jet motorlarında, gaz türbinlerinde, roket yapımında içten yanmalı motor ekipmanlarında ve ısıya karşı dayanım istenen yerlerde kullanılır [5]. Süper alaşımalar %6.5'e kadar niobyum içerebilirler. Bu alaşımlara örnek olarak Inconel 718 %3.1 niobyum içerir [5]. Apollo ay modülünün ana motorlarında C103 niobyum alaşımı kullanılmıştır [5].

Süper İletken Mıknatıslar: Nb_3Ge , Nb_3Sn ve niobyum titanyum alaşımları kablolamada kullanılan ikinci nesil süper iletken mıknatıslara örnek olarak verilebilir [5]. Bu mıknatıslar tıpta manyetik rezonans (MR) cihazlarında ve İsviçre'deki ünlü CERN deneylerinin yürütüldüğü büyük hadron çarpıştırıcısında 600 tel süper iletken mıknatıs parçacıkları hızlandırmak amacıyla kullanılmaktadır [5].

Diğer: Süper iletken olarak uzay araştırmalarında teleskop detektörlerinde, elektro seramik (kapasitör olarak) ve eczacılık gibi alanlarda da kullanımı mevcuttur [5].

Niobyumun gaz emme (absorblama) kabiliyeti iyi olduğundan vakum tüplerin imalatında kullanılır. Niobyum yüksek sıcaklıkta korozyonu önlediğinden paslanmaz çelik hazırlanırken kullanılır [5]. Güçlü paslanmaz çeliklerin yapımında ve bazı paslanmaz çelik türlerinin kaynak çubuklarında, ayrıca demir dışı alaşımlarda da kullanılır [5]. Termal nötronlara karşı düşük yutma kesiti nedeniyle, nükleer teknolojide de kullanım alanı vardır. Uzay ve benzeri ileri uçuş araçlarının yapı sistemlerinde büyük miktarlarda niobyum kullanılmıştır. Süper iletken özelliğe sahip olan ve güçlü manyetik alanlarda bile bu özelliğini yitirmeyen Nb-Zr alaşımından yapılan teller, güçlü ve dayanıklı mıknatısların yapımında kullanılır. Nükleer reaktörlerde kullanılan paslanmaz çelik alaşımlarının, jet ve füzelerin, kesici aletlerin ve boru hatlarının yapımında da niobyumdan faydalanılır. Ayrıca yüksek derecede sahip olduğu güzel renklerden dolayı kuyumculuk alanında da geniş kullanımı vardır [5].

Niobyumun ilavesiyle krom çeliği işlenebilir ve dayanıklı hal alır [5]. Binlerce kilometre uzunluktaki gaz boruları niobyum ihtiva eden çelik borulardır [5]. Niobyum-zirkonyum ve niobyum-kalay alaşımları süper iletken olduklarından

elektronik sanayinde kullanılır [5]. Son yıllarda özellikle ara yer atomlarını minimum seviyede ara yer atomu içeren niobyum süper iletken, mikro dalga kaçak elektron yakalama elemanı olarak kullanılması amacıyla üretilmektedir [5].

4.2.6.2. Niobyum alaşımlarının kullanım alanları

Nb alaşımları 3 ana grupta kullanım alanı bulmaktadır [5];

1. Nükleer uygulamalar için orta derecede mukavemetli alaşımlar
2. Uzay uygulamaları için yüksek mukavemetli alaşımlar
3. Elektronik uygulamalar için süper iletken alaşımlar

Tablo 4.17’de ticari olarak kullanılan bazı niobyum alaşımlarının kimyasal bileşimlerini göstermektedir [5].

Tablo 4.17. Ticari olarak kullanılan refrakter metallerin yaygın olarak kullanılan bazı alaşımlarının kimyasal bileşimleri [5]

ALAŞIM	% ORANLAR														
	Nb	Ta	Mo	W	Re	Zr	Hf	Ti	Y	C	ThO ₂	Si	K	Al	O
Nb-1Zr	Kalan					1									
FS-85	Kalan	2.5		11		1									
Cb-752	Kalan			10		2.5									
C-103	Kalan						10	1							
C-129Y	Kalan			10			10		0.15						
C-3009(a)	Kalan			10			30								
Cb-Ti Süper iletken	Kalan							46.5							

C-103 (89Nb-10Hf-1Ti) alaşımı, %9’dan % 11’e kadar Hf , %0.7’den %1.3’e kadar Ti, maksimum% 0.01 C, maksimum %0.03 N , %0.5 Ta ve maksimum %0.5 W içermektedir [5]. Mermi yataklarında, roketler için radyasyon eteklerinde, uçak motorlarında, uzaydan atmosfere giriş yapan Glide araçlarında (motorsuz uçan araçlar) rehberlik edici yapılarında, önemli olarak; yüksek sıcaklık uygulamalarında, alüminid veya silisit kaplamalarında kullanılabilir [5]. 1095-1370°C sıcaklık

aralığında orta derecede bir gerilme değerinin gerekli olduğu roket parçalarında yaygın olarak kullanılmaktadır [5].

Nb-1Zr alaşımı, minimum %98.5 Nb, %0.8 ile %1.2 arasında Zr, maksimum % 0.01 C, maksimum %0.03 N ve O, maksimum % 0.01 Hf içermektedir. Nb-1Zr alaşımı enine kesitte düşük termal nötron soğurumu, korozyona karşı dirençli ve radyasyon kaynaklı hasarlara dayanıklı olduğu için nükleer uygulamalarda kullanılır [5]. Ayrıca 980–1205°C sıcaklık aralığında sıvı metal işletim sistemlerinde de yaygın olarak kullanılır. Nb-1Zr alaşımı orta düzeyde mukavemet ve son derece yüksek şekillendirilebilme özelliğinin sonucu olarak Na ve Mg buharlı lambalarda kullanılır [5]. AISI 316 paslanmaz çelikten üretilen tüp malzemelerin iç yüzeyine Nb-1Zr veya Nb un buhar fazında biriktirilmesi birçok kimyasal uygulamada paslanmaz çeliğin mekanik özelliğini bozmadan kimyasallar karşısındaki performansını artırmaktadır [5].

C-129Y (80Nb-10W-10Hf-0.1Y) alaşımı, %9'dan %11'e kadar W , %9'dan %11'e kadar Hf, %0.05'den %0.3'e kadar Y , %0.5 Ta, 5 maksimum %0.5 Zr içerir [5]. C-129Y, FS-85 ve Cb-752 alaşımları, iyi şekillendirilebilme, kaplanabilme ve termal stabilite özelliklerine sahip olan C-103 alaşımından daha fazla yüksek sıcaklık mukavemeti ve sürünme direnci gösterir [5]. Bu alaşımlar köşe bağlantılarını sağlamada lehim olarak, ses hızını aşan uçaklarda burun konilerinde, roket nozüllerinde, gaz türbinlerinde ve uçak iniş takımlarının yardımcı ekipmanlarında kullanılmaktadır [5]. C-3009 alaşımı silah ekipmanlarında sürgülerde ve itici sistemlerde kullanım alanı bulmaktadır [5].

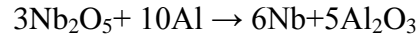
Cb-752 (Nb-10W-2.5Zr) alaşımı, %9'dan %11'e kadar W, %2'den %3'e kadar Zr, maksimum %0.02 O, maksimum %0.01 N, maksimum % 0.015 C içerir [5]. Uzaydan atmosfere giriş yapan Glide araçlarında rehberlik edici yapılarında, jet motorlarında, termal radyasyon sistemlerinde, uzay araçlarında güç sağlayan kanal sistemlerinde, yüksek sıcaklık uygulamalarında koruyucu amaçlı olarak kaplamalarda, yüksek sıcaklık oksidasyonuna koruma amaçlı kullanılırlar [5]. Yüksek asitli ortamlarda mükemmel korozyon direncine ve oksitli ortamlarda

bulunan sıvı metaller için yüksek korozyon direncine sahiptirler ancak içerisinde hidroflorik asit veya yüksek alkali olan solüsyonlarda kullanılması önerilmez [5].

Nb-46.5Ti alaşımı düşük sıcaklıklarda bir süper iletken alaşımdır. Manyetik rezonans görüntüleme cihazları için süper iletken mıknatıslar süper iletken kompozit tellerde alaşım olarak kullanılmaktadır [5]. Bu teller çok ince flamanlardır ve 1mm'nin altındaki kalınlıklarda kullanılmaktadır. Bu teller bakır gövdenin içerisinde yerleştirilerek kullanılmaktadır. Süper iletkenlikte süper akım toplayıcılarında gerekli mıknatıslar için yaklaşık 1.8×10^6 lb niobyum-titanyum alaşımı kullanılmaktadır [5]. Çok daha kırılğan olan Nb₃Sn süper iletken malzemeler daha yüksek kritik sıcaklığa sahiptir (18,1 K e karşılık 9 K). Ancak bu alaşımın kullanımındaki zorluklar sebebiyle kullanımı sınırlıdır. Nb-55Ti alaşımı uzay araçlarında fırlatma ekipmanlarında kullanılmaktadır [5].

4.2.7. Niobyumun Üretimi

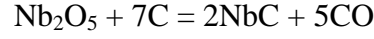
Niobyum hariç bütün refrakter metaller yaygın olarak toz metal olarak üretilirler ve sonrasında sinterleme ve/veya ergitme işlemine tabii tutulurlar [5]. Sadece niobyum için proses diğerlerinden farklıdır. Çok yaygın olarak metal oksidin alümino-termik redüksiyon ile redüklenmesi ile elde edilir. Bu proseste, oksit empüriteler curuf olarak sistemden uzaklaştırılır [5].



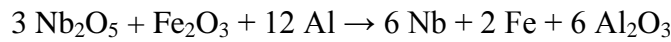
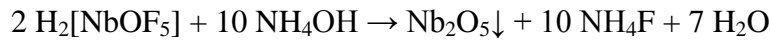
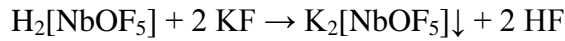
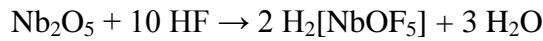
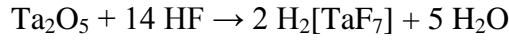
Ferro-niobyumun pro-klor konsantrelerinden Nb beldesinde proses alümino-termik yöntemle redüklenmesini içerir. Niobyum metali klorürleme işlemiyle saflaştırılmaktadır. Bu işlemde NbCl₅ buhar fazından distile edilmekte ve sonrasında oksit hale hidrolize edilmektedir [5]. Sonrasında alümino-termik yöntemle üretilmektedir [5].

Karbotermik redükleme de pratikte uygulanabilmektedir [5]. Metalik niobyum genellikle Nb₂O₅ in alüminatermik redüksiyonu ile alüminyum oranı artırılır ve Nb-

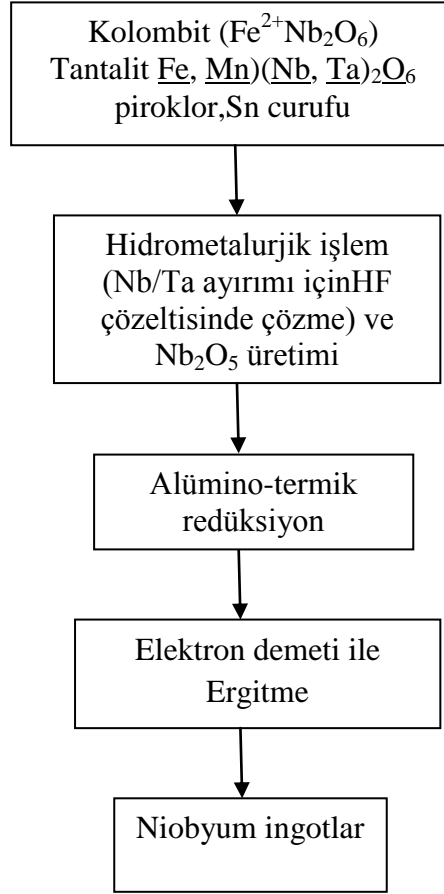
Al alaşımı vacum altında elektron yayınması ya da ark fırını ile ergitilmesi ile Nb'u ayrıştırarak elde edilir [13]. Bunun yanında farklı olarak birbirini takip eden iki aşamalı karbo-termik yöntemle (1950°C'de) üretilebilir [13].



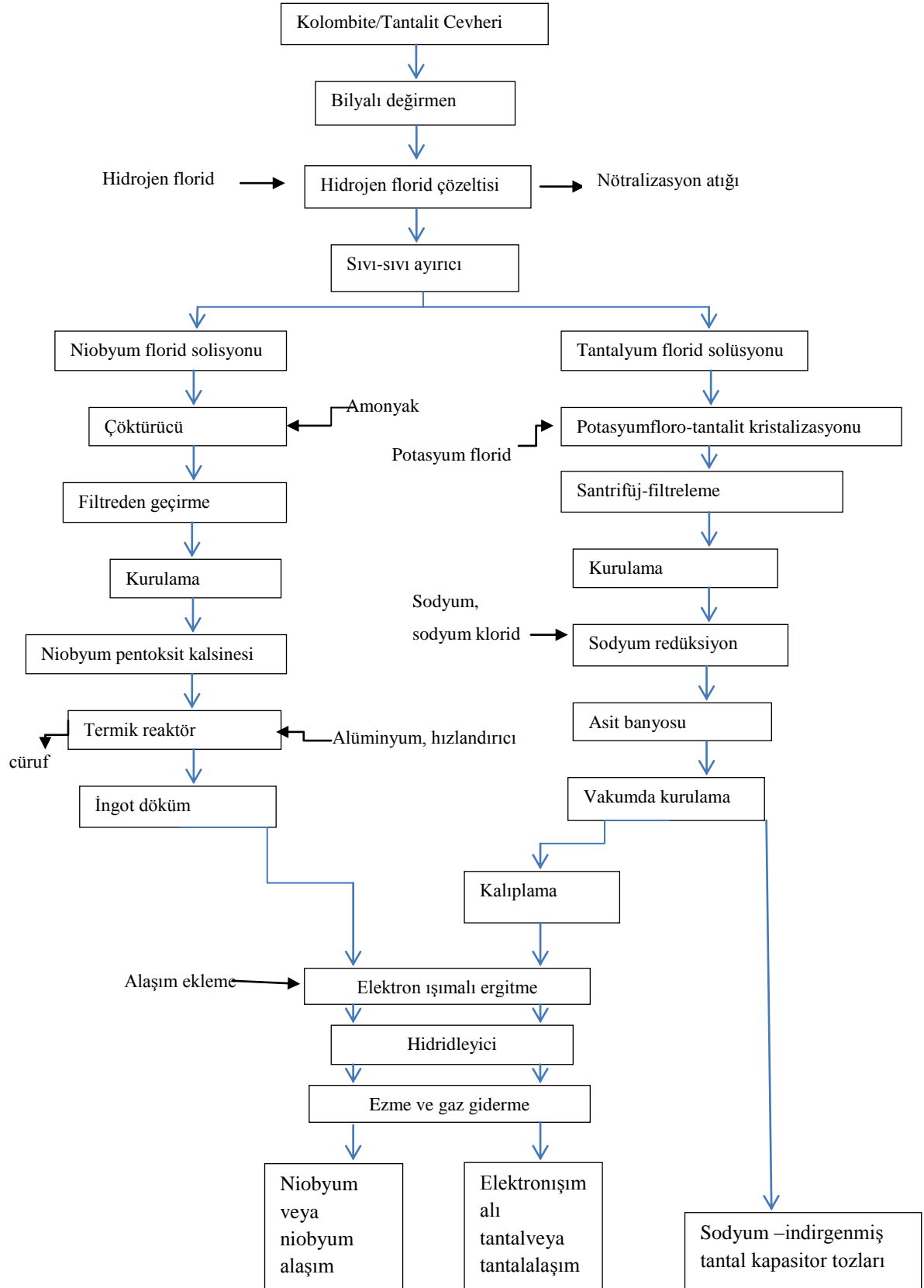
Ürünler yüksek sıcaklık prosesinden sonra rafine edilmelidirler [13]. Çok saf Nb, ergitilmiş tuzların oluşturduğu sistemden (ikili florid veya kloridler) O₂'nin elektrolizi yöntemi ile elde edilirler [13]. Diğer bir niobyum üretme yöntemi tantalyum üretimi sırasında çıkan niobyum oksitin toplanmasını içerir. Cevher HF ve H₂SO₄ içeren bir asit çözeltisi içerisinde çözeltilmektedir ve sonrasında solvent ekstraksiyon prosesi ile saflaştırılmaktadır [5]. Alümino-termik işlem sonrasında niobyum saflaştırılmakta ve takiben EB ergitme ile saflık istenilen seviyeye getirilmektedir. İşlemler sırasında oluşan reaksiyonlar aşağıda verilmiştir [5].



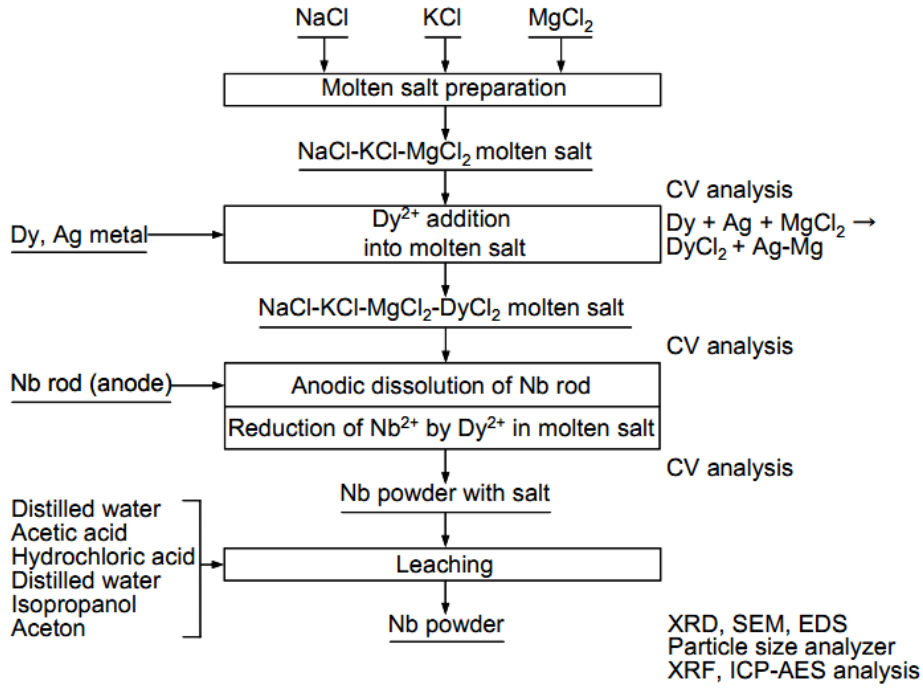
Şekil 4.4'de niobyumun ingotların üretim akış şeması görülmektedir. Şekil 4.5'de niobyum ve tantal tozlarının üretim akış şeması görülmektedir. Şekil 4.6'da ise niobyum tozlarının değişik bir yöntemle üretim akış şeması görülmektedir.



Şekil 4.4. Niobiyumun ingotların üretim akım şeması [5]



Şekil 4.5. Niobyum ve Tantal tozlarının üretim akış şeması [20]



Şekil 4.6. Niobyum tozu üretimi akış şeması [5]

Toz üretimi ingottan gerçekleştirilmektedir. Burada yöntem; hidratlama, kırma öğütme ve dehidratlama işlemi şeklinde yapılmaktadır [5]. Ayrıca bazı alaşımlar için atomizasyon yöntemi de kullanılmaktadır [5]. Toz yapısı kapasitör uygulamaları için tantalyumdan üretilen toza çok benzerdir [5]. Öğütmeyle 10–15 mm aralığa kadar toz inmekte sonrasında öğütmeyle istenirse seviye daha da aşağılara çekilebilmektedir. Ancak normalde öğütme yeterli olmaktadır [5].

Niobyum tozları sıklıkla başlangıç malzemesi olarak diğer alaşım tozları ile karıştırılarak kullanılmaktadır [5]. Karışım bar olarak basılmakta veya ergitilmektedir [5]. Böylelikle alaşımın homojenliği sağlanmaktadır. Niobyum alaşım hurdaları hidrat-öğütme dehidrat prosesi ile tekrar toz haline getirilerek diğer alaşım hazırlama işlemlerinde kullanım alanı bulmaktadır [5]. Toz metalurjisi ile disperse faz içeren niobyum alaşımları (TiO_2) yüksek sıcaklık mukavemeti ve tane irileşmesini engelleyici rol oynamaktadır [5].

4.3. Niobyum Alüminidler

Niobyum alüminidler 1000°C'nin üzerindeki yükselen sıcaklıklarda yüksek mukavemete sahiptir. Ortam sıcaklığındaki gevrekliği yumuşak bir fazın katılmasıyla hafifletilmiş ve zayıf oksidasyon direnç, makro ve mikro alaşımlarla geliştirilmiştir [18]. Niobyum alüminidler birkaç yıldan beri konvensiyonel nikel bazlı süperalaşımların yüksek sıcaklıkta kullanım uygulamalarında değer görmektedir.

4.3.1. Niobyum Alüminidler Hakkında Genel Bilgi

Çok sayıda çalışma, nikel alüminidler (Ni_3Al ve $NiAl$), titanyum alüminidler (Ti_3Al ve $TiAl$), demir alüminidler (Fe_3Al ve $FeAl$) üzerine yürütülmüştür. Çünkü bu alüminid esaslı intermetelikler ortam sıcaklığında süneklik, yüksek spesifik mukavemet ve yüksek sıcaklıkta güçlü oksidasyon ve korozyon direncine sahiptirler. Ancak endüstride kullanılan alüminidler 1000°C altındaki sıcaklıklarda kullanılmakla sınırlıdır. Çünkü bunların ergime sıcaklığı göreceli olarak düşük sıcaklıktadır [18]. Diğer bir taraftan niobyum alüminidler nikel, demir ve titanyum alüminidlerden daha yüksek ergime sıcaklığına sahiptirler ve yine bu alüminidlere kıyasla daha yüksek sıcaklıklarda mukavemetlerinin koruyabilmekteydiler. Nb_2Al ve Nb_3Al sırası ile 1940 ve 2060°C'de peritektik reaksiyonla ayrışırken $NbAl_3$ 1680°C'de erimekte [21]. Bu özelliği ile 1000 °C üzerindeki sıcaklık uygulamalarında potansiyel sahibi olarak görülür [18].

Nb-Al ikili faz diyagramı da 3 niobyum alüminid mevcuttur; Nb_3Al (A15, Cr_3Si tipi), Nb_2Al (D8_b, CrFe tipi) ve $NbAl_3$ (DO₂₂, $TiAl_3$ tipi) [20]. Bu niobyum alüminidler, yukarıda sayılan alüminidlerden çok daha kompleks bir kristal yapıya sahiptir ve böylece ortam sıcaklığında son derece gevrektiler [18].

3 niobyum alüminidin oluşumunu Kamak Mahdouk ve arkadaşları incelenmiştir. Şekil 4.7’de bu çalışmadan alınan sonuçlar literatür ile karşılaştırılmıştır ve uyumlu olduğu gözlenmiştir. Bahsi geçen hesaplamalar Miedemanın modelinden faydalanılarak bulunmuştur [23].

Compounds	Temperature of reaction (K)	Molar enthalpy of formation (J mol ⁻¹)		
		Our measurements* (Standard deviation)	Literature Experimental †	Calculated
Al _{0.20} Nb _{0.80} (AlNb ₃)	1699	-19 700 (2300)	-13 700±1000 [1] -19 250±150 [2]	-28 000 [3] -87 800 [23]
Al _{0.33} Nb _{0.67} (AlNb ₂)	1699	-29 800 (1000)	-25 000±300 [2]	-36 000 [3] -100 300 [23]
Al _{0.25} Nb _{0.25} (Al ₃ Nb)	1533	-49 400 (1300)	-40 500±600 [1] -32 600±2100 [2]	-29 000 [3] -35 500 [22]

*Referred to Al (liq) and Nb (bcc).

†Standard enthalpies of formation at 298 K.

•For AlNb₃ (Al_{0.25}Nb_{0.75}).

Şekil 4.7. Nb-Al ikili alaşımlarının oluşum entalpileri [23]

Denyede bulunan sonuçlar Shilo tarafından yapılan buhar basıncı ölçümlerinde bulunan sonuç ile örtüşmektedir. Miedemanın semiempirical modeline göre alınan sonuçları ise daha negatiftir [23]. Niobyum alüminid oluşumlarının farklı bir kaynaktan alınan oluşum entalpileri ve serbest enerjileri Şekil 4.8’de gösterilmiştir.

Reaction	Heat of formation, ΔH^* (kJ/g-atom) [†]	Free energy of formation, ΔG (kJ/g-atom) [‡]
Nb + 3Al → NbAl ₃	-33	-38
2Nb + Al → Nb ₂ Al	-25	-26
3Nb + Al → Nb ₃ Al	-19	-22

[†]From Pretorius *et al.*⁹ [‡]From Ochring and Bormann¹⁰ (temperature of 300°C).

Şekil 4.8. Niobyum alüminidlerin oluşum ısıları ve serbest enerjileri [10]

Her iki entalpi sonuçlarında da NbAl₃ intermetalığının serbest enerjisinin diğer iki yapıdan daha negatif olduğu görülmektedir. Yani NbAl₃ oluşmaya daha meyillidir ve kararlıdır. Bu özelliği ile en kolay oluşturulabilen Nb-Al intermetalığı NbAl₃’dür.

Nb-Al sisteminde reaksiyon oluşması Nb/Al oranına büyük oranda bağlıdır. İki kompozisyon (Nb:Al = 1:2 ve Nb:Al = 3:1) Nb₂Al, NbAl₃ ve reaksiyona girmemiş Nb karışımı ile üretilebilirken (Nb₃Al fazı bu ürünlerde hiç gözlenmemiştir), yalnızca NbAl₃ fazı Nb:Al=1:3 karışımı ile başlanarak saf halde edilebilir [21].

Maslov'a göre başlangıç karışımının ön ısıtılması Nb-Al kompozisyonunda tüm reaksiyonlar için gereklidir. Nb:Al = 1:3 kompozisyonunda NbAl₃'ün ergime noktasına yakın bir sıcaklıkta ısıtılması ile Nb tane boyutunun hareketsiz modunda reaksiyona uğrar. Bunun aksine Nb'ca zengin kompozisyonlarda (Nb:Al = 2:1 ve Nb:Al = 3:1) tutuşturmak ve ortama yaymak için ön ısıtma gereklidir. Ön ısıtma 400°C olarak kullanıldığında, pik sıcaklıkları sırası ile 1510 ve 1480°C olarak ölçülmüştür [21].

Genellikle yüksek sıcaklık alaşımı olan bu intermetaliklerin sentezlenmesinde, ergitme ve döküm metodu, toz metalurjisi, kompleks döküm kompozisyonları yada sıcak presleme gibi geleneksel üretim teknikleri kullanılır. İntermetaliklerin üretilmesinde sık sık karşılaşılan problemler ise Al ile geçiş metalleri arasında ergime noktası ve yoğunluk bakımından büyük farklılıklardır [21].

Nb-Al ikili faz diyagramında mevcut alaşımların mikroyapısı 4 faz içerir; düzensiz Nb katı eriyiği, Nb₃Al, NbAl₃ ve Nb₂Al düzenli fazları [24]. Bunların yanında disperse olmuş alüminyum oksitde yapıda sıkça görülür [24]. HMK yapıları Nb katı eriyik fazı oluşan yapı üzerinde yaygındır ve ikili Nb₂Al ve NbAl₃ intermetalik fazları 1000°C üzerindeki sıcaklıklarda stabildir [22]. Ancak Nb₂Al ve Nb₃Al ikili yapıları ortam sıcaklıklarında aşırı gevrek olmasında dolayı tek fazlı yapısal uygulamalarda kullanımı çok zordur. Nb₃Al alaşımlarının kırılma tokluğunun 1.1 MPam^{1/2} değerinde bulunmuştur [22].

Bütün alaşımlar 800°C'de yüksek mukavemet sergiler ancak yalnızca üçlü alaşımlar en az 1100°C'de ve üstünde mukavemetlerini korurlar. Nb ve Al'dan daha küçük

atomik çapa sahip vanadyum içeriği, katı eriyik mukvemetlendirmesinde öncü olarak öne çıkar [24].

Düşük süneklik ve düşük kırılma tokluğu gösteren nikel, demir ve titanyum alüminidler genellikle mikro veya makro alaşımlamalarla veya intermeteliklerin mikroyapı kontrolü ile faz diyagramlarının kesin bir şekilde oluşturulması ile bu özellikleri geliştirebilir [18]. Benzer çabalar niobyum alüminidlerin tokluğunu geliştirilmesi için gösterilmiş ve sünek fazın tokluğunun bu çalışmaların anlamı ile umut verici olduğuna inanılmıştır [18].

Niobyum alüminidlerin üstesinden gelmesi gereken bir diğer sorunu kendisini oluşturan niobyumunun zayıf oksidasyon direncidir. Niobyum ve alaşımları 600°C üzerindeki sıcaklıklarda hava ortamında gevrekleşir ve katasropik oksidasyon yapıya zarar verebilir. Mikro ve makro alaşımlamalar ile oksidasyon direncinin fevkalade geliştiği gözlenmiştir [18].

4.3.2. Niobyum Alüminilerin Toz Metalurjisi Yöntemi ile Oluşturulması

Tarihe baktığımızda ilk toz metalurjisi uygulamaları kimyasal olarak elde edilmiş yüksek ergime sıcaklığına sahip platin ve iridyum gibi metal tozlar kullanılarak çalışılmıştır. Toz metalurjisini cazip kılan özellikler; ekonomik olması, çok yüksek hassasiyette karmaşık şekilli parçaların üretilebilmesi, yüksek kalitede parça üretiminin mümkün olmasıdır [1].

Toz metalurjisi (T/M) ile parça üretiminde temel işlemler; tozların karışımı, preslenmesi ve sinterlenmesidir. Bu aşamada toz metal sıcak izostatik presleme ve dövme ile önceden şekil verilmiş parçanın istenen oranda yoğunlaştırılması işlemleri yapılır. Uygulanan işlem adımları esnek, etkin, düşük maliyetli ve çevreye zararsız yöntemlerdir [1]. T/M parçaların avantajlı taraflarından biri de diğer üretim tekniklerinden daha kısa imalat çevrim süresidir, çünkü bazı işlem kademeleri

uygulanmaksızın nihai ölçülerde, doğrudan yerine takılarak kullanmaya müsait parça üretimi mümkündür. Ergime sıcaklığı yüksek olan metaller, T/M ile kolaylıkla şekillendirilebilirler. Döküm, gibi alışlagelmiş üretim tekniklerinde yaşanan oksidasyon, segregasyon, gaz absorpsiyonu ve yüksek yoğunluk farkından dolayı alaşım oluşturmama gibi birçok problem T/M yöntemi ile kolaylıkla ortadan kaldırılabılır. Bir üretim yöntemi olmasının yanı sıra T/M aynı zamanda önemli bir malzeme ve yarı mamul üretim yöntemidir [1].

4.3.2.1. Toz karıştırma

Metal tozları ve tozlarla birlikte uygun bir yağlayıcı da belirli oranlarda (max % 0.5–1.5) karıştırıcı içerisine yerleştirilir. Yağlayıcı olarak metal stearatlar veya mum kullanılır. Yağlayıcı kullanılmasının temel nedeni, sıkıştırma esnasında tozun kalıp cidarlarına yapışmasını engellemek ve tozların birbiri üzerinde daha rahat kaymasını ve şekil almasını ve preslenmiş parçanın kalıptan çıkışını kolaylaştırmaktır. Bunun faydası yoğunluğun her tarafta mümkün olduğunca aynı olmasını sağlamaktır. Karıştırma yönteminde önceden alaşımı yapılmış tozlar kullanmaksızın karıştırma sırasında alaşım yapmakta mümkündür [1].

4.3.2.2. Presleme

Presleme, parçaların sinterleme işlemi süresince bulk halinin bozulmaması için yeterli mukavemet kazandıkları bir geçiş prosesidir. İyi bir sıkıştırma ile neredeyse teorik özgül ağırlığa yakın yoğunlukta parça üretimi mümkün olabilir. Örneğin 800 MPa basınçta, demir tozları $7,3 \text{ gr/cm}^3$ gibi teorik özgül ağırlığın yaklaşık % 93'ü sağlanabilir.

Sıcak sıkıştırma denilen alternatif sıkıştırma işlemi ile T/M parçanın özgül ağırlığı 0.2 g/cm^3 kadar artırılabilir. Sıcak sıkıştırma işleminde toz karışımı özel bir yağlayıcı ile yağlanır ve kalıplar yaklaşık $130\text{-}1500^\circ\text{C}$ sıcaklığa çıkarılarak işlem tamamlanır. Sıcak sıkıştırma işleminin avantajlı yanı, sinterleme öncesi parça daha yüksek

mukavemete sahip olduğu için bazı talaş kaldırma işlemleri yapılarak takım ömrünü artırmasıdır [1].

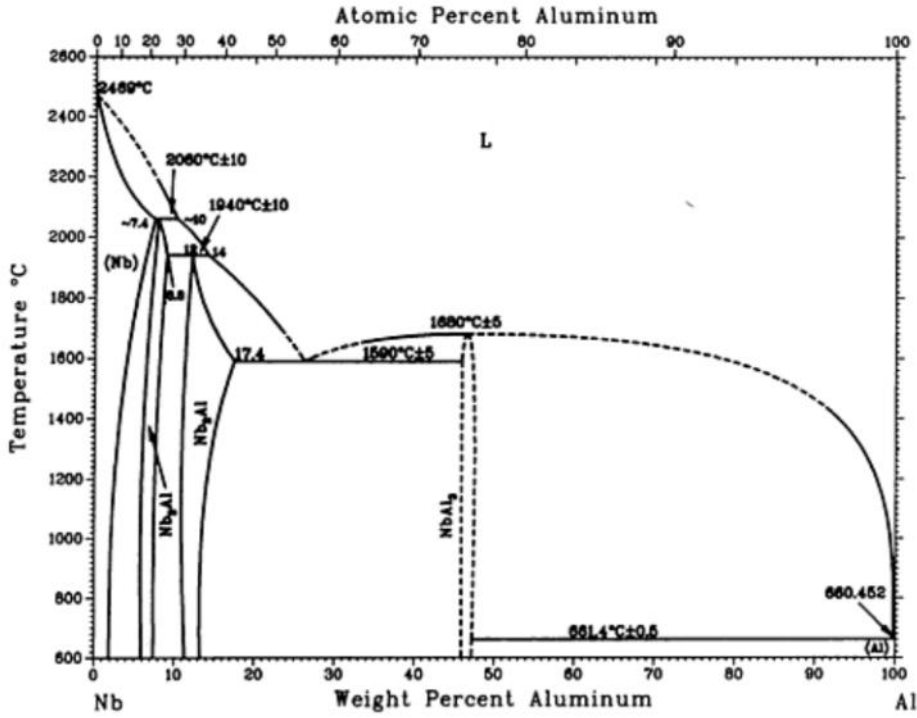
4.3.2.3. Sinterleme

Sinterleme sıkıştırılmış parçaların mukavemet kazandığı bir ısıl işlemdir. Titanyum alüminyum alaşımlarının sinterleme sıcaklığı yaklaşık olarak 1200°C'dir. Sinterleme işleminin süresi uygulamanın çeşidine göre 10 ila 60 dakika arasında olabileceği gibi birkaç saatten birkaç güne kadar değişebilir [1]. Kompozisyonların mikroyapısal özellikleri proses koşullarına (ısıtma oranına, partikül boyutuna vs.) büyük bir oranda bağlıdır. Zamanla ürün içerisinde reaktantlar değişmediğinden ve ısının dağılması için daha fazla zaman tanıdığından düşük ısıtma oranları faydalıdır [10].

4.4. Nb-Al İkili Alaşımları

Bu bölümde niobyum alüminidlerin, sentezlenerek veya başka yollarla üretilmiş Nb₃Al, Nb₂Al, NbAl₃'ün mekanik özelliklerinin üzerine ışık tutularak alaşımların geliştirilmesi ve kullanım alanları anlatılmıştır.

Şekil 4.9'da Nb-Al ikili denge diyagramı görülmektedir.



Şekil 4.9. Nb-Al ikili denge diyagramı [25]

Günümüzde niobyum alüminidlerin gelişmesinde ihtiyaç duyulan en az 3 önemli konuya, süneklik (ya da tokluk), mukavemet ve oksidasyon direnci, değinilmiştir. İkili niobyum alüminidler 1000°C üzerindeki sıcaklıklarda yüksek mukavemete sahiptirler. Nb_{ss} (Nb katı eriyiği) ile birleştirilen niobyum alüminidlerin mekanik özellikleri (yüksek sıcaklıkta mukavemet ve ortam sıcaklığında tokluk veya süneklik gibi) alaşım konsantrasyonunu ve mikro yapının kontrolü ile geliştirilebilir. Oksidasyon direnci NbAl₃ için silisyum, yitrium, krom veya titanyum ile ve Nb_{ss} için titanyum, alüminyum ya da krom elementleri ile alaşımlandırma yapılarak geliştirilebilir. Nb-Al-Ti üçlü sisteminde 1200°C’de izotermal bölge, çok çeşitli kompozisyonlarda oluşan Nb_{ss} (düzensiz HMK veya B2) ile dengede bulunabilen titanyum içerikli Nb₃Al ve Nb₂Al ile gösterilmiştir [18].

B2 fazının baskın olduğu stabil bir bölge açık bir şekilde belirlenememiştir. Her nasılsa bu, Nb-Ti-Al sisteminde fazla sıcaklık aralığı ve kompozisyonunda B2 stabil fazının varlığı öngörülmüştür. Çünkü B2 fazı Nb-Al ikili alaşımlarından çekilmiş

şeritlerde gözlenmiştir. Bu durumda titanyum eklentisi ile B2 fazının stabilize olabileceği düşünülür [18].

Nb-Al-X (X= Mo, Ta ve W) sistemlerinde izotermal bölgelerin etrafında A15 fazı, monoklinik Nb₃Al alaşımları ya da insitu kompozitlerin (Nbss/Nb₃Al gibi) yüksek sıcaklık mukavemetlerinin üzerinde üçlü eklentilerin etkisini araştırmak için 1600°C'de muayene edilmiştir [18]. Nb₃Al içinde Nb yerine Mo'nin geçmesi sonucunda Ta ve W'ın Nb₃Al çözünebilirlik limitleri sırasıyla %30 ve %12 olurken Nb₃Al-M₃Al sözde ikili sistemi meydana gelir [18].

Nb-Al sistemi bir ötektik dönüşüm (sıvı Al₃Nb+Nb₂Al) gösterir. Her iki intermetalik fazda 1000°C üzerindeki sıcaklıklardaki operasyonlar için yüksek ergime noktaları ve göreceli düşük yoğunlukları ile ilginç yapısal malzemelerdir. Yinede bu malzemelerin en büyük eksikliği oda sıcaklığında düşük süneklikleri ve yüksek gevreklikleridir. Massalski ötektik dönüşümü ağı.%45 Nb kompozisyonunda ve 1590°C'de bulmuştur [18].

Sünek fazların toklaştırılma konsepti (gevrek malzemelerin için sünek bir faz ilavesi ile kırılma tokluğunu artırma prosesi) gevrek niobyum alüminidlein geliştirilebilmesi için caziptir. Bu mekanizma yoluyla kırılma tokluğunun geliştirilebilmesi çatlak ucunun arkasındaki sağlam bağların sünek köprülenmesi ile başarılıdır. Bazı araştırmalar bu sünek fazın toklaştırılması konseptini, intermetaliklerin kırılma davranışına dayalı olarak ele almıştır. Örnek olarak bir MoSi₂/Nb kompozitinin kırılma tokluğu, monolithik MoSi₂ için 3.3 MPa'dan 12 MPa'a çıkarılmıştır [18]. MoSi₂/Nb'nin kırılma tokluğu her nasılsa yüksek sıcaklıkta tutulması ile MbSi₂ ile Nb arasında gevrek intermetalik oluşması ile dikkat çekici şekilde düşmüştür [18].

4.4.1. Nb₃Al

Nb bazlı bir intermetalik olan Nb₃Al yüksek ergime noktasına sahiptir(>2000°C) ve göreceli düşük yoğunluğu (<8.6 gr/cm³) bu malzemelerin her ne kadar oda sıcaklığında gevrek olsalarda ultra yüksek sıcaklıklarda kullanılan yapısal malzeme üretiminde ön plana çıkmaktadır [26].

İkili Nb-Al sisteminde Nb₃Al bileşiği Nb-Al katı eriyik aralığının izin verdiği kadar bileşik oluştururlar. Bu bileşiğin çok zayıf süneklik ve kırılma tokluğu (yaklaşık 1000°C altındaki süneklik-gevreklik geçiş sıcaklığının altında) sünek faz toklaştırılması prosesi ile toklaştırılır. Ayrıca, Nb₃Al fazı, Nb₃Al esaslı alaşımların mekanik özelliklerinin başarılı bir şekilde geliştirilmesi için fırsat sağlayan alaşımlanma potansiyeline sahiptir [24].

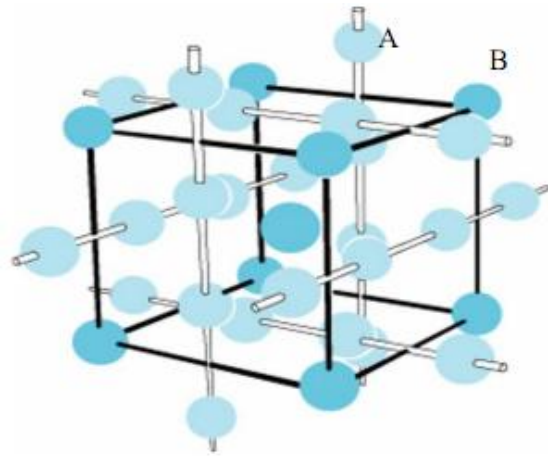
Yüksek sıcaklıkta monoklinik Nb₃Al alaşımlarının deformasyon davranışı tozların sıcak izostatik preslenerek (HİP) hazırlanan numuneler (10-20 mikron tane boyutlarında) kullanılarak denenmiştir. Nb₃Al alaşımlarının akma gerilmesi 1200°C üstü sıcaklıklarda oldukça yüksektir. 10⁻⁴ sn⁻¹'lik uzama oranında 1200°C'de 800 MPa ve 1300°C'de 500 MPa olarak ölçülmüş Nb₃Al alaşımlarının, tantalyum, molibden veya tungsten ile alaşımlandırılması ile yüksek sıcaklıkta mukavemeti daha da artırılır. Bunlara dayanarak Nb₃Al esaslı alaşımların sınırlanmış kayma sistemleri ve kompleks kristal kafesinden dolayı ortam sıcaklığında çok gevrek oldukları bilinmektedir. Bu nedenle Nb₃Al alaşımlarının yapısal uygulamalarda kullanılabilmesi için toklaştırılması ve sünekleştirilmesi gerekir [18].

Nb₃Al çok iyi gerilme/stres toleransı ve kritik magnetik alan (4.2 K'de 30 T) ile Nb₃Sn stokiometrik kompozisyonunun yerine gelebilecek derecede avantajlıdır. Hızlı ısıtma, su verme ve dönüşüm tavlama (RHQT, rapid-heating, quenching and transformation annealing), metastabil HMK aşırı doymuş katı çözelti üzerinden ince

taneli yapısı ile stokiometrik Nb₃Al oluşturulmasını sağlar. Sonuç olarak Nb₃Al'nin geniş kritik akım yoğunluğunu, mükemmel gerilme toleransı olmaksızın manyetik alan mesafesinin üzerinde elde edilir [27]. Takeuchi ve arkadaşları RHQT prosesi Nb₃Al iletkeninin mevcut durumu ve perspektifi, uzun boylu üretimin, birleşen stabilizerlerin bobin uygulamaları vs. içinde özellikle durularak açıklamaya çalışmıştır [27].

RHQT Nb₃Al iletkenleri MRI mıknatısları ve yüksek alan NMR için ümit vericidir. 2000 yılında Aihara her ne kadar onların ortak yapılarını sunmamışsada, Nb-Ti ve RHQT Nb₃Al nin ortak bir süperiletkeni incelemiş ve en az 10-11Ω'de incelenmiş kalıcı akım devresinin empedansını göstermişti [27].

A₃B yapısındaki süper iletkenler (A= Nb, V, Ta, Zr ve B= Sn, Ge, Al, Ga, Si) A-15 olarak adlandırılır. A-15 süperiletken intermetalikler X geçiş metali olmayan bir elementi göstermek üzere, Nb₃X ve V₃X gibi niobyum ve vanadyumun oluşturduğu bileşiklerdir. Bu bileşikler beta-tungsten (β-W) yapısındadırlar. A₃B yapısının kristalografik düzenlenimi Şekil 4.10'da verilmiştir. B atomu hacim merkezli kübik alt örgüsünde iken A atomları ise birbiri ile etkileşmeyen ortogonal bir boyutlu zincirlerin, üçlü set halinde küp oluşturan yüzeylerdedir. A atomları arasındaki mesafe zincirler arasındaki mesafeden yaklaşık % 22 daha kısadır [4].



Şekil 4.10. A-15 süperiletkenlerin kristalografik düzenlenimi [4]

İlk A-15 süperiletkeni olan V_3Si Hardy ve Hulm tarafından 1954'de keşfedilmiştir. Yaklaşık 70 farklı A-15 süperiletkeni 1985'den beri bilinmektedir. Bakır bazlı süperiletkenliğin keşfinden önce A-15 bileşikleri en yüksek T_c 'ye sahip süperiletkenlerdir. Tablo 4.18'de A-15 süperiletkenlerinin bazılarının özelliklerini göstermektedir [4].

Tablo 4.18. Bazı A-15 tipi süperiletkenlerin T_c ve H_{c2} değerleri [4]

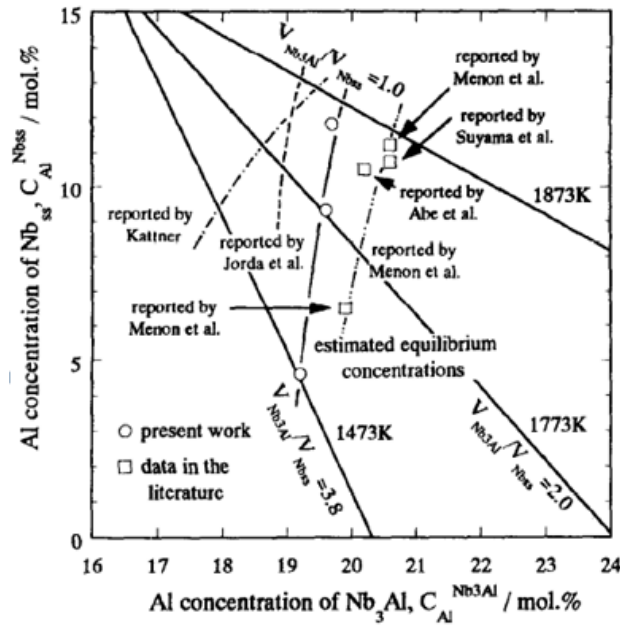
Bileşik	T_c (K)	H_{c2} (T)
Nb_3Ge	23.2	38
Nb_3Ga	20.3	34
Nb_3Al	18.9	33
Nb_3Sn	18.3	24
V_3Si	17.1	23
V_3Ga	15.4	23

A-15 süperiletkenlerinin kritik sıcaklıkları 3:1 stokiometrisindeki değişime çok duyarlıdır. Aynı zamanda bu malzemeler radyasyon deformasyonuna oldukça duyarlıdır [19, 24]. A-15 süperiletkenlerinin bazı özellikleri BCS teorisi ile açıklanamamaktadır. Uyum uzunluğu 35-200 Å arasındadır ve çok kısadır. Bunlar olağan dışı yumuşak akustik ve optik fonon modlarına sahiplerdir [4].

A-15 malzemeleri hem kırılğan özelliğe sahip olduğundan hem de esnek olmadıklarından teknolojik uygulanabilirlikleri yaygın değildir. Fakat farklı teknikler kullanılarak üretilen manyetlerin 4.2 K'de 20 T alan ürettikleri bulunmuştur [4].

Nb-Al ikili sistemindeki 3 niobyum alüminid arasında yalnızca Nb_3Al yüksek ergime sıcaklığı ile sünek faz (Nbss) ile dengede olabilir [18]. $Nb_3Al/Nbss$ in situ kompozitleri intfiltrasyon, reaktif sıcak presleme ve izotermal dövme gibi çeşitli yöntemlerle üretebilmiştir [18]. $Nb_3Al/Nbss$ insitu kompozitlerin, ortam sıcaklığında

kırılma tokluğunu düşünmeksizin yüksek sıcaklık mukavemeti titanyum, tantal, molibden ve tungsten ilavesi ile yükseltilebilir [18]. Oluşan fazların mekanik özellikleri, alaşım konsantrasyonunun bir fonksiyonu ile incelenmiştir. Monolithik Nb₃Al numuneleri HIP konsolidasyonu ve reaktif sinter prosesinin bir modifikasyonu ile hazırlanırken rekristalize formundaki monolithik Nbss numuneleri haddeleme (ya da dövme) ve tavlama ile hazırlanır. Monolithik Nbss oda sıcaklığında titanyum, alüminyum ya da molibden ile alaşımlandırılarak mukavemetlendirilir ancak tantalyum ile yapılmaz. Yüksek sıcaklıkta Nb₃Al tantalyum, molibden ya da tungsten ile mukavemetlendirilebilirken, titanyum alaşımı ile zayıflar. Nb₃Al/Nbss insitu kompozitlerinin yüksek sıcaklık mukavemeti, Nb₃Al fazının hacim oranının bir fonksiyonu kullanılarak 1200°C'de ve 10⁻⁴s⁻¹'lik bir uzama oranında ölçülmüştür. Kompozitler döküm ingotlarının izotermal dövülmesi ile hazırlanmış ve ısıl işlem uygulanmıştır [18].



Şekil 4.11. Nb-%16Al alaşım kompozisyonunun olduğu yerde Nb₃Al ve Nb dengesi ile Al kompozisyonu arasındaki ilişki [26]

Şekil 4.11'de Nb-%16Al alaşım kompozisyonunun olduğu yerde Nb₃Al ve Nb dengesi ile Al kompozisyonu arasındaki ilişki gösterilmiştir. Buna ek olarak EPMA (elektron taramalı mikro analiz) kullanılarak bağlar elde edilmiş ve şekil üzerinde

gösterilmiştir. Nb ve NbsAl arasındaki bağ ilişkisi görülebilmektedir [26]. Isıl işlem sıcaklığının artması ile Nb'un hacim oranının ve partiküllerin boyutlarında genişleme meydana gelmiştir. Nb ile Nb/NbsAl arasındaki ve Nb/Nb₃Al ile NbsAl arasındaki faz sınırları EPMA ile tekrar değerlendirilmiş ve göz önündeki atomik hacim hesaplanmıştır. Nb ile Nb/NbsAl arasındaki faz sınırı düşük Al konsantrasyonunda oluşmuştur. Isıl işlem sıcaklığının yükselmesi ile sertlikte düşüş meydana gelmiştir. Kırılma tokluğu ısıl işlem sıcaklığının yükselmesi ile gelişmiştir. 313 K'de PCT eğrileri ölçülmüştür [26].

4.4.2. Nb₂Al

Nb₂Al alaşımlarının yapısal malzeme olarak kullanılabilmesi için birçok çalışma yürütülmektedir. Monolithik Nb₂Al oldukça gevrek ve BDTT (süneklik-gevreklik geçiş sıcaklığı), ark ergitme yapılmış ve tavllanmış numuneler için 1150°C'den daha yüksek sıcaklıklar olarak tanımlanmıştır. Elemental tozlardan reaktif sıcak presleme ile üretilmiş monolithik Nb₂Al için sıkıştırma testi 1200°C altında plastik uzamadan önce Nb₂Al'nin gevrek bir şekilde kırılması ile çökmüştür ama 1300°C'de 870 MPa ve 1500°C'de 10⁻⁴s⁻¹'lik uzamada 290 MPa yüksek akma gerilimi göstermiştir. Elde edilen sonuçlar monolithik Nb₃Al'den daha yüksektir [18].

RHQT (Hızlı ısıtma, su verme ve dönüşüm tavlama) Nb₂Al iletkenlerinin, asid ya da alkalide kolayca aşınmayan Nb matrisli bir kesit yapısı vardır. Böylece soldere daldırma modeli olarak anılan süperiletken ortak tekniği Nb-Ti için kullanılmıştır [27].

Tıpkı diğer birçok intermetalik gibi Al₃Nb-Nb₂Al ötektik alaşımı yüksek sıcaklıkta yüksek mukavemet ve oda sıcaklığında düşük kırılma tokluğu gösterirler. Yüksek kırılma tokluğu hiçbir yapı malzemesinde karalı bir durum değildir ve gevrek

alaşımın göz önüne alındığında vickers indentasyon metodu ile belirlenen kırılma tokluğu ilgi çekici bir alternatiftir [6].

C. Triveno Rios ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada vickers indent metodu kullanılarak Al_3Nb-Nb_2Al alaşımlarının mikroyapısı ve kırılma tokluğu arasındaki ilişkiyi araştırmıştır. Al_3Nb-Nb_2Al numuneleri katılma aşamasında veya doğrudan katılmış durumdayken sertlikleri ve kırılma toklukları vickers metodu yöntemi ile belirlenmiştir. Artırılan yükleme uygulandığında sertlik oranlarında düşüş bulunmuştur ve kırılma tokluğu $2.0 MPam^{1/2}$ civarında bulunmuştur. Katılma durumunda sertlik ve tokluk kaybı vardır ve çatlak oluşumu durumunda çatlak daima klivaj olarak bulunmuştur [6].

4.4.3. $NbAl_3$

$NbAl_3$ intermetalik bileşikler, hacim merkezli tetragonal birim hücresi ile DO_{22} kristalografik yapıda, $14/mmm$ space grubunda, 8 atom/hücre atoma sahip olur, latis parametreleri $a=3.845 \text{ \AA}$ ve $c=8.601 \text{ \AA}$ 'dur. Bu bileşikler $1680^\circ C$ ergime sıcaklığına sahiptir ve kaybolan bir homojenlik aralığı sunmaktadır. $NbAl_3$ 'ün ön plana çıkan özellikleri ise yüksek bir ergime noktası, düşük spesifik yoğunluk (4.539 g/cm^3), geniş bir sıcaklık aralığında yüksek mukavemet ve Al_2O_3 koruyucu tabakasının oluşması için uygun alaşım elementleri ile alaşımlandırılması durumunda iyi oksidasyon direnci olarak sıralanabilir [28].

$Nb-Al$ ikili intermetalikler içerisinde en negatif serbest enerji değeri bu yapıya aittir [10, 23]. Bu özelliğinden dolayı diğer iki intermetalige kıyasla oluşmaya daha meyillidir ve baskın olarak meydana gelir.

$NbAl_3$ yapısı diğer intermetalikler gibi gevrek karakterlidir. Düşük sıcaklıkta gevrek olmasının nedeni kristalografik yapısından ve intermetalik bileşiklerin deformasyon mekanizmasından kaynaklanır. Shechtman ve Jacobson $NbAl_3$ 'ün düzenini koruyarak oluşturulurken kayma ile deformasyonu için gerekli olan $(112)\langle 110 \rangle$ ve $(112)\langle 201 \rangle$ süperdislokasyonlar olduğunu göstermişlerdir. Bunun bir sonucu olarak

düşük sıcaklıkta $NbAl_3$ içinde deformasyon modu ikizlenmedir ama bu ikizler oluşumu zorlaştırır ve ikizlenme Schmid faktör değerine kuvvetle bağlıdır. Yüksek sıcaklıkta ikizlenmeler ile beraber süneklikte orta derecede bir artış olacağı için kayma da meydana gelebilir [28].

$NbAl_3$ alaşımları, yüksek ergime noktası, düşük yoğunluk ve yüksek sıcaklıkta oksidasyon çevrimlerinde stabil olabilme gibi özelliklerinden dolayı yüksek sıcaklık uygulamalarında potansiyel sahibi olarak görülmektedir. Her ne kadar $NbAl_3$, Nb-Al ikili faz sisteminde en düşük oksidasyon oranına sahiptir. Son zamanlarda, $NbAl_3$ alaşımlarının yüksek sıcaklık oksidasyon direnci krom, yitrium ve silisyum ile makro alaşımlama ile büyük oranda gelişme kaydetmiştir. Bu elementlerin katılması alüminyumun seçici oksidasyonuna sebep olur ve böylece $NbAl_3$ üzerinde devamlı bir alümina tabakasının büyümesini sağlar. Nb-40%Al-8%Cr-1%Y-1%Si alaşımının çevrimli ve izotermal oksidasyon oranları, nikel alüminidlerin (Ni-30wt.%Al-0.1at.%Zr) yüksek oksidasyon direnci ile karşılaştırılabilir [18].

Monoitlik $NbAl_3$, 900°C üzerindeki sıcaklıkta yüksek akma mukavemetine sahiptir ve Nb_3Al 'un yüksek sıcaklık mukavemeti ikinci faz partiküllerinin katılması ile geliştirilebilir. Bu mukavemetlendirme hızlı katılaştırma ile başarılabilir. Boridler ve muhtemelen Nb_3Al_2 eklenmesi ile $NbAl_3$ alaşımları sağlamlaştırılır. Ancak, dispersiyonla sertleştirilmiş monolitik $NbAl_3$ alaşımları 900°C altındaki sıcaklıklarda son derece gevreklerdir. Çünkü ark ergitilmiş $NbAl_3$ ingotlar birçok çatlak içerir [18].

$NbAl_3$ ile Al_2O_3 'ün iyi bir kimyasal ve termal uyumluluk göstermesi, kalıntı gerilimi olmayan intermetalik kompozitlerin üretimine izin verir [10]. Cazip fiziksel ve mekaniksel özellikleri ile 3A kompozitler, Al_2O_3 oluşturması ile dikkat çekici özelliklere sahip $NbAl_3$ ile kombine hale getirilebilirler. Redükte olmuş yapının yalnızca redüksiyon yoğunluğu ile ağırlaşır ve young modülünde de bir artış olur.

Üstelik Al_2O_3 yüksek sertliği, zayıf direnci ve sürünme direncini geliştirir çünkü deformasyonları engeller [10].

$NbAl_3$ alaşımlarının kırılma tokluğu 2–3 MPa arasında bulunmuştur ki bu sonuç yapısal uygulamalar için yetersiz olduğu gösterir. Oksidasyon dirençli $NbAl_3$ alaşımlarının, düşük sıcaklıkta kırılma tokluğu ve yüksek sıcaklık direnci sünek bir takviye malzemesi kullanılarak geliştirilebilir. WHfC/ $NbAl_3$ kompoziti 27-1027°C arasındaki bütün sıcaklıklarda tok ve mukavemetli olarak gözlenmiştir [18].

$NbAl_3$, NiAl (B2) ve NbNiAl (C14) fazlarını içeren multifaz Al-Nb-Ni alaşımları, yüksek sıcaklık yapı malzemesi olarak ümit verici görülmektedir. Yüksek sıcaklık mukavemeti, BDTT ve oksidasyon direnci alaşım kompozisyonun değiştirilmesi ile kontrol edilebilir. Nikel içeriği artırılmış yani daha fazla NiAl oranına sahip alaşımlarda yüksek sıcaklık mukavemetinin yanı sıra, düşük BDTT ye, gelişmiş kırılma tokluğuna ve oksidasyon direncine sahip olur [18].

900°C üzeri sıcaklıklarda yüksek mukavemeti ile $NbAl_3$, bir borid gibi ikinci bir fazın içinde disperse edilmesi ile daha da mukavemetlendirilebilir ve bunun oksidasyon direnci krom, yitrium veya silisyum ile makroalaşımlama yapılarak geliştirilebilir. Ancak, Nb-Al-Ti üçlü sisteminde 1200°C’de izotermal bölge, Nbss ile dengede olamayan titanyum içereklili $NbAl_3$ ’de gösterilir. Sünek faz ya da fazlar, ortam sıcaklığında kırılma tokluğunun geliştirilebilmesi için $NbAl_3$ içinde yapay olarak birleştirilmelidir. Oksidasyon direnci artırılmış $NbAl_3$ alaşımlarının oksidasyon dirençli kaplamalar için umut verici olduğu not edilmiştir [18].

BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1. Deneyin Amacı

Yapılan çalışmalarda amaç yüksek sıcaklığa dayanıklı niobyum alüminidleri toz metalürjisi yöntemi ile elde etmektir. Amaca yönelik olarak Nb-Al ikili denge diyagramında bulunan 3 intermetalik yapı (Nb_3Al , Nb_2Al ve $NbAl_3$) elde edilmeye çalışılmıştır. Çalışmalarda bir alüminyum sıvı ortamı oluşturarak, Nb tozlarının bu ortam içerisinde bileşik oluşturmasını sağlamaya çalışılmıştır.

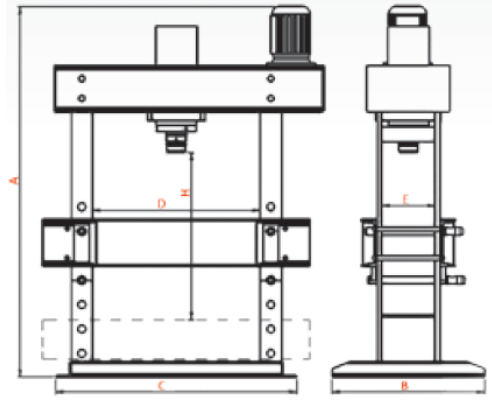
5.2. Deney Malzemeleri

Deneylerde, niobyum aluminid oluşturmak için Alfa Aesar (www.alfa.com) firmasından temin edilen %99,8 saflıkta 325 mesh altı Nb tozu (ürün kodu: 010275) ile %99,5 saflıkta 325 mesh altı Al tozu (ürün kodu: 011067) kullanılmıştır.

Açık atmosferli fırında çalışıldığı için, şekillendirilmiş Nb-Al karışımını oksidasyondan korumak için 12 mikron kalınlığında alüminyum folyo ile -20+100 mesh grafit tozu ve şekillendirme kalıbının yağlanması için çinko stearat yağlayıcı kullanılmıştır.

Tozları tartmak için GEC AVERY marka elektronik hassas tartı kullanılmıştır. Presleme aşamasında genel olarak HİDROLİKSAN marka 30 tonluk hidrolikpres

kullanılmıştır. Şekil 5.1’de kullanılan presin şematik görünümü ve özellikleri verilmiştir.



	HD. 20 Ton	HD. 30 Ton
Kapasite Capacity	Kollu Manuel	Kollu Manuel
A (mm)	1600	1700
B (mm)	750	750
C (mm)	750	750
D (mm)	490	550
E (mm)	200	200
H (mm)	700	800
Stroke (mm)	170	170
Motor (hp.)	-	-
Pompa/Pump (Lt.)	-	-
Ağırlık/Weight (kg.)	175	200

Şekil 5. 1 Presin şematik görünümü ve ölçüleri [29]

Metalografi çalışmaları için standart 120, 180, 240, 320, 400, 600, 800, 1000 ve 1200’lük SiC zımpara kâğıdı ve parlatma işlemi için alümina solisyon ve/veya elmas pasta kullanılmıştır.

Parlatma sonrası numunelerin mikroskop incelemeleri için NİKON Eclipse L150 marka optik mikroskop ve fotoğrafların çekilmesi için NİKON E5400 Coolpix MDC Lens marka fotoğraf makinası kullanılmıştır.

Numunelerin sertliğini ölçmek için LECIA VMHT MOT marka sertlik cihazı kullanılmıştır.

5.3. Deneyin Yapılışı

5.3.1. Karışım Hazırlama

Nb_3Al yapısını elde edebilmek için ağırlık %7 oranında Al ile ağırlık %93 oranında Nb toz karışımını, Nb_2Al yapısını elde etmek için ağırlık %12,5 oranında Al ile ağırlık %87,5 oranında Nb toz karışımı ve $NbAl_3$ yapısını elde etmek için ağırlık %47 oranında Al ile ağırlık %53 oranında Nb toz karışımını kullanılmıştır.

İstenilen toz karışımları için saf elementel tozlar elektronik hassas tartıda tartılmıştır. Numuneler yaklaşık olarak üçer gram olarak hazırlanmıştır. Tartılan tozlar bir laboratuvar spatulası yardımı ile yaklaşık olarak beş (5) dakika kadar karıştırılmıştır. Toz karışımının yeteri kadar karıştırılmasına müteakip preslenme aşamasına geçilmiştir.

5.3.2. Presleme

Preslemede kalıpların yağlanmasında, yağlayıcı çinko stearat zimbaların ve kalıbın üzerine püskürtülerek yağlanmaları sağlanmıştır. Toz karışımı genel olarak 15 MPa (15 N/mm² veya 150 bar) yağ basıncı ile preslenmiştir. Fakat farklı basınç uygulanan numuneler mevcuttur. Bunlara farklı basınç uygulanması pres makinesinin değişmesi nedeniyle meydana gelmiş bir adaptasyon sorunudur.

Preslenen yaklaşık 5 mm kalınlığında 15 mm çapındaki kompaktlar, 10x30 ebatlarında 12 mikron kalınlıkta standart ticari alüminyum folyoya sarılmıştır. Bu işlemde iki amaç güdülmüştür; (1) alüminyum sıvı ortamı oluşturarak Nb tozlarının bu ortam içerisinde bileşik oluşturmasını sağlamak ve (2) Nb tozlarının oksitlenmesini mümkün mertebe geciktirmektir.

Preslenen ve folyoya sarılan numunelerin yüksek sıcaklıkta oksitlenmesini minimale indirmek ve dış ortamdan mümkün mertebe korumak için grafitte gömülmüş ve iki çelik plaka arasına sıkıştırılmıştır.

5.3.3. Pişirme

Hazırlanmış plaka, istenilen sinter sıcaklığına oda sıcaklığından lineer şekilde ısıtılmıştır. Belirlenen sıcaklığa ulaşmasının akabinde deney başlamış sayılmış ve gereken süre boyunca sinter sıcaklığında bekletilmiştir. İşlem sonunda ise numuneye fırın içerisinde su verilmiştir.

Her bir bileşime sahip karışımdan hazırlanan numuneler 800-850-900-950 ve 1000°C'de 2 saat süreyle pişirilmiştir. Pişirme sıcaklığı alüminyumun ergime sıcaklığının üzerindedir. Bu nedenle katı-sıvı bölgesinde pişirme olarak görülebilir.

Soğutulan numuneler zımparalanıp parlatılmış ve optik mikroskopta incelenmiştir. Ağ. %7 ve 12,5 Al içeren numunelerde niobyum tanecikleri alüminyum tarafından yeterince kuşatılmadıkları için sağlam numune elde edilmesi mümkün olamamıştır. Buna karşılık ağ.%53 Nb içeren tozlardan hazırlanan numuneler tam ve sağlam olarak üretilebilmiştir. Daha fazla deneme yapılmadan ağ.%7 ve 12,5 alüminyum

içeren tozlardan numune üretilmesinden vazgeçilmiştir. Çalışmaların bundan sonraki aşamalarında sadece ağırlık %47 alüminyum içeren tozlardan numuneler üretilmiştir.

Ağırlık %47 alüminyum içeren toz karışımından preslenen numuneler 800-850-900-950 ve 1000°C'lerde 2 saat, 2,5 saat ve 5 saat süreyle pişirilmiştir. 800°C'de pişirilen numunelerde metalik niobyum fazı görüldüğü için ayrıca bir numune grubu bu sıcaklıkta 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika süreyle pişirilerek metalik niobyumun davranışı takip edilmiştir. İşlemlerimiz esnasında bir numune üzerine kademeli yaşlandırma işlemi uygulanmış ve yapı değişikliği incelenmiştir.

Yapılan incelemelerde ağırlık %53Nb-%47Al içeren toz karışımından hazırlanan numunelerde bir miktar metalik alüminyum kaldığı gözlemlendiği için alüminyum miktarı düşürülerek yeni denemeler yapılmıştır. Bu kapsamda, ağırlık %40 ve %35 Al içeren Nb-Al numuneleri hazırlanmış ve aynı sıcaklık ve 2,5 süreyle pişirilerek incelenmiştir.

Sinter sonrası plakalar açılarak üzerinde çatlaklar bulunan ve/veya işlem yapılamayacak kadar küçük parça halinde bulunan numuneler incelenmek üzere bakalite alınmıştır. Bulk halinde elde edilen numuneler ise olduğu gibi işlemlere konulmuştur.

5.3.4. Karakterizasyon

Standart parlatma işlemleri uygulanmış, numuneler sırası ile 120–180–320–400–600–800–1000'lik zımparalar ile zımparalanmış ve alümina ve/veya elmas pasta ile parlatılmıştır. Bakalite alınan numunelerin daha sonra XRD analizi için bakaliti kırılmıştır. Fiziksel olarak incelenmeye değer bulunan seçilmiş numuneler optik mikroskop (OM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapısal açıdan, XRD ve SEM-EDS ile faz yapısı açısından incelenmiş, mikrosertlik cihazı ile sertlikleri ölçülmüştür.

Hazırlama sonrası numuneler optik mikroskop ile incelenmiş ve NİKON E5400 Coolpix MDC Lens marka fotoğraf makinası ile 10x10, 20x10 ve 50x10 büyütmelemlerde fotoğrafları çekilmiştir.

Bulk halinde elde edilen numuneler taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiş, fotoğrafı çekilmiş ve belirli noktalardan EDS analizleri alınmıştır. Bu işlemde sonra 800°C, 850°C ve 1000°C’de sinterlenmiş numunelerin XRD analizi alınmıştır. 900°C ve 950°C’de sinterlenmiş numunelerin faz yapılarında ise dönüşüm gözlenmediği için XRD analizi alınmasına gerek görülmemiştir.

Son işlem olarak tüm numunelerin en az 3 farklı yerinden sertlik cihazı ile mikro sertliği alınmıştır. Sertlik deneyi sonuçları Vickers olarak ölçülmüştür. Deneyde 100 gr yük 10 sn süresince numuneye uygulanmıştır.

Hazırlanan numuneler ve uygulanan işlemler Tablo 5.1’de görülmektedir.

Tablo 5.1. Hazırlanan numuneler ve uygulanan işlemlerin gösterimi

Karışım bileşimi	Süre (saat)	Sıcaklık (°C)				
		800	850	900	950	1000
53 Nb-47 Al*	2	X	X	X	X	X
	2,5	X	X	X	X	X
	5	X	X	X	X	X
60 Nb-40 Al	2,5	X	X	X	X	X
65 Nb-35 Al	2,5	X	X	X	X	X

*Bu grup karışımlar için 800°C’de 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika süreyle de numune üretilmiştir.

5.4. Deneysel Sonular

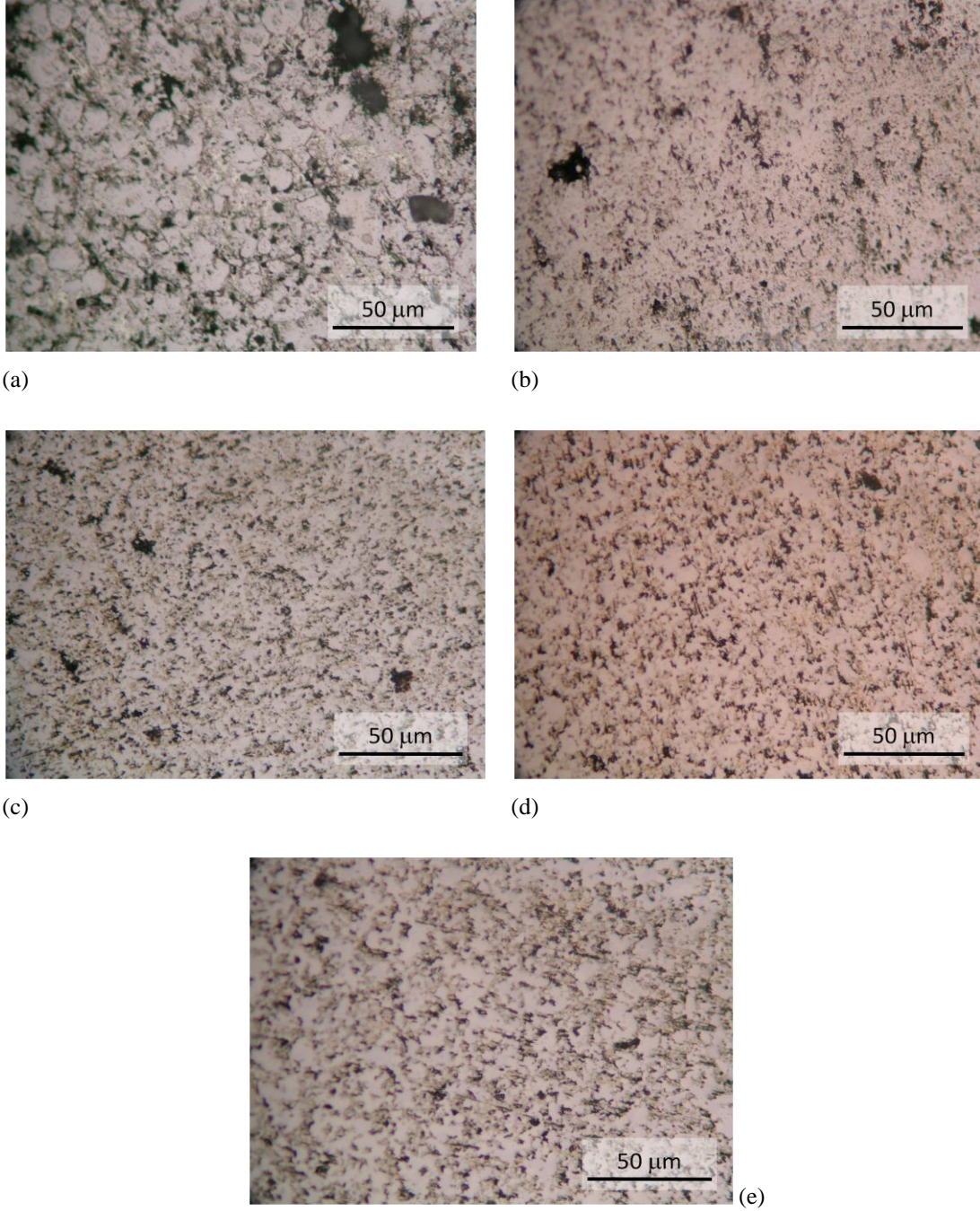
5.4.1. Optik Mikroskop İncelemeleri

Zımparalanıp parlatılmıř numunelerin optik mikroskop ile incelenmesi ile řu sonulara ulařılmıřtır:

- a) %7 ve 12,5 alüminyum ieren Nb-Al karıřımlarından incelenmeye deęer numuneler üretilenmemiřtir.
- b) %47 Al ieren numuneler bařarılı bir řekilde üretilmiřtir. Bu numunelerin yapısında temelde iki bileřen vardır: Nispeten aık renk (gri) bileřen ki bunun niobyum alüminid olduęu SEM incelemeleri ile gösterilmiřtir, dięeri koyu renkli bileřen ki, bu bileřen alüminyumdur veya alüminyumca ok zengindir. 800°C'de piřirilen numunelerde üçüncü bir faz daha vardır, aık renkli bu bileřen metalik niobyumdur. Yükselen sıcaklıklarda metalik niobyum kaybolmuřtur. Aynı sıcaklıklarda artan sürelerde ise metalik niobyum miktarında biraz azalma olsada mevcudiyetini korumuřtur.
- c) Piřirme sıcaklıkları arttıķa, genel olarak faz dönüşümü olmamıř ancak mevcut fazların stokiometrik bileřimlerinde küçük deęiřimler olurken faz alanları kabalařmaya meyletmiřtir. Piřirme sıcaklıęı 800°C iken görülen metalik Nb fazı yüksek sıcaklıklarda yapılan piřirmelerde gözlenmemiřtir, yani deęiřen faz sadece metalik Nb olmuřtur. Niobyum alüminid ve metalik alüminyum artan piřirme sıcaklıklarında da görülmüřtür.
- d) Niobyum-alüminyum toz karıřımındaki Al miktarı azaldıkķa (daha yüksek Nb), metalik alüminyum miktarı azalmıř, niobyum alüminid miktarı artmıřtır. Ancak, aę. %35 Al ieren karıřımdan hazırlanan numunelerde bile metalik alüminyum gözlenmiřtir. Bu durumlarda, numunelerin yapısı niobyum

alüminid ve alüminyumdan ibarettir. Alüminyumun kaybolarak yapının tamamen niobyum alüminidden oluşmasını sağlamak için başka yolların denenmesi gerekir. Ayrıca, ağı.%35 ve %40 Al içeren karışımlardan hazırlanan numunelerde 800°C'de yapılan pişirmelere ilave olarak 850°C'de üretilen numunelerde de metalik niobyum gözlenmiştir.

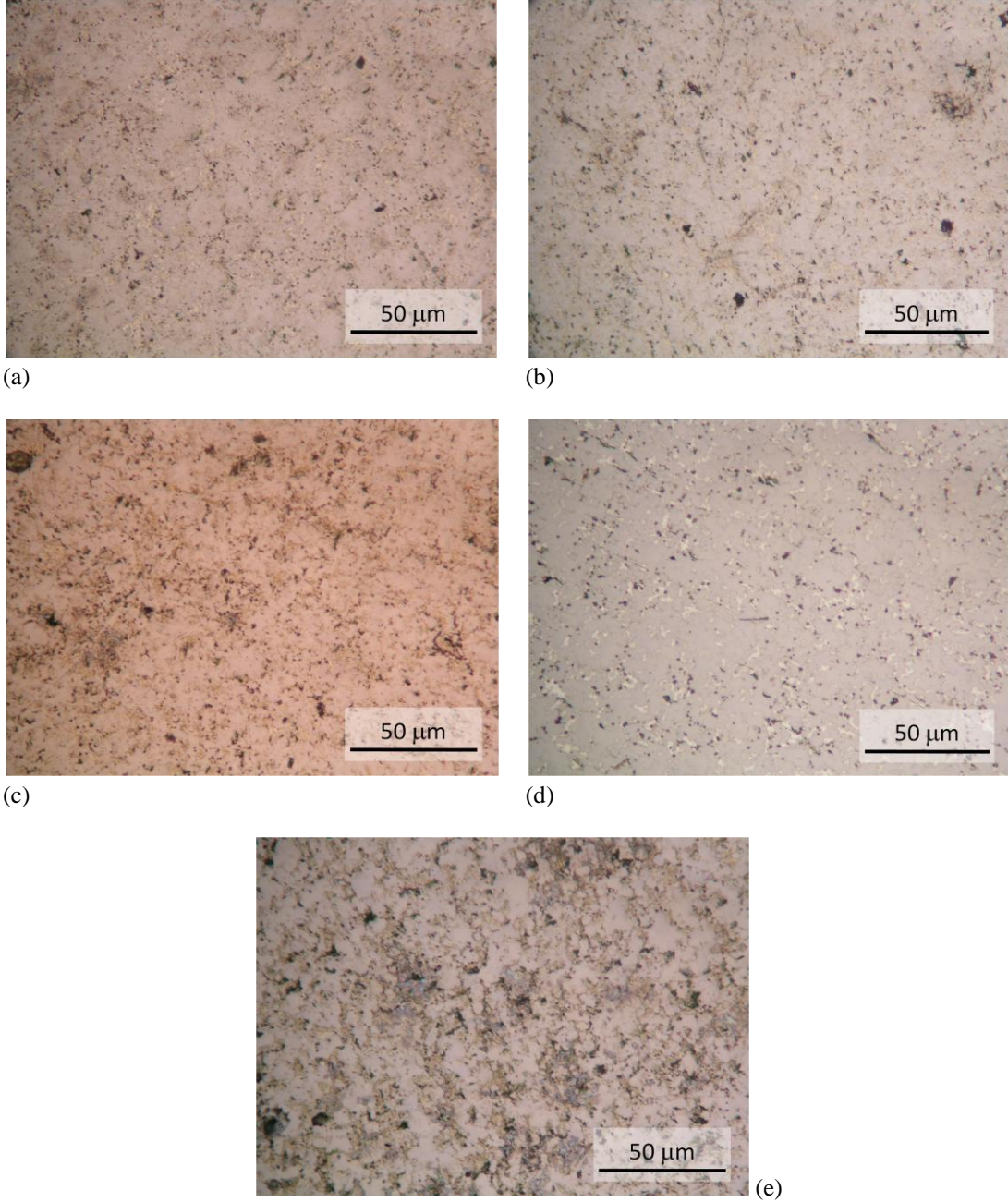
Şekil 5.2'de ağı.%53Nb-ağı.%47 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C, görülmektedir.



Şekil 5.2. ağ.%53Nb-ağ.%47 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C

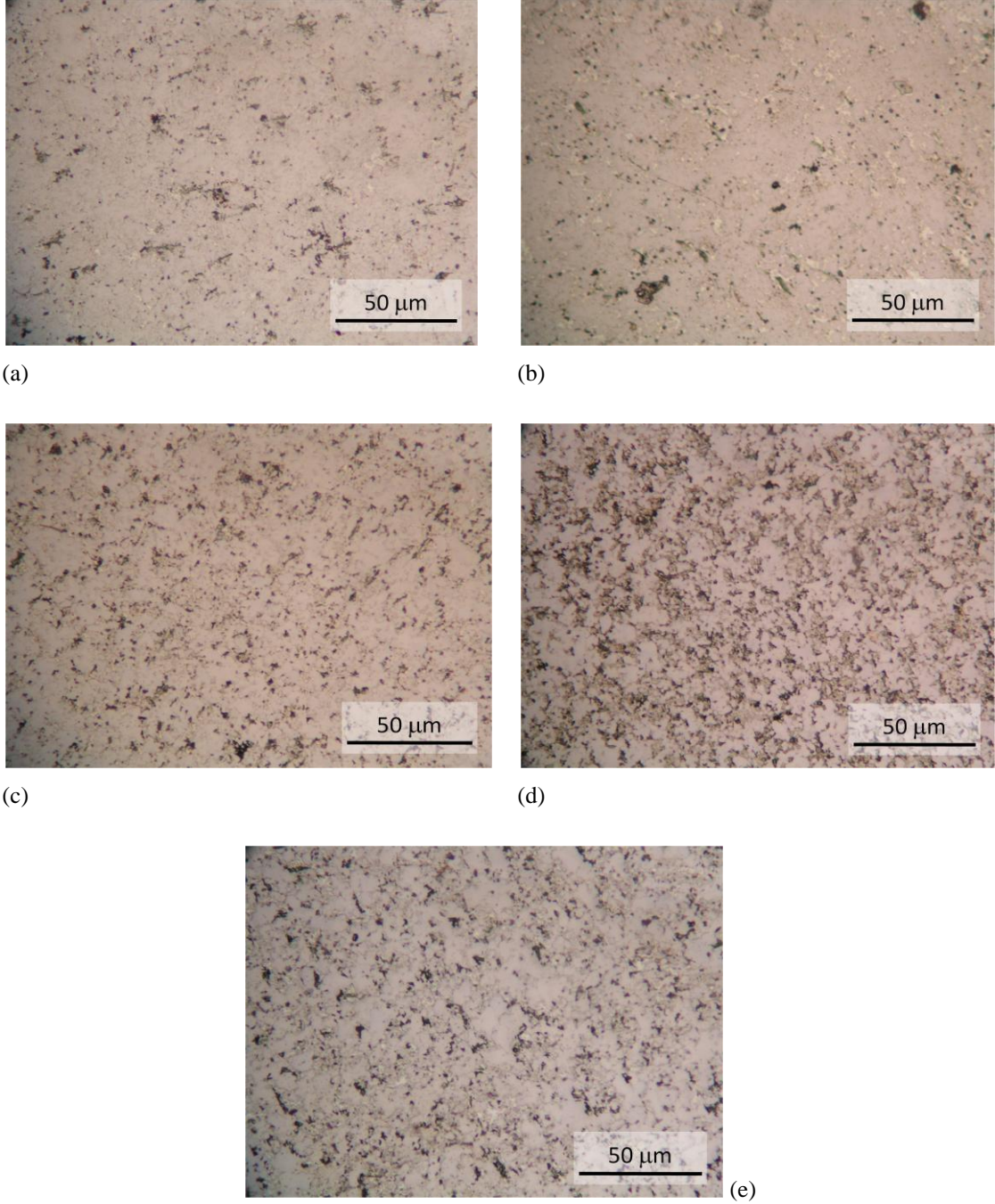
Artan sıcaklık ile tane boyutunun irileştiği, tanelerin 800°C'den itibaren birleşmeye başladığı ve artan sıcaklık ile birleşmeye devam ettiği görülmektedir. Tane şekli ise küresel formdan artan sıcaklıkla köşeli geometrik yapıya doğru dönüşmüştür.

Şekil 5.3’de ağırlık %53Nb-ağırlık %47 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2,5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C, görülmektedir,



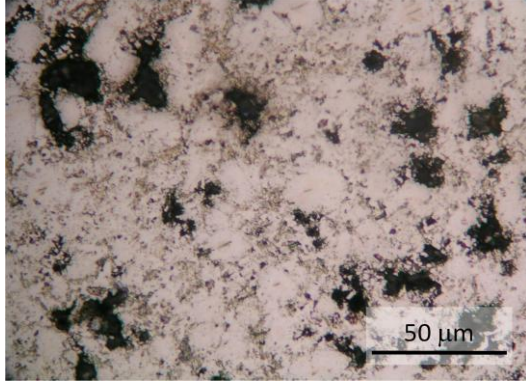
Şekil 5.3. ağırlık %53Nb-ağırlık %47 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2,5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C

Şekil 5.4’de ađ.%53Nb-ađ.%47 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C, görülmektedir.

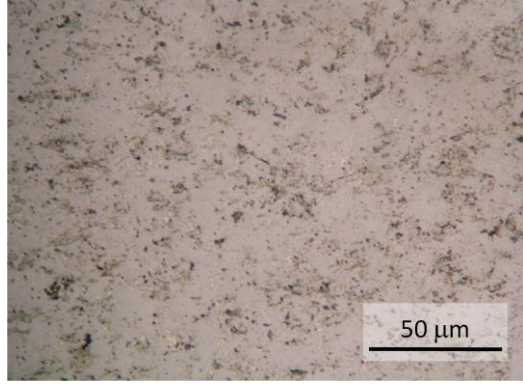


Şekil 5.4. ađ.%53Nb-ađ.%47 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C

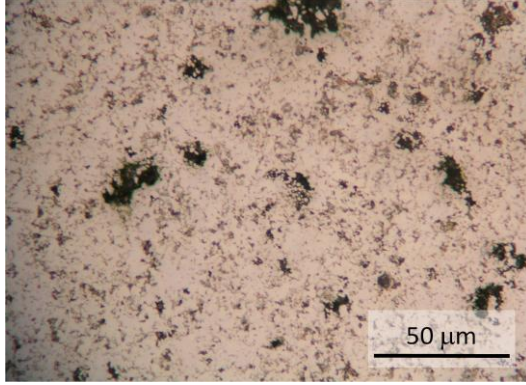
Şekil 5.5’de ağı.%60Nb-ağı.%40 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2,5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C, görülmektedir.



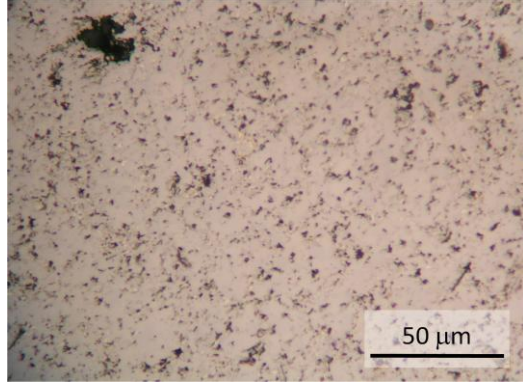
(a)



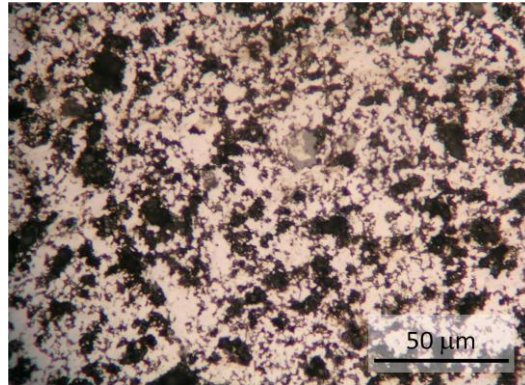
(b)



(c)



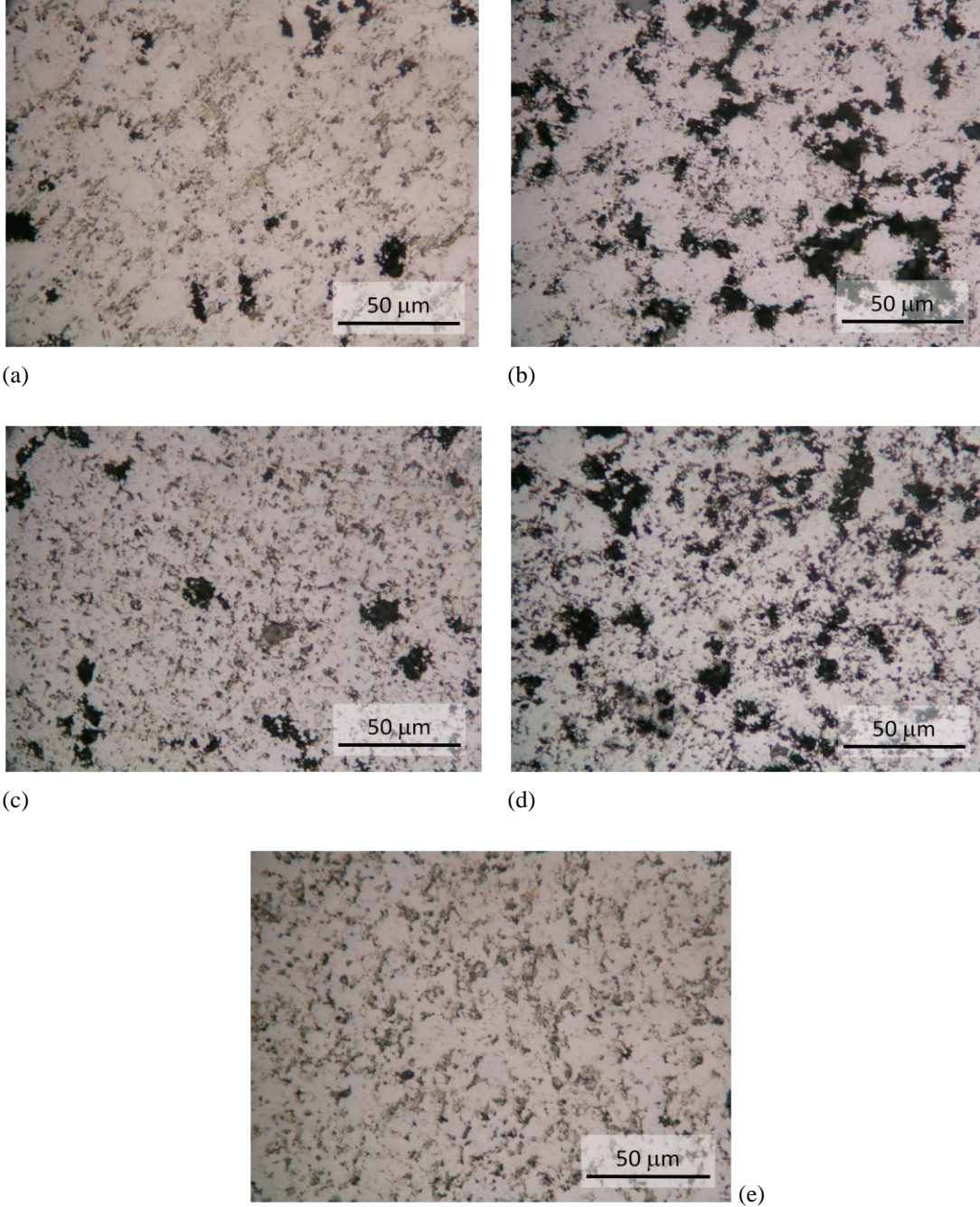
(d)



(e)

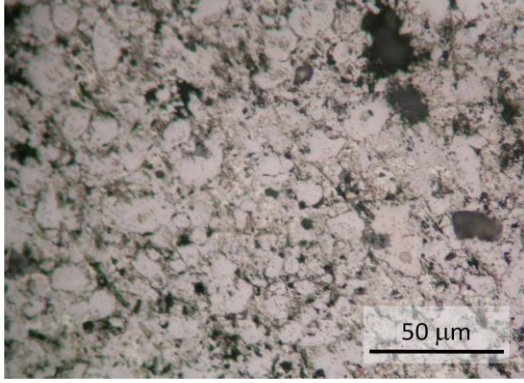
Şekil 5.5. ağı.%60Nb-ağı.%40 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2,5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C

Şekil 5.6'da ağ.%65Nb-ağ.%35 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2,5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C, görülmektedir.

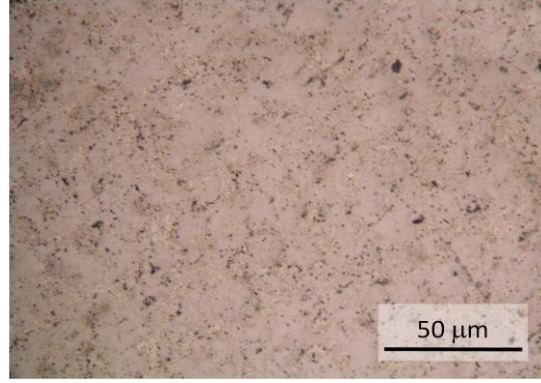


Şekil 5.6. ağ.%65Nb-ağ.%35 Al bileşimindeki karışımdan hazırlanmış ve 2,5 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) 800°C, b) 850°C, c) 900°C, d) 950°C ve e) 1000°C

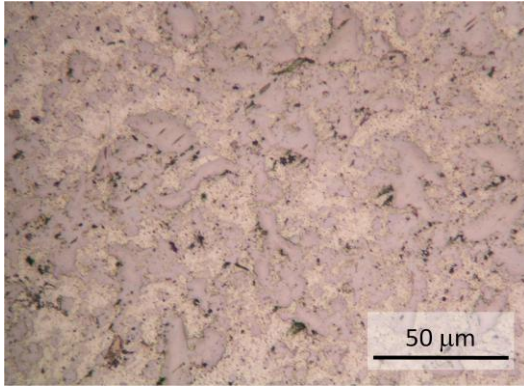
Şekil 5.7’de 800°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ağırlık %47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ağırlık %47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ağırlık %47Al içerikli ve 30 dakika sinterlenmiş, d) ağırlık %47Al içerikli ve 60 dakika sinterlenmiş, e) ağırlık %47Al içerikli ve 90 dakika sinterlenmiş, f) ağırlık %47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, g) ağırlık %40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, h) ağırlık %35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, görülmektedir.



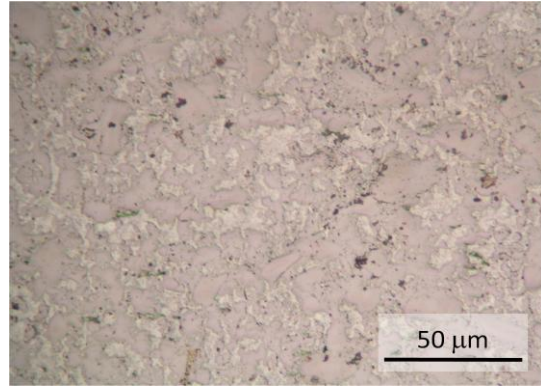
(a)



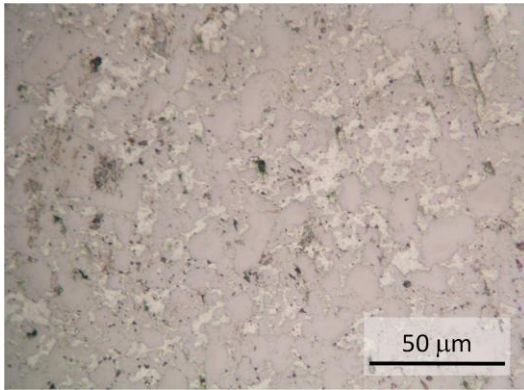
(b)



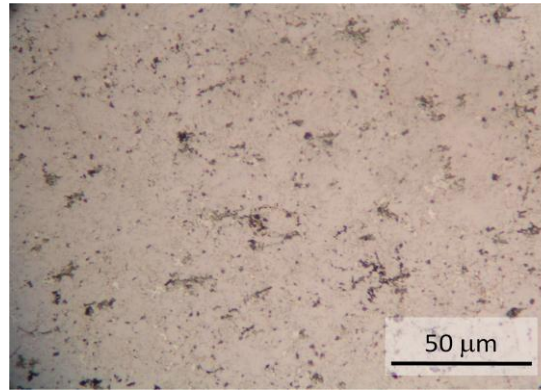
(c)



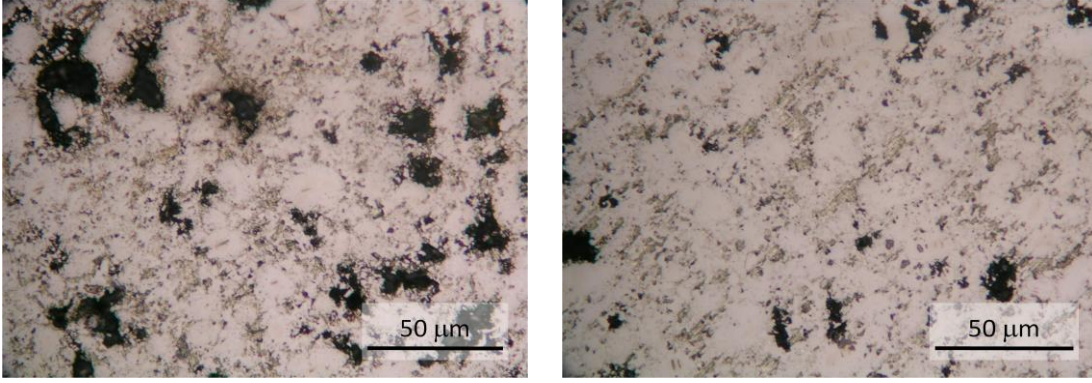
(d)



(e)



(f)

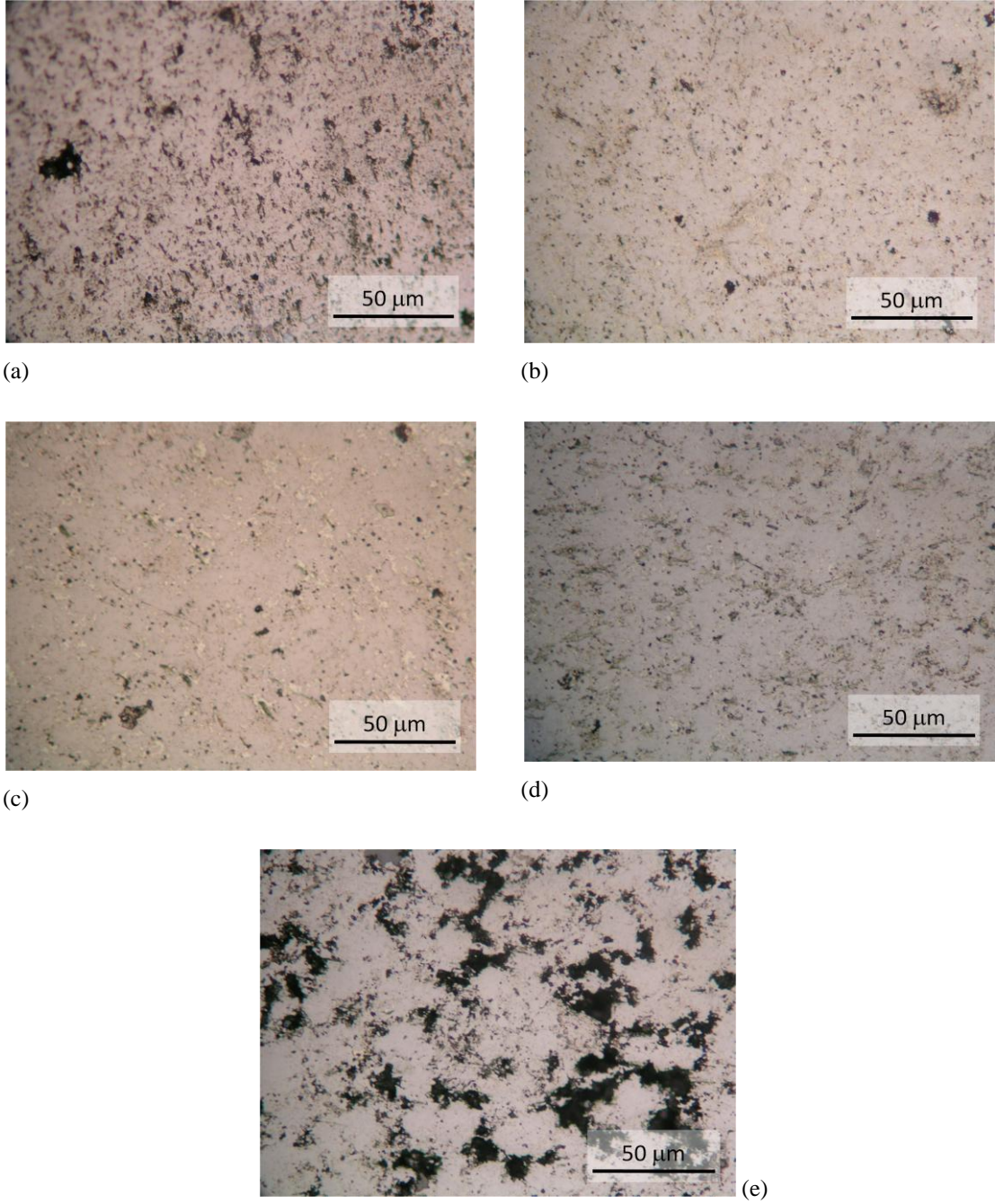


(g)

(h)

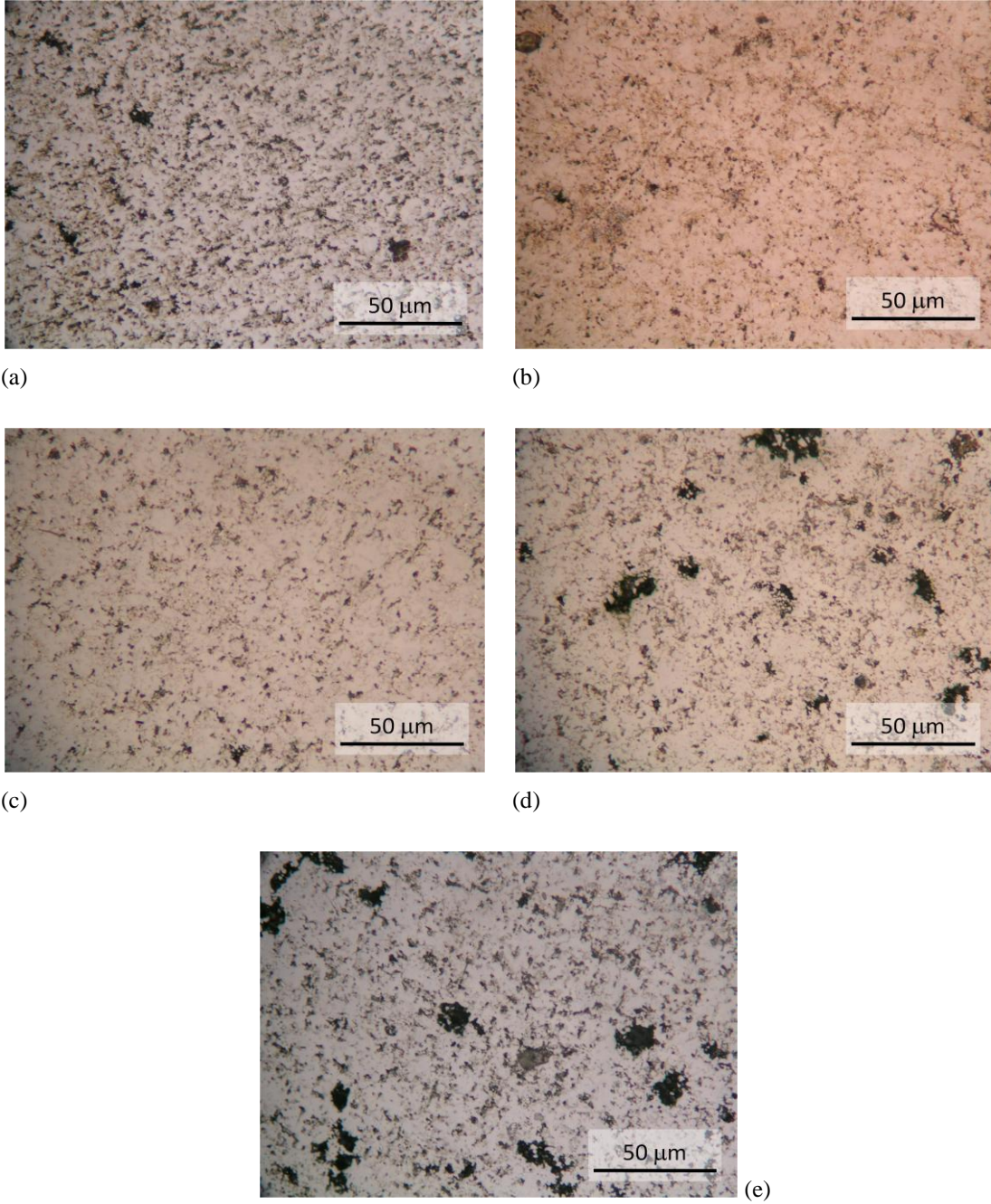
Şekil 5.7. 800°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ađ.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ađ.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ađ.%47Al içerikli ve 30 dakika sinterlenmiş, d) ađ.%47Al içerikli ve 60 dakika sinterlenmiş, e) ađ.%47Al içerikli ve 90 dakika sinterlenmiş, f) ađ.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, g) ađ.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, h) ađ.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş

Şekil 5.8’de 850°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ađ.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ađ.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ađ.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ađ.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ađ.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, görülmektedir.



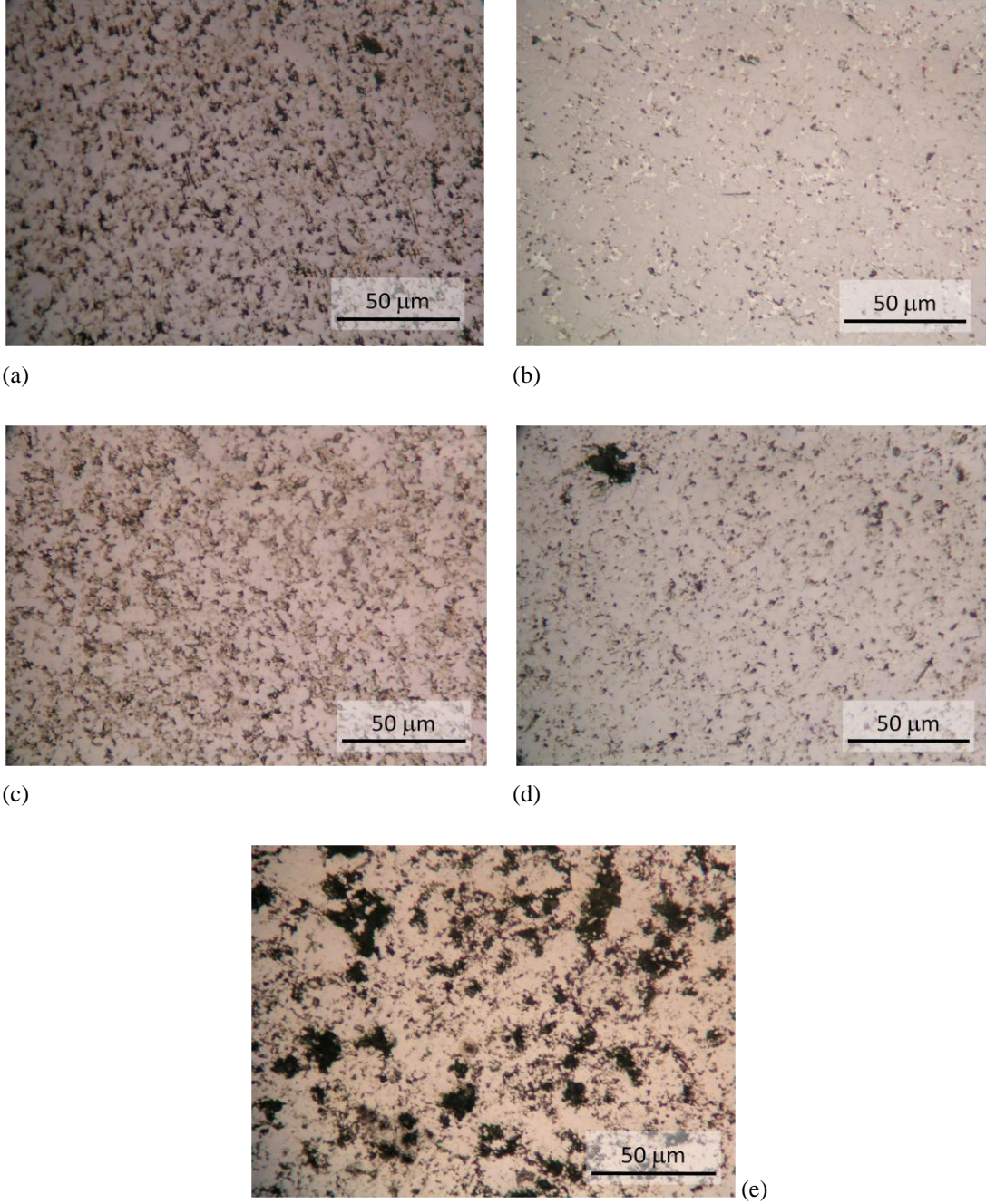
Şekil 5.8. 850°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ağı.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ağı.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ağı.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ağı.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ağı.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş

Şekil 5.9’da 900°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ağı.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ağı.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ağı.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ağı.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ağı.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, görülmektedir.



Şekil 5.9. 900°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ağı.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ağı.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ağı.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ağı.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ağı.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş

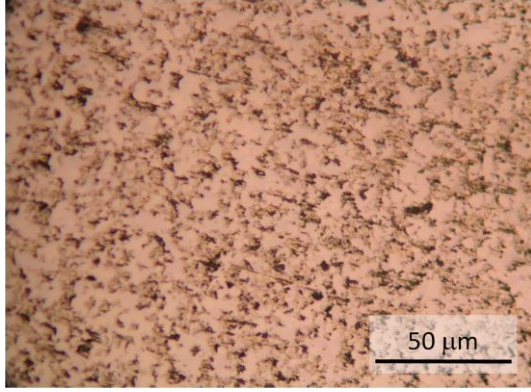
Şekil 5.10’da 950°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ağı.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ağı.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ağı.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ağı.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ağı.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, görülmektedir.



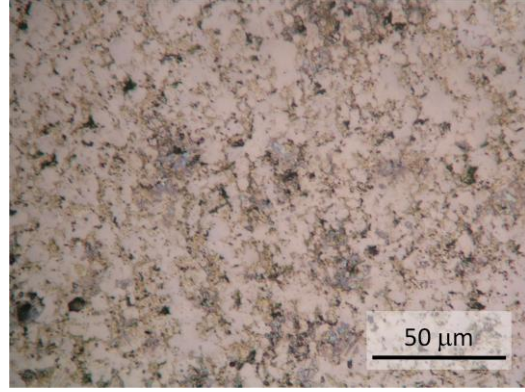
Şekil 5.10. 950°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ađ.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ađ.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ađ.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ađ.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ađ.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş

Şekil 5.11’de 1000°C’de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ađ.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ađ.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c)

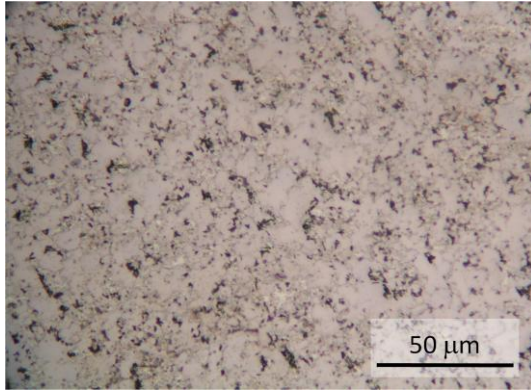
ağ.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ağ.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ağ.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, görülmektedir.



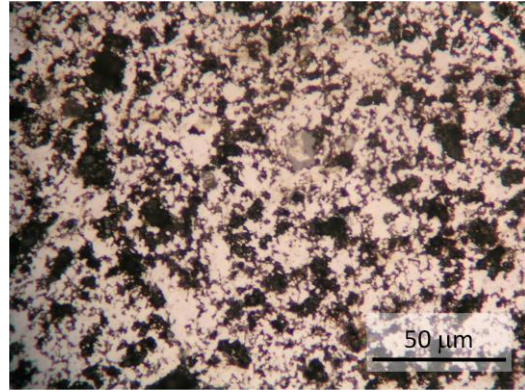
(a)



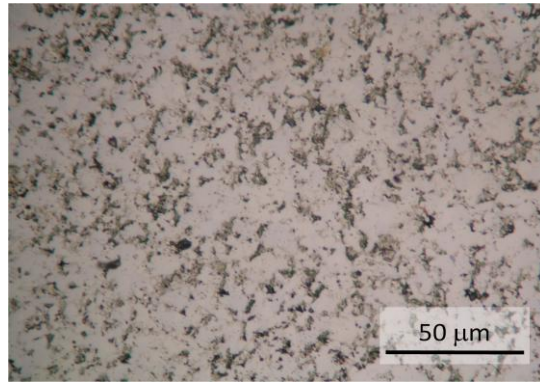
(b)



(c)



(d)



(e)

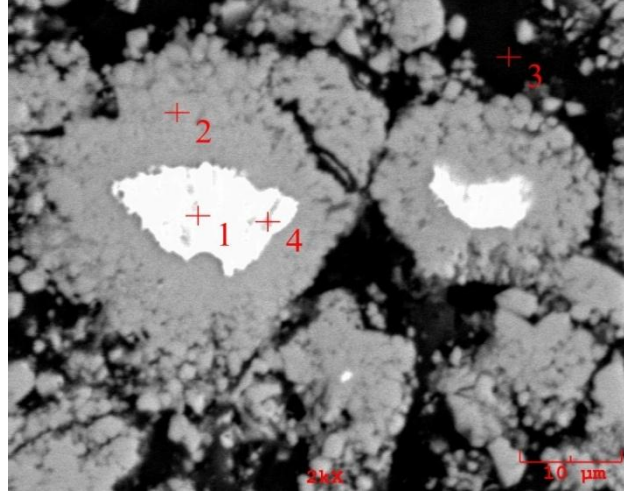
Şekil 5.11. 1000°C'de sinterlenmiş numunelerin optik mikrografları, a) ağ.%47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş, b) ağ.%47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, c) ağ.%47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş, d) ağ.%40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş, e) ağ.%35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş

5.4.2. SEM ve EDS Sonuçları

Taramalı elektron mikroskobu kullanılarak yapılan mikroyapı incelemeleri optik mikroskop gözlemlerine paralel bulgular sunmuştur. Yapıda hâkim faz olarak niobyum alüminid ile daha az oranda metalik alüminyum vardır. Metalik alüminyumun miktarı pişirme sıcaklığına çok bağlı değilken başlangıç alüminyum miktarına fazlası ile bağlıdır. İntermetalik fazın bileşimi yaklaşık %50 niobyum ve %50 alüminyumdan ibarettir. %53Nb-%47 Al bileşimindeki denge fazına ulaşması için daha fazla difüzyon gereklidir. Bu bileşim NbAl₃ yapısıdır. Yapıda bulunan metalik alüminyum fazı bazı noktalarda %100 alüminyumdan ibaretken, bazı bölgelerde az miktarda niobyum içermektedir. Nb-Al toz sisteminde yapılan pişirmelerde numunede oluşan alüminidin NbAl₃ olduğu x-ışınları difraksiyonu ile de teyit edilmiştir.

Metal-alüminyum sistemlerinde, harcanan bileşen öncelikle alüminyumdur. Dolayısıyla, burada sunulan bileşimlerden özellikle ağ.%35 ve 40 alüminyum içeren karışımlarda alüminyumun tamamen harcanması ve tüm yapının niobyum alüminide dönüşmesi amaçlanmıştır. Ancak, her iki bileşimdeki karışımlardan hazırlanan numunelerin yapısında bir miktar alüminyum kalmaktadır. Öte yandan oluşan alüminid de denge fazı olan NbAl₃'e nazaran daha fazla alüminyum içermektedir. Bu alüminyumun harcanması için her sıcaklıkta daha uzun difüzyon zamanlarına ihtiyaç vardır.

Şekilde 5.12'de %47Al içerikli 800°C'de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

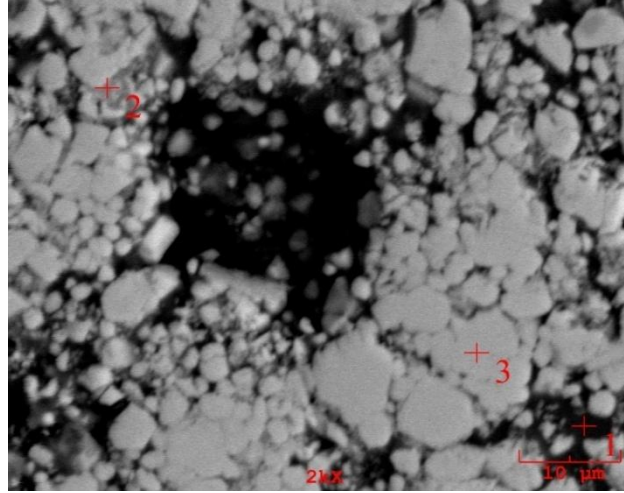


Element,ağ.%	1	2	3	4
Al	20.237	79.350	93.892	27.066
Nb	79.763	20.650	1.030	43.919
O	-	-	5.078	29.016

Şekil 5.12. %47Al içerikli 800°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

Tanelerin şekli düşük sıcaklıktan dolayı henüz yuvarlak şekillidir. Bu yapısı ile Ti-Al benzeri davranış sergilemektedir. Tanelerin merkezinde henüz dönüşüme uğramamış metalik niobyum bulunmakta; bu çekirdeği Al-Nb alaşımı sarmaktadır. Alaşımın dış yüzeyi ise metalik Al ve yer yer Al₂O₃ ile çevrilidir. EDS analizinde yapıda düşüğe olsa oksidasyon gözlenmekte ve intermetalik yapının istenen sonucun çok üzerinde bir ağırlık oranına sahip olduğu görülmektedir.

Şekil 5.13’de %47Al içerikli 850°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

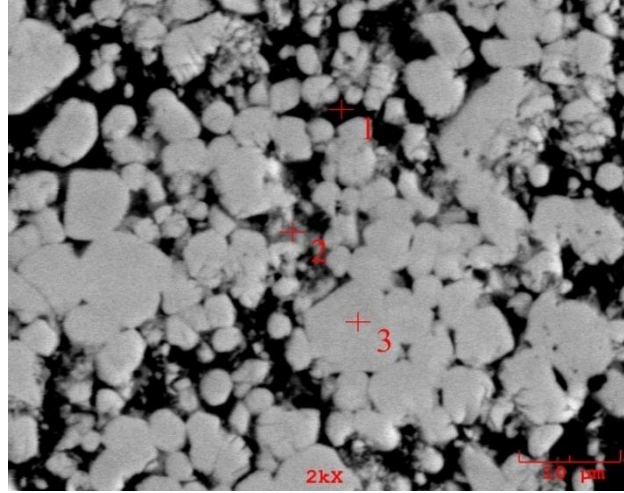


Element,ağ.%	1	2	3
Al	98.378	59.614	76.317
Nb	1.622	14.205	23.683
O	-	26.180	-

Şekil 5.13. %47Al içerikli 850°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

Numunenin SEM görüntüsü incelendiğinde metalik Nb kalıntısının tamamen intermetalığe dönüştüğü görülmektedir. Yapıda iki faz görülmektedir; Al-Nb intermetalığı ve bunların dışını çevreleyen bir Al matrisi. 800°C’de ki deneyle karşılaştırıldığında tanelerin birleşmeye ve büyümeye başladığı görülmektedir. Taneler henüz yuvarlak şekillidir. EDS analizinde matris Al üzerinde bir oksidasyon olduğu görülmektedir.

Şekilde 5.14’de %47Al içerikli 900°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

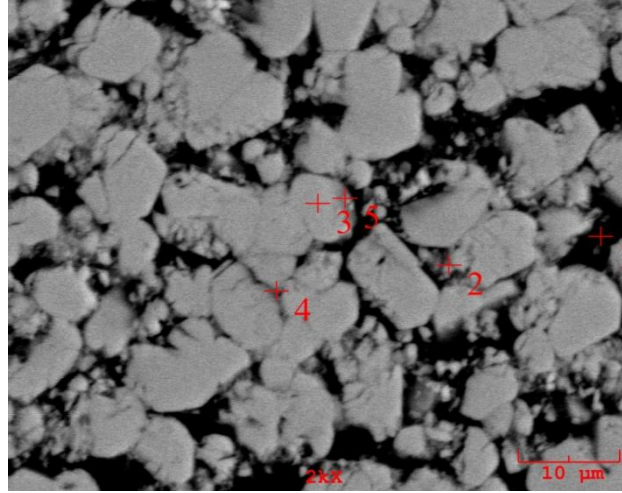


Element,ağ.%	1	2	3
Al	96.961	67.135	76.276
Nb	3.039	11.023	23.724
O	-	21.842	

Şekil 5.14. %47Al içerikli 900°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

Numunenin SEM görüntüsüne bakıldığında tanelerin birleşmesinde artış görülmektedir. Yapıda tanelerin büyüklükleri artmış ve mevcut tane sayısı doğal olarak azalmıştır. Ancak belkide en önemlisi tanelerin yuvarlak şekli artık köşeli bir şekil almaya başlamış ve sivri kenarlar belirmiştir. Yapı Ti-Al intermetalığı benzerliğini kaybetmeye başlamış ve Ni-Al intermetaliklere benzemeye başlamıştır. Bu sistemin gevrekliğinde artış başladığında belirtisidir. Matris Al’da katı eriyik oluşturan niobiyum miktarında bir artış görülmektedir. Ayrıca yapıda istenilen intermetalığın oluşmadığı, üzerinden alınan EDS analizi incelenerek anlaşılabilir.

Şekilde 5.15’de %47Al içerikli 950°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

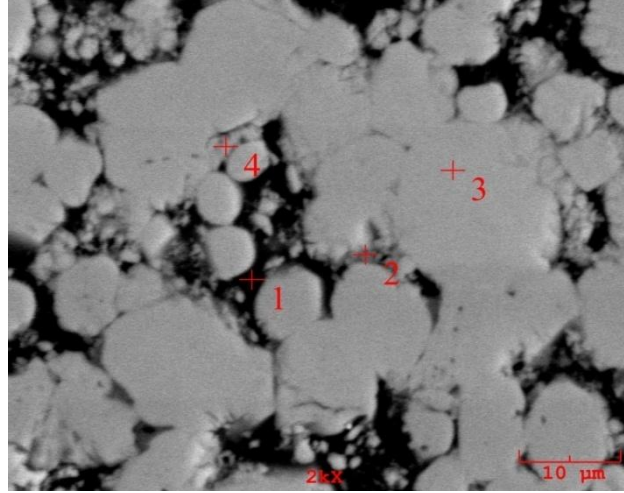


Element,ağ.%	1	2	3	4	5
Al	98.837	83.238	76.973	84.310	75.505
Nb	1.163	16.762	23.027	15.690	10.509
O	-	-	-	-	13.986

Şekil 5.15. %47Al içerikli 950°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

Numunenin SEM görüntüsüne bakıldığında tanelerin artık köşeli yapıya sahip olduğu ancak yer yer yuvarlak şekilli ve az miktarda taneye sahip olduğu görülmektedir. Fotoğrafta göze çarpan en önemli olayın tanelerde görülen çatlamlar olduğunu söyleyebiliriz. Yapının artan gevrekliği ile taneler kırılmaya daha meyilli hale gelmeye başlamıştır. Bu durum literatür ile uyumludur. Tanelerin kaynaşması sonucunda yer yer oluşan yeni tanelerin ortasında kalmış matris Al görülmektedir. Bunlar yüksek oranda katı eriyik halde Nb içermektedir. Yine tanelerin köşelerinde birikmiş halde Al_2O_3 oksitleri göze çarpmaktadır. EDS analizinde bu yapıda da istenilen intermetalik içeriği uzak kaldığı görülmektedir.

Şekilde 5.16’da %47Al içerikli 1000°C’de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir

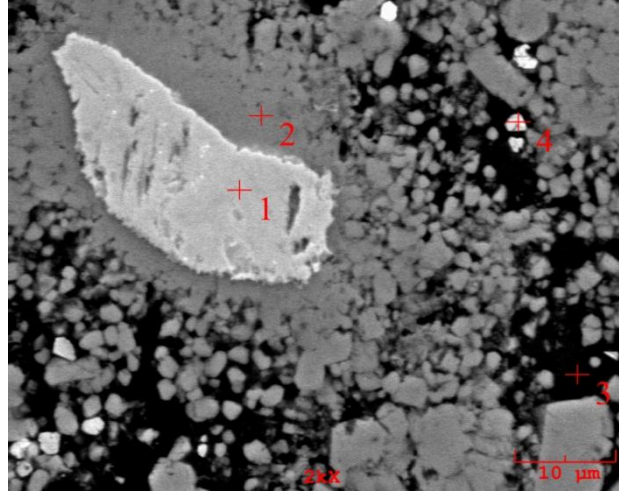


Element,ağ.%	1	2	3	4
Al	95.593	74.824	73.098	74.092
Nb	4.407	11.220	22.220	14.630
O	-	13.956	4.682	11.278

Şekil 5.16. %47Al içerikli 1000°C'de 2 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

Numunenin SEM görüntüsü incelendiğinde tanelerin birleştiği görülmektedir. Taneler arasında gölet şeklinde yer yer matris Al kalıntıları görülmektedir. Taneler arası sınır da ortadan kalkmaya başlamıştır. Tanelerin boyutu artık en büyük boyuta ulaşmıştır ve tane sayısı minimuma inmiştir. Taneler keskin köşelidir fakat kaynaşmalardan dolayı yeni oluşan büyük tanelerim köşelerinde kıvrımlar ve yuvarlaklaşmalar meydana gelmiştir. Yine tanelerin kenarlarında yer yer beyaz renkli Al_2O_3 görülebilmektedir. EDS sonuçlarında, matris Al içinde katı ergiyik olarak bulunan Nb miktarının yükseldiği ve taneler içinde oksitlenme olduğu görülmektedir. İstenilen ağ.%47Al içerikli intermetalik bileşiğe bu numunede de ulaşılammıştır.

Şekilde 5.17'de %47Al içerikli 800°C'de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

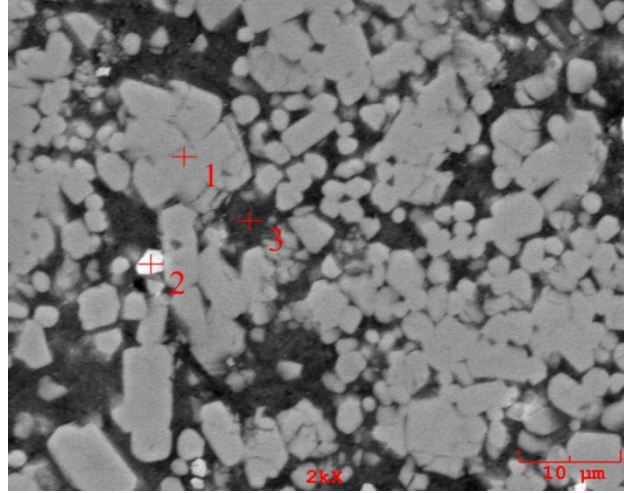


Element,ağ.%	1	2	3	4
Al	0.372	47.740	97.452	73.954
Nb	97.879	51.307	1.244	6.688
O	1.749	0.953	1.304	19.358

Şekil 5.17. %47Al içerikli 800°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüsü incelendiğinde yapıda beklenildiği gibi metalik Nb görülmektedir. Her ne kadar bu noktadan alınan EDS’de bir miktar oksijen ve alüminyum çıksada önem verilecek değerde değildir. Yapı metalik niobyum, bunu çevreleyen bir intermetalik yapı ve dış yüzeyde matris Al olarak görülmektedir. Tanelerin yuvarlak yapısı dikkat çekmektedir. Bir miktar oksit taneciği mevcuttur. Tanelerin büyük çoğunluğunun sınırları belli olmaktadır. Buradan birleşme için 800°C’nin düşük bir sıcaklık olduğu sonucunu çıkarılabilir. EDS analizinde bu numunede, 2 saatlik numunelerde uzak kalınan ağ.%47Al içeriğine yaklaşılmışlığı görülmektedir.

Şekilde 5.18’de %47Al içerikli 850°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

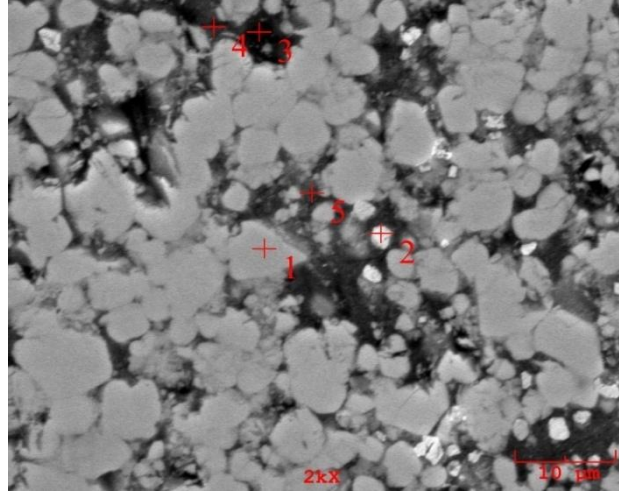


Element,ağ.%	1	2	3
Al	49.065	59.089	94.678
Nb	50.210	10.032	2.550
O	0.726	30.879	2.772

Şekil 5.18. %47Al içerikli 850°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüsü incelendiğinde 800°C’de gözlenen metalik niobyumun artık intermetalığe dönüşmüş olduğu görülmektedir. Fotoğrafta açık gri ve koyu gri renkli iki faz görülmektedir. Bazı noktalarda görülen beyaz renkli tanelerin ise EDS analizi sonucunda oksit olduğu anlaşılmaktadır. Keskin köşeli taneler görülse bile genel olarak yuvarlak tane şekline sahiptir. Yer yer topaklaşmalar ve birleşmeler başlamıştır. Bazı keskin köşeli tanelerde ise çatlak mevcudiyeti gözlenebilmektedir. Bu durum tanelerde intermetalik oluştuğunun göstergesidir. EDS analizinden yapıda oksitlenme olduğu ve istenilen intermetalik bileşime yaklaşıldığı görülmektedir.

Şekilde 5.19’da %47Al içerikli 900°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

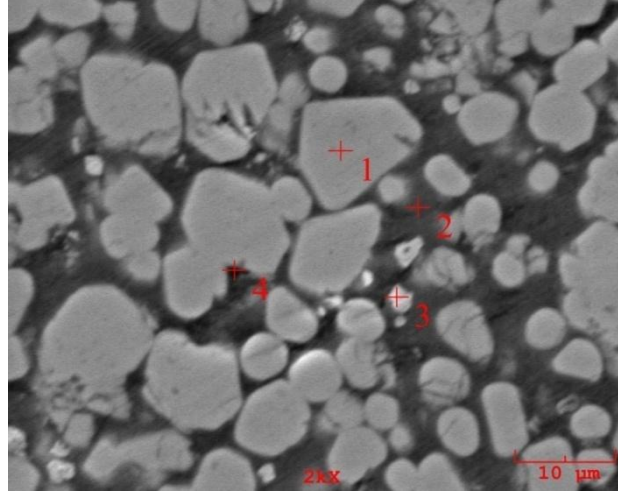


Element,ağ.%	1	2	3	4	5
Al	47.841	71.261	84.852	90.333	88.162
Nb	51.168	1.013	10.500	7.019	8.715
O	0.992	27.726	4.649	2.648	3.124

Şekil 5.19. %47Al içerikli 900°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

Tanelerde büyüme görülmektedir. Topaklaşmalar mevcuttur ve taneler birleşmeye başlamıştır. Tanelerin artan bir oranda köşeli yapıya dönüştüğü görülmektedir. Yapı içerisinde açık gri ve koyu gri renkli iki faz görülmektedir. Beyaz renkli tanelerin ise EDS analizi sonucunda oksit olduğu gözlenmiştir. Yine tanelerin sınırlarında ve köşelerinde oksit birikim göze çarpmaktadır. EDS analizi sonucunda intermetalik yapının %47Al içerdiği gözlenmiştir ki bu gerçekleşmesi istenilen sonuçtur. Yine EDS analizi sonucunda matris Al içerisinde katı ergiyik oluşturan niobiyum miktarında artış olduğu görülmektedir.

Şekilde 5.20’de %47Al içerikli 950°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

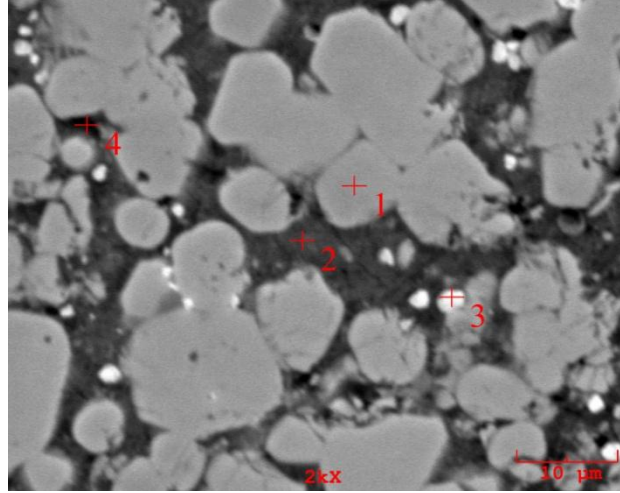


Element,ağ.%	1	2	3	4
Al	47.793	96.609	70.736	79.834
Nb	51.247	2.372	1.372	19.230
O	0.960	1.019	27.892	0.935

Şekil 5.20. %47Al içerikli 950°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüsü incelendiğinde tanelerin köşeli yapısı göze çarpmaktadır. Taneler büyümeye devam etmiş ve birleşmeler artmıştır. Kimi tanelerde çatlaklar göze çarpmaktadır. Tanelerin köşelerinde oksit birikmesi görülmektedir. EDS analizi sonucu, fotoğrafta görülen beyaz tanelerin oksit olduğu anlaşılmaktadır. Yine EDS sonucunda matris Al içinde niobyumun katı eriyik oluşturduğu anlaşılmaktadır. İstenilen intermetalik yapı oluşturulmuş gibi görülmektedir.

Şekilde 5.21’de %47Al içerikli 1000°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

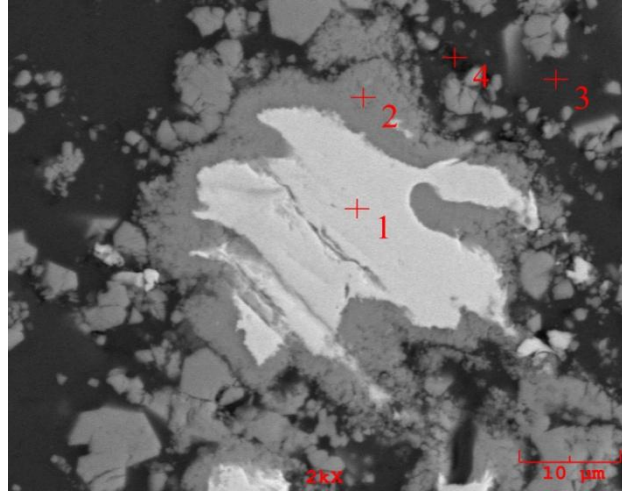


Element,ağ.%	1	2	3	4
Al	49.266	97.456	61.355	78.478
Nb	49.779	0.354	9.468	13.649
O	0.955	2.191	29.177	7.873

Şekil 5.21. %47Al içerikli 1000°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

Taneler artık daha keskin köşelidir ve bazı tanelerde çatlak mevcuttur. Oksit tanelerinin çokluğu göze çarpmaktadır. İntermetalik yapı %49Al içerikli bir alaşım olarak elde edilmiştir ki bu sonuç istenene çok yakındır. Matris Al içerisinde katı ergiyik bazı noktalarda çok yüksek olduğu EDS sonuçlarından görülmektedir.

Şekilde 5.22’de %47Al içerikli 800°C’de 30 dakika sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

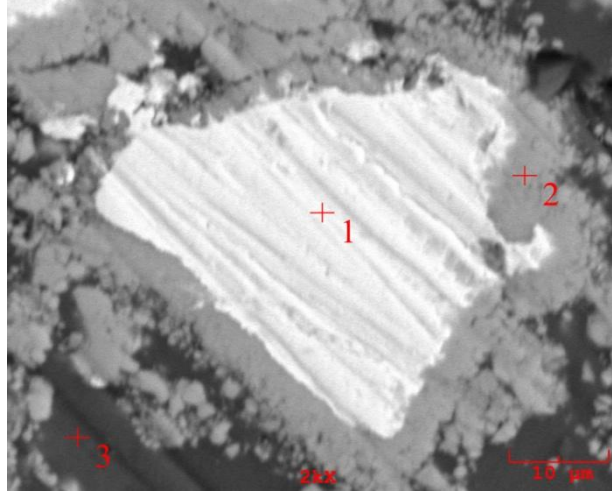


Element,ağ.%	1	2	3	4
Al	-	53.915	100.000	94.079
Nb	100.000	46.085	-	-
O	-	-	-	5.921

Şekil 5.22. %47Al içerikli 800°C de 30 dakika sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

Yapıda büyük oranda metalik Nb bulunmaktadır. Taneler boyutu henüz çok küçüktür ve köşeli taneler görülse de genellikle yuvarlak yapılıdır. EDS analizine göre intermetalik %53Al içeriklidir ki oluşumun henüz bitmediği görülmektedir. Ayrıca matris Al içerisinde Nb henüz katı eriyik olarak karışmamıştır. Oksit tane miktarıda düşüktür.

Şekilde 5.23'de %47Al içerikli 800°C'de 60 dakika sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

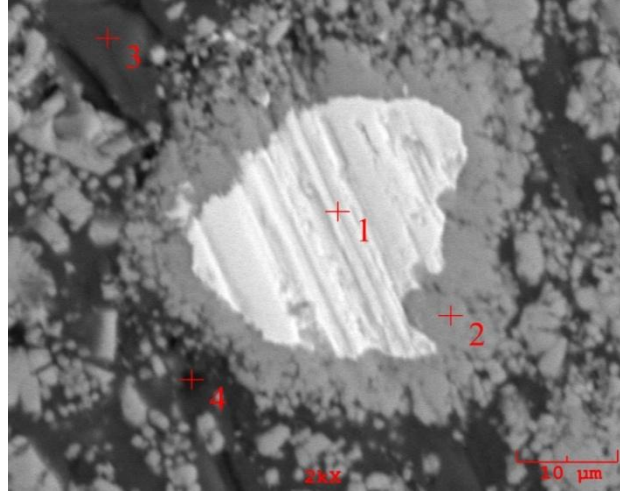


Element,ağ.%	1	2	3
Al	-	50.119	97.718
Nb	100.000	49.881	2.282
O	-	-	-

Şekil 5.23. %47Al içerikli 800°C’de 60 dakika sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

Yüksek oranda metalik Nb yapıda mevcuttur. İntermetalik %50Al içeriklidir ki henüz oluşumun tamamlanmadığı anlaşılmaktadır. Ancak 30 dakikalık numuneye göre bir gelişim göstermiştir. Al içerisinde Nb katı ergiyik oluşturmaya başlamıştır. 30 dakikalık numune ile büyük benzerlikler göstermektedir.

Şekilde 5.24’de %47Al içerikli 800°C’de 90 dakika sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

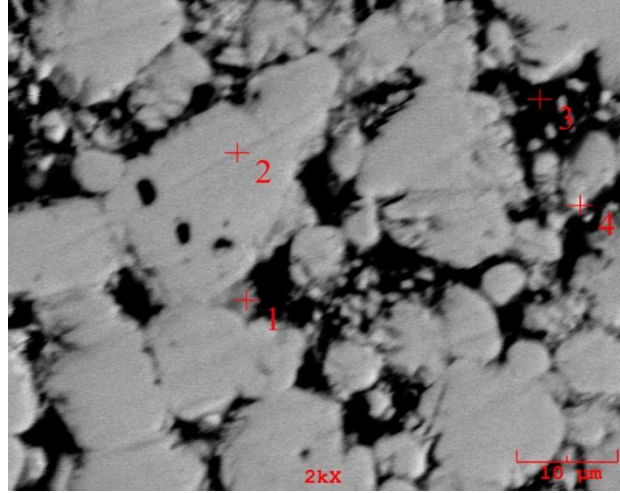


Element,ağ.%	1	2	3	4
Al	-	50.633	100.000	71.070
Nb	100.000	49.367	-	-
O	-	-	-	28.930

Şekil 5.24. %47Al içerikli 800°C'de 90 dakika sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüleri incelendiğinde tanelerin henüz yuvarlak ve küçük boyutlu olduğu görülmektedir. Yine tanenin merkezinde metalik Nb bulunmaktadır. EDS sonuçlarında intermetalik %50Al içerikli çıkmıştır. Genel olarak 30 ve 60 dakikalık numunelerle büyük benzerlik göstermektedir.

Şekilde 5.25'de %47Al içerikli 1000°C (2h)-400°C C(2)-650°C (30 min)-900°C (4h) işlemleri ile sinterlenmiş ve yaşlandırılmış numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

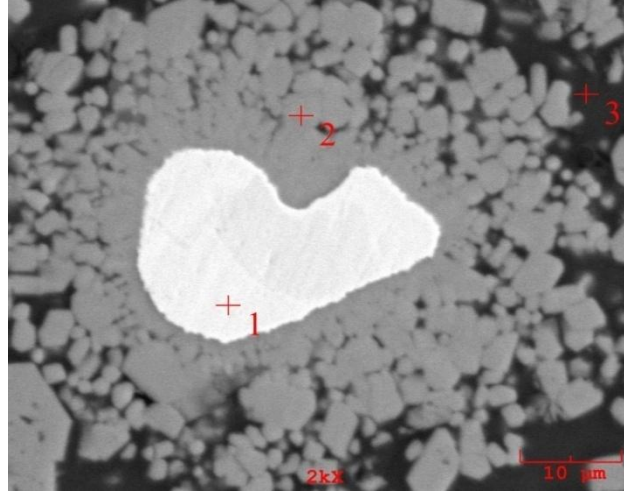


Element,ağ.%	1	2	3	4
Al	74.382	76.797	98.292	85.915
Nb	8.623	23.203	1.708	14.085
O	16.995	-	-	-

Şekil 5.25. %47Al içerikli 1000°C (2h)-400°C C(2)-650°C (30 min)-900°C (4h) işlemleri ile sinterlenmiş ve yaşlandırılmış numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüleri incelendiğinde tanelerin birleşmiş olduğu görülmektedir. Tanelerin etrafında oksitler bulunmaktadır. EDS sonuçlarına dikkat edilirse intermetalik üzerinde %77Al-%23Nb görülmektedir. Buradan istenilen yapıdan çok uzaklaşıldığı ve niobyumun büyük oranda Al içinde katı ergiyik oluşturduğu gözlenmektedir. Bu sonuçtan yola çıkarak dönüşümün 1000 derecede bitmediğini ve arkasından gelen işlemlerle yapının tane içeriğinin değiştiği söylenebilir. Ayrıca tanelerin köşeli yapısında bir değişim meydana gelmemiştir.

Şekilde 5.26'da %47Al içerikli 800°C'de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

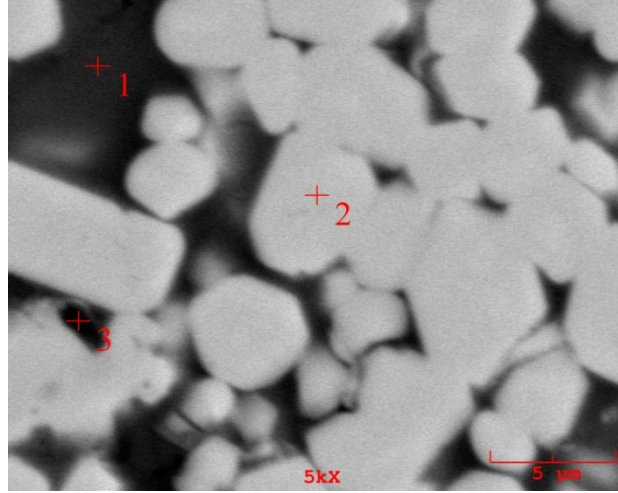


Element,ağ.%	1	2	3
Al	-	50.890	100.000
Nb	96.783	49.110	-
O	-	-	-

Şekil 5.26. %47Al içerikli 800°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüsü incelendiğinde yapıdaki 3 faz görülebilmektedir. Tanelerin irileşmiş olduğu ve topaklanmalar göze çarpmaktadır. EDS analizinde katı ergiyik Nb görülememektedir. Tanelerin köşeli yapısı dikkat çekmektedir. İstenilen intermetalik içeriği yaklaşıldığı görülmektedir.

Şekilde 5.27’de %47Al içerikli 850°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

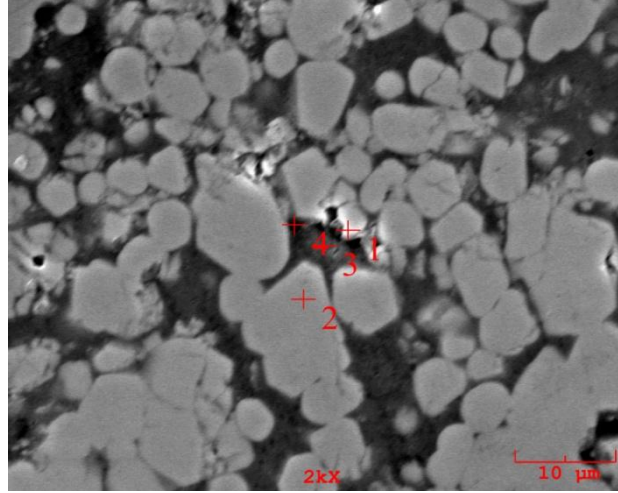


Element,ağ.%	1	2	3
Al	100.000	50.125	67.790
Nb	-	49.875	20.280
O	-	-	11.930

Şekil 5.27. %47Al içerikli 850°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüleri incelendiğinde tanlerin büyümüş olduğu göze çarpmaktadır. Yine uzun sinterleme süresinden dolayı tanelerin şekli köşeli bir yapı almıştır. EDS sonuçlarında intermetalik faz %50Al olarak çıkmıştır ki bu istenilen sonuca yakın bir ve başarılı bir sonuçtur.

Şekilde 5.28’de %47Al içerikli 900°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

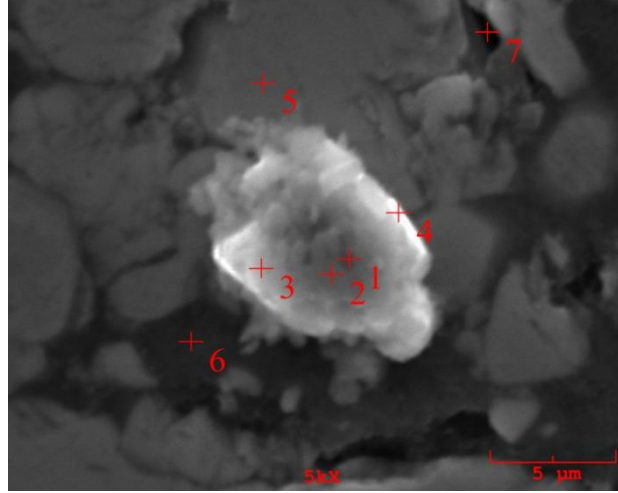


Element,ağ.%	1	2	3	4
Al	52.468	50.242	100.000	88.065
Nb	47.532	49.758	-	11.935
O	-	-	-	-

Şekil 5.28. %47Al içerikli 900°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

Köşeli tane yapısına sahip olduğu görülmektedir. Yer yer poroziteler ve tanelerde çatlaklar mevcuttur. Bu da yapının gevrekleştiğinin göstergesidir. EDS analizlerinden intermetalik %50Al oranında oluştuğu anlaşılmaktadır. Katı eriyik Nb yine EDS sonuçlarında gözlenmemiştir.

Şekilde 5.29’de %47Al içerikli 950°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

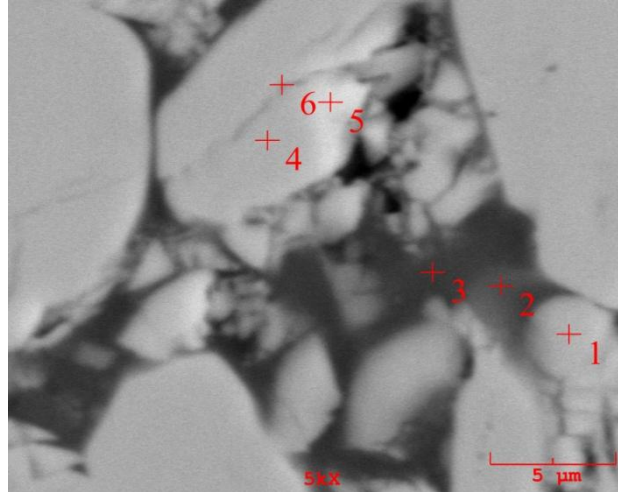


Element,ağ.%	1	2	3	4	5	6	7
Al	100.000	96.883	98.227	51.994	49.232	95.518	51.399
Nb	-	-	-	44.192	48.627	3.780	44.991
O	-	3.117	1.773	3.813	2.141	0.703	3.610

Şekil 5.29. %47Al içerikli 950°C'de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüleri incelendiğinde numunenin büyük oranda oksitlendiği görülmektedir. Taneler irileşmiş ve birleşmeler devam etmiştir. Tanelerde yer yer çatlaklar mevcuttur. 800°C, 850°C ve 900°C de 5 saat sinterlenen numunelerde görülmeyen Nb katı eriyik oluşum bu yapıda EDS analizi yardımıyla gözelebilmektedir. İntermetaliğin ise %49 içerikli olduğu ve diğer numunelerden fazla bir gelişme göstermediği anlaşılmaktadır.

Şekilde 5.30'da %47Al içerikli 1000°C'de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

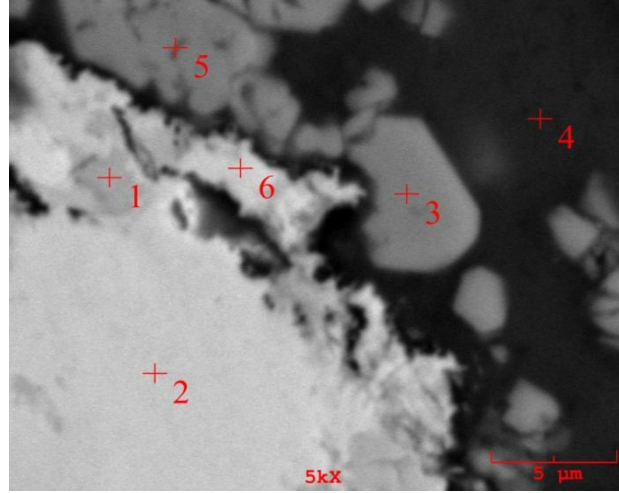


Element,ağ.%	1	2	3	4	5	6
Al	51.726	79.921	100.000	49.671	50.163	48.815
Nb	48.274	20.079	-	50.329	49.837	51.185
O	-	-	-	-	-	-

Şekil 5.30. %47Al içerikli 1000°C’de 5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüleri incelendiğinde tanelerin büyük oranda birleştiği ve sınırların kalktığı görülmektedir. Taneler artık yeterince irileşmiştir. Köşeli tane yapısı görülebilmektedir. EDS analizinde oksitlenme olmadığı gözlenmektedir. İntermetalik, %49Al içerikli bir şekilde meydana geldiği gözlenmektedir. Yine yapının istenen %47 Al içerikten yüksek çıkmasından dolayı bundan sonraki deneylerde alaşım miktarını tutturabilmek için alüminyum miktarı düşürülmesine karar verilmiştir. EDS analizinden katı eriyik Nb un alüminyumca zengin bir matris oluşturduğu görülebilmektedir.

Şekilde 5.31’de %40Al içerikli 800°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

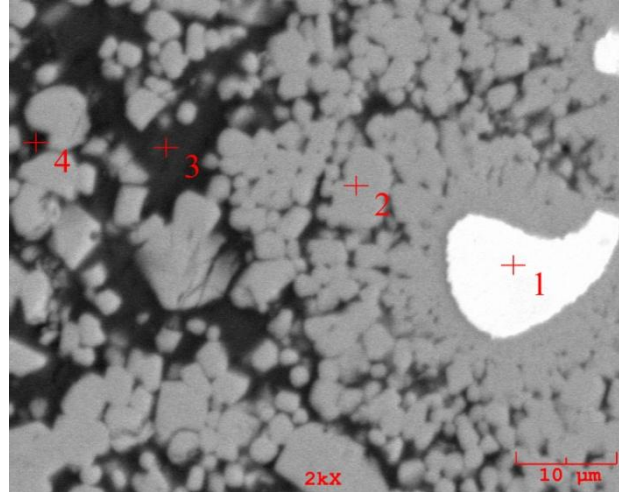


Element,ağ.%	1	2	3	4	5	6
Al	-	-	50.107	100.000	53.587	6.830
Nb	89.098	100.000	49.893	-	46.413	93.170
O	10.902	-	-	-	-	-

Şekil 5.31. %40Al içerikli 800°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüsü incelendiğinde 3 fazlı bir yapı görülmektedir: Metalik niobyum, intermetalik taneler ve bunları çevreleyen matris Al fazlarıdır. EDS analizinden yapıda oksitlenmenin çok düşük oranda olduğu gözlenmektedir. İntermetalik yapısı %50Al oranındadır. İstenilen %47Al’lik değere yakın bir değerdedir. Katı eriyik Nb ise yapıda görülmemektedir.

Şekilde 5.32’de %40Al içerikli 850°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

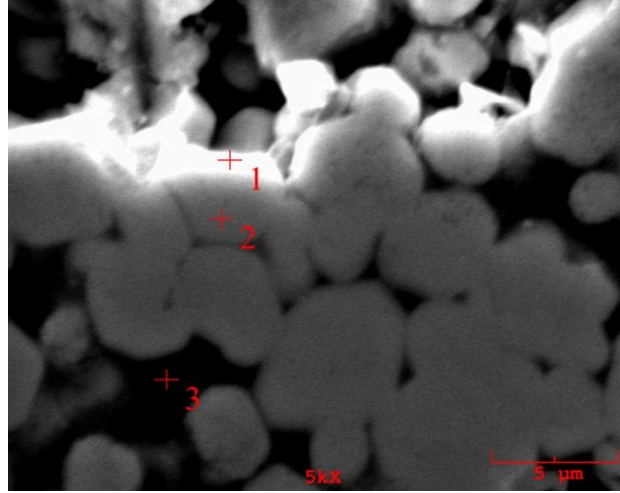


Element,ağ.%	1	2	3	4
Al	-	49.780	100.000	73.323
Nb	100.000	50.220	-	11.182
O	-	-	-	15.495

Şekil 5.32. %40Al içerikli 850°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüleri incelendiğinde 3 fazlı bir yapıdan oluştuğu görülmektedir; Metalik niobyum, etrafında intermetalik tane ve intermetalik tane etrafında matris Al. Taneler henüz çok küçük ve yuvarlak şekillidir. EDS analizinden intermetalik yapının %49Al oranında olduğu gözlenmektedir. Bu sonuç istenilen %47Al oranına çok yakındır. Numunede oksitlenmenin çok düşük olduğu ve katı eriyik Nb’un mevcut olmadığı görülmektedir.

Şekilde 5.33’de %40Al içerikli 900°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

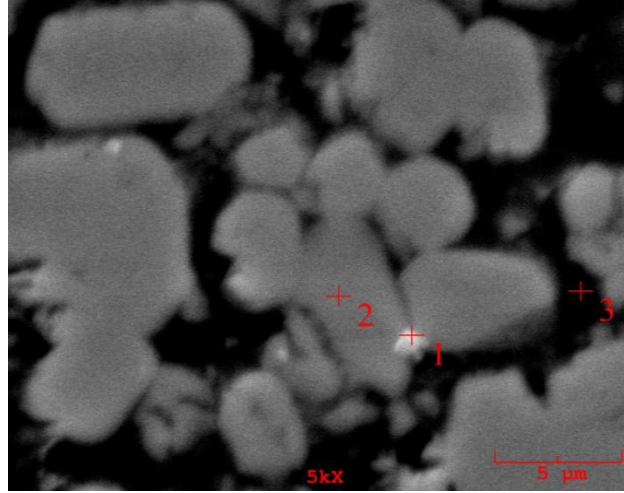


Element,ağ.%	1	2	3
Al	47.159	48.047	88.067
Nb	46.419	49.424	9.099
O	6.422	2.529	2.834

Şekil 5.33. %40Al içerikli 900°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

İki fazlı bir yapı görülmektedir. Tane sınırlarında ve yapıda oksitlenme görülmektedir. EDS analizinde katı ergiyik Nb varlığı gözlenmektedir. İntermetalik yapı %48Al oranında çıkmıştır. İstenilen değere çok yakın olduğundan sinterleme başarılıdır denilebilir. Tane yapısı keskinleşmeye başlamıştır. Taneler birleşmeye ve büyük taneler oluşturmaya başlamıştır.

Şekilde 5.34’de %40Al içerikli 950°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

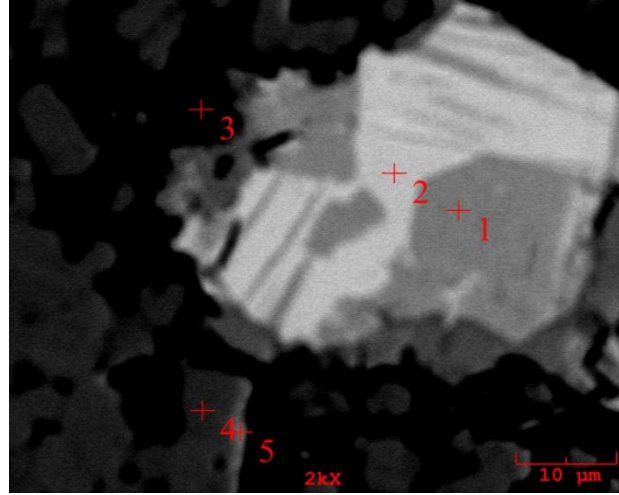


Element,ağ.%	1	2	3
Al	51.638	51.216	85.029
Nb	36.143	47.027	13.487
O	12.218	1.757	1.485

Şekil 5.34. %40Al içerikli 950°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüleri incelendiğinde tanelerin birleşmeye devam ettiği görülmektedir. Sınırlar artık ortadan kalkmaya başlamıştır. İki fazlı bir yapı görülmektedir. Yer yer oksit taneleri görülmektedir. EDS analizinden yapının oksitlendiği anlaşılmaktadır. Yine EDS analizinden katı eriyik Nb mevcudiyeti görülmektedir. İntermetalik %51Al oranında elde edilmiştir ki istenen değer olmasa bile yeterince yakındır.

Şekilde 5.35’de %40Al içerikli 1000°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

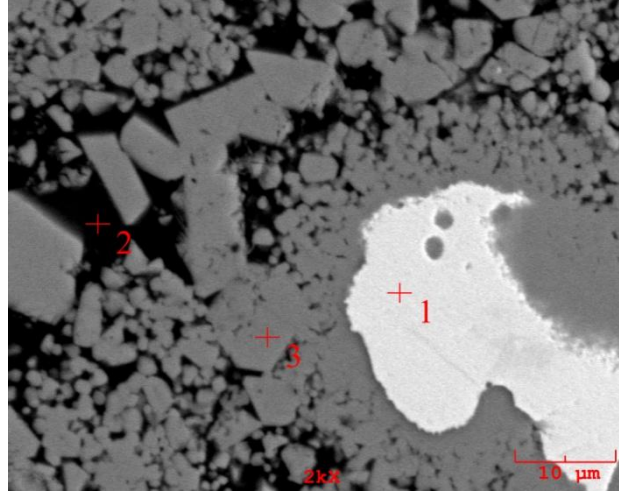


Element,ağ.%	1	2	3	4	5
Al	0.415	0.107	48.396	48.574	45.353
Nb	87.950	99.893	18.150	51.426	33.508
O	11.636	-	33.454	-	21.138

Şekil 5.35. %40Al içerikli 1000°C'de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

İntermetalğin %48Al oranında elde edildiği görülmektedir. Bu elde etmek istediğimiz sonuca yeterince yakın bir değerdir. Tanelerin sınırlarında oksitlenme görülmektedir. EDS analizi ile beyaz tanenin metalik Nb olduğu görülmektedir ancak bu genel olmaktan ziyade rastlantısal bir durumdur. Niobyumun matris Al içinde katı eriyik oluşturduğu yine EDS analizinden anlaşılmaktadır.

Şekilde 5.36'da %35Al içerikli 800°C'de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

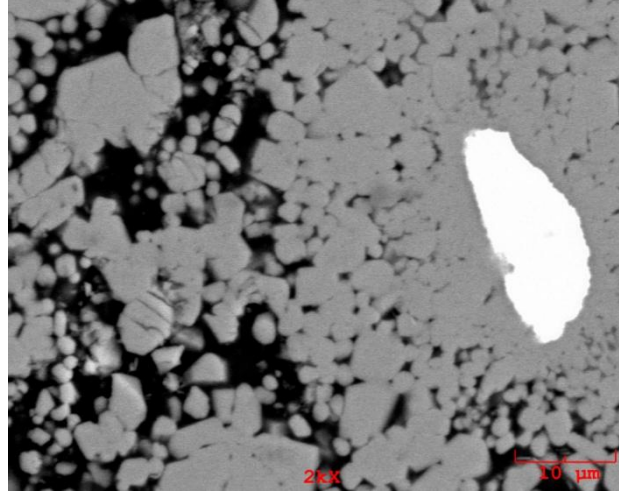


Element,ağ.%	1	2	3
Al	0.304	96.517	48.887
Nb	96.201	2.072	49.942
O	3.494	1.411	1.171

Şekil 5.36. %35Al içerikli 800°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüsü incelendiğinde yapının 3 fazdan oluştuğu görülmektedir. Metalik niobyum, intermetalik ve intermetalik tane etrafında matris Al görülmektedir. İri ve köşeli taneler görülse de genel olarak tanelerin yapısı küçük ve yuvarlak şeklindedir. EDS analizinde yapıda oksit bulunduğu görülmektedir. Matris Al içerisinde niobyumunun katı ergiyik oluşturduğu gözlenmektedir. Yine EDS sonuçlarında intermetalik yapının %48Al içerikli olduğu ve istenilen %47Al’lik orana yaklaşıldığı görülmektedir.

Şekilde 5.37’de %35Al içerikli 850°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

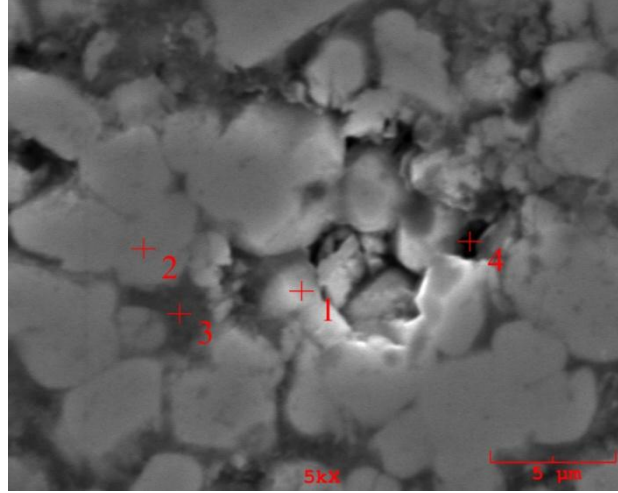


Element,ağ.%	1	2	3
Al	0.460	48.692	100.000
Nb	99.540	51.308	-
O	-	-	-

Şekil 5.37. %35Al içerikli 850°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüsü incelendiğinde 3 fazlı bir yapı görülmektedir; metalik Nb, intermetalik ve matris Al. Yapı diğer 850°C’de sinterlenen numunelerden farklı olarak %40Al’luk numunede olduğu gibi metalik niobyum içermektedir. Taneler diğer 850°C’de sinterlenen numuneler ile aynı karakteristikleri taşımaktadır. Yuvarlak ve küçük boyutludur. Taneler arasında birleşme başlamıştır. Bazı taneler üzerinde çatlaklar mevcuttur. EDS analizinde yapıda oksitlenme olmadığı gözlenmektedir. İntermetalik yapı %48Al oranında ortaya çıkmıştır ki istenen sonuca çok yakındır. Katı eriyik Nb mevcut olmadığı gözlenmektedir.

Şekilde 5.38’de %35Al içerikli 900°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

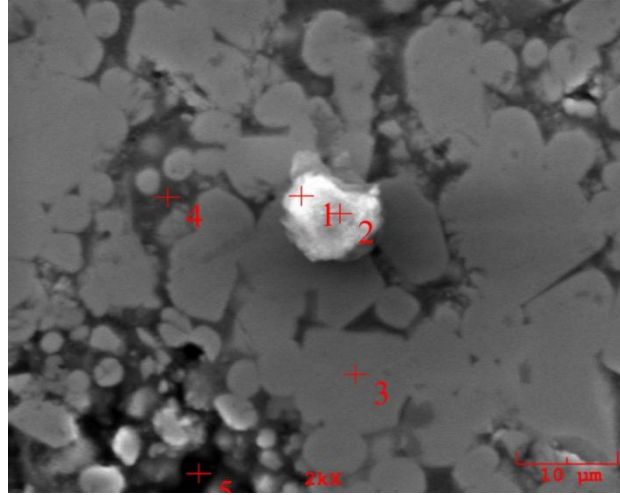


Element,ağ.%	1	2	3	4
Al	49.314	50.683	88.911	71.108
Nb	48.541	48.420	9.358	28.460
O	2.145	0.897	1.730	0.431

Şekil 5.38. %35Al içerikli 900°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

2 fazlı bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Taneler irileşmiş ve birleşme oranı artmıştır. Bazı noktalarda tane sınırı ortadan kalkmıştır. Tane sınırlarında oksit birikimi görülebilmektedir. EDS analizinden numunede oksitlenme olduğu görülmektedir. İntermetalik yapı %50Al oranında üretilmiştir. Yapıda katı eriyik Nb gözlenmektedir.

Şekilde 5.39’da %35Al içerikli 950°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

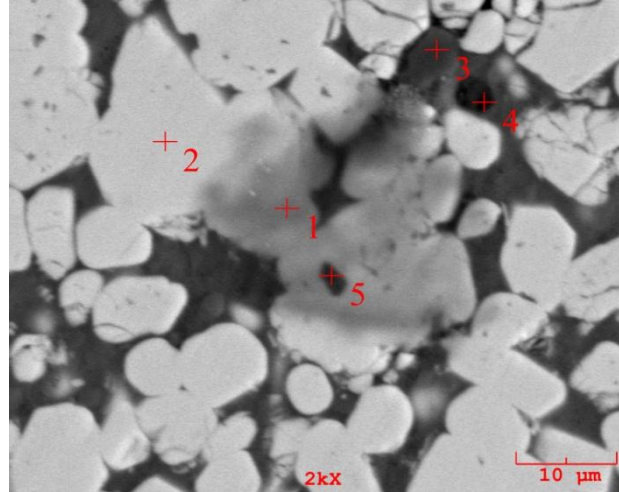


Element,ağ.%	1	2	3	4	5
Al	20.766	8.349	48.469	93.262	46.982
Nb	9.793	5.234	49.526	4.188	14.060
O	15.916	20.530	2.005	2.550	6.244

Şekil 5.39. %35Al içerikli 950°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

Numunenin diğer 950°C’deki numuneler gibi 2 fazlı bir yapıda olduğu görülmektedir. Taneler artık yüksek oranda kaynaşmış ve tane sınırları ortadan kalkmaya başlamıştır. EDS analizi incelendiğinde yapıda oksitlenmenin olduğu görülmektedir. İntermetalik yapı %48Al olarak çıkmıştır. Katı eriyik Nb gözlenmektedir.

Şekilde 5.40’da %35Al içerikli 1000°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir.

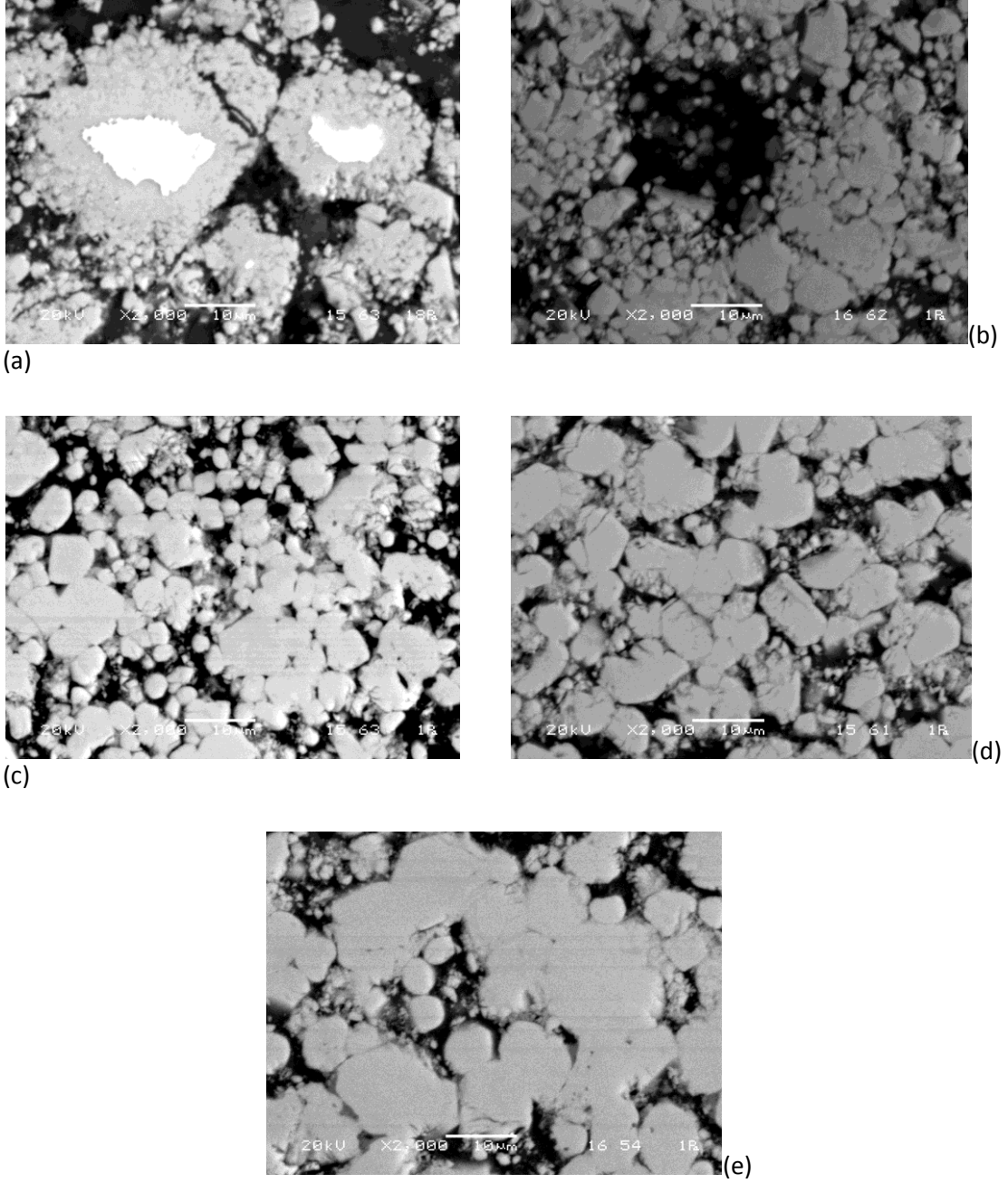


Element,ağ.%	1	2	3	4	5
Al	42.525	49.426	60.714	95.381	58.277
Nb	44.163	48.977	0.296	3.116	25.366
O	13.312	1.597	38.990	1.502	16.357

Şekil 5.40. %35Al içerikli 1000°C’de 2,5 saat sinterlenmiş numuneden alınan SEM görüntüsü ve EDS analizi

SEM görüntüsü incelendiğinde tanelerin iri yapıları görülmektedir. Birleşen tanelerde sınırlar ortadan kalkmıştır. Bazı tanelerde çatlaklar mevcuttur. EDS analizine göre numune yüksek oranda oksitlenmiştir. Katı eriyik Nb varlığı görülmektedir. İntermetalik yapı %49Al içerikli olduğu ve %47Al’ye yaklaştığını göstermektedir.

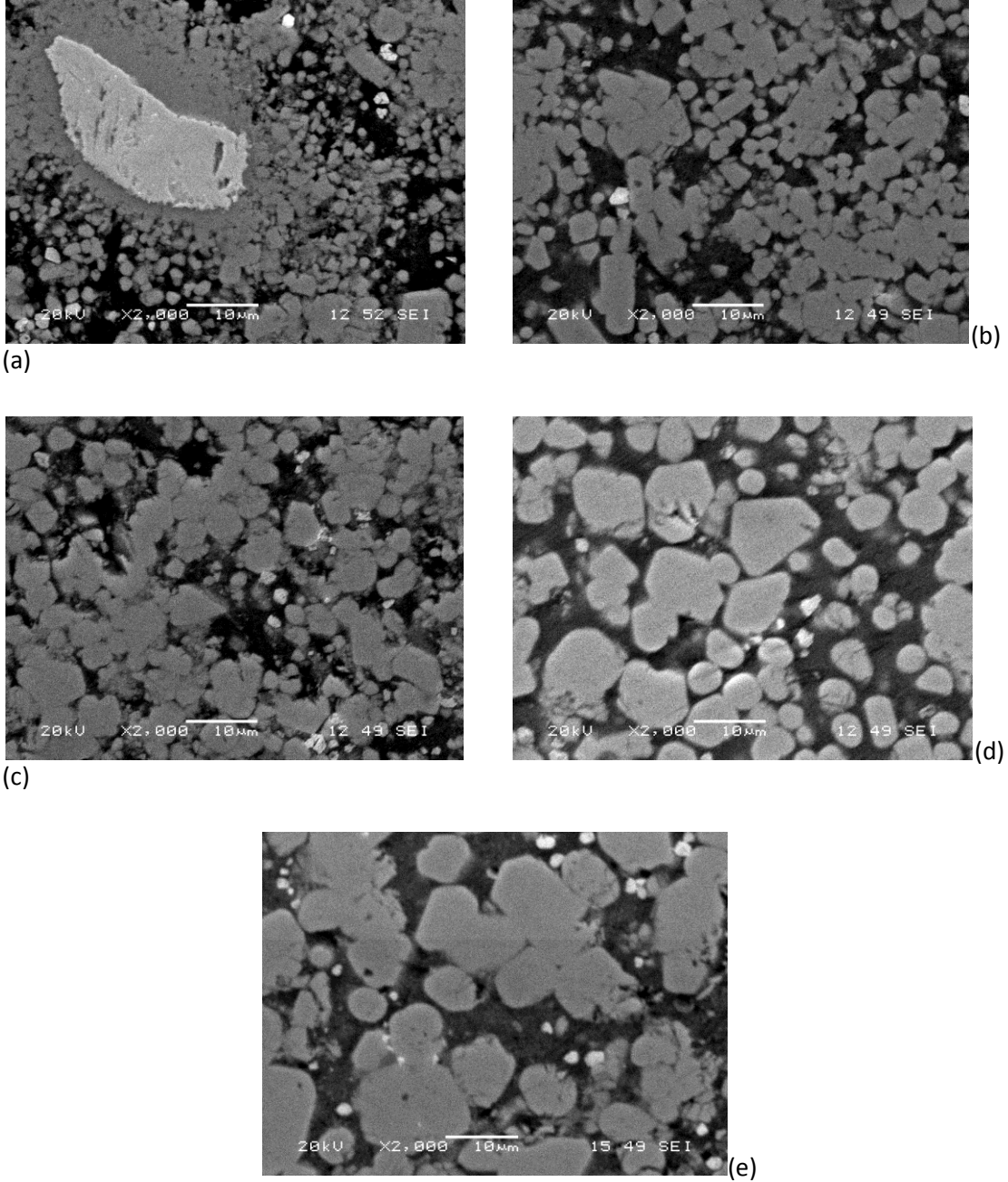
Şekil 5.41’de %47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması görülmektedir.



Şekil 5.41. %47Al içerikli ve 2 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a) 800°C, (b) 850°C, (c) 900°C, (d) 950°C, (e) 1000°C

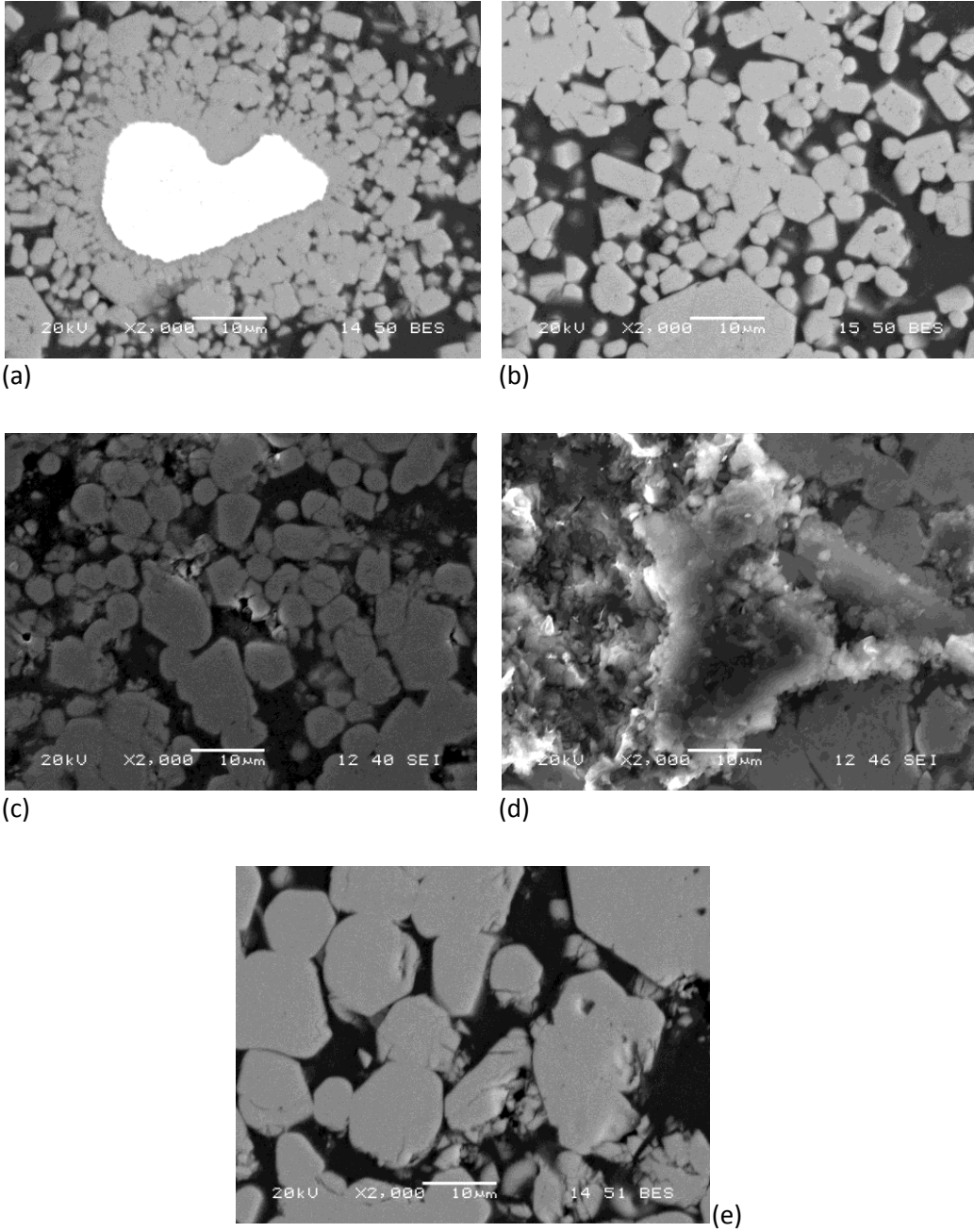
Görüntüler karşılaştırıldığında 3 fazlı tek yapının 800°C'de olduğu görülmektedir. Taneler artan sıcaklık ile irileşmiş ve kaynaşmıştır. 900°C sonrasında bu birleşen tanelerin arasında tane sınırları ortadan kalkmaya başlamıştır. 950°C'de tanelerde çatlaklar gözlenmektedir.

Şekil 5.42’de %47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması görülmektedir.



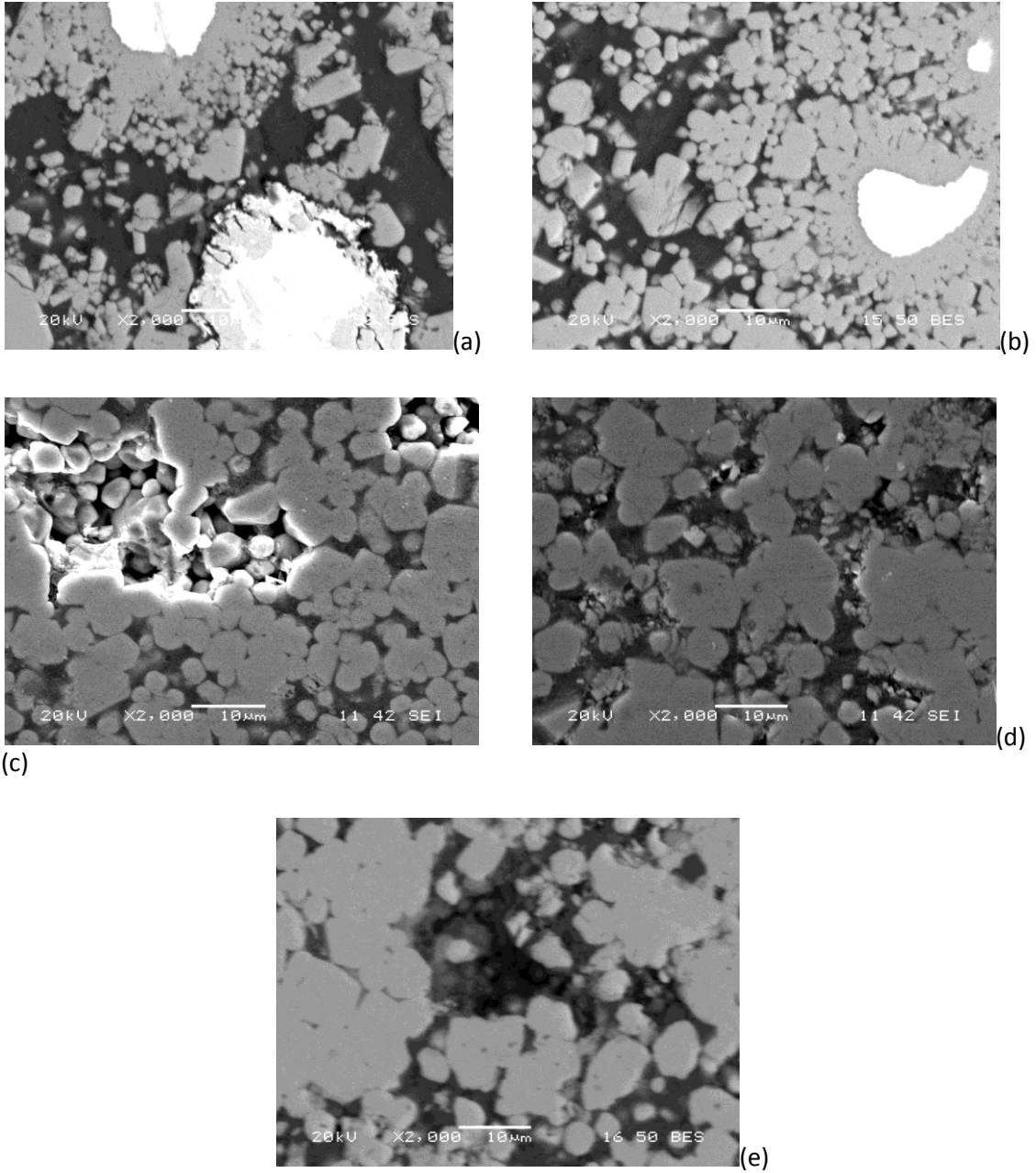
Şekil 5.42. %47Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a) 800°C, (b) 850°C, (c) 900°C, (d) 950°C, (e) 1000°C

Bu karşılaştırmada 2 saatlik numunelerde gözlenen gelişmeler görülmektedir. Oksitlenme biraz artmıştır. Şekil 5.43’de %47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması görülmektedir.



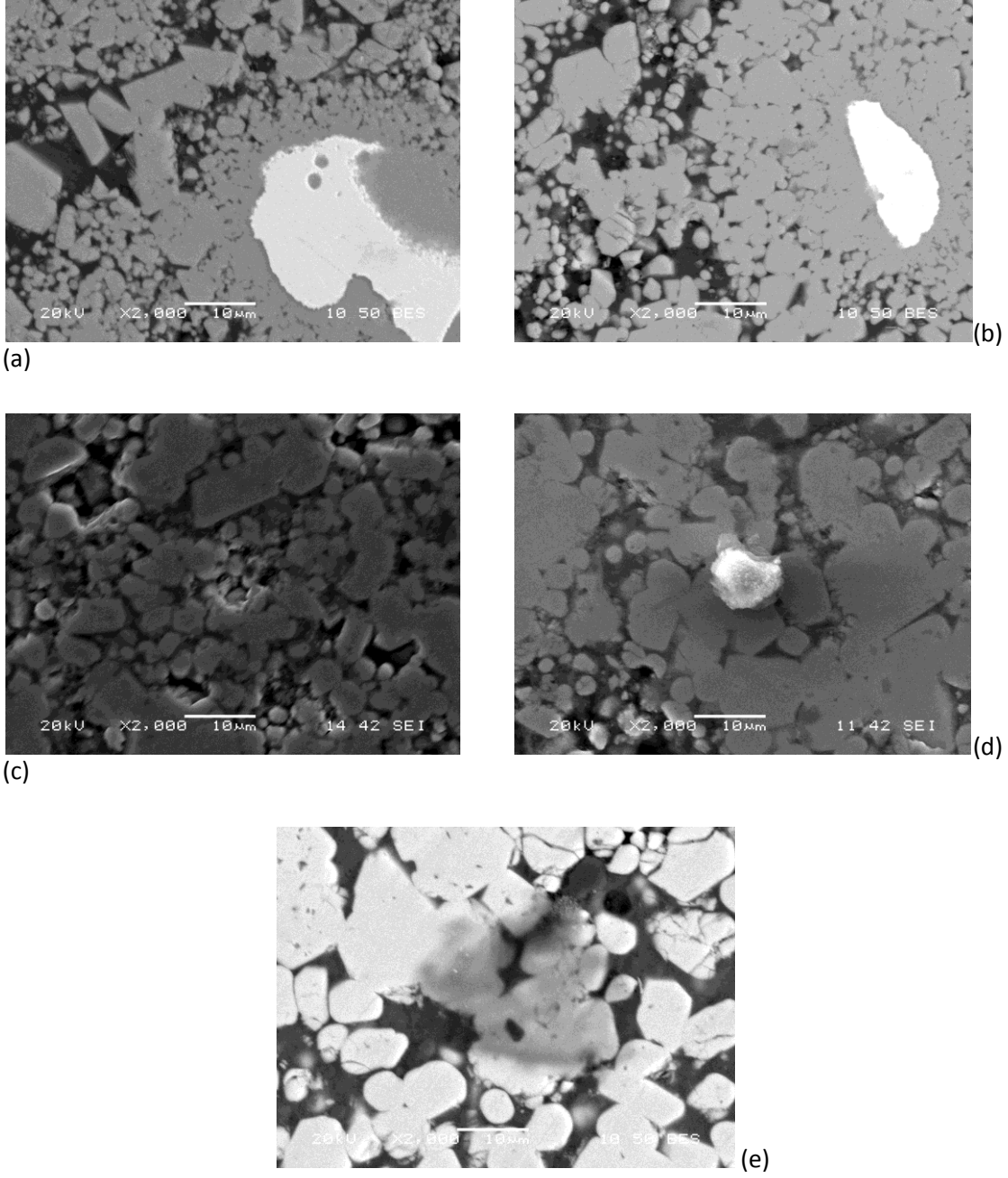
Şekil 5.43. %47Al içerikli ve 5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a) 800°C, (b) 850°C, (c) 900°C, (d) 950°C, (e) 1000°C

Mikroyapının gelişim 2 ve 2,5 saalik numunelerde gözlenen gelişmeye benzer şekilde ilerlemiştir. Ancak bu seride tanelerin boyutları daha büyük ve geniştir. 900 ve 1000°C de ise tanelerde çatlaklar gözlenmektedir. Şekil 5.44'de %40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması görülmektedir.



Şekil 5.44. %40Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a) 800°C, (b) 850°C, (c) 900°C, (d) 950°C, (e) 1000°C

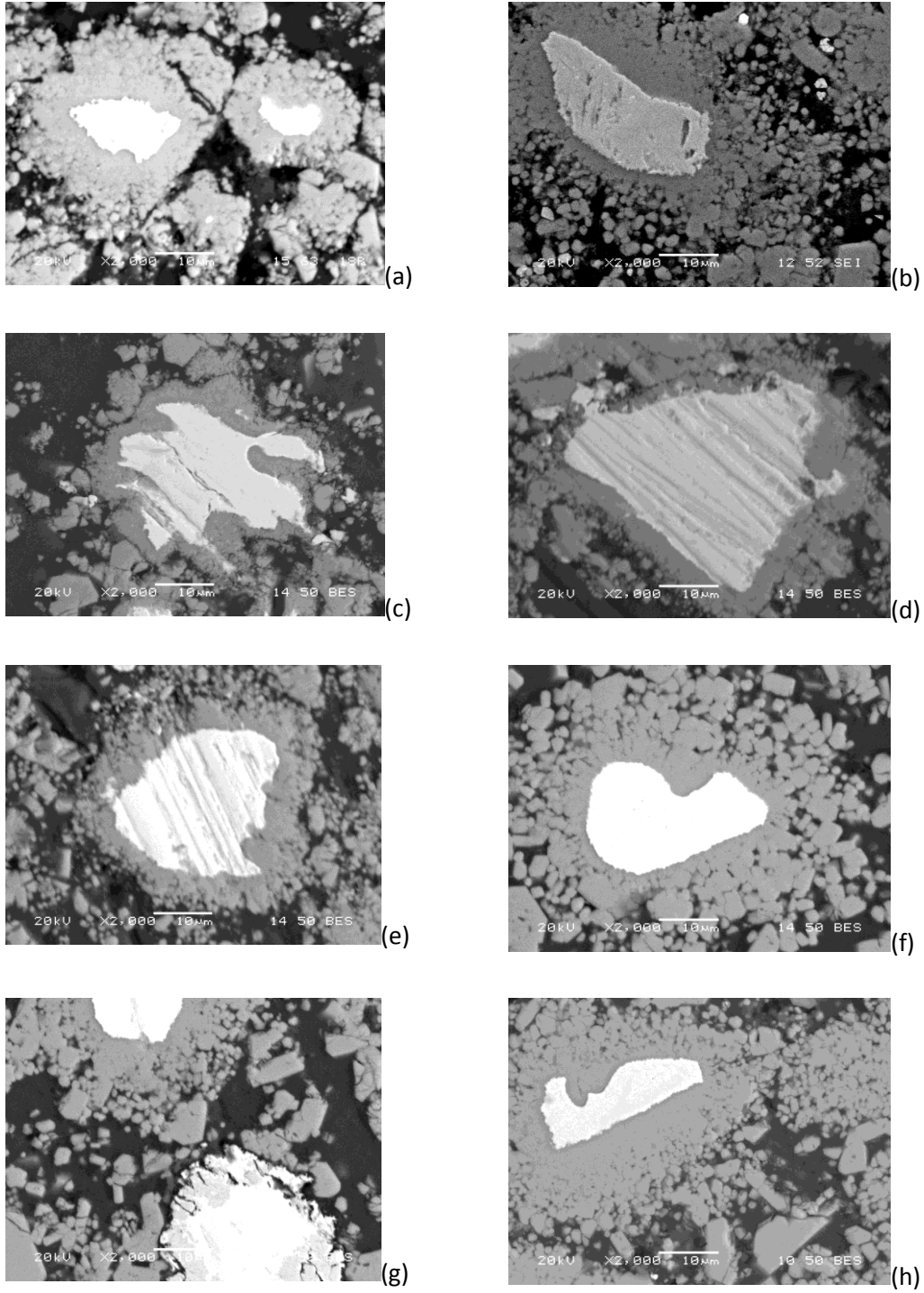
İlk defa bu seride 850°C’de de metalik Nb gözlenmektedir. Bunun haricinde önceki serilerde olduğu gibi taneler artan sıcaklık ile irileşmiş ve birleşmiştir. Şekil 5.45’de %35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması görülmektedir.



Şekil 5.45. %35Al içerikli ve 2,5 saat sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a) 800°C, (b) 850°C, (c) 900°C, (d) 950°C, (e) 1000°C

Bu seride de 850°C'de metalik Nb göze çarpmaktadır. 850 ve 1000°C'de taneler üzerinde çatlaklar mevcuttur. 900, 950 ve 1000°C'de oksitlenme görülmektedir. Taneler düzenli bir şekilde gelişmiştir.

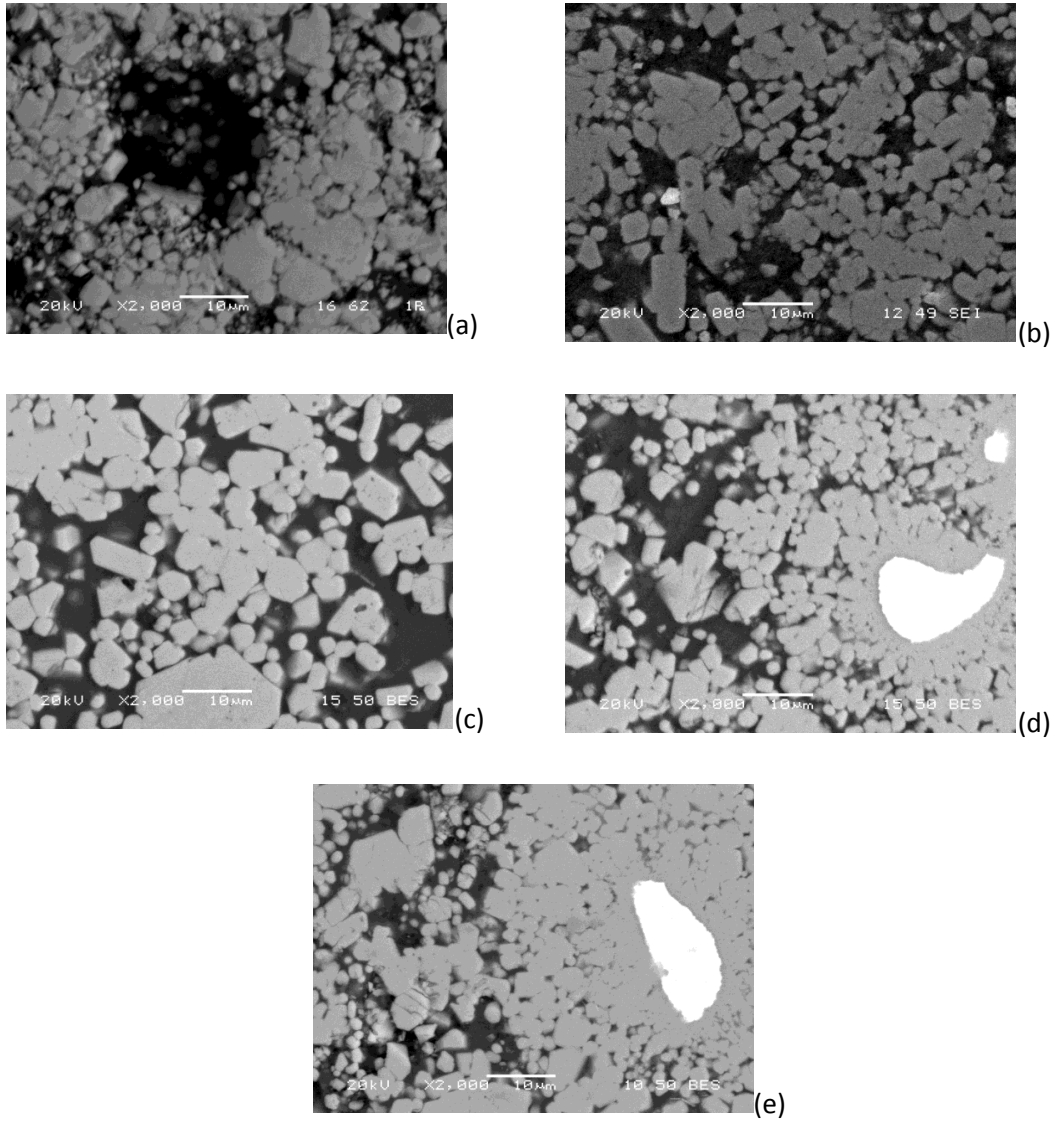
Şekil 5.46'da 800°C'de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması görülmektedir



Şekil 5.46. 800°C'de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a)%47Al (2h), (b) %47Al (2,5h), (c)%47Al (30 dk), (d)%47Al (1h), (e)%47Al (1,5h), (f)%47Al (5h), (g)%40Al (2,5h), (h)%35Al (2,5h)

Tüm numunelerde metalik Nb gözlenmektedir. Tanelerin boyutları ve şekilleride birbirine benzemekte olup yuvarlak şekilli ve küçük boyutludur.

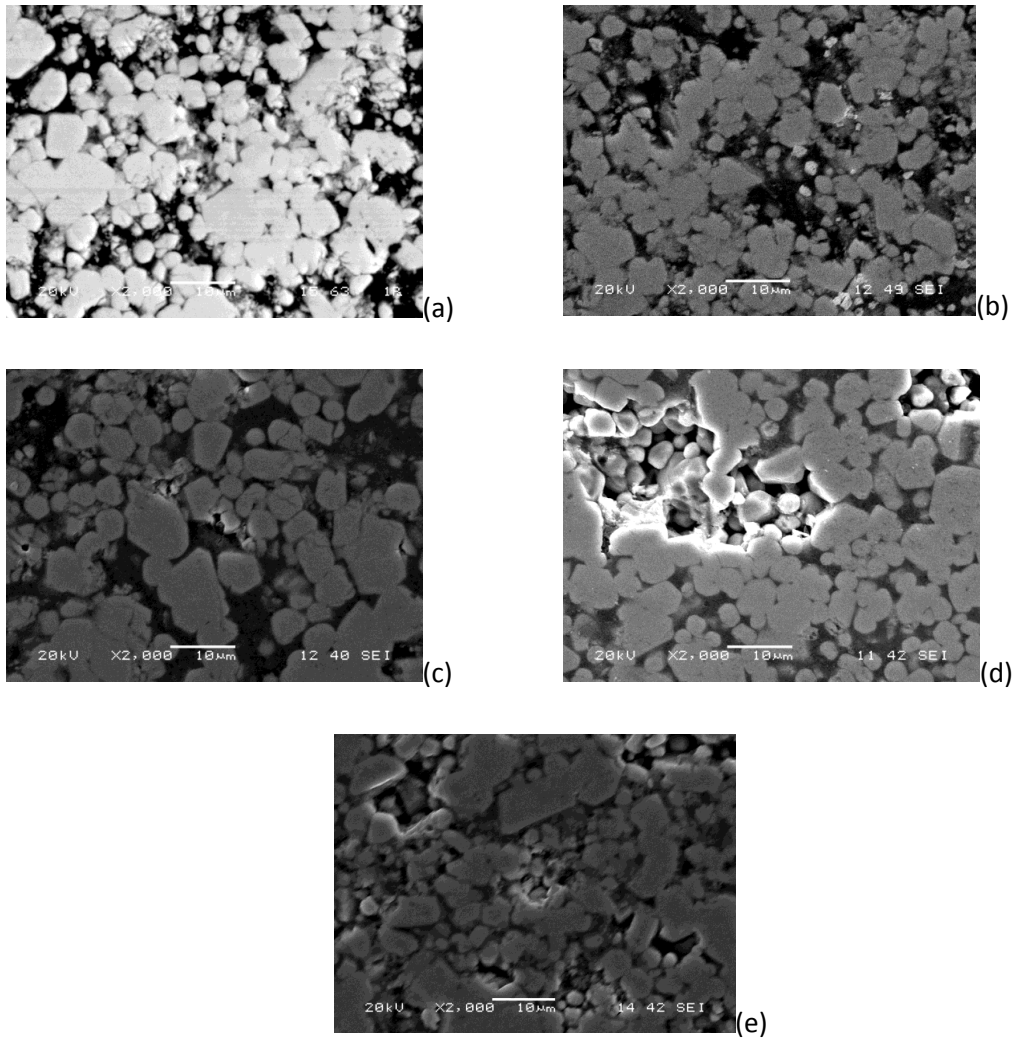
Şekil 5.47’de 850°C’de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması görülmektedir.



Şekil 5.47. 850°C’de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a)%47Al (2h), (b) %47Al (2,5h), (c)%47Al (5h), (d)%40Al (2,5h), (e)%35Al (2,5h)

Sadece %40 ve %35Al'lik numunelerde metalik niobyum yapısı görülmektedir. Tane boyutları ve şekilleri birbirine benzemektedir. En iri tane yapısına 5 saatlik numune sahiptir.

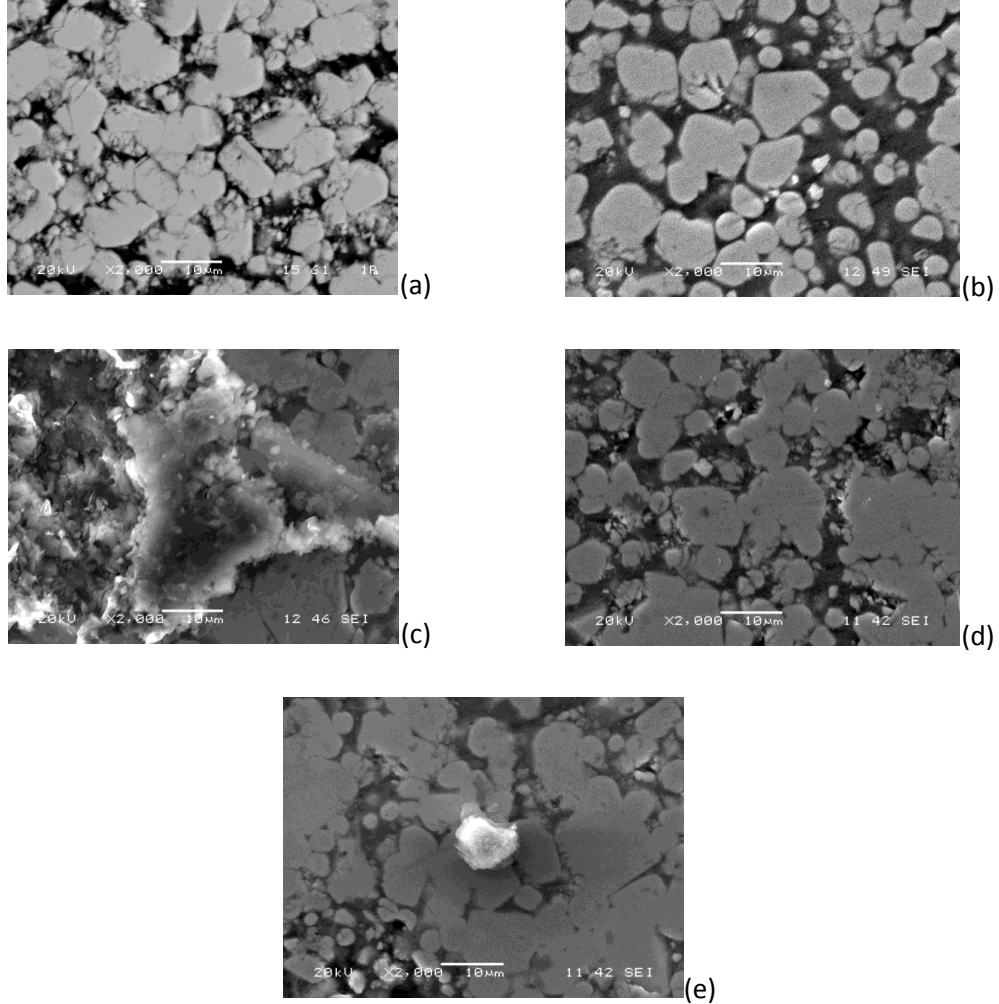
Şekil 5.48'de 900°C sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerin karşılaştırılması görülmektedir.



Şekil 5.48. 900°C'de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması: (a)%47Al (2h), (b) %47Al (2,5h), (c)%47Al (5h), (d)%40Al (2,5h), (e)%35Al (2,5h)

Yapılar 2 fazlıdır. Artık metalik niobyum görülmemektedir. En iri tane yapısı 5 saatlik numuneye aittir.

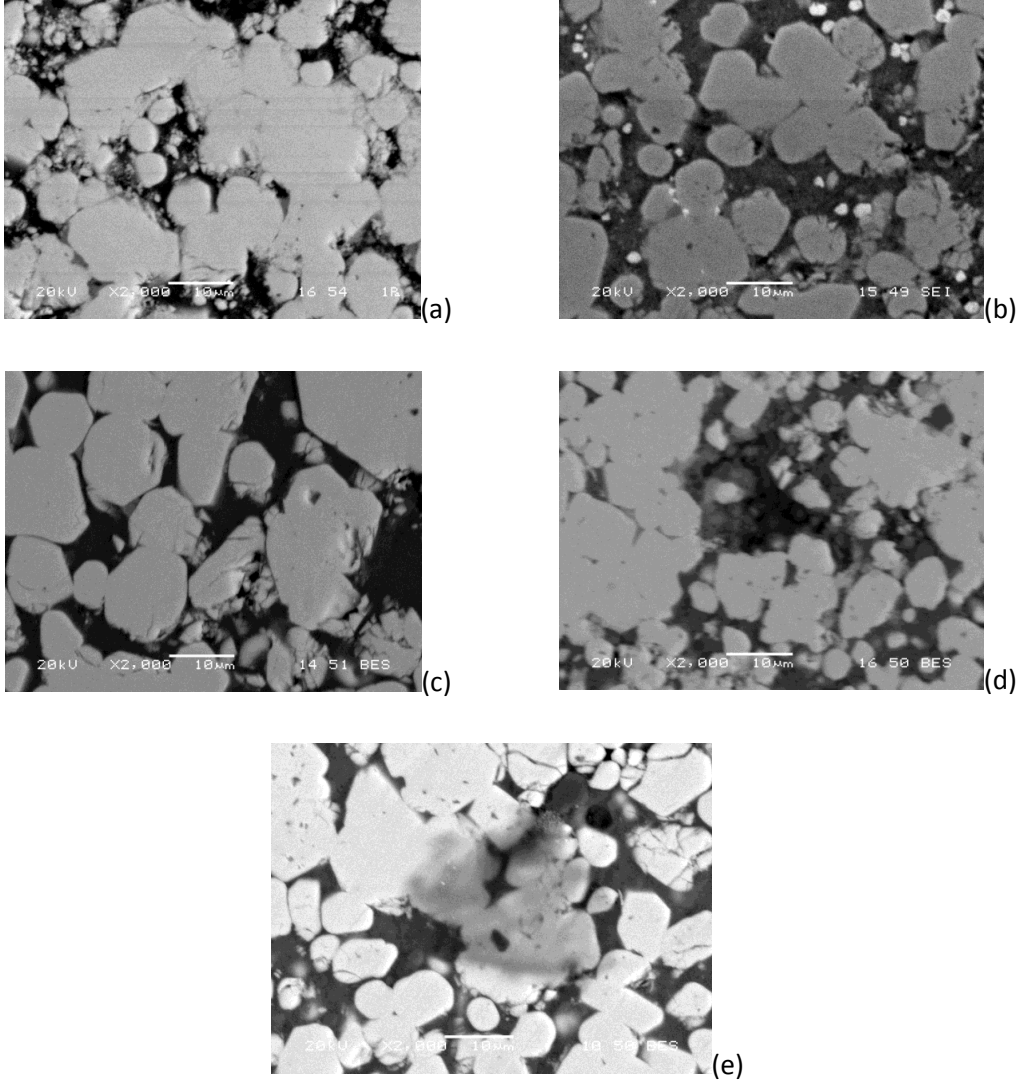
Şekil 5.49'de 950°C sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması görülmektedir.



Şekil 5.49. 950°C'de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a)%47Al (2h), (b) %47Al (2,5h), (c)%47Al (5h), (d)%40Al (2,5h), (e)%35Al (2,5h)

En çok birleşmiş numune %35Al'li numunedir. %47Al (2h)'lik numunede çatlaklar görülmektedir. En iri tane yapısı ve en fazla oksidasyon %47Al(5h)'lik numunede görülmektedir. Mikroyapılar büyük oranda birbirlerine benzemektedir.

Şekil 5.50'de 1000°C sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması görülmektedir.

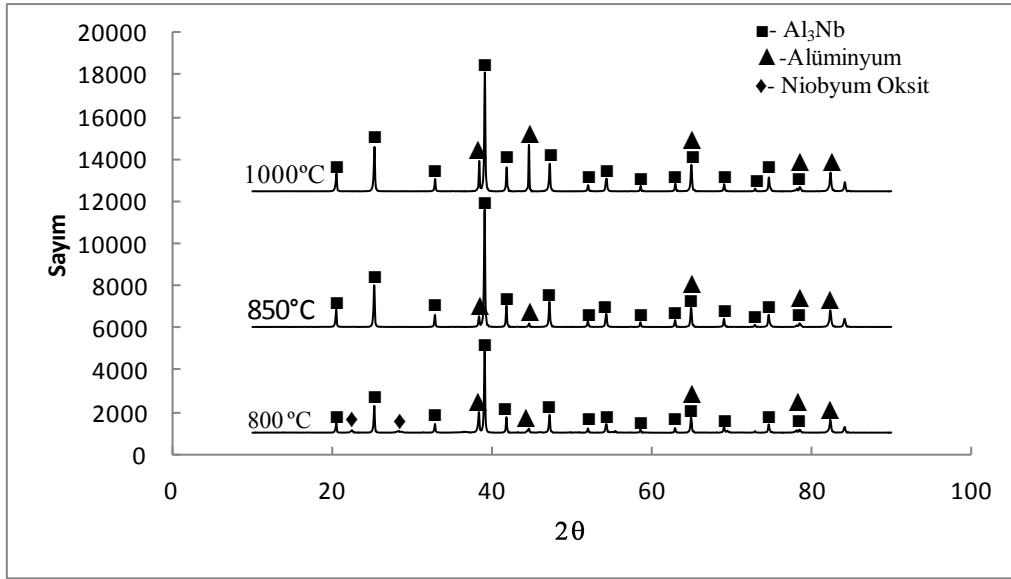


Şekil 5.50. 1000°C'de sinterlenmiş numunelerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması; (a)%47Al (2h), (b) %47Al (2,5h), (c)%47Al (5h), (d)%40Al (2,5h), (e)%35Al (2,5h)

En iri tane yapısı 5 saatlik numuneye aittir. Numunelerin tamamında tane üzerinde çatlak görülmektedir. Tanelerin birleşimi ve mikroyapılar birbirine benzemektedir.

5.4.3. XRD Sonuçları

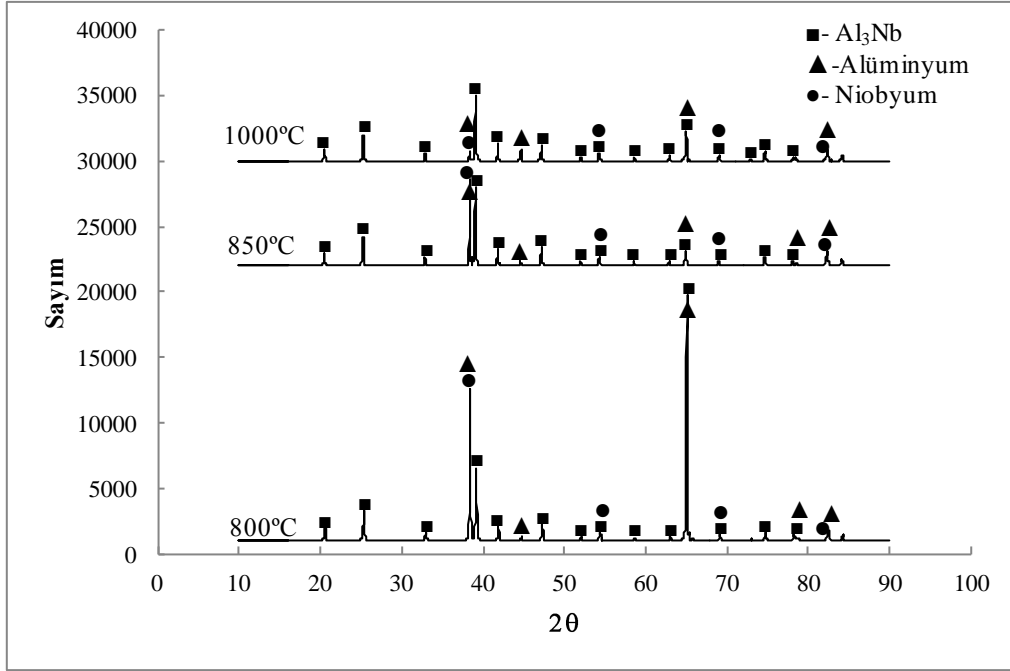
Şekil 5.51’de %47Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C’de 2 saat sinterleme işlemi görmüş numunelerin XRD analizi görülmektedir.



Şekil 5.51. %47Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C’de 2 saat sinterleme işlemi görmüş numunenin XRD analizi

Analize bakıldığında 3 numunede de intermetalik yapının NbAl₃ olduğu gözlenmiştir. Her ne kadar istenen birleşimden uzak olsada mikroyapının istenilen intermetalliği oluşturduğu görülmektedir. Piklerin büyük çoğunluğu NbAl₃’dür, bir kısım Al da vardır.

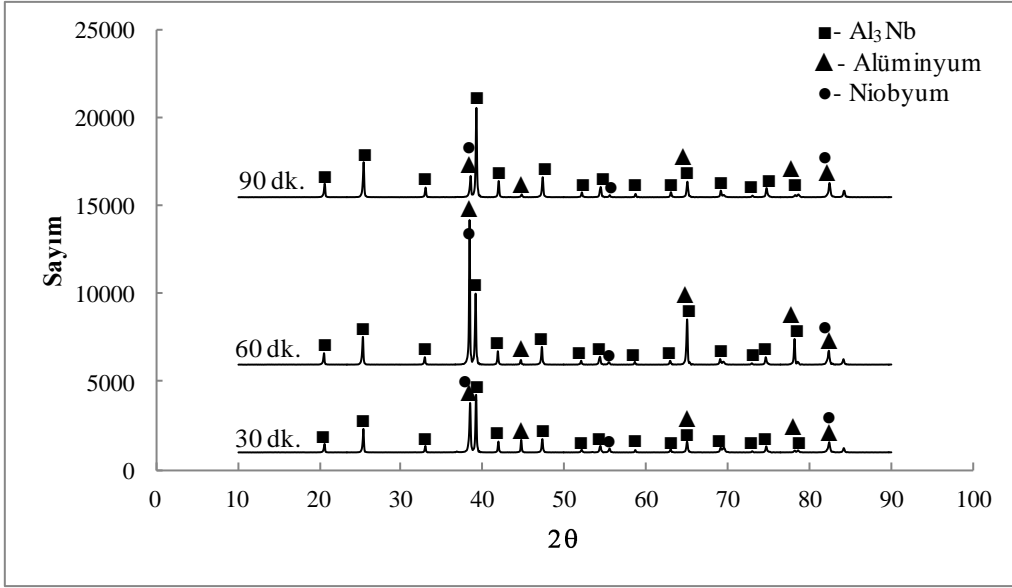
Şekil 5.52’de %47Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C’de 2,5 saat sinterleme işlemi görmüş numunelerin XRD analizi görülmektedir.



Şekil 5.52. %47Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C'de 2,5 saat sinterleme işlemi görmüş numunelerin XRD analizi

XRD sonuçları incelendiğinde 3 fazlı yapı açık bir şekilde görülmektedir. Nb ve Al piklerinin en sert olduğu noktada çakıştığı görülmektedir. İntermetalik olarak $NbAl_3$ elde edilmiştir ki bu istenilen sonuçtur. En yüksek pikler intermetalığı göstermektedir. Buradan da numunenin istenildiği gibi oluşturulduğu anlaşılabilir.

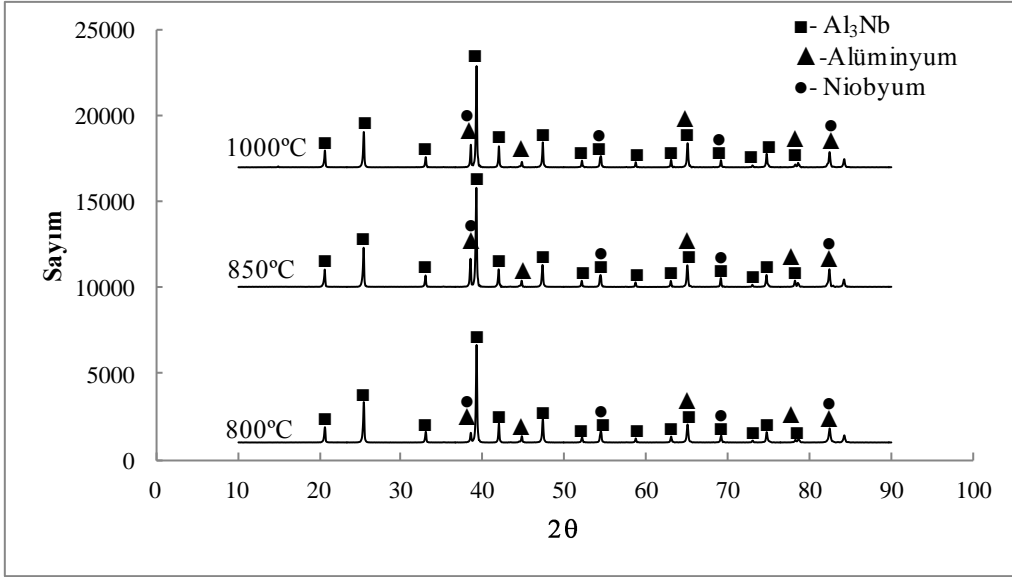
Şekil 5.53'de %47Al içerikli ve 800°C'de 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika sinterleme işlemi görmüş numunelerin XRD analizi görülmektedir.



Şekil 5.53. %47Al içerikli ve 800°C’de 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika sinterleme işlemi görmüş numunelerin XRD analizi

XRD analizi incelendiğinde çok sert Nb pikleri göze çarpmaktadır. Bundan başka numunede büyük oranda NbAl₃ görülmektedir. Bu da numunenin beklenen şekilde oluştuğunu göstermektedir.

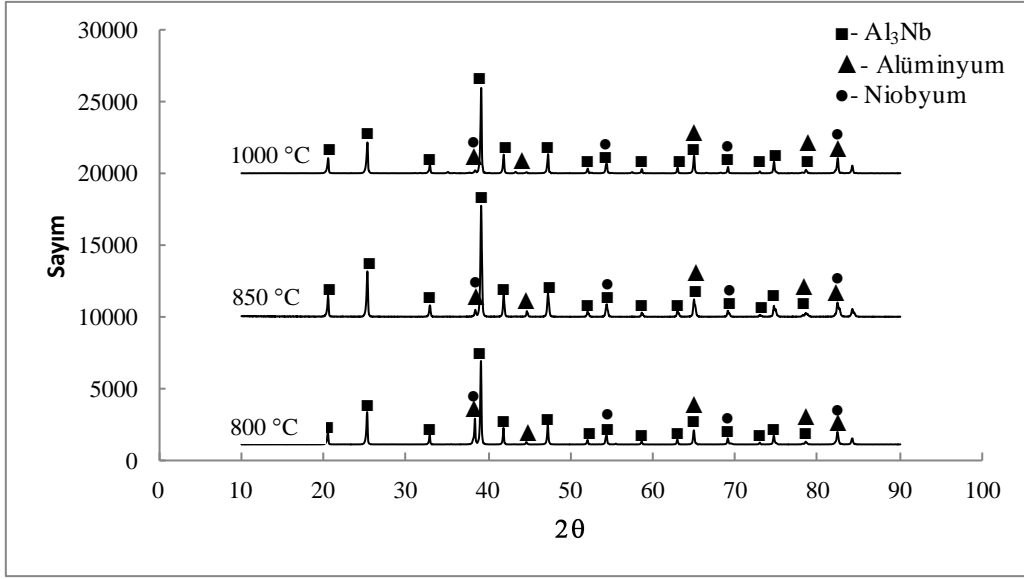
Şekil 5.54’de %47Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C’de 5 saat sinterleme işlemi görmüş numunelerin XRD analizi görülmektedir.



Şekil 5.54. %47Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C'de 5 saat sinterleme işlemi görmüş numunelerin XRD analizi

XRD analizi incelendiğinde bir miktar Nb ve çok miktarda Al₃Nb pikine sahip olduğu görülebilir. Keskin Al piklerinin varlığında gözlenebilmektedir. Ayrıca Nb ile Al piklerinin bazı piklerde çakıştığı görülmektedir.

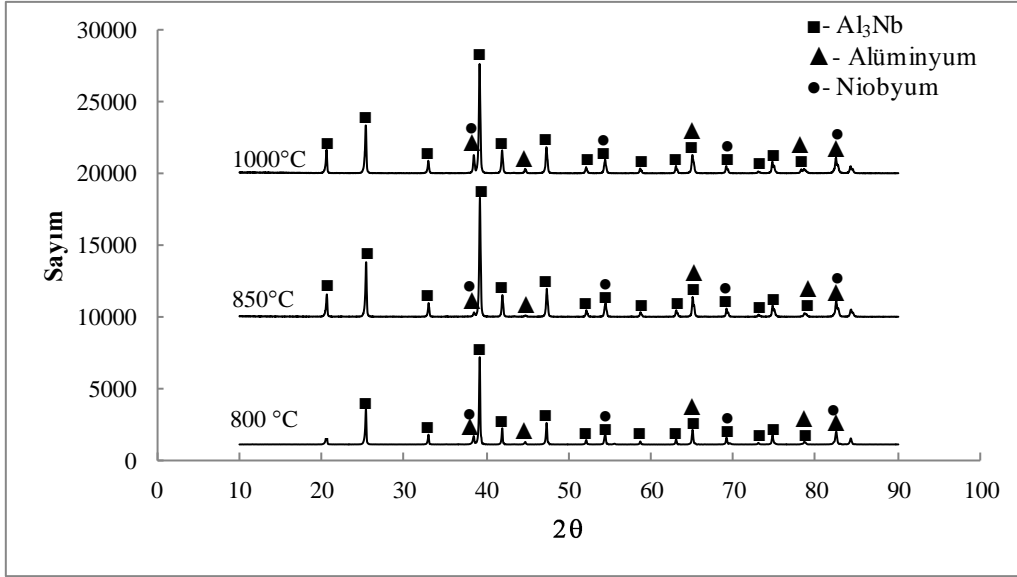
Şekil 5.55'de %40Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C'de 2,5 saat sinterleme işlemi görmüş numunenin XRD analizi görülmektedir.



Şekil 5.55. %40Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C'de 2,5 saat sinterleme işlemi görmüş numunenin XRD analizi

XRD analizi incelendiğinde bir miktar Nb ve Al pikleri ile çok miktarda $NbAl_3$ pikleri görülmektedir. En keskin Nb ve Al pikleri üst üste bindiği görülmektedir. Bunun haricinde yapıda beklenen intermetalğin oluştuğu anlaşılmaktadır.

Şekil 5.56'da %35Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C'de 2,5 saat sinterleme işlemi görmüş numunenin XRD analizi görülmektedir.



Şekil 5.56. %35Al içerikli ve 800°C, 850°C ve 1000°C'de 2,5 saat sinterleme işlemi görmüş numunenin XRD analizi

XRD analizi incelendiğinde yine düşük sertlikte birçok Al_2O_3 piki, çok sayıda $NbAl_3$ piki ve az miktarda Nb ve Al pikleri görülmektedir. Nb ile Al piklerinin çakıştığı görülmektedir.

5.4.4. Sertlik Deney Sonuçları

Metalik ve intermetalik bileşenlerden oluşan yapılarda kitle halinde sertlik ölçümü çok sağlıklı sonuçlar vermeyebilir. Zira metalik bileşenin sertliği oldukça düşük iken intermetalik bileşen bariz şekilde daha yüksek sertliğe sahiptir. Örneğin, laminat kompozit üretmek için oluşturulan $TiAl_3$ bileşeni 600 HV, $NiAl_3$ bileşeni ise 900 HV civarında sertlik değerlerine sahip iken metalik bileşen olan Ti ve Ni'in sertlikleri sırasıyla 100 ve 140 HV civarındadır.

Bu çalışmada karışımın sertliği ölçülmüştür. Sertliğe etki eden faktör, yapıdaki alüminid fazın miktarıdır. Sertlik izi bir alüminid bileşenin üzerine düşmüş olsa dahi

alüminid bileşenin komşusu (özellikle alt kısmındaki) metalik alüminyumun kolayca şekil deęiřtirmesi nedeniyle saęlıklı ölçüm yapılması oldukça zordur.

Genel sertlik ortalaması 176,77 HV dir. Yapılan ölçümlerde en sert yapılar %35Al içerikli numunelere ait çıkmıştır. En sünek seri ise 5 saatlik seridir. Numuneler içerisinde en sert yapı %40Al içerikli 1000°C 2,5 saat sinterlenmiş numuneye aittir. En sünek yapı ise %47Al içerikli 800°C 30 dakika sinterlenmiş numuneye aittir.

Numunelerin en az üç deęişik noktasından sertlik deęeri alınmıştır. Tablo 5.2'de sertlik deney sonuçları görölmektedir.

Tablo 5.2. Sertlik deney sonuçları

UYGULANAN İŞLEMLER	KENAR	ORTA	KENAR	ORTALAMA
%47Al içerikli 800°C 2 saat sinter	218 HV	230 HV	257 HV	238 HV
%47Al içerikli 850°C 2 saat sinter	235 HV	228 HV	241 HV	235 HV
%47Al içerikli 900°C 2 saat sinter	289 HV	249 HV	215 HV	251 HV
%47Al içerikli 950°C 2 saat sinter	213 HV	205 HV	196 HV	205 HV
%47Al içerikli 1000°C 2 saat sinter	269 HV	257 HV	247 HV	258 HV
%47Al içerikli 800°C 2,5 saat sinter	190 HV	229 HV	224 HV	214 HV
%47Al içerikli 850°C 2,5 saat sinter	243 HV	259 HV	212 HV	238 HV
%47Al içerikli 900°C 2,5 saat sinter	278 HV	307 HV	193 HV	259 HV
%47Al içerikli 950°C 2,5 saat sinter	261 HV	242 HV	201 HV	235 HV
%47Al içerikli 1000°C 2,5 saat sinter	178 HV	252 HV	194 HV	208 HV
%47Al içerikli 800°C 30 dakika sinter	145 HV	132 HV	145 HV	141 HV
%47Al içerikli 800°C 1 saat sinter	242 HV	271 HV	251 HV	255 HV
%47Al içerikli 800°C 1,5 saat sinter	222 HV	219 HV	204 HV	215 HV
%47Al içerikli 1000 C(2h)-400 C(2)-650 C(30 min)-900 C(4h) sinter	204 HV	283 HV	217 HV	235 HV
%47Al içerikli 800°C 5 saat sinter	323 HV	197 HV	321 HV	280 HV
%47Al içerikli 850°C 5 saat sinter	184 HV	262 HV	189 HV	212 HV
%47Al içerikli 900°C 5 saat sinter	205 HV	211 HV	220 HV	212 HV
%47Al içerikli 950°C 5 saat sinter	219 HV	199 HV	242 HV	220 HV
%47Al içerikli 1000°C 5 saat sinter	170 HV	243 HV	220 HV	211 HV
%40Al içerikli 800°C 2,5 saat sinter	230 HV	278 HV	217 HV	242 HV

%40Al içerikli 850°C 2,5 saat sinter	190 HV	228 HV	244 HV	221 HV
%40Al içerikli 900°C 2,5 saat sinter	290 HV	304 HV	278 HV	291 HV
%40Al içerikli 950°C 2,5 saat sinter	260 HV	281 HV	243 HV	261 HV
%40Al içerikli 1000°C 2,5 saat sinter	356 HV	368 HV	306 HV	343 HV
%35Al içerikli 800°C 2,5 saat sinter	330 HV	267 HV	386 HV	328 HV
%35Al içerikli 850°C 2,5 saat sinter	268 HV	249 HV	308 HV	275 HV
%35Al içerikli 900°C 2,5 saat sinter	270 HV	251 HV	264 HV	262 HV
%35Al içerikli 950°C 2,5 saat sinter	291 HV	267 HV	259 HV	272 HV
%35Al içerikli 1000°C 2,5 saat sinter	294 HV	265 HV	287 HV	282 HV

BÖLÜM 6. SONUÇLAR

- 1- Metalik niobyum ve alüminyum tozları kullanılarak hâkim olarak niobyum alüminid ve alüminyum bileşenlerinden oluşan malzemeler üretilebilmiştir.
- 2- Düşük sıcaklık ve / veya kısa sürelerde oluşan alüminid küresel formda iken sıcaklık artışı veya süre uzaması ile düzgün köşeli formlar almıştır.
- 3- Artan pişirme sıcaklıklarında alüminid bölgeleri genişlemiştir.
- 4- Sıcaklığın sabit tutulup deney süresinin artırılması durumunda numunelerin tane yapısında bir irileşme gözlenmiştir.
- 5- Artırılan sıcaklık ile taneler kaynaşmaya başlamış ve bunun neticesinde iri boyutlu taneler ortaya çıkmıştır
- 6- Tüm numunelerde 800°C ile %40 ve %35Al içerikli numunelerin 850°C'sinde matris Al, metaik Nb ve intermetalik yapı olmak üzere 3 faz gözlenirken 900°C, 950°C ve 1000°C'de ise matris Al ve intermetalik yapıdan oluşan 2 fazlı yapı gözlenmiştir.
- 7- 900, 950 ve 1000°C'de ki yapılarda alüminyumun niobyum içeriğinde artış vardır (Al-Nb katı çözültisi).
- 8- Genellikle 850°C'de başlayan kaynaşma 900°C'de artmış, 950°C'de tane sınırları ortadan kalkmaya başlamış ve 1000°C'de tane sınırları büyük oranda ortadan kalkmıştır.
- 9- %12,5Al ve %7Al içerikli numuneler yüksek oksitlenmeden ve toz parçalarını bir arada tutacak matris Al eksikliğinden dolayı toz halinde elde edilmiştir.
- 10- %47Al oranında ki numunelerde intermetalik yapı ortalama %70Al oranında elde edilmiştir. Bu istenilenden çok uzaktır. Ancak XRD sonuçlarında intermetaliklerin istenilen NbAl₃ şeklinde olduğu anlaşılmıştır.

- 11- %40Al içeren numunelerde intermetalik yapı ortalama %48,5 oranında elde edilmiştir. Her ne kadar %47Al oranına yaklaşılmışsa da amaca ulaşmamıştır.
- 12- %35Al oranına sahip numunelerde intermetalik yapı ortalama %48 oranında elde edilerek en başarılı numuneler olmuşlardır.
- 13- NbAl₃ intermetalığının serbest enerjinin diğer iki yapıdan daha negatif olduğu literatürden görülmektedir [10, 23]. Yani NbAl₃ oluşmaya daha meyillidir ve kararlıdır. Bu özelliği ile en kolay oluşturulabilen Nb-Al intermetalığı NbAl₃'dür. Bu durum deney sonuçları ile uyumludur.
- 14- En uygun sinterleme sıcaklığı 2,5 saat olarak tesbit edilmiştir. 5 saatlik numunelerde oksidasyon artmış ve taneler diğer numunelere göre daha fazla irileşmiştir. 2 saatlik numunelerde ise porozite diğer numunelere göre daha yüksektir ve bu sonuçtan en düşük kaynaşmanın bu numunelerde olduğu söylenebilir.
- 15- %40Al ve %35Al içerikli numunelerde 850°C'de yapılan deneylerde metalik niobyum gözlenmiştir. Ancak %47Al içerikli numunelerde bu durum gözlenememiştir.
- 16- En yüksek sertlik %35Al içerikli numunelerde rastlanmıştır. Sıcaklık olarak 850°C'de yapılan sinterlemeler en yumuşak ve 1000°C'de yapılan sinterlemeler en sert yapılardır. 800°C'de yapılan sinterlemeninde sert sonuç vermesi yapıda mevcut metalik Nb'a bağlanabilir. 850°C'de bu durum ortadan kalmıştır. 1000°C'nin yüksek çıkması ise yüksek oksidasyon ve katı eriyik Nb'dan kaynaklanmaktadır.
- 17- Optimum sıcaklık olarak 850°C ve optimum süre 2,5 saat olarak tespit edilmiştir. En olumlu sonuçlar ise %35Al içerikli numunelerde elde edilmiştir.
- 18- Bu noktadan sonra devam edilecek deneylerde %30Al içerikli toz karışımı kullanılarak sonuçların gözlenmesi tavsiye edilmektedir.

KAYNAKLAR

[1]. IŐIK, F.M., titanyum alüminid intermetalik malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu, Bilim Uzmanlığı Tezi, Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metal A.B.D. Yüksek lisans Tezi, Mayıs, 2007

[2] ENGİN, N., Fe-Al intermetalik malzemelerin basınç destekli hacim yanma sentezi ile üretimi ve özelliklerinin iyileştirilmesi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metal A.B.D. Yüksek lisans Tezi, Ağustos, 2007

[3] ÖZDEMİR, Ö. basınç destekli yanma sentezi ile üretilen Ni-Al intermetalik malzemelere kobalt ilavesinin etkisinin incelenmesi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği A.B.D. Doktora tezi, Temmuz 2004

[4] İnternet sitesi,

<http://iys.inonu.edu.tr/webpanel/dosyalar/1259/file/derssuperiletkenmalzemeler.pdf>,
Erişim tarihi: 22.09.2011

[5] Metals Handbook ASM, Metals Park, Ohio 10th Ed. Vol. 2, 1990.

[6] RİOS, C.T., FERRANDİNİ, P., CARAM, R., fracture toughness of the eutectic alloy Al_3Nb-Nb_2Al , Materials Letters 57, Elsevier, 2003

[7] YILDIZ, S., metalik-intermetalik laminat (mil) Kompozit üretimi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği A.B.D. Yüksek lisans Tezi, Şubat, 2007

- [8] YÖRÜK, G., yanma sentezi yöntemi kullanılarak intermetalik malzeme esaslı kaplama üretimi ve yüzey özelliklerinin incelenmesi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metal E.A.B.D., 2010
- [9] WESTBROOK, J.H., FLEİSCHER, R.L., magnetic, electrical and optical properties and applications of intermetallic compounds, John Wiley and Sons LTD, 2000
- [10] GARCÍA, D.E., SCHICKER, S., BRUHN, J., JANSSEN, R., CLAUSSEN, N., synthesis of novel niobium alüminide-based composites, Advanced Ceramics Group, Technische Universitat Hamburg, Hamburg, ALMANYA, 1997
- [11] WESTBROOK, J.H., FLEİSCHER, R.L., crystal structures of intermetallic compounds, John Wiley and Sons LTD, 2000
- [12] HARPER, C.A., handbook of ceramics, glasses and diamond, McGraw-Hill Companies teknolopu Seminars İnc. Lutherville, MARYLAND, 2001
- [13] FERRO, R., SACCONI, A., intermetalik chermistry, Elsevier Pergamon Materials Series, 2008
- [14] İnternet Bağlantısı, http://www.seykoc.com.tr/index.php?option=com_content&task=view&id=19&Itemid=36, Erişim tarihi: 23.03.2011
- [15] PAZARLIOĞLU, S.S., çeliklerin niobyum borür kaplanması ve özellikleri Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, 2006
- [16] ZEYTİN, S., ÜSTEL, F., İPEK, M., ZEYTİN, H.K., Ti-Al₃Ti metalik intermetalik İminat (MİL) kompozitlerin üretimi, Türkiye Bilimsel ve Teknolojik araştırma Kurumu Mühendislik Araştırma Grubu, proje no: 104M184, Sakarya, 2008
- [17] MİSHİN, Y., HERZİG, C., diffusion in the Ti-Al system, Acta Materialia 48, Pergamon, 2000
- [18] HANADA, S., “niobium alüminides”, Current Opinion in Solid State and Materials Science, 1997
- [19] BELJAJEW, A.I., FİRSANOWA, L.A., RAPOPORT, M.B., alüminyumun metalürjisi, T.M.M.O.B Makine Mühendisleri Odası yayın NO: 99, 1974

- [20] NEĪKOV, O.D., NABOYCHENLO, S.S., DOWSON. C., handbook of nonferrous metal powders, Technologies and Applications, Elsevier, 2009
- [21] MĪLANESE, C., MAGLIA, F., ZANOTTĪ, C., TACCA, A., ANSELMĪ-TAMBURĪNĪ, U., GIULĪANĪ, P., ignition and reaction mechanism of Co-Al and Nb-Al intermetallic compounds prepared by combustion synthesis, Journal of Alloys and Compounds 421, Elsevier, 2006
- [22] PENG, L.M., synthesis and mechanical properties of niobium aluminide-based composites, Materials Science and Engineering A 480, Elsevier, 2008
- [23] MAHDOUK, K., GACHON, J.C., BOĪRDEN, L., enthalpies of formation of the Al-Nb intermetallic compounds, Journal of Alloys and Compounds 268, Elsevier, 1998
- [24] DOLLAR, A., DYMEK, S., microstructure and high temperature mechanical properties of mechanically alloyed Nb₃Al-based materials, Intermetallics 11, Elsevier, 2003
- [25] ASM Handbook Vol.3, alloy phase diagrams, ASM International The Materials Information Company, 1992
- [26] SEMBOSHĪ, S., TABARU, T., HOSODA, H., HANADA, S., effect of microstructure on hydrogen pulverization of Nb₃Al/Nb two phase alloys, Tohoku University Institute for Materials Research Katahira, JAPONYA, 1997
- [27] TAKEUCHĪ, T., TAGAWA, K., TSUCHIYA, K., KOĪZUMĪ, N., status and perspective of the Nb₃Al development, Cryogenics 48, Elsevier, 2008
- [28] VĪLAR, R., CONDE, O., FRANCO, S., crystallographic structure of Al₃Nb in laser-processed Al-Nb alloys, Intermetallics 7, Elsevier, 1999
- [29] İnternet sitesi, <http://www.hidroliksanKatalog.pdf> Eriřim tarihi: 10.05.2011[16]

ÖZGEÇMİŞ

1986 Malatya doğumlu olan Mehmet Harun ERDOĞAN, ilk ve orta öğrenimini Malatyada tamamladı. 2005 yılında Elazığ Fırat Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde lisans eğitimine başladı ve 2009 yılında bu bölümden mezun oldu. Aynı yıl Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı'nda yüksek lisans eğitimine başlamıştır.