

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NİKEL ESASLI SÜPERALAŞIM MALZEMELERİN
TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA YÖNTEMİ İLE
ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

DOKTORA TEZİ

Özgür ÖZGÜN

Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ
Tez Danışmanı : Doç. Dr. Ramazan YILMAZ
Ortak Danışman : Doç. Dr. H. Özkan GÜLSOY

Temmuz 2012

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NİKEL ESASLI SÜPERALAŞIM MALZEMELERİN
TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA YÖNTEMİ İLE
ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

DOKTORA TEZİ

Özgür ÖZGÜN

Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ

Bu tez 17 / 07 / 2012 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

**Doç. Dr.
Dursun ÖZYÜREK
Jüri Başkanı**

**Doç. Dr.
Ramazan YILMAZ
Üye**

**Doç. Dr.
Ali Osman KURT
Üye**

**Doç. Dr.
Mustafa BOZ
Üye**

**Yrd. Doç. Dr.
Özkan ÖZDEMİR
Üye**

TEŞEKKÜR

Tez çalışmaları süresince yardımlarını ve bilgi birikimini esirgemeyen, çalışmalarım tamamlanabilmesi için gerekli desteği veren değerli hocam Doç. Dr. Ramazan YILMAZ'a teşekkür ederim. Kendisini akademisyen olarak örnek olarak benimsediğim, hem bilimsel anlamda hem de insani değerler bakımından kendisinden çok şey öğrendiğim, tez konusunun belirlenmesinden sonuçlanmasına kadar her aşamada bilgi ve tecrübeleriyle beni yönlendiren, deneysel çalışmaların yapılması ve yorumlanması esnasında yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen, tez çalışmasının ortak danışmanı Doç. Dr. H. Özkan GÜLSOY hocama, göstermiş olduğu yakın ilgi ve vermiş olduğu destek ve emeğinden dolayı teşekkürlerimi sunuyorum. Tez çalışmasına desteklerinden dolayı Sakarya Üniversitesi Rektörlüğüne (Proje No: 2012-50-02-006), Marmara Üniversitesi Rektörlüğüne (Proje No: FEN-C-YLP-071211-0311), Bingöl Üniversitesi Rektörlüğüne, Sandvik Osprey Ltd. Firmasına ve TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezine teşekkür ederim.

Tez konusunu belirlediğimiz ve tez çalışmalarına beraber başladığımız, fakat tez bitmeden yurtdışına çıkan, yurt dışına çıkmasına rağmen tezin sonuçlanmasına kadar hiçbir aşamada desteğini esirgemeyen Prof. Dr. Fehim FINDIK hocama teşekkürlerimi sunuyorum. Tez izleme sınavlarım esnasında yaptıkları yönlendirmeler ve katkılarından dolayı Doç. Dr. Ali Osman KURT ve Yrd. Doç. Dr. Özkan ÖZDEMİR hocalarıma, deneysel çalışmalar esnasında yardımlarını gördüğüm başta değerli dostum Araş. Gör. Tahir AKGÜL olmak üzere, Öğr. Gör. Ahmet MEYVECİ'ye, Yrd. Doç. Dr. Uğur ÇALIGÜLÜ'ne, Araş. Gör. Yakup SAY'a, Araş. Gör. Azim GÖKÇE'ye, Araş. Gör. Murat ÇOLAK'a, Uzman Şükrü BENGÜ'ye, Uzman Fuat KAYIŞ'a, Murat KAZANCI'ya, Özgür DUYGULU'ya, Engin DEDE'ye, Prof. Dr. Uğur ŞEN'e, ve Prof. Dr. Fatih ÜSTEL'e teşekkürü bir borç bilirim.

Son olarak bende büyük emekleri olan, benim için hiçbir fedakârlıktan kaçınmayan ve dualarını esirgemeyen anne ve babama, tezin hazırlanması sırasında gösterdikleri sabır, fedakârlık ve desteklerinden dolayı eşime ve biricik kızım Nisanur'a özellikle teşekkürü bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

| | |
|---|-------|
| TEŞEKKÜR..... | ii |
| İÇİNDEKİLER..... | iii |
| SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ..... | viii |
| ŞEKİLLER LİSTESİ..... | ix |
| TABLolar LİSTESİ..... | xviii |
| ÖZET..... | xix |
| SUMMARY..... | xx |
| BÖLÜM 1. | |
| GİRİŞ..... | 1 |
| BÖLÜM 2. | |
| TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA..... | 10 |
| 2.1. Giriş..... | 10 |
| 2.1.1. Toz Enjeksiyon Kalıplama Teknolojisinin Avantajları..... | 12 |
| 2.1.2. Toz Enjeksiyon Kalıplamada Sınırlamalar..... | 15 |
| 2.2. Toz Enjeksiyon Kalıplamada Kullanılan Tozlar..... | 16 |
| 2.3. Toz Enjeksiyon Kalıplamada Kullanılan Bağlayıcılar..... | 17 |
| 2.4. Besleme Stoğu Hazırlama..... | 19 |
| 2.4.1. Granülasyon..... | 19 |
| 2.5. Kalıplama..... | 20 |
| 2.6. Bağlayıcı Giderme..... | 22 |
| 2.7. Sinterleme..... | 24 |
| 2.7.1. Katı hal sinterleme..... | 24 |
| 2.7.2. Sıvı faz sinterleme..... | 25 |
| 2.7.3. Sinterleme parametreleri ve etkileri | 28 |

| | |
|---|----|
| 2.8. Son İşlemler ve Kalite Kontrol..... | 30 |
| 2.9. Toz Enjeksiyon Kalıplama Teknolojisinin Uygulama Alanları..... | 30 |
| | |
| BÖLÜM 3. | |
| SÜPERALAŞIMLAR..... | 36 |
| 3.1. Giriş..... | 36 |
| 3.2. Süperalaşımın Üretimi..... | 39 |
| 3.3. Süperalaşımın Mekanik Özellikleri..... | 40 |
| 3.4. Süperalaşımın Uygulama Alanları..... | 43 |
| 3.5. Süperalaşımın Sınıflandırılması..... | 44 |
| 3.5.1. Kobalt esaslı süperalaşım..... | 44 |
| 3.5.2. Demir esaslı süperalaşım..... | 45 |
| 3.5.3. Nikel esaslı süperalaşım..... | 45 |
| 3.5.3.1. Gama (γ) matris..... | 48 |
| 3.5.3.2. Birincil gama (γ') fazı..... | 50 |
| 3.5.3.3. İkincil gama (γ'') fazı..... | 52 |
| 3.5.3.4. Delta (δ) fazı..... | 54 |
| 3.5.3.5. $Ni_2(Cr, Mo)$ fazı..... | 55 |
| 3.5.3.6. Karbür çökmesi..... | 56 |
| 3.5.3.7. TCP fazları..... | 58 |
| 3.5.3.8. Nikel esaslı süperalaşımın uygulama alanları..... | 59 |
| 3.5.3.9. Inconel 718..... | 59 |
| 3.5.3.10. Inconel 625..... | 60 |
| 3.5.3.11. Nimonic 90..... | 62 |
| 3.6. Çökme Sertleşmesi (Yaşlandırma)..... | 63 |
| | |
| BÖLÜM 4. | |
| DENEYSEL ÇALIŞMALAR..... | 67 |
| 4.1. Malzeme ve Çalışma Programı..... | 67 |
| 4.2. Numunelerin Üretimi..... | 71 |
| 4.2.1. Besleme stoğu hazırlama..... | 71 |
| 4.2.2. Numunelerin kalıplanması..... | 71 |

| | |
|--|-----|
| 4.2.3. Bağlayıcı giderme..... | 73 |
| 4.2.4. DSC ve dilatometre testleri..... | 74 |
| 4.2.5. Numunelerin sinterlenmesi..... | 75 |
| 4.2.6. Isıl işlemler..... | 77 |
| 4.3. Karakterizasyon İşlemleri..... | 78 |
| 4.3.1. Yoğunluk ölçümleri..... | 78 |
| 4.3.2. XRD analizleri..... | 79 |
| 4.3.3. Mikroyapı incelemeleri..... | 79 |
| 4.3.3.1. Optik mikroskop incelemeleri..... | 79 |
| 4.3.3.2. SEM incelemeleri..... | 79 |
| 4.3.3.3. TEM incelemeleri..... | 80 |
| 4.3.4. Mekanik Testler..... | 80 |
| 4.3.4.1. Sertlik ölçümleri..... | 80 |
| 4.3.4.2. Çekme deneyi..... | 81 |
| 4.3.4.3. Kırılma tokluğu deneyi..... | 81 |
| 4.3.4.4. Darbe deneyi..... | 82 |
| | |
| BÖLÜM 5. | |
| DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA..... | 83 |
| 5.1. IN718..... | 83 |
| 5.1.1. DSC ve dilatometre analizleri..... | 83 |
| 5.1.2. Yoğunluk ölçümleri..... | 84 |
| 5.1.3. XRD analizi..... | 88 |
| 5.1.4. Mikroyapı incelemeleri..... | 90 |
| 5.1.4.1. Optik mikroskop incelemeleri..... | 90 |
| 5.1.4.2. SEM incelemeleri..... | 92 |
| 5.1.4.3. TEM incelemeleri..... | 105 |
| 5.1.5. Mekanik testler..... | 115 |
| 5.1.5.1. Sertlik ölçümleri..... | 115 |
| 5.1.5.2. Çekme deneyi..... | 118 |
| 5.1.5.3. Kırılma tokluğu deneyi..... | 123 |
| 5.1.5.4. Darbe deneyi..... | 128 |

| | |
|--|-----|
| 5.2. IN625..... | 130 |
| 5.2.1. DSC ve dilatometre analizleri..... | 130 |
| 5.2.2. Yoğunluk ölçümleri..... | 131 |
| 5.2.3. XRD analizi..... | 134 |
| 5.2.4. Mikroyapı incelemeleri | 138 |
| 5.2.4.1. Optik mikroskop incelemeleri..... | 138 |
| 5.2.4.2. SEM incelemeleri..... | 139 |
| 5.2.4.3. TEM incelemeleri..... | 149 |
| 5.2.5. Mekanik testler..... | 157 |
| 5.2.5.1. Sertlik ölçümleri..... | 157 |
| 5.2.5.2. Çekme deneyi..... | 160 |
| 5.2.5.3. Kırılma tokluğu deneyi..... | 167 |
| 5.2.5.4. Darbe deneyi..... | 172 |
| 5.3. Nimonic 90..... | 174 |
| 5.3.1. DSC ve dilatometre analizleri..... | 174 |
| 5.3.2. Yoğunluk ölçümleri..... | 175 |
| 5.3.3. XRD analizi..... | 178 |
| 5.3.4. Mikroyapı incelemeleri | 180 |
| 5.3.4.1. Optik mikroskop incelemeleri..... | 180 |
| 5.3.4.2. SEM incelemeleri..... | 181 |
| 5.3.4.3. TEM incelemeleri..... | 190 |
| 5.3.5. Mekanik testler..... | 194 |
| 5.3.5.1. Sertlik ölçümleri..... | 194 |
| 5.3.5.2. Çekme deneyi..... | 197 |
| 5.3.5.3. Kırılma tokluğu deneyi..... | 201 |
| 5.3.5.4. Darbe deneyi..... | 206 |
| | |
| BÖLÜM 6. | |
| GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER..... | 208 |
| 6.1. Sonuçlar..... | 208 |
| 6.1.1. IN718..... | 208 |
| 6.1.2. IN625..... | 212 |

| | |
|------------------------|-----|
| 6.1.3. Nimonic 90..... | 218 |
| 6.2. Öneriler..... | 224 |
| KAYNAKLAR..... | 225 |
| ÖZGEÇMİŞ..... | 235 |

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

| | |
|------------|-------------------------------------|
| TEK | : Toz enjeksiyon kalıplama |
| T/M | : Toz metalurjisi |
| PM | : Parafin mum |
| PP | : Polipropilen |
| BM | : Brezilya mumu |
| SA | : Stearik asit |
| TGA | : Termogravimetrik analiz |
| DSC | : Diferansiyel taramalı kalorimetre |
| XRD | : X-ışınları difraksiyon analizi |
| SEM | : Taramalı elektron mikroskobu |
| TEM | : Geçirgen elektron mikroskobu |
| EDS | : Enerji dağılımı spektrometresi |
| HIP | : Sıcak izostatik presleme |
| ZSD | : Zaman sıcaklık dönüşüm |
| YMK | : Yüzey merkezli kübik |
| TCP | : Topolojik sıkı paket fazlar |
| SADP | : Seçili alan difraksiyon paterni |
| γ | : Gama |
| γ' | : Birincil gama |
| γ'' | : İkincil gama |
| δ | : Delta |
| σ | : Sigma |
| μ | : Mü |
| α | : Alfa |
| β | : Beta |
| dk | : Dakika |
| sn | : Saniye |

ŞEKİLLER LİSTESİ

| | | |
|-------------|--|----|
| Şekil 2.1. | Toz enjeksiyon kalıplama prosesi üretim aşamalarının şematik gösterimi..... | 11 |
| Şekil 2.2. | Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilmiş çeşitli parçalar... | 13 |
| Şekil 2.3. | Üretim hacmi ve parça karmaşıklığına bağlı olarak üretim teknolojilerinin uygun oldukları bölgeler..... | 14 |
| Şekil 2.4. | Üretim teknolojilerinin parça karmaşıklığı ve maliyete bağlı olarak kıyaslanması..... | 15 |
| Şekil 2.5. | Granüle edilmiş besleme stoğu..... | 19 |
| Şekil 2.6. | Yatay Enjeksiyon cihazı ve ana bileşenlerine genel bir bakış..... | 20 |
| Şekil 2.7. | Toz enjeksiyon kalıplama yönteminde kullanılan kalıp ve kalıp parçalarının şematik olarak gösterilişi..... | 21 |
| Şekil 2.8. | Kalıplamada işlem basamakları..... | 21 |
| Şekil 2.9. | Termal, kılcal çekim, solventle çözme ve katalitik ayrıştırma yöntemleriyle bağlayıcı giderme prensibi, a) Ham parça bağlayıcı giderme çevriminin başında, b) Sıvı akışı ve buharlaşmanın gözeneklerde eş zamanlı olarak gerçekleşmesini mümkün kılan orta devre, c) Sinterleme aşaması öncesinde parçacık temas yüzeylerinde bağlayıcının oluşturduğu boyunlar (bağlar), d) Şekil 2.9.c'deki duruma gerçek bir örnek..... | 23 |
| Şekil 2.10. | Sinterlemede itici güçlere tepki olarak oluşan atom hareketleri. 1 numaralı ok yüzey yayını, 2 numaralı ok buharlaşma ve yoğunlaşmayı, 3 numaralı ok kütle difüzyonunu ve 4 numaralı ok hacim difüzyonunu temsil etmektedir | 25 |
| Şekil 2.11. | Sıvı faz sinterleme tekniğinde meydana gelen mikroyapısal değişimler..... | 26 |
| Şekil 2.12. | Sıvı faz sinterlemesinde çözünme yeniden çökelme aşamasının şematik olarak gösterilişi..... | 27 |

| | | |
|-------------|---|----|
| Şekil 2.13. | Boyutları 50, 5 ve 0,05 µm olan nikel tozlarının sabit ısıtma hızında sinterleme yoğunluğunun sıcaklıkla değişimi..... | 28 |
| Şekil 2.14. | Değişik presleme basınçlarıyla şekillendirilen farklı ham yoğunluktaki parçaların sıcaklığa bağlı yoğunluk değişimi..... | 29 |
| Şekil 2.15. | Farklı uygulama alanlarında TEK ile üretilmiş parçalar; a) Piston soğutma nozülü, b) Otomobil şanzıman parçaları, c) Otomobil kilit sistemi parçaları, d) Otomobil ve kamyonlar için bağımsız ısıtma sistemleri için yanma odası, e) Turbo yükleyici parçaları, f) Koltuk arkılığı ayarı için burç, g-h-ı) Kavrama kolu parçaları, i) Turbo yükleyici ayarlama yüzüğü, j) Sensor muhafaza parçaları, k) Mekanik direksiyon ayağı ayarı için kayan blok..... | 31 |
| Şekil 2.16. | Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilmiş; a) Elektrikli diş fırçaları için mikro dişli, b) 10 g ağırlığındaki nişangâh levhası, c) Dokuma makineleri için zirkonya iplik kılavuzu..... | 32 |
| Şekil 2.17. | Bir iplik kılavuzu parçasına uygulanan entegre dizayn örneği..... | 34 |
| Şekil 2.18. | Toz enjeksiyon kalıplama uygulamalarının bölgesel konsantrasyonları; a) Dünya, b) Asya (2008 verilerine göre), c) Avrupa (2010 verilerine göre), d) Kuzey Amerika (2010 verilerine göre)..... | 35 |
| Şekil 3.1. | Süperalaşım parçaların üretiminde yaygın olarak kullanılan proseslerin akış şeması..... | 40 |
| Şekil 3.2. | Sıcaklığa bağlı olarak değişik malzeme gruplarının 1000 saat zaman dayanımları..... | 43 |
| Şekil 3.3. | Nikel esaslı süperalaşımın yapısında önem arz eden elementler..... | 47 |
| Şekil 3.4. | Nikel esaslı süperalaşımın mikroyapısında oluşabilen fazlar..... | 48 |
| Şekil 3.5. | Nikel esaslı süperalaşımın katı çözelti halinde bulunan γ matrisinin ihtiva ettiği farklı alaşım elementlerinin nikel içerisindeki çözünürlüğünü gösteren faz diyagramları; a) Ni-Cr, b) Ni-Mo, c) Ni-Co, d) Ni-Fe, e) Ni-Nb, f) Ni-Ti faz diyagramları..... | 50 |

| | | |
|-------------|---|----|
| Şekil 3.6. | a) $L1_2$ yapıdaki γ' fazının birim kafesi, b) Yaşlandırılmış PE 16 alaşımında küresel γ' çökeltileri..... | 51 |
| Şekil 3.7. | a) γ'' fazının birim kafesi (DO_{22}), b) Yaşlandırılmış 718 alaşımında elips şekilli γ'' ve küresel şekilli γ' çökeltileri..... | 53 |
| Şekil 3.8. | a) DO_a yapılı δ fazı birim kafesi, b) 718 alaşımı içerisinde oluşan iğnesel şekilli δ çökeltileri..... | 55 |
| Şekil 3.9. | a) Çözeltiye alınmış 718 alaşımında blok şekilli birincil MC tipi karbür çökeltileri, b) Çözeltiye alınmış 625 alaşımında birincil M_6C karbürü..... | 58 |
| Şekil 3.10. | Çözündürme ve yaşlandırma aşamalarını içeren çökeltme sertleşmesi işlemini gösteren şematik diyagram..... | 64 |
| Şekil 3.11. | Düzenli bir çökeltinin oluşma aşamaları; (a) Aşırı doymuş katı çözelti, (b) Katı çözelti ile bağdaşık olan geçiş kafesi, (c) Katı çözeltilerden esasta bağımsız olan kararlı çökelti..... | 65 |
| Şekil 3.12. | Yaşlandırma sırasında aşırı doymuş durumdaki alaşımların özelliklerinde meydana gelen değişimleri gösteren eğriler..... | 66 |
| Şekil 4.1. | Süperalaşım tozlarına yapılan boyut dağılımı analizlerinden elde edilen eğriler..... | 67 |
| Şekil 4.2. | a) IN625 tozunun, b) IN718 tozunun, c) Nimonic 90 tozunun SEM görüntüleri..... | 68 |
| Şekil 4.3. | Tezde gerçekleştirilen deneysel çalışmaların akış şeması..... | 70 |
| Şekil 4.4. | Karıştırma işlemlerinde kullanılan; a) Turbula karıştırıcı, b) Paletli karıştırıcı..... | 71 |
| Şekil 4.5. | Kalıplama işleminin gerçekleştirildiği enjeksiyon cihazı..... | 72 |
| Şekil 4.6. | a) Kullanılan kalıbın görüntüsü, b) Kalıplanmış numunelerin kalıp içindeki görüntüsü..... | 73 |
| Şekil 4.7. | Solventle bağlayıcı giderme işleminde kullanılan cihaz..... | 73 |
| Şekil 4.8. | a) Çok bileşenli bağlayıcı sistemini oluşturan polimerik malzemelere yapılmış TG analizinden elde edilen eğriler, b) Termal bağlayıcı giderme işleminde uygulanan çevrim..... | 74 |
| Şekil 4.9. | Sinterleme işlemlerinin gerçekleştirildiği tüp fırın..... | 75 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Şekil 4.10. | a) Üretilen çekme numunelerinin, b) Üretilen kırma numunelerinin kalıplama ve sinterleme işlemlerinden sonraki görüntüleri..... | 76 |
| Şekil 4.11. | a) Çözeltiye alma işlemlerinin yapıldığı tüp fırın, b) Yaşlandırma işlemlerinin yapıldığı kül fırın..... | 77 |
| Şekil 4.12. | Kırılma tokluğu deneyi için hazırlanan numunelerin sahip olduğu ölçüler..... | 81 |
| Şekil 5.1. | IN718 alaşımına ait DSC eğrisi..... | 84 |
| Şekil 5.2. | IN718 alaşımına ait dilatometre eğrisi..... | 84 |
| Şekil 5.3. | IN718 alaşımında farklı sıcaklıklarda; a) 1 saat, b) 3 saat süre ile yapılan sinterlemeler sonrası elde edilen bağıl yoğunluk değerleri..... | 86 |
| Şekil 5.4. | a) 1260°C'de 1 saat, b) 1270°C'de 1 saat, c) 1280°C'de 1 saat, d) 1280°C'de 3 saat, e) 1290°C'de 1 saat, f) 1290°C'de 3 saat sinterlenen IN718 numunelerinin parlatma işlemi sonrasında alınmış optik mikroskop görüntüleri..... | 87 |
| Şekil 5.5. | a) IN718 tozuna, b) Sinterlenmiş IN718 numunesine, c) Yaşlandırılmış IN718 numunesine uygulanan XRD analizinden elde edilen paternler | 88 |
| Şekil 5.6. | γ matrisin ve γ' fazının XRD analizinden elde edilen pikleri..... | 89 |
| Şekil 5.7. | a) 1260°C'de 1 saat, b) 1270°C'de 1 saat, c) 1280°C'de 1 saat, d) 1280°C'de 3 saat, e) 1290°C'de 1 saat, f) 1290°C'de 3 saat sinterlenen IN718 numunelerinin dağlama işlemi sonrasında alınmış optik mikroskop görüntüleri..... | 91 |
| Şekil 5.8. | 1290°C'de 3 saat sinterlenen IN718 numunesinin SEM görüntüsü..... | 92 |
| Şekil 5.9. | Çözeltiye alınmış IN718 numunesinin; a) SEM görüntüsü, b) SEM elementel haritalama analizine ait görüntüleri..... | 97 |
| Şekil 5.10. | Çözeltiye alınmış IN718 numunesinden alınmış SEM/EDS nokta analizi..... | 99 |
| Şekil 5.11. | a) Yaşlandırılmış IN718 numunesinin SEM görüntüsü, b) Inconel 718 alaşımının ZSD diyagramı..... | 100 |

| | | |
|-------------|---|-----|
| Şekil 5.12. | Yaşlandırılmış IN718 numunesinin SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler | 103 |
| Şekil 5.13. | Yaşlandırılmış IN718 numunesinin SEM/EDS nokta analizi..... | 104 |
| Şekil 5.14. | Yaşlandırılmış IN718 numunesinden alınmış TEM görüntüsü..... | 105 |
| Şekil 5.15. | IN718 malzemesinde yaşlandırma sonucu oluşan intermetalik çökeltieler..... | 106 |
| Şekil 5.16. | IN718 numunesinde yaşlandırma sonucu oluşan intermetalik çökeltielerin SADP görüntüsü..... | 107 |
| Şekil 5.17. | Yaşlandırılmış IN718 numunesinde γ' ve γ'' çökeltieleri..... | 108 |
| Şekil 5.18. | Yaşlandırılmış IN718 numunesine ait TEM/EDS analizi..... | 109 |
| Şekil 5.19. | Yaşlandırılmış IN718 numunesinde tane sınırı δ fazı çökeltieleri..... | 111 |
| Şekil 5.20. | Yaşlandırılmış IN718 numunesinin tane sınırında Laves fazı oluşumunu gösteren TEM/EDS analizi..... | 112 |
| Şekil 5.21. | Yaşlandırılmış IN718 numunesinin tane sınırında oluşmuş NbC çökeltisi..... | 114 |
| Şekil 5.22. | Yaşlandırılmış IN718 numunesinde tane içi MC karbürü..... | 115 |
| Şekil 5.23. | IN718 numunelerinde farklı sıcaklıklarda, a) 1 saat, b) 3 saat süreyle gerçekleştirilen sinterlemeler sonucu elde edilen sertlik değerleri..... | 116 |
| Şekil 5.24. | IN718 alaşımının farklı sürelerle gerçekleştirilen ısıl işlemlere bağlı olarak sertlik değişimi..... | 118 |
| Şekil 5.25. | IN718 numunelerinin sinterlenmiş ve yaşlandırılmış durumdaki ortalama çekme eğrileri..... | 119 |
| Şekil 5.26. | Çekme deneyinden sonra alınmış; a) Sinterlenmiş, b) Yaşlandırılmış IN718 numunelerinin kırılma yüzeyi SEM görüntüleri..... | 120 |
| Şekil 5.27. | Yaşlandırılmış IN718 numunesinin çekme deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS analizi..... | 122 |
| Şekil 5.28. | IN718 numunelerinin kırılma tokluğu deneylerinden elde edilen yük-mesafe eğrileri..... | 123 |
| Şekil 5.29. | a) Sinterlenmiş, b) Yaşlandırılmış IN718 numunelerinin kırılma tokluğu deneyinden sonra alınmış SEM görüntüleri..... | 125 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Şekil 5.30. | IN718 numunelerinin kırılma tokluğu değerleri..... | 126 |
| Şekil 5.31. | Yaşlandırılmış IN718 numunesinin kırılma tokluğu testinden sonra kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS analizi..... | 127 |
| Şekil 5.32. | Sinterlenmiş ve yaşlandırılmış durumdaki IN718 numunelerinin darbe tokluğu değerleri..... | 128 |
| Şekil 5.33. | a) Sinterlenmiş, b) Yaşlandırılmış IN718 numunelerinin darbe deneyi sonrasında kırılma yüzeylerinden alınmış SEM görüntüleri..... | 129 |
| Şekil 5.34. | IN625 alaşımına ait DSC eğrisi..... | 130 |
| Şekil 5.35. | IN625 alaşımına ait dilatometre eğrisi..... | 131 |
| Şekil 5.36. | Farklı sıcaklıklarda farklı sürelerle sinterlenen IN625 numunelerinin bağıl yoğunluk değerleri; a) 1 saat, b) 3 saat..... | 132 |
| Şekil 5.37. | Farklı sıcaklıklarda farklı sürelerle sinterlenen IN625 numunelerinin parlatma işleminden sonra alınmış optik mikroskop görüntüleri; a) 1260°C-1 saat, b) 1270°C-1 saat, c) 1280°C-1 saat, d) 1290°C-1 saat, e) 1300°C-1 saat, f) 1300°C-3 saat..... | 134 |
| Şekil 5.38. | IN625 alaşımının; a) Başlangıç tozuna, b) Sinterlenmiş numunesine, c) Çözeltiye alınmış numunesine, d) Yaşlandırılmış numunesine ait XRD paternleri..... | 137 |
| Şekil 5.39. | Farklı süre ve sıcaklıklarda sinterlenmiş IN625 numunelerinin dağlama işleminden sonra alınmış optik mikroskop görüntüleri; a) 1260°C-1 saat, b) 1270°C-1 saat, c) 1280°C-1 saat, d) 1290°C-1 saat, e) 1300°C-1 saat, f) 1300°C-3 saat..... | 139 |
| Şekil 5.40. | 1300°C'de 3 saat sinterlenen IN625 numunesine ait SEM görüntüleri; a) 300X, b) 3000X..... | 140 |
| Şekil 5.41. | Sinterlenmiş IN625 numunesine ait SEM/EDS nokta analizi..... | 141 |
| Şekil 5.42. | a) Çözeltiye alınmış IN625'e ait SEM görüntüsü, b) Aynı numunenin SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler... | 143 |
| Şekil 5.43. | a) Yaşlandırılmış IN625 numunesinin 500 büyütmede, b) 3000 büyütmede alınmış SEM görüntüleri..... | 145 |
| Şekil 5.44. | Yaşlandırılmış IN625 numunesine ait SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler..... | 147 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Şekil 5.45. | Yaşlandırılmış IN625 numunesine ait SEM/EDS nokta analizi... | 149 |
| Şekil 5.46. | Yaşlandırılmış IN625 numunesinin tane sınırından alınmış TEM/EDS analizi..... | 150 |
| Şekil 5.47. | Yaşlandırılmış IN625 numunesine ait TEM elementel haritalama analizi..... | 152 |
| Şekil 5.48. | Yaşlandırılmış IN625 numunesinde TCP fazı oluşumunu gösteren TEM/EDS analizi..... | 154 |
| Şekil 5.49. | Yaşlandırılmış IN625 numunesinde TCP fazı oluşumunu gösteren TEM elementel haritalama analizi..... | 155 |
| Şekil 5.50. | Yaşlandırılmış IN625 numunesinden alınmış a) TEM görüntüsü, b) Bu görüntüye ait SADP, c ve d) Bir başka çalışmada elde edilmiş γ " fazını gösteren SAD paternler..... | 156 |
| Şekil 5.51. | Sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak IN625 numunelerinin sertlik değerleri..... | 157 |
| Şekil 5.52. | a) Sinterlenmiş, çözeltiye alınmış ve 745°C'de 20, 22 ve 24 saat sürelerle yaşlandırılmış IN625 numunelerinin sertlik değerleri, b) 625 alaşımına ait ZSD diyagramı..... | 160 |
| Şekil 5.53. | Sinterlenmiş, çözeltiye alınmış ve yaşlandırılmış IN625 numunelerinin ortalama çekme eğrileri..... | 162 |
| Şekil 5.54. | a) Sinterlenmiş, b) Çözeltiye alınmış, c) Yaşlandırılmış IN625 numunelerinin çekme deneyinden sonra kırılma yüzeylerinden alınmış SEM görüntüleri..... | 164 |
| Şekil 5.55. | Yaşlandırılmış IN625 numunesinin çekme deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınan SEM/EDS analizi..... | 165 |
| Şekil 5.56. | Sinterlenmiş IN625 numunesinin kırılma yüzeyinden alınmış SEM görüntüsü..... | 166 |
| Şekil 5.57. | Sinterlenmiş IN625 numunesinde σ fazı oluşumunu gösteren SEM/EDS analizi..... | 167 |
| Şekil 5.58. | Farklı durumdaki IN625 numunelerine uygulanan kırılma tokluğu deneylerinden elde edilen yük-mesafe eğrileri..... | 168 |
| Şekil 5.59. | a) Sinterlenmiş, b) Yaşlandırılmış IN625 numunelerinin kırılma tokluğu deneyinden sonra alınan SEM görüntüleri..... | 169 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Şekil 5.60. | Sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki IN625 numunelerinin kırılma tokluğu değerleri..... | 170 |
| Şekil 5.61. | Yaşlandırılmış IN625 numunesinin kırılma tokluğu deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS nokta analizi..... | 171 |
| Şekil 5.62. | IN625 numunelerinin darbe tokluğu değerleri..... | 172 |
| Şekil 5.63. | Darbe deneyine maruz bırakılmış; a) Sinterlenmiş durumdaki, b) Yaşlandırılmış durumdaki IN625 numunelerinin kırılma yüzeyi SEM görüntüleri..... | 173 |
| Şekil 5.64. | Nimonic 90 alaşımına ait DSC eğrisi..... | 174 |
| Şekil 5.65. | Nimonic 90 numunesine uygulanan dilatometre testinden elde edilen eğri..... | 175 |
| Şekil 5.66. | Farklı sıcaklıklarda; a) 1 saat, b) 3 saat süreyle gerçekleştirilen sinterleme işlemleri sonucunda Nimonic 90 numunelerinde ulaşılan bağıl yoğunluk değerleri..... | 176 |
| Şekil 5.67. | Sinterlenmiş Nimonic 90 numunelerinin parlatma işleminden sonra alınmış optik mikroskop görüntüleri; a) 1260°C-1 saat, b) 1280°C-1 saat, c) 1300°C-1 saat, d) 1300°C-3 saat, e) 1330°C-1 saat, f) 1330°C-3 saat..... | 178 |
| Şekil 5.68. | Nimonic 90 alaşımının; a) Başlangıç tozuna, b) Sinterlenmiş numunesine, c) Yaşlandırılmış numunesine uygulanan XRD analizi sonucu elde edilen paternler..... | 180 |
| Şekil 5.69. | a) 1300°C’de 1 saat, b) 1300°C’de 3 saat, c) 1330°C’de 1 saat, d) 1330°C’de 3 saat sinterlenen Nimonic 90 numunelerinin dağlama işleminden sonra alınan optik mikroskop görüntüleri.... | 181 |
| Şekil 5.70. | Nimonic 90 numunesinin sinterleme sonrası SEM görüntüsü..... | 182 |
| Şekil 5.71. | 1080°C’de 8 saat çözeltiye alınıp suda soğutulan numuneye ait SEM görüntüsü..... | 183 |
| Şekil 5.72. | Çözeltiye alınmış Nimonic 90 numunesine ait SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler..... | 185 |
| Şekil 5.73. | Çözeltiye alınmış Nimonic 90 numunesine ait SEM/EDS analizi. | 187 |
| Şekil 5.74. | Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesine ait SEM görüntüsü..... | 188 |
| Şekil 5.75. | Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesine ait SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler..... | 190 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Şekil 5.76. | Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesinin tane sınırında oluşmuş TiC çökeltisi..... | 192 |
| Şekil 5.77. | Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesinde γ' çökeltileri..... | 193 |
| Şekil 5.78. | Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesine ait TEM/EDS analizi.... | 194 |
| Şekil 5.79. | Nimonic 90 numunelerinde farklı sıcaklıklarda; a) 1 saat, b) 3 saat süreyle gerçekleştirilen sinterlemeler sonucu elde edilen sertlik değerleri..... | 195 |
| Şekil 5.80. | Farklı sürelerle gerçekleştirilen yaşlandırma ısıl işlemlerine bağlı olarak Nimonic 90 alaşımının sertliğinde meydana gelen değişim | 197 |
| Şekil 5.81. | Yaşlandırılmış ve sinterlenmiş Nimonic 90 numunelerinin ortalama çekme eğrileri..... | 198 |
| Şekil 5.82. | Çekme deneyinden sonra alınmış; a) Sinterlenmiş durumdaki, b) Yaşlandırılmış durumdaki Nimonic 90 numunesine ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü..... | 200 |
| Şekil 5.83. | Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesinin kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS nokta analizi..... | 201 |
| Şekil 5.84. | Sinterlenmiş ve yaşlandırılmış Nimonic 90 numunelerinin kırılma tokluğu deneylerinden elde edilen yük-mesafe eğrileri.... | 202 |
| Şekil 5.85. | Kırılma tokluğu deneyine maruz bırakılmış; a) Sinterlenmiş durumdaki, b) Yaşlandırılmış durumdaki Nimonic 90 numunelerinin kırılma yüzeyi SEM görüntüleri..... | 203 |
| Şekil 5.86. | Nimonic 90 numunelerine ait kırılma tokluğu değerleri..... | 204 |
| Şekil 5.87. | Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesinin kırılma tokluğu deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS analizi. | 205 |
| Şekil 5.88. | Nimonic 90 numunelerinin darbe tokluğu değerleri..... | 207 |
| Şekil 5.89. | Darbe deneyinden sonra; a) Sinterlenmiş, b) Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunelerinin kırılma yüzeylerinden alınmış SEM görüntüleri..... | 207 |

TABLolar LİSTESİ

| | | |
|------------|---|-----|
| Tablo 2.1. | TEK için ideal toz özellikleri..... | 17 |
| Tablo 2.2. | Enjeksiyon kalıplama için bağlayıcı sistemleri..... | 18 |
| Tablo 2.3. | Tipik enjeksiyon kalıplama parametreleri..... | 22 |
| Tablo 2.4. | Bağlayıcı giderme yöntemleri..... | 23 |
| Tablo 2.5. | Toz enjeksiyon kalıplama yönteminin uygulama alanları | 30 |
| Tablo 2.6. | Şekil 2.15'te (g-h-ı) gösterilmiş olan kavrama kollarının üretimini yapan bir şirketin, TEK yönteminin talaşlı imalat ve hassas döküm yöntemlerine tercih edilmesinin nedenine yönelik yaptığı bir analizin sonucu..... | 33 |
| Tablo 3.1. | Alaşım elementlerinin süperalaşımlarda üstlendikleri roller..... | 37 |
| Tablo 3.2. | Süperalaşımlarda görülen fazlar..... | 38 |
| Tablo 3.3. | Ticari olarak kullanılan nikel esaslı süperalaşımların kompozisyonları..... | 46 |
| Tablo 4.1. | IN718, IN625 ve Nimonic 90 tozlarının kimyasal bileşimleri..... | 67 |
| Tablo 4.2. | Kullanılan süperalaşım tozlarının bazı fiziksel özellikleri..... | 69 |
| Tablo 4.3. | Bağlayıcı sistemini oluşturan bileşenlerin özellikleri..... | 70 |
| Tablo 4.4. | Numunelerin sinterlendikleri sıcaklık ve süreler..... | 76 |
| Tablo 5.1. | Inconel 625 alaşımının ısı işleme maruz bırakılmasının sonucu içinde oluşabilen çökeltiler ve bu çökeltilerin kompozisyonları... | 98 |
| Tablo 5.2. | TEK ile üretilmiş IN718 numunelerinden elde edilen mukavemet değerlerinin döküm ve dövme 718 alaşımlarıyla kıyaslanması.... | 119 |
| Tablo 5.3. | Refrakter elementlerin bazı fiziksel özellikleri..... | 144 |
| Tablo 5.4. | TEK ile üretilmiş IN625 alaşımı ile döküm ve dövme 625 alaşımlarının mukavemet değerleri..... | 162 |
| Tablo 5.5. | TEK ile üretilen Nimonic 90 alaşımından elde edilen mukavemet ve süneklik değerlerinin döküm ve dövme Nimonic 90 alaşımlarıyla kıyaslanması..... | 199 |

ÖZET

Anahtar Kelimeler: Toz enjeksiyon kalıplama (TEK), süperalaşım, sinterleme, yaşlandırma, mikroyapı, mekanik özellikler.

Bu çalışmada; IN718, IN625 ve Nimonic 90 ticari isimli üç farklı nikel esaslı süperalaşım tozundan TEK yöntemi ile süperalaşım malzemeler şekillendirilmiştir. Şekillendirilen malzemeler farklı sinterleme ve farklı ısıl işlem çevrimlerine maruz bırakılmışlardır. Hem sinterlenmiş durumdaki hem de ısıl işleme tabi tutulmuş durumdaki numunelerin mikroyapısal ve mekaniksel olarak karakterizasyon işlemlerinin gerçekleştirilerek en uygun üretim ve ısıl işlem parametrelerinin tespit edilmesi amaçlanmıştır.

Deneysel çalışmalara toz malzemelerin tane şekillerinin belirlenmesi amacıyla SEM görüntüleri alınarak ve tane boyut dağılımlarının tespiti için boyut dağılımı analizleri yapılarak başlanmıştır. Her üç malzeme tozu parafin mum (PM), polipropilen (PP), brezilya mumu (BM) ve stearik asit (SA) içeren çok bileşenli bir bağlayıcı sistemi ile karıştırılarak üç farklı besleme stoğu hazırlanmıştır. Elde edilen karışımlar granül haline getirilip enjeksiyonla standart çekme çubuğu ve kırma numunesi formunda kalıplanmışlardır. Kalıplanan numunelerin polimerik malzemelerden arındırılması amacıyla uygulanan bağlayıcı giderme işlemi, iki aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada solventle ayrıştırma uygulanmıştır. Bağlayıcı gidermenin ikinci aşaması yüksek saflıktaki argon atmosferi altında gerçekleştirilen ısıl bağlayıcı giderme işlemi olup, şartları çok bileşenli bağlayıcı sistemini oluşturan her bir bileşen için ayrı olarak yapılmış TG analizi (termogravimetrik analiz) ile belirlenmiştir. Bağlayıcı giderme işleminden sonra DSC (diferansiyel taramalı kalorimetri) ve dilatometrik ölçümlerle belirlenen aralıktaki farklı sıcaklık ve sürelerde vakum ortamında sinterlenen numunelerden en yüksek yoğunluğa ulaşılanlar farklı ısıl işlem çevrimlerine tabi tutulmuşlardır.

Hem sinterlenmiş durumdaki hem de yaşlandırılmış durumdaki numuneler, yoğunluk ölçümleri ve XRD (X-ışınları difraksiyon analizi) analizlerinden sonra; optik mikroskop, SEM (taramalı elektron mikroskobu), TEM (geçirgen elektron mikroskobu) ve EDS (enerji dağılımı spektrometresi) incelemeleri ile mikroyapısal olarak karakterize edilmişlerdir. Sertlik ölçümü, çekme deneyi, kırılma tokluğu deneyi ve darbe deneyi gibi mekanik testlerle numunelerin sinterlenmiş durumdaki ve ısıl işlem görmüş durumdaki mekanik özellikleri belirlenmiştir. Karakterizasyon işlemlerinde, ürün özelliklerini önemli ölçüde etkileyen sinterleme ve ısıl işlem koşullarının üzerinde detaylı olarak durulmuş, üretim parametrelerinin ürün özelliklerine olan etkileri belirlenmiştir. Her üç malzeme için de sinterleme sıcaklığı ve süresinin artmasına paralel olarak bağıl yoğunluk ve sertlik değerlerinin arttığı görülmüştür. Uygulanan ısıl işlemlerin malzemelerin mikroyapı ve mekanik özelliklerini önemli ölçüde etkilediği; ısıl işlemler sonucu oluşan intermetalik çökeltilerin ve karbür çökeltilerinin her üç malzemede de sertlik ve mukavemet değerlerini arttırdığı, kırılma tokluğu ve darbe tokluğu değerlerini düşürdüğü tespit edilmiştir.

PRODUCTION OF NICKEL BASED SUPERALLOY MATERIALS BY POWDER INJECTION MOLDING METHOD AND THEIR CHARACTERIZATION

SUMMARY

Keywords: Powder injection molding (PIM), superalloy, sintering, aging, microstructure, mechanical properties.

In this study; superalloy materials were shaped by PIM method from three distinct nickel based superalloy powders, commercially known as IN718, IN625 and Nimonic 90. In order to determine optimum production and heat treatment parameters, the molded parts were subjected to different sintering and heat treatment cycles and then they were characterized with mechanical tests and microstructural examinations both in sintered and in aged conditions.

The experimental studies were initiated by taking SEM images and making master size analyses of powder materials to determine particle shapes and size distribution. For preparing feedstocks of all three material powders were mixed with a multi-component binder system which consist of paraffin wax, polypropylene, carnauba wax and stearic acid. The obtained mixtures were granulated and then injection molded in both standard tensile and fracture specimens. To get rid of the polymeric materials from injection molded samples a two-stage debinding process was employed. The first step of debinding process was carried out by solvent debinding. Thermal debinding stage, the second step of debinding, was performed under a high purity argon atmosphere. The parameters of thermal debinding process were determined by TGA (thermogravimetric analysis) which applied for each component of multi-component binder system. According to the data obtained from DSC (differential scanning calorimetry) and dilatometer analyses which employed to debinded samples, sintering operations were carried out at different temperatures for various periods of time under high level vacuum. The samples, reaching to the highest density, were subjected to different heat treatment cycles.

After density measurements and XRD (X-ray diffraction) analyses, microstructural characterization of the sintered samples and the aged samples was employed with optical microscope, SEM (scanning electron microscope), TEM (transmission electron microscope) and EDS (energy dispersive spectroscopy) examinations. Mechanical characterization of the samples was performed with hardness measurements, tensile tests, fracture toughness tests and impact tests both in sintered and in aged conditions. In characterization processes, sintering and heat treatment terms which significantly affect the product properties were emphasized in detail. Thus, the effects of production parameters on the product characteristics were determined. It was observed that for the all three materials, the obtained relative density and hardness values increased in parallel with increase in sintering temperature and sintering time. The microstructural and the mechanical properties of materials were significantly affected from the applied heat treatments. It is determined that, the hardness and strength values of all three materials were increased; however the fracture and impact toughness values were decreased due to intermetallic and carbide precipitates that is occurred as a result of heat treatments.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Toz enjeksiyon kalıplama, yüksek boyutsal hassasiyete sahip ürünleri kusursuz, ince taneli yapıda ve mekanik özellikleri anizotropik olmayacak bir şekilde üretmeyi mümkün kılmakla birlikte; toz bağlayıcı karışımının geri dönüşümünün mümkün olması (yolluk, dağıtıcı ve hasarlı parçalar da dâhil) sayesinde %95'in üzerinde verim sağlayan, parça üretimindeki işçiliği 3 kat veya daha da aşağı çeken ve ilk yatırım maliyeti düşük olan bir üretim yöntemidir. Proses, metal ve/veya seramik tozlarını homojen bir besleme stoğu elde etmek için bağlayıcılarla karıştırma, elde edilen besleme stoğunu kapalı bir kalıp içerisine enjekte etme (kalıplama), şekillendirilen parçaları kalıptan çıkarma, bağlayıcı giderme, sinterleme ve gerektiğinde ilave işlemler olarak sıralanabilecek bir dizi ardışık operasyon içermektedir (Kryachek 2004).

Bir toz metalurjisi prosesi olmasına rağmen geleneksel kalıpla presleme ile üretilen parçalardan daha yüksek yoğunluk ve dolayısıyla daha üstün mekanik özellikler elde edilmesini sağlayan toz enjeksiyon kalıplama teknolojisi, gerek talaşlı imalat gerekse de döküm yöntemlerine nazaran daha karmaşık şekilli parçaların yüksek yüzey kalitesine sahip olacak şekilde, yüksek ölçü hassasiyetiyle üretilebilmesine olanak tanımakla kalmaz; bunun yanında ince tane yapısına sahip ve kimyasal bileşimi her yerinde homojen olan parçaların ekonomik olarak üretilmesini de sağlar (German 1998).

Süperalaşım, oldukça şiddetli mekanik gerilmelerle karşılaşılacak ve çoğunlukla yüksek yüzey kararlılığı gerektiren yüksek sıcaklıklardaki servis şartlarında kullanılmak üzere geliştirilen ve temeli VIII B grubu elementler tarafından oluşturulan bir alaşım grubudur. Süperalaşım kobalt esaslı süperalaşım, demir esaslı süperalaşım ve nikel esaslı süperalaşım olmak üzere üç sınıfta ele alınabilirler (Sims 1987). Tüm süperalaşım sınıfları içerisinde en geniş kullanım

alanına sahip olan, nikel esaslı süperalaşımlardır. Nikel esaslı süperalaşımların benzer sıcaklıklarda kullanılabilen herhangi bir alaşım sisteminden çok daha geniş kullanım alanı bulmasında karmaşık bir kompozisyona ve iyi yüksek sıcaklık özelliklerine sahip olmaları rol oynamaktadır (Garimella 1997). Özellikle IN718, IN625 ve Nimonic 90 alaşımları yüksek sıcaklıklarda sergiledikleri üstün özelliklerden dolayı mühendislik uygulamalarında en yaygın ve başarılı bir şekilde kullanılan nikel esaslı süperalaşımlardır (Cieslak 1991).

Süperalaşım parçaların üretimi büyük ingotların üretilmesi ile başlar ve daha sonra bu ingotlar üç büyük üretim yönteminde final ürün elde etmek için kullanılırlar. Bu üretim yöntemleri; yeniden ergitme ve hassas döküm, yeniden ergitme ve akabinde dövme, süperalaşım tozları elde etmek amacıyla yeniden ergitme şeklindedir (Pollock 2006). Nikel esaslı süperalaşımlar geleneksel döküm yöntemiyle üretilirken alaşımın dendritik büyümeyle ve yavaş bir şekilde katılaşmasının sonucu olarak alaşım elementlerinin segregasyonu, diğer bir deyişle dendrit kolları ile dendritler arası bölgelerde kimyasal kompozisyon farklılıkları meydana gelir. Düşük difüzyon özelliğine sahip renyum, tungsten, tantal ve molibden gibi refrakter elementlerin segregasyonu kabul edilebilir bir homojenizasyon süresiyle tamamen giderilemediğinden süperalaşımlar önemli bir kalıntı segregasyon ile kullanılırlar. Bu kimyasal homojensizlik, süperalaşımın yapısal kararlılığını ve dolayısıyla mekanik davranışlarını etkiler. Segregasyonun en olumsuz etkilerinden biri, soğuma esnasında dendrit kolları ile dendritler arası bölgenin termal büzülme farkından kaynaklanan dendritik hücrelerdeki kalıntı gerilmelerdir (Brückner 2005).

Segregasyona ek olarak çeşitli nikel esaslı süperalaşımların ergiyik halde yüksek viskoziteye ve yüzey gerilmelerine sahip olmaları döküm ile üretilmelerini zorlaştırmaktadır. Bu durum sıcak yırtılmalara neden olmaktadır. Bazen dökümü yapılacak süperalaşım ergiyiğinde istenmeyen faz dönüşümleri de olabilmektedir (Kern 2010). Örneğin 718 alaşımı çoğunlukla geleneksel döküm yöntemi ile üretilmektedir. Fakat elementel segregasyon ve arzu edilmeyen fazların (Laves) oluşması büyük boyutlu ingotların üretiminde karşılaşılan ciddi problemler olmaktadır (Wlodek 1994). Inconel 718 alaşımından döküm hatalarının elimine edilmesi zaman alıcı ve pahalı olan bir süreç gerektirmektedir (Braun 1989).

Süperalaşımların dökümle üretilmesinde yukarıda söz edilenlerden başka; çil oluşumu, beyaz lekeler, inklüzyonlar ve tek kristalli alaşımlarda yanlış yönlene taneler karşılaşılan diğer bazı ciddi problemlerdir. Döküm alaşımlarında, döküm geometrisine ve döküm yöntemine ve az da olsa alaşım kimyasına duyarlı olan ek kusurlar da vardır. Bu kusurlar porozite, sıcak yırtılma, çapak yırtılması ve düşük veya yüksek açılı sınırların oluşması olup mekanik özellikleri sınırlandırabilmektedirler (Pollock 2006).

Dövme alaşımların üretimine tipik olarak, hazır ingotların deformasyon işlemine hazır hale getirilmesi için ikinci bir ingot veya toz haline getirilmesi amacıyla tekrar ergitilmesiyle başlanır. Nikel esaslı süperalaşımların yüksek sıcaklık yapısal özellikleri kimyasal homojensizlikler ve inklüzyonlar gibi mikroyapısal değişkenlere çok duyarlıdır. İngot boyutu arttıkça ergitme işlemi sıklıkla katılaşma esnasında makrosegregasyon veya büyük büzülme boşluklarının oluşmasıyla sonuçlandığından dövme alaşımları için ikinci bir ergitme işlemi kaçınılmazdır (Pollock 2006).

Dövme bir süperalaşım parça son şekline dökümle üretilmiş bir kütüğün defalarca ısıtılması ve defalarca deforme edilmesiyle ulaşır. Fakat tüm alaşım kompozisyonları dövme yoluyla üretilemezler (Donachie 2002 a). Günümüzde nikel esaslı süperalaşımlardan üretilen dövme parçalar endüstride büyük kabul görmesine rağmen çoğu parça çok karmaşık şekilli olup ek bir talaşlı işlem gerektirdiğinden üretim maliyeti yüksek olmaktadır (Simchi 2006). Nikel esaslı süperalaşımların genellikle yüksek sertliğe sahip olmaları talaşlı işlem ile üretilmelerini zorlaştırmaktadır (Johnson 2004, Kern 2010). Talaşlı işlem esnasında düşük termal iletkenliklerinden dolayı takım malzemesi ile temas eden bölgede sıcaklık artışı meydana gelmektedir (Axinte 2006). İşleme sırasında oluşan sıcaklıklara karşı yüksek sıcaklık sertlikleri sağlamalarına rağmen, nikel esaslı süperalaşımların işlenmesinde abrazyon mekanizması etkin olmaktadır. Süperalaşımdan kopan sert karbür parçacıkları takım ile iş parçası ara yüzeyine yapışarak kesici takım malzemesini hasara uğratmaktadır (Ezugwu 2003). Bu nedenlerden dolayı nikel esaslı süperalaşımların talaşlı imalatında özel ekipman ve deneyim gerekmektedir. Dolayısıyla bu sınıfta yer alan malzemeler için ek bitirme işlemleri gerektiren üretim yöntemlerinde önemli maliyet artışları meydana gelmektedir (Kern 2010).

Toz metalurjisinin (T/M) süperalaşımın üretilmesi için potansiyel avantajları 1960'ların sonunda ortaya çıkmıştır. 1970'lerde süperalaşım tüketici ve üreticileri toz metalurjisini düşük maliyetli ve yüksek performanslı uçak parçalarının üretimi için potansiyel yol olarak görmeye başladılar. T/M ile üretilmiş süperalaşım, geleneksel döküm veya dövme parçaların performans gereklerini karşılayamadığı uygulamalarda kullanılırlar. Geleneksel malzemelerin başarısızlığı (hasara uğraması) genellikle düşük veya homojen olmayan özelliklerden ve termomekanik özelliklerin düşmesine neden olan segregasyondan kaynaklanmaktadır (Sims 1987).

Polikristalin nikel esaslı süperalaşımın dayanımını arttırmak için refrakter alaşım ilavelerinin yapılmasında ve γ' oluşturu elementlerin seviyelerinin arttırılmasında da geleneksel üretim yöntemleri yetersiz kalmaktadır (Maurer 1996). W, Mo, Ti, Ta ve Nb gibi elementler alaşımı etkileyici bir şekilde güçlendirmelerine rağmen, ingotta şiddetli segregasyonlar oluştururlar. İlave olarak yüksek mukavemetli alaşımın sınırlı süneklikleri, soğuma esnasında meydana gelen termal gerilmeler nedeniyle ingotu çatlak oluşumuna karşı hassas duruma getirir. Toz üretim yöntemleri ergitmeyle ilgili kusurlardan kaynaklanan zorlukların üstesinden gelmek ve ileri derecede yüksek mukavemetli çok kristalli süperalaşım parçalar üretmek için geliştirilmiştir (Pollock 2006) ve genellikle tercih edilen fakat her yerde deva olmaktan uzak olan geleneksel metotlar yetersiz kaldığında kullanılır (Sims 1987). Süperalaşımın üretiminde toz metalurjisinin geleneksel yöntemlere (döküm, dövme ve talaşlı imalat) tercih edilmesinin temelinde yatan sebepleri şu şekilde sıralamak mümkündür:

- Hızlı katılma oranlarıyla segregasyonun azaltılmasını sağlar. Bu durum döküm yöntemiyle başarılması imkânsız olan daha küçük intermetalik çökelti ve dendritler arası mesafenin kısalması ile sonuçlanır (Sims 1987). İnce tozların hızlı katılması alaşımda makrosegregasyon oluşumunu etkileyici bir şekilde baskılar. T/M yöntemiyle üretilen malzemeler küçük boyutlu tozların birleşerek bir araya gelmesiyle oluştuğundan, en büyük segregasyon mesafesi de bu toz parçacıklarının boyutuyla sınırlı kalmakta ve bu sayede homojenizasyon ısıl işlemine gerek kalmamaktadır (Pollock 2006).

- Çok yüksek mekanik özellikler elde etmeyi başarmak için dövülebilir mikroyapı sağlamaktadır (tozun mikro ölçekte homojen olması sayesinde özellikler de homojen olmaktadır) (Sims 1987).
- Özel ortamlar için homojen yapıların başarılabilmesi mümkündür. Örneğin oksit dağılımıyla mukavemetlendirilen süperalaşımın (ODS) T/M'den başka bir yöntemle üretilebilmeleri mümkün değildir (Sims 1987).
- Alaşım sisteminin esnekliğini arttırmaktadır (Stoloff 2005). Diğer bir ifadeyle malzeme kullanımını geliştirerek stratejik elementlerin kullanılmasını sağlamakta (geniş malzeme yelpazesi) (Simchi 2006) ve bu sayede ingot olarak üretilmesi mümkün olmayan alaşım sistemlerine ve kompozisyonlara imkân tanımaktadır (Vervoort 1996).
- İnce tane yapısı sayesinde yüksek mekanik özellikler elde edilebilmektedir (Stoloff 2005).
- Büyük ekonomik kazanç sağlamaktadır (Simchi 2006).
- Süperalaşım tozlarına bir ön alaşımlama uygulanabilmesi sayesinde yoğun ve çarpılmaya uğramayan homojen yapılı parçalar üretilebilmektedir (Lal 2000).
- Kirlenmeler minimize edilerek veya tamamen önlenerek tozlar yüksek saflıkta üretilebilmektedir (Babu 2006).
- Hammaddeler israfa yer verilmeden daha verimli kullanılabilmekte, böylece malzeme tasarrufu sağlanmaktadır.

Geleneksel döküm ve dövme yöntemlerine göre yukarıda sayılan avantajları sağlamasına rağmen, geleneksel T/M yöntemleri de bazı durumlarda yetersiz kalmaktadır. Son zamanlarda gaz türbin motor parçalarının üretimi için süperalaşımın toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmesi büyük ilgi görmektedir (Simchi 2006). Geleneksel döküm ürünleri ile kıyaslandığında TEK

ürünleri T/M ürünlerinin yukarıda sayılan bütün üstünlüklerine sahiptirler (Vervoort 1996). TEK'in asıl çekiciliği, yüksek performanslı malzemelerden karmaşık şekilli parçaların ekonomik olarak üretilebilmesini mümkün kılmasından kaynaklanmaktadır (German 1998).

İleri bir toz metalurjisi prosesi olan TEK metodu, toz metalurjisindeki geleneksel kalıpla presleme yöntemine göre birçok üstünlük sağlamaktadır. TEK'te parçanın geometrik şekli kalıpla preslemedeki gibi zımbanın tek eksenli hareketiyle sınırlı değildir. Kalıpla preslemede genellikle yüksek basınçlarla çalışılmasına rağmen daha düşük şekil karmaşıklığına sahip parçalar elde edilebilir. En önemlisi toz enjeksiyon kalıplama teknolojisinin aksine tek eksenli kalıpla presleme işlemiyle şekillendirilen parçalarda yoğunluk gradyanları meydana gelmektedir (German 1998). Toz-toz ve toz-kalıp duvarı arasındaki sürtünmelerden kaynaklanan yoğunluk gradyanları sinterleme esnasında parçanın homojen olmayan bir şekilde çekmesine (büzülmesine) yol açar. TEK'te kalıplanan malzemenin sıvı gibi davranması sayesinde yoğunluk gradyanları oluşmaz (United States Patent 1978). Kalıpla preslenmiş parçalardaki yoğunluk gradyanlarının sinterleme esnasında çarpılmalarına neden olmasının önüne geçmek için bu tür parçaların, büzülmenin meydana gelmediği düşük sıcaklıklarda sinterlenmesi ya da sinterleme sonrası talaşlı işlemle düzeltilmeleri gerekir. Aksi halde boyutsal sapmalar kabul edilemeyecek kadar büyük olur. TEK ürünleri geleneksel T/M ürünleri ile kıyaslandığında daha yoğunurlar (bağıl yoğunluk > %95). Parça içinde kalan az miktardaki gözenekler de küçük ve küresel şekilli olup birbirleriyle bağlantılı değildirler (Vervoort 1996). Bu sayede üretilen parçalar genellikle daha üstün mekanik özelliklere sahip olmaktadır. Şekillendirme basıncında, sinterleme sıcaklığında ve üretilen parçaların performanslarında bulunan farklılıklardan dolayı geleneksel kalıpla presleme ile TEK farklı uygulamalara hitap ederler. Geleneksel kalıpla presleme düşük sıcaklıklarda sinterlenen, düşük performans özelliklerine sahip basit şekilli parçalar için uygun iken TEK tam yoğunlukta veya tam yoğunluğa yakın karmaşık şekilli parçaların üretimi için uygundur. Yüksek final yoğunlukları nedeniyle TEK ürünleri genellikle diğer toz üretim yöntemleriyle üretilenlerden daha üstündür. TEK ile üretilen parçalardaki düşük gözeneklilik sayesinde, yüksek bir mukavemet, tokluk, süneklik, iletkenlik ve manyetiklik gibi özellikler sağlanabilmektedir

(German 1998). Özellikle T/M ile nikel esaslı süperalaşımlardan beklenen özelliklerin sağlanabilmesi için çıkılması gereken yeterince yüksek yoğunluk değerleri ancak ek bir sıcak izostatik presleme (HIP) ile sağlanabilmekteyken TEK'te bu tür bir işlem zorunlu olmayıp sinterlemeyle yüksek yoğunluğa çıkılabilmektedir (Kern 2010). Bu nedenlerden dolayı kritik uygulamaların vazgeçilmezi olan süperalaşım parçaların TEK ile üretilmesi çok büyük avantajlar sağlayacaktır.

Şimdiye kadar küçük ve karmaşık şekilli parçaların üretiminde talaşlı imalat, hassas döküm ve sıcak izostatik presleme gibi pahalı üretim teknikleri kullanılmıştır. Son zamanlardaki malzeme azlığı ve hammadde maliyetlerindeki artış, araştırmacıları havacılık parçalarının imalatı için yeni işleme prosesleri geliştirmeye yöneltmektedir. Hammaddeden yararlanma oranını arttıracak, geleneksel şekillendirme proseslerinde tipik olarak karşılaşılan zayıf işlenebilirlik ve şekillendirilebilirliğin üstesinden gelmeyi sağlayacak proseslerle üretim yapılması büyük kazanımlar sağlayacaktır. TEK, dövme malzemelere yakın mukavemet gerektiren yüksek performanslı yapısal parçalar üretmeyi mümkün kılar. Ayrıca TEK, T/M'deki geleneksel aksenal kalıplamadaki şekil kısıtlılığının da üstesinden gelerek net ölçülerde veya net ölçülere yakın karmaşık şekilli parçalar üretilebilmesini de sağlamaktadır (Julien 2006). İleri düzey kullanım alanına sahip süperalaşımların üretiminde, hammaddeden son ürüne kadar geçen kademeli ve uzun işlemler için gerekli yoğun emek ve enerji sarfiyatı bu süreçler zincirini ve nihayetinde ürünleri oldukça pahalı kılmaktadır. Alternatif bir üretim tekniği olan TEK, orta veya yüksek üretim hacimlerinde, karmaşık geometrik tasarımlara, üretimdeki malzeme kaybını minimum düzeye indirmeye, zamandan tasarruf sağlayarak hızlı üretime ve bu sayede büyük ekonomik kazanç olarak tanımaktadır (Johnson 2004). Bu nedenlerden dolayı tez çalışmasında süperalaşımların TEK ile en uygun şekilde üretimi için gerekli parametreler incelenmiştir. Üretilen malzemelerin endüstriyel uygulama alanlarında güvenli bir şekilde kullanılabilmesi, mekanik davranışlarının ve diğer özelliklerinin iyi bir şekilde bilinmesi ile mümkündür. Malzemelerin mikroyapı ve mekanik özellikleri, sinterleme sıcaklığına, sinterleme sonrası yapılan ısıl işlemlere, fazların kimyasal yapısı ve mikroyapıdaki miktarına, parça içindeki gözenek miktarı ve geometrisine bağlı olarak değişmektedir (Yılmaz 2005 a). Malzemelerin mikroyapıları, sahip oldukları çekme dayanımı, elastisite modülü, yorulma ömrü gibi

mekanik özellikler üzerinde etkilidir (Tekeli 2005). TEK ile üretilen süperalaşımların güncel kullanımları sınırlıdır, çünkü mekanik özelliklerine ve korozyon dayanımlarına ait literatür bilgisi çok azdır (Johnson 2004). Bu nedenlerle tez çalışmasında TEK ile üretimi gerçekleştirilen süperalaşım ürünlerin mikroyapı ve mekanik özellikleri detaylıca irdelenmiştir.

Tez çalışmasında, otomotiv, havacılık, medikal ve endüstriyel uygulamalardaki üstün özellikleri nedeniyle gelişimi son yıllarda büyük ilgi odağı haline gelmiş olan nikel esaslı süperalaşımlardan (IN718, IN625 ve Nimonic 90) TEK metodu kullanılarak parça üretimi yapılmıştır. Üretimde farklı sinterleme sıcaklıkları ve süreleri kullanılmış; en yüksek yoğunluğa ulaşılan parçalar farklı ısıl işlem çevrimlerine tabi tutulmuşlardır. Üretilen parçaların sinterlenmiş durumdaki ve farklı ısıl işlemlere tabi tutulmuş durumdaki mikroyapısal özellikleri ve mekaniksel davranışları karakterize edilmiş; böylece bu tür malzemelerin TEK yöntemi ile üretilmesinde optimum üretim parametrelerinin belirlenmesi ve TEK ile üretilmiş bu tür parçalar için en iyi sonucu veren ısıl işlem çevrimlerinin tespit edilmesi amaçlanmıştır. Aynı zamanda TEK ile üretilmiş bu tip malzemelerin mikroyapısal ve mekanik özelliklerinin bu konuda sınırlı olan literatüre aktarılması da sağlanmıştır.

Bu çalışmada hazırlanan tez 6 bölümden oluşmaktadır. Giriş bölümünde; toz enjeksiyon kalıplama teknolojisinin önemi, gerekliliği, süperalaşımların tanımı, çalışmada kullanılan başlangıç tozları ve toz metalurjisi ile üretilen numunelere uygulanan mekanik ve mikroyapı karakterizasyon tekniklerinin gerekliliği vurgulanarak, yapılan çalışmanın gerekçesi hakkında bilgiler verilmiştir. Giriş bölümünü takiben 2. bölümde; TEK teknolojisi, avantajları ve dezavantajları, TEK'te kullanılan toz ve bağlayıcıların özellikleri, işlem basamakları ve TEK'in uygulama alanları ile ilgili bilgiler sunulmaktadır. Bölüm 3'te süperalaşımlar, mikroyapı ve mekanik özellikleri, süperalaşım sınıfları, özellikle de nikel esaslı süperalaşımlar hakkında bilgiler sunulmuş ve süperalaşımlar için büyük öneme sahip olduğu için yaşlandırma ısıl işlemi ele alınmıştır. Bölüm 4'te, yapılan deneysel çalışmalar ve izlenen deneysel metotlar açıklanmıştır. Bölüm 5, bu çalışmanın en can alıcı kısmını oluşturmakta olup, bu bölümde; TEK ile üretilen numunelere uygulanmış olan mikroyapısal incelemelere ve mekanik testlere ait sonuçlar verilmiştir. Elde edilen

deneysel sonuçlar ve mikroyapı görüntüleri literatür ile karşılaştırılarak açıklanmıştır. Bu çalışmanın son kısmı olan 6. bölümde ise elde edilen genel sonuçlar ve gelecekte aynı konuda araştırma yapacaklar için tavsiye niteliğinde bazı öneriler sunulmaktadır.

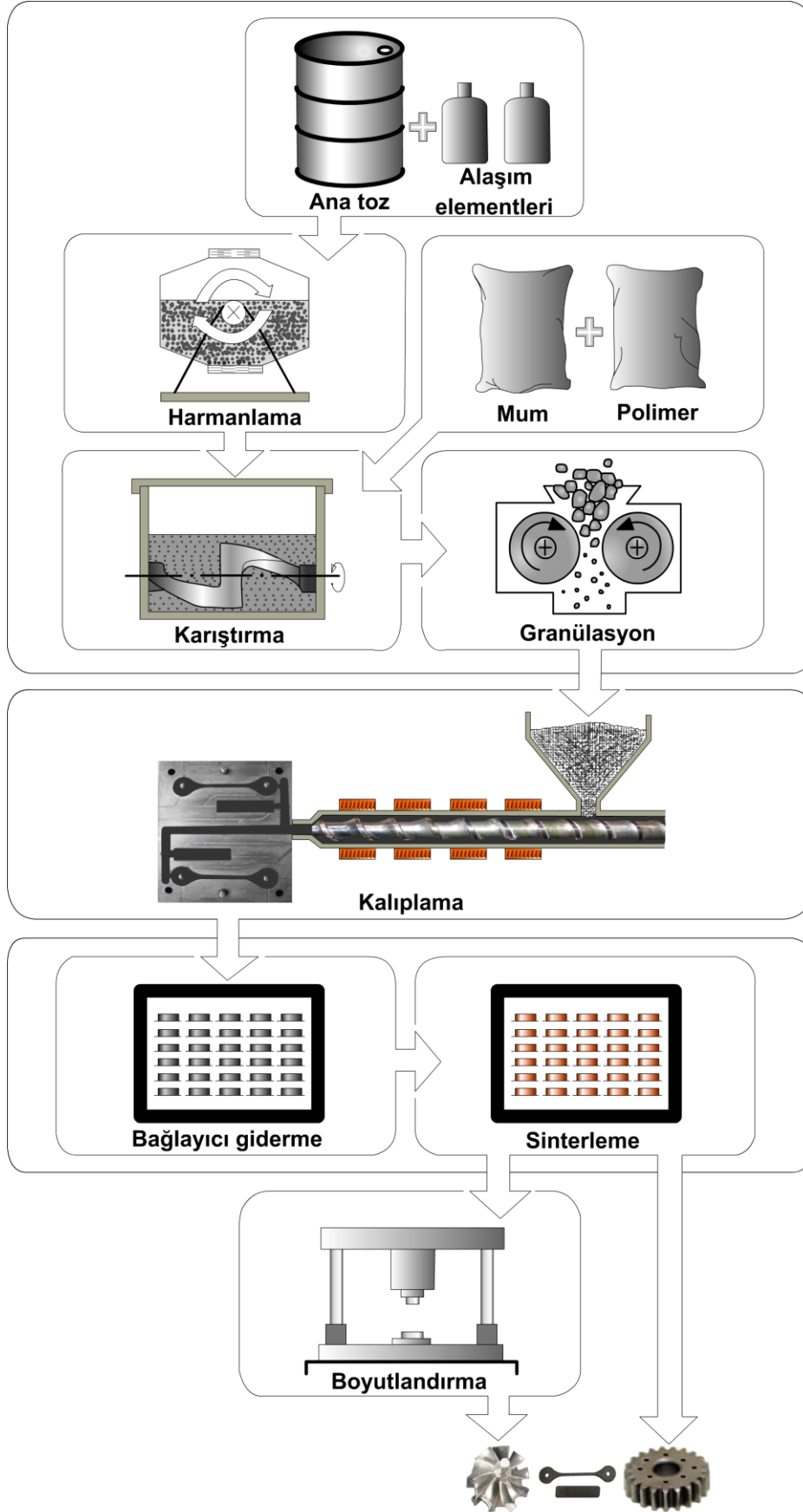
BÖLÜM 2. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA

2.1. Giriş

Enjeksiyon kalıplama (farklı ülkelerde Metal Injection Moulding-Metal Enjeksiyon Kalıplama veya Powder Injection Moulding-Toz Enjeksiyon Kalıplama olarak da bilinmektedir) üretim yöntemi 1970'lerin başlangıcında Amerika'da geliştirilmiştir (German 1997 a). Kısa sürede toz metalurjisi ile parça şekillendirme ve üretmede en çok gelecek vadeden yöntemlerden biri olarak kabul görmüştür. Toz Enjeksiyon Kalıplama prosesi Şekil 2.1'de görüldüğü gibi;

- Metal ve/veya seramik tozlarını homojen bir besleme stoğu elde etmek için bağlayıcılarla karıştırma,
- Elde edilen besleme stoğunu kapalı bir kalıp içerisine enjekte etme (kalıplama),
- Şekillendirilen parçaları kalıptan çıkarma,
- Bağlayıcı giderme,
- Sinterleme,
- Gerektiğinde ilave işlemler olarak sıralanabilecek bir dizi ardışık operasyondan oluşmaktadır.

Enjeksiyon kalıplama teknolojisi basit olup, yüksek üretkenliği ve prosesin kararlılığı ile bilinmektedir. Bu sayede prosesin karmaşık olmayan ucuz ekipmanlarla işlemesi mümkün olur. Geleneksel yöntemlerle üretilmesi çok pahalı veya imkânsız olabilen (örneğin yüksek gevrekliğe ve sertliğe sahip olan yapısal seramikler) önceden kimyasal kompozisyonu belirlenmiş karmaşık geometrik şekle sahip parçalar (ince kesitli ve yüksekliği boyunca çok katmanlı olan parçalar da dâhil) bu metotla kolaylıkla üretilebilmektedir (Kryachek 2004).



Őekil 2.1. Toz enjeksiyon kalıplama prosesi üretim ařamalarının Őematik gősterimi

2.1.1. Toz enjeksiyon kalıplama teknolojisinin avantajları

Enjeksiyon kalıplama, yüksek boyutsal hassasiyete sahip ürünleri kusursuz, ince taneli yapıda ve mekanik özellikleri anizotropik olmayacak bir şekilde üretmeyi mümkün kılmakla birlikte; %95'in üzerinde verim sağlayan, parça üretimindeki işçiliği 3 kat veya daha da aşağı düşüren ve ilk yatırım maliyeti düşük olan bir üretim yöntemidir. Enjeksiyon kalıplamayla tek aşamada kalıplanan ve sinterlenen parçaların yoğunluğu, geleneksel yöntemlerle preslenerek sinterlenen parçalardan daha yüksek olup, mukavemetleri döküm ve haddeleme ile üretilenlere yakındır (Kryachek 2004). TEK'in asıl çekiciliği, yüksek performanslı malzemelerden karmaşık şekilli parçaların ekonomik olarak üretilebilmesinden kaynaklanmaktadır. Yüksek final yoğunlukları nedeniyle TEK ürünleri, genellikle diğer toz üretim yöntemleriyle üretilenlerden daha üstündür. Yaygın olarak kullanılan tüm seramikler ve alaşımlar da dâhil olmak üzere çoğu malzemeden TEK ile ürün elde etmek mümkündür. Bu malzemelere örnek olarak çelik, paslanmaz çelik, takım çeliği, silisyum nitrür, semente karbür, silisyum karbür, bakır, tungsten, ağır metaller, nikel esaslı alaşımlar, kobalt esaslı alaşımlar ve tungsten-bakır veya molibden bakırı da içeren kompozitler gösterilebilir. Geleneksel malzemelerden başka TEK ile aynı zamanda nikel esaslı süperalaşımlar, intermetalikler, kıymetli metaller, refrakter metaller ve seramik-fiber takviyeli seramik kompozitler gibi özel malzemelerden üretim yapılabilmektedir (German 1998).

Şekil karmaşıklığı, düşük maliyet ve yüksek performans gibi temel avantajlarının yanı sıra diğer bazı özellikleri de toz enjeksiyon kalıplama teknolojisinin önemini arttırmaktadır. Kalıplanan parçada hem iç hem de dış vida dişlerinin oluşturulabilmesinin mümkün olması sayesinde, sinterleme sonrasında yapılacak olan talaşlı işlemde kaçınılmış olur. Aynı zamanda kalıplanan parçada çeşitli desen veya işaretler de direkt olarak oluşturulabilir. Bunlara ek olarak üretilen parçaların yüzey kalitesi genellikle yüksektir (German 1998). TEK'in sağladığı bir diğer olanak, iki farklı malzemeden tabakalı bir yapı oluşturmayı mümkün kılmasıdır. Bu tür parçalar farklı iki malzemenin ham iken kalıplama işlemiyle birleştirilmesiyle oluşturulur. Bu seçenek sayesinde korozyon bariyerleri, aşınma yüzeyleri, elektrik

bağlantıları veya yüksek tokluğa sahip parçalar üretilebilir (German 1998). Şekil 2.2’de TEK yöntemi ile üretilmiş çeşitli parçalar görülmektedir.

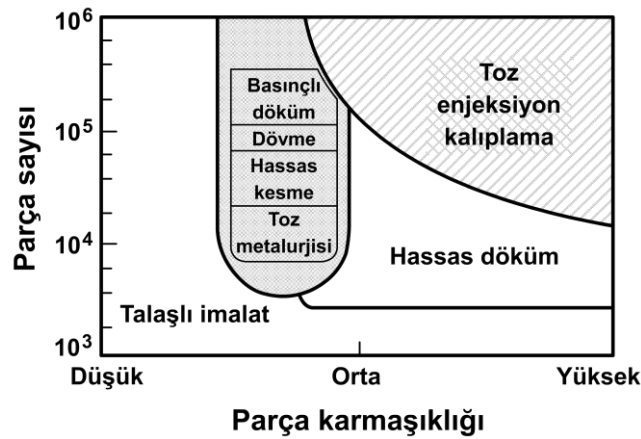


Şekil 2.2. Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilmiş çeşitli parçalar (Kryachek 2004)

Geleneksel toz metalurjisindeki kalıpla presleme ve TEK arasında bazı farklar bulunmaktadır. TEK’te parçanın geometrik şekli, kalıpla preslemedeki gibi zımbanın tek eksenli hareketiyle sınırlı değildir. Kalıpla preslemede genellikle yüksek basınçlarla çalışılmasına rağmen daha düşük şekil karmaşıklığına sahip parçalar elde edilebilir. En önemlisi TEK teknolojisinin aksine tek eksenli kalıpla presleme işlemiyle şekillendirilen parçalarda yoğunluk gradyanları meydana gelmesidir (German 1998). Toz-toz ve toz-kalıp duvarı arasındaki sürtünmelerden kaynaklanan yoğunluk gradyanları sinterleme esnasında parçanın üniform olmayan bir şekilde büzülmesine yol açar. TEK’te kalıplanan malzemenin sıvı gibi davranması sayesinde yoğunluk gradyanları oluşmaz (United States Patent 1978). Kalıpla preslenmiş parçalardaki yoğunluk gradyanlarının sinterleme esnasında çarpılmalara neden olmasının önüne geçmek için bu tür parçaların, büzülmenin meydana gelmediği düşük sıcaklıklarda sinterlenmesi ya da sinterleme sonrası talaşlı işleme düzeltilmeleri gerekir. Aksi halde boyutsal sapmalar kabul edilemeyecek kadar büyük olur. TEK ürünleri geleneksel T/M ürünleri ile kıyaslandığında daha yoğunurlar (bağlı yoğunluk>%95). Parça içinde kalan az miktardaki gözenekler de küçük ve küresel şekilli olup birbirleriyle bağlantılı değildir (Vervoort 1996). Bu sayede üretilen parçalar genellikle daha üstün mekanik özelliklere sahip olmaktadır. Şekillendirme basıncında, sinterleme sıcaklığında ve üretilen

parçaların performanslarında bulunan farklılıklardan dolayı geleneksel kalıpla presleme ile TEK farklı uygulamalara hitap ederler. Geleneksel kalıpla presleme düşük sıcaklıklarda sinterlenen, düşük performans özelliklerine sahip basit şekilli parçalar için uygun iken, TEK tam yoğunlukta veya tam yoğunluğa yakın karmaşık şekilli parçaların üretimi için uygundur. TEK ile üretilen parçalardaki düşük gözeneklilik, yüksek bir mukavemet, tokluk, süneklik, iletkenlik ve manyetiklik gibi özellikler sağlar (German 1998). Geleneksel döküm ürünleri ile kıyaslandığında TEK ürünleri T/M ürünlerinin bilinen üstünlüklerine (ince taneler, segregasyonsuz malzemeler, ingot olarak üretilmesi mümkün olmayan alaşım sistemleri ve kompozisyonlar) sahiptirler (Vervoort 1996).

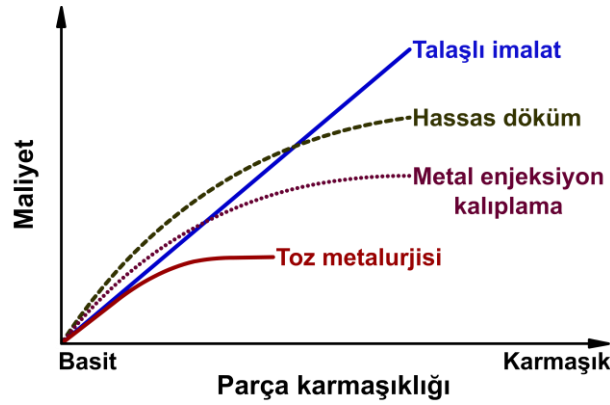
TEK'in en büyük avantajlarından biri de genellikle hassas parçalar için gerekli olan delme, talaşlı işlem, taşlama veya delik işleme gibi ikincil işlemlere ihtiyaç bırakmamasından kaynaklanır (German 1998). Bu; özellikle tungsten, kompozitler, intermetalikler ve seramikler gibi sert malzemeler için ikincil işlem maliyetlerinin düşük olması anlamına gelir (Vervoort 1996). Ayrıca toz-bağlayıcı karışımının (yolluk, dağıtıcı ve hasarlı ham parçalar da dâhil) geri dönüşümünün mümkün olması sayesinde malzemenin %100'üne yakını kullanılmış olur. Diğer bir ifadeyle malzeme israfı olmamaktadır. Bu durum, refrakter metaller, özel seramikler ve kıymetli metaller gibi pahalı hammaddeler için büyük önem arz etmektedir (German 1998). Şekil 2.3'te TEK'in karmaşık şekilli parçalardan yüksek üretim hacminde parça üretimi için diğer üretim yöntemlerine kıyasla daha avantajlı olduğu görülmektedir.



Şekil 2.3. Üretim hacmi ve parça karmaşıklığına bağlı olarak üretim teknolojilerinin uygun oldukları bölgeler (Froes 1998)

2.1.2. Toz enjeksiyon kalıplamada sınırlamalar

Genel olarak plastik enjeksiyon kalıplamayla oluşturulabilecek tüm şekiller TEK ile de elde edilebilir. Bu, neredeyse tüm geometrik şekillerde parça üretiminin TEK ile mümkün olduğu anlamına gelir. Fakat TEK, halen basit şekilli veya simetrik eksenli geometriye sahip parçaların üretiminde torna ile işleme veya kalıpla presleme teknikleriyle rekabet edememektedir. Şekil 2.4'te görüldüğü gibi basit geometrili küçük parçalar standart talaşlı imalat, kalıpla presleme veya döküm teknikleriyle daha ekonomik bir şekilde üretilebilirler (German 1998).



Şekil 2.4. Üretim teknolojilerinin parça karmaşıklığı ve maliyete bağlı olarak kıyaslanması (German 1990)

Bazı durumlarda TEK için diğer bir sınırlama üretilecek parçanın boyutudur. Büyük parçaların üretimi daha fazla toz (bazı kompozisyonlar için büyük giderdir) ve daha pahalı ve kontrolü zor olan büyük kalıp ve sinterleme ekipmanları gerektirir (German 1998). Ayrıca parça boyutu, ön şekil kazandırılmış ham parçanın bütünlüğüne zarar vermeden polimerik taşıyıcının (bağlayıcının) uzaklaştırılmasının güçlüğü tarafından da sınırlanabilmektedir (Dax 1998). Çünkü TEK için önemli bir problem olan bağlayıcı giderme işleminin süresi kesit kalınlığına bağlıdır. Bu nedenle farklı üreticiler tarafından 10 ila 50 mm arasında değişen kesit kalınlığı üst limitleri belirlenmiştir. Diğer taraftan TEK ile kesit kalınlığı 0,5 mm'den az olan parçaların üretimi de yapılabilmektedir. Maksimum parça boyutu takım maliyeti, toz maliyeti ve ekipman kapasitesi gibi birkaç faktöre bağlıdır. Genellikle maksimum boyut toplam parça hacmi 100 cm³'ün altında olacak şekilde 100 mm'nin altındadır (German 1998)

Her ne kadar kritik ölçülü parçaların daha dar toleranslarla elde edilebilmesi mümkün olsa da, pratikte boyutsal toleranslar genellikle hedef ölçülerden %0,3'lük sapmalar gösterir. Daha yüksek boyutsal hassasiyet sağlanabilmesi için sinterlemeden sonra talaşlı işlem veya yeniden boyutlandırma işlemlerinin yapılması gerekir. Kalıplama esnasındaki düzensiz doldurma, oluşturulacak parçada farklı kalınlıklarda kesitlerin bulunması veya enjekte edilen karışım için istikamet farklılıkları, şekillendirilen parçada yoğunluk gradyanları oluşmasına neden olabilir ki; bu durum sinterleme esnasında çarpılmaya yol açar. Bu nedenle üreticilerin kesit kalınlığındaki değişiklikleri minimum seviyede tutmaları (mümkünse eşit kesit kalınlığı veya kesit kalınlıkları arasındaki farkın en çok 2 kat olması) gerekir. Fakat 10–100 kat kesit kalınlığı değişiklikleri de imkânsız değildir (German 1998).

TEK'te kullanılan küçük boyutlu tozlar, büyük boyutlu tozlardan ve dövme malzemelerden daha pahalıdır. Toz maliyeti üretim maliyetinin büyük bir kısmını teşkil edeceğinden büyük parçaların imali için bir engel haline gelir. Toz enjeksiyon kalıplamada karşılaşılan diğer önemli sorunlar üretilen parçalar için eksik özellik verileri ve temel proste eğitilmiş personel yetersizliğidir (German 1998).

2.2. Toz Enjeksiyon Kalıplamada Kullanılan Tozlar

TEK'te kullanılan tozlar geleneksel toz metalurjisinde kullanılanlara nazaran daha incedirler. Kullanılan tozların parçacık boyutu genellikle 20 μm 'dan küçük olup; metal tozları için ortalama 5–10 μm , seramik veya sert metal tozları için ise ortalama 1–2 μm 'dur. Bu şekilde ince taneli tozların kullanılmasıyla toz parçacıklarının besleme stoğu içerisinde homojen dağılımlarına katkıda bulunularak enjeksiyon esnasında kalıp boşluğunun homojen bir şekilde doldurulabilmesi için gerekli olan doğru akış ve viskozite kombinasyonu da sağlanmış olur. Ek olarak sinterleme hızı parçacık boyutuyla ters orantılı olduğu için (Riedel 1994) parçanın sinterlenmesi ve yoğunlaşması daha kısa sürede gerçekleşmiş olur (Vervoort 1996).

Oluşturulacak olan besleme stoğuna tozların yüksek hacimde yüklenmesi (metaller için yaklaşık olarak hacimce %60, seramikler için ise hacimce %55), kabul edilebilir bir akış ile bağlayıcı giderme programını minimize edecek ve büzülme daha kolay

kontrol edilebileceği için boyutsal kontrolün daha kolay yapılmasını sağlayacaktır. Bunun sağlanabilmesi için farklı boyutlardaki küresel şekilli parçacıklardan oluşan yüksek paketlenme yoğunluğuna sahip sistemlerin kullanılması gereklidir (Vervoort 1996). TEK için ideal bir tozun özellikleri Tablo 2.1’de verilmiştir.

Tablo 2.1. TEK için ideal toz özellikleri (Vervoort 1996)

| | |
|--------------------------------------|--------------------------------|
| Tane boyutu | 0,1 ila 20 µm arası olmalı |
| Ortalama tane boyutu | 2 ila 8 µm arası olmalı |
| Vurgu yoğunluğu | En az teorik yoğunluğun %50’si |
| Tane şekli | Küresele yakın olmalı |
| Şev açısı | 45°nin üzerinde olmalı |
| Sıkıştırılmış şev açısı | 55°nin üzerinde olmalı |
| Yoğun, gözenek içermeyen parçacıklar | |
| Temiz parçacık yüzeyi | |

2.3. Toz Enjeksiyon Kalıplamada Kullanılan Bağlayıcılar

TEK prosesinin başarısı büyük ölçüde doğru bağlayıcı seçimine bağlıdır (Vervoort 1996). Bağlayıcı, tozu istenilen şekle sokmak ve o şekli sinterleme aşamasına kadar muhafaza etmek için geçici olarak yararlanılan bir araçtır. Parçanın son bileşimi üzerine etkisi olmayan bağlayıcının, şekillendirme işlemi üzerine etkisi vardır (German 1996).

Bağlayıcılar küçük miktarlarda iyi karışabilmeli, metal kalıptan kolay ayrılabilmesi, şekillendirilen parçanın şeklini ve dayanımını koruyabilmeli, parçadan hızlı bir şekilde giderilebilmeli ve parçayı kalıntı karbon veya diğer bozunmuş artıklarla kirletmemelidir. Diğer bir ifadeyle, kalıplama sonrasında parça bütünlüğüne zarar vermeden ve ürünün final özellikleri üzerine olumsuz bir etkisi olmadan giderilebilmelidir (Vervoort 1996). Bağlayıcılar aynı zamanda karıştırma, kalıplama ve bağlayıcı giderme aşamalarında tozlara karşı pasif olmalı ve çevreye karşı zararlı etkiye sahip olmamalıdır. Hazırlanmış besleme stoğunda ham parçanın homojen olmamasına neden olabilecek toz ve bağlayıcı ayrışması meydana gelmemelidir. Bu ayrışmanın önlenmesi için toz yüzeylerinin bağlayıcı tarafından ıslatılması ve bağlayıcının toza iyi bir yapışma sergilemesi gerekmektedir. Bağlayıcının tozu iyi

ıslatabilme kabiliyetine sahip olması aynı zamanda karıştırma işleminin kolay olmasını sağlayacaktır (Vervoort 1996).

Bu özelliklerin kombinasyonu ancak farklı bileşenler kullanılarak oluşturulan çok bileşenli bir bağlayıcı ile sağlanabilir (Vervoort 1996). Bu karışımların temelini plastikleştirici ve yüzey aktifleyici rolü oynayan organik bağlayıcı bileşenleri oluşturur. Bileşenlerin tümü tamamen veya kısmen karşılıklı olarak birbirini içerisinde çözünebilmelidir. En popüler karışımlar polimerler, balmumu, parafin ve diğer güçlendiricileri ihtiva ederler. Mumlar, ıslatabilirliği ve yağlama özelliğini geliştirirken polimerler, plastikliği (şekillendirilebilirliği/akıcılığı) ve şekillendirilmiş ham parçanın mekanik dayanımını sağlarlar. Stearik ve oleik asit gibi ilaveler bağlayıcı karışımı ile toz parçacıkları arasındaki ara yüzey reaksiyonunu geliştirirler (Kryachek 2004). Diğer bir ifadeyle, toz parçacıklarının yüzey enerjisini düşürerek bağlayıcı tarafından ıslatılabilmelerini sağlarlar. Enjeksiyon kalıplama teknolojisinde bağlayıcı olarak kullanılan organik maddeler Tablo 2.2’de gösterildiği gibi birkaç gruba ayrılabilir.

Tablo 2.2. Enjeksiyon kalıplama için bağlayıcı sistemleri (Nyberg 1998)

| Bağlayıcı Türü | Bileşen* | |
|---------------------------------|--------------------|-------------------|
| | Ana (esas) | İkincil |
| Mum esaslı | Parafin mumu | Polietilen |
| | Mikrokristalin mum | Polisitren |
| | Doğal mum | Stearik asit |
| | Sıvı yağlayıcılar | Bütül stearat |
| Polimer esaslı | Polisitren | Stearik asit |
| | Polietilen | Mum |
| | Polioksimetilen | Patentli ilaveler |
| Termoreaktif reçineler | Epoksi reçineler | Mum |
| | | Stearik asit |
| Dondurulabilir bağlayıcılar | Su | Anilin |
| | | Agar |
| | | Parafin mum |
| Jelâtinleştirilmiş bağlayıcılar | Su | Metil selüloz |
| | | Agar |
| | | Gliserin |

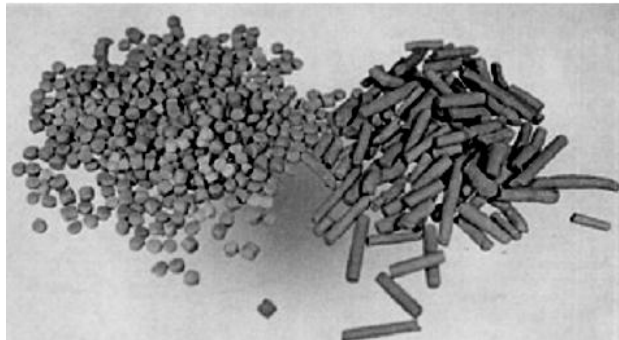
*Ana (esas) bileşen içeriği %50’den fazla, ikincil bileşen içeriği %50’den azdır.

2.4. Besleme Stoğu Hazırlama

Önceden belirlenmiş olan bir kompozisyona göre ana tozları bağlayıcılarla karıştırmadaki asıl gaye, düşük viskoziteye ve iyi şekillendirilebilme kabiliyetine sahip homojen bir karışım (besleme stoğu) elde etmektir (Kryachek 2004). Bir besleme stoğu içerisindeki bağlayıcı miktarı, bağlayıcı giderme işleminin süresini düşürmek ve sinterleme sırasındaki büzülme hacmini azaltmak amacıyla mümkün olduğunca az; yani minimum düzeyde olmalıdır. Diğer bir ifadeyle besleme stoğuna girecek bağlayıcı miktarı, toz parçacıkları üzerinde mümkün olduğunca ince bir bağlayıcı tabakası oluşturarak toz boyutunda önemli bir boyut artışına neden olmadan toz parçacıkları arasındaki çekim kuvvetini ve besleme stoğunun viskozitesini azaltmaya yetecek kadar olmalıdır (Kryachek 2004). Toz malzemeye, parça boyutu ve gözenek miktarına ve bağlayıcı türüne bağlı olarak besleme stoğunun hacimce %15 ile 60'ı bağlayıcıdır (Lin 1997).

2.4.1. Granülasyon

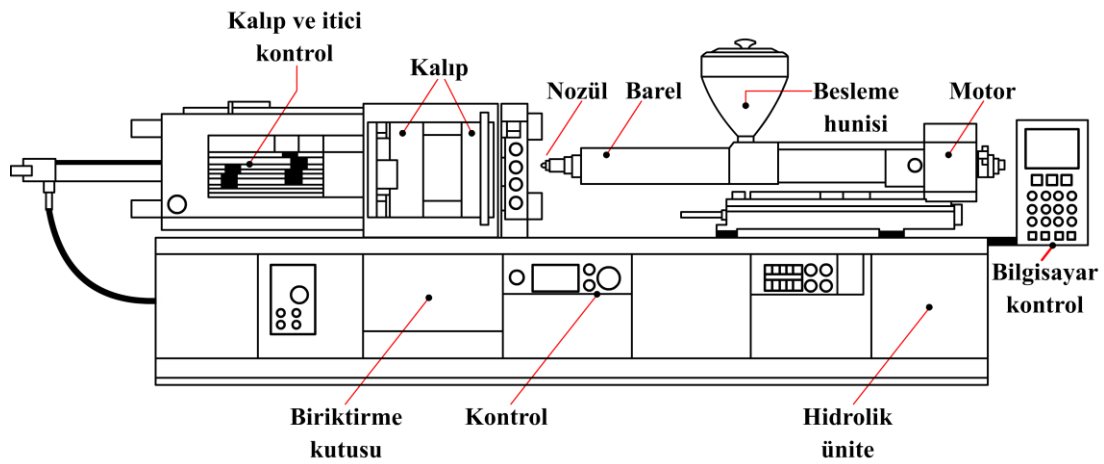
Üretilen malzeme tozları ile bağlayıcılar karıştırılarak elde edilen besleme stoğu, kalıplama makinesine kolaylıkla taşınabilmesi ve yüklenebilmesi amacıyla granülasyon işlemine tabi tutulur. Granülasyon işleminin bir diğer amacı ise kalıplama işleminde hurda malzemelerin, yolluk parçalarının ve hatalı kalıplanmış parçaların yeniden kullanılmasını sağlamaktır. Bu sayede ekonomik avantaj sağlamaktadır (Gülsoy 2003). Şekil 2.5'te granülasyon işlemine tabi tutulmuş bir besleme stoğunun görüntüsü verilmiştir.



Şekil 2.5. Granüle edilmiş besleme stoğu (German 1998)

2.5. Kalıplama

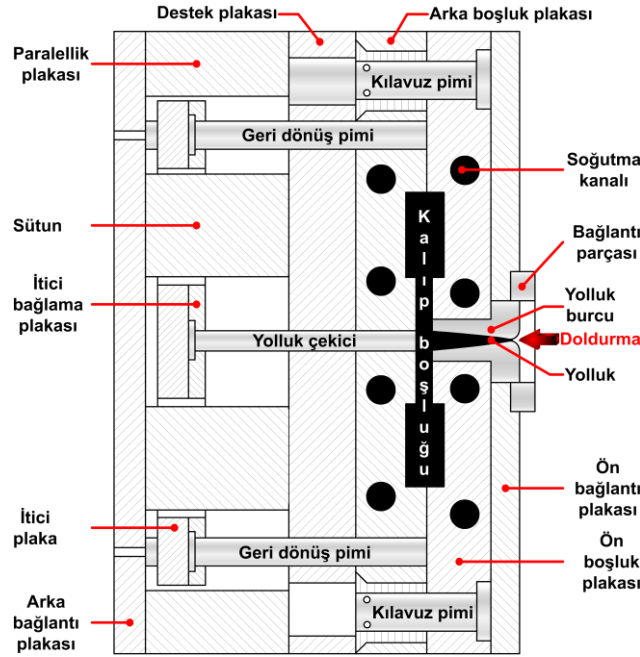
Kalıplama için kullanılan cihazlar plastik sektöründe kullanılan geleneksel enjeksiyon kalıplama cihazlarının aşınmayı azaltacak (sertleştirilmiş vida ve barel) ve plastikleştirme esnasında homojenliği sağlayacak tarzda (vida tasarımının değiştirilmesi) küçük modifikasyonlarla geliştirilmiş halidir (Vervoort 1996). Şekil 2.6'da TEK'te kullanılan tipik bir enjeksiyon cihazının şematik olarak gösterilişi verilmiştir.



Şekil 2.6. Yatay Enjeksiyon cihazı ve ana bileşenlerine genel bir bakış (German 1998)

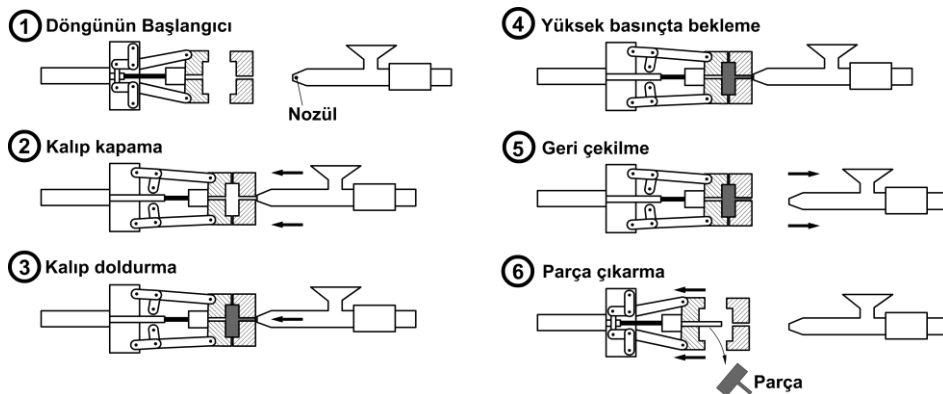
Enjeksiyon kalıplama teknolojisinde bir besleme stoğunun kalıplanma (enjeksiyon) aşaması özellikle önemlidir. Çünkü bu aşamada oluşabilecek kusurlar (oyuklanmalar, tabakalanmalar, faz segregasyonları) daha sonraki aşamalarda giderilememekle kalmazlar; geliştirilemezler dahi (Kryachek 2004).

Kalıplama işlemi besleme stoğunun ısıtılması ve özel enjektörler ile basınç altında kapalı bir kalıp içerisine beslenmesi (doldurulması) işlemlerini içerir. Bu işlem için kullanılan metal kalıplar benzer olarak polimer malzemelerin kalıplanmasında da kullanılmaktadır. Sonuç olarak sıkıştırılan besleme stoğu, içine doldurulduğu kalıp boşluğuna göre yapılanarak kalıp boşluğunu işgal eder (Kryachek 2004). Şekil 2.7'de TEK'te kullanılan bir kalıbın şematik olarak gösterilişi verilmiştir.



Şekil 2.7. Toz enjeksiyon kalıplama yönteminde kullanılan kalıp ve kalıp parçalarının şematik olarak gösterilişi (German 1998)

Şekil 2.8’de kalıp işleme döngüsü gösterilmiştir. Besleme Stoğu, besleme hunisinden soğuk granüller halinde silindire girer. Silindir boyunca ilerlerken bir taraftan da bağlayıcının ergime sıcaklığının üzerine ısıtılır. Besleme stoğu sıcak, kalıp ise soğuk olduğundan erken donma problemini engellemek için doldurma çok kısa sürede gerçekleştirilmelidir. Doldurma, vidayı piston gibi kullanarak yapılır. Kalıp dolulduğundan sonra parçanın çekme boşluklarını en aza indirmek için besleme stoğu katılaşıncaya kadar basınç muhafaza edilir. Yeterli soğumadan sonra sertleşmiş parça çıkarılır ve döngü tekrarlanır (German 1996).



Şekil 2.8. Kalıplamada işlem basamakları (German 1996)

Kalıplama parametreleri yani enjeksiyon basıncı, kalıp sıcaklığı ve besleme stoğu sıcaklığı minimum düzeyde gözenek içeren kusursuz parçaların üretilebilmesi açısından çok büyük önem taşımaktadır. Bu nedenle her bir spesifik durum için enjeksiyon kalıplama modellemesine göre bir optimizasyon yapılmaktadır (Bilovol 2000). Tablo 2.3'te TEK için tipik kalıplama parametreleri verilmiştir.

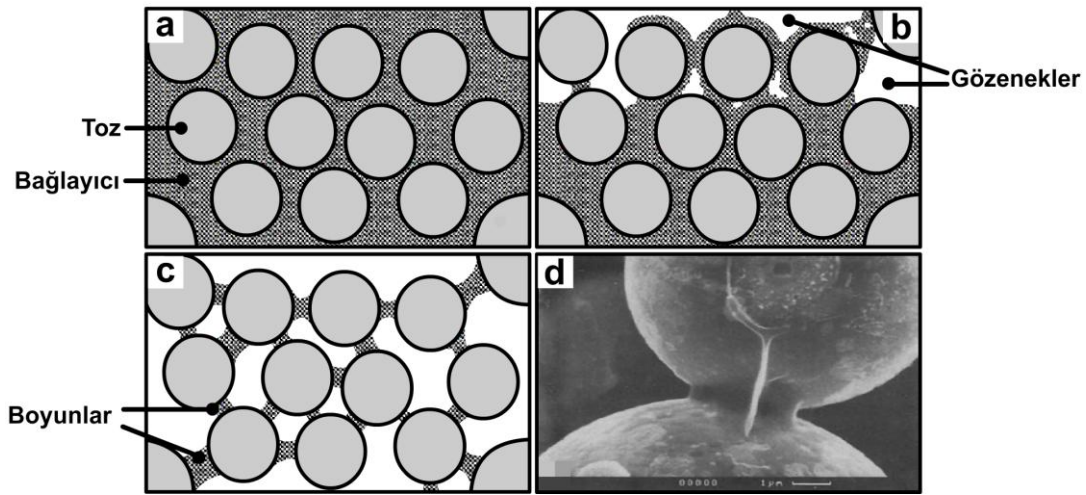
Tablo 2.3. Tipik enjeksiyon kalıplama parametreleri (German 1998)

| Parametre | Tipik değer | Genel |
|-----------------------------------|-------------|-------|
| Barel sıcaklığı (°C) | 100-200 | 160 |
| Nozül sıcaklığı (°C) | 80-200 | 180 |
| Kalıp sıcaklığı (°C) | 20-100 | 40 |
| Vida dönme hızı (rpm) | 35-70 | 35 |
| Maksimum enjeksiyon basıncı (MPa) | 0,1-130 | 20 |
| Paketleme basıncı (MPa) | 0-10 | 8 |
| Doldurma süresi (sn.) | 0,2-3 | 0,6 |
| Paketleme süresi (sn.) | 2-60 | 3 |
| Soğuma süresi (sn.) | 18-45 | 20 |
| Döngü süresi (sn.) | 8-360 | 37 |

2.6. Bağlayıcı Giderme

Bağlayıcı giderme de enjeksiyonla kalıplamanın önemli bir aşamasıdır. İşlem esnasında parçada çarpılma veya çatlama olmamalıdır. Bağlayıcı giderme yönteminin; parçanın sürekliliği, büzülmenin homojenliği ve mekanik özellikler üzerinde önemli etkileri vardır (Kryachek 2004). Geleneksel toz metalurjisi prosesinde, preslenmiş parçadan ortalama ağırlıkça %1 miktarındaki yağlayıcıları gidermek oldukça karmaşık olup, kalıntı ve kirlenmelerden kaçınmak için dikkat ve zaman gerektirir. Enjeksiyonla kalıplanmış parçadan büyük miktardaki bağlayıcıyı gidermek en az 10 kat daha fazla zaman ve efor gerektirir. Bağlayıcı giderme prosesinin tasarımı, kusurları ve süreyi minimize edecek şekilde yapılmalıdır. Ayrıca parça bütünlüğü sinterlemenin ilk aşamasında kalan tüm bağlayıcı giderilene kadar korunabilmelidir. Bu, ancak bağlayıcının kademeli bir şekilde giderilebilmesine imkân tanıyan bir bağlayıcı tasarlanması ile başarılabilir gibi, bu başarı da birbiri içerisinde kısmen çözünebilir birkaç bileşenden oluşan bağlayıcıların kullanılmasıyla mümkün olabilir (Vervoort 1996).

Bağlayıcı giderme süreci daima iki adımdan oluşur. Birinci adımda bağlayıcının büyük kısmı giderilerek birbiriyle bağlantılı gözenekler oluşur (Şekil 2.9). İkinci aşamada ise kalan bağlayıcı termal bozunma ile uzaklaştırılır. Parçalar genellikle sinterleme sürecine dâhil olan bu aşamada bir miktar sinterlenmiş olurlar. Bağlayıcı giderme prosesinin ilk aşamasında oluşturulan gözenekler bağlayıcı kalıntılarının gaz haline geçerek parçada hasar oluşturmasını engeller (Vervoort 1996).



Şekil 2.9. Termal, kılcal çekim, solventle çözme ve katalitik ayrıştırma yöntemleriyle bağlayıcı giderme prensibi, a) Ham parça bağlayıcı giderme çevriminin başında, b) Sıvı akışı ve buharlaşmanın gözeneklerde eş zamanlı olarak gerçekleşmesini mümkün kılan orta devre, c) Sinterleme aşaması öncesinde parçacık temas yüzeylerinde bağlayıcının oluşturduğu boyunlar (bağlar), d) Şekil 2.9.c'deki duruma gerçek bir örnek (Vervoort 1996)

Bağlayıcı giderme işlemi 4 farklı yöntemle gerçekleştirilebilmekte olup, bu yöntemler Tablo 2.4'te verilmiştir.

Tablo 2.4. Bağlayıcı giderme yöntemleri (Vervoort 1996)

| Yöntem | Yöntemin farklı uygulama şekilleri |
|---------------------------------|---|
| Termal bağlayıcı giderme | a) Oksitleyici/redükleyici/inert atmosferle bağlayıcı giderme |
| | b) Vakum/normal basınç altında bağlayıcı giderme |
| | c) Ağırlık kaybı kontrollü ısıtma |
| Fitilleme ile bağlayıcı giderme | — |
| Solventle bağlayıcı giderme | a) Solvent içine daldırma |
| | b) Yoğunlaştırılmış buhar akışı ile |
| Katalitik bağlayıcı giderme | a) Nitrik asit ile |
| | b) Oksalik asit ile |

2.7. Sinterleme

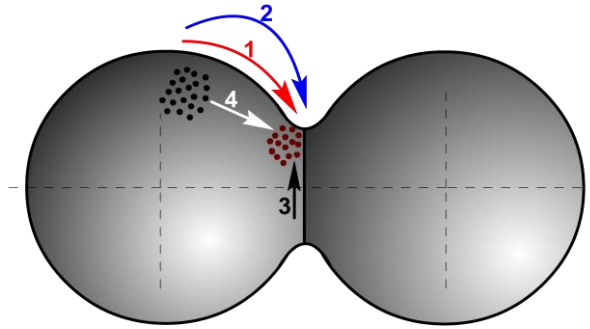
Sıkıştırılarak soğuk şekillendirilmiş toz cisimler çok kırılğan olurlar. Hatta yüksek yoğunlukta sıkıştırılmış cisimler dahi, uygulanan küçük gerilmelere dayanamazlar. Çalışma gerilmelerine dayanabilecek kullanışlı parçaları üretmek için toz tanelerinin kuvvetli bağlarla bağlanması gerekmektedir. Bu da sinterleme ile sağlanabilir. Sinterleme, şekillendirilmiş ham parçalara mukavemet kazandırmak amacıyla kontrollü bir atmosferde ve yüksek sıcaklıkta uygulanan yoğunluk kazandırma işlemi olarak tanımlanabilir. Parçaların basınç yardımıyla şekillendirilmesi sonucunda parçada meydana gelen mekanik bağlar, sinterleme işlemi sayesinde metalik bağlara dönüştürülerek parçaya mukavemet kazandırılmış olur. Sinterleme öncesi ve sonrasındaki mukavemetler arasında yüz kat kadar bir fark bulunmaktadır (German 1996). Sinterleme işlemini katı hal sinterleme ve sıvı faz sinterleme olmak üzere ikiye ayırmak mümkündür.

2.7.1. Katı Hal Sinterleme

Toz üretimi malzemeye enerji vermek suretiyle yüzey alanı veya yüzey enerjisi oluşturma işlemi olup, sinterleme ile bu yüzey enerjisi giderilmektedir. Sinterleme, yüksek sıcaklıkta atomların yayını ve küçük parçacıkların yüzey enerjisinin azalmasıyla gerçekleşmektedir. Diğer bir ifadeyle sinterlemede itici güç yüzey enerjisinin azalma eğilimidir. İtici güçler veya sinterleme gerilmeleri mikroyapıdaki eğriliklerden kaynaklanmaktadır. İtici güçlere tepki olarak mikroyapıda atom hareketleri meydana gelir. Yüksek sıcaklıklarda sıçrayan atomlar bazen parçacıkların birleşme yerlerine giderek yüzey alanını ve yüzey enerjisini azaltırlar. Diğer bir deyişle atom hareketleri sırasında, atomlar mikroyapıdaki boşlukları doldurmaktadır (German 1996).

Taşınım mekanizmaları, itici güçlere karşılık olarak kütle akışının nasıl olduğunu belirler. Yüzey taşınım mekanizmaları ve hacim taşınım mekanizmaları kütle akışının iki sınıfıdır. Aralarındaki fark atomların boyun bölgesini nereden doldurmaya başladıklarıyla ilgilidir. Yüzey taşınımında atomlar, boyun bölgesini, yakınındaki gözenek yüzeylerinden başlayarak doldurur. Hacim taşınımı ise tane

sınırlarındaki atomları boyun bölgesinde yeniden konumlandırır. Şekil 2.10'da sinterleme esnasında itici güçlere tepki olarak oluşan atom hareketleri gösterilmiştir. Şekilde 1 ve 2 numaralı oklar yüzey yayınımlarını, 3 ve 4 numaralı oklar ise hacim yayınımlarını temsil etmektedir. Yüzey taşınımı çekme veya yoğunluk artışı olmayan boyun büyümesini içerir. Birçok malzemenin düşük sıcaklıkta yapılan sinterlemesinde yüzey yayınımları baskındır. Hacim taşınım kontrollü sinterleme çekmeye neden olmaktadır. Kütle tane sınırından bazen de tane içinden gelir ve boyun yanındaki gözeneğin yüzeyinde toplanır. Hacim taşınım mekanizmaları hacim yayınımları, tane sınırı yayınımları, plastik akış ve viskoz akış içerir. Hem yüzey hem de hacim taşınım mekanizmaları boyun büyümesine neden olurlarken aralarındaki en önemli fark sinterleme esnasındaki yoğunluk veya çekmedir. Hacim taşınım mekanizmaları genelde yüksek sıcaklıklarda baskındır (German 1996).



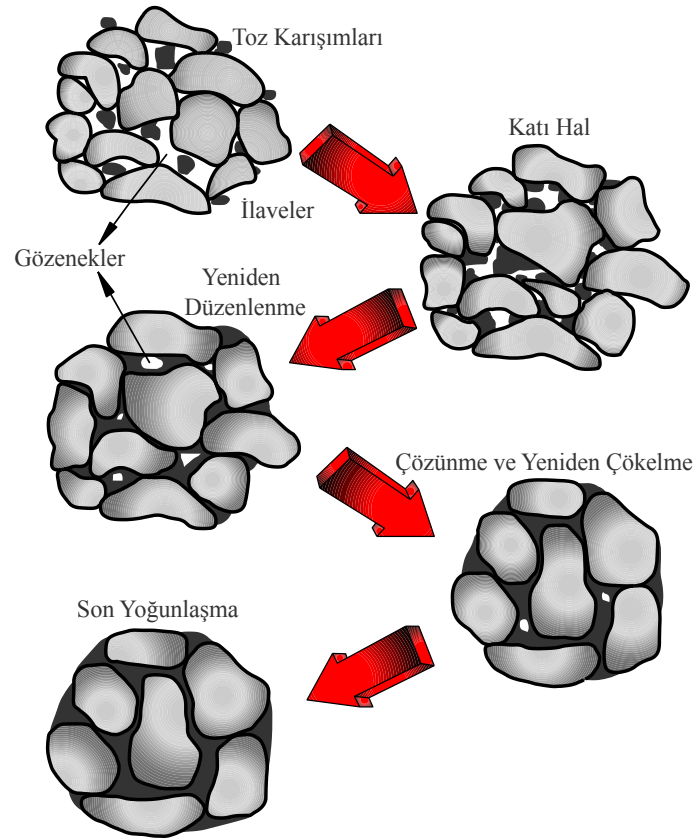
Şekil 2.10. Sinterlemede itici güçlere tepki olarak oluşan atom hareketleri. 1 numaralı ok yüzey yayınımlarını, 2 numaralı ok buharlaşma ve yoğunlaşmayı, 3 numaralı ok kütle difüzyonunu ve 4 numaralı ok hacim difüzyonunu temsil etmektedir (Thümmeler 1993)

2.7.2. Sıvı faz sinterleme

Sıvı faz sinterleme esnasında sıvı faz ve katı bir toz kümesi aynı anda bulunmaktadır. Genellikle sıvı faz sinterleme, parçacıklar arasında bağ oluşumunu ve sinterleme hızını büyük ölçüde arttırmaktadır. Sıvı fazın oluşturduğu kılcal çekim kuvvetleri sayesinde parçacıklar birbirlerini çekmekte ve herhangi bir basınç olmaksızın hızlı bir yoğunlaşma meydana gelmektedir. Oluşan sıvı faz, parçacıklar arasındaki sürtünmeyi azaltarak yeniden düzenlenmeyi hızlandırmaktadır. Parçacıklar arası bağlanmaya; mukavemet, süneklik, iletkenlik, manyetik geçirgenlik ve korozyon

direnci gibi gözenek yapısında ve parça özelliklerinde meydana gelen önemli değişiklikler eşlik eder (James 1985).

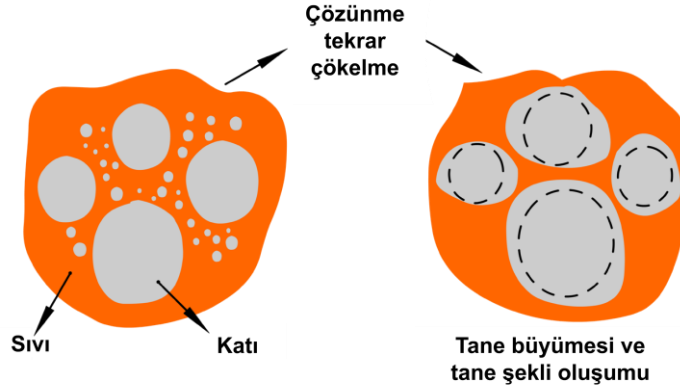
Geleneksel sıvı faz sinterlemede süreçler birbiri üzerine binen üç aşamada gerçekleşmektedir. Sıvı faz sinterlemede temel aşamaları ve mikroyapı değişimleri Şekil 2.11’de şematik olarak verilmiştir. Başlangıçta, ısıtma esnasında taneler katı hal sinterleme ile birbirine bağlanır. İlk sıvı oluştuğunda tanelerin yeniden düzenlenmesi ile hızlı bir yoğunluk artışı olur. Oluşan sıvı katıyı ıslatarak oluşmuş olan katı bağlarını çözer ve yeniden düzenlenmeyi sağlar (German 1996).



Şekil 2.11. Sıvı faz sinterleme tekniğinde meydana gelen mikroyapısal değişimler (German 1996)

Yeniden düzenlenmeden sonra Şekil 2.12’de şematik olarak gösterilen çözünme tekrar çökme aşaması gerçekleşir. Bu aşamada daha küçük tane kütleleri sıvı içinde çözünür, sıvı içinde yayılır ve daha sonra büyük tanelerin üstüne çökler. Katı tane çözünürlüğü tane boyutu ile ters orantılıdır. Dolayısıyla önce küçük taneler sıvı faz içinde çözünür. Zamanla tane sayısı azalır ve tane boyutu artar. Sıvı faz

sinterlemesinin son aşaması katı hal kontrollü sinterlemedir. Katı hal iskelet yapının varlığı nedeniyle bu aşamada yoğunlaşma yavaşlamaktadır (German 1996).

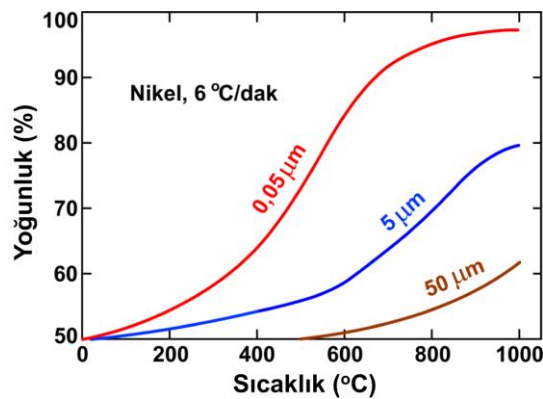


Şekil 2.12. Sıvı faz sinterlemesinde çözünme yeniden çökme aşamasının şematik olarak gösterilişi (German 1996)

Sıvı faz sinterlemesinin birkaç farklı türü vardır. Süper solidüs sıvı faz sinterlemesi bunlardan biri olup, bu sinterleme türünde karışım tozlar yerine önalaşımli tozlar kullanılmaktadır. Alaşımli tozlar her bir parçacıkta sıvı çekirdeklenmesi için solidüs ve likidüs eğrilerinin arasında bir sıcaklığa ısıtılır. Sonuç olarak yarı katı parçacıklar yumuşar ve kılcal etkiden dolayı yeniden düzenlenme ile hızla yoğunlaşır. Oluşacak sıvının hacim oranı sıcaklık ve bileşim tarafından belirlenir. Bu işlem geniş ergime aralığına sahip sistemlere uygulanır ve büyük parçacıklar ile yüksek yoğunlaşma sağlandığı için çekicidir (German 1996). Sıvı faz sinterlemesinin farklı alternatiflerinden birisi de geçici sıvı faz sinterlemesidir. Yüksek ergime sıcaklığına sahip katı faz çözünme oranının yüksek olduğu durumlarda geçerli olan bu mekanizmada, şekillendirilmiş ham parça sinterleme sıcaklığına çıkartılırken sıvı faz oluşur ve oluşan sıvı faz, iç yayınlamayla katı ergiyiğe geçer ve alaşım oluşturarak yok olur. Parça sinterleme sıcaklığında bekletilirken sürecin sonunda oluşan, homojen bir katı eriyik veya iki veya daha fazla katı fazdan oluşan heterojen bir alaşım olabilir (German 1996). Tam yoğunluklu kompozitlerin üretimi ile ilgili diğer bir sıvı faz sinterleme seçeneği sinter döküm olarak da bilinen sıvı emdirmedir. Emdirme açık gözenek yapısına ve dış sıvı kaynağına dayalıdır. Düşük hızda ısıtma sırasında parçacık yapısı sinterlenir ve tepe sıcaklığa ulaşıldığında dışta sıvı oluşarak gözeneklere sızar. Bunun olabilmesi için sıvının temas açısının düşük olması gerekmektedir (German 1996).

2.7.3. Sinterleme parametreleri ve etkileri

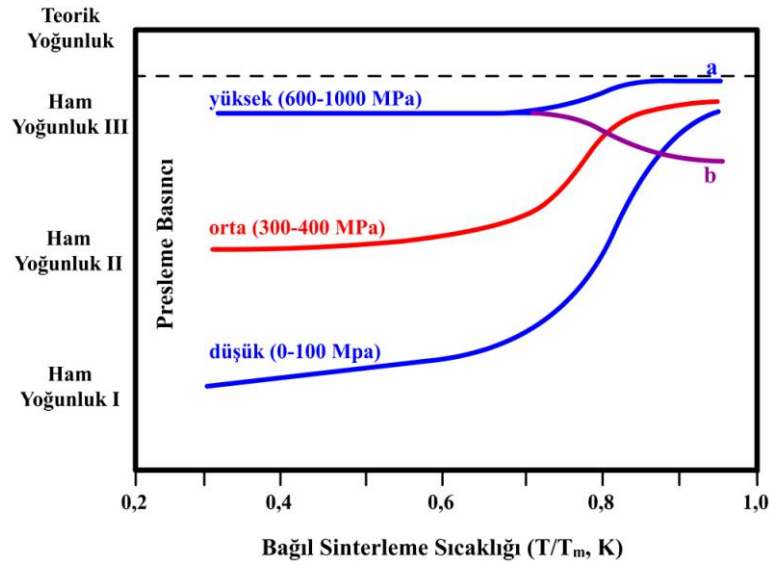
Birçok ham parçada sinterleme sırasında boyut, yoğunluk, mukavemet, sertlik, elektrik iletkenliği, ısıl iletkenlik, elastik modülü gibi özellik değişimleri olur. Bu değişimler üzerinde toz boyutu, sıkıştırma basıncı, sinterleme sıcaklığı, süresi ve ortamı gibi parametrelerin önemli etkileri vardır. Üretimde kullanılan tozun tane boyutunun sinterleme işlemi üzerinde etkileri vardır. Küçük parçacıklarda boyun bölgesinin doldurulması için daha az sayıda atom gerekir. Atomların hareket mesafesi daha kısadır ve sinterlemede itici güç olan gerilme daha büyüktür. Bunun sonucu olarak küçük boyutlu parçacıklar daha hızlı sinterlenirler. Bu durumu açıklamak için Şekil 2.13'teki farklı boyutlara sahip nikel tozlarının sabit ısıtma hızında sinterleme yoğunluğunun sıcaklıkla değişimi örneğini vermek mümkündür (German 1996).



Şekil 2.13. Boyutları 50, 5 ve 0,05 µm olan nikel tozlarının sabit ısıtma hızında sinterleme yoğunluğunun sıcaklıkla değişimi (German 1996)

Sinterleme işlemiyle sağlanacak yoğunlaşma miktarı üzerinde, şekillendirme esnasında uygulanan sıkıştırma basıncının etkisi vardır. Yüksek sıkıştırma basıncı, yoğunluğun ve parçacıklar arası temas boyutunun büyümesine yol açar. Sıkıştırma işlemi ham yoğunluğu arttırdığından, daha yüksek sinterleme yoğunluğuna ve daha az boyut değişimine yol açar. Sıkıştırma basıncının artırılması; daha iyi boyut kontrolü, daha az sinterleme çekmesi ve daha iyi özellikler sağlar (German 1996). Şekil 2.14'te farklı basınçlarla şekillendirilmiş ve dolayısıyla farklı ham yoğunluklara sahip olan parçaların sıcaklığa bağlı yoğunluk değişimleri gösterilmiştir. Gümüş ve benzeri tozlarda olduğu gibi yüksek plastik deformasyona

müsaade eden çok ince tozlarda, çok sıkı kapalı gözeneklerde hapsolan yüksek basınçlı gazlar sinterleme ile birlikte hacimsel genleşme gösterebilir (Şekil 2.14 b). Bu ve benzeri durumlarda düşük basma gerilmesi kullanılmalıdır (Thümmeler 1993).



Şekil 2.14. Değişik presleme basınçlarıyla şekillendirilen farklı ham yoğunluktaki parçaların sıcaklığa bağlı yoğunluk değişimi (Thümmeler 1993)

Sinterleme işlemi, tek bileşenli sistemlerde metalin mutlak ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta yapılırken; birden fazla bileşenli sistemlerde genellikle ergime sıcaklığı en düşük olan bileşenlerin ergime sıcaklığının üzerinde yapılmaktadır. Sinterleme sıcaklığı parçayı oluşturan ana malzemenin ergime sıcaklığının %70-80'i arasında olurken, bazı refrakter malzemeler için ergime sıcaklığının %90'ına çıkılabilir (German 1996). Sinterleme sıcaklığı ile sinterleme süresi arasında önemli bir ilişki olup, süre kısaltılmak isteniyorsa sinterleme sıcaklığının artırılması gerekmektedir.

Sinterleme işlemi sinterlenecek parça türüne bağlı olarak farklı atmosferler altında gerçekleştirilebilir. Bunları şu şekilde sıralamak mümkündür:

- Oksitleyici atmosferler: Hava, CO₂ ve H₂O,
- Redükleyici atmosferler: H, Metan CH₄ ve amonyak, CO,
- Vakum, helyum, argon ve azot içeren atmosferler,
- Nitrürleyici atmosferler: Amonyak (Wilyman 1985).

2.8. Son İşlemler ve Kalite Kontrol

TEK prosesi ile üretilen parçalar her zaman tam bir son ürün olarak çıkmayabilir. Nihai ürün üzerinde bazen çapak gibi kalıntılar da oluşabilir. Meydana gelen bu istenmeyen durumlardan kurtulmak için veya malzeme özelliklerini arttırmak için ikincil işlemlere ihtiyaç duyulmaktadır. İkincil işlemler; sinterleme sonrası yapılan çapak alma, zımparalama, talaş kaldırma gibi yüzey işlemleri ile tekrar kalıplama ve ısıl işlem gibi mekanik özellikleri artırma operasyonlarından oluşur (Gülsoy 2003).

2.9. Toz Enjeksiyon Kalıplama Teknolojisinin Uygulama Alanları

Toz enjeksiyon kalıplama teknolojisi çok geniş bir yelpazeye sahip uygulama alanlarında kullanılmaktadır (Tablo 2.5). Bu uygulama alanlarındaki üretim hacimleri 10.000 (off-shore endüstrisi için civatalar gibi yüksek katma değerli parçalar) ile günde 60.000 adet (mikrodişliler gibi yüksek sayıda üretilen parçalar için) arasında değişmektedir. Üretilen parçalar genellikle 1 ile 100 g arasında değişmekte, fakat daha küçük parçalar (0,2 g) veya 1 kg üzerindeki daha büyük parçalar da üretilmektedir (Vervoort 1996). Şekil 2.15'te farklı uygulama alanları için TEK ile üretilmiş bazı parçalar görülmektedir.

Tablo 2.5. Toz enjeksiyon kalıplama yönteminin uygulama alanları (Vervoort 1996)

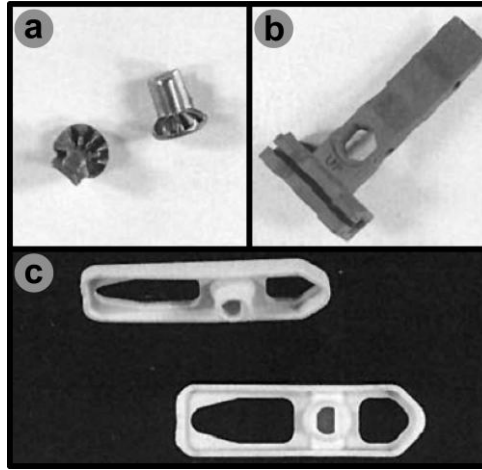
| | |
|-----------------------|--|
| Elektronik endüstrisi | * Soğutucular, elektronik paketler * Baskılı devreler * Elektromanyetik bileşenler |
| Ofis donanımı | * Yazıcı ucu * Daktilo tilt yüzüğü |
| Makine mühendisliği | * Dokuma makinesi bileşenleri |
| Eğlence endüstrisi | * Kamera bileşenleri * Saatler için kasa, kelepçe ve dişliler * Ziyet eşyası |
| Küçük silahlar | * Nişangâh parçaları * Şarjör kilidi |
| Tıp/dişçilik | * Braketler (diş teli) * İmplantlar |
| Otomotiv endüstrisi | * Hava yastığı bileşenleri |
| Takımlar | * Matkap uçları |
| Ev aletleri | * Elektrikli diş fırçaları için mikro dişliler |
| Hassas döküm | * Maçalar |



Şekil 2.15. Farklı uygulama alanlarında TEK ile üretilmiş parçalar; a) Piston soğutma nozülü, b) Otomobil şanzıman parçaları, c) Otomobil kilit sistemi parçaları, d) Otomobil ve kamyonlar için bağımsız ısıtma sistemleri için yanma odası, e) Turbo yükleyici parçaları, f) Koltuk arkılığı ayarı için burç, g-h-i) Kavrama kolu parçaları, j) Turbo yükleyici ayarlama yüzüğü, k) Mekanik direksiyon ayağı ayarı için kayan blok (Whittaker 2007)

TEK ile üretilen parçalar iki kategoriye ayrılabilir. Birinci kategoride büyük miktarlarda üretilen düşük değerli (maliyet olarak) parçalar yer alır ki, üretilen parça sayısı yılda 50.000 adetten başlayıp milyonlarca adedi bulabilir. Bu parçalar genellikle paslanmaz çelik (316L, 304), karbon çelikleri (Fe_2Ni , Fe_8Ni), Al_2O_3 , ZrO_3 ve ferrit gibi normal yapı malzemelerinden üretilirler. Üretilecek parçaların karmaşık geometrik şekilleri, geleneksel presleme ve sinterleme tekniklerinin uygulanmasına müsaade etmediğinden ve yüksek miktarda üretim yapılacağından geleneksel talaşlı imalat ve hassas dökümle karşılaştırıldığında %50'nin üzerinde ekonomik kazanç sağlar. Üretim, genellikle günde 1.000 ile 60.000 arasında parça imal edilmesini mümkün kılan yarı veya tam otomatik üretim hattında gerçekleştirilir. Bu gibi parçalara örnek olarak Şekil 2.16.a'da gösterilmiş olan elektrikli diş fırçaları için üretilmiş olan mikro dişli verilebilir. Geleneksel naylon dişli kabul edilebilecek

sınırların üstünde aşınma sergilediğinden şekildeki dişli 17-4-PH paslanmaz çelikten üretilmiştir. Bu mikro dişlinin üretiminde günde 60.000 parça üretilmesini sağlayan 16 boşluktan ve 4 sıcak yolluktan oluşan kalıp kullanılmıştır. Bu kategorideki parçalara bir diğer örneği disk sürücüsü parçaları teşkil eder. Önceleri büyük ve 800 mg gelen bu parça TEK'in olarak tanıdığı özel tasarım sayesinde 150 mg'a düşmüştür. Sinterleme sonrası parçalar elektrolitik olarak 6-8 µm'luk bir kaplamayla kaplanırlar. Bu kategorideki parçalara bir başka örnek, daha büyük bir parça olan Şekil 2.16.b'deki nişangâh levhasıdır. Böyle bir parçanın toplam üretim hacmi genellikle 50.000 adettir. Bu kategorideki parçalar için toleranslar genellikle %0,3 mertebelerindedir (Vervoort 1996).



Şekil 2.16. Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilmiş; a) Elektrikli diş fırçaları için mikro dişli, b) 10 g ağırlığındaki nişangâh levhası, c) Dokuma makineleri için zirkonya iplik kılavuzu (Vervoort 1996)

İkinci gruptaki parçalar düşük miktarlarda (toplam üretim 10.000 adet) bile ekonomik olarak üretilebilen yüksek katma değerli parçalardır. Bu parçalar ya SiC, BC, WC-Co gibi çok sert malzemelerden ya da sadece T/M teknikleriyle üretilebilen malzemelerden (refrakter metaller, özel alaşımlar) üretilirler. Her iki durumda da ömrünü doldurana dek kullanılmayacak olan pahalı bir kalıp için yapılacak olan yatırım kabul edilebilir. Bu kategoriye off-shore endüstrisi için üretilen yüksek korozyon dayanımlı parça örnek olarak gösterilebilir. Önceleri biri presle diğeri ise talaşlı imalatla işlenerek hazırlanmış iki parçanın kaynakla birleştirilmesinden oluşan bu parça sonraları yeniden dizayn edilerek sadece TEK kullanılarak üretilebilmiştir. Yüksek katma değerli olmasında dolayı bu parçanın az bir miktar olan yıllık 3.000

adetlik üretimi bile kazançlı olmuştur. Bir diğer örnek Şekil 2.16.c’de gösterilmiş olan dokuma makineleri için seramik bir iplik kılavuzudur. Bu parçanın talaşlı imalatla üretilen metal bir iplik kılavuzunun maliyetiyle rekabet edebilir olmasının yanında, aşınmaya karşı dayanıklı olması ve iplik üzerindeki yükü azaltması da gerekir. Bu beklentileri sadece TEK ile ekonomik olarak üretilen zirkonyadan yapılmış bir iplik kılavuzu karşılayabilir. Bu ikinci kategorideki parçalar %0,1 kadar küçük toleranslarla üretilbilirler (Vervoort 1996).

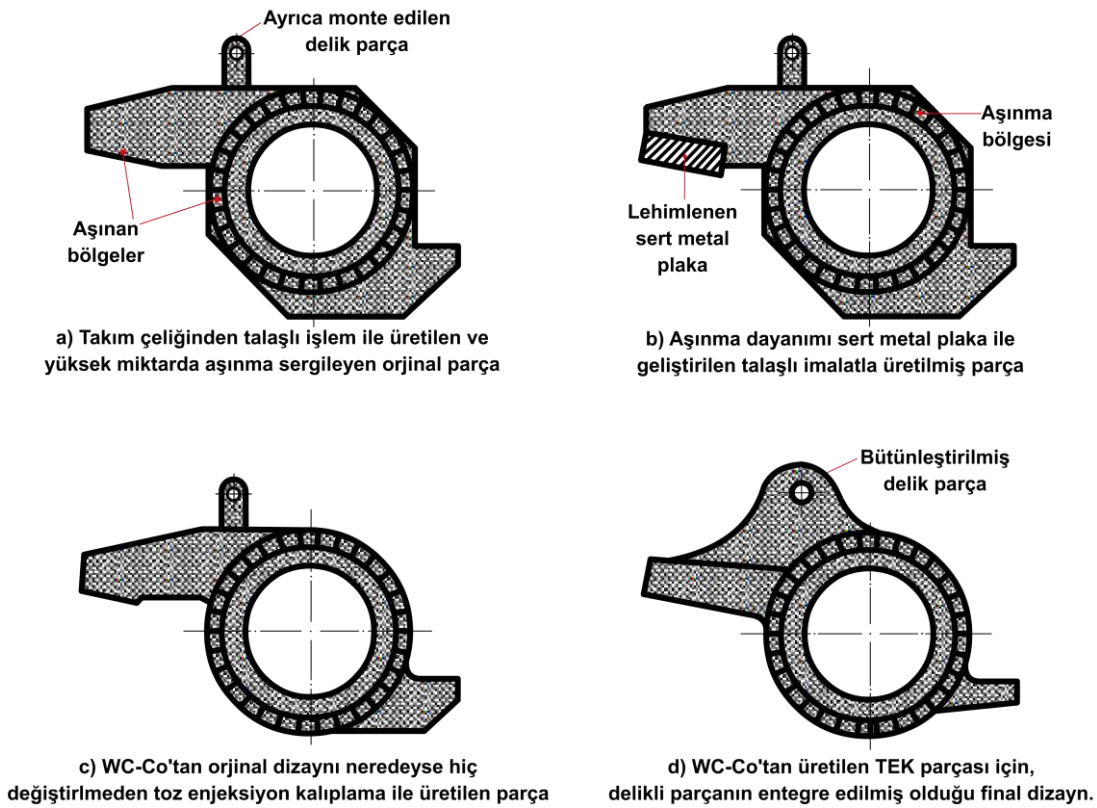
TEK yönteminin dövme ve hassas döküm yöntemlerine tercih edilmesinin nedenine yönelik olarak yapılmış olan bir incelemeye ait bulgular Tablo 2.6’da verilmiş olup, buradan TEK’in birçok malzeme özelliğinde diğer yöntemlerden daha üstün özellikler elde edilmesini sağladığı görülmektedir.

Tablo 2.6. Şekil 2.15’te (g-h-ı) gösterilmiş olan kavrama kollarının üretimini yapan bir şirketin, TEK yönteminin talaşlı imalat ve hassas döküm yöntemlerine tercih edilmesinin nedenine yönelik yaptığı bir analizin sonucu (Whittaker 2007)

| Malzeme Özellikleri | Dövme | Hassas döküm | TEK |
|---|----------------|---------------|------------------|
| Yoğunluk (Dövme=100) | 100 | 100 | 96 |
| Çekme mukavemeti | 100 | 90 | 83 |
| Uzama | 100 | 75 | 60 |
| Sertlik | 100 | 98 | 86 |
| Geometrik şekil serbestliği | Düşük | – | Yüksek |
| Yüzey pürüzlülüğü | Pürüzlü ~50 | 5–20 | Pürüzsüz 3–10 |
| Minimum et kalınlığı (mm) | 3 | 2 | 0,5 |
| Minimum delik çapı (mm) | 1 | 2 | 0,5 |
| Boyutsal hassasiyet (mm) | ±1,0 | ± 0,2 | ± 0,05 |
| Silindirik kanal yüzeylerinin şekillendirilmesi | Talaşlı işlem | Talaşlı işlem | Kalıplama |
| Kavrama kolu maliyeti | 100 | 50 | 42 |

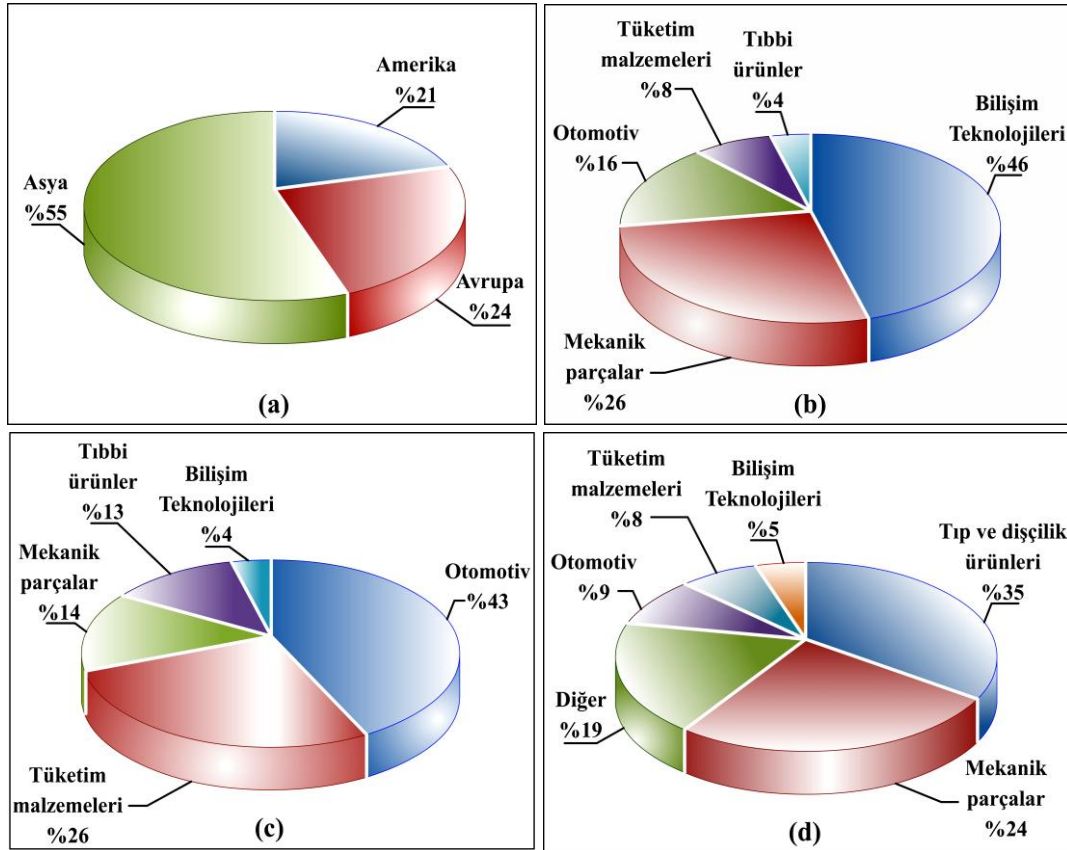
Her iki kategori için de entegre tasarım önemli bir konudur. Farklı birkaç parçanın bir araya gelmesinden oluşan bir sürü parça, TEK yöntemi ile bütün bir parça olarak üretilbilirler. Şekil 2.17’de entegre bir dizayn için tipik bir örnek gösterilmiştir. Parça, merkezindeki büyük delik etrafında dizilmiş dişler içermektedir. Tepe bölgesindeki küçük delikli kısım ayrı bir parça olup ana parçaya vida ile

bağlanmıştır. Başlangıçta bu parça takım çeliğinden talaşlı imalat ile üretilmekteydi. Bu şekilde üretilmesi pahalı olmakla birlikte temas eden yüzeylerde ve dişlerde büyük ölçüde aşınmalar görülmekteydi (Şekil 2.17.a). Parça özelliklerini geliştirmek amacıyla ilk teşebbüs bir sert metal plakanın yüzeye lehimlenmesi olmuş (Şekil 2.17.b) fakat dişlerdeki aşınma devam etmiştir. Sonraki adım parçayı TEK yöntemiyle sert metalden (WC-Co) üretmek olmuştur. Bazı keskin köşelerin yuvarlatılması hariç parçanın orijinal tasarımı korunmuştur (Şekil 2.17.c). Parçaya tepedeki küçük delikli bölümün montesi için vida dişlerinin de kalıplanması gerekliliği ve et kalınlığındaki radikal farklılıklar (özellikle kam ile temas eden silindirik kısım) sinterleme sonrası problemlere yol açmıştır. Bu sorunların üstesinden gelinmesi için Şekil 2.17.d'de gösterilen dizayn geliştirilmiştir. Kalınlıktaki değişimler derece derece yapılmış ve tepedeki küçük delikli kısım entegre hale getirilmiştir. Sonuç olarak üç aşamada TEK parçası için uygun dizayn geliştirilmiştir. Bu parçanın talaşlı imalat ile üretilen parçanın yerini alması, aşınma direncini arttırmakla birlikte üretim maliyetini de düşürmüştür (Vervoort 1996).



Şekil 2.17. Bir iplik kılavuzu parçasına uygulanan entegre dizayn örneği (Vervoort 1996)

Yukarıdaki açıklama ve örneklerden TEK'in çok geniş bir malzeme yelpazesinden (neredeyse tüm malzemelerden) çok geniş bir şekil yelpazesinde karmaşık şekilli parça üretimini mümkün kıldığı açıkça anlaşılmaktadır (Vervoort 1996). Şekil 2.18'de toz enjeksiyon kalıplama uygulamalarının bölgesel konsantrasyonları verilmiştir.



Şekil 2.18. Toz enjeksiyon kalıplama uygulamalarının bölgesel konsantrasyonları; a) Dünya (Whittaker 2007), b) Asya (2008 verilerine göre), c) Avrupa (2010 verilerine göre), d) Kuzey Amerika (2010 verilerine göre) (<http://www.pim-international.com/aboutpim>)

BÖLÜM 3. SÜPERALAŞIMLAR

3.1. Giriş

Yüksek sıcaklıklarda kullanılacak malzemelerde yüzey kararlılığı ve nispeten yüksek mekanik gerilim özellikleri istenilmektedir (Bradley 1979). Çok yüksek sıcaklıklardaki çalışma şartlarında, refrakter malzeme olarak seramiklere olduğu kadar VB grubu (vanadyum, niyobyum, tantal) ve VIB grubu (krom, molibden, tungsten) metallere de ihtiyaç duyulmaktadır. Refrakter malzeme olarak kullanılan metallerin oksidasyon direnci çok düşüktür. Bu yüzden bu malzemeler daha çok oksidasyona uğramayan alanlarda kullanılmaktadır. Seramik malzemeler ise, birçok yapısal uygulama için yeterli tokluğa sahip değildir. Uygulamalarda yetersiz kalan malzeme teknolojisi ve mevcut teknolojiadaki sınırlamalar, süperalaşımın kullanımını kaçınılmaz hale getirmiştir (Hagel 1972).

Süperalaşım terimi, ikinci dünya savaşından hemen sonra yüksek sıcaklık performansı gerektiren turbo süper yükleyiciler ve uçak türbin motorlarında kullanılmak üzere geliştirilen bir alaşım grubunu tanımlamak için kullanılmıştır (Garimella 1997). Süperalaşımın en önemli özellikleri;

- 650 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda mukavemetlerini korumaları,
- Yüksek sıcaklıklardaki oksidasyon kayıplarının oldukça düşük seviyelerde olması,
- Aşırı korozif ortamlardaki korozyon davranışlarının yüksek ve erozyon dirençlerinin yüksek olmasıdır.

Kabul gören tanımlamaya göre süperalaşım, oldukça şiddetli mekanik gerilmelerle karşılaşılacak ve çoğunlukla yüksek yüzey kararlılığı gerektiren yüksek sıcaklıklardaki

servis şartlarında kullanılmak üzere geliştirilen ve temeli VIII B grubu elementler tarafından oluşturulan bir alaşım grubudur (Sims 1987). Süperalaşım lar genellikle nikel, kobalt, demir ve krom ile birlikte daha düşük miktardaki tungsten, molibden, tantal, niyobyum, titanyum ve alüminyum gibi elementlerin çeşitli kompozisyonlarından oluşurlar (Garimella 1997). Tablo 3.1’de içerdikleri alaşım elementlerinin süperalaşım lar da ne gibi roller oynadığı gösterilmiştir (Stoloff 2005). Tablo 3.2’de ise süperalaşım lar içerisinde oluşabilecek fazlar ve bu fazlara ait bazı özellikler verilmiştir.

Tablo 3.1. Alaşım elementlerinin süperalaşım lar da üstlendikleri roller (Stoloff 2005)

| Element Etkileri | Fe-esash | Co-esash | Ni-esash |
|--|---------------|--------------------------|--------------------------|
| Katı çözelti mukavemetlendiriciler | Cr, Mo | Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta | Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta |
| YMK matris stabilize ediciler | C, W, Ni | Ni | --- |
| MC tipi karbür oluşturu cular | Ti | Ti, Ta, Nb | W, Ta, Ti, Mo, Nb |
| M ₇ C ₃ tipi karbür oluşturu cular | --- | Cr | Cr |
| M ₂₃ C ₆ tipi karbür oluşturu cular | Cr | Cr | Cr, Mo, W |
| M ₆ C tipi karbür oluşturu cular | Mo | Mo, W | Mo, W |
| M(CN) tipi karbonitrür oluşturu cular | C, N | C, N | C, N |
| γ'-Ni ₃ (Al, Ti) oluşturu cular | Al, Ni, Ti | --- | Al, Ti |
| Hegzagonal η (Ni ₃ Ti) oluşumunu geciktiriciler | Al, Zr | --- | --- |
| γ' fazının solvüs sıcaklığını yükselticiler | --- | --- | Co |
| Sertleştirici çökeltiler ve/veya intermetalikler | Al, Ti, Nb | Al, Mo, Ti, W, Ta | Al, Ti, Nb |
| γ'' (Ni ₃ Nb) oluşturu cular | --- | --- | Nb |
| Oksidasyon direnci | Cr | Al, Cr | Al, Cr |
| Sıcak korozyon direnci geliştiriciler | La, Y | La, Y, Th | La, Th |
| Sülfidasyon direnci | Cr | Cr | Cr |
| Kopma sünekliği arttırıcılar | B | B, Zr | B, Zr |
| Tane sınırı segregasyonuna neden olucular | --- | --- | B, C, Zr |
| İşlenebilirlik arttırıcılar | --- | Ni ₃ Ti | --- |

Tablo 3.2. Süperalaşımarda görülen fazlar (Mankins 1990)

| Faz | Kristal yapı | Kafes parametresi (mm) | Formül | Açıklamalar |
|-------------|-----------------------------------|--|---|--|
| γ' | YMK (düzenli $L1_2$) | Saf Ni_3Al için 0,3561 | Ni_3Al | Çoğu nikel ve nikel-demir esaslı süperalaşımında mukavemetlendirici ana fazdır; kristal kafesi ostenit matristen %0-0,5 arasında çok az farklılık gösterir; şekli küreselden küpe kadar farklılık gösterebilirken, boyutu maruz kaldığı sıcaklık ve süre ile değişir. |
| | | $Ni_3(Al_{0,5}Ti_{0,5})$ için 0,3568 | $Ni_3(Al, Ti)$ | |
| η | HSP (DO_{24}) | $a_0=0,5093$ | Ni_3Ti (Diğer elementler çözünmez) | Yüksek titanyum/alüminyum oranları ile demir, kobalt ve nikel esaslı süperalaşımarda servis şartlarına uzun süre maruz kalma sonucu rastlanan, taneler arasında hücrel formda veya tane içlerinde widmanstatten paternlerinde iğnesel plakalar şeklinde oluşabilirler. |
| | | $c_0=0,8276$ | | |
| γ'' | HMT (düzenli DO_{22}) | $a_0=0,3624$ | Ni_3Nb | Inconel 718 alaşımında temel mukavemetlendirici fazdır; γ'' çöktürmeleri bağdaşık disk şekilli (ortalama çapı yaklaşık 60 nm ve kalınlığı 5-9 nm) çöktürmeler olup $\{100\}$ düzlemleri üzerinde oluşur; yarıkararlı bir fazdır. |
| | | $c_0=0,7406$ | | |
| δ | Ortorombik (düzenli Cu_3Ti) | $a_0=0,5106-0,511$ | Ni_3Nb | Aşırı yaşlanmış Inconel 718 alaşımında görülür, 815 ila 980°C aralığında oluştuğunda iğnesel bir şekle sahip olup, düşük yaşlanma sıcaklıklarında hücrel reaksiyonla ve yüksek yaşlanma sıcaklıklarında tane içi çökelmeyle oluşur. |
| | | $b_0=0,421-0,4251$ | | |
| | | $c_0=0,452-0,4556$ | | |
| MC | Kübik | $a_0=0,430-0,470$ | TiC | Titanyum karbür azot, zirkonyum ve molibden için bir parça çözülebilirliğe sahiptir; kompozisyonu değişkendir; küresel veya kuralızsız şekilli olarak görülür; M elementleri titanyum, tantal, niyobyum, hafniyum, toryum veya zirkonyum olabilir. |
| | | | NbC | |
| | | | HfC | |
| $M_{23}C_6$ | YMK | $a_0=1,050-1,070$ (kompozisyona bağlı olarak değişir) | $Cr_{23}C_6$ $(Cr, Fe, W, Mo)_{23}C_6$ | Çökelmenin oluşum şekli önemlidir; filmler, küreler, plakalar, lameller ve hücreler olarak çökebilir; genellikle tane sınırlarında oluşur; M elementi genellikle kromdur ancak nikel-kobalt, demir, molibden ve tungsten kromun yerini alabilir. |
| M_6C | YMK | $a_0=1,085-1,175$ | Fe_3Mo_3C | Rasgele dağılım sergileyen karbürlerdir; pembemsi görülebilirler; M elementleri genellikle molibden ve tungstendir; krom, nikel-niyobyum, tantal ve kobalt için biraz çözünürlük ihtiva eder. |
| | | | $Fe_3W_3C-Fe_4W_2C$ | |
| | | | Fe_3Nb_3C | |
| | | | Nb_3Co_3C | |
| | | | Ta_3Co_3C | |

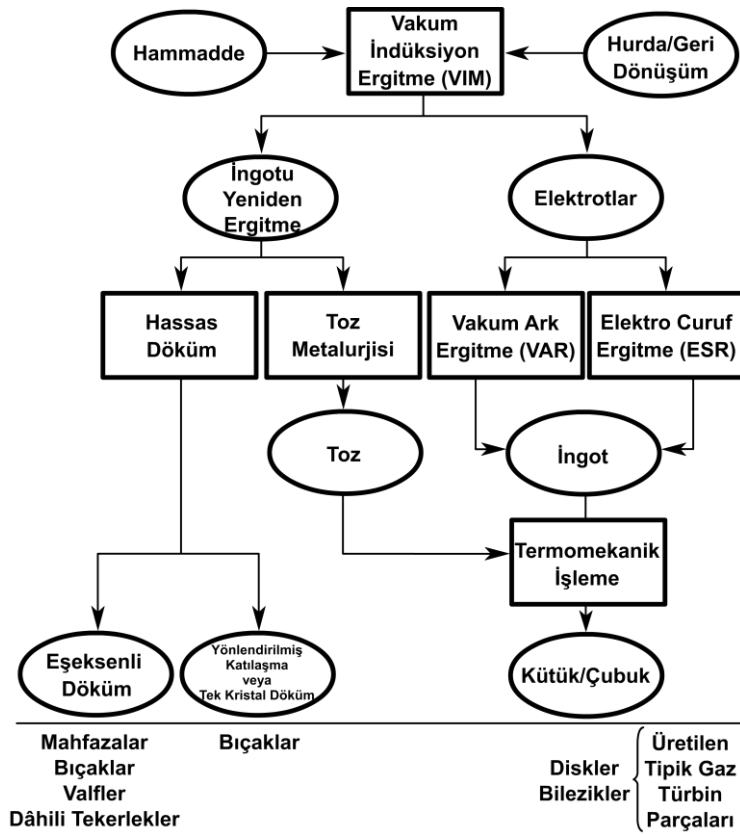
Tablo 3.2'nin devamı

| | | | | |
|-------------------------------|-------------|--|--|---|
| M ₇ C ₃ | Hegzagonal | a ₀ =1,398 | Cr ₇ C ₃ | Genellikle taneler arasında bir blok şeklinde görülür; sadece Nimonic 80A gibi alaşımlarda 1000°C'nin üzerindeki sıcaklıklara maruz kaldıktan sonra ve bazı kobalt esaslı süperalaşımlarda görülür. |
| | | c ₀ =0,4523 | | |
| M ₃ B ₂ | Tetragonal | a ₀ = 0.560-0.620 | Ta ₃ B ₂ | Yaklaşık %0,03 veya daha fazla bor içeren, nikel esaslı ve demir-nikel esaslı alaşımlarda görülür; boridler, karbürlerle benzer görünürler; M elementleri molibden, tantal, niyobyum, nikel, demir veya vanadyum olabilir. |
| | | c ₀ = 0.300-0.330 | V ₃ B ₂ | |
| | | | Nb ₃ B ₂ | |
| | | | (Mo, Ti, Cr, Ni, Fe) ₃ B ₂ | |
| MN | Kübik | a ₀ =0,4240 | TiN | Nitrürler titanyum, niyobyum veya zirkonyum içeren alaşımlarda görülür; ergime noktasının altındaki sıcaklıklarda çözünmezler; parlatılmış durumda kolaylıkla ayırt edilebilirler; kareden dikdörtgene kadar farklı şekillerde ve sarıdan turuncuya kadar farklı renklerde olabilirler. |
| | | | (Ti, Nb, Zr)N | |
| | | | (Ti, Nb, Zr) (C, N) | |
| μ | Rombohedral | a ₀ =0,475 | Co ₇ W ₆ | Genellikle yüksek seviyelerde molibden veya tungsten içeren alaşımlarda görülür; iri, düzensiz widmanstatten plakaları şeklinde yüksek sıcaklıklarda oluşur. |
| | | c ₀ =2,577 | | |
| | | (Fe, Co) ₇ (Mo, W) ₆ | | |
| Laves | Hegzagonal | a ₀ =0,475-0,495 | Fe ₂ Nb | Demir ve kobalt esaslı süperalaşımlar içinde çok yaygındır; şekilleri genellikle düzensiz şekilli küreler (çoğu kez ince uzun) olarak görülür veya uzun süre yüksek sıcaklığa maruz kaldıktan sonra plakalar haline gelir. |
| | | c ₀ =0,770-0,815 | Fe ₂ Ti | |
| | | | Fe ₂ Mo | |
| | | | Co ₂ Ta | |
| σ | Tetragonal | a ₀ =0,880-0,910 | Co ₂ Ti | En çok demir ve kobalt esaslı süperalaşımlar içinde, bir miktar da nikel esaslı süperalaşımlarda görülür; şekilleri düzensiz kürelerdir (çoğu kez ince uzun); 540 ila 980°C arasındaki sıcaklıklarda uzun süre bekletildikten sonra oluşurlar. |
| | | c ₀ =0,450-0,480 | FeCr | |
| | | | FeCrMo | |
| | | | CrFeMoNi | |
| | | | CrCo | |
| | | | CrNiMo | |

3.2. Süperalaşımların Üretimi

Süperalaşım parçaların üretimi büyük ingotların üretilmesi ile başlar ve daha sonra bu ingotlar üç büyük üretim yönteminde final ürün elde etmek için kullanılırlar. Bu üretim yöntemleri; yeniden ergitme ve hassas döküm, yeniden ergitme ve sonrasında dövme, süperalaşım tozları elde etmek amacıyla yeniden ergitme şeklindedir. İngotlar ana alaşımı oluşturmak amacıyla elementlerin ve/veya geri dönüşümü yapılan malzemelerin birleştirilmesini sağlamak için refrakter bir pota içerisinde

vakum indüksiyon ergitme (VIM) ile üretilirler. Seçilen alaşımların elektrik ark fırınları kullanılarak hava/cüruf ortamında ergitilmeleri potansiyel olarak mümkün olmasına rağmen, düşük ergime sıcaklığına sahip maddelerin kontaminasyonlarını engellemek için süperalaşımların VIM ile ergitilmeleri daha verimlidir. Kontaminasyona neden olan elementlerin buharlaştırılarak uzaklaştırılmasının ardından; Al, Ti ve Hf gibi γ' oluşturucu reaktif elementler ilave edilmeden önce ergiyiği deokside etmek amacıyla karbon kaynatma reaksiyonu kullanılır. İstenilen alaşım bileşimindeki VIM ingot elde edildikten sonra katılmış birleştirme işlemlerine tabi tutulur (Pollock 2006). Şekil 3.1'de süperalaşım parçaların üretiminde yaygın olarak kullanılan proseslerin akış şeması verilmiştir.



Şekil 3.1. Süperalaşım parçaların üretiminde yaygın olarak kullanılan proseslerin akış şeması (Stoloff 2005)

3.3. Süperalaşımların Mekanik Özellikleri

Süperalaşımlar nispeten sünektirler. Kobalt esaslı süperalaşımların sünekliliği genellikle nikel esaslı ve demir-nikel esaslı süperalaşımlardan daha azdır. Kısa süreli

çekme süneklikleri hasar oluşumundaki uzama ile belirlenir ve genellikle %10-%70 arasında değişir. Fakat γ' ile mukavemet kazanan alaşımlarda daha düşük olup genellikle %10-%40 arasındadır. Sürünme-kopma süneklikleri genellikle çekme sünekliklerinden düşüktür. 760°C'de döküm alaşımlarının kopma sünekliği %1,5'in altındadır; fakat, çoğu yüksek mukavemetli polikristalin eşeksenli döküm alaşımı %2'den daha yüksek kopma sünekliğine sahiptir. Yönlendirilmiş katılaşıma ile dökülen tek kristalli süperalaşımların sünekliği, test yönü ile tek kristalin oryantasyonu arasındaki ilişkiye bağlı olarak farklılık gösterir (Donachie 2002 b).

Alaşım sistemine bağlı olarak oda sıcaklığında polikristalin eşeksenli alaşımların elastisite modülü 172-242 GPa arasında değişebilmesine rağmen, süperalaşımlar tipik olarak 207 GPa seviyelerinde dinamik elastisite modülüne sahiptirler. Tane yönlenmesi veya kristal oryantasyonuna neden olan üretim yöntemine ve tane veya kristal oryantasyonu ile test yönü arasındaki ilişkiye bağlı olarak modül 124-310 GPa arasında değişir. Elastisite modülünün yüksek sıcaklıklarda dinamik olarak ölçülmesi elzemdir, çünkü statik modüller yüksek sıcaklıklar tarafından büyük ölçüde etkilenerek dinamik değerde büyük düşüş gösterir. Sıcaklığın oda sıcaklığından 871°C'ye çıkmasıyla modüllerde %25-30 civarında bir azalma görülebilir (Donachie 2002 b).

Oda sıcaklığında γ' ile mukavemetlenen alaşımların kısa süreli akma mukavemetleri 550-1380 MPa aralığında değişir. Gerçek değerler kompozisyon ve üretim yöntemine (döküm, dövme vb.) bağlıdır. Dövme alaşımlar en yüksek değerlere sahip olma eğilimindedirler. En yüksek sertleştirici içeriğe sahip alaşımlar (örneğin Rene 95 ve IN100) en yüksek mukavemetlere sahiptirler. Fakat mukavemet, tane boyutu ve yığılmış enerjinin bir fonksiyonudur ve U630 ve IN718 gibi alaşımlar çok yüksek akma mukavemetleri ile üretilebilirler. Katı çözeltili ile sertleşen alaşımlar daha düşük mukavemet sergiler. Süperalaşımların oda sıcaklığındaki çekme mukavemetleri 690 MPa ile 1520 MPa aralığında değişir. Süperalaşımların akma mukavemetleri oda sıcaklığından 760°C civarına kadar bir artış eğilimi gösterip, bundan sonra azalır. Bu, kısa süreli mukavemet değerleri sıcaklık artışıyla sürekli bir şekilde azalan sıradan alaşımların tersi bir durumdur. Çekme mukavemetleri genellikle aynı trendi

sergilemez. Aynı zamanda çekme sünekliği de düşme eğilimi sergiler (Donachie 2002 b).

Süperalaşımların dayanımları tane boyutuna ve tane boyutu ile parça kalınlığı arasındaki ilişkiye son derece bağlıdır. Kopma ömrü ve sürünme mukavemeti, parça kalınlığı/tane boyutu oranının artmasıyla artmaktadır. Dövme bir süperalaşımda bahsi geçen oran sabit tutulduğunda, parça ömrü ve sürünme dayanımı tane boyutunun artmasıyla artar. Kalınlığın tane boyutuna oranına ömür ve sürünme dayanımı bakımından dökme süperalaşımlar da benzer bağımlılığı sergiler. Bu durumlar ince kesitlerde iri taneler oluştuğunda ciddi olabilmektedir. İnce kesitler genellikle sürünme dayanımını azaltırlar. Kesitin azalması kopma mukavemetinin de kalın kesitlere kıyasla daha düşük olması anlamına gelir. Modern döküm süperalaşımlarda tane boyutunun kontrolü büyük önem taşır. Sürünme ve kopma mukavemetini düşüren çok ince tanelerden ve iyi kopma mukavemeti sağlamasına rağmen çekme dayanımını düşüren çok iri tanelerden kaçınılmasını sağlayacak bir dengenin tutturulması gereklidir (Sims 1987).

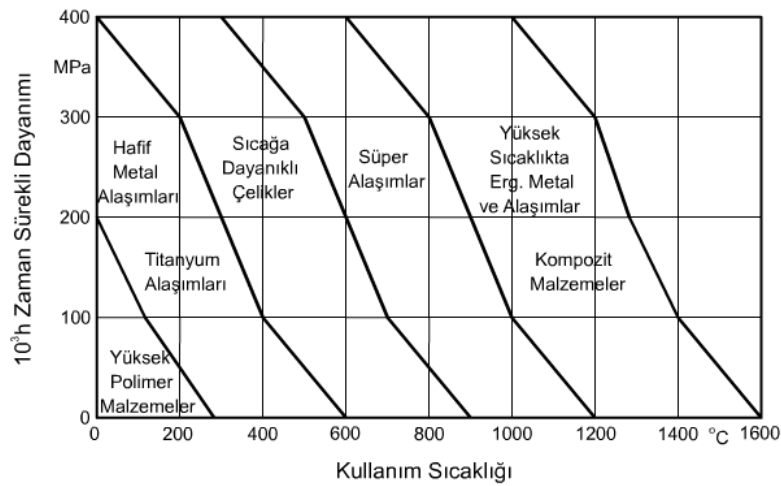
En yüksek çekme mukavemeti, muhtemelen 760°C civarına kadar olan orta sıcaklık rejimi üst sınırındaki uygulamalarda kullanılan ince tane boyutuna sahip dövme veya T/M süperalaşımlarda görülür. En yüksek sürünme (kopma sürünmesi) özellikleri yüksek sıcaklık rejimlerinde kullanılan ve daha kaba taneli olan döküm süperalaşımlarda görülür. Kopma mukavemeti zamanın bir fonksiyonudur. 1000 saat kopma gerilmesi kapasitesi, açık bir şekilde 100 saat kopma gerilmesi kapasitesinden daha düşüktür. Sürünme kapasitesi de bir testte izin verilmiş sürünme miktarının bir fonksiyonudur. 982°C'de 100 saat hasarı için sürünme-kopma mukavemetleri 45 MPa (U500 gibi eski bir γ' ile sertleşen dövme alaşımı için) ile 205 MPa (çok kristalli eşeksenli döküm süperalaşım MAR-M 266 için) arasında değişir. Kolonsal taneli ve tek kristalli alaşımlarınki daha yüksek olabilmektedir (Donachie 2002 b).

Süperalaşımlar genellikle bir özelliğin diğer özelliklere tercih edilerek optimize edilmesini sağlayacak şekilde üretilirler. Benzer bileşime sahip döküm ve dövme parçalar farklı ürün formları için farklı ısıl işlemlere tabi tutulabilirler. Bir süperalaşım aynı ürün formlarında kullanıldığında bile, proses muameleleri diğer

özellikler göz ardı edilerek istenilen özelliğin optimum olmasını sağlayacak şekilde belirlenir. Örneğin Waspaloy gibi bir alaşım gaz türbin diskleri için dövme formunda üretilir. İşleme şartlarının ayarlanmasıyla (özellikle ısıl işlem) sürtünme kopma mukavemeti harcanarak yüksek akma mukavemeti başılır (Donachie 2002 b).

3.4. Süperalaşımların Uygulama Alanları

Süperalaşımlar 600 ile 1100°C arasında kullanılabilirler. Alaşımda en yüksek kullanım sıcaklığı, ergime sıcaklığının % 80'i ($0,8 T_{erg.}$) kadardır. Şekil 3.2'de değişik malzeme gruplarının sıcaklığa bağlı olarak 10^3 saat zaman dayanımları verilmiştir (Topbaş 1993).



Şekil 3.2. Sıcaklığa bağlı olarak değişik malzeme gruplarının 1000 saat zaman dayanımları (Topbaş 1993)

Süperalaşımların uygulama alanlarını aşağıdaki şekilde sıralamak mümkündür:

- Uçaklar ve endüstriyel gaz türbinlerinde diskler, ateşleme odaları, vidalar, kasalar (mahfazalar), şaftlar, egzoz sistemleri, bıçaklar (pervane kanatçıkları), vanalar, yanma odaları, art yakıcılar, uçak itme gücü yönlendiricileri.
- Buhar türbinli elektrik santrallerinde vidalar, bıçaklar, baca gazı ara ısıtıcıları.
- Pistonlu motorlarda turbo yükleyiciler, egzoz supapları, sıcak bujiler, supap yuvaları.

- Metal üretim/işlemede sıcak işlem takım ve kalıpları, döküm kalıpları.
- Medikal uygulamalarda dişçilik ve protezle ilgili aletler.
- Uzay araçlarında aerodinamik bir şekilde ısıtılan kaplamalar, roket motor parçaları.
- Isıl işlem donanımlarında tepsiler, bağlayıcılar, taşıyıcı bantlar, potalar, vantilatörler, fırın susturucuları.
- Nükleer güç sistemlerinde tahrik mekanizmaları için kontrol kolları, supap gövdesi/kolları, yaylar, oluklar/kanallar.
- Kimya ve petrokimya endüstrisinde vidalar, vantilatörler, vanalar, reaksiyon kapları, borular, pompalar.
- Kirlilik kontrol donanımları olarak temizleyiciler.
- Metal işleme imalathanelerinde fırın/ocak, son yakıcılar, egzoz fanları.
- Kömür gazlaştırma ve sıvılaştırma sistemlerinde ısı dönüştürücüler, ara ısıtıcılar, borular (Stoloff 2005).

3.5. Süperalaşımların Sınıflandırılması

Süperalaşımlar, kobalt esaslı süperalaşımlar, demir esaslı süperalaşımlar ve nikel esaslı süperalaşımlar olmak üzere üç sınıfa ayrılırlar. Ek olarak nikel esaslı alaşımlara benzer metalurjik özelliklere sahip olan, fakat onlara nazaran daha büyük demir içeriğine sahip nikel-demir esaslı süperalaşımlar olarak adlandırılan büyük bir alt grup da vardır (Sims 1987).

3.5.1. Kobalt esaslı süperalaşımlar

Kobalt esaslı dökme ısı dayanımlı alaşımlar ilk kez ikinci dünya savaşı sırasında, yüksek gerilmeler altında çalışan gaz türbin bıçaklarında kullanılmıştır. Mukavemet açısından kobalt alaşımları 980°C üzerindeki sıcaklıklar haricinde nikel alaşımlarıyla rekabet edememektedirler. Buna rağmen, kaynaklanma ile tamir edilebilme kolaylığı ve yüksek sıcaklıklarda mükemmel korozyon direnci sağlayan yüksek krom içerikleri nedeniyle kobalt esaslı alaşımlar, yüksek basınç türbin kanatçıklarında geniş bir kullanım alanı bulmaktadır (Donachie 2002 a).

3.5.2. Demir esaslı süperalaşımalar

Demir esaslı süperalaşımalar, ana element olan demire ilave olarak önemli miktarda krom, nikel ve çok az miktarda da molibden veya tungsten içermektedirler. Bu gruptaki alaşımalar mukavemetlerini karbür çökmesi, intermetalik çökelti ve/veya katı çözümlü sertleşmesi ile kazanırlar. Bu grubun nikel-krom oranları ve mukavemetlendirme mekanizmaları, paslanmaz çeliklerden farklıdır. Paslanmaz çelikler %12-25 Cr ve %0-20 Ni içermekte, demir esaslı süperalaşımalar ise %20'den daha fazla nikel içermektedir (%25-35). Yüksek miktarda demir içeren birçok süperalaşım olmasına rağmen, bunların hepsi demir esaslı süperalaşım değildir. Çünkü bu süperalaşımalar demir, nikel, krom, kobalt, az miktarda molibden, tungsten ve niyobyum gibi elementlerin karmaşık kombinasyonlarıdır (Çay 2005).

3.5.3. Nikel esaslı süperalaşımalar

Nikel çok yönlü bir elementtir ve çoğu metal ile alaşımlanabilir. Nikel ile bakır arasında tamamen katı çözümlülük mevcuttur. Nikel ile demir ve krom arasındaki yüksek çözümlülük oranları ise birçok alaşım kombinasyonunu mümkün kılar. Yüzey merkezli kübik (YMK) yapıdaki nikel matris (γ); katı çözümlü sertleşmesi, karbür çökmesi veya çökme sertleşmesi ile güçlendirilebilir (Mankins 1990).

Tüm süperalaşım sınıfları içerisinde en geniş kullanım alanına sahip olan, nikel esaslı süperalaşımalar. Nikel esaslı süperalaşımalar karmaşık bir kompozisyona ve iyi yüksek sıcaklık özelliklerine sahip olup, benzer sıcaklıklarda kullanılan herhangi bir alaşım sisteminden çok daha geniş kullanım alanı bulurlar (Garimella 1997). Nikel esaslı süperalaşımalar başta döküm ve dövme olmak üzere farklı yöntemlerle üretilebilmektedirler. Tablo 3.3'te ticari olarak kullanılmakta olan bazı nikel esaslı süperalaşımaların kompozisyonları ve genel olarak hangi yolla üretildikleri gösterilmiştir (Pollock 2006).

Tablo 3.3. Ticari olarak kullanılan nikel esaslı süperalaşımların kompozisyonları (Pollock 2006)

| Alaşım | Cr | Co | Mo | W | Ta | Re | Nb | Al | Ti | Hf | C | B | Y | Zr | Diğer |
|---|------|------|------|------|------|-----|-----|-----|-----|------|-------|-------|------|------|---------|
| Geleneksel Döküm Alaşımları | | | | | | | | | | | | | | | |
| Mar-M246 | 8,3 | 10,0 | 0,7 | 10,0 | 3,0 | — | — | 5,5 | 1,0 | 1,50 | 0,14 | 0,02 | — | 0,05 | — |
| Rene' 80 | 14,0 | 9,5 | 4,0 | 4,0 | — | — | — | 3,0 | 5,0 | — | 0,17 | 0,02 | — | 0,03 | — |
| IN-713LC | 12,0 | — | 4,5 | — | — | — | 2,0 | 5,9 | 0,6 | — | 0,05 | 0,01 | — | 0,10 | — |
| C1023 | 15,5 | 10,0 | 8,5 | — | — | — | — | 4,2 | 3,6 | — | 0,16 | 0,01 | — | — | — |
| Yönlendirilmiş Katılaştırılan Alaşımlar | | | | | | | | | | | | | | | |
| IN792 | 12,6 | 9,0 | 1,9 | 4,3 | 4,3 | — | — | 3,4 | 4,0 | 1,00 | 0,09 | 0,02 | — | 0,06 | — |
| GTD111 | 14,0 | 9,5 | 1,5 | 3,8 | 2,8 | — | — | 3,0 | 4,9 | — | 0,10 | 0,01 | — | — | — |
| Birinci Nesil Tek Kristal Alaşımlar | | | | | | | | | | | | | | | |
| PWA 1480 | 10,0 | 5,0 | — | 4,0 | 12,0 | — | — | 5,0 | 1,5 | — | — | — | — | — | — |
| Rene' N4 | 9,8 | 7,5 | 1,5 | 6,0 | 4,8 | — | 0,5 | 4,2 | 3,5 | 0,15 | 0,05 | 0,00 | — | — | — |
| CMSX-3 | 8,0 | 5,0 | 0,6 | 8,0 | 6,0 | — | — | 5,6 | 1,0 | 0,10 | — | — | — | — | — |
| İkinci Nesil Tek Kristal Alaşımlar | | | | | | | | | | | | | | | |
| PWA 1484 | 5,0 | 10,0 | 2,0 | 6,0 | 9,0 | 3,0 | — | 5,6 | — | 0,10 | — | — | — | — | — |
| Rene' N5 | 7,0 | 7,5 | 1,5 | 5,0 | 6,5 | 3,0 | — | 6,2 | — | 0,15 | 0,05 | 0,00 | 0,01 | — | — |
| CMSX-4 | 6,5 | 9,0 | 0,6 | 6,0 | 6,5 | 3,0 | — | 5,6 | 1,0 | 0,10 | — | — | — | — | — |
| Üçüncü Nesil Tek Kristal Alaşımlar | | | | | | | | | | | | | | | |
| Rene' N6 | 4,2 | 12,5 | 1,4 | 6,0 | 7,2 | 5,4 | — | 5,8 | — | 0,15 | 0,05 | 0,00 | 0,01 | — | — |
| CMSX-10 | 2,0 | 3,0 | 0,4 | 5,0 | 8,0 | 6,0 | 0,1 | 5,7 | 0,2 | 0,03 | — | — | — | — | — |
| Dövme Süperalaşımlar | | | | | | | | | | | | | | | |
| IN718 | 19,0 | — | 3,0 | — | — | — | 5,1 | 0,5 | 0,9 | — | — | 0,02 | — | — | 18,5 Fe |
| Rene' 41 | 19,0 | 11,0 | 10,0 | — | — | — | — | 1,5 | 3,1 | — | 0,09 | 0,005 | — | — | — |
| Nimonic 80A | 19,5 | — | — | — | — | — | — | 1,4 | 2,4 | — | 0,06 | 0,003 | — | 0,06 | — |
| Waspalloy | 19,5 | 13,5 | 4,3 | — | — | — | — | 1,3 | 3,0 | — | 0,08 | 0,006 | — | — | — |
| Udimet 720 | 17,9 | 14,7 | 3,0 | 1,3 | — | — | — | 2,5 | 5,0 | — | 0,03 | 0,03 | — | 0,03 | — |
| Toz Üretimi Süperalaşımlar | | | | | | | | | | | | | | | |
| Rene' 95 | 13,0 | 8,0 | 3,5 | 3,5 | — | — | 3,5 | 3,5 | 2,5 | — | 0,065 | 0,013 | — | 0,05 | — |
| Rene' 88 DT | 16,0 | 13,0 | 4,0 | 4,0 | — | — | 0,7 | 2,1 | 3,7 | — | 0,03 | 0,015 | — | — | — |
| N18 | 11,2 | 15,6 | 6,5 | — | — | — | — | 4,4 | 4,4 | 0,5 | 0,02 | 0,015 | — | 0,03 | — |
| IN100 | 12,4 | 18,4 | 3,2 | — | — | — | — | 4,9 | 4,3 | — | 0,07 | 0,02 | — | 0,07 | — |

* Ni miktarı ağırlıkça % kalandır

Nikel esaslı süperalaşımlarda kullanılan temel alaşım elementlerinden bazıları Cr, Al, Ti, Nb, Fe, Co, Mo, W, Ta, V, B, Zr ve C'dur. Krom ilavesinin amacı öncelikli olarak korozyon ve oksidasyon direncini arttırmaktır. Optimum korozyon özellikleri ağırlıkça %15-30 krom ilavesi yapıldığında beklenir ki, karbonun bulunması halinde krom aynı zamanda çökelme sertleşmesi sağlayan krom karbürleri de oluşturur (Garimella 1997). Şekil 3.3'te nikel esaslı süperalaşımlarda önem arz eden elementlerin periyodik cetveldeki grupları, atom yarıçapları ve rolleri görülmektedir.

| IIA | IIIA | IVA | Grup | | | | | |
|-----|-------------|-------------|--------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| | B 0,097 | C 0,077 | Element | | | | | |
| | Al 0,143 | | Atom yarıçapı (nm) | | | | | |
| | | IVB | VB | VIB | VIIB | VIIIB | | |
| | | Ti 0,147 | V 0,132 | Cr 0,125 | | Fe 0,124 | Co 0,125 | Ni 0,125 |
| | Y 0,181 | Zr 0,158 | Nb 0,143 | Mo 0,136 | | Ru 0,134 | | |
| | | Hf 0,159 | Ta 0,147 | W 0,137 | Re 0,138 | | | |

γ' oluşturuçular
 Tane sınırı elementleri
 γ oluşturuçular

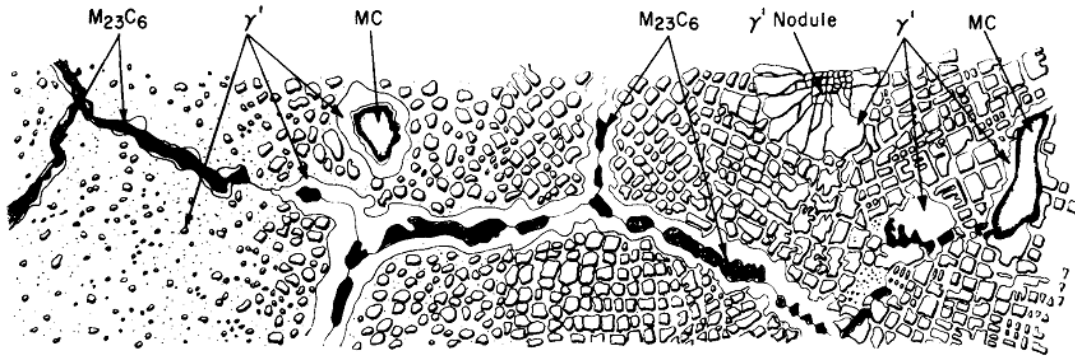
Şekil 3.3. Nikel esaslı süperalaşımın yapısında önem arz eden elementler (Sims 1987)

Çoğu nikel esaslı alaşım mukavemetini γ' çökeltilerinden kazanır. Bu mukavemetlenme için gerekli olan elementler Al, Ti ve Nb'dur. γ' çökeltileri $Ni_3(Al, Ti)$ formülü şeklinde oluşur. Ağırlıkça %4'ün üzerinde Nb bulunduğunda Nb, farklı bir mukavemet arttırıcı faz olan Ni_3Nb formülüne sahip γ'' çökeltilerini oluşturur. Daha az miktarda bulunduğunda Nb, γ' çökeltilerindeki Al ve Ti'un yerini alabilmektedir. Hem Ti hem de Nb intermetalik çökeltilerin yanında ek mukavemet artışı sağlayan karbürler de oluştururlar. Al aynı zamanda alaşım yüzeyinde dayanıklı bir oksit tabakası oluşturarak yüksek sıcaklık oksidasyon direncini geliştirir (Garimella 1997).

Nikel esaslı süperalaşımlara demir ilavesinin amacı, alaşımın maliyetini düşürmektir. Ancak oksidasyon direncinin düşmesine neden olacağından demir miktarı artışında bir sınırlama vardır. Demir aynı zamanda özellikler üzerinde zararlı etkileri olan σ fazının oluşumuna yol açar. Kobalt ilavesi yüksek sıcaklık özelliklerini geliştirirken alüminyum ve titanyumun Ni-Cr matris içindeki çözünürlüğünü azaltır. Kobaltın nikel esaslı süperalaşımların, özellikle Al ve Ti içeren nikel esaslı süperalaşımların işlenebilirliğini arttırdığı belirtilmektedir (Garimella 1997). Nikel esaslı süperalaşımlarda katı çözeltili mukavemetlenmesi, yüksek sıcaklıklarda molibden, tungsten ve tantal ilavesi ile sağlanır. Bunlar aynı zamanda γ' çökeltilerinin içinde çözünür ve mukavemet özelliklerini geliştirirler. Mo, W ve Ta aynı zamanda birbirleriyle ve Fe ve Cr ile karmaşık karbürler oluştururlar ki, bu karbürler mukavemet özelliklerini arttırıcı etkiye sahiptirler (Garimella 1997).

Bor ve zirkon elementleri sürünme mukavemetini ve sünekliği arttırmak için ilave edilir. Bunlar tane sınırlarına segregasyon olurlar ve tane sınırı karbürlerinin aglomere olmalarını yavaşlatırlar. Ni, Co, Fe ve Cr matris sınıfı elementlerdir ve süperalaşımın matrislerini oluştururlar. Süperalaşımın matrisi bu elementler tarafından oluşmadığında, bu elementlerin ilave edilmesi Mo, W ve V ile birlikte katı çözümleri sertleşmesi sağlar. Ta, Ti, Al ve Nb çökelme sertleşmesi için ilave edilirlerken C, B ve Zr tane sınırı alt sınıfına ait elementlerdir. Bazı elementler (örneğin Cr, Mo, W, V, Nb, Ta, ve Ti) karbür de oluştururlar. Cr ve Al oksit alt sınıfına ait elementler olup, alaşım yüzeyinde oksit tabakaları oluştururlar (Garimella 1997).

Nikel esaslı süperalaşımın mikroyapısı tipik olarak γ fazı olarak adlandırılan yüzey merkezli kübik yapıdaki ostenitik matris tarafından oluşturulur. γ matristen başka nikel esaslı bir süperalaşımında sergilenen farklı yapısal özellikler; birincil gama (γ') çökeltileri, tane sınırı γ' çökeltileri, ikincil gama (γ'') çökeltileri, karbürler ve topolojik sıkı paket (TCP) fazlardır (Garimella 1997). Şekil 3.4'te nikel esaslı süperalaşımın mikroyapısında bulunabilen fazlar şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.4. Nikel esaslı süperalaşımın mikroyapısında oluşabilen fazlar (Donachie 2002 a)

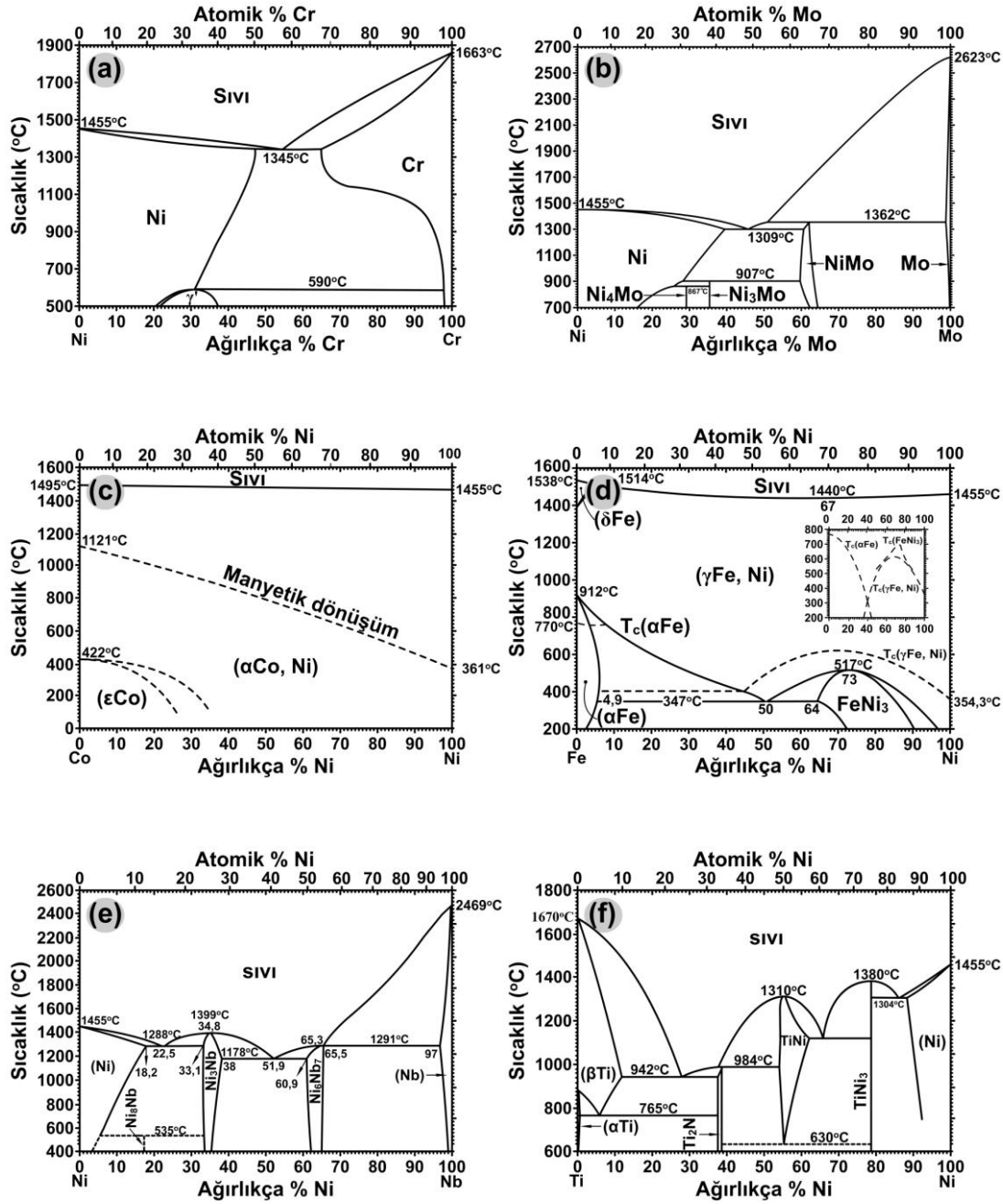
3.5.3.1. Gama (γ) matris

Tek başına nikel için ayırt edici şekilde yüksek bir elastisite modülünden veya düşük difüzyon özelliklerinden (bu iki özellik sürünme kopması dayanımının yüksek olmasını sağlar) bahsedilememesine rağmen tüm nikel esaslı alaşımların γ olarak adlandırılan ostenitik matrisi, çoğu gaz türbin tasarımcısının yüksek sıcaklıklarda çalışacak uzun ömürlü parçaların üretimi için favori malzemesidir. Dikkat çekici

olan, γ matrise sahip bazı alaşımların kendi ergime sıcaklıklarının %90'ına kadar kullanılabilmesi ve biraz daha düşük sıcaklıklarda 100000 saatin üzerinde bir ömre sahip olmalarıdır. γ matrisin bu dayanıklılığının temel nedeni aşağıdaki özelliklere bağlanabilmektedir (Sims 1987).

- Faz kararsızlığı söz konusu olmadan nikelin alaşımlanma için yüksek toleransı neredeyse tamamen doldurulan 3. elektron kabuğu sayesinde.
- Krom ilavesiyle, düşük katyon boşluğuna sahip Cr_2O_3 koruyucu tabakasının oluşturulması eğilimi vardır. Böylece metalik elementlerin dışa doğru difüzyonu ve oksijen, azot, kükürt ve diğer agresif atmosferik elementlerin içeriye nüfuzu kısıtlanır.
- Yüzeyde Al_2O_3 tabakasının oluşması ile yüksek sıcaklıklarda oksidasyona karşı olağanüstü bir direnç sağlanmış olur (Sims 1987).

Nikel esaslı alaşımlardaki sürekli matris YMK yapılıdır ve yüksek oranda Cr, Mo ve W gibi refrakter element içeriğine ek olarak Co, Al ve Ti gibi alaşım elementleri de içerebilirler. Bu elementler atom boyutu olarak nikelde %1-13 arasında farklılık gösterirken, elektron boşluk sayısı olarak nikelde %1-7 arasında farklıdır. Matrisin mukavemeti kafes genişlemesi (çarpılması) ile sağlanır. Alüminyumun yanı sıra W, Mo ve Cr potansiyel katı çözeltiler güçlendiricileridir. Yüksek ergime sıcaklığına sahip bu refrakter elementler düşük difüzyon özelliklerinden dolayı süperalaşımın sürünmesini azaltır. Bu elementlerin çoğu, çapraz kaymayı zorlaştırarak alaşımın istiflenme kusuru enerjisini azaltır ve böylece alaşımın sürünme dayanımını artırırlar. Nikel-demir esaslı süperalaşımlarda %0-25 Cr ve %0-9 Mo ilavesi yapılarak katı çözeltiler mukavemetlenmesi sağlanmaya çalışılır. Tungsten kısmen molibdenin yerine kullanılabilir. Krom ve molibden ostenit matrisin tercih edilen elemanlarıdır ve bunların varlığı, matrisin çökellemeyle sertleşmesini sağlayan Ti, Al ve Nb elementlerini çözübilirliğini azaltır (Sundaraman 2002). Şekil 3.5'te Nikel esaslı süperalaşımların katı çözeltiler halinde bulunan γ matrisinin içeriğinde mevcut olan farklı alaşım elementlerinin nikel içerisindeki çözünürlüğünü gösteren faz diyagramları verilmiştir (ASM Handbook: Alloy Phase Diagrams 1992).



Şekil 3.5. Nikel esaslı süperalaşımların katı çözelti halinde bulunan γ matrisinin ihtiva ettiği farklı alaşım elementlerinin nikel içerisindeki çözünürlüğünü gösteren faz diyagramları; a) Ni-Cr, b) Ni-Mo, c) Ni-Co, d) Ni-Fe, e) Ni-Nb, f) Ni-Ti faz diyagramları (ASM Handbook: Alloy Phase Diagrams 1992)

3.5.3.2. Birincil gama (γ') fazı

Çökeltme ile sertleştirilebilen çoğu nikel esaslı süperalaşımda temel mukavemetlendirici fazdır. Düzenli kübik $L1_2$ yapıya sahiptir ve kimyasal formülü $Ni_3(Al, Ti)$ şeklindedir. γ' fazı nikel esaslı süperalaşımlarda alüminyumca ve çoğu

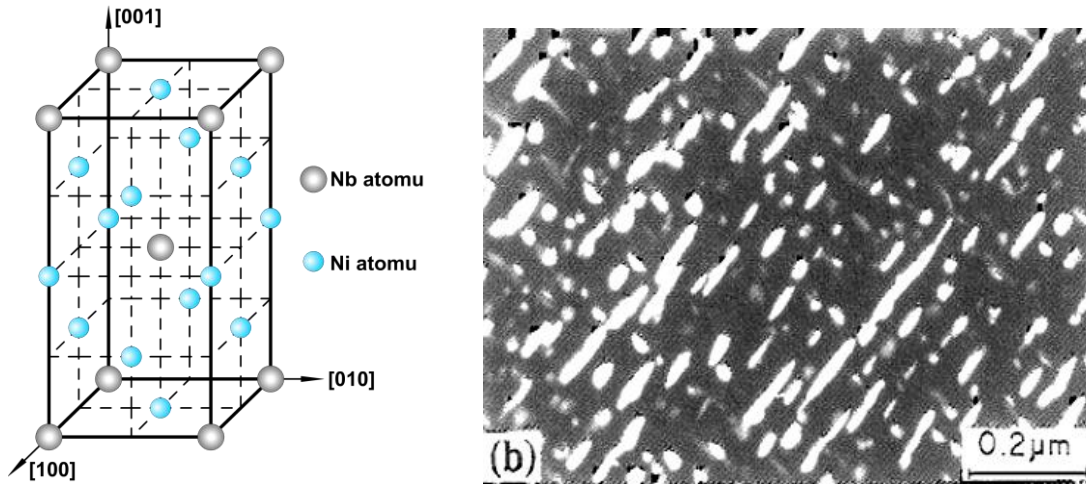
γ' fazının morfolojisi, uyumsuzluk 0,003'den az olduğunda küresel olarak kabul edilmektedir (Şekil 3.6.b). Daha yüksek uyumsuzluklar söz konusu olduğunda çökeltilerin morfolojisinin kübik olduğu sanılmaktadır. Bu çökeltiler ile ostenit matris arasındaki ilişki küp-küp şekline uymaktadır (Sundararaman 2002).

Servis sıcaklıklarında γ' çökeltileri epeyce irileşirler ve irileşme oranı uyumsuzluk deresine bağlıdır. Cr içeriğinin artmasıyla, γ' çökeltilerinin irileşme oranının azaldığı gözlenmiştir. Bu etki bağdaşıklık gerilmesindeki azalmanın yanı sıra, matriste çözelti oluşturan γ' fazının denge konsantrasyon değerindeki azalmaya da bağlanmaktadır (Sundararaman 2002). Çözünenlerin düşük difüzyon özelliklerinden kaynaklanan bağdaşıklık gerilmesindeki artışa rağmen, Nb ilavesindeki artışın γ' çökeltilerinin irileşme oranını oldukça azalttığı gözlenmiştir. Ek olarak alaşım matrisine Mo ve W ilavesinin γ' irileşme oranını dikkate değer biçimde azalttığı görülmüştür. Farklı refrakter metaller üzerine yapılan geniş çaplı araştırmalardan, γ' fazının irileşmesini geciktirmeye yönelik olan uygun seçeneğin, γ' fazının hacim oranını arttırmak ve γ' fazına Nb ve Ta gibi yavaş difüze olan elementlerin ilavesinin arttırılması olduğu sonucuna varılmıştır. γ' fazı içerisinde yüksek miktarda çözünmemiş Nb ve Ta bulunması, bu fazı yarı kararlı duruma getirmektedir. Bu faz, içerisindeki Ti ve Nb'un relatif konsantrasyonuna bağlı olarak yüksek sıcaklıklarda denge halindeki η (DO_{24} kristal yapılı) veya denge halindeki δ (DO_a yapılı) fazlarına dönüşebilir. γ' parçacıkları içeren süperalaşımın kullanılabilmesi için üst sıcaklık limitleri γ' - η veya δ dönüşüm sıcaklıkları tarafından belirlenir. Genelde bu alaşımların kullanılabilmesi için üst sıcaklık sınırı daha az Nb ve/veya Ta içerenlere nazaran düşüktür (Sundararaman 2002).

3.5.3.3. İkincil gama (γ'') fazı

Çoğu nikel-demir esaslı süperalaşım, kimyasal formülü Ni_3Nb olan Şekil 3.7.a'da görülen Al_3Ti tipindeki DO_{22} yapıya sahip γ'' fazının çökmesi ile mukavemet kazanır (Kirman 1970, Sundararaman 2002). 718, 706, 625, Rene 62 ve Udimet 630 alaşımları öncelikli olarak veya kısmen γ'' çökeltileri ile sertleştiği en çok bilinen ticari süperalaşımlardır. Bu alaşımlardan 718 ve 625 alaşımları γ'' ile mukavemet kazanan süperalaşımlar içerisinde en yaygın olarak kullanılanlardır. 718 alaşımı en

çok gaz türbin motorlarındaki uygulamalarda yer alır. Bir alaşımda bu fazın oluşabilmesi için yüksek miktarda Nb ve/veya Ta içeriği elzem olup, adı geçen tüm ticari alaşımlar yaklaşık olarak %2-6 Nb ve önemli miktarda demir içerirler. Yarı kararlı γ'' fazı normalde ostenitik matris ile uyumlu diskler şeklinde çökeler. Şekil 3.7'de 718 alaşımı içerisinde oluşmuş γ'' çökeltilerinin morfolojisi ve dağılımı gösterilmiştir (Sundaraman 2002).



Şekil 3.7.a) γ'' fazının birim kafesi (DO₂₂), b) Yaşlandırılmış 718 alaşımında elips şekilli γ'' ve küresel şekilli γ' çökeltileri (Sundaraman 2002)

Nikel esaslı süperalaşımlarda γ - γ'' uyumsuzluğu, γ - γ' uyumsuzluğundan daha büyüktür. Bu disk şeklindeki çökeltiler matris ile aşağıda gösterilen oryantasyon ilişkisini sergiler (Oblak 1974):

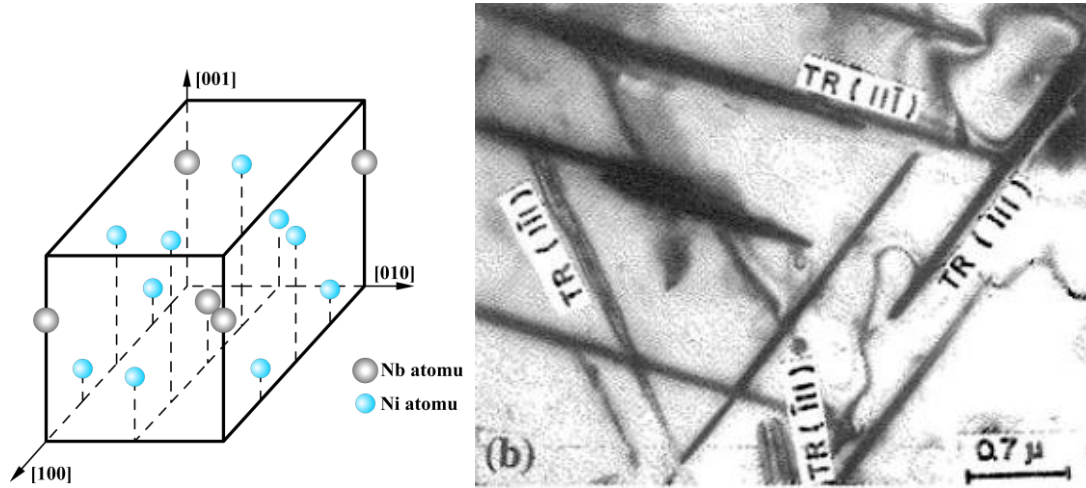
$$\{100\}\gamma'' // \{100\}\gamma : [001]\gamma'' // \langle 001 \rangle \gamma$$

γ'' çökeltileri, 718 alaşımında ve diğer benzer kompozisyona sahip alaşımlarda, matris ile arsında meydana gelen bağdaşıklık gerilmeleri sayesinde mukavemet artışı sağlar (Oblak 1974). Alaşımların içerisinde oluşan çökeltilerin doğası, alaşım içerisinde çözünen elementlerin konsantrasyonu tarafından belirlenir. 718 ve 706 alaşımları sırasıyla %5 ve %3 Nb ve daha az miktarlarda Al (sırasıyla %0,5 ve %0,2) ve Ti (sırasıyla %0,9 ve %1,7) içerirler. Nb'un alüminyum + titanyuma oranının, bu alaşımlarda γ'' ve γ' göreceli hacim oranını kontrol ettiği tespit edilmiştir (Sundaraman 2002). Al + Ti'un Nb'a oranı atomik olarak %0,66'dan yüksek

olduğunda, γ'' ve γ' fazları 700 ile 900°C arasındaki kısa yaşlandırma sürelerinde çökelebilirler. Fakat yaşlandırma süresinin uzamasıyla γ'' ve γ' fazları δ fazına dönüşebilirler. Yaşlandırma süresi 24 saatten fazla olduğunda artık hiç γ'' ve γ' fazları kalmaz (Zang 2010). Bu iki alışımda çökeltilerin oluşumundaki farklılıklar Al ve Ti konsantrasyonundaki küçük değişimlere bağlanmaktadır. 706 alışımda ilk önce γ' çökeler ve sonrasında γ'' çökeltileri küp şeklinde olan γ' çökeltilerinin tüm yüzeylerinde çekirdeklenir; sonuç olarak kompakt bir morfoloji ortaya çıkarılırken 718 alışımda γ'' çökmesi baskındır (Cozar 1973). 706 alışımda görülen kompakt morfolojinin irileşmeye karşı 718 ve 625 alışımlarındaki γ'' çökeltilerine göre daha yüksek kararlılığa sahip olduğu belirtilmiştir (Sundararaman 2002). Niyobyumun γ' içerisindeki çözünürlüğü, alüminyumun γ'' fazı içerisindeki çözünürlüğünden çok daha yüksektir. Quist ve arkadaşları (Quist 1971), γ'' fazının niyobyum içeren nikel esaslı süperalaşımlarda Ni_3Nb kimyasal kompozisyonunda olduğunu, fakat DO_{22} yapılı bu fazın Ni-Nb ikili sisteminde oluşmadığını belirtmişlerdir. Fakat küçük miktarlardaki demirin γ'' çökmesini geliştirdiğini tespit etmişlerdir. Öte yandan demir içeren Ni-Nb alışıma Al ilave edilmesi γ'' oluşumunu baskılayarak γ' çökmesini geliştirdiğini bildirmektedirler (Quist 1971). Bu elementlerin Ni-Ta sistemi üzerine de benzer etkileri vardır (Sundararaman 2002).

3.5.3.4. Delta (δ) fazı

δ fazı, Şekil 3.8.a'da görüldüğü gibi düzenli ortorombik DO_a yapıya sahiptir ve kimyasal kompozisyonu Ni_3Nb (veya Ni_3Ta) şeklindedir (Sundararaman 1988). Bu faz Ni-Nb sisteminde denge fazıdır; fakat daha önce de söz edildiği gibi demir ilavesi yarı kararlı γ'' - Ni_3Nb fazının oluşumunu arttırabilir (Quist 1971). γ'' veya γ' fazlarının çökmesiyle mukavemet kazanan ve yüksek miktarda Nb içeren tüm nikel esaslı ve nikel-demir esaslı alaşımlar, üretim veya servis şartlarında dönüşen δ fazı oluşumuna karşı hassastırlar. δ çökeltileri normalde plate (plaka, levha) şekilli morfololojiye ve $\{111\}_\gamma$ düzlem ailesine sahiptirler (Şekil 3.8.b). Aynı zamanda ostenit tane sınırlarında oluşan küresel şekilli δ çökeltilerinin de olabileceği rapor edilmiştir (Sundararaman 2002).



Şekil 3.8.a) DO_{19} yapılı δ fazı birim kafesi, b) 718 alaşımı içerisinde oluşan iğnesel şekilli δ çökeltileri (Sundararaman 2002)

δ çökeltileri düşük sıcaklıklarda süresiz çökelmelerle ve nispeten yüksek sıcaklıklarda taneler arası bölgelerde meydana gelebilmektedir. Tane içi δ , γ'' - δ dönüşümü yoluyla oluşur (Sundararaman 1988). γ'' içindeki istif hataları tane içi δ fazı için çekirdekleyici olarak davranır. δ fazının kontrollü çökmesinin, gerilme kopmasının sünekliliği üzerine faydalı etkileri olduğu görülmüştür. Yüksek miktarda iri δ levhalarının oluşması γ'' ile mukavemet kazanan süperalaşımın dayanımını düşürür. Yüksek silisyum ve düşük alüminyum ile birlikte yüksek Nb içeriğinin δ fazı oluşumunu desteklediği, fakat Nb'un yerini Ta aldığında bu durumu engellediği bildirilmiştir (Sundararaman 2002). γ'' çökeltileriyle mukavemet kazanan nikel-demir esaslı süperalaşımın uzatılmış yaşlanma işlemi esnasında δ fazı oluşum kinetiğinin hızlı oluşundan dolayı, bu alaşımlar 650°C 'nin altındaki servis sıcaklıklarında kullanılır (Sundararaman 1988, Sundararaman 2002).

3.5.3.5. $\text{Ni}_2(\text{Cr, Mo})$ fazı

Ni-Mo ikili alaşımlarının iyi korozyon dayanımına sahip olduğu ve Ni-Cr alaşımlarının olağanüstü oksidasyon direnci sergilediği çok iyi bilinmektedir. Bu ikili alaşımların kombinasyonu olan Ni-Cr-Mo alaşımlarının iyi korozyon ve oksidasyon direnci için geliştirilmeleri 1931 yılına dayanır. Tungsten ilavesi, bazı ortamlardaki korozyon direncini arttırmak ve iyi bir katı çözeltili mukavemetlenmesi sağlamak için yapılmaktadır. Ticari amaçla geliştirilmiş Hastelloy C, Hastelloy C276, Hastelloy

C4, Hastelloy S ve Hastelloy C22 gibi çoğu multi bileşenli nikel esaslı süperalaşım, bir dördümlü kompozisyon üzerinde temellenirler ki bu dördümlü Ni-Cr-Mo-W tarafından oluşturulur (Tawancy 1983). Tüm bu alaşımlar yaklaşık olarak %60 Ni, %14-16 arasında Mo ve Cr ve %4 W içerirler. Bu alaşımlar, 500-600°C sıcaklık aralığındaki uzatılmış yaşlandırma işlemi sonucu çökelen $Ni_2(Cr, Mo)$ fazı ile mukavemet kazanırlar. Bu faz Pt_2Mo yapıda olup, elips şekilli çökelti halinde çökeler. Bu faz 600°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda çözünür. Ni+Cr+Mo alaşım bileşenlerinin büyük bir bölümünü teşkil ederler ve Mo+Cr içeriğinin toplamının nikel içeriğine oranı yaklaşık olarak $Ni_2(Cr, Mo)$ 'e tekabül eder. Bu fazların çökmesinin, bu alaşımların hidrojen ve stres korozyonu çatlaklarına hassasiyetini arttırdığı tespit edilmiştir (Sundaraman 2002).

3.5.3.6. Karbür çökmesi

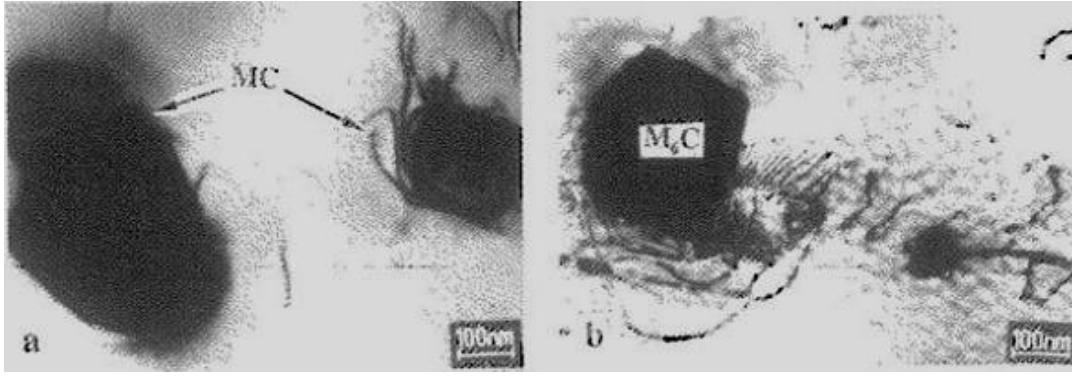
Nikel ve kobalt esaslı süperalaşımlarda olduğu bilinen birkaç tip karbür fazı vardır. Nikel esaslı süperalaşımlarda yaygın olarak bulunan çeşitleri MC , $M_{23}C_6$, M_6C ve M_7C_3 olup, burada "M" çoğunlukla refrakter elementler olmak üzere metal atomlarını temsil etmektedir. Bu fazlar ergiyikten katılma esnasında, üretim ve işleme esnasında oluşabileceği gibi servis şartlarında da oluşabilirler. Alaşımın özellikleri karbür çökeltilerinin morfoloji ve dağılımına bağlı olarak iyileşme veya kötüleşme sergileyebilir (Sundaraman 2002).

Katılma esnasında oluşan karbürler çoğu kez birincil karbürler olarak adlandırılırlar. Bunlar genellikle MC tipi karbürlerdir ve nikel esaslı ve nikel-demir esaslı süperalaşımlarda TiC , TaC , ve NbC şeklinde oluşurlar. Birkaç refrakter element içeren alaşımlarda, $(Ti, Nb)C$ 'de olduğu gibi farklı atomlar birbirinin yerini alabilir. Birincil karbürler ostenit matris ile tanımlanmış bir oryantasyon sergilemezler. Bu karbürler, kaba rasgele küp veya sarmal morfolojileri ile ayrık çökelti halinde oluşurlar ve hem taneler arası hem de tane içi bölgelerde heterojen bir dağılım sergilerler. MC fazında Mo veya W, Ti veya Nb'un yerini aldığı anda, bu fazların kararlılığı azalır ve bozunmaya meyil artarak $M_{23}C_6$ ve M_6C gibi farklı tip karbürler oluşur. Birincil MC karbürleri, nikel esaslı süperalaşımlarda ısıl işlem veya servis şartlarında ayrıştıklarında büyük bir karbon kaynağı teşkil ederler. MC tipi

karbürlerin ayrışmasının olmasının 700-980°C sıcaklık aralığında $M_{23}C_6$ ve M_6C tipi karbürlerin oluşmasına neden olduğuna inanılmaktadır (Sundararaman 2002).

$M_{23}C_6$ kromca zengin bir karbür olup orta seviyelerden yüksek miktarlara kadar Cr içeren nikel esaslı süperalaşımlarda oluşur. Bu faz genellikle 650-900°C sıcaklık aralığındaki ısıtma işlemleri esnasında ve servis şartlarında ostenit matris içerisinde çökelmeyle oluşmanın yanı sıra, bozunmuş olan birincil karbürlerden de oluşabilir. Yüksek açılı tane sınırları genellikle tercih edilen çekirdeklenme bölgelerini teşkil eder. Fakat dislokasyonlardaki ve istif kusurlarındaki ikiz sınırlarının hem bağdaşık hem de bağdaşık olmayan kısımlarında heterojen çekirdeklenme de meydana gelir. Molibden ve/veya tungsten içeren süperalaşımlarda $M_{23}C_6$ 'nın kompozisyonu yaklaşık olarak $Cr_{21}(Mo, W)_2$ şeklindedir ve diğer refrakter elementler Mo ve W'ın yerini alabilirlerken; Ni, Fe ve Co bir parça Cr'un yerini alabilir. Bu faz ile ostenit matris arasında küp-küp şeklinde bir oryantasyon ilişkisi olup, oluşturanın kafes parametresi matrisin yaklaşık üç katıdır (Sundararaman 2002).

M_6C tipi karbürlerde refrakter metal içeriği $M_{23}C_6$ tipi karbürlerden genellikle daha yüksektir ve bu faz, Mo ve W gibi refrakter metaller bakımından zengin olan alaşımlarda oluşmaya meyillidir. %6-8'den daha çok Mo veya W içeren alaşımlarda M_6C , $M_{23}C_6$ ile birlikte tane sınırı çökeltileri tarzında oluşur. Nikel esaslı bir süperalaşımda bu iki tip karbür fazının relatif bolluğu; Mo, W ve Cr miktarı tarafından belirlenir. M_6C genellikle 800-980°C sıcaklık aralığında oluşur ve $M_{23}C_6$ ile mukayese edildiğinde daha geniş bir kompozisyon yelpazesi sergiler. M_6C 'nin kristal yapısı karmaşık elmas kübik ($E9_3$) olup, birim hücresi 96 M atomu içerir. Bu fazın çökeltileri birincil MC karbürlerin bozunmasının yanı sıra direkt olarak da oluşabilir. Molibden bakımından zengin birkaç nikel esaslı süperalaşımda M_6C katılma esnasında oluşur. 625 alaşımı bu tür nikel esaslı süperalaşımlara örnek olarak gösterilebilir (Şekil 3.9.b) (Sundararaman 2002).



Şekil 3.9.a) Çözeltiye alınmış 718 alaşımında blok şekilli birincil MC tipi karbür çökeltileri, b) Çözeltiye alınmış 625 alaşımında birincil M_6C karbürü (Sundaraman 2002).

Çökeltme ile sertleştirilebilen nikel esaslı süperalaşımlarda sık rastlanan karbür reaksiyonu sıralaması $MC \rightarrow M_{23}C_6 \rightarrow M_6C$ şeklinde ortaya çıkmaktadır. Genelde yüksek Cr, Ti ve Al $M_{23}C_6$; yüksek Mo ve W M_6C ; yüksek Nb ve Ta ise MC oluşumuna katkı sağlar (Sundaraman 2002). M_7C_3 tipi karbürlere genellikle nispeten düşük Cr ve reaktif ve refraktif metal konsantrasyonuna sahip alaşımlarda blok şekilli çökeltiler tarzında rastlanır. Bu karbür yaşlanma esnasında çoğunlukla $M_{23}C_6$ 'ya dönüşür.

3.5.3.7. TCP fazları

Bunlar sert ve kırılğan fazlar olup, farklı refrakter elementlerin konsantrasyonu kontrol edilmediğinde nikel ve nikel-demir esaslı süperalaşımlarda oluşurlar. Süperalaşımların içeriğinde birkaç tip TCP fazı önem arz eder ki; bunlar sigma (σ), mü (μ), R, X ve G fazları olarak adlandırılmıştır. Bu fazlar genellikle, fazı oluşturan ana elementlerin elektron bağı kurması sayesinde oluşturulur. Süperalaşımlardaki σ ve μ fazları $(Cr, Mo)_x (Ni, Co)_y$ tipik formülü ile temsil edilebilmekte olup, burada x ve y değerleri 1 ila 7 arasında değişebilir. Bu fazların kristal yapısı oldukça karmaşıktır ve birim kafesleri birçok atom içerir. Genellikle σ fazı atom ölçüleri yaklaşık olarak eşit olan elementlerden oluşurken, μ fazı farklı atomik boyutlara sahip elementlerden oluşur. TCP fazlarının varlığı kendilerine ev sahipliği yapan alaşımların bütün mekanik özelliklerini azaltır. Bunlar normalde ostenit tane sınırında çekirdeklenir ve widmanstatten levhaları gibi büyürler. Bu plaka morfolojisi, düşük sıcaklıklarda gevreklik hasarlarıyla sonuçlanan çatlak başlangıcı

ve çoğalmasına ön ayak olur. Bu fazların aynı zamanda yüksek sıcaklık kopma mukavemeti üzerine de önemli ölçüde olumsuz etkileri vardır. Kopma kırılması tane sınırları yerine zararlı bir şekilde plakalar boyunca oluşur. Refrakter metallerce zengin bu fazın oluşması, bu elementlerin matristen tahliye olmasına yol açar ki; bunun sonucu olarak mukavemet kazandıran intermetalik fazların hacim oranı ve kararlılığı değişir, böylece alaşım zayıflar (Sundaraman 2002).

3.5.3.8. Nikel esaslı süperalaşımların uygulama alanları

Nikel ve nikel alaşımları büyük çoğunluğu korozyon direnci ve/veya yüksek sıcaklık dayanımı gerektiren uygulamalar olmak üzere çok geniş bir uygulama alanına hitap etmektedirler. Genel olarak sayfa 43'te belirtilmiş olan süperalaşımların uygulama alanlarından çoğunda kullanılabildikleri gibi, özel amaçlarla kullanılan eşsiz fiziksel özelliklere sahip nikel esaslı veya yüksek nikelli alaşımlar da vardır. Bunlar;

- Düşük genleşmeli alaşımlar,
- Elektrik dirençli alaşımlar,
- Soft manyetik alaşımlar,
- Şekil hafızalı alaşımlar olarak sıralanabilirler (Mankins 1990).

3.5.3.9. Inconel 718

Ni esaslı 718 süperalaşımı, mühendislik uygulamalarında en başarılı uygulanan süperalaşımdır (Cieslak 1991). Öyle ki dünya süperalaşım tüketiminin neredeyse yarısını teşkil etmektedir (Patel 2005). Bu alaşımın çok yaygın olarak kullanılmasının bir nedeni de maliyetinin diğer süperalaşımlardan daha düşük olmasıdır. Aslında 718 alaşımının bu denli yaygın kullanım alanı bulmasında kobalt elementi içermemesinin de etkisi vardır. 1970'lerin sonunda Co elementinin zor bulunur olması ve fiyatının astronomik seviyelere çıkması Inconel 718 alaşımının Waspaloy ve Astroloy gibi Co içeren alaşımlara tercih edilmesine neden olmuş, takip eden 20 yılda dikkatler 718 alaşımına yönelmiş ve 718 alaşımı en yaygın kullanılan süperalaşım olarak yerini sağlamlaştırmıştır (Donachie 2002 b).

Çökeltme ile sertleştirilebilen 718 süperalaşımı; sahip olduğu iyi korozyon direnci, yüksek mukavemet ve 650°C'ye kadar yüksek sıcaklıklarda kararlı olan mikroyapısı sayesinde; gaz türbinlerinde, roket motorlarında, uzay araçlarında, nükleer reaktörlerde, pompalarda ve işleme takımlarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Inconel 718 alaşımında mukavemet arttırma mekanizmasını temel olarak kübik veya küresel şekilli nano ölçülerdeki γ' -Ni₃Al ve lens gibi disk şekilli γ'' -Ni₃Nb çökeltileri oluşturmaktadır (Chaturvedi 1983, Cozar 1973, Kirman 1971, Paulonis 1969, Quist 1971). Inconel 718 alaşımında γ'' fazı sıklıkla γ' fazı ile birlikte çökeltir. Fakat bu alaşımda asıl mukavemet arttırıcı faz γ'' çökeltileridir (Donachie 2002 a, Wang 2004). Inconel 718 alaşımında γ'' hacim oranının γ' fazından 4 kat daha fazla olduğu bildirilmektedir (Slama 2000). Bir başka çalışmada Inconel 718 alaşımının %15 γ'' ve %4 γ' fazı içerdiği, fakat eşit miktarda γ'' fazının γ' fazından daha yüksek mukavemet sağladığı bildirilmiştir (Decker 2006). Bir alaşımda γ'' fazının oluşabilmesi için önemli miktarda Nb ve/veya Ta bulunması gerekmektedir. 718 alaşımının Nb içeriği %4,75-5,5 aralığındadır (<http://specialmetals.com/products>). Bununla birlikte 718 alaşımı önemli miktarda Fe içeriğine sahiptir (Sundaraman 2002). Fe, yarıkararlı γ'' fazının oluşumu için katalizör gibi davranır (Stoloff 2005). Matris ile bağdaşık olan yarıkararlı γ'' fazı, yüksek sıcaklıklarda kararlı olan ortorombik yapı ve matris ile bağdaşık olmayan δ fazına dönüşür (Zang 2010). γ'' çökeltilerinin kararsız oluşu, 718 süperalaşımının maksimum kullanım sıcaklığını 650°C olarak sınırlandırmaktadır. Çünkü 650-815°C sıcaklık aralığında 718 alaşımının hızla mukavemet kaybettiği bildirilmektedir (Stoloff 2005). Fakat 982°C'ye kadar oksidasyon direncini koruduğu bilinmektedir (Donachie 2002 b).

3.5.3.10. Inconel 625

Nikel esaslı Inconel 625 alaşımı; havacılık, uzay, kimya, petrokimya ve denizcilik uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu alaşımın tercih edilme nedeni; akma dayanımı, çekme dayanımı, sürünme dayanımı, iyi işlenebilirlik, kaynak edilebilirlik ve çok agresif ortam şartlarına karşı yüksek sıcaklıklarda bile sahip olduğu olağanüstü oksidasyon ve korozyon direnci gibi özelliklerin mükemmel bir kombinasyonunu sergilemesinden kaynaklanmaktadır (Rai 2004). Bu özellikler, esasını Ni-Cr matrisin oluşturduğu alaşım içerisine ilave edilen ağırlıkça % 8-10 Mo,

% 3,15-4,15 Nb ve maksimum %5'e kadar Fe sayesinde sağlanmaktadır (Charles 1994). Havacılık ve kimya endüstrisinde çok yaygın olarak kullanılan 625 alaşımı aynı zamanda, %40'tan fazla ısı verimlilik elde edilmesi amaçlanan ve yüksek sıcaklık ve gerilmelerde çalışan mikrotürbinlerdeki ısı eşanjörlerinin malzemesi olmaya da adaydır (Mathew 2008). Bu alaşım aslen "INCO alloys" (<http://specialmetals.com/products>) tarafından katı çözeltili ile sertleşecek bir malzeme olarak geliştirilmiştir. İyi termal kararlılığa sahip ve katı çözeltili ile sertleşen bir malzeme üretilmesi niyetiyle, kompozisyonu $Ni_3(Al, Ti)$ şeklinde olan γ' çökeltilerini oluşturarak çökeltme sertleşmesine neden olduğu bilinen Al ve Ti gibi elementlerin miktarı kasıtlı olarak düşük tutulmuştur. Sonradan yapılan çalışmalar Nb'un çökeltme sertleşmesine neden olduğunu ve alaşımın yüksek sıcaklıklardaki servis şartlarında veya uzun termal yaşlandırma işlemlerinde mikroyapısal olarak kararlı olmadığı görülmüştür (Dey 1989, Mitra 2003, Sundararaman 1999, Tawancy 1990). Hatta bu bulgu, çökeltme ile sertleştirilebilmesi amacıyla Al ve Ti gibi elementlerin kontrollü oranlarda kasten ilave edildiği ve Nb oranının artırıldığı 718 alaşımının geliştirilmesine vesile olmuştur (Patel 2005).

Sahip olduğu özellikler Inconel 625 alaşımını deniz suyu uygulamaları için mükemmel bir seçim yapmaktadır. Bağlama kabloları için tel halat, silahlı devriye teknesi motorları için pervane kanatları, denizaltılar için yardımcı tahrik motorları, donanma tekneleri için egzoz kanalları, denizaltı haberleşme kabloları için kılıf, denizaltı güç dönüştürücü kontrol ekipmanları, buhar hattı körükleri deniz suyuyla ilgili uygulama alanlarına örnek olarak gösterilebilir. Potansiyel uygulamaları yaylar, contalar, elektrik kablo bağlantıları, bağlama elemanları ve deniz bilimi ile ilgili aletlerin parçalarıdır (<http://specialmetals.com/products>).

Yüksek çekme, sürünme ve kopma dayanımı, olağanüstü yorulma ve termal yorulma dayanımı, oksidasyon direnci ve mükemmel kaynak edilebilirlik ve lehimlenebilirlik özellikleri, 625 alaşımını havacılık uygulamaları için ilgi çekici yapmaktadır. Uçak havalandırma sistemleri, motor egzoz sistemleri, itme gücü yönlendiricileri, yakıt ve hidrolik hat boruları ve körük malzemesi olarak kullanılmaktadır. 625 alaşımı aynı zamanda ateşleme sistemi, türbin contaları, kompresör vanaları ve roket motorları için tahrik odası boruları için de uygundur (<http://specialmetals.com/products>).

625 alařımının geniř bir sıcaklık aralıęında ve basınç altında olaęanüstü ve çok yönlü korozyon direnci, kimya sektöründe büyük kabul görmesinin en önemli nedenidir. Kolay üretilebilirlięi sayesinde çeřitli tesis teçhizatlarının parça yapımında kullanılır. Yüksek mukavemete sahip ince duvarlı kazanlar veya boruların yapımında kullanılması dięer malzeme seçeneklerinden daha mümkündür. Bu gibi yerlerde 625 alařımının kullanılması sayesinde hem daha verimli ısı transferi hem de hafiflik saęlanmış olur. Hem mukavemet hem de korozyon direnci gerektiren kabarcık fincanı, reaksiyon kapları, damıtma kolonu, ısı dönüřtürücüler, transfer boruları ve valfler gibi bazı uygulamalar 625 alařımınca sunulur. Nükleer alanda 625 alařımı reaktör çekirdeęi ve kontrol çubuęu parçalarında (nükleer su reaktörlerinde) kullanılabilir (<http://specialmetals.com/products>).

3.5.3.11. Nimonic 90

Nikel esaslı süperalařımlar arasında yer alan Nimonic alařımları aslen sürünme dayanımlı malzemeler olarak geliştirilmiş olup, genellikle dövme formunda kullanılırlar. Nimonic tipi alařımlar, yüksek sıcaklıktaki üstün özelliklerini temel olarak Ni-Cr matris ięerisinde Ni-Ti-Al bileřiklerinin çökmesinden kazanırlar (Betteridge 1959). Düzenli kübik $L1_2$ yapıya sahip olan bu intermetalik çökeltilerin (γ') kimyasal formülü $Ni_3(Al, Ti)$ şeklindedir. γ' fazı nikel esaslı süperalařımlarda alüminyumca ve çoęu nikel-demir esaslı süperalařımda titanyumca zengindir (Sims 1987).

Nimonic 90 hem yüksek mukavemeti hem de son derece yüksek sıcaklıklara dayanabilme kabiliyeti ile bilinen Ni-Cr-Co esaslı bir süperalařımdır (<http://www.steelforge.com/metaltidbits/nimonic.htm>). Bu alařım çökme ile sertleřebilecek ve yüksek sıcaklıklardaki servis şartlarında (920°C'ye kadar) sürünmeye karşı dayanabilecek bir alařım olarak geliştirilmiştir (<http://specialmetals.com/products>). Nimonic 90, uzay ve havacılık endüstrisinde oldukça popüler bir alařımdır. Turbo motorlarda vana ve gaz türbinlerinde bıçak ve disk gibi uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır (<http://www.steelforge.com/metaltidbits/ninmonic.htm>).

3.6. Çökelme Sertleşmesi (Yaşlandırma)

Isıl işlem bir imalat operasyonu olup, üretilen parçada arzu edilen mekanik özellikleri sağlamak/geliştirmek amacıyla tasarlanır (Furrer 2003). Isıl işlemler; süperalaşımlara, özelliklerinin geliştirilmesini veya bir kimyasal prosesin tamamlanmasını sağlamak için uygulanmaktadır (Donachie 2002 a). Özellikle Ni esaslı süperalaşımların mikroyapısı uygulanan ısıl işlemlere son derece bağımlıdır. Uygulanacak ısıl işlemin seçimi sertlik, kırılma ve korozyona karşı direnç gibi istenilen özelliklere göre yapılır (Retima 2011).

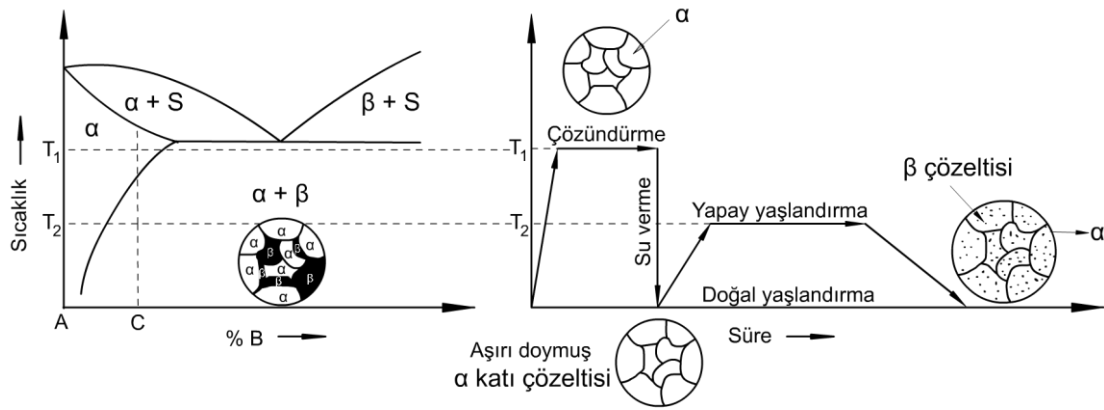
Süperalaşımlara en sık uygulanan ısıl işlemleri aşağıdaki şekilde sıralamak mümkündür (Sims 1987):

- Gerilme giderme,
- Proseste tavlama,
- Tam tavlama,
- Çözeltiye alma,
- Kaplama difüzyonu,
- Çökelme sertleşmesi (yaşlandırma).

Tüm süperalaşımların yüksek sıcaklık mukavemeti çökelme sertleşmesi ve/veya katı çözelti sertleşmesi ile kombine edilmiş karalı YMK matris ile sağlanmaktadır (DeAntonio 1991). Tez çalışmasının bir amacı da TEK ile şekillendirilmiş Ni esaslı süperalaşım parçalar için en uygun yaşlandırma ısıl işlem parametrelerini belirlemek olduğu için burada çökelme sertleşmesi (yaşlandırma) ısıl işleminin açıklanmasında fayda vardır.

Demir içermeyen alaşımların sertlik ve mukavemetini arttırmak için uygulanan yöntemlerin başında yaşlandırma veya çökelme sertleşmesi gelir. Söz konusu ısıl işlem, kısmi katı çözünürlük gösteren yani solvüs eğrisi içeren ve katı çözünürlüğü, artan sıcaklıkla artan veya azalan sıcaklıkla azalan alaşım sistemlerine uygulanır. Bu sistem, sıvı durumda birbiri içerisinde her oranda, katı durumda ise kısmen çözünen metallerin oluşturduğu sistemdir. Söz konusu alaşım sistemlerine ait denge

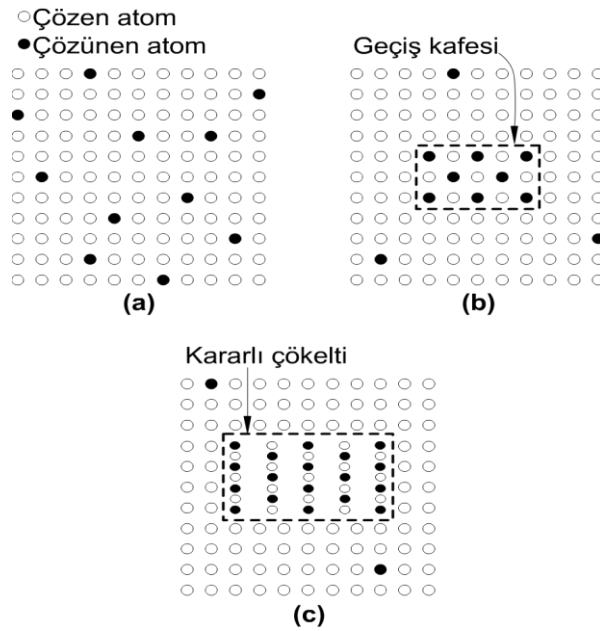
diyagramları ötektik nokta içerirler. Duralüminyum (Al - %4 Cu) bu alaşımlara iyi bir örnek olarak verilebilir. Çeliklerin çoğu da yaşlandırma işlemi sırasında meydana gelen karbür çökmesi sayesinde sertleştirilebilir. Çözündürme ve yaşlandırma aşamalarından oluşan yaşlandırma işlemi Şekil 3.10'da şematik olarak gösterilmiştir. Yaşlandırma işlemi için, uygun bileşimdeki bir alaşım (C), tek fazlı (α) bir yapı elde etmek amacıyla T_1 sıcaklığına kadar ısıtılır ve alaşımdaki bütün fazların tek faz içerisinde çözünmeleri sağlanıncaya kadar bu sıcaklıkta bekletilir. Bu işleme çözündürme veya çözeltiliye alma ısıl işlemi denilir. Çözündürme işleminden sonra alaşım hızlı soğutulur (su verme) aşırı doymuş α katı çözeltili elde edilir. Ancak, aşırı doymuşluk kararsız bir durumdur. Aşırı doymuş katı çözeltilinin kararlı hale getirilebilmesi için yaşlandırma işlemi uygulanır. Yaşlandırma işlemi ya oda sıcaklığında ya da oda sıcaklığı ile solvus çizgisi arasındaki bir sıcaklıkta gerçekleştirilir. Oda sıcaklığında yapılan yaşlandırmaya doğal yaşlandırma, oda sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda yapılan yaşlandırmaya ise yapay yaşlandırma denir (Savaşkan 2001).



Şekil 3.10. Çözündürme ve yaşlandırma aşamalarını içeren çökeltme sertleşmesi işlemi gösteren şematik diyagram (Savaşkan 2001)

Yaşlandırma işlemi; hazırlık devresi, yaşlandırma devresi ve aşırı yaşlandırma devresi olmak üzere üç aşamayı içerir. Kuluçka devresi de denilen hazırlık devresinde, fazlalık atomlar bir araya gelip kümeleşerek ilk çekirdekleri meydana getirirler. Yaşlandırma aşamasında ise çekirdeklenme mekanizması daha etkin hale gelir. Yani fazlalık atomlar β fazının çekirdeklerini oluştururlar. Yaşlandırma devresinde oluşan ara kristal yapısı veya geçiş kafesi, matrisin kafes yapısı ile

bağdaşıktır. Bu dönemde çökelen faz (β), matristen farklı bir kafes parametresine sahiptir. Bu fazın, matris yapısına bağdaşık olması nedeniyle matrisin kafes yapısında çarpılma veya çarpılma meydana gelir. Kafes yapısında meydana gelen çarpılmanın dislokasyon hareketini engellemesi nedeniyle, bu aşamada alaşımın sertlik ve mukavemeti hızlı bir şekilde artar. Yaşlandırma sırasında meydana gelen çökeltme aşamaları Şekil 3.11'de görülmektedir (Savaşkan 2001). Yaşlandırma aşamasında, çökelen fazın kendi kafes yapısını oluşturarak matrisin kafes yapısından ayrılması sonucunda, matris yapısı ile bağdaşıklık durumu ortadan kalktığından, matris yapısındaki çarpılma azalır. Çarpılmanın gittikçe azalması nedeniyle alaşımın sertlik ve mukavemetinde azalma meydana gelir. Alaşımın sertlik ve mukavemetinde azalmanın meydana geldiği devreye aşırı yaşlanma devresi denir. Bu devrede çökeltler mikroskop altında görünür hale gelir (Savaşkan 2001).

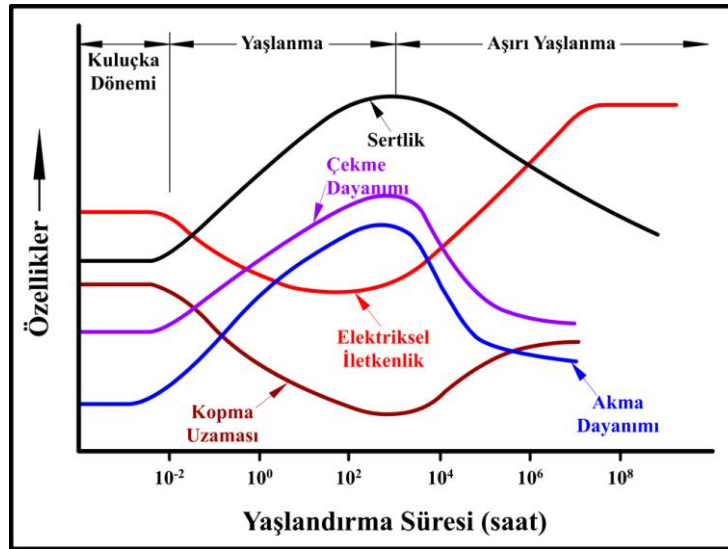


Şekil 3.11. Düzenli bir çökeltinin oluşma aşamaları; (a) Aşırı doymuş katı çözelti, (b) Katı çözelti ile bağdaşık olan geçiş kafesi, (c) Katı çözüldüden esasta bağımsız olan kararlı çökelti (Savaşkan 2001)

Yaşlandırma işlemindeki etkin mekanizma çekirdeklenme ve büyümedir. Bu mekanizma da difüzyona bağlıdır. Düşük sıcaklıklarda difüzyon hızı düşük olduğundan çekirdeklenme hızı da nispeten düşük olur. Ancak, yaşlandırma süresi arttıkça oluşan çekirdek sayısı arttığından, uzun süreli yaşlandırma sonucunda daha yüksek sertlik değerleri elde edilir. Yüksek sıcaklıklarda ise difüzyon hızı yüksek

olduğundan hem çekirdeklenme hızı hem de büyüme hızı yüksek olur. Bu nedenle yüksek sıcaklıklarda yapılan yaşlandırma işleminde kısa sürede meydana gelen tane büyümesinden dolayı alaşımın sertlik ve mukavemeti azalır (Savaşkan 2001).

Yaşlandırma sırasında aşırı doymuş durumdaki alaşımların özelliklerinde meydana gelen değişimleri gösteren eğriler Şekil 3.12’de verilmiştir. Yaşlandırma sırasında meydana gelen çarpılma nedeniyle alaşımların sertlik ve mukavemeti artar. Buna karşılık elektriksel iletkenlik ile süneklik değerleri azalır. Aşırı yaşlandırma döneminde ise çarpılmadaki azalmaya bağlı olarak sertlik ve mukavemet azalırken, elektrik iletkenliği ve süneklik belirli ölçülerde artar.



Şekil 3.12. Yaşlandırma sırasında aşırı doymuş durumdaki alaşımların özelliklerinde meydana gelen değişimleri gösteren eğriler (Savaşkan 2001)

Çökeltme ile sertleştirilebilen Ni esaslı süperalaşımlarda genellikle γ' -Ni₃(Al, Ti) intermetalik fazı bulunurken, çökeltme ile sertleştirilemeyen Ni, Co ve Fe esaslı alaşımlarda YMK matrisin katı çözültü ile sertleşmesi görülür. Fe esaslı veya Ni-Fe esaslı süperalaşımlar da geliştirilmiş olup, γ' fazına ek olarak ikinci bir intermetalik faz da (γ'') çökeltme sertleşmesi sağlamaktadır. Literatürde Ni esaslı süperalaşımlara uygulanacak ısıl işlemler detaylıca açıklanmaktadır (DeAntonio 1991).

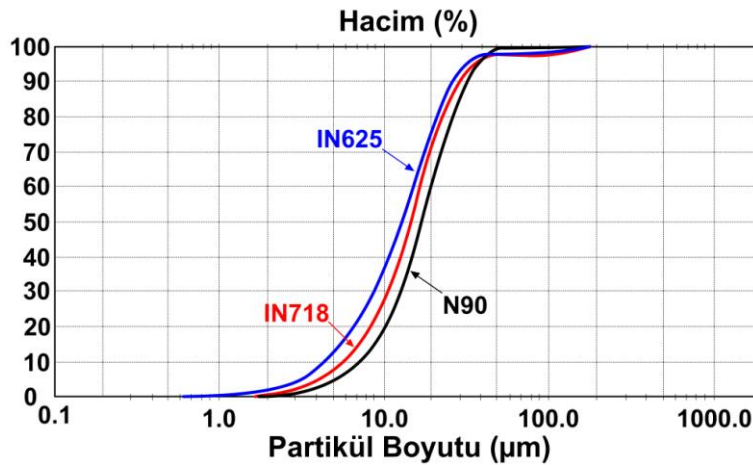
BÖLÜM 4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1. Malzeme ve Çalışma Programı

Deneysel çalışmalarda Osprey firması tarafından gaz atomizasyonu yöntemiyle üretilmiş önalaşım üç farklı Ni esaslı süperalaşım tozu kullanılmıştır. Süperalaşım tozlarına bir ön alaşımlama uygulanabilmesi sayesinde, yoğun ve çarpılmaya uğramayan homojen yapıları parçalar üretilmektedir (Lal 2000). Tablo 4.1’de ticari isimleri IN718, IN625 ve Nimonic 90 (N90) olan bu süperalaşım tozlarının kimyasal bileşimleri verilmiştir. Şekil 4.1’de ise tozlara Malvern Mastersizer marka cihazla yapılmış olan tane boyut dağılımı analizinden elde edilen eğriler verilmiştir.

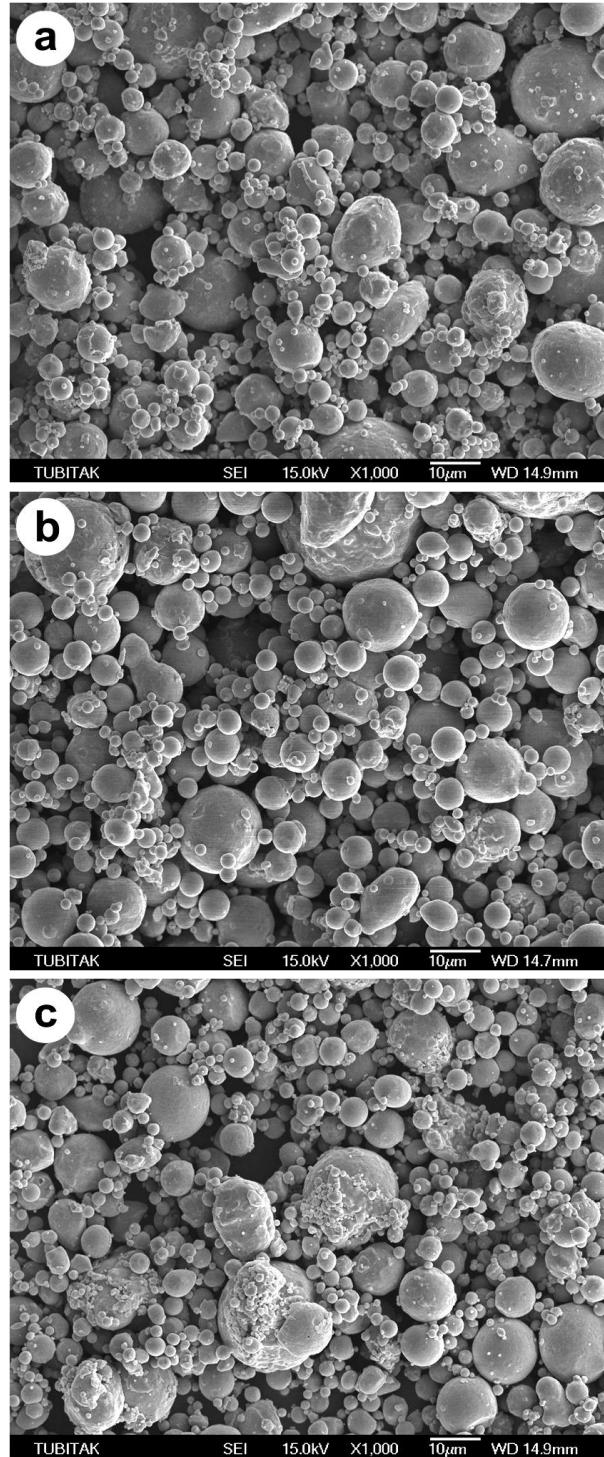
Tablo 4.1. IN718, IN625 ve Nimonic 90 tozlarının kimyasal bileşimleri

| Süperalaşım tozu | % ağırlık | | | | | | | | | | |
|------------------|-----------|------|--------|-----|-----|------|------|-------|------|------|------|
| | Ni | Cr | Fe | Nb | Mo | Al | Ti | C | Si | Mn | Co |
| IN718 | 52,3 | 18,7 | 19,306 | 5 | 3,1 | 0,33 | 0,71 | 0,011 | 0,29 | 0,24 | — |
| IN625 | 64,043 | 20,9 | 2,6 | 3,2 | 8,4 | 0,01 | 0,01 | 0,029 | 0,31 | 0,39 | 0,01 |
| N90 | 57,388 | 19,5 | 0,68 | — | — | 1,02 | 2,4 | 0,082 | 0,94 | 0,69 | 17,3 |



Şekil 4.1. Süperalaşım tozlarına yapılan boyut dağılımı analizlerinden elde edilen eğriler

Başlangıç tozlarının tane şekillerinin anlaşılabilmesi amacıyla TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezinde (MAM) JEOL (JSM 6060 LV) marka cihazla alınmış olan SEM görüntüleri Şekil 4.2’de verilmiştir. SEM görüntülerinde tüm tozların pürüzsüz yüzeylere sahip küresel şekilli parçacıklardan oluştuğu görülmektedir.



Şekil 4.2.a) IN625 tozunun, b) IN718 tozunun, c) Nimonic 90 tozunun SEM görüntüleri

Tablo 4.2’de deneysel çalışmalarda kullanılacak olan süperalaşım tozlarının üretici firmadan ve yapılan testlerden elde edilen bazı fiziksel özellikleri verilmiştir. TEK’te genellikle kalıplama esnasında iyi bir akış sergileyen, yüksek sinterlenebilirlik ve final ürünlerde ölçü hassasiyeti elde edilmesini mümkün kılacak şekilde homojen büzülme sağlayan, parçacık boyutu 20 μm ’dan küçük küresel şekilli tozlar kullanılmaktadır (Contreras 2008). Bu açıklama göz önünde bulundurulduğunda çalışmada kullanılan tozların gerek küresel şekilli olmaları gerekse de parçacık boyut dağılımı özellikleri ile TEK’te kullanılmaya uygun oldukları görülmektedir.

Tablo 4.2. Kullanılan süperalaşım tozlarının bazı fiziksel özellikleri

| Özellik | IN718 | IN625 | Nimonic 90 |
|---|------------------|------------------|------------------|
| Üretici | Osprey | Osprey | Osprey |
| Üretim yöntemi | Gaz atomizasyonu | Gaz atomizasyonu | Gaz atomizasyonu |
| Toz şekli | Küresel | Küresel | Küresel |
| Vurgu yoğunluğu (g/cm^3) | 4,9 | 5,3 | 5,0 |
| Teorik yoğunluk (g/cm^3) | 8,323 | 8,58 | 8,313 |
| Parçacık boyut dağılımı (μm) | | | |
| D ₁₀ | 4,5 | 3,7 | 4,1 |
| D ₅₀ | 11,9 | 11,1 | 11,0 |
| D ₉₀ | 26,2 | 26,7 | 24,7 |

Toz enjeksiyon kalıplama tekniği ile parça üretiminin ilk aşaması olarak, oluşturulacak olan besleme stokları her üç malzeme için de hacimce %60 süperalaşım tozu ile %40 bağlayıcı içerecek şekilde tasarlanmıştır. Besleme stoğunun hacim olarak %40’ını teşkil eden çok bileşenli bağlayıcı sistemi ağırlıkça;

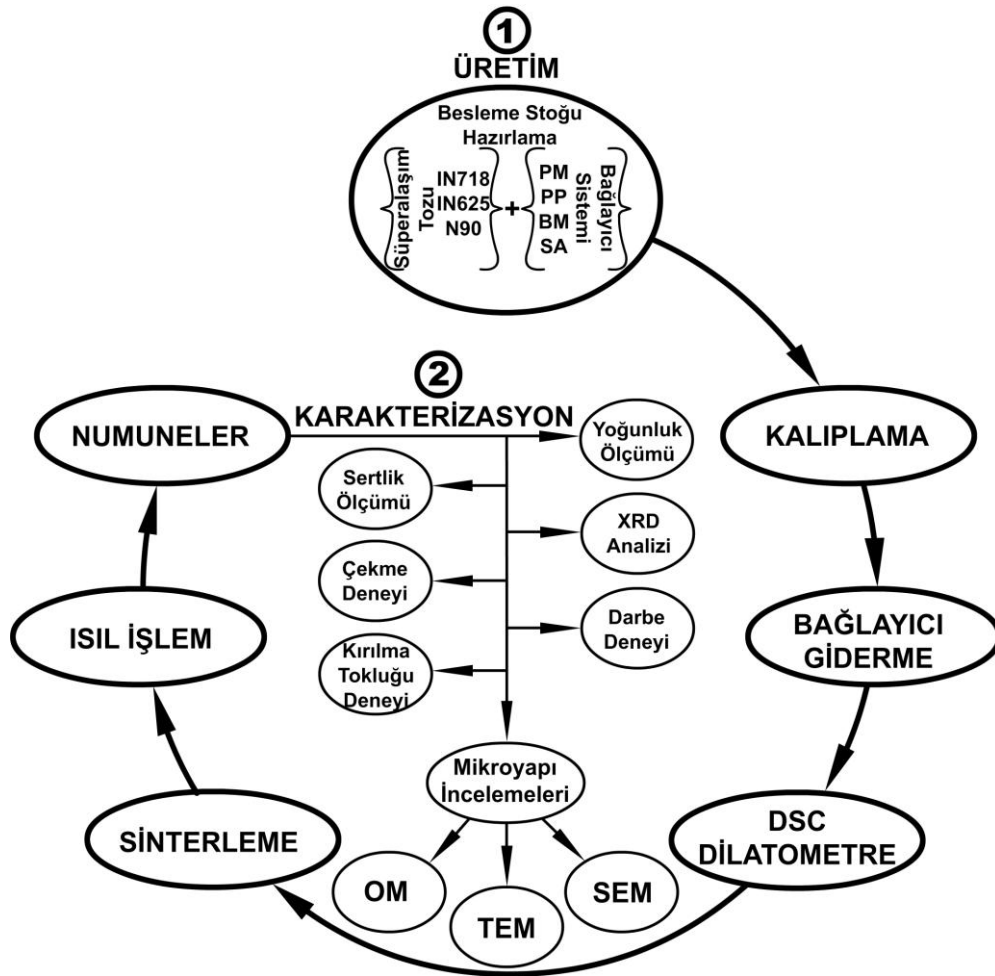
- %69 parafin mum (PM),
- %20 polipropilen (PP),
- %10 brezilya mumu (BM),
- %1 stearik asitten (SA)

oluşmuş olup bağlayıcı sistemini oluşturan bu bileşenlerin bazı özellikleri Tablo 4.3’te verilmiştir.

Tablo 4.3. Bağlayıcı sistemini oluşturan bileşenlerin özellikleri (Chan 1998)

| Bileşen | Üretici | Yoğunluk (g/cm ³) | Ergime sıcaklığı (°C) | Molekül ağırlığı (g/mol) |
|---------------|---------|-------------------------------|-----------------------|--------------------------|
| Parafin Mumu | MERCK | 0,900 | 59 | 350–420 |
| Polipropilen | MERCK | 0,903 | 170 | 43000 |
| Brezilya Mumu | MERCK | 0,970 | 84 | 1300–1500 |
| Stearik Asit | MERCK | 0,941 | 74 | 285 |

Şekil 4.3'te deneysel çalışmalarda kullanılmak üzere toz enjeksiyon kalıplama tekniği ile numune üretiminde izlenen yol ve üretilen numunelere hem sinterlenmiş durumda hem de yaşlandırılmış durumda uygulanan karakterizasyon işlemleri şematik olarak gösterilmiştir.

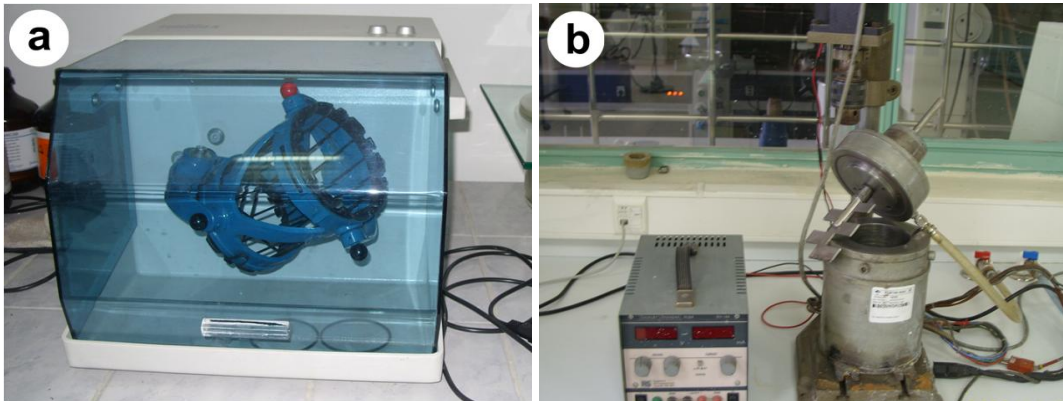


Şekil 4.3. Tezde gerçekleştirilen deneysel çalışmaların akış şeması

4.2. Numunelerin Üretilmesi

4.2.1. Besleme stoğu hazırlama

Besleme stoğunun hazırlanması TÜBİTAK MAM'da gerçekleştirilmiştir. Süperalaşım tozları ve bağlayıcı bileşenleri belirlenen miktarlarda NETTLER PM 2000 marka 0,001 hassasiyetli terazide tartıldıktan sonra besleme stoğu hazırlanacak olan süperalaşım tozu ile stearik asit tozu WAB marka turbula karıştırıcıda 85 devir/dk hızla 30 dk karıştırılmıştır. Elde edilen bu karışım diğer bağlayıcı bileşenleri ile alttan ve yanlardan ısıtıcılarla donatılmış özel olarak dizayn edilmiş bir karıştırıcıda 170°C sıcaklıkta, 1 atm'lik vakum kullanılarak 85 devir/dk hızla 30 dk karıştırılmıştır. Hazırlanan besleme stoğu soğuduktan sonra el ile granüle edilmiştir. Şekil 4.4'te karıştırma işlemlerinin gerçekleştirildiği karıştırıcıların resimleri verilmiştir.



Şekil 4.4. Karıştırma işlemlerinde kullanılan; a) Turbula karıştırıcı, b) Paletli karıştırıcı

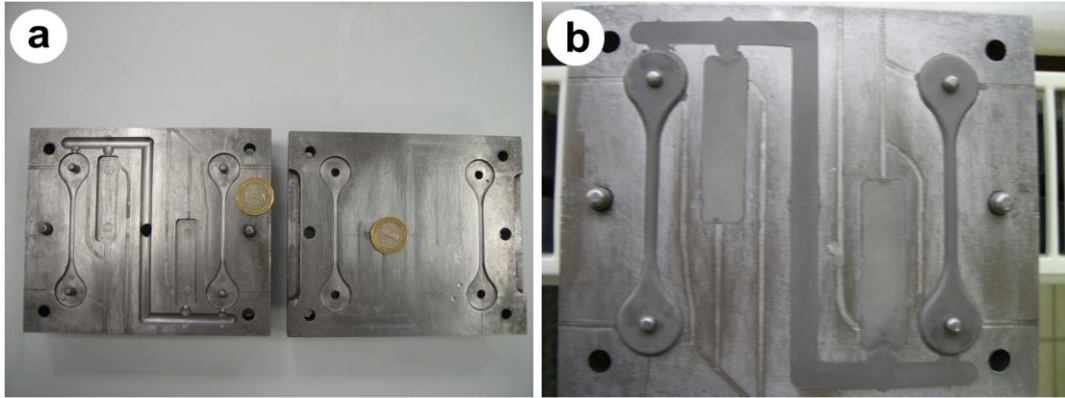
4.2.2. Numunelerin kalıplanması

Kalıplama işlemi TÜBİTAK MAM'da bulunan Şekil 4.5'te resmi verilmiş olan enjeksiyon cihazı ve Şekil 4.6'da gösterilen MPIF-50 ve MPIF-59 standartlarına uygun olarak numune baskısı yapabilen kalıp kullanılarak gerçekleştirilmiştir. MPIF-50 standardı toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş parçaların çekme deneyi için, MPIF-59 ise toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş parçaların çentiksiz darbe deneyleri için geliştirilmiş standartlardır. Enjeksiyon cihazının barel

ve nozül kısımlarının sıcaklığı 170°C'ye çıkarılıp granüle edilmiş olan besleme stoğu barel kısmına doldurulmuştur. Kalıplama işleminde kullanılacak olan kalıp silikon yağlayıcı ile yağlanıp 40°C'ye ısıtıldıktan sonra, 12,5 MPa basınç ve 20 sn tutma süresi ile numune basma işlemi gerçekleştirilmiştir. Kalıplanan numuneler, içlerinde hava kabarcığı kalıp kalmadığının anlaşılabilmesi için tartılmıştır. Ortalama numune ağırlığının 15-16 g olduğu belirlenmiştir.



Şekil 4.5. Kalıplama işleminin gerçekleştirildiği enjeksiyon cihazı



Şekil 4.6.a) Kullanılan kalıbın görüntüsü, b) Kalıplanmış numunelerin kalıp içindeki görüntüsü

4.2.3. Bağlayıcı giderme

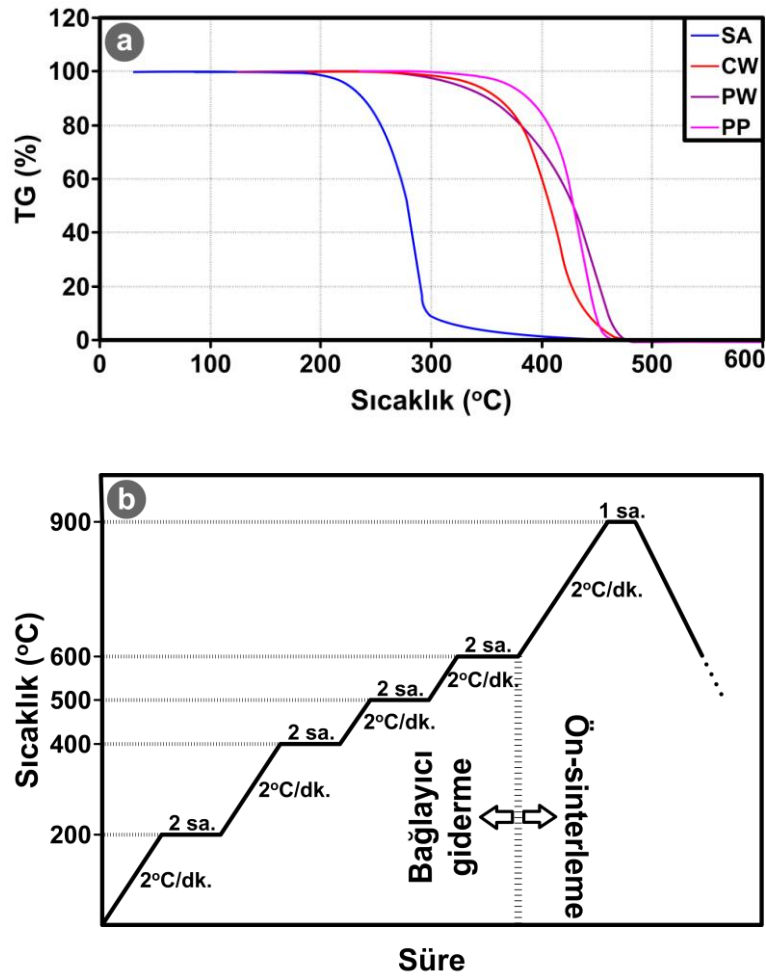
Şekillendirilen numunelerin bağlayıcı giderme işlemi iki aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk aşama solventle bağlayıcı giderme işlemi olup, Şekil 4.7’de resmi verilmiş olan Polystat Constant Temperature banyo cihazında 70°C ’ye ısıtılan heptan içerisinde numunelerin 6 saat bekletilmesi şeklinde gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.7. Solventle bağlayıcı giderme işleminde kullanılan cihaz

Bağlayıcı giderme işleminin ikinci aşaması olan termal bağlayıcı giderme operasyonu; şartları, bağlayıcı sistemini oluşturan bileşenlerin Şekil 4.8.a’da verilmiş olan TG analizi sonuçlarına göre belirlenen Şekil 4.8.b’deki termal çevrim ile gerçekleştirilmiştir. Termal bağlayıcı giderme aşamasında 600°C ’ye çıkıldığında, toz parçacıklarını bir arada tutan tüm bağlayıcı bileşenleri malzemeleri terk ettiği için,

parçada şekil kaybı meydana gelmesini önlemek amacıyla 900°C'ye çıkılarak bir saat bekleme ile bir ön sinterleme yapılmış, bu sayede asıl sinterleme işlemine kadar numunelerin şekillerini muhafaza etmesi sağlanmıştır. Termal bağlayıcı giderme işlemi yüksek saflıktaki argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Altlık malzemesi olarak Al₂O₃ kullanılmıştır. İşlem TÜBİTAK MAM'da bulunan AVS Vacuum (U.S.A.) fırınında yapılmıştır.



Şekil 4.8.a) Çok bileşenli bağlayıcı sistemini oluşturan polimerik malzemelere yapılmış TG analizinden elde edilen eğriler, b) Termal bağlayıcı giderme işleminde uygulanan çevrim

4.2.4. DSC ve dilatometre testleri

TEK ile şekillendirilmiş ve bağlayıcısı giderilmiş numunelerin sinterleme davranışlarının belirlenmesi amacıyla DSC analizleri ve dilatometrik testler gerçekleştirilmiştir. DSC analizleri, Setaram marka DSC-131 model cihazla

numunelerin 10°C/dk ısıtma hızıyla 1350°C'ye kadar 100 ml/dk debili yüksek saflıktaki Ar gazı atmosferi altında ısıtılması ile gerçekleştirilmiştir. Referans malzeme olarak Al₂O₃ kullanılmıştır. Sıcaklık değişimine bağlı olarak malzemede meydana gelen genleşme veya büzülmenin tespit edilebilmesini sağlayan dilatometre testleri, Unitherm Model 1161H cihazı kullanılarak, numunelerin H₂ atmosferi altında 10°C/dk ısıtma hızı ile 1313°C'ye kadar ısıtıldıktan sonra 10°C/dk ile oda sıcaklığına soğutulması şeklinde gerçekleştirilmiştir.

4.2.5. Numunelerin sinterlenmesi

Sinterleme işlemi Marmara Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde bulunan Şekil 4.9'daki PROTHERM marka alümina tüplü fırında gerçekleştirilmiştir. DSC ve dilatometrik testlerden elde edilen bilgiler göz önünde bulundurularak sinterleme işlemlerinin gerçekleştirileceği sıcaklık aralıkları IN718 ve IN625 numuneleri için 1260–1300°C, Nimonic 90 numuneleri için ise 1260–1330°C olarak belirlenmiştir. Numunelere uygulanan sinterleme işlemlerinin sıcaklık ve süreleri Tablo 4.4'te detaylı olarak verilmiştir. Tüm sinterleme işlemleri vakum ortamında 10°C/dk ısıtma ve soğutma hızlarıyla, sinterleme sıcaklığında 1 veya 3 saat tutma süresiyle gerçekleştirilmiştir. Fırının soğuması sırasında 150°C'ye kadar vakum açık bırakılmıştır. Sinterleme işlemlerinde altlık olarak Al₂O₃ kullanılmıştır.



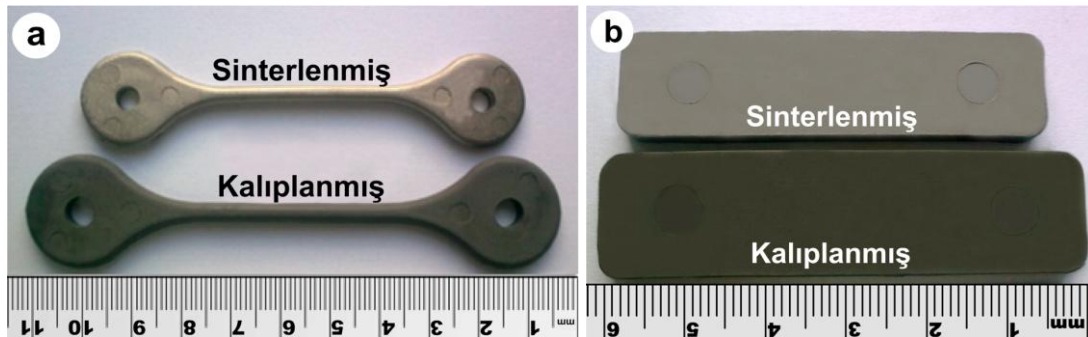
Şekil 4.9. Sinterleme işlemlerinin gerçekleştirildiği tüp fırın

Tablo 4.4. Numunelerin sinterlendikleri sıcaklık ve süreler

| Malzeme | Sinterleme sıcaklığı (°C) | Sinterleme sıcaklığında tutma süresi | |
|------------|------------------------------|--------------------------------------|--------|
| | | 1 saat | 3 saat |
| IN718 | 1260 | E | — |
| | 1270 | E | — |
| | 1280 | E | E |
| | 1290 | E | E |
| | 1300 | E | E |
| IN625 | 1260 | E | — |
| | 1270 | E | — |
| | 1280 | E | E |
| | 1290 | E | E |
| | 1300 | E | E |
| Nimonic 90 | 1260 | E | — |
| | 1270 | E | — |
| | 1280 | E | E |
| | 1290 | E | E |
| | 1300 | E | E |
| | 1310 | E | — |
| | 1320 | E | — |
| | 1330 | E | E |

E: Evet

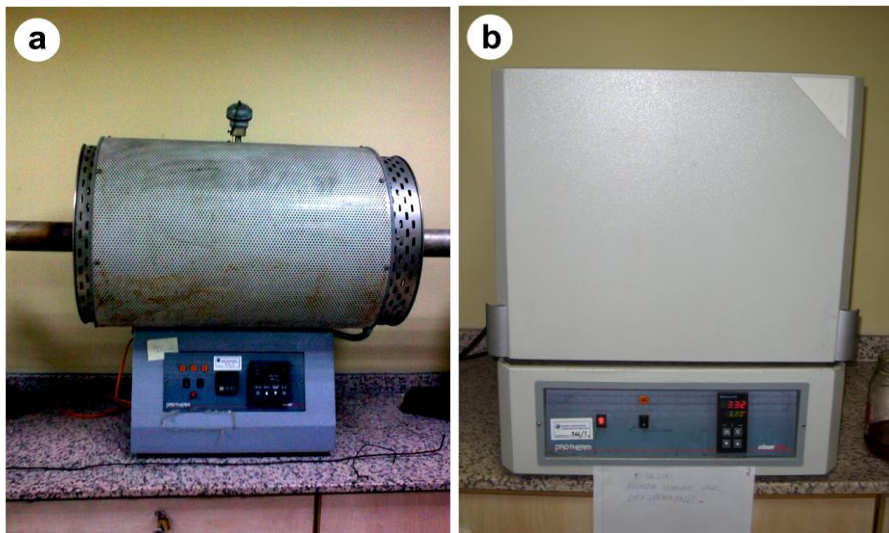
Şekil 4.10'da süperalaşım tozundan üretilmiş çekme numunelerinin kalıplama sonrası ve sinterleme sonrası görüntüleri verilmiştir. Çekme numunelerinin bağlayıcı giderme işlemine de bağlı olarak sinterleme sonrası boyutsal olarak %16–18 oranında bir büzülme sergilediği görülmektedir. Sinterleme işleminin yüksek vakum değerlerine çıkılarak yapılmasına bağlı olarak numune yüzeyinde herhangi bir oksitlenme olmadığı görülmüştür.



Şekil 4.10.a) Üretilen çekme numunelerinin, b) Üretilen kırma numunelerinin kalıplama ve sinterleme işlemlerinden sonraki görüntüleri

4.2.6. Isıl işlemler

Standartlarda döküm yoluyla üretilmiş IN718 ve Nimonic 90 malzemelerinin yaşlandırma ısıl işlemleri için en uygun sıcaklık ve süreler belirlenmiş (DeAntonio 1991) olmasına rağmen, bu çalışmada TEK ile üretilen IN718 ve N90 numuneleri standartlarda belirtilmiş olan sıcaklıklar kullanılarak birbirine çok yakın olan farklı sürelerde yaşlandırılmışlardır. Farklı yaşlandırma sürelerinin birbirine çok yakın seçilmesinin nedeni üretim yöntemi olarak toz enjeksiyon kalıplamanın kullanılması sonucu elde edilen mikroyapının döküm veya dövme yoluyla üretilmiş malzemelerden farklı olacağı (segregasyonsuz homojen kimyasal bileşim ve ince tane yapısı) ve bu farkın yaşlandırma işleminin amacı olan çökelti fazlarının oluşma kinetiğini etkileyebileceği düşüncesidir. Isıl işlem denemelerinde en yüksek yoğunluğun elde edildiği şartlarda sinterlenen numuneler kullanılmıştır. Çözeltiyeye alma işlemleri Sakarya Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünün Metalografi ve Isıl İşlem Laboratuvarında bulunan Protherm marka paslanmaz çelik tüplü fırında, yaşlandırma işlemleri ise yine aynı laboratuvarında bulunan Protherm marka kül fırında koruyucu atmosfer kullanılmadan gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.11).



Şekil 4.11.a) Çözeltiyeye alma işlemlerinin yapıldığı tüp fırın, b) Yaşlandırma işlemlerinin yapıldığı kül fırın

IN718 numunelerinin çözeltiliye alma işlemi literatürde belirtildiği (DeAntonio 1991) gibi numunelerin 980°C'de 1 saat bekletildikten sonra suda soğutulması şeklinde yapılmıştır. Yaşlandırma işlemi IN718 numunelerinin 720°C'de farklı sürelerde (7,5-10 saat arasında yarımşar saat farklarla) bekletildikten sonra fırından çıkarılmadan fırın sıcaklığı 10°C/dk hızla 620°C'ye düşürülerek bu sıcaklıkta da 8 saat bekletilmesi şeklinde gerçekleştirilmiştir. Süperalaşımlarda çift aşamalı yaşlandırma işlemi genellikle γ' ve γ'' çökeltilerinin boyut dağılımının kontrol edilmesi için gerçekleştirilir. Birbirini takip eden iki aşamalı yaşlandırma işleminin temel nedenlerinden biri γ' ve γ'' kontrolüne ek olarak tane sınırı karbür çökeltilerini oluşturmak veya morfolojilerini kontrol etmektir. Çünkü Incoloy 901 ve A-286 gibi bazı alaşımlarda MC tipi karbürler tane sınırı boyunca oluşabilmekte ve sünekliği azaltabilmektedir. Çift aşamalı yaşlandırma işlemlerinin ilk aşamasında oluşmuş olan çökeltilerin irileşmesi sağlanırken, ikinci aşama ile daha ince çökeltiler oluşturularak bu sayede farklı boyut ve türde çökeltiler elde edilir (DeAntonio 1991).

Nimonic 90 numunelerinin çözeltiliye alma işlemi 1080°C'de 8 saat bekletme (DeAntonio 1991) ve sonra suda soğutma şeklinde gerçekleştirilmiştir. Nimonic 90 numunelerinin yaşlandırma ise işlemi 705°C'ye çıkarılmış fırında numunelerin farklı sürelerde (14-18 saat arasında) bekletilmesi şeklinde yapılmıştır.

IN625 numunelerinin çözeltiliye alma işlemi literatürde (DeAntonio 1991) belirtildiği gibi 1150°C'de 2 saat bekletme ve suda soğutma şeklinde yapılmış, daha sonra numuneler 745°C'de farklı sürelerle (20, 22 ve 24 saat) yaşlandırılmışlardır.

4.3. Karakterizasyon İşlemleri

4.3.1. Yoğunluk ölçümleri

Yoğunluk ölçümleri Arşimet prensibine göre Marmara Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde bulunan Precisa XB 320M marka cihazla gerçekleştirilmiştir. Arşimet prensibine göre yoğunluk, numunenin havadaki ağırlığından ve yoğunluğu bilinen bir sıvı içindeki ağırlığından yola çıkılarak hesaplanmaktadır.

4.3.2. XRD analizleri

Başlangıç tozlarına, sinterlenmiş numunelere ve yaşlandırılmış numunelere uygulanan XRD analizleri, Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji Malzeme Mühendisliği Bölümünde bulunan Rigaku XRD-6000 cihazı ile Cu X-ışını tüpü ($\lambda=1,5405$) kullanılarak 0,02/0,4 saniye tarama hızı ile yapılmıştır. Bu yöntemde, karakteristik X-ışını, yüksek hızlı elektronlar bir metal hedefe (Cu gibi) çarptırılarak elde edilmektedir. Bahsedilen ışınlar kristal yapılı bir nesneye çarptırıldığında kristal düzlemde bulunan atomlar tarafından kırınıma uğrayarak belirli açılarla yansıtılmaktadır. Elde edilen paternlerin standart paternlerle karşılaştırılması sonucu malzemenin kristal özellikleri ve içerisinde bulunan fazlar tespit edilmektedir.

4.3.3. Mikroyapı incelemeleri

4.3.3.1. Optik mikroskop incelemeleri

Mikroyapı incelemesi için bakalite alınan numuneler sırasıyla; 180, 320, 400, 600, 800, 1000 ve 1200 grit numaralı SiC aşındırıcı zımparalarla zımparalanmıştır. Bu işlemden sonra numuneler 1 μm 'luk elmas süspansiyon kullanılarak, özel çuha üzerinde parlatılmıştır. Parlatılan numuneler su ile yıkayıp, yüzeylerine alkol püskürtülerek kurutulmuştur. Mikroskopik incelemeye hazır hale getirilen numuneler Kalling solüsyonu ile dağlanmıştır. Dağlama işleminden sonra yüzeyleri alkol ile temizlenerek kurutulan numunelerin, Sakarya Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde bulunan NIKON LP 1200 ELIPSE marka optik mikroskop kullanılarak mikroyapı görüntüleri alınmıştır.

4.3.3.2. SEM incelemeleri

Sinterlenmiş numunelerin ve ısıl işlem görmüş numunelerin mikroyapı incelemeleri ile çekme deneyi, darbe deneyi ve kırılma tokluğu deneyi uygulanan numunelerin kırılma yüzeylerinin incelenmesi JEOL JSM 6060 LV marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile gerçekleştirilmiştir. Özellikle ısıl işlem görmüş numunelerde

görülen bazı çökeltilerin ne olduğunun anlaşılabilmesi veya bu malzemelerin mukavemet kazanmasında büyük rol oynayan elementlerin mikroyapıdaki dağılımlarının belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilen SEM/EDS nokta ve SEM elementel haritalama analizleri ise SEM cihazına bağlı IXRF 500 model elektron dağılım spektrometresi (EDS) kullanılarak yapılmıştır.

4.3.3.3. TEM incelemeleri

TEM incelemeleri TÜBİTAK MAM'da gerçekleştirilmiştir. TEM incelemeleri için numuneler öncelikle Struers Minitom düşük hızlı elmas testerede kesilerek ince folyo haline getirilmişlerdir. İnce folyo haline gelmiş numunelerden zımba ile 3 mm çapında diskler çıkarılarak yaklaşık 150 µm'ye kadar zımparalanmışlardır. Daha sonra Struers-Tenupol-5 Double Jet Electropolisher cihazında 20-30V gerilim ile -33°C sıcaklıktaki %20 perklorik asit +%80 metanol elektrolitik solüsyonunda elektropolisaj ile perforasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Gatan 691 Precision Ion Polishing System (PIPS) cihazı kullanılarak delik genişletilmesi ve ince alanın elde edilmesi sağlanmıştır. Numuneler 4,5kV'ta 8° ile iyon parlatma işlemine tabi tutulduktan sonra 2,5-3kV'ta 4° ile gerçekleştirilen final aşamada geçirgen alan elde edilmiştir. Numuneler Oxford EDS sistem ile donatılmış, 200 kV'ta çalıştırılan JEOL 2100 High Transmission Electron Microscope (LaB6 filament) ile incelenmişlerdir. Görüntüler Gatan Model 694 Slow Scan CCD Camera ile dijital olarak alınmışlardır. Bununla birlikte JEOL yan giriş çift tilt açılarda kullanılmıştır. Mikroyapı incelemesi parlak alan (BF), seçili alan difraksiyonu (SAD) ve enerji dağılımı spektrometresi (EDS) teknikleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Dijital görüntüler için Gatan Digital Micrograph ve Diffpack programı kullanılmıştır.

4.3.4. Mekanik Testler

4.3.4.1. Sertlik ölçümleri

Hem sinterleme işlemlerinden sonra, hem çözeltiye alma işlemlerinden sonra hem de yaşlandırma işlemlerinden sonra numunelerin sertlikleri ölçülmüştür. Sertlik ölçümleri, Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji Malzeme

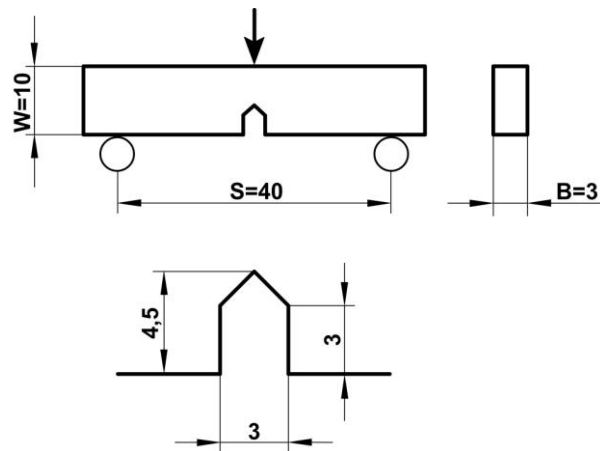
Mühendisliği Bölümü Termal Sprey Kaplama Laboratuvarında bulunan Shimadzu marka sertlik ölçüm cihazında Vickers skalası kullanılarak 100 g yükün 10 sn uygulanması suretiyle gerçekleştirilmiştir. Sertliği belirlenmek istenen her numunenin ortalama 7 farklı yerinden ölçüm yapılmıştır.

4.3.4.2. Çekme deneyi

Hem sinterlenmiş numunelerin hem de yaşlandırılmış numunelerin oda sıcaklığındaki mukavemet değerlerini belirlemek amacıyla uygulanan çekme testleri, Fırat Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde bulunan Shimadzu AG-X 50 kN çekme cihazında 1 mm/dk sabit hızla gerçekleştirilmiştir. Deneylerde Şekil 4.10.a'da resmi verilmiş olan MPIF-50 standardına uygun olarak üretilmiş numuneler kullanılmıştır.

4.3.4.3. Kırılma tokluğu deneyi

Kırılma tokluğu deneylerinde, MPIF-59 standardına uygun olarak üretildikten sonra Şekil 4.12'de verilen ölçülere uygun olarak tel erezyon ile çentik açılan numuneler kullanılmıştır. Deney Fırat Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde bulunan Shimadzu AG-X 50 kN çekme cihazında 0,01 mm/sn sabit basma hızı ile gerçekleştirilmiştir. Kırılma tokluğu değerleri ASTM E-399'da belirtilmiş olan (4.1) ve (4.2) denklemleri kullanılarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.12. Kırılma tokluğu deneyi için hazırlanan numunelerin sahip olduğu ölçüler

$$K_{IC} = \frac{P.S}{B.(W)^{\frac{3}{2}}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (4.1)$$

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{3.\left(\frac{a}{W}\right)^{\frac{1}{2}} \left[1,99 - \frac{a}{W} \left(1 - \frac{a}{W} \right) \left(2,15 - 3,93 \left(\frac{a}{W} \right) + 2,7 \left(\frac{a}{W} \right)^2 \right) \right]}{2 \left(1 + 2 \frac{a}{W} \right) \left(1 - \frac{a}{W} \right)^{\frac{3}{2}}} \quad (4.2)$$

Formülde:

K_{IC} : Kırılma tokluğu (MPa \sqrt{m})

B : Numunenin kalınlığı (m)

W : Numunenin genişliği (m)

S : Numunenin temas ettiği ara mesafe (m)

P : Uygulanan maksimum yük (MN)

a : Çentik yüksekliği

$f\left(\frac{a}{W}\right)$: Numune geometri faktörü

4.3.4.4. Darbe deneyi

Darbe deneylerinde 50x10x3 mm ebatlara sahip numuneler kullanılmış olup numunelere çentik açılmamıştır. Deneyler KOSGEB Anadolu Yakası Hizmet Müdürlüğü bünyesindeki Mekanik Test Laboratuvarında bulunan TIME marka ve JBW 300A model pendulum tip cihazla gerçekleştirilmiştir.

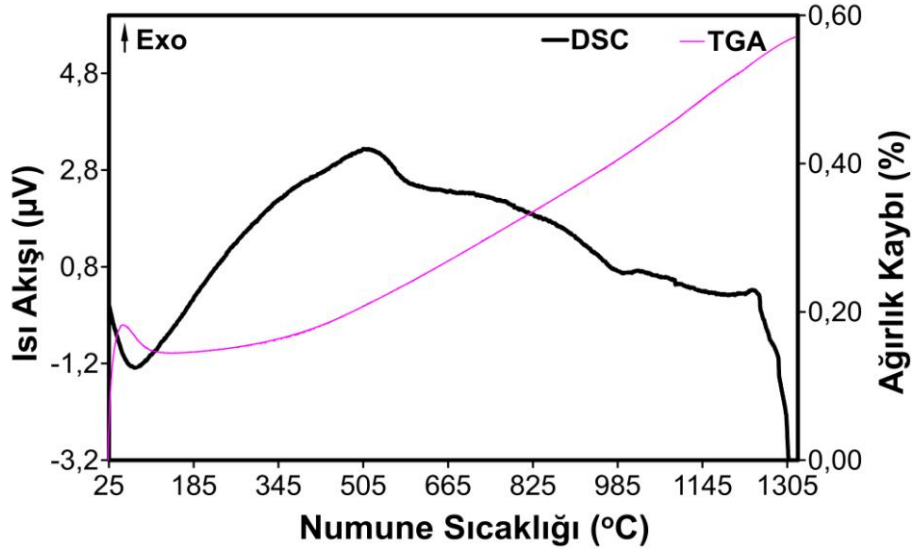
BÖLÜM 5. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

5.1. IN718

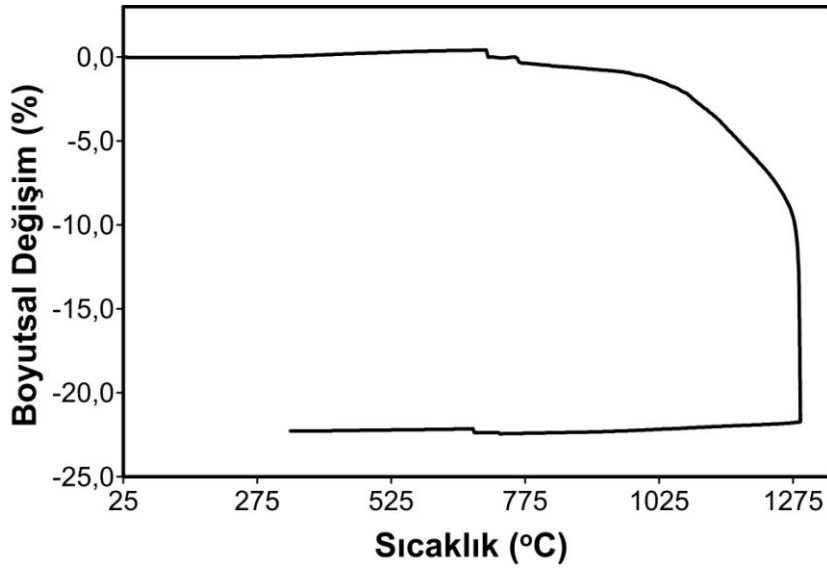
5.1.1. DSC ve dilatometre analizleri

IN718 numuneleri için uygun sinterleme sıcaklığı aralığının belirlenebilmesi amacıyla gerçekleştirilen DSC analizine ait eğri Şekil 5.1'de verilmiştir. IN718 malzemesi için ergimenin yaklaşık 1247°C'de başladığı ve 1307°C'ye kadar devam ettiği görülmektedir. Literatürde dövme IN718 alaşımının solidüs ve likidüs sıcaklıkları sırasıyla 1260 ve 1335°C olarak belirtilmektedir (Stoloff 2005). Ortalama tane boyutu 13,1 µm olan önalaşımli Inconel 718 tozu kullanılan bir çalışmada yapılmış olan DTA analizi ile solidüs ve likidüs sıcaklıklarının sırasıyla 1260 ve 1320°C olarak belirlendiği rapor edilmiştir (Youhua 2010). Şimdiki çalışmada solidüs sıcaklığının dövme malzemelerden daha düşük olması, malzemenin toz formunda olduğundan dolayı spesifik yüzey enerjisinin kütle formundaki malzemeye oranla çok daha yüksek olmasına ve düşük miktarda da olsa toz yüzeylerindeki olası oksit tabakalarına bağlanmaktadır. Youhua ve arkadaşlarının (Youhua 2010) yaptığı çalışmada ergimenin biraz daha yüksek sıcaklıkta başlamasının, kullandıkları tozun az da olsa daha iri olması ve kimyasal bileşiminin biraz farklı olmasından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

Şekil 5.2'de görülen dilatometre eğrisine göre IN718 numunelerinde maksimum büzülmenin 1298°C'de meydana geldiği görülmektedir. Kimyasal bileşimi bu çalışmada kullanılan IN718 tozuna çok yakın olan tozların kullanılmasıyla gerçekleştirilmiş olan bir başka çalışmada, yapılmış olan dilatometre analizi sonucunda maksimum büzülmenin 1292°C'de meydana geldiği bildirilmiştir (Simchi 2006). DSC ve dilatometre testlerinden elde edilen verilere göre yapılacak sinterleme denemelerinin sıcaklık aralığı 1260-1300°C olarak belirlenmiştir.



Şekil 5.1. IN718 alaşımına ait DSC eğrisi



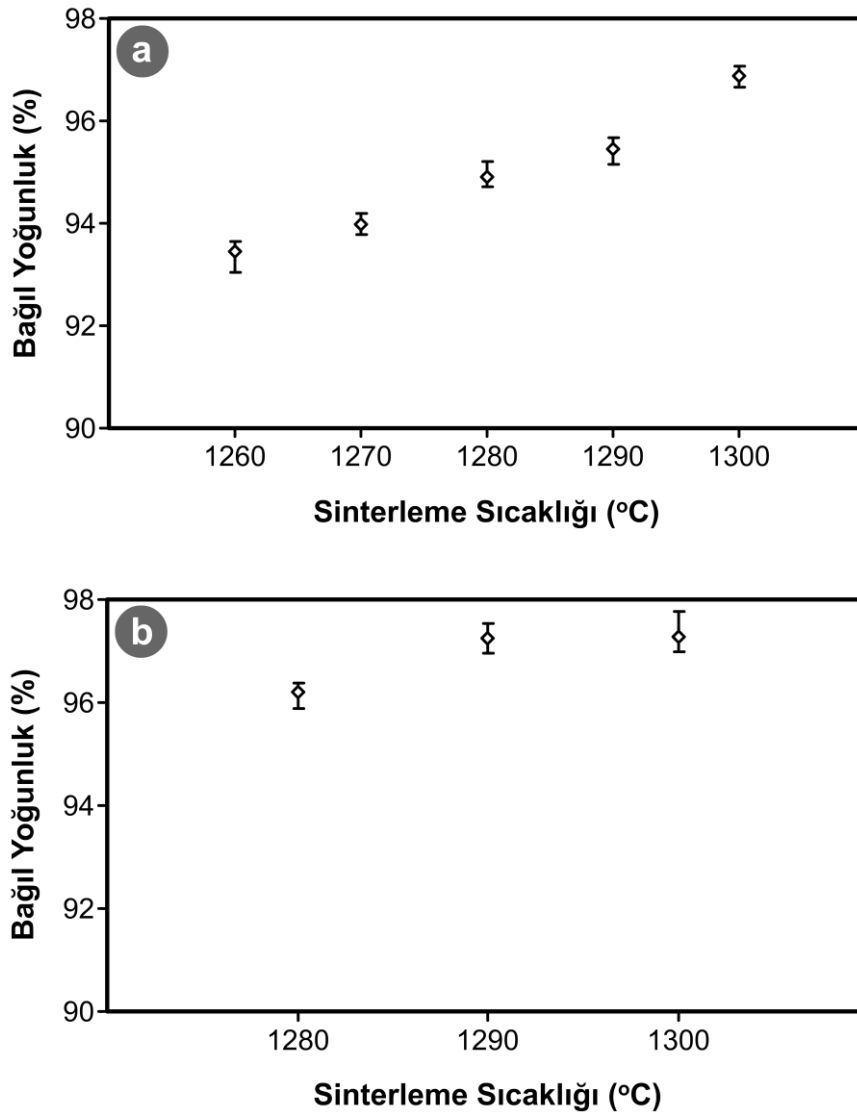
Şekil 5.2. IN718 alaşımına ait dilatometre eğrisi

5.1.2. Yoğunluk ölçümleri

IN718 numunelerinde ulaşılabilen bağıl yoğunluk değerleri 1 saat süreyle sinterlenen numuneler için Şekil 5.3.a'da, 3 saat süreyle sinterlenen numuneler için Şekil 5.3.b'de verilmiştir. Yoğunluk değerlerinin sıcaklık artışına paralel olarak arttığı görülmüştür. En yüksek bağıl yoğunluk değerine 1290°C ve 1300°C'de yapılan sinterleme işlemleriyle ulaşıldığı görülmüştür. Fakat 1300°C'de yapılan sinterleme

işlemleri sonucu meydana gelen kısmi ergimelere bağlı olarak numunelerde şekil kaybı olduğu gözlenmiştir. Bu nedenle bu çalışmada en yüksek yoğunluğu sağlayan sinterleme sıcaklığı 1290°C olarak kabul edilmiştir. Aynı sıcaklıkta farklı sürelerle gerçekleştirilen sinterleme işlemleri sonucu elde edilen yoğunluk değerleri karşılaştırıldığında, sinterleme süresinin uzamasına bağlı olarak yoğunluğun arttığı görülmüştür. Örneğin 1280°C ve 1290°C sıcaklıklarda 1 saat sinterlenen numunelerde sırasıyla %94,9 ve %95,5 bağıl yoğunluk elde edilirken aynı sıcaklıklarda sürenin 3 saate çıkarılmasıyla sırasıyla %96,2 ve %97,3 bağıl yoğunluğa ulaşılmıştır.

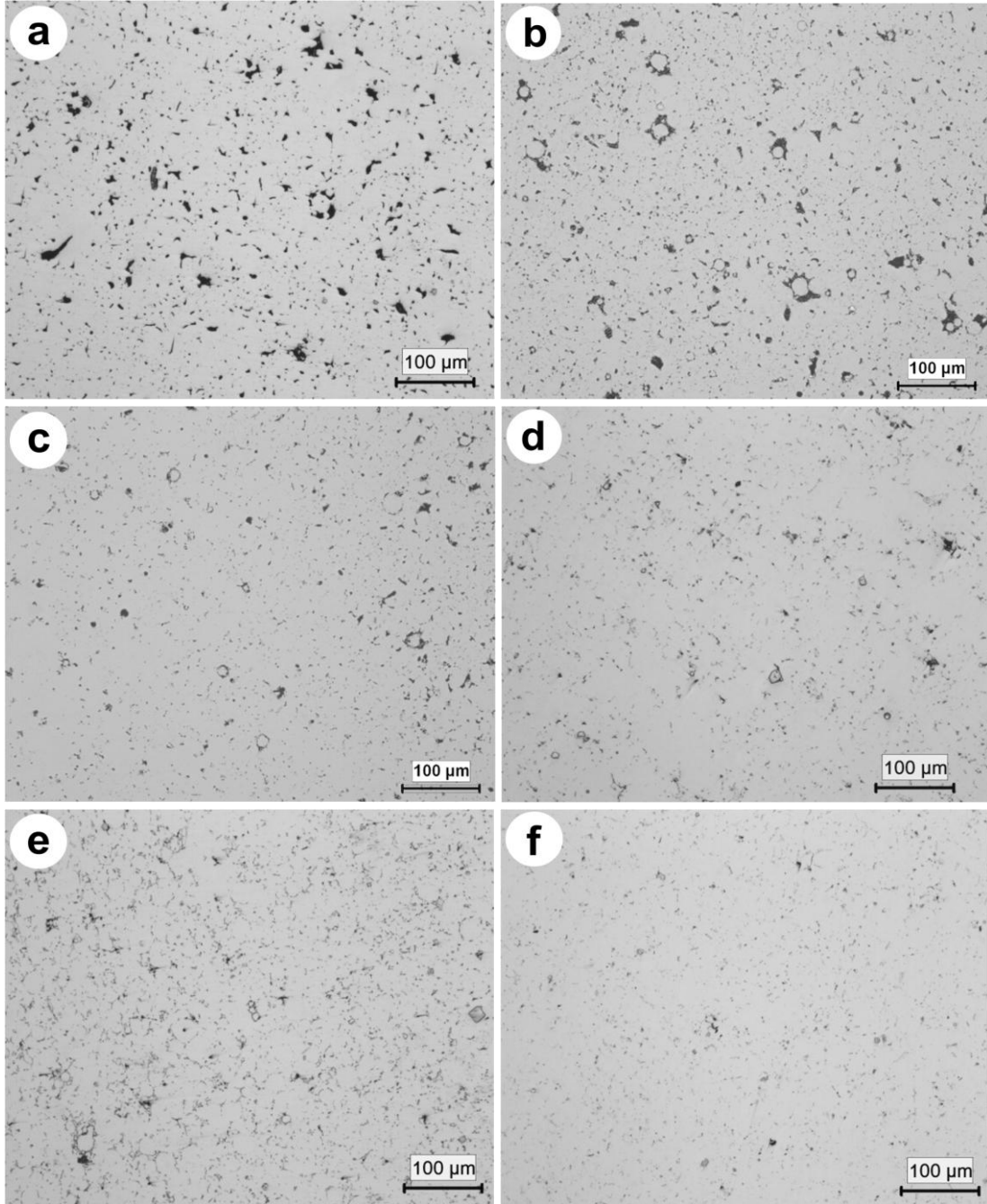
Benzer olarak Miura ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada Inconel 718 alaşımından TEK ile şekillendirilen parçaların 1100-1300°C sıcaklık aralığında 1–6 saat arası sürelerle sinterlenmesi sonucu, bağıl yoğunluğun sinterleme sıcaklığına bağlı olarak arttığı bildirilmiştir (Miura 2010). Johnson ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada ise yine TEK ile üretilmiş 718 süperalaşım numunelerinin sinterlenmesinde, sinterleme süresinin uzamasına bağlı olarak yoğunlukta artış olduğu rapor edilmiştir (Johnson 2004). Johnson ve arkadaşları, ortalama tane boyutu 7.4 µm olan önalaşım 718 süperalaşım tozundan TEK ile şekillendirdikleri numuneleri 1260°C’de ve vakum altında 1 saat sinterleyerek %96,7 bağıl yoğunluk elde etmişlerdir. Aynı şartlarda 2 saat sinterledikleri numunede %98,4 bağıl yoğunluk elde etmişlerdir (Johnson 2004). Şimdiki çalışmada vakum ortamında daha yüksek sıcaklık ve daha uzun sürede gerçekleştirilen sinterleme işlemiyle daha düşük bağıl yoğunluğa ulaşılabilmektedir. Bu durumun şimdiki çalışmada kullanılan tozun ortalama tane boyutunun çok daha büyük olmasından (11.9 µm) kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Çünkü sinterleme işleminde itici güç yüzey enerjisindeki azalmadır. Daha küçük boyutlu toz parçacıkları daha yüksek yüzey enerjisi sağlar ve bu sayede daha kısa sürede daha yüksek yoğunluk değerleri elde edilebilir (German 1996). Miura ve arkadaşları tarafından farklı parçacık boyut dağılımına sahip 3 ayrı tozun kullanılması ile gerçekleştirilen çalışmada da daha ince taneli tozların daha yüksek bağıl yoğunluğa ulaşılmasını sağladığı rapor edilmiştir (Miura 2010). Gülsoy ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada önalaşım IN718 tozunun TEK ile şekillendirilip 1285°C’de 2 saat sinterlenmesi sonucu %97,81 bağıl yoğunluğa ulaşıldığı bildirilmiştir (Gülsoy 2011).



Şekil 5.3. IN718 alaşımında farklı sıcaklıklarda; a) 1 saat, b) 3 saat süre ile yapılan sinterlemeler sonrası elde edilen bağıl yoğunluk değerleri

Sinterlenen numunelerin gözenek miktarı hakkında bilgi edinmek amacıyla numunelerden parlatma işlemi sonrasında dağlama yapılmadan alınmış olan optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.4'te verilmiştir. Toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilen parçalar geleneksel toz metalurjisi ile üretilenlerden daha yoğundurlar. Parça içinde kalan az miktardaki gözenekler de küçük ve küresel şekilli olup birbirleriyle bağlantılı değildirler (Vervoort 1996). Görüntüler incelendiğinde yukarıdaki açıklamaya uygun olarak gözenek yapısının küresel olduğu ve gözeneklerin birbirleriyle bağlantılı olmadıkları görülmektedir. Yoğunluk ölçümlerini destekler tarzda daha yüksek sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemleri sonucunda daha düşük gözenekli mikroyapı elde edilmiştir. Aynı sıcaklıkta daha uzun süre ile

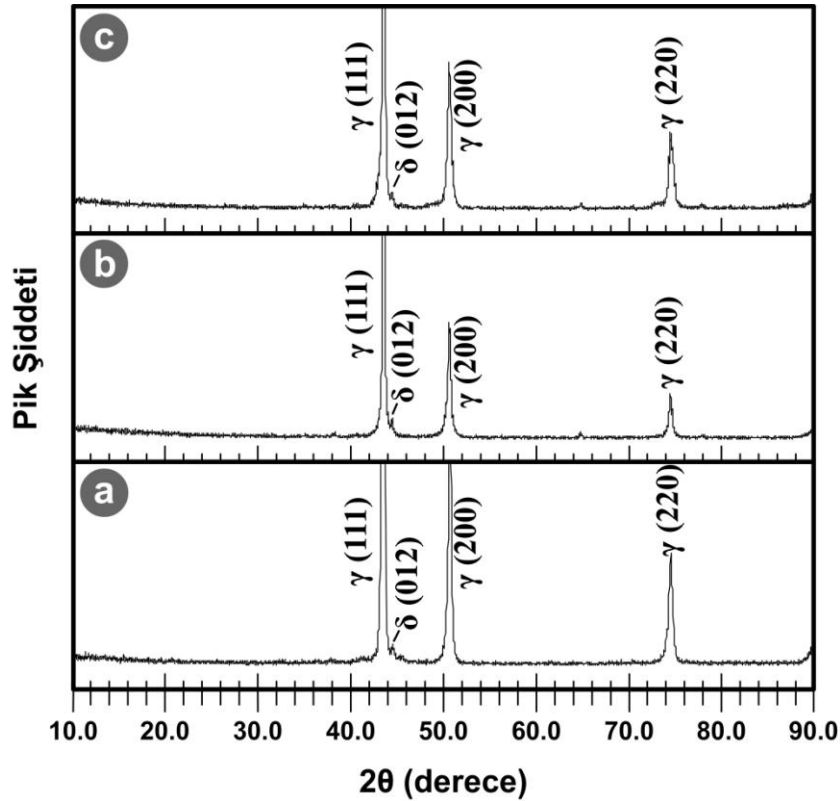
gerçekleştirilen sinterleme işlemleri malzemede gözeneklerin küçülmesini ve gözenek miktarının azalmasını sağlamıştır. En yüksek bağıl yoğunluk değerine ulaşılan 1290°C'de 3 saat süreyle sinterlenen numunenin görüntüsünde diğer numunelere nazaran gözenekliliğin daha az olduğu ve gözeneklerin diğerlerine kıyasla daha küçük boyutlu olduğu görülmektedir.



Şekil 5.4.a) 1260°C'de 1 saat, b) 1270°C'de 1 saat, c) 1280°C'de 1 saat, d) 1280°C'de 3 saat, e) 1290°C'de 1 saat, f) 1290°C'de 3 saat sinterlenen IN718 numunelerinin parlatma işlemi sonrasında alınmış optik mikroskop görüntüleri

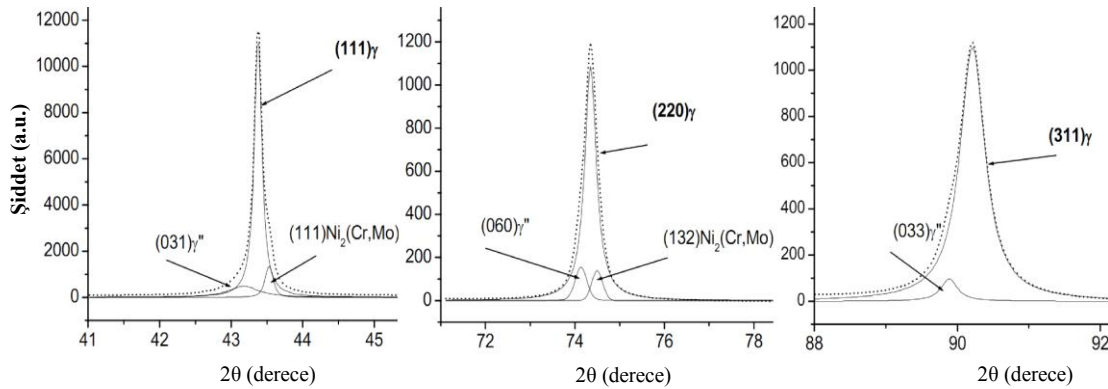
5.1.3. XRD analizi

Mikroyapıda sinterleme ve ısıl işlemlere bağlı olarak meydana gelen faz değişimi olup olmadığının anlaşılabilmesi için başlangıç tozuna, sinterlenmiş malzemeye ve yaşlandırılmış malzemeye yapılan XRD analizine ait difraksiyon paternleri Şekil 5.5'te verilmiştir. Yapılan XRD analizleri sonucunda ön alaşımli olan başlangıç tozları, sinterlenen numuneler ve yaşlandırılan numunelerden elde edilen paternlerin hemen hemen aynı olduğu görülmüştür. Her üç durumda da sadece gama (γ) matris ve delta (δ) fazına ait pikler elde edilmiştir. IN718 alaşımı üzerine gerçekleştirilmiş daha önceki çalışmalarda yapılan XRD analizi ile NbC, δ ve γ fazlarının varlığının difraksiyon piklerinden kolayca tespit edildiği bildirilmiştir (Dayong 2006, Liu 1999, Wang 2004). Önceki çalışmalarda NbC fazının kolayca tespit edilebileceği açıklamasına dayanılarak şimdiki çalışmada sinterleme sonrasında veya ısıl işlem sonrasında yapı içerisinde NbC oluşmadığı, oluşmuş ise de XRD analizi ile yakalanamayacak derecede küçük miktarlarda olduğu düşünülmektedir.



Şekil 5.5.a) IN718 tozuna, b) Sinterlenmiş IN718 numunesine, c) Yaşlandırılmış IN718 numunesine uygulanan XRD analizinden elde edilen paternler

Wang ve arkadaşları (Wang 2004) yaptıkları bir çalışmada γ'' fazının difraksiyon piklerinin (112) γ matrise ait difraksiyon piklerine çok yakın olduğu için ayırt edilemeyeceğini rapor etmişlerdir (Wang 2004). Benzer biçimde Sarkar ve arkadaşları tarafından yapılmış olan bir başka çalışmada γ matrisin ve γ'' fazının XRD analizinden elde edilen piklerinin üst üste geldiği belirtilmektedir. Sarkar ve arkadaşları yaptıkları analiz sonucunda üç farklı 2θ değerinde γ'' fazına ait piklerin gama matrise ait pikler tarafından örtüldüğünü Şekil 5.6'daki gibi ifade etmişlerdir (Sarkar 2008). Ek olarak Wang ve arkadaşları Inconel 718 alaşımında mukavemet arttırıcı etkiye sahip bir diğer intermetalik çökelti olan γ' fazının difraksiyon piklerinin kristal yapısı ve düşük miktarından dolayı tespit edilemeyeceğini de belirtmişlerdir (Wang 2004).



Şekil 5.6. γ matrisin ve γ'' fazının XRD analizinden elde edilen pikleri (Sarkar 2008)

Nikel esaslı süperalaşımlar üzerine yapılan bir diğer çalışmada yaşlandırma işlemi sonrasında 0,002 adım boyu ve her adım için 12 saniyelik zaman kullanılmak suretiyle gerçekleştirilen XRD analizinde bile $Ni_3(Nb, Al, Ti)$ pikleri elde edilememiştir (Rai 2004). Li ve arkadaşları da çökeltilerin X-ray ile yakalanmasının zor olduğunu belirtmişlerdir (Li 2002). Fakat gama matrisin XRD paternlerinde gözlenen değişimlerle çökeltilerin varlığının dolaylı olarak belirlenebileceği belirtilmektedir (Rai 2004). Şimdiki çalışmada da gama matrise ait piklerin başlangıç tozu, sinterlenmiş numune ve yaşlandırılmış numune için farklılıklar sergilediği görülmektedir. Başlangıç tozunda gama matrise ait piklerin şiddeti daha yüksek iken sinterleme sonrası ve yaşlandırma sonrası pik şiddetlerinde gama matrise ait piklerin şiddetlerinin azaldığı müşahade edilmiştir. Bu durumun oluşmuş olduğu düşünülen

ikincil fazlar tarafından başta Ni olmak üzere matris içindeki elementlerin miktarlarının azaltılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

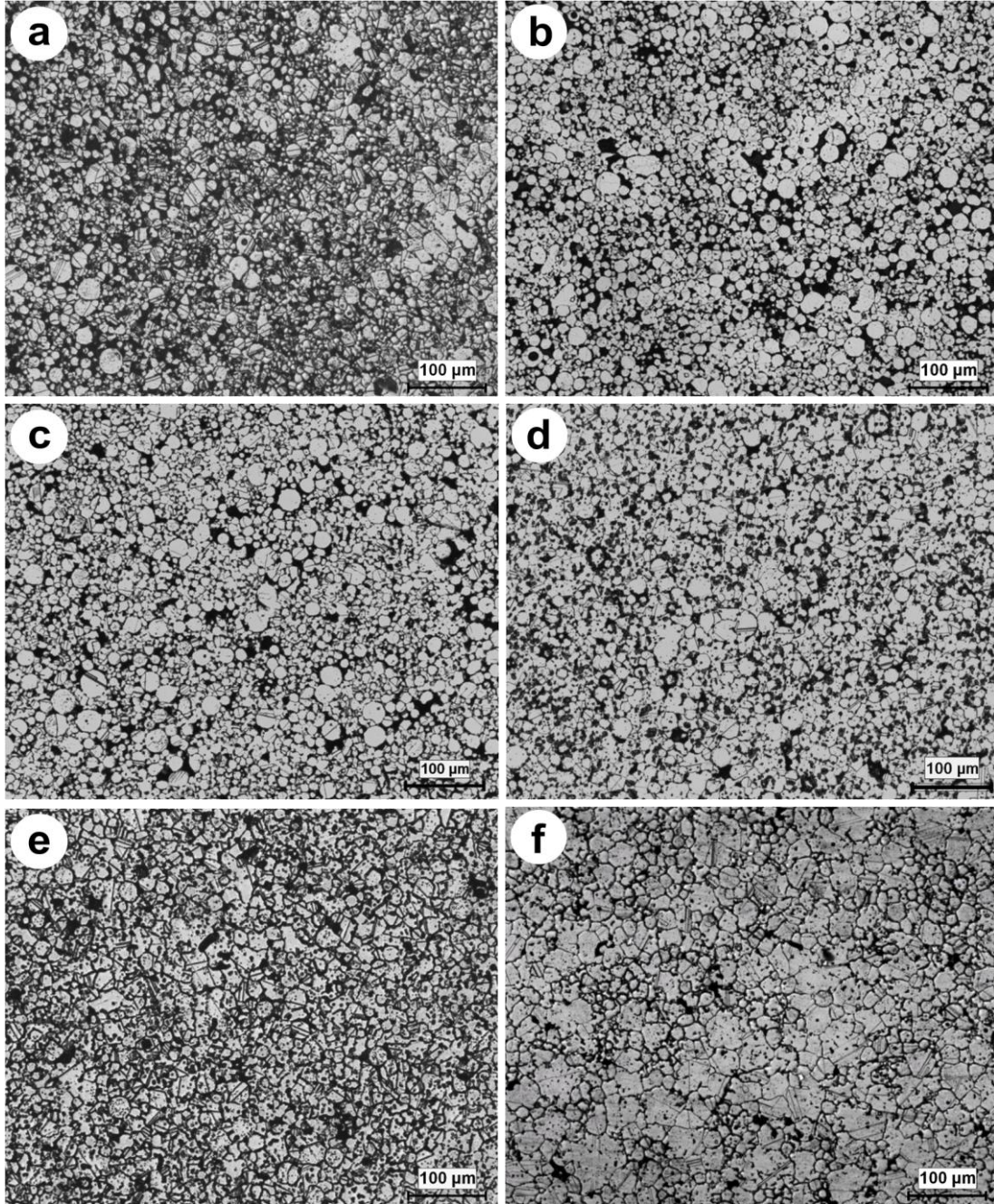
5.1.4. Mikroyapı incelemeleri

TEK ile üretilen IN718 numunelerinin sinterleme sonrası ve uygulanan ısıl işlemler sonrası mikroyapıları optik mikroskop, SEM ve elementel analizler ve TEM incelemeleri ile değerlendirilmiştir.

5.1.4.1. Optik mikroskop incelemeleri

Sinterlenmiş numunelerin tane yapılarının anlaşılabilmesi amacıyla dağlama işlemi sonrasında alınmış olan optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.7’de verilmiştir. Görüntülerden gözeneklerin çoğunlukla taneler arasında bulunduğu görülmektedir. Tane boyutunun artan sinterleme sıcaklığı ve süresi ile birlikte arttığı bilinmektedir (German 1996). Görüntüler incelendiğinde artan sinterleme süresiyle beraber tane boyutunda bir miktar irileşme meydana geldiği görülmektedir. En yüksek yoğunluğu sağlayan 1290°C’de sinterlenmiş numunenin ortalama tane boyutunun 20–30 µm aralığında olduğu ve tanelerin eşeksensiz olduğu görülmektedir. Johnson ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada 1260°C’de 1 saat sinterlenen malzemenin ortalama tane boyutunun 10–15 µm olduğu rapor edilmiştir (Johnson 2004). Bu çalışmada tane boyutunun biraz daha iri olmasının kullanılan tozun daha iri olmasından, sinterleme sıcaklığının daha yüksek ve sinterleme süresinin daha uzun olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Süperalaşımların dayanımları tane boyutuna ve tane boyutu ile parça kalınlığı arasındaki ilişkiye son derece bağlıdır (Sims 1987). Dövme süperalaşımlarda uygulamaya bağlı olarak ideal tane boyutunun 5–50 µm arasında olması ve mikroyapının üniform eşeksensiz tanelerden oluşması arzu edilmektedir. Fakat döküm yolu ile üretilen ve homojenizasyona maruz bırakılan kaba taneli (tane boyutu>10mm) bir ingottan yukarıda zikredilen tane özelliklerine sahip son ürünlerin elde edilmesi oldukça zordur (Pollock 2006). Çünkü ingot metalurjisi (döküm ve dövme) ingotların ergitilmesini ve katılaşmasını, mikrosegregasyonların azaltılması için homojenizasyon işlemini ve üniform yeniden kristallenmiş gama taneleri elde etmek amacıyla kaba taneli döküm yapısını

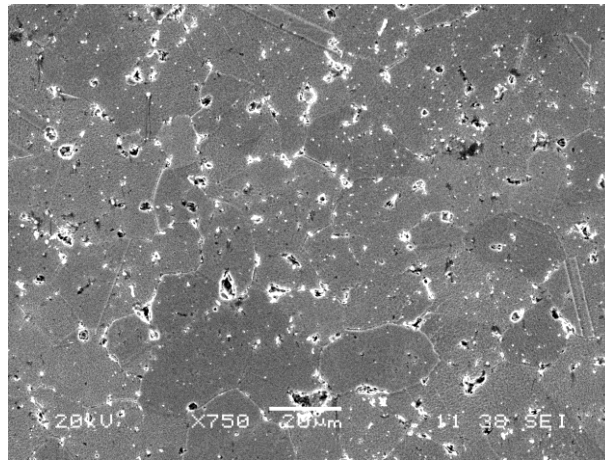
gidermek için yapılan bir dizi termomekanik işlem basamağını içermektedir (Semiatin 2012). Şimdiki çalışmada üstün mekanik özellikler sağlaması bakımından arzu edilen eşeksiz ve ince taneli mikroyapı, döküm ve dövme yoluyla üretimde yapılması gereken ve üretim maliyetini arttıran işlem basamaklarına gerek kalmaksızın TEK tekniği ile kolaylıkla elde edilebilmiştir.



Şekil 5.7.a) 1260°C'de 1 saat, b) 1270°C'de 1 saat, c) 1280°C'de 1 saat, d) 1280°C'de 3 saat, e) 1290°C'de 1 saat, f) 1290°C'de 3 saat sinterlenen IN718 numunelerinin dağlama işlemi sonrasında alınmış optik mikroskop görüntüleri

5.1.4.2. SEM incelemeleri

Şekil 5.8’de 1290°C’de 3 saat sinterlenen IN718 numunesinin SEM görüntüsü verilmiştir. Sinterleme sonucu malzemede bol miktarda tavlama ikizi olduğu görülmektedir. Yapılan DSC analizi ile bu malzemenin solidüs sıcaklığının 1247°C, liküdüs sıcaklığının ise 1307°C olduğu belirlenmiştir. Bu veriye dayanılarak yapılmış olan sinterleme işlemlerinde süpersolidüs sıvı faz sinterleme (SLPS) mekanizmasının aktif olduğu düşünülmektedir. SLPS tekniğinde önalaşımli bir toz kısmi bir ergime elde etmek amacıyla solidüs ile likidüs sıcaklıkları arasındaki bir sıcaklığa ısıtılır. Yoğunlaşma kapiler yeniden düzenlenme ve çözünme-yeniden çökeltme karışımı ile gerçekleşir (Chan 1998). Ni esaslı süperalaşım tozlarından üretilen parçaların SLPS tekniği ile yüksek bağıl yoğunluğa ulaştırılabileceği belirtilmektedir (German 1990, Lal 2000). Bu çalışmada ulaşılabilen en yüksek bağıl yoğunluk %97,3 olmuştur. Buna bağıl olarak malzemenin SEM görüntüsünde, özellikle tane sınırlarında olmak üzere bir miktar gözenek olduğu görülmektedir.



Şekil 5.8. 1290°C’de 3 saat sinterlenen IN718 numunesinin SEM görüntüsü

Şekil 5.9’da IN718 numunesinin 980°C’de 1 saat çözeltiye alınıp suda soğutulduktan sonra alınmış SEM görüntüsü ve yapılan SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler verilmiştir. Literatürde dövme Ni esaslı süperalaşımlarda çözeltiye alma işleminin γ' fazınının neredeyse tümünü ve çok kararlı olan MC tipi karbürler dışındaki diğer karbür çökeltilerini çözündürmek amacıyla yapıldığı bildirilmektedir. Çözeltiye alma sıcaklığından soğurken (air cooling) malzeme içerisinde bir miktar γ'

fazının oluşabileceği de rapor edilmektedir (Stoloff 2005). Bu çalışmada ısıl işleme tabi tutulacak IN718 numuneleri 1290°C'de 3 saat sinterlendikten sonra fırından çıkarılmadan 10°C/dk hızla soğumaya bırakılmışlardır. Çözeltiyeye alma işleminden sonra havada soğutulan Ni esaslı süperalaşımlarda γ' ve karbür çökeltileri oluşabiliyorsa 1290°C'den 10°C/dk gibi yavaş bir hızla soğutulan sinterlenmiş IN718 numunelerinde daha çok karbür ve γ' çökeltisi oluşması beklenir. Bunun göstergesi de sinterleme sonrası malzemedeki ölçülen 348 ± 10 HV_{0,1} sertlik değeridir. Çözeltiyeye alma işleminden sonra malzeme sertliği 224 HV_{0,1} değerine kadar düşmüştür ki, bu durum sinterleme sonrası malzemede oluşmuş olduğu düşünülen intermetalik fazların çözüldüğünün ve çözeltiyeye alma işleminin başarılı olduğunun göstergesidir.

Şekil 5.9.a'da verilmiş olan SEM görüntüsünde büyük çoğunluğu tane sınırlarında olmak üzere bol miktarda çökelti bulunduğu görülmektedir. SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler incelendiğinde tane sınırında görülen çökeltelerde Mo, Ti, Nb ve Al elementlerinin bir kümeleşme sergilediği görülmektedir. Bununla birlikte çökeltilerin buldukları bölgelerde matrisi oluşturan Ni, Fe ve Cr elementlerinin miktarında büyük bir azalma olduğu görülmektedir. Fakat söz konusu çökeltilerin bu elementleri (Ni, Fe ve Cr) hiç içermediği söylenemez. En önemlisi Mo, Ti, Nb ve Al elementlerinin kümeleştiği bölgede C elementi de bir artış sergilediği için bu çökeltilerin karbür olduğu söylenebilir. Nikel esaslı süperalaşımlarda yaygın olarak bulunan karbür çeşitleri MC, M₂₃C₆, M₆C ve M₇C₃ olup, burada "M" çoğunlukla refrakter elementler olmak üzere metal atomlarını temsil etmektedir. MC tipi karbürler birincil karbürler olarak bilinir ve genellikle Ti, Ta ve Nb elementlerince oluşturulurlar (Sundaraman 2002). Ni esaslı süperalaşımlarda ısıl işlem sonucu MC tipi karbürlerin bozunması halinde serbest kalan karbonun M₂₃C₆ veya M₆C tipi karbürleri oluşturabileceği belirtilmektedir. M₂₃C₆ kromca zengin bir karbürdür. M₆C tipi karbürlerin ise refrakter metal içeriği M₂₃C₆ tipi karbürlerden genellikle daha yüksektir ve bu karbürler Mo ve W gibi refrakter metaller bakımından zengin olan alaşımlarda oluşmaya meyillidir. M₆C tipi karbürlerin %6-8'den daha fazla Mo veya W içeren alaşımlarda, M₂₃C₆ ile birlikte tane sınırı çökeltileri tarzında oluştuğu bildirilmektedir (Sundaraman 2002). Bu çalışmada kullanılan IN718 tozunun Mo içeriği ağırlıkça %3,1 olmasından dolayı SEM elementel haritalama analizine ait görüntünün tane sınırındaki karbürlerin M₆C

tipi karbür olmadığı düşünülmektedir. Bununla birlikte tane sınırındaki karbür çökeltilerinin bulunduğu bölgede yukarıda da söz edildiği gibi Cr elementinin miktarında bir azalma olması söz konusu çökeltilerin $M_{23}C_6$ tipi karbür de olmadığını göstermektedir. Bu düşüncüyü çözeltilere alma işleminin yapıldığı $980^{\circ}C$ sıcaklığın MC tipi karbürleri çözemeyeceği düşüncesi de desteklemektedir. Çünkü MC tipi karbürlerin yüksek sıcaklıklarda oluştuğu ve $1200^{\circ}C$ gibi yüksek sıcaklıklara kadar kararlı oldukları rapor edilmektedir (Niang 2010). Bunlara ilaveten %0,07 Si içeren alaşımlarda MC tipi karbürlerin M_6C tipi karbürlere dönüşmeyeceği bildirilmektedir (Patel 2005). Bu çalışmada kullanılan IN718 tozunun içeriğinde ağırlıkça %0,29 Si bulunmaktadır. Tüm bu açıklamalar ve çökeltilerde yığılma sergileyen elementler göz önünde bulundurularak tane sınırında görülen çökeltilerin MC tipi karbürler olduğu düşünülmektedir. Inconel 718 alaşımı, Inconel 625 alaşımından türetilmiş bir alaşımdır (Patel 2005). Tablo 5.1’de 625 alaşımının ısı işleme maruz bırakılması halinde içinde oluşabilecek çökeltiler ve bu çökeltilerin kompozisyonları verilmiştir (Floreen 1994). 718 alaşımı, 625 alaşımından türetilmiş bir alaşım olduğu için 625 alaşımında çökeltileri oluşturan elementlerin 718 alaşımında da benzer roller üstleneceği düşüncesiyle elementel haritalama analizi görüntüsündeki çökeltilerin Tablo 5.1’de ok işareti ile gösterilmiş tane sınırı MC tipi karbür olduğu kanaatine varılmıştır.

Karbürler, süperalaşımlarda matris içinde, tane sınırlarında veya taneler arasında oluşabilirler (Donachie 2002 a). Oluşan karbür çökeltilerinin morfolojisi, alaşımın tüm özellikleri üzerinde önemli etkilere sahiptir. Tane sınırlarında büyük ve birbirinden bağımsız (ayrık) çökeltilerin oluşması etkileyici bir şekilde tane sınırı kaymasını önlediğinden faydalıdır (Sundaraman 2002). Tane sınırı karbür çökeltilerine atfedilen diğer bir etki ise tane sınırlarının her iki tarafında intermetalik çökeltilerin oluşmadığı bölgeler meydana gelmesini sağlamalarıdır. Bu bölgeler matris ile kıyaslandığında daha zayıftırlar fakat daha sünektirler. Çökeltilerin bulunmadığı bu bölgeler çok geniş olmadığında, matris son derece büyük bir hacim oranına sahip çökeltilerle güçlendirilmiş olsa bile sürünme esnasında ortaya çıkan gerilme yoğunlaşmalarını rahatlatılabilir ve böylece malzeme ömrünü uzatırlar (Sundaraman 2002). Bu açıklamalar ışığında şimdiki çalışmada çözeltilere alınmış malzemenin tane sınırındaki karbür çökeltilerinin morfolojisinin mukavemet

açısından faydalı olan türden olduğu söylenebilir. Fakat Nb ve Ti gibi intermetalik çökeltiler oluşturarak alaşımın mukavemetini arttıracak elementlerin bir kısmının çözeltiliye alınmış malzemenin tane sınırlarında bulunan karbürlere katılmış olması, bu elementlerin aşırı doymuş katı çözeltili durumundaki matriste hacim oranını azaltacağı için oluşacak olan intermetaliklerin de hacim oranı azalacak; dolayısıyla mukavemet artışı bir miktar azaltacaklardır. Bu durum nikel esaslı süperalaşımlarda refrakter element içeriği kontrol edilmediğinde oluşan TCP fazlarının matristeki katı çözeltili veya intermetalik çökelti oluşturacak elementlerin hacim oranını azaltmasına ve bunun sonucunda oluşan intermetalik çökelti miktarının azalmasıyla alaşımın zayıflamasına neden olmasına benzemektedir (Donachie 2002 a, Mitchell 2005).

Literatürde karbür çökeltilerinin Ni esaslı süperalaşımların sertliğine etkisi ile ilgili bir açıklamaya rastlanmamıştır. TEK ile üretilen IN718 malzemesinde sinterleme işleminden sonraki soğuma aşamasında olduğu ve çözeltiliye alma işleminde çözünmeden kalarak varlığını devam ettirdiği anlaşılan MC tipi karbürlere rağmen sinterleme sonrası 348 ± 10 HV_{0,1} olan sertlik değerinin çözeltiliye alma işlemi sonrasında 224 HV_{0,1}'e düşmüş olması, Ni esaslı süperalaşımların mikroyapısında bulunan karbür çökeltilerinin malzeme sertliğinin artmasında intermetalik çökeltiler kadar etkili olmadıklarını düşündürmektedir. Bu tür alaşımlarda sertlik artışının daha çok nano ölçülü intermetalik çökeltilerin matris ile bağdaşık bir şekilde oluşması ve bu sayede meydana gelen kafes çarpılmalarıyla sağlandığı bilinmektedir (Slama 2000). Fakat karbürlerin daha önce de söz edildiği gibi tane sınırı kaymasına engel olarak malzemenin mukavemetini arttırdığı, özellikle yüksek sıcaklık sürünme dayanımına önemli katkıları olduğu bilinmektedir (Sundaraman 2002).

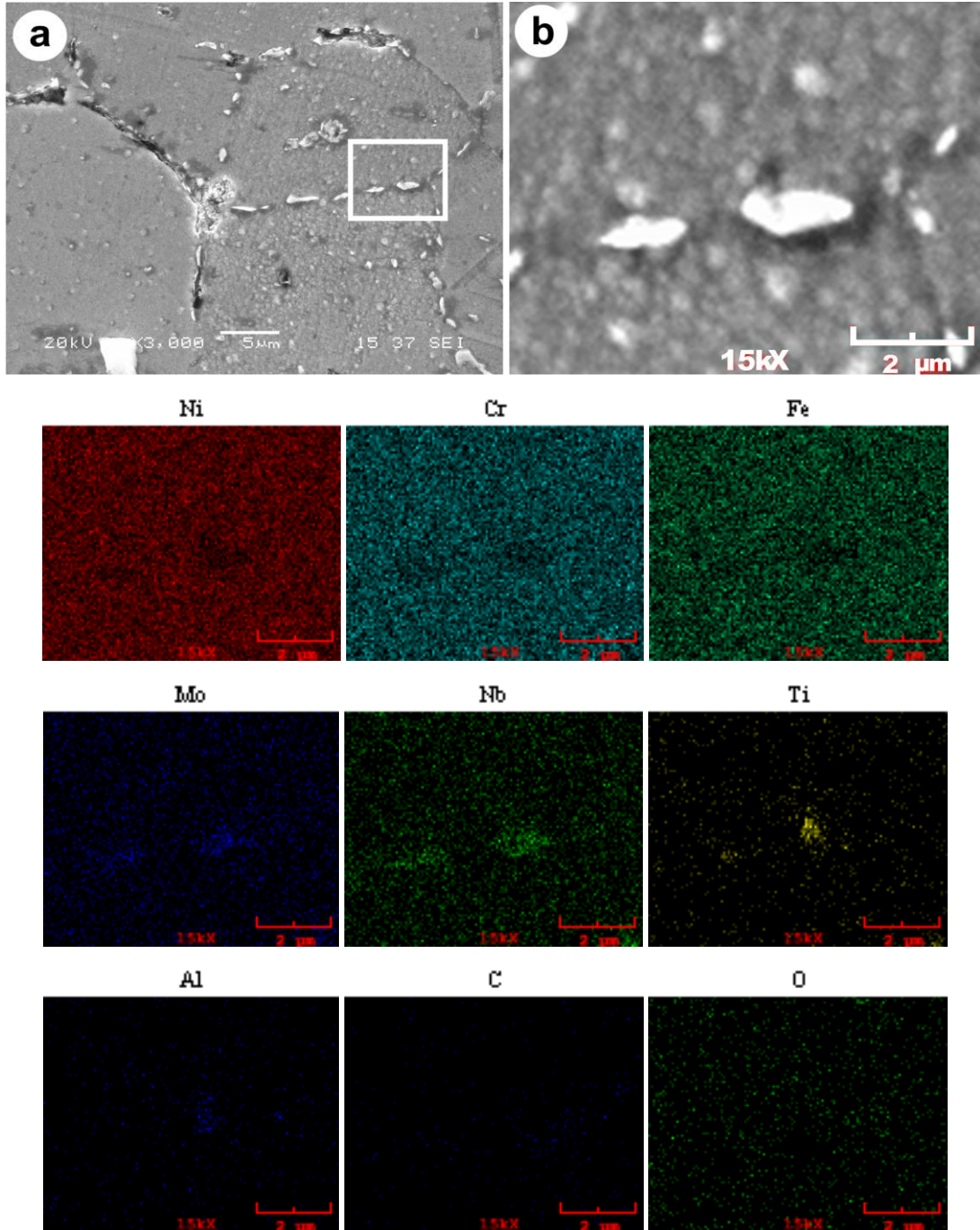
Şekil 5.9.b'deki SEM elementel haritalama analizine ait görüntüde görülen tane sınırındaki karbür çökeltilerinin yakınında Ti ve Al elementlerinin de bir kümeleşme sergilediği görülmektedir. Tablo 5.1'deki tane sınırı MC karbürünün kompozisyonunda Ti elementi bulunmasına rağmen Al elementi yoktur. Literatürde nikel esaslı süperalaşımlarda oluşabilecek fazlar detaylı olarak açıklanmış olmasına rağmen Al'un karbür oluşturduğuna dair bir açıklama da bulunmamaktadır (DeAntonio 1991). Bu durum MC tipi karbürün yüzeylerinde γ' [Ni₃(Al, Ti)] intermetalik çökeltilerinin oluşmuş olabileceğini düşündürmektedir. Ni esaslı

süperalaşımlarda γ' fazı 3 farklı şekilde oluşabilmektedir. Bunlardan birisi karbürlerin (MC ve $M_{23}C_6$) yüzeylerinde kılıf veya film halinde oluşmasıdır (Donachie 2002 a). SEM elementel haritalama analizinde Ti ve Al elementlerinin MC tipi karbür olduğu düşünülen tane sınırındaki çökeltinin yakınında bulunması, $Ni_3(Al, Ti)$ çökeltisinin MC tipi karbürün etrafında yukarıda belirtildiği gibi bir kılıf şeklinde çökelmiş olabileceğini düşündürmektedir. Bu durum Ni esaslı süperalaşımların γ matrisinin içerdikleri fazları şematik olarak gösteren Şekil 3.4'teki görüntüde görülmektedir.

Inconel 718 alaşımında γ'' fazı sıklıkla γ' fazı ile birlikte çökeler. Fakat bu alaşımda asıl mukavemet arttırıcı faz γ'' çökeltileridir (Donachie 2002 a, Slama 2000, Wang 2004). γ'' fazının kimyasal formülü Ni_3Nb şeklinde olduğu için çözeltiliye alınmış malzemede Nb elementinin dağılımı büyük önem taşımaktadır. Nb'un yapı içerisindeki dağılımını gösteren görüntüde tane sınırındaki çökeltilerin olmadığı bölgelerde de Nb elementinin bolca bulunması malzemenin yaşlandırma işlemine vereceği cevabın ön habercisidir. Bununla birlikte γ' oluşturu elementler olan Al ve Ti elementleri de çökelti dışındaki bölgelerde görülmektedir. Bu çalışmada kullanılan 718 alaşımı azımsanmayacak miktarda Al ve Ti içeriğine sahip olduğu için bu durum önem taşımaktadır. Çünkü Nb ile birlikte Al ve Ti içeriğine de sahip olan alaşımlarda oluşan γ' çökeltilerinin tüm yüzeylerinde γ'' fazının çökelebileceği bildirilmektedir (Patel 2005). Bununla birlikte 718 alaşımına mukavemet kazandıran asıl faz γ'' iken γ' fazının da mukavemet artışı sağladığı bilinmektedir (Wang 2004). IN718 alaşımında γ'' hacim oranının γ' fazından 4 kat daha fazla olduğu bildirilmektedir (Slama 2000). Bir başka çalışmada IN718 alaşımının %15 γ'' ve %4 γ' fazı içerdiği; fakat eşit miktarda γ'' fazının γ' fazından daha yüksek mukavemet sağladığı bildirilmiştir (Decker 2006).

Yaşlandırma işlemlerinin koruyucu gaz veya vakum kullanılmadan atmosfer şartlarında gerçekleştirildiği göz önünde bulundurulduğunda oksijen elementinin dağılımına da dikkat edilmesi gerekmektedir. Oksijen elementinin dağılımının yanında oksijene karşı afinitesi yüksek olan Al ve Ti elementlerinin oksijenle birlikte bir kümeleşme sergileyip sergilemediği de önemlidir. Görüntülerde Al ve Ti elementlerinin tane sınırında kümeleşme sergilediği fakat aynı bölgede oksijen

miktarında bir yığılma olmadığı görülmektedir. Bu durumda Al'un Al_2O_3 bileşiği oluşturmadığı söylenebilir. Bu durum, malzemenin mukavemet kazanmasında rol oynayacak olan $Ni_3(Al, Ti)$ çökeltilerini oluşturacağı için Al veya Ti miktarının oksit oluşumuyla azaltılmadığından olumludur.

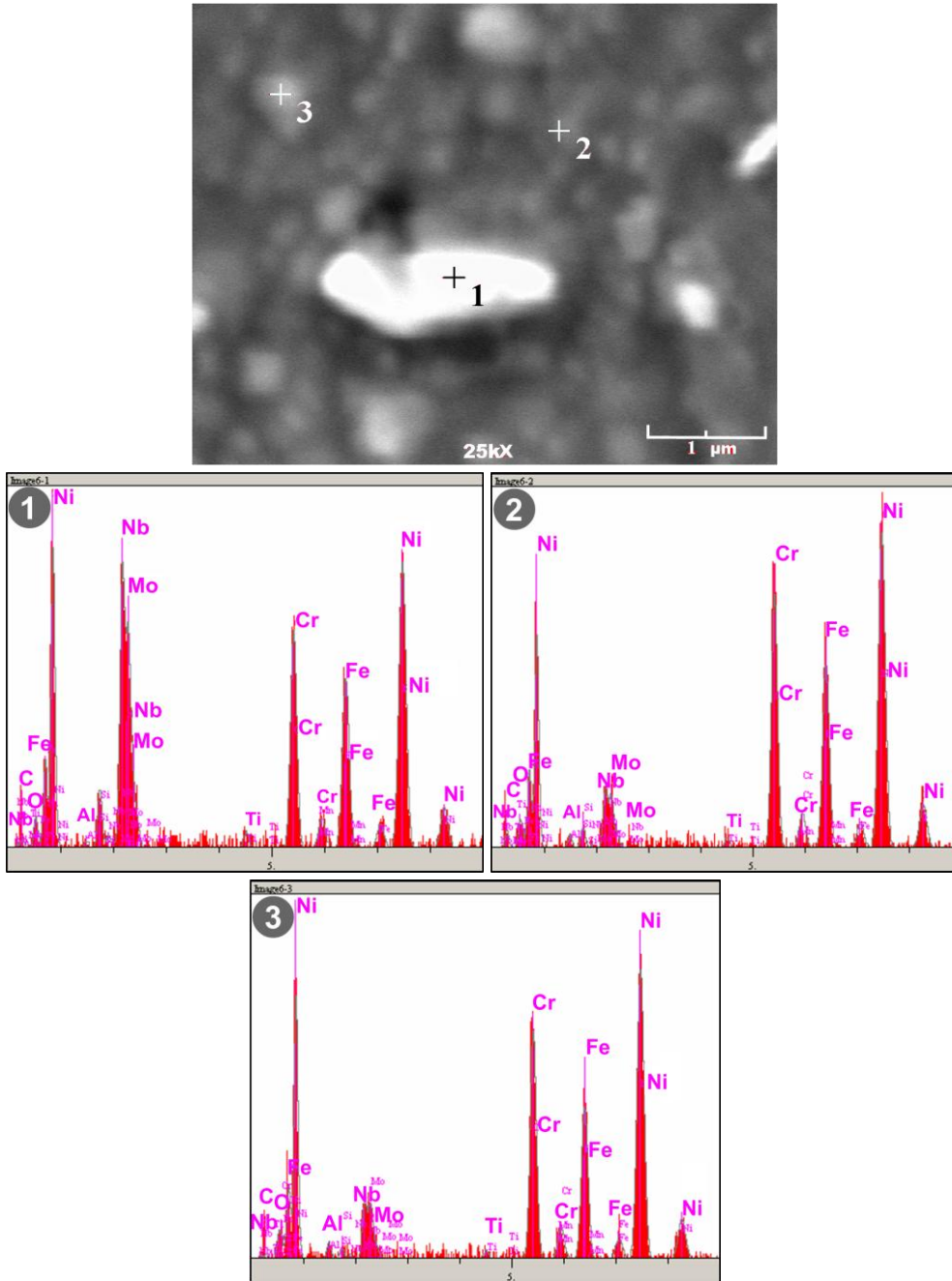


Şekil 5.9. Çözeltiye alınmış IN718 numunesinin; a) SEM görüntüsü, b) SEM elementel haritalama analizine ait görüntüleri

Tablo 5.1. Inconel 625 alaşımının ısı işleme maruz bırakılmasının sonucu içinde oluşabilen çökeltiler ve bu çökeltilerin kompozisyonları (Floreen 1994)

| Faz | Yapı | Tipik Kompozisyon |
|--------------------------------|--|--|
| MC | Kübik, a=0,43 Å | <u>Matris Blok Morfolojili MC</u> (Ti _{0,07} Cr _{0,04} Fe _{0,02} Ni _{0,09} Nb _{0,75} Ni _{0,03})C <u>Tane Sınırı MC</u> (Ti _{0,15} Cr _{0,04} Fe _{0,01} Ni _{0,08} Nb _{0,67} Mo _{0,01})C |
| M ₆ C | Kübik, a=1,13 Å | (Cr _{0,21} Fe _{0,02} Ni _{0,37} Nb _{0,08} Mo _{0,24} Si _{0,08}) ₆ C |
| M ₂₃ C ₆ | Kübik, a=1,08 Å | Cr _{0,85} Fe _{0,01} Ni _{0,07} Mo _{0,07}) ₂₃ C ₆ |
| γ'' | Düzenli tetragonal, a= 0,36, c=0,74 Å | Ni ₃ (Nb _{>0,5} Ti _{<0,5} Al _{<0,5}) |
| δ | Ortorombik, a=0,51, b=0,42, c=0,45 Å | Ni ₃ Nb |
| Laves | Hegzagonal, a=0,47, c=0,77 Å | (Cr _{0,31} Fe _{0,08} Ni _{0,41}) 2(Si _{0,17} Ti _{0,01} Nb _{0,19} Mo _{0,63}) |
| (Cr, Nb) ₂ N | Tetragonal, a=0,3, c=0,77 Å | Cr _{0,39} Ni _{0,07} Nb _{0,41} Mo _{0,13}) ₂ N |

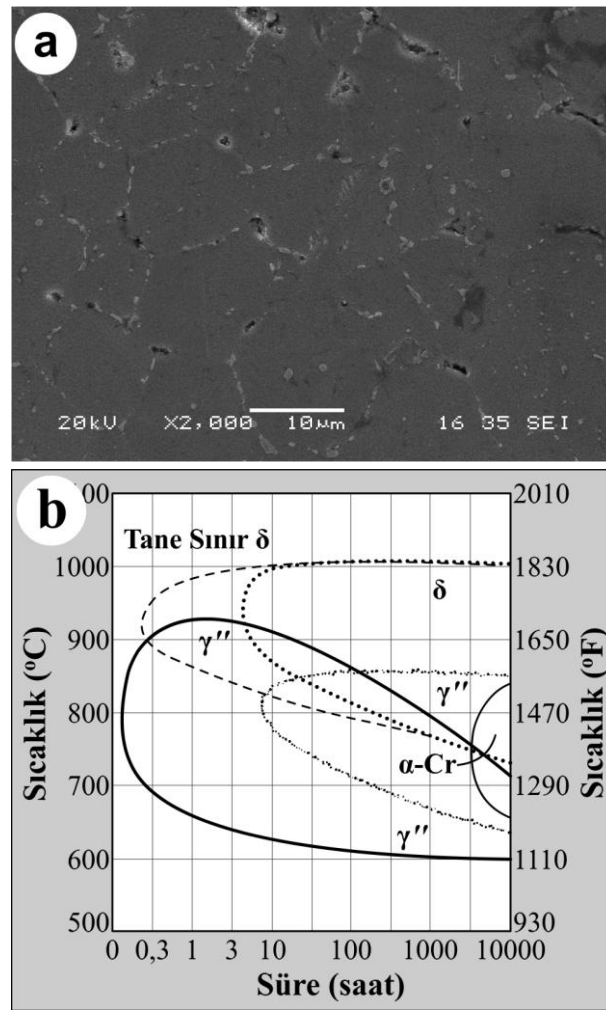
Şekil 5.10'da IN718 numunesinden çözeltiye alma işleminden sonra alınmış SEM/EDS nokta analizine ait görüntüler verilmiştir. Tane sınırındaki çökeltiden (bu çökelti aynı zamanda Şekil 5.9'daki SEM elementel haritalama analizinin görüntüsünde de yer almaktadır) alınan 1 numaralı noktanın EDS analizine göre bu çökeltide Nb miktarı başlangıç tozunun kimyasal kompozisyonuna göre 4 kata yakın bir artış sergilemiştir. Bununla birlikte Mo miktarı da başlangıç tozuna oranla iki kat artış sergilemiştir. Bu noktada matrisi oluşturan Ni, Cr ve Fe elementlerinin miktarında düşüş olduğu görülmekte, özellikle Ni miktarındaki düşüş dikkati C elementinin miktarına çevirmektedir. Bu noktada C elementinin miktarının oldukça yüksek olması, SEM elementel haritalama analizi görüntülerinin değerlendirilmesindeki düşünceleri destekler biçimde bu çökeltinin tane sınırında oluşmuş bir MC tipi karbür olduğuna işaret eder. EDS analizi alınmış diğer iki noktaya nazaran 1 numaralı noktada oksijen miktarının biraz daha yüksek olması bu noktanın tane sınırına daha yakın olmasına bağlanmaktadır. Bu oksijenin Al ve Cr gibi afinitesi bulunan elementlere bağlanmış olabileceği düşünülmektedir. 2 ve 3 numaralı bölgelerde elementlerin sergilemiş olduğu dağılımın çalışmada kullanılan IN718 tozunun kimyasal kompozisyonuna çok yakın olduğu görülmüştür.



Şekil 5.10. Çözeltiye alınmış IN718 numunesinden alınmış SEM/EDS nokta analizi

Şekil 5.11.a'da IN718 numunesinin yaşlandırma işlemi sonrasında alınan SEM görüntüsü verilmiştir. SEM görüntüsünde çoğunluğu tane sınırında olmak üzere mikroyapıda bol miktarda çökelti bulunduğu görülmektedir. Şekil 5.5'te verilmiş XRD analizine ait paternlerden de anlaşılacağı üzere mikroyapıda bulunan fazlardan biri de δ fazıdır. SEM görüntüsünde tane sınırındaki çökeltilerden bir kısmının δ fazı, bir kısmının ise karbür ve birincil gama (γ') çökeltileri olabileceği düşünülmektedir.

Şekil 5.11.b’de verilen zaman-sıcaklık-dönüşüm (ZSD) diyagramına göre numunenin maruz bırakıldığı sıcaklık ve süredeki ısı işlem sonucu malzeme içerisinde ikincil gama (γ'') çökeltilerinin oluşmuş olması gerekmektedir. ZSD diyagramının yanında yaşlandırma sonucu, çözeltiliye alınmış malzemenin sertliğinde meydana gelen yaklaşık olarak %100’lük artış da IN718 malzemesine asıl mukavemet kazandıran γ'' fazının oluşmuş olduğunu göstermektedir. Fakat disk şekilli bu intermetalik çökeltiler çok küçük boyutlu (60nm) oldukları için SEM ile görülmeleri çok zordur (Mankins 1990).



Şekil 5.11.a) Yaşlandırılmış IN718 numunesinin SEM görüntüsü, b) Inconel 718 alaşımının ZSD diyagramı (Brook 1988)

Şekil 5.12’de yaşlandırılmış IN718 numunesine ait SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler verilmiştir. SEM elementel haritalama analizine ait bu

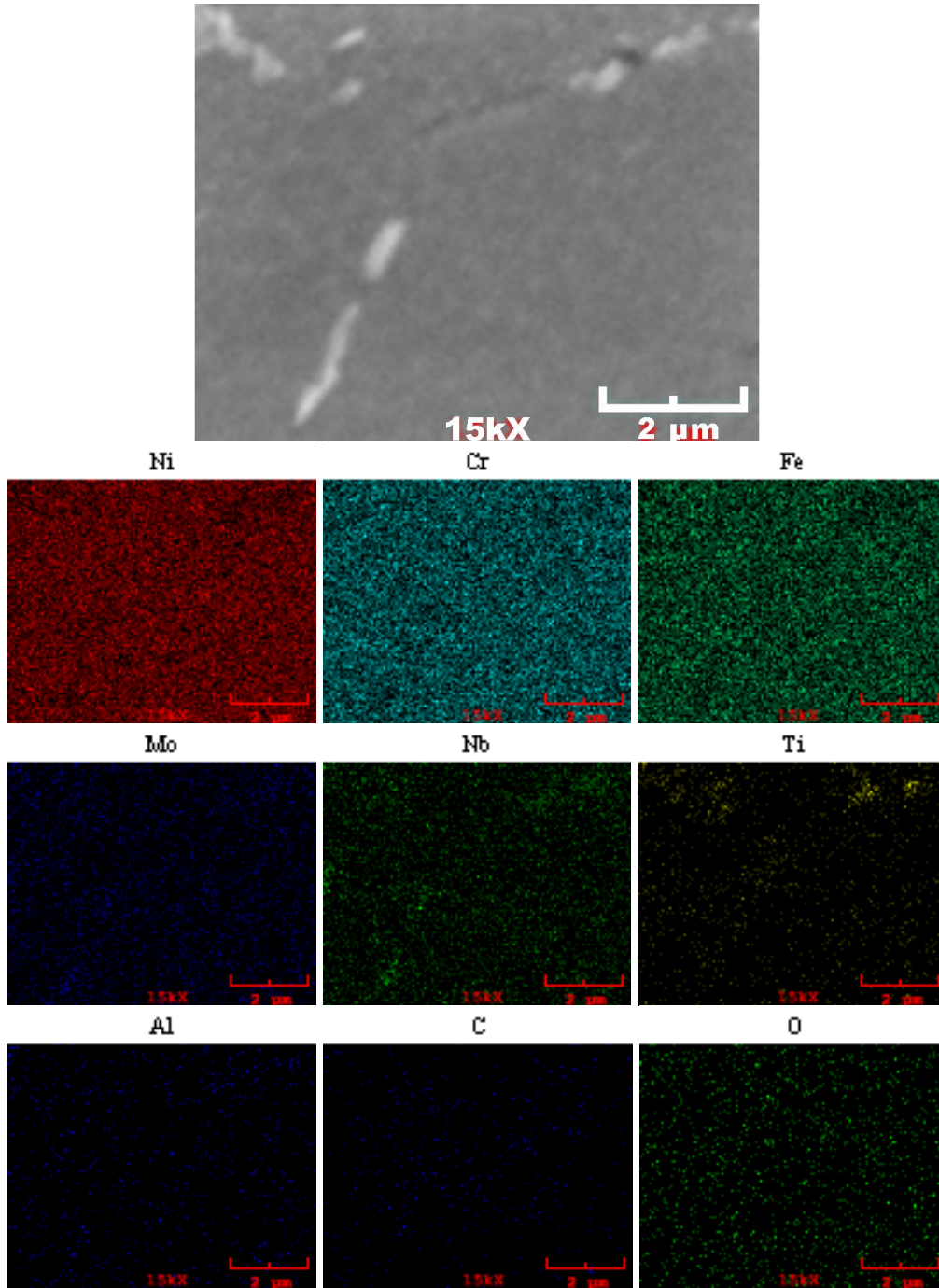
görüntülerden, Nb başta olmak üzere refrakter elementlerin dağılımlarını gösteren görüntüler büyük önem taşımaktadır. Çünkü nikel veya kobalt esaslı süperalaşımlara ilave edilen refrakter elementlerin katı çözeltili oluşturularak veya nano boyutlu intermetalik çökeltileri oluşturularak mukavemet artışı sağlamak, hem tane sınırlarında hem de matris içinde karbür çökeltileri oluşturmak, zararlı etkileri olan TCP fazlarını oluşturmak ve koruyucu oksit tabakası oluşturmak gibi önemli rolleri vardır. Alaşım kompozisyonundaki refrakter element içeriğindeki küçük değişimlerin farklı intermetalik fazların çökeltme kinetiği veya kararlılığı üzerine etkisi vardır (Sundararaman 2002). Bu rollerden mukavemet artışına en büyük katkı sağlayan yaşlandırma sonucu intermetalik çökeltiler oluşturmalarıdır. Ni esaslı süperalaşımlarda intermetalik çökeltiler Al, Ti ve Nb elementlerince oluşturulur. Diğer refrakter elementlerden farklı olarak Nb elementi Ni içerisinde çok az çözünürlük göstermektedir. Bu durum Ni ile Nb elementlerinin atom yarıçapları arasında %14,7 gibi bir fark bulunmasından kaynaklanmaktadır. %20 Cr içeren Ni-Cr matriste 1000-1200°C arasında sadece %7 Nb çözünebildiği ve bu çözünürlüğün azalan sıcaklıkla birlikte azaldığı rapor edilmektedir (Patel 2005). Bununla birlikte bu çalışmada kullanılan IN718 tozu %18.7 Cr ve %3.1 Mo içermektedir. Cr ve Mo matris içerisinde katı çözeltili oluşturmayı tercih eden elementler olup bunların varlığı matrisin intermetalik çökelti oluşturan Al, Ti ve Nb çözücülüğünü azaltmaktadır (Sundararaman 2002). IN718 alaşımı içerisinde ilave edilen demirin de intermetalik çökelti (γ'') oluşumunu arttırdığı bildirilmektedir (Quist 1971). Bunlara ek olarak Nb en yüksek elektropozitivite özelliğine sahip refrakter elementtir. Bu özelliği sayesinde süperalaşım içerisinde Ni_3Nb , NbC veya NbN çökeltileri oluşturabilir. Nb'un YMK yapıları Ni_3Al intermetalik yapısında Al'un yerini alabileceği de rapor edilmektedir (Patel 2005).

Şekil 5.12'de verilmiş olan SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler incelendiğinde Nb elementinin homojene yakın bir dağılım sergilediği görülmektedir. Yukarıda sayılan özellikleri göz önünde bulundurulduğunda, bu çalışmada kullanılan IN718 alaşımının kompozisyonunda bulunan %5 Nb'un büyük kısmının, yaşlandırma işleminden sonra katı çözeltili yerine karbür veya intermetalik çökeltiler oluşturmayı tercih edeceği düşünülmektedir. Bu durumda C elementinin mikroyapıdaki dağılımı önem kazanmaktadır. C elementi, bu bölgeden alınmış SEM

elementel haritalama analizinden elde edilen görüntülere göre herhangi bir noktada belirgin bir yoğunlaşma sergilememiştir. Nb'un da homojene yakın bir dağılım sergilemiş olması, bu bölgede NbC çökmesinin olmadığını gösterir. Bu durum Şekil 5.5'teki XRD analizi tarafından da doğrulanmaktadır. Çünkü daha önce de belirtildiği gibi IN718 alaşımında XRD analizi ile NbC pikleri kolaylıkla tespit edilebilmektedir (Dayong 2006, Liu 1999, Wang 2004). Fakat bu bölgeden alınmış SEM elementel haritalama analizinde ve yapılmış olan XRD analizinde tespit edilememiş olması, yaşlandırılmış numunede hiç NbC bulunmadığı şeklinde anlaşılmalıdır. Çünkü çözeltiye alınmış numuneden alınan SEM elementel haritalama analizi NbC varlığını göstermiş olup, orada tespit edilen NbC'lerin yaşlandırma işleminden sonra da varlığını devam ettirdiği düşünülmektedir. Sadece SEM elementel haritalama analizinin alınmış olduğu bu bölgede NbC çökmesi meydana gelmemiş olduğu kastedilmektedir. SEM elementel haritalama analizi görüntüsüne göre Nb'un tane sınırında birkaç küçük kümeleşme dışında homojen olarak dağılmış olması ve yaşlandırma ısıl işlemiyle malzeme sertliğinde %100'den fazla bir artış olması malzeme içerisinde γ'' (Ni_3Nb) çökeltilerinin oluştuğunu düşündürmektedir. Fakat oluştuğu düşünülen bu çökelti yukarıda da söz edildiği gibi çok küçük boyutlu (60 nm) olduklarından SEM görüntülerinde görülemezler. Bununla birlikte YMK yapıları γ' [$\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$] çökeltisinde Nb'un Al'un yerini alabiliyor olması (Patel 2005, Sundararaman 2002) γ'' fazının yanında γ' fazının da oluşmuş olabileceğini düşündürmektedir. Özellikle Nb ve Ti elementlerinin mikroyapıdaki dağılımlarını gösteren görüntülerin sağ ve sol üst köşelerinde tane sınırında görülen çökeltilerin olduğu bölgelerde Ti ve Nb elementlerinin bir yoğunlaşma sergilemesi ve burada C elementinin yoğunluğunda bir artış olmaması görülen çökeltilerin γ' çökeltileri olduğunu düşündürmektedir. Bunlara ek olarak Şekil 5.5'te verilmiş olan XRD analizine göre yaşlandırılmış malzemede bir miktar δ fazı bulunmaktadır.

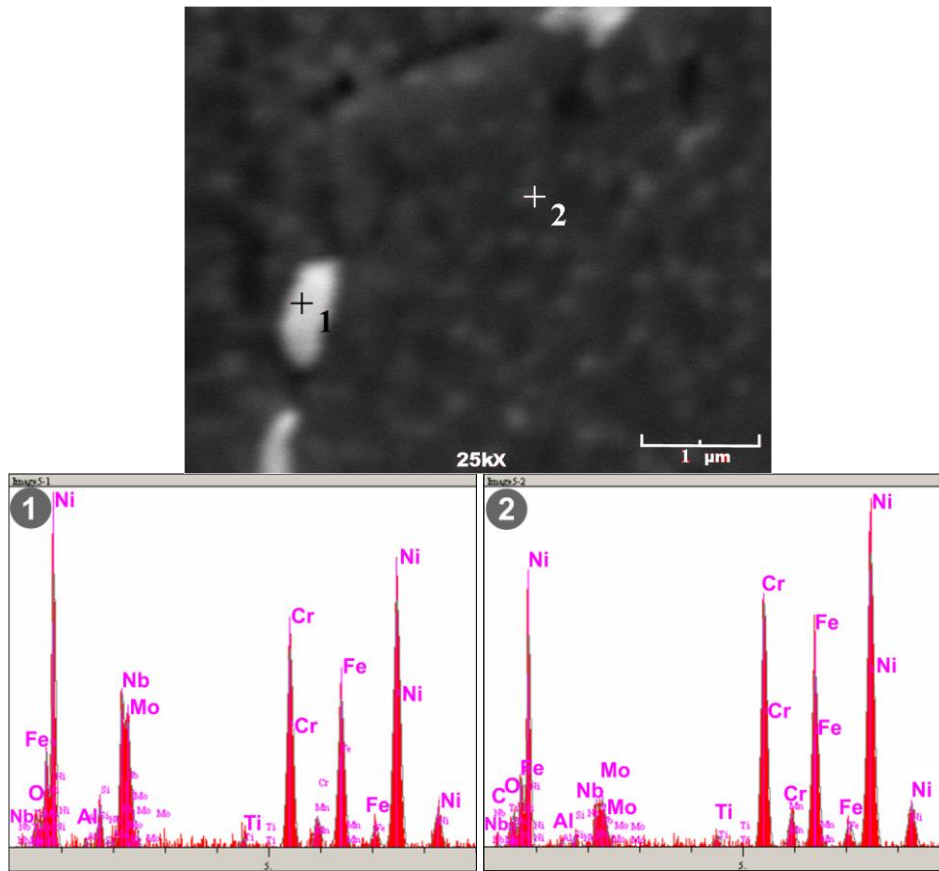
SEM elementel haritalama analizi incelendiğinde görüntünün alt kısmındaki tane sınırında Nb elementinin yoğunlaşma sergilediği, morfolojisi aralıklı çubuklar şeklinde olan çökelti bulunmaktadır. Bu bölgelerde C elementinin miktarında bir artış olmaması bu çökeltilerin δ fazı olduğunu düşündürmektedir. Bu düşünceyi daha önce yapılmış bir çalışmada δ fazının tane sınırlarında sürekli olmayan çubuklar

şeklinde oluştuğunun bildirilmiş (Wang 2004) olması da desteklemektedir. Kimyasal formülü Ni_3Nb olan ve ortorombik kristal yapıya sahip olan δ fazının içerisinde bulunduğu alaşımın mukavemetini artırma yönünde bir etkisi yoktur. Çünkü δ fazı, γ'' fazı gibi gama matris ile bağdaşıklık değildir (Zhang 2010). Fakat δ fazının tane boyutu kontrolü için yararlı olduğu bildirilmektedir (Rao 2006, Zhang 2010).



Şekil 5.12. Yaşlandırılmış IN718 numunesinin SEM elemental haritalama analizine ait görüntüler

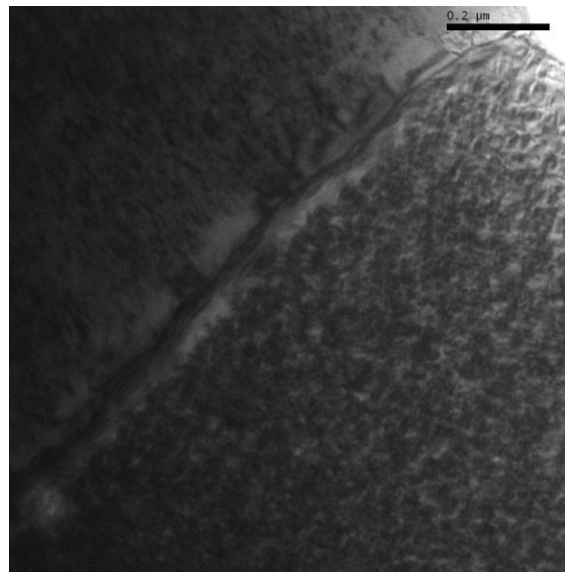
Şekil 5.13'te IN718 malzemesinden yaşlandırma işleminden sonra alınmış SEM/EDS nokta analizine ait görüntüler verilmiştir. 2 farklı noktadan alınan EDS analizi koruyucu atmosfer kullanılmadan yapılan ısıl işlemler sonucunda oksijen miktarında önemli bir artış olmadığını göstermiştir. Tane sınırında görülen çökeltiden alınmış 1 numaralı bölgenin analiz sonucu bu noktada Nb ve C elementlerinin miktarında bir artış olduğunu, dolayısıyla bu oluşumun MC tipi bir karbür olduğunu göstermektedir. 2 numaralı bölgede elementler başlangıç tozuna çok yakın oranlar sergilemişlerdir. 1 ve 2 numaralı bölgeler oksijen oranı bakımından kıyaslandığında çözeltiliye alınmış numunedan alınmış EDS analizi sonuçlarına benzer şekilde tane sınırına daha yakın olan 1 numaralı bölgede oksijen miktarının daha yüksek olduğu görülmektedir. IN718 alaşımın 982°C'ye kadar yüksek sıcaklıklarda oksitlenmeye karşı direncini muhafaza edebildiği belirtilmektedir (Quist 1971). Gerek SEM elementel haritalama analizleri gerekse de EDS analizleri 980°C'de çözeltiliye alma ve 720°C'de yapılan yaşlandırma işlemlerinde koruyucu gaz veya vakum kullanılmamasına rağmen malzemede önemli bir oksitlenme olmadığını göstermiştir.



Şekil 5.13. Yaşlandırılmış IN718 numunesinin SEM/EDS nokta analizi

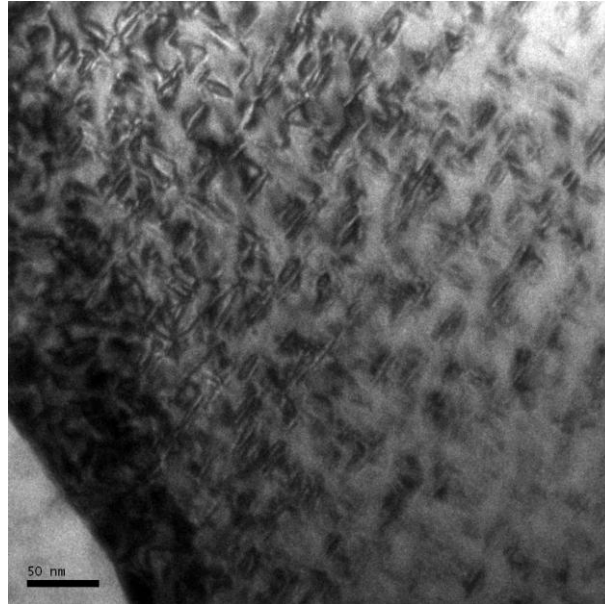
5.1.4.3. TEM incelemeleri

Şekil 5.14'te yaşlandırılmış IN718 numunesinden alınmış TEM görüntüsü verilmiştir. IN718 malzemesine yapılmış olan DSC analizi ile malzemede ergimenin 1247°C'de başlayıp 1307°C'ye kadar devam ettiği daha önce belirtilmişti. Bu veriye dayanılarak 1290°C'de 3 saat süreyle gerçekleştirilen sinterleme işleminin süper solidüs sıvı faz sinterleme mekanizması ile gerçekleştiği belirtilmişti. TEM görüntüsünde malzemenin sinterlenmesinde süpersolidüs sıvı faz sinterleme mekanizmasının etkin olduğu düşüncesini destekler biçimde tane sınırında sinterleme esnasında bir ergime meydana geldiği görülmektedir. Yapılan bir çalışmada, Ni esaslı süperalaşımarda γ' fazının ötektik oluşturabileceği bildirilmektedir. Aynı çalışmada MC tipi karbürlerin de tane sınırında ötektik oluşturabileceği belirtilmektedir (Sun 1999). Gaz atomizasyonu ile üretilmiş Inconel 718 alaşım tozundan HIP ile üretilen parçaların özelliklerini inceleyen bir başka çalışmada Al'un toz parçacıklarının yüzeylerinde oluşturduğu oksitlerin sıvı faz oluşturabileceği rapor edilmiştir (Rao 2006). Bu nedenle IN718 malzemesinin solidüs sıcaklığı üzerinde yapılan ve süper solidüs sıvı faz sinterleme mekanizmasıyla gerçekleştiği düşünülen sinterleme işlemlerinde tane sınırlarında sıvı faz oluşumunun ya γ' fazının ötektiği, ya oksitler tarafından ya da MC tipi karbürler tarafından oluşturulmuş olabileceği düşünülmektedir.

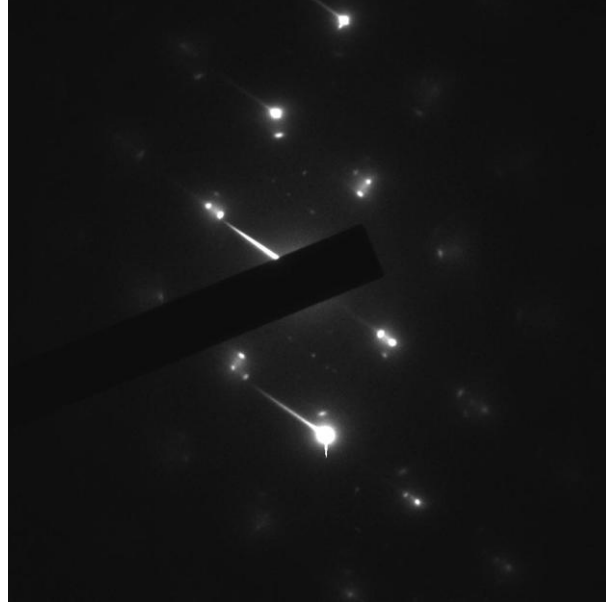


Şekil 5.14. Yaşlandırılmış IN718 numunesinden alınmış TEM görüntüsü

Şekil 5.15'te yaşlandırılmış IN718 malzemesinden alınmış TEM görüntüsü, Şekil 5.16'da bu görüntüye ait seçili alan difraksiyon paterni (SADP) verilmiştir. TEM görüntüsünde IN718 numunesine uygulanan ısıt işlemler sonucu oluşan intermetalik çökeltiler net bir biçimde görülmektedir. Görüntü incelendiğinde oluşmuş olan bu çökeltilerin büyük çoğunluğunun yaklaşık olarak 5 nm kalınlıkta ve 20–25 nm çapında disk şekilli oldukları ve homojen bir dağılım sergiledikleri görülmektedir. Morfolojilerinin disk şeklinde olması bu çökeltilerin 718 alaşımının üstün mekanik özelliklere sahip olmasında en büyük rolü üstlenen ve yaşlandırma işleminin asıl gayesini teşkil eden γ'' çökeltileri olduğuna işaret etmektedir. Çalışmada kullanılan IN718 tozunun bileşiminde Al ve Ti elementlerinin bulunması yaşlandırma işlemiyle malzeme içerisinde γ' çökeltileri de meydana gelmesini gerektirmektedir. TEM görüntüsünde yer yer küresel şekilli olan γ' çökeltileri olduğu da görülmektedir. IN718 alaşımı, yaşlanma işlemiyle oluşturulan bu fazlar ile gama matris arasında meydana gelen bağdaşıklık gerilmeleri sayesinde mukavemet kazanmaktadır (Korth 2000, Slama 2000, Sundararaman 2002). Bu çökeltilerin bol miktarda oluşmuş olması TEK ile üretilmiş IN718 alaşımına uygulanan yaşlandırma ısıt işleminin başarılı olduğunun göstergesidir.

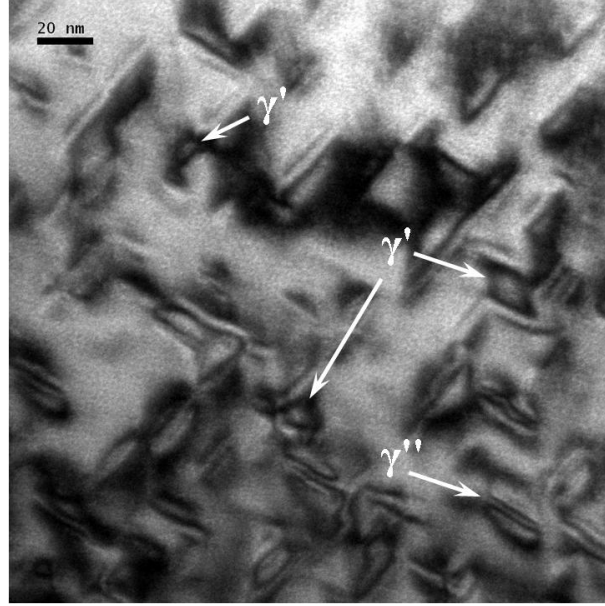


Şekil 5.15. IN718 malzemesinde yaşlandırma sonucu oluşan intermetalik çökeltiler



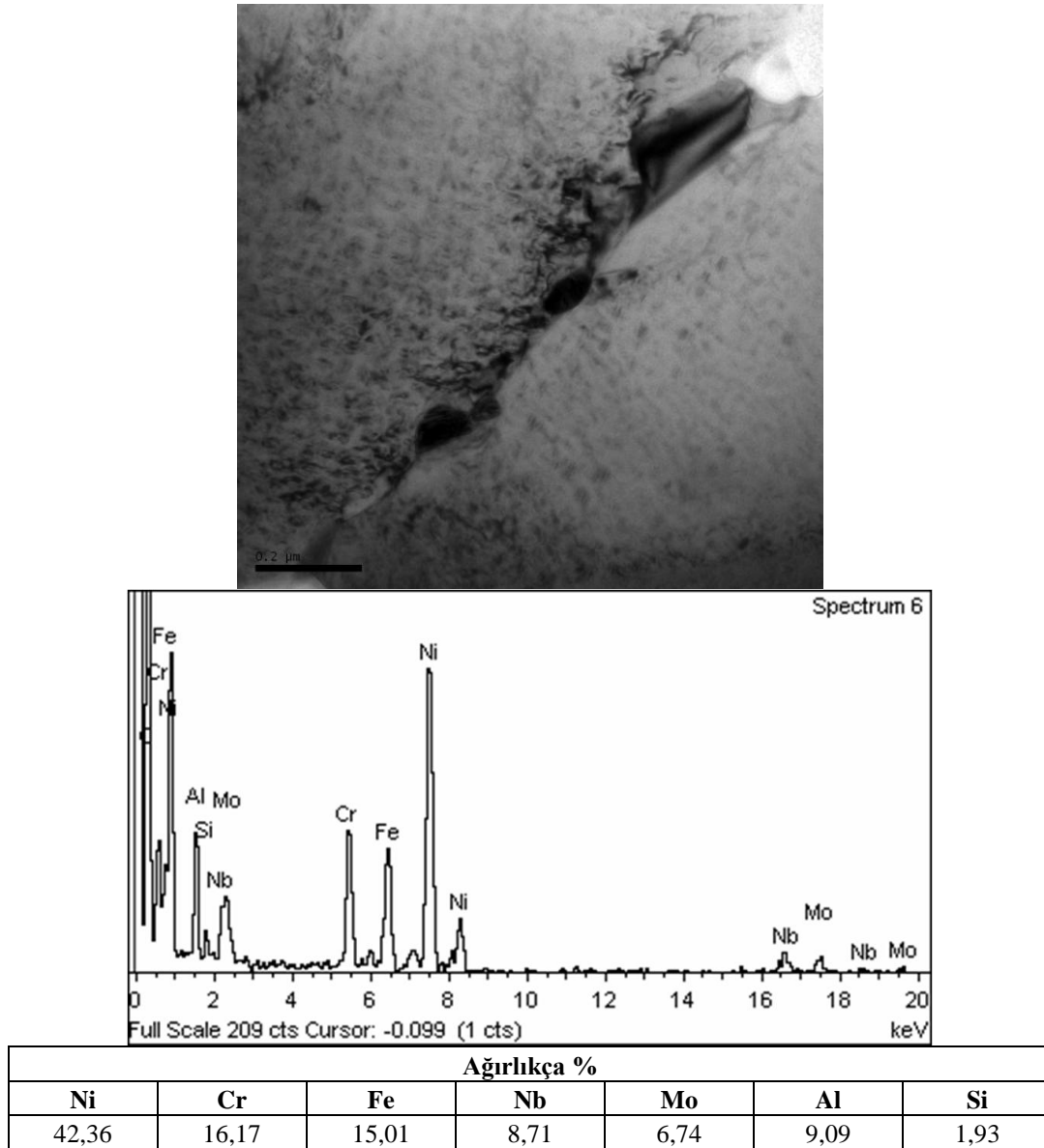
Şekil 5.16. IN718 numunesinde yaşlandırma sonucu oluşan intermetalik çökeltilerin SADP görüntüsü

Şekil 5.17'de yaşlandırma işlemine tabi tutulmuş IN718 numunesinden daha yüksek büyütme ile alınan TEM görüntüsü verilmiştir. Görüntüde hem disk şekilli çökeltiler hem de küresel şekilli çökeltiler net bir biçimde ayırt edilebilmektedir. Disk şekilli çökeltiler yukarıda da belirtildiği gibi γ'' çökeltileri iken küresel şekilli çökeltilerin γ' çökeltileri olduğu düşünülmektedir. Inconel 718 alaşımında γ' ve γ'' intermetalik çökeltilerinin 600-900°C aralığında üniform dağılmış küçük çökeltiler halinde çökeldiği bilinmektedir (Azadian 2004). 718 alaşımı içerisinde oluşan fazlardan alaşımın mukavemet kazanmasında temel rolü γ'' fazının üstlendiği, γ' fazından daha düşük miktarda bulunan γ' fazının da mukavemet artışına katkıda bulunduğu bildirilmektedir (Wang 2004). γ' çökeltilerinin formülü $Ni_3(Al, Ti)$ olup yüzey merkezli kübik yapıya sahiptir. Karalı bir faz olan γ' çökeltileri de meydana getirdikleri bağdaşıklık gerilmeleri ile mukavemet artışı sağlarlar.



Şekil 5.17. Yaşlandırılmış IN718 numunesinde γ' ve γ'' çökeltileri

Şekil 5.18'de yaşlandırılmış IN718 malzemesinin tane sınırından alınmış TEM/EDS analizine ait görüntüler verilmiştir. EDS analizi sonuçlarına göre başlangıç tozunun kimyasal bileşimine nazaran bu bölgede Nb, Mo ve Al elementlerinin miktarlarında artış olduğu görülmektedir. Özellikle başlangıç tozunda % 0,33 (ağırlıkça) Al varken burada ağırlıkça % 9,09 Al bulunması γ' çökeltisini akla getirmektedir. Formülü $Ni_3(Al, Ti)$ şeklinde olan YMK yapılu bu intermetalik çökeltinin Ni esaslı süperalaşımarda farklı şekillerde oluşabileceği bildirilmektedir. Bu fazın, tane içlerinde küresel veya kübik morfolojiye sahip çökeltiler oluşturabilmenin yanında, taneler arası sürekli bir film halinde çökelebileceği veya nodül (yumru) şeklinde çökeltiler oluşturabileceği de bilinmektedir. Bunlara ek olarak γ' fazının MC tipi karbürlerin dış yüzeylerini kaplayan bir zarf şeklinde de oluşabileceği belirtilmektedir. γ' fazının içerisine özellikle Nb, Ta ve Cr elementlerinin de girebileceği bildirilmiştir (Bradley 1988). Bu yüzden burada γ' fazının varlığının kesin olduğu söylenebilir. Fakat Nb ve Mo elementlerinin aynı zamanda karbür oluşturucu elementler olması iki ihtimali doğurmaktadır. Bunlardan biri γ' fazının buradaki Nb'u içersinde barındırması, diğeri ise γ' fazının Nb ve Mo elementlerini de içeren MC tipi karbürün dış yüzeyinde bir zarf şeklinde oluştuğudur. Fakat her iki ihtimalde de oluşmuş olan çökeltiler IN718 alaşımının mukavemetini artırıcı rol oynamaktadırlar.



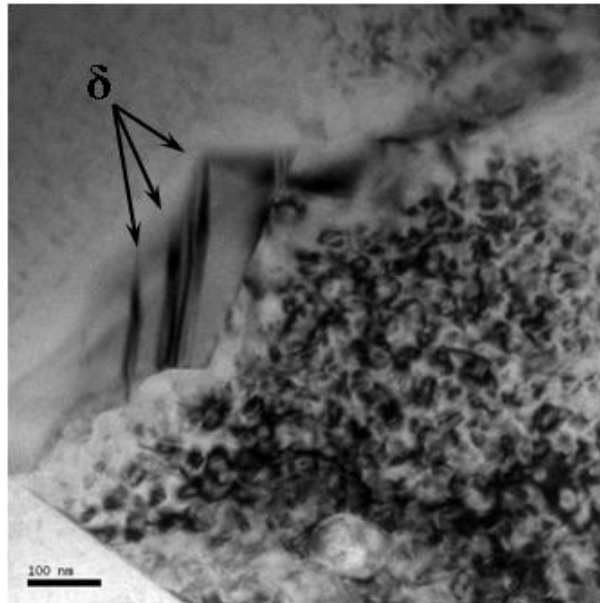
Şekil 5.18. Yaşlandırılmış IN718 numunesine ait TEM/EDS analizi

Şekil 5.19’da yaşlandırılmış IN718 malzemesinin tane sınırından alınmış TEM görüntüsünde iğnesel şekilli ve büyük boyutlu çökeltiler olduğu görülmektedir. Bu çökeltilerin, formülü Ni_3Nb olan ortorombik yapılı δ fazı çökeltileri olduğu düşünülmektedir. γ'' veya γ' fazlarının çökmesiyle mukavemet kazanan ve yüksek miktarda Nb içeren tüm nikel esaslı ve nikel-demir esaslı alaşımlar üretim veya servis şartlarında dönüşen δ fazı oluşumuna karşı hassastırlar (Sundararaman 2002). Yüksek sıcaklıklarda taneler arasında çökelen δ fazının (Sundararaman 1988) levha veya küresel şekilli olabileceği bildirilmektedir (Sundararaman 2002). Bu çalışmada

yapılmış olan XRD analizleri hem başlangıç tozunda, hem sinterlenmiş malzemede hem de yaşlandırılmış durumdaki malzemede δ fazı bulunduğunu göstermiştir. Başlangıç tozunda atomizasyon esnasında, sinterlenmiş malzemede ise soğuma esnasında (1290°C 'den $10^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ hızla) olduğu düşünülen δ fazının çözeltilmeye alma ve yaşlandırma işlemlerinde yeniden oluşmayıp kendini muhafaza ettiği düşünülmektedir. Çünkü şimdiki çalışmada çözeltilmeye alma sıcaklığı 980°C olarak uygulanmış olup önceden yapılmış bir çalışmada δ fazının solvüs sıcaklığının 1010°C civarında olduğu belirtilmiştir (Rao 2004). Bir başka çalışmada bu bulguyu destekler biçimde δ fazının solvüs sıcaklığının yaklaşık 1000°C olduğu belirtilmiştir (Azadian 2004). Soğuma hızının intermetalik çökeltilerin oluşması üzerine etkisinin incelendiği bir çalışmada δ fazının, 1100°C 'de çözeltilmeye alınıp $5^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ 'dan daha yavaş hızla soğutulan Inconel 718 numunelerinde olduğu bildirilmiştir. Hatta yine bu çalışmada soğuma hızının azalmasıyla oluşan δ fazının boyutunun arttığı da bildirilmiştir. Yine aynı çalışmada δ fazının tane sınırlarında oluşmayı tercih ettiği de belirtilmektedir (Geng 1997). Bir başka çalışmada 718 alaşımının dövme işleminin δ fazının solvüs sıcaklığının biraz altında 980°C 'de yapıldığı, bunun amacının tane irileşmesine engel olduğu için yapıda yeterli miktarda δ fazı bulunmasını sağlamak olduğu belirtilmektedir (Dehmas 2011). Tüm bu açıklamalardan bu çalışmada IN718 malzemesi içerisinde oluşan δ fazının sinterleme sonrası soğuma esnasında olduğu kesinlik kazanmaktadır.

Delta fazının 100 saatin altındaki yaşlandırma süreleri için 700°C ile solvüs sıcaklığı olan 1000°C 'de arasında çökeldiği belirtilmekle birlikte çökeltme hızının 900°C civarında maksimum olduğu söylenmektedir. Fakat 900°C 'ye kadarki sıcaklıklarda δ fazı yerine γ'' çökeltmesinin baskın olduğu bildirilmektedir (Azadian 2004). Tez çalışmasında çözeltilmeye alınan IN718 malzemeleri iki aşamada yaşlandırılmış ve en yüksek sıcaklık olarak 720°C kullanılmıştır. Bu sıcaklıkta 9 saat bekletilen numunelerin sıcaklığı 620°C 'ye düşürülmüş yani yaşlandırma işlemi γ'' fazının çökeltmesinin baskın olduğu sıcaklıklarda gerçekleştirilmiştir. Bu durum, yukarıdaki açıklamalar da göz önünde bulundurulduğunda, δ fazının yaşlandırma işlemi esnasında değil, sinterleme sonrası soğuma esnasında olduğu düşüncesini desteklemektedir. Normalde δ fazı tane sınırlarında çekirdeklenerek çökeltir ve oluşan çekirdekler levhalar şeklinde büyüyerek tane içlerine doğru genişler. Delta fazının, γ''

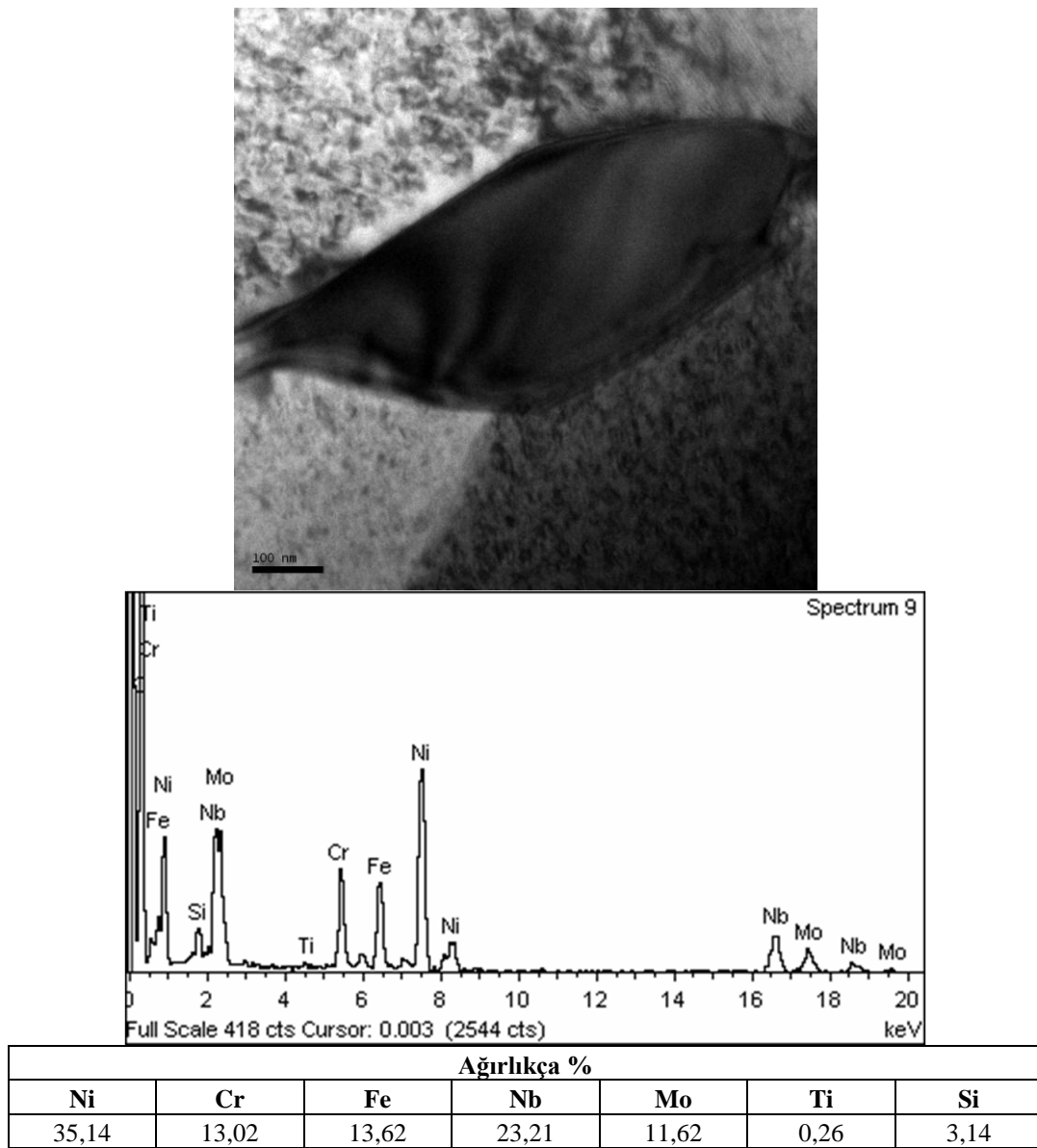
fazının bulunması halinde tane içlerinde de çekirdeklenebileceği söylenmektedir (Azadian 2004). Fakat tez çalışmasında birçok farklı bölgeden SEM ve TEM görüntüleri alınmasına rağmen tane içinde çökelmiş δ fazına rastlanmamıştır. Zaten δ fazının oluşması veya γ'' fazı bulunduğu için tane içinde çekirdeklenebilmesi için uzatılmış yaşlandırma işlemlerinin veya yüksek sıcaklıkta yapılan yaşlandırma işlemlerinin veya yüksek sıcaklık servis şartlarında malzemenin bir süre çalışmasının gerektiği bildirilmektedir (Slama 2000). Uygulanan yaşlandırma işlemlerinde γ'' fazının δ fazına dönüşmesi için yeterli sürenin tanınmadığı düşünülmektedir. Aslında XRD analizinden elde edilen pikler de göz önünde bulundurularak yaşlandırılmış IN718 numunelerinde oluşmuş olan δ fazı miktarının az olduğu söylenebilir. Zaten δ fazının bol miktarda oluşması arzu edilen bir durum değildir. Çünkü alaşıma asıl mukavemet kazandıran γ'' fazı da δ fazı gibi Nb esaslı çökeltilerdir. Delta fazının büyümesi γ'' fazının azalmasına yol açmaktadır (Azadian 2004). Yaşlandırma sıcaklığının 900°C 'den düşük olmasının ve sürenin az olmasının bu olumsuzluğun önüne geçtiği anlaşılmaktadır.



Şekil 5.19. Yaşlandırılmış IN718 numunesinde tane sınırı δ fazı çökeltileri

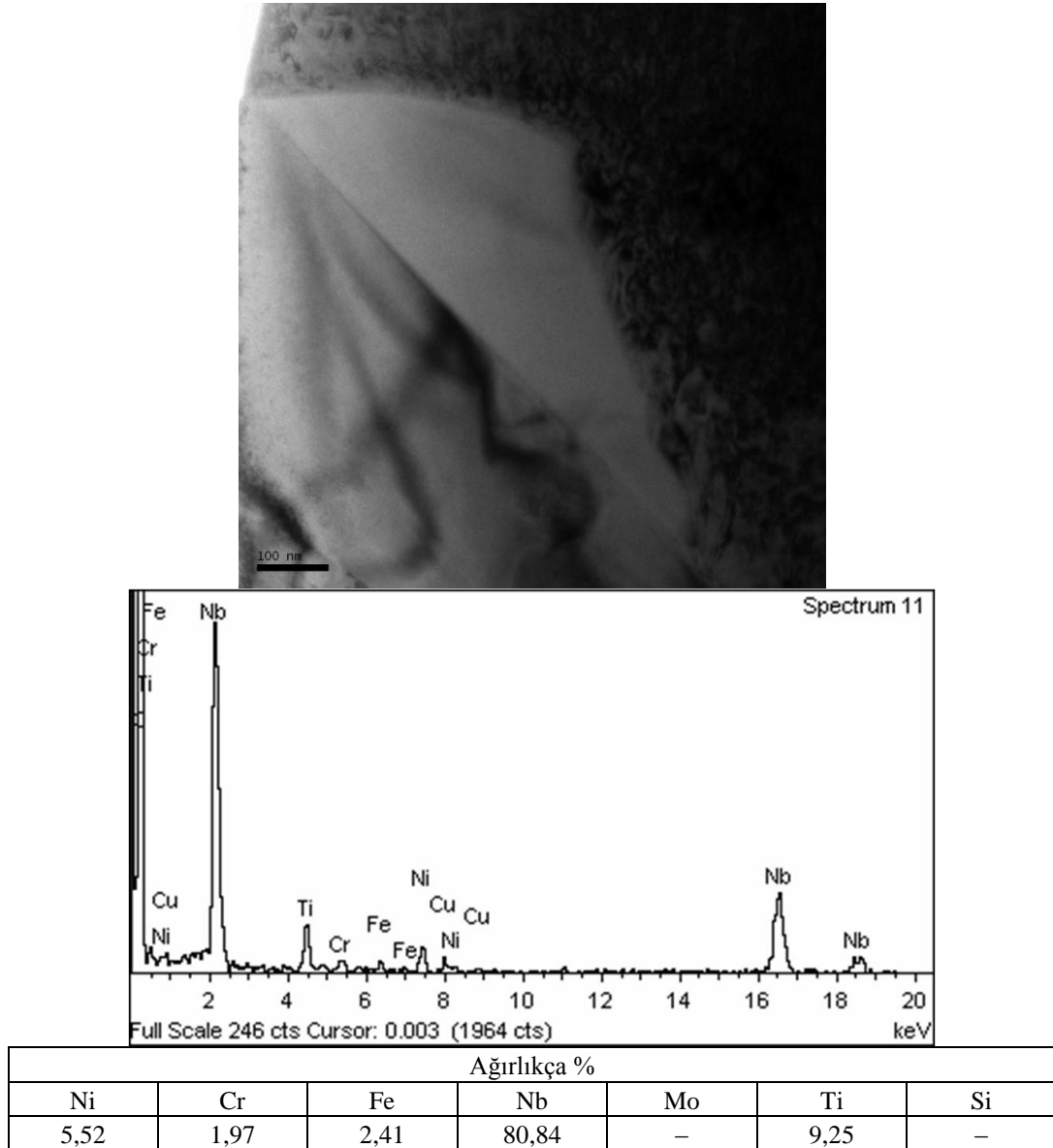
Şekil 5.20'de yaşlandırılmış IN718 numunesinin başka bir bölgesinden alınmış TEM/EDS analizine ait görüntüler verilmiştir. EDS analizi tane sınırında görülen çökeltilerde Nb miktarının oldukça yüksek olduğunu göstermektedir. Nb ile birlikte bu

çökeltide önemli miktarda Mo ve Ni bulunmaktadır. Hepsinden önemlisi bu çökeltinin başlangıç tozuna nazaran yüksek miktarda Si ihtiva etmesi, topolojik sıkı paket (TCP) fazlarından biri olan Laves fazı olabileceğini düşündürmektedir. Çünkü Si ve Nb elementlerinin 718 alaşımında Laves fazı oluşumunu teşvik edici rol oynadıkları bildirilmektedir. Laves fazı en çok demir-nikel esaslı alaşımlarda taneler arası çöktiller şeklinde görülürken, tane içi çöktiller şeklinde de görülebilmektedir. Aşırı miktarları oda sıcaklığı çekme sünekliğini azaltırken sürünme özellikleri üzerine önemli etkileri yoktur (Davis 2000).



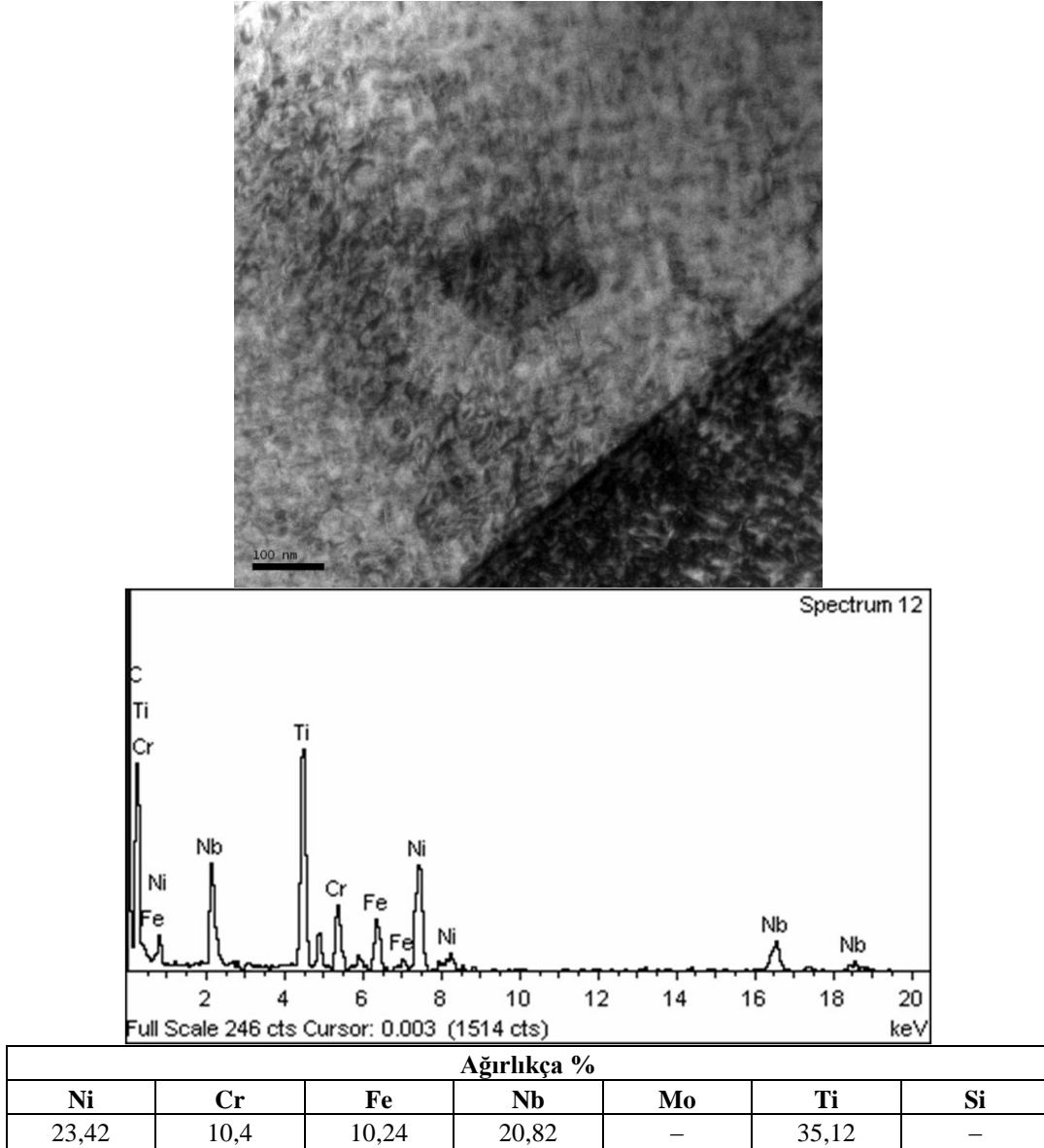
Şekil 5.20. Yaşlandırılmış IN718 numunesinin tane sınırında Laves fazı oluşumunu gösteren TEM/EDS analizi

Şekil 5.21’de yaşlandırılmış IN718 malzemesinin tane sınırından alınmış olan TEM/EDS analizine ait görüntüler yer almaktadır. Bu noktadan alınan EDS analizi çökeltinin ağırlıkça %80,84 Nb’dan oluştuğunu göstermektedir. Bu yüzden bu oluşumun direkt olarak MC tipi NbC çökeltisi olduğu söylenebilir. Daha önce de belirtildiği gibi tane sınırında oluşan MC tipi karbürler kompozisyonlarında Nb elementi ile birlikte Ti, Cr, Ni, Mo elementlerini de ihtiva edebilmektedirler. TEM/EDS analizi ile tespit edilen bu NbC çökeltisinin kimyasal bileşiminin, Tablo 5.1’de gösterilmiş olan tane sınırı MC tipi karbürün kimyasal bileşimine çok yakın olduğu görülmüştür. Bu tür karbürler tane sınırı kaymasını engelleyerek malzeme mukavemetinin artmasına katkıda bulunurlar (Sundaraman 2002). Modern 718 alaşımında sadece MC tipi karbürlerin bulunabileceği rapor edilmektedir. Bunun da vakumlu döküm kullanılmasıyla daha eski üretim yöntemlerine nazaran malzeme içerisindeki karbon miktarının düşüklüğüne bağlanabileceği bildirilmiştir. Yine bu çalışmada MC tipi karbürlerin yüksek sıcaklıklarda oluştuğu ve 1200°C’ye kadar yüksek sıcaklıklara kadar kararlı oldukları bildirilmektedir (Niang 2010). Bu açıklamalar göz önünde bulundurulduğunda tane sınırından alınmış TEM görüntüsünde görülen Nb tarafından oluşturulmuş MC tipi karbürün yaşlandırma işlemi esnasında oluşmadığı, sinterleme işleminden sonraki soğuma aşamasında oluştuğu ve çözeltiliye alma işleminde kendini muhafaza ettiği söylenebilir. Bu düşüncüyü çözeltiliye alınmış malzemeye uygulanan SEM elementel haritalama analizinden elde edilen sonuçlar da desteklemektedir.



Şekil 5.21. Yaşlandırılmış IN718 numunesinin tane sınırında oluşmuş NbC çökeltisi

Şekil 5.22’de tane içerisinde oluşmuş bir çökeltinin ne olduğunun anlaşılabilmesi amacıyla alınan TEM/EDS analizine ait görüntüler verilmiştir. EDS analizine göre bu çökelti ağırlıkça %35 Ti ve %20 Nb içermektedir. Elde edilen piklerde C elementine ait pikin olması ve IN718 alaşımında Laves fazı oluşumunu akla getiren Si elementinin hiç bulunmaması, söz konusu oluşumun tane içerisinde çökelmiş blok morfolojili MC tipi bir karbür olduğunu göstermektedir.



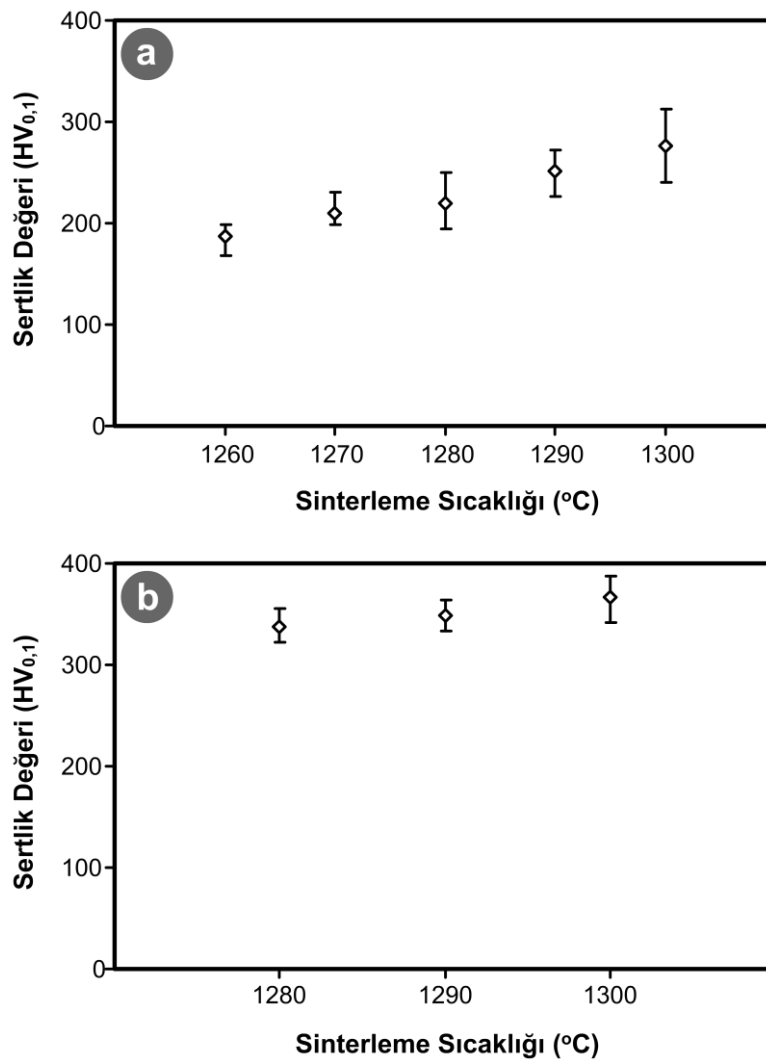
Şekil 5.22. Yaşlandırılmış IN718 numunesinde tane içi MC karbürü

5.1.5. Mekanik Testler

5.1.5.1. Sertlik ölçümleri

Sinterlenmiş numunelere uygulanan sertlik ölçümleri sonucunda elde edilen değerler 1 saat süreyle sinterlenen numuneler için Şekil 5.23.a'da, 3 saat süreyle sinterlenen numuneler için Şekil 5.23.b'de gösterilmiştir. Grafikler incelendiğinde sertliğin yoğunluk artışına paralel olarak sinterleme sıcaklığı ve süresiyle arttığı görülmektedir. En yüksek yoğunluğun elde edildiği 1290°C'de 3 saat sinterlenen

numuneden ölçülen sertlik değeri 348 ± 10 HV_{0,1} olmuştur. Miura ve arakadaşları tarafından yapılan çalışmada (Miura 2010) bu çalışmadakine benzer bir şekilde artan bağıl yoğunluk ile sertliğin de arttığı bildirilmiştir. Söz konusu çalışmada en büyük parçacık boyutu 22 µm olan gaz atomizasyonu ile üretilmiş tozlar kullanılarak TEK ile üretilen numunelerde, sinterleme sonucu en yüksek bağıl yoğunluğun (%98–99) elde edildiği numunenin sertliğinin 340HV olduğu rapor edilmiştir. Bu değer su atomizasyonu ile üretilmiş tozların kullanılmasıyla üretilen numunelerde 250 HV mertebelerinde olmuştur (Miura 2010).

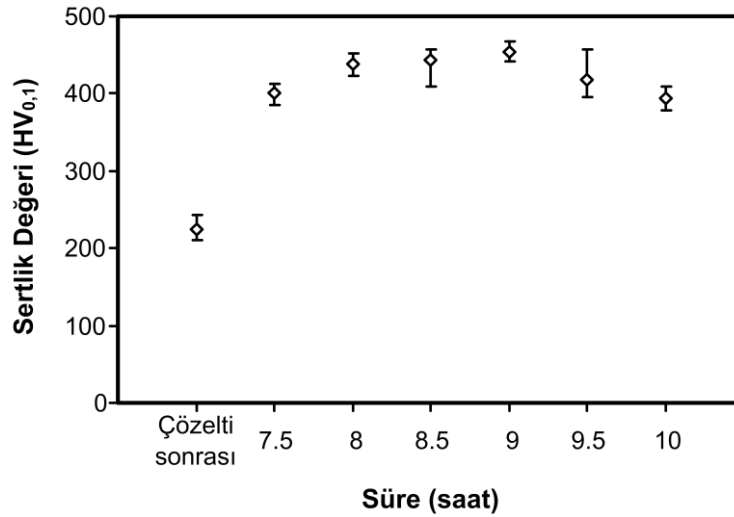


Şekil 5.23. IN718 numunelerinde farklı sıcaklıklarda, a) 1 saat, b) 3 saat süreyle gerçekleştirilen sinterlemeler sonucu elde edilen sertlik değerleri

Isıl işlemlerde sinterleme sonucu şekil kaybı olmadan en yüksek yoğunluğu sağlayan 1290°C'de 3 saat sinterlenmiş numuneler kullanılmıştır. Şekil 5.24'te AMS 5662

standardına (Tillack 1991) göre 980°C’de 1 saat çözeltiliye alınıp suda soğutulduktan sonra 720°C’de farklı sürelerde fırında bekletildikten sonra 620°C’de 8 saat fırında bekletme ile gerçekleştirilen yaşlandırma ısıl işlemleri sonrasında ölçülen sertlik değerleri verilmiştir. 980°C’de 1 saat çözeltiliye alınıp suda soğutulan numunenin sertliği 224±15 HV_{0,1} olarak ölçülmüştür. Sinterleme sonrası sertliği 348±15HV_{0,1} olan numunenin çözeltiliye alındıktan sonra sertliğinde meydana gelen düşüş yapı içerisindeki karbür ve intermetalik çökeltilerin aşırı doymuş katı çözeltili durumuna geçtiğini düşündürmektedir. Farklı sürelerde gerçekleştirilen ısıl işlemler sonucu en yüksek sertlik artışının 720°C’de 9 saat+620°C’de 8 saat yaşlandırılan numunede meydana geldiği tespit edilmiştir. Bu değer 454±13 HV_{0,1} olarak ölçülmüştür. Malzeme sertliğinde meydana gelen bu belirgin artış yaşlandırma işleminin amacı olan intermetalik çökeltilerin oluştuğunu düşündürmektedir.

Johnson ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada Inconel 718 tozundan toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile şekillendirilip 1260°C’de 2 saat sinterlenen numunelerin ısıl işleme tabi tutulması sonucu 31–33 HRC sertlik elde edildiği rapor edilmektedir (Johnson 2004). Bu değer yaklaşık 330 vickers karşılık gelmektedir. Gülsoy ve arkadaşları (Gülsoy 2011) tarafından yapılan bir çalışmada ise TEK ile şekillendirilip 1285°C’de 2 saat sinterlenen IN718 malzemesinin sertliğinin 32 HRC olduğu rapor edilmiştir ki bu değer yaklaşık olarak 320 HV’dır. Literatürde dövme Inconel 718 alaşımının ısıl işlem görmüş durumdaki sertliği 36 HRC olarak bildirilmektedir ki bu değer takriben 360 HV’dır (Mankins 1990). Tez çalışmasında, bahsi geçen çalışmalarda ulaşılan sertlik değerlerinden ve literatürde dövme yoluyla üretilmiş Inconel 718 alaşımı için belirtilen sertlik değerinden çok daha yüksek bir sertliğe ulaşılmıştır.



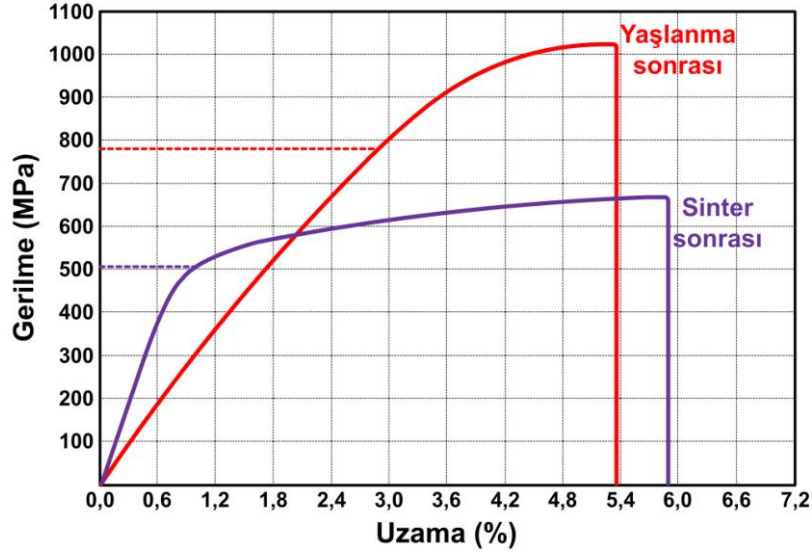
Şekil 5.24. IN718 alaşımının farklı sürelerle gerçekleştirilen ısı işlemlere bağlı olarak sertlik değişimi

5.1.5.2. Çekme deneyi

IN718 numunelerinin sinterleme sonrasında ve yaşlandırma ısı işlemi sonrasında gerçekleştirilen çekme testlerinin sonuçları Şekil 5.25'te verilmiştir. Yaşlandırma işlemi bu malzemedeki sertlikte çok büyük bir artış sağladığı gibi mukavemette de büyük artış sağlamıştır. Mukavemette meydana gelen artışın yanında malzemenin sünekliğinde bir miktar düşüş olduğu görülmektedir. Yaşlandırma işleminden sonra sertlikte ve mukavemette meydana gelen artış SEM ve TEM incelemelerinin gösterdiği üzere meydana gelen çökeltilere bağlanmaktadır. Sinterlenmiş numunelerin ortalama akma ve çekme mukavemeti değerleri sırasıyla 506 ve 629 MPa iken yaşlandırma ısı işleminden sonra bu değerler sırasıyla 780 ve 1022 MPa olarak ölçülmüştür.

Gülsoy ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada TEK ile üretildikten sonra ısı işleme tabii tutulan IN718 malzemesinden 1065 MPa çekme mukavemeti elde edildiği bildirilmiştir. Gülsoy ve arkadaşlarının bu çalışmadakinden çok az daha yüksek bir çekme mukavemeti elde etmeleri, bu çalışmadakinden çok az daha yüksek bir bağıl yoğunluğa ulaşmış olmalarından kaynaklanabileceği düşünülmektedir (Gülsoy 2011). Johnson ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada ise TEK ile üretilip %98,8 bağıl yoğunluğa ulaşılan ve ısı işlem görmüş 718 alaşımının akma mukavemeti 900 MPa, çekme mukavemeti ise 1065 MPa olarak tespit edilmiştir.

(Johnson 2004). Daha önce yapılmış olan çalışmalardaki sonuçların şimdiki çalışmaya çok yakın olduğu, aradaki küçük farkların çalışmalarda kullanılan tozların tane boyutu ve kimyasal bileşim farklılıklarından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.



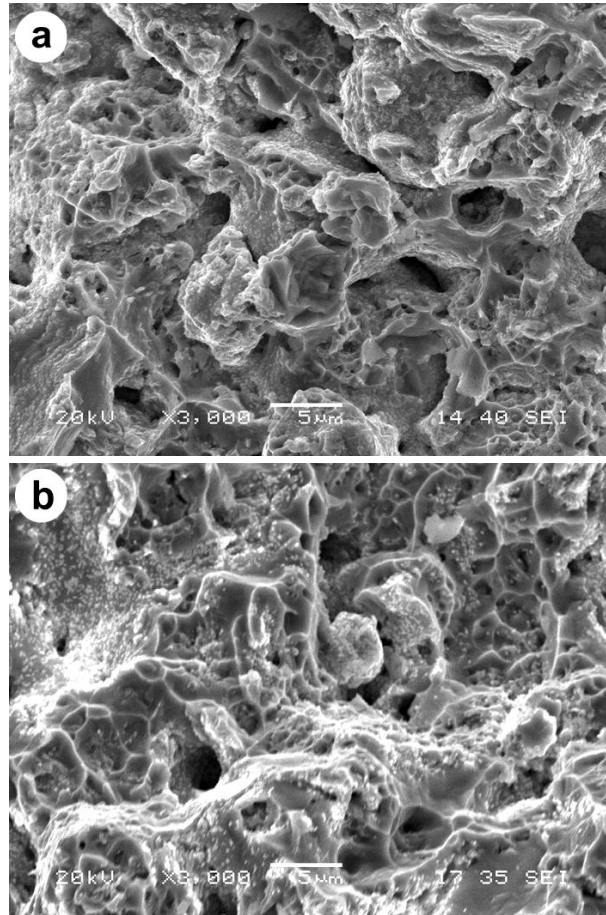
Şekil 5.25. IN718 numunelerinin sinterlenmiş ve yaşlandırılmış durumdaki ortalama çekme eğrileri

Tablo 5.2’de IN718 numunelerinden sinterleme ve ısıl işlemler sonrası elde edilen mukavemet değerleri verilmiş olup, aynı zamanda döküm ve dövme yoluyla üretilmiş 718 alaşımlarının mukavemet ve süneklik değerleriyle kıyaslama yapılmıştır. Elde edilen mukavemet değerlerinin döküm ve dövme yoluyla üretilen malzemelerden daha düşük olduğu görülmekte olup, bunun malzemenin tam yoğunluğa çıkarılamamış olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Özellikle birim uzunluğa karşılık gelen uzama miktarının çok daha düşük olması bu düşüncüyü kuvvetlendirmektedir.

Tablo 5.2 TEK ile üretilmiş IN718 numunelerinden elde edilen mukavemet değerlerinin döküm ve dövme 718 alaşımlarıyla kıyaslanması

| IN718 Alaşımının Durumu | Akma Mukavemeti (MPa) | Çekme Mukavemeti (MPa) | Uzama (%) |
|----------------------------------|-----------------------|------------------------|-----------|
| Sinterlenmiş | 506±29 | 667±25 | 5,8±0,4 |
| Yaşlandırılmış | 780±36 | 1022±58 | 5,3±0,5 |
| Döküm Inconel 718 (Ericson 2005) | 915 | 1090 | 11 |
| Dövme Inconel 718 (Stoloff 2005) | 1185 | 1435 | 21 |

Şekil 5.26'da sinterlenmiş ve yaşlandırılmış IN718 numunelerinin kırılma yüzeylerinden alınmış SEM görüntüleri verilmiştir. Her iki durumda da kırılmanın taneler arasından gevrek olarak gerçekleştiği görülmekle birlikte bu durum yaşlandırılmış numunenin kırılma yüzeyinde daha belirgindir. Sinterlenmiş numunenin kırılma yüzeyi her ne kadar kırılma gevrek olarak gerçekleşmiş olsa da yaşlanmış numuneye kıyasla daha sünek bir görüntü sergilemektedir. En önemlisi yaşlandırılmış numunenin kırılma yüzeyinde sinterlenmiş numuneden farklı olarak intermetalik çökeltiler olduğu düşünülen açık renkte ve nano boyutta çökeltilerin tüm kırılma yüzeyine dağılmış olduğu görülmektedir. Aynı zamanda kırık yüzeylerinde gevrek olarak kırılmada rol oynadığı düşünülen düşük miktarda gözenek olduğu da görülmektedir.

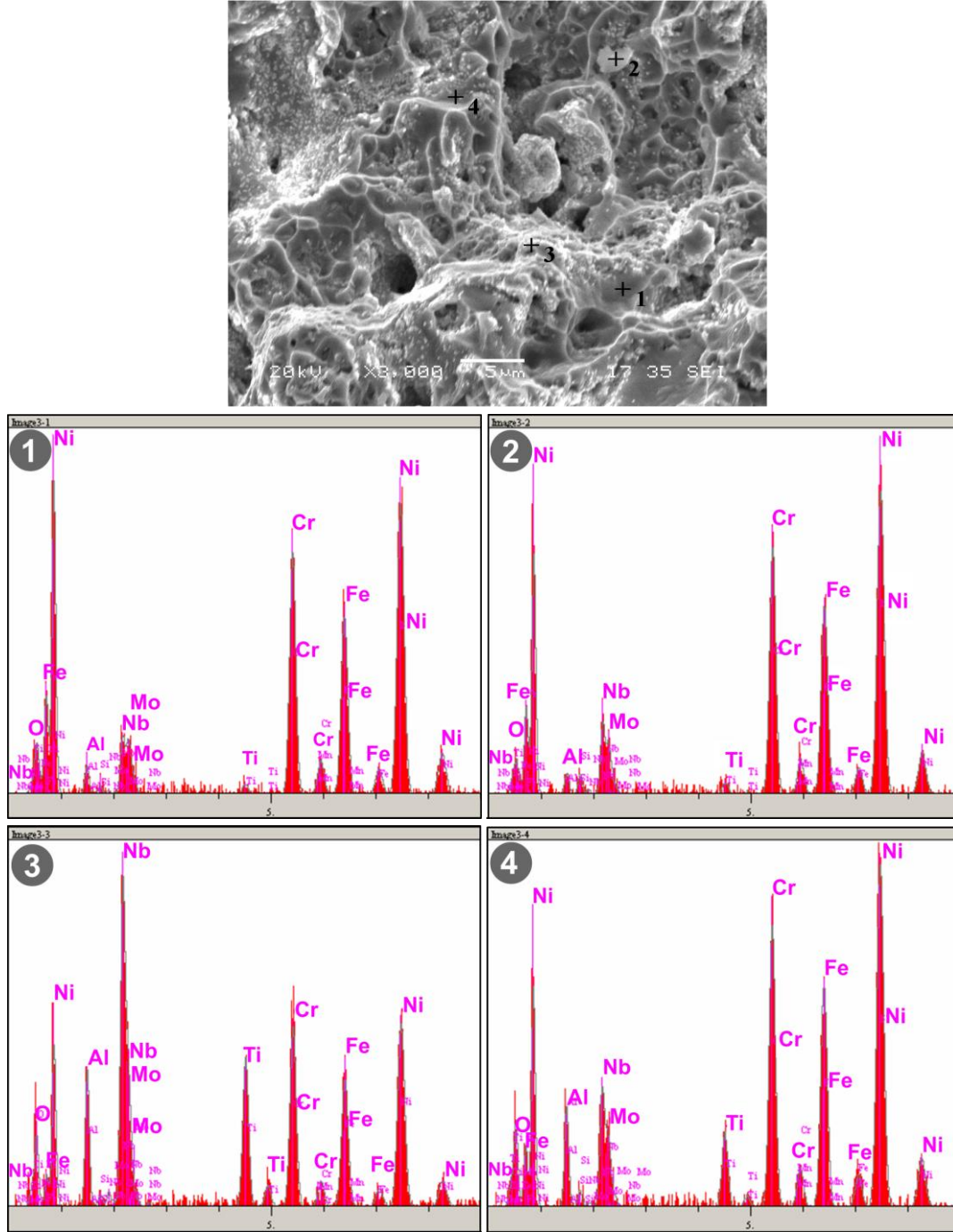


Şekil 5.26. Çekme deneyinden sonra alınmış; a) Sinterlenmiş, b) Yaşlandırılmış IN718 numunelerinin kırılma yüzeyi SEM görüntüleri

Şekil 5.27'de yaşlandırılmış IN718 numunesinin çekme deneyi sonrası kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS nokta analizine ait görüntüler verilmiştir. Her 4

noktada da C ve Mn hariç alaşımın kompozisyonunda bulunan elementlerin hepsi mevcuttur. 1 numaralı bölgenin kimyasal kompozisyonu genel olarak IN718 tozunun kimyasal bileşimine çok yakın olup, farklı olarak sinterleme veya ısıl işlemler esnasında yapıya dâhil olduğu düşünülen bir miktar oksijen bulunmaktadır. 1 numaralı bölgenin genel olarak matrisi temsil ettiği düşünülmektedir. 2 numaralı bölgede iri yapılı bir çökelti görülmektedir. Ni esaslı süperalaşımlarda mikroyapıda görülen bu tür iri çökelti akla hemen karbür çökeltilerini getirmektedir. Fakat 2 numaralı bölgeden alınan EDS analizine göre burada hiç C elementi bulunmamakta, dolayısıyla bu çökeltinin bir karbür çökeltisi olmadığı anlaşılmaktadır. Bu bölgede C ve Mn hariç IN718 tozunda bulunan tüm elementlerin var olduğu görülmektedir. Fakat hem EDS analizi alınmış diğer noktalardan hem de IN718 tozundan farklı olarak bu çökeltide Si ve Nb elementi miktarının daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum bu çökeltinin topolojik sıkı paket (TCP) fazlardan biri olan Laves fazı olabileceğini düşündürmektedir. Çünkü Si ve Nb elementlerinin 718 alaşımında Laves fazı oluşumunu teşvik edici rol oynadıkları bildirilmektedir. $MgZn_2$ hegzagonal kristal yapıda ve AB_2 tipi kompozisyona sahip olan Laves fazının tipik örnekleri Fe_2Ti , Fe_2Nb ve Fe_2Mo olmasına rağmen çoğunlukla formülü $(Fe, Cr, Mn, Si)_2(Mo, Ti, Nb)$ şeklindedir. Laves fazı en çok demir-nikel esaslı alaşımlarda tanelerarası çökelti şeklinde görülürken, tane içi çökelti şeklinde de görülebilmektedir. Aşırı miktarları oda sıcaklığı çekme sünekliğini azaltırken sürünme özellikleri üzerine önemli etkileri yoktur (Davis 2000). Yapılan EDS analizi sonucunda en çok dikkat çekici bileşim 3 numaralı noktadan alınan EDS analizine aittir. Bu noktada Ni esaslı süperalaşımlarda intermetalik çökelti oluşturan Nb, Al ve Ti elementlerinin miktarında büyük bir artış olduğu görülmektedir. Bir noktada Nb elementinin konsantrasyonunun artış sergilemesi, gözlerin hemen C miktarına çevrilmesine neden olur. Fakat 3 numaralı noktada hiç C elementi olmadığı görülmekte, dolayısıyla NbC ile ilgili bir oluşum olmadığı söylenebilmektedir. Bununla birlikte yukarıda da söz edildiği gibi yaşlandırılmış numunenin kırık yüzeyinde sinterlenmiş numuneden farklı olarak nano ölçülü çökelti görülmektedir. 3 numaralı bölgenin bu nano ölçülü çökelti oluşturan Nb, Al ve Ti elementlerinin miktarındaki önemli artış bu nano ölçülü çökelti oluşturan intermetalik çökelti olabileceğini düşündürmektedir. Bu düşünceyi benzer çökelti bulduğu 4 numaralı bölgenin sahip olduğu bileşim

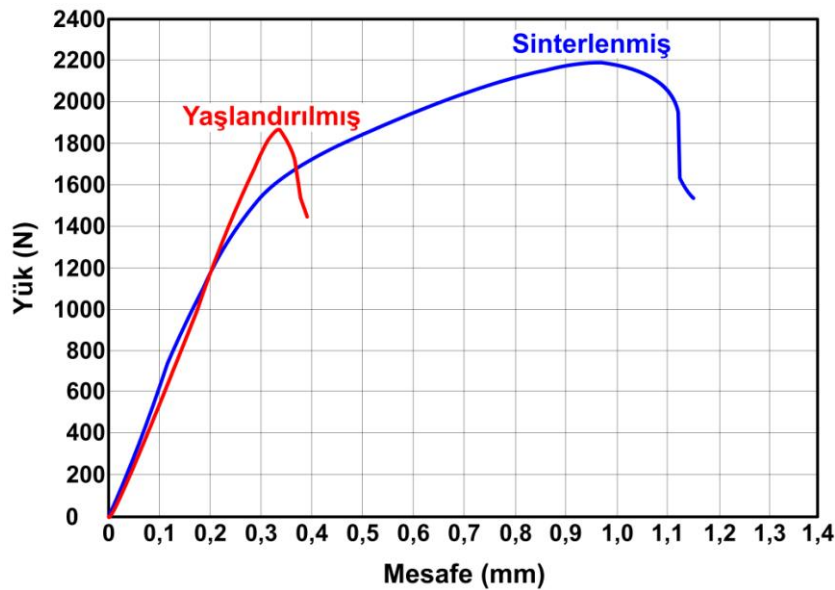
de desteklemektedir. Çünkü 3 numaralı bölgeye benzer biçimde 4 numaralı bölgede de Nb, Al ve Ti elementlerinin miktarının yüksek olduğu görülmektedir. İntermetalik çökeltiler olduğu düşünülen bu oluşumların, IN718 alaşımının mukavemet kazanmasını sağlayan γ' ve γ'' çökeltileri olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 5.27. Yaşlandırılmış IN718 numunesinin çekme deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS analizi

5.1.5.3. Kırılma tokluğu deneyi

Şekil 5.28’de sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki IN718 numunelerine uygulanan kırılma tokluğu deneylerinden elde edilen yük-mesafe eğrileri verilmiştir. Çentik açılmış numunelere uygulanan kırılma tokluğu testlerinde sinterlenmiş durumdaki numunenin daha yüksek yük taşıma kapasitesine sahip olduğu görülmüştür. Malzemelerin mekanik özellikleri sahip oldukları mikroyapı özelliklerine son derece bağlı olup, mikroyapılar uygulanan ısıl işlemlerle değiştirilebilmektedir. Dolayısıyla ısıl işlemler malzemelerin mekanik özelliklerini etkilemektedir (Savaşkan 1999) Bu açıklamalara da dayanılarak yaşlandırılmış numunenin sinterlenmiş durumdaki numuneye kıyasla daha düşük yük taşıyabilmesinin, yaşlandırma işlemiyle malzeme içerisinde olduğu SEM ve TEM incelemeleriyle ispatlanan karbür ve intermetalik çökeltilerden kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 5.28. IN718 numunelerinin kırılma tokluğu deneylerinden elde edilen yük-mesafe eğrileri

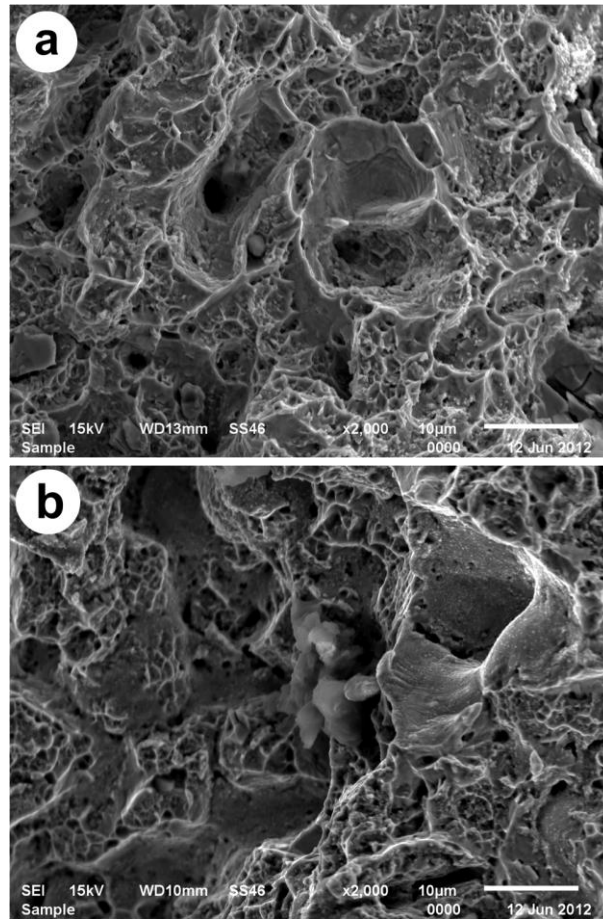
Yaşlandırma ısıl işleminin genel olarak malzemelerin sertlik ve mukavemetini arttırdığı bilinmektedir (Onaran 1997, Savaşkan 1999). Malzemenin sertliğinde meydana gelen artışla ters orantılı olarak süneklik, dolayısıyla da tokluğun azalacağı genel bir katedir (Onaran 1997). Toz metalurjisi ile üretilmiş çeşitli malzemeler üzerine yapılan çalışmalar, malzemelerin sahip oldukları kimyasal bileşimin

malzemenin sertliđi, dolayısıyla kırılma tokluđu deđerleri üzerine önemli etkileri olduđunu göstermiřtir (Yılmaz 2005 b, Yılmaz 2006, Yılmaz 2008, Yılmaz 2010). Yapılan sertlik ölçümleri yařlandırma ısıl iřleminin IN718 alařımının sertliđini önemli ölçüde arttırdıđını göstermiřtir. SEM ve TEM incelemeleri malzemenin sertliđinde meydana gelen bu artıřın yařlandırma iřlemiyle malzeme içerisinde meydana gelen intermetalik çökelti ve karbür çökelti tarafından sađlandıđını göstermiřtir. Literatürde süperalařımların nispeten sünek malzemeler olduđu, sünekliđin kısa süreli çekme testlerindeki uzama ile belirlendiđi ve uzama deđerinin genellikle %10-70 arasında deđiřtiđi belirtilmektedir. Fakat γ' ile mukavemet kazanan alařımlarda uzama deđerinin daha düşük olup, %10-40 arasında deđiřtiđi bildirilmektedir (Donachie 2002 b). Buradan Ni esaslı süperalařımlarda ısıl iřlemlerle oluřturulan ve matris ile arasındaki bađdařıklık gerilmeleri ile malzemenin mukavemet ve sertliđini arttırdıđı bilinen γ' fazının malzemenin sünekliđini azalttıđı anlařılmaktadır. IN718 alařımında γ' fazı ile birlikte ısıl iřlemlerle oluřturulan ve alařımın sertlik ve mukavemetindeki artıřta asıl rolü oynayan γ'' fazının da γ' fazına benzer şekilde malzemenin sünekliđini azaltacađı söylenebilir. SEM ve TEM incelemeleri yařlandırılmıř durumdaki malzemede bu çökelti oluřtuđunu göstermiř, yapılan çekme deneyleri de malzemenin sünekliđinin ısıl iřlemlerle azaldıđını göstermiřtir. Bunlar göz önünde bulundurulduđunda yařlandırılmıř malzemenin sinterlenmiř durumdaki malzemeye oranla taşıyabileceđi yükün az olmasında nano boyutlu çökelti (γ' , γ'') etkisi řüphesiz olmaktadır.

Yařlandırılmıř malzeme ile sinterlenmiř durumdaki malzemede taşıyabilen yüklerin farklı olmasında oluřan nano boyutlu çökelti yanında malzeme içerisindeki karbür çökelti ve TCP fazlarının da etkili olduđu düşünölmektedir. Birçok arařtırmacı tarafından Inconel 718 alařımının mikroyapısında bulunan Laves fazının, çekme sünekliđi, kırılma tokluđu, yorulma ve sürünme özelliklerine olumsuz etkilerinin olduđu bildirilmiřtir (Ram 2005). Laves fazının gevrek bir bileřik olması nedeniyle çatlak oluřumu ve ilerlemesi için favori bölgeler teřkil ettiđi bildirilmektedir (Schirra 1991). Buradan hareketle IN718 malzemesinde SEM ve TEM görüntülerinde görölen NbC çökelti ve benzer şekilde davranacađı ve malzemenin tokluđunu düşüreceđi düşünölmektedir. Yapılmıř olan SEM ve TEM

incelemeleri, ısıtılmış durumda malzemede karbür çökeltilerinin ve Laves fazlarının oluşmuş olduğunu açık bir şekilde göstermiştir.

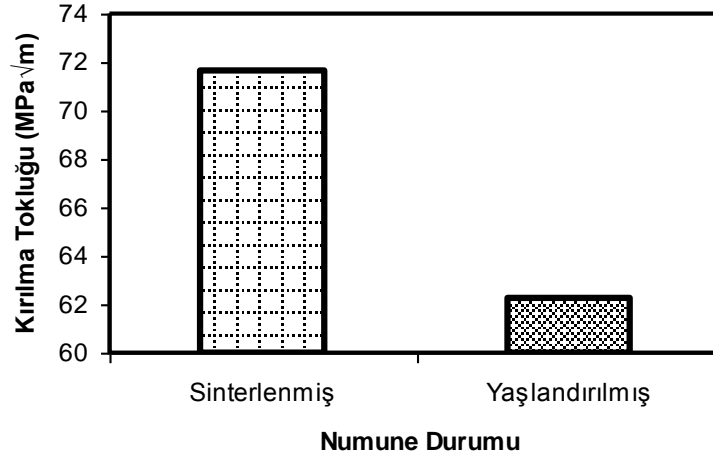
Şekil 5.29’da kırılma tokluğu deneyine tabi tutulmuş farklı durumlardaki IN718 numunelerinin kırılma yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri verilmiştir. Sinterlenmiş durumdaki numunenin kırılma yüzeyinde gamze şeklinde çukurcuk oluşumunun daha yüksek miktarda olduğu görülmektedir. Buna karşılık yaşlandırılmış durumdaki numunenin daha gevrek bir kırılma sergilediği söylenebilir. Yaşlandırılmış numunenin görüntüsünde, çekme deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınmış görüntüdekine benzer şekilde nano ölçülü çökeltiler olduğu görülmektedir.



Şekil 5.29.a) Sinterlenmiş, b) Yaşlandırılmış IN718 numunelerinin kırılma tokluğu deneyinden sonra alınmış SEM görüntüleri

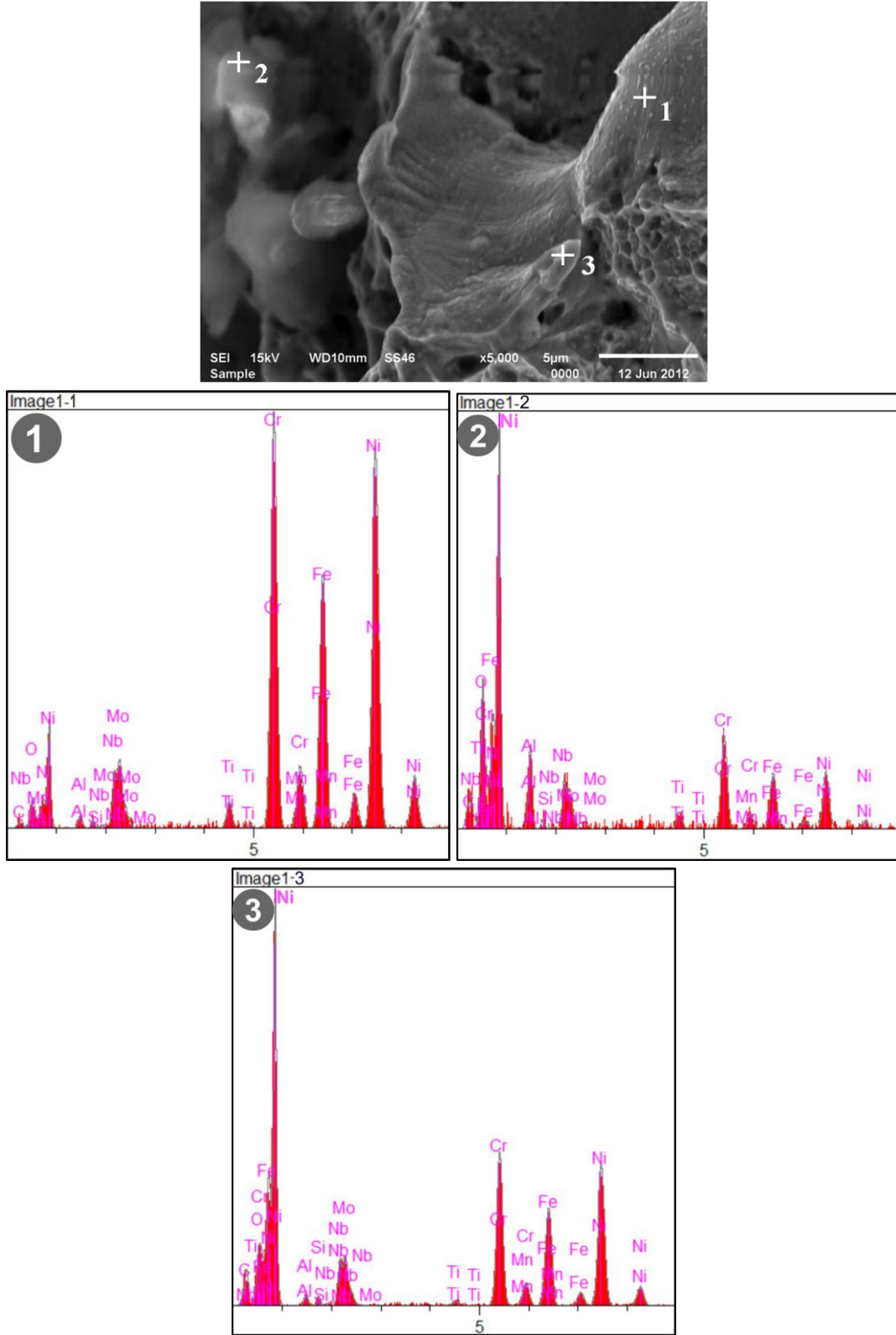
Üç nokta kırılma tokluğu deneylerinden elde edilen maksimum yüklerin Bölüm 4’te verilmiş olan (4.2) denklemde yerine yazılmasıyla kırılma tokluğu değerleri hesap

edilmiştir. Elde edilen değerler Şekil 5.30'da verilmiştir. Daha önce yapılmış olan SEM ve TEM incelemeleri ve yukarıdaki açıklamalar ile uyumlu olarak kırılma tokluğu değerinin yaşlandırma işlemine bağlı olarak bir azalma sergilediği görülmektedir.



Şekil 5.30. IN718 numunelerinin kırılma tokluğu değerleri

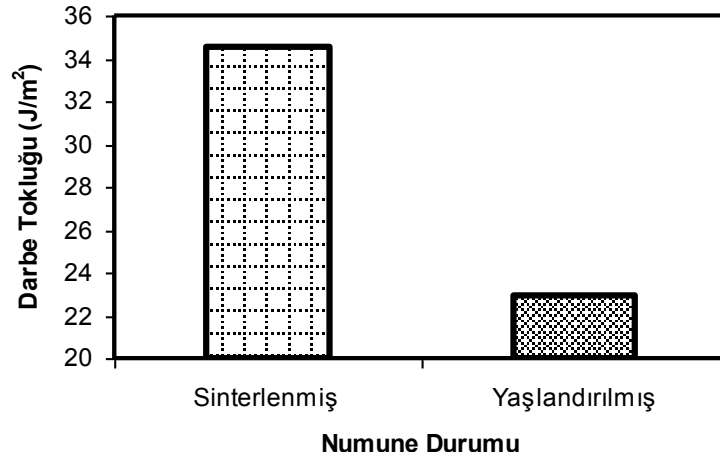
Şekil 5.31'de yaşlandırılmış IN718 malzemesinin kırılma tokluğu deneyinden sonra yüzeyinden alınmış SEM/EDS analizine ait görüntüler verilmiştir. 1 numaralı bölgede elementler, başlangıç tozuna çok yakın bir dağılım sergilemektedirler. 2 numaralı bölgede Ni, Cr ve Fe gibi matrisi oluşturan elementlerin miktarlarında bir azalma görülürken Nb, Ti ve Mo gibi karbür oluşturuca özelliğe sahip elementlerde bir artış söz konusudur. Bu bölgede C miktarının da çok yüksek olması burada bir karbür çökeltisi oluştuğunu göstermektedir. 3 numaralı bölgede de 2 numaralı bölgedekine benzer bir karbür oluşumu olduğu düşünülmektedir. Görüntüde çekme deneyine tabi tutulmuş yaşlandırılmış numunenin kırılma yüzeyinin SEM görüntüsüne benzer biçimde, özellikle 1 numaralı bölgedekine benzeyen düz yüzeylerde intermetalik çökelti olduğu düşünülen nano ölçülü çökelti olduğu görülmektedir. Düz yüzeylerde belirgin olan bu çökelti γ' ve γ'' çökelti olduğu düşünülmektedir.



Şekil 5.31. Yaşlandırılmış IN718 numunesinin kırılma tokluğu testinden sonra kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS analizi

5.1.5.4. Darbe deneyi

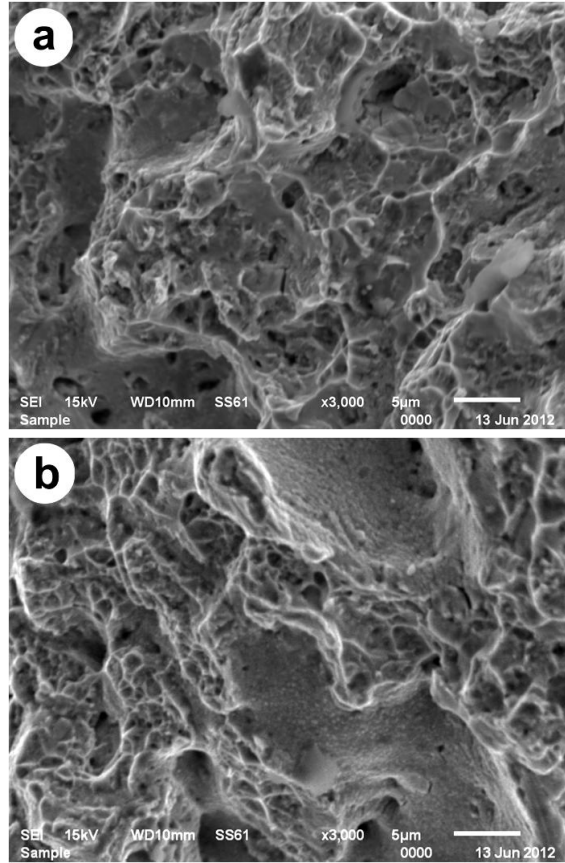
Şekil 5.32’de sinterlenmiş ve yaşlandırılmış durumdaki IN718 numunelerinin darbe enerjilerinin (Joule) numune kesatine (cm^2) bölünmesi suretiyle hesap edilen darbe tokluğu değerleri verilmiştir. Yaşlandırma işleminin malzemenin darbe tokluğunu düşürdüğü görülmektedir. Darbe tokluğunun malzemenin içerdiği alaşım elementleri ve uygulanan ısıl işlemlerden büyük ölçüde etkilendiği bildirilmektedir (Yang 2012). Literatürde daha az karbon içeren süperalaşımların daha sünek oldukları ve şok yüklemelere veya darbelere maruz uygulamalar için daha uygun oldukları bildirilmektedir (Stolof 2005). Bu durum, yukarıda da bahsedildiği gibi malzeme içerisindeki sert çökeltilerin (karbürler, TCP fazları) gerilme yığılmasına, dolayısıyla çatlak oluşumuna öncülük etmelerinden dolayı malzemede sünekliği düşürücü rol oynadıklarını gösterir. Yaşlandırılmış durumdaki IN718 malzemesinin darbe tokluğu değerinin sinterlenmiş durumdaki malzemeye oranla daha düşük olması da daha yüksek miktarda karbür ve TCP fazı içermesine bağlanmaktadır. Daha da önemlisi yaşlandırılmış malzemede nano boyutlu intermetalik çökeltilerin miktarı sinterlenmiş durumdaki malzemeden çok daha yüksektir.



Şekil 5.32. Sinterlenmiş ve yaşlandırılmış durumdaki IN718 numunelerinin darbe tokluğu değerleri

Şekil 5.33.a’da sinterlenmiş durumdaki, Şekil 5.33.b’de ise yaşlandırılmış durumdaki IN718 numunelerinin darbe deneyi sonrası kırılma yüzeylerinden alınmış SEM görüntüleri verilmiştir. Sinterlenmiş durumdaki malzemenin kırık yüzeyinin daha sünek bir görüntü sergilediği düşünülmektedir. Bununla birlikte yaşlandırılmış

durumdaki malzemenin SEM görüntüsünde nano boyutlu intermetalik çökeltilere ait olduğu düşünülen ve düz bölgelerde daha belirgin olan benekli bir görüntü söz konusudur. Aynı görüntü yaşlandırılmış numunenin hem çekme deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınan SEM görüntüsünde hem de kırılma tokluğu deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınan SEM görüntüsünde de mevcut olup, bu fikre kuvvet katmaktadır. Her iki durumdaki malzemede de kırılmanın taneler arasından meydana geldiği, sinterlenmiş durumdaki malzemede gamze şeklinde çukurcuk oluşumlarının daha belirgin olduğu dikkat çekmektedir. Sinterlenmiş numunede gamze şeklinde çukurcuk oluşumlarının daha derin olması aynı zamanda yaşlandırma işleminin numune sertliğine olan etkisinin göstergesidir.

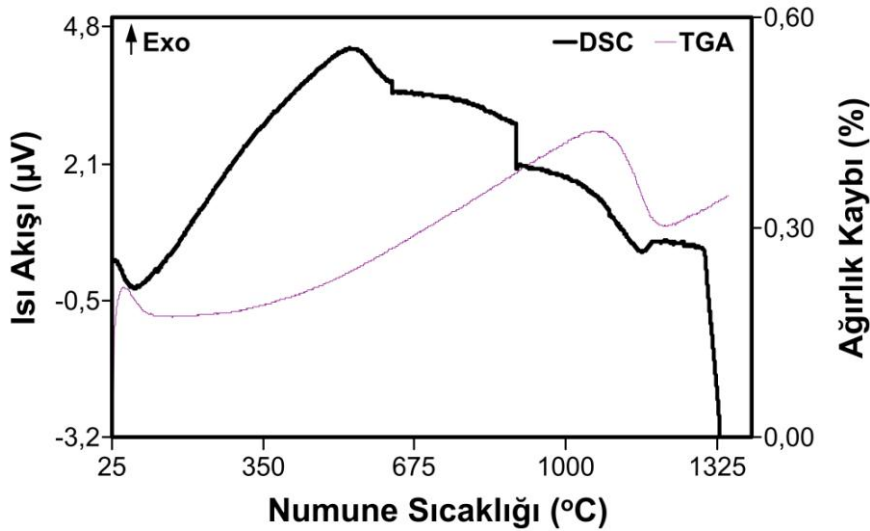


Şekil 5.33.a) Sinterlenmiş, b) Yaşlandırılmış IN718 numunelerinin darbe deneyi sonrasında kırılma yüzeylerinden alınmış SEM görüntüleri

5.2. IN625

5.2.1. DSC ve dilatometre analizleri

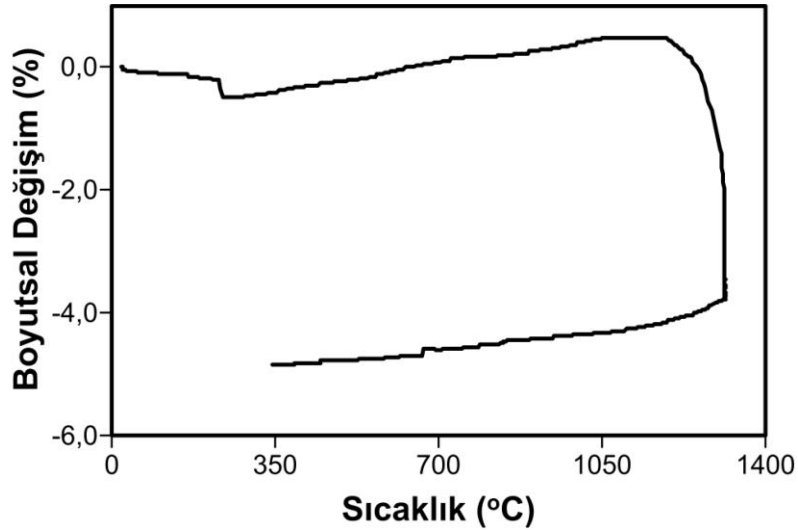
TEK ile şekillendirilerek bağlayıcısı giderilen IN625 numuneleri için uygun sinterleme sıcaklığı aralığının belirlenebilmesi amacıyla yapılan DSC analizine ait eğri Şekil 5.34'te verilmiştir. DSC eğrisine göre 1170°C'de faz dönüşümü olabileceği düşünülen bir endotermik pik oluşmuştur. DSC eğrisinden IN625 numuneleri için ergimenin yaklaşık 1298°C'de başladığı ve 1331°C'ye kadar devam ettiği görülmektedir. Literatürde dövme 625 alaşımının solidüs ve likidüs sıcaklıkları sırasıyla 1290 ve 1350°C olarak belirtilmektedir (Stoloff 2005). Ortalama tane boyutu 12,6 µm olan gaz atomizasyonu ile üretilmiş Inconel 625 tozu kullanılan bir çalışmada yapılan DSC analizi ile solidüs sıcaklığı 1294°C olarak belirlenmiştir. Simchi tarafından yapılan çalışmada (Simchi 2006) bulunan solidüs sıcaklığı bu çalışmadakine çok yakın olup aradaki küçük farkın kimyasal bileşim farkından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 5.34. IN625 alaşımına ait DSC eğrisi

Şekil 5.35'te bağlayıcısı giderilmiş IN625 alaşımına yapılan dilatometre testinden elde edilen eğri verilmiştir. Dilatometre eğrisine göre büzülmenin 1190°C'de başlayıp 1305°C'ye kadar devam ettiği, en yüksek büzülmenin 1300°C civarındaki sıcaklıkta meydana geldiği görülmektedir. Simchi tarafından yapılan çalışmada

gerçekleştirilmiş olan dilatometre analizi ile Inconel 625 alaşımında maksimum büzülmenin 1294°C 'de meydana geldiği bildirilmiştir (Simchi 2006). DSC ve dilatometre testlerinden edinilen verilere göre sinterleme denemelerinin sıcaklık aralığı $1260\text{-}1300^{\circ}\text{C}$ olarak belirlenmiştir.

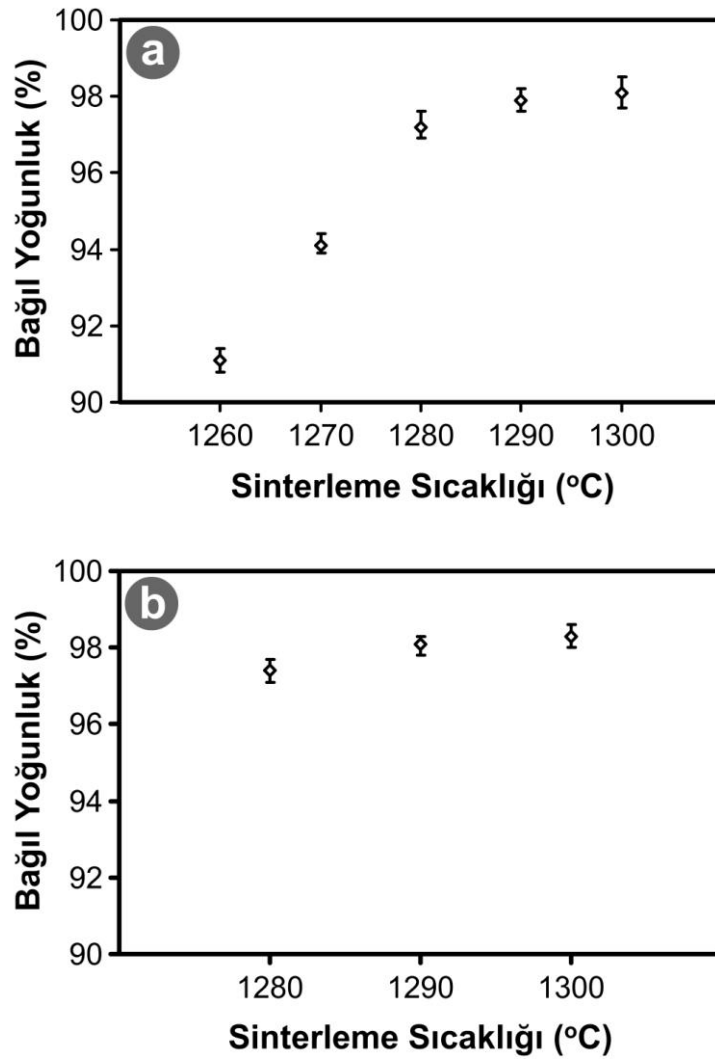


Şekil 5.35. IN625 alaşımına ait dilatometre eğrisi

5.2.2. Yoğunluk incelemeleri

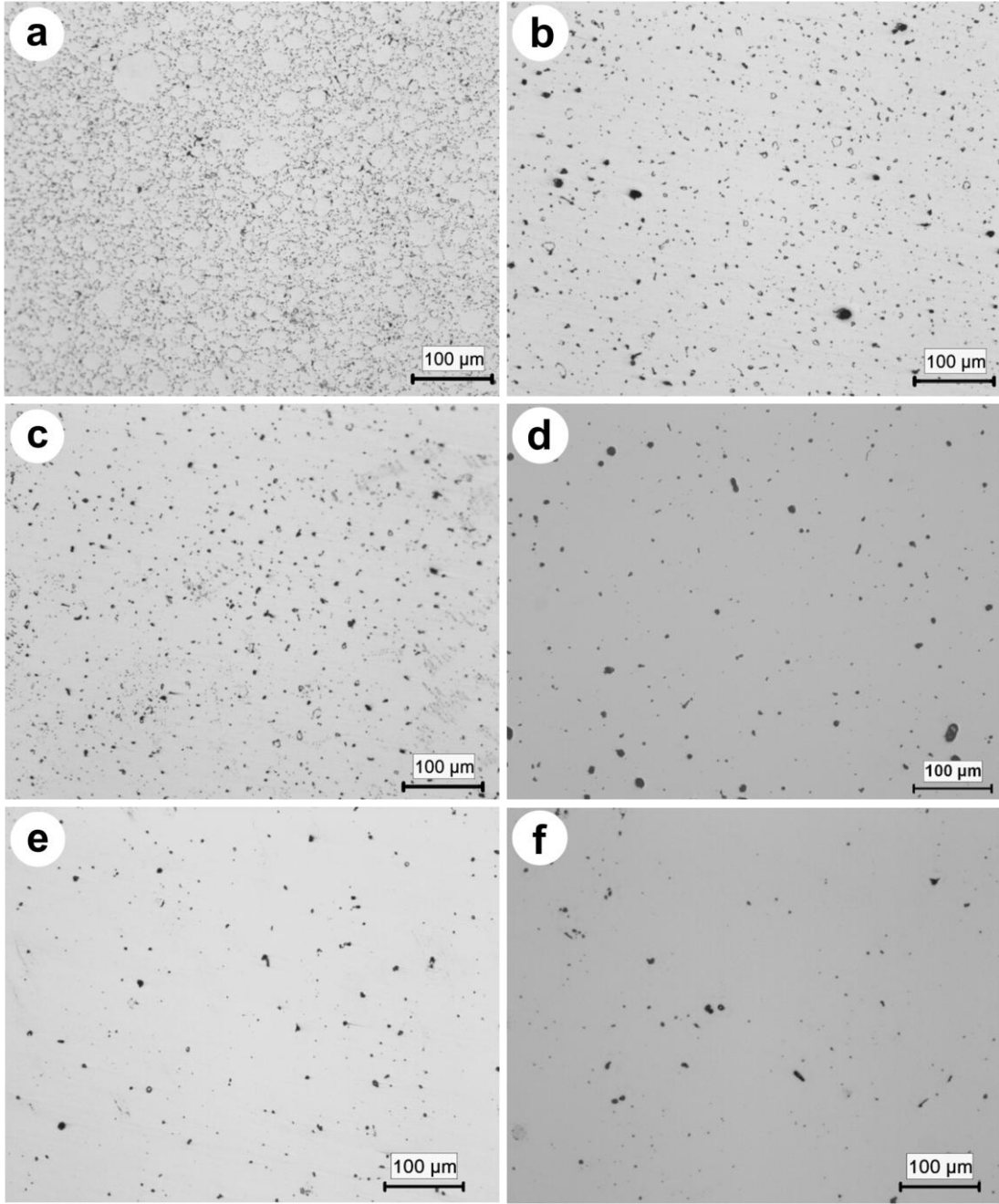
Sinterlenmiş IN625 numunelerine Arşimet prensibine göre uygulanan yoğunluk ölçümleri sonucu elde edilen bağıl yoğunluk değerleri 1 saat süreyle sinterlenen numuneler için Şekil 5.36.a'da, 3 saat süreyle sinterlenen numuneler için Şekil 5.36.b'de verilmiştir. Sinterleme sıcaklığındaki artışa paralel olarak yoğunluğun da arttığı görülmektedir. Bununla birlikte aynı sıcaklıkta daha uzun sürelerle gerçekleştirilen sinterleme işlemleri ile biraz daha yüksek yoğunluk elde edildiği görülmektedir. Örneğin 1280°C 'de 1 saat süren sinterleme işlemiyle %97,2 bağıl yoğunluğa ulaşılabilmişken 1280°C 'de 3 saat bekletme ile yapılan sinterleme işlemiyle %97,4 bağıl yoğunluk elde edilmiştir. En yüksek bağıl yoğunluğa (%98,3) 1300°C 'de 3 saat süre ile sinterlenen numunede ulaşılmıştır. Yapılan bir çalışmada ortalama tane boyutu $12,5\ \mu\text{m}$ olan Inconel 625 tozundan LPIM (low pressure injection moulding-düşük basınçlı toz enjeksiyon kalıplama) tekniği ile şekillendirilip, 1235°C 'de %5 hidrojen ve argondan oluşan atmosfer kullanılarak 2 saat süre ile gerçekleştirilen sinterleme sonucu %96,3 bağıl yoğunluğa ulaşıldığı

rapor edilmiştir (Julien 2006). Ortalama tane boyutu $9,7 \mu\text{m}$ olan 625 alaşım tozu kullanılarak yapılan bir başka çalışmada TEK ile şekillendirip 1290°C 'de hidrojen atmosferi kullanılarak yarım saat süre ile yapılan sinterleme işlemiyle %99,5 bağıl yoğunluk elde edildiği rapor edilmiştir (Johnson 2004). Şimdiki çalışmada kullanılan tozun ortalama tane boyutu $11,1 \mu\text{m}$ 'dur. Sinterleme işleminde itici güç yüzey enerjisindeki azalmadır. Daha küçük boyutlu toz parçacıkları daha yüksek yüzey enerjisi sağlar ve bu sayede daha kısa sürede daha yüksek yoğunluk değerleri elde edilebilir (German 1996). Johnson ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada daha düşük sinterleme sıcaklığında daha yüksek yoğunluğa çıkılabildiğinin kullandıkları tozun ortalama tane boyutunun daha küçük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 5.36. Farklı sıcaklıklarda farklı sürelerle sinterlenen IN625 numunelerinin bağıl yoğunluk değerleri; a) 1 saat, b) 3 saat

Sinterlenen numunelerin gözenek yapısı ve miktarı hakkında bilgi edinmek amacıyla numunelerden parlatma işlemi sonrasında alınmış olan optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.37’de verilmiştir. Yoğunluk ölçümlerinden elde edilen sonuçları destekler biçimde sinterleme sıcaklığının artışına bağlı olarak gözenek miktarında azalma ve gözenek boyutunda küçülme olduğu görülmektedir. Görüntüler incelendiğinde gözenek yapısının küresel olduğu ve gözeneklerin birbirleriyle bağlantılı olmadıkları görülmektedir. Toz metalurjisi teknikleri ile üretilen parçalarda gözenek geometrisinin bu şekilde küresel olması mukavemet açısından arzu edilen bir durumdur (German 2005). Daha önce de belirtildiği gibi gözeneklerin bu şekilde birbiriyle bağlantılı olmayan küresel şekilli gözenekler şeklinde kalması TEK yönteminin sunduğu avantajlardan biridir (Vervoort 1996). Resimler incelendiğinde en az gözenek miktarının 1300°C’de 3 saat süre ile sinterlenen numunede olduğu, bununla birlikte bu numunede hiç gözenek bulunmayan tam sinterlenmiş bölgelerin de bulunduğu görülmektedir. Yapılan DSC analizinden malzemenin solidüs sıcaklığı 1298°C olarak belirlenmiştir. Bu durum, 1300°C’de yapılan sinterleme işlemlerinde süpersolidüs sıvı faz sinterleme (SLPS) mekanizmasının aktif olduğunu göstermektedir.



Şekil 5.37. Farklı sıcaklıklarda farklı sürelerle sinterlenen IN625 numunelerinin parlatma işleminden sonra alınmış optik mikroskop görüntüleri; a) 1260°C-1 saat, b) 1270°C-1 saat, c) 1280°C-1 saat, d) 1290°C-1 saat, e) 1300°C-1 saat, f) 1300°C-3 saat

5.2.3. XRD analizi

Şekil 5.38’de başlangıç tozuna, sinterlenmiş numuneye, çözeltilmiş numuneye ve yaşlandırılmış numuneye ait XRD paternleri verilmiştir. Başlangıç tozunun XRD paterninde sadece gama matrise ait piklerin mevcut olduğu görülmektedir.

Sinterleme işlemi yüksek vakum değerlerinde yapılmış olmasına rağmen sinterlenmiş malzemenin XRD paterninde bol miktarda Cr_2O_3 fazının oluşmuş olduğu görülmektedir. Diğer nikel esaslı süperalaşım ve paslanmaz çelikler gibi 625 alaşımının da yüksek sıcaklıklarda oksidasyon hızının yüksek olduğu belirtilmektedir (N'dah 2007). Nikel esaslı süperalaşımlarda farklı türlerde oksit fazları oluşabilmekte olup bunlardan en çok koruyucu özelliğe sahip olanlar Al_2O_3 ve Cr_2O_3 oksitleridir. Bu oksitlerin büyüebilmesi için yeterli miktarda Cr ve Al içeriğine ek olarak oksijenin de bulunması gerekmektedir ve büyüme yüksek sıcaklıklarda meydana gelir. Aslında Cr elementinin rolü alaşımların dış yüzeylerinde Cr_2O_3 oluşumunu sağlamaktır. Genel olarak Cr_2O_3 'ün 871°C 'nin altındaki sıcaklıklarda oluştuğu ve bu sıcaklıklarda en çok koruyucu özelliğe sahip olduğu bildirilmektedir (Donachie 2002 a).

Nikel esaslı süperalaşım genellikle %20–30 arasında Cr içerirler (Donachie 2002 a). Cr_2O_3 fazı nikel esaslı süperalaşımlarda Cr içeriğine bağlı olarak farklı tarzlarda oluşabilmektedir. Ağırlıkça %10-30 arasında Cr içeren nikel esaslı alaşımlarda Cr_2O_3 fazına tane sınırları üzerinde harici bir tabaka olarak rastlanabildiği gibi, dâhili Cr_2O_3 oluşumlarına da rastlamak mümkündür (Sims 1987). Bu çalışmada kullanılan IN625 alaşımının ağırlıkça %20,9 Cr içermesi yukarıdaki açıklamaya dayanılarak hem malzeme yüzeyinde hem de malzeme içinde Cr_2O_3 fazı oluştuğunu düşündürmektedir. Fakat düşük miktarlarda bulunan nadir toprak elementlerinin ve oksijen-aktif elementlerin, Cr_2O_3 oluşturan alaşımların oksidasyon özelliklerinde ve Cr_2O_3 'ün oluşumunda değişikliklere yol açtığı bilinmektedir (Sims 1987). Bu çalışmada kullanılan IN625 alaşımında bulunan ağırlıkça %0,39 Mn içeriğinin oluşan bu Cr_2O_3 fazını etkilediği düşünülmektedir. Çünkü yeterli Mn'ın Cr_2O_3 'ün aktifliğini düşürdüğü ve yeterli miktarda Mn bulunduğunda koruyucu oksit tabakası üzerinde sürekli bir spinel tabakası oluşturarak Cr'un buharlaşmasını önlediği bildirilmektedir (Holcomb 2006).

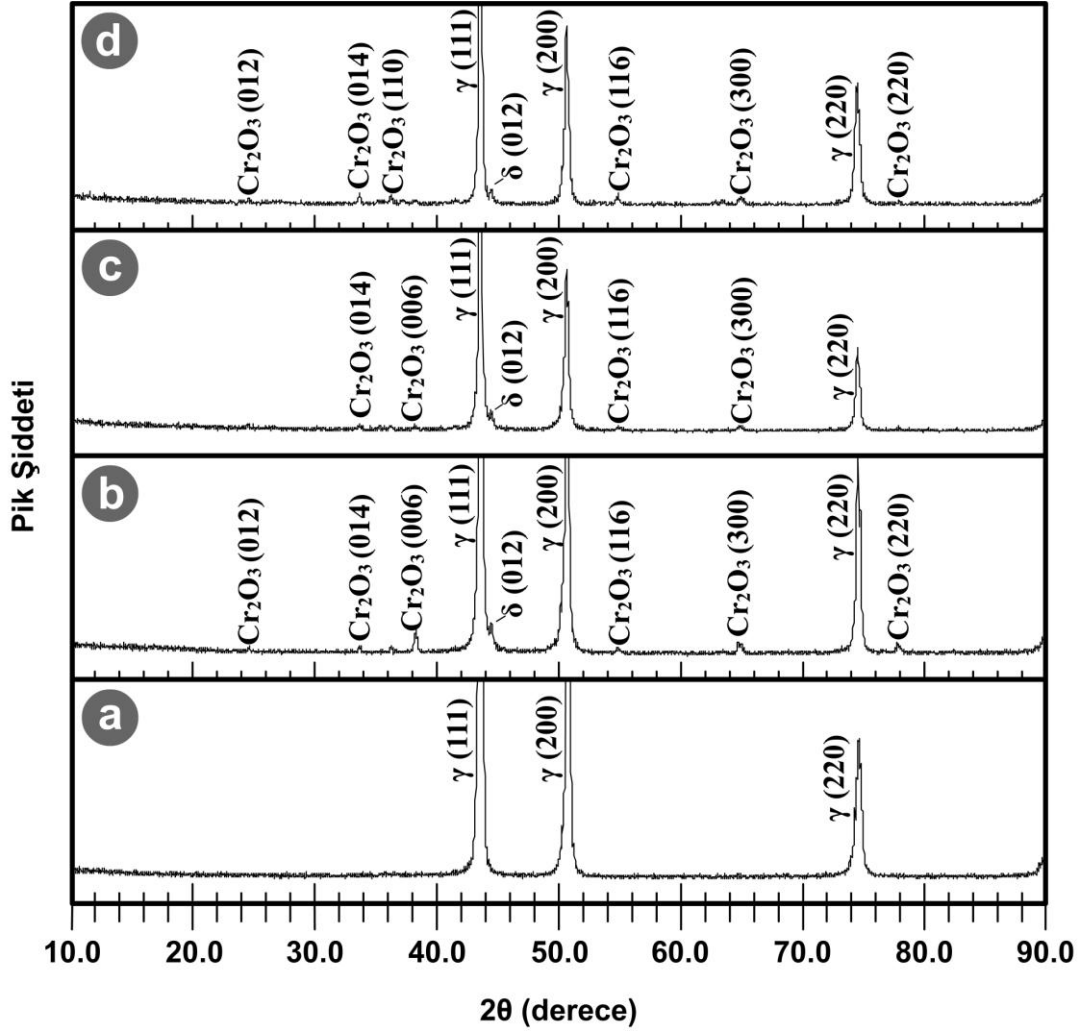
XRD paternleri incelendiğinde çözeltiliye alma işlemiyle birlikte oluşmuş olan Cr_2O_3 fazına ait piklerin şiddetlerinde bir azalma olduğu görülmektedir. Bu durum, 1150°C gibi yüksek bir sıcaklıkta gerçekleştirilen çözeltiliye alma işlemi esnasında, Cr_2O_3 fazının bir kısmının buharlaşmasından kaynaklanmaktadır. Çünkü literatürde Cr_2O_3

fazının 1000°C gibi yüksek sıcaklıklarda CrO₃ gazı olarak buharlaştığı belirtilmektedir (Sims 1987). Cr₂O₃'ün, CrO₃ olarak buharlaşmasının ve Cr'un yeniden oksit oluşturmasının matris içerisindeki Cr miktarını daha da azaltacağı bilinmektedir (N'dah 2007). Özellikle yaşlandırma işlemiyle birlikte Cr₂O₃ fazına ait piklerin şiddetinde tekrar bir artış meydana gelmektedir. Bu durum, yukarıda da söz edildiği gibi Cr₂O₃ fazının 871°C altındaki sıcaklıklarda oluştuğu ve yüksek sıcaklıklarda buharlaşan CrO₃ yüzünden Cr'un tekrar oksit oluşturacağı açıklamalarıyla uyum içerisindedir. Ni esaslı süperalaşımlara Cr ilavesinin koruyucu oksit tabakası oluşturmanın yanında katı çözeltili oluşturarak malzeme mukavemetini arttırıcı rol oynaması da beklenmektedir (Sims 1987, Stolof 2005). XRD analizinde görüldüğü gibi malzemenin korozyon ve oksidasyon direncini arttırıcı etkiye sahip olmasına rağmen bol miktarda oluşmuş olan Cr₂O₃ fazının matris içerisindeki Cr miktarını azaltarak Cr'un katı çözeltiyle mukavemet arttırıcı etkisini azalttığı düşünülmektedir.

Atomizasyon ile üretilmiş olan başlangıç tozunda δ (Ni₃Nb) fazı bulunmamasına rağmen sinterlenmiş ve ısıl işlem görmüş durumdaki numunelerde δ fazı oluştuğu görülmektedir. δ fazının aşırı doymuş katı çözeltiden 750°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda yapılan yaşlandırma işlemleri ile oluştuğu belirtilmektedir (Shankar 2001). Bu çalışmada IN625 numuneleri 1300°C'de 3 saat sinterlendikten sonra fırından çıkarılmadan 10°C/dk hızla soğumaya bırakılmışlardır. Bu şekilde yavaş soğuyan malzemedeki yukarıda söz edildiği üzere δ fazının oluştuğu 750°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda yeterince süre tanınmış olduğu, dolayısıyla δ fazının sinterleme işlemi takip eden soğuma esnasında oluştuğu düşünülmektedir. Bununla birlikte çözeltiliye alınmış ve yaşlandırılmış numunelerin paternlerinde δ fazına ait piklerin bulunması sinterleme işleminden hemen sonra oluşan δ fazının ısıl işlemler esnasında kendisini muhafaza ettiğini düşündürmektedir.

Bu çalışmada yaşlandırma işlemi IN625 malzemesinin mukavemetini γ'' çökeltileri ile arttırmak amacıyla yapılmıştır. XRD analizinden elde edilen paternler incelendiğinde γ'' fazına ait herhangi bir pik elde edilemediği görülmektedir. Daha önce yapılmış olan birçok çalışmada (Li 2002, Rai 2004, Wang 2004) γ'' fazının difraksiyon piklerinin düşük miktarda oluşu veya γ matrisine ait difraksiyon piklerine

çok yakın olması gibi nedenlerle tespit edilemeyeceği bildirilmiştir. Fakat daha önce de belirtildiği gibi gama matrisin XRD paternlerinde gözlenen değişimlerle çökeltilerin varlığı indirekt olarak belirlenebilmektedir (Rai 2004). Bu açıklama ışığında elde edilen paternler incelendiğinde, çözeltiliye alınmış IN625 malzemesinde gama matrise ait piklerin şiddetinde bir artış olduğu görülmüştür. Bu durum sinterleme sonrası mikroyapıda oluştuğu düşünülen bir takım fazların (γ'' , karbür ve σ) çözüldüğünü, diğer bir ifadeyle çözeltiliye alma işleminin amacına ulaştığını göstermektedir. Yaşlandırma işlemiyle gama matrise ait piklerin şiddetinde meydana gelen azalmanın malzeme içerisinde çökelti fazlarının oluştuğuna işaret ettiği düşünülmektedir.



Şekil 5.38. IN625 alaşımının; a) Başlangıç tozuna, b) Sinterlenmiş numunesine, c) Çözeltiliye alınmış numunesine, d) Yaşlandırılmış numunesine ait XRD paternleri

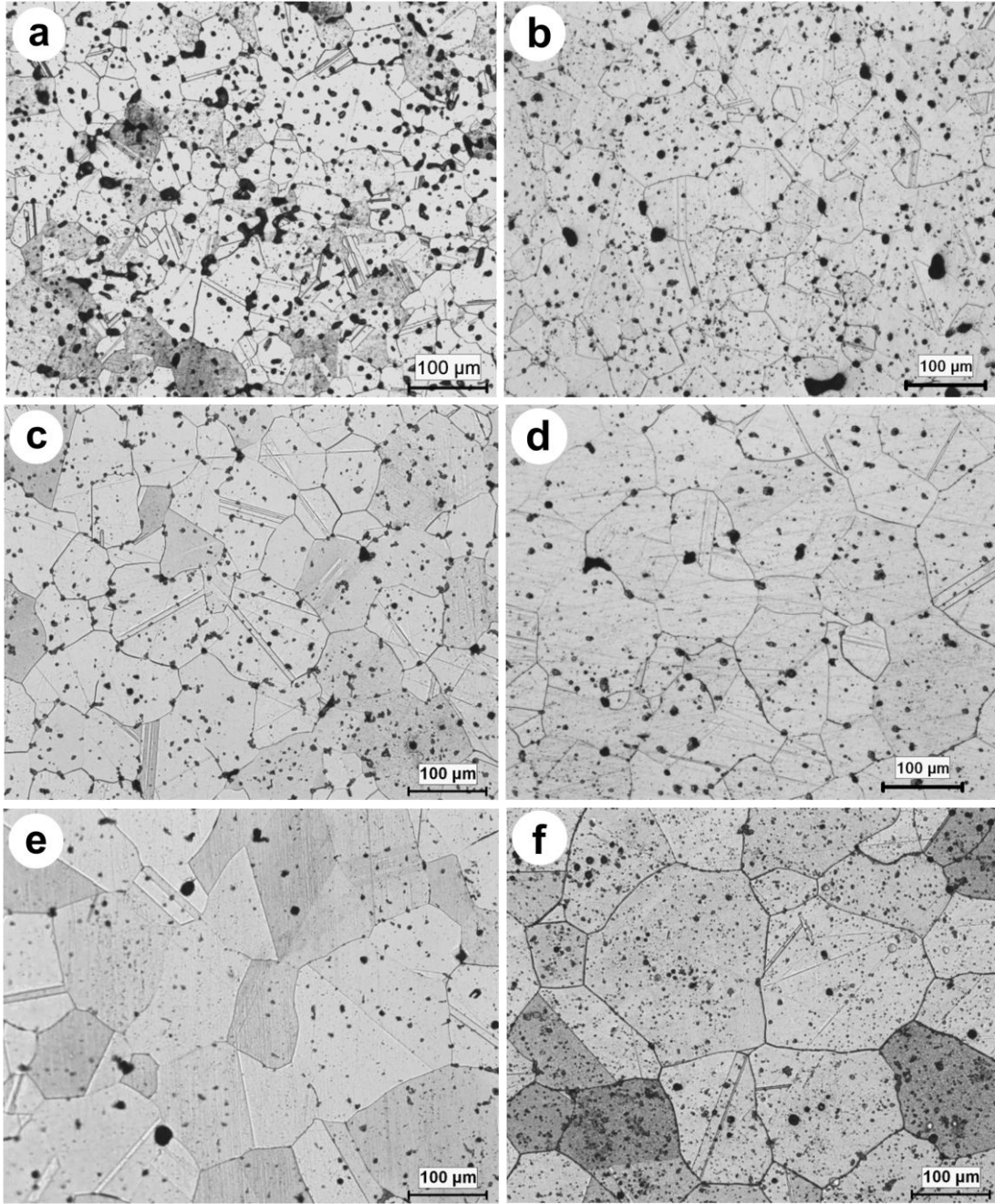
5.2.4. Mikroyapı incelemeleri

TEK ile üretilen IN625 numunelerinin sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki mikroyapıları optik mikroskop, SEM ve TEM incelemeleri ile değerlendirilmiştir.

5.2.4.1. Optik mikroskop incelemeleri

Sinterlenmiş numunelerin tane yapılarının ve tane sınırı gözenek ilişkisinin anlaşılabilmesi amacıyla dağlama işleminden sonra alınan optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.39'da verilmiştir. Görüntülerden gözeneklerin çoğunlukla tane içlerinde bulunduğu görülmektedir. Sinterleme işlemi esnasında mikroyapıda bol miktarda tavlama ikizi olduğu görülmektedir. Tane boyutunun artan sinterleme sıcaklığı ve süresi ile birlikte arttığı bilinmektedir (German 1996, German 2005). Resimler incelendiğinde artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak tane boyutunda önemli bir irileşme meydana geldiği görülmektedir. Bununla birlikte aynı sıcaklıkta daha uzun sinterleme süresinin de malzemede tane irileşmesine neden olduğu görülmüştür. En yüksek yoğunluğun elde edildiği 1300°C'de 3 saat süreyle sinterlenmiş numunenin ortalama tane boyutunun 100–150 µm aralığında olduğu görülmektedir. Aynı zamanda malzemenin genel olarak toz enjeksiyon kalıplama yönteminin sunduğu bir diğer üstün özellik olan eşeksiz tanelerden (Vervoort 1996) olduğu görülmektedir.

Julien ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada 1235°C'de 2 saat süren sinterleme işlemi sonrasında tane boyutunun ASTM 6–7 mertebelerinde olduğu bildirilmiştir (Julien 2006). Johnson ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada (Johnson 2004) 1290°C'de yarım saat sinterlenen numunenin ortalama tane boyutunun 90 µm olduğu belirtilmiştir. Gülsoy ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada 1285°C'de 2 saat süreyle yapılan sinterleme işleminden sonra alınmış olan optik mikroskop görüntüsünde, IN625 malzemesinin tane boyutunun 100 µm'nin üzerinde olduğu görülmüştür (Gülsoy 2011).

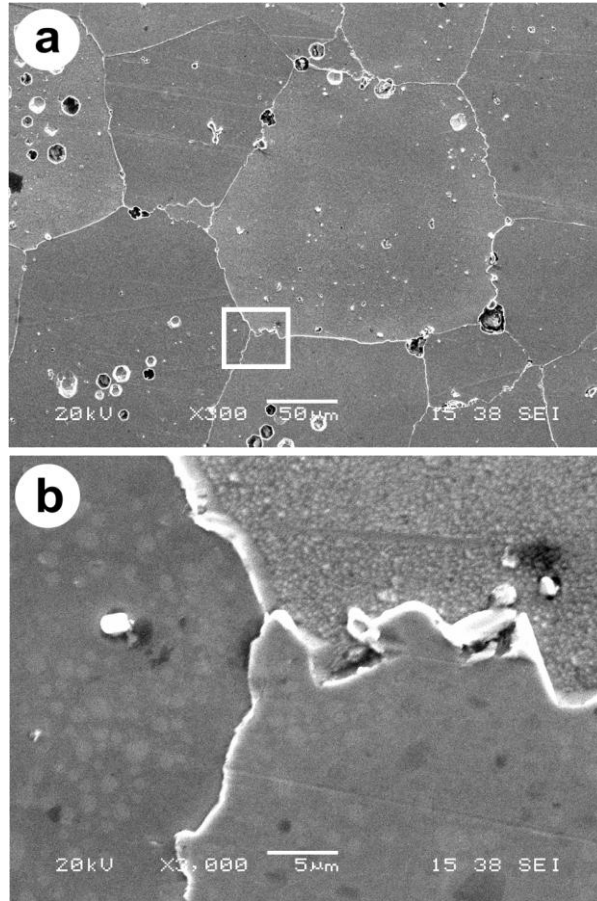


Şekil 5.39. Farklı süre ve sıcaklıklarda sinterlenmiş IN625 numunelerinin dağlama işleminden sonra alınmış optik mikroskop görüntüleri; a) 1260°C-1 saat, b) 1270°C-1 saat, c) 1280°C-1 saat, d) 1290°C-1 saat, e) 1300°C-1 saat, f) 1300°C-3 saat

5.2.4.2. SEM incelemeleri

Şekil 5.40'ta TEK yöntemiyle şekillendirilmiş IN625 malzemesinin 1300°C'de 3 saat sinterlenmesi sonrası (%98,3 bağlı yoğunluk) alınmış farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.40.b'deki daha yüksek büyütmeyle alınmış SEM

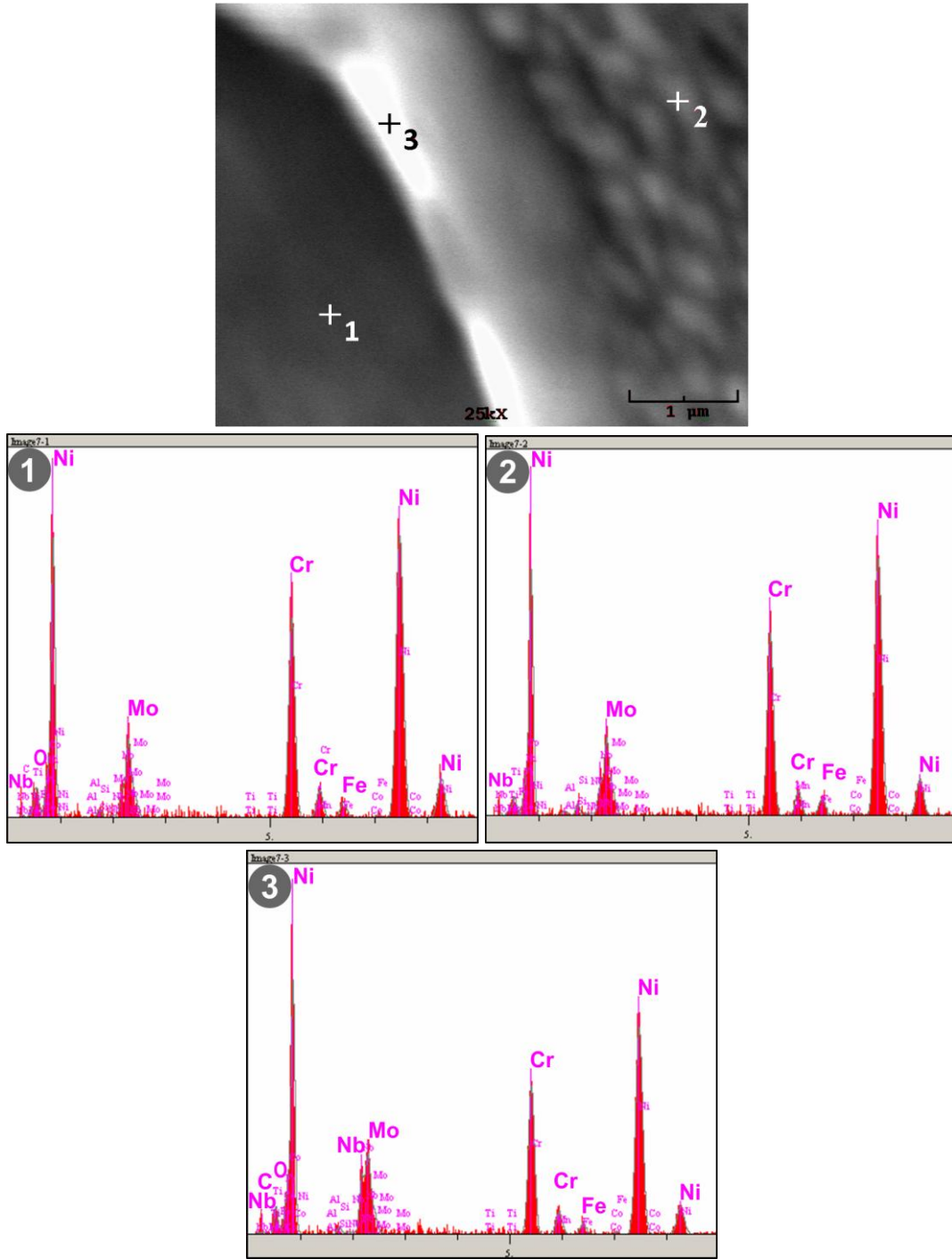
görüntüsünün tane sınırlarında parlak açık renkle görülen yapı sinterleme işleminde sıvı faz oluşmuş olabileceğini düşündürmektedir. IN625 numunelerine bağlayıcı giderme işleminden sonra yapılan DSC analizi malzemenin solidüs sıcaklığının 1298°C , likidüs sıcaklığının ise 1330°C olduğunu göstermiştir. Süper solidüs sıvı faz sinterleme (SLPS), önalaşımli bir tozun solidüs ve likidüs sıcaklıkları arasında yoğunlaşmasını sağlayan bir sinterleme tekniğidir (Lal 2000). Hem bu SEM görüntüsü hem de malzemedeki ergimenin 1298°C 'de başlayıp 1330°C 'ye kadar devam ettiğini gösteren DSC analizi, bu malzemenin sinterlenmesinde süper solidüs sıvı faz sinterleme mekanizmasının aktif olduğunu düşündürmektedir.



Şekil 5.40. 1300°C 'de 3 saat sinterlenen IN625 numunesine ait SEM görüntüleri; a) 300X, b) 3000X

Şekil 5.41'de sinterlenmiş durumdaki malzemedeki alınan SEM/EDS nokta analizine ait görüntüler verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde 1 ve 2 numaralı bölgelerde elementlerin sergilediği kimyasal bileşimin IN625 tozunun kimyasal bileşimine çok yakın olduğu görülmektedir ve bu noktaların genel olarak matrisi temsil ettiği

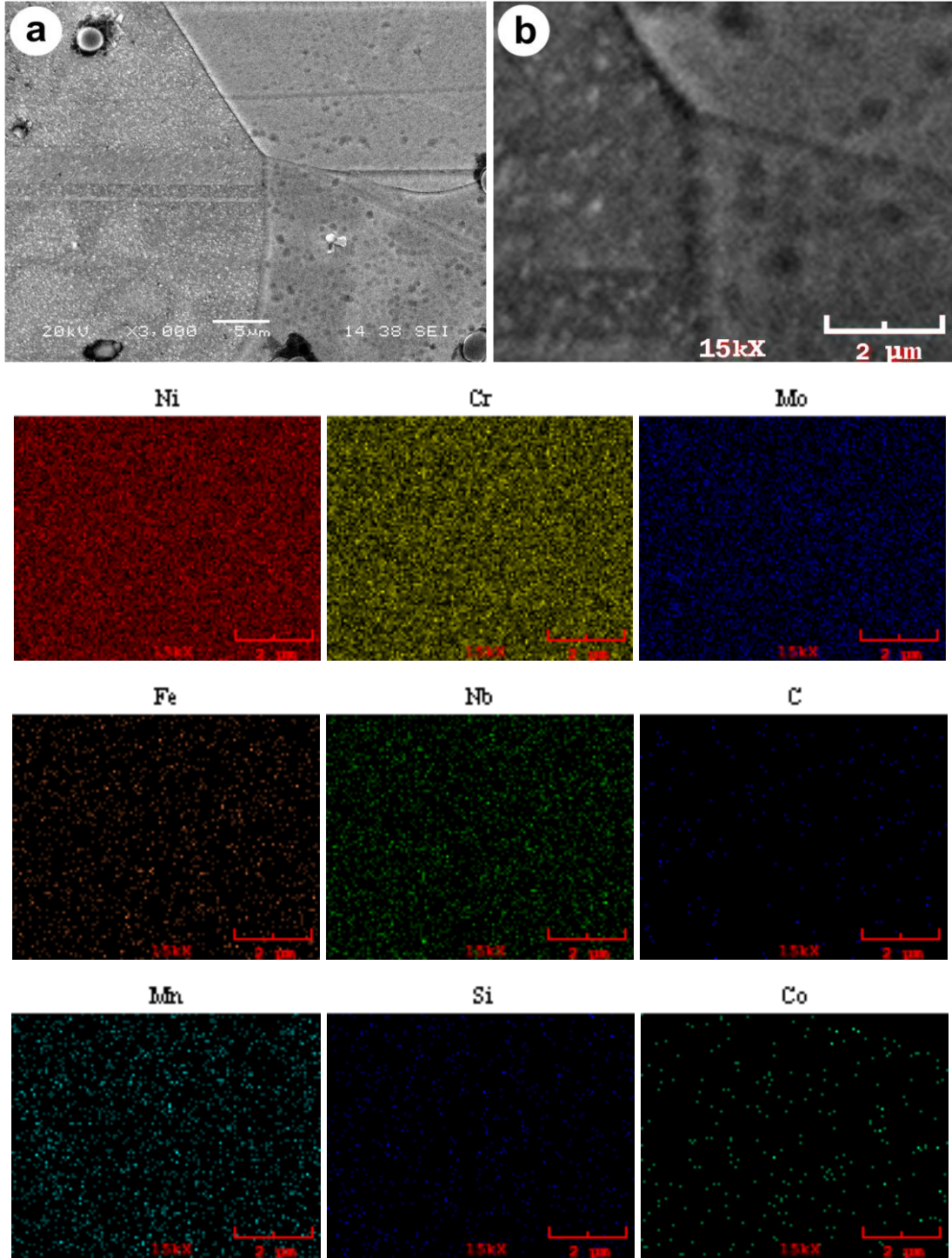
düşünülmektedir. Her üç noktada da bir miktar oksijen bulunmakla birlikte tane sınırında bulunan 3 numaralı noktada diğer noktalara nazaran oksijen miktarının daha yüksek olduğu görülmektedir. 3 Numaralı bölgede C ve Nb elementlerinin başlangıç tozuna ve diğer noktalara nazaran daha yüksek olması burada MC tipi NbC oluştuğunu düşündürmektedir.



Şekil 5.41. Sinterlenmiş IN625 numunesine ait SEM/EDS nokta analizi

Şekil 5.42.a'da 1300°C'de 3 saat sinterlendikten sonra 1150°C'de 2 saat çözeltiliye alınan numunenin SEM görüntüsü, Şekil 5.42.b'de aynı numunenin SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler verilmiştir. Şekil 5.40.a'daki sinterlenmiş numunenin SEM görüntüsünde görülen birtakım oluşumların çözeltiliye alma işlemi sonrasında alınan Şekil 5.42.a'daki SEM görüntüsünde olmadığı görülmektedir. Nikel veya kobalt esaslı süperalaşımlara ilave edilen refrakter elementlerin katı çözeltili oluşturarak mukavemet arttırma, hem tane sınırlarında hem de matris içinde karbür çökeltileri oluşturma, mukavemet kazandıran intermetalik çökeltileri oluşturma, TCP fazlarını oluşturma ve koruyucu oksit tabakası oluşturma gibi önemli rolleri vardır. Alaşım kompozisyonundaki refrakter element içeriğindeki küçük değişimlerin farklı intermetalik fazların çökeltme kinetiği veya kararlılığı üzerine etkisi olmaktadır (Sundararaman 2002).

SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler incelendiğinde IN625 alaşımının kompozisyonunda bulunan refrakter elementlerin (Cr, Mo ve Nb) homojen bir dağılım sergiledikleri görülmektedir. Aynı zamanda C elementinin herhangi bir noktada kümeleşme sergilememesinin ve karbür oluşturma kabiliyetine sahip Cr, Mo, Nb ve Ti elementlerinin homojen dağılım sergilemesinin çözeltiliye alma işleminin başarısına işaret ettiği düşünülmektedir. Bu durum özellikle Ni esaslı süperalaşımların ihtiva ettiği refrakter elementler içinde en düşük ergime sıcaklığına, en düşük yoğunluğa ve en düşük modüle sahip olan Nb elementi için büyük önem taşımaktadır (Patel 2005). Nikel esaslı süperalaşımlarda etkin katı çözeltili sertleşmesini sağlayan refrakter elementler Tablo 5.3'te görüldüğü gibi Nb'dan daha yüksek modüle ve ergime sıcaklığına sahip olan elementler olup Nb, bu elementler gibi katı çözeltili sertleşmesinde etkin değildir (Patel 2005). Başlangıçta katı çözeltili sertleşmesi ile mukavemet kazanacak şekilde tasarlanmış olan IN625 süperalaşımının yaşlandırma ile mukavemet kazanabileceği rapor edilmektedir ki bunu sağlayacak olan da Ni_3Nb çökeltmesidir (Rai 2004, Shankar 2001). Bu yüzden Nb'un karbür oluşturmada bu şekilde homojen bir dağılım sergilemesi önemlidir.

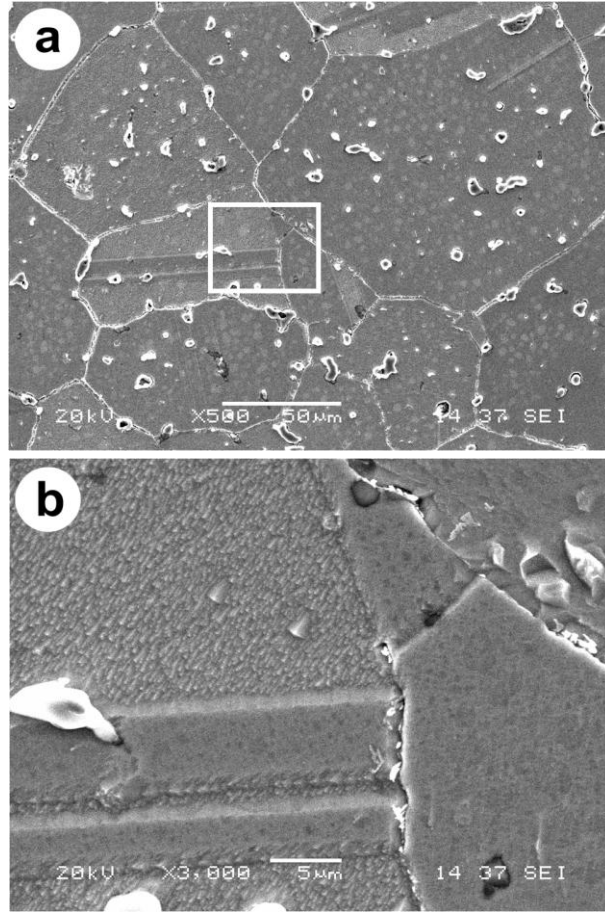


Şekil 5.42.a) Çözeltiye alınmış IN625'e ait SEM görüntüsü, b) Aynı numunenin SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler

Tablo 5.3. Refrakter elementlerin bazı fiziksel özellikleri (Patel 2005)

| | Nb | Mo | Ta | W |
|--|-------|-------|-------|-------|
| Ergime Sıcaklığı (°C) | 2468 | 2610 | 2996 | 3410 |
| Yoğunluk (g/cm ³) | 8,4 | 10,2 | 16,6 | 19,3 |
| Modül (N/m ² x10 ⁶) | 100 | 345 | 185 | 345 |
| Atom Yarıçapı (Å ^o) | 2,852 | 2,720 | 2,854 | 2,735 |

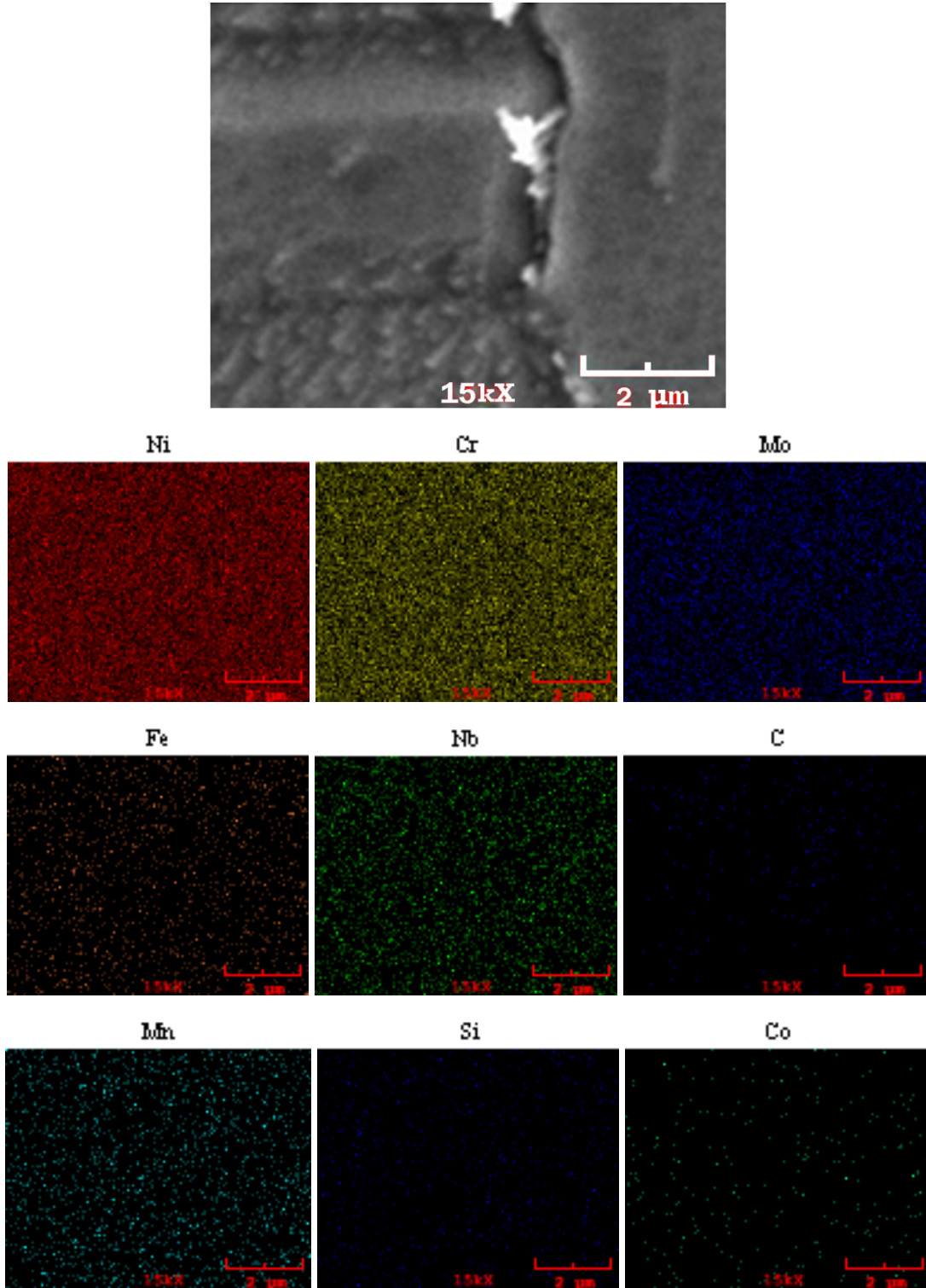
Şekil 5.43'te 745°C'de 22 saat yaşlandırılan IN625 malzemesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri verilmiştir. Yaşlandırma işleminden sonra hem sinterleme işleminden hem de çözeltiye alma işleminden sonraki SEM görüntülerinden farklı olarak mikroyapıda bol miktarda çökeltinin oluşmuş olduğu görülmektedir. Bu oluşumların karbür çökeltileri ve TCP fazları olduğu düşünülmektedir. Bu durum Şekil 5.52.b'deki zaman-sıcaklık-dönüşüm diyagramı (Patel 2005) tarafından desteklenmektedir. Çünkü 745°C'de farklı süreler denenerek yapılan yaşlandırma işlemlerinde en yüksek sertlik artışı 22 saat yaşlandırılan numunede elde edilmiş olup diyagrama göre bu sıcaklıkta ve bu sürede malzeme içerisinde hem γ'' (Ni₃Nb) çökeltmesi hem de karbür çökeltmesi meydana gelmektedir. Her ne kadar karbür çökeltileri mukavemet artışına katkıda bulunsa da asıl mukavemet artışını sağlayan Ni₃Nb çökeltileri olup, bu çökeltiler SEM görüntülerinde görülemeyecek boyutlardadır (60nm) (DeAntonio 1991). Bu çökeltilerin oluşumunun dolaylı olarak anlaşılabilmesi amacıyla SEM elementel haritalama analizi yapılmıştır.



Şekil 5.43.a) Yaşlandırılmış IN625 numunesinin 500 büyütmede, b) 3000 büyütmede alınmış SEM görüntüleri

Şekil 5.44'te 22 saat yaşlandırılmış numuneden alınmış SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler yer almaktadır. Yukarıda da söz edildiği gibi refrakter elementlerin süperalaşımında farklı roller üstlenerek alaşım mukavemetini arttırmaya yönelik olumlu etkileri vardır. Bu rollerden mukavemet artışına en büyük katkı sağlayanı yaşlandırma sonucu intermetalik çökeltiler oluşturmalarıdır. Ni esaslı süperalaşımında intermetalik çökeltiler Al, Ti ve Nb elementlerince oluşturulur. Bu çalışmada kullanılan IN625 alaşımı ağırlıkça %3,2 Nb içermekte, Al ve Ti oranları ise %0,01 mertebesindedir. Diğer refrakter elementlerden farklı olarak Nb elementi Ni içerisinde çok az çözünürlük göstermektedir. Bu durum Ni ile Nb elementlerinin atom yarıçapları arasında %14,7'lik bir fark bulunmasından kaynaklanmaktadır. %20 Cr içeren Ni-Cr matriste 1000-1200°C arasında sadece %7 Nb çözünebildiği ve bu çözünürlüğün azalan sıcaklıkla birlikte azaldığı rapor edilmektedir (Patel 2005). Bununla birlikte bu çalışmada kullanılan IN625 tozu %20,9 Cr ve %8,4 Mo

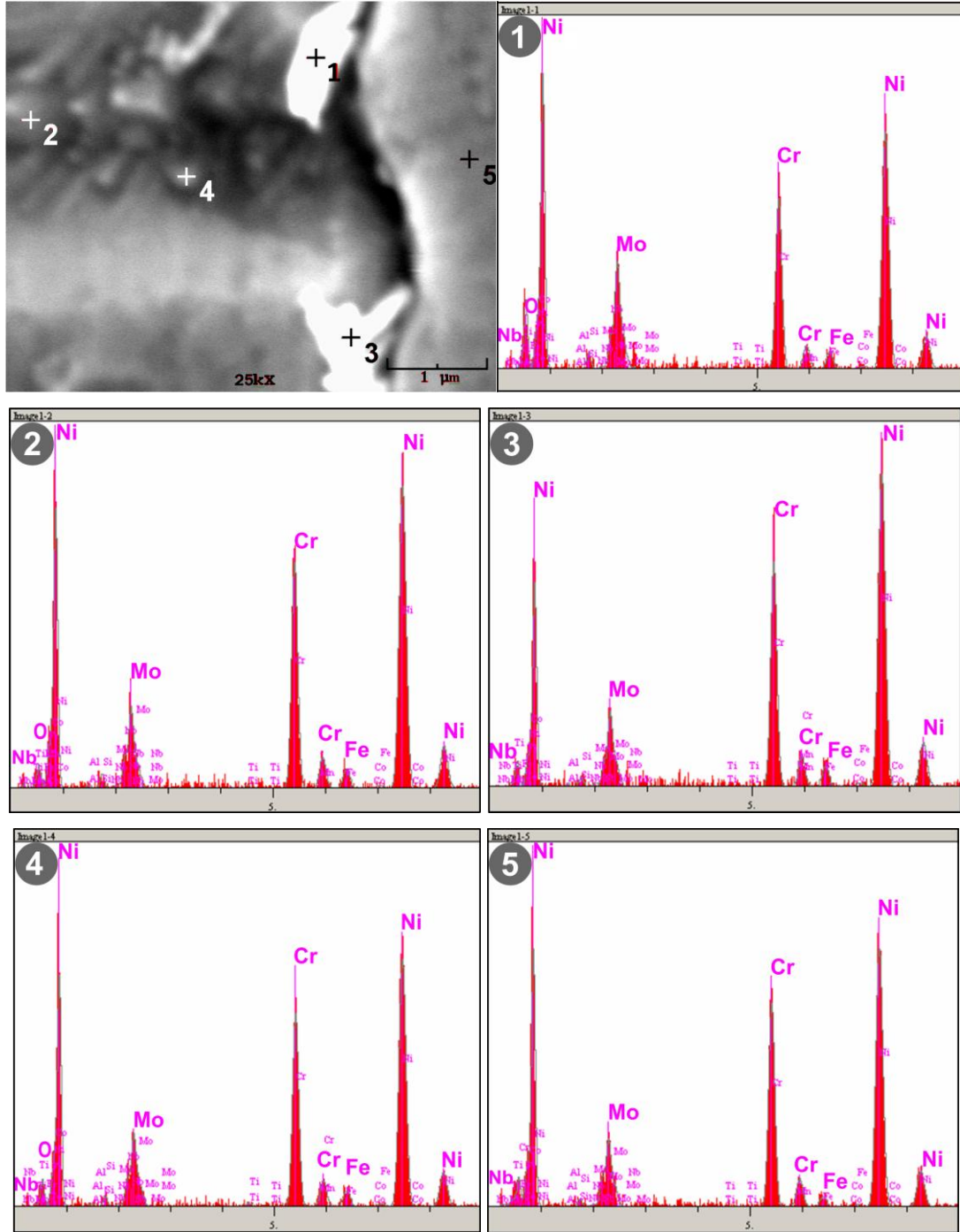
içermektedir. Cr ve Mo matris içerisinde katı çözeltileri oluşturmayı tercih eden elementler olup bunların varlığı matrisin intermetalik çökelti oluşturan Al, Ti ve Nb çözücülüğünü azaltmaktadır (Sundaraman 2002). Bunlara ek olarak Nb en yüksek elektropozitivite özelliğine sahip refrakter elementtir. Bu özelliği sayesinde süperalaşım içerisinde Ni_3Nb , NbC veya NbN çökeltileri oluşturabilir. Nb'un YMK yapılı Ni_3Al (γ') intermetalikliğinde Al'un yerini alabileceği de rapor edilmektedir (Patel 2005). Şekil 5.44'te verilmiş olan haritalama analizine ait görüntüler incelendiğinde özellikle Nb elementinin homojen dağılım sergilediği görülmektedir. Nb'un katı çözeltileri yerine karbür veya intermetalik çökelti oluşturduğu göz önünde bulundurulduğunda C elementinin mikroyapıdaki dağılımı da önem kazanmaktadır. C elementi SEM elementel haritalama analizi görüntüsüne göre herhangi bir noktada yoğunlaşma sergilememiş olup, Nb'un da homojen dağılmış olması SEM elementel haritalama analizinin alındığı bu bölgede NbC çökeltisinin olmadığına işaret eder. SEM elementel haritalama analizindeki görüntüsüne göre Nb'un homojen olarak dağılmış olması ve yaşlandırma ısı işlemiyle malzeme sertliğinde %40'a yakın bir artış olması, malzeme içerisinde Ni_3Nb çökeltilerinin oluştuğunu düşündürmektedir. Fakat oluştuğu düşünülen bu çökelti yukarıda da söz edildiği gibi çok küçük boyutlu (60 nm) olduklarından SEM görüntülerinde görülemezler. Bunlara ek olarak YMK yapılı γ' (Ni_3Al) çökeltisinde Nb'un Al'un yerini alabiliyor olması bu fazın da oluşmuş olabileceğini düşündürmektedir.



Şekil 5.44. Yaşlandırılmış IN625 numunesine ait SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler

Şekil 5.45'te 22 saat yaşlandırılmış IN625 alaşımından alınmış SEM/EDS nokta analizine ait görüntüler yer almaktadır. 1 ve 3 numaralı noktalarda görülen fazların TCP fazları olabileceği düşünülmektedir. Bunlar sert ve kırılğan fazlar olup farklı

refrakter elementlerin konsantrasyonu kontrol edilmediğinde, nikel ve nikel-demir esaslı süperalaşımlarda oluşurlar. Süperalaşımların içeriğinde birkaç tip TCP fazı önem arz eder ki bunlar sigma (σ), mü (μ), R, X ve G fazları olarak adlandırılmıştır. Bu fazların kristal yapısı oldukça karmaşıktır ve birim kafesleri birçok atom içerir. Genellikle σ fazı atom ölçüleri yaklaşık olarak eşit olan elementlerden oluşurken μ fazı farklı atomik boyutlara sahip elementlerden oluşur (Sundaraman 2002). Genellikle yüksek seviyelerde molibden veya tungsten içeren alaşımlarda görülen; iri, düzensiz widmanstatten plakaları şeklinde yüksek sıcaklıklarda oluşan μ fazının kimyasal formülü Co_7W_6 veya $(Fe, Co)_7(Mo, W)_6$ şeklinde olabilmektedir. En çok demir ve kobalt esaslı süper alaşımlar içinde, bir miktar da nikel esaslı süperalaşımlarda görülen; şekilleri düzensiz küreler (çoğu kez ince uzun) şeklinde olan ve 540 ila 980⁰C arasındaki sıcaklıklarda uzun süre bekletildikten sonra oluşan σ fazının kimyasal formülü FeCr, FeCrMo, CrFeMoNi, CrCo veya CrNiMo şekillerinde olabilmektedir (DeAntonio 1991). Bunlar normalde ostenit tane sınırında çekirdeklenir ve widmanstatten levhaları gibi büyürler. Refrakter metallerce zengin bu fazın oluşması, bu elementlerin matristen tahliye olmasına yol açar ki bunun sonucu olarak mukavemet kazandıran intermetalik fazların hacim oranı ve kararlılığı değişir. Böylece alaşım zayıflar (Sundaraman 2002). SEM/EDS analizinde 2, 4 ve 5 numaralı noktalarda Mn hariç alaşımın kompozisyonunda bulunan tüm elementlerin bulunması, buralarda bu elementlerin katı çözeltiler ve intermetalik bileşikler (Nb için) halinde bulunduğunu düşündürmektedir.

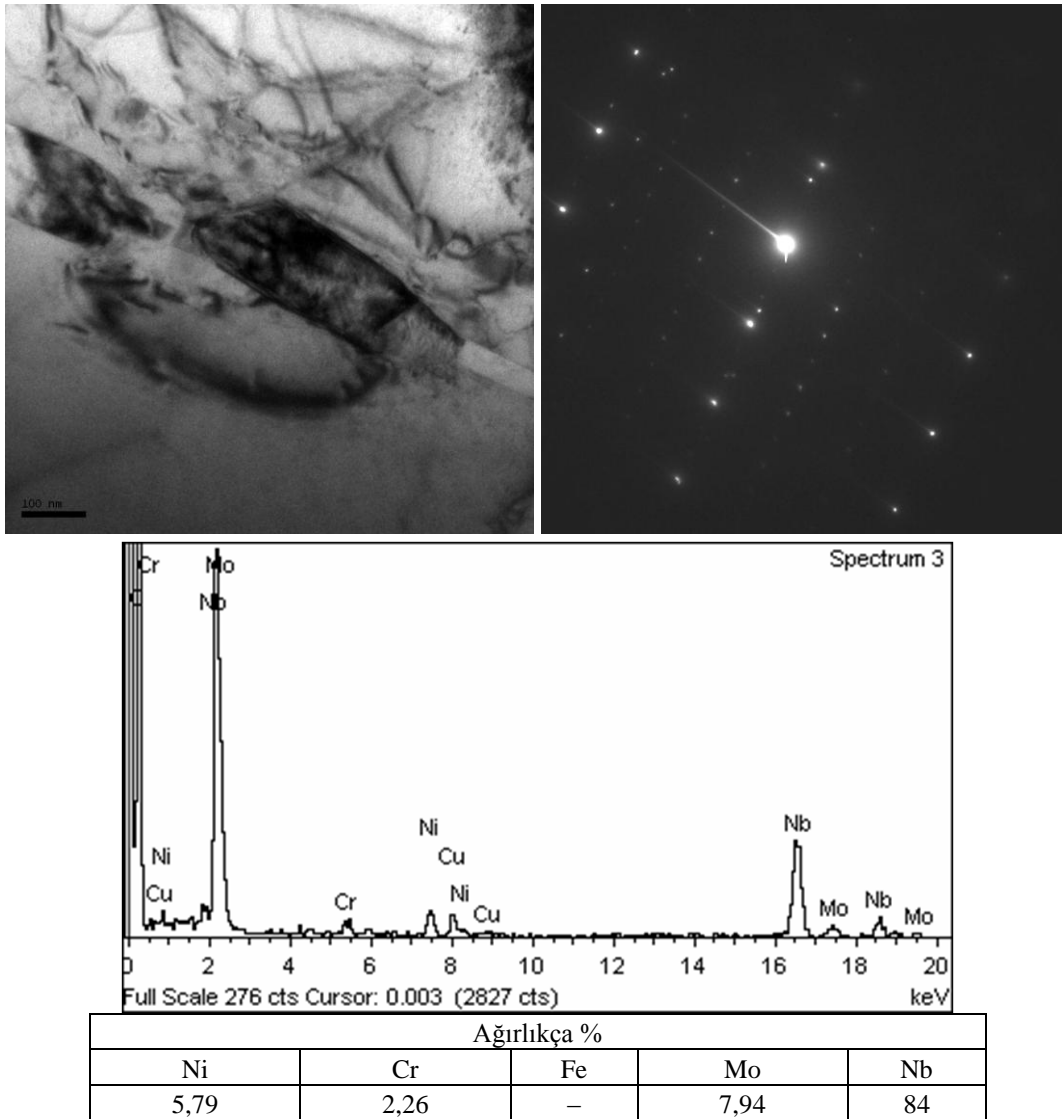


Şekil 5.45. Yaşlandırılmış IN625 numunesine ait SEM/EDS nokta analizi

5.2.4.3. TEM incelemeleri

Şekil 5.46'da yaşlandırılmış IN625 malzemesinin tane sınırından alınmış TEM görüntüsü, bu görüntüye ait seçilmiş alan elektron difraksiyon paterni ve yapılmış EDS analizine ait sonuçlar yer almaktadır. Burada oluşmuş olan çökeltilerin bir

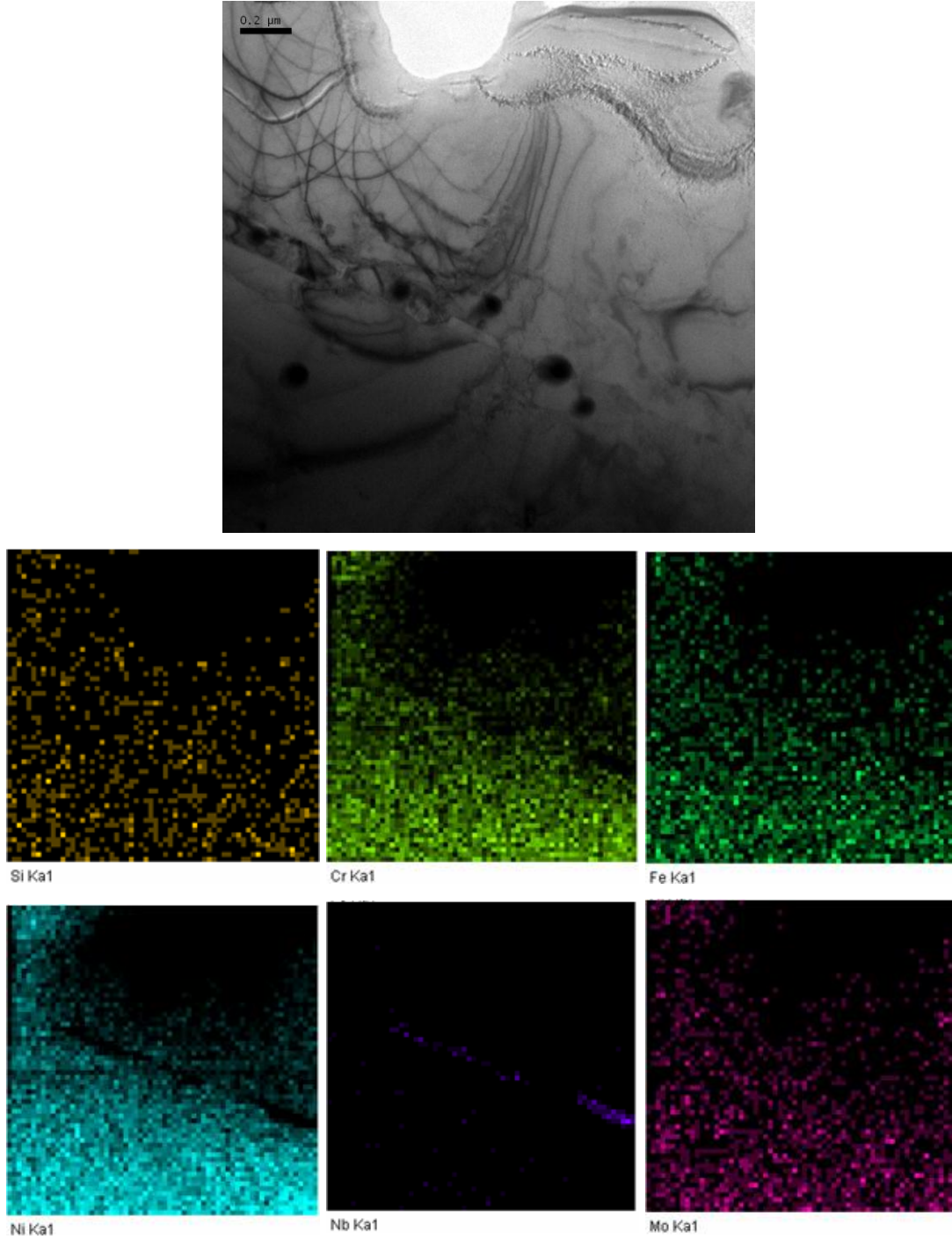
birinden ayrı olarak çökelmiş blok morfolojili çökeltiler oldukları görülmektedir. EDS analizi, bu çökeltilerin kimyasal bileşiminin ağırlıkça %84 Nb ve az miktarda Mo, Ni, ve Cr içerdiğini göstermektedir. Bu kompozisyona göre bu çökeltilerin, tane sınırında birbirinden ayrı olarak çökelmiş blok morfolojili karbür çökeltileri oldukları söylenebilir. Çökeltilerin ağırlıkça %84 Nb içermesi ise akılda ilk önce MC tipi karbür olduğu fikrini uyandırır. Çünkü Nb elementinin oluşturduğu karbür çökeltileri MC tipi karbürler olarak bilinmektedir (Sundararaman 2002).



Şekil 5.46. Yaşlandırılmış IN625 numunesinin tane sınırından alınmış TEM/EDS analizi

Şekil 5.47’de yaşlandırılmış IN625 malzemesinden alınmış TEM elementel haritalama analizine ait görüntüler yer almaktadır. Nb elementinin tane sınırı

boyunca bir yığılma sergilediği görülmektedir. Nb'un kümeleşme sergilediği bölgelerde Ni, Cr ve Fe elementlerinin yok denecek kadar az oldukları görülmektedir. TEM elementel haritalama analizinde görülen elementlerden sadece Mo elementinin Nb'un yığılma sergilediği bölgede görülmesi ve diğer elementlerin görülmemesi tane sınırı boyunca Nb'un MC tipi karbür oluşturduğuna işaret etmektedir. Fakat bu karbür oluşumları sürekli bir film halinde değil, birbirinden ayrı kümeler halindedir. Daha önce de belirtildiği gibi nikel esaslı süperalaşımındaki karbür çökeltilerinin morfolojisinin, alaşımın tüm özellikleri üzerinde önemli etkileri vardır. Karbürlerin tane sınırlarında sürekli bir film halinde çökmesi çatlak oluşumuna zemin hazırlayarak alaşımın darbe ve kopma özelliklerini şiddetli bir şekilde azaltabilir. Tane sınırlarında büyük ve birbirinden bağımsız (ayrık) çökeltilerin oluşması etkileyici bir şekilde tane sınırı kaymasını önlediğinden faydalıdır (Sims 1987). Bu durumda burada oluşmuş olan karbürlerin mukavemet açısından arzu edilen morfolojiye sahip oldukları söylenebilir. Şekil 5.47'deki TEM elementel haritalama analizi ile elde edilen veriler SEM /EDS ve SEM elementel haritalama analizlerinden ulaşılan sonuçlarla uyum sergilemektedir.

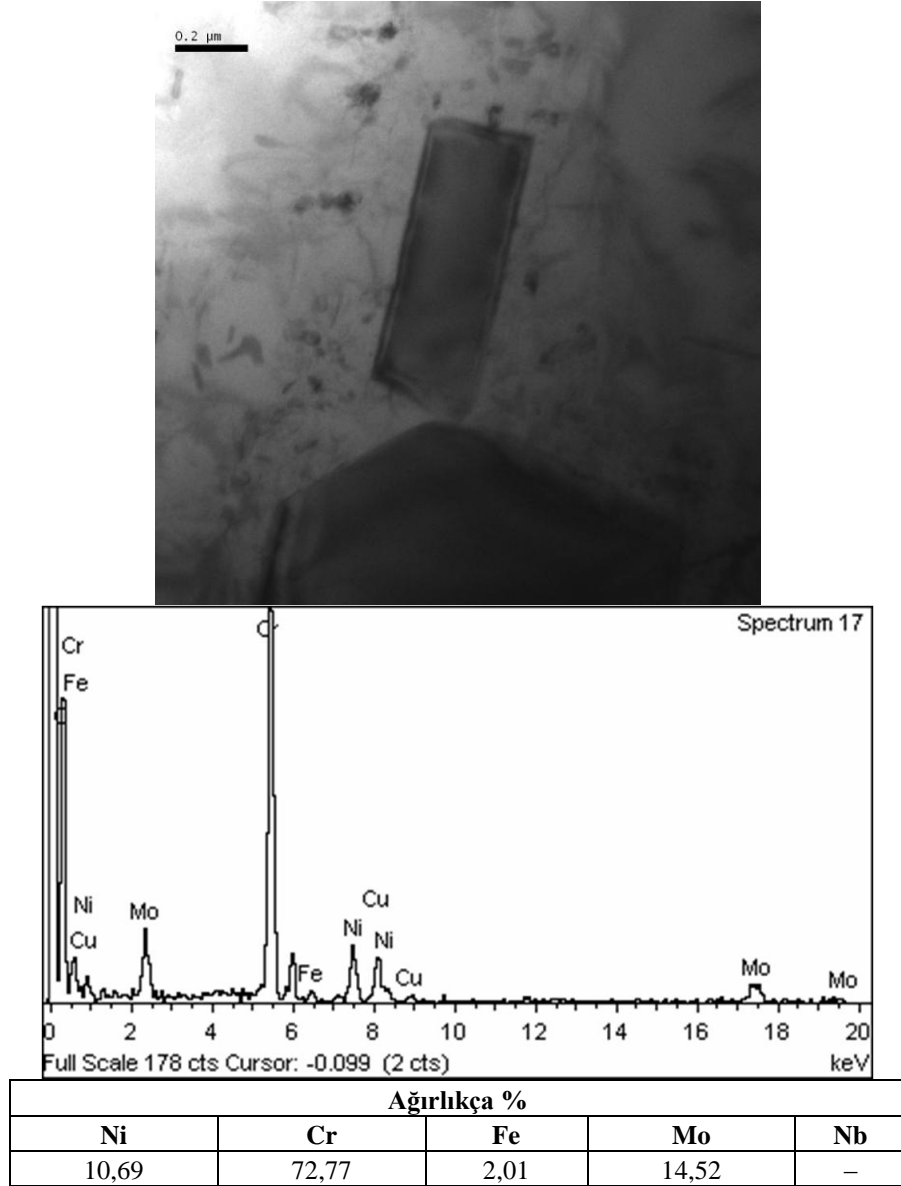


Şekil 5.47. Yaşlandırılmış IN625 numunesine ait TEM elementel haritalama analizi

Şimdiye kadarki mikroyapı incelemeleri yaşlandırma ısıl işlemine tabi tutulan IN625 malzemesinde bol miktarda karbür oluştuğunu göstermiştir. Malzemede bu kadar yüksek miktarda karbür oluşumunun sinterleme ve ısıl işlemler esnasında meydana gelen oksidasyon tarafından da etkilendiği düşünülmektedir. Çünkü oksitlerin çekirdek rolü oynayıp MC tipi karbürlerin tane sınırlarında tercih ettikleri çökeltme

yerleri gibi davrandıklarına inanılmaktadır (Appa 2006). TEM görüntülerinin hemen hepsinde IN625 alaşımında bol miktarda dislokasyon meydana gelmiş olduğu görülmektedir. Bu durumun çözeltiliye alınan malzemenin suda soğutulmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

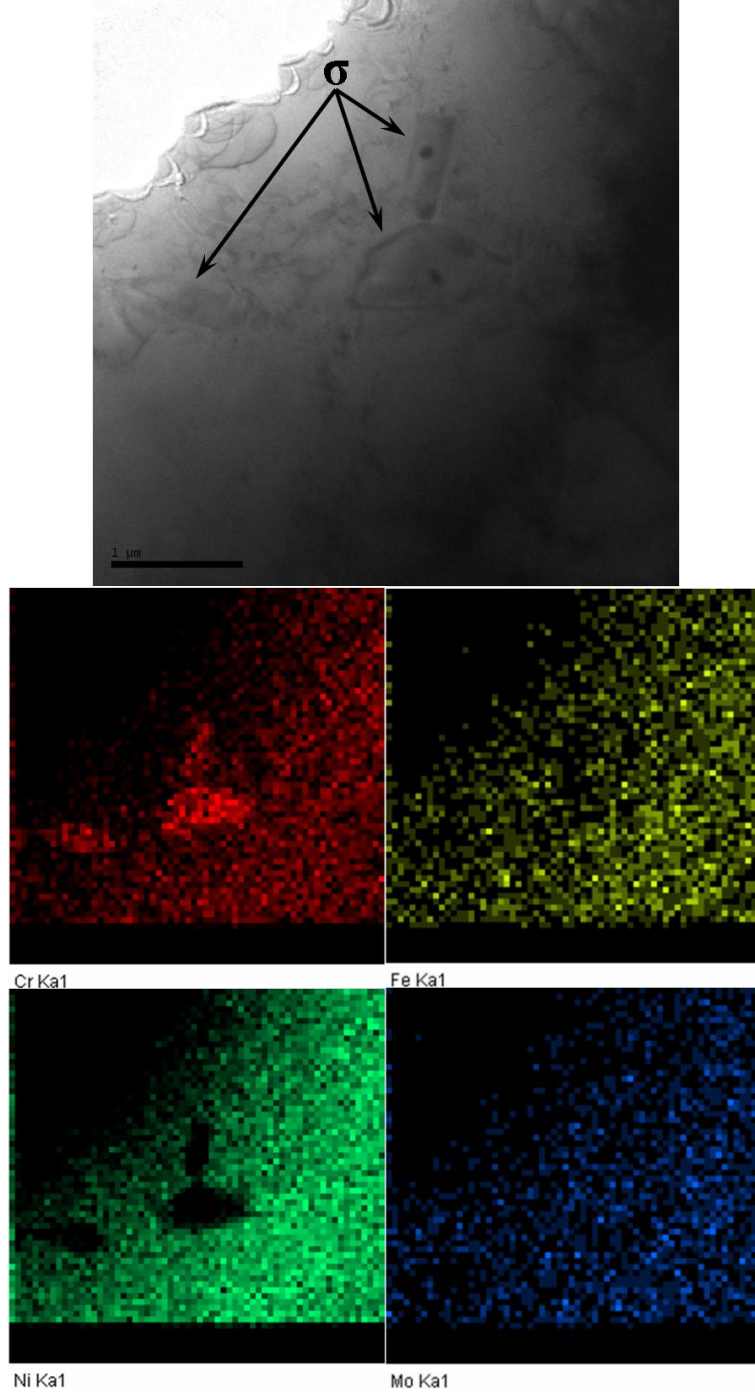
Şekil 5.48’de yaşlandırılmış IN625 malzemesinden alınmış TEM/EDS analizine ait görüntüler verilmiştir. EDS analizi burada görülen çökeltelerde Cr elementinin miktarında büyük bir artış olduğunu göstermektedir. Cr ile birlikte refrakter bir diğer element olan Mo elementi de artış sergilerken matrisi oluşturan Ni ve Fe elementlerinin miktarında çok büyük bir azalma söz konusudur. Nb elementi ise burada hiç bulunmamaktadır. Cr elementi Ni esaslı süperalaşımlarda katı çözeltili, koruyucu oksit tabakası, $M_{23}C_6$ veya M_7C_3 tipi karbürler veya TCP fazı oluşturarak bulunabilir (Stoloff 2005). Bu bilgiye dayanılarak TEM/EDS analizinde görülen bu çökeltelerin ya karbür veya TCP fazı çökelteleri olduğu söylenebilir. Fakat $M_{23}C_6$ veya M_7C_3 tipi karbürlerin 760-980°C sıcaklık aralığında oluştuğu ve en çok taneler arası bölgeleri tercih ettikleri bildirilmektedir (Sims 1987). Bu nedenle burada görülen çökeltelerin TCP fazlarından sigma fazı olduğu kanaatine varılmıştır. Aslında bu düşüncenin ortaya çıkmasında daha önce yapılmış SEM incelemeleri, özellikle de çekme deneyinden sonra kırılma yüzeylerinden alınan SEM/EDS analizleri de rol oynamaktadır. Çünkü bu incelemelerde, özellikle kırılma yüzeylerinde görülen çökeltelerde C elementi bulunmamasına rağmen Cr ve Mo elementlerinin ve bazen de Mn elementinin miktarındaki artışlardan malzeme içerisinde bol miktarda TCP fazı oluştuğu tespit edilmişti.



Şekil 5.48. Yaşlandırılmış IN625 numunesinde TCP fazı oluşumunu gösteren TEM/EDS analizi

Şekil 5.48’de görülen çökeltilerin bulunduğu alandan daha küçük büyütmeyle alınmış TEM görüntüsü ve bu bölgeye yapılmış olan TEM elementel haritalama analizine ait görüntüler Şekil 5.49’da verilmiştir. Şekilde tane sınırında olmadığı anlaşılan bu çökeltilerde Cr elementinin yığılma sergilemesine karşın Ni ve Fe elementlerinin miktarlarında büyük azalma olduğu görülmektedir. Mo elementi ise Cr elementi kadar yoğun olmasa da çökeltilerin bulunduğu bölgelerde bulunmaktadır. Bu durum Şekil 5.48’deki TEM/EDS analizinden çıkarılan sonucu destekler biçimde burada TCP fazı oluşumuna işaret etmektedir. Burada bu

çökeltilerin karbür olmayıp TCP fazı olduğunu düşündürmeye sevk eden sebeplerden en önemlisi çökeltilerin tane sınırında bulunmamasıdır.

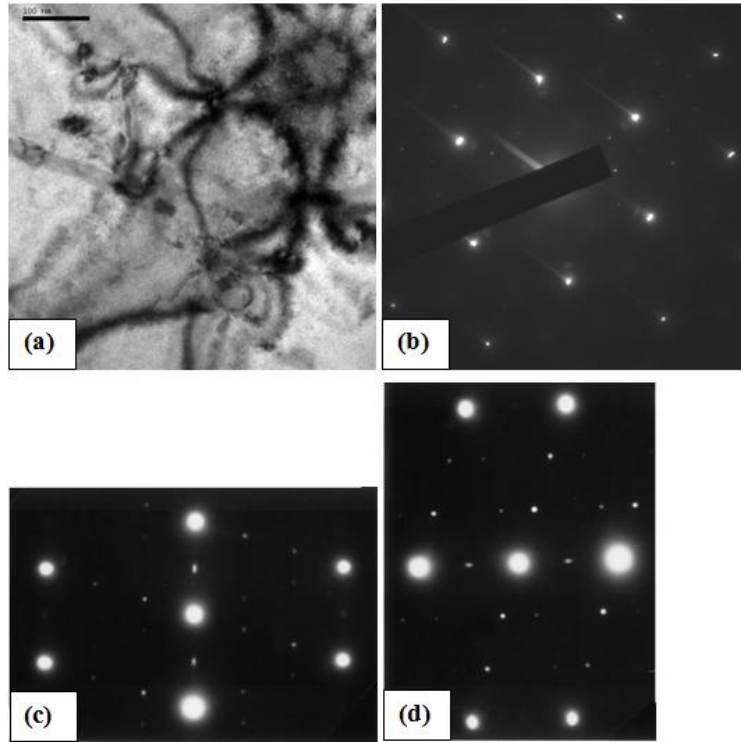


Şekil 5.49. Yaşlandırılmış IN625 numunesinde TCP fazı oluşumunu gösteren TEM elementel haritalama analizi

Tez çalışmasında IN625 alaşımının yaşlandırma ısıl işlemine tabi tutulmasının bir amacı da içerisinde γ'' fazı çökeltileri elde etmektir. TEM çalışmalarında farklı

bölgelerden alınmış matrisi temsil eden EDS analizleri matriste ortalama olarak ağırlıkça % 1,12 Nb bulunduğunu göstermektedir. Başlangıç tozu içerisinde ağırlıkça % 3,2 Nb bulunmakta iken matris içerisinde Nb miktarının bu denli azalması, Nb elementinin büyük çoğunluğunun karbür çökeltilerine dâhil olduğunu göstermektedir. Matris içerisinde kalan Nb elementinin ise 745°C'de yapılan 22 saatlik yaşlandırma işlemi sonucu γ'' çökeltilerini oluşturduğu düşünülmektedir.

Şekil 5.50'de yaşlandırılmış IN625 numunesinden alınmış TEM görüntüsü ve bu görüntüye ait SADP verilmiştir. Daha önce yapılmış bir çalışmada (Sundararaman 1999) Inconel 625 alaşımında oluşmuş olan γ'' çökeltilerinin SADP anahtarları yine Şekil 5.50'de verilmiş olup şimdiki çalışmada elde edilen SADP ile uyum sergilemektedir. Yaşlandırma işlemiyle malzeme sertliğinde ve mukavemetinde meydana gelen artış da γ'' çökeltilerinin oluştuğunu düşündürmektedir. Bunlara ek olarak matristen alınan EDS analizlerinin Nb varlığına işaret etmesi ve daha önce söz edildiği gibi Nb ile Ni elementlerinin atom yarıçapları arasında %14,7 gibi bir fark bulunması da bu düşünceyi desteklemektedir.

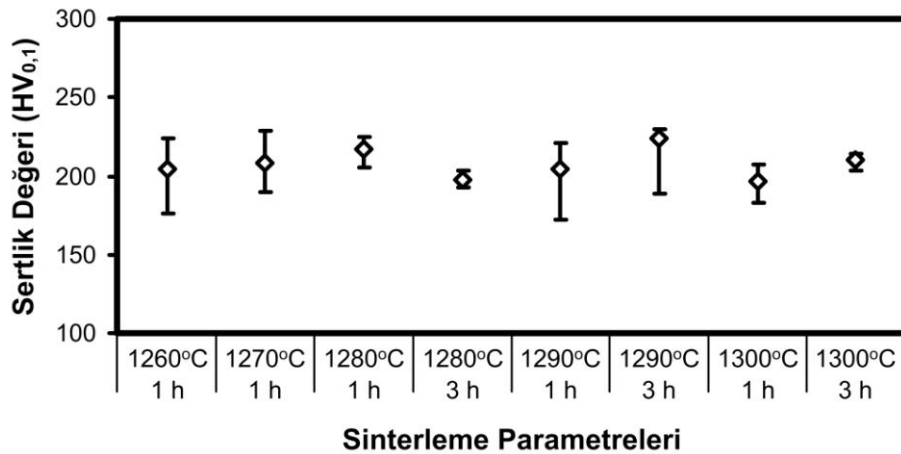


Şekil 5.50. Yaşlandırılmış IN625 numunesinden alınmış a) TEM görüntüsü, b) Bu görüntüye ait SADP, c ve d) Bir başka çalışmada elde edilmiş γ'' fazını gösteren SAD paternleri (Sundararaman 1999)

5.2.5. Mekanik Testler

5.2.5.1. Sertlik ölçümleri

Şekil 5.51’de TEK ile üretilmiş IN625 numunelerinin sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak sertlik değerlerindeki değişim verilmiştir. 1300°C’de 3 saat sinterlenmiş numunelerin ortalama sertlik değeri 208 HV_{0,1} olup bu değer tüm sinterleme şartları için 197 ile 224 HV_{0,1} arasında değişmektedir. Üstelik bu değişim sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak düzenli bir artış veya azalma sergilememektedir. Oysa artan sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak, malzeme yoğunluğunda meydana gelen artışla birlikte malzemenin sertliğinin de artması beklenir. Fakat bu çalışmada numunelerin yoğunluklarında meydana gelene artışa paralel olarak sertliklerinde beklendiği gibi bir artışla karşılaşılmasıdır. Yoğunluk artışının sertliği artırıcı etkisinin aksine, tane irileşmesinin sertliği düşürdüğü bilinmektedir (Fındık 2003, Thompson 2009). Şimdiki çalışmada artan sıcaklık ve süreye bağlı olarak yoğunluk artışı sağlanmasına rağmen sertlikte bir artış olmamasının malzemenin tane boyutunda meydana gelen irileşmeden kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 5.51. Sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak IN625 numunelerinin sertlik değerleri

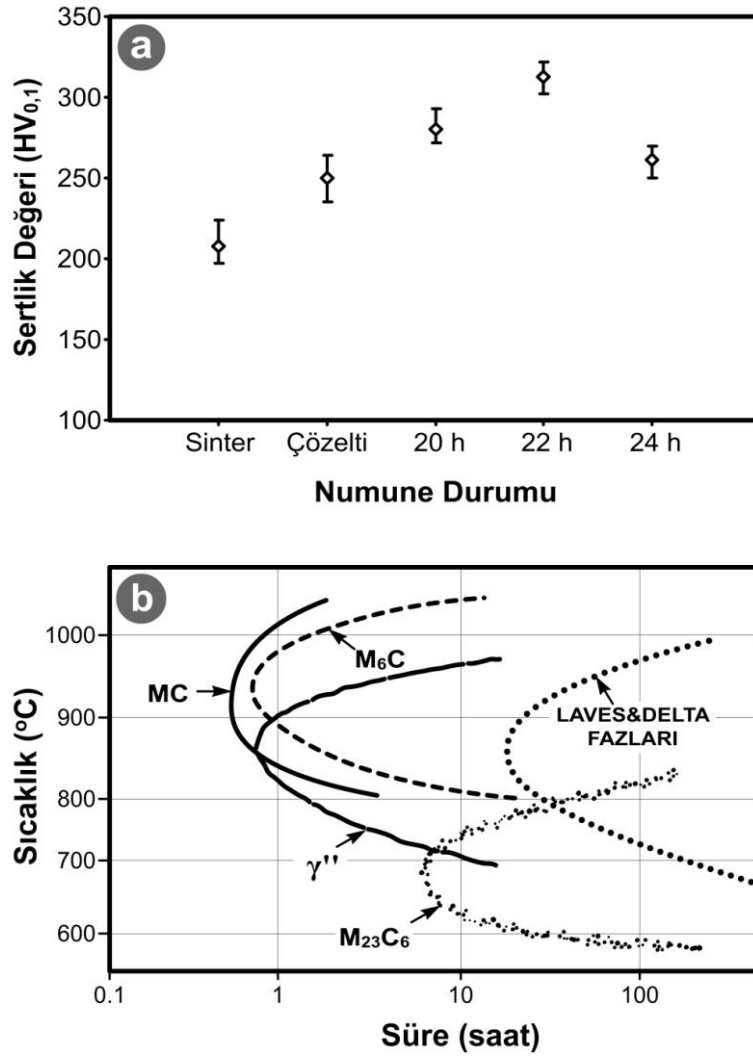
Şekil 5.52’de, IN625 numuneleri için en yüksek yoğunluğun elde edildiği sinterlenmiş durumdaki, 1150°C’de 2 saat çözeltiye alınıp suda soğutulmuş durumdaki ve 745°C’de farklı sürelerle yaşlandırılmış durumdaki sertlik değerleri verilmiştir. Inconel 625 alaşımı mukavemetini yukarıda da söz edildiği gibi

başlangıçta Ni-Cr matriste Mo ve Nb elementlerinin meydana getireceği katı çözeltili sertleşmesiyle kazanacak şekilde tasarlanmıştır (Shankar 2001). Bu nedenle TEK ile üretilen ve en yüksek yoğunluğa ulaşılan numuneler 1150°C'de 2 saat çözeltiliye alınmış ve suda soğutulmuştur. Çözeltiliye alma işleminden sonra numunelerin sertliğinin ortalama 250 HV_{0,1} olduğu görülmüştür. Çözeltiliye alma işleminden sonra sertlikte meydana gelen bu artışın sinterleme işlemi sonrası mikroyapıda bulunan bazı oluşumların çözünmesi ve serbest kalan Mo ve Cr gibi elementlerin katı çözeltili durumuna geçmiş olmasından, dolayısıyla meydana gelen kafes çarpılmalarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ni esaslı süperalaşımlarda çözeltiliye alma işleminin γ' fazının neredeyse tümünü ve çok kararlı olan MC tipi karbürler dışındaki diğer karbür çökeltilerini çözündürmek amacıyla yapıldığı bildirilmektedir (Stolof 2005). Bu çalışmada kullanılan önalaşım IN625 tozu ağırlıkça %8.4 Mo içermektedir. Mo elementinin süperalaşımın mikroyapısında ya katı çözeltili olarak veya karbür çökeltisi olarak bulunabileceği bildirilmektedir (Garimella 1997, Mankins 1990, Patel 2005, Stolof 2005, Sundararaman 2002). Mo elementinin süperalaşımda oluşturabileceği karbür tipi M₆C olup, bu karbürün %6-8'den fazla Mo veya W içeren alaşımlarda 800-980°C sıcaklık aralığında oluştuğu belirtilmektedir (Patel 2005, Sundararman 2002). Bu çalışmada Al₂O₃ tüplü fırında 1300°C'de 3 saat sinterlenen numuneler 10°C/dk hız ile soğutuldukları için 800-980°C sıcaklık aralığında M₆C tipi karbürlerin oluşumu için yeterli sürenin mevcut olduğu düşünülmektedir. Bu durum Şekil 5.52.b'deki ZSD diyagramında da görülmektedir. 625 alaşımına ait ZSD diyagramında Mo veya W elementleri tarafından oluşturulan M₆C tipi karbürlerin 1000-1100°C sıcaklık aralığında çözüldüğü görülmektedir. Bozunan M₆C tipi karbürler tarafından serbest bırakılan Mo elementinin matriste katı çözeltili durumuna geçtiği düşünülmektedir. Ni-Mo ikili faz diyagramına göre Ni içerisinde 700°C'de yaklaşık olarak ağırlıkça %16 Mo çözünebilmektedir (ASM Handbook: Alloy Phase Diagrams 1992). Ni elementinin atom yarıçapı ile Mo elementinin atom yarıçapı arasında %12'lik bir fark bulunmakta olup (Erdoğan 2001) yer alan katı çözeltilisi oluşturan Mo elementinin meydana getirdiği kafes çarpılmalarının sertlikteki artışta rolü olduğu düşünülmektedir. Benzer durumun Cr için de geçerli olduğu düşünülmektedir. Çünkü Cr elementi koruyucu oksit tabakası oluşturarak malzemenin oksidasyon ve korozyon direncini arttırmanın yanında karbür ve topolojik sıkı paket faz (TCP) oluşumunda da rol oynamaktadır. Sinterleme

işleminde sonra oluşması muhtemel olan karbür ve TCP fazlarının çözeltiye alma işlemi ile çözünmesi sonucu matriste Cr elementi tekrar katı çözelti oluşturabilir. Bu durumda serbest kalan Cr katı çözelti durumuna geçerek bir miktar sertlik artışı meydana getirmiş olabilir. Fakat Cr'un sağlayacağı sertlik artışı Mo'in sağlayacağı sertlik artışı kadar olmayacaktır. Çünkü Ni ile Cr elementlerinin atom yarıçapları arasındaki fark %3 mertebelerindedir (Erdoğan 2001).

Johnson ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada ortalama tane boyutu $9,7 \mu\text{m}$ olan Inconel 625 tozunun TEK yöntemiyle şekillendirilip H_2 atmosferi altında 1290°C 'de 0,5 saat sinterlendikten sonra 1150°C 'de 2 saat çözeltiye alınıp yağda soğutulması sonucu ulaşılan sertlik değerinin 91 HRB (yaklaşık 197 HV) olduğu rapor edilmiştir (Johnson 2004). Gülsoy ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada ise toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilen IN625 malzemesi 1150°C 'de 2 saat çözeltiye alınıp yağda soğutulmuş olarak 16 HRC sertlik değeri elde edildiği bildirilmektedir (Gülsoy 2011). Literatürde dövme 625 alaşımının ısıl işlem görmüş durumdaki sertlik değeri 190 HB olarak belirtilmektedir (Mankins 1990). Şimdiki çalışmada daha yüksek sertlik değerleri elde edilmesinin çözeltiye alma işleminden sonra numunelerin yağ yerine suda soğutulmuş olmasından da kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

Çözeltiye alma işleminden sonra 745°C 'de farklı sürelerle yaşlandırma işlemine tabi tutulan numunelerden elde edilen en yüksek sertlik değeri ortalama $303 \text{HV}_{0,1}$ olmuştur. Şekil 5.52.b'de verilmiş olan 625 alaşımına ait ZSD diyagramı göz önünde bulundurulduğunda, 745°C 'de 22 saat bekletme ile gerçekleştirilen yaşlandırma işlemi sonucu malzeme sertliğinde meydana gelen sertlik artışı, yaşlandırma işleminin amacı olan γ'' çökeltilerinin oluşmuş olabileceğini düşündürmektedir. Bununla birlikte ZSD diyagramında bu yaşlandırma şartlarında γ'' çökeltilerinin yanında M_{23}C_6 karbürlerinin oluşabileceği de görülmektedir.



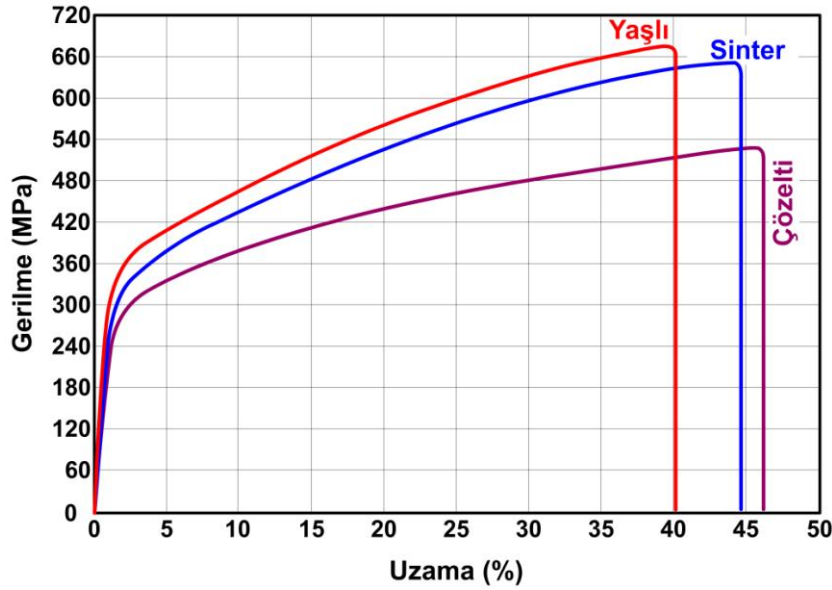
Şekil 5.52.a) Sinterlenmiş, çözeltilmiş ve 745°C'de 20, 22 ve 24 saat sürelerle yaşlandırılmış IN625 numunelerinin sertlik değerleri, b) 625 alaşımına ait ZSD diyagramı (Patel 2005)

5.2.5.2. Çekme deneyi

Hem sinterlenmiş, hem çözeltilmiş hem de yaşlandırılmış IN625 numunelerinin çekme testlerine tabi tutulması sonucu elde edilen eğriler Şekil 5.53'te verilmiştir. Grafikler incelendiğinde yaşlandırma işleminin malzemenin mukavemetine olumlu etkileri olduğu görülmektedir. Bu mukavemet sonuçları, SEM görüntüleri ve sertlik ölçümlerinden elde edilen sonuçlar tarafından desteklenmektedir. Çünkü numunelerin ısıl işlem görmeden önceki sertlikleri 208 HV_{0,1} seviyelerindeyken ısıl işlem sonrasında 22 saat yaşlandırılan numunenin sertliği 303 HV_{0,1} olarak ölçülmüştür. Malzemede sertlik ve mukavemet artışını yukarıda açıklandığı üzere ısıl işlem sonucu malzemede oluştuğu düşünülen ve SEM

TEM incelemeleri ile tespit edilen çökeltilerin sağladığı söylenebilir. Her ne kadar çözeltiye alma işlemi, yukarıda belirtildiği üzere sertlikte artış sağlamış olsa da çekme testlerinden elde edilen eğriler kıyaslandığında en düşük mukavemet değerleri çözeltiye alınmış numunelerden elde edilmiştir. Çözeltiye alma işleminin, sinterlenmiş durumdaki malzemenin mukavemetini düşürdüğü görülmektedir. Bununla birlikte çözeltiye alınmış malzemenin yaşlandırma işlemine tabi tutulmasıyla mukavemette önemli bir artış olduğu, en yüksek mukavemet değerlerinin yaşlandırılmış numuneler tarafından sağlandığı görülmüştür.

Sinterlenmiş numunelerin ortalama akma ve çekme mukavemeti değerleri sırasıyla 351 ve 650 MPa iken bu değerler çözeltiye alma işleminden sonra sırasıyla 306 ve 505 MPa olmuştur. Yaşlandırma işlemi sonucu malzemenin ortalama akma mukavemetinin 385 MPa, ortalama çekme mukavemetinin 674 MPa olduğu görülmüştür. Johnson ve arkadaşları (Johnson 2004) tarafından yapılan çalışmada Inconel 625 malzemesinin 1150°C'de 2 saat çözeltiye alınıp yağda soğutulması sonucu 230 MPa akma, 600 MPa çekme mukavemeti elde edilmiştir. Gülsoy ve arkadaşları (Gülsoy 2011) tarafından yapılan çalışmada da benzer mukavemet değerlerine ulaşılmıştır. Bu çalışmalarda TEK ile üretilmiş 625 süperalaşımının mukavemeti, çözeltiye alma işlemiyle arttırılmaya çalışılmıştır. Çünkü Inconel 625 alaşımı Ni-Cr matrisin katı çözelti sertleşmesi ile mukavemet kazanması için tasarlanmıştır (Rai 2004, Shankar 2001). Fakat ilerleyen zamanlarda bu alaşım içerisinde, yüksek sıcaklıklardaki servis şartlarında veya yaşlandırma işlemleri sonucunda birkaç farklı fazın oluşabildiği tespit edilmiştir. Yapılan çalışmalar 550-600°C ve üzerinde alaşımın içerisinde, maruz kaldığı sıcaklık ve süreye bağlı olarak $M_{23}C_6$, MC, M_6C , γ' , γ'' , δ ve laves fazlarının çökelebildiğini göstermiştir (Mittra 2003). Bu çalışmada 1150°C'de 2 saat çözeltiye alma işlemi sonrasında yapılan 745°C'deki 22 saatlik yaşlandırma işlemiyle çok daha yüksek akma ve çekme mukavemeti değerleri elde edilmiştir ki bu olumlu durumun yapı içerisinde olduğu düşünülen intermetalik çökeltilerce sağlandığı düşünülmektedir. IN625 alaşımına uygulanan ısı işlemlerden çözeltiye alma işleminin sinterlenmiş durumdaki malzemenin sünekliğini arttırdığı, yaşlandırma işleminin ise süneklik değerini bir miktar azalttığı görülmüştür.



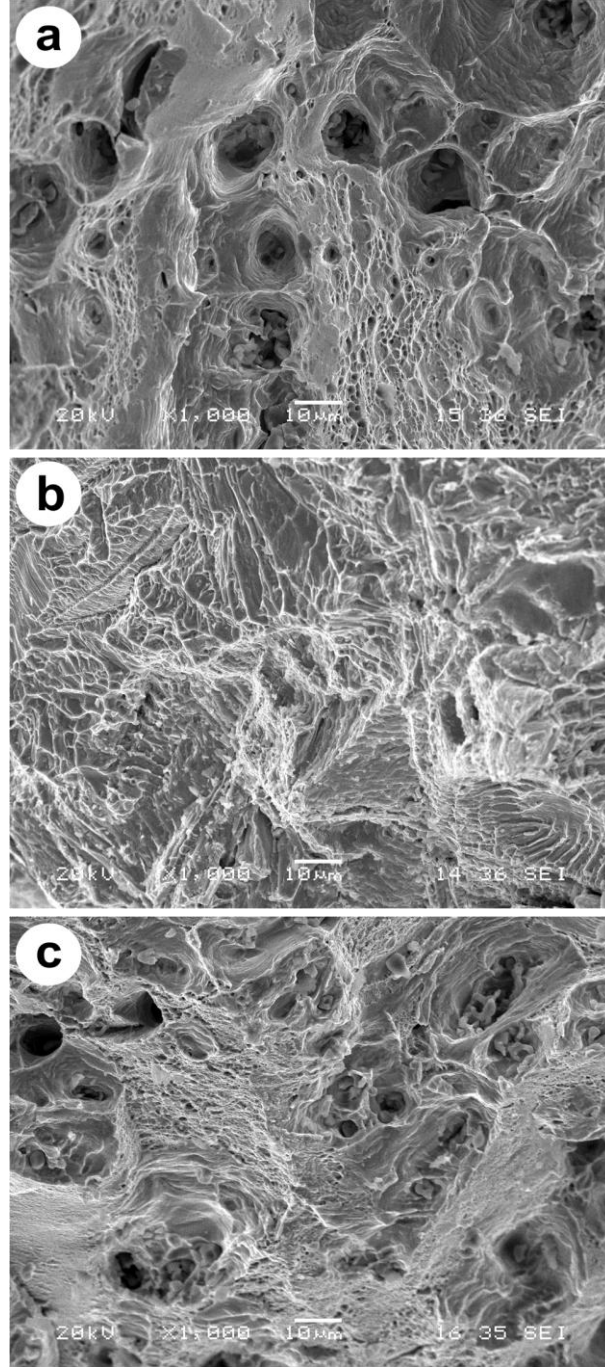
Şekil 5.53. Sinterlenmiş, çözeltiliye alınmış ve yaşlandırılmış IN625 numunelerinin ortalama çekme eğrileri

Tablo 5.4'te çekme testlerinden elde edilen sonuçlar dövme ve döküm 625 malzemelerle kıyaslanmış olup, mukavemet değerlerinin döküm malzemelerle rekabet edebilecek düzeyde olduğu, fakat dövme malzemelerden düşük olduğu görülmüştür. TEK ile üretilmiş 625 numunelerinin her üç durumda da sünekliğinin döküm ve dövme alaşımlardan biraz düşük olduğu görülmekle birlikte mukavemet ve süneklik değerlerindeki bu düşüklüğün malzeme içerisindeki gözeneklerden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Tablo 5.4. TEK ile üretilmiş IN625 alaşımı ile döküm ve dövme 625 alaşımlarının mukavemet değerleri

| 625 Alaşımının Durumu | Akma Mukavemeti (MPa) | Çekme Mukavemeti (MPa) | Uzama (%) |
|----------------------------------|-----------------------|------------------------|-----------|
| Sinterlenmiş | 351±14 | 650±16 | 44,7±2,4 |
| Çözeltiliye alınmış | 306±29 | 505±105 | 46,2±2,5 |
| Yaşlandırılmış | 385±12 | 674±39 | 40,6±6,3 |
| Döküm Inconel 625 (Ericson 2005) | 350 | 710 | 48 |
| Dövme Inconel 625 (Stoloff 2005) | 490 | 965 | 50 |

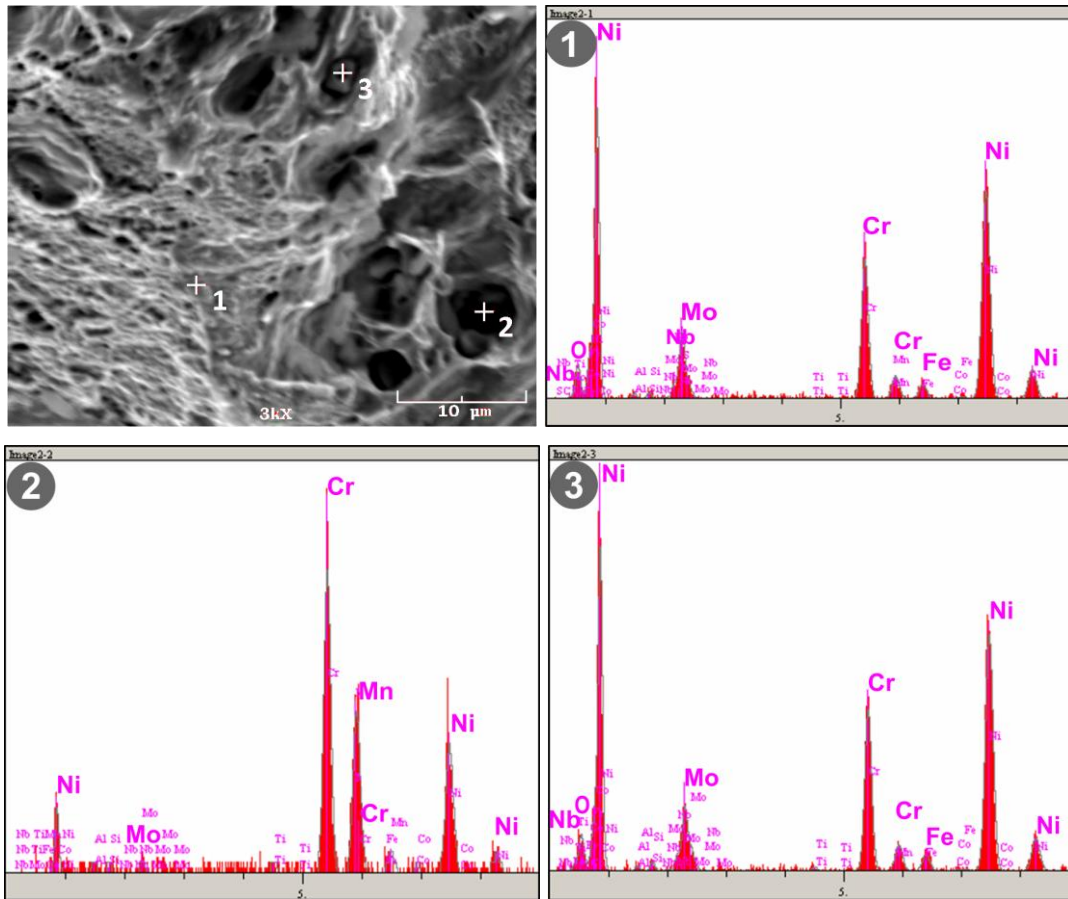
Şekil 5.54'te çekme deneyi sonrasında kırılma yüzeylerinden alınmış SEM görüntüleri verilmiştir. Görüntülerden malzemenin daha çok tane içinden sünek olarak kırıldığı görülmektedir. Küçük büyütmeyle alınmış olan ve ait oldukları numunelerin genel özelliklerini temsil eden SEM görüntüleri kıyaslandığında uygulanan ısı işlemlerin malzemede farklı çökeltilerin oluşmasına yol açtığı görülmektedir. Aslında bu görüntüler, yapılmış olan EDS analizlerini de desteklemektedirler. Çünkü Şekil 5.45'te yaşlandırılmış numuneden alınmış EDS analizinde görülen bazı çökeltilerin TCP fazları olduğu belirtilmişti. Kırılma yüzeyinden alınmış görüntüler incelendiğinde sinterlenmiş ve özellikle de yaşlandırılmış malzemelerde bir kısmının karbür, bir kısmının da TCP fazı olduğu düşünülen bol miktarda çökelti bulunduğu görülmektedir. Görülen bu çökeltilerin büyük çoğunluğunun TCP fazı olduğu fikri, çekme deneyine tabi tutulan malzemelerde kopmanın bu çökeltilerin bulunduğu noktalarda yoğunlaşmasından kaynaklanmaktadır. Çünkü TCP fazlarının malzemenin kırılmasında çatlak oluşumuna önayak oldukları belirtilmektedir (Sims 1987). Bununla birlikte çekme deneylerinde en yüksek sünekliğin çözeltiye alınmış malzemeden elde edilmesi ile çözeltiye alınmış malzemenin kırık yüzeyinden alınan SEM görüntüsü de uyumaktadır. Şekil 5.54.b'de yer alan bu görüntüde malzemenin tamamen sünek olarak kırıldığı ve bununla birlikte sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki numunelerin kırık yüzeylerinden alınan görüntülerin aksine karbür çökeltileri ve TCP fazları oldukları düşünülen oluşumların çözünmüş olduğu görülmektedir. Buradan hareketle, malzemenin kopması esnasında gerilme yığılmalarının olması nedeniyle çatlak başlangıcı gibi rol oynayan TCP fazlarının malzeme sünekliğini bir miktar azalttığı söylenebilir.



Şekil 5.54.a) Sinterlenmiş, b) Çözeltiyeye alınmış, c) Yaşlandırılmış IN625 numunelerinin çekme deneyinden sonra kırılma yüzeylerinden alınmış SEM görüntüleri

Şekil 5.55'te yaşlandırılmış numunenin çekme deneyi sonrasında kırılma yüzeyinden alınmış olan SEM/EDS nokta analizine ait görüntüler yer almaktadır. 1 numaralı bölgede kimyasal bileşimin başlangıç tozunun kimyasal bileşimine çok yakın bir dağılım sergilediği görülmektedir. Genel olarak matrisi temsil ettiği düşünülen bu bölgede Cr miktarının başlangıç tozundan daha az olduğu görülmüştür. Bu durumun

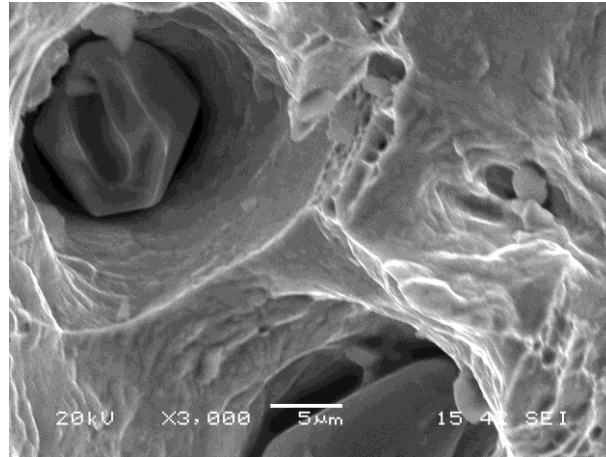
Cr elementinin bir miktarının koruyucu oksit tabakası tarafından, bir kısmının ise TCP fazları tarafından kullanılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. 2 numaralı bölgede Cr ve Mn miktarlarında büyük artış olduğu görülmektedir. Söz konusu bölgede ne C ne de O elementlerinin hiç bulunmaması, burada oluşmuş olan fazın Cr-Mn-Ni elementlerinin oluşturduğu bir σ fazı olduğunu göstermektedir. Seiser ve arkadaşlarının yapmış olduğu bir çalışmada (Seiser 2011) geçiş metalleri üçlü sistemlerinin oluşturabileceği TCP fazı türleri belirtilmiş olup bunlardan biri de Cr-Mn-Ni üçlüsü tarafından oluşturulan σ fazıdır. 3 numaralı bölgede görülen fazın da sigma fazı olduğu düşünülmektedir.



Şekil 5.55. Yaşlandırılmış IN625 numunesinin çekme deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınan SEM/EDS analizi

Sigma fazının bulunduğu malzemenin sürünme dayanımını düşürdüğü kesin olarak kabul edilmektedir. Sürünme dayanımının azalmasına neden olması da içinde bulunduğu taneleri küçük parçalara ayırmasına yani diğer bir deyişle tane boyutunu

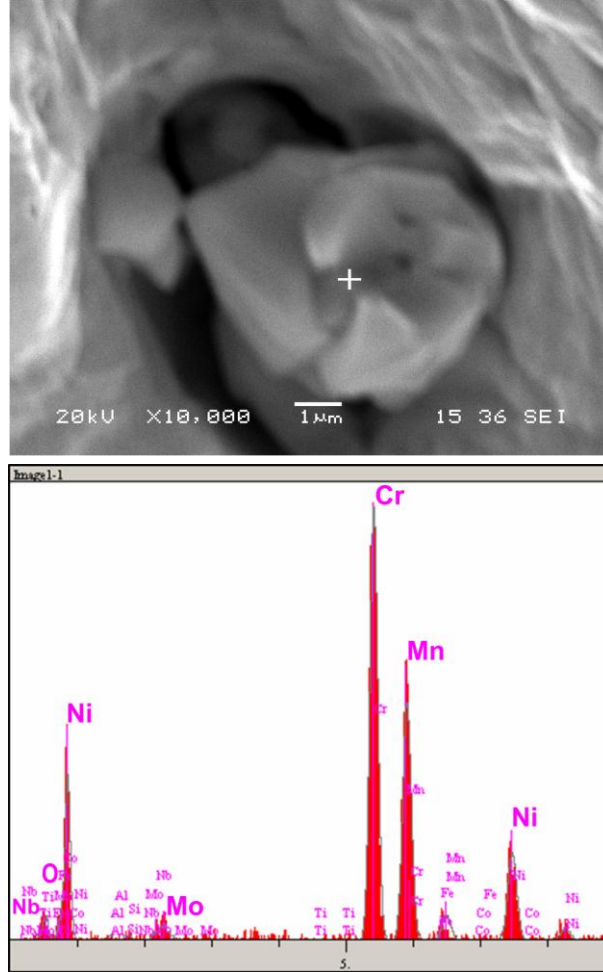
azaltıcı rol oynamasına bağlanmaktadır (Seiser 2011, Sims 1987). σ fazının oluşumunun mekanik özelliklere mutlaka zararlı olduğu söylenemez (Mitchell 2005). Sigma fazının morfolojisi farklı şekillerde olabildiği gibi bu morfolojilerin etkileri de farklıdır. Plaka şeklinde olan σ fazının mekanik özellikleri olumsuz etkilediği kesindir. Fakat iri ve ayrık blok şeklinde çökelen σ fazının özellikler üzerinde olumsuz etkilerinin olmadığı sanılmaktadır. Hatta nikel alaşımlarında blok morfolojiye sahip σ fazı oluşturarak mukavemet artırma denemeleri yapıldığı bildirilmektedir (Sims 1987). Şekil 5.56'da sinterlenmiş durumdaki malzemenin kırılma yüzeyinde bulunan ve TCP fazı olduğu düşünülen oluşumlardan birinin SEM görüntüsü verilmiş olup bu çökeltinin morfolojisinin blok şeklinde olduğu görülmektedir. Bu çalışmada sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki numunelerde çözeltiliye alınmış durumdaki malzemeye nazaran bol miktarda TCP fazı bulunmakta ve buna rağmen mukavemet değerleri daha yüksek çıkmaktadır. Bu durum oluşmuş olan blok morfolojili TCP fazlarının düşük sıcaklık mukavemet değerlerini belki de olumlu yönde etkilediğini düşündürmektedir. Fakat süneklik değerlerinde hafif düşüş gözlenmiştir.



Şekil 5.56. Sinterlenmiş IN625 numunesinin kırılma yüzeyinden alınmış SEM görüntüsü

Şekil 5.57'de yine sinterlenmiş malzemenin kırılma yüzeyinde bulunan benzer morfolojiye sahip başka bir çökeltiden alınmış SEM/EDS nokta analizi verilmiştir. Analize göre burada görülen blok morfolojideki çökeltinin Cr-Mn-Ni tarafından oluşturulmuş bir TCP fazı olduğu görülmektedir. Bu çökeltide bir miktar oksijen

bulunması, burada aynı zamanda kromat veya Cr ve Mn tarafından oluşturulmuş spinel oluşumunun da bulunabileceğini göstermektedir.

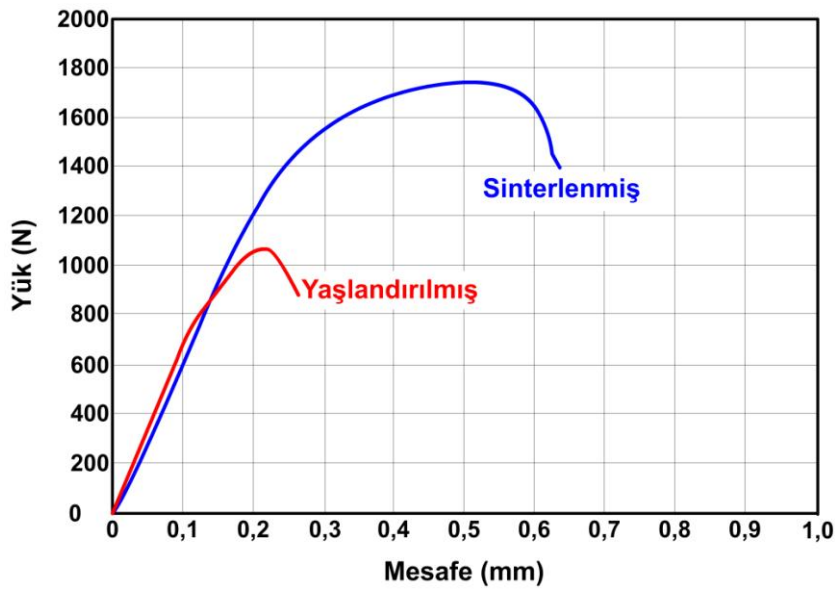


Şekil 5.57. Sinterlenmiş IN625 numunesinde σ fazı oluşumunu gösteren SEM/EDS analizi

5.2.5.3. Kırılma tokluğu deneyi

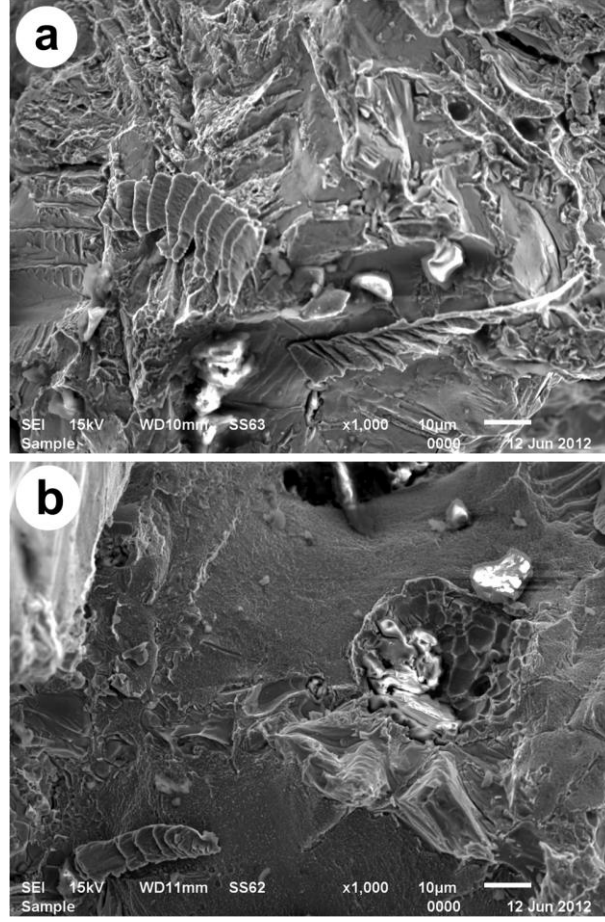
Şekil 5.58’de sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki IN625 numunelerine uygulanan kırılma tokluğu deneylerinden elde edilen yük-mesafe eğrileri verilmiştir. Eğrilerden yaşlandırma ısıl işleminin IN625 alaşımının taşıyabileceği yük miktarını düşürdüğü görülmüştür. Taşınabilen yük ile birlikte yaşlandırılmış numunede aynı zamanda daha az şekil değişimi meydana gelmiştir. Yapılan SEM ve TEM incelemeleri hem sinterlenmiş durumdaki hem de yaşlandırılmış durumdaki numunelerde TCP fazlarının ve karbür çökeltilerinin oluşmuş olduğunu göstermişti. Fakat hem mikroyapı incelemeleri hem de mekanik

testler yaşlandırılmış durumdaki malzemede oluşan TCP fazı ve karbür çökeltisi miktarının sinterlenmiş durumdaki malzemeden daha yüksek olduğunu göstermiştir. Kırılma tokluğu deneyinden elde edilen eğrilerde çekme deneyinden elde edilen eğrilere benzer biçimde, sinterlenmiş malzemenin yaşlandırılmış malzemeye nazaran daha sünek bir davranış sergilemesi, hem elde edilen sonuçların uyumluluğunu hem de yukarıdaki düşüncüyü desteklemektedir. Yaşlandırılmış malzemede daha bol miktarda oluşan karbür çökeltilerinin malzemenin daha hızlı hasara uğramasında gerilme yığılmalarına sebep olarak rol oynadıkları düşünülmektedir.



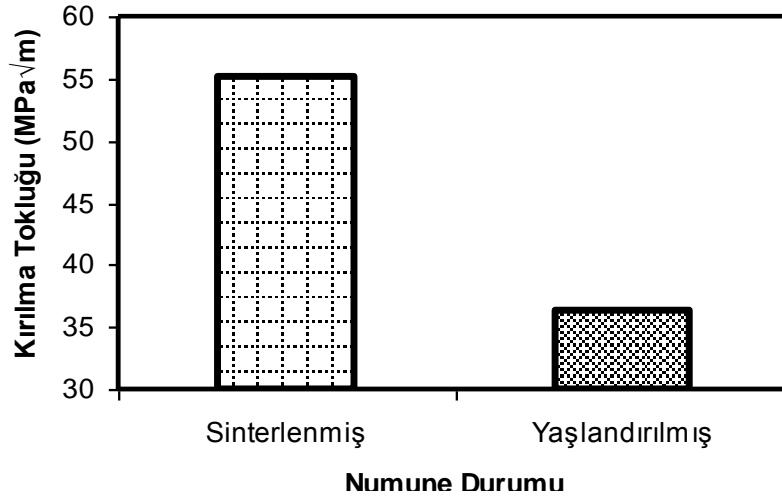
Şekil 5.58. Farklı durumdaki IN625 numunelerine uygulanan kırılma tokluğu deneylerinden elde edilen yük-mesafe eğrileri

Şekil 5.59'da kırılma tokluğu deneylerine tabi tutulan IN625 numunelerinin kırılma yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.59.a'daki sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüsünde, Şekil 5.59.b'deki yaşlandırılmış numuneye ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsüne göre daha sünek bir kırılmanın olduğu görülmektedir.



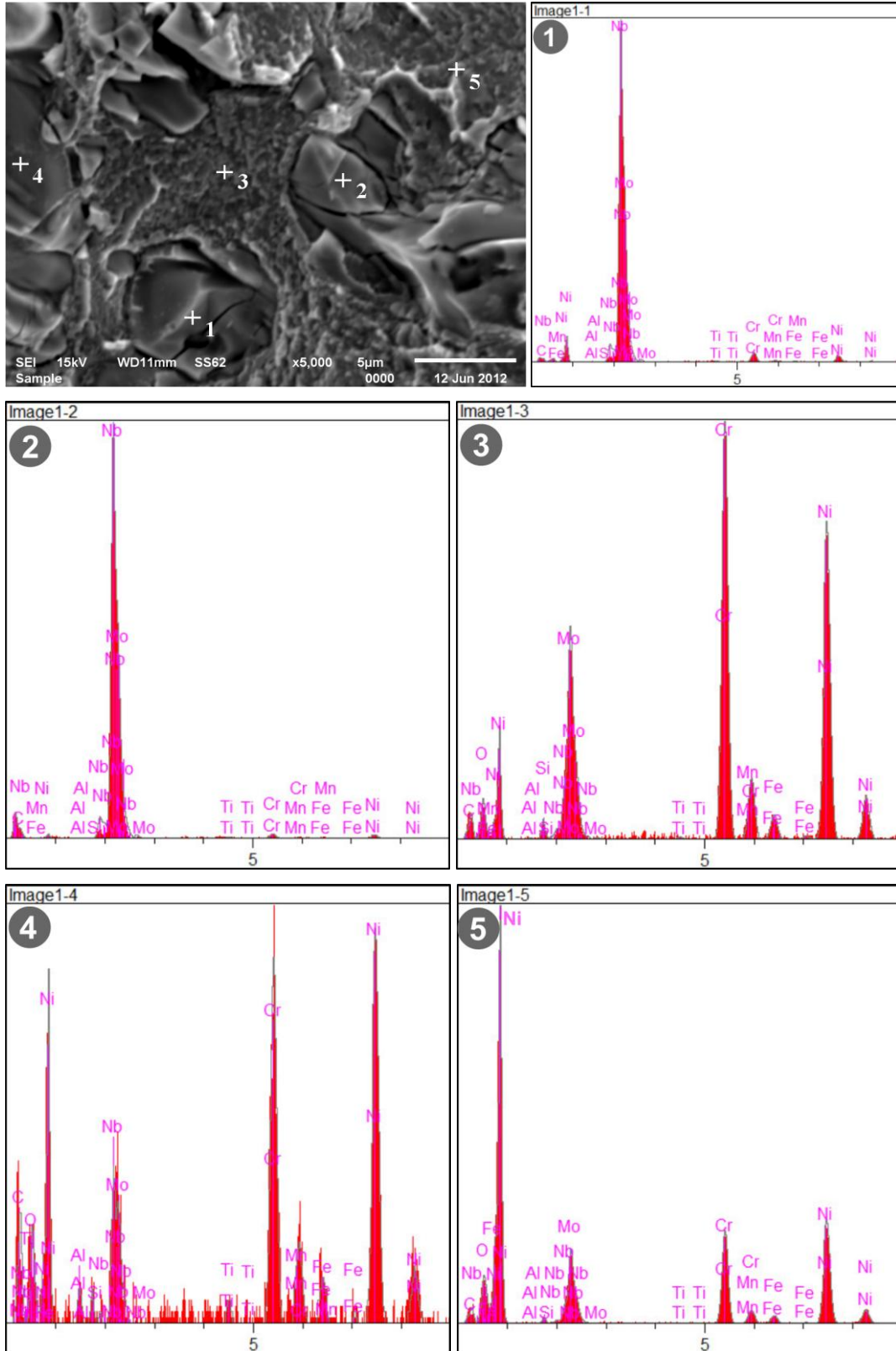
Şekil 5.59. a) Sinterlenmiş, b) Yaşlandırılmış IN625 numunelerinin kırılma tokluğu deneyinden sonra alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.60'ta IN625 numunelerinin ASTM E-399'da belirtilen denklemlere göre hesaplanan kırılma tokluğu değerleri verilmiştir. Taşınabilen maksimum yüklere paralel olarak yaşlandırılmış malzemenin kırılma tokluğu değerleri daha düşük çıkmıştır.



Şekil 5.60. Sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki IN625 numunelerinin kırılma tokluğu değerleri

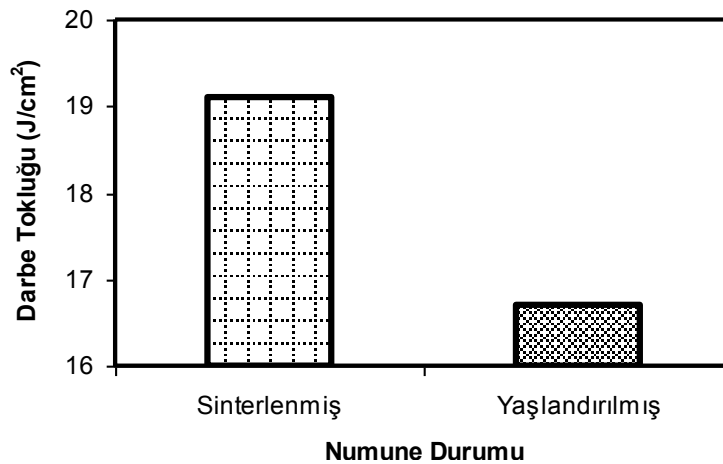
Şekil 5.61’de yaşlandırılmış durumdaki IN625 numunesinin kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS analizine ait görüntüler verilmiştir. 1 ve 2 numaralı bölgelerde Nb ve C miktarları çok yüksek olup buralarda görülen çökeltilerin MC tipi karbürler olduğu kesindir. Bu MC tipi karbür çökeltileri aynı zamanda Mo elementi de içermektedirler. Karbürlerin sert ve kırılğan yapılar olduğu göz önünde bulundurulduğunda özellikle 1 numaralı bölgede görülen çatlak, karbür çökeltilerinin gerilme yığılmalarına neden olduğuna güzel bir örnek teşkil etmektedir. Aynı zamanda bu çatlak malzemenin sertliğinin artmasıyla tokluğunun düştüğünün de somut bir örneğidir. Şekil 5.61’deki SEM/EDS analizinden elde edilen sonuçlar daha önce yapılmış SEM ve TEM incelemeleri ile uyum sergilemektedir. 5 numaralı bölgede bir gamze şeklinde çukurcuk oluşumu söz konusu olup, burada diğer bölgelere nazaran Nb ve Mo gibi elementlerin miktarında bir azalma olduğu görülmektedir.



Şekil 5.61. Yaşlandırılmış IN625 numunesinin kırılma tokluğu deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS nokta analizi

5.2.5.4. Darbe deneyi

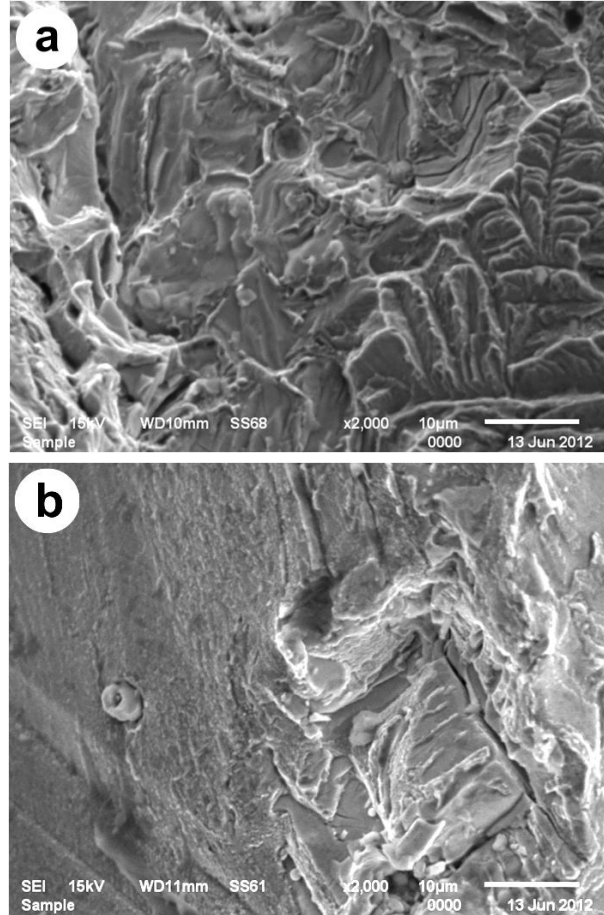
Şekil 5.62’de sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki IN625 numunelerine uygulanan darbe deneylerinden elde edilen enerji değerinin numune kesitine bölünmesi ile elde edilen darbe tokluğu değerleri verilmiştir. Kırılma tokluğu değerlerinde olduğu gibi, darbe tokluğu değerlerinin de yaşlandırma ısıl işlemiyle birlikte düştüğü görülmektedir. Bunun, yaşlandırma işleminin malzeme içerisinde meydana getirdiği intermetalik çökeltilerin ve karbür çökeltilerinin miktarında meydana getirdiği artıştan kaynaklandığı düşünülmektedir. Burada dikkat çeken bir diğer husus TEK ile üretilmiş IN625 alaşımının darbe tokluğu değerlerinin IN718 ve Nimonic 90 alaşımlarından çok daha düşük olmasıdır. Burada kimyasal bileşimin yanında tane boyutunun da rol oynadığı düşünülmektedir. Yapılan bir çalışmada tane boyutunun küçülmesinin Mg alaşımında darbe tokluğunun artmasına neden olduğu belirtilmiştir (Jinsun 2009). Benzer şekilde nadir toprak elementlerinin ilavesi ile tane boyutu inceltiren ZnAl alaşımında da darbe tokluğunun arttığı bildirilmiştir (Yungui 1994). Sinterleme işleminin IN625 alaşımının tane boyutunu arttırdığı ve buna bağlı olarak IN718 ve Nimonic 90 alaşımlarına nazaran tane boyutu oldukça iri olan IN625 alaşımının darbe tokluğunun ciddi bir düşüklük sergilediği düşünülmektedir.



Şekil 5.62. IN625 numunelerinin darbe tokluğu değerleri

Şekil 5.63.a’da sinterlenmiş, Şekil 5.63.b’de yaşlandırılmış IN625 numunelerinin darbe deneyi sonrası alınan kırılma yüzeyi SEM görüntüleri verilmiştir. Görüntüler

karşılaştırıldığında yaşlandırılmış numunede darbeye bağlı olarak kırılma anındaki şekil değişiminin daha az olduğu görülmektedir. Diğer bir ifadeyle sinterlenmiş durumdaki malzemenin daha sünek bir kırılma sergilediği söylenebilir. Bu durumun da malzemede yaşlandırma işlemiyle oluşturulan intermetalik çökeltilerden kaynaklandığı düşünülmektedir.

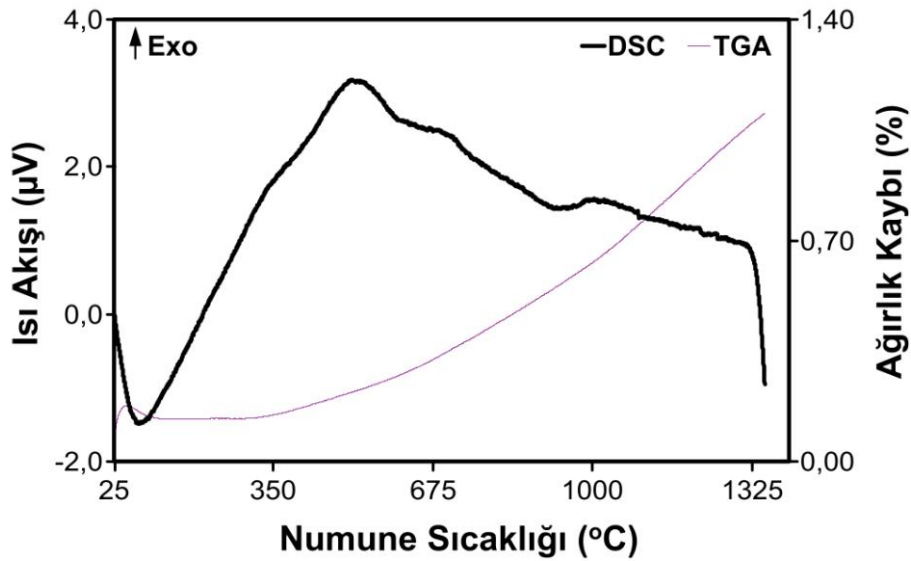


Şekil 5.63. Darbe deneyine maruz bırakılmış; a) Sinterlenmiş durumdaki, b) Yaşlandırılmış durumdaki IN625 numunelerinin kırılma yüzeyi SEM görüntüleri

5.3. Nimonic 90

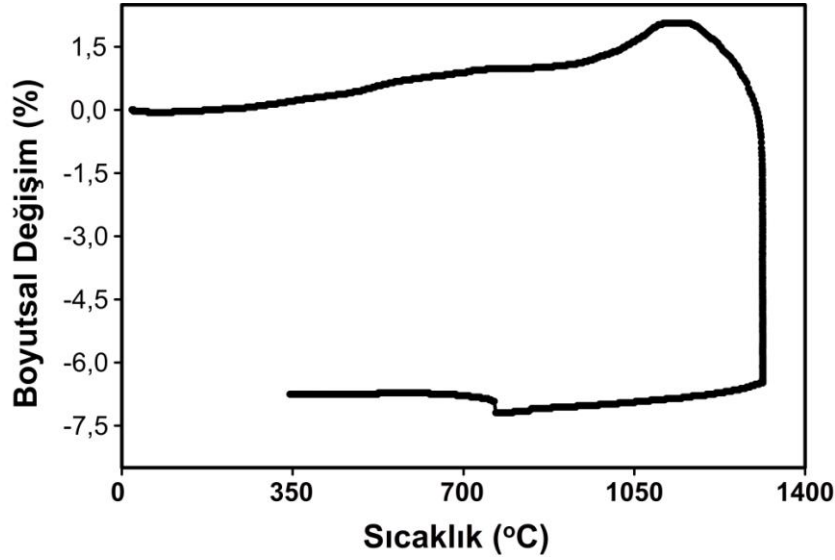
5.3.1. DSC ve dilatometre analizleri

TEK metodu ile üretilen Nimonic 90 numuneleri için uygun sinterleme sıcaklığı aralığının belirlenebilmesi amacıyla gerçekleştirilen DSC analizinden elde edilen eğri Şekil 5.64'te verilmiştir. Nimonic 90 tozu için ergimenin yaklaşık 1318°C'de başladığı ve 1350°C'ye kadar devam ettiği belirlenmiştir. Dövme Nimonic 90 malzemesi için ergime aralığının 1335-1360°C olduğu bildirilmektedir (Stoloff 2005). Bu çalışmada solidüs sıcaklığının daha düşük olması daha önce de açıklandığı üzere malzemenin toz formunda oluşundan dolayı spesifik yüzey enerjisinin bulk malzemeye oranla çok daha yüksek olmasına ve düşük miktarda da olsa toz yüzeylerindeki olası oksit tabakalarına bağlanmaktadır. DSC verilerine göre deneylerde kullanılacak sinterleme sıcaklık aralığı 1260-1330°C olarak belirlenmiştir.



Şekil 5.64. Nimonic 90 alaşımına ait DSC eğrisi

Şekil 5.65'te bağlayıcısı giderilen Nimonic 90 numunesine uygulanan dilatometre testinden elde edilen eğri verilmiştir. Dilatometre testine göre 1313°C'ye ısıtılan numunede yaklaşık olarak %7,2 boyutsal büzülme meydana gelmiştir. Sıcaklığın artırılması ile malzemedeki daha çok büzülme meydana geleceği düşünülmektedir.



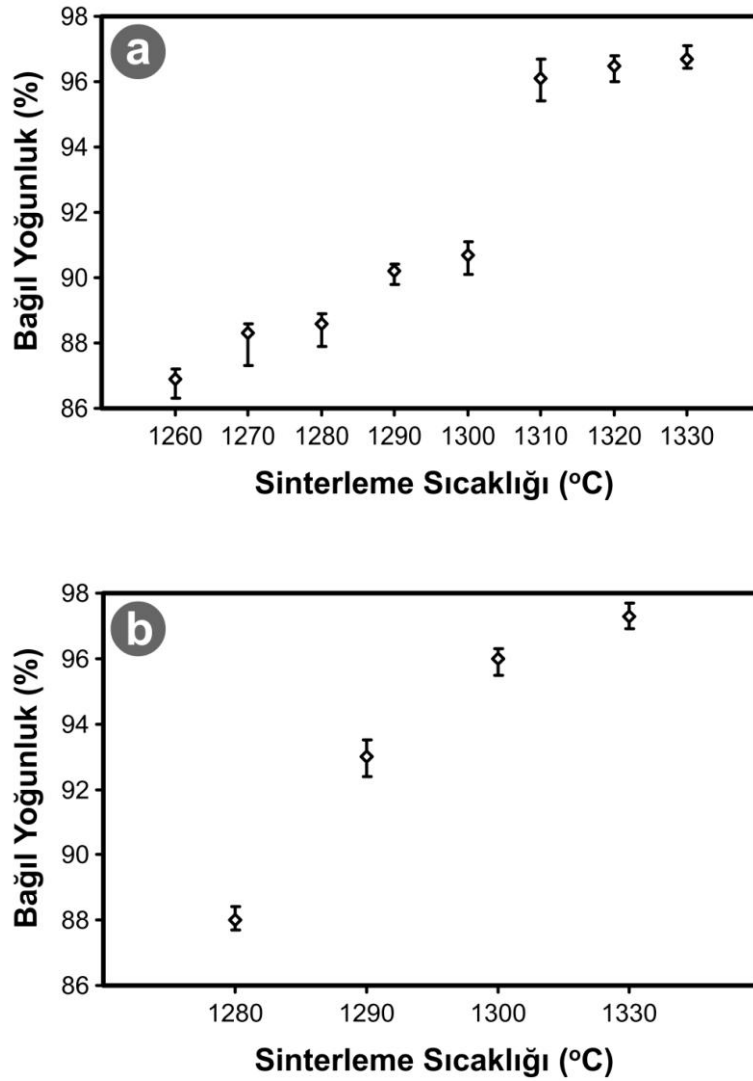
Şekil 5.65. Nimonic 90 numunesine uygulanan dilatometre testinden elde edilen eğri

5.3.2. Yoğunluk incelemeleri

Sinterlenmiş Nimonic 90 numunelerine uygulanan yoğunluk ölçümleri sonucu elde edilen bağıl yoğunluk değerleri 1 saat süreyle sinterlenen numuneler için Şekil 5.66.a'da, 3 saat süreyle sinterlenen numuneler için Şekil 5.66.b'de verilmiştir. Yoğunluk değerlerinin sıcaklık artışına paralel olarak arttığı görülmüştür. 1310°C'den daha düşük sıcaklıklarda 1 saat süreyle yapılan sinterleme işlemlerinde malzemenin kullanılabilmesi için yeterli yoğunlaşma sağlanamazken, en yüksek bağıl yoğunluğa 1330°C'de 3 saat süreyle sinterlenen numunede ulaşılmıştır. 1330°C'de 3 saat süren sinterleme işlemi ulaşılan bağıl yoğunluk değeri %97,33 olmuştur. Aynı sıcaklıkta farklı sürelerle gerçekleştirilen sinterleme işlemleri sonucu elde edilen yoğunluk değerleri karşılaştırıldığında sinterleme süresinin uzamasıyla yoğunluğun arttığı görülmüştür. Örneğin 1300°C'de 1 saat sinterlenen numunede %90,74 bağıl yoğunluk elde edilirken aynı sıcaklıkta sürenin 3 saate çıkarılmasıyla %96,01 bağıl yoğunluğa ulaşılmıştır.

Nobrega ve arkadaşları, gaz atomizasyonu ve su atomizasyonu olmak üzere iki farklı metotla üretilmiş farklı tane şekillerine sahip iki farklı Nimonic 90 tozunun TEK ile şekillendirilip plazma yardımcı bağlayıcı giderme ve sinterleme (plasma assisted debinding and sintering=PADS) reaktörü ile 1310°C'de 3 saat sinterlenmesi sonucu,

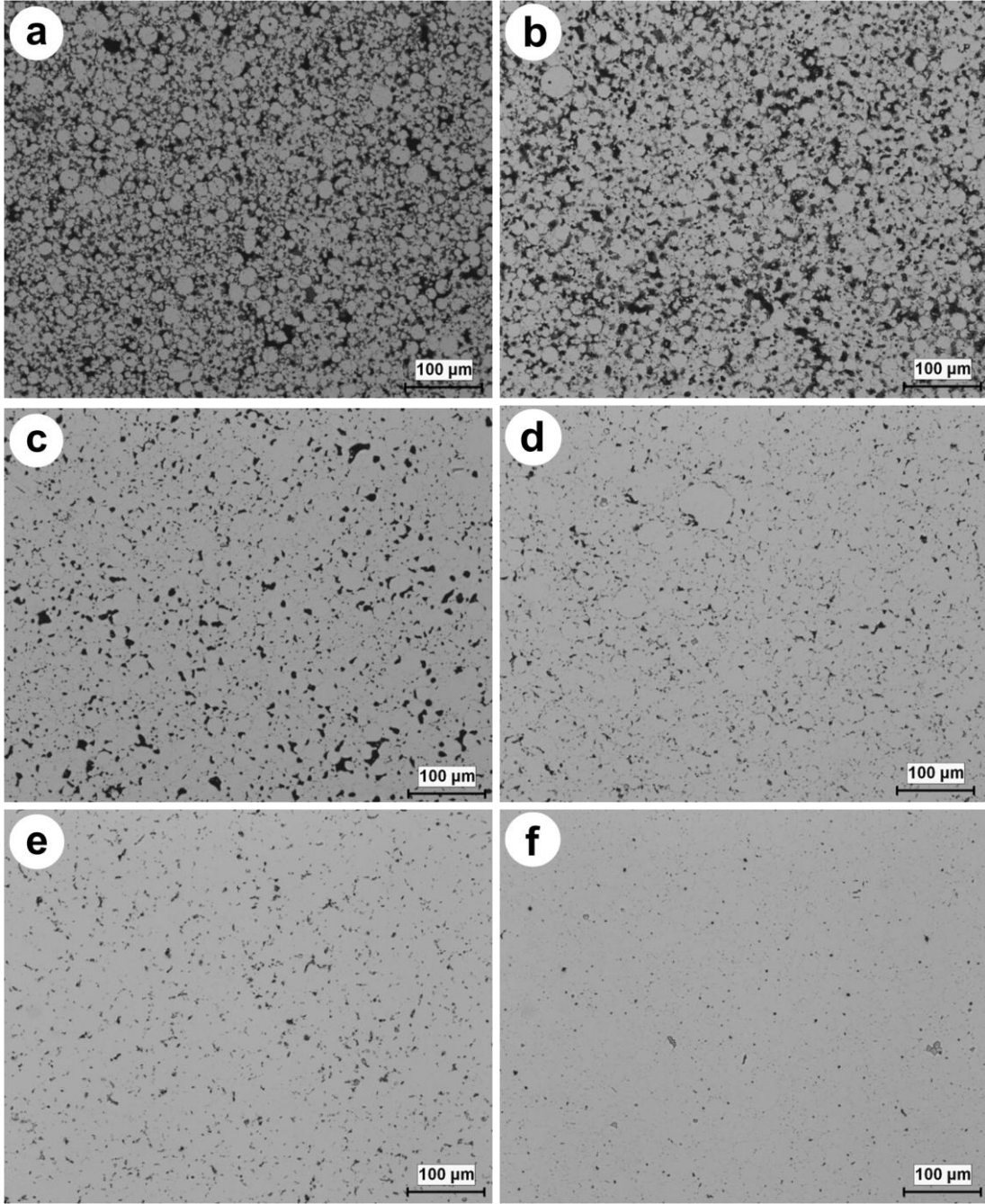
gaz atomizasyonu ile üretilmiş Nimonic 90 tozundan üretilen numunede %94,89 bağıl yoğunluğa ulaşıldığını rapor etmişlerdir (Nobrega 2008). Bu çalışmada 1310°C'de 1 saat süren sinterleme sonucunda %96,14 bağıl yoğunluğa ulaşılmıştır. Sinterleme işleminde itici gücün yüzey enerjisindeki azalma olduğu ve daha küçük boyutlu toz parçacıklarının daha yüksek yüzey enerjisi sağlayarak daha kısa sürede daha yüksek yoğunluk değerleri sağladıkları (German 1996) göz önünde bulundurularak, aynı sıcaklıkta fakat daha kısa sürede daha yüksek bağıl yoğunluğa ulaşılabilmemesinin, tez çalışmasında kullanılan Nimonic 90 tozunun ortalama tane boyutunun çok daha küçük (diğer çalışmada kullanılanın yarısı) olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 5.66. Farklı sıcaklıklarda; a) 1 saat, b) 3 saat süreyle gerçekleştirilen sinterleme işlemleri sonucunda Nimonic 90 numunelerinde ulaşılan bağıl yoğunluk değerleri

Sinterlenen numunelerin gözenek miktarı hakkında bilgi edinmek amacıyla numunelerden parlatma işlemi sonrasında, dağlama yapılmadan alınmış olan optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.67’de verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde IN718 ve IN625 numunelerinde olduğu gibi TEK metodunun sunduğu bir avantaj olarak (Vervoort 1996) gözenek yapısının küresel olduğu ve gözeneklerin birbirleriyle bağlantılı olmadıkları görülmektedir. Yoğunluk ölçümlerini destekler tarzda 1310°C’den daha düşük sıcaklıklarda yapılmış sinterlemelerde gözenek miktarının yüksek olduğu, özellikle 1 saat süreyle 1260°C’de yapılan sinterlemeyle sadece parçacıklar arasında boyun oluşumunun tamamlanmış olduğu görülmektedir. Diğer yandan 1260°C’de sinterlenmiş numunenin optik mikroskop görüntüsü, yukarıda söz edilen ortalama tane boyutunun küçülmesiyle aynı sıcaklıkta, daha kısa sinterleme süresiyle daha yüksek yoğunluk elde edilebileceğine iyi bir örnek teşkil etmektedir. Mikroyapı resimleri incelendiğinde daha küçük boyutlu parçacıkların çevresinde bağlanmanın, dolayısıyla yoğunlaşmanın daha yüksek olduğu, büyük parçacıkların etrafında ise bağlanmanın az ve gözeneklerin iri olduğu görülmektedir. Bu durum daha önce açıklandığı gibi küçük boyutlu parçacıkların daha yüksek yüzey enerjisi sağlamasından kaynaklanmaktadır.

Sinterleme sıcaklığının 1310°C veya üstüne çıkarılmasıyla yoğunlukta dikkate değer bir artış meydana gelmiştir. DSC analizinden elde edilen verilere göre bu alایشının solidüs sıcaklığı 1318°C’dir. Bu veriye dayanılarak 1310°C’nin üzerindeki sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemlerinde süper solidüs sıvı faz sinterleme (SLPS) mekanizmasının aktif olduğu düşünülmektedir. En yüksek bağıl yoğunluk değerine ulaşılan 1330°C’de 3 saat süreyle sinterlenen numunenin görüntüsünde diğer numunelere nazaran gözenekliliğin daha az olduğu ve gözeneklerin diğerlerine kıyasla daha küçük boyutlu olduğu görülmektedir. Aynı sıcaklıkta farklı sürelerde gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinde sürenin uzamasıyla gözenekliliğin azalarak daha yüksek yoğunlaşmanın sağlandığı belirlenmiştir.



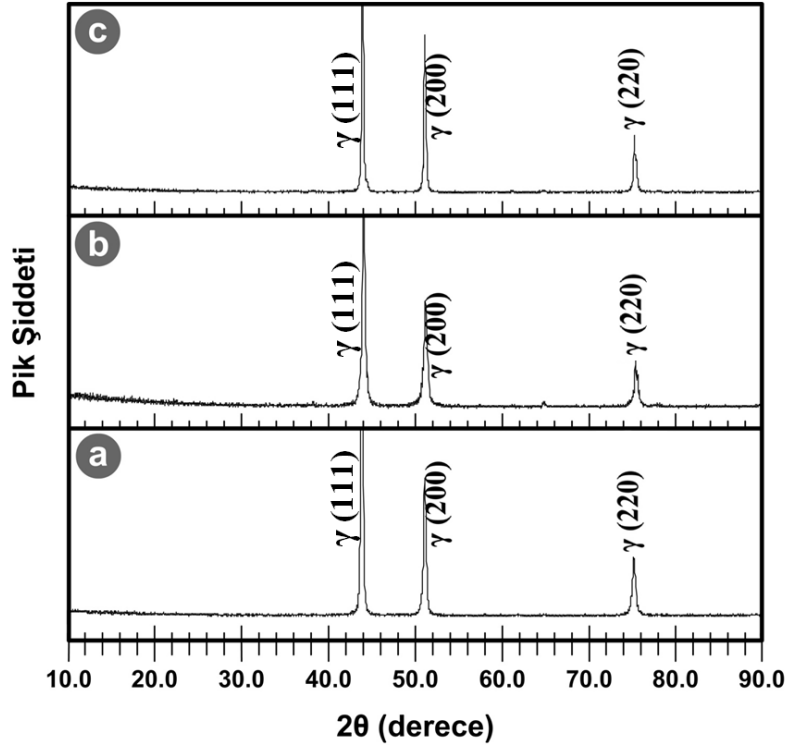
Şekil 5.67. Sinterlenmiş Nimonic 90 numunelerinin parlatma işleminden sonra alınmış optik mikroskop görüntüleri; a) 1260°C-1 saat, b) 1280°C-1 saat, c) 1300°C-1 saat, d) 1300°C-3 saat, e) 1330°C-1 saat, f) 1330°C-3 saat

5.3.3. XRD analizi

Şekil 5.68’de başlangıç tozuna, 1330°C’de 3 saat sinterlenen numuneye ve aynı şartlarda sinterlenip ısıtma işlemine tabi tutulan numuneye uygulanan XRD analizi sonucunda elde edilen paternler verilmiştir. Yapılan XRD analizleri sonucunda ön

alaşımli olan başlangıç tozlarından, sinterlenen numunelerden ve yaşlandırılmış numunelerden elde edilen paternlerin hemen hemen aynı olduğu görülmüştür. Her üç durumda da sadece gama (γ) matrise ait pikler elde edilebilmektedir. Sinterleme işlemi 1330°C'de 3 saat süre ile gerçekleştirildikten sonra numuneler tüp fırından çıkarılmadan 10°C/dk ile soğumaya bırakıldıkları için mikroyapıda karbür ve γ' fazı çökeltilerinin oluşması gerektiği düşünülmektedir. Fakat olduğu düşünülen karbürlerin ve özellikle yaşlandırma işleminin amacı olan intermetalik çökeltilerin XRD analizi ile yakalanamayacak derecede küçük miktarlarda olduğu düşünülmektedir. Bununla birlikte IN718 malzemesinin XRD analizine ait açıklamalarda belirtildiği üzere γ' fazının difraksiyon pikleri, kristal yapısı ve düşük miktarından dolayı tespit edilemez (Wang 2004).

Rai ve arkadaşları, gama matrise ait paternlerde meydana gelen değişimlerle indirekt olarak çökelti fazlarının oluştuğunun söylenebileceğini bildirmişlerdir (Rai 2004). Şekil 5.68'deki XRD paternleri kıyaslandığında sinterlenmiş numunede gama matrise ait piklerin şiddetinde başlangıç tozuna oranla bir azalma olması yukarıdaki açıklama da göz önünde bulundurulduğunda sinterleme işleminden sonra malzeme içerisinde bol miktarda çökelti fazı oluştuğunu göstermektedir. Nimonic 90 malzemesinin XRD analizine ait paternlerde IN718 ve IN625 malzemelerinden farklı olarak δ fazına ait pik görülmemektedir. Bunun nedeni δ fazının Nb esaslı olmasına (Azadian 2004) ve Nimonic 90 tozunun hiç Nb içermemesine bağlanmaktadır.



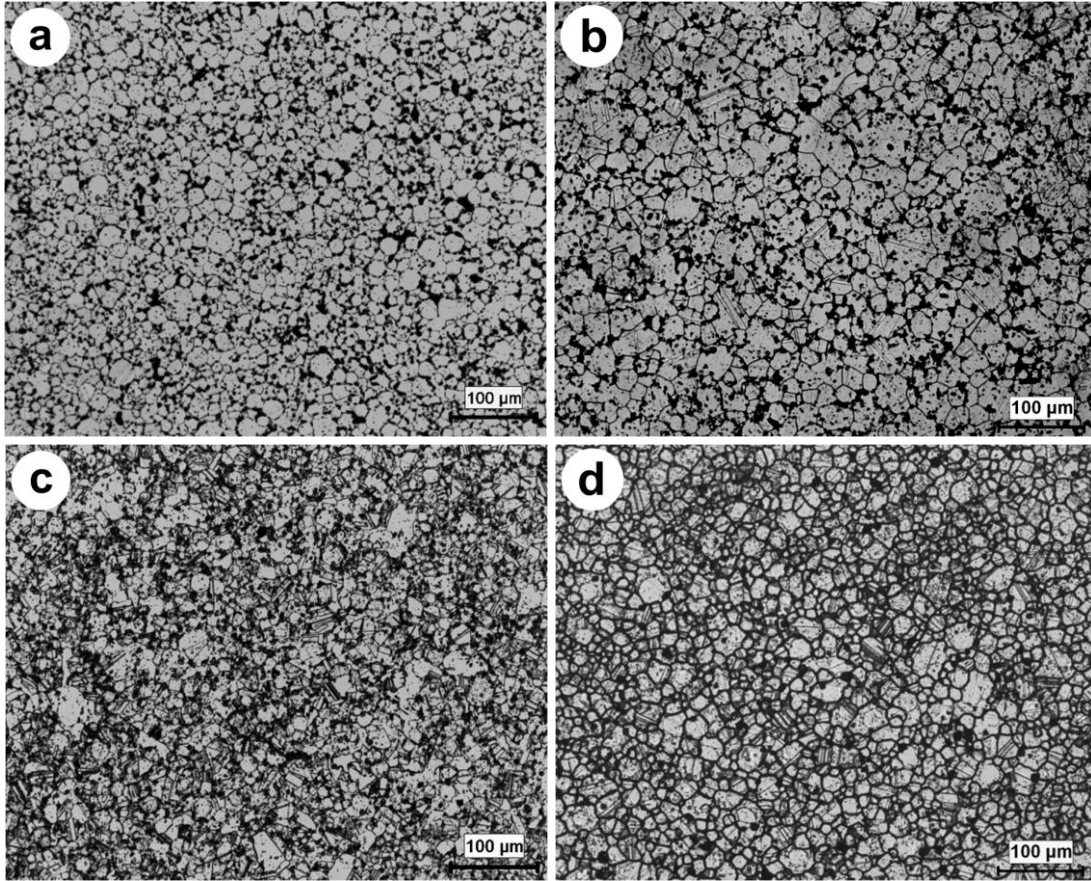
Şekil 5.68. Nimonic 90 alaşımının; a) Başlangıç tozuna, b) Sinterlenmiş numunesine, c) Yaşlandırılmış numunesine uygulanan XRD analizi sonucu elde edilen paternler

5.3.4. Mikroyapı incelemeleri

5.3.4.1. Optik mikroskop incelemeleri

Sinterlenmiş numunelerin tane yapılarının anlaşılabilmesi amacıyla dağlama işlemi sonrasında alınmış olan optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.69'da verilmiştir. Görüntülerden gözeneklerin çoğunlukla taneler arasında bulunduğu ve neredeyse hiç tane içerisinde hapsolmuş gözenek bulunmadığı görülmektedir. Sinterlenen malzemelerin tam yoğunluğa ulaşmasına engel teşkil eden tane içinde hapsolmuş gözeneklerin (German 1996) bulunmaması tam yoğunluğa ulaşılabilmesi için daha uzun süreli sinterleme işlemlerinin işe yarayabileceğini düşündürmektedir. Tane boyutunun artan sinterleme sıcaklığı ve süresi ile birlikte arttığı bilinen bir gerçektir (German 1996, German 2005). Görüntüler incelendiğinde artan sinterleme süresiyle beraber tane boyutunun da irileştiği görülmektedir. En yüksek yoğunluğu sağlayan 1330°C 'de sinterlenmiş numunenin ortalama tane boyutunun $30\text{-}40\ \mu\text{m}$ civarında olduğu görülmektedir. Fakat Nimonic 90 malzemesinde sinterleme sıcaklığı ve

süresine bağlı olarak meydana gelen tane irileşmesinin IN625 alaşımından çok daha düşük olduğu görülmektedir. Bu durum malzemenin yüksek mukavemetli olmasında rol oynamaktadır.

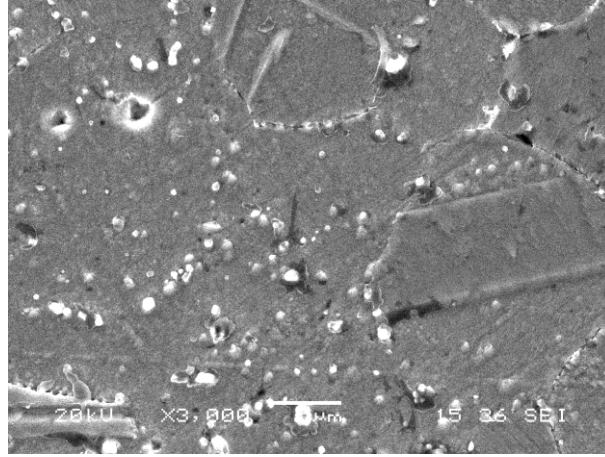


Şekil 5.69. a) 1300°C'de 1 saat, b) 1300°C'de 3 saat, c) 1330°C'de 1 saat, d) 1330°C'de 3 saat sinterlenen Nimonic 90 numunelerinin dağlama işleminden sonra alınan optik mikroskop görüntüleri

5.3.4.2. SEM incelemeleri

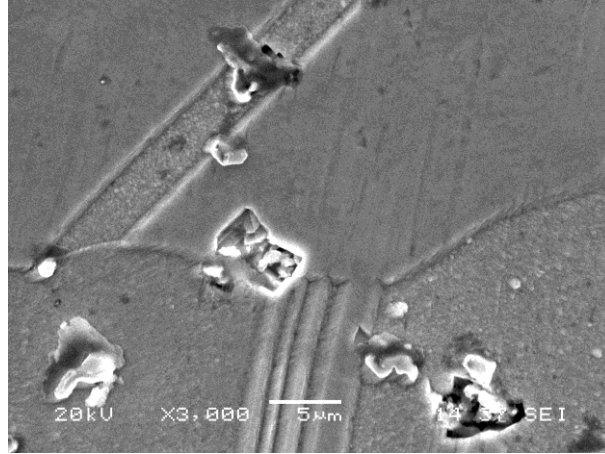
Şekil 5.70'te 1330°C'de 3 saat süreyle sinterlenmiş Nimonic 90 malzemesinden alınmış SEM görüntüsü verilmiştir. Görüntüde hem tane içlerinde hem de tane sınırlarında bol miktarda çökelti bulunduğu görülmektedir. XRD analizi kısmında sinterlenmiş malzemeye ait paternde başlangıç tozuna nazaran gama matrisin pik şiddetinin düştüğü ve bunun oluşan çökeltilerden kaynaklandığı söylenmişti. SEM görüntüsü bu açıklamayı desteklemektedir. Sinterleme işleminden sonra malzemenin yavaş soğutulması sonucu oluştuğu düşünülen SEM görüntüsündeki bu çökeltilerin hepsinin karbür olmadığı düşünülmektedir. Çünkü ağırlıkça % 0,082 C içeren bir

alaşımında bu kadar yüksek miktarda karbür oluşamayacağı; SEM görüntüsündeki iri çökeltilerin bir kısmının TCP fazı olabileceği düşünülmektedir. Aslında sinterleme sonrasındaki soğuma aşamasında, Nimonic 90 malzemesine asıl mukavemet kazandırıcı faz olan γ' çökeltilerinin de oluşması beklenir. Fakat küçük boyutlu olan bu çökeltilerin SEM ile görülmesi zordur.



Şekil 5.70. Nimonic 90 numunesinin sinterleme sonrası SEM görüntüsü

Şekil 5.71’de çözeltiliye alınmış Nimonic 90 malzemesinin SEM görüntüsü verilmiştir. Şekil 5.70’teki sinterlenmiş durumdaki malzemeye ait SEM görüntüsüne kıyasla çözeltiliye alınmış malzemenin mikroyapısında çökelti fazlarının daha az olduğu, diğer bir ifadeyle çözündükleri görülmektedir. Fakat çözeltiliye alma işlemine rağmen mikroyapıda halen bir takım iri çökeltilerin olduğu görülmektedir. Bu çökeltilerin MC tipi karbürler olduğu düşünülmektedir. Ni esaslı süperalaşımlarda çözeltiliye alma işleminin intermetalik çökeltileri ve karbürleri çözündürmek amacıyla yapıldığı, fakat buna rağmen bazı MC tipi karbürlerin çözünmeyebileceği bildirilmektedir (Stoloff 2005). Bu durumda, çözeltiliye alma işlemiyle TCP fazı olduğu düşünülen bileşiklerin çözülmüş olduğu, SEM görüntüsünde görülen çökeltilerin MC tipi karbürler olduğu söylenebilir.



Şekil 5.71. 1080°C’de 8 saat çözeltiliye alınıp suda soğutulan numuneye ait SEM görüntüsü

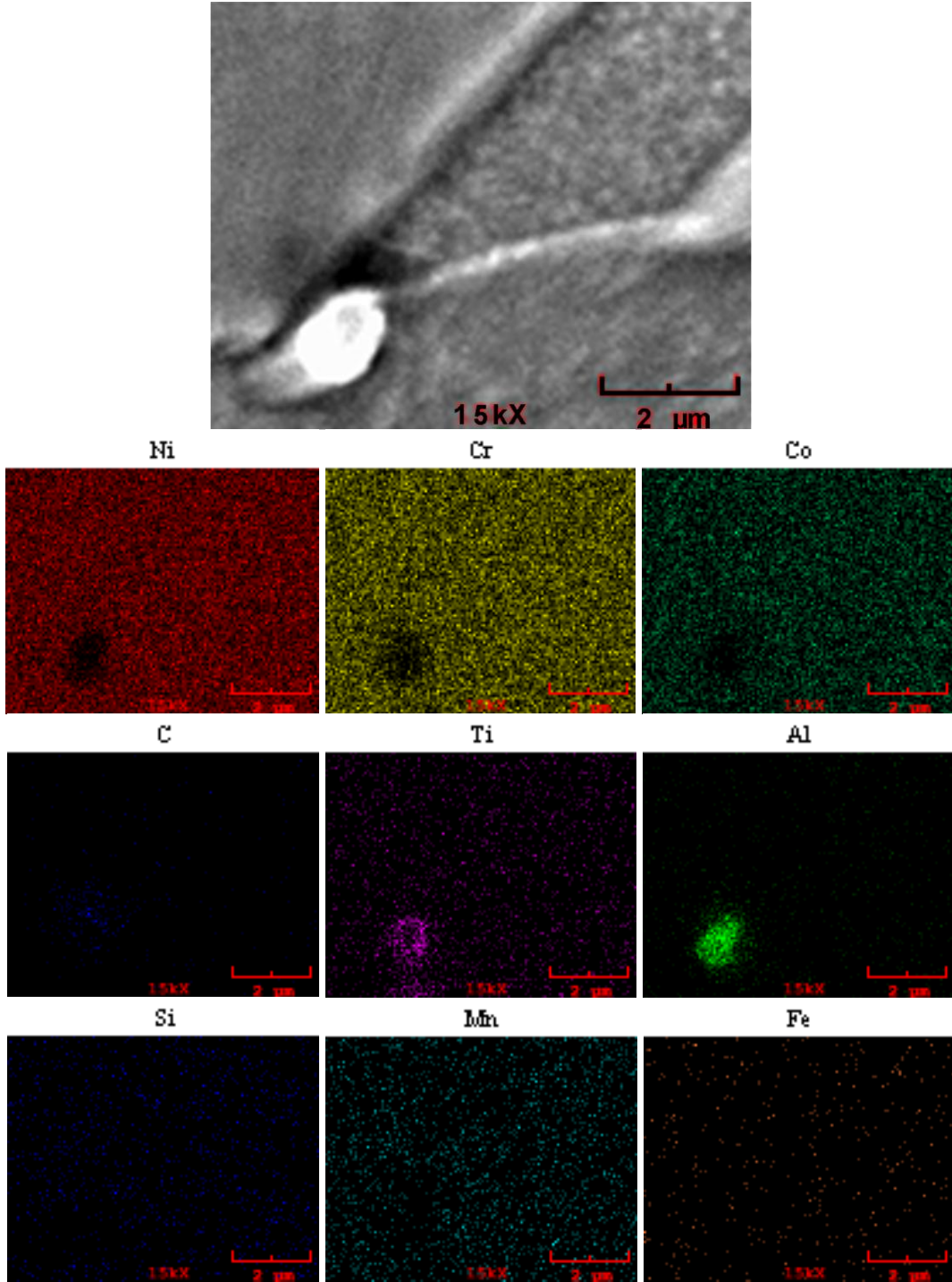
Çözeltiliye alma işleminden sonra mikroyapıda görülen oluşumların ne olduğunun anlaşılabilmesi amacıyla yapılan SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler Şekil 5.72’de verilmiştir. SEM elementel haritalama analizine ait görüntülerde tane sınırında görülen çökeltide C elementinin bir yığılma sergilediği görülmekte olup, bu durum bu çökeltinin bir karbür olduğuna işaret etmektedir. Ni esaslı süperalaşımlarda karbür oluşturuçu elementler Ti, Nb, Ta, Hf, Cr, Mo ve W’dır (Sundararaman 2002). Tez çalışmasında kullanılan Nimonic 90 tozunun kimyasal bileşiminde bu elementlerden sadece Cr ve Ti elementleri bulunmaktadır. Görüntüler incelendiğinde çökeltinin olduğu bölgede bu iki elementten Cr’un bulunmadığı, Ti’un ise bir kümeleşme sergilediği görülmektedir. Fakat bu çökeltide C ve Ti elementleri ile birlikte Al da bir yığılma sergilemektedir. Bu durum bu karbür çökeltisinin Al veya Ti karbür olabileceğini düşündürmektedir. Fakat literatürde Ni esaslı süperalaşımlarda oluşabilecek fazlar detaylıca açıklanmış olmasına rağmen Al’un karbür oluşturduğuna dair bir açıklamaya rastlanmamıştır (Sundararaman 2002). Ni esaslı süperalaşımlarda Al karbür oluşturmadığına göre elementel haritalama analizine ait SEM görüntüsünde görülen çökeltinin TiC olduğu söylenebilir. Nikel esaslı süperalaşımlarda Ti elementinin oluşturduğu karbür tipi MC tipi karbürdür.

Nikel esaslı süperalaşımlarda oluşan karbür çökeltilerinin morfolojisi alaşımin mekanik özelliklerini etkilemektedir. Tane sınırında sürekli bir film halinde oluşan karbürler alaşımin mekanik özelliklerinde ciddi düşüşe yol açarken, ayrıç çökelti halindeki karbürlerin tane sınırı kaymasına engel olarak mukavemet artışı sağladığı

bilinmektedir (Mitchell 2005). Elementel haritalama analizine ait görüntüde çözeltiliye alınmış Nimonic 90 malzemesinin tane sınırındaki TiC çökeltisinin mukavemet artışına katkı sağlayacak morfolojide olduğu görülmektedir. Her ne kadar tane sınırında görülen karbür çökeltisi mukavemet artışına katkı sağlayacak tarzda da olsa, yaşlandırma işleminde çözeltiliye alma aşamasının amacının aşırı doymuş katı çözeltili elde etmek olduğu düşünüldüğünde, çözeltiliye alınmış malzemede bu tür karbürlerin bulunması olumsuz bir durumdur. Çünkü Ti elementinin bir kısmının karbür çökeltilerine dâhil olması, aşırı doymuş durumdaki gama matriste Ti'un hacim oranının azalmasına neden olur. Yaşlandırma işlemi sonunda Nimonic 90 malzemesinin yüksek mukavemetli olmasında en büyük rolü üstlenecek olan γ' fazının kimyasal formülü $Ni_3(Al, Ti)$ olup, çözeltiliye alınmış malzemede bu fazı oluşturan elementlerden biri olan Ti'un hacim oranının azalması oluşacak olan γ' fazı miktarını da azaltacaktır. Böylece yaşlandırma işleminin malzemenin mukavemetinde meydana getireceği artış daha az olacaktır. Literatürde bu durumun benzer örneklerini bulmak mümkündür. Bunlardan biri, bir süperalaşımın karbürleyici özelliğe sahip bir atmosferde çözeltiliye alınması esnasında malzemeye geçen karbonun kararlı karbürleri (TiC) oluşturarak Ti'u katı çözeltili durumundan uzaklaştırması ve böylece yüzey tabakada çökeltme sertleşmesini önlemesidir (Sundaraman 2002). Bir diğer örnek, Ni esaslı süperalaşımlarda meydana gelen TCP fazlarının, alaşıma mukavemet kazandıran bazı elementleri matristen süpürmesi ve böylece alaşımın zayıflamasına yol açmasıdır (Donachie 2002 a, Mitchell 2005). Buna rağmen Ti ve Al elementlerine ait görüntüler incelendiğinde iki elementin de çökeltilerin olmadığı bölgelerde homojen dağılmış olarak bulunması yaşlandırma işlemi sonrasında arzu edilen γ' fazının oluşabileceğini düşündürmektedir.

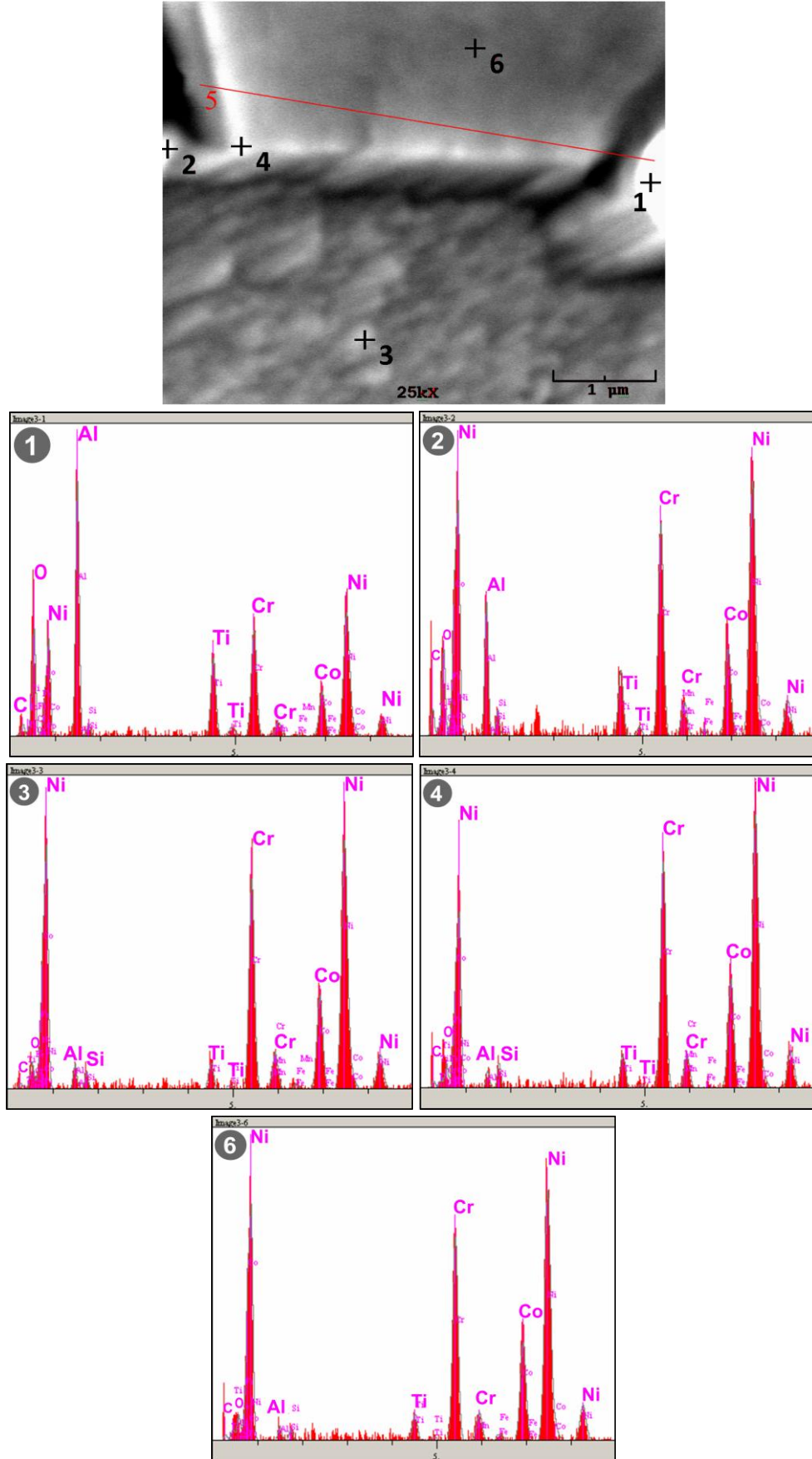
Şekil 3.4'te verilmiş olan Ni esaslı süperalaşımlarda oluşabilen fazların şematik gösterilişine (Donachie 2002 a) göre Nimonic 90 malzemesine mukavemet kazandıran temel çökelti olan γ' fazı üç farklı şekilde oluşabilmektedir. Şekilde bunlardan birinin de γ' fazının MC tipi karbürlerin dış yüzeylerinde bir zarf şeklinde oluşması olduğu görülmektedir. Buradan hareketle SEM elementel haritalama analizi görüntülerinde TiC olduğu belirtilen çökeltinin olduğu bölgede Al elementinin sergilediği yığılma, karbür yüzeyinde zarf şeklinde çökelmiş Ni_3Al fazı oluşmuş olabileceğini akla getirmektedir. Fakat çökeltinin bulunduğu bölgede Ni miktarının

yok denecek kadar az bir seviyeye düşmesi bu olasılığı azaltmaktadır. Öte yandan çözeltiye alma ve yaşlandırma işlemlerinin hava ortamında yapılmış olması bir diğer ihtimali ortaya çıkarmaktadır. Bu ihtimal de Al'un oksit oluşturmuş olabileceğidir. Bu durumun anlaşılabilmesi için SEM/EDS nokta analizi yapılmıştır.



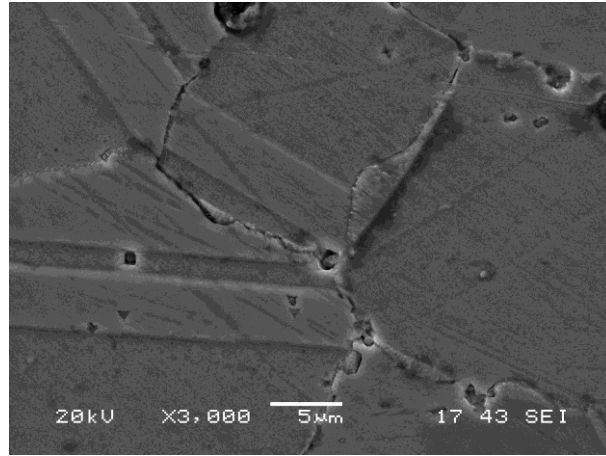
Şekil 5.72. Çözeltiye alınmış Nimonic 90 numunesine ait SEM elemental haritalama analizine ait görüntüler

Şekil 5.73'te çözeltiye alınmış malzemeden alınmış SEM/EDS nokta analizine ait görüntüler verilmiştir. 1 numaralı bölgede Şekil 5.72'deki elementel haritalama analizine ait SEM görüntüsünün tane sınırında görülen çökeltiye benzer bir çökelti görülmektedir. Bu çökeltide EDS analizine göre Ni, Cr ve Co gibi matrisi oluşturan elementlerin miktarı başlangıç tozunun kompozisyonuna kıyasla büyük azalma sergilerken Al, O, Ti ve C elementlerinin miktarının yüksek olduğu görülmektedir. Al ve O miktarının yüksek olması burada Al_2O_3 bileşiği oluşmuş olduğuna işaret etmektedir. Yine 1 numaralı bölgede yüksek miktarda C (ağırlıkça % 5,436) bulunması, oluşmuş olan oksit bileşiği (Al_2O_3) ile birlikte bir karbür çökmesinin de var olduğunu gösterir. Daha önce de zikredildiği gibi Ni esaslı süperalaşımarda Al karbür oluşturmadığına ve bu bölgede yüksek miktarda Ti bulunduğuna göre çökeldiği düşünülen karbürün TiC olduğu kesinlik kazanmaktadır. Ni esaslı süperalaşımarda oksitlerin, çekirdek rolü oynayıp, MC tipi karbürlerin tane sınırlarında tercih ettikleri çökeltme yerleri gibi davrandıkları bildirilmektedir (Rao 2006). Bu açıklamaya dayanılarak tane sınırında oluşmuş olan TiC'ün oluşmuş olan Al_2O_3 bileşiği üzerinde çekirdeklenerek çökelmiş bir MC tipi karbür olduğu söylenebilir. 3 Numaralı bölgede Si, C ve O miktarının biraz yüksek olduğu göze çarpmaktadır. Si elementinin yüksek olması TCP fazlarını akla getirmesine rağmen Cr ve Co elementlerinin miktarının başlangıç tozundan daha düşük olması ve başlangıç tozunda bulunan tüm elementlerin burada bulunması burada TCP fazı olmadığını düşündürmektedir. 6 numaralı bölgeden EDS nokta analizi ile elde edilen bileşim başlangıç tozunun kimyasal bileşimine oldukça yakın olup, bu bölgenin genel olarak matrisi temsil ettiği söylenebilir. Tane sınırları üzerinden alınmış 2 ve 4 numaralı noktalarda, tane içinden alınmış 3 ve 6 numaralı noktalara nazaran O ve C elementlerinin miktarında artış gözlenmektedir. Özellikle 2 numaralı bölgede yine Al_2O_3 ve TiC oluştuğu düşünülmektedir.



Şekil 5.73. Çözeltiyeye alınmış Nimonic 90 numunesine ait SEM/EDS analizi

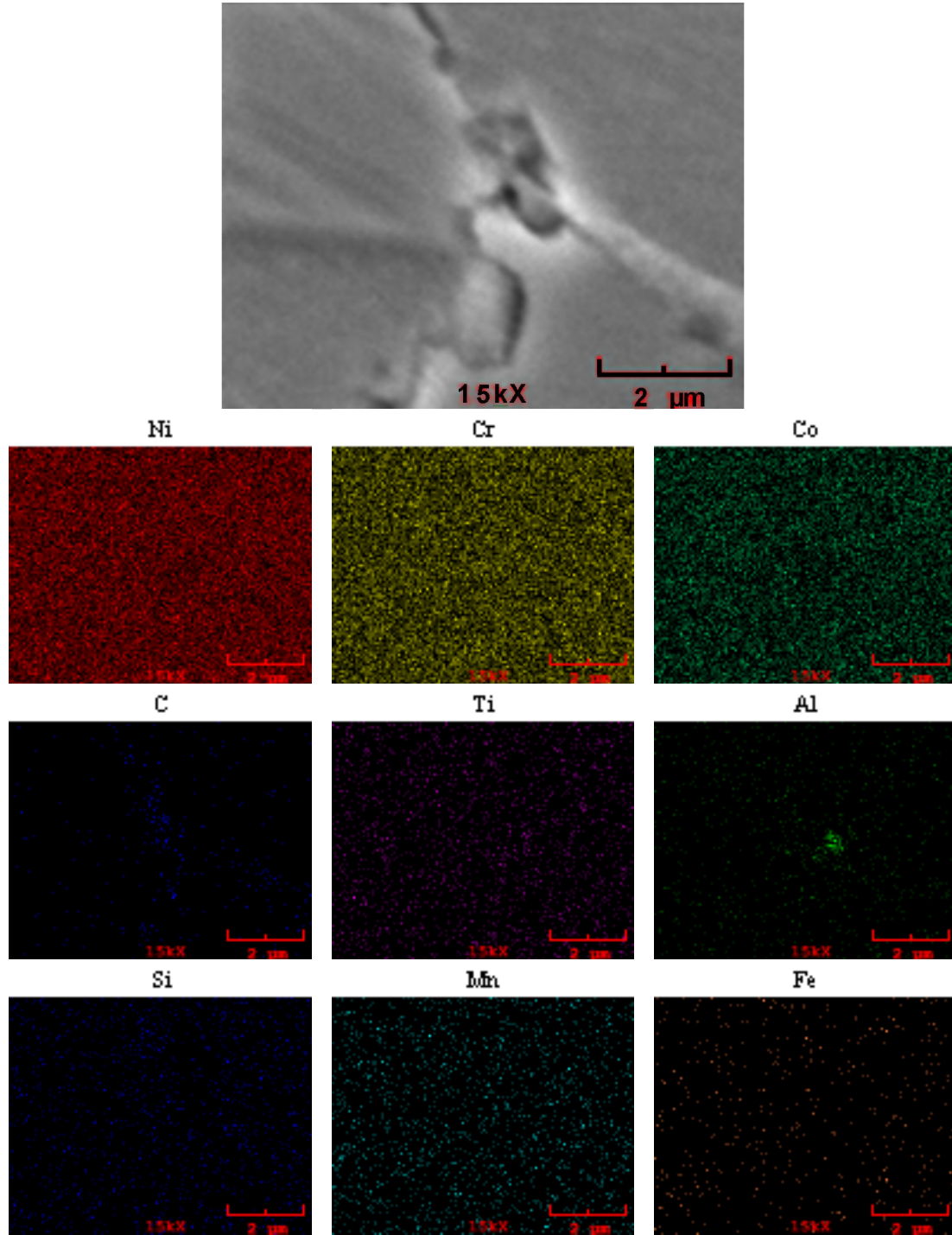
Şekil 5.74'te yaşlandırılmış Nimonic 90 malzemesine ait SEM görüntüsü verilmiştir. SEM görüntüsünde sinterleme işlemi esnasında oluşmuş bol miktarda tavlama ikizi ve tane sınırında karbür olduğu düşünülen oluşumların bulunduğu görülmektedir. Yaşlandırma işlemi ile oluştu düşünülen γ' çökeltileri küçük boyutlu olduklarından SEM görüntüsünde görülememektedir. Fakat bu çökeltileri oluşturan elementlerin yaşlandırılmış malzemedeki dağılımlarının görülebilmesi için SEM elementel haritalama analizi yapılmıştır. Yaşlandırılmış Nimonic 90 malzemesine yapılan XRD analizinden elde edilen gama matrise ait piklerin şiddeti sinterlenmiş malzemenin XRD paternindeki gama matrise ait piklerden yüksek idi. Sinterlenmiş durumdaki malzemenin SEM görüntüsü ile yaşlandırılmış durumdaki malzemenin SEM görüntüleri de XRD analizinden elde edilen paternler ile uyum sergilemektedir. Çünkü sinterlenmiş durumda malzeme içerisinde yüksek miktarda çökelti oluşmuşken, çözeltiye alma işlemiyle bu çökeltilerin çözündüğü ve yaşlanma sonrası tekrar oluşmadığı düşünülmektedir. Burada kastedilen çökeltiler TCP fazı çökeltileridir.



Şekil 5.74. Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesine ait SEM görüntüsü

Şekil 5.75'te yaşlandırılmış Nimonic 90 malzemesine yapılmış SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler verilmiştir. Nimonic 90 malzemesinin yaşlandırılmasının asıl amacı malzeme içerisinde γ' çökeltileri oluşturmak olduğu için SEM elementel haritalama analizine ait görüntülerde özellikle Ti ve Al elementlerinin dağılımını gösteren görüntüler önem kazanmaktadır. Görüntülerden Al elementinin tane sınırında bir bölgede yoğunlaşma sergilediği görülmektedir. Al

elementi ile birlikte Ti elementinin de aynı bölgedeki miktarında bir artış olduğu görülmektedir. Bunlara ek olarak C elementinin tane sınırı boyunca artış sergilediği, bu artışın aralıklı bir şekilde tane sınırı boyunca devam ettiği görülmektedir. Ti ve Al elementlerinin tane sınırındaki çökeltide birikmiş olması, çözeltiliye alınmış malzemedekine benzer olarak Al'un Al_2O_3 oluşturduğunu ve bu oksit üzerinde TiC çökeldiğini düşündürmektedir. Tane sınırındaki yığılmaların dışında büyük miktarda Ti'un homojen bir şekilde dağılım sergilemesi, $705^{\circ}C$ 'de 16 saat süren yaşlandırma işleminin amacı olan γ' çökeltilerinin oluştuğunu düşündürmektedir. γ' fazını oluşturan bir diğer element olan Al da tane sınırında oluşmuş çökelti dışındaki bölgelerde bulunmaktadır. Fakat hem başlangıç tozunda Al miktarının düşük olması hem de ısı işlemler sonucu Al'un bir kısmının oksit oluşturması, matriste dağılmış olan Al miktarının az olmasına yol açmıştır. Yukarıda da açıklandığı gibi Nimonic 90 malzemesinin mukavemet kazanmasında asıl rolü oynayacak olan Al ve Ti elementlerinin oksit veya karbür çökeltileri oluşturarak matristen bir parça tahliye olmaları, yaşlandırma işlemiyle elde edilecek γ' fazının miktarının az olmasına yol açacaktır.

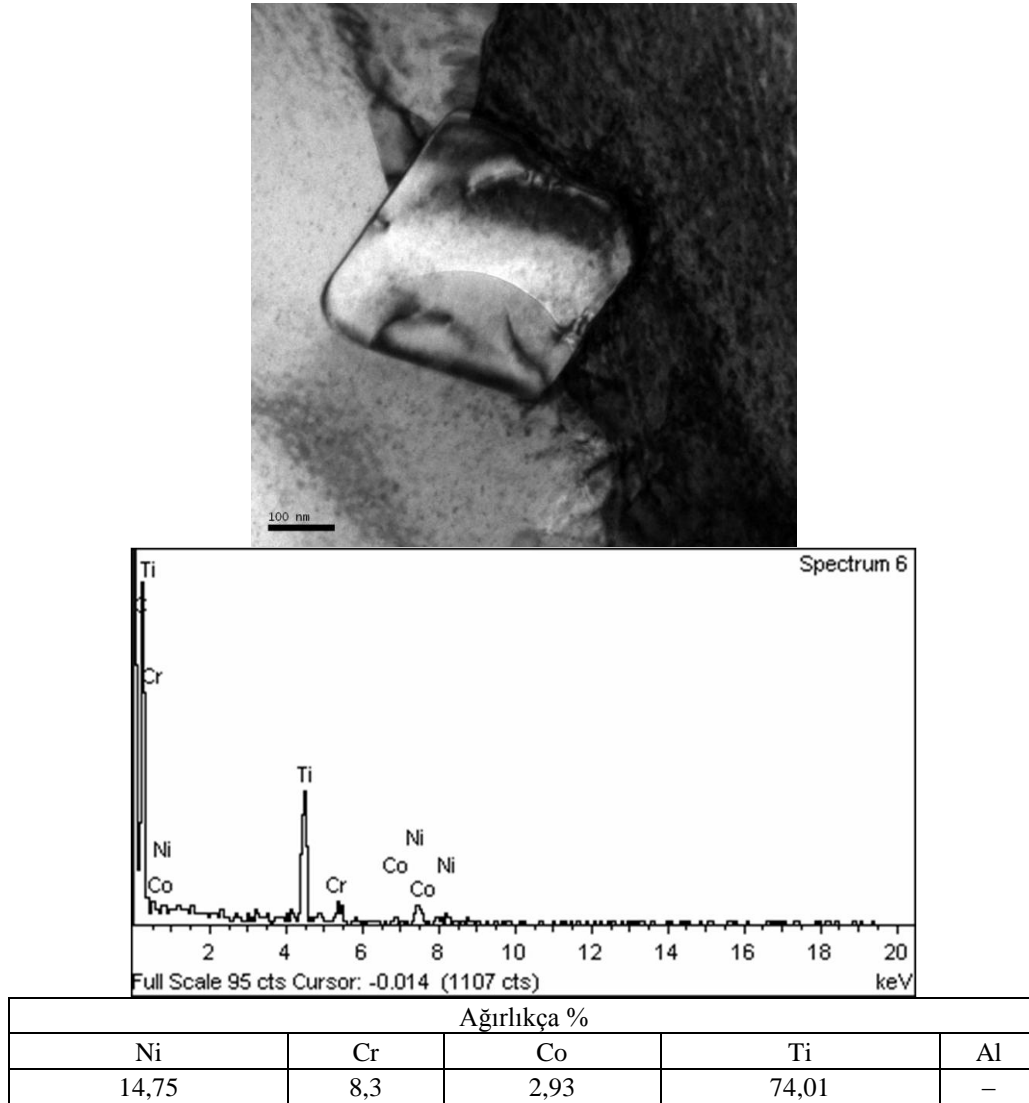


Şekil 5.75. Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesine ait SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler

5.3.4.3. TEM incelemeleri

Şekil 5.76'da yaşlandırılmış Nimonic 90 malzemesinden alınmış TEM/EDS analizine ait görüntüler yer almaktadır. TEM görüntüsünde tane sınırında büyük ve

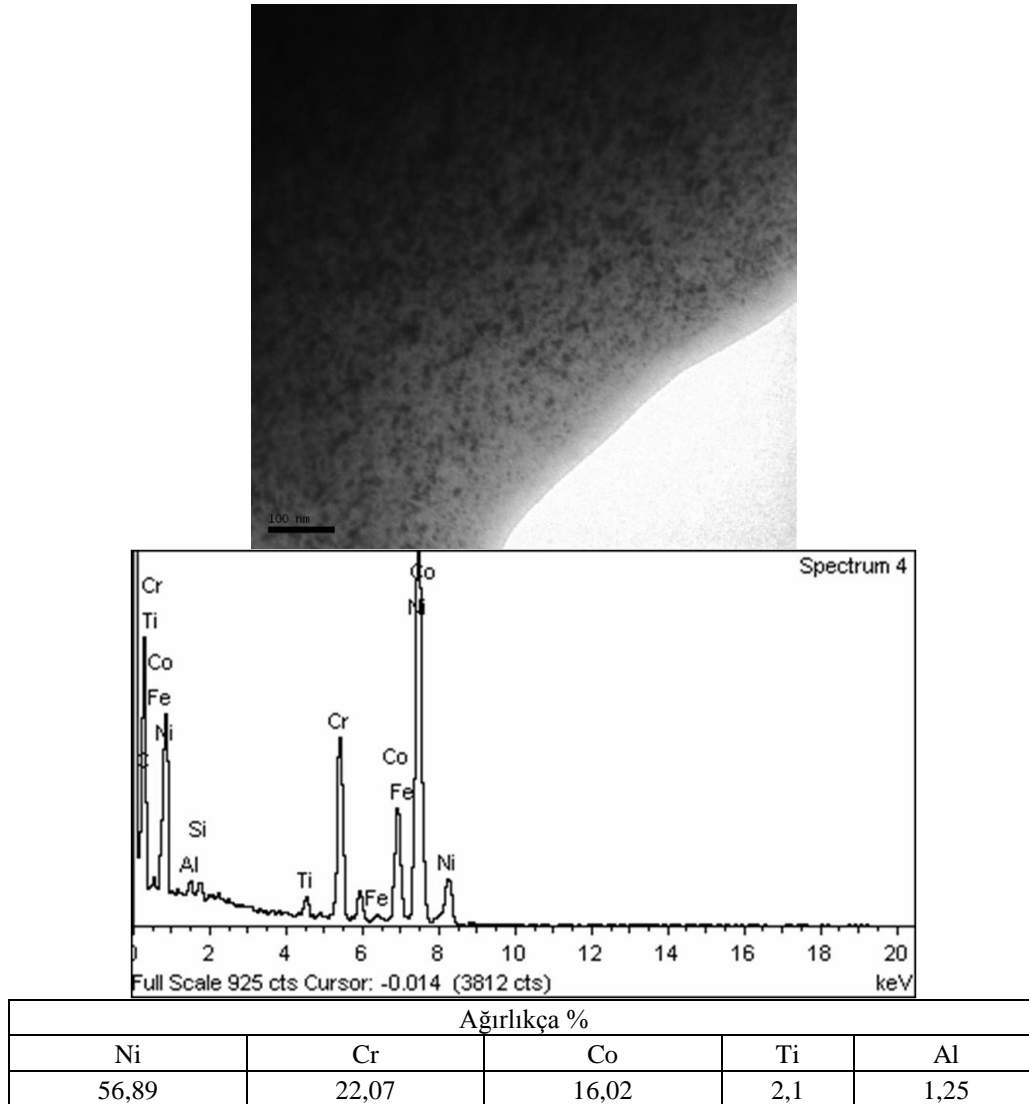
blok morfolojili bir çökeltinin olduğu görülmektedir. Alınmış olan EDS analizine göre burada görülen çökeltinin %74,01 Ti içerdiği görülmektedir. Ti elementi Ni esaslı süperalaşımarda katı çözeltili, intermetalik çökelti veya karbür çökeltisi olarak bulunabilmektedir. Ti elementinin Ni esaslı süperalaşımarda oluşturabileceği intermetalik çökelti γ' fazı olup formülü $Ni_3(Al, Ti)$ şeklindedir (Stoloff 2005). Formülünden de anlaşılacağı gibi γ' fazında Ti elementinden daha yüksek miktarda Ni bulunmaktadır. Bu durumda burada görülen oluşumun MC tipi TiC çökeltisi olduğu kesindir. Çözeltiye alınmış Nimonic 90 numunesinden alınan SEM elementel haritalama analizi ile yine tane sınırında oluşmuş bir çökeltinin TiC çökeltisi olduğu ispatlanmıştır. Bu durum, malzeme içerisinde oluşmuş olan TiC çökeltilerinin yaşlandırma işlemi sonucunda değil, sinterleme işleminden sonraki soğuma esnasında oluştuğunun göstergesidir. Çünkü MC tipi karbürlerin döküm malzeme soğurken oluştukları bildirilmektedir (Bradley 1988). Bu çalışmada Nimonic 90 numuneleri TEK yöntemiyle şekillendirilmiş ve 1330°C sıcaklıkta 3 saat sinterlenmişlerdir. Yapılmış olan DSC testleri sinterleme işlemlerinin süper solidüs sıvı faz sinterleme mekanizmasıyla gerçekleştiğini göstermiş olup, bu, malzemede bir miktar ergime olduğuna işaret eder. Sinterlenen malzemenin 10°C/dk gibi yavaş bir hızla soğutulmasının da malzeme içerisinde, dökümden sonra soğuyan malzemeye benzer biçimde MC tipi karbürlerin oluşmasına yeterli süreyi tanıdığı düşünülmektedir. Literatürde (Bradley 1988) MC tipi karbürlerin alaşım ergimeye başlamadan tamamen çözündürülemeyeceği belirtilmiş olduğundan tez çalışmasında sinterleme işleminden sonra oluşan MC tipi karbürlerin 1080°C'de yapılan çözeltili alma işlemiyle çözünmediği anlaşılmaktadır.



Şekil 5.76. Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesinin tane sınırında oluşmuş TiC çökeltisi

Nimonic 90 malzemesi γ' fazı ile mukavemet kazanan Ni esaslı bir süperalaşımdır. Tez çalışmasında Nimonic 90 malzemesine yaşlandırma ısı işlemi uygulanmasındaki amaç da bu intermetalik çökeltiyi elde etmektir. Şekil 5.77'de yaşlandırılmış Nimonic 90 malzemesinden alınan TEM görüntüsüne göre yapıda homojen dağılım sergileyen bol miktarda küçük küresel çökelti bulunduğu görülmektedir. Bu çökeltilerin formülü $Ni_3(Al, Ti)$ olan γ' çökeltileri olduğu kesindir. Bu durum EDS analizinden elde edilen sonuçla da desteklenmektedir. Çünkü buradan alınan EDS analizine göre matriste ağırlıkça %2,1 Ti ve %1,25 Al bulunmaktadır. Bu oranlar da γ' fazının oluştuğuna işaret eder. Başlangıç tozunda ağırlıkça %2,4 Ti varken matrisin genel kompozisyonunda daha düşük Ti bulunması,

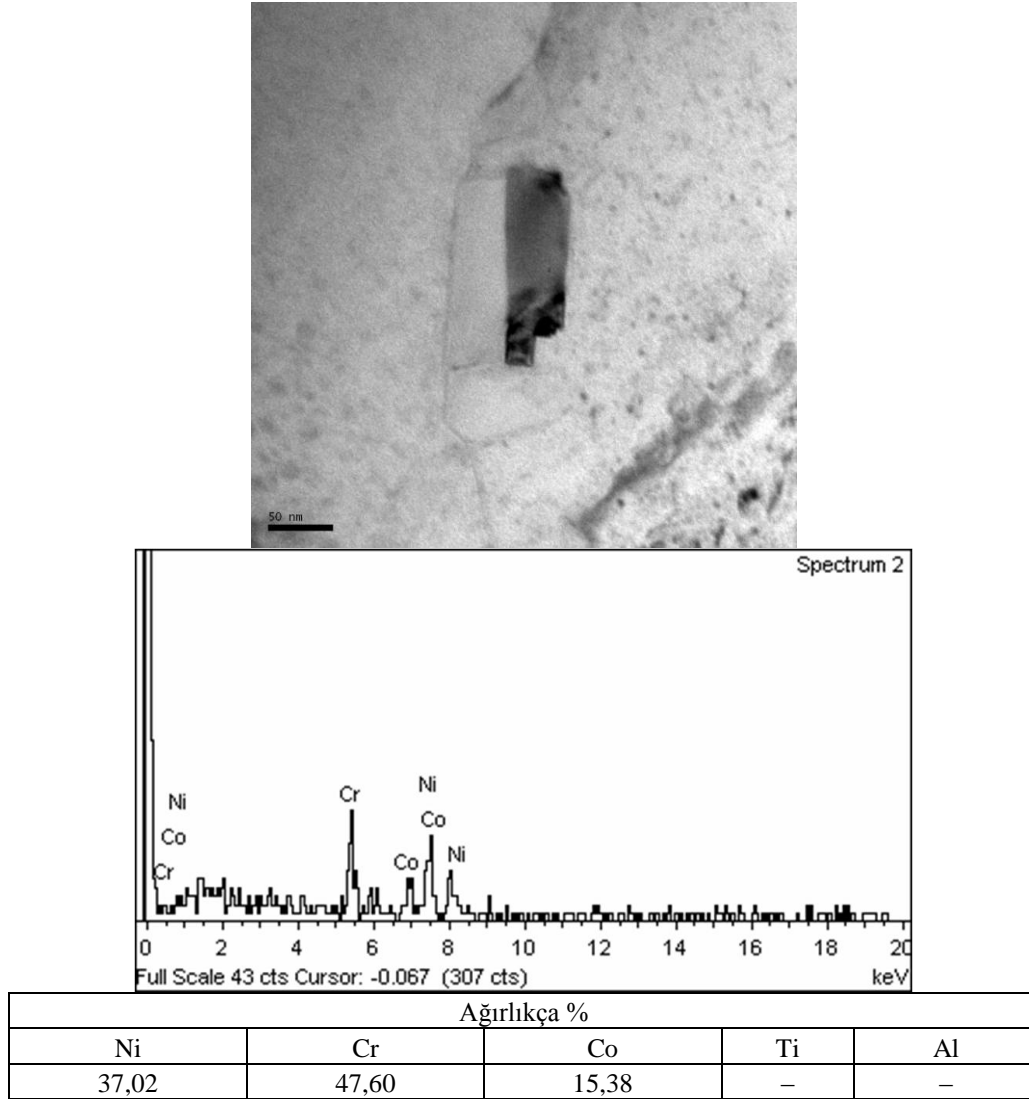
daha önce de açıklandığı üzere Ti elementinin bir kısmının karbür oluşturmuş olmasına bağlanmaktadır. TEM çalışmaları yapılmadan önce gerçekleştirilen sertlik ölçümleri ve çekme testleri de yaşlandırma işlemiyle yapıda γ' çökeltileri meydana geldiğini dolaylı olarak göstermişti. Dolayısıyla elde edilen sonuçların uyumlu olduğu söylenebilir.



Şekil 5.77. Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesinde γ' çökeltileri

Şekil 5.78'de yaşlandırılmış Nimonic 90 malzemesinin farklı bir bölgesinden alınmış TEM/EDS analizine ait görüntüler verilmiştir. Tane sınırına yakın bir bölgede oluşmuş olan çökeltilerin sadece Cr, Ni ve Co elementlerini içermesi bu çökeltilerin TCP fazlarından σ fazı olduğunu göstermektedir. Bu çökeltilerin TCP fazı olduğu

düşüncesinde en büyük rolü, çökeltinin bileşiminde hiç C bulunmaması oynamaktadır. Yapılmış olan bir çalışmada (Seiser 2011) Co-Cr-Ni üçlüsü tarafından σ fazı oluşturulduğu açıklaması da bu çökeltinin TCP fazlarından σ fazı olduğu düşüncesini desteklemektedir.



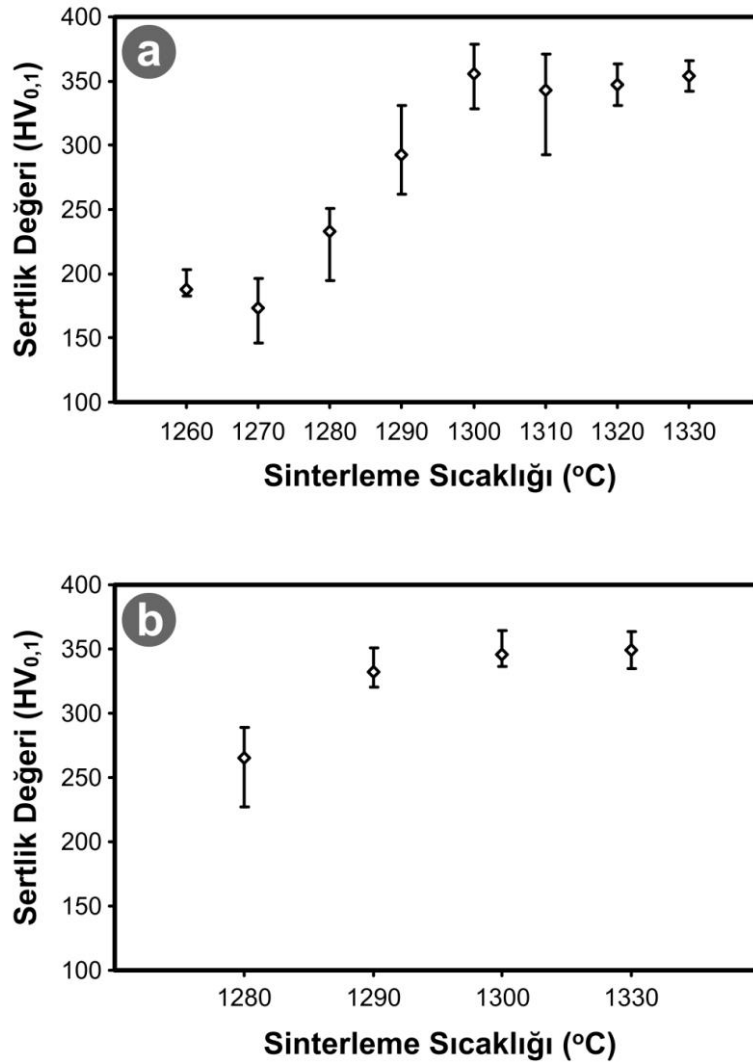
Şekil 5.78. Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesine ait TEM/EDS analizi

5.3.5. Mekanik Testler

5.3.5.1. Sertlik ölçümleri

Sinterlenmiş numunelere uygulanan sertlik ölçümleri sonucunda elde edilen değerler 1 saat süreyle sinterlenen numuneler için Şekil 5.79.a'da, 3 saat süreyle sinterlenen

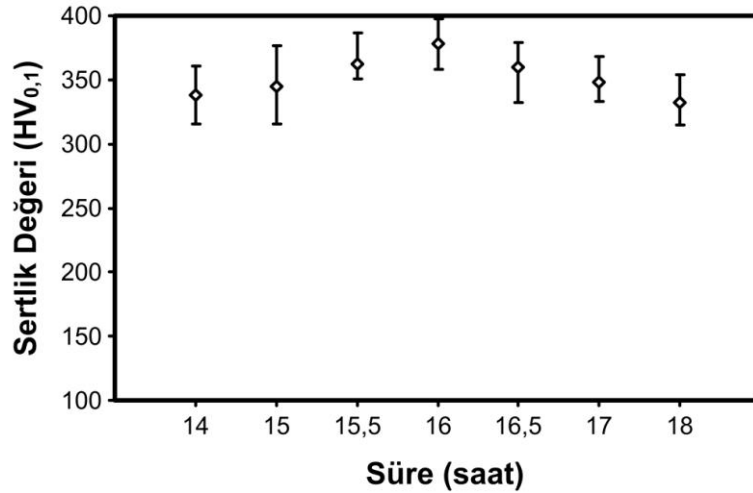
numuneler için Şekil 5.79.b’de verilmiştir. Şekiller incelendiğinde sertliğin yoğunluk artışına paralel olarak sinterleme sıcaklığı ve süresiyle arttığı görülmektedir. En yüksek yoğunluğun elde edildiği 1330°C’de 3 saat sinterlenen numuneden ölçülen sertlik değeri 349 ± 10 HV_{0,1} olmuştur. Nobrega ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada gaz atomizasyonu ile üretilmiş tozun 1310°C’de 3 saat sinterlenmesi sonucu 228 ± 14 HV_{10N} sertlik elde edildiği bildirilmiştir. Bu değer su atomizasyonu ile üretilmiş tozların kullanılması durumunda ise 305 ± 8 HV_{10N} olduğu rapor edilmiştir. Bu farkın su atomizasyonu ile üretilen tozun daha yüksek Cr, Co ve Al içermesine bağlı olduğu rapor edilmiştir (Nobrega 2008).



Şekil 5.79. Nimonic 90 numunelerinde farklı sıcaklıklarda; a) 1 saat, b) 3 saat süreyle gerçekleştirilen sinterlemeler sonucu elde edilen sertlik değerleri

Isıl işlemlerde sinterleme sonucu en yüksek yoğunluğu sağlayan 1330°C'de 3 saat sinterlenmiş numuneler kullanılmıştır. Şekil 5.80'de standartlarda belirtildiği gibi (DeAntonio 1991) çözeltiliye alındıktan sonra 705°C'de farklı sürelerle gerçekleştirilen yaşlandırma ısıl işlemleri sonrasında ölçülen Vickers sertlik değerleri verilmiştir. Grafikte verilmemiş olmasına rağmen çözeltiliye alma işlemi sonrasında numunenin sertliğinin arttığı görülmüştür. Çözeltiliye alınan numunenin sertlik değeri 360±10 HV_{0,1} olarak ölçülmüştür. Şekil 5.70 ve Şekil 5.71'de verilen sinterlenmiş ve çözeltiliye alınmış durumdaki malzemelere ait SEM görüntüleri açıklanırken sinterleme işlemi sonrasında mikroyapıda olduğu düşünülen TCP fazlarının çözeltiliye alma işlemiyle çözüldüğü belirtilmiştir. TCP fazlarının arzu edilmeyen fazlar olmasının bir nedeni de, bu fazların matrise mukavemet kazandıran elementleri kullanarak oluşmasıdır (Mitchell 2005, Sundararaman 2002). Yani bu fazlar oluştuğunda matriste katı çözeltili ile veya intermetalik çökeltiyle mukavemet kazandıracak olan Cr, Co, Ti ve Al gibi elementlerin hacim oranı azalacaktır. Çözeltiliye alma işleminden sonra malzemenin sertliğinde meydana gelen artışın oluşmuş olan TCP fazlarının çözünmesi ve serbest kalan Cr ve Co gibi elementlerin yeniden katı çözeltili durumuna geçmiş olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Farklı sürelerle gerçekleştirilen ısıl işlemler sonucu en yüksek sertlik artışının, yine standartlarda Nimonic 90 malzemesinin yaşlandırılması için belirtilmiş sürede (16 saat) meydana geldiği müşahade edilmiştir. Bu değer 378±20 HV_{0,1} olarak ölçülmüştür. Sertliğin artmış olması, malzeme içerisinde intermetalik çökelti oluştuğunun dolaylı göstergesidir. Nobrega ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada su atomizasyonu ile üretilmiş tozların 1280°C'de 2 saat sinterlendikten sonra ısıl işleme tabi tutulması sonucu 382±9 HV_{10N} sertlik elde edildiği bildirilmiştir. Aynı şartlarda üretilen malzemenin ısıl işlem görmeden önceki sertliği ise 364±8 HV_{10N} olarak bildirilmiştir (Nobrega 2008). Bu durumda ısıl işlemin sağladığı sertlik artışı %5 mertebelerindedir. Bu çalışmada ise ısıl işlem ile sinterleme sonrası sertlik değeri %8 mertebelerinde arttırılmıştır. Gülsoy ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada ise 1285°C'de 2 saat sinterlenen Nimonic 90 malzemesinin sertliğinin 30 HRc olduğu rapor edilmiştir ki bu değer yaklaşık olarak 310 HV'dir (Gülsoy 2011).



Şekil 5.80. Farklı sürelerle gerçekleştirilen yaşlandırma ısıl işlemlerine bağlı olarak Nimonic 90 alaşımının sertliğinde meydana gelen değişim

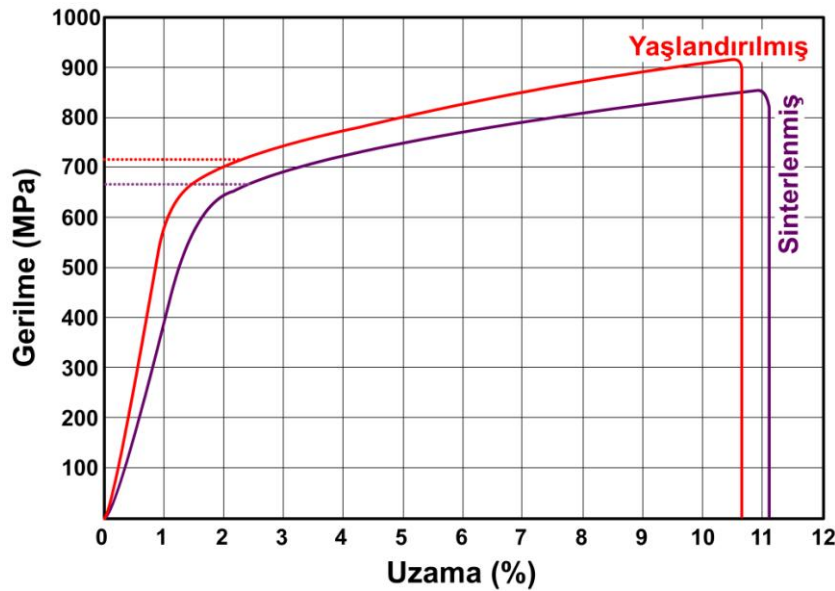
5.3.5.2. Çekme deneyi

TEK ile üretilmiş Nimonic 90 malzemeleri sinterleme sonrasında ve ısıl işlem sonrasında çekme deneylerine tabi tutularak oda sıcaklığındaki mukavemet ve süneklik değerleri belirlenmiştir. Şekil 5.81’de sinterlenmiş ve yaşlandırılmış numunelerden çekme deneyleri sonucunda elde edilen ortalama çekme diyagramları verilmiştir. Isıl işlemin malzemenin akma ve çekme dayanımlarını yükselttiği görülmektedir. Isıl işlem sonucu malzemenin sertlik ve mukavemet değerlerindeki bu artış, dolaylı olarak da olsa malzeme içerisinde intermetalik çökeltilerin oluştuğunu gösterir. Tez çalışmasında SEM ve TEM incelemeleri ile malzeme içerisinde oluşmuş olan fazlar detaylıca açıklanmış olup, yaşlandırma işlemi sonucu malzeme yapısında intermetalik çökeltilerin ve karbürlerin oluştuğu açıklanmıştır. SEM ve TEM incelemeleri ile ulaşılan bulgular ile elde edilen mukavemet değerleri uyum sergilemektedir.

Çökelme ile sertleştirilebilen çoğu Ni esaslı süperalaşımında mukavemet artışını sağlayan temel faz γ' fazıdır. Yüksek Ni içeren matriste γ' fazının çökmesi sertlik ve mukavemette önemli artış sağlar. Bu eşsiz intermetalik faz gama matrise benzer şekilde YMK yapıdadır ve kafes sabiti gama matris ile %1 veya daha az bir uyumsuzluk sergiler. Aşırı doymuş matriste γ' fazı çökmesi mukavemette önemli artış sağlar. Malzemenin mukavemeti, bulundurduğu γ' fazının miktarı ile artacağı

için çökelen γ' fazının hacim oranı da önem taşımaktadır. Oluşan γ' fazının miktarı ise sertleştirici alaşım elementi içeriğine bağlıdır. Bu elementler güçlü γ' oluşturuca Al, Ti, Nb ve Ta elementleridir (Erickson 2005). Ti aynı zamanda MC tipi karbür oluşturarak mukavemette ekstra artış sağlar (Garimella 1997).

Nimonic 90 malzemesinde yaşlandırma işleminin IN718 malzemesindeki gibi mukavemette çok büyük bir artış sergilemediği görülmektedir. Bu durumun iki sebebi olduğu düşünülmektedir. İlki Nimonic 90 malzemesinde mukavemet artışı sağlayan γ' fazının ve karbür çökeltilerinin sinterlenmiş durumdaki malzemede de (soğuma aşamasında oluşurlar) bulunmasıdır. Yani sinterlenmiş durumdaki malzemenin mukavemetinin nispeten yüksek olmasının mukavemetteki artışın az olmasına neden olduğu düşünülmektedir. İkinci sebebin ise malzemeye asıl mukavemet kazandıracak olan γ' fazının yaşlandırma işlemiyle elde edilebilen hacim oranının düşük olmasıdır. Bunda da malzemede meydana gelen oksitlerin ve karbürlerin, γ' fazını oluşturacak Al ve Ti elementlerinin matristeki miktarını azaltmasının rol oynadığı düşünülmektedir. Bunlara rağmen SEM ve TEM incelemeleri göstermiştir ki yaşlandırma işlemiyle malzemede γ' fazı çökeltileri oluşmuştur.



Şekil 5.81. Yaşlandırılmış ve sinterlenmiş Nimonic 90 numunelerinin ortalama çekme eğrileri

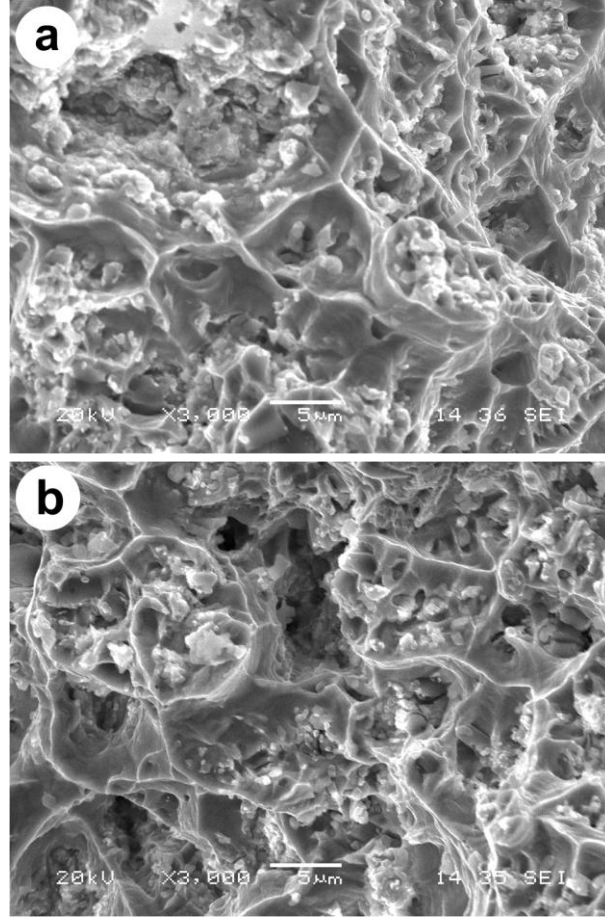
Çekme deneylerinden elde edilen mukavemet ve süneklik değerleri Tablo 5.5'te verilmiştir. Tablo 5.5'te aynı zamanda döküm ve dövme yoluyla üretilmiş Nimonic 90 malzemelerinin özellikleri ile kıyaslama yapılmıştır. TEK ile üretilen bu malzemelerin döküm parçalarla rekabet edebilecek mukavemete sahip olduğu görülmektedir. Dövme malzemelerin mukavemet değerlerinin daha yüksek olduğu görülmekte, bunun malzemede bulunan düşük miktardaki gözeneklerden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Nobrega ve arkadaşları su atomizasyonu ile üretilmiş Nimonic 90 tozu kullanarak yaptıkları çalışmada 1280°C'de 2 saat sinterledikleri numunelerde ortalama 785 MPa akma mukavemeti, 1144 MPa çekme mukavemeti ve %22 uzama değeri elde etmişlerdir. Isıl işlem sonrası elde ettikleri bu değerler sırasıyla 906 MPa, 1249 MPa ve %22 olmuştur (Nobrega 2008). Bu çalışmada daha düşük mukavemet değerleri elde edilmiş olmasının, ulaşılabilen bağıl yoğunluğun daha düşük olmasından ve diğer çalışmada kullanılan su atomizasyonu ile üretilmiş tozun kompozisyonunda daha yüksek miktarda Al bulunmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Tablo 5.5. TEK ile üretilen Nimonic 90 alaşımından elde edilen mukavemet ve süneklik değerlerinin döküm ve dövme Nimonic 90 alaşımlarıyla kıyaslanması

| | Akma Mukavemeti (MPa) | Çekme Mukavemeti (MPa) | Uzama (%) |
|------------------------------------|--------------------------|---------------------------|--------------|
| Sinterlenmiş | 690 | 858 | 11.4 |
| Yaşlandırılmış | 760 | 920 | 10.6 |
| Nimocast 90 (Erickson 2005) | 520 | 700 | 14 |
| Dövme Nimonic 90 (Stoloff 2005) | 810 | 1235 | 33 |

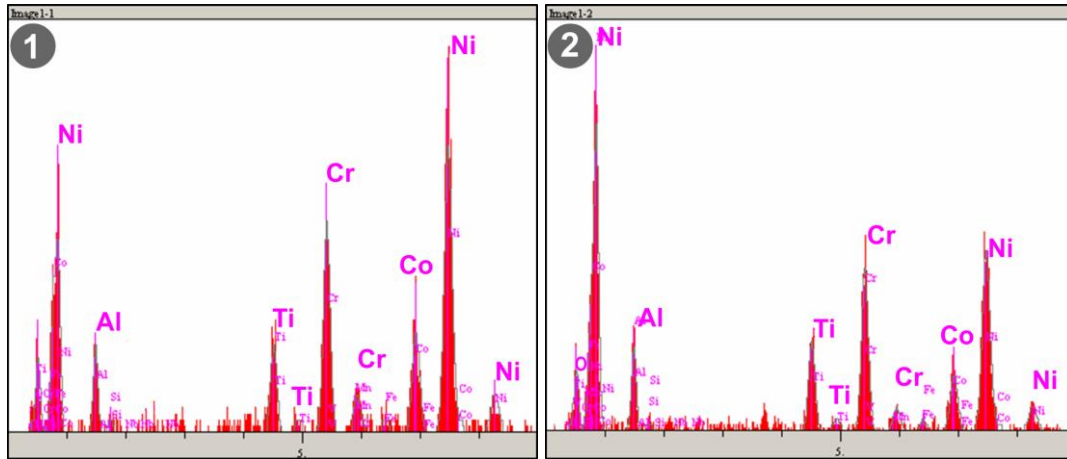
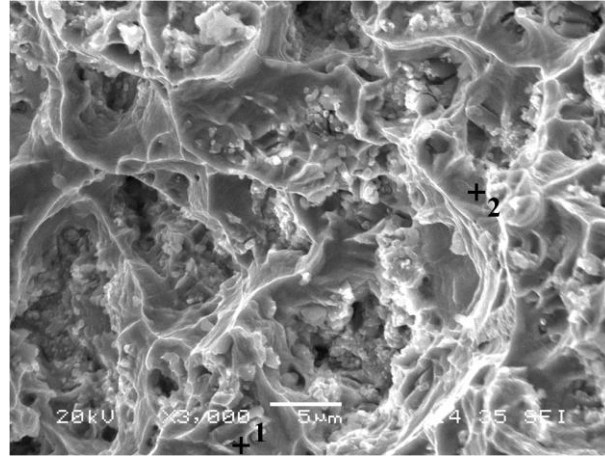
Şekil 5.82'de sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki numunelerin çekme deneyinden sonra kırılma yüzeylerinden alınmış SEM görüntüleri verilmiştir. Görüntülerden kırılmanın daha çok taneler arasından olduğu ve az da olsa yapı içerisindeki gözeneklerden ve tam sinterlenmeyen bölgelerden dolayı sünek olmayan bir davranış sergilediği görülmektedir. Diğer taraftan, tam sinterlenmiş bölgelerde gamze şeklinde çukurcuk formunda kırık yüzeyleri görülmektedir.



Şekil 5.82. Çekme deneyinden sonra alınmış; a) Sinterlenmiş durumdaki, b) Yaşlandırılmış durumdaki Nimonic 90 numunesine ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü

Yaşlandırılmış numunenin kırılma yüzeyinden alınan SEM/EDS nokta analizine ait görüntüler Şekil 5.83'te verilmiştir. Her iki noktada da C elementine rastlanmamıştır. Bu durum bir yandan başarılı bağlayıcı giderme işleminin bir göstergesidir. 1 numaralı bölgede oksijen elementi hiç bulunmazken 2 numaralı bölgede bir miktar oksijen bulunmaktadır. Nikel esaslı süperalaşımlarda Ti elementi katı çözeltili veya intermetalik çökelti (Ni_3Ti) veya karbür olarak (TiC) olarak bulunabilmektedir. Benzer şekilde Al da ya katı çözeltili veya intermetalik çökelti (Ni_3Al) olarak bulunabilmektedir (Erickson 2005). EDS analizine göre 1 numaralı bölgede ne C ne de O elementi bulunmaması, bu noktada başlangıç tozuna nazaran oldukça yüksek miktarda bulunan Al ve Ti elementlerinin ya katı çözeltili ya da intermetalik çökelti durumunda bulunduğunu gösterir. Fakat hem malzemenin yaşlandırılmış olması hem de daha önce yapılmış SEM ve TEM incelemeleri bu elementlerin burada arzu edilen γ' çökeltileri olarak bulunduğunu düşündürmektedir. 2 numaralı bölgede C elementi

bulunmamasına rağmen bir miktar oksijen bulunmaktadır. Fakat bu oksijen miktarı (ağırlıkça %4,607), Al miktarının (ağırlıkça %8,548) oldukça altındadır. Bu durumda burada Al elementinin tamamının Al_2O_3 oluşturmadığı kalan kısmının γ' fazı olarak bulunduğunu düşündürmektedir. Öte yandan bu noktada C elementinin hiç bulunmaması Ti'un intermetalik olarak bulunduğuna işaret eder.

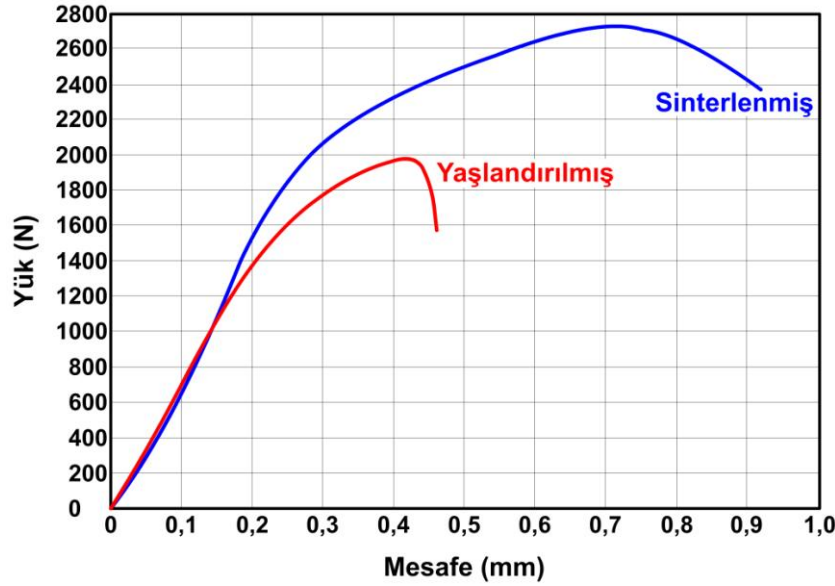


Şekil 5.83. Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesinin kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS nokta analizi

5.3.5.3. Kırılma tokluğu deneyi

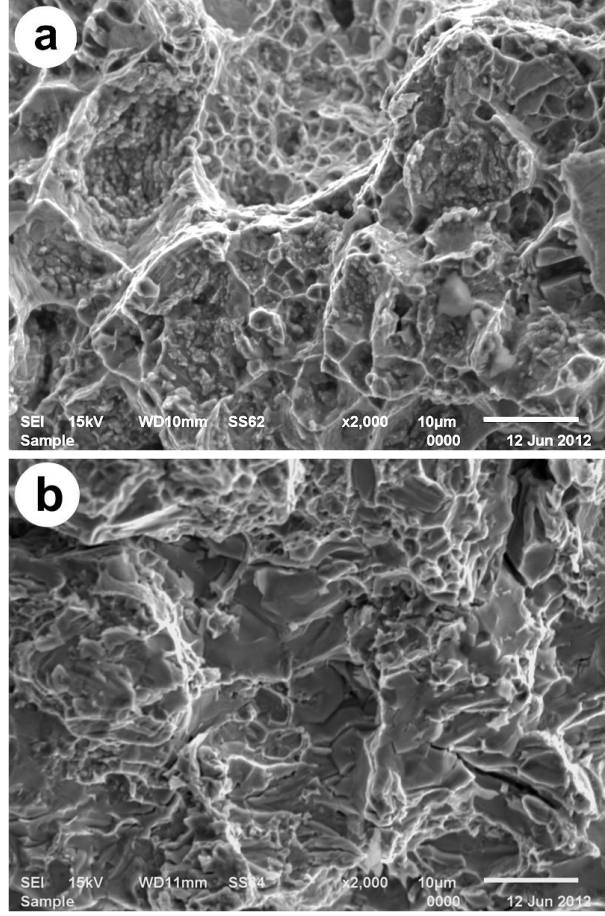
Şekil 5.84'te kırılma tokluğu deneylerine maruz bırakılan sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki Nimonic 90 numunelerinin yük-mesafe eğrileri verilmiştir. Sinterlenmiş durumdaki malzemenin daha yüksek yük taşıma kapasitesine sahip olduğu görülmektedir. Daha önce yapılan mekanik testler, yaşlandırma işleminin Nimonic 90 alaşımının sertlik ve mukavemetini arttırdığını; sünekliğini azalttığını

göstermiştir. Kırılma tokluğu deneylerinde Şekil 5.84'te görüldüğü gibi sinterlenmiş durumdaki malzemenin daha yüksek yük taşıyabilmesi ve daha büyük uzama sergilemesi daha önceki testlerden elde edilen sonuçlarla uyumludur.



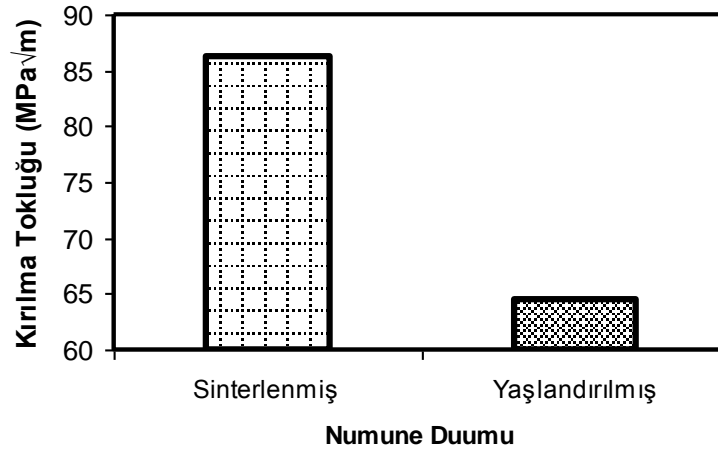
Şekil 5.84. Sinterlenmiş ve yaşlandırılmış Nimonic 90 numunelerinin kırılma tokluğu deneylerinden elde edilen yük-mesafe eğrileri

Şekil 5.85'te sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki Nimonic 90 numunelerinin kırılma yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri verilmiştir. Her iki durumda da kırılmanın taneler arasından meydana geldiği görülmektedir. Daha yüksek yük taşıyabilen sinterlenmiş durumdaki malzemenin kırılma yüzeyinde gamze şeklinde çukurcuk oluşumunun daha fazla olduğu görülmektedir. Buna karşılık yaşlandırılmış numunenin kırılma yüzeyinin daha düz bir görüntü sergilediği ve yer yer ikincil çatlaklar içerdiği görülmektedir. Gamze şeklinde çukurcuk oluşumlarından daha sünek olduğu anlaşılan sinterlenmiş durumdaki numunenin daha yüksek yük taşıyabilmesine karşılık yaşlandırılmış numunenin daha az yük taşıyabilmesinin, yaşlandırma işlemiyle yapıda olduğu TEM görüntüleri ile ispatlanan ve malzemenin sertlik ve mukavemetinde artış sağlarken % uzama değerinde azalma meydana gelmesinde rol oynadığı daha önceki mekanik testlerden anlaşılan γ' çökeltielerinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Fakat hem SEM hem de TEM incelemeleri yapıda bol miktarda karbür oluşumu olduğunu da göstermiş olup, çatlak oluşumunda ve ilerlemesinde bunların da çok önemli etkileri vardır.



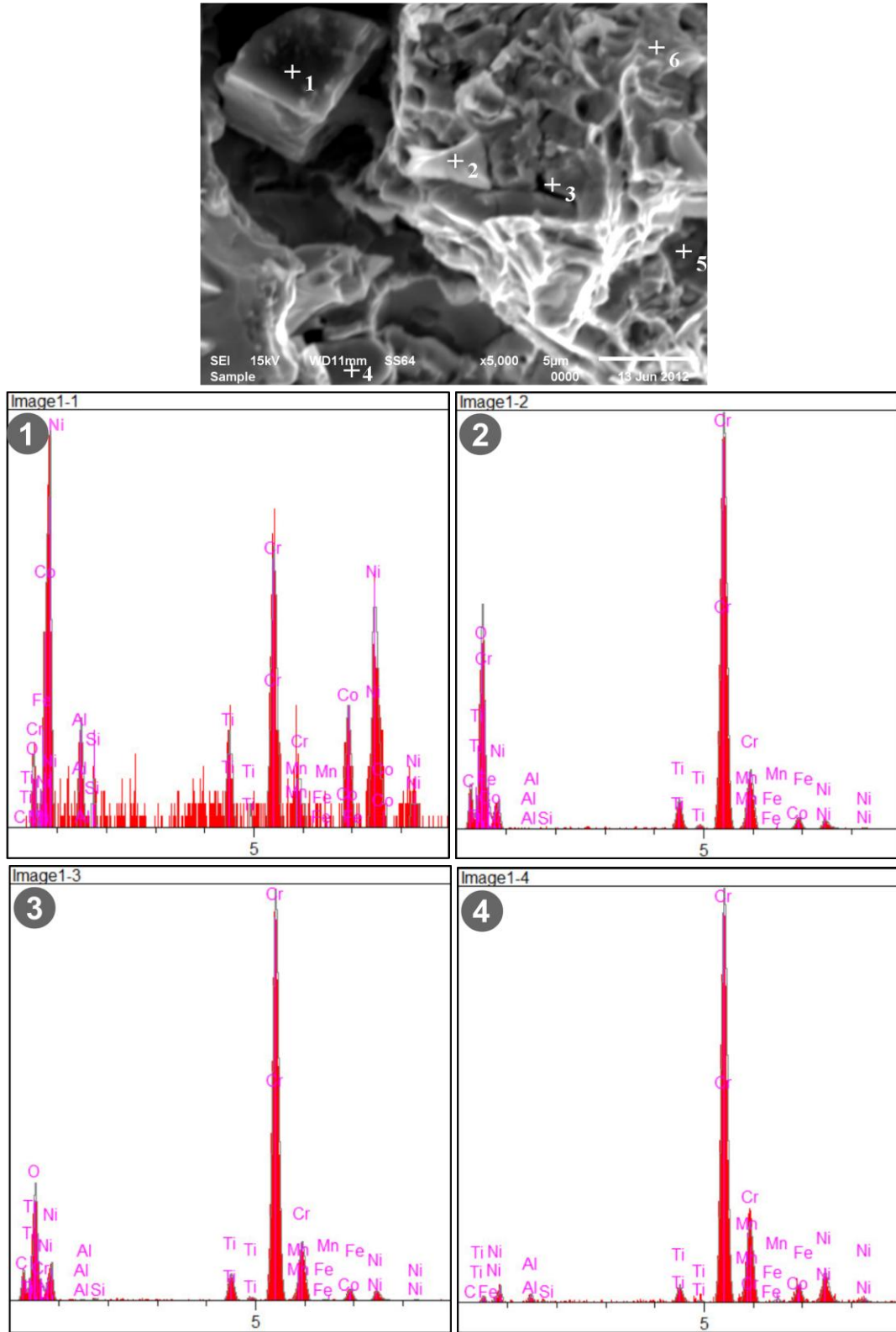
Şekil 5.85. Kırılma tokluğu deneyine maruz bırakılmış; a) Sinterlenmiş durumdaki, b) Yaşlandırılmış durumdaki Nimonic 90 numunelerinin kırılma yüzeyi SEM görüntüleri

Şekil 5.86’da farklı durumlarda kırılma tokluğu testlerine tabi tutulan Nimonic 90 numunelerinin (4.1) ve (4.2) denklemlerine göre hesaplanmış kırılma tokluğu değerleri verilmiştir. Taşınabilen maksimum yüke bağlı olarak kırılma tokluğu değerlerinin değiştiği, yaşlandırılmış numunenin kırılma tokluğu değerlerinin daha düşük olduğu görülmektedir. Kırılma tokluğu deneylerinden elde edilen sonuçlar sertlik ve çekme deneylerinden elde edilen sonuçlarla uyumludur.

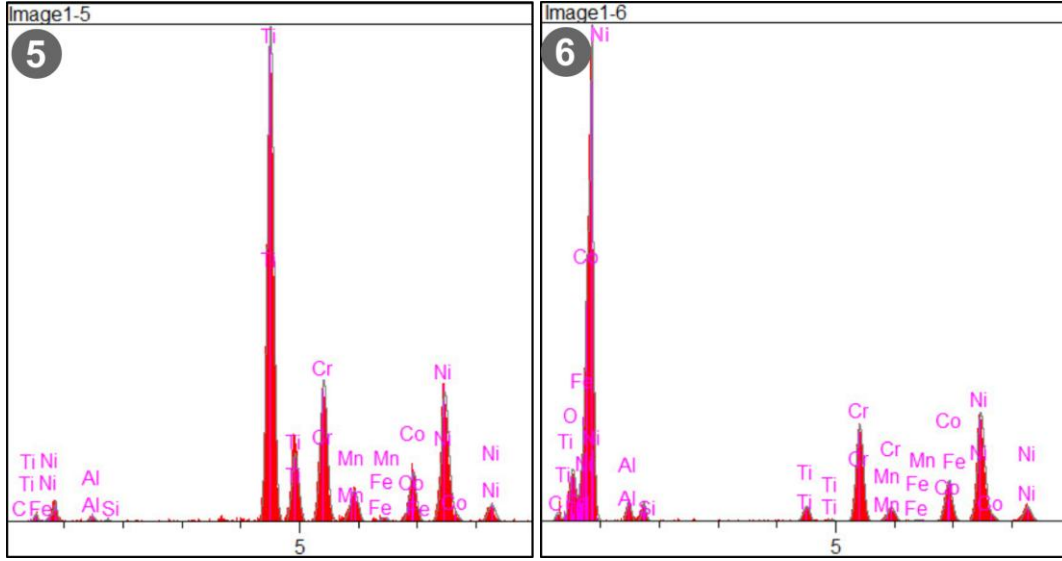


Şekil 5.86. Nimonic 90 numunelerine ait kırılma tokluğu değerleri

Şekil 5.87’de yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesinin kırılma tokluğu deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS nokta analizine ait görüntüler verilmiştir. 1 numaralı bölgede hiç karbon elementi bulunmadığı ve elementlerin başlangıç tozunun kimyasal bileşimine çok yakın bir dağılım sergiledikleri görülmektedir. 2 numaralı bölgede Cr tarafından oluşturulmuş bir karbür çökeltisi olduğu düşünülmektedir. 3 numaralı bölgede de Cr ve C elementlerinin miktarı oldukça yüksek olup, 2 numaralı bölgeye benzer bir karbür oluşumu olduğu düşünülmektedir. Bu bölgede oluşmuş olan karbür çökeltisine bağlı olarak bir çatlak oluşumunun söz konusu olduğu görülmektedir. Bir başka çatlak oluşumu 5 numaralı bölgede görülmekte olup, EDS analizine göre burada bir TCP fazı olduğu düşünülmektedir. Burada TCP fazı oluşmuş olduğu düşüncesine, C elementinin hiç bulunmamasına rağmen burada Ti miktarının yüksek olması ve buna Ni, Cr ve Co elementlerinin eşlik etmeleri sebep olmuştur. 4 numaralı bölgede yine hiç karbon elementi bulunmamakla birlikte, TEM incelemeleriyle tespit edilen; Cr, Ni ve Co elementleri tarafından oluşturulmuş TCP fazına benzer bir faz olduğu görülmektedir. SEM görüntüsünde en sünek davranışın sergilendiği 6 numaralı bölgede, Nimonic 90 alaşımına sertlik ve mukavemet kazandıran Al ve Ti elementlerinin miktarı en az seviyeye inmiş olup, burada Ni, Cr ve Co gibi matrisi oluşturan elementlerin miktarı oldukça yüksektir.



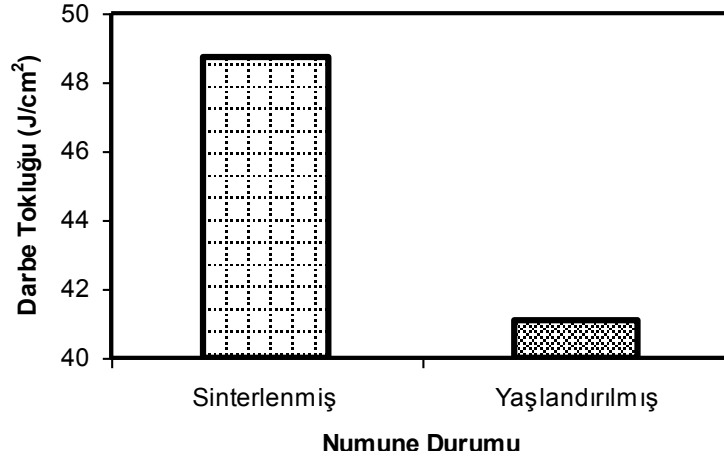
Şekil 5.87. Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesinin kırılma tokluğu deneyinden sonra kırılma yüzeyinden alınmış SEM/EDS analizi



Şekil 5.87'nin devamı

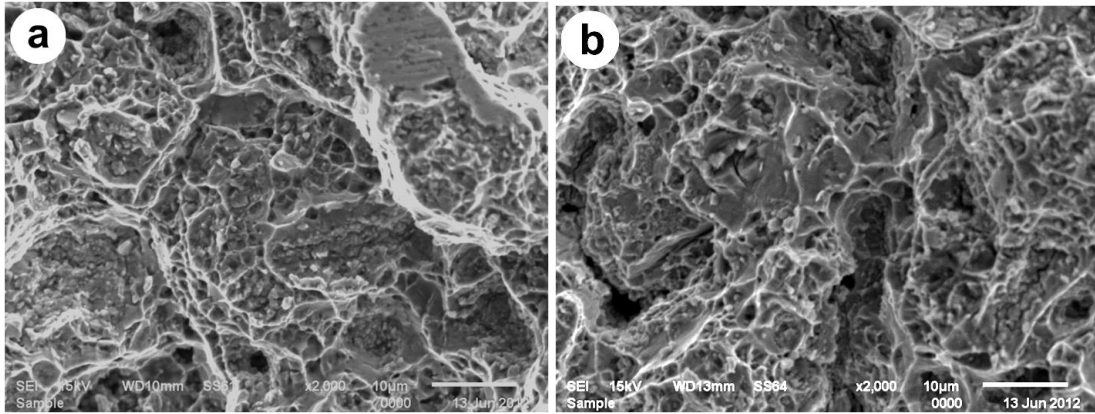
5.3.5.4. Darbe deneyi

Şekil 5.88'de sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki Nimonic 90 numunelerine uygulanan darbe deneylerinden elde edilen darbe tokluğu değerleri verilmiştir. Birçok araştırmacı mekanik özelliklerin γ' çökeltilerinin boyut, morfoloji ve hacim oranından etkilendiğini bildirmişlerdir (Yang 2012). Darbe tokluğu değerleri incelendiğinde yaşlandırılmış numunelerin az da olsa daha düşük tokluk sergiledikleri görülmekte, bunun yaşlandırma işlemiyle malzeme içerisinde daha yüksek miktarda oluşan γ' ve karbür çökeltilerinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Döküm ile üretilmiş 10x10x55 mm ebatlarındaki Ni esaslı bir süperalaşıma (kimyasal bileşimi ağırlıkça %0,05 C, %9 Cr, %5 Co, %3,5 W, %3 Mo, %2,2 Nb, %5,9 Al, %0,02 Y, %0,02 B ve % kalan Ni) 2 mm derinliğinde bir çentik açılarak uygulanan darbe testlerinde malzemenin oda sıcaklığında yuttuğu enerjinin 17 Joule civarında olduğu tespit edilmiştir (Yang 2012). Şimdiki çalışmada Nimonic 90 numuneleri TEK yöntemi ile üretilmiş olmasına ve bir miktar gözenek içermesine rağmen iyi derecede darbe tokluğu değerleri sergilemiştir. TEK ile üretilmiş Nimonic 90 numunelerinde kalan az miktardaki gözeneklerin, morfolojik özellikleri gereği darbe tokluğu değerlerini çok fazla düşürmediği düşünülmektedir. Çünkü mikroyapı çalışmaları gözeneklerin küresel şekilli olduklarını ve gerilme yığılmalarına neden olmayacaklarını göstermiştir.



Şekil 5.88. Nimonic 90 numunelerinin darbe tokluğu değerleri

Şekil 5.89’da darbe deneyinden sonra Nimonic 90 numunelerinin yüzeylerinden alınmış SEM görüntüleri verilmiştir. Darbe deneyinde numunelerin taneler arasından kırıldığı görülmektedir. Yaşlandırılmış numuneye nazaran sinterlenmiş numunenin SEM görüntüsünde daha sünek bir kırılma olduğu görülmektedir. Bununla birlikte yaşlandırılmış numunede yer yer karbür çökeltilerinin ve çatlak oluşumlarının olduğu görülmektedir.



Şekil 5.89. Darbe deneyinden sonra; a) Sinterlenmiş, b) Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunelerinin kırılma yüzeylerinden alınmış SEM görüntüleri

BÖLÜM 6. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

6.1. Sonuçlar

6.1.1. IN718

IN718 tozundan TEK yöntemiyle parça üretilmesinde en uygun sinterleme ve ısıl işlem parametrelerinin belirlenmesi ve TEK yöntemi ile en uygun şartlarda üretilen IN718 parçaların ısıl işlem görmemiş ve ısıl işlem görmüş durumdaki mikroyapı ve mekanik özelliklerinin karakterize edilmesi amacıyla yapılan deneysel çalışmalardan aşağıdaki sonuçlar çıkarılmıştır.

- Alınan SEM görüntüleri IN718 tozunun düzgün yüzeylere sahip küresel şekilli parçacıklardan oluştuğunu göstermiştir. Yapılan boyut dağılımı analizi, IN718 tozunun ortalama parçacık boyutunun 11,9 μm olduğunu göstermiştir. Boyut dağılımı analizi ile IN718 tozunun D_{10} değeri 4,5 μm , D_{90} değeri ise 26,2 μm olarak tespit edilmiştir.
- Bağlayıcıların süperalaşım tozuna kolayca ilave edilebilmesi ve şekillendirilmiş parçalardan bağlayıcı giderme işlemleriyle kolaylıkla giderilebilmesi, IN718 tozundan TEK ile parça üretilmesinde bu bağlayıcı sisteminin ve toz-bağlayıcı karışım oranlarının uygun olduğunu göstermiştir. Kalıplama işleminde bir sorunla karşılaşılması da kullanılan bağlayıcı sisteminin uygun olduğunu göstermektedir. Kalıplama işleminde bir sorunla karşılaşılması, aynı zamanda kalıplama parametrelerinin de uygun olduğunu göstermektedir.
- Ergime aralığının tespit edilmesi amacıyla yapılan DSC analizinden, IN718 alaşımının solidüs sıcaklığının 1247°C, liküdüs sıcaklığının ise 1307°C

olduğu tespit edilmiştir. Elde edilen bu değerler daha önce benzer bileşime sahip tozlarla gerçekleştirilmiş çalışmalardan elde edilen değerlere yakın olup, literatürde dövme malzemeler için bildirilmiş solidüs ve likidüs sıcaklıklarından daha düşüktür.

- Yapılan dilatometre testi, IN718 malzemesinde maksimum büzülmenin 1298°C’de meydana geldiğini göstermiştir. Bu sıcaklıkta malzemede meydana gelen boyutsal büzülme %22 civarındadır.
- Yoğunluk ölçümleri ile farklı sıcaklıklarda, farklı sürelerle gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinde sıcaklık ve süredeki artışa paralel olarak yoğunluğun da arttığı belirlenmiştir. Malzemede şekil kaybı olmadan en yüksek bağlı yoğunluk değerine 1290°C’de 3 saat süreyle gerçekleştirilen sinterleme işlemi ile ulaşılmıştır. Bu parametreler ile sinterlenen numunede ulaşılan bağlı yoğunluk değeri %97,3 olmuştur.
- Farklı sıcaklıklarda farklı sürelerle sinterlenen numunelerden zımparalama ve parlatma işlemleri sonrasında alınan optik mikroskop görüntüleri ile yoğunluk ölçümlerinden elde edilen değerler uyum sergilemektedir. Daha yüksek sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemleri sonucunda daha düşük gözenekliliğe sahip mikroyapı elde edilmiştir. Bununla birlikte aynı sıcaklıkta daha uzun süre ile gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinin gözeneklerin küçülmesini ve gözenek miktarının azalmasını sağladığı görülmüştür.
- Başlangıç tozuna, sinterlenmiş durumdaki numuneye ve yaşlandırılmış durumdaki numuneye yapılan XRD analizleri ile elde edilen paternlerde sadece gama matrise ve δ fazına ait piklerin bulunduğu görülmüştür.
- Dağlama işlemi sonrasında alınan optik mikroskop görüntülerinde gözeneklerin genellikle taneler arasında olduğu görülmüştür. Sinterleme sıcaklığı ve süresinin artmasıyla beraber tane boyutunda çok az bir irileşme meydana gelmiş olup, 1290°C’de 3 saat sinterlenen IN718 malzemesinde ortalama tane boyutunun 30 μ m civarında olduğu görülmüştür.

- Sinterlenmiş IN718 numunesinden alınan SEM görüntüsü sinterleme işlemine bağlı olarak mikroyapıda bir miktar tavlama ikizi oluştuğunu göstermiştir. Bununla birlikte SEM görüntüsünde mikroyapıda bir takım çökelti fazlarının oluştuğu görülmüştür. Bu çökelti fazlarının sinterlenen numunenin 10°C/dk gibi yavaş bir hızla soğutulması esnasında meydana gelen karbürler ve TCP fazları olduğu düşünülmektedir. Aslında sinterleme işleminden sonraki soğuma aşamasında karbürlere ve TCP fazlarına ek olarak γ' ve γ'' intermetalik çökeltilerinin de oluştuğu düşünülmektedir. Fakat bu çökeltiler nano boyutlu oldukları için SEM ile görüntülenmeleri zordur.
- 980°C'de 1 saat çözeltiye alınan IN718 numunesinden alınan SEM görüntüsünde büyük çoğunluğu tane sınırında olmak üzere bol miktarda çökelti bulunduğu görülmüştür. Bu çökeltilerin ne olduğunun anlaşılabilmesi ve bu alışımda yaşlandırma işlemi sonunda mukavemet artışı için önem arz eden elementlerin mikroyapıda sergiledikleri dağılımının belirlenmesi amacıyla SEM elementel haritalama analizi yapılmıştır. Yapılan bu analize göre sinterleme sonrası oluştuğu düşünülen tane sınırlarındaki MC tipi NbC çökeltilerinin çözeltiye alma işlemiyle çözünmediği belirlenmiştir. SEM elementel haritalama analizine ait görüntülerden yaşlandırma işlemi sonunda γ'' fazını oluşturarak malzemenin mukavemet kazanmasında temel rolü üstlenecek olan Nb elementinin tane sınırındaki karbür çökeltilerinin dışında da bol miktarda bulunduğu görülmüştür.
- Çözeltiye alınmış numuneye uygulanan SEM/EDS nokta analizi de SEM elementel haritalama analizinden çıkarılan sonuçları destekler biçimde tane sınırında görülen çökeltilerin NbC olduğunu göstermiştir.
- Yaşlandırılmış IN718 numunesinden alınan SEM görüntüsü ve bu numuneye yapılan SEM elementel haritalama analizine göre malzemenin tane sınırlarında δ fazı ve NbC çökeltileri bulunmaktadır. Bununla birlikte oluşturacakları intermetalik çökeltilerle meydana getirecekleri kafes çarpımları sayesinde sertlik ve mukavemet artışı sağlayacak olan başta Nb olmak üzere Al ve Ti elementlerinin tane içlerinde homojene yakın bir

dağılım sergilemeleri, IN718 alaşımına ait ZSD diyagramı da göz önünde bulundurulduğunda arzu edilen nano boyutlu intermetalik çökeltilerin oluştuğunun dolaylı göstergesidir.

- Yaşlandırılmış IN718 numunesinden alınan TEM görüntüleri mikroyapıda homojen bir dağılım sergileyen bol miktarda nano boyutlu çökelti oluştuğunu göstermiştir. Bu çökeltilerin çok büyük bir kısmını, disk şekilli γ'' çökeltileri oluşturmaktadır. Bununla birlikte γ'' çökeltilerine nazaran daha düşük miktarda γ' çökeltilerinin de oluşmuş olduğu görülmüştür.
- TEM/EDS incelemeleri, sinterleme ve ısıl işlemlere bağlı olarak IN718 malzemesinin mikroyapısında arzu edilen nano boyutlu γ'' ve γ' çökeltilerinin yanında δ , NbC ve az da olsa Laves fazlarının oluşmuş olduğunu göstermiştir.
- Uygulanan sertlik ölçümleri, sinterleme sıcaklığına paralel olarak malzemenin sertliğinin arttığını göstermiştir. Bu durumun sinterleme sıcaklığı ve süresindeki artışa paralel olarak yoğunluğun da artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. 1290°C'de 3 saat sinterlenen numuneden ölçülen sertlik değerinin $348 \pm 10 \text{ HV}_{0,1}$ olduğu görülmüştür.
- Isıl işlem uygulanan IN718 numunelerine uygulanan sertlik ölçümleri çözeltiye alma işleminin sinterlenmiş durumdaki malzemenin sertliğini düşürdüğünü göstermiştir. Bu durumun sinterleme sonrasındaki yavaş soğuma esnasında oluşan γ'' ve γ' çökeltilerinin çözünmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir ki bu, çözeltiye alma işleminin başarısına işaret etmektedir. Yaşlandırma işleminin IN718 alaşımının sertliğini büyük oranda arttırdığı görülmüştür. En yüksek sertlik değeri $454 \pm 13 \text{ HV}_{0,1}$ olarak, 720°C'de 9 saat+620°C'de 8 saat yaşlandırılan numunede ölçülmüştür. Malzemenin sertliğinde meydana gelen bu artış, SEM ve TEM incelemeleri ile oluştuğu ispat edilen çökeltilerle sağlanmaktadır.

- Çekme deneyleri, yaşlandırma ısıl işleminin malzemenin sertliğinde artış sağladığı gibi mukavemetinde de büyük artış sağladığını göstermiştir. 1290°C'de 3 saat sinterlenen numunelerin ortalama akma ve çekme dayanımları sırasıyla 506 ve 629 MPa iken 720°C'de 9 saat+620°C'de 8 saat yaşlandırılan numunelerin ortalama akma ve çekme mukavemeti değerleri sırasıyla 780 ve 1022 MPa olarak tespit edilmiştir.
- Çekme deneylerinde hem sinterlenmiş numunelerin hem de yaşlandırılmış numunelerin taneler arasından gevrek kırılma sergiledikleri görülmüştür. Uygulanan yaşlandırma ısıl işleminin malzemenin sünekliğini bir miktar azalttığı müşahede edilmiştir. Sinterlenmiş durumdaki numunelerin ortalama % uzama değeri 5,8 iken bu değer yaşlandırılmış numuneler için %5,3'e düşmüştür. Bu durumun yaşlandırma sonucu mikroyapıda oluşan intermetalik çökeltilerin sağladığı sertlik artışından kaynaklandığı düşünülmektedir.
- Uygulanan kırılma tokluğu deneyleri yaşlandırma ısıl işleminin malzemenin kırılma tokluğu değerlerini düşürdüğünü göstermiştir. Bu durumun yaşlandırma ısıl işlemi ile malzeme içerisinde bol miktarda oluşan γ'' , γ' ve karbür çökeltilerinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Kırılma tokluğu deneylerinden sonra yapılan SEM çalışmaları her iki durumda da malzemenin taneler arasından kırıldığını göstermiştir. Özellikle Nb tarafından oluşturulan karbürlerin çatlak oluşumu ve ilerlemesinde öncülük ettiği anlaşılmıştır.
- Çekme uzaması ve kırılma tokluğu değerlerine benzer şekilde ısıl işlemin malzemenin darbe tokluğu değerlerini de azalttığı görülmüştür.

6.1.2. IN625

IN625 alaşımının TEK yöntemiyle üretilmesinde en uygun üretim ve ısıl işlem parametrelerinin belirlenmesi ve en uygun şartlarla üretilen TEK ürünü IN625 parçaların mikroyapı ve mekanik özelliklerinin karakterize edilmesi amacıyla gerçekleştirilen deneysel çalışmalardan aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- Bařlangıç tozundan alınan SEM görüntüsü IN625 tozunun düzgün yüzeyli ve küresel řekilli parçacıklardan oluřtuđunu, dolayısıyla TEK'te kullanılmaya uygun olduđunu göstermiřtir.
- IN625 tozuna yapılan boyut dađılımı analizi, tozun ortalama parçacık boyutunun 11,1 μm olduđunu göstermiřtir. Boyut dađılımı analizi ile IN625 tozunun parçacık boyut dađılımının 26,7 μm (D_{90}) ile 3,7 μm (D_{10}) arasında deđişmekte olduđu ve TEK'te kullanılmak için uygun aralıktaki olduđu tespit edilmiřtir.
- Bađlayıcıların sisteme kolayca dâhil edilip, bir dizi iřlem ile sistemden kolayca uzaklařtırılması; kullanılan bađlayıcı sisteminin, toz-bađlayıcı karıřım oranlarının ve kalıplama parametrelerinin IN625 tozundan TEK yöntemiyle parça üretimi için uygun olduđunu göstermiřtir.
- IN625 alařımına uygulanan DSC analizinden elde edilen eđride 1170°C'de faz dönüřümü olabileceđi düşünölen endotermik bir pik oluřtuđu, IN625 alařımının solidüs sıcaklıđının 1298°C ve likidüs sıcaklıđının 1331°C olduđu görölmüřtür.
- Gerçekleřtirilen dilatometre testi IN625 alařımında büzölmenin 1190°C'de bařladıđını ve 1300°C'nin biraz üstüne kadar devam ettiđini göstermiřtir.
- Yođunluk ölçümleri, IN625 alařımında sinterleme sıcaklıđı ve sinterleme süresinin artmasıyla birlikte yođunluđun da arttıđını göstermiřtir. En yüksek bađlı yođunluk deđer 1300°C'de 3 saat süreyle gerçekleřtirilen sinterleme iřlemiyle elde edilmiř olup, bu deđer %98,3'tür.
- Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmiř IN625 numunelerinden parlatma iřlemi sonrasında alınan optik mikroskop görüntöleri, yođunluk ölçümlerini destekler tarzda sinterleme sıcaklıđı ve süresinin artmasıyla birlikte mikroyapıda gözenek miktarının azalıđını ve gözeneklerin boyutunda küçölme meydana geldiđini göstermiřtir.

- Farklı durumlardaki (başlangıç tozu, sinterlenmiş, çözeltiliye alınmış ve yaşlandırılmış) IN625 numunelerine yapılan XRD analizleri ile elde edilen paternlerin hepsinde gama matrise ait pikler bulunmaktadır. IN625 tozu da IN718 alaşımı gibi gaz atomizasyonu ile üretilmiş olmasına rağmen, IN625 tozuna ait paternde, IN718 tozunun XRD paterninden farklı olarak δ fazına ait pike rastlanmamıştır. Fakat sinterlenmiş durumdaki, çözeltiliye alınmış durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki numunelere ait XRD paternlerinde delta fazına ait pikler bulunmaktadır. XRD analizleri, sinterleme ve ısıt işlemler esnasında IN625 numunelerinde bol miktarda Cr_2O_3 fazı oluştuğunu göstermiştir. IN718 malzemesine benzer biçimde IN625 malzemelerinde de mikroyapıda oluştuğu düşünülen NbC, TCP ve γ'' fazlarına ait piklere rastlanmamış olup, gama matrise ait piklerin şiddetlerinde değişimler söz konusudur.
- Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş IN625 numunelerinden dağlama işlemi sonrasında alınan optik mikroskop görüntüleri, gözeneklerin hem tane sınırlarında hem de tane içi bölgelerde bulunduğunu göstermiştir. Gözenek yapısının genel olarak küresel olduğu dikkat çekmektedir. Görüntülerden sinterleme sıcaklığındaki artışla birlikte tane boyutunda ciddi bir irileşme meydana geldiği görülmektedir. Bununla birlikte, aynı sıcaklıkta daha uzun süreyle sinterlenen numunelerde de kısa süreyle sinterlenenlere nazaran tane boyutunda bir irileşmenin söz konusu olduğu görülmektedir. 1300°C 'de 3 saat süre ile sinterlenen numunelerde ortalama tane boyutunun 100-150 μm arasında olduğu görülmüştür.
- 1300°C 'de 3 saat süreyle sinterlenen IN625 numunesinin SEM görüntüsünde, DSC analizinden elde edilen verileri destekler tarzda sinterlemenin süpersolidüs sıvı faz sinterleme mekanizmasıyla gerçekleştiğini düşündüren bir görünüm olduğu görülmüştür. SEM görüntüsünden alınan EDS nokta analizi tane sınırlarında NbC çökmesi olduğunu göstermiştir.
- Çözeltiliye alınan IN625 numunesinin SEM görüntüsünde herhangi bir çökelti fazı görülmediği gibi, bu numuneye yapılan SEM elementel haritalama

analizinden elde edilen görüntüler de herhangi bir elementin kümeleşme sergilemediği müşahade edilmiştir. Elementel haritalama analizine ait görüntülere göre tüm elementlerin homojene yakın bir dağılım sergilemesi çözeltiye alma işleminin başarısına işaret etmektedir.

- Yaşlandırılan IN625 numunesinin SEM görüntüsünde, sinterlenmiş durumdaki ve çözeltiye alınmış durumdaki numunelere nazaran bol miktarda iri boyutlu çökelti fazı olduğu görülmüştür. İri boyutlu olmaları bu çökeltilerin karbür veya TCP fazları olduğunu düşündürmüştür.
- Yaşlandırılmış numuneye yapılan SEM elementel haritalama analizi elementlerin homojen bir dağılım sergilediğini göstermiştir. Özellikle Nb elementinin homojen dağılımı ve 625 alaşımına ait ZSD diyagramı göz önünde bulundurulduğunda, 745°C’de 22 saat süreyle uygulanan yaşlandırma ısıl işlemiyle γ " fazının olduğu dolaylı olarak anlaşılmaktadır.
- Yaşlandırılmış numuneye uygulanan SEM/EDS nokta analizi, 745°C’de 22 saat süreyle yapılan yaşlandırma işleminin, malzemede TCP fazlarından σ fazını oluşturduğunu göstermiştir.
- TEM incelemeleri yaşlandırılmış IN625 malzemesinin tane sınırlarında yer yer NbC çökeltmeleri meydana geldiğini göstermiştir. TEM incelemeleri aynı zamanda yaşlandırma işlemiyle malzeme içerisinde γ " çökeltlerinin ve TCP fazlarının da oluştuğunu göstermiştir.
- Farklı sıcaklıklarda farklı sürelerle gerçekleştirilen sinterleme işlemleri sonrasında yapılan sertlik ölçümleri sinterleme sıcaklığı ve süresinin artmasına bağlı olarak sertlikte bir artış olmadığını göstermiştir. Aslında artan sinterleme sıcaklığı ve süresine paralel olarak malzemenin yoğunluğunda meydana gelen artışla birlikte sertliğin de artması beklenmektedir. Fakat artan sinterleme sıcaklığı ve süresiyle birlikte yoğunluk artarken malzemenin tane boyutu da önemli ölçüde artmıştır. Bu nedenle yoğunluktaki artışın sertlikte meydana getireceği artışın, diğer taraftan tane irileşmesinin sertlikte meydana

sağlamıştır. Yapılmış olan SEM ve TEM çalışmalarını destekler biçimde sinterlenmiş numuneye ve yaşlandırılmış numuneye ait kırılma yüzeyi SEM görüntülerinde bol miktarda çökelti fazı görülürken, çözeltiliye alınmış malzemenin kırılma yüzeyinde neredeyse hiç çökelti fazı bulunmadığı görülmüştür. Bu durum, bir yandan çözeltiliye alma işleminin başarısına delalet ederken, diğer taraftan SEM ve TEM çalışmalarından ulaşılan, sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki malzemelerde bol miktarda karbür ve TCP fazı oluştuğu düşüncelerini desteklemektedir.

- Kırılma yüzeylerinden alınan SEM/EDS nokta analizleri, hem sinterlenmiş durumdaki numunelerde hem de yaşlandırılmış durumdaki numunelerde σ fazı oluşmuş olduğunu net bir biçimde göstermektedir. Çökeltilerin bulunmadığı ve genel olarak matrisi temsil ettiği düşünülen bazı bölgelerden alınan SEM/EDS nokta analizlerinde, başlangıç tozunun kimyasal bileşimine kıyasla Cr elementinin miktarında bir düşüş olduğu görülmüştür. Bu durumun, Cr'un bir kısmının TCP fazlarına katıldığı ve dolaylı olarak da olsa σ fazı oluşumunun göstergesi olduğu düşünülmektedir.
- Kırık yüzeylerinden elde edilen görüntülerle uyum sağlayan bir biçimde sinterlenmiş durumdaki ve yaşlandırılmış durumdaki malzemelerin % uzama değerleri çözeltiliye alınmış malzemelerin % uzama değerinden daha düşük çıkmıştır. Malzemenin sünekliğinin sinterlenmiş ve yaşlandırılmış numunelerde bulunan karbür çökeltileri, TCP fazları ve γ'' çökeltileri tarafından etkilendiği düşünülmektedir. Sinterlenmiş numunenin ortalama % uzama değeri 44,7 iken, çözeltiliye alma sonrası bu değer 46,2 olmuştur. Bu durumun, gerek çözeltiliye alınmış numunenin elementel analizleriyle, gerekse de çözeltiliye alınmış numunenin kırılma yüzeyinden alınmış SEM görüntüleriyle ispatlanmış olduğu üzere, çözeltiliye alma işlemiyle karbür ve TCP fazlarının çözüldürülmüş olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Yaşlandırılmış numunenin ortalama % uzama değeri 40,6 olarak belirlenmiştir. Bu, yaşlandırma işlemiyle malzeme içerisinde yeniden çökelti fazlarının oluşmuş olmasına bağlanmaktadır. Üstelik yaşlandırma işlemiyle

oluştugu söylenen bu fazlar SEM incelemeleriyle de ispatlanmış olduđu gibi sinterlenmiş durumdaki malzemeden daha yüksek miktardadır.

- TEK ile üretilen IN625 malzemelerinin mukavemet değerlerinin döküm ile üretilen malzemelerin mukavemet değerleriyle rekabet edebilecek seviyede olduđu, fakat dövme malzemelerden daha düşük olduđu görülmüştür.
- Uygulanan kırılma tokluğu deneylerinden yaşlandırma işleminin malzemenin tokluğunun düşmesine neden olduđu anlaşılmıştır. Yapılan sertlik ölçümleri ve çekme deneyleri, ısıl işlemin malzemenin mukavemet ve sertliğini arttırdığını göstermiş olup, kırılma tokluğu deneylerinde yaşlandırılmış numunenin daha az yük taşıyabilmesi ve daha çabuk kırılması diğer mekanik testlerden elde edilen sonuçlarla uyum göstermektedir. Yaşlandırılmış malzemenin daha düşük kırılma tokluğu değerleri sergilemesi yaşlandırma işlemiyle içerisinde oluşan γ ", σ fazları ve karbür çökeltilerinin daha yüksek miktarda olmasına bağlanmaktadır. Özellikle TCP fazları ve karbürler çatlak oluşumuna önayak olmaktadır.
- Darbe deneyleri de yaşlandırma ısıl işleminin malzemenin tokluğunu azalttığını göstermiştir. IN625 alaşımında sinterleme işlemine bağlı olarak meydana gelen tane irileşmesinin de darbe tokluğunu olumsuz etkilediği düşünülmektedir. Darbe deneylerinden sonra kırılma yüzeylerinden alınan SEM görüntülerine göre sinterlenmiş durumdaki malzeme, yaşlandırılmış durumdaki malzemeye nazaran daha sünek bir kırılma sergilemiştir.

6.1.3. Nimonic 90

Nimonic 90 alaşımının TEK ile üretilmesinde en uygun üretim ve ısıl işlem parametrelerinin belirlenmesi amacıyla yapılan deneysel çalışmalardan aşağıdaki sonuçlar çıkarılmıştır.

- Nimonic 90 tozundan alınan SEM görüntüsü IN718 ve IN625 alaşımlarında olduğu gibi Nimonic 90 tozunun da küresel şekilli parçacıklardan oluştuğunu, dolayısıyla TEK’te kullanılmak için uygun olduğunu göstermiştir.
- Yapılan tane boyut dağılımı analizi ile Nimonic 90 tozunun ortalama tane boyutunun 11 μm olduğu tespit edilmiştir. D_{90} değeri 24,7 ve D_{10} değeri 4,1 μm olan Nimonic 90 tozunun tane boyut dağılımının TEK’te kullanılmak için uygun aralıkta olduğu görülmüştür.
- Kullanılan çok bileşenli bağlayıcı siteminin, toz-bağlayıcı karışım oranlarının, kalıplama parametrelerinin ve uygulanan bağlayıcı giderme işlemlerinin Nimonic 90 alaşımından parça üretimi için uygun olduğunu görülmüştür.
- Yapılan DSC analizi Nimonic 90 alaşımı için solidüs sıcaklığının 1318°C ve likidüs sıcaklığının 1350°C olduğunu göstermiştir. IN718 ve IN625 alaşımlarına benzer şekilde malzemenin toz formunda oluşundan dolayı, dövme Nimonic 90 malzemesine nazaran elde edilen solidüs ve likidüs sıcaklıklarının daha düşük olduğu görülmüştür.
- Dilatometre testine göre 1313°C’ye kadar ısıtılan Nimonic 90 numunesinde %7,2 boyutsal büzülme meydana gelmiştir.
- Uygulanan yoğunluk ölçümleri, IN718 ve IN625 alaşımlarında olduğu gibi TEK ile şekillendirilmiş Nimonic 90 malzemesinde de sinterleme sıcaklığındaki artışa paralel olarak yoğunluğun arttığını göstermiştir. 1310°C’den daha düşük sıcaklıklarda 1 saat süreyle yapılan sinterleme işlemlerinde malzemenin kullanılabilmesi için yeterli yoğunlaşma sağlanamazken en yüksek bağıl yoğunluğa 1330°C’de 3 saat süreyle sinterlenen numunede ulaşılmıştır. 1330°C’de 3 saat süren sinterleme işlemiyle ulaşılan bağıl yoğunluk değeri %97,33 olmuştur. Aynı sıcaklıkta farklı sürelerle gerçekleştirilen sinterleme işlemleri sonucu elde edilen yoğunluk değerleri karşılaştırıldığında, sinterleme süresinin uzamasıyla yoğunluğun dikkate değer ölçüde arttığı görülmüştür.

- Sinterlenen numunelerin gözenek miktarı hakkında bilgi edinmek amacıyla numunelerden parlatma işlemi sonrasında dağlama yapılmadan alınmış olan optik mikroskop görüntüleri, TEK ile üretilmiş diğer alaşımlara benzer biçimde gözenek yapısının küresel olduğunu ve gözeneklerin birbirleriyle bağlantılı olmadıklarını göstermiştir. Yoğunluk ölçümlerini destekler tarzda sinterleme sıcaklığındaki artışla gözenekliliğin azaldığı ve gözenek boyutunun küçüldüğü görülmüştür. 1310°C'den daha düşük sıcaklıklarda yapılmış sinterlemelerde gözenek miktarı yüksek iken, en yüksek bağlı yoğunluk değerine ulaşılan 1330°C'de 3 saat süreyle sinterlenen numunenin görüntüsünde diğer numunelere nazaran gözenekliliğin daha az olduğu ve gözeneklerin diğerlerine kıyasla daha küçük boyutlu olduğu gözlemlenmiştir. Aynı sıcaklıkta farklı sürelerle gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinde sürenin uzamasıyla gözenekliliğin azalarak daha yüksek yoğunlaşmanın sağlandığı belirlenmiştir.
- Parlatılmış numunelerden alınan optik mikroskop görüntülerinde bahsedilmesi gereken önemli bir diğer husus, parçacık boyutunun yoğunlaşmaya etkisidir. 1260°C'de sinterlenmiş numuneye ait optik mikroskop görüntüsü başta olmak üzere mikroyapı resimleri incelendiğinde daha küçük boyutlu parçacıkların çevresinde bağlanma, dolayısıyla yoğunlaşma yüksek iken büyük parçacıkların etrafında bağlanmanın az ve gözeneklerin iri olduğu görülmektedir. Bu durum ortalama parçacık boyutu daha düşük tozlarla çalışılması halinde daha yüksek yoğunluk değerleri elde edilebileceğine işaret etmektedir.
- Yapılan XRD analizleri sonucunda hem başlangıç tozunun, hem sinterlenmiş numunenin hem de yaşlandırılmış numunenin paternlerinde gama matrise ait piklerden başka bir pike rastlanmamıştır.
- Dağlama sonrasında alınan optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, gözeneklerin çoğunlukla taneler arasında bulunduğu, neredeyse hiç tane içerisinde hapsolmuş gözenek bulunmadığı görülmektedir. Bu durum tam yoğunluğa ulaşılabilmesi için daha uzun süreli sinterleme işlemlerinin işe

yarayabileceğini düşündürmektedir. Sinterleme işlemiyle malzemenin tane boyutunda çok az bir irileşme meydana gelmiş olup, en yüksek yoğunluğun elde edildiği 1330°C'de 3 saat sinterlenmiş numunenin ortalama tane boyutunun 30-40 µm civarında olduğu görülmüştür.

- 1330°C'de 3 saat süreyle sinterlenmiş numuneden alınmış SEM görüntüsü malzemede bol miktarda çökelti fazı bulunduğunu göstermiştir. Bu çökeltilerin sinterleme işleminden sonraki soğuma aşamasında oluşmuş olan karbürler ve TCP fazları oldukları düşünülmektedir.
- Çözeltiye alınmış numuneden alınan SEM görüntüsü ve bu numuneye yapılan SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler, çözeltiye alınmış durumdaki malzemede de karbür çökeltilerinin bulunduğunu ve bu karbür çökeltilerinin Ti tarafından oluşturulmuş MC tipi karbürler olduğunu göstermiştir. Bununla birlikte çözeltiye alınmış malzemede bulunun çökelti faz miktarının sinterlenmiş durumdaki malzemeye nazaran çok daha düşük olduğu söylenebilir. Çözeltiye alınmış malzemeye yapılan SEM/EDS nokta analizi elementel haritalama analizinden ulaşılan sonuçları destekler tarzda tane sınırında TiC oluştuğunu göstermiştir. Bununla birlikte nokta analizi ile Al'un Al₂O₃ oluşturduğu da tespit edilmiştir.
- Yaşlandırılmış Nimonic 90 numunesinden alınan SEM görüntüsü ve bu numuneye uygulanan SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler, tane sınırlarında yer yer TiC çökeltmeleri olduğunu göstermektedir. Al elementinin ise tane sınırındaki bir bölgede, bir kümeleşme sergilediği görülmüş olup, bu kümeleşmenin Al₂O₃ olduğu düşünülmüştür. Fakat gerek Ti gerekse Al elementleri tane sınırlarında oluşturdukları çökeltmeler dışında homojen bir dağılım sergilemektedirler ve bu durum yaşlandırma işleminin amacı olan γ' çökeltilerinin oluştuğunu dolaylı olarak göstermektedir.
- Yapılan TEM incelemeleri, yaşlandırılmış Nimonic 90 malzemesinde γ' çökeltilerinin oluşmuş olduğunu, bu çökeltilerin nano boyutlarda olduklarını ve homojen bir dağılım sergilediklerini göstermiştir. TEM incelemeleri ile

aynı zamanda SEM çalışmalarından çıkarılan sonuçları destekler biçimde malzemenin tane sınırlarında blok morfolojili TiC çökelmeleri meydana geldiği kesinlik kazanmıştır. TEM incelemelerinin gösterdiği bir diğer faz TCP fazlarından σ fazıdır.

- Sinterlenmiş Nimonic 90 numunelerinden ölçülen sertlik değerleri, sinterleme sıcaklığı ve süresinin artmasıyla birlikte malzemenin sertliğinin de arttığını göstermiştir. Bu durumun sinterleme sıcaklığı ve süresindeki artışa paralel olarak yoğunlukta meydana gelen artıştan kaynaklandığı açıktır. 1330°C’de 3 saat sinterlenen Nimonic 90 numunesinden ölçülen sertlik değeri 349 ± 10 HV_{0,1} olmuştur.
- Farklı sürelerle gerçekleştirilen ısıt işlemler sonucu en yüksek sertlik artışının 705°C’de 16 saat yaşlandırılan Nimonic 90 numunesinde meydana geldiği müşahade edilmiştir. Bu değer 378 ± 20 HV_{0,1} olarak ölçülmüştür. Sertliğin artmış olması, malzeme içerisinde karbür veya intermetalik çökeltilerin oluştuğunun dolaylı göstergesidir.
- Yapılan çekme deneyleri ısıt işlemin Nimonic 90 alaşımının mukavemet değerlerini arttırdığını göstermiştir. Sinterlenmiş numunelerin ortalama akma ve çekme dayanımları sırasıyla 690 ve 858 MPa iken yaşlandırılmış numunelerin ortalama akma ve çekme dayanımları 760 ve 920 MPa olmuştur. Mukavemetteki bu artışın SEM ve TEM çalışmalarıyla oluştuğu ispatlanan γ' ve karbür çökeltileri tarafından sağlandığı düşünülmektedir.
- Isıt işlemin TEK ile üretilmiş Nimonic 90 malzemesinin mukavemetini arttırmasına rağmen süneklikte çok az bir düşüşe yol açtığı görülmüştür. Sinterlenmiş numunelerin ortalama % uzama değeri 11,4 iken yaşlandırılmış numuneler için bu değer 10,6 olduğu görülmüştür.
- Çekme deneyi sonrası kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri kırılmanın daha çok taneler arasından olduğunu ve az da olsa yapı içerisindeki gözeneklerden ve tam sinterlenmeyen bölgelerden dolayı sünek olmayan bir davranış

sergilediğini göstermiştir. Diğer taraftan, tam sinterlenmiş bölgelerde gamze şeklinde çukurcuk formunda kırık yüzeyleri olduğu görülmüştür.

- TEK ile üretilen Nimonic 90 malzemesinin mukavemet değerlerinin döküm ile üretilmiş Nimonic 90 malzemesinden daha üstün olduğu görülmüştür.
- Kırılma tokluğu deneyleri Nimonic 90 alaşımının kırılma tokluğunun diğer iki alaşıma benzer şekilde ısıl işlemlere bağlı olarak azaldığını göstermiştir. Fakat en yüksek kırılma tokluğu değerleri bu alaşımda elde edilmiştir.
- Kırılma tokluğu değerleri gibi darbe tokluğu değerleri de uygulanan yaşlandırma ısıl işlemine bağlı olarak azalmıştır. Bu azalmaların yaşlandırma işleminin malzeme içerisinde meydana getirdiği çökelti fazlarından, dolayısıyla sertlik artışından kaynaklandığı düşünülmektedir.

6.2. Öneriler

Bu çalışmada üç farklı Ni esaslı süperalaşım malzemenin TEK yöntemi ile üretilmesinde en uygun üretim ve ısıl işlem şartlarının belirlenmesi amaçlanmış ve üretilen parçaların mikroyapı ve mekanik özellikleri karakterize edilmiştir. Benzer konu ve malzemeler ile ilgili çalışma yapacak araştırmacılara aşağıdaki öneriler sunulabilir:

- Bu malzemelerin toz metalurjisi teknikleri ile üretilmesinde daha küçük boyutlu tozlar kullanılarak daha yüksek yoğunluklar elde edilebileceği düşünülmektedir.
- Bu malzemelerin TEK ile üretiminde, farklı bağlayıcı sistemlerinin kullanılmasının reolojik özelliklere ve son ürün özelliklerine etkileri araştırılabilir.
- Bu malzemelerin farklı koruyucu atmosferler kullanılarak sinterlenmesinin mikroyapı ve mekanik özellikler üzerinde etkili olacağı düşünülmektedir.
- IN718, IN625 ve Nimonic 90 tozları içerisine farklı alaşım elementleri ilave edilerek sinterlenme özelliklerinin geliştirilebileceği düşünülmektedir.
- TEK ile şekillendirilen bu malzemeler için daha uzun sinterleme sürelerinin denenmesi halinde, elde edilecek yoğunluk değerlerinin daha yüksek olabileceği düşünülmektedir.
- Sinterlenmiş TEK ürünü numuneler sıcak izostatik presleme işlemine maruz bırakılarak, bu işlemin mikroyapı ve mekanik özelliklere olan etkileri araştırılabilir.
- SiC, BC ve BN gibi sert parçacıklar ilave edilerek bu yöntemle üretilen süperalaşım malzemelerin abrazif, adhezif ve özellikle erozif aşınma özellikleri araştırılabilir.

KAYNAKLAR

ASM Handbook: Alloy Phase Diagrams. Cilt 3, 1992.

AXINTE, DA., ANDREWS, P., LI, W., GINDY, N., WITHERS, PJ., CHILDS, THC., Turning of Advanced Ni Based Alloys Obtained Via Powder Metallurgy Route., CIRP Annals - Manufacturing Technology 2006, 55(1): 117–120.

AZADIAN, S., WIE, LY., WARREN, R., Delta Phase Precipitation in Inconel 718. Materials Characterization 2004, 53: 7-16.

BABU, NS., TIWARI, SB., RAO, BN., Development and Validation of Processing Map for Nickel Based Powder Metallurgy Superalloys. Powder Metallurgy 2006, 49(2): 160–166.

BETTERIDGE, W., The Nimonic Alloys. Edward Arnold (publishers) Ltd., London, 1959.

BILOVOL, VV., KOWALSKI, L., DUSZCZYK, J., Modelling of Transient Temperature Fields During Filling Stage of Powder Injection Moulding. Powder Met. 2000, 43(3): 228–232.

BOSE, A., VALENCIA, JJ., SPIRKO, J., SCHMEES, R., Powder Injection Molding of Inconel 718. Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, MPIF, Princeton, NJ, s. 18099–18112, 1997.

BRADLEY, EF., Source book on materials for elevated-temperature applications: a comprehensive collection of outstanding articles from the periodical and reference literature. Elihu F. Bradley (Ed.), American Society for Metals, 1979.

BRADLEY, EF., Superalloys: A Technical Guide. ASM. International, Metals Park, OH, USA, 1988.

BRAUN AR., RADAVIDICH, JF., Microstructural and Mechanical Properties Comparison of P/M 718 and P/M TA 718. In Superalloy 718-Metallurgy and Applications LORIA EA. (ed), Metals and Materials Society, Warrendale, PA, 1989, 623–629.

BROOKS, JW., BRIDGES, PJ., Metallurgical Stability of Inconel 718. Superalloys 1988, S. Reichman et al. (Ed.), Warrendale, PA: TMS, 33-42, 1988.

- BRÜCKNER, U., EPISHIN, A., LINK, T., FEDELICH B., PORTELLA PD., Dendritic Stresses In Nickel-Base Superalloys. *Materials Science Forum* 2005, 490–491: 497–502.
- CAI, D., NIE, P., SHAN, J., LIU, W., GAO, Y., YAO, M., Precipitation and Residual Stress Relaxation Kinetics in Shot-Peened Inconel 718. *Journal of Materials Engineering and Performance* 2006, 15(5): 614-617.
- CHAN, JL., ALCOCK, JR., STEPHENSON, DJ., Supersolidus Liquid Phase Sintering of Moulded Metal Components. *Journal of Materials Science* 1998, 33: 5131-5136.
- CHARLES, T., PETER, T., The Performance of Alloy 625 In Long-term Intermediate Temperature Applications. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 1994, 59:41–9.
- CHATURVEDI, MC., HAN, Y., Strengthening Mechanisms in Inconel 718 Superalloy. *Metal Science* 1983, 17(3): 145-149.
- CIESLAK, MJ., HEADLEY, TJ., KOLLIE, T., ROMING, AD., A melting and solidification study of Alloy 625. *Metallurgical Transactions A* 1988, 19A: 2319-2331.
- CIESLAK MJ., The Solidification Behavior of an Alloy 625/718 Variant. In *Proceedings of The International Symposium on The Metallurgy and Applications of Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, Pittsburgh, Pennsylvania, 1991, 71–80.
- CONDER, CR., SMITH, GD., RADAVIDICH, JF., Microstructural and Mechanical Property Characterization of Aged INCONEL alloy 625LCF. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, ed. E. A. Loria, TMS, Warrendale, PA, s. 447-458, 1997.
- CONTRERAS, JM., MORALES, AJ., TORRALBA, JM., Improvement of Rheological Properties of Inconel 718 MIM Feedstock Using Tailored Particle Size Distributions. *Powder Metallurgy* 2008, 51(2):103-106.
- CONWAY, JJ., SPERBER, MS., RIZZO, FJ., *Advances in Powder Metallurgy and Particular Materials*, 2002, MPIF, Princeton, NJ, (8): 123–137.
- COZAR, R., PINEAU, A., Morphology of γ' and γ'' Precipitates and Thermal Stability of Inconel 718 Type Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions B* 1973, 4(1): 47-59.
- ÇAY, VV., OZAN, S., Süperalaşım ve Uygulama Alanları. *Doğu Anadolu Bölgesi Araştırmaları* 2005, 178-188.

DAX, R., HENRY, R.J., McCABE, T., BARROUS-ANTOLIN, P., Powder Metallurgy Process Modeling and Design. In ASM Handbook: Powder Metal Technologies and Applications 1998, 7:63–82.

DAVIS, JR., Metallography and Microstructures of Heat Resistant Alloys. In ASM Specialty Handbook: Nickel Cobalt, and Their Alloys, 2000, 298-330.

DeANTONIO, DA., DUHL, D., HOWSON, T., ROTHMAN, MF., Heat Treating of Superalloys. In ASM Handbook: Heat Treating 1991, 4: 1757–1814.

DECKER, RF., The Evolution of Wrought Age-Hardenable Superalloys, JOM 2006, 58(9): 32-36.

DEHMAS, M., LACAZE, J., NIANG, A., VIGUIER, B., TEM Study of High-Temperature Precipitation of Delta Phase in Inconel 718 Alloy. Advances in Materials Science and Engineering 2011, 1-9.

DEY, GK., ALBERT, S., SRIVASTANA, D., SUNDARARAMAN, M., MUKHOPADHYAY, P., Microstructural Studies On Rapidly Solidified Inconel 625. Materials Science and Engineering: A 1989, 119: 175-184.

DONACHIE, MJ., DONACHIE, SJ., Superalloys: A Technical Guide. ASM International, Materials Park, OH., 2002 a.

DONACHIE, MJ., DONACHIE, SJ., Selection of Superalloys for Design. In Handbook of Material Selection, Myer KUTZ (ed.), John Wiley & Sons, Inc., 2002 b, 10: 293-334.

ERDOĞAN, M., “Mühendislik Alaşımlarının Yapı ve Özellikleri”, Demir Dışı Alaşımlar 2, Nobel Yayınevi, 40-65, Ankara, 2001.

ERICKSON, GL., Polycrystalline Cast Superalloys. In ASM Handbook: Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys 2005, 1: 1532-1550.

EZUGWU, EO., BONNEY, J., YAMANE, Y., An Overview of the Machinability of Aeroengine Alloys. Journal of Materials Processing Technology 2003, 134: 233–253.

FINDIK., F., UZUN, H., Microstructure, hardness and electrical properties of silver based refractory contact materials. Materials and Design 2003, 24 (7): 489-492.

FLOREEN, S., FUCHS, GE., YANG, WJ., The Metallurgy of Alloy 625. Superalloys 718, 625 and Various Derivatives, ed. E. A. Loria, TMS, Warrendale, PA, 13–37, 1994.

FROES, FHS., HEBEISEN, J., Advances in Powder Metallurgy Applications. In ASM Handbook: Powder Metal Technologies and Applications 1998, 7:43-63.

FURRER, DU., SHANKAR, R., WHITE, C., Optimizing the Heat Treatment of Ni-Based Superalloy Turbine Discs. JOM March 2003, 32-34.

GARIMELLA, L., LIAW PK., KLARSTROM, DL., Fatigue Behavior in Nickel-Based Superalloys: A Literature Review. JOM 1997, 67-71.

GENG, L., NA, YS., PARK, NK., Continuous cooling transformation behavior of Alloy 718. Materials Letters 1997, 30: 401-405.

GERMAN, RM., "Powder Injection Molding", Metal Powder Industries Federation, USA, 1990, s. 219-276.

GERMAN, RM., Supersolidus liquid phase sintering: Part I Process review. International Journal of Powder Metallurgy 1990, 26(1): 23-34.

GERMAN, RM., Sintering Theory and Practice. Wiley-Interscience, New York, 1996.

GERMAN, RM., Powder injection moulding of metal and ceramics. Metal Powder Industry Federation, Princeton, New Jersey, 1997 a.

GERMAN, RM., BOSE, A., Injection Molding of Metals and Ceramics. Metal Powder Industries Federation, New Jersey, 1997 b, 99-132, 148-174.

GERMAN, RM., Powder Injection Molding. In ASM Handbook: Powder Metal Technologies and Applications 1998, 7: 831-851.

GÜLSOY, HÖ., Toz Enjeksiyon Kalıplama Metodu İle Üretilmiş 17-4 PH Paslanmaz Çelik Parçalara Yapılan İki Tip Bor İlavesinin Mikroyapı Ve Mekanik Özelliklere Etkisi, Doktora Tezi, Marmara Üni. FBE., 2003.

GÜLSOY, HÖ., ÖZBEK, S., GÜNAY, V., BAYKARA, T., Mechanical Properties of Powder Injection Molded Ni-Based Superalloys. Advanced Materials Research 2011, 278: 289-294.

HAGEL, WC., SIMS, CT., The Superalloys, Wiley-Interscience, 1972.

HENS, KF., GROHOWSKI, JA., GERMAN, RM., VALENCIA, JJ., McCABE, T., Processing of Superalloys via Powder Injection Molding. Advances in Powder Metallurgy and Particular Materials, 1994, MPIF, Princeton, NJ, 137-148.

HOLCOMB, GR., ALMAN, DE., The effect of manganese additions on the reactive evaporation of chromium in Ni-Cr alloys. Scripta Materialia 2006, 54: 1821-1825.

<http://www.pim-international.com/aboutpim> (erişim tarihi:10.06.2011)

<http://www.specialmetals.com/products/index.php> (erişim tarihi: 10.08.2011)

<http://www.steelforge.com/metaltidbits/nimonic.htm> (erişim tarihi: 30.06.2011)

JAMES, BA., Liquid Phase Sintering in Ferrous Powder Metallurgy. Powder Metallurgy 1985, 28(3): 121-130.

JINSUN, L., MAKOTA, H., KANTARO, K., KATSUYOSHI, K., Enhanced impact toughness of magnesium alloy by grain refinement. Scripta Materialia 2009, 61: 208–11.

JOHNSON, JL., TAN, LK., SURU, P., GERMAN, RM., Mechanical Properties and Corrosion Resistance of MIM Ni-Based Superalloys. Presented at PM2Tec2004, Chicago, IL June 14–17 2004, 4: 89-101.

JULIEN, B., DESPRÉS, M., Metal Injection Moulding: A Near Net Shape Fabrication Method for the Manufacture of Turbine Engine Component. In Meeting Proceedings RTO-MP-AVT–139, Neuilly-sur-Seine, France: RTO, 2006, s. 8-1, 8-16.

KERN, A., BLÖMACHER, M., TER MAAT, J., THOM, A., MIM Superalloys for Automotive Applications. In PM2010 World Congress-Powder Injection Moulding-Superalloys & Composites, 2010.

KIRMAN, I., WARRINGTON, DH., The Precipitation of Ni₃Nb Phases in a Ni-Fe-Cr-Nb Alloy. Metallurgical and Materials Transactions B 1970, 1(10): 2667-2675.

KIRMAN, I., WARRINGTON, DH., Precipitation in Nickel-Based Alloys Containing both Niobium and Titanium. Institute of Metals 1971, 99:197- 199.

KRYACHEK, VM., Injection Moulding (Review). Powder Metallurgy and Metal Ceramics 2004, 7: 336–348.

LAL, A., IACOCCA, RG., GERMAN, RM., Microstructural Evolution During The Supersolidus Liquid Phase Sintering of Nickel-Based Prealloyed Powder Mixtures. Journal of Materials Science 2000, 35: 4507–4518.

LI, RB., YAO, M., LIU, WC., HE, XC., Isolation and determination for δ , γ' and γ'' phases in Inconel 718 alloy. Scripta Materials 2002, 46: 635–638.

LIN, ST., Interface Control Decarburization Model for Injection Moulded Parts During Debinding. Powder Met. 1997, 40(1): 66–68.

LIU, WC., YAO, M., CHEN, ZL., WANG, SG., Niobium segregation in Inconel 718. Journal of Materials Science 1999, (34): 2583 – 2586.

MANKINS, WL., LAMB, S., Nickel and Nickel Alloys. In ASM Handbook: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials 1990, 2: 1363-1404.

MATHEW, MD., PARAMESWARAN, P., RAO, KBS., Microstructural Changes In Alloy 625 During High Temperature Creep. Material Charac. 2008, 59: 508-513.

MAURER, GE., CASTLEDINE, W., SCHWEIZER, FA., MANCUSO, S., Development of HIP Consolidated P/M Superalloys for Conventional Forging to Gas Turbine Components, TMS, Warrendale, PA, 1996, 645–652.

MERRICK, HF., Effect of Heat Treatment on the Structure and Properties of Extruded P/M Alloy 718. Metallurgical and Materials Transactions A 1976, 7(4): 505-514.

MIURA, H., IKEDA, H., IWAHASHI, T., OSADA, T., High Temperature and Fatigue Properties of Injection Moulded Superalloy Compacts. PIM International December 2010, 4(4): 68-70.

MITCHELL, RJ., RAE, CMF., TIN, S., Grain boundary transformations during isothermal exposure of powder metallurgy nickel base superalloys for turbine disc applications. Material Science and Technology 2005, 21(1): 125-132.

MITTRA, J., DUBEY, JS., BANERJEE, S., Acoustic emission technique used for detecting early stages of precipitation during aging of Inconel 625. Scripta Materialia 2003, 49: 1209-1214.

NIANG, A., VIGUIER, B., LACAZE, J., Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718. Materials Characterization 2010, 61: 525–534.

NOBREGA, BN., WALDYR, RJr., MACHADO, R., MIM processing and plasma sintering of nickel base superalloys for aerospace and automotive applications. Powder Metallurgy, 2008, 51(2), 107-110.

NYBERG, L., CARLSTROM, E., WARREN, A., BERTILSSON, H., Guide to Injection Moulding of Ceramic and Hard Metals: Special Consideration of Fine Powder. Powder. Met. 1998, 41(1): 41–45.

N'DAH, E., HIERRO, MP., BORRERO, K., PÉREZ, FJ., Study of the Cyclic Oxidation Resistance of Superalloy IN-625: Lifetime Predicted by COSP-Modelling Program”, Oxidation of Metals 2007, 68(1/2): 9-21.

OBLAK, JM., PAULONIS, DF., DUVALL, DS., Coherency Strengthening in Ni Base Alloys Hardened by DO_{22} γ'' Precipitates. Metallurgical and Materials Transactions B 1974, 5(1): 143-153.

ONARAN, K., Malzeme Bilimi. Bilim Teknik Yayın Evi, 1997.

OTT, EA., PERETTI, MW, Metal Injection Molding of Alloy 718 for Aerospace Applications. JOM Journal of The Minerals, Metals and Materials Society 2012, 64(2): 252-256.

PATEL, SJ., SMITH, GD., The Role of Niobium in Wrought Superalloys. Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, 2005, 135-154.

PAULONIS, DF., OBLAK, JM., DUVALL, DS., Precipitation in Nickel-base Alloy 718. *Transactions Quarterly* 1969, 62(3): 611–622.

POLLOCK, TM., TIN, S., Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties. *Journal of Propulsion and Power* March-April 2006, 22(2): 361–374.

QUIST, WE., TAGGART, R., POLONIS, DH., The Influence of Iron and Aluminum On the Precipitation of Metastable Ni₃Nb Phases In the Ni-Nb System. *Metallurgical and Materials Transactions B* 1971, 2(3): 825-832.

RADAVICH, JF., MEYERS, DJ., Thermomechanical Processing of P/M Alloy 718. *Proc. 5th Int. Symp. On 'Superalloys'*, (ed. M. Gell et al.), 347 – 356; 1984, Warrendale, PA, TMS.

RADAVICH, JF., FORT, A., Effects of Long-Time Exposure in Alloy 625 at 1200°F, 1400°F and 1600°F. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, ed. E. A. Loria, TMS, Warrendale, PA, s. 635-647, 1994.

RAI, SK., KUMAR, A., SHANKAR, V., JAYAKUMAR, T., RAO, KBS., RAJ, B., Characterization of Microstructures In Inconel 625 Using X-ray Diffraction Peak Broadening and Lattice Parameter Measurements. *Scripta Materialia* 2004, 51: 59-63.

RAM, GDJ., REDDY, AV., RAO, KP., REDDY, GM., SUNDAR, JKS., Microstructure and tensile properties of Inconel 718 pulsed Nd-YAG laser welds. *Journal of Materials Processing Technology* 2005, 167: 73-82.

RAO, GA., SRINIVAS, M., SARMA, DS., Effect of Solution Treatment Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of Hot Isostatically Pressed Superalloy Inconel 718. *Materials Science and Technology* September 2004, (20):1161–1170.

RAO, GA., SRINIVAS, M., SARMA, DS., Influence of Modified Processing on Structure and Properties of Hot Isostatically Pressed Superalloy Inconel 718. *Materials Science and Engineering A* 2006, (418): 282–291.

RETIMA, M., BOUYEGH, S., CHADLI, H., Effect of the Heat Treatment on the Microstructural Evolution of the Nickel Based Superalloy. *Metalurgija-MJoM* 2011, 17(2): 71-77.

RIEDEL, H., SVOBODA, J., ZIPSE, H., Equilibrium Pore Surfaces, Sintering Stresses and Constitutive Equations for the Intermediate and Late Stages of Sintering. Part 2. Diffusional densification and creep. *Acta Metallurgica et Materialia* 1994, 42: 445–452.

SARKAR, A., MUKHERJEE, P., BARAT, P., JAYAKUMAR, T., MAHADEVAN, S., RAI, SK., Lattice Misfit Measurement in Inconel 625 by X-Ray Diffraction Technique. *Int. J. of Modern Physic B* 2008, 22(23): 3977-3985.

- SAVAŞKAN, T., Malzeme Bilgisi ve Muayenesi. s. 111-114, Trabzon, 1999.
- SCHIRRA, JJ., CALESS, RH., HATALA, RW., The Effect of Laves Phase on the Mechanical Properties of wrought and cast+HIP Inconel 718, Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivates, E.A. Loria, ed., TMS, Warrendale, PA, sayfa: 375, 1991.
- SEISER, B., DRAUTZ, R., PETTIFOR, DG., TCP phase predictions in Ni-based superalloys: Structure maps revisited. *Acta Materialia* 2011, 59: 749–763.
- SEMIATIN, SL., MCCLARY, KE., ROLLETT, AD., ROBERTS, CG., PAYTON, EJ., ZHANG, F., GABB, TP., Microstructure Evolution during Supersolvus Heat Treatment of a Powder Metallurgy Nickel-Base Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A* January 2012, s. 1649-1661.
- SHANKAR, V., RAO, KBS, MANNAN, SL., Microstructure and Mechanical Properties of Inconel 625 Superalloy. *Journal of Nuclear Materials* 2001, 288: 222-232.
- SIMCHI, A., Densification and Microstructural Evolution During Co-sintering of Ni-Base Superalloy Powders. *Metallurgical and Materials Transactions A* August 2006, 37A: 2549–2557.
- SIMS, CT., STOLOF, NS., HAGEL WC., *Superalloys II*, A Wiley-Interscience Publication, John Wiley & Sons, 1987.
- SLAMA, C., ABDELLAOUI, M., Structural Characterization of the Aged Inconel 718”, *Journal of Alloys and Compounds* 2000, 306: 277–284.
- SONG, KH., NAKATA, K., Effect of precipitation on post-heat-treated Inconel 625 alloy after friction stir welding. *Materials and Design* 2010, 31: 2942-2947.
- STOLOFF, NS., *Wrought and Powder Metallurgy (P/M) Superalloys*. In *ASM Handbook: Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys* 2005, 1: 1478–1527.
- SUN, WR., LEE, JH., SEO, SM., CHOE, SJ., HU, ZQ., The eutectic characteristic of MC-type carbide precipitation in a DS nickel-base superalloy. *Materials Science and Engineering A* 1999, 271: 143–149.
- SUNDARARAMAN, M., MUKHOPADHYAY, P., Heterogeneous Precipitation of The γ " Phase In Inconel 625. *Materials Science Forum* 1985, 3: 273-280.
- SUNDARARAMAN, M., MUKHOPADHYAY, P., BANERJEE, S., Precipitation of the δ -Ni₃Nb Phase In Two Nickel Base Superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions A* 1988, 19(3): 453-465.

SUNDARARAMAN, M., KUMAR, L., PRASAD, GE., MUKHOPADHYAY, P., BANERJEE, S., Precipitation of an Intermetallic Phase with Pt₂Mo-Type Structure in Alloy 625. *Metallurgical and Materials Transactions A* 1999, 30A: 41-52.

SUNDARARAMAN, M., The Role of Refractory Metal Additions in Precipitation Processes in Superalloys. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review* 2002, 22(4): 681-700.

TAWANCY, HM., HERCHENROEDER, RB., ASPHAHANI, AI., High Performance of Ni-Cr-Mo-W Alloys. *Journal of Metals*. 1983, 35: 37-43.

TAWANCY, HM., ALLAM, IM., ABBAS, NM., Effect of Ni₃Nb Precipitation On the Corrosion Resistance of Inconel Alloy 625. *Journal of Materials Science Letters* 1990, 9(3): 343-347.

TEKELİ, S., GÜRAL, A., Microstructural Characterization and Impact Toughness of Intercritically Annealed PM Steels. *Materials Science and Engineering: A* 2005, 406:172-179.

THOMPSON, JK., LI, W., PARK, SJ., ANTONYRAJ, A., GERMAN, RM., FINDIK, F., Utilisation of silicon rubber to characterise tool surface quality during die compaction. *Powder Metallurgy* 2009, 52(3): 238-243.

THÜMMLER, F., OBERACKER, R., Introduction to Powder Metallurgy. Institute of Materials, London, 1993.

TILLACK, DJ., MANNING, JM., HANSLEY, JR., Heat Treating of Nickel and Nickel Alloys. In *ASM Handbook: Heat Treating*, 1991, 4: 2173-2043.

TOPBAŞ, MA., Endüstri Malzemeleri 2. Cilt, Prestij, İstanbul, 1993.

United States Patent No: 4,113,480, 12 Eylül, 1978

VALENCIA, JJ., SPIRKO, J., SCHMEES, R., Sintering Effect on the Microstructure and Mechanical Properties of Alloy 718 Processed by Powder Injection Molding. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivates*, E.A. Loria, ed., TMS, Warrendale, PA, sayfa: 753-762, 1997.

VERVOORT, PJ., VETTER, R., DUSZCZYK, J., Overview of Powder Injection Molding. *Advanced Performance Materials* 1996, 3: 121-151.

WANG, C., LI, R., Effect of Double Aging Treatment on Structure in Inconel 718 Alloy. *Journal of Materials Science* 2004, 39: 2593 - 2595.

WHITTAKER, D., Powder injection moulding looks to automotive applications for growth and stability. *PIM International* June 2007, 1(2): 1753-1497.

WILYMAN, PR., Sintering with Nitrogen Based Atmospheres. *Powder Metallurgy* 1985, 28(2): 85-89.

WLODEK, ST., FIELD RD., Freckles in Cast and Wrought Products. Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, ed. E. A. Loria, (TMS, Warrendale, PA), sayfa: 167–176, 1994.

WOHLFROMM, H., RIBBENS, A., MAAT, J., BLOMACHER, M., Metal Injection Moulding of Nickel-based Superalloys for High Temperature Applications. Proceedings Euro PM2003 Congr. Exhib., Shrewsbury, U.K., 2003, EPMA, Vol. 3, 207-215.

YANG, YH., YU, JJ., SUN, XF., JIN, T., GUAN, HR., HU, ZQ., Investigation of impact toughness of a Ni-based superalloy at elevated temperature. Materials and Design 2012, 36: 699-704.

YILMAZ, R., Fe-Cu-C Kompaktlarda Presleme Basıncı ve Toz Karışım Oranlarının Sertliğe ve Çekme Mukavemetine Etkisi. 4. Uluslararası Toz Metalurjisi Konferansı, Sakarya, 2005 a, 795–806.

YILMAZ, R., Fe-Cr-Mn-C Kompaktların Üretimi ve Element Miktarlarının Sertlik ve Kırılma Tokluğuna Etkisi. 4. Uluslararası Toz Metalurjisi Konferansı, Sakarya, 2005 b, 1228–1236.

YILMAZ, R., GÖKÇE, A., Toz Metalurjisi İle Üretilen Düşük Alaşımli Çeliklerde Ferro-Titanyum İlavesinin Darbe Ve Kırılma Tokluğuna Etkisi. 13. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 2006, 903–909.

YILMAZ, R., ÖZGÜN, Ö., Toz Metalurji ile Üretilen Alaşımli Çeliklerde Kimyasal Kompozisyonun Kırılma Tokluğuna Etkisi. 14. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 2008, 839-848.

YILMAZ, R., ÖZGÜN, Ö., The Effect of Chemical Composition on Fracture Toughness of Sintered Steel. 13. International Materials Symposium, IMSP'2010, Denizli, 2010, 1382-1390.

YOUHUA, H., YIMIN, L., HAO, H., JIA, L., XIAO, T., Preparation and Mechanical Properties of Inconel 718 Alloy by Metal Injection Molding. Rare Metal Materials and Engineering 2010, 39(5): 775–780.

YUNGUI, C., Effect of RE elements on the structure and impact toughness of sand-cast Zn–12% Al alloy. Journal of Alloys and Compounds 1994, 206: 169–73.

ZANG, HY., ZHANG, SH., CHENG, M., LI, ZX., Deformation Characteristics of δ Phase in the Delta-processed Inconel 718 Alloy. Materials Characterization 2010, 61: 49-53.

ÖZGEÇMİŞ

1979 yılında Mardin’de doğdu. İlk ve ortaokulu Mersin’de, liseyi Konya Atatürk Sağlık Meslek Lisesi’nde tamamladı. 1999 yılında Sakarya Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümünü kazandı. 2001 yılında Sağlık Bakanlığı Sakarya İl Sağlık Müdürlüğü’ne Sağlık Memuru olarak atandı. 2003 yılında Sakarya Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümünden bölüm birincisi, fakülte ikincisi olarak mezun oldu. 2007 yılında, Toz Metalurjisi ile Üretilen Alaşımli Çeliklerin Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri konulu çalışmayı tamamlayarak Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metal Eğitimi Ana Bilim Dalı Yüksek Lisans Programından mezun oldu. 2007 yılında Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metal Eğitimi Ana Bilim Dalı Doktora Programına kayıt yaptırdı. 2010 yılında Bingöl Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulunda Öğretim Görevlisi olarak göreve başladı. Evli ve bir çocuk babasıdır.