
Araştırma Makalesi / Research Article

SHS Yöntemiyle Üretilen Cr Takviyeli Katmanlı NiAl-Ni₃Al İntermetalik Bileşiğinin Mikroyapı ve Mikrosertlik Özelliklerinin Belirlenmesi

Musa KILIÇ^{1*}, Serkan BATI¹, İbrahim BİLİZ², Fatih DEMİR², Ayşenur Aslı CEYHAN²

¹Batman Üniversitesi, Makine ve İmalat Mühendisliği Bölümü, Batman, Türkiye

²Batman Üniversitesi, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Batman, Türkiye

(ORCID: 0000-0002-5808-6917) (ORCID: 0000-0002-9313-5988)(ORCID: 0000-0002-9090-4905)

(ORCID: 0000-0003-3239-4641) (ORCID: 0000-0002-0229-3930)

Öz

NiAl ve Ni₃Al intermetalik bileşikler günümüzde özellikle yüksek sıcaklık uygulamalarında tercih edilen malzemelerdir. Bu malzemelerin en büyük dezavantajı işleme ve dövme gibi uygulamalar esnasında gevrek kırılma göstermesidir. Bu çalışmada toz metalürjisi yöntemlerinden biri olan kendi ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (self-propagating high temperature synthesis = SHS) ile krom takviyeli iki katmandan oluşan NiAl/Ni₃Al intermetalik malzemesi üretilmiştir. Yüksek saflıktaki tozların karıştırılmasıyla elde edilen malzemeye Cr takviye edilerek malzemenin mikroyapısına ve mikrosertliğine etkileri incelenmiştir. Katmanlı malzemenin mikroyapı analizleri optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak yapılmıştır. Ayrıca numunelerin kimyasal kompozisyonlarının tespiti için EDX, faz bileşenlerinin tespiti için ise XRD analizleri yapılmıştır. Yapılan analizler sonucunda SHS yöntemi kullanılarak katmanlı ve Cr katkılı NiAl/Ni₃Al intermetalik malzemelerinin üretilebileceği görülmüştür. Ayrıca faz analizleri incelendiğinde NiAl/Ni₃Al ana fazlarının yanında Cr₂Ni₃ fazı da oluşmuştur. Mikroyapı analizleri Ni₃Al bölgesinde ve ara bölgede NiAl bölgesine oranla daha fazla gözenek oluştuğu görülmüştür. Mikrosertlik ölçümlerimde ise en yüksek sertlik Ni₃Al bölgesinde düşük sertlik ise NiAl bölgesinde ölçülmüştür.

Anahtar kelimeler: İntermetalik, Cr, NiAl/Ni₃Al, SHS

Microstructural and Microhardness Determination of Cr Doped Layered NiAl-Ni₃Al Intermetallic Compound Produced by SHS Method

Abstract

NiAl and Ni₃Al intermetallic compounds are preferred materials especially in high-temperature applications. The major disadvantage of these materials is their brittle fracture during applications such as machining and forging. In this study, Cr doped two-layered NiAl/Ni₃Al intermetallic material is produced with one of powder metallurgy process which is named as Self-Propagating High-Temperature Synthesis (SHS). The material obtained by mixing high purity powders was reinforced with Cr and its effects on the microstructure and microhardness of the material were investigated. Microstructural analysis of the layered material was carried out with optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM). Also, EDX and XRD analyses were carried out to determine the chemical compositions and phase components of the samples. As a result of the analysis, layered and Cr doped NiAl / Ni₃Al intermetallic materials can be produced by the SHS method. In addition, Cr₂Ni₃ phase was formed in addition to NiAl/Ni₃Al main phases. The microstructure analysis showed that in Ni₃Al region and intermediate region were formed more pores than NiAl region. In hardness measurements, the highest hardness was measured in Ni₃Al region and the lowest hardness was measured in the NiAl region.

Keywords: Intermetallic, Cr, NiAl/Ni₃Al, SHS

*Sorumlu yazar: musa.kilic@batman.edu.tr

Geliş Tarihi: 27.07.2019, Kabul Tarihi: 17.12.2019

1. Giriş

Ni-Al ikili faz diyagramı beş adet intermetalik faz içerir (Al_3Ni , Al_3Ni_2 , Al_3Ni_5 , $NiAl$ ve Ni_3Al). Bu bileşikler arasında ergime sıcaklığı 1638 °C olan $NiAl$ ve ergime sıcaklığı 1385 °C olan Ni_3Al nispeten düşük yoğunluk, yüksek dayanım, yüksek sıcaklıklarda korozyon ve oksidasyon dirençlerinden sağladığı avantajlardan dolayı yüksek sıcaklık malzemeleri, kaplama uygulamaları gibi birçok alanda ilgi odağı haline gelmişlerdir [1]. Bu avantajlarına rağmen özellikle işleme ve dövme gibi uygulamalarda gevrek kırılma göstermektedirler. Bu yüzden bu bileşiklere Cr, Mn, Mo, V, Fe, Ti, Re, Dy ve Ga gibi alaşım elementlerinin ilave edilmesiyle süneklik ve tokluğunu geliştirirken, yüksek sıcaklıklarda ise dayanımını arttırır. Ayrıca Ni_3Al 'a eklenen B ve Zr, Pd ve Cr kırılma direncini azaltırken, Cr ve B kombinasyonunun kullanılmasıyla bileşiğin aşınma, akma dayanımı ve sünekliğini geliştirmiştir [2-7].

SHS yöntemi, çeşitli toz malzemelerin adyabatik koşullarda yanması sonucunda intermetalikler, seramikler, kompozitler ve fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin üretiminde kullanılan bir yöntemdir [8]. Yöntem, ham tozların karıştırılması, karışım tozlarının kompaktlanması, kompaktlanmış tozların koruyucu bir atmosfer altında tungsten bir bobin yardımıyla ateşlenmesi esasına dayanır. Ham tozlar ateşlenir ateşlenmez bir uçtan başlayan ekzotermik reaksiyon önündeki kısmın sıcaklığını da yükselterek dalga şeklinde ilerler. Ateşlemeyle birlikte meydana gelen yanma, ürünün ve yanma sonucu meydana gelen reaksiyonun yüksek termal iletkenliğinden dolayı reaksiyonun ilerlemesi ve ürün morfolojisi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir [9]. Bu şekilde reaksiyon ısı başka bir dış ısı kaynağına ihtiyaç duymadan devam eder [10]. Düşük enerji tüketimi, basit ve ekonomik ekipman donanımından dolayı endüstriyel uygulamalar için büyük potansiyele sahiptir [11]. SHS yöntemi ile $NiAl$ intermetalik bileşiğinin üretimi daha önce birçok kez başarı ile gerçekleştirilmiştir [12-19].

Yang ve ark. (2012) yaptıkları çalışmada Ni_3Al -Mo bazlı alaşıma kutu sementasyonu yöntemi ile Cr-Al-Si ve Cr-Al kaplama yapmışlardır. Yapılan incelemeler neticesinde her iki kaplamanın Ni_3Al -Mo bazlı alaşımın 1100°C'deki yüksek sıcaklık oksidasyon direncini geliştirdiği görülmüştür. Özellikle Cr-Al-Si kaplamanın yüksek sıcaklık oksidasyon direncini ciddi miktarda geliştirmiştir. Ayrıca 100 saatlik oksidasyon süresinde bu kaplama yoğun bir Al_2O_3 tabakası oluşturmuş ve kaplamanın soyulmasını engelleyerek ana metalin iyi bir şekilde korunmasını sağlamıştır [20]. Xing ve ark. (2014) yaptıkları çalışmada, Ni_3Al ve Ni_3Al/Cr ince filmler üretmişlerdir. Ni_3Al/Cr tabakalı ince filmlerin Ni_3Al ince filmlerden daha iyi yüksek sıcaklık dayanımı ve mekanik özellikler gösterdiğini belirlemişlerdir. Ayrıca her iki numunenin de 1100°C'deki yüksek sıcaklık oksidasyon direncini artırdığı, buna ek olarak elastik modüllerinin arttığı sertliklerinin ise düştüğü gözlemlenmiştir [21]. Zhu ve ark. (2011) yaptıkları çalışmada, Cr oranının Ni_3Al üzerindeki tribolojik etkilerini oda sıcaklığından 1000°C'ye kadar incelemişlerdir. %20 Cr oranının en düşük sürtünme katsayısı ve düşük aşınma oranları için en optimum oran olduğunu tespit etmişlerdir [22].

Yapılan literatür araştırması sonucunda Cr takviyesinin $NiAl$ ve Ni_3Al bileşikleri üzerinde büyük etkileri olduğunu göstermiştir. Bu çalışmada Cr ilavesinin SHS yöntemiyle üretilen fonksiyonel derecelendirilmiş $NiAl/Ni_3Al$ intermetalik bileşiğinin mikroyapı ve mikrosertlik özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir.

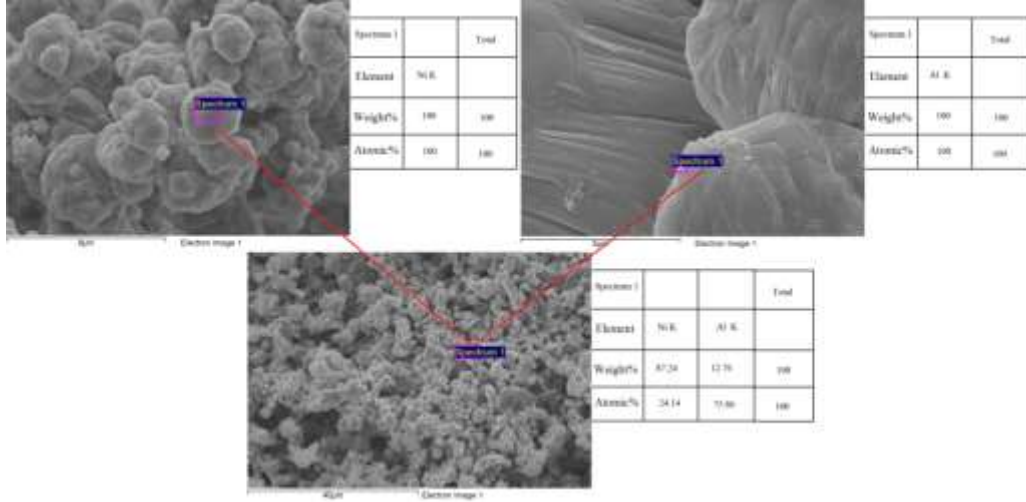
2. Materyal ve Metot

2.1. Cr Takviyeli Tabakalı $NiAl/Ni_3Al$ malzemelerin üretimi

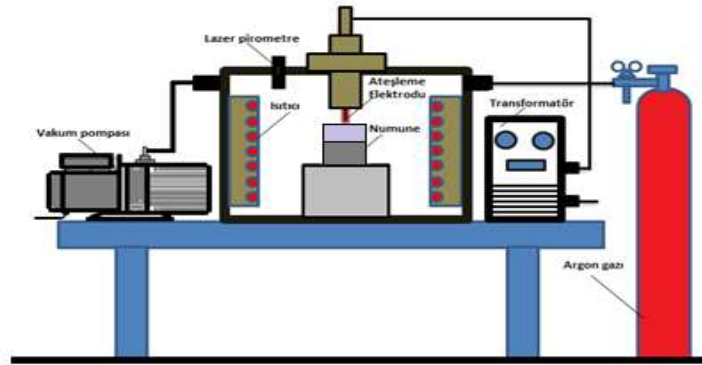
Cr Takviyeli $NiAl/Ni_3Al$ fonksiyonel derecelendirilmiş malzeme üretimi esnasında kullanılacak tozlar -300 Mesh partikül boyutuna sahip %99,5 saflıkta Ni, %99,5 saflıkta Al ve %99,5 Cr elementel tozları Elista Ltd. Şti aracılığıyla Alfa Aesar firmasından temin edilmiştir. Numuneler ait genel özellikler Tablo 1'de verilmiştir. Kullanılan tozların SEM görüntüleri - EDS analizleri Şekil 1'de verilmiştir. Nikel ve alüminyum tozları Ni_3Al için %75 Ni ve %25 Al, $NiAl$ için %50 Ni %50 Al atomik oranları olacak şekilde hazırlanmış ve daha sonrasında homojen bir karışım elde etmek amacıyla bilyalı bir karıştırıcı içerisinde 24 saat karıştırılmıştır. Karışım tamamlandıktan sonra elde edilen $Ni_3Al - NiAl$ karışımı içerisine % 1, %2 ve %3 oranlarında Cr tozu eklenerek tekrar karıştırma işlemine tabii tutulmuştur. Karıştırılan tozlar daha sonra 10 mm çapında silindirik bir kalıp içerisinde kompaktlanmışlardır.

Tablo 1. Deney çalışmasında kullanılan tozların özellikleri

Malzeme	Ağırlıkça saflık derecesi (%)	Toz Boyutu (mesh)	Erime Sıcaklığı (°C)	Özgül Ağırlık (gr/cm ³)	Atom Kütlesi (gr/mol)
Nikel	99,5	-325	1453	8,908	58,71
Alüminyum	99,5	-325	660,4	2,7	26,98
Krom	99,0	-325	1857	7,1	51,99

**Şekil 1.** Kullanılan tozların SEM görüntüleri-EDS analizleri a) Ni tozu b) Al tozu

Preslenen parçaların ateşleme işlemini gerçekleştirmek amacıyla daha önceden tasarlanıp imal edilmiş olan manuel kontrollü bir ateşleme ünitesi kullanılmıştır (Şekil 2).

**Şekil 2.** Ateşleme odası şematik görünümü [23].

Preslenmek için karıştırılan tozlar Şekil 3'te şematik resim ve ateşleme sonrası üretilen numunenin birlikte gösterildiği düzende, kalıp içerisine yerleştirilmiş ve hidrolik bir preste, 35 MPa basınç altında preslendikten sonra çıkarılmıştır.

**Şekil 3.** Ateşleme öncesi numune şematik görünümü ve ateşleme sonrası numune fotoğrafı

Ön işlemler sonrası ateşlemeye hazır hale getirilen numuneler SHS işlemi ile ateşleme başlatılmış ve akabinde ateşleme ile başlayan ekzotermik reaksiyon numune boyunca dalga şeklinde

ilerleyerek sentezleme işlemini başarılı bir şekilde tamamlamıştır. SHS işlemi gerçekleştirilen 100 gr malzemeye ait oransal bilgiler Tablo 2’de verilmiştir.

Tablo 2. Deneysel çalışmada kullanılan toz oranları

	Cr (%)	Ni (gr)	Al (gr)	Cr (gr)	Toplam Ağırlık (gr)	Atomik Oranlar
NiAl	-	68,506	31,493	-	100	Ni ₅₀ Al ₅₀
	1	67,677	31,112	1,211	100	Ni _{49,5} Al _{49,5} Cr ₁
	2	66,850	30,732	2,417	100	Ni ₄₉ Al ₄₉ Cr ₂
	3	66,028	30,354	3,618	100	Ni _{48,5} Al _{48,5} Cr ₃
Ni ₃ Al	-	86,712	13,287	-	100	Ni ₇₅ Al ₂₅
	1	85,824	13,150	1,0239	100	Ni _{74,25} Al _{24,75} Cr ₁
	2	84,937	13,015	2,047	100	Ni _{73,5} Al _{24,5} Cr ₂
	3	84,049	12,879	3,070	100	Ni _{72,75} Al _{24,25} Cr ₃

Numuneler ateşlendikten sonra ekzotermik reaksiyon ısısı tüm numuneye yayılmıştır. Ateşleme sonrası numunelerin düzgün bir şekilde ateşlendiği Şekil 3’teki ateşleme sonrası üretilen numune resminde görüldüğü gibi numune bütünlüğünün sağlandığı görüldü. SHS yöntemi ile üretilen %3 Cr takviyeli numunenin dijital fotoğraf makinası kullanılarak çekilmiş olan makro fotoğrafı ve şematik görünümü Şekil 3’te verilmiştir.

2.2. Malzeme Karakterizasyonu

2.2.1. Mikroyapısal karakterizasyon

SHS işlemi sonrası mikroyapısal analizler için numuneler hassas kesme makinesinde birleşme hattına dik bir şekilde kesilmiştir. Kesme işlemi sonrası 60 – 1200 mesh arası farklı boyutlarda SiC kağıt zımparalar kullanılarak parlatma işlemi yapılmıştır. Kaba parlatma işlemi sonrası 3 µm’lik elmas pasta ve çuha ile numunelere son parlatma işlemi uygulanmıştır. Bu işlemler sonrasında numuneler %30 HNO₃ + %20 HF+ %50 Saf sudan oluşan çözelti kullanılarak kimyasal olarak sırasıyla Ni₃Al (180 sn) NiAl (3-5 sn) olmak üzere farklı sürelerde dağlanmışlardır.

Dağlanan numunelerin mikroyapı analizleri Nikon Marka optik mikroskop ve LEO marka EVO 40 VP model taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, birleşme bölgesinde oluşan fazların kimyasal içerikleri elektron mikroskobunun bünyesinde bulunan BRUKER 125 eV marka EDS analiz test cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Mikroyapıdaki faz bileşenleri ise (XRD, Rigako Rad-B D-Max 2000 XRD) X-Ray Difraktometre kullanılarak 10° ila 90° 2θ açıları arasında belirlenmiştir.

2.2.2. Mikrosertlik karakterizasyonu

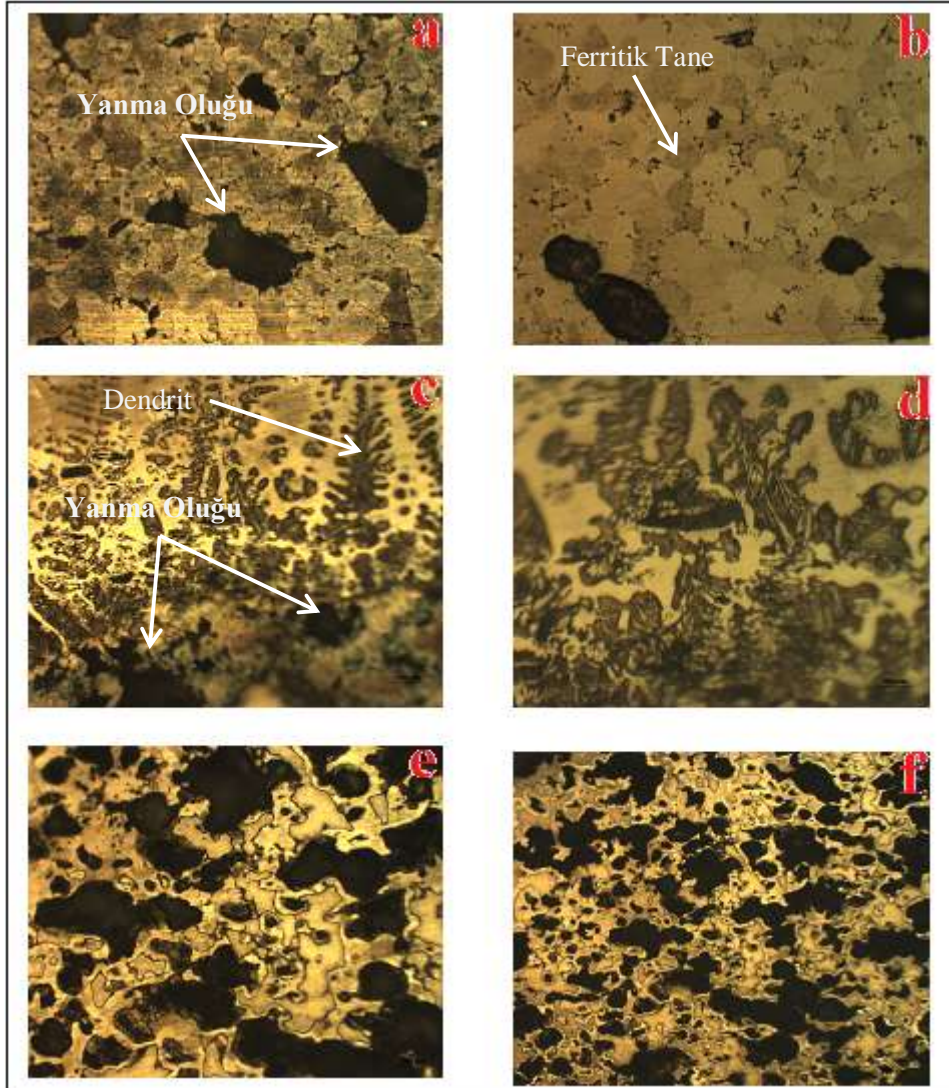
Vickers sertlik ölçümünde, yüzeyleri arasında 136° açılı bulunan bir elmas piramit uç bulunan Future Tech FM-700 model dijital sertlik ölçüm cihazı kullanılmıştır. Uygulanan yük HV_{0,1}’dir. Uç, numuneye bu kuvveti 5-30 saniye kadar uygulayarak, numune üzerinde kare şeklinde iz oluşturacak şekilde sertlik tespit edilmiştir. Numunelerden ara bölge olmak üzere 3 adet sertlik ölçümü alınmıştır.

3. Bulgular ve Tartışma

3.1. Mikroyapı Sonuçları

Cr’nin oksijen gevrekleşmesini düşürdüğü ve Ni₃Al alaşımlarının sünekliğini geliştirdiği ve aynı zamanda difüzyon bağı sırasında Cr’nin Ni₃Al alaşımının difüzyon özelliklerini iyileştirdiği [24] için takviye malzeme olarak Ni₃Al’a Cr eklenmiştir. Ayrıca Cr ilave edilmesinin intermetalik kırılma dayanımını yüksek sıcaklıklarda belirgin bir şekilde baskıladığı belirtilebilir [25]. Şekil 4(a, b, c d) optik mikroskop resimlerinde %3 Cr takviyeli Ni₃Al/NiAl-Cr bölgesinde yoğun gözenekliliğin olduğu belirgindir.

Meydana gelen bu gözenekliliğin nedeni olarak Ni_3Al bileşiğinin yapısıyla ilgili olmakla birlikte kompaktlama esnasında toz içerisine hapsolmuş gazların reaksiyon sonucunda uçarak gitmesinden de kaynaklı oluşabileceği literatürde ifade edilmiştir [26]. Ateşleme işlemi sonrası sentezlenen numunenin dağlama işlemi sonrası ana malzeme ve ara yüzeyinden alınan optik mikroyapı fotoğraflarından alınan sonuçlardan Şekil 4'te Ni_3Al bölgesinde gözenekliliğin daha yoğun olduğu ve gözeneklerin boyutları geniş olmakla birlikte, yanma yönüne dik kanalların olduğu mikroyapı resmi görülmektedir. NiAl kısmında ise gözeneklilik Ni_3Al ve Ara bölgeye göre daha az olduğu görülmektedir. Optik mikroskop resimlerinde Şekil 4c'de ara bölgede yanma oluklarıyla birlikte dentiritik yapıların oluştuğu tespit edilmiştir.

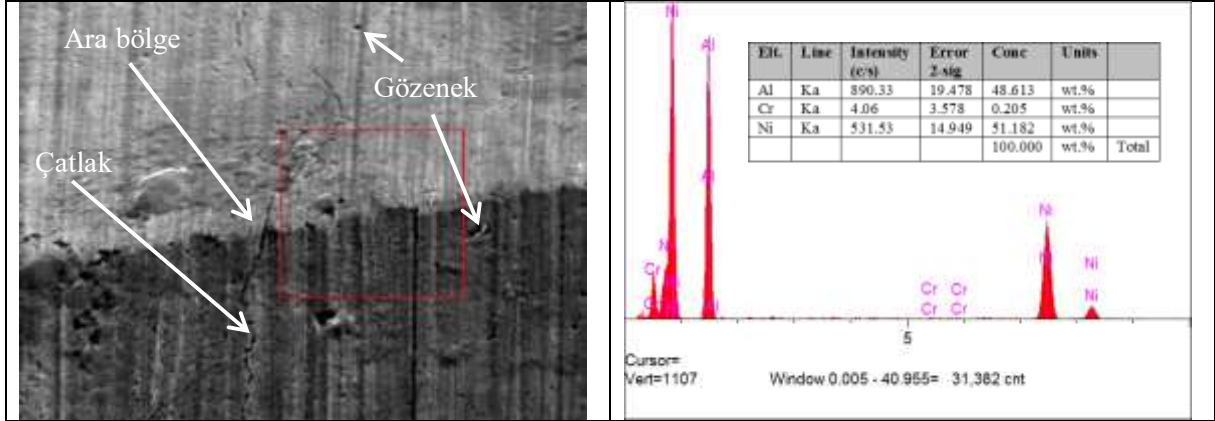


Şekil 4. %3 Cr takviyeli numune mikroyapı resimleri (a- NiAl bölgesi, b- Ara bölge, c- Ni_3Al bölgesi)

3.2. SEM ve EDS Sonuçları

35 MPa basınç altında kompaktlanan saf NiAl- Ni_3Al , %1 Cr takviyeli, %2 Cr takviyeli, %3 Cr takviyeli numunelerine ait SEM ve EDS analizleri Şekil 5-8'de ve %3 Cr takviyeli numuneye ait Şekil 9'da Mapping resimleri verilmiştir. Üretilen numunelerin 1. Ni_3Al – Cr bölgesi, 2. ara Bölge ve 3. NiAl – Cr bölgesi olmak üzere 3 bölgeden oluştuğu Optik mikroskop ve SEM mikroyapı resimlerinden tespit edildi. Eriyen faz, intermetalik oluşumu için ekzotermik reaksiyonları hızlandırarak sistemi hızlı bir şekilde denge bileşimlerinin oluşmasına yönlendirir.

Ni-Al-Cr üçlü faz diyagramının Ni'ce zengin kısmında oluşan γ' fazı Ni_3Al bileşiğinin L12 kristal kafes sisteminin düzenli yapısı temsil ederken, FCC γ yapısı ise sistemin düzensiz yapısını temsil eder [27]. Stokiyometrik Ni_3Al elde etmek için olası reaksiyon adımları aşağıdaki gibidir [28]:



Şekil 5. Takviyesiz Ni₃Al/NiAl numune SEM görüntüsü ve EDX grafiği

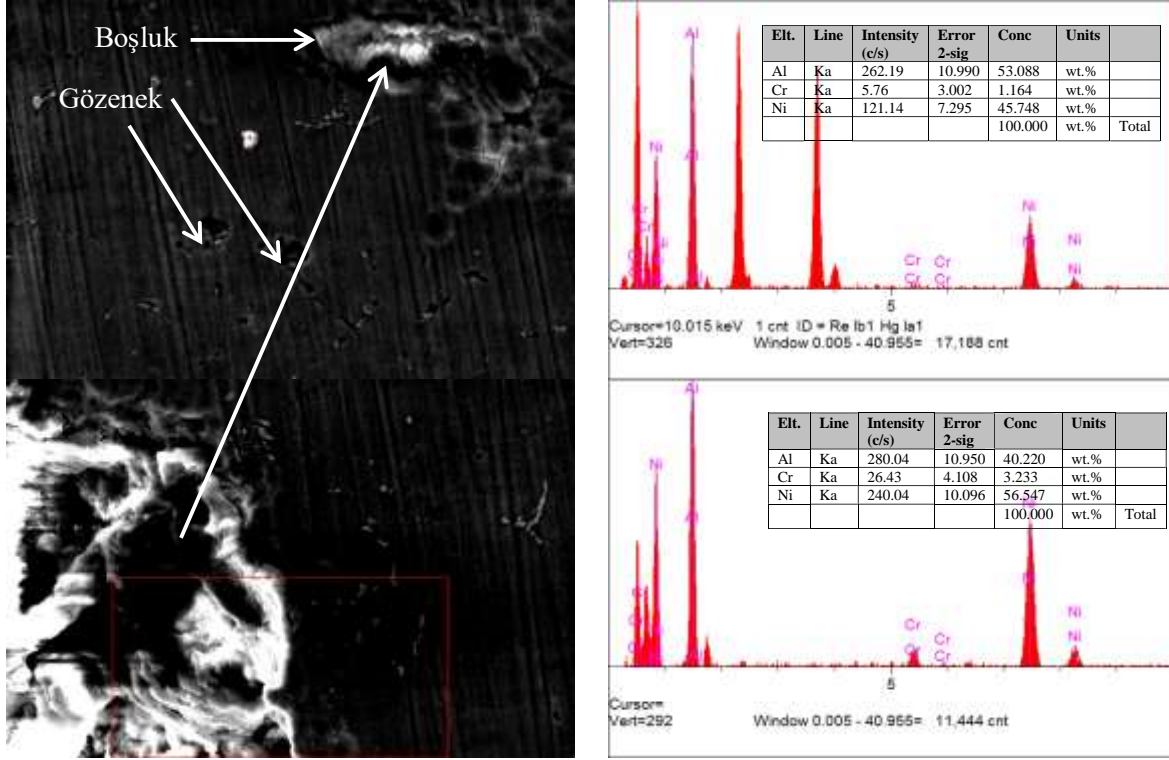
Ara bölge SEM resimlerinden tabakalı Cr takviyeli NiAl - Ni₃Al SHS ile boşluksuz ve düzgün bir şekilde birleştiği ancak bazı kısımlarda lokal çatlaklar oluşurken, özellikle takviyesiz numunede uzun bir çatlak olduğu gözlenmiştir. Ni ve Al atomları düzensiz bir faz γ fazı yapısında gelişmiş ve güzel dizilmektedirler. Cr atomları hem Ni hem Al atomlarının yerini alabildiklerinden Ni₃Al intermetalğine Cr ilave edildiğinde düzensiz yer alma nedeniyle γ fazının oluşmasına sebebiyet verir. Yapı içerisinde bu iki yapının olması γ ve γ' faz sınırlarında (anti faz tane sınırları) dislokasyon hareketini sınırladığı için, mikro çatlaklara yol açabilir [29].

Ni₃Al'in bir kısmı, düşük Ni-Cr içeriği ile daha yüksek sıcaklıkta NiAl ve Ni oluşturmak üzere ayrışabilir [28]. Katmanlı olarak üretilen Cr takviyeli NiAl-Ni₃Al intermetalik bileşiğinin ara bölgelerinde yanma olukları oluşmasının temel nedeni NiAl ve Ni₃Al bileşiklerinin farklı ergime sıcaklığına sahip olmalarından kaynaklanmaktadır.

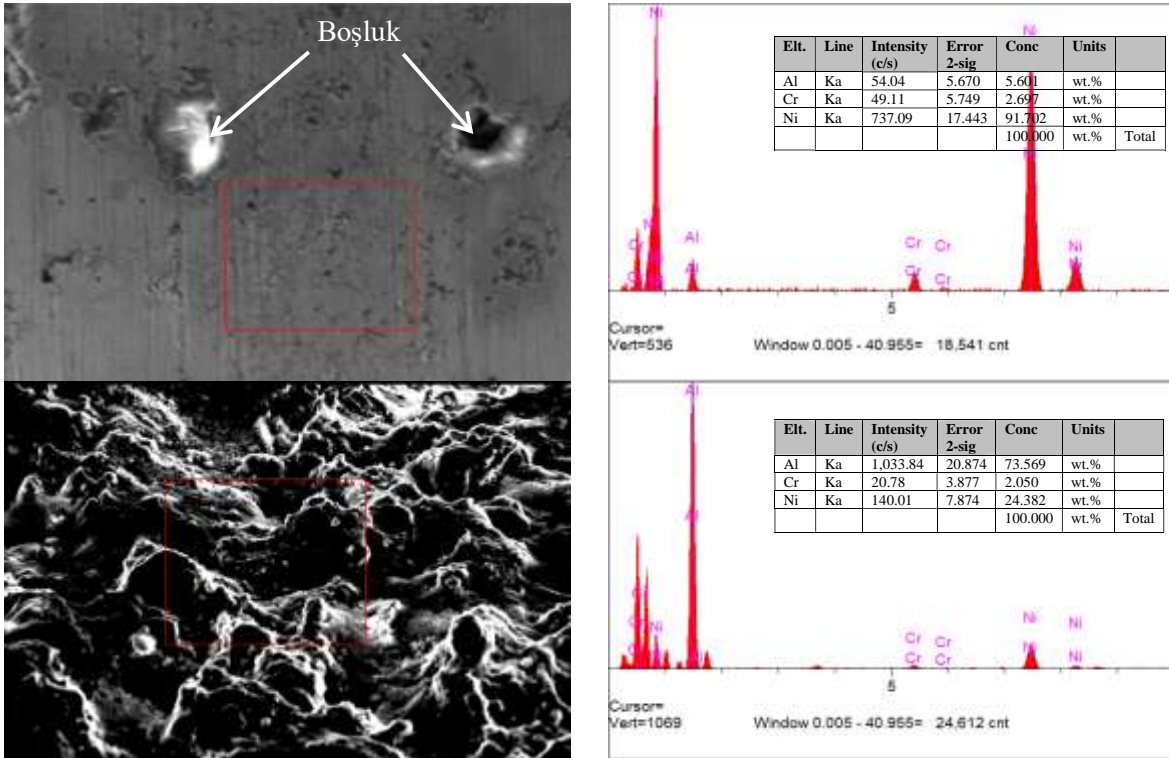
EDS sonuçları incelediğinde saf NiAl-Ni₃Al numunesinde %48,6 Al- %51,18 Ni ve çok düşük miktarda Cr içeriği tespit edilmiştir. %1 Cr takviyeli numunenin 1. Noktasında %53,08 Al- %45,74 Ni, %1,16 ve 2. Noktasında ise %40,22 Al- %56,54 Ni, %3,23Cr, %2 Cr takviyeli numunenin 1. Noktasında %5,6 Al- %91,7 Ni, %2,69 Cr tespit edilirken 2. Noktasında ise %73,56 Al- %24,38 Ni, %2,05 Cr tespit edilmiştir. %3 Cr takviyeli numunenin 1. Noktasında %17,90 Al- %79,22 Ni, %2,87 Cr tespit edilirken 2. Noktasında ise %35,35 Al- %59,85 Ni, %4,79 Cr tespit edilmiştir.

Tüm numunelerde Ni₃Al kısmında oldukça büyük ve düzensiz şekilli gözenek ve boşluklar görülebilir [24]. Isıl işlem görmüş numunenin soğutulması sırasında, ara metaller sıvı-katı büzülmeye sahip olup bu nedenle de ufak gözenek yapılarına yol açarlar [26]. Bu gözeneklerin presleme esnasında tozlar arasına hapsolmuş gazlar, tozların iyi bir şekilde sıkışmaması, reaksiyonun sağlıklı bir şekilde ilerleyememesi reaksiyon sonrası meydana gelen hacimsel değişiklikler gösterilebilir. Ayrıca, kompaktlama basıncının az olması reaksiyonun sürekliliğine de engel olmaktadır. Li ve ark. (2018) yapmış oldukları çalışmada basınç ve ön ısıtma uygulandığında gözeneklerin ortadan kaldırılabileceğini 40 MPa basınçla ile gözeneklerin küçüldüğünü ifade etmişlerdir [30].

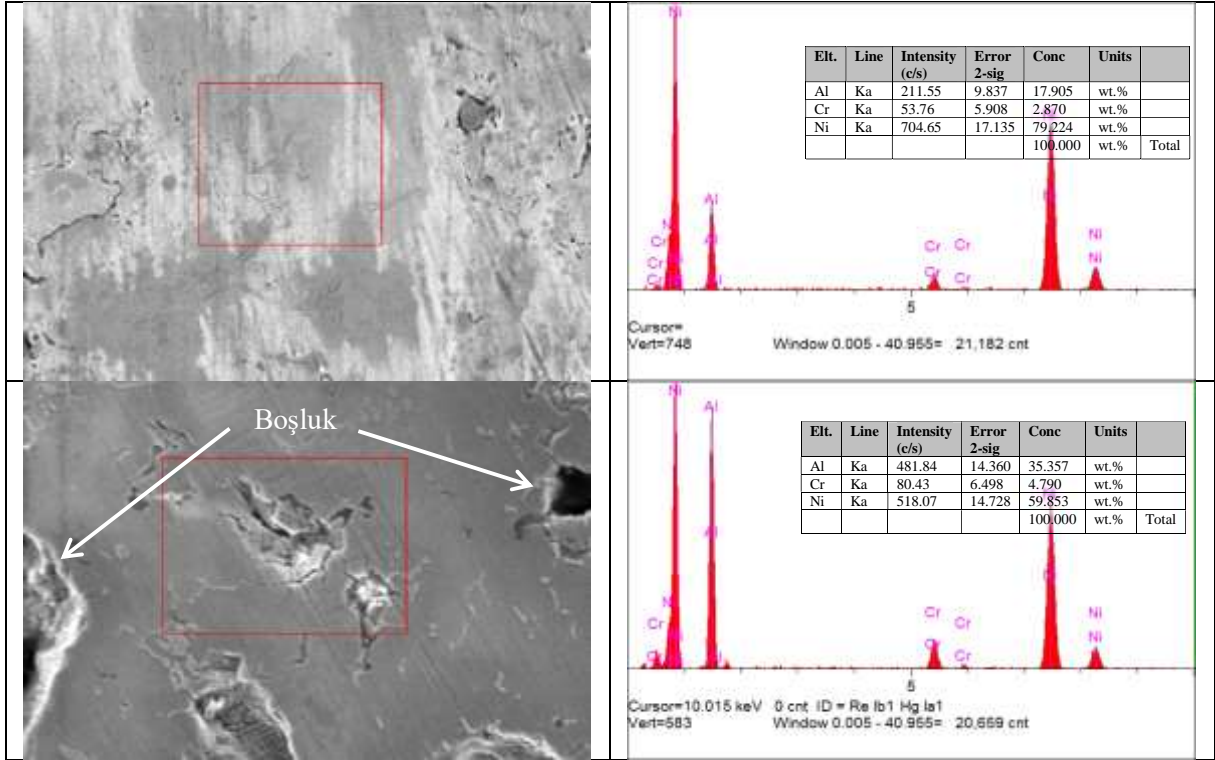
EDS ölçümlerinden alınan veriler Şekil 10'da verilen üçlü faz diyagramları yardımı ile analiz edilmiştir. EDS sonuçlarına göre γ , $\gamma + \gamma'$, $\beta + \gamma'$, β fazları olduğu tespit edilmiştir.



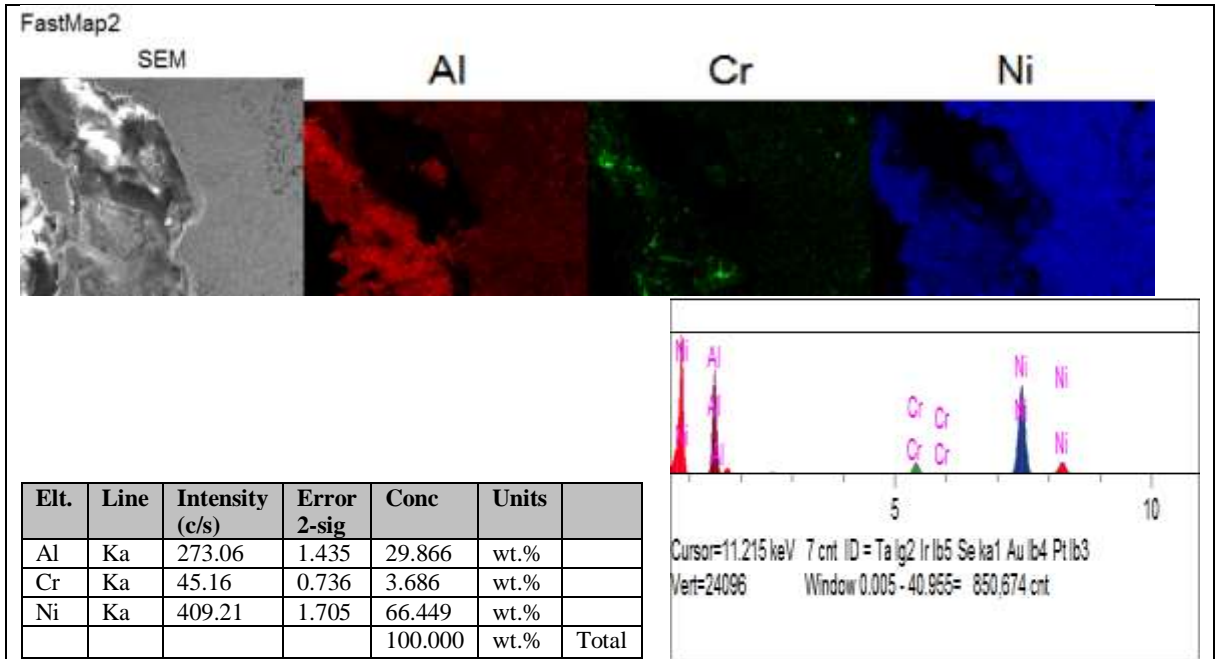
Şekil 6. Ağ. %1 Cr içeriğine sahip numune SEM görüntüleri ve EDX grafikleri



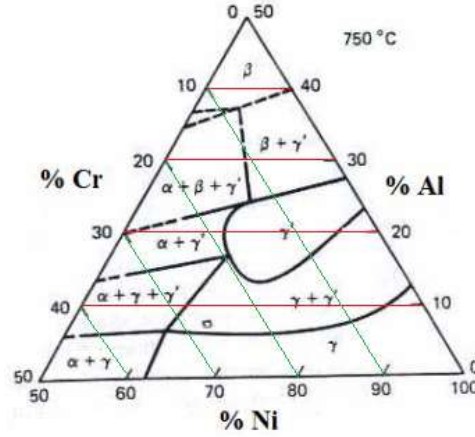
Şekil 7. Ağ. %2 Cr içeriğine sahip numune SEM görüntüleri ve EDX grafikleri



Şekil 8. Ağ. %3 Cr içeriğine sahip numune SEM görüntüleri ve EDX grafikleri



Şekil 9. %3 Cr takviyeli numune Map resmi

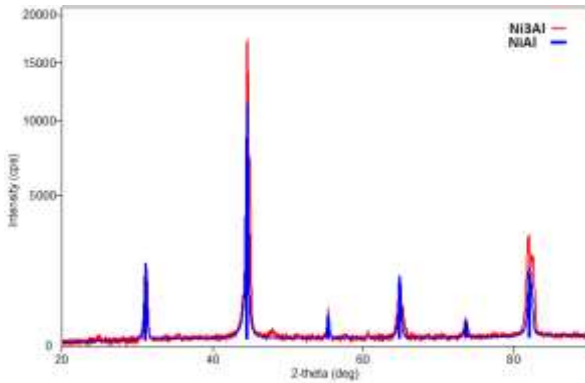


Şekil 10. Ni-Al-Cr üçlü faz diyagramı [31].

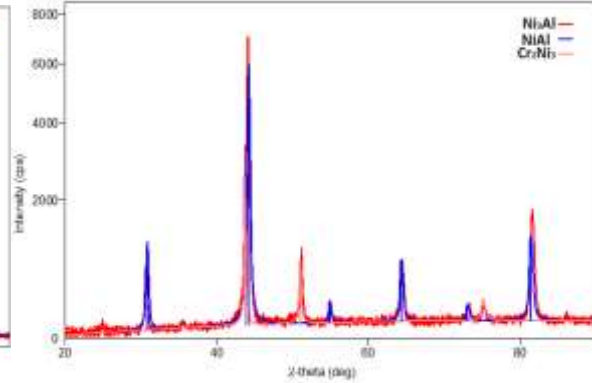
3.3. XRD Sonuçları

SHS işlemi sonrası saf NiAl-Ni₃Al ve %3 Cr takviyeli NiAl-Ni₃Al numunelerinin XRD sonuçları Şekil 11 ve 12'de verilmiştir. XRD analizleri sonucunda ana fazlar NiAl ve Ni₃Al ile Cr₂Ni₃ fazının oluştuğu tespit edilmiştir. γ' ve γ fazlarından oluşmuş olan Ni₃Al ve Ni esaslı süper alaşımlarda görülen sigma fazı olan Cr₂Ni₃ fazından oluştuğu tespit edilmiştir [32]. Goiri ve Van Der Ven (2018) Ni-Al-Cr üçlüsünde, Ni-Al ve Ni-Cr faz kararlılığını inceleme çalışmasında yüksek sıcaklıklarda hem γ hem de γ' fazlarında önemli bir Cr çözünürlüğüyle birlikte L₁₂ dereceli γ' fazında ise Cr neredeyse tamamen Al alt sınıfını işgal ettiğini tespit etmişlerdir [27].

Sheng ve ark. (2012) SHS Ni₃Al - B - Cr çalışmasında, ateşleme işleminin başlaması ile birlikte başlayan SHS işleminden sonra oluşan reaksiyon ile birlikte elementel tozların hızlı bir şekilde Ni₃Al fazını oluşturduğunu, reaksiyon sonrası meydana gelen Ni₃Al fazının maksimum Cr çözünürlüğünün %9 olduğunu belirtmişlerdir [33]. Choe ve Dunand (2004) yapmış oldukları Ni-Al ve Ni-Cr-Al süper alaşımlı köpük çalışmasında NiAl ilave edilen Cr'un sürünme direncini arttırdığını ifade etmişlerdir [32].



Şekil 11. Saf Ni₃Al-NiAl

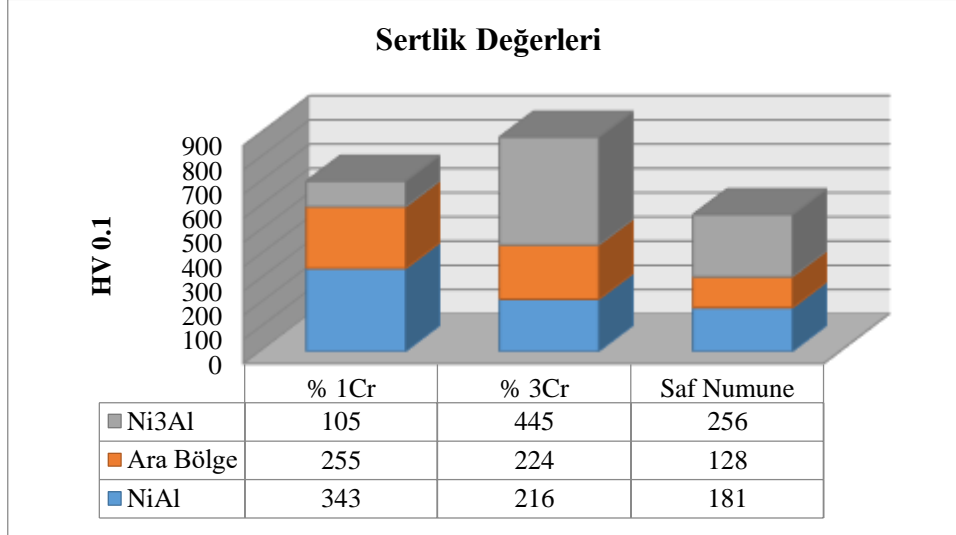


Şekil 12. %3 Cr takviyeli Ni₃Al-NiAl

3.4. Mikrosertlik Sonuçları

35 MPa presleme basıncı kullanılarak preslenen ve sabit ön ısıtma sıcaklığında sentezlendikten sonra elde edilen numuneden alınan mikrosertlik analiz sonuçları Şekil 13'te grafik olarak verilmiştir. Takviyesiz numuneden elde edilen verilerden en yüksek sertlik değeri 256 HV ile Ni₃Al bölgesinden elde edilmiştir. Aynı şekilde %3 krom takviyeli numuneden alınan mikrosertlik değerlerinde de Ni₃Al tarafının 445 Hv ile en yüksek sertlik değeri elde edilmiştir. Takviyesiz numunede en düşük değer ara bölgede 128 Hv iken %3 krom takviyeli numunelerde en düşük sertlik değerleri ise NiAl kısmında 216 Hv olarak elde edilmiştir. Ni₃Al kristali, alaşım mekanizmasıyla bir ikame elemanı, yani Cr ile sertleştirilir, aynı zamanda sünek tabaka, yani Cr tabakaları, tabakaların çatlamalarını önleyebilir [34].

Ayrıca Doğan ve ark. (2013) yapmış oldukları çalışmada en yüksek sertlik %3 Cr eklenmiş karışımda 153.9 HB olarak elde edilirken, en düşük sertlik %6 Cr ilave edilmiş karışımda 119.1 HB olduğunu belirtmişlerdir [31]. Sadeghimeresht ve ark (2017) ise 391 ± 19 0.1 NiCr mikro sertlik değerini elde ettiklerini ifade etmişlerdir [35]. Ni₃Al'a Cr eklenmesi yüksek sıcaklıklarda direncini arttırmakla birlikte, sertlik ve korozyon direncini de artırır.



Şekil 13. Sertlik sonuçlarının grafiği

4. Sonuçlar

35 MPa presleme basıncı, SHS yöntemi kullanılarak üretilen %1, 2 ve 3 Krom takviyeli katmanlı Cr-NiAl/Ni₃Al intermetalik malzemesinin makroyapı, mikroyapı (Optik mikroskop, SEM - EDS), XRD ve mikrosertlik analizleri neticesinde aşağıdaki genel sonuçlara ulaşılmıştır:

a) Sonuçlardan, krom katkılı farklı toz karışımının tek kalıpta preslenerek sentezlenmesiyle tek parça katmanlı Cr - NiAl/Ni₃Al intermetalik bir malzeme başarıyla üretilmiştir.

b) Sentezlenen numunenin makro fotoğrafında gözenekliliğin Ni₃Al bölgesinde daha yoğun olduğu görülmüştür.

c) Meydana gelen boşlukların ham tozlar arasında sıkışmış gazların yanmayla birlikte dışarı çıkmaya çalışan gazlardan dolayı meydana geldiği düşünülmektedir.

d) Numunelerde bütünlüğünün korunduğu ateşleme sonrası numune makro görüntülerinden tespit edilmiştir.

e) Mikrosertlik analizlerinden elde edilen sonuçlarda en yüksek değerlerin Ni₃Al bölgesinden elde edildiği en düşük değerlerin ise NiAl bölgesinden elde edildiği belirlenmiştir. Özellikle %3 takviyeli NiAl kısmının mikrosertliğinde büyük bir düşüş gözlenmiş bunun temel nedeninin gözeneklilikten kaynaklı olabileceği düşünülmektedir.

f) Makro resimlerde tabakalar arası boşluk oluşmadığı tespit edilmiştir.

g) XRD sonuçlarında ana fazlar olan NiAl, Ni₃Al yanında ayrıca Cr₂Ni₃ fazı oluştuğu gözlemlenmiştir.

Teşekkür

Bu çalışma 2209-A Üniversite Öğrencileri Araştırma Projeleri Destekleme Programı kapsamında destek almıştır. Desteklerinden dolayı TÜBİTAK'a teşekkür ederiz. Ayrıca bu çalışma daha önce "Cr Takviyeli NiAl/Ni₃Al Fonksiyonel Derecelenmiş Malzemenin Mikroyapı İncelemesi" adı ile ISS 2017 2nd International Science Symposium "Science Festival" adlı sempozyumda özet bildiri olarak sunulmuştur.

Yazarların Katkısı

Musa KILIÇ, söz konusu projenin hazırlanması ve yürülmesi aşamasında danışman olarak görev yapmıştır. Makale hazırlama aşamasında SEM-EDS, mikroyapı ve mikrosertlik yorumlarını yapmıştır. Serkan BATI, SEM-EDS ve mikroyapı resimlerinin çekilmesi ve makalenin yayına hazır hale getirilmesine katkıda bulunmuştur. İbrahim BİLİZ, tozların hazırlanması ve SHS işlemini gerçekleştirmiştir. Fatih DEMİR, üretilmiş numunelerin SEM-EDS, mikrosertlik analizlerine hazırlanması aşamasında metalografi işlemlerini gerçekleştirmiştir. Ayşenur Aslı AKAN, söz konusu çalışmanın yürütücüsü olup çalışmanın tüm aşamalarında yer almıştır.

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarlar arasında çıkar çatışması bulunmamaktadır.

Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

Kaynaklar

- [1] Morsi K. 2001. Reaction Synthesis Processing of Ni–Al Intermetallic Materials. *Materials Science and Engineering: A*, 299 (1-2): 1-15.
- [2] Stloukal I., Čermák J., Růžičkova J., Pokorna A. 1999. Iron Grain Boundary Diffusion in Pure and in Cr, Fe and Zr-doped Ni₃Al Alloys. *Intermetallics*, 7 (1): 33-38.
- [3] Zhu S., Bi Q., Yang J., Liu W. 2011. Influence of Cr Content on Tribological Properties of Ni₃Al Matrix High Temperature Self-Lubricating Composites. *Tribology International*, 44 (10): 1182-1187.
- [4] Xing Y.Y., Dai B., Wei X.H., Ma Y.J., Wang M. 2014. Enhancement of High-Temperature Oxidation Resistance and Mechanical Properties of Ni₃Al Thin Films by Inserting Ultrathin Cr Layers. *Vacuum*, 101: 107-112.
- [5] Raju S.V., Oni A.A., Godwal B.K., Yan J., Drozd V., Srinivasan S., LeBeau J.M., Saxena S.K. 2015. Effect of B and Cr on Elastic Strength and Crystal Structure of Ni₃Al Alloys Under High Pressure. *Journal of Alloys and Compounds*, 619: 616-620.
- [6] Wu S., Wu X., Wang R., Liu Q., Gan L. 2014. Effects of Ni Vacancy, Ni Antisite, Cr and Pt on the Third-Order Elastic Constants and Mechanical Properties of NiAl. *Intermetallics*, 55: 108-117.
- [7] Sheng L.Y., Fang Yang., Xi T.F., Zheng Y.F., Guo J.T. 2013. Microstructure and Room Temperature Mechanical Properties of NiAl–Cr (Mo)–(Hf, Dy) Hypoeutectic Alloy Prepared by Injection Casting. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 23(4): 983-990.
- [8] Roy S.K., Biswas A. 2001. Combustion of Powder Mixtures Forming Reaction Products-Synthesis of NiAl. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 22 (2): 567-596.
- [9] Kaya M., Orhan N., Somunkıran İ., Kurt B. 2008. Toz Metalurjisiyle Üretilen Gözenekli NiTi Şekil Hatırlamalı Alaşımların Gözenek Karakteristikleri ve Faz Yoğunlukları Üzerinde Soğuk Presleme Basıncının Etkisi. 5th International Powder Metallurgy Conference, Ankara-Turkey, October 8-12.
- [10] Varma A., Rogachev A.S., Mukasyan A.S., Hwang S. 1998. Combustion Synthesis of Advanced Materials: Principles and Applications. In *advances in chemical engineering*, 24: 79-226.
- [11] Curfs C., Cano I.G., Vaughan G.B.M., Turrillas X., Kvick A., Rodriguez M.A. 2002. TiC–NiAl Composites Obtained by SHS: A Time-Resolved XRD Study. *Journal of the European Ceramic Society*, 22 (7): 1039-1044.
- [12] Dyer T.S., Munir Z.A., Ruth V. 1994. The Combustion Synthesis of Multilayer NiAl Systems. *Scripta Metallurgica Et Materialia*, 30 (10): 1281-1286.
- [13] Biswas A., Roy S.K., Gurusurthy K.R., Prabhu N., Banerjee S. 2002. A Study of Self-Propagating High-Temperature Synthesis of NiAl in Thermal Explosion Mode. *Acta Materialia*, 50 (4): 757-773.

- [14] Dong S., Hou P., Cheng H., Yang H., Zou G. 2002. Fabrication of Intermetallic NiAl by Self-Propagating High-Temperature Synthesis Reaction Using Aluminium Nanopowder Under High Pressure. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 14 (44): 11023-11030.
- [15] Michalski A., Jaroszewicz J., Rosinski M. 2003. The Synthesis of NiAl Using the Pulse Plasma Method with the Participation of the SHS Reaction. *International Journal of Self Propagating High Temperature Synthesis*, 12 (3): 237-246.
- [16] Witczak Z., Witczak P., Jemielniak R., Mazur A. 2004. Microstructure and Mechanical Properties of NiAl Produced in the SHS Process Induced by Low-Temperature Hydrostatic Extrusion. *Journal of Materials Science*, 39 (16-17): 5511-5515.
- [17] Yeh C.L., Su S.H., Chang H.Y. 2005. Effects of TiC Addition on Combustion Synthesis of NiAl in SHS Mode. *Journal of Alloys and Compounds*, 398 (1-2): 85-93.
- [18] Veronesi P., Leonelli C., Poli G., Casagrande A. 2008. Enhanced reactive NiAl coatings by microwave-assisted SHS. *COMPEL-The International Journal for Computation and Mathematics in Electrical and Electronic Engineering*, 27 (2): 491-499.
- [19] Zhu X., Zhang T., Marchant D., Morris V. 2011. The Structure and Properties of NiAl Formed by SHS Using Induction Heating. *Materials Science and Engineering: A*, 528 (3): 1251-1260.
- [20] Yang R., Wu Q., Li S., Gong S. 2012. Effects of Cr-Al-Si and Cr-Al Coatings on the high Temperature Oxidation Resistance of a Ni₃Al-Mo Based Single Crystal Alloy. *Procedia Engineering*, 27: 976-982.
- [21] Xing Y.Y., Dai B., Wei X.H., Ma Y.J., Wang M. 2014. Enhancement of High-Temperature Oxidation Resistance and Mechanical Properties of Ni₃Al Thin Films by Inserting Ultrathin Cr Layers. *Vacuum*, 101: 107-112.
- [22] Zhu S., Bi Q., Yang J., Liu W. 2011. Influence of Cr Content on Tribological Properties of Ni₃Al Matrix High Temperature Self-Lubricating Composites. *Tribology International*, 44: 1182-1187.
- [23] Kılıç M., Beken M., Özdemir N. SHS İşlemi Sonrası Sinterleme İşleminin İntermetalik Kaplamaya Etkisinin İncelenmesi. *Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 31 (1): 167-176.
- [24] Çalık A. 2009. Interface Microstructure of Diffusion Bonded Ni₃Al Intermetallic Alloy and Austenitic Stainless Steel. *Materials Letters*, 63 (28): 2462-2465.
- [25] Cermak J., Rothova V. 2001. Surface Barrier for Hydrogen Permeability in Ni₃Al Influence of Cr, Fe and Zr. *Intermetallics*, 9(5): 403-408.
- [26] Moshref-Javadi M., Edris H., Shafyei A., Salimi-Jazi H., Abdolvand E. 2018. Evaluation of Hydrogen Permeation Through Standalone Thermally Sprayed Coatings of AISI 316L Stainless Steel. *International Journal of Hydrogen Energy*, 43 (9): 4657-4670.
- [27] Goiri J.G., Van der Ven A. 2018. Recursive Alloy Hamiltonian Construction and Its Application to the Ni-Al-Cr System. *Acta Materialia*, 159: 257-265.
- [28] Liu W., Zhang F.L., Lu J.F., Chen J.H., Huang H.P., Zhou Y.M., Tang H.Q. 2018. Preparation of Ni₃Al Bonded Diamond Core Drill with Ni-Cr Alloy and Its Performance on Glass-Ceramic. *Ceramics International*, 44 (18): 23080-23087.
- [29] Al-Aql A.A., Al-Salhi M.S. 2002. Precipitation in Ni-35 at. pct Cr Alloy. *J. Material Science Technology*, 18 (1): 77-79.
- [30] Li L., Wang L., Zhao L., Wang X. 2018. Microstructure and Adhesion Strength of NiAl Coating Prepared on Q235 Substrate by Combustion Synthesis Assisted with Cu-Zn Interlayer. *Surface and Coatings Technology*, 344: 564-571.
- [31] Dogan O.N., Song X., Chen S., Gao M.C. 2013. Microstructural Study of High-Temperature Cr-Ni-Al-Ti Alloys Supported by First-Principles Calculations. *Intermetallics*, 35: 33-40.
- [32] Choe H., Dunand D.C. 2004. Synthesis, Structure, and Mechanical Properties of Ni-Al and Ni-Cr-Al Superalloy Foams. *Acta Materialia*, 52 (5): 1283-1295.
- [33] Sheng L.Y., Xi T.F., Chen L.A.I., Guo J.T., Zheng Y.F. 2012. Effect of Extrusion Process on Microstructure and Mechanical Properties of Ni₃Al-B-Cr Alloy During Self-Propagation High-Temperature Synthesis. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 22 (3): 489-495.
- [34] Xu X.Y., Liu W.J., Zhong M.L., Sun H.Q. 2003. Synthesis and Fabrication of WC Particulate Reinforced Ni₃Al Intermetallic Matrix Composite Coating by Laser Powder Deposition. *Journal of Materials Science Letters*, 22 (19): 1369-1372.

- [35] Sadeghimeresht E., Markocsan N., Huhtakangas M., Joshi S. 2017. Isothermal Oxidation of HVAF-Sprayed Ni-Based Chromia, Alumina and Mixed-Oxide Scale Forming Coatings in Ambient Air. *Surface and Coatings Technology*, 316: 10-21.