



POLİTEKNİK DERGİSİ

JOURNAL of POLYTECHNIC

ISSN: 1302-0900 (PRINT), ISSN: 2147-9429 (ONLINE)

URL: <http://dergipark.org.tr/politeknik>



Mekanokimyasal yöntemle FeB ve Fe₂B bileşiklerinin üretimi ve karakterizasyonu

Production and characterization of FeB and Fe₂B compounds by mechanochemical method

Yazar(lar) (Author(s)): Ülkü Aslı ÇELİK¹, Talha SUNAR², Dursun ÖZYÜREK³, Metin GÜRÜ⁴

ORCID¹: 0000-0003-3738-5971

ORCID²: 0000-0002-4683-6095

ORCID³: 0000-0002-8326-9982

ORCID⁴: 0000-0002-7335-7583

To cite to this article: Çelik Ü. A., Sunar T., Özyürek D. Ve Gürü M., “Mekanokimyasal Yöntemle FeB ve Fe₂B Bileşiklerinin Üretimi ve Karakterizasyonu”, *Journal of Polytechnic*, 27(5): 1789-1794, (2024).

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz: Çelik Ü. A., Sunar T., Özyürek D. Ve Gürü M., “Mekanokimyasal Yöntemle FeB ve Fe₂B Bileşiklerinin Üretimi ve Karakterizasyonu”, *Journal of Polytechnic*, 27(5): 1789-1794, (2024).

Erişim linki (To link to this article): <http://dergipark.org.tr/politeknik/archive>

DOI: 10.2339/politeknik.1288108

Mekanokimyasal Yöntemle FeB ve Fe₂B Bileşiklerinin Üretimi ve Karakterizasyonu

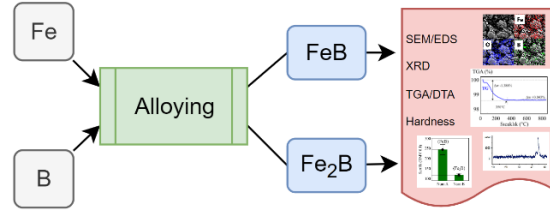
Production and Characterization of FeB and Fe₂B Compounds by Mechanochemical Method

Önemli noktalar (Highlights)

- ❖ Her iki malzemenin yüksek oranda amorf olan yapısının da ağırlıklı olarak Fe₂B fazından meydana gelmektedir. / The highly amorphous structure of both materials consists mainly of the Fe₂B phase.
- ❖ Yöntemin yardımıyla farklı bileşimlerle, ara sertlik değerler elde edilerek farklı bölgelerde farklı sertliklere sahip fonksiyonel malzemeler üretilebilir. / With the help of the method, functional materials with different hardnesses can be produced in different regions by obtaining intermediate hardness values with different compositions.

Grafik Özet (Graphical Abstract)

Çalışma özetle, demir ve bor tozlarının belirli oranlarda karıştırılarak katı faz reaksiyonu ile sentezlenmesi ve hedeflenen FeB ve Fe₂B numunelerin üretilmesidir. / In summary, the study is to synthesize iron and boron powders by mixing them in certain proportions with a solid phase reaction and to produce targeted FeB and Fe₂B samples.



Şekil. Mekanokimyasal yöntemle FeB ve Fe₂B bileşiklerinin üretimi ve karakterizasyonu / **Figure.** Production and characterization of FeB and Fe₂B compounds by mechanochemical method

Amaç (Aim)

FeB ve Fe₂B bileşik numunelerin katı faz reaksiyonu ile üretilmesi amaçlanmıştır. / It is aimed to produce FeB and Fe₂B composite samples by solid phase reaction.

Tasarım ve Yöntem (Design & Methodology)

Demir ve bor tozları spex tipi mekanik öğütme cihazında altı saat öğütülmüştür. / Iron and boron powders were ground in a spex type mechanical grinding device for six hours.

Özgünlük (Originality)

Kullanılan öğütme cihazı ve tipinin özgünlüğü dolayısıyla çalışmayı da özgün kılmaktadır. / The novelty of the grinding device and type used makes the work original.

Bulgular (Findings)

FeB ve Fe₂B bileşik numuneler katı faz reaksiyonu ile başarıyla üretilmiştir. / FeB and Fe₂B composite samples were successfully produced by solid phase reaction.

Sonuç (Conclusion)

Yöntemin ve Türkiye'deki bor potansiyelinin yardımıyla yüksek katma değerli bu tür bileşimler üretilebilir. / With the help of the method and the boron potential in Türkiye, such compositions with high added value can be produced.

Etik Standartların Beyanı (Declaration of Ethical Standards)

Bu makalenin yazarları çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler. / The authors of this article declare that the materials and methods used in this study do not require ethical committee permission and/or legal-special permission.

Mekanokimyasal Yöntemle FeB ve Fe₂B Bileşiklerinin Üretimi ve Karakterizasyonu

Araştırma Makalesi / Research Article

Ülkü Aşlı ÇELİK¹, Talha SUNAR^{1*}, Dursun ÖZYÜREK¹, Metin GÜRÜ²

¹Teknoloji Fakültesi, İmalat Müh. Bölümü, Karabük Üniversitesi, Türkiye

²Mühendislik Fakültesi, Kimya Müh. Bölümü, Gazi Üniversitesi, Türkiye

(Geliş/Received : 26.04.2023 ; Kabul/Accepted : 18.08.2023 ; Erken Görünüm/Early View : 09.11.2023)

ÖZ

Bu çalışmada, demir ve bor tozları speks tipi öğütme cihazında farklı oranlarda (molar ağırlıklarına göre) alaşımlandırılmış ve mekanokimyasal yöntemle (katı faz reaksiyonu) FeB ve Fe₂B bileşikleri elde edilmiştir. Farklı mol oranlarında karıştırılan demir ve borun muhafazası ve hassas ölçümleri Glove-Box ile argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Alaşımların sinterleme sıcaklığının tespiti için Termogravimetrik ve Diferansiyel Termal Analiz; faz bileşimlerini ve mikroyapılarını incelemek amacıyla da X-ışını kırınım analizi (XRD) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizleri yapılmıştır. Yapılan çalışmalar sonucunda, yüksek oranda amorf yapıda Fe₂B ve FeB bileşikleri üretilmiştir. Stokiyometrik katsayılarından kaynaklı olarak FeB bileşimine ait piklerin daha belirgin olduğu görülmüştür. EDS analizinden numunelerin yüzeyinde bulunan demir ve bor elementlerinin yapıda homojen bir dağılım sergilediği anlaşılmıştır. Sertlik sonuçlarına göre, FeB olarak hedeflenen numunenin, Fe₂B olarak hedeflenen numunelere göre daha sert olduğu anlaşılmaktadır. Bu çalışma farklı oranlardaki bileşimlerin sentezlenmesiyle bölgesel sertlik rejimlerine sahip ileri malzemelerin üretilebilmesine katkı sağlayacaktır.

Anahtar Kelimeler: Demir-borür bileşikleri, mekanokimyasal yöntem, katı faz reaksiyonu.

Production and Characterization of FeB and Fe₂B Compounds by Mechanochemical Method.

ABSTRACT

In this study, iron and boron powders were alloyed at different rates (according to their molar weights) in a spex-type grinding device, and FeB and Fe₂B compounds were obtained by mechanochemical method (the solid phase reaction). The containment and precise measurements of iron and boron mixed in different mole ratios were carried out with the Glove-Box in an argon atmosphere. Thermogravimetric and Differential Thermal Analysis for the determination of the sintering temperature of alloys; X-ray Diffraction and Scanning Electron Microscopy analyzes were performed to examine the phase compositions and microstructures. As a result of the studies, highly amorphous Fe₂B and FeB compounds were produced. Due to the stoichiometric coefficients, the peaks of the FeB composition were more pronounced. For the sample targeted as FeB, it was observed that the peaks of the FeB composition were more pronounced due to the stoichiometric coefficients. From the EDS analysis, it was understood that the iron and boron elements on the surface of the samples exhibited a homogeneous distribution in the structure. According to the hardness results, it is understood that the sample targeted as FeB is harder than the samples targeted as Fe₂B. This study will contribute to the production of advanced materials with regional hardness regimes by synthesizing different compositions.

Keywords: Iron-boride compounds, mechanochemical method, solid phase reaction.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Türkiye, dünyada bilinen bor rezervlerinin büyük bir payına (%72) sahip olmanın yanında, dünyadaki en büyük borat minerali tedarikçisidir [1,2]. Küresel kullanım miktarı sürekli artan bor; tarım, temizlik, metalurji, cam, tekstil, sağlık ve enerji gibi çok geniş bir kullanım alanına sahiptir [3]. Metalurji özelinde ise döküm endüstrisinde yan ürün, metal malzemelerde yüzey sertleştirici ve yağlayıcı malzemeler olarak kullanılmaktadır. Bor Karbür gibi yüksek katma değerli malzemelerin cevherden üretimi gibi öncü çalışmalar, yakın gelecekte bu alanda ciddi yatırımlarında bir göstergesidir [4]. Bor, metalürjik özelliklerinin belirli sınırlamaları olmasına rağmen, nükleer uygulamalar için ideal bir malzemedir [5]. Bunun yanında sınırlı miktarda elementel bor, demir-borür tabakası oluşturarak çeliğin

sertliğini arttırdığından dolayı, endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Demir-borürler (FeB/Fe₂B) aynı zamanda manyetik özellikleriyle de öne çıkmaktadırlar. Üstün manyetik özellikleri sebebiyle elektrik/elektronik sektöründe de kullanımları önemli ölçüde artmıştır [6]. Fe₂B intermetalikler termal stabilizasyona, aşınma ve korozyon dayanımına sahip olduklarından korozyon ve aşınma direnci gereken uygulamalarda kullanılabilirler [7].

Bir katı hal toz işleme yöntemi olan mekanik alaşımlama/öğütme (MA/MÖ) (boyut küçültme), amaçlı kullanımın yanında, yeni yapıların geliştirilmesine olanak tanıyan bir sentezleme tekniğidir. Geleneksel yöntemlerle üretilmeyen bileşimlerin geliştirilmesine olanak tanıyarak, gelişmiş fiziksel ve mekanik özelliklere

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author)

e-posta : talhasunar@karabuk.edu.tr

sahip alaşımlar/bileşimler "dengeden uzak" bir şekilde MA ile sentezlenebilir. Mekanik alaşımlama, diğer intermetalik sentezleme tekniklerine göre, katı durumda çözülebilirlik, nano yapıların ve amorf yapıların oluşumu gibi bazı avantajlara sahiptir [8]. Geleneksel yöntemlerle çok yüksek sıcaklıklara ihtiyaç duyulan ve bazı durumlarda MA ile gerçekleşen katı faz reaksiyonu ile, hedeflenen bileşimlerdeki malzemeler üretilebilmektedir. Bu avantajların yanında çoğunlukla düşük miktarlarda üretim yapılabilmesi yöntemin sınırlılığıdır. Elementel tozların mekanik alaşımlandırılması sırasında, hareketli çelik veya seramik bilyelerin bulunduğu yüksek enerjili ortamda, katı hal reaksiyonu oluşur. Literatürde elementel tozlar kullanılarak farklı bileşimlerin sentezlenmesi üzerine çalışmalar bulunmaktadır. Saf demir ve bor tozları planeter tipi öğütme cihazında alaşımlandığında, bor elementi demir kristal kafesine difüz ederek çeşitli amorf fazların oluşmasına katkı sağlamaktadır [9]. Benzer şekilde tozlar Attritör tipi bir cihazda alaşımlandığında amorf yapılı ve gevrek bir davranış sergileyen malzemeler sentezlenmiş, ve bu MA ile bor eklemenin direk bor ilavesine göre daha iyi özellikler sağladığı bildirilmiştir [5]. Demir ve alüminyuma bor ilave edilerek sentezlenmesi ile nanokristalin Fe(Al) katı

Çizelge 1. Hedeflenen numune grupları ve ağırlıkça (%) ağı. elemental bileşimler (Sample groups targeted and elemental compositions by weight (wt%))

Numune Grupları	Toz ağırlıkları (gr)	
	Fe (55.84 gr/mol)	B (10.81 gr/mol)
Numune A (FeB)	8.378	1.621
Numune B (Fe ₂ B)	9.117	0.882

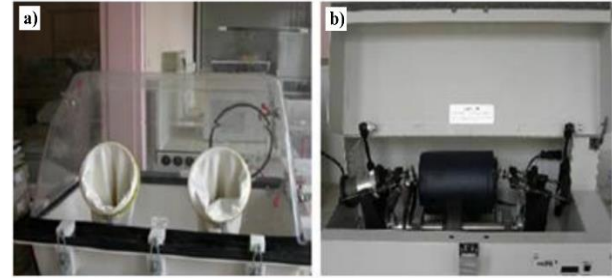
çözeltisi elde edilmiştir [10]. Hatta Fe(Al) katı çözeltisine MA yöntemiyle bor elementi ilave ederek %30 bor içeren nanokristal matrisli kompozitlerin üretilmesi üzerine de bazı çalışmalar gerçekleştirilmiştir [11]. Ayrıca MA işlem parametreleri üzerine yapılan bir çalışmada, farklı atmosferler, farklı bilye çapları ve farklı hazne doluluk oranlarının üretilen malzeme üzerindeki etkileri incelenmiştir. Örneğin düşük sıcaklıklarda gerçekleşen MA'nın amorf faz miktarının hacimce artmasına sebep olduğu bildirilmiştir [12]. Yöntemin gelişmesi üzerine yapılan çalışmalar, malzeme kesitlerinin sertlik gradyanının gelişmiş olarak kontrol edilmesini de mümkün kılabilir. Bu da özel ortamlarda çalışan, işleme özel tasarlanmış veya fonksiyonel derecelendirilmiş ileri malzemelerin üretilebilmesini mümkün kılmaktadır.

Doğrudan bor elementi kullanılarak gelişmiş malzemelerin üretilmesi (ülkemizdeki potansiyel de göz önünde bulunduğu) üzerine daha fazla çalışılmalıdır. Bu çalışmada, FeB ve Fe₂B elde etmek amacıyla elementel tozlar spex tipi öğütme cihazı kullanılarak mekanokimyasal yöntemle sentezlenmiştir. Elementel tozlar molar ağırlıkları nispetinde karıştırılmıştır. Reaksiyon ve faz dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi

amacıyla numunelere Termogravimetrik analiz ve Diferansiyel Termal analiz yapılmıştır. Numuneler üzerinde X-ışını kırınım (XRD) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) gibi karakterizasyon analizleri gerçekleştirilmiştir.

2. MATERYAL VE METOD (MATERIAL AND METHOD)

Bu çalışmada, demir tozları (saflık derecesi %99.2 ve toz boyutu <50 µm) ve bor tozları saflık derecesi %99.7 ve toz boyutu <10 µm), farklı oranlarda (molar ağırlıklarına göre) spex tipi öğütme cihazında mekanik alaşımlanmıştır. Belirlenen Numune A (FeB bileşiği hedeflemek için) ve Numune B (Fe₂B bileşiği hedeflemek için) grupları için gerekli elemental toz ağırlıkları Çizelge 1'de verilmektedir. Mekanokimyasal işlemler için elementel demir ve bor tozlarının muhafazası ve hassas ölçümleri, argon atmosferinde (Glove-Box ile) gerçekleştirilmiştir. Tozlar 8000-D Mixer Mill Speks tipi değirmende mekanokimyasal işlemler için çelik reaksiyon haznesine (hazne hacmi 250 ml ve doluluk oranı %40) konulmuştur. Kullanılan Glove-Box ve Spex tipi öğütücü Şekil 1'de gösterilmiştir.



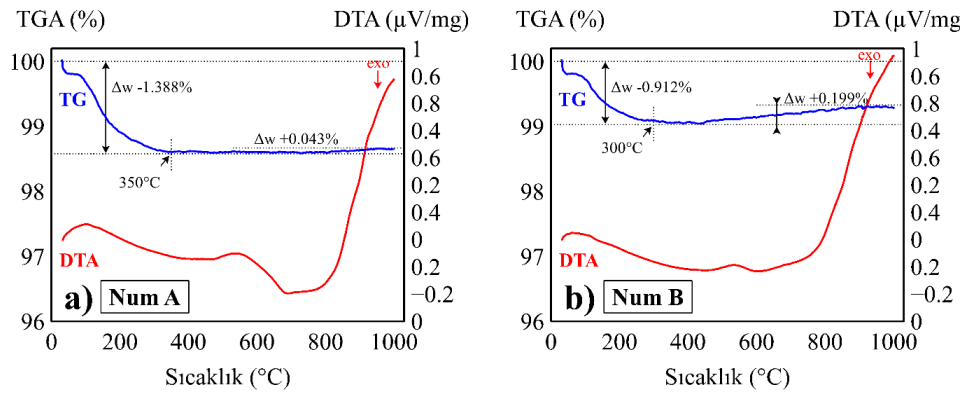
Şekil 1. a) Glove-Box, b) 8000-D Mixer Mill Spex tipi öğütücü (a) Glove-Box, b) 8000-D Mixer Mill Spex type grinder)

Karışım tozlar, 6mm çapındaki paslanmaz çelik bilyelerle 4:1 bilye/toz oranında 300 rpm dev/dak öğütme hızında, 6 saat öğütülmüştür. İşlem sırasında aşırı ısınma etkisini engellemek amacıyla her bir saat için, on dakika ara verilmiştir. Katı faz reaksiyonuyla bileşiklerin doğrudan elde edilebilmesi için öğütme işleminden sonra presleme yapılmamıştır. Karışım tozlar öğütme haznelerinden çıkartılmadan 500°C sıcaklıkta sinterlenmiştir. Numune A ve Numune B malzemeleri elde edilmiştir. Alaşımların reaksiyon ve faz dönüşüm sıcaklıklarının tespiti için Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA), Linseis DTA PT1600 ve Linseis TGA PT1600 model cihazlarla yapılmıştır. Ayrıca numunelerin sertlikleri Shimadzu mikro-sertlik cihazı kullanılarak 100gf (HV0.1) yük altında ölçülmüştür. Her numune için üç sertlik ölçümü gerçekleştirilmiş ve ortalama değerler sonuç olarak değerlendirilmiştir. Alaşımların faz bileşenlerini ve mikroyapılarını incelemek amacıyla da X-ışını kırınımı (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri yapılmıştır. İncelemelerde Rigaku Ultima IV XRD cihazı ve Carl Zeiss Ultra Plus Gemini SEM cihazları kullanılmıştır.

3. BULGULAR VE TARTISMA (RESULTS AND DISCUSSIONS)

Sentezlenen numune gruplarının XRD sonuçları Şekil 2’de verilmiştir. XRD sonuçları incelendiğinde, her iki numunenin yapısında da FeB ve Fe₂B bileşikleri oluşmuştur. Demir tozları, HMK yapıya sahip olduğu için mekanokimyasal işlemde sonra amorf yapıya geçiş bu yapı için daha kolaydır. Dolayısıyla yeni pikler ile hedeflenen amorf yapının oluştuğu anlaşılmaktadır. Elde edilen numunelerin yapısında Fe, B, FeB ve Fe₂B fazlarının (dereceler Şekil 2’de yatay eksenlerle verilmektedir) olduğu belirlenmiştir. Bu sonuçlar göz önüne alındığında, her iki malzemenin yapısı da ağırlıklı olarak Fe₂B fazından meydana gelmektedir [7,13,14].

350°C, Numune B alaşımı ise 300°C sonrasında kararlı davranış göstermişlerdir. Bu sıcaklıklardan sonra TGA eğrilerinde görülen hafif yükselmenin oksitlenme etkisiyle meydana gelmesi muhtemeldir. Altı saat boyunca mekanik alaşımlanan numunelerin DTA analizlerinden, kütle kaybı ile eşzamanlı olarak endotermik reaksiyon olduğu da anlaşılmaktadır. Buradan hareketle düşük miktarlarda da olsa bir faz dönüşümünün olduğu söylenebilir. Bu durum benzer yöntemlerle sentezlenen demir borürlerde iç gerilmelerin artması ve tane boyutunun azalmasının da etkisiyle meydana gelen yeniden kristallenmeye atfetmektedir [17]. Yan ürünler, koruyucu gazdaki safsızlık, hava veya nem gibi oksitleyicilerin etkileriyle her iki numune

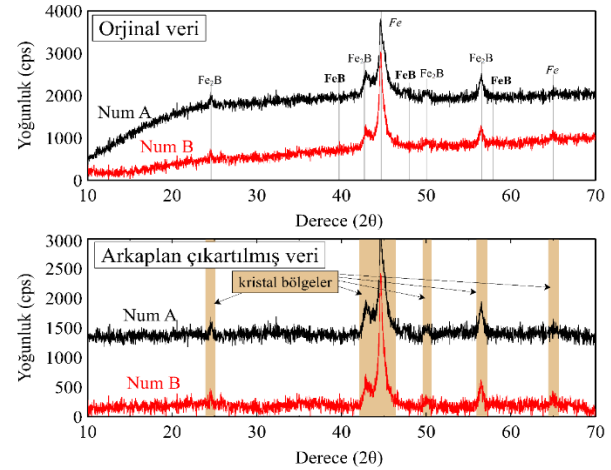


Şekil 3. Sentezlenen numunelerin TGA-DTA sonuçları a) Numune A -FeB, b) Numune B -Fe₂B (TGA-DTA results of synthesized samples a) Sample A -FeB, b) Sample B -Fe₂B)

Bunun yanında, Numune A’nın kırınım eğrisinde, bileşimde hedeflenen stokiyometrik katsayılarından kaynaklı olarak FeB fazına ait piklerin daha belirgin ve alan olarak daha geniş olduğu görülmüştür [15,16]. Üretilen numunelerin yüksek oranda amorf kristal yapıya sahip oldukları anlaşılmaktadır.

Faz dönüşüm sıcaklıklarının tayini amacıyla termal analizler gerçekleştirilmiştir. Numune gruplarının TGA ve DTA sonuçları Şekil 3’te verilmiştir. Numunelerde meydana gelen ağırlık kayıpları TGA analizi ile belirlenmiştir. Ayrıca kütlede meydana gelen değişimler, aktarılan ısı miktarları, kimyasal dönüşümler (endotermik pikler), kimyasal reaksiyonlar (ekzotermik pikler) gibi durumların anlaşılması için DTA analizleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.a’da, Numune A’nın TGA ve DTA eğrisi verilmektedir. Numune A için reaksiyon sonrası kütle kaybının 350 °C’ye kadar sürdüğü ve yaklaşık %1,3 oranında bir kütle kaybı meydana geldiği anlaşılmaktadır.

100 °C’nin altında en belirgin kütle kaybı % 0,18 olarak ölçülmüştür. Numune B’nin TGA ve DTA eğrisi incelendiğinde kütle kaybının 300 °C’ye kadar sürdüğü ve yaklaşık olarak % 0,9 kayıp olduğu anlaşılmaktadır (Şekil 3.b). 100 °C’nin altında en belirgin kütle kaybı % 0,2 olarak ölçülmüştür. 100 °C’in altındaki belirgin kütle kayıplarının, numunelerdeki buharlaşmadan kaynaklandığı düşünülmektedir. Numune A alaşımı

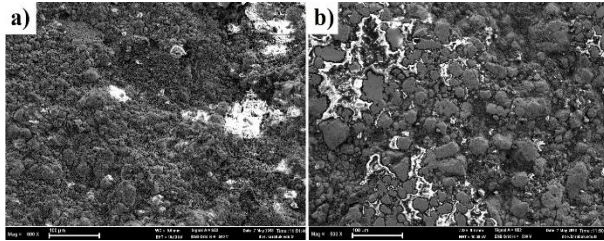


Şekil 2. Sentezlenen numunelerin XRD kırınım deseni eğrileri (XRD diffraction pattern curves of synthesized samples)

grubunda da düşük de olsa kütle kayıpları meydana gelmiştir.

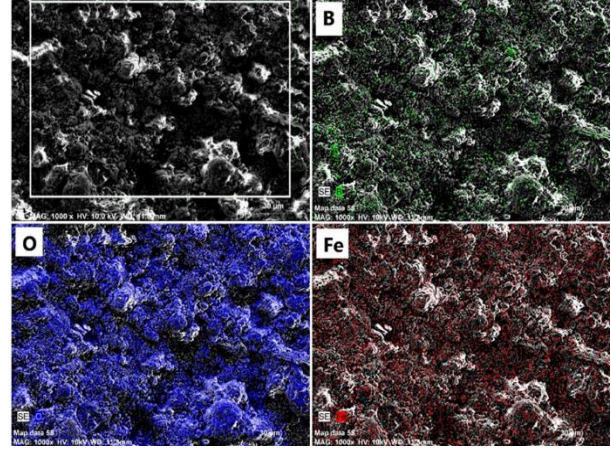
Mekanik alaşımlama ile sentezlenen numunelerin Şekil 4’te verilen mikroyapı (SEM) görüntülerinde malzeme yüzeylerinde düzensizlikler veya kristal yapıya sahip malzemelere kıyasla daha az düzenli yapı gözlemlenebilir. Buradan her iki malzemenin de amorf yapıya sahip olduğu anlaşılmaktadır. Numune A’nın

mikroyapısının Numune B'ye kıyasla daha küçük tanelerden oluştuğu görülmektedir. FeB bileşimine sahip malzemelerin mikroyapılarının düzensiz şekilli olduğu bilinmektedir [14]. Bununla birlikte yine SEM görüntülerinde Fe₂B olarak hedeflenen Numune B malzemenin görece daha belirgin olan tane sınırlarında bir miktar oksidasyon olduğu da görülmektedir. Numune A'nın yüksek sertliği ve gevrekliği, metalografik numune hazırlama safhasında yüzeylerin yeterince zımparalanamaması ve yüzeylerde bölgesel kopmalara sebep olmuştur (Şekil 4.a). Bunun yanında Numune B'nin ise metalografik numune hazırlama tekniklerine daha yatkın olduğu görülmüş ve bu durum Şekil 4.b'de büyük tanelerin kesitlerinin belirgin olmasından anlaşılabilir. Numunelerin yüzeylerine uygulanan EDS (Enerji Dağılım Spektrometresi) analizi ile yüzeylerdeki elementel dağılımlar tahmin edilmeye çalışılmıştır (Şekil 5 ve Şekil 6). Benzer parametrelerde yapılan incelemelerden Numune A (FeB) ve Numune B (Fe₂B) arasında elementel yoğunluk anlamında demir ve bor açısından farklılıklarla karşılaşılmıştır. Fe₂B bileşimi olarak hedeflenen Numune B'nin demir (Fe) elementi açısından Numune A'ya göre daha zengin olduğu Şekil 5 ve Şekil 6'da gösterilmiştir.

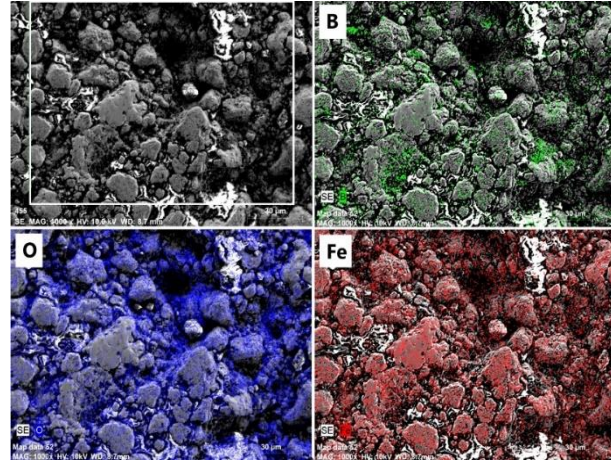


Şekil 4. Sentezlenen numunelerin SEM görüntüleri a) Numune A -FeB, b) Numune B -Fe₂B (SEM images of synthesized samples a) Sample A -FeB, b) Sample B -Fe₂B)

Verilen görüntülerde, numunelerin yüzeyinde demir ve bor elementlerinin homojen bir dağılım sergilediği görülmektedir, bu da elementlerin kararlı olduklarını göstermektedir. Ayrıca şekiller, demir parçacıklarının öğütme ile tipik deformasyonunu gösterirken, bor parçacıklarının ise ayrı kalarak topaklandığını göstermektedir [5]. Mekanik alaşımlama uygulamalarında bileşenlerden birinin gevrek diğerinin sünek olduğu (bu çalışmada demir) durumda bu bileşenin ilk aşamalarda deforme olduğu bilinmektedir [18]. EDS analizi sonuçlarına göre, yapıda Fe ve B elementlerinin yanı sıra oksitlerin de bulunduğu tespit edilmiştir. FeB alaşımında oksitlenme tanecik yüzeylerinde görülürken, Fe₂B alaşımında ise tanecik sınırlarında oksitlenme tespit edilmiştir.

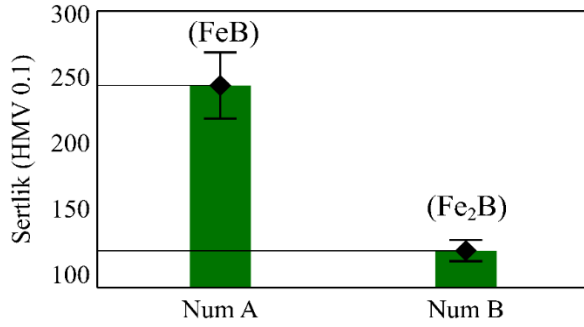


Şekil 5. FeB olarak hedeflenen Numune A'nın EDS analizi (EDS analysis of Sample A targeted as FeB)



Şekil 6. Fe₂B olarak hedeflenen Numune B'nin EDS analizi (EDS analysis of Sample B targeted as Fe₂B)

Numune A ve Numune B'ye ait mikrosertlik sonuçları, Şekil 7'de verilmektedir. Sonuçlara göre, FeB olarak hedeflenen Numune A 243 HV, Fe₂B olarak hedeflenen Numune B ise 118 HV sertlik değerlerine sahip oldukları anlaşılmıştır. Numune A (FeB) malzemesinin Numune B (Fe₂B)'ye göre daha sert olduğu anlaşılmaktadır. Numune B'nin düşük sertliği, bu malzemede Fe₂B bileşiği hedeflendiğinden içeriğindeki daha az bor miktarından kaynaklanmaktadır. Demir-bor denge diyagramına göre, Fe₂B (ağ. %8,83 bor) ve FeB (ağ. %16,23 bor) farklı oranlarda bor içeriğine sahiptirler ve bu durum aralarındaki sertlik farkını açıklamaktadır. Sertlik farkı aynı zamanda FeB ve Fe₂B tanelerinin ara yüzeyindeki Fe ve B atomlarının atomik difüzyon katsayılarının farklı olmasından kaynaklanmaktadır [14].



Şekil 7. Sentezlenen numunelerin sertlik sonuçları a) Numune A -FeB, b) Numune B -Fe₂B (Hardness results of synthesized samples a) Sample A -FeB, b) Sample B -Fe₂B)

Üretilen bileşimlerdeki sertlik farkı, belirli özellikler kombinasyonu gerektiren uygulamalarda önemli bir faktördür. Bu bileşimlerin belirli oranlarda karıştırılması ve mekanokimyasal yöntemlerle sentezlenmesi, ara sertlik değerlerinin elde edilmesine olanak sağlayabilir. Böylece, farklı bölgelerde farklı sertliklere sahip malzemeler üretilebilir. Bu yöntem sayesinde, özel olarak tasarlanmış malzemelerin üretimi daha verimli hale gelebilir. Örneğin, bir parça tasarımında, dış yüzeylerin (mekanik ve aşınma dayanımı gerektiren bölgeler) yüksek sertlik seviyelerinde, iç kısımların da (ani ve dinamik yüklere karşı tokluk gerektiren bölgelerde) orta veya düşük sertlik seviyelerinde olduğu bir malzeme tercih edilebilir. Bu durumda, iki malzeme arasındaki sertlik farkının kontrol edilebilmesi ve ara sertlik değerlerinin elde edilebilmesi, malzeme tasarımında daha esnek bir yaklaşım sunar. Bu nedenle, mekanokimyasal sentez yöntemleri ve iki malzeme arasındaki sertlik farkının optimize edilmesi, özellikle özel uygulamalar için tasarlanan malzemelerin üretiminde son derece faydalıdır.

6. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada, mekanokimyasal yöntemle, FeB ve Fe₂B bileşiklerinin üretilebilirliği araştırılmıştır. Demir ve bor elementel tozları mekanokimyasal alaşımlama yöntemiyle katı faz reaksiyonu ile sentezlenmiş ve ardından sinterleme ile hedeflenen numuneler başarıyla üretilmiştir. Yapılan incelemeler sonucunda elde edilen genel sonuçlar aşağıdaki verilmektedir.

- Üretilen numuneler üzerinde XRD analizi uygulanmış ve yüksek oranda amorf olan her iki malzemenin yapısının da ağırlıklı olarak Fe₂B fazından meydana geldiği fakat FeB olarak hedeflenen numune için stokiometrik katsayılarından kaynaklı olarak FeB fazına ait piklerin daha belirgin olduğu görülmüştür. XRD sonuçları hedeflenen sonuçların elde edildiğini göstermiştir.
- Numunelerin amorf yapıya sahip olması SEM analiziyle elde edilen mikroyapı görüntüleriyle desteklenmektedir. FeB olarak hedeflenen numunenin mikroyapısının Fe₂B olarak hedeflenen numuneye göre daha küçük tanelerden oluştuğu görülmüştür. EDS

analizinden numunelerin yüzeyinde bulunan demir ve bor elementlerinin yapıda homojen bir dağılım sergilediği anlaşılmıştır.

- Sertlik sonuçlarına göre, FeB olarak hedeflenen numunenin, Fe₂B olarak hedeflenen numunelere göre daha sert olduğu anlaşılmaktadır. FeB numunenin sertliğinin daha yüksek olması, içeriğindeki bor miktarının daha fazla olmasından kaynaklanmaktadır. Sertlik farkı aynı zamanda tanelerin ara yüzeyindeki Fe ve B atomlarının atomik difüzyon katsayılarının farklı olmasından kaynaklanmaktadır.

- Elde edilen farklı sertlikteki bileşimlerin belirli oranlarda karıştırılması ve mekanokimyasal yöntemlerle sentezlenmesi, ara sertlik değerlerinin elde edilmesine olanak sağlayarak farklı bölgelerde farklı sertliklere sahip fonksiyonel malzemelerin üretilebilmesine katkı sağlayacaktır.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Yazarlar Karabük Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğüne bu çalışmanın (KBÜ-BAP-18-YL-092) gerçekleştirilmesi sırasında yaptıkları finansal yardımları dolayısıyla teşekkür ederler.

ETİK STANDARTLARIN BEYANI (DECLARATION OF ETHICAL STANDARDS)

Bu makalenin yazarları çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler.

YAZARLARIN KATKILARI (AUTHORS' CONTRIBUTIONS)

Ülkü Aslı ÇELİK: Deneyleri yapmış ve sonuçlarını analiz etmiştir.

Talha SUNAR: Sonuçları analiz etmiş verileri derlemiştir. Grafik ve tabloları oluşturarak makalenin yazım işlemini gerçekleştirmiştir.

Dursun ÖZYÜREK: Deneyleri yapmış ve sonuçlarını analiz etmiştir.

Metin GÜRÜ: Çalışmayı ve deneyleri yönlendirmiş ve sonuçlarını analiz etmiştir.

ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST)

Bu çalışmada herhangi bir çıkar çatışması yoktur.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Zengin A., Aka B., Gençay S. and Uzun M., "Bor Madeninin Endüstriyel Uygulamaları", *European Journal of Science and Technology*, 46: 161–178, (2022).
- [2] Turkbay T., Bongono J., Alix T., Laratte B. and Elevli B., "Prior knowledge of the data on the production capacity of boron facilities in Turkey", *Cleaner Engineering and Technology*, 10: 100539, (2022).

- [3] www.etimaden.gov.tr/metalurji, “Endüstriyel Mineral Borat”, Eti Maden, (2023).
- [4] www.cevherdenmucevhere.com, “Dünyanın en kaliteli BOR rezervi Türkiye’de”, Eti Maden, (2023).
- [5] Abenojar J., Velasco F., Mota J. M. and Martínez M. A., “Preparation of Fe/B powders by mechanical alloying”, *Journal of Solid State Chemistry*, 177: 382–388, (2004).
- [6] Sahin S., Meric C. and Saritas S., “Production of ferroboron powders by solid boronizing method”, *Advanced Powder Technology*, 21: 483–487, (2010).
- [7] Gençer Y. and Tarakçı M., “Kontrollü Atmosferde Üretilmiş Fe-Co İkili Alaşımlarının Borlanması ve Karakterizasyonu”, *Politeknik Dergisi*, 20: 681-688, (2017).
- [8] Yıldız İ. and Güneş İ. “Borlanmış % 5 Mg Katkılı Ni-Mg Alaşımının Yüzey Özelliklerinin İncelenmesi”. *Politeknik Dergisi*, 23: 97-104, (2020).
- [9] Gupta R. and Gupta A., “Mechanical alloying of Fe-B powders”, *Materials Science and Engineering A*, 304–306: 442–445, (2001).
- [10] Krasnowski M., Gierlotka S. and Kulik T., “FeAl-B composites with nanocrystalline matrix produced by consolidation of mechanically alloyed powders”, *Journal of Alloys and Compounds*, 791: 75-80, (2019).
- [11] Krasnowski M., Grabias A., Ferenc J. and Kulik T., “Structure, thermal stability and magnetic properties of mechanically alloyed (Fe-Al)-30vol%B powders”, *Journal of Alloys and Compounds*, 776: 215–223, (2019).
- [12] Sviridova T. A., Shelekhov E. V., Bazilyan V. I., Chueva T. R., Shvyndina N. V. and Dyakonova N. P., “Influence of mechanical alloying conditions on amorphous phase formation in Fe67B33”, *Journal of Alloys and Compounds*, 586: 73–77, (2014).
- [13] Fang H. M. and Xu F., “Research on Properties of Fe-Based Powder Metallurgy Material Strengthened by Boriding”, *Strength of Materials*, 52: 621–626, (2020).
- [14] Kang S., Xu Z., Choi Y., Fujita K., Matsugi K. and Yu J., “Spark sintering behavior of ubiquitously Fe-B and fe powders and characterization of their hard composites”, *Materials Transactions*, 57: 600–607, (2016).
- [15] Wei Y., Liu Z., Ran S., Xia A., Yi T. F. and Ji Y., “Synthesis and properties of Fe-B powders by molten salt method”, *Journal of Materials Research*, 32: 883–889, (2017).
- [16] Fang H., Xu F. and Zhang G., “Investigation of Dry Sliding Wear Behavior of Pack Boriding Fe-Based Powder Metallurgy”, *Integrated Ferroelectrics*, 208: 67–82, (2020).
- [17] Krasnowski M., Grabias A. and Kulik T., “Phase transformations during mechanical alloying of Fe-50% Al and subsequent heating of the milling product”, *Journal of Alloys and Compounds*, 424: 119–127, (2006).
- [18] Suryanarayana C., “Mechanical alloying and milling”, *Progress in Materials Science*, 46: 1–184 (2001).