

---

*Araştırma Makalesi / Research Article*

---

## **Yüksek Sıcaklık Hacim Yanma Sentezi ile Üretilen Fe<sub>3</sub>Al Malzemede Presleme Basıncının ve Isıtma Hızının Gözeneklilik ve Mikro Sertlik Üzerine Etkisinin Araştırılması**

Neşe ÖZTÜRK KÖRPE<sup>1\*</sup>, Berk Can YÜCEL<sup>2</sup>, Nurşen KOÇ<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Eskişehir

<sup>2</sup>Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi, Eskişehir  
(ORCID: 0000-0002-6868-8126) (ORCID: b0000-0003-2913-7804) (ORCID: 0000-0002-1017-7542)

---

### **Öz**

Kısa işlem süresi, düşük enerji gereksinimleri ve düşük maliyet özellikleri nedeniyle yanma sentezi yöntemiyle üretim, günümüzde oldukça popüler hale gelmiştir. Küçük başlangıç enerjisi ile oluşturulan ve kendiliğinden ilerleyen ekzotermik kimyasal reaksiyon sonucu istenilen ürünün elde edildiği bu işlemin dezavantajlarından biri malzemenin gözenekliliğidir. Bu çalışmada, Fe<sub>3</sub>Al(Fe-at.% 28Al) tozları farklı başlangıç presleme basınçlarında (75 bar, 150 bar, 300 bar) preslenmiş ve farklı ısıtma hızlarında ısıtılarak hacim yanma sentezi yöntemi(VCS) ile sentezlenmiştir. Gözeneklilik, mikroyapı ve faz incelemeleri için X-Işını kırınımı(XRD), elektron mikroskopu(SEM) görüntü analizi ve Vickers mikro sertlik ölçümü kullanılmıştır. Arşimet yöntemi ile nihai ürün yoğunluk ve gözeneklilik değerleri bulunmuştur. Sonuç olarak Fe<sub>3</sub>Al fazının elde edilebildiği 150 bar presleme basıncı ve yüksek ısıtma hızı optimum değer olarak belirlenmiştir.

**Anahtar kelimeler:** Metallerearası Bileşik, Fe<sub>3</sub>Al, Yüksek Sıcaklık Yanma Sentezi.

---

## **Investigation of the Effect of Pressing Pressure and Heating Rate on Porosity and Microhardness of Fe<sub>3</sub>Al Material Produced by High Temperature Volume Combustion Synthesis**

---

### **Abstract**

Due to the short processing time, low energy requirements and low cost characteristics, production by combustion synthesis has become quite popular nowadays. One of the disadvantages of this process in which the desired product is obtained as a result of exothermic chemical reaction which is formed by small initial energy and progressed spontaneously is the porosity of the material. In this study, Fe<sub>3</sub>Al (Fe-at. 28% Al) powders were pressed at different initial pressing pressures (75 bar, 150 bar, 300 bar) and synthesized by volume combustion synthesis method (VCS) by heating at different heating rates. X-ray diffraction (XRD), electron microscopy (SEM) image analysis and Vickers micro hardness measurement were used for porosity, microstructure and phase investigations. The final product density and porosity values were determined by Archimedes method. As a result, 150 bar pressing pressure and high heating rate at which Fe<sub>3</sub>Al phase can be obtained is determined as optimum value.

**Keywords:** Intermetallic Compounds, Fe<sub>3</sub>Al, High Temperature Combustion Synthesis.

---

### **1. Giriş**

Genellikle kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık yanma sentezi (SHS) veya yanma sentezi (CS) olarak adlandırılan reaksiyon sentezi, seramikler, kompozitler ve metallerearası bileşiklerin üretim yöntemi olarak yıllarca araştırılmıştır [1,2]. Yanma sentezi, toz reaksiyonu ve ekzotermik reaksiyon ısısı

---

\*Sorumlu yazar: [neseoz@ogu.edu.tr](mailto:neseoz@ogu.edu.tr)

Geliş Tarihi: 03.10.2018, Kabul Tarihi: 18.03.2019

kullanılarak inorganik bileşik malzemelerin üretiminde kullanılan yeni bir teknolojidir. Yanma sentezi prosesleri, kısa reaksiyon süreleri, yüksek ısınma hızları ve yüksek sıcaklıkla karakterize edilmektedirler [3].

Yanma sentezi (CS) iki şekilde gerçekleştirilebilir; düzlemsel dalga yayılımı modu (PWP) ve hacim yanma sentezi (VCS). Her iki durumda da reaktifler, tipik olarak silindirik şeklindeki bir pelet şeklinde preslenebilir. Daha sonra numuneler, ekzotermik bir reaksiyon başlatmak için ya bölgesel (PWP) ya da hacimsel (VCS) olarak harici bir kaynak (örn. Tungsten bobin, lazer) ile ısıtılır. Hacimce yanma sentezi sırasında, numunenin tamamı hacim boyunca reaksiyonun eş zamanlı oluşmasına kadar kontrollü bir şekilde ısıtılmasıyla gerçekleşir. Bu sentez modu, ateşlemeden önce ön ısıtmaya ihtiyaç duyan zayıf ekzotermik reaksiyonlar için daha uygundur [4].

Metallerarası fazlar, özellikle de geçiş metali alüminidleri, fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerinin potansiyel olarak çekici olması nedeniyle malzeme bilimcilerin dikkatini çekmektedirler. Son yıllarda metallerarası matrisli malzeme imalatı ve işlenmesi konusunda muazzam derecede ilerleme kaydedilmiştir [5].

Yanma sentezi yöntemiyle metallerarası bileşiklerin üretimi üzerine ilk yayınlar 1970 yılı civarında ortaya çıkmıştır [6, 7, 8]. Metallerarası bileşikler genellikle, sıvı halden kristalleşme (örneğin, yönlü soğutma ile vakum ergitme) ile elde edilebilir. Ayrıca sinterleme (örneğin, reaktif sinterleme veya reaktif sıcak izostatik sıkıştırma) karmaşık şekilli yüksek performanslı metallerarası alaşımların imalatı için kullanılır. Bunların ve diğer geleneksel yöntemlerin hepsi, yüksek enerji ve pahalı teçhizatları gerektirirler. Gelişmiş yüksek sıcaklık malzemelerin yanma sentezinin yüksek enerji girişi gerektirmediği, geleneksel tekniklerle karşılaştırıldığında çok daha kısa işlem süresine sahip olduğu ve nispeten basit donanım içerdiği bilinmektedir. Bu sebeplerden dolayı, metallerarası bileşiklerin sentezi için çekici bir yöntemdir [9]. Yüksek sıcaklık uygulamaları için elverişli olmaları itibarıyla klasik  $Ti_3Al$ ,  $TiAl$ ,  $Ni_3Al$  ve  $NiAl$  fazları yoğun bir şekilde araştırılmıştır. Bunların dışında pek yaygın olmayan bazı metallerarası bileşikler de yüksek sıcaklık uygulamaları için ümit vaat etmektedir [10].

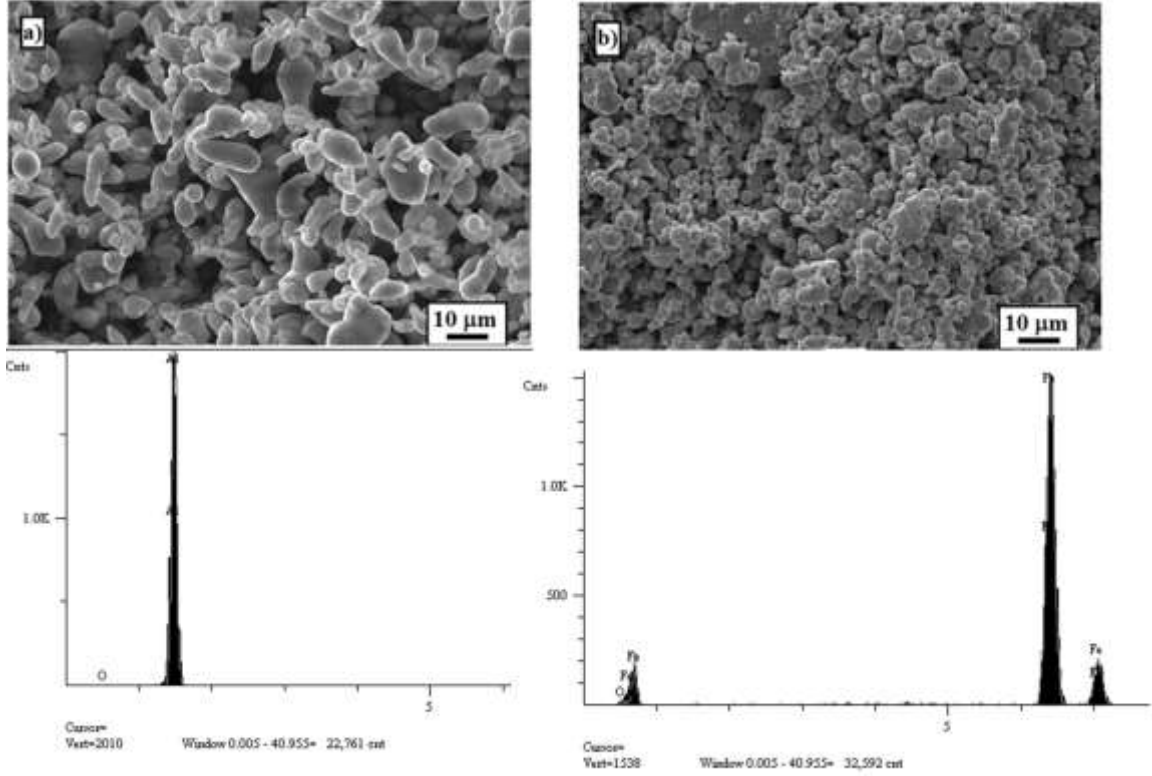
Demir alüminidler, mükemmel oksitlenme direncinin ilk belirlendiği 1930'lardan beri ilgi çekmişlerdir [11]. Aynı zamanda paslanmaz çelikten daha düşük bir malzeme maliyetine ve daha düşük yoğunluğa sahiptirler. Bu avantajları, uçak, ısı değiştirici, manyetik ve elektronik parçalar ve nükleer reaktör bileşenleri gibi yapısal elemanlar da dâhil olmak üzere birçok yüksek sıcaklık uygulamaları için demir-alüminyum alaşımlarının değerlendirilmesine yol açmıştır [12].

Mevcut çalışmada  $Fe_3Al(Fe-at.\%28Al)$  alaşımı VCS sentezlemesi ile üretilmiştir. Bu sentezlemede farklı başlangıç presleme basınçlarının (75-150-300 bar) ve yavaş ısıtma hızının üretilen malzemelerin yoğunluğuna ve gözenekliliğine etkisi incelenmiştir. Ürünlerin mikroyapıları optik ve elektron mikroskobu yardımıyla görüntülenmiş, elde edilen fazlar XRD ve EDS analizleri ile karakterize edilmiştir. Başlangıç göreceli yoğunluk geometrik olarak, yanma sentezi ürünleri yoğunlukları ise Arşimet Prensibi kullanılarak ölçülmüştür. Vickers sertlik değerleri saptanarak mekanik karakterizasyon gerçekleştirilmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

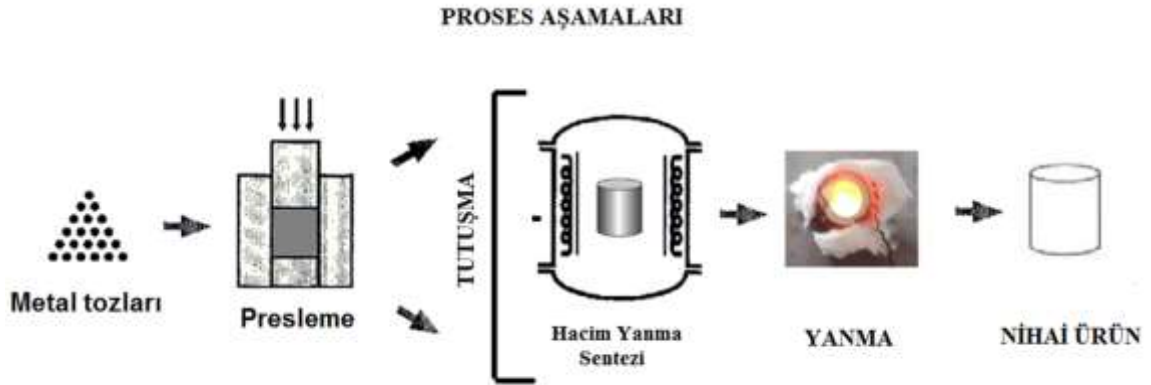
### 2.1. Kullanılan malzemeler

Başlangıç malzemeleri olarak Şekil 1' de SEM/EDS analizi sonuçları verilmiş olan saf alüminyum tozu (Alfa Aesar, saflık %99,5, toz boyutu -325 mesh) ve saf demir tozu (Alfa Aesar, saflık %99,5, toz boyutu <45 mikron) kullanılmıştır. Demir - alüminyumun elementel tozları uygun oranlarda (at.% 28 Al) koruyucu atmosferde eldiven kutu(glovebox) içerisinde harmanlanmıştır. Bu tozlar 75, 150 ve 300 bar' da her biri 11 mm uzunlukta ve 10 mm çapında silindirik numuneler şeklinde izostatik olarak çelik kalıplarda preslenmiştir.



Şekil 1. Kullanılan metalik tozların SEM görüntüleri-EDS analizleri a) Al tozu b) Fe tozu

Bu çalışmada kullanılan hacim yanma sentezi sistemi şematik olarak Şekil 2’de gösterilmiştir. Hacim yanma sentezinde(VCS) işlem, silindirik seramik potanın etrafına sarılan telin ısıtılarak hacim içinde yanmaların başlamasıyla gerçekleştirilmiştir. İşlemler açık atmosferde yapılmıştır ancak ısı kaybının engellenmesi için işlemlerin gerçekleştirildiği potaların boyutları küçük olarak seçilmiş ve işlem sırasında oksitlenmeyi önlemek amacıyla refrakter kapak ile kapatılarak reaksiyon süresince hava ile teması kesilmiştir. Diferansiyel termal analiz ile belirlenen ön ısıtma sıcaklığına varyak yardımıyla ulaşılmıştır.



Şekil 2. VCS modunda gerçekleştirilen yanma sentezlerinin şematik gösterimi

## 2.2. Malzeme Karakterizasyonu

### 2.2.1. Diferansiyel termal analiz (DTA)

DTA analizi ile uygun bileşimdeki toz karışımının sentezlenmesinde ekzotermik reaksiyon sonucu açığa çıkan enerji ve ön ısıtma için gereken sıcaklık belirlenmiştir.

### 2.2.2. Yoğunluk ölçümleri

Reaksiyon sonucu numunelerinin yoğunlukları ve gözeneklilik değerleri Arşimet prensibi ile belirlenmiştir[13].

### 2.2.3. Mikroyapısal karakterizasyon

Her bir numune, merkez eksenini boyunca bir aşındırıcı kesme diski kullanılarak kesilmiş ve bakalite alınmıştır. Numuneler, 180, 600, 800 ve 1200 meshlik SiC zımpara kâğıtları kullanılarak zımparalanmış ve ardından 1-3 µm elmas pasta ile parlatılmışlardır. Metalografik özellikler ve faz bileşimleri, dijital görüntüleme işlemcisine bağlı ışık mikroskobu, enerji dağılımlı X-ışını spektrometresi (EDS) ile donatılmış Jenoptic Progres CF taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Faz analizi için X-ışını difraktogramları, Bruker AXS D8 modeli X-ışını difraktometre kullanılarak 20° ile 90° 2θ açılı arasında 40 kW'de sürekli tarama ile elde edilmiştir.

### 2.2.4. Mikrosertlik karakterizasyonu

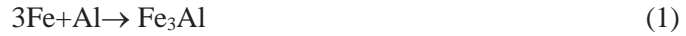
Mikrosertlik değerleri, FM-800 Vickers sertlik ölçme cihazı ile 50 N yük altında 15 sn boyunca uygulanarak ölçülmüştür. Sertlik değerleri numune başına 5 ayrı ölçümün ortalaması hesaplanarak tespit edilmiştir.

### 2.2.5. Adyabatik Yanma Sıcaklığı

Termodinamik hesaplamalar, belirli bir yanma reaksiyonunu ateşleme veya başlatma kabiliyetini öngörebilir ve ön ısıtma sıcaklığının reaksiyon entalpilerinden değerlendirildiği şekilde optimize edilmesine yardımcı olabilir.

Bir reaksiyonun kendini sürdürmesi için, yüksek derecede ekzotermik olması ve bu nedenle yüksek sıcaklıklarla ilişkilendirilmesi gerekir. Reaksiyon sırasında ürün tarafından elde edilen sıcaklığın bir göstergesini sağlayan bir anahtar parametre, ürünlerin entalpilerinin, bir başlangıç sıcaklığında, reaktanlarınkilere eşit olduğu sıcaklık olarak tanımlanan adyabatik yanma sıcaklığı,  $T_{ad}$ ' dir.

Reaksiyonun entalpisinin ürünleri ısıttığı ve çevreyle ısı alışverişi olmadığı varsayılmaktadır. Reaksiyon sırasında dikkate alınmadan ve maksimum sıcaklıkta sentez işleminin tamamen tamamlandığını varsaymak suretiyle reaksiyon basitleştirilebilir;



Adyabatik bir ortam varsayılarak ve enerjinin korunması göz önünde bulundurarak, reaksiyon sistemindeki entalpi değişimi aşağıdaki şekilde hesaplanabilir[14];

$$\sum n_i \Delta H_{298} + \int_{298}^{T_{\text{ön}}} \sum n_i C_p (R_i) dT = \int_{298}^{T_{\text{erg}}} \sum m_j C_p (P_j) dT + \Delta H_{\text{erg}} + \int_{298}^{T_{\text{ad}}} \sum m_j C_p (P_j) dT \quad (2)$$

$\Delta H_{298}$  oluşum entalpisi,  $\Delta H_{\text{erg}}$  Ergime entalpisi,  $C_p$  ısı kapasitesi,  $R_i$  ve  $P_j$  reaktantlar ve ürünlere ait değerler,  $T_{\text{ön}}$ ,  $T_{\text{ad}}$ ,  $T_{\text{erg}}$  ön ısıtma sıcaklığı, adyabatik sıcaklık ve ergime sıcaklığı değerlerini vermektedirler. n ve m reaktan ve sentezlenmiş ürünlerin sayısıdır (Tablo 1).

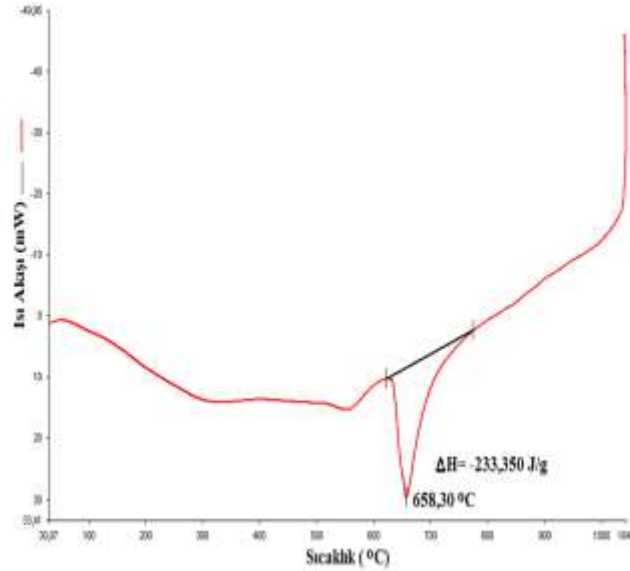
**Tablo 1.** Malzemelerin termodinamik verileri [15]

	$\Delta H_{298}(\text{J/mol})$	$\Delta H_{\text{ergime}}(\text{J/mol})$	$T_{\text{ergime}}(\text{K})$	$C_p(\text{J/mol.K})$
<b>Al (Katı)</b>	0		933	$20,67+12,39*10^{-3} T$
<b>Fe(<math>\alpha</math>-katı)</b>	0			$12,29+37,7*10^{-3} T$
<b>Fe<sub>3</sub>Al (katı)</b>	-57372	13500	1130	$13,67+2,9*10^{-3} T$
<b>Fe<sub>3</sub>Al (sıvı)</b>				41,74

### 3. Bulgular ve Tartışma

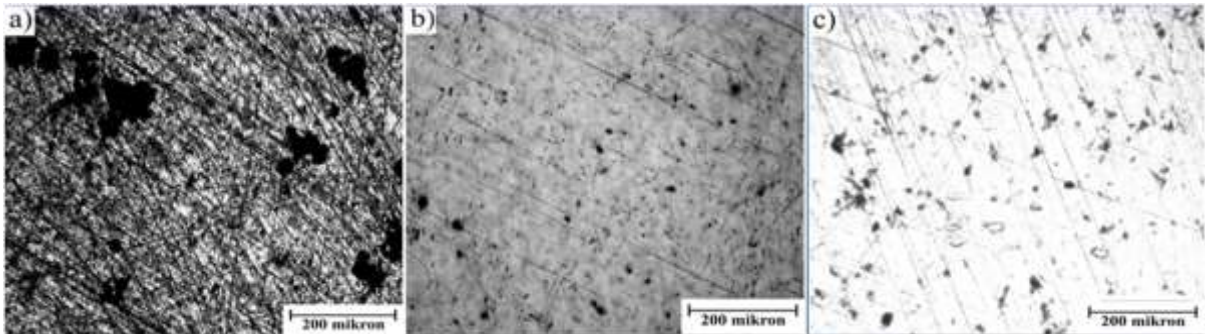
Ekzotermik bir reaksiyondan salınan ısı, ürünlerin sıcaklığını artırır. Alüminyum tozlarının ergime noktasına yakın bir sıcaklıkta reaksiyon sentezi devreye girer. Oluşan ısı, alüminyumun komşu tabakalarının sıcaklığını yükseltir ve diğer metalin sıcaklığını yükselttiğinden, reaksiyon kendi kendine ilerler. Mevcut çalışmada, DTA(Şekil 3) ile belirlenen 645°C ön ısıtma sıcaklığına ısıtma ile oluşacak adyabatik sıcaklık (Tad), yani adyabatik şartlarda (1) reaksiyonuna göre (2) formülü teorik sıcaklık, ~2410°C olarak hesaplanmıştır. Isıtma sırasındaki faz dönüşümleri de hesaplamalarda dikkate alınmıştır. Yanma ilerlemesi kararlılığı, üretilen ısı miktarının yanı sıra, çevreleyen ve kalan reaktanların neden olduğu ısı kaybına da bağlıdır. Düşük adyabatik sıcaklık, eylem için üretilen ısı miktarının düşük olduğu ve dolayısıyla reaksiyonun kararlı bir şekilde ilerleyemediği anlamına gelir. Merzhanov [16] tarafından önerilen kritere göre, hesaplanan adyabatik sıcaklık 1527 ° C'den (1800K) yüksekse ekzotermik bir reaksiyon kendiliğinden yayılır. Teorik olarak hesaplanan adyabatik sıcaklık bu kritere göre reaksiyon gerçekleşebilmesi için uygun değerdedir.

Şekil 3'te görüldüğü gibi endotermik ve ekzotermik reaksiyonların belirlenmesi için 1000 °C'ye 10 °C/dk ısıtma hızında yapılan DTA analizi sonucunda yaklaşık 660 °C'de -233,350 J/g değerinde literatürle uyumlu ekzotermik pik tespit edilmiştir [17]. Reaksiyonun başladığı sıcaklık 645 °C ön ısıtma sıcaklığı olarak kullanılmıştır.

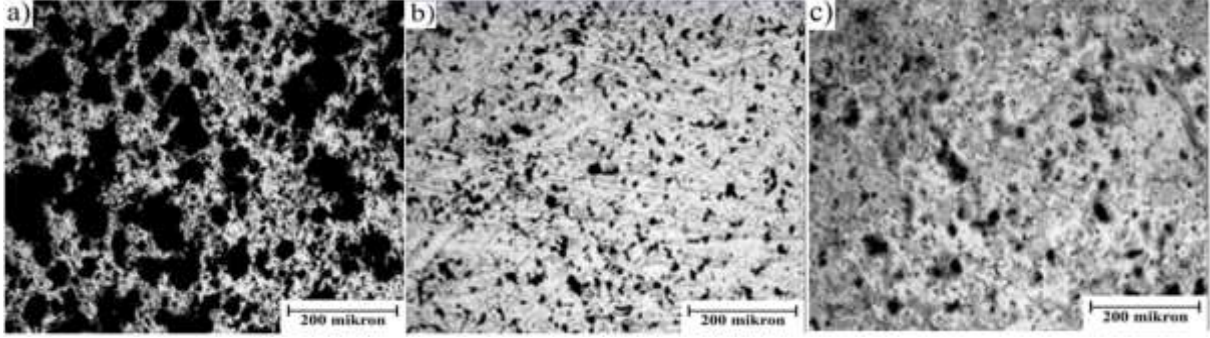


Şekil 3. 150 bar basıncında preslenen ve VCS sisteminde üretilen Fe<sub>3</sub>Al numunesinin DTA analizi

Elde edilen malzemelerin metalografik olarak zımpara ve parlatma aşamalarından sonra alınan optik mikroskopik görüntülerinden (Şekil 4, Şekil 5), artan presleme basıncına bağlı olarak en fazla gözenekliliğin 75 bar başlangıç presleme basıncında olduğu söylenebilir.



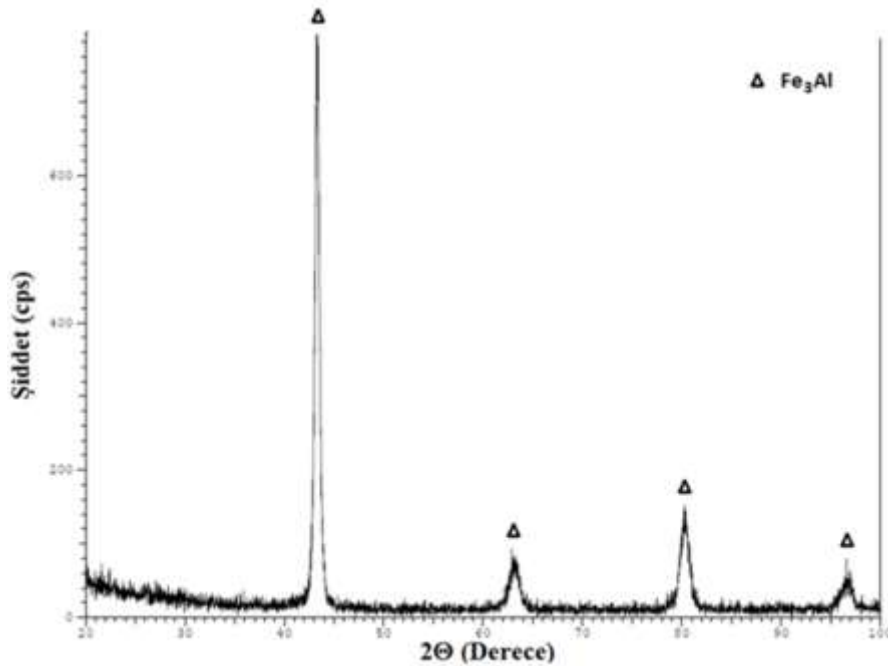
Şekil 4. VCS yöntemi ile yüksek ısıtma hızında ve farklı presleme basınçlarında elde edilen Fe<sub>3</sub>Al alaşımlarının optik mikroskopik görüntüleri a) 75 bar b) 150 bar c) 300 bar



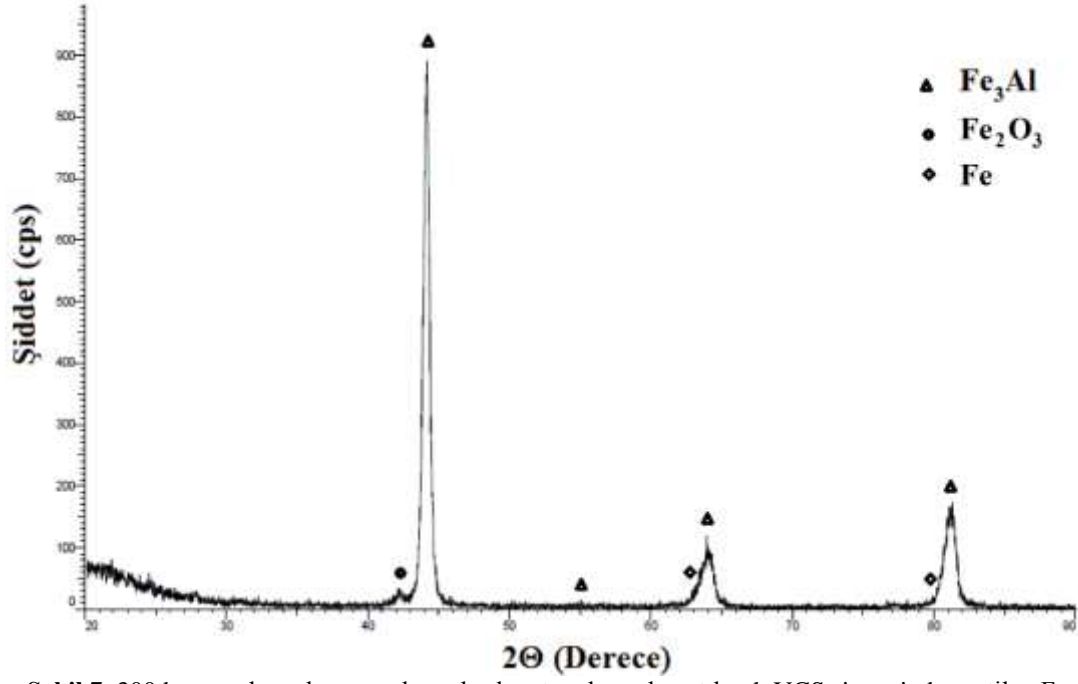
Şekil 5. VCS yöntemi ile yavaş ısıtma hızında ve farklı presleme basınçlarında elde edilen  $Fe_3Al$  alaşımlarının optik mikroskobik görüntüleri a) 75 bar b) 150 bar c) 300 bar

Başlangıç malzemelerinin preslenme basınçları yanma sentezi reaksiyonlarında önemli rol oynamaktadırlar. Sistemlerin sıkı hale gelebilme özelliği ile malzemelerin sertlik ve mukavemet gibi özellikleri doğrudan ilişkilidir. Önemli derecede yüksek veya düşük yoğunluğa sahip peletler zorlukla karşılaşacaklardır. Başlangıç yoğunluğu, yanma reaksiyonun başlama ve ilerlemesinde yeterli parçacık temasına neden olması ancak bu temasın termal iletkenliğin artmasına bağlı olarak reaksiyon bölgesinden aşırı ısı kaybına neden olacak kadar çok olmamasını sağlayacak derecede olmalıdır [18]. Yanma ürünlerinin porozitesi genellikle üç faktöre bağlıdır; başlangıç relatif yoğunluk, reaktanların ve ürünlerin molar yoğunluklarındaki fark ve yanma süresince oluşan empürite gazları. Mevcut çalışmada paketlenme yoğunluğu artışı ile erimiş Al parçacıkların kaynaşması sağlanmış ve paketlenme yoğunluğunun artışı ile termal iletkenlik arttırmıştır. Buna bağlı olarak mikroyapısal görüntüleme, yüksek ısıtma hızında ısıtılmış numunelerde elde edilen gözenekliliğin (Şekil 4) yavaş ısıtma hızında ısıtılmış numunelerin gözenekliliğine göre çok daha az oranda olduğu görülmektedir.

Şekil 6'da 150 bar presleme basıncında, Şekil 7'de ise 300 bar presleme basıncında preslenmiş ardından yüksek ısıtma hızıyla ısıtılarak üretilen  $Fe_3Al$  numunesinin XRD paternleri verilmiştir. Bu numunenin XRD paternleri (Şekil 6) incelendiğinde tek fazlı  $Fe_3Al$  metallerearası malzemesi elde edildiği tespit edilmiştir. Şekil 7'de ise 300 bar presleme basıncında preslendikten sonra yine yüksek ısıtma hızında ısıtılarak sentezlenmiş numunede  $Fe_3Al$  metallerearası fazının yanı sıra demir oksit ( $Fe_2O_3$ ) ve Fe fazı gözlemlenmiştir.

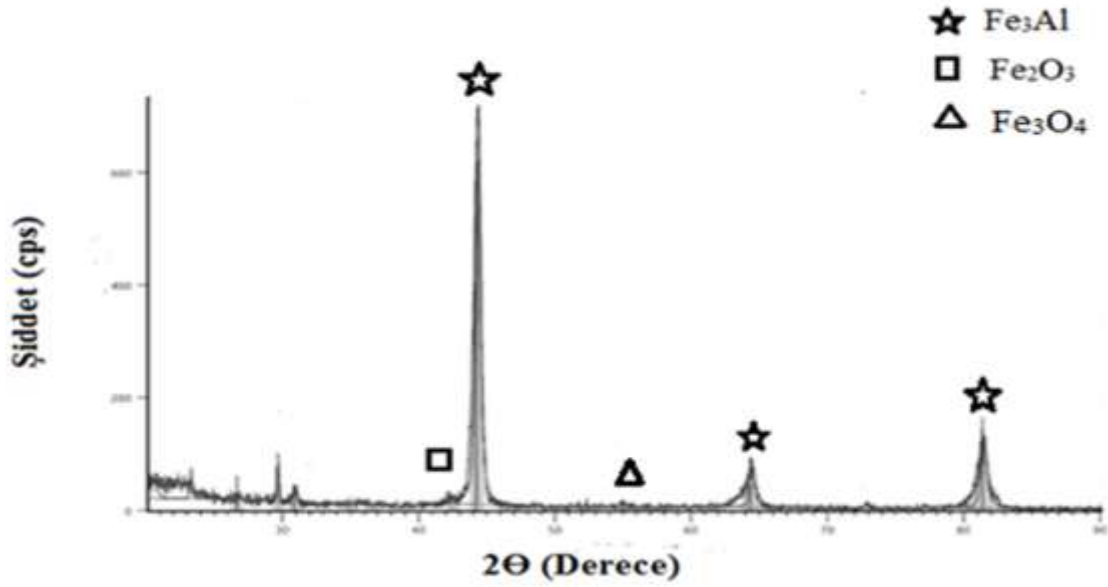


Şekil 6. 150 bar presleme basıncında, yüksek ısıtma hızında ısıtılarak VCS sisteminde üretilen  $Fe_3Al$  numunesinin XRD paternleri

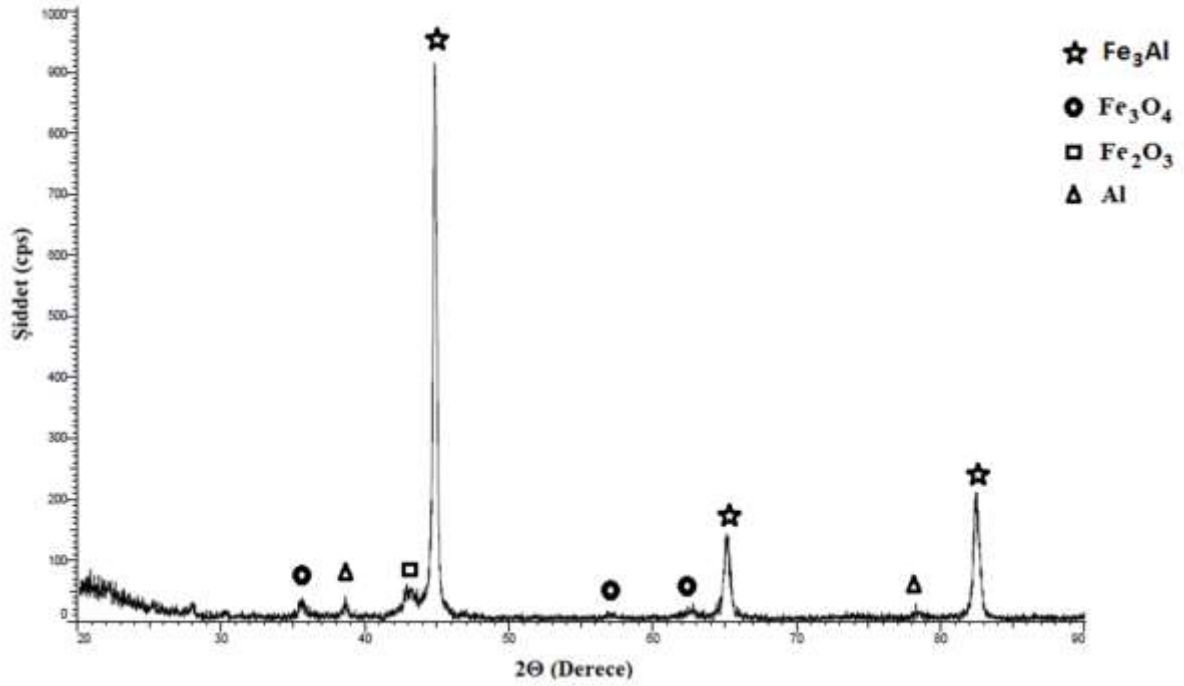


Şekil 7. 300 bar presleme basıncında, yüksek ısıtma hızında ısıtılarak VCS sisteminde üretilen  $Fe_3Al$  numunesinin XRD paternleri

Şekil 8’de 150 bar ve Şekil 9’da 300 bar presleme basınçlarında, yavaş ısıtma hızıyla üretilen  $Fe_3Al$  numunesinin XRD paternleri verilmiştir.



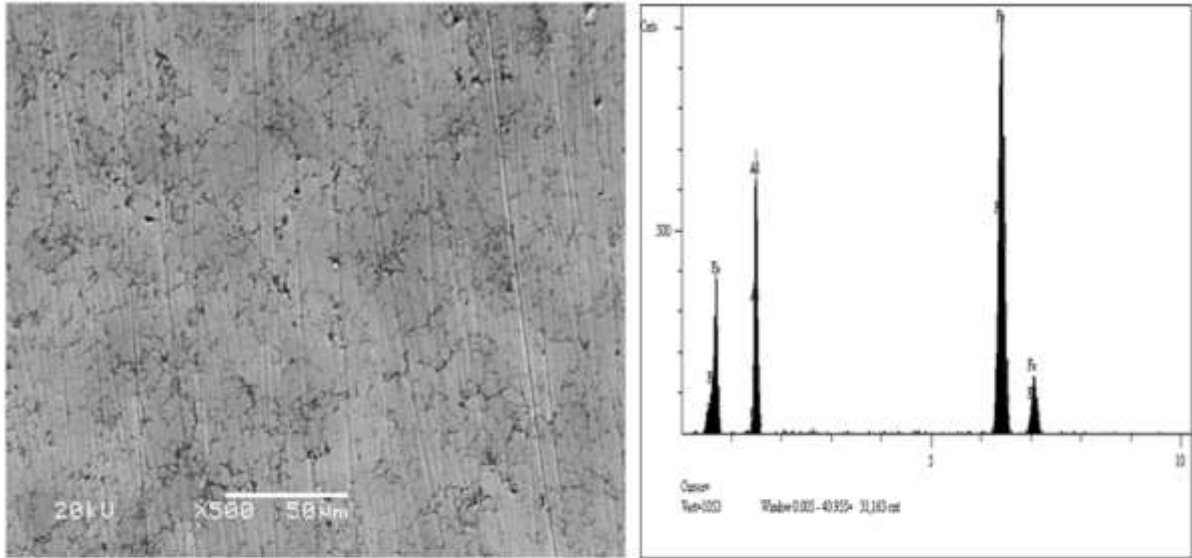
Şekil 8. 150 bar presleme basıncında, yavaş ısıtma ile ısıtılarak VCS sisteminde üretilen  $Fe_3Al$  numunesinin XRD paternleri



Şekil 9. 300 bar presleme basıncında, yavaş ısıtma ile ısıtılarak VCS sisteminde üretilen Fe<sub>3</sub>Al numunesinin XRD paternleri

Bu numunelerin XRD paternleri incelendiğinde istenilen Fe<sub>3</sub>Al fazının yanı sıra reaksiyonun tamamlanamamış olmasından dolayı Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Al fazları da tespit edilmiştir.

Aşağıda Şekil 10' da 150 bar presleme basıncında, yüksek ısıtma hızında üretilen Fe<sub>3</sub>Al numunesinin SEM mikro yapı görüntüleri ve EDS analiz değerleri verilmiştir. EDS analizi sonucunda istenilen stokiometrik oranlara (at. %72,364 Fe, %27,636 Al) ulaşıldığı görülebilir.

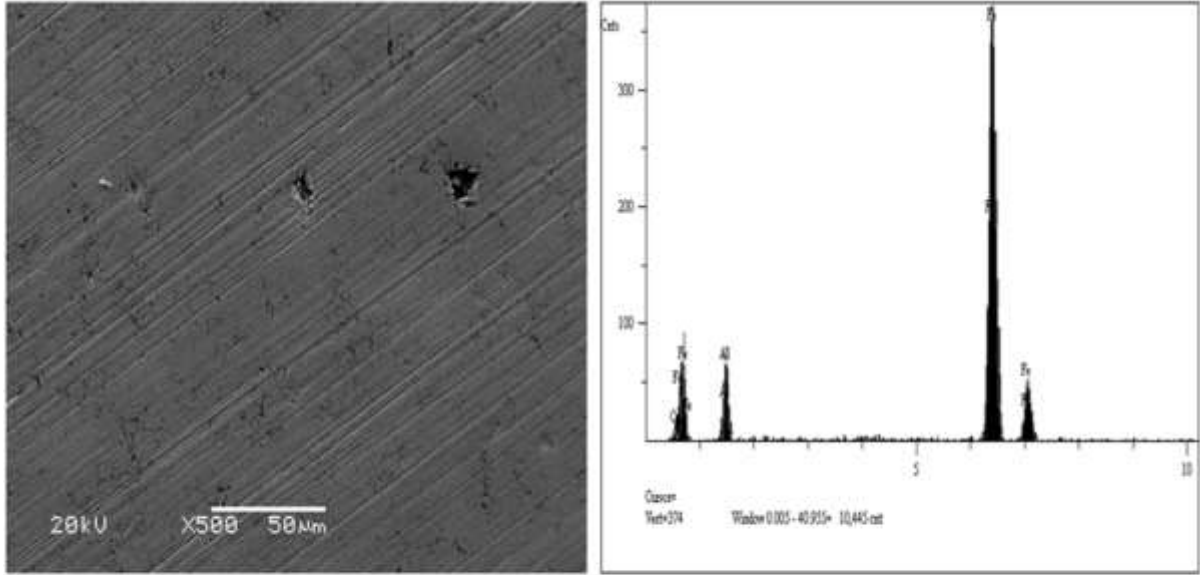


BİLEŞEN	ATOMİK %	AĞIRLIKÇA %	
Al	27,636	15,577	
Fe	72,364	84,423	
	100,000	100,000	Toplam

Şekil 10. 150 bar presleme basıncında, yüksek ısıtma hızında ısıtılarak VCS sisteminde üretilen Fe<sub>3</sub>Al numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizi



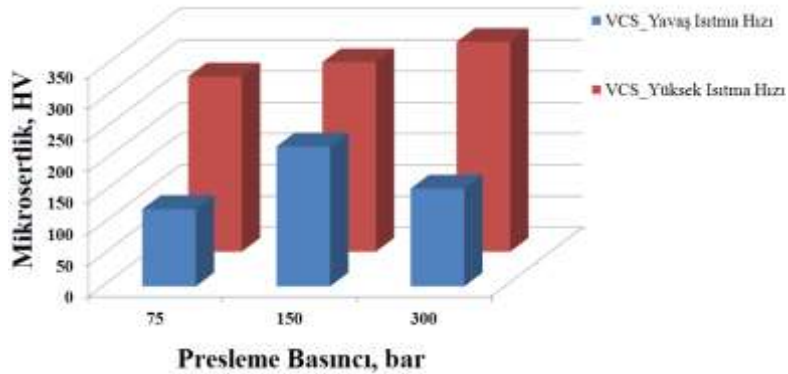
Şekil 11’de 300 bar presleme basıncında, yüksek ısıtma hızında üretilen Fe<sub>3</sub>Al numunesinin SEM mikro yapı görüntüleri ve EDS analizi verilmiştir. EDS analizinde oksijenin varlığından dolayı dönüşümün tam olarak gerçekleşmediği düşünülmektedir.



BİLEŞEN	ATOMİK %	AĞIRLIKÇA %	
Al	16,779	9,154	
Fe	79,346	89,593	
O	3,875	1,254	
	100,000	100,000	Toplam

Şekil 11. 300 bar presleme basıncında, yüksek ısıtma hızında ısıtılarak hacim yanma sentezi sisteminde üretilen numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizi

Başlangıç tozlarının sıkışması yanma sentezi reaksiyonunda önemli bir rol oynamaktadır. Çok yüksek veya çok düşük yoğunluklarda üretilen bir kompakt zor tutuşacaktır. Başlangıç yoğunluğunun reaksiyonun ateşlenmesi ve yayılımı üzerindeki etkisi, iyi bir parçacık teması arasındaki dengeye bağlıdır ancak artan termal iletkenlik nedeniyle tepkime bölgesinin aşırı ısı kaybına yol açmaması da gerekir [19]. 150 bar presleme basıncında, yüksek ısıtma hızında ısıtılarak hacim yanma sentezi sisteminde üretilen Fe<sub>3</sub>Al numunesi dışındaki numunelerde ısı kaybının oluşmasına bağlı olarak dönüşümlerin tam olarak tamamlanamadığı ve farklı fazların oluştuğu gözlemlenmiştir. Şekil 12’de hacim yanma sentezi ile üretilen Fe<sub>3</sub>Al numunelerinin mikro sertlik değerleri karşılaştırılmıştır.



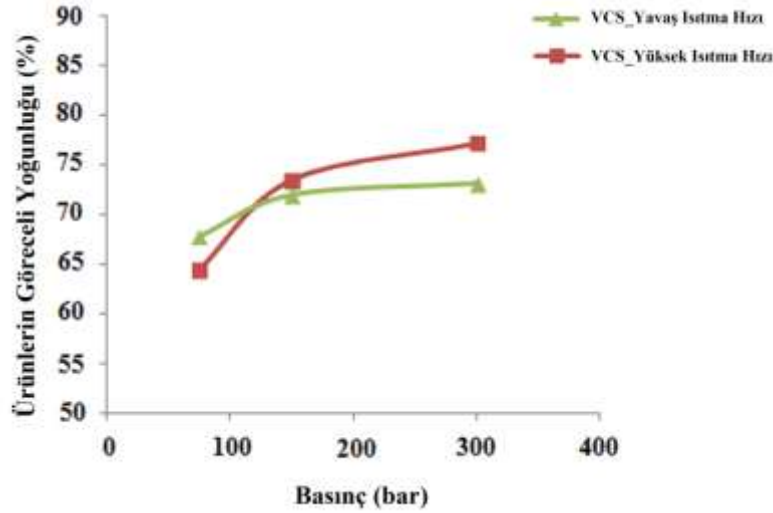
Şekil 12. Hacim yanma sentezi sistemi ile üretilen Fe<sub>3</sub>Al numunelerinin mikro sertlik değerlerinin kıyaslanması

Şekil 12’de görüldüğü gibi yavaş ısıtılan numunelerin mikro sertlik değerleri, hızlı ısıtılan numuneler ile kıyaslandığında arada büyük bir fark olduğu görülmüştür. Mikro sertlik değerleri açısından yavaş ısıtma ile en yüksek mikro sertlik değeri, 150 bar presleme basıncıyla üretilmiş Fe<sub>3</sub>Al

numunesinde (223,6 HV) elde edilmiştir. 75 bar presleme basıncı numunesi yine düşük mikro sertlik değerlerine (123,6 HV) sahip iken, 300 bar presleme basıncında üretilen  $Fe_3Al$  numunesinin mikro sertlik değeri 156,3 HV olarak ölçülmüştür. Yüksek ısıtma hızında üretilen 300 bar presleme basıncında preslenen  $Fe_3Al$  numunesinin mikro sertlik değeri (335,3 HV), Sundar vd., 2000 yılında yaptıkları döküm yöntemi ile elde edilen  $Fe_3Al$  numunesinin mikro sertlik değerinden (330 HV) daha yüksek bir değere sahiptir. 150 bar presleme basıncında preslenen ve aynı hızda ısıtılan  $Fe_3Al$  numunesinin mikro sertlik değeri (302,8 HV) yine yakın bir değerdedir. Ancak 75 bar presleme basıncında preslenen numunenin mikro sertlik değeri (280 HV) bu değerlere göre düşük kalmıştır.

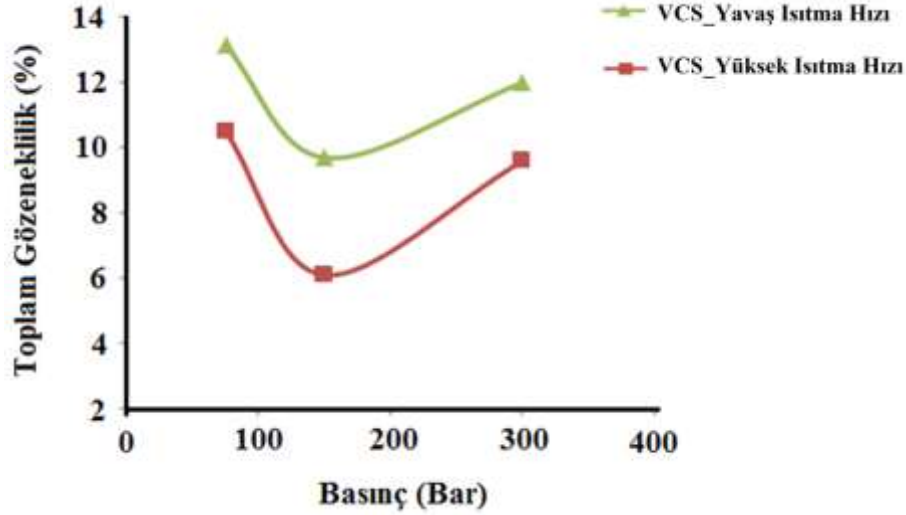
Numunelerin göreceli yoğunlukları suyun kaldırma kuvveti prensibi yani Arşimet prensibine göre hesaplanmıştır. Yanma sentezinin en büyük dezavantajlarından biri olan gözeneklilik problemi, malzemenin mekanik özelliklerinde düşmeye sebebiyet vermektedir [20]. Göreceli başlangıç yoğunluk (%) değeri en yüksek olan numune 300 bar presleme basıncında preslenen ve yüksek ısıtma hızında üretilen  $Fe_3Al$  numunesinde gözlemlenmiştir. Ayrıca toplam gözeneklilik değerlerine bakıldığında ise, 150 bar presleme basıncı ile preslenen ve yüksek ısıtma hızında üretilen  $Fe_3Al$  numunesinin en düşük değerlerde olduğu gözlemlenmiştir.

Yanma sentezi ile üretilen malzemelerin göreceli yoğunlukları literatürde % 60 ile % 75 olarak verilmiştir [21]. Mevcut çalışmada  $Fe_3Al$  yoğunluğu  $6,72 \text{ g/cm}^3$  [22] olarak alındığında yoğunluk yüzdeleri % 65 – 80 arasında bulunmuştur. Literatüre göre önemli yoğunluk artışı sağlanmıştır. Şekil 13’de göreceli yoğunlukların (%) presleme basıncıyla ilgili grafiği verilmiştir.



Şekil 13. Hacim yanma sentezi sistemi ile üretilen  $Fe_3Al$  numunelerinin göreceli yoğunluk (%) - presleme basıncı grafiği

Farklı presleme basınçları ve ısıtma hızları kullanılarak üretilen  $Fe_3Al$  numunelerinin yoğunlukları incelendiğinde, 300 bar presleme basıncında ve yüksek ısıtma hızında ısıtılarak üretilen numunelerin diğer 75 bar ve 150 bar presleme basıncıyla üretilen  $Fe_3Al$  numunelerine göre daha yoğun olduğu gözlemlenmiştir. Ancak bu numunenin XRD verilerine göre dönüşüm tamamlanamamış ve istenmeyen fazlar oluşmuştur. Şekil 14’de farklı presleme basınçları ve ısıtma hızlarının, gözeneklilik miktarına etkisi karşılaştırılmıştır. İstenmeyen gözeneklilik problemine karşılık en az gözeneklilik oranlarına sahip 150 bar presleme basıncında yüksek ısıtma hızında ısıtılarak üretilen numunelerde elde edilen %74 teorik yoğunluk değeri literatüre göre [21] oldukça iyidir. Yavaş ısıtma ile üretilen  $Fe_3Al$  numunesinin % gözeneklilik oranı diğerlerine göre daha fazladır.



Şekil 14. Fe<sub>3</sub>Al numunelerinin hesaplanan gözeneklilik (%) değerlerinin karşılaştırılması

#### 4. Sonuç ve Öneriler

Farklı presleme basınçlarında ve farklı ısıtma hızlarında preslenen Fe-Al toz karışımlarında (at.%28Al oranlarında) hacim yanma sentezleri için %65-80 göreceli başlangıç yoğunluklarına ulaşılmıştır. Paketlenme yoğunluğu artışı ile erimiş Al parçacıkların kaynaşması sağlanarak paketlenme yoğunluğunun artışı ile termal iletkenlik artırmıştır. Böylelikle sentezleme sırasında ısı kaybı engellenmiştir.

Gözeneklilik değeri %6 toplam gözeneklilik oranıyla en iyi sonuç 150 bar presleme basıncında preslendikten sonra yüksek ısıtma hızında ısıtılarak sentezlenen Fe-28Al alaşımında elde edilmiştir. Ayrıca bu alaşımda XRD analizi ile tek faz Fe<sub>3</sub>Al belirlenmiş ve SEM/EDS analizi ile element oranlarının stokiometrik olarak elde edildiği ispatlanmıştır.

Düşük presleme basıncında (75 bar) çok yüksek gözeneklilik oranı, en yüksek presleme basıncında (300 bar) birleşmiş gözeneklerin yanı sıra XRD analizlerinde Fe<sub>3</sub>Al dışında reaksiyonun tamamlanmadığına işaret eden fazlara rastlanmıştır.

Yavaş ısıtma hızında sentezlenen numunelerde en az gözeneklilik oranı yine 150 bar presleme basıncında görülmüştür. Ancak bu numunelerde istenen tek fazlı yapı elde edilememiştir.

Tek fazlı Fe<sub>3</sub>Al numunelerinin elde edildiği 150 bar basıncında döküm Fe<sub>3</sub>Al'nin mikro sertliğine yakın değerler elde edilmiştir. 300 bar presleme basıncında ise oluşan farklı fazlara bağlı olarak sertliğin arttığı düşünülmektedir.

Fe<sub>3</sub>Al alaşımlarının yanma sentezi ile üretiminde optimum presleme basıncı 150 bar olarak bulunmuştur ve hızlı ısıtmada istenen tek faz, Fe<sub>3</sub>Al elde edilmiştir.

Hacim yanma sentezi ile üretilecek Fe<sub>3</sub>Al alaşımlarında bulunan optimum presleme basıncı kullanılarak daha yoğun malzemelerin üretimi için sentezleme sırasında basınç desteği, sıcak haddeleme gibi yöntemler kullanılabilir.

#### Kaynaklar

- [1] Munir Z.A. 1988. Synthesis of High Temperature Materials by Self-Propagating Combustion Method. Ceramic Society Bulletin, 67 (2): 342.
- [2] Subrahmanyam J., Vijayakumar M.J. 1992. Self-Propagating High-Temperature Synthesis. Materials Science, 27: 6249.
- [3] Özdemir Ö. 2004. Basınç Destekli Yanma Sentezi İle Üretilen İntermetalik Malzemelere Kobalt İlavesinin Etkisinin İncelenmesi. Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- [4] Varma A., Rogachev A.S., Mukasyan A.S., Hwang S. 1998. Combustion Synthesis of Advanced Materials: Principles and Applications. Advances in Chemical Engineering, 24:79-226.
- [5] Sauthoff G. 1996. State of Intermetallics Development, Materials and Corrosion, 47: 589.

- [6] Naiborodenko Y.S., Itin V.I., Savitskii K.V. 1968. Exothermic Effects During Sintering of a Mixture of Nickel and Aluminum Powders. *Soviet Physics Journal*, 11:19.
- [7] Naiborodenko Y.S., Itin V.I., Savitskii K.V. 1970. Use of Combustion and Thermal Explosion for the Synthesis of Intermetallic Compounds and Their Alloys. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 7 (91): 562-567.
- [8] Naiborodenko Y.S., Itin V.I., Merzhanov A.G. 1973. Gas-free Burning of a Mixture of Metals and Self-Propagating High-Temperature Synthesis of Intermetallides. *Soviet Physics Journal*, 16: 872.
- [9] Varma A., Mukasyan A.S. 2002. Combustion synthesis of intermetallic compounds, Self-Propagating High-Temperature Synthesis of Materials, Anatoli A. Borisov, Luigi T. De Luca, Alexander G. Merzhanov, Temmuz 18, CRC Press.
- [10] Ergin N. 2007. Fe-Al intermetalik malzemenin basınç destekli yanma sentezi ile üretimi ve özelliklerinin iyileştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- [11] Pfeil L.B., Griffiths W.T. 1937. Improvement in Heat-Resisting Alloys. UK Patent No: 459848.
- [12] McKamey C.G., DeVan J.H., Tortorelli P.F., Sikka V.K. 1991. A Review of Recent Developments in Fe<sub>3</sub>Al-based Alloys. *Journal of Materials Research*, 6: 1779.
- [13] Morrell R. 1985. Handbook and Properties of Engineering Ceramic. Part I, An Introduction for the Engineering and Designer, NPL, UK, 67.
- [14] Khina B.B., 2010. Combustion Synthesis of Advanced Materials, New York, NY: Nova Science.
- [15] Sharifitabar M., Vahdati K.J., Haddad S.M. 2014. Effects of Fe additions on self propagating high temperature synthesis characteristics of TiO<sub>2</sub>-Al-C system. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 47: 93-101.
- [16] Moore J.J., Feng H.J. 1995. Combustion Synthesis of Advanced Materials: Part I. Reaction Parameter, *Progress in Material Science*, 39: 243-273.
- [17] Larikov L.N., Geichenko V.V., Fal'chenko V.M. 1981. Diffusion Process in Ordered Alloys. *Oxionian*, 111-117.
- [18] Mossino P. 2004. Some Aspects in Self-Propagating High-Temperature Synthesis. *Ceramics International*, 30: 311-332.
- [19] Matsuura K., Kudoh M. 1997. Grain Refinement of Combustion-Synthesized NiAl by Addition of Ceramic Particles. *Materials Science and Engineering A*, A239-240: 625-632.
- [20] Sundar R.S., Sastry D.H. 2000. Creep Behavior of Fe<sub>3</sub>Al Based Alloys in DO<sub>3</sub> Phase Field, 8 (9-11): 1061-1065.
- [21] Prakash U., Buckley R.A., Jones H., Sellars C.M 1991. Structure and Properties of Ordered Intermetallics Based on the Fe-Al System. *ISIJ International*, 31 (10): 1113-1126.
- [22] Varma A., Rogachev A.S., Mukasyan A.S., Hwang S., 2004. Combustion Synthesis of Advanced Materials, Department of Chemical Engineering, University of Notre Dame, Indiana, 46556.