**T.C.**
**SAKARYA UYGULAMALI BİLİMLER ÜNİVERSİTESİ**
**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

# DİRENÇ SİNTERLEME YÖNTEMİ İLE CO-ESASLI STELLİTE 21 SÜPERALAŞIMININ ÜRETİLEBİLİRLİĞİ

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Ahmet Yiğit ÖZER**

**Enstitü Anabilim Dalı : İMALAT MÜHENDİSLİĞİ**
**Tez Danışmanı : Dr. Öğr.Üyesi Nuri ERGİN**

**Temmuz 2021**

**T.C.**
**SAKARYA UYGULAMALI BİLİMLER ÜNİVERSİTESİ**
**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

# DİRENÇ SİNTERLEME YÖNTEMİ İLE CO-ESASLI STELLİTE 21 SÜPERALAŞIMININ ÜRETİLEBİLİRLİĞİ

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Ahmet Yiğit ÖZER**

**Enstitü Anabilim Dalı : İMALAT MÜHENDİSLİĞİ**

**Bu tez 23/07/2021 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği ile kabul edilmiştir.**

| JÜRİ | BAŞARI DURUMU |
|---|---|
| Jüri Başkanı: Prof. Dr. Özkan ÖZDEMİR | Başarılı |
| Üye: Doç. Dr. Mehmet UYSAL | Başarılı |
| Üye: Dr. Öğr. Üyesi Nuri ERGİN | Başarılı |

## BEYAN

Tez içindeki tüm verilerin akademik kurallar çerçevesinde tarafımdan elde edildiğini, görsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uygun şekilde sunulduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezde yer alan verilerin bu üniversite veya başka bir üniversitede herhangi bir tez çalışmasında kullanılmadığını beyan ederim

Ahmet Yiğit ÖZER

12/07/2021

# TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının planlanmasında, araştırılmasında, yürütülmesinde ve oluşumunda ilgi ve desteğini esirgemeyen Danışman Hocam Dr. Öğr. Üyesi Nuri ERGİN'e ve çalışmam süresince her türlü fedakarlıkta bulunan, engin bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, yönlendirme ve bilgilendirmeleriyle çalışmamı bilimsel temeller ışığında şekillendiren ve güler yüzüyle bana her zaman ışık tutan Sayın Hocam Prof. Dr. Özkan ÖZDEMİR'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu günlere gelmemde büyük emekleri olan hayatımın her evresinde bir çınar ağacı gibi gölgesini üzerimden eksik etmeyen sevgili babam Ali ÖZER'e, beni her zaman gerek sevgisiyle gerek teşvikleriyle daima yanımda olan sevgili annem Canan ÖZER'e ve her zaman örnek olmaya çalıştığım kardeşim Mert ÖZER'e kalpten teşekkür ederim. Çalışmalarımın her anında göstermiş olduğu sabır, destek, fedarkarlık ve yönlendirmelerinden dolayı hayat arkadaşım, sevgili eşim Döndü ÖZER'e ve bana babalık duygusunu tattıran canım kızım Zeynep Ada ÖZER'e sonsuz sevgilerimi sunarım.

# İÇİNDEKİLER

**TEŞEKKÜR** ..... **i**

**İÇİNDEKİLER** ..... **ii**

**SİMGELER** ..... **iv**

**TABLOLAR LİSTESİ** ..... **v**

**ŞEKİLLER LİSTESİ** ..... **vi**

**ÖZET** ..... **vii**

**SUMMARY** ..... **viii**

**BÖLÜM 1.**
**GİRİŞ** ..... **1**

**BÖLÜM 2.**
**SÜPER ALAŞIMLAR** ..... **4**

2.1. Giriş ..... 4
2.2. Süper alaşımların Tarihsel Gelişimi ..... 6
2.3. Süper alaşımların Sınıflandırılması ..... 8
2.3.1. Demir esaslı süper alaşımlar ..... 9
2.3.2. Kobalt esaslı süper alaşımlar ..... 10
2.3.2.1. Stellite 21 ..... 12
2.3.3. Nikel esaslı süper alaşımlar ..... 13
2.3.3.1. Nikel-demir esaslı süper alaşımlar ..... 14
2.4. Mukavemetlendirme Mekanizmaları ..... 14
2.5. Katkı Elementlerinin Süper alaşımlara Kazandırdığı Özellikler ..... 17
2.6. Süper alaşımların Uygulama Alanları ..... 19
2.7. Süper alaşımların Üretim Yöntemleri ..... 19
2.7.1. Döküm ve dövme yöntemi ile üretilenler ..... 19
2.7.2. İşlenmiş malzemeler ..... 20
2.7.3. Toz metalurjisi ile üretilmiş süper alaşımlar ..... 20

**BÖLÜM 3.**
**ELEKTRİK AKIM DESTEKLİ SİNTERLEME YÖNTEMİ (ECAS)** ..... **21**

3.1. Giriş ..... 21
3.2. Elektrik Akımı Destekli Sinterleme Yöntemi Parametreleri ve Sınıflandırılması ..... 21

3.2.1. Deşarj sinterleme (EDS) ..... 22
3.2.2. Direnç yoluyla sinterleme ..... 23
3.2.3. Spark plazma sinterleme (SPS) ..... 24

**BÖLÜM 4.**
**KOROZYON ..... 27**
4.1. Giriş ..... 27
4.2. Vanadik Saldırı ..... 29
4.3. $Na_2SO_4$ Saldırısı ..... 29

**BÖLÜM 5.**
**DENEYSEL ÇALIŞMALAR ..... 31**
5.1. Giriş ..... 31
5.2. Deneysel Çalışmalar ..... 31
5.2.1. Kullanılan tozlar ..... 31
5.2.2. Deneysel çalışmalarda kullanılan cihazlar ..... 32
5.3. Stellite 21 Numunelerinin Üretimi ..... 33
5.4. Stellite 21 Süper Alaşımının Isıl işlemi ..... 34
5.5. Metalografik İncelemeler ..... 34
5.6. X-Işınları Difraksiyonu analizi ..... 35
5.7. Taramalı Elektron Mikrsokobu (SEM) ve Elementel Analiz İncelemesi ..... 35
5.8. Sertlik Ölçümleri ..... 35
5.9. Yoğunluk Ölçümleri ..... 35
5.10. Sıcak Korozyon Deneyleri ..... 36

**BÖLÜM 6.**
**DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEMELER ..... 37**
6.1. Malzeme Üretiminde Kullanılan Tozların Özellikleri ..... 37
6.2. Metalografik İncelemeler ..... 39
6.3. X-Işınları Difraksiyonu Analizi ..... 40
6.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Elementel Analiz İncelemeleri ..... 42
6.5. Yoğunluk Ölçümleri ..... 44
6.6. Sertlik Ölçümleri ..... 44
6.7. Korozyon Özellikleri ..... 45
6.8. Hesaplanan Parabolik Hız Sabiti Değerleri Sonrası Oluşan Grafikler ..... 48

**BÖLÜM 7.**
**GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER ..... 50**
7.1. Genel Sonuçlar ..... 50
7.2. Öneriler ..... 51

**KAYNAKÇA ..... 52**

## SİMGELER

| | |
|---|---|
| A | : Amper |
| AC | : Alternatif Akım |
| AISI | : Amerikan Demir ve Çelik Enstitüsü |
| ASTM | : Amerikan test ve Malzemeler Birliği |
| CIP | : Soğuk İzostatik Pres |
| DC | : Doğru Akım |
| DIN | : Alman Standartlar Enstitüsü |
| Ea | : Aktivasyon enerjisi |
| ECAS | : Elektrik Akımı Destekli Sinterleme |
| EDS | : Deşarj Sinterleme |
| HIP | : Sıcak İzostatik Pres |
| HMK | : Hacim Merkezli Kübik |
| SPS | : Spark Plazma Sinterleme |
| TSP | : Tetragonal Sıkı Paket |
| YMK | : Yüzey Merkezli Kübik |

# TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1: Süper alaşımların sınıflandırılması. ..... 8
Tablo 2.2: Süper alaşımlar ile alaşımlanan elementlerinin ağırlıkça % terkip oranları .... 8
Tablo 2.3: Alaşımlama yapılan elementlerinin süper alaşımlar üstündeki etkileri ..... 9
Tablo 2.4: Süper alaşımlar içinde gözlemlenen başlıca bileşenler ..... 17
Tablo 2.5: Süper alaşımlar üzerinde elementlerin etkisi ..... 18
Tablo 5.1: Kullanılan element tozlarının genel özellikleri ..... 32
Tablo 5.2: Deneylerde kullanılan tozlar. ..... 32
Tablo 5.3: Stellite 21 kompozisyonu. ..... 33
Tablo 6.1:. Kobalt, krom ve molibden oksitlerinin yapı ve özellikleri ..... 46

# ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1: Süper alaşımların 1940'dan itibaren sürünme dayanımın gelişimi ..... 7
Şekil 2.2: Nikel - Krom -Alüminyum faz diyagramında nikel oranı yüksek olan bölümlerin izotermal kesiti ..... 15
Şekil 2.3: Nikel - Krom-Titanyum faz diyagramında nikel oranı yüksek olan bölümlerin izotermal kesiti ..... 15
Şekil 2.4: Farklı süper alaşımların kopma mukavemetleri ..... 16
Şekil 2.5: Krom ihtiva eden nikel esaslı süper alaşımlar ve mikro yapı değerlendirmesi. ..... 16
Şekil 2.6: Periyodik cetvel üzerinde gösterilen elementlerin süper alaşımlardaki etkileri. ..... 18
Şekil 3.1: ECAS'da kullanılan üç farklı şekle sahip grafit kalıpları. (a) homojen sıcaklık dağılımı için; (b) ve (c) Gradyan sıcaklık dağılımı için ..... 22
Şekil 3.2: Direnç sinterlemenin şematize edilmiş uygulaması ..... 24
Şekil 3.3: Spark plazma sinterleme (SPS) cihazı ..... 25
Şekil 4.1: Korozyon sonucunda oluşabilecek sülfatlar, oksitler ve vanadatların yerlerinin gösterimi ..... 30
Şekil 5.1: Numunelerin üretiminde kullanılmış kalıpların ölçüleri ve geometrik şekli. . 33
Şekil 5.2: Kullanılan numunelerin boyutu ve şekli. ..... 33
Şekil 5.3: Stellite 21 süper alaşımının yaşlandırma eğrisi. ..... 34
Şekil 6.1: (a) Ni, (b) Fe, (c) Co, (d) Cr tozlarının SEM görüntüleri. ..... 37
Şekil 6.2: (a) Mo, (b) Mn, (c) Si tozlarının SEM görüntüleri. ..... 38
Şekil 6.3: (a) Isıl işlem öncesi ve (b) 1200°C sonrası suda soğutma, 815°C'de fırında soğutma sonrası optik mikroskop görüntüleri. ..... 40
Şekil 6.4: Stellite 21 numunesinin x-ışınları difraksiyonu paterni, (a) ısıl işlem öncesi, (b) ısıl işlem sonrası. ..... 41
Şekil 6.5: SEM görüntüleri (a) Isıl işlem öncesi, (b) Isıl işlem sonrası (Dağlayıcı: Marbles reaktifi). ..... 42
Şekil 6.6: Isıl işlem öncesi Stellite 21 numunesinden alınan EDS analizleri (a) gri bölge, (b)koyu gri bölge, (c) açık gri bölge. ..... 43
Şekil 6.7: Isıl işlem sonrası Stellite 21 numunesinden alınan farklı tonlardaki renklerin EDS analizleri. ..... 44
Şekil 6.8: Stellite 21süper alaşımının süre ve sıcaklığa bağlı ağırlık değişimleri ($g/mm^2$). ..... 47
Şekil 6.9: Stellite 21 parabolik hız sabitlerine ait grafikler. ..... 48

# DİRENÇ SİNTERLEME YÖNTEMİ İLE CO- ESASLI STELLİTE 21 SÜPERALAŞIMIN ÜRETİLEBİLİRLİĞİ

## ÖZET

Süper alaşımlar; demir, nikel veya kobalt ana yapısına sahip, matris içerisinde ince dağılmış formda intermetalik fazlar ya da karbürler ihtiva eden yüksek miktarda krom, düşük miktarda molibden, wolfram, alüminyum ve titanyum içeren alaşımlar olarak tanımlanmaktadır. Süper alaşımlar; çok yüksek sıcaklıklarda metalurjik ve yapısal kararlılığını koruyabilen, yüksek mekanik mukavemeti sergileyen, mükemmel korozyon, oksidasyon ve sürünme direncine sahip, ergime sıcaklığının 0.8 katına kadar kullanılabilen yüksek sıcaklık malzemeleridir.

Kobalt esaslı süper alaşımlardan biri olan Stellite 21; kompozisyon bakımından kobaltın yanı sıra önemli miktarda krom, molibden ve nikel içeriğine sahiptir. Sergilemiş olduğu üstün özelliklerinden dolayı bu alaşımlar; gaz türbinlerinin yüksek sıcaklığa maruz kalan kısımlarında, nükleer reaktör parçalarında, cerrahi implantlarda kullanım alanı bulmaktadır. Bu alaşımlar daha çok türbin kanatları, yanma odaları, afterburner parçalarında, fırın muffle ve yüksek sıcaklık fırınlarında kritik nokta gömleklerinde ve endüstriyel fırınlar gibi çeşitli uygulamalarda tercih edilmektedir.

Bu çalışmada Stellite 21 süper alaşımı, uygun kompozisyonda hazırlanarak homojen karıştırma sonrası elde edilen toz karışım kullanılmak suretiyle, direnç sinterleme yöntemi ile üretilmiştir. Üretilen malzemenin; mikroyapı görüntüleri, optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobuyla; faz analizleri, x-ışınları difraksiyon analizi ve elementel analiz incelemesi yöntemiyle; yoğunlukları Archimed prensibi ile ve sertlikleri Rockwell C yöntemiyle belirlenmiştir. Ayrıca korozyon özellikleri sıcak korozyon çalışmaları ile tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Süper alaşım, Stellite 21, Dirençle Sinterleme

# MANUFACTURING OF CO-BASED STELLITE 21 SUPERALLOY BY RESISTANCE SINTERING METHOD

## SUMMARY

Superalloys are defined as alloys that have the structure of iron, nickel, or cobalt, consist of thinly distributed intermetallic phases or carbides, and contains a high amount of chrome and a low amount of molybdenum, wolfram, aluminum, and titanium. Superalloys are high-temperature materials that can preserve their metallurgic and structural stability, display high mechanical endurance, have perfect corrosion, oxidation, and creep resistance, and can be used up to 0.8 times of their melting temperature.

Stellite 21, which is one of the cobalt-based superalloys, contains in its composition a significant amount of chrome, molybdenum, and nickel along with cobalt. Due to their superior qualities, these alloys are used in the gas turbine sections exposed to high temperatures, nuclear reactor parts, and surgical implants. These alloys are rather preferred for use in turbine blades, combustion chambers, afterburner parts, oven muffles, liners in high-temperature ovens, and industrial ovens.

In this study, Stellite 21 alloy is produced with a resistance sintering method by using powder obtained from homogeneous mixing with appropriate composition. Microstructure images of the produced material were determined by optic microscope and scanning electron microscope, their phase analyses with x-ray diffraction analysis and elemental analysis methods, their densities with Archimedes principle, and their hardness with Rockwell C method. Also, corrosion qualities were determined by hot corrosion practices.

Keywords: Superalloy, Stellite 21, Electric Resistance Sintering

# BÖLÜM 1. GİRİŞ

Süper alaşımlar, asıl yapısı demir (Fe), nikel (Ni) veya kobalt (Co) olan, matris içerisinde ince dağılmış formda değişik karbürler veya intermetalik fazlar içeren, yüksek miktarda krom (Cr), az miktarda molibden (Mo), volfram (W), alüminyum (Al) ve titanyum (Ti) ihtiva eden alaşımlar şeklinde tanımlanabilir. Süper alaşımlar yüksek çalışma sıcaklıklarında yüksek mukavemet gösteren, mükemmel korozyon, oksidasyon ve sürünme özellikleri sergileyen, ergime sıcaklığının 0.8 katına kadar kullanılabilen, servis sıcaklığında metalurjik ve yapısal kararlılığını sürdürebilen yüksek sıcaklık malzemeleridir. Bu malzemeler; seramik malzemelerin sert ve kırılgan yapılarından kaynaklanan düşük tokluk özelliklerini, refrakter malzemesi olarak kullanılan metallerin de düşük oksidasyon direncini ve yüksek sıcaklıklardaki düşük mukavemet özelliklerini geliştirmek amacıyla üretilmiş yüksek sıcaklıklarda yüksek performans gösteren malzemelerdir [1, 2, 11].

Kobalt; ergime sıcaklığı 1495ºC ve yoğunluğu 8.90 g/cm^3'tür. 25°C' de hegzagonal sıkı paket (SPH) yapısında olan kobalt, 417ºC 'de allotropik dönüşüm gerçekleştirerek yüzey merkezli kübik (YMK) kafes yapısına geçer. Döküm yöntemiyle üretilmiş kobalt esaslı süper alaşımlar; %50-60 kobalt (Co), %20-30 krom (Cr), %5-10 wolfram(W) ve %0,1-1,0 karbon ihtiva eder. Bu alaşımlar niyobyum (Nb), nikel (Ni), demir (Fe), tantal (Ta), gibi elementlerle dengelenir. Kobalt bazlı süper alaşımlar ısıl işlemler ile dayanımı artırılmasında katı eriyik mukavemetlendirilmesi, karbür çökelmesi ve yaşlandırma kullanılmaktadır. Ana elementi kobalt (Co) olan süper alaşımlar; oldukça düşük gerilimlerde ve yüksek çalışma sıcaklıklarında daha uzun dayanıklılık göstermesi nedeniyle statik olarak çalışan parçalarda uygulama alanı bulmuşlardır. Ana elementi kobalt (Co) olan süper alaşımların özellikle tercih edilme nedenleri şöyledir; ergime sıcaklığının diğer süper alaşımlara göre yüksek olması, yüksek sıcaklıklarda, ana elementi demir (Fe) ve nikel (Ni) olan süper alaşımlara oranla daha yüksek mukavemet göstermeleridir. Kompozisyonundaki yüksek oranda krom (Cr) ile çok iyi sıcak korozyon

dayanımına sahiptirler. Bu yüzden de gaz türbinlerindeki ortamda çalışmaya uygun parçalar için tercih edilmektedir. Ana elementi nikel (Ni) olan süper alaşımlara göre çok daha iyi termal yorulma dayanımına sahiptirler [3].

Kobalt esaslı süper alaşımlardan biri olan Stellite 21 kompozisyon bakımından; kobaltın yanı sıra önemli miktarda krom ve molibden içermektedir. Sahip olduğu üstün özelliklerinden dolayı bu alaşımlar; gaz türbinlerinin yüksek sıcaklık altında çalışan bölümlerinde, nükleer reaktör uygulamalarında, soğuk çalışma ortamlarında, implantlarda ve gaz türbin rotorları yüksek ısı ve strese dayanacak parçalar, yüksek sıcaklık parçalarında kullanılmaktadır. Ayrıca Stellite 21 birçok jet motoru parçalarında iyi hizmet vermektedir. Bunlardan bazıları türbin kanatları, yanma odaları, afterburner parçaları, nükleer güç santrallerinde, otomobil motorlarında supap yuvaları ve türbin halkalarında kullanılmaktadır [4, 13].

Genel anlamda süper alaşımları üretmek ve şekillendirmek için döküm, ekstrüzyon, dövme, toz metalurjisi gibi kapsamlı ve çok sayıda üretim yöntemi kullanılmaktadır. Ancak sınırlı sayıda üretim yöntemi süper alaşımların optimum özelliklerinin elde edilmesini sağlamaktadır. Farklı üretim yöntemlerinden biri olarak ECAS düşünülmektedir. Toz metalurjisine alternatif bir yaklaşım olan elektrik akımı destekli sinterleme (ECAS=Electric Current Activated/Assisted Sintering) tekniği, ön şekillendirme işlemine tabii tutulmuş veya tutulmamış tozların kalıp içerisine yerleştirilerek mekanik basınç ile beraber elektrik akımının uygulanması ve neticesinde elektrik akımının meydana getirdiği ısı ile beraber tozların sentezlenmesi prensibine dayanmaktadır. Bu yöntem geleneksel sinterleme metotları ile karşılaştırıldığında; daha yüksek ısıtma hızı, daha düşük sinterleme sıcaklığı, daha kısa işlem süresi, zor sinterlenen tozların sentezlenmesi, yardımcı sinterleme ekipmanlarının azlığı, kontrollü bir atmosfere ve soğuk preslemeye ihtiyacın duyulmaması gibi üstünlükler sağlamaktadır. Özellikle, düşük sıcaklık ve daha kısa işlem süresi sayesinde küçük tane boyutuna sahip, teorik yoğunluğa yakın malzemelerin üretimi ve nano boyuttaki yarı kararlı tozların sinterlenmesi gerçekleştirilmektedir. Nispeten kısa faz dönüşüm süresi, başlangıç malzemelerinde arzu edilmeyen reaksiyonların oluşmasını ve istenmeyen faz dönüşümlerinin gerçekleşmesini önlemekte ve malzemelerin üniform bir şekilde tamamen sinterlenmesini sağlamaktadır. Ayrıca, yardımcı ekipman gereksiniminin azlığı

nedeniyle ilk yatırım maliyeti düşük ve malzeme kaybını azaltması sebebiyle ekonomik bir yöntemdir [9, 13].

Bu çalışmada, Stellite 21 süper alaşımı elektrik akım destekli sinterleme yöntemi (ECAS) ile üretilmiştir. Üretimi gerçekleştirilen numunelere ısıl işlem uygulanmış ve korozyon direnci incelenmiştir. Bu özellikler mikroyapı (Optik, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)) ve faz analizinden (X-ışını paternleri, kontitatif noktasal EDS) oluşan metalografik incelemeler, yoğunluk (archimed prensibi) ve mikrosertlik testleri yardımı ile belirlenmiştir.

# BÖLÜM 2. SÜPER ALAŞIMLAR

## 2.1. Giriş

Mühendislik malzemelerinin önemli çoğunluğu yüksek sıcaklık içeren çalışma ortamlarında kullanılmakta ve özellikle 20. Yüzyılda hızla gelişen teknoloji ile birlikte yüksek sıcaklık malzemelerine de gereksinimi artırmıştır [14]. Yüksek sıcaklıklarda çalışan malzemelerin göstermesi gereken çeşitli özellikler bulunmaktadır. Bunlar; çalıştığı ortamdaki atmosferin aşındırıcı etkisine dayanıklılık, dizayn edilme şartlarına vabeste olarak yeterli yapısal ve bunlar ile birlikte yüksek sürünme mukavemetidir [5].

- 650°C' nin üstündeki çalışma sıcaklıklarında dayanımlarını ve yüzey istikrarını korumaları,
- Çalışma ortamı yüksek sıcaklığa ulaştığında erozyon, korozyon ve oksitlenme durumuna göre direnç göstermeleridir [5, 15, 16].

Yüksek çalışma sıcaklıklarında kullanılan alaşımlar, bulunduğu atmosferin aşındırıcı etkilerine karşı mukavimet sağlayabilmesi, dizayn koşullarına bağlı olarak kifayetli seviyede dayanıklılığa sahip olması, yüksek çalışma sıcaklıklarında metalurjik veya yapısal değişimlere karşı özelliklerini koruyabilmesi için stabil olması gereklidir. Yüksek sıcaklıkta korozyon ve oksidasyon direncinin daha iyi olmasını sağlayan element kromdur. Bu nedenle paslanmaz çelikler, korozyon direnci yüksek olan çelikler, nikel-krom (Ni-Cr) alaşımları ve süper alaşımlar yeteri kadar krom elementi içerir [5, 19].

Süper alaşımlar, katı-eriyik güçlendirmesi yoluyla yüksek sıcaklık mukavemeti geliştirilir. Oksidasyon ve korozyon direnci, metalin oksijene maruz kaldığında malzemeye bir kapsül oluşturarak geriye kalan bileşeni koruyan bir koruyucu oksit tabakasının oluşmasıyla sağlanmaktadır. Oksidasyon/aşınma direnci, alüminyum ve krom tarafından sağlanmaktadır. Bugüne kadar en önemli güçlendirme mekanizması, gama asallığı fazı $Ni_3$(Al, Ti) ve karbürler gibi çökelti güçlendirme ve sekonder faz

çökelti oluşumu yoluyla sağlanmıştır. Yüksek sıcaklık koşullarında yüksek oranda krom elementi kullanılmaktadır [19].

Yüksek sıcaklık koşullarında yüksek oranda krom elementi kullanılmaktadır. Çok yüksek sıcaklıklardaki şartlarda; refrakter malzemesi olarak seramiklerde olduğu kadar 5A grubu (vanadyum, niyobyum ve tantalyum gibi) ve 6A grubu elementlerine de (krom, molibden ve tungsten gibi) gereksinim vardır. Refrakter malzemesi olarak tercih edilen metallerin oksidasyon mukavemeti çok düşüktür. Dolayısıyla, bu malzemeler daha çok oksidasyona maruz kalmayan uygulamalarda tercih edilmektedir. Seramik malzemeler düşünüldüğünde, pek çok konstrüktif uygulama için kifayetli tokluğa sahip olduğu söylenemez. Uygulama bulduğu alanlarda yetersiz malzeme teknolojisi ve mevcut teknolojideki kısıtlamalar, süper alaşım malzemelerinin bu uygulama alanlarında kullanılmasının yolunu açmıştır [5].

Süper alaşımlar; asıl yapısı demir, nikel veya kobalt olan, matris içerisinde ince dağılmış formda değişik karbürler veya intermetalik fazlar içeren, yüksek miktarda krom, az miktarda molibden, wolfram, alüminyum ve titanyum ihtiva eden alaşımlar olarak tanımlanmaktadır. Süper alaşımlar; yüksek ortam sıcaklıklarında yüksek mekanik mukavemet gösteren, mükemmel korozyon, oksidasyon ve sürünme özellikleri sergileyen, ergime sıcaklığının 0.8 katına kadar kullanılabilen, servis sıcaklığında metalurjik ve yapısal kararlılığını sürdürebilen yüksek sıcaklık malzemeleridir. Bu malzemeler; seramik malzemelerin sert ve kırılgan yapılarından kaynaklanan düşük tokluk özelliklerini, refrakter malzemesi olarak kullanılabilen metallerinde düşük oksidasyon direncini ve yüksek sıcaklıklardaki düşük mukavemet özelliklerini geliştirmek amacıyla üretilmiş yüksek sıcaklıklarda yüksek performans gösteren malzemelerdir [1, 2].

Süper alaşımlar, öncelikle uçak motorlarında kullanmak amacıyla geliştirilmiş, geçtiğimiz 60 yıl içinde gaz türbin motorlarının teknolojik gelişimiyle beklenen istekler doğrultusunda gelişme göstermiş fetha nitelikli bir alaşım grubudur. Genellikle ˜540°C' nin üstünde kullanımı için geliştirilmiştir [15].

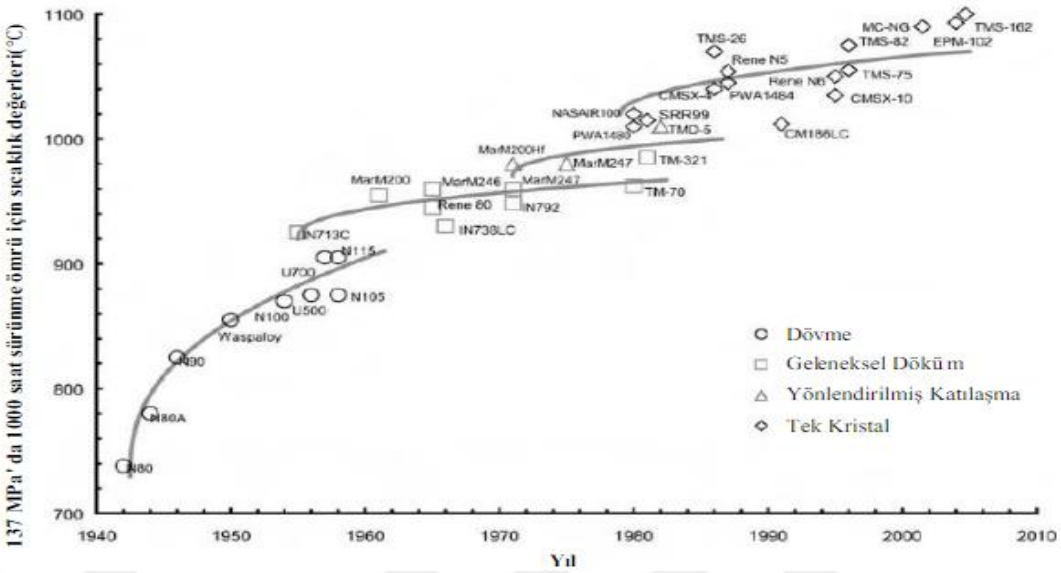
Süper alaşımlar; yüksek sıcaklıklarda kullanılmak için 8-A grubu elementlerden faydalanarak oluşturulan alaşım türleridir [6]. Süper alaşımlar ana yapısı Fe, Nive/veya Co ile sağlanır iken Cr, Al, Mo, W, Ta, Ti, Nb, V, B, Zr ve C ile alaşımlanır [16,17].

Yüksek uygulama sıcaklıklarında çalışacak malzemelerde, yüzey istikrar sağlaması ve kısmen yüksek mekanik gerilim özellikleri tercih edilmektedir. Süper alaşımlar, yüksek ortam sıcaklıklarında daha iyi performans göstermesi istenen uçak türbin motorları ve süper turbo yükleyicilerin üretimi sağlamak için gelişme gösterilmiş alaşımlardır. Bu alaşımlar genel olarak demir, nikel, kobalt ve krom'un farklı karışımlarda üretilmesiyle sağlanmaktadır. Ayrıca az miktarda tungsten, molibden, tantalyum, niyobyum, titanyum ve alüminyum da kullanılmaktadır.

Çeliklerle mukayese edildiğinde, süper alaşımlarda yüksek mukavemet/ağırlık tenasübü elde edilebilmektedir [16]. Yüksek oranda mekanik gerilimin bulunduğu uygulamalarda yüksek mukavemet gösterirler [14]. Günümüzde genel olarak kullanılan süper alaşımlar; demir, krom ve nikel içeren süper alaşımlar, demir-nikel-krom kobalt kompozisyonları, karbürlerle takviye edilmiş kobalt bazlı süper alaşımlar, katı çözelti olarak dayanımı artırılmış nikel bazlı süper alaşımlar ve çökelme-dağılma sertleştirmesi oluşturulmuş nikel bazlı alaşımlardır. Genellikle demir esaslı süper alaşımların, demir-nikel-krom-kobalt alaşımların ve nikel bazlı katı çözelti olarak dayanımı artılılmış alaşımların mukavemetleri 650 ºC üstündeki sıcaklıklarda, kobalt bazlı ve nikel bazlı (ikincil faz ile mukavemetlendirilmiş) alaşımların dayanımlarından daha düşük seviyededir. Ergime sıcaklıklarına bağlı olarak, kobalt bazlı alaşımların 1100 ºC üstündeki sıcaklıklarda mukavemeti, nikel esaslı alaşımlara kıyasla daha yüksek seviyededir. Kobalt bazlı döküm ile üretilmiş alaşımlar, YMK kristal yapıya sahiptir ve matris içerisinde karmaşık karbürler oluşur ve bu alaşımlar gaz türbin motorlarında hava üfleyicileri üretiminde kullanılmaktadır [6].

## 2.2. Süper alaşımların Tarihsel Gelişimi

20. yüzyıla gelindiğinde, alaşım ve proses geliştirme çalışmaları süper alaşımların performanslarının büyük oranda artış göstermesini sağlamıştır [18]. Döküm yöntemi ile ilk süper alaşım Amerika' da Co esaslı olarak üretilmiştir. 1942 yılında yine döküm yöntemi ile Vitalyum (Co- 27Cr- 5.5Mo- 0.25C), turbo kompresör kanatçıkları için Austenel Şirketi aracılığıyla üretilmiştir. Şekil 2.1.' de 1940' larda süper alaşımlar ilk çıktığından itibaren ilerlemesi yer almaktadır.




Şekil 2.1: Süper alaşımların 1940'dan itibaren sürünme dayanımın gelişimi [18].

Çelikler ile kıyaslandığında süper alaşımların işlenme özelliği çok daha azdır. Bu alaşımların ihtiva ettiği Ni, Co, Cr, Ti gibi alaşım elementleri, işlenmeye ve korozyona karşı yüksek oranda mukavemet gösterir. Bu durumun nedeni olarak Ni, Co ve Ti ilavelerinin, malzemelerin kızıl sertliğini artırmasıdır. Örnek olarak Nikel esaslı süper alaşımların içyapısında bulunan sert karbürler aşındırıcı etki oluşturarak kesici uçların hızlıca aşınmasını sağlar. Bu süper alaşımlardaki östenitli yapı kesme- işleme sırasında çabukça sertleşir. Bu durumda kesme- işleme esnasında oluşan kesme derinliği hattındaki aşınmanın temel nedenini oluşturur [15].

Kobalt esaslı süper alaşımlar, genel olarak demir ve nikel ana elementli süper alaşımlara göre daha düşük sünekliktedir. Süper alaşımların kısa vadeli çekme süneklikleri, hasar oluşumu sırasındaki uzama oranı ile belirlenmektedir ve genel olarak %10-%70 aralığında değişmektedir. $\dot{\gamma}$ ile güçlendirilmiş yapılarda ilgili oran %10- %40 aralığındadır ve sürünme- kopma süneklikleri, çekme sünekliklerinden daha azdır [16].

Yüksek sıcaklıklarda döküm yöntemi ile üretilmiş süper alaşımların dayanımı, dövme yöntemi ile üretilmiş süper alaşımlara nazaran daha fazladır. Bunun nedeni, döküm süper alaşımların büyük taneli ve multi kristalli yapısı sebebiyle, ince taneli dövme yöntemi kullanılarak üretilmiş alaşımlardan daha yüksek sıcaklık dayanımı sağlamasıdır [15].

## 2.3. Süper alaşımların Sınıflandırılması

Nikel bazlı çökelme-sertleşmeli alaşımlar, önemli bir süper alaşım türüdür. Yüksek uygulama sıcaklıklarında, oksijen yayılımı ile mukavemeti artırılmış alaşımlar ve bazı kobalt esaslı alaşımlar, nikel bazlı alaşımlar kadar mukavemetlidir. Süper alaşımlar içerisinde demir bazlı olanlar ve katı-eriyik ile güçlendirilen alaşımlar, yüksek uygulama sıcaklıklarında, mukavemeti en düşük seviyede olanlarıdır. Dolayısıyla, nikel bazlı INCO 718 alaşımı haricinde, demir bazlı süper alaşımlar uygulamalarda çok tercih edilmemektedir [5, 18].

Kobalt bazlı süper alaşımların tercih edilmesi, kartel işlevi sağlayan elementlerden dolayı azalmıştır. MAR-M509 kobalt alaşımları geniş çapta uçak türbin kanatçıkları üretiminde kullanılır. Haynes 188 kobalt süper alaşımı ise uçak motorlarında tercih edilen tutuşma malzemesidir [5].

Tablo 2.1: Süper alaşımların sınıflandırılması.

| Demir Esaslı | Nikel Esaslı | Kobalt Sesaslı |
|---|---|---|
| * Incoloy (800, 801, 802, 807, 825, 903, 907, 909) | * Inconel (587, 597, 600, 601, 617, 625, 706, 718, X750) | * Haynes 188 |
| * A-286 | * Nimonic (75, 80A, 90, 105, 115, 263, 942, PE.11, PE.16, PK.33) | * L- 605 |
| * Alloy 901 | * Rene (41, 95) | * MAR-M918 |
| * Discaloy | * Udimet (400, 500, 520, 630, 700, 710, 720) | * MP35N |
| * Haynes 566 | * Pyromet 860 | * MP159 |
| * H-155 | * Astroloy | * Stellite 6B |
| * V-57 | * M-252 | * Elgiloy |
| | * Hasteloy (C-22, G30, S, X) | |
| | * Wapaloy | |
| | * Unitemp AF-2, IDA6 | |
| | * Cabot 214 | |
| | * Haynes 230 | |

Tablo 2.2: Süper alaşımlar ile alaşımlanan elementlerinin ağırlıkça % terkip oranları [15].

| **SÜPER ALAŞIMLARIN % BİLEŞİMLERİ** | | |
|---|---|---|
| **ELEMENT** | **Fe-Ni ve Ni Esaslılar** | **Co Esaslılar** |
| Cr | 5-25 | 19-30 |
| Mo, W | 0-12 | 0-11 |
| Al | 0-6 | 0-4,5 |
| Ti | 0-6 | 0-4 |
| Co | 0-20 | --- |
| Ni | --- | 0-22 |
| Nb | 0-5 | 0-4 |
| Ta | 0-12 | 0-9 |
| Re | 0-6 | 0-2 |

Tablo 2.3: Alaşımlama yapılan elementlerinin süper alaşımlar üstündeki etkileri [5-16-19].

| Element Etkileri | Fe- Esaslı | Co- Esaslı | Ni- Esaslı |
|---|---|---|---|
| Katı-eriyik Mukavemetlendiriciler | Cr, Mo | Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta | Co, Cr, Mo, Fe, W, Ta |
| YMK matris stabilize ediciler | C, Ni, Co | Ni | Co |
| Karbür şekilleri; | Ti | Ti | W, Ta, Ti, Mo, |
| MC tipi | -- | Cr | Nb |
| $M_7C_3$ tipi | Cr | Cr | Cr, |
| $M_{23}C_6$ tipi | Mo | Mo, W | Cr, Mo, W |
| $M_6C$ tipi | | | Mo, W |
| Karbonitritler; | | | |
| M(CN) tipi | C, N | C, N | C, N |
| Karbürlerin genel çökelticileri | P | -- | -- |
| γ', $Ni_3$(Al, Ti) | Al, Ni, Ti | -- | -- |
| Hegzagonal η ($Ni_3Ti$) dönüşüm geciktiriciler | Al, Zr | -- | -- |
| γ'' çözücü sıcaklığını yükselticiler | -- | -- | Co |
| γ'' çözücü sıcaklığını düşürücüler | -- | -- | Cr |
| Sertleşme çökelticiler ve/veya intermetalikler | Al, Ti, Nb | Al, Mo, W, Ta | Al, Ti, Nb |
| Oksidasyon direnci | Cr | Al, Cr, Ta | Al, Cr, Ta |
| Sıcak korozyon direnci geliştiriciler | La, Y, | La, Y, Th | La, Th |
| Sülfidasyon direnci | Cr | Cr | Cr |
| Tane sınırı morfolojisi değişkenleri tarafından sürünme-kopma özelliklerini arttırıcılar | B | B, Zr | B, Zr |
| Ara-sıcaklı sünekliği geliştiriciler | -- | -- | Hf |
| Tane sınırı segregasyonuna neden olucular | -- | -- | B, C, Zr |

### 2.3.1. Demir esaslı süper alaşımlar

Demir bazlı alaşımlar, esas alaşım elementi olarak demir içeren, ilave olarak önemli oranlarda krom (Cr), nikel ve çok az oranda da molibden ya da tungsten ihtiva etmektedir. Böyle karbürler, intermetalik çökelme ve katı-eriyik ile güçlendirilir. İntermetalik çökelti genel olarak Ni3(Al, Ti) γ' türündedir. Bu türün nikel-krom oranları ve mukavemetlendirme sistemleri, paslanmaz çeliklerden farklıdır. Paslanmaz çelikler %12-25 Cr ve %0-20 Ni ihtiva etmekte, demir bazlı süper alaşımlar ise %20'den fazla Ni içermektedir (≈%25-35). Yüksek oranda demir ihtiva eden birçok süper alaşım olmasına karşın, bunların tamamı demir bazlı süper alaşım değildir. Bunun nedeni, bu süper alaşımlar demir, krom, nikel, kobalt, küçük miktarda molibden, niobiyum ve tungsten gibi elementlerin karmaşık kompozisyonlarıdır. Örnek verecek olur isek; katı-eriyik ile güçlendirilmiş %16 Fe ve %49 Ni ihtiva eden Hastelloy X ile γ''- güçlenen %18.5 Fe ve %52.5 Ni ihtiva eden INCO 718 süper alaşımları söylenebilir. Bu alaşımlar, Fe içeren nikel bazlı süper alaşımlardır. γ' ile güçlenen INCO 901 süper alaşımı %42,5 Ni ve %36 Fe ihtiva eden nikel bazlı veya karmaşık demir-nikel-krom içeren süper alaşımdır. Bu süperalaşım yüksek mukavemetine artı olarak, düşük termal genleşme katsayısına

sahiptir. Kompleks komposizyonlu katı-eriyik güçlendirmeli alaşıma en güzel örnek Multimet (N-155) alaşımı verilebilir. Bu süperalaşım %21 Cr, %20 Ni, %20 Co, %32,5 Fe, %3 Mo, %2.5 W ve %1 Nb içermektedir. Süper alaşımların özelliklerini iyileştirmek için, alaşımlara farklı elementlerle kombinasyonlar yapılabilir. YMK'lı kafes yapısı olan alaşımlar için en etkili mukavemetlendirme Ni, Al, Ta ve Nb ile yapılır. Molibden, volfram gibi bazı elementler güçlendirme evrelerinde katı-eriyik içerisine eklenir. YMK alaşımlar, karbon dahil edilmesiyle sertleştirilmektedir. Fosfor ve nitrojen ilave edilerek bu sertleştirme etkisi arttırılabilir. Karbon, ek olarak tane sınırlarında tane sınırı karbürü oluşturarak, mukavemeti yüksek seviyelere ulaştırabilmektedir. Karbür çökelmesi elde etmek için, karbür miktarı %0,5 olmalıdır. Oksidasyon dayanımı çoğunlukla krom elementiyle elde edilir. Bunun yanında nikel ve manganez de oksidasyon dayanımını artırır. Küçük miktarda bor ilavesi ile de yüksek sıcaklık spesifikleri artırılır. Ana elementi demir olan super alaşımların 504ºC üzeri sıcaklık kullanımları için önem arz eden özellikleri YMK kafes yapısında olmalarıdır. Dolayısıyla kapalı paketli kafes, daha mukavemetlidir. A-286 süper alaşımı; bazı gaz türbin motorları, türbin diskleri ve jantları için kullanılır. A-286 aynı zamanda türbin kutuları için de kullanılmaktadır [5, 18].

### 2.3.2. Kobalt esaslı süper alaşımlar

Ana elementi kobalt olan süper alaşımlar, temel olarak kobalt içerir. Bunun ile birlikte ciddi miktarda nikel, krom, tungsten küçük miktarda molibden, niobiyum ve demir gibi metaller de ihtiva etmektedir. Kobalt esaslı süper alaşımlar, katı-eriyik ve karbür fazları sayesinde güçlendirilir. Kobalt esaslı süper alaşımlar karbür fazlarından büyük bir yarar sağlamakla birlikte katı çözeltiyi güçlendirirler. Bu sebeple kobalt esaslı süper alaşımlar diğer süper alaşım gruplarına nazaran daha çok karbon içerirler. Homojen dağılmış karbürler önemli miktarda mukavemeti arttırır. Bu karbürler diğer süper alaşım gruplarındaki karbürlere göre daha stabildir. Nikel esaslı süper alaşımlara benzer olarak, kobalt esaslı süper alaşımlarda bulunan karbürler; $M_6C$, $M_7C_3$ ve $M_{23}C_6$'dır [5, 19].

Co bazlı süper alaşımlar, Ni esaslı süper alaşımlara nazaran çok iyi kaynaklanabilirlik ve çok yüksek ısıl yorulma direncine sahiptirler. Çok kristalli döküm yöntemiyle üretilmiş kobalt süper alaşımları, ergime sıcaklığı avantajından dolayı 2000°C (2274°K) üzerindeki uygulamalarda, ana elementi nikel olan süper alaşımlardan çok daha iyi mukavemet

gösterir [15]. Bu nedenle 980°C üzerindeki çalışma sıcaklıklarında Co esaslı süper alaşımlar, Ni esaslı süper alaşımlardan daha üstündür [15, 16].

Genellikler kobalt esaslı süper alaşımlar Ta, Ti, Zr ve Hf içermediği için MC türünde karbür oluşmaz. $M_6C$ türü karbür için ana elementler W ve Mo'dir. Bu karbür türü yeterli miktarda (%5 veya daha fazla) W ve Mo mevcut olduğunda oluşabilir. $M_{23}C_6$ tipi karbürler ağırlıklı olarak diğer süper alaşım gruplarında olduğu gibi Cr'dan oluşur. Bununla birlikte düşük miktarlarda W ve Mo içerebilir. $M_{23}C_6$ türü karbürler tane sınırlarına çökelerek, alaşımın tane sınırından kaymasının önüne geçer ve böylece yüksek sıcaklıklarda sürünme ve kopma ömrünü uzatırlar [20]. Kobalt esaslı süper alaşımların hiçbiri tamamen katı-eriyik alaşımı değillerdir. Bunun nedeni genellikle çoğu ikincil karbür fazları ya da intermetalik bileşik çökeltileri ihtiva etmesidir. Bu vaziyet yaşlanmaya ayrıca 25°C' de süneklik kaybolmasına da neden olur [5].

Mekanik dayanım olarak Ni-esaslı süper alaşımlara göre düşük seviyede kalan Co-esaslı süper alaşımların diğer gruplarla kıyaslandığında farklı özellikleri bulunmaktadır. Genellikle Co-esaslı alaşımların yüksek oranda Cr içermesi; iyi sünme, yüksek sıcaklıktaki gerilme direnci, termal yorulma direnci ve kaynaklanabilme bunun yanında önemli derecede sıcak korozyon direncine sahiptir [5, 15].

Ana elementi kobalt olan süper alaşımlar, dayanımlarını diğer alaşımlar gibi γ' ve γ'' gibi çökelti fazlarla değil, katı eriyik ile sertleştirici etki oluşturan elementler ve karbür çökeltileri ile kazanırlar. Çoğunluk olarak döküm yöntemiyle üretilmiş kobalt super alaşımları karbür çökelmesi ile sertleştirilmektedir [5, 15, 19].

Kobalt katı-eriyik ihtiva eden süper alaşımlarının geliştirilmiş son türü Stellite 6 dir. Bu süper alaşım yüksek sıcaklık uygulamalarında sertliği, oksidasyon mukavemetine ve bunun yanında en sünek ve en kuvvetli olanıdır. Bu özelliğini önemli miktarda krom içeriğinden (˜ %30) kaynaklanmaktadır. Stellite 6, 21, 31(x-40 olarakta bilinir), genellikle buhar türbinlerinde kullanılmaktadır ve aşınma mukavemetli alaşımlardır [5, 18]. Yüksek oranda Cr içermesi nedeniyle Stellite serisi oksidasyona karşı dayanıklıdır. Bu sebepten gaz türbinlerinde aşınma pedi ve buhar türbinlerinde erozyon kalkanı olarak kullanılır [5, 19].

Co Ortam sıcaklığı < 417°C olduğunda hegzagonal sıkı paket yapıda, daha yüksek ortam sıcaklıklarında YMK yapıya geçiş yapar. Kullanım alanı bulduğu bu allotropik

dönüşümün olmaması için, bütün ana elementi kobalt olan süper alaşımlara nikel ilave edilir. İlave edilen nikel 25°C' den ergime sıcaklığına kadar olan bütün sıcaklıklarda, alaşımın YMK yapısında olması sağlanır. Kobalt esaslı alaşımlar argon ve hava ortamında ergime yeteneğine sahip iken, demir -nikel ve nikel esaslı alaşımlar ihtiva ettikleri reaktif elementler (Al ve Ti) dolayısıyla vakum altında ergitmeye ihtiyaç duyarlar. Kobalt esaslı alaşımlarda bulunması istenmeyen ve mekanik özellikleri olumsuz yönde etkileyen σ, Laves ve TSP fazların çökelmesi sıkça karşılaşılan bir durumdur. Ayrıca kobalt esaslı alaşımlarda birincil sertleşme mekanizması çökelme sertleşmesi olması, karbonu önemli kılmaktadır. Karbonun buradaki en büyük etkisi yüksek sürünme ve kırılma mukavemetine ulaşmaktır. Karbon miktarının kontrol edilmesi, çekme ve kırılma mukavemetleri ve aynı zamanda sürünme özellikleri düşünüldüğünde büyük öneme sahiptir [15]. Ana yapısını kobalt olması sebebiyle yüksek kesme sıcaklıkları altında yüksek sıcaklık dayanımı gösterirler. Bu durum nedeniyle işlenmesi sırasında oldukça özen gösterilmesi gerekmektedir [16].

Co-esaslı süper alaşımlar genellikle dökme ve dövme ile üretildikten sonra kullanılabilirler. Fakat bazı korozyona dayanıklı alaşımlar toz metalurjisi yöntemleriyle de üretilebilirler [5, 19].

#### 2.3.2.1. Stellite 21

Yüksek sıcaklıklarda aşınma direnci ile yüksek mukavemetli malzemelerin tasarımı ve üretimi, havacılık, otomotiv, petrol ve kimya sanayilerinde zor hizmet koşulları için önemlidir. Stellite alaşımları mekanik ve tribolojik özelliklerin benzersiz kombinasyonunu hem oda sıcaklığında hem de yüksek sıcaklıklarda üstün korozyon ve oksidasyon direnci ile sergilemektedir [16]. Bunlar, üç büyük süper alaşım sınıfından biri olan Co esaslı süper alaşımların önde gelenleri arasındadır [17]. Co esaslı süper alaşımların uygulamaları nükleer endüstride çoğunlukla nükleer endüstri için eğilim gösterirken, bugün Stellite alaşımlarının kullanımı kağıt hamuru, kağıt imalatı, petrol ve gaz işleme, ilaç endüstrisi, havacılık, kimyasal işleme vb. gibi farklı endüstriyel alanlara da yayılmıştır [18].

Kobalt esaslı süper alaşımlardan olan Stellite 21 özellikle yüksek sıcaklıklar ve korozif ortamlarda kullanılır. Ayrıca nükleer santrallerde ve otomobil motorlarında valf koltuklarına giydirilir [12, 13]. Stellite alaşımlarının davranışı, kobaltın düşük istiflenme

enerjisinden, sert karbürlerin oluşumundan, yüksek korozyon direncinden ve katı çözeltinin güçlendirilmiş matrisinden yararlanmaktadır [14, 15]. Stellite alaşımlarının özellikleri, kimyasal kompozisyonları ile geniş çapta belirlenmiştir. Cr, W ve Mo gibi katı eriyik sertleştiriciler, mukavemete katkıda bulunurken, karbür çökeltileri ana güçlendirme mekanizmasıdır. Karbürlerin türü, boyutu ve şekli, Stellite alaşımlarının özelliklerini önemli ölçüde etkiler. Örneğin, daha büyük boyuttaki karbürlerlere sahip süper alaşımlar genellikle yüksek mukavemet kazanırlar [18]. Özellikleri üzerinde önemli etkileri olan karbürlerin oluşumu, alaşım elementlerinin türü (özellikle karbon), üretim metodu, sinterleme sıcaklığı, soğuma hızı ve ayrıca operasyonel parametrelerden etkilenir [16, 17].

### 2.3.3. Nikel esaslı süper alaşımlar

Ana elementi nikel olan süper alaşımlar ağırlıkça %30 ile 70 Ni ve yüksek oranda (%30 ile üstü) Cr ihtiva ederler. Demir Inconeller, Nimonicler ve Hastelloy gibi nikel esaslı süper alaşımlar az miktarda, diğer alaşımlarda (Incoloy 901 ve Inconel 706 vb.) ise %35 civarında vardır. Birçok nikel bazlı super alaşımlar, korozyon mukavemeti için küçük oranda alüminyum, titanyum, niobiyum, molibden ve tungsten de içermektedir. Nikel bazlı super alaşımlar katı-eriyik ve ikincil faz intermetalik çökelti tarafından mukavemetleri artırılmaktadır. İntermetaliklerin şekil aldırıcısı olarak tercih edilen elemenler alüminyum, titanyum ve niobiyumdur. Ni esaslı süper alaşımlardaki nikel ve krom kombinesi, yine ana elementi nikel olan super alaşımların oksidasyon mukavemetini yükseltir. Nikel esaslı süper alaşımlar, genellikle 650ºC ve üzerindeki uygulamalarda, mekanik dayanım bakımından paslanmaz çeliklerden dirençlidir [5].

Inconeller gibi katı-eriyik alaşımları, genellikle ısıl işlem teçhizatları ve fırın ekipmanlarında kullanım alanı bulmaktadır. Neden olarak; yüksek oksidasyon-korozyon ve yüksek mukavemeti olan malzemelere gerek olmasıdır. Ni esaslı süper alaşımların başka bir uygulaması da jeneratörlerdir. Nükleer santrallerde ayrıca fosil-yakıt santrallerinde yaygın olarak kullanılırlar [5].

Ni esaslı süper alaşımlar katı eriyik ve ikincil faz olarak intermetalik çökelti ile güçlendirilmektedir. İntermetalik olarak kullanılan metaller Al, Ti ve Niobiyumdur [5, 19].

#### 2.3.3.1. Nikel-demir esaslı süper alaşımlar

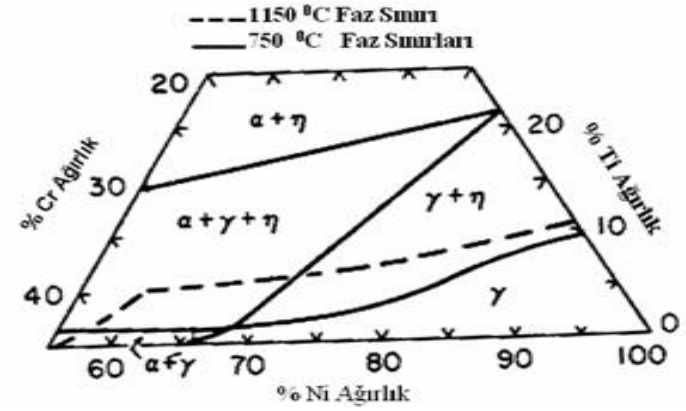
Demir-nikel bazlı super alaşımlar, östenitli paslanmaz çelikler düşünülerek ortaya çıkarılmıştır. Yüzey merkezli kübik (YMK) kafes yapısındadır [15]. Demir-nikel alaşımlarının mukavemetlendirme mekanizmaları ve Ni-Cr miktarları paslanmaz çeliklerden oldukça başkadır. Paslanmazlar %12-25 Cr ve %0-20 Ni ihtiva ederler. Ana elementleri demir – nikel olan super alaşımlarsa, %20' den yukarıda (%25-35) Ni ihtiva ederler ve katı-eriyik sertleşmesi, çökelti sertleşmesi veya karbürler ile mukavemetleri artırılır [5, 16, 21]. Sertleştirici çökeltiler; γ' ($Ni_3Al$), η ($Ni_3Ti$) ve γ'' ($Ni_3Nb$) gibi arametalbileşikler ve karbürler çökeltileridir [15]. Karbon, mikroyapıda tane sınırlarında tane sınırıkarbürü oluşturarak mukavemeti yukarı çeker. Karbür çökelmesi elde edebilmek için minimum %0.5 karbon gereklidir [17]. Nikel, YMK matris yapı kararlılığının istikrarlı bir şekilde devam etmesini sağlar [15]. Krom genellikle oksitlenme dayanımının sağlanması mahiyetiyle bileşime katılır [5]. Bununla birlikte kromda dahil olmak üzere diğer elementler de, katı eriyik sertleştirici olarak bileşime dahil edilebilir [15]. Ayrıca minimum seviyede B dahil edilmesiyle, yüksek sıcaklık uygulamalarındaki göstermesi beklenen özelliklerin geliştirilmesi sağlanır [17, 21]. Yüksek sıcaklıklar ortamlarında dayanımları düşük olduğundan dolayı işlenmesi çok kolay olan super alaşımlardır [22]. Genel olarak gaz türbin motorları, katalitik konvertör parçaları, türbin diskleri ve türbin kutuları gibi parçaların imalatında tercih edilmektedir [21, 22].

## 2.4. Mukavemetlendirme Mekanizmaları

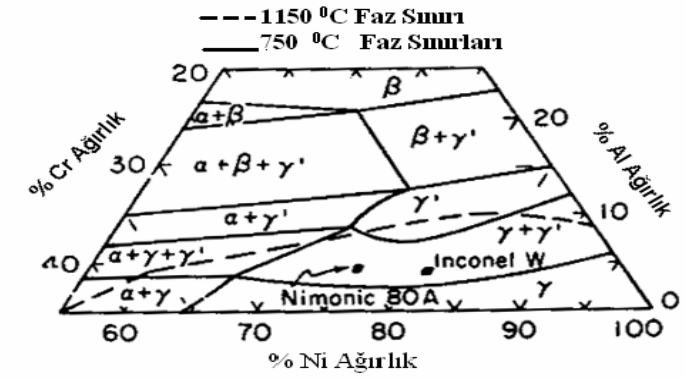
Süper alaşımlar komplike alaşım prosesleri olup bu alaşımların mukavemetini artırtılması için aşağıdaki yöntemler kullanılır:

1. fazı ile katı çözeltinin mukavemetlerinin artırılması,
2. γ′ ve γ′′ fazlarının hacimce oranlarının arttırılması,
3. Yapıda σ ve η fazlarını oluşturma,
4. γ′ fazı sayesinde tane sınırlarının ve karbürlerin kontrolünü sağlanması ile dayanımın arttırılması,
5. Tane büyüklüğü oranı için bileşen kalınlığının kontrolü

Genel olarak katı çözelti mukavemetlendirme mekanizması bütün super alaşımlar için kullanılabilir. Matris veya kompozisyonu oluşturacak ana element olan metal, bir alaşım proses içinde çözünüm sağlarsa, sistem katılaştığında sert bir yapı oluşur. Süper alaşımlar için tesirli mukavemetlendirme sistemi, katı çözelti içinde bulunan intermetalik fazın çökmesidir. Ana elementi nikel olan alaşımlar içinde oluşan $\gamma'Ni_3(Al, Ti)$ fazı, önem arz eden fazdır. Bu mekanizmada doymuş şekilde olan katı çözelti düşük sıcaklıklarda süratle soğutulur. Böylece, katı çözelti çok daha düşük sıcaklıklarda daha fazla miktarda ikinci bir malzemeyi kompozisyonunda bulundurabilecektir (nikel alaşımları içersindeki Ni3 (Al, Ti) intermetaliği gibi). Bu durumda alaşım en doygun şartlarda olacaktır ve bu da malzemenin mukavemetini yükseltecektir. Ni-Cr-Al ve Ni-Cr-Ti gibi üçlü alaşım proseslerinde, $Ni_3Al$ ve $Ni_3Ti$ intermetaliklerinin çökelmesi Şekil 2.2 ve Şekil 2.3'te verilmiştir [6].

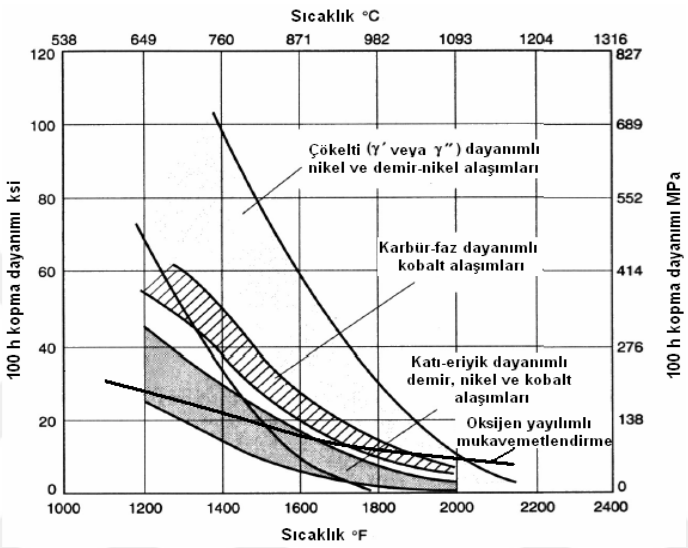



Şekil 2.2: Nikel - Krom -Alüminyum faz diyagramında nikel oranı yüksek olan bölümlerin izotermal kesiti [6].

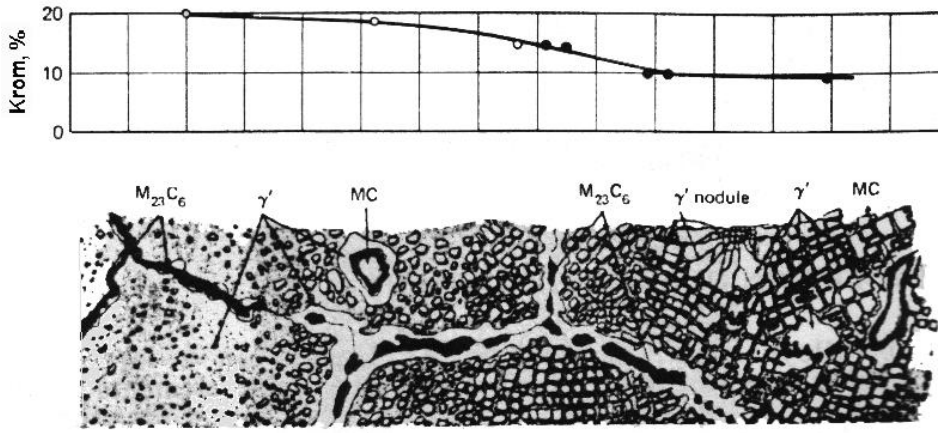



Şekil 2.3: Nikel - Krom-Titanyum faz diyagramında nikel oranı yüksek olan bölümlerin izotermal kesiti [6].

Nikel esaslı süper alaşımların mukavemetlendirilmesinde uygulanan diğer bir mekanizma içyapıda Ni3Nb intermetalik bileşiklerinin oluşturulmasıdır. Bu bileşikler, γ″ (gama fazı) olarak da bilinir. $Ni_3$(Al, Ti) γ′ fazı veya ostenitik γ fazı yüzey merkezli kübik kristal yapıya, γ″ fazı HMK kristal kafes yapısına sahiptir. Süper alaşımların mukavemetlendirme mekanizmaları süper alaşımların sertlik, dayanım, ergime noktası, kopma dayanımı gibi özelliklerinde etkin rol oynar (Şekil 2.4).




Şekil 2.4: Farklı süper alaşımların kopma mukavemetleri [6].




Şekil 2.5: Krom ihtiva eden nikel esaslı süper alaşımlar ve mikro yapı değerlendirmesi.

γ'-şekil vericiler = 2.5Ti,1.3Al---2.9Ti, 2.9Al---3.5Ti, 4.3Al ---4.7Ti, 5.5Al---1.5Ti, 5.5Al, 1.5Ta

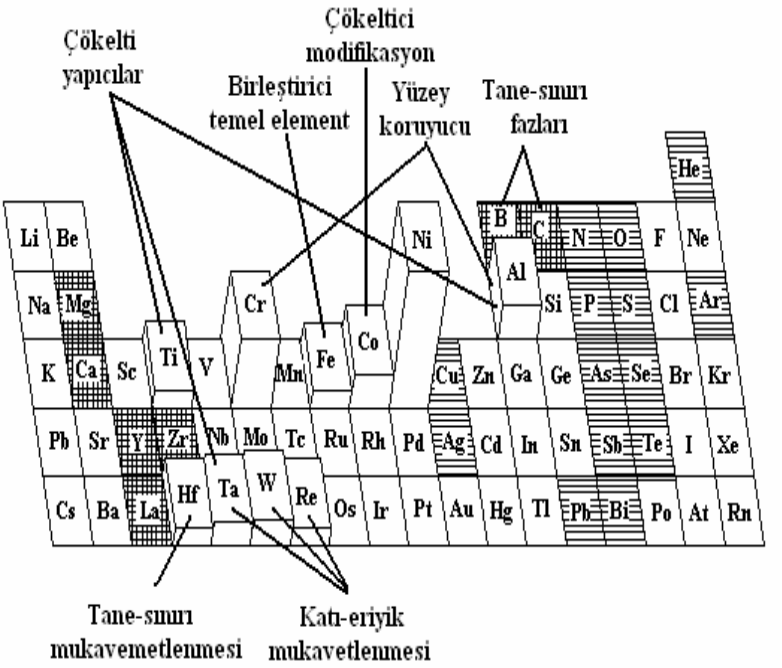
Karbür şekillendiriciler = 20Cr, 2.5Ti-19Cr,4Mo,2.9Ti-15Cr,5.2Mo,3.5Ti-10Cr,3Mo, 4.7Ti-9Cr,2.5Mo,10W,1.5Ta

Tablo 2.4: Süper alaşımlar içinde gözlemlenen başlıca bileşenler [6].

| Faz | Kristal yapı | Formül | Açıklamalar |
|---|---|---|---|
| γ' | YMK | $Ni_3Al$<br>$Ni_3(Al, Ti)$ | Çoğu nikel ve nikel-demir bazlı süper alaşım içinde belli başlı dayanımını artıran fazıdır, östenit yapı içindeki kristal kafesleri küçüktür, küreselden kübiğe değişik şekillerde, sıcaklık ve zamanın etkisiyle de değişik boyutlardır. |
| η | HSP | $Ni_3Ti$ | Demir-, kobalt-, ve nikel-esaslı süper alaşımlarda yüksek titanyum / alüminyum oranlarına uzun süre maruz kalmasından sonra bulunur. |
| γ'' | BCT | $Ni_3Nb$ | Inconel içinde ana kuvvetlendirme fazıdır; kararlı olan fazdır. |
| $Ni_3Nb(\delta)$ | Ortorombik | $Ni_3Nb$ | Çok yaşlandırılmış Inconel 718 içinde görünür; 815°C ve 980 $^0$C arasında şekil aldığında iğne gibi bir görüntüye sahiptir; yüksek yaşlanma sıcaklıklarında intragranüler çökelticiler ve düşük yaşlanma sıcaklıklarında gözenekli reaksiyonlar tarafından şekillenir. |
| MC | Kübik | TiC, NbC, HfC | Titanyum karbür nitrojen, zirkonyum ve molibden için çözebilirlik özelliğindedir; kompozisyonu farklıdır; küresel şekilde görülür, "Metal" elementleri Ti, Ta, Hf, Nb, Th ve Zr olabilir. |
| $M_{23}C_6$ | YMK | $Cr_{23}C_6$<br>$(Cr,FeW,Mo)_{23}C_6$ | Çökelme şekli önemli arz ediyor olup; film, küresel, levha, lamelli ve hücresel olarak çökelebilir; çoğunlukla tane sınırlarında şekil alır; "Metal" elementi genellikle Cr, fakat Ni-Co, Fe, Mo ve Tu de yerini alabilir. |
| $M_6C$ | YMK | $Fe_3Mo_3C$,$Fe_3W_3C$,$Fe_4W_2C$,<br>$Fe_3NB_3C$,$Fe_3Nb_3C$,<br>$Ta_3Co_3C$ | Rastgele dağılan karbür türleridir; pembeye yakın görülebilir; "Metal" elementi çoğunlukla Mo, Tu dir. |
| $M_7C_3$ | Hegzagonal | $Cr_7C_3$ | Genel olarak intergranüler blok şeklinde görülebilir; 1000$^0$C sıcaklığın üzerinde bir sıcaklığa maruz kaldıktan sonra Nimonic alaşımlarında ve bazı kobalt alaşımlarında görülür. |
| $M_3M_2$ | Tetragonal | $Ta_3B_2$, $V_3B_2$,<br>$Nb_3B_2$,$(Mo,Ti,Cr,Ni,Fe)_3B_2$, $Mo_2FeB_2$ | Yaklaşık %0.03 ya da daha fazla borlu, Fe-Ni ve nikel esaslı alaşımlarda gözlemlenir; boridler karbüre benzer şekildedir; "Metal" elementleri Mo, Ta, Nb, Ni, Fe ve V olabilir. |

## 2.5. Katkı Elementlerinin Süper alaşımlara Kazandırdığı Özellikler

Genel olarak alaşımlara ilave yapılan katkı elementleri, alaşımın kompozisyon oranına bağlı şekilde dayanım, sertlik, korozyon, manyetik, yüksek sıcaklık mukavemeti, elektrik direnci gibi mekaniksel özelliklerini değiştirmektedir. Süper alaşımlara ilave edilen elementler ve kazandırdığı özellikler Tablo 2.2 ve Şekil 2.5'te gösterilmiştir.




Şekil 2.6: Periyodik cetvel üzerinde gösterilen elementlerin süper alaşımlardaki etkileri.

Tablo 2.5: Süper alaşımlar üzerinde elementlerin etkisi [6].

| Element Etkileri | Fe-esaslı | Co-esaslı | Ni-esaslı |
|---|---|---|---|
| Katı-eriyik kuvvetlendiriciler | Cr, Mo | Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta | Co, Cr, Mo, Fe, W, Ta |
| Yüzey merkezli kübik(YMK) matris stabiliztörleri | C, Ni, Co | Ni | Co |
| Karbür şekilleri; | | | |
| MC türü | Ti | Ti | W, Ta, Ti, Mo, |
| $M_7C_3$ türü | -- | Cr | Nb |
| $M_{23}C_6$ türü | Cr | Cr | Cr |
| $M_6C$ türü | Mo | Mo, W | Cr, Mo, W |
| Karbonitritler; | C, N | C, N | Mo, W |
| M(CN) türü | | | C, N |
| Karbürlerin çökelticileri | P | -- | -- |
| γ' $Ni_3$(Al, Ti) | Al, Ni, Ti | -- | Al, Ti |
| Hegzagonal η ($Ni_3Ti$) dönüşüm ünü geciktirenler | Al, Zr | -- | -- |
| γ''nın çözücü sıcaklığını yükseltenler | -- | -- | Co |
| γ''nın çözücü sıcaklığını düşürenler | -- | -- | Cr |
| Çökelme sertleştiriciler ve intermetalikler | Al, Ti, Nb | Al, Mo, W, Ta | Al, Ti, Nb |
| Oksidasyon dayanım artırıcılar | Cr | Al, Cr, Ta | Al, Cr, Ta |
| Sıcak korozyon mukavemeti artırıcılar | La, Y | La, Y, Th | La, Th |
| Sülfidasyon mukavemeti sağlayanlar | Cr | Cr | Cr |
| Tane sınırı morfolojisi değişkenleri tarafından sürünme-kopma özelliklerini artırıcılar | B | B, Zr | B, Zr |
| Ara-sıcaklı sünekliğini artıcılar | -- | -- | Hf |
| Tane sınırı segregasyonuna neden olucular | -- | -- | B, C, Zr |

İlave edilen elementler, her süper alaşımın özelliğini farklı yönde etkilemektedir.

## 2.6. Süper alaşımların Uygulama Alanları

Süper alaşımlar, sıcaklığa dayanımlarının yüksek olması nedeniyle başta havacılık endüstrisi, kimyasal ekipmanlar ve petro-kimya endüstrisi olmak üzere yaygın olarak kullanılır. Örnek olarak; uçak ve endüstriyel gaz türbinleri: diskler, cıvatalar, şaftlar, muhafaza kapları, pervane kanatçıkları, vanalar, yanma roomları, hava boşaltma bıçakları. Gaz türbin merkezleri: pervane kanatları, gaz ısıtıcı bacalar. Motorlar: turbo yükleme uygulamaları, ısıtma elemanları, valfler ve contalar, piston gömlekleri, eksoz valfleri. Metal işleri: sıcak iş takımları ve kalıpları, dökümde kullanılan kalıplar. Tıbbi uygulamalar: dişçilik, protez ekipmanları. Isıl işlem ekipmanları: karıştırıcılar, konveyörler. Nükleer güç sistemi ekipmanları: hareket sistemi kontrol çubukları, akış valfleri, yaylar. Uzay gereçleri: aerodinamik araç zırhları, roket motor parça uygulamaları. Kimya ve Petro-kimya endüstrisi: Cıvatalar, valfler, reaksiyon kapları, borular, pompalar [3, 5, 19].

## 2.7. Süper alaşımların Üretim Yöntemleri

### 2.7.1. Döküm ve dövme yöntemi ile üretilenler

Yüksek sıcaklıklarda, döküm süper alaşımlar, dövme ile üretilmişlere kıyasla daha dayanıklıdır. Döküm ile üretilmiş alaşımlarda, dökümün kompozisyonu yüksek sıcaklık dayanımı için belirlenebilmektedir. Çok yüksek sıcaklıklarda mukavemet göstermesi istenen alaşım için, nikel bazlı süper alaşımlarda $\gamma'$ fazının dayanım artırımı yapılır. Bu süper alaşımlara küçük oranda hafniyum ilavesiyle (~% 1-1.5), yüksek dayanımlı nikel süper alaşımlarının orta sıcaklıklarda işlenebilirlik özelliği artırılır. Bir çok uçakta gaz türbin motorları uygulamalarında yüksek oranda gerilim ve yüksek oranda sıcaklığa maruz kalan türbin bıçağında $\gamma'$ fazı ile güçlendirilmiş nikel esaslı süper alaşımlar kullanılır. Döküm yöntemindeki gelişmelerle birlikte, malzemelerin yüksek orandaki sıcaklıklarda özellikleri de gelişmiştir. Doğrusal yönde katılaşma işlemi ile kontrollü tane büyümesi ve böylece bütün kristallerin boyuna olarak şekil verilmesi sağlanmaktadır.

Bunun neticesinde de, malzemelerin yüksek sıcaklıklardaki dirençleri ve termal yorulmaları artırılmaktadır [6].

### 2.7.2. İşlenmiş malzemeler

Dövme ile üretilmiş süper alaşımlar döküm ile üretilmişlere göre daha ince tanelidir. Bu tane yapısı sıcak şekillendirme yapılmasıyla ortaya çıkmaktadır. Bu süper alaşımlar, 25°C' den 540°C' ye kadar olan sıcaklıklarda, döküm malzemelere oranla iyi mukavemet ve işlenebilirlik sağlamaktadır. Ayrıca bu alaşımların yorulma mukavemetleri ve kırılma spesifikasyonları, dökme yöntemi ile üretilmiş alaşımlardan daha üstündür. Sıcak işleme esnasında yapısal hasar oluşması ve alaşımın oluşturulurken ortaya çıkan boşlukların yüksek oranda kaybolması ve tane boyutlarının küçülmesidir. Bu sebeple düşük ve orta sıcaklıklardaki uygulamalarda ya da dinamik kırılma dayanımı istenen çalışma ortamlarında dövme süper alaşımlar tercih edilir [6].

### 2.7.3. Toz metalurjisi ile üretilmiş süper alaşımlar

Kimyasal yapı ve metalurjik olarak istikrarlı yapılar oluşabildiğinden dolayı uçaklarda yer alan motor ekipmanlarının üretiminde toz metalürjisi tercih edilmektedir. Toz metalürjisi yöntemi ile üretilen malzemelerin avantajı, stabil ortamda en iyi saflıkta ve boyutta malzemelerin oluşması ve süper alaşım tozlarına ön alaşımlama yapılabilmesidir. Üretim esnasında uygulanan sıcak izostatik presleme (HIP) ve izotermal şekillendirme gibi uygun şekillendirme yöntemlerinin bulunması, süper alaşım üretiminde bu gelişmelerin uygulamasını artırmış ve tercih sebebi yapmıştır. Yüksek dayanıma sahip ana elementi nikel olan süper alaşımlardaki yüksek orandaki makro segragasyonu toz metalurjisi üretim yöntemiyle tamamen ortadan kaldırılabilmektedir. Üretilen malzemeler çok küçük boyuta sahip tozların bir araya getirilerek oluştuğundan, segragasyon büyüklüğü de bu toz şeklindeki elementlerin boyutlarıyla sınırlı kalması oldukça doğaldır [6].

# BÖLÜM 3. ELEKTRİK AKIM DESTEKLİ SİNTERLEME YÖNTEMİ (ECAS)

## 3.1. Giriş

Elektrik akımı destekli sinterleme (ECAS), sahip olduğu sistem boyunca elektrik akımının iletilmesi ile elde edilen termal enerjinin üretildiği bir toz birleştirme tekniği olarak karşımıza çıkmaktadır. [29, 30]. Elektrik akımı destekli sinterleme (ECAS) üstün özelliklere sahip seramikler ve metal alaşımlarının hazırlanması için diğer üretim yöntemlerine ciddi bir rakip olmaktadır. Bu yöntemin en güçlü avantajıkolaylıkla yüksek sıcaklıklara erişilebilmesidir [2, 28].

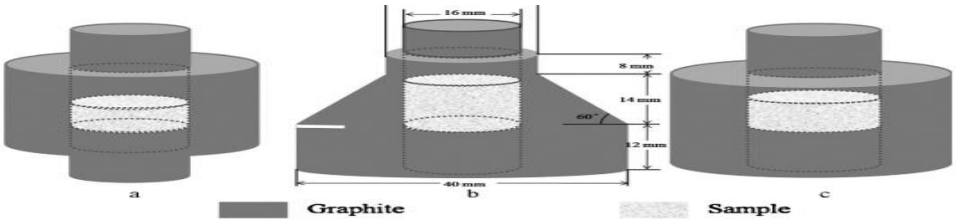
Elektrik akımı destekli sinterleme (ECAS) sisteminde, rijit bir kalıpta tipik bir tek eksenli mekanik basınç ile elektrik akımının aynı anda uygunlanması ile istenilen alaşım elde edilmektedir. Bu işlemde ısının iletim ve ışınım ile sağlaması bir çok faydayı da yanında getirmektedir. En pratik avantajı olarak kısa işlem süresi gösterilmektedir [30]. Yüksek iletim sayesinde oluşan hızlı ısıtma, düşük sinterleme sıcaklığı ile birleştiğinde sinter bağlarının oluşumunu sağlamaktadır. Geleneksel üretim yöntemleri ile elde edilmesi zor olan çok küçük boyuttaki (nano) ozların, metal matrisli kompozitlerin, fiber takviyeli seramiklerin, intermetalik bileşiklerin üretşmlerini kolaylaştırmaktadır. Bu yöntemin bir diğer avantajı ise atmosfer kontrolüne gerek duyulmaması ve ekipman ihtiyacının azlığı ile malzeme kaybının en düşük seviyelerde olması nedeniyle ekonomik bir yöntem olduğu açıkça ortaya koymaktadır [7].

## 3.2. Elektrik Akımı Destekli Sinterleme Yöntemi Parametreleri ve Sınıflandırılması

Bu yöntemde, elde edilmek istenen yoğunluğun yanında özel ürünlerin sentezlenmesi, mekanik basınç ve elektrik akımı ile sağlanır. Mekanik yük ve elektrik akımı isteğe bağlı olarak kontrol edilebilir.

Alaşımların üretimi, metal tozlarının kalıplara yerleştirilmesi ile başlayıp, istenilen mekanik yükün uygulanması sonrasında elektrik akımının desteği ile ısıtılarak sinterleme

işleminin gerçekleşmesiyle son bulur. Elektrik akımını yalıtan tozların sinterlenebilmesi içim iletken kalıplar tercih edilmektedir. Kalıp ana malzemesi olarak grafi, demir esaslı malzemeler ve seramikler kullanılmaktadır.




Şekil 3.1: ECAS'da kullanılan üç farklı şekle sahip grafit kalıpları. (a) homojen sıcaklık dağılımı için; (b) ve (c) Gradyan sıcaklık dağılımı için [6].

Bu yöntemde kullanılacak olan elektrik akım çeşidi isteğe bağlı olarak alternatif akım ve doğru akım olabilmektedir. Uygulanacak yük ise, hedefe uygun olarak belirlenebilmektedir. Elektrik akımı destekli sinterleme işlemi anında genel olarak tek eksenli yük uygulanmasının yanında son yıllarda izostatik kuvvetlerinde kullanıldığı bildirilmektedir [7, 8].

Alternatif akım ve doğru akım seçimine göre ECAS yöntemi Elektrik deşar ve Direnç sinterleme olarak 2 sınıfa ayrılmaktadır.

Düşük voltaj ve yüksek akıma sahip uygulamalarda direnç sinterleme tercih edilmektedir. Bu sistemde akım çeşidi olarak doğru akım veya alternatif akım uygulaması yapılabilir. Kapasitöre hapsedilen elektrik enerjisinin hızlı bir şekilde kalıp içerisinde sıkışmış toz bloğunun üzerine uygulanması yöntemi ise Deşarj sistemi olarak adlandırılmaktadır [7].

### 3.2.1. Deşarj sinterleme (EDS)

Diğer bir isim olarak çevresel elektro-deşarj sinterleme yöntemidir. Bu yöntemde kapasitörde hapsedilen elektrik enerjisi yalıtılmış tüpler içerisinde sıkıştırılmış tozlara anlık olarak verilerek uygulanmaktadır. Bir anda uygulanan elektrik akımı tozların ısınmasına ve sinterlenmesine yol açar. Anlık olarak verilen elektrik akımı doğal olarak yüksek bir manyetik alan oluşturmaktadır. Manyetik alanın oluşması sayesinde kalıp içerisinde bulunan numune rahat hareket hale gelerek kalıptan kolayca ayrılmasını sağlamaktadır. Nunumenin kalıptan kolayca çıkarılması, kalıpların birkaç defa daha kullanılmasını sağlayarak ekonomiklik getirmektedir [7].

İlk olarak deşarj sistemi, manyetik alan elde edebilmek için üretilmiştir. Kapasitör tarafı ise genellikle 25mF ve voltajı 30 kV güçte imal edilmiştir. Elde edilen deşarj akımı şiddet ve yoğunluk bakımından 2800 MA/$m^2$ ve 90kA olabilmektedir. Çalışmalardan sonra bu yöntemin iki aşamalı olduğu ortaya çıkmıştır. Birinci aşamada, sinterleme 103 ve 103 A/$cm^2$ akımda gerçekleşirken, kalıp içerisindeki tozlar yüksek voltlarda şekillendirilir [9].

Bu sistemde sinterleme sıkıştırma uygulanarak ya da uygulanmadan yapılabilir. Sıkıştırma için kullanılan basma kuvveti statik ya da dinamik olarak uygulanabilmektedir. %90 yoğunluk üstünde numune üretebilmek için ham yoğunluk %80 ve üzeri olması gerektiği bilinmektedir. Dolayısıyla soğuk presleme ihtiyacı olduğu belirtilmektedir. Ek olarak deşarjın yapılabilmesi için düşük seviyede dahi olsa basınç ihtiyacı vardır. Deşarja başlamadan önce eğer ki tozlar yeterli oranda sıkıştırılmaz ise tozlar arasında kıvılcım oluşumu zorlaşacağı için yoğunlaşma da yeterli oranda olmayacaktır [7].

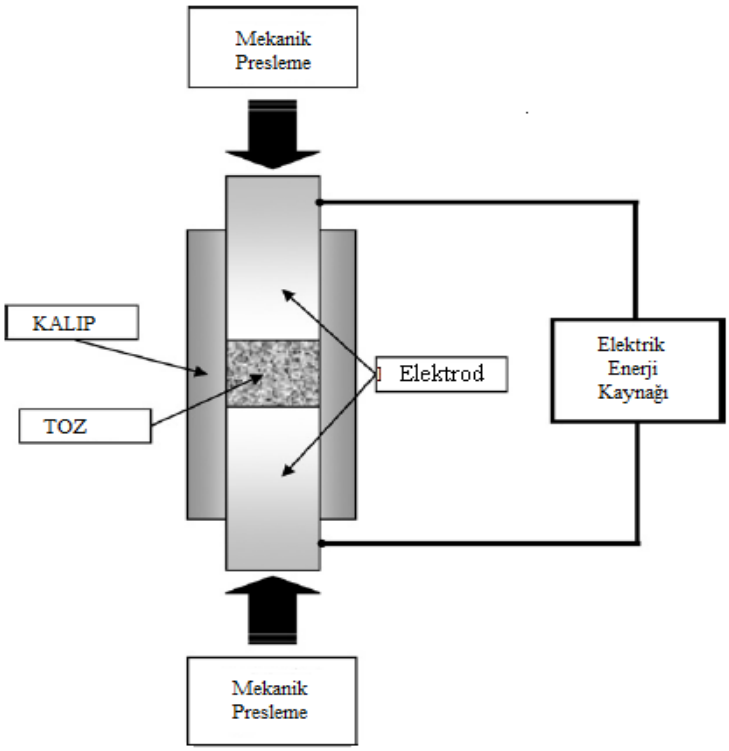
Deşarj sisteminde, ortalama boyutları 150 µm olan toz karışımının istenilen homojenlikte elde edilebilmesi için sıvı faza ihtiyaç vardır. Dolayısıyla sıvı faz oluşumu gerçekleşene kadar sistemin aktif olarak çalıştırılması gerekmektedir.

Elde edilen numunelerin merkez kısmında dış kısımlara oranla yüksek yoğunlaşma görülmektedir. Bu durumdan dolayı ise merkez kısımda oluşan katı çekirdeğin çevresinde değişkenlik gösteren tabakalar oluşmaktadır. Buradaki katı çekirdek ergimeye zorlanan toz parçacıklardan meydana gelmektedir. Deşarj sisteminde elektrik akımının istenilen noktadan (numune üzerinden) geçebilmesi için yalıtkan kalıplar tercih edilmektedir (genellikle pirex camlar). Pirex cam kalıpların yüksek sıcaklıklara ulaşıldığında yumuşaması deşarj sisteminin maksimum 800°C' ye kadar kullanımına olanak sağlar. Aşırı enerji girdisi ise numunenin bütünü ya da kısmen ergimesine, patlama ile parçalanmasına ve akabinde de pirex kalıbın yanması ile sonuçlanabilmektedir [10, 24]. Bunun yanı sıra deşarj sisteminde akım değerinin arttırılmasıyla elde edilecek olan numunenin de yoğunluğunun artacağı tahmin edilmektedir [9].

### 3.2.2. Direnç yoluyla sinterleme

Dirençle sinterleme (RS) uzun yıllardır bilimin konusu olup, bazı ticari alanlarda da üretim yöntemi olarak tercih edilmektedir. Farklı isimlerde de tanımlanmasını en büyü

nedeni farklı akım tiplerinde de bu sistemin çalışabilmesidir. Bu sinterleme yönteminin temeli akım yaratmaktadır. Literatür incelendiğinde sınıflandırma kullanılan akım tipine göre yapılmaktadır. Dirençle sinterleme yönteminde doğru akım, alternatif akım, darbeli elektrik akım ve bu akım tiplerinin kombinasyonları kullanılmaktadır. Deşarj yöntemine nazaran burada akım sürekli olarak sistemden geçebilmektedir [7, 8].




Şekil 3.2: Direnç sinterlemenin şematize edilmiş uygulaması [7].

RS sisteminin en büyük dezavantajı reaksiyon gösteren toz metallerin sahip olduğu aktivasyon enerjisi yüksek olması durumunda, sistemin uygulaması gereken değerlerinde yüksek olmasıdır. Dolayısıyla ergime değerleri düşük olan tozların buharlaşması söz konusu olabilmektedir. Homojen numune elde edebilmek için sistemde uygulanan akım değerinin kontrol edilmesi mutlaktır [7].

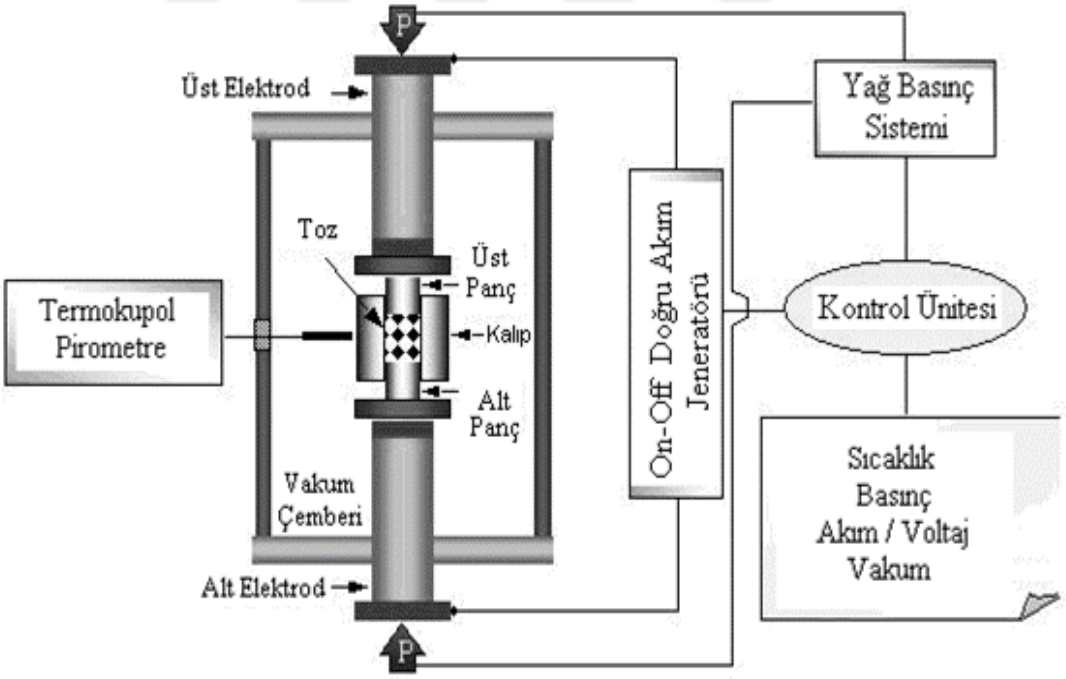
### 3.2.3. Spark plazma sinterleme (SPS)

SPS 90'lı yılları sahip olduğu sinterleme sistemlerine alternatif olarak geliştirilmiştir. Başta Japonya olmak üzere bu sistem ile ilgili araştırmalar devam etmektedir. SPS sistemi seramikler metaller ve polimerlerin bir araya getirilmesine olanak sağlamaktadır [23].

SPS temel çalışma prensibi grafit kalıp içerisinden doğru akımın geçirilmesidir. Kalıp içerisinden geçirilen akım sayesinde karıştırılan tozlar içten ısınmaya başlamasıdır. Bu yöntemde bielektrik akım jeneratörünün bulunması sayesinde 600°C/dk gibi yüksek ısıtmaya erişebildiğinden dolayı üretimin oldukça kısa sürelerde gerçeklemesi olağandır. SPS' in avantaj sağladığı konulara değinecek olursak; kolay üretim, düşük maliyet, yüksek ısılarda sinterleme. SPS yöntemi aşağıdaki konularda ön plandadır.

- Yüksek sıcaklık oluşumu ile tane boyutu ve sıcaklık gradyanı.
- Birbirlerine benzeyen/benzemeyen malzemelerin sinterlenebilmesi.
- İntermetelikler ve benzerlik göstermeyen tozların sinterlenmesi.

Spark plazma yönteminde tek eksenli (tercihen dik) sıkıştırma uygulayabilen, su ile soğutma içeren, atmosfer kontrolünün sağlanabildiği, akım jeneratörü ihtiva eden, bir sistemdir. Uygulama şekli basınç oluşturabilen probların arasına sıkıştırılan kalıbın içerisinden akım geçirilmesiyle tamamlanır [8].




Şekil 3.3: Spark plazma sinterleme (SPS) cihazı [8].

Spark plazma yönteminde doğru akımın tercih edilmesi tozlar üzerinde aktifliğin artmasını ve numunede temiz yüzey ortaya çıkmasını sağlamaktadır. Aynı zamanda doğru akımın diğer etkileri yoğunluğun yüksek, mikro yapıda tane sınırlarının düzgünlüğü ve yüzeydeki bozuklukların minimum seviyede kalmasını sağlamaktır.

Üretim kolaylığı, hızlı sinterleme ve kontrollü bir yöntem olmasıyla gelenekselleşen yöntemler ile üretilemeyen alaşımların rahatlıkla elde edilmesine olanak vermektedir [9].

Spark plazmada temel çalışma prensibi kıvılcımın sisteme verilmesi ve tek bir noktadan geçirilmesi ile toz tanelerin bağlanmasını sağlamaktır. Gelenekselleşmiş yöntemlerde istenilen yüksek sıcaklıklarda uzun süren sinterlemelere kıyasla 200°C - 500°C gibi sıcaklıklık değerlerinde istenilen malzemenin elde edilmesini sağlar. Sinterleme ergime ve sıcaklık değişimleri de göz önüne alındığında 5-25 dakika arasında gerçekleşir ve tamlanır. Sparkın boyun oluşumunda, tozların arasındaki boşlukta buharlaşmaya ve yine toz tanelerinin ergimesine yol açmaktadır. Bu durum ise deformasyonun ilerlemesine ve %99,5 civarındaki yoğunluğun elde edilmesini sağlamaktadır [8].

# BÖLÜM 4. KOROZYON

## 4.1. Giriş

Sıcak korozyon, metal ve alaşımlar için önemli özelliklerden olup oluşan koruyucu oksit tabakasının koruyuculuğu ile değerlendirmektedir. Metallerin korozyon hızı genellikle oksit tabakası artıkça azalma gösterir ve alaşıma eklenen bazı elementler (örneğin Cr), bazen termal döngü içerisinde, bazen ise koruyucu oksit bütünlüğüne önemli derecede katkıda bulunur [23].

Süper alaşımlar, belirlenmiş sıcaklık aralığında yakıt ve servis atmosferi gibi ortamların getirdiği yabancı maddelerden kaynaklanan bozulmaya uğrarmaktadırlar. Bu kirlilikler temiz metal yüzeyine çökerek koruyucu oksit tabakası ile reaksiyona girmeyen düşük ergime noktalı ortamı oluştururlar. Bu korozyon türü oksidasyondan daha hızlı yayılır ve buna 'sıcak korozyon' denir. Sıcak korozyonu oluşturan başlıca elementler: Na, Cl, S ve V'dur. Na ve Cl genel olarak deniz ortamında, V ise hem endüstriyel atmosferlerde hem de yakıt ve yakıt içerisinde bulunan S ve safsızlıklarından gelmektedir [25, 26].

Gaz türbini uygulamalarında koruyucu yüzey özellikleriyle bilinen Ni ve Co esaslı süper alaşımlar kullanılmaktadır. $Na_2SO_4$ gibi alkalin sülfatlar, gaz türbini ortamında meydana gelen ana agresif bileşiklerdir [20, 26]. $Na_2SO_4$ çökelmesi, yakıttaki S ile reaksiyona giren NaCl arasında oluşmakta ve bu ortamda korozyon 600-1000°C arasında gerçekleşir. Ayrıca $Na_2SO_4$ hem S hem de Na içeren yakıtların yakılmasıyla da oluşabilir [20,24]. 1000°C sıcaklığın üzerinde tuz birikintileri buharlaşır ve metal yüzeyinde birikmemekte; 600°C sıcaklığın altında ise sıcak korozyon için gereken reaksiyonlar gerçekleşmemektedir [26]. Ayrıca $Na_2SO_4$, alaşımın veya kaplamanın üzerinde biriktiğinde oksitlenme reaksiyonunu hızlandıran sülfidasyon saldırısı ile oksit tabakasının koruyucu özelliğini azaltmaktadır [27].

Sıcak korozyon için gerekli önemli bir reaksiyon aşağıdadır:

$Na_2SO_4 \longrightarrow Na_2O + SO_3$

Sıcak korozyonun iki aşaması mevcuttur. İnkübasyon ve yayılma. İnkübasyon(kuluçka) evresinde yabancı maddeler metal yüzeyine çökelerek oksidasyon benzeri davranış göstermektedirler. Yayılım evresinde koruyucu oksit tabakasında önemli değişiklikler ve bununla birlikte koruyucu tabaka altındaki alaşıma saldırı olmaktadır [25, 27].

Diğer pek çok reaksiyonda olduğu gibi sıcaklık süper alaşımların korozyon hızını büyük ölçüde etkilemektedir. Sıcaklık değişimine göre tip I ve tip II olmak üzere korozyonun iki belirgin sıcaklık aralığı (tip I=800-1100ºC, tip II=650-800°C) bulunmaktadır [25, 26]. $Na_2SO_4$'ün tamamen ya da kısmen eridiği yaklaşık 800°C'nin üzerindeki korozyon 'tip I' olarak adlandırılır. Sıcaklık 650-800°C seviyelerine indiğinde tuz katılaşır ve 'tip II' olarak adlandırılır. Yüksek alaşımlarda asidik akış, bazik akış ve kükürt kaynaklı olarak farklı yollarla korozyon oluşabilir. Örnek olarak; asidik akış, refrakter özellikli elementler yani Mo, W ve V içeren asidik oksitler (MoO3, WO3 ve $V_2O_5$) içerdiğinde ortaya çıkmaktadır. Bu oksitler erimiş tuzda çözünürken oksit iyonu konsantrasyonu aşağıdaki gibi azalır:

$MoO_3 + O^{2-} \longrightarrow MoO_4^{2-}$

Bu şekilde tuz asidik hale gelmekte ve yeteri kadar asidik olduğunda $Al_2O_3$ ve $Cr_2O_3$ gibi koruyucu oksitlerin çözünmesi gerçekleşmektedir [20, 25, 26].

$Al_2O_3 \longrightarrow 2Al^{3+} + 3O^{2-}$

$Cr_2O_3 \longrightarrow 2Cr^{3+} + 3O^{2-}$

%20'den daha az Cr içeren Co-esaslı alaşımları ve kaplama sistemleri bu tip korozyona karşı aşırı duyarlıdır. Ni-esaslı alaşımlar da bu tip korozyondan etkilenmektedir. Daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşen Tip II sıcak korozyonunun, tuz birikiminin katı halde olması beklenir ($Na_2SO_4$=884ºC) [20, 24]. $Cr_2O_3$ koruyucu tabakasına temas eden ortamdaki yoğun sülfatlar, $Al_2O_3$ tabakasına göre düşük sıcaklıklarda korozyona daha dirençlidir. Bunun nedeni, $Al_2O_3$ koruyucu tabakasının biriken tuz ile karışma eğilimi göstermesidir [20]. İki tip sıcak korozyon birbirinden morfolojik olarak ayırt edilebilir. Tip I (yüksek sıcaklık) sıcak korozyonu, dış oksit tabakasının altında bir sülfür fazının ağıyla ayırt edilirken, Tip II'de ise (düşük sıcaklık), oyuklanma(pitting) tipinde saldırıyla ayırt edilmektedir [27].

### 4.2. Vanadik Saldırı

Vanadyum ve sodyum sırasıyla $V_2O_5$ (vanadyum pentaoksit), $Na_2SO_4$(sodyum sülfat) oluşturan en agresif elementlerdir. Vanadyum yakıtta çözünebilmektedir ve bu organik V bileşikleri özellikle $V_2O_5$, gaz akımında ayrışmaktadır. Düşük ergime noktasından dolayı(690°C) $V_2O_5$ genellikle sıvı halde bulunmakta ve bu nedenle en korozif bileşendir.

Vanadik saldırı 3 aşamada gerçekleşmektedir:

1. Vanadyum bileşikleri, oksijen için bir taşıyıcı işlevi görür.
2. Vanadyum bileşikleri oksitleri çözer.
3. Vanadyum, metalin koruyucu oksit tabakasına girerek kusur mekanizmalarını arttırır ve saldırının hızlanmasında önemli rol oynar.

Hızlandırılmış saldırı ancak erime noktası düşük olan bir faz mevcut olduğunda gerçekleşmekteir. Düşük kükürt içeren yüksek vanadyum yakıtlarının esas bileşeni sodyum ve vanadyum oksitleri içerdiği için oluşan bileşiklerin erime sıcaklıkları önemlidir [27].

### 4.3. $Na_2SO_4$ Saldırısı

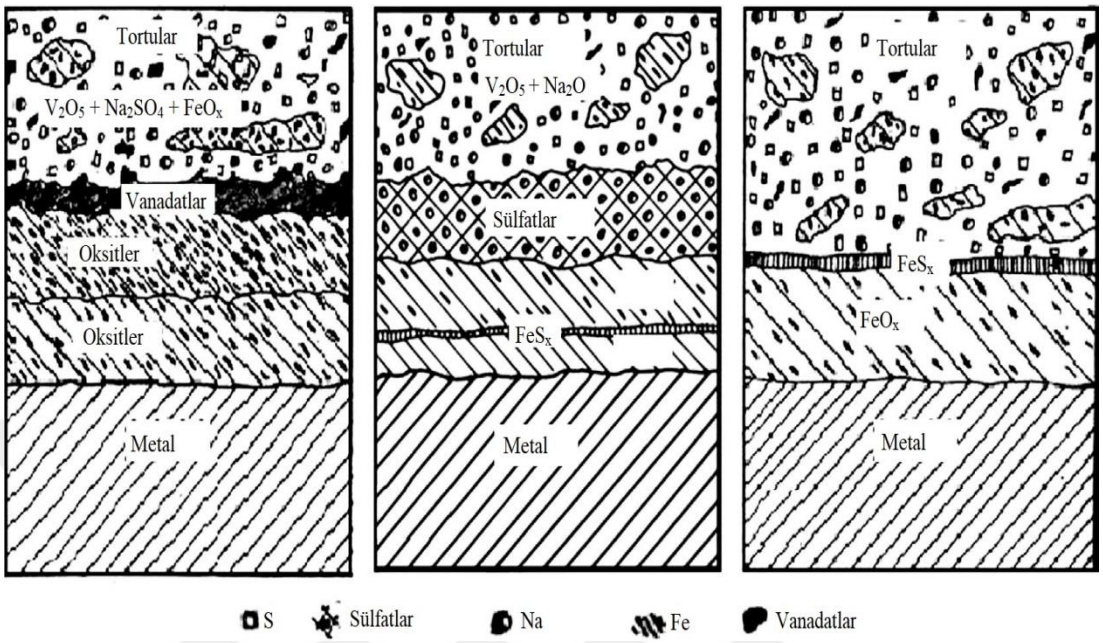
Korozyon genellikle vanadyum, sodyum, kükürt (yakıttan gelen) ve oksijenin bir arada bulunması ile gerçekleşmektedir. Yanma sırasında, vanadik oksitler ve sodyum sülfat düşük erime dereceli vanadil vanatlar olarak yoğunlaşması mümkündür. Bu da yüzey koruyucu oksitlerin ve metal alkâli malzemesinin hızla çözünmesine imkân tanımakta ve İşlem çok hızlı gerçekleşmektedir. Oksit çözünmesi, metal kaybı ile eşdeğer olarak değerlendirilebilir [25, 26, 27].

Sıcak korozyon ortamında bulunan $Na_2SO_4$ bileşiği S ve Na için kaynak olarak görülür. Fakat genellikle Na, NaCl'den gelir ve yanma işlemi sırasında kolayca buharlaşmaktadır. Buharlaşma için farklı mekanizmalar da mevcuttur. Fakat buharlaşma gerçekleştikten sonra sodyum, buhar fazında NaCl ve NaOH olarak bulunur. Bulunma Oranı ise etkileşim tipine bağlı olarak belirlenebilir [25, 27].

$$H_2O + NaCl_{(g)} \longrightarrow NaOH_{(g)} + HCl$$

$$2NaOH + SO_3 \longrightarrow Na_2SO_4 + H_2O$$

Şematik olarak bir metal yüzeyi ve korozyon sonucu oluşabilecek tabakalar şekilde gösterilmiştir.




Şekil 4.1: Korozyon sonucunda oluşabilecek sülfatlar, oksitler ve vanadatların yerlerinin gösterimi [22].

# BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

## 5.1. Giriş

Bu çalışmada elektrik akımı destekli sinterleme (ECAS) yöntemiyle Stellite 21 süper alaşımının üretilmesi amaçlanmıştır. Üretilen malzemelerin mikro yapıları optik ve elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Elde edilen faz yapıları noktasal EDS analizi ile karakterize edilmiştir. Malzemelerin Archimed prensibi ile yoğunluğu ve Rockwell sertlik yöntemi ile sertlikleri belirlenmiştir. Bunun yanında üretilen bu malzemelerin korozyon direnci de incelenmiştir.

## 5.2. Deneysel Çalışmalar

### 5.2.1. Kullanılan tozlar

Deneylerde genel özellikleri aşağıda verilmiş; kobalt, krom, molibden, nikel, demir, manganez, silisyum ve karbon tozları kullanılmıştır. Kullanılan tozlardan kobalt, krom ve demir Atlantic Equipment Engineers (ABD)'den kalan tozlar (molibden, nikel, manganez ve silisyum) ise Alfa Aesar (Almanya)'dan temin edilmiştir. Deneylerde kullanılan tozların özellikleri Tablo 5.1'de verilmiştir.

Tablo 5.1: Kullanılan element tozlarının genel özellikleri [26].

| Elementler/ Özellikler | Kobalt | Krom | Molibden | Nikel | Demir | Manganez | Silisyum |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Yoğunluk (g/mm$^3$) | 8,92 | 7,19 | 10,22 | 8,9 | 7,87 | 7,4 | 2,34 |
| Erime Noktası (°C) | 1495 | 1907 | 2617 | 1453 | 1535 | 1244 | 1410 |
| Termal İletkenlik ($Wm^{-1}K^{-1}$) | 456 | 100 | 138 | 90,9 | 80,4 | 7,81 | 80-150 |
| Kaynama Noktası (°C) | 2927 | 2671 | 4612 | 2732 | 2750 | 1962 | 2355 |
| Kristal Yapısı | HSP | HMK | HMK | YMK | HMK | HMK | YMK |
| Çekme Muk. (Mpa) | 760 | 362 | 620-690 | 400 | 180-210 | - | - |
| Akma Mukavemeti (Mpa) | 345-485 | 248 | 550 | 150 | 120-150 | - | - |
| Termal Genleşme Katsayısı (x10-6 K-1) (100°C) | 12,5 | 6,2 | 5,1 | 13,3 | 12,1 | 23 | 4,7-7,6 |
| Spesifik Isı (J K-1 kg-1) | 456 | 518 | 251 | 444 | 444 | 477 | 703 |
| Sertlik (Vikers) | 253 | 131 | 200 | 100 | - | - | - |
| Elektriksel Direnç (µOhmcm)(20°C) | 6,34 | 12,9 | 5,7 | 6,9 | 10,1 | 160 | 23x1010 |

Tablo 5.2: Deneylerde kullanılan tozlar.

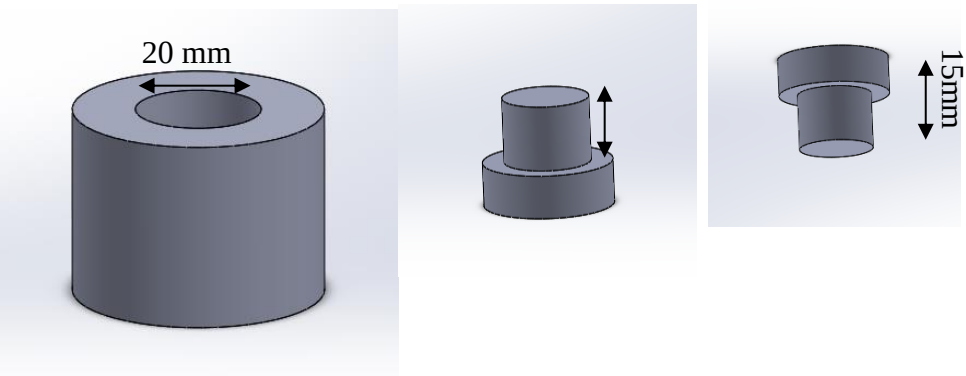
| Malzeme | Saflık(%) | Toz boyutu (µm) | Kaynak | Ürün Kodu |
|---|---|---|---|---|
| Kobalt | 99,9 | <44 | Atlantic Equipment | CAS:7440-48-4 |
| Krom | 99,8 | 1-5 | Atlantic Equipment | CAS:7440-47-3 |
| Molibden | 99,95 | 3-7 | Alfa Aeser | CAS: 7439-98-7 |
| Nikel | 99,8 | 3-7 | Goodfellow | NI006021 |
| Demir | 99,9 | 1-9 | Goodfellow | FE006041 |
| Mangan | 99,6 | <10 | Alfa Aeser | CAS:7439-96-5 |
| Silisyum | 99,9 | <25 | Alfa Aeser | CAS:7440-21-3 |

### 5.2.2. Deneysel çalışmalarda kullanılan cihazlar

Numunelerin üretiminden önce, kompozisyonuna uygun bileşimin homojen olarak karışması için Zirkonya bilyeli laboratuvar tipi 150devir/dk. dönme hızlı ve merdane sistemli karıştırıcı kullanılmıştır.

Numunelerin şekillenmesi işlemi için gerekli basıncın uygulanmasında 10 tonluk kapasiteye sahip tek eksenli pres kullanılmıştır. Isıl işlem için kapasitesi 1500°C olan küp fırın ve atmosfer kontrollü silindirik fırın kullanılmıştır.

Elektrik akımı destekli sinterleme cihazı için gerekli sıcak iş takım çeliğinden yapılmış kalıplar şekil 5.1'de verilmiştir.




Şekil 5.1: Numunelerin üretiminde kullanılmış kalıpların ölçüleri ve geometrik şekli.

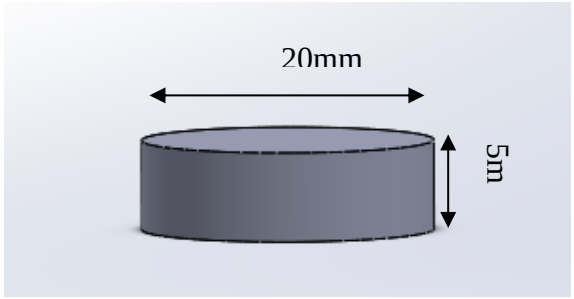
### 5.3. Stellite 21 Numunelerinin Üretimi

Kompoziyonu Tablo 5.3'de verilen Stellite 21 süper alaşımının bileşimine uygun olarak toz karışımı hazırlanmıştır. Homojen toz karışımı için toz ağırlığı/bilye oranı 2:1 olacak şekilde 6 saat süreyle karıştırılarak elde edilmiştir.

Toz karışımı, Lubricants (İngiltere) firmasından temin edilen bor nitrür yağlayıcı spreyi ile kaplanmış kalıplar içerisine konularak preste 200MPa basınçla şekillendirilmiştir. Kalıp yüzeyine kaplanan yağlayıcı, malzeme üretim sonrasında numunenin kalıptan kolayca ayrılması için kullanılmaktadır. Şekillendirilen numunelerin optimum üretim şartlarını belirlemek için farklı akım(A) ve volt değerlerinde üretim gerçekleştirilmiş ve x-ışınları difraksiyon analizleri yapılmıştır. Bu çalışmalar sonrasında optimum üretim şartları olarak 4580A akım ve 4.5 volt, süre olarak 7 dakika belirlenmiştir.

Tablo 5.3: Stellite 21 kompozisyonu.

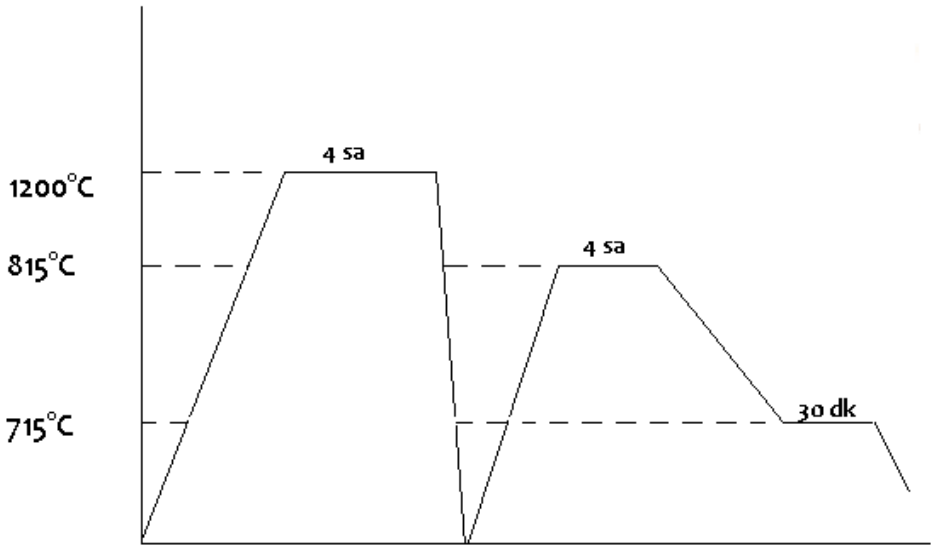
| | Kobalt | Krom | Molibden | Nikel | Demir | Mangan | Silisyum | Karbon |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Stellite 21 | %60.25 | %27 | %5.5 | %2 | %3 | %1 | %1 | %0.25 |




Şekil 5.2: Kullanılan numunelerin boyutu ve şekli.

## 5.4. Stellite 21 Süper Alaşımının Isıl işlemi

Üretilen Stellite 21 süper alaşımının mekanik özelliklerini geliştirmek ve buna bağlı olarak optimum nitelikler elde etmek amacıyla bir kaç adımdan oluşan kompleks ısıl işleme tabii tutulmuştur. Numuneler 1200°C'de fırında ısıtılarak 4 saat bekleme süresi sonunda suda soğutulmuş, daha sonar tekrar 815°C' de 4 saat süresince yaşlandırma işlemline tabii tutulmuştur. Çözeltiye alma ve yaşlanma işlemi arasında numune 710°C' de 30 dakika fırında bekletilmiş ve akabinde sıcak dövme işlemi uygulanmıştır. Dövme işlemiyle %10,51 oranında şekil değiştirme gerçekleştirilmiştir.




Şekil 5.3: Stellite 21 süper alaşımının yaşlandırma eğrisi.

## 5.5. Metalografik İncelemeler

İncelemeler için üretilmiş numuneler sırasıyla 60, 180, 240, 400, 600, 800, 1000 ve 1200 grid' lik zımparalar ile zımparalandıktan sonra 1 µm elmas pasta ile parlatılmıştır. Mikro yapıların açığa çıkabilmesi için Marbles reaktifi (50ml su, 50ml HCl, 10gr $CuSO_4$) kullanılmıştır. Hazırlanan numunelerin mikro yapı incelemeleri NIKON ECLIPSE L150 marka optik mikroskop ile gerçekleştirilmiştir.

### 5.6. X-Işınları Difraksiyonu analizi

Numunelerde elde edilen fazların tespiti için RİGAKU D MAX 2200 PC marka x-ışınları difraktometresi kullanılmıştır. Analiz sırasında CuKα (λ=1,5418°A) ışın demetleri kullanılarak oluşmuş intermetalik bileşiklerin tespitinde ASTM kartlarından yararlanılmıştır.

### 5.7. Taramalı Elektron Mikrsokobu (SEM) ve Elementel Analiz İncelemesi

Stellite 21 alaşımının faz yapısında elde edilmiş intermetalik bileşiklerin morfolojilerinin incelenmesinde, ayrıca korozyon deneyi sonrasında oksitlerin morfolojilerinin incelenmesinde JOEL JSM-5600 marka taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Numunelerden elementel kobalt, krom, molibden ve kompozisyonda bulunan elementlerin x –ışınları haritaları oluşturulmuş, ayrıca morfoloji olarak farklılıklar gözlenen fazlardan noktasal EDS analizi ile elementel değişimler ortaya konulmuştur.

### 5.8. Sertlik Ölçümleri

Kompozisyona uygun bileşimde üretilmiş numunelerin sertlik ölçümleri, metalografik olarak hazırlandıktan sonra sertlik cihazında rockwell sertlik ucu kullanılarak 150kgf yük altında ölçülmüştür. Sertlik değerleri 5 farklı ölçümün ortalaması ile belirlenmiştir.

### 5.9. Yoğunluk Ölçümleri

Üretilen numunelerin yoğunluk ölçümleri, suyun kaldırma kuvvetini baz alan Precisa XB 220A marka yoğunluk ölçüm cihazı ile belirlenmiştir. Bu yöntem ile numunenin saf su içerisindeki ve havadaki ağırlığı, ayrıca ölçüm yapılan suyun sıcaklığı tespit edilerek eşitlik 5.1'de verilen formül yardımıyla yoğunlukları(ρ) hesaplanmıştır.

$$P=Wk/[(Wk-Wy)]/ds \quad (5.1)$$

Burada Wk kuru ağırlığı, Wy yaş ağırlığı ve ds ise suyun yoğunluğunu ifade etmektedir.

### 5.10. Sıcak Korozyon Deneyleri

Metalografik olarak hazırlanmış numuneler 15°C/dk ısıtma hızında 550,600 ve 650°C sıcaklıklarda 12, 36 ve 60 saat zaman aralıklarında açık atmosferli küp fırın içerisinde gerçekleştirilmiştir. Sıcak korozyon sonrasında numunelerin korozyon direnci, birim alandaki ağırlık değişimi göz önüne alınarak yapılmıştır. Numunelerin korozyon öncesinde ve sonrasında ağırlıkları 0,00001 hassasiyetli ve 200 g maksimum tartma kapasiteli elektronik hassas terazi kullanılmıştır. 5.2 eşitliğinde verilen formülden yararlanılarak her bir numunenin parabolik hız sabiti(kp) değerleri bulunarak arrhenius eşitliğinden de faydalanarak aktivasyon enerjisi(Q) hesaplanmıştır.

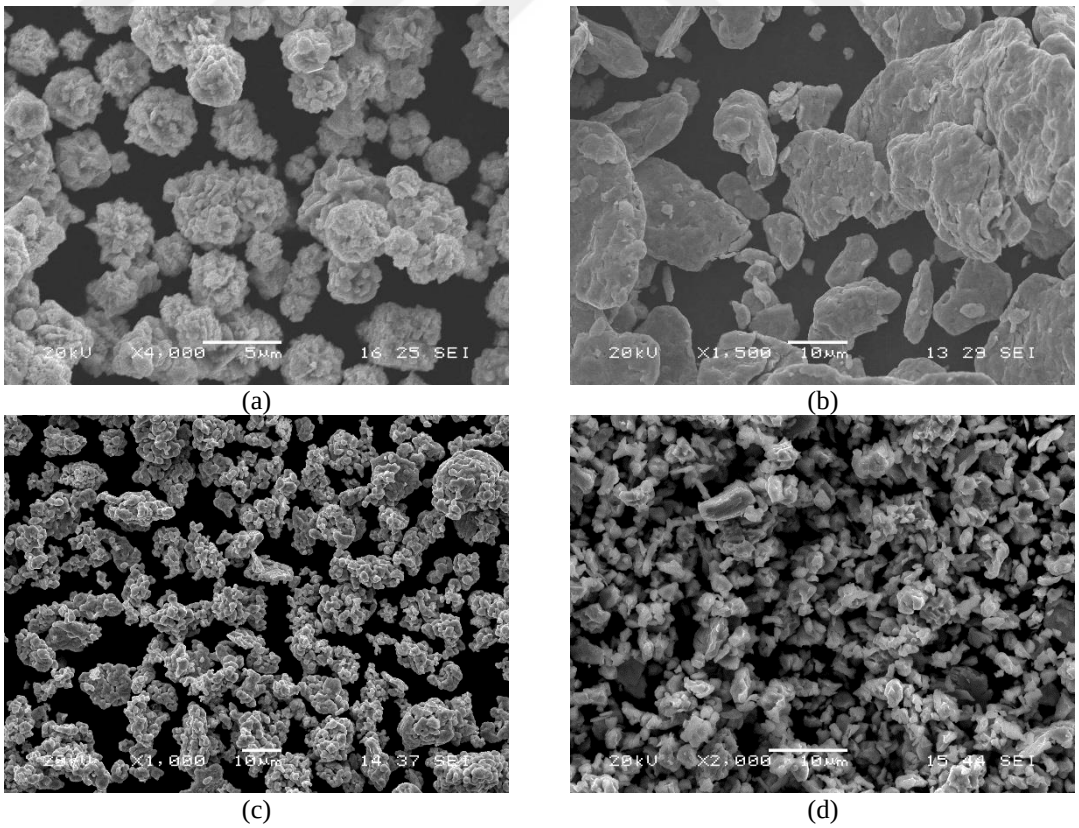
$$kp.t = (\frac{\Delta m}{A})^2 \tag{5.2}$$

Burada Δm, ağırlık farkını, A numunenin toplam yüzey alanını, t ise oksidasyon süresini ifade etmektedir. Numunenin yüzey alanları SolidWorks 2015 programı vasıtasıyla tespit edilmiştir. Oksit oluşumunu ayrıntılı bir şekilde incelemek için 12, 36 ve 60 saat oksitlenen numunelerin x-ışınları difraksiyonu analizleri yapılmıştır.

# BÖLÜM 6. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEMELER

## 6.1. Malzeme Üretiminde Kullanılan Tozların Özellikleri

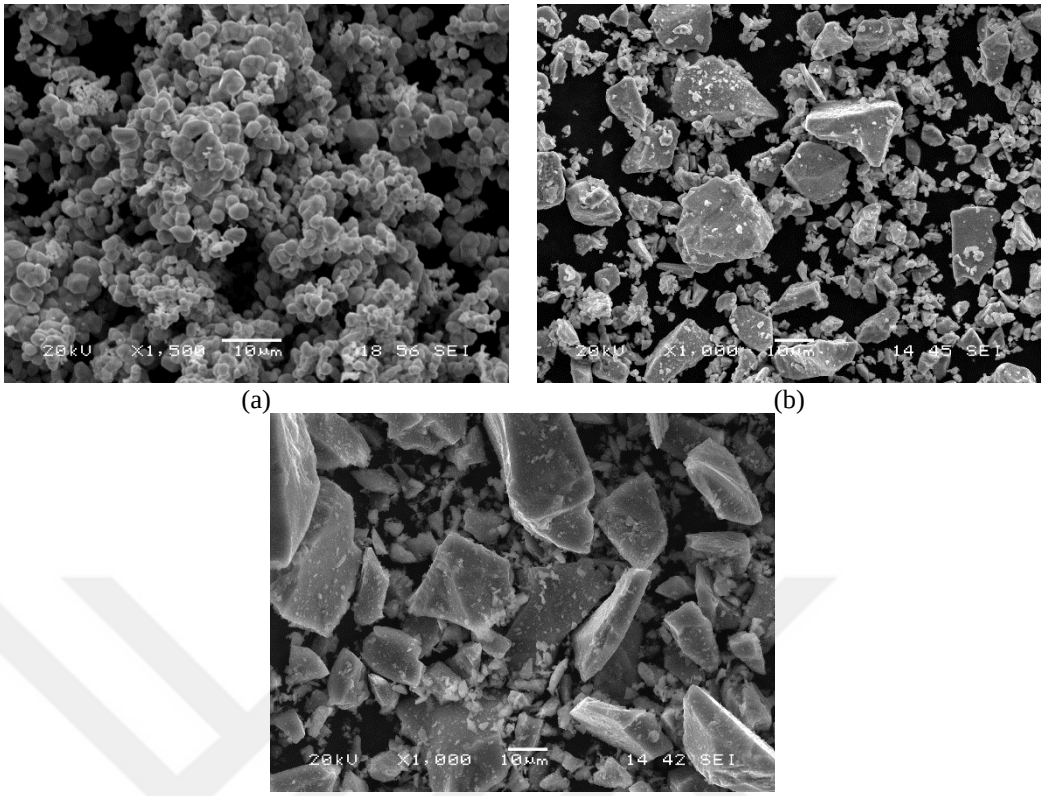
Toz metalurjisi prosesleri ile üretilen malzemelerin özelliklerini ve servis şartlarındaki performanslarını üretim aşamaları, uygulanan ısıl işlem ve hammadde olarak kullanılan başlangıç tozları belirlemektedir. Özellikle başlangıç tozlarının şekil ve boyutlarının üretilen malzeme üzerindeki etkisi göz önüne alındığında toz morfolojilerinin üretim öncesi tespit edilmesi büyük önem arz etmektedir [31, 32]. Bu çalışma kapsamında kullanılan özellikleri Tablo 5,1'de verilen elemental tozların SEM analizleri yapılarak yüzey morfolojileri incelenmiştir (Şekil 6.1-6.2).




(a) (b)

(c) (d)

Şekil 6.1: (a) Ni, (b) Fe, (c) Co, (d) Cr tozlarının SEM görüntüleri.




(a) (b)

(c)

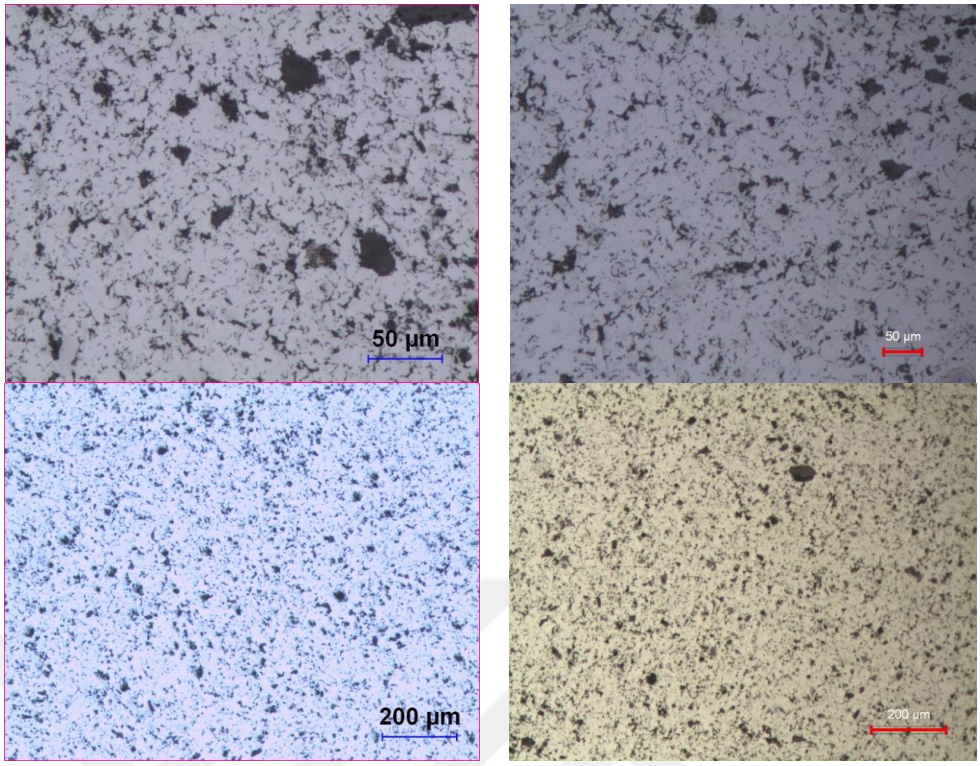
Şekil 6.2: (a) Mo, (b) Mn, (c) Si tozlarının SEM görüntüleri.

Nikel tozunun genel olarak küresel forma yakın ve yapraksı çıkıntılar şeklinde pürüzlü yüzeye sahip olduğu görülmektedir. Demir tozunun ise flake formunda olduğu tespit edilmiştir. Krom tozu keskin köşeli olup homojen bir dağılıma sahipken, Molibden tozları küresel forma yakın olup yüzey alanının büyük olmasından dolayı topaklanma eğiliminde olduğu belirlenmiştir. Mangan ve Silisyum tozlarının boyutsal olarak farklı partikül boyutunda değişim gösterdiği, keskin köşeli ve düzensiz bir morfolojiye sahip olduğu görülürken, kobalt tozunun ise homojene yakın bir partikül boyut ve dağılımına sahip olduğu, demir tozunda benzer şekilde yapraksı bir yapıda olduğu görülmektedir. Genel olarak tozların yapılan SEM karakterizasyon çalışmaları ile morfolojileri incelendiğinde boyutsal olarak partikül büyüklüklerinin birbirlerine yakın olmakla birlikte farklı boyut dağılımına sahip olduğu ve yapısal olarak farklı geometride olduğu tespit edilmiştir. Özellikle çok bileşenli hammadde girdisi olan bazı çalışmalarda farklı morfolojideki ve farklı partikül boyutuna sahip tozların üretim esnasında avantaj sağladığı ve daha küçük tane boyutuna sahip tozlar, daha büyük olanların ara boşluklarına yerleşerek daha yüksek

paketleme faktörü sergileyerek yüksek yoğunluğa ulaşmada önemli rol oynadığı bildirilmektedir [33].

## 6.2. Metalografik İncelemeler

Belirlenen stokiometrik kompozisyon oranına uygun olarak hazırlanmış Stellite 21 tozları yüzey pürüzlülüğü en aza indirilmiş kalıplar içerisinde 200MPa basınç altında preslenerek tablet haline getirilmiştir. Sonrasında redresörden aldığı enerjiyi numuneye iletecek mekanik sistemin probları arasına yerleştirilen ön şekillendirme işlemi tamamlanmış numune 4580A (amper) ve 4.5V (Volt) akım değerinde 7 dakika sabit süreyle bekletilerek üretilmiştir. Üretim sonrasında kalıptan çıkarılan numune atmosfer ortamında soğutulmuştur. Üretilen numunelerin özelliklerini geliştirmek için yaşlandırma ısıl işlem prosesi uygulanmıştır. Yaşlandırma işlem kademeleri; 1200°C'de 4 saat çözeltiye alınmış numuneler suda soğutulmuş daha sonra 815°C' de 4 saat süresince yaşlandırma işlemline tabii tutulmuştur. Çözeltiye alma ve yaşlanma işlemi arasında numune 710°C' de 30 dakika fırında bekletilmiş ve akabinde sıcak dövme işlemi uygulanmıştır. Dövme işlemiyle %10,51 oranında şekil değiştirme gerçekleştirilmiştir. Isıl işlem öncesi ve ısıl işlem sonrası numuneler metalografik olarak hazırlandıktan sonra Marbles (Marbles reaktifi; 50ml su, 50ml HCl, 10gr $CuSO_4$) reaktifi ile dağlanmıştır. Şekil 6.3'de Malzemelerin ısıl işlem öncesi ve sonrasındaki optik mikroyapı görüntüleri verilmiştir.



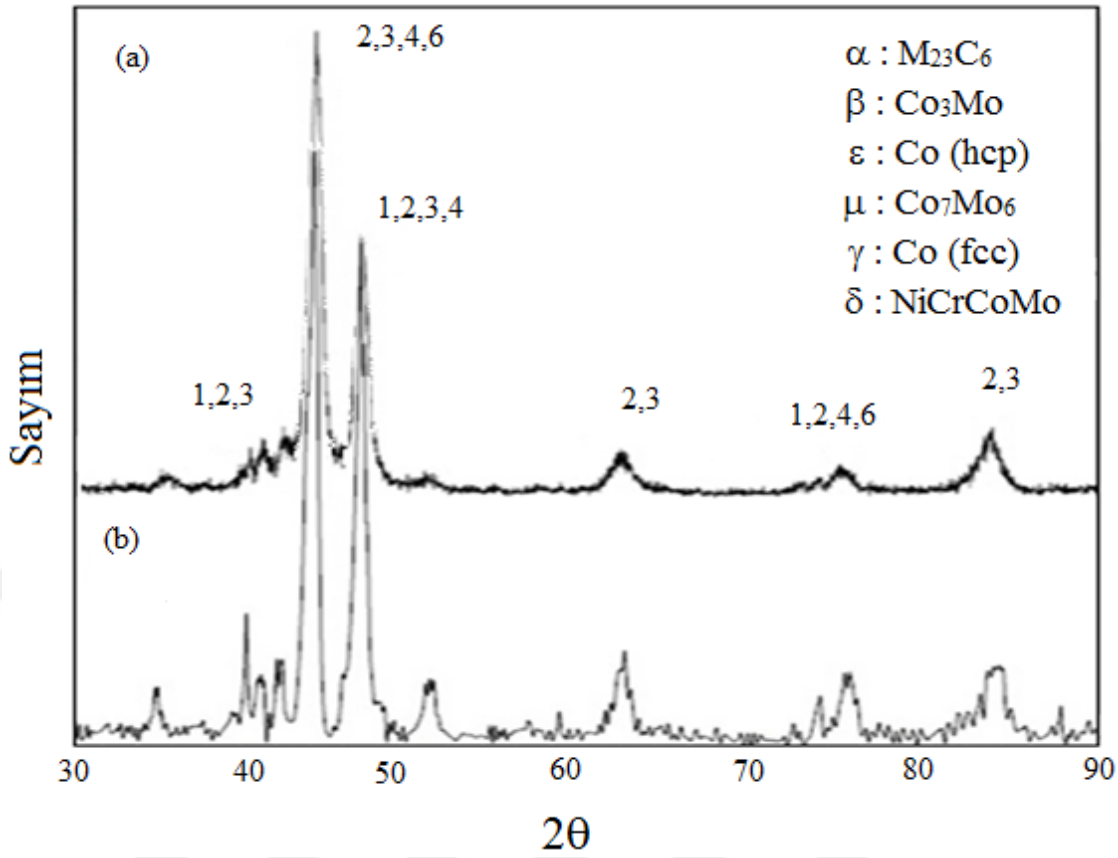

(a) (b)

Şekil 6.3: (a) Isıl işlem öncesi ve (b) 1200°C sonrası suda soğutma, 815°C'de fırında soğutma sonrası optik mikroskop görüntüleri.

Optik mikroyapılarından faz dönüşümünün tamamlandığı, numune üretiminin gerçekleştiği ve yoğun bir yapıya sahip numuneler elde edildiği görülmektedir. Isıl işlem sonrası yapının daha kararlı hale geldiği, ısıl işlem öncesi elde edilen görüntülerle karşılaştırıldığında daha yoğun bir yapıya sahip olduğu tespit edilmektedir. Sougata Roy [38] ve arkadaşları Stellite 21 süper alaşımına yapılan ısıl işlemin etkisi üzerine çalışmalar yapmışlar ve ısıl işlemin, mikro yapıyı değiştirmenin ve sertliği iyileştirmenin etkili bir yolu olduğunu ve bunun da yüksek sıcaklık aşınma direncini artırma potansiyeline sahip olduğunu bildirmişlerdir.

### 6.3. X-Işınları Difraksiyonu Analizi

Üretimi gerçekleştirilen Stellite 21 numunesinde oluşan fazları tespit etmek amacıyla x-ışınları difraksiyonu analizi yapılmıştır. Analiz için CuKα(λ=1,5418°A) ışın demeti kullanılmıştır. Optimum şartlarında üretilmiş numunenin ısıl işlem öncesi ve ısıl işlem sonrası XRD paternleri şekil 6.4' de verilmiştir.

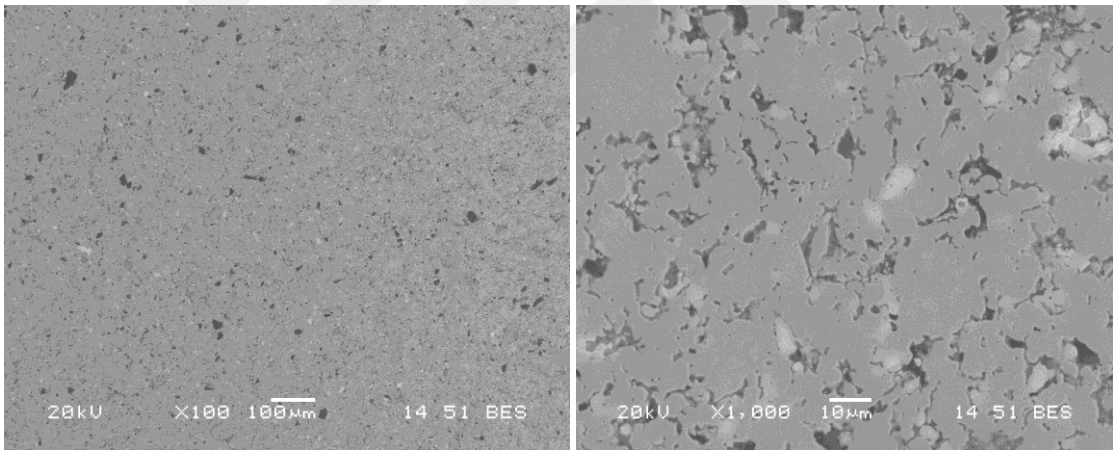



Şekil 6.4: Stellite 21 numunesinin x-ışınları difraksiyonu paterni, (a) ısıl işlem öncesi, (b) ısıl işlem sonrası.

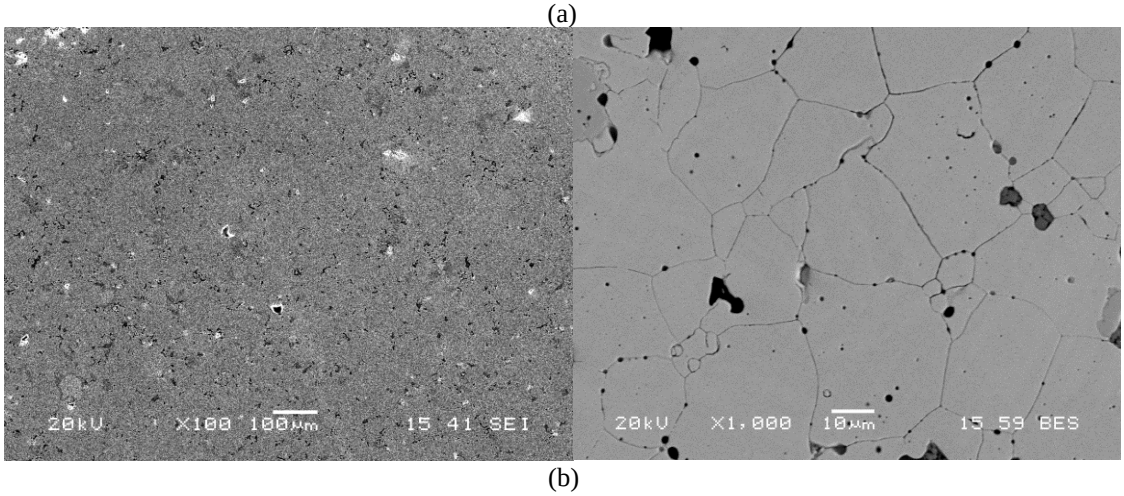
Üretilen numunelerin XRD paternlerinden α: $M_{23}C_6$, β: $Co_3Mo$, ε: Co (hcp), μ: $Co_7Mo_6$, γ: Co (fcc), δ: NiCrCoMo fazları tespit edilmiştir. Stellite 21 süper alaşımlarının mukavemet, sertlik gibi mekanik ve yüksek sıcaklık özelliklerini geliştirmek için yapılan yaşlandırma işlemi sonrası XRD paternlerinin benzer özellikte olup ısıl işlem sonrası faz şiddetlerinde artmaların olduğu belirlenmiştir. Orçun ASLAN [39], Stellite 6 ve 12 alaşımlarının darbeli kayma aşınma performanslarının incelenmesi üzerine yapmış olduğu çalışmada elde ettiği faz piklerinin ve Amir MOTALLEBZADEH [40], Alaşımlı ve Karbür Takviyeli Stellite 12 Kaplamaların Yüksek Sıcaklıkta Aşınma Performansı üzerine yapmış olduğu çalışmada belirlenen piklerinin benzer olduğu görülmektedir. Yuxiao Wu [41] ve arkadaşları uzun süreli yaşlanma sırasında Stellite/Çelik sert dolgu ara yüzeyinin termal kararlılığı üzerine yapmış olduğu çalışmada ve Rong Liu [42] ve arkadaşlarının Molibden içeriğinin düşük karbonlu Stellite alaşımlarının aşınma/erozyon ve korozyon performansına etkileri üzerine yaptığı çalışmada benzer faz yapılarını tespit etmişlerdir. Dolayısıyla elde edilen verilerin literatürle uyum içinde olduğu belirlenmiştir.

## 6.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Elementel Analiz İncelemeleri

Üretimi gerçekleştirilen numunelerin daha ayrıntılı bir şekilde incelenmesi için SEM analizi yapılmış ve SEM analiz sonuçları Şekil 6.5' de verilmiştir. Voort, G.F.V [34] ve arkadaşları, süper alaşımların içeriğinde bulunan karbürler, intermetalik fazlar sebebiyle sahip olduğu gevrek karakterlerinden dolayı bu alaşımların metalografik olarak hazırlanmasının güç olduğunu vurgulamışlardır. Ancak bu çalışmada gerçekleştirilen standart numune hazırlama kademeleri ile yüzeyler açığa çıkarılmış, birçok çalışmada olduğu gibi kırık yüzey incelemesine başvurulmamıştır. Marbles reaktifi ile dağlama sonrası yapılan farklı büyütmelerdeki incelemeler neticesinde belirlenen üretim şartlarında faz dönüşümü tamamlanmış, yoğun bir mikroyapı elde edildiği görülmektedir. Numunelerin özelliklerini iyileştirmek amacıyla yapılan ısıl işlem sonrası yapının daha yoğun hale geldiği ve numune özelliklerinin iyileştirmeye katkı sağlayacağı mikro yapıların elde edildiği net bir şekilde görülmektedir.



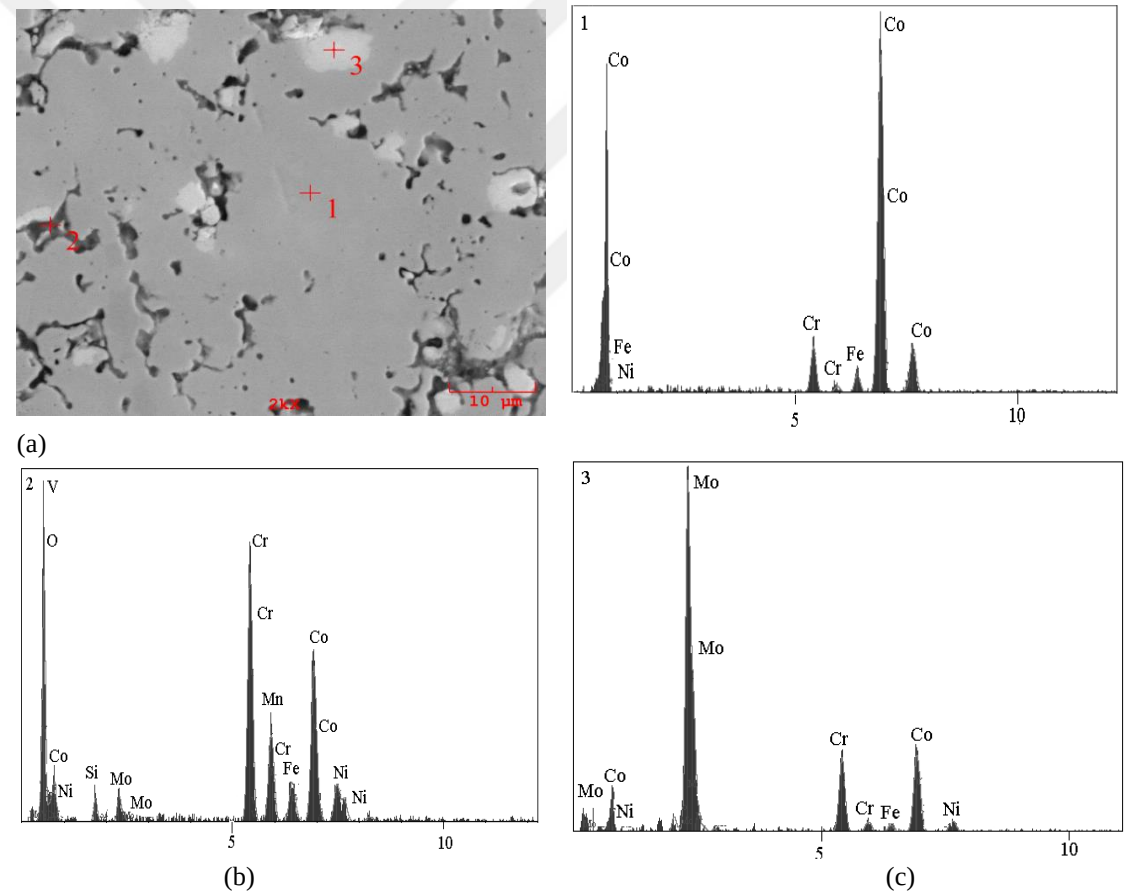

(a)



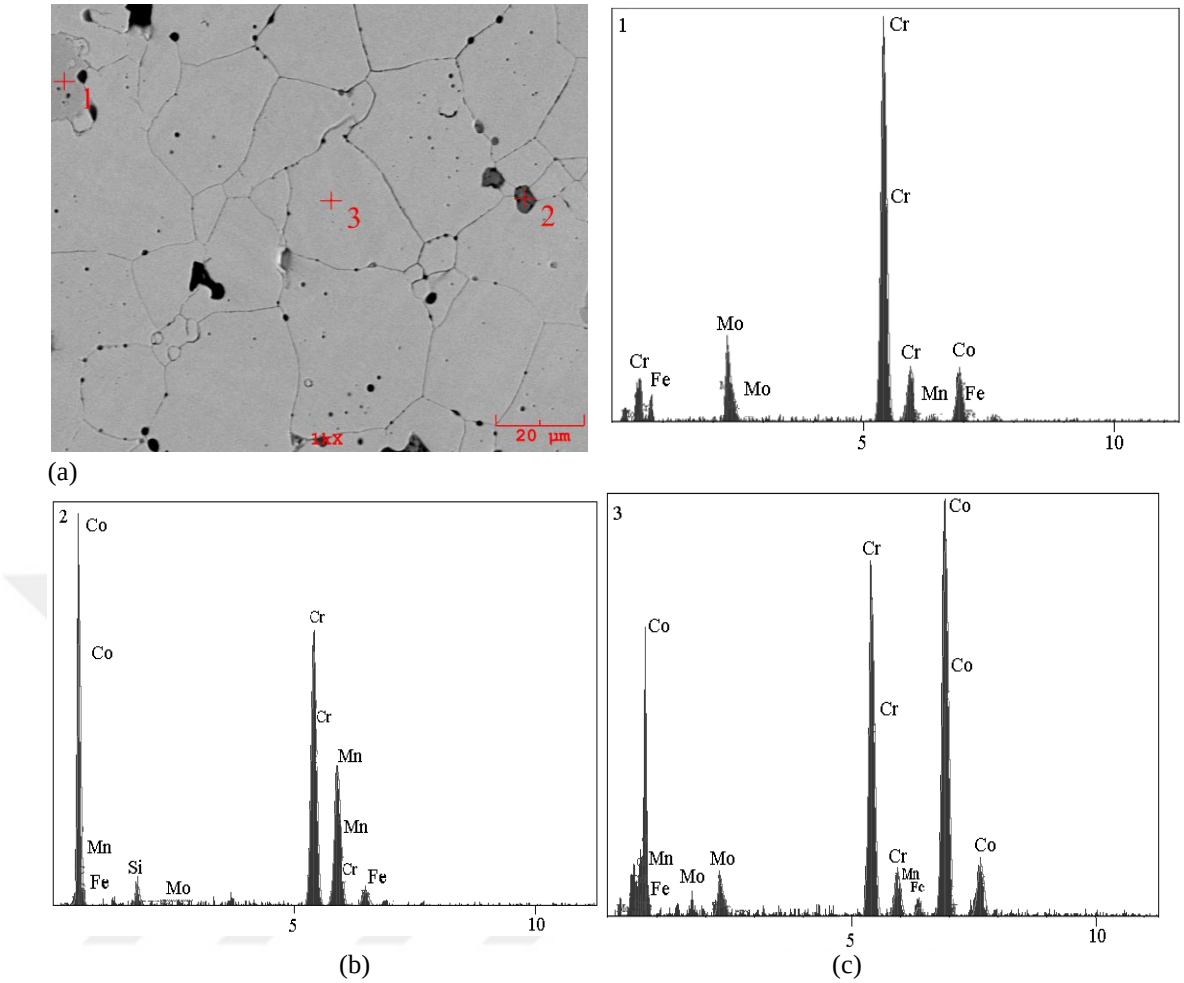

(b)

Şekil 6.5: SEM görüntüleri (a) Isıl işlem öncesi, (b) Isıl işlem sonrası (Dağlayıcı: Marbles reaktifi).

Üretimi gerçekleştirilen ve sonrasında ısıl işlemi yapılan numunelerin faz dağılımlarının belirlenmesi ve malzeme içinde bulunup belirli özellik kazandıran elementlerin mikroyapı dağılımlarının belirlenmesi için SEM noktasal elementel analiz incelemesi yapılmıştır. Şekil 6.6' da direnç sinterleme yöntemiyle elde edilen ve daha sonra ısıl işlemi gerçekleştirilen numunelerin EDS analizi verilmiştir. SEM görüntüleri verilmiş Stellite 21 numunesinin gri, koyu gri ve açık gri olmak üzere 3 farklı tonda faz görünmektedir. Bu yapıları EDS ile incelemeleri sonucu ana elementin kobalt olduğu, açık renkli bölgenin molibden içeriğinin yüksek olduğu, kısmen koyu bölgelerin krom, mangan ve demir içeriğine sahip olduğu ve genel olarak beklenilen kimyasal kompozisyona ulaşıldığı belirlenmiştir.




Şekil 6.6: Isıl işlem öncesi Stellite 21 numunesinden alınan EDS analizleri (a) gri bölge, (b)koyu gri bölge, (c) açık gri bölge.




Şekil 6.7: Isıl işlem sonrası Stellite 21 numunesinden alınan farklı tonlardaki renklerin EDS analizleri.

## 6.5. Yoğunluk Ölçümleri

Numunelerin yoğunlukları suyun kaldırma kuvveti yani Archimed prensibine dayalı olarak kuru ağırlıkları ve saf suyun içinde ağırlıkları ölçülerek hesaplanmıştır.(Eşitlik 5.1). Teorik yoğunluk 8,33gr/cm3 olarak bulunmuştur. Bununla beraber ısıl işlem öncesi numunelerde yoğunluk 8,06gr/cm3, nispi yoğunluğu %96,7, ısıl işlem sonrası numunelerde yoğunluk 8,14gr/cm3, nispi yoğunluk %97,7 olarak bulunmuştur. Isıl işlem sonrası numunelerde nispi yoğuluk artışı, ısıl işlem ve dövme işleminin bir etkisi olarak düşünülmektedir.

## 6.6. Sertlik Ölçümleri

Sertlik, üretilen malzemenin mukavemeti ve aşınması gibi mekanik özellikleri hakkında bilgi verdiğinden dolayı önem arz etmektedir. Sertlik ölçümleri Rokwell C sertlik ucu

kullanılarak tespit edilmiştir. Değerler, metalografik olarak hazırlanmış numuneler ile 10kgf ön yük ve 150kgf ana yük altında 5 farklı ölçümün aritmetik ortalaması alınarak tespit edilmiştir. Sertlikler üretim sonrası 31,05HRc, 4 saat 1200°C ve suda soğutma ve ısıl işlemin son basamağı olan 4 saat 815°C sonrası 42,36HRc olarak tespit edilmiştir. Dövme işlemi 710°C tavlamanın ardından yapılmış olup, sertlik 44,45 HRc olarak elde edilmiştir. Rajeev G.P [43] ve arkadaşları AISI H13 takım çeliğine Stellite 21 alaşımı ile soğuk metal transfer yöntemi ile sert dolgu kaynak işlemini gerçekleştirmişlerdir. Çalışmalarında Stellite 21 süper alaşımının sertlik değerinin 382-400 Hv0,5 aralığında olduğunu belirtmişlerdir. Belirtilen bu değerler 40-42 HRc tekâmül etmektedir. Yapılan bu çalışmada elde edilen değerlerin ısıl işlem sonrası daha iyi olduğu görülmektedir. Rajeev G.P [44] soğuk metal transferi ve plazma transferli ark kaynağı prosesleri kullanılarak H13 çeliği üzerinde Stellite 21 sert dolgunun mikroyapı, seyreltme ve aşınma davranışının karşılaştırılması üzerine yapmış olduğu başka bir çalışmada Stellite 21 süper alaşımının sertliğini 375 Hv0,5 olarak tespit etmişlerdir. Yapılan bu çalışmada elde edilen sertlik değerlerinin literatürle uyumlu olduğu, ısıl işlem sonrası beklenilen yönde artış gösterdiği görülmektedir.

### 6.7. Korozyon Özellikleri

Stellite 21 süper alaşımı çoğunlukla nükleer endüstri için aday malzemeler olarak gösterilirken, bugün Stellite alaşımlarının kullanımı kağıt hamuru, kağıt imalatı, petrol ve gaz işleme, ilaç endüstrisi, havacılık, kimyasal işleme vb. gibi farklı endüstriyel alanlarda kullanım alanı bulmaktadır [18]. Stellite 21 kullanım alanlarından biri olan jet motorları emilen havanın kompresörlerle sıkıştırılması ve yanma odasında yakıt ile karıştırılarak yakılması sonucu elde edilen yüksek basınç ve sıcaklıktaki gazların türbinler vasıtasıyla mekanik güce dönüştürülmesi ile çalışmaktadır [35,36]. Bu makineler kullanım alanlarındaki servis şartlarına bağlı olarak türbin motorlarının yakıtlarında bulunan Na, S ve V gibi saflığı bozan empüritelerin düşük sıcaklıklarda (950°C) eriyen $Na_2SO_4$ ve $V_2O_5$ tuzlarının oluşması sonucu sıcak korozyon hasarlarına maruz kalmaktadır [37].

Bu çalışmada, jet türbin motorları için aday malzemeleri olarak değerlendirilen Stellite 21 numunesinin sıcak korozyon davranışlarını tespit etmek için jet motorlarının çalışma şartları simüle edilerek korozif ortamlar hazırlanmıştır. Stellite 21 süper alaşımının sıcak korozyon deneyleri 550,600 ve 650°C' de 12, 36 ve 60 saat 15°C/dk ısıtma hızında açık

atmosferlik küp fırın içerisinde gerçekleştirilmiştir. Sıcak korozyon deneyleri iki farklı ortamda gerçekleştirilmiştir: I. ortam %60 $V_2O_5$, %40 $Na_2SO_4$ ve II. ortam %90 $Na_2SO_4$, %5 $V_2O_5$, %5 NaCl kullanılmıştır. Öncesinde 1200 gridlik SiC zımpara ile zımparalanan numunelerin başlangıç ağırlıkları ve yüzey alanları tespit edilmiştir. Numuneler seramik kruze içerisindeki homojen karışmış iki farklı tuz ortamına gömülerek açık atmosferli fırına yerleştirilmiştir. Sıcak korozyon dirençlerinin hesaplanmasında, numunelerin birim alandaki ağırlık değişimleri göz önünde bulundurularak hesaplamalar yapılmıştır. Eşitlik 6.2' de verilen formül kullanılarak her bir numunenin sıcak kozoyon hız sabiti (kp) değerlerinden yararlanılarak Arrhenius eşitliğinden (eşitlik 6.3) gerekli olan aktivasyon enerjisi(Q) hesaplanmıştır.

$$(\frac{\Delta m}{A})2=kp.t \tag{6.2}$$

Δm; ağırlık farkı, A; yüzey alanı, t ise korozyon süresini belirtmektedir.

$$kp=k0\ \exp(\frac{-Q}{RT}) \tag{6.3}$$

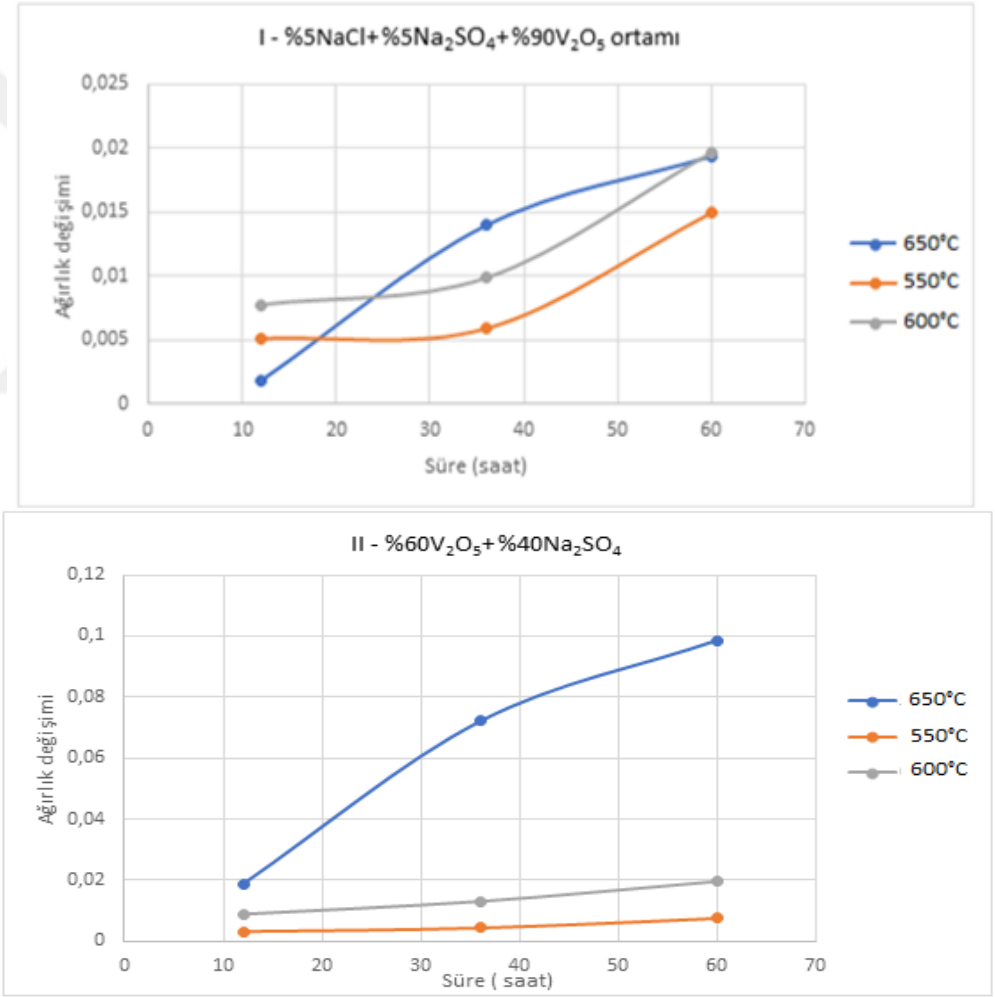
bu formülde, k0; gaz basıncı ve oksit bileşimi ile değişen sabiti, Q; oksitin büyümesi için gerekli aktivasyon enerjisi(J/mol), R; gaz sabiti(8,314 J/mol K) ve T; sıcaklığı(K) ifade etmektedir.

Herhangi bir metalin oksijenle tepkimeye girme eğilimi, oksidinin oluşması ile ortaya çıkan serbest enerjisindeki azalma ile belirlenmektedir. Bundan dolayı serbest enerji değeri negatif olan metal çok daha önce oksitlenir. Chen ve arkadaşları [27] stellite 21 süper alaşımında ana elementler olarak kobalt, krom ve molibden için 700°C için standart serbest enerji değerleri yaklaşık olarak sırasıyla -330, -580, -500 kJ/mol olduğunu tespit etmişler ve dolayısıyla serbest enerjisi negatif olan kromun oksit oluşturma eğilimi alaşımdaki diğer elementlere göre daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir. Oluşan oksit tabakasının koruyucu özellikte olup olmadığı tespit edilirken Pilling-Bedworth oranı veya metal oksit hacim oranı etkilidir[27].

Tablo 6.1:. Kobalt, krom ve molibden oksitlerinin yapı ve özellikleri [27].

| Oksit | Yapı | Ergime Noktası (°C) | Molar Hacim ($cm^3$) | Hacim Oranı (P-B oranı) |
|---|---|---|---|---|
| $Cr_2O_3$ | $D5_1(\alpha\text{-}Al_2O_3)$ | 2435 | 29,2 | 2,02 |
| $Fe_3O_4$ | $H1_1$(spinel) | … | 44,7 | 2,10 |
| $Co_2O_3$ | Hekzagonal | … | 32,0 | 2,40 |

Bu çalışmada 650°C'de malzeme yüzeyinde oluşan oksit tabakasında dökülmeler gözlenmiştir. Burada oksitler, difüzyon kontrolünde olduğundan dolayı parabolik olarak büyümektedir. Necina ve arkadaşları [28] genellikle metal iyonlarının yarıçapları oksijen iyonunun yarıçapına oranla daha küçük oluşundan dolayı metal iyonlarının dışarı yayınımı daha hızlı olduğunu belirlemişlerdir. Orru ve arkadaşları [29] ise stellite 21 süperalaşımında krom iyonunun (+3) yarıçapı 0,63°A, kobalt iyonunun (+3) yarıçapı 0,72°A, demir (II) iyonunun yarıçapı 0,74°A ve oksijen iyonunun (+2) yarıçapı 1,32°A olduğunu tespit etmişlerdir. [29]. Değerler göz önüne alındığında krom iyonu oksijene kıyasla daha hızlı dışarı doğru difüze olacağı bildirilmektedir.



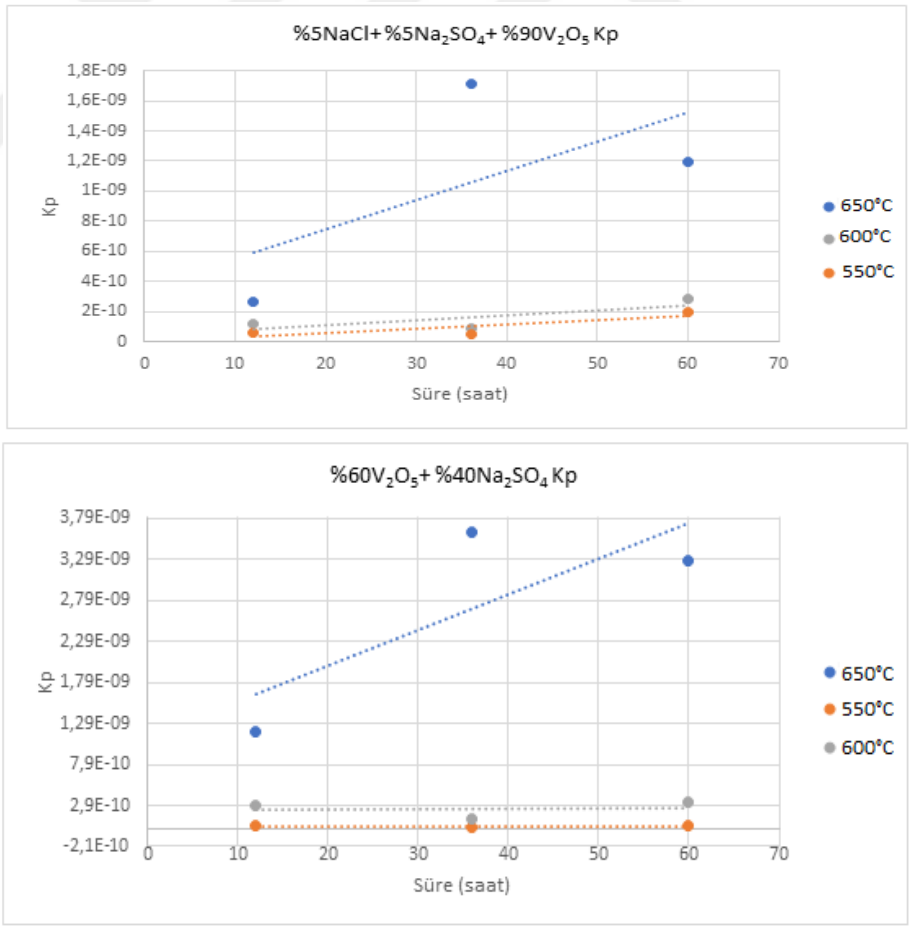

Şekil 6.8: Stellite 21süper alaşımının süre ve sıcaklığa bağlı ağırlık değişimleri (g/mm$^2$).

Sıcaklığın ve sürenin artışıyla birlikte numunelerinde ağırlık değişiminde artışın meydana geldiği görülmektedir. 550°C ve 600°C sıcaklıklarda sıcak korozyona maruz kalmış numunelerde herhangi bir dökülmenin olmadığı görülmektedir. Fakat 650°C' de sıcak

korozyona maruz kalmış numunelerde12. saate kadar dökülme olmadığı gözlemlenirken, 12. saatten sonra korozyon sonucu yüzeyde oluşan tabakaların dökülmesi ile ağırlığında ciddi bir azalma tespit edilmiştir. Sıcaklık ve sürenin artışı ile beraber numunelerdeki ağırlıkların parabolik değişime uygun olarak değiştiği görülmüştür.

### 6.8. Hesaplanan Parabolik Hız Sabiti Değerleri Sonrası Oluşan Grafikler

Her iki korozyon ortamında da gerçekleştirilen sıcak korozyon sonrası stellite 21' in parabolik hız sabiti değerlerinden elde edilen grafikler şekil 6. 9' da gösterilmiştir. Parabolik hız sabiti ile malzemenin korozyon davranışı arasında ters orantı olduğu bilinmektedir. Dolayısıyla NaCl+ $Na_2SO_4$+ $V_2O_5$ ortamında stellite 21' in 650°C' deki korozyon davranışı en kötüsüdür. 550°C' deki korozyon davranışı ise en iyidir. $Na_2SO_4$+ $V_2O_5$ ortamında yine 650°C' de korozyon davranışı en kötüyken, 550°C' de korozyon davranışı en iyi durumdadır.




Şekil 6.9: Stellite 21 parabolik hız sabitlerine ait grafikler.

Yüksek sıcaklık korozyonu 4 aşamadan oluşmaktadır. Bu aşamalar incelendiğinde, ilk aşamada oksit tabakasının bir miktar büyümesi ve ardından bölgesel olarak gerçekleşen parçalanmalardan dolayı malzeme yüzeyinde pürüzlenmeler olması beklenmektedir. İkince aşamada oksit tabakasının parçalanmasının devam etmesiyle Cr tüketimi başlamış olup, üçüncü aşamada Cr miktarı minimum seviyelere gelmiştir. Oldukça azalan Cr elementi gözenekli bir yapı oluşturmaktadır. Son aşamada ise dökülmeler ile birlikte malzemedeki kayıplar ortaya çıkmaktadır [45].

# BÖLÜM 7. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

## 7.1. Genel Sonuçlar

Bu çalışmada stellite 21 süperalaşımının korozyon direncinin ön plana çıktığı ortamlarda, stellite 21 numunelerinin ECAS tekniği ile üretimi yapılmaya çalışılmıştır. Geleneksel toz metalürjisi üretim yöntemlerine alternatif olan ECAS ile hem talaşlı imalatın minimize edilmesi hemde maliyet azaltılması amaçlanmıştır. Bu kapsamda elementel tozlardan stokiometrik bileşimine uygun olacak şekilde elektrik akımı destekli sinterleme yöntemi ile üretilmiştir.

Üretimde kullanılan tozların yüzey alanlarının büyüklüğünden dolayı saklama koşullarında oksitlenme olasılığının yüksek olması nedeniyle oksit içeriği SEM-EDS analizleri yapılarak önceden belirlenmiştir.

Numuneler ECAS yöntemi ile üretilmeden önce homojen olarak karışması için 600 rpm hız ile 6 saat karıştırılmıştır. Ardından kalıp içerisinde 200MPa basınç ile sıkıştırıldıktan sonra 4580A akım, 4,5 volt ile 7 dakikada üretilmiştir. Üretim sonrasında mukavemet, sertlik gibi Mekanik özelliklerinin geliştirilmesi için yaşlandırma ısıl işlemi ve sıcak dövme işlemi uygulanmıştır.

Isıl işlem ve dövme işlemi sonrasında numunelerin ortalam yoğunlukları 8,33 g/cm3 olarak belirlenmiştir. Mikroyapı görüntüleri incelendiğinde stellite 21' e ait görüntüler elde edilmiştir.

XRD incelemeleri yapıldığında α, β, ɣ ve ε fazları elde edilmiştir. Ayrıca $M_{23}C_6$ faz piki de XRD paternlerinde gözlemlenmiştir.

Yoğunluk tespiti Archimed yöntemi ile yapılmış olup, nispi yoğunluk %97,7 olarak tespit edilmiştir. Üretilen numunelerin sertlik değerleri ise üretim sonrası 31,05HRc, ısıl işlem ve sıcak dövme sonrasında 44,45 HRc olarak elde edilmiştir.

Numunlerin korozyon davranışları için 2 ortam belirlenmiştir ve iki ortamda da 12, 36 ve 60 saat sıcak korozyona maruz bırakılmıştır. I. ortam %5NaCl+ %5$Na_2SO_4$+ %90$V_2O_5$ II. ortam %60 $V_2O_5$ + %40 $Na_2SO_4$' tür. Bu ortamlarda yapılan sıcak korozyon sonrasında stellite 21' e ait parabolik hız sabitleri(Kp) I. ortamda sırasıyla; 550°C' de $36,1x10^{-9}g^2cm^{-4}s^2$; 600°C' de $36,51x10^{-11}g^2cm^{-4}s^2$; 650°C' de $37,5x10^{-9}g^2cm^{-4}s^2$' dir. II. ortamda ise; 550°C' de $36,3x10^{-9}g^2cm^{-4}s^2$; 600°C' de $36,12x10^{-10}g^2cm^{-4}s^2$; 650°C' de $36,1x10^{-10}g^2cm^{-4}s^2$ olarak tespit edilmiştir.

## 7.2. Öneriler

Bu çalışmada elementel tozlar kullanılarak elde edilen homojen toz karışımından ECAS tekniği ile üretilmiş numunelerin faz analizler, mikroyapıları yoğunlukları, sertlikleri ve sıcak korozyon özellikleri araştırılmıştır.

Bu malzemenin kullanım alanları göz önüne alındığında numunelerin sürünme, sıcak aşınma ve sıcak çekme özellikleri incelenbilir.

Bu malzemenin farklı özelliklerini geliştirmek için B(bor) elementi de dahil edilerek yeni numuneler üretilebilir ve karakterize edilebilir.

Stellite 21 korozyon davranışını daha da detaylı gözlemleyebilmek adına korozyon sürelerine ek olarak 84 ve 108 saat sonrasındaki davranışı incelenebilir.

# KAYNAKÇA


[1] N. Bernardo, T. Eberle, W. Ristow, 2008, ‘‘MIM processing and plasma sintering of nickel base superalloys for aerospace and automotive applications, Powder Metallurgy”, vol 51, pp: 2-107.

[2] Y.C. Chen, Y.S. Liao, 2003, ‘‘Study on wear mechanisms in drilling of Inconel 718 superalloy”, Journal of Materials Processing Technology 140, pp: 269-273,

[3] EKER A. A., 2008, ‘‘Süper alaşımlar ders notları”, YTÜ

[4] www.haynesint.com/pdf/h3057.pdf

[5] ÇAY V. , OZAN Ş., 2005, ‘‘Süper alaşımlar ve Uygulama Alanları”, Doğu Anadolu Bölgesi Araştırmaları

[6] ERDOĞAN M., ÇAKMAKKAYA M., EROL A., 2005, ‘‘Katkı elementlerinin süper alaşımlara etkileri”, Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi.

[7] LI Xiao-qiang, XIN Hong-wei, HU Ke, LI Yuan-yuan, 2010, “Microstructure and properties of ultra-fine tungsten heavy alloys prepared by mechanical alloying and electric current activated sintering”, Trans. Nonferrous Met. Soc. China 20, pp. 443-449.

[8] RODRIGUEZ J., MOUSSA S. O., WALL J., MORSI K., 2003, “Low-Energy Forging of Aluminide, Intermetallics”, Scripta Materialia 48, pp. 707-712.

[9] Salvatore Grasso, Yoshio Sakka and Giovanni Maizza, 2009, “Electric current activated/assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906–2008”, Science And Technology Of Advancedmaterials.

[10] Teague J., Cerreta E. ve Stout M., 2003, ‘‘Tensile Properties and Microstructure of Haynes 25Alloy After Aging at Elevated Temperature for Extended Times.”, Los Alamos National Laboratory.

[11] https://malzemebilimi.net/super-alasimlar.html

[12] A. de J. Saldivar Garcia, A. M. Medrano and A. Salinas Rodriguez, “Effect Of Solutıon Treatments On The Fcc/Hcp Isothermal Martensıtıc Transformatıon In Co-27Cr-5Mo-0.05C Aged At 800°C.”, Scripta Materialia, Vol. 40, No. 6, pp. 717–722, 1999.

[13] I. Radu, D.Y. Li, R. Llewellyn, “Tribological Behavior of Stellite 21 Modified with Yttrium.”, Wear 257 (2004) 1154–1166.

[14] Kaftelen, H., “Ni- esaslı Süper Alaşımların Sürünme Deformasyonu ve Kırılma Karakteristiklerinin Araştırılması”, Mersin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 62, 2005.

[15] İnanır, Z., “Yüksek Çalışma Sıcaklıklarının İnconel 718 Alaşımının Yapısal ve Mekanik Özellikleri Üzerindeki Etkilerinin İncelenmesi”, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2012.

[16] Tımaç, G., “Nikel Esaslı Süper Alaşım Köpük Malzemelerin Boşluk Oluşturma Tekniği ile Üretilmesi, Mikroyapısal ve Mekanik Özelliklerini İncelenmesi”, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 151, 2016.

[17] Bayraktar, Ş., Demir, O., Nikel Esaslı İnconel Alaşımlarının İşlenebilirliği”, 8th International Advanced Technologies Symposium(IATS’17), 1-10, 2017.

[18] Reed. R. C., “The Superalloys Fundamentals and Applications”, Cambridge University Press, 2006.

[19] Donachie, M. J., Donachie, S. J., Superalloys a technical guide, ASMInternational, U.S.A., 2002

[20] Bradley, 1989; American Society for Metals, 1982.

[21] Özgün, Ö., “Nikel Esaslı Süper Alaşım Malzemelerin Toz Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi ile Üretilmesi ve Karakterizasyonu”, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 234, 2012.

[22] Motorcu, A. R., “Nikel Esaslı Süper Alaşımların ve Titanyum Alaşımlarının İşlenebilirliği I. Bölüm: Sinterlenmiş Karbür Takımların Performanslarının Değerlendirilmesi”, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 25(1-2), 302-330, 2009.

[23] Omori, M., “Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS)”, Institute for Materials Research, Tohoku Uni6ersity, Sendai 980-8577, 2000.

[24] Zapata-Solvas, E., Gomez-Garcia, D., Dominguez-Rodriguez, A., Todd, R. I., “Ultra-fast and energy-efficient sintering of ceramics by electric current concentration”, 2015.

[25] El-Awadi, G.A., Abdel-Samad, S., Elshazly, E.S., “Hot corrosion behavior of Ni based Inconel 617 and Inconel 738 superalloys.”, Applied Surface Science, Vol 378, 2016.

[26] Yang, Y.F., Liu Z.L., Ren, P., Wang, Z.B., Zhu, Z.B., Zhu, S.L., Li, W., “Hot corrosion behavior of Pt+Hf co-modified NiAl coating in the mixed salt of $Na_2SO_4$ -NaCl at 900 °C.” Corrosion Science, Vol 167, 2020.

[27] Chen, C., Liang, T., Gao Y., Chen, X., Man, Q., Zhang X., Zeng, J. Ji, V., "Effect of scandia content on the hot corrosion behavior of Sc2O3 and Y2O3 co-doped ZrO2 in $Na_2SO_4 + V_2O_5$ molten salts at 1000 °C.", Corrosion Sicence, Vol 158, 2019.

[28] Necina, V., Pabst, W., "Reduction of temperature gradient and carbon contamination in electric current assisted sintering (ECAS/SPS) using a "saw-tooth" heating Schedule.", Ceramics International, Vol 45, 2019.

[29] Orru et al., 2009; Gullion et al., 2014; Chaim et al., 2018.

[30] Locci, A. M., Orru, R., Cao, G., "Modeling of Electric Current Assisted Sintering: An extended fluid-like approach for the description of powders rheological behavior.",
Chemical Engineering Research and Design, Vol 154, 2020.

[31] Ergin, N., "Elektrik Akımı Destekli Sinterleme Yöntemi İle Inconel 718 Süperalaşımının Üretimi ve Karakterizasyonu". Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Bölümü, Doktora Tezi, 2018.

[32] Hardy, C., "The fundamentals necessary to apply powder metallurgy". ASTM International. pp. 1–10. 1943.

[33] Canikoğlu, N., "Toz Metalurjisi Teknolojisi 2 Ders Notları". Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi. 2017.

[34] Voort, G.F.V., Manılova, E.P., Lucas, G.M., "Metallographic Techniques for Superalloys". Microscopy and Microanalysis. pp.1-22. 2004.

[35] Torak, S., "Gaz Türbin Kanatlarının Soğutulmasının Önemi ve Soğutma Yöntemlerinin İncelenmesi". Yüksek Lisans Tezi. Trakya Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü., 2007.

[36] https://www.americanscientist.org/article/the-adaptable-gas-turbine Erişim Tarihi: 12.09.2018.

[37] Habıbı, M.H., "Hot corrosion behaviour of new candidates for thermal barrier coatings application in türbine simulated environments". Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College. Doktora Tezi, 2014.

[38] Sougata, R., Niyanth, S., Çakmak, E., Hamed, G., Arup, G., Jun, Q., "Post weld heat treatment and operating temperature effect on tribological behavior of laser cladded stellite 21 coating". Wear, pp.482-483, 2021.

[39] Aslan, O., "Stellite 6 ve stellite 21 alaşımlarının darbeli kayma aşınma performanslarının incelenmesi". Yüksek Lisans Tezi., İstanbul Teknik Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü ., 2019.

[40] Mottalebzadeh, A., “High temperature wear performance of alloyed an carbide reinforced stellite 21 coatings”., Doktora Tezi., İstanbul Teknik Üniversitesi., Fen Bilimleri Enstitüsü., 2015.

[41] Yuxiao, W., Etienne, B., Thomas, S., Nabil, T., Fadila, K., Rejean, R., Jolanta, S., Myriam, B., “Thermal stability of a stellite/steel hardfacing interface during long-term aging”., Materials Characterization 154., pp.181-192., 2019.

[42] Rong, L., Jianhua, Y., Qunli, Z., Matthew, X., Rachel, C., “Effects of molybdenum content on the wear/erosion and corrosion performance of low-carbon stellite alloys”., Materials and Design 78., pp.95-106., 2015.

[43] Rajeev, G.P., Kamaraj, M., Srinivasa, R.B., “Hardfacing of AISI H13 tool steel with stellite 21 alloy using cold metal transfer welding process”., Surface&Coatings Technology 326., pp.63-70., 2017.

[44] Rajeev, G.P., Kamaraj, M., Srinivasa, R.B., “Comparison of microstructure, dilution and wear behavior of stellite 21 hardfacing on H13 steel using cold metal transfer and plasma transferred arc welding process”., Surface&Coatings Technology 375., pp.383-394., 2019.

[45] Salehnasab, B., Poursaeıdı, E., Mortazavı, S.A., Forkhıan, G.H., “Hot corrosion failure in the first stage nozzle of a gas turbine engine”., Engineering Faülure Analysis 60., pp.316-325., 2016.