

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**FONKSİYONEL DERECELENDİRİLMİŞ Fe/B₄C
KOMPOZİT YAPILARIN ÜRETİMİ VE TERMO-
MEKANİK DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ**

**Hazırlayan
Mustafa HAMAMCI**

**Danışman
Doç. Dr. Fehmi NAİR**

Doktora Tezi

**Ocak 2019
KAYSERİ**

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**FONKSİYONEL DERECELENDİRİLMİŞ Fe/B₄C
KOMPOZİT YAPILARIN ÜRETİMİ VE TERMO-
MEKANİK DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ**

(Doktora Tezi)

**Hazırlayan
Mustafa HAMAMCI**

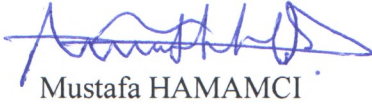
**Danışman
Doç. Dr. Fehmi NAİR**

**Bu çalışma; Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu
(TÜBİTAK) tarafından 117M542 kodlu proje ile desteklenmiştir.**

**Ocak 2019
KAYSERİ**

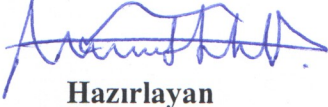
BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir şekilde elde edildiğini beyan ederim. Aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiği gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi belirtirim.

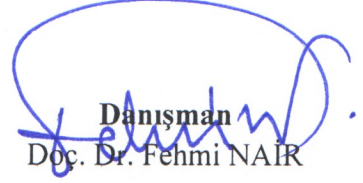


Mustafa HAMAMCI

“Fonksiyonel Derecelendirilmiş Fe/B₄C Kompozit Yapıların Üretimi ve Termo-Mekanik Davranışlarının İncelenmesi” adlı Doktora tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi’ ne uygun olarak hazırlanmıştır.



Hazırlayan
Mustafa HAMAMCI



Danışman
Doç. Dr. Fehmi NAIR



Anabilim Dalı Başkanı
Prof. Dr. Necdet ALTUNTOP

KABUL VE ONAY

Doç.Dr. Fehmi NAİR danışmanlığında Mustafa HAMAMCI tarafından hazırlanan **“Fonksiyonel Derecelendirilmiş Fe/B₄C Kompozit Yapıların Üretimi ve Termo-Mekanik Davranışlarının İncelenmesi”** adlı bu çalışma jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Makine Mühendisliği** Anabilim Dalında **Doktora** tezi olarak kabul edilmiştir.

25.01.2019

JÜRİ:

Danışman : Doç.Dr. Fehmi NAİR

Üye : Prof.Dr. M. Baki KARAMIŞ

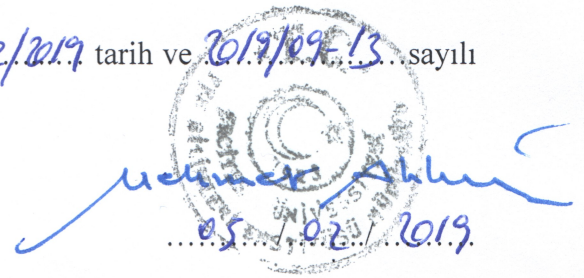
Üye : Prof.Dr. Burhan SELÇUK

Üye : Prof.Dr. Eyüp Sabri TOPAL

Üye : Prof.Dr. Recep GÜNEŞ

ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun 05/02/2019 tarih ve 2019/09-13 sayılı kararı ile onaylanmıştır.



Prof. Dr. Mehmet AKKURT

Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Lisans ve Lisansüstü eğitimim süresince destek ve yardımlarını esirgemeyen, çalışmalarımın her aşamasında vermiş olduğu fikir, yapmış olduğu katkılarıyla beni aydınlatan, bilimsel çalışma disiplini ve akademik şuur anlayışını aşıl原因an değerli hocam Doç. Dr. Fehmi NAİR'e teşekkürü bir borç bilirim.

Eğitimim ve çalışmalarım sırasında bilgi, tecrübe ve yardımlarına başvurduğum saygıdeğer hocalarım Prof. Dr. M. Baki KARAMIŞ, Prof. Dr. Recep GÜNEŞ ve Doç. Dr. A. Alper CERİT'e teşekkür ederim.

Akademik hayatımda büyük katkıları olan değerli hocam Prof. Dr. Eyüp Sabri TOPAL'a teşekkürlerimi sunarım.

Deneyisel çalışmalarda zamanlarından fedakarlık eden Dr. Öğr. Üyesi Murat AYDIN ve Dr. Öğr. Üyesi Umut ÇALIŞKAN'a, vermiş olduğu fikir ve tavsiyeleriyle destek olan saygıdeğer hocam Arş. Gör. Dr. Melih YILDIZ'a teşekkür ederim.

Bu tez çalışmasına 117M542 kodlu proje ile maddi destek veren Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu'na (TÜBİTAK) teşekkür ederim.

Özellikle, çalışmalarım süresince bana verdikleri destek, göstermiş oldukları sabır ve anlayıştan dolayı aileme içtenlikle teşekkür eder, saygı ve sevgilerimi sunarım.

Mustafa HAMAMCI

Ocak 2019, KAYSERİ

FONKSİYONEL DERECELENDİRİLMİŞ Fe/B₄C KOMPOZİT YAPILARIN ÜRETİMİ VE TERMO-MEKANİK DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

Mustafa HAMAMCI

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Doktora Tezi, Ocak 2019

Danışman: Doç. Dr. Fehmi NAİR

ÖZET

Bu çalışmada, fonksiyonel derecelendirilmiş bor karbür (B₄C) takviyeli demir (Fe) matrisli kompozit yapıların toz metalürjisi ile üretilmesi, metalografik özelliklerinin incelenmesi ve ani sıcaklık değişimleri karşısında sergiledikleri termo-mekanik davranışlarının belirlenmesi amaçlanmıştır.

Bu doğrultuda, öncelikle seramik takviyeli Fe/B₄C ile Fe/B kompozitler, sonrasında bir yüzeyde seramik yoğunlukta katmanın bulunduğu, iç yapıda seramik oranının kademeli olarak azaltılıp metal yoğunluk artırılarak diğer yüzeyde metal yoğunlukta bir katmanın olduğu Fonksiyonel Derecelendirilmiş Malzemeler (FDM) üretilmiştir. Takviye elemanı B₄C ve B'nin Fe matrisi ile in-situ reaksiyon sonucu oluşan FeB-Fe₂B fazlarının oluşumu ve mekanik etkileri incelenmiştir.

Dört farklı takviye oranında (hacimsel %5-10-20-30) B₄C-B içeren derecelendirilmemiş numuneler, farklı sıcaklık değerinde farklı sürelerde sinterlenerek sinterleme parametrelerinin etkileri detaylı şekilde araştırılmıştır. Faz dağılımı, sertlik, yoğunluk ve porozite değişimleri incelenmiştir. Standart geometride üretilen derecelendirilmemiş Fe/B₄C, Fe/B numunelerinin düşük hızlı darbe davranışları üzerinde sinterleme parametreleri ve partikül cinsinin etkileri de araştırılmıştır. Partikül cinsinin belirgin bir etkisi gözlenmemiş bu nedenle sonraki üretimlerde farklı partikül boyutlarında (12-40 µm, 1-7 µm) B₄C tozu kullanılarak partikül boyutunun etkileri araştırılmıştır.

Sinterleme parametrelerinin optimizasyonu yapıldıktan sonra FDM üretimlerine geçilmiştir. Dairesel ve kare FDM üretimlerinde oluşan tabaka ayrılma problemi önce

üst katmandaki $V_{c_{max}}$ takviye oranı (%90,%70,%50,%20) ve katman sayısı (10, 20) değiştirilerek optimize edilmiş, $n:1$ gradyantında $V_{c_{max}}:\%20$ B_4C ile üretilen numunelerde dağılma görülmemiştir. Basıncsız sinterlenen FDM numunelerinde tabakalar arasında çatlak ve boyutsal çarpılmalar gözlenmiştir. Bu nedenle sıcak preste kompaktlanan FDM numuneler atmosfer kontrollü fırın içerisinde basınç destekli sinterlenmiş, nihayetinde dağılma ve çarpılma problemleri giderilmiştir.

Üç farklı gradyant değerinde ($n:0,1-n:1-n:5$) üretilen FDM numuneler ile takviyelendirilmemiş %100 Fe, %5-10-20 B_4C takviyeli kare numuneler tel erozyonda hassas şekilde kesilmiş ve yüzeyleri parlatılmıştır. FDM katmanlarının termal şok esnasındaki davranışlarını anlamak amacıyla derecelendirilmemiş B_4C takviyeli numunelerin termal genleşme katsayıları belirlenmiştir. Üretilen derecelendirilmemiş numuneler ile FDM numuneler özgün olarak tasarlanan ve imalatı yapılan, yazılım ile kontrol edilebilen termal şok test cihazında farklı termal şok parametreleri ile test edilmiştir. Deneylerde farklı termal genlik ($\Delta T:150-300-600-900^\circ C$) ve termal çevrim sayıları (N:0-1-5-10-25-50) tatbik edilmiş sonrasında detaylı makro ve mikro yapı incelemeleri yapılmıştır. Düşük hızlı darbe-Charpy deneyi ve üç nokta eğme deneyleri ile mekanik davranışlar üzerinde termal şok tatbikinin etkileri araştırılmıştır.

Artan çevrim sayısı ile birlikte derecelendirilmemiş B_4C takviyeli numunelerde termal çatlak oluşumu artmış, kendiliğinden kırılma hasarları görülmüştür. Aynı şartlarda termal şoka maruz kalan FDM numunelerinde hasar oluşumu daha az gözlenmiş, kendiliğinden kırılma problemi giderilerek derecelendirilmemiş numunelere göre yüksek termal şok direnci elde edilmiştir. FDM numuneleri içerisinde gradyant değerinin artması termal çatlak oluşumunu hızlandırmış, kırılma kuvveti ve kırılma enerji değerlerini düşürmüştür.

Anahtar Kelimeler: Fonksiyonel derecelendirilmiş malzeme, Toz metalürjisi, Fe/ B_4C , İn-situ reaksiyon, FeB-Fe₂B, Termal şok.

FABRICATION OF FUNCTIONALLY GRADED Fe/B₄C COMPOSITE MATERIALS AND INVESTIGATION OF THERMO-MECHANICAL BEHAVIOURS

Mustafa HAMAMCI

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

PhD. Thesis, January 2019

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Fehmi NAİR

ABSTRACT

In this study, it is aimed to determining the suitable material composition of functionally graded iron (Fe) composites reinforced with boron carbide (B₄C) resistant to thermal and mechanical loadings for different working condition and investigation of mechanical properties in different cycles value with thermal shock behaviors exhibit in sudden changing temperatures.

In this context, firstly non-graded Fe/B₄C and Fe/B composites were produced, functionally graded (FDM) samples were produced in which a ceramic-rich layer was present on one surface, the ceramic constituent in the inner structure was gradually decreased and the metal constituent increased and a metal-rich layer was formed on the other surface. The formation and mechanical effects of Fe-Fe₂B phases formed by in-situ reaction with the reinforcement element B₄C-B were investigated.

Samples with B₄C-B in four different reinforcement ratios (5-10-20-30%) were sintered at different temperature values produced by powder metallurgy in different time and the effects of sintering parameters were investigated in detail. Hardness change, density and porosity changes were investigated. The effects of sintering parameters and particle type on the non-graded Fe/B₄C, Fe/B samples produced in standard geometry were also investigated. The effect of the particle type was observed slightly, therefore the effects of particle size on B₄C powder of different particle sizes (12-40 µm, 1-7 µm) were investigated in subsequent productions.

After optimization of the sintering parameters, FDM production was started. The layer separation problem in circular and square FDM productions was firstly optimized by

changing the $V_{c_{max}}$ reinforcement ratio and the number of layers (10, 20) in different upper layer (90%, 70%, 50%). The problem has been fixed with $V_{c_{max}}$: 20%, $n:1$ gradient FGM samples. Unpressurized sintered FDM samples were warped and cracks were observed between the layers. For this reason, FDM samples, which are compacted in hot press, are sintered in a pressure-assisted atmosphere-controlled furnace and finally delamination and warping problems are eliminated.

With the FDM samples produced in three different gradient ($n:0,1-n:1-n:5$), unreinforced 100%Fe and 5-10-20% B_4C reinforced non-graded square samples have been precisely cut in wire erosion according to ASTM standards. Thermal expansion coefficients of non-graded samples were determined to reflect FDM layers. The produced FGM and non-graded samples were tested with different thermal shock parameters in the designed thermal shock test machine which was specially designed and manufactured. The different thermal amplitudes (ΔT : 150°C-300°C-600°C-900°C) and the number of thermal cycles (N:0-1-5-10-25-50) were determined in the experiments. Detailed macro and microstructure investigations were conducted, and the effects of thermal shock application on mechanical behaviors were investigated by low-speed impact-Charpy and three-point bending tests.

With the increasing number of cycles, the formation of thermal cracks in non-graded samples increased and spontaneous fracture damages were observed. Under the same conditions, thermal shock-induced FDM samples were less damaged. The increase in gradient value in FDM samples accelerated the formation of thermal cracks and reduced fracture force and fracture energy values.

Keywords: Functionally graded materials, Powder metallurgy, Fe/ B_4C , In-situ reaction, FeB-Fe₂B, Thermal shock.

İÇİNDEKİLER

FONKSİYONEL DERECELENDİRİLMİŞ Fe/B₄C KOMPOZİT YAPILARIN ÜRETİMİ VE TERMO-MEKANİK DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK.....	i
KABUL VE ONAY	iii
TEŞEKKÜR	iv
ÖZET.....	v
ABSTRACT	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR VE SİMGELER	xii
TABLolar LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	xv
GİRİŞ	1

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR

1.1. Konu ve Önemi	3
1.2. Amaç ve Kapsam	5
1.3. Literatür Araştırması	7
1.3.1. Fe/B, Fe/B ₄ C kompozitler üzerine yapılan çalışmalar	8
1.3.2. Farklı malzemelerin termal şok davranışları üzerine yapılan çalışmalar	13
1.3.3. Sinterleme parametrelerinin etkileri üzerine yapılan çalışmalar	27

2. BÖLÜM

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Kompozit Numunelerin Üretimi	32
2.2. Fonksiyonel Derecelendirilmiş Numunelerin (FDM) Üretimi	44
2.3. Termal Şok Test Yöntemi	51

2.4. Isıtma-Soğutma Hızı ve Alev Isıl Enerji Değerinin Belirlenmesi	55
2.5. Termal Genleşme Katsayılarının Tayini	64
2.6. Düşük Hızlı Darbe Deneyi	67
2.7. Üç Nokta Eğme Deneyi	71

3. BÖLÜM

BULGULAR VE DEĞERLENDİRME

3.1. Derecelendirilmemiş Numunelerin Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri	75
3.1.1. Sinterleme Sıcaklığının Etkileri	75
3.1.2. Sinterleme Süresinin Etkileri	92
3.1.2.1. EDX Analizleri.....	106
3.2. Derecelendirilmemiş Numunelerin Düşük Hızlı Darbe (Charpy) Davranışları.	112
3.2.1. Mikroyapı Özellikleri.....	114
3.2.2. Tekrarlı Darbe Deneylerinin Örnek Ortalama Grafikleri.....	126
3.2.3. Fe/B ₄ C Numunelerin Düşük Hızlı Darbe Davranışları.....	128
3.2.4. Fe/B Numunelerin Düşük Hızlı Darbe Davranışları.....	137
3.2.5. Takviye Eleman Türünün (B ₄ C/B) Darbe Davranışları Üzerine Etkisi	148
3.2.6. Sinterleme Süresinin Darbe Davranışları Üzerine Etkisi.....	150
3.3. FDM Numunelerin Üretim Optimizasyonu, Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri	155
3.3.1. Dairesel FDM Numunelerin Üretimi	155
3.3.1.1. Mikroyapı Özellikleri.....	160
3.3.1.2. Mikro ve Makro Sertlik Değişimleri.....	168
3.3.1.3. Termal Şok Davranışları	173
3.3.2. Kare FDM Numunelerin Üretimi.....	190
3.3.2.1. Termal Şok Davranışları, Darbe ve Üç Nokta Eğme Deneyleri	196
3.4. Basınç Destekli Sinterleme İle Üretilen Numunelerin Mikroyapı, Mekanik Özellikleri ve Termal Şok Deneyleri	203
3.4.1. Termal Şok Deneyleri	214
3.4.2. Düşük Hızlı (Charpy) Darbe Deneyleri	229
3.4.3. Üç Nokta Eğme Deneyleri	246
3.4.4. Karşıt Yüzeyden Darbe ve Eğme Deneyleri	276

4. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1. Sonuçlar ve Değerlendirme.....	288
4.2. Öneriler	291
KAYNAKLAR	295
EKLER.....	314
ÖZGEÇMİŞ.....	337



KISALTMALAR VE SİMGELER

FDM	:Fonksiyonel Derecelendirilmiş Malzeme
FGM	:Functionally Graded Materials
TSR	:Thermal Shock Resistant
CBN	:Cubic Boron Nitride
HV	:Hardness of Vickers
AISI	:American Iron and Steel Institute
ASTM	:American Society for Testing and Materials
TBC	:Thermal Barrier Coating
TGO	:Thermally Grown Oxide
DSC	:Differential Scanning Calorimetry
CTE	:Coefficient of Thermal Expansion
SEM	:Scanning Electron Microscopy
XRD	:X-Ray Diffraction
EDX	:Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy
WDX	:Wavelength-Dispersive X-ray Spectroscopy
XRF	:X-Ray Fluorescence
AE	:Acoustic Emission-Akustik Emisyon
NDT	:Non-Destructive Testing

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1. Kompozit numunelerin üretiminde kullanılan tozlar ve katalog tane boyutları.	33
Tablo 2.2. Fe tozlarının XRF analiz sonuçları.	33
Tablo 2.3. B ₄ C-Bor tozlarının WDX analiz sonuçları.	34
Tablo 2.4. Kompozit numunelerin üretiminde kullanılan toz tane boyutları, hacim ve kütlece karışım oranları.	36
Tablo 2.5. Derecelendirilmemiş kompozitlerin sinterleme parametreleri.	39
Tablo 2.6. FDM numunelerin her katmanı için hesaplanan hacimsel %B ₄ C takviye oranları.	45
Tablo 2.7. Farklı takviye oranları için termal genleşme katsayı değerlerinin teorik ve deneysel değerleri.	67
Tablo 3.1. Derecelendirilmemiş kompozit numunelerin farklı sinterleme sıcaklıkları sonrasındaki (Dsin:60 dk) sertlik değerleri (HV0.5).	85
Tablo 3.2. Sinterleme öncesinde teorik-gerçek yoğunluk ve % porozite değerleri.	90
Tablo 3.3. Farklı sürelerde sinterleme sonrasındaki yoğunluk değerleri (T _{sin} :1150°C).	93
Tablo 3.4. Sinterleme süresine bağlı matriks ve yayılım bölgelerinin %Atomik element miktarları (T _{sin} :1150°C).	109
Tablo 3.5. Sinterleme süresine bağlı matriks ve yayılım bölgelerinin %Ağırlık element miktarları (T _{sin} :1150°C).	110
Tablo 3.6. Derecelendirilmemiş darbe numunelerinin sertlik değerleri.	113
Tablo 3.7. 1000°C’de sinterlenen B ₄ C ve B takviyeli numunelerin farklı sinterleme süreleri sonundaki gerçek yoğunluk değerleri.	115
Tablo 3.8. 1000°C’de sinterlenen B ₄ C ve B takviyeli numunelerin farklı sinterleme süreleri sonundaki %porozite değerleri.	115
Tablo 3.9. Fe+B ₄ C Fe+Bor kompozit numunelerinin darbe tokluk değerleri.	148
Tablo 3.10. Sıcak pres sonrasında FDM kompozitlerde görülen üretim hasarları.	157
Tablo 3.11. Fe/B ₄ C/0,5 FDM numuneleri termal şok deney parametreleri.	174
Tablo 3.12. Fe/B ₄ C/0,2 FDM numuneleri termal şok deney parametreleri.	181
Tablo 3.13. <i>n:0,1</i> numunelerin termal şok deney parametreleri.	197
Tablo 3.14. Eğme deneyi sonrası <i>n:0,1</i> numunelerin kırılma morfolojileri.	201

Tablo 3.15. Derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin termal şok deney parametreleri.	215
Tablo 3.16. Termal şok sonrası derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin yüzey morfolojileri.	217
Tablo 3.17. Eğme deneyi sonrası derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin yan kenar kırılma morfolojileri.	258
Tablo 3.18. Eğme deneyi sonrası derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin üst yüzey ve kırık kesit görüntüleri.	259



ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. Farklı termal şartlarda gelişen gerilme bölgeleri	6
Şekil 1.2. Küresel boşluk civarında borür fazlarının oluşumu.....	9
Şekil 1.3. Demir üzerinde oluşan çok fazlı borür tabakası ve dişli yapısı.	10
Şekil 1.4. B ₄ C partikülleri ve demir yüzeyinde iğnemsî Fe ₂ B oluşumu	11
Şekil 1.5. Fe+%15B ₄ C içeren kompozit kaplamada oluşan fazların dağılımı	12
Şekil 1.6. B ₄ C-Fe ara yüzeyi SEM görüntüsü.....	12
Şekil 1.7. Alev ısıtmalı termal şok test sistemi	14
Şekil 1.8. Dört ısıtma ve soğutma çıkışlı JETS test sistemi.....	14
Şekil 1.9. Oksi-hidrojen alev ısıtmalı termal şok test sistemi.....	15
Şekil 1.10. Bakır numune tutucu ve alttan soğutma tekniği	16
Şekil 1.11. Termal yorulma testi sıcaklık değişim grafiği	17
Şekil 1.12. Pnömatik termal şok test düzeneği	19
Şekil 1.13. Isıl çevrim grafiği.....	20
Şekil 1.14. SAE J1211 standardına göre termal çevrim profili.....	21
Şekil 1.15. 20 termal çevrim sonunda yüzeyde oluşan mikro çatlaklar; a) Ar, b) hava ortamında.....	22
Şekil 1.16. Eğilme testi sonunda oluşan kırılma yüzey görüntüleri, a) termal çevrim öncesi b) çevrim sonrası.....	22
Şekil 1.17. Tek katmanlı ve fonksiyonel kademeli kaplamanın çevrim sayısına göre hasara uğrama grafiği.....	23
Şekil 1.18. Termal yorulma cihazı	24
Şekil 1.19. Zamana bağlı ısıl çevrim sıcaklık değişimi	25
Şekil 1.20. Termal şok test düzeneği	26
Şekil 1.21. a) Al-B ₄ C kompozitinde oluşan ikincil fazlar, b) Al-B ₄ C kırılma yüzeyi SEM görüntüsü	27
Şekil 2.1. Fe101 tozu (1-9 µm) SEM görüntüleri.	34
Şekil 2.2. Fe102 tozu (<44 µm) SEM görüntüleri.	34
Şekil 2.3. Fe tozu (<74 µm) SEM görüntüleri.	35
Şekil 2.4. B ₄ C tozu (1-7 µm) SEM görüntüleri.....	35
Şekil 2.5. B ₄ C tozu (12-40 µm) SEM görüntüleri.....	35
Şekil 2.6. Bor tozu (<40 µm) SEM görüntüleri.	36

Şekil 2.7. Turbula T2F toz karıştırma ünitesi.	37
Şekil 2.8. Sıcak pres ünitesi.	37
Şekil 2.9. Tek eksenli hareketli zımba ve sıcak kalıp kesiti.....	38
Şekil 2.10. Sıcak pres altında üretilen derecelendirilmemiş kompozit numuneler.	39
Şekil 2.11. Protherm (PTF 18/75/300) atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık tüp fırını. ...	40
Şekil 2.12. Farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde yapılan sinterleme işlemlerinin şematik grafikleri.	40
Şekil 2.13. Fe-Bor faz denge diyagramı.....	41
Şekil 2.14. Fe ile B/B ₄ C arasında takviye oranına bağlı öngörülen şematik ikincil faz oluşumu.	42
Şekil 2.15. Metalografik analizlerde kullanılan cihazlar.	43
Şekil 2.16. Fonksiyonel derecelendirilmiş şematik dairesel kompozit numune	44
Şekil 2.17. $n:0,1$ numunesinin takviye oranı değişim grafiği.	46
Şekil 2.18. $n:1$ numunesinin takviye oranı değişim grafiği.	46
Şekil 2.19. $n:5$ numunesinin takviye oranı değişim grafiği.	46
Şekil 2.20. Her bir FDM katmanı için hassas tartılarak hazırlanmış toz karışımları ve kalıp boşluğuna serimi.	47
Şekil 2.21. Ayrılabilir iç kovana sahip a) kare ve b) dairesel H13 çelik kalıplar.	48
Şekil 2.22. Basıncsız sinterleme sonrasında FDM kompozitlerde meydana gelen boyutsal değişimler.	49
Şekil 2.23. MSE 1100-50 atmosfer kontrollü manuel sıcak pres (max 1100°C, 50 ton).	50
Şekil 2.24. a) Grafit kalıp seti ve b) numune yerleşimi.	50
Şekil 2.25. a) Basınç destekli sinterlenmiş, b) tel erozyon ile kesilmiş ve parlatılmış FDM ($n:1$) numuneleri.	51
Şekil 2.26. Termal şok cihazı.	52
Şekil 2.27. a) Dairesel ve b) kare soğutma nozulları.	52
Şekil 2.28. FDM numunelerin şematik termal şok testi.....	53
Şekil 2.29. Şematik termal şok deney sistemi.....	53
Şekil 2.30. Fe plakalar üzerinde yapılan termal şok deneyleri.	55
Şekil 2.31. Oksi-propan alevi.....	56
Şekil 2.32. Fe sac (0,5 mm) ısıtma-soğutma grafiği.	57
Şekil 2.33. Fe sac (1 mm) ısıtma-soğutma grafiği.	57

Şekil 2.34. Fe sac (5 mm) ısıtma-soğutma grafiği.	57
Şekil 2.35. Fe plaka (10 mm) 15 ve 11 cm ısıtma grafiği (max:975°C).	58
Şekil 2.36. Fe plaka (10 mm) 6 ve 3 cm soğutma grafiği (975°C'den)	58
Şekil 2.37. Dairesel nozuldan hava akış hızının anemometre ile belirlenmesi.	59
Şekil 2.38. Fe sac (1 mm) üzerinde yapılan ısıtma-soğutma çevrimine ait sıcaklık değişim eğrileri.	59
Şekil 2.39. a) 1mm Fe plakanın zamanla absorbe ettiği ısı enerji değeri, b) belirli zaman aralıklarında ısı enerji değerinin değişimi.	60
Şekil 2.40. Fakir ve zengin oksijen alevi ısıtma hızı mukayesesi (Fe sac-1 mm)	61
Şekil 2.41. 10mm Fe plakanın ısıtma esnasında ön ve arka yüzey sıcaklık değişimleri (K tipi termokupl).....	62
Şekil 2.42. Ön ve arka yüzey arasındaki sıcaklık farkı değişimi (ısıtma-soğutma çevrimi) (K tipi termokupl).....	63
Şekil 2.43. Ön ve arka yüzey arasındaki sıcaklık farkı değişimleri (ısıtma-soğutma çevrimi) (R tipi termokupl).	63
Şekil 2.44. Arka yüzey pirometre ile ön yüzey termokupl sıcaklık değerleri (10mm Fe plaka).	64
Şekil 2.45. Derecelendirilmemiş Fe/B ₄ C kompozitlerin sıcaklığa bağlı birim şekil değişimleri.	66
Şekil 2.46. Derecelendirilmemiş Fe/B ₄ C kompozitlerin sıcaklığa bağlı termal genleşme katsayılarının değişimi (10 ⁻⁶ .°C ⁻¹).	66
Şekil 2.47. Derecelendirilmemiş Fe/B ₄ C numunelerin termal genleşme katsayılarının takviye oranına göre değişimi.	67
Şekil 2.48. Derecelendirilmemiş numunelerin şematik üretimi, kesilmesi ve darbelerin uygulanış tekniği.	68
Şekil 2.49. CEAST Fractovis ağırlık düşürme darbe test cihazı.	69
Şekil 2.50. Charpy darbe fikstürü ve darbe uygulanış tekniği.	70
Şekil 2.51. SHIMADZU 3 nokta eğme cihazı ve numune yerleşimi.	73
Şekil 3.1. Sinterleme öncesinde farklı takviye oranlarına sahip numunelerin mikroyapı görüntüleri; a) Takviyesiz %100 Fe, b) %5, c)%20, d)%30 B ₄ C takviyeli. ..	76
Şekil 3.2. 1000°C, 60 dak. sinterlenen numunelerin mikroyapı görüntüleri;	77
a) Takviyesiz %100 Fe, b) %5, c)%20, d)%30B ₄ C takviyeli.	77
Şekil 3.3. 1150°C, 60 dak. sinterlenen numunelerin mikroyapı görüntüleri;	78

a) Takviyesiz %100 Fe, b) %5, c)%20, d)%30B ₄ C takviyeli.	78
Şekil 3.4. 1300°C, 60 dak. sinterlenen numunelerin mikroyapı görüntüleri;	79
a) Takviyesiz %100 Fe, b) %5, c)%20, d)%30B ₄ C takviyeli.	79
Şekil 3.5. Sinterlenmemiş Fe+%10 B ₄ C numunesi partikül ve matriks yüzeyinden alınan EDX analizleri.....	80
Şekil 3.6. Fe+%10 B ₄ C numunesinin matriks[A] ve yayılım[B] bölgelerinden alınan EDX analiz değerleri (T _{sin} :1000°C, D _{sin} :60 dk).	81
Şekil 3.7. Fe+%10B ₄ C numunesinden alınan noktasal ve hat EDX analizleri ile % element değerleri değişimi.	82
Şekil 3.8. a) Fe+%10 B ₄ C ve b) Fe+%30 B ₄ C numunesine ait XRD paternleri (T _{sin} :1000°C, D _{sin} :60 dk).	83
Şekil 3.9. 1000°C’de sinterlenen Fe+10B ₄ C/30 numunesinin BSE görüntüleri.....	84
Şekil 3.10. %B ₄ C oranına bağlı farklı sinterleme sıcaklıklarındaki sertlik değişimi.....	86
Şekil 3.11. Sinterleme sıcaklığına bağlı farklı %B ₄ C takviye oranlarındaki sertlik değişimi.	87
Şekil 3.12. Fe+%10B ₄ C ve Fe+%10B numunesinin sinterleme sıcaklığına bağlı sertlik mukayesesi.	87
Şekil 3.13. 1000° C, 60 dak. sinterlenen Fe+%10 B ₄ C numunesinde yayılım bölgesi sertlik dağılımı.	88
Şekil 3.14. 1150°C, 60 dak. sinterlenen Fe+%10B numunesinde yayılım bölgelerinin sertlik dağılımı.	88
Şekil 3.15. 1300°C, 60 dak. sinterlenen Fe+%10B ₄ C numunesinde yayılım bölgelerinin sertlik dağılımı.	89
Şekil 3.16. Sinterleme öncesinde numunelerin %B ₄ C takviye oranına bağlı teorik- gerçek yoğunluk değerleri ve %porozite değişimi.....	91
Şekil 3.17. Sinterleme prosesinde şematik gözenek oluşum aşamaları [172].....	93
Şekil 3.18. B ₄ C takviye oranına bağlı yoğunluk ve porozite değişimi.	94
Şekil 3.19. Sinterleme süresine bağlı yoğunluk değişimi.	94
Şekil 3.20. Sinterleme süresine bağlı B ₄ C ile takviyelendirilmiş kompozitlerin porozite değişimi.	95
Şekil 3.21. B ₄ C takviye oranına bağlı genel sertlik değişimi (T _{sin} :1150°C).	96
Şekil 3.22. Sinterleme süresine bağlı genel sertlik değişimi (T _{sin} :1150°C).	97
Şekil 3.23. B ₄ C Takviye oranına bağlı matriks bölgesi sertlik değişimi (T _{sin} :1150°C).	98

Şekil 3.24. B ₄ C Takviye oranına bağlı yayınım bölgesi sertlik değişimi (T _{sin} :1150°C).	98
Şekil 3.25. Sinterleme süresine bağlı matriks bölgesi sertlik değişimi (T _{sin} :1150°C)..	99
Şekil 3.26. Sinterleme süresine bağlı yayınım bölgesi sertlik değişimi (T _{sin} :1150°C).	99
Şekil 3.27. Fe/B ₄ C, Fe/B kompozitlerin matriks ve yayınım bölgesi mikrosertlik mukayesesi, a) Fe+%5B ₄ C, b) Fe+%10B ₄ C, c) Fe+%20B ₄ C, d) Fe+%30B ₄ C, e) Fe+%10B, (1150°C, 120 dak).....	100
Şekil 3.28. Takviyesiz Fe numunesi mikroyapı görüntüleri, a) sinter öncesi, b) 30, c) 60, d) 90, e) 120 dakika sinter sonrası.	101
Şekil 3.29. Fe+%10 B ₄ C numunesi mikroyapı görüntüleri, a) sinter öncesi, b) 30, c) 60, d) 90, e) 120 dakika sinter sonrası.	102
Şekil 3.30. Fe+%30 B ₄ C numunesi mikroyapı görüntüleri, a) sinter öncesi, b) 30, c) 60, d) 90, e) 120 dakika sinter sonrası.	103
Şekil 3.31. Fe+%10 Bor numunesi mikroyapı görüntüleri, a) sinter öncesi, b) 30, c) 60, d) 90, e) 120 dakika sinter sonrası.	104
Şekil 3.32. 1150°C, 30 dakika sinterlenen Fe+%10 B ₄ C numunesi EDX analiz noktaları.	107
Şekil 3.33. 1150°C, 30 dakika sinterlenen Fe+%10 B ₄ C numunesi EDX spektrumu ve analiz değerleri.	107
Şekil 3.34. 1150°C, 120 dakika sinterlenen Fe+%10 B ₄ C numunesi EDX analiz değerleri.....	108
Şekil 3.35. 1150°C, 30 dakika sinterlenen Fe+%10 B numunesi EDX analiz değerleri.	108
Şekil 3.36. 1150°C, 120 dakika sinterlenen Fe+%10 B numunesi EDX analiz değerleri.	109
Şekil 3.37. Süreye bağlı matriks bölgesi %At elementel değişimi, Fe+%10 B ₄ C.....	110
Şekil 3.38. Süreye bağlı yayınım bölgesi %At elementel değişimi, Fe+%10 B ₄ C.....	110
Şekil 3.39. Süreye bağlı matriks bölgesi %Wt elementel değişimi, Fe+%10 B ₄ C.....	111
Şekil 3.40. Süreye bağlı yayınım bölgesi %Wt elementel değişimi, Fe+%10 B ₄ C.....	111
Şekil 3.41. Fe+%10 B numunesine ait XRD paternleri (T _{sin} :1150°C, D _{sin} :90 dk). ...	112
Şekil 3.42. Fe/B ₄ C ve Fe/B kompozit numunelerin sertlik değişimleri.	114
Şekil 3.43. B ₄ C ve B takviyeli kompozit numunelerin teorik ve sinterleme sonrası gerçek yoğunluk grafikleri ile %porozite değişimi.	116

Şekil 3.44. Sinter öncesi mikroyapı fotoğrafları; a) %100 Fe, b) Fe+%5B ₄ C.....	119
Şekil 3.45. a) %100 Fe ve b) Fe+%5B ₄ C numunelerinin sinter öncesi kırık yüzey SEM görüntüleri.	119
Şekil 3.46. 1000°C, 30 dak. sinterli a) %100 Fe ve b) Fe+%5B ₄ C optik fotoğrafları. .	120
Şekil 3.47. 1000°C, 30 dak. sinterli a) %100Fe ve b) Fe+%5B ₄ C numunelerinin kırık yüzey görüntüleri.	120
Şekil 3.48. a) Fe+%20B ₄ C ve b) Fe+%30B ₄ C numunelerinin sinter öncesi kırık yüzey görüntüleri.	121
Şekil 3.49. 30 dakika sinterlenen a) Fe+%20B ₄ C, b) Fe+%30B ₄ C numunelerinin mikroyapı fotoğrafları.	122
Şekil 3.50. 60 dakika sinterli Fe+%30B ₄ C numunesi kırık yüzey görüntüleri.	122
Şekil 3.51. 30 dakika sinterlenen Fe+%10B numunesi artık B ₄ C partikülü ile yayılım bölgesi BSE, SEM ve optik görüntüleri.	124
Şekil 3.52. 60 dakika sinterlenen a) Fe+%20 B, b) Fe+%30 B numunelerinin mikroyapı görüntüleri.	125
Şekil 3.53. 60 dakika sinterlenen Fe+%20B numunesindeki yayılım bölgesi ve boyut analizi.	125
Şekil 3.54. Zamana bağlı temas kuvveti değişimi ve ortalama eğrisi, Fe_5B ₄ C_30.	127
Şekil 3.55. Vurucu kafa enerjisinin zamana bağlı değişimi ve ortalama eğrisi, Fe_5B ₄ C_30.	127
Şekil 3.56. Fe_30B_60 numunesinin zamana bağlı kuvvet değişimi ve ortalama eğrisi.	127
Şekil 3.57. Vurucu kafa enerjisinin zamana bağlı değişimi ve ortalama eğrisi, Fe_30B_60.	128
Şekil 3.58. Farklı oranlarda B ₄ C ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin zamana bağlı kuvvet (F-t) değişim eğrileri (1000°C, 30 dk.).	129
Şekil 3.59. Farklı oranlarda B ₄ C ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin zamana bağlı kuvvet (F-t) değişim eğrileri (1000°C, 60 dk.).	130
Şekil 3.60. B ₄ C ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin takviye oranına bağlı kırılma kuvveti grafiği.....	131
Şekil 3.61. Vurucu kafanın enerji değişim (E-t) eğrileri (Fe+B ₄ C, 1000°C, 30 dak)...	132
Şekil 3.62. Vurucu kafanın enerji değişim (E-t) eğrileri (Fe+B ₄ C, 1000°C, 60 dak)...	132

Şekil 3.63. B ₄ C ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin kırılma enerjisi değişimi.	133
Şekil 3.64. Fe/B ₄ C numunelerinin kırık yüzey makro fotoğrafları.	134
Şekil 3.65. Fe_30 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüleri.	135
Şekil 3.66. a) Fe_5B ₄ C_60, b) Fe_10B ₄ C_60 numuneleri kırık yüzey görüntüleri.	135
Şekil 3.67. a) Fe_20B ₄ C_60, b) Fe_10B ₄ C_30, c) Fe_10B ₄ C_30 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüleri.	136
Şekil 3.68. Fe_30B ₄ C_60 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüleri.	137
Şekil 3.69. Farklı oranlarda Bor ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin zamana bağlı kuvvet değişim eğrileri (1000°C, 30 dk.).	138
Şekil 3.70. Farklı oranlarda Bor ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin zamana bağlı kuvvet değişim eğrileri (1000°C, 60 dk.).	138
Şekil 3.71. Bor ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin takviye oranına bağlı kırılma kuvveti grafiği.	140
Şekil 3.72. Bor ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin kırılma enerjisi değişimi.	141
Şekil 3.73. Kırılma kuvveti (F _{max}) ile kırılma enerjisi eğrilerinin takviye elemanı türüne göre (B ₄ C-B) mukayesesi.	142
Şekil 3.74. Fe/B kompozit numunelerin kırık yüzey makro fotoğrafları a) Fe_5B_60, b) Fe_10B_60, c) Fe_20B_60, d) Fe_30B_60.	143
Şekil 3.75. Fe_5B_60 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüleri.	144
Şekil 3.76. Fe_20B_60 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüleri.	144
Şekil 3.77. Fe_30B_60 numunesine ait alt yüzey SEM görüntüleri.	145
Şekil 3.78. Fe_30B_60 numunesine ait üst yüzey SEM görüntüleri.	146
Şekil 3.79. Kompozit numunelerin B ₄ C-B takviye oranına bağlı darbe tokluğu değişimleri.	148
Şekil 3.80. Fe_5B ₄ C ve Fe_5B numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri (1000°C, 60 dk.).	149
Şekil 3.81. Fe_30B ₄ C ve Fe_30B numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri (1000°C, 60 dk.).	150
Şekil 3.82. Fe_30 ve Fe_60 numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri.	151
Şekil 3.83. Fe_5B ₄ C_30 ve Fe_5B ₄ C_60 numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri.	151

Şekil 3.84. Fe ₃₀ B ₄ C ₃₀ ve Fe ₃₀ B ₄ C ₆₀ numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri.	152
Şekil 3.85. Fe ₃₀ B ₃₀ ve Fe ₃₀ B ₆₀ numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri.	152
Şekil 3.86. B ₄ C takviyeli kompozit numunelerin kırılma kuvveti ve enerjisi değerlerinin sinterleme süresi bakımından karşılaştırması.	153
Şekil 3.87. Bor takviyeli kompozit numunelerin kırılma kuvveti ve enerjisi değerlerinin sinterleme süresi bakımından karşılaştırması.	154
Şekil 3.88. 10 katmanlı B ₄ C takviyeli (Fe-B ₄ C/0,9/1/0,1/10) FDM numunesi.	156
Şekil 3.89. Fe-B/0,7/1/0,1/10 numunesinin kalıptan çıkarılması sonrasında oluşan tabaka ayrılması.	156
Şekil 3.90. Fe-B ₄ C/0,5/1/0,1/10 FDM numunelerinin sinterleme sonrasında B ₄ C yoğun yüzeyden ilerleyen çatlak oluşumları.....	158
Şekil 3.91. Fe-B ₄ C/0,2/1/0,1/10 FDM numunelerinin a) sinterleme öncesi ve b) sinterleme sonrasındaki boyut değişimleri.....	159
Şekil 3.92. Fe-B ₄ C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesi sinterleme sonrasında çatlak oluşumu.	159
Şekil 3.93. 1000 °C’de 60 dakika sinterlenen Fe-B ₄ C/0,9/1/0,1/10 FDM numunesinin a) mikroyapı görüntüsü, b) ok yönünde alınan hat EDX analizi.....	160
Şekil 3.94. 1000 °C’de 60 dakika sinterlenen Fe-B/0,7/1/0,1/10 FDM numunesinin a) mikroyapı görüntüsü, b) ok yönünde alınan hat EDX analizi.....	161
Şekil 3.95. Fe-B ₄ C/0,5/1/0,1/10 FDM numunesinin katmanlar arası geçiş fotoğrafları (1000°C, 30 dakika sinterli).	162
Şekil 3.96. Fe-B ₄ C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesinin sinterleme öncesi mikroyapı fotoğrafları (1-5. katman).....	164
Şekil 3.97. Fe-B ₄ C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesinin sinterleme öncesi mikroyapı fotoğrafları (6-10. katman).....	165
Şekil 3.98. Fe-B ₄ C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesinin 1000 °C’de 30 dakika sinter sonrası mikroyapı fotoğrafları (1-5. katman).	166
Şekil 3.99. Fe-B ₄ C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesinin 1000 °C’de 30 dakika sinter sonrası mikroyapı fotoğrafları (6-10. katman).	167
Şekil 3.100. FDM numunelerinin sertlik değişimi (1000°C, 30 dakika sinterli).	168
Şekil 3.101. FDM numunelerinin sertlik değişimi (1000°C, 60 dakika sinterli).	169

Şekil 3.102. Fe-B ₄ C/0,5/1/0,1/10 FDM numunesi mikro ve makro sertlik dağılımları.	170
Şekil 3.103. Fe-B ₄ C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesi makro sertlik dağılımı.	171
Şekil 3.104. Fe/B ₄ C/0,2 FDM numunesi a) katmana paralel yönde sertlik tarama ve b) ortalama sertlik grafikleri.	172
Şekil 3.105. Fe/B ₄ C/0,5/1/0,1/10 FDM numuneleri termal şok deney görüntüleri.	174
Şekil 3.106. Fe/B ₄ C/0,5 FDM numuneleri termal şok grafikleri.	175
Şekil 3.107. Termal şok sonrası 1. katman mikroyapı görüntüleri.	176
Şekil 3.108. Termal şok sonrası 5. katman mikroyapı görüntüleri.	176
Şekil 3.109. DT150_N10 deneyi sonrasındaki sertlik değişimi.	177
Şekil 3.110. DT800_N10 deneyi sonrasındaki sertlik değişimi.	178
Şekil 3.111. Çevrim sayısının (N) sertlik değerleri üzerine etkisi.	178
Şekil 3.112. Termal genliğin (DT) sertlik değerleri üzerine etkisi.	179
Şekil 3.113. DT300_N10 deneyi sonrasında merkez ve kenar sertliklerinin mukayesesi.	180
Şekil 3.114. DT600_N50 deneyi sonrasında merkez ve kenar sertliklerinin mukayesesi.	180
Şekil 3.115. Fe/B ₄ C/0,2 FDM numunelerin termal şok grafikleri (arka yüzeyden- pirometre ile).	182
Şekil 3.116. Ön-arka yüzey sıcaklık değişimi ile yüzeyler arası sıcaklık farkı grafikleri (R tip termokupl).	183
Şekil 3.117. Termal şok öncesi FDM numuneleri.	184
Şekil 3.118. Termal şok sonrası numunelerin ön yüzey ve radyal kenar fotoğrafları. .	185
Şekil 3.119. FDM numuneleri katmanlara dikey yönde oluşan çatlaklar.	186
Şekil 3.120. DT:900 çevriminde eriyen FDM <i>n:1</i> numunesi ve mikroyapı fotoğrafı. .	187
Şekil 3.121. Makro sertlik ölçümleri (HR15T).	187
Şekil 3.122. Termal şok sonrası FDM numunelerin sertlik değişim grafikleri.	188
Şekil 3.123. Farklı gradyant değerlerinin (<i>n</i>) takviye oranı değişimleri.	191
Şekil 3.124. <i>n:1</i> numunesinin 3, 6 ve 10. katman karışım tozlarının SEM görüntüleri.	192
Şekil 3.125. <i>n:0,1</i> numunesinin sinter öncesi farklı katman mikroyapı görüntüleri.	193
Şekil 3.126. <i>n:0,1</i> numunesinin sinter öncesi kırık yüzey SEM görüntüleri.	194

Şekil 3.127. Basıncısız sinter sonrası $n:0,1$ numunesinin farklı katman mikroyapı görüntüleri.	195
Şekil 3.128. $n:0,1$ numunelerin termal şok grafikleri.	196
Şekil 3.129. Tekrarlı yapılan darbe testleri kuvvet-zaman grafikleri.....	197
Şekil 3.130. Şok parametrelerine bağlı darbe testi kuvvet-zaman grafikleri	199
Şekil 3.131. Kırılma enerjisi ve maksimum kuvvet değişimlerinin eğme ve darbe testlerine göre mukayesesi.	200
Şekil 3.132. DT600_N20 numunesinin üst katmanında oluşan çatlaklar.	201
Şekil 3.133. Eğme testleri kuvvet-zaman grafikleri.....	202
Şekil 3.134. Basıncılı sinterlenen derecelendirilmemiş kompozit numunelerin optik mikroyapı görüntüleri.....	204
Şekil 3.135. Basıncılı sinterlenen derecelendirilmemiş numunelerin SEM görüntüleri.	205
Şekil 3.136. Fe+%10B ₄ C numunesi yayılım bölgesi EDX analizi.	206
Şekil 3.137. Basıncılı sinterlenen derecelendirilmemiş kompozit numunelerin kırık yüzey SEM görüntüleri.	207
Şekil 3.138. Basıncılı sinterlenen FDM $n:0,1$ numuneleri katman mikroyapı görüntüleri.	208
Şekil 3.139. 10.katmanı %20B ₄ C takviyeli numunenin 9-10. katman sınırı.	208
Şekil 3.140. Basıncılı sinterlenen FDM $n:1$ numuneleri katman mikroyapı görüntüleri.	209
Şekil 3.141. Basıncılı sinterlenen FDM $n:5$ numuneleri katman mikroyapı görüntüleri.	210
Şekil 3.142. Basıncılı sinterlenen derecelendirilmemiş numunelerin yoğunluk ve porozite değişimi.....	210
Şekil 3.143. Basıncılı sinterlenen FDM numunelerin yoğunluk ve porozite değişimi. .	211
Şekil 3.144. Derecelendirilmemiş numunelerin basıncısız-basıncılı sinter sonrası sertlik değişimi.	213
Şekil 3.145. FDM numunelerin kompozisyonel gradyant değerlerine göre sertlik değişimi.	213
Şekil 3.146. Fe+%20B ₄ C numunesinin DT600_N25 deneyi öncesi ve sonrasındaki görünümü.	215

Şekil 3.147. $n:0,1$ numunesinin farklı termal çevrimler sonunda alınan ön yüzey SEM görüntüleri.	218
Şekil 3.148. Derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin yan yüzey görüntüleri.	220
Şekil 3.149. Derecelendirilmemiş a) takviyesiz, b)%10, c)%20B ₄ C takviyeli numunelerin termal şok sonrası mikroyapı görüntüleri.	221
Şekil 3.150. $n:5$ numunesinde katmana paralel gelişen çatlak a)10 çevrim, b)50 çevrim.	222
Şekil 3.151. Derecelendirilmemiş numunelerin bölgesel sertlik değişimleri.	224
Şekil 3.152. Derecelendirilmemiş numunelerin farklı çevrim sonundaki ortalama sertlik değişimleri.	225
Şekil 3.153. $n:1$ numunesinin farklı çevrimlerde katmanların sertlik değişimleri.	226
Şekil 3.154. $n:0,1$ numunesinin farklı çevrimlerde katmanların sertlik değişimleri.	227
Şekil 3.155. $n:5$ numunesinin farklı çevrimlerde katmanların sertlik değişimleri.	228
Şekil 3.156. Derecelendirilmemiş numunelerin çevrim sayılarına göre Kuvvet-Zaman grafikleri.	230
Şekil 3.157. Derecelendirilmemiş numunelerin çevrim sayılarına bağlı maksimum kuvvet ve kırılma enerjisi değişimleri.	232
Şekil 3.158. Derecelendirilmemiş numunelerin takviye oranlarına göre Kuvvet-Zaman değişimleri.	233
Şekil 3.159. Derecelendirilmemiş numunelerin takviye oranlarına göre maksimum kuvvet ve kırılma enerjisi değişimleri.	234
Şekil 3.160. FDM numunelerin çevrim sayısı ve gradyant değerine bağlı maksimum kuvvet ve kırılma enerjisi değişimleri.	236
Şekil 3.161. Derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin kırılma kuvveti ve kırılma enerjisi mukayesesi.	238
Şekil 3.162. Derecelendirilmemiş %20 B ₄ C ve FDM $n:5$ numunelerin darbe testi kırılma yüzeyi görüntüleri.	240
Şekil 3.163. Derecelendirilmemiş %20 B ₄ C numunesinin kırık yüzeyinde farklı noktalarda görülen termal çatlaklar.	242
Şekil 3.164. FDM $n:5$ numunesinin kırık yüzey SEM görüntüleri.	243
Şekil 3.165. 10.katmanlı %20 B ₄ C numunesinin çevrim sayısına bağlı kuvvet ve enerji değişimi.	243

Şekil 3.166. 10.katmanı %20 B ₄ C numunesinin kırılma kuvveti ve enerji değerlerinin diğer numunelerle mukayesesi.	244
Şekil 3.167. 10.katmanı %20B ₄ C numunesinde farklı termal çevrim sonunda üst yüzeyde oluşan çatlaklar.	245
Şekil 3.168. Derecelendirilmemiş numunelerin çevrim sayısına göre kuvvet-zaman grafikleri.	247
Şekil 3.169. Derecelendirilmemiş numunelerin maksimum kuvvet ve kırılma enerjisinin çevrim sayısına bağlı değişimleri.	248
Şekil 3.170. Derecelendirilmemiş numunelerin takviye oranına göre kuvvet-zaman grafikleri.	250
Şekil 3.171. Derecelendirilmemiş numunelerin maksimum kuvvet ve kırılma enerjisinin takviye oranına bağlı değişimleri.	251
Şekil 3.172. FDM numunelerin çevrim sayısına bağlı kuvvet-zaman grafikleri.	252
Şekil 3.173. FDM numunelerin maksimum kuvvet ve kırılma enerjisinin çevrim sayısına bağlı değişimleri.	254
Şekil 3.174. FDM numunelerin gradyant değerine bağlı kuvvet-zaman grafikleri.	256
Şekil 3.175. FDM numunelerin maksimum kuvvet ve kırılma enerjisinin gradyant değerine bağlı değişimleri.	257
Şekil 3.176. 10. katmanı %20B ₄ C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzey görüntüleri.	262
Şekil 3.177. %5B ₄ C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N5 ve N10).	263
Şekil 3.178. %5B ₄ C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N25 ve N50).	264
Şekil 3.179. %10B ₄ C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N10 ve N50).	265
Şekil 3.180. %20B ₄ C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N5, N25 ve N50).	266
Şekil 3.181. <i>n:0,1</i> numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N10 ve N50).	267
Şekil 3.182. <i>n:1</i> numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N50).	268

Şekil 3.183. $n:5$ numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N5, N25).....	269
Şekil 3.184. $n:5$ numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N50).	270
Şekil 3.185. Derecelendirilmemiş numunelerin darbe ve eğme deneyi mukayesesi.	273
Şekil 3.186. FDM numunelerin darbe ve eğme deneyi mukayesesi.	274
Şekil 3.187. FDM numunelerin Fe yüzey ve karşıt yüzeyden şematik darbe-eğme deneyi.	276
Şekil 3.188. Darbe deneyi kuvvet-zaman grafikleri Fe yüzey-B ₄ C yüzey mukayesesi.	277
Şekil 3.189. Eğme deneyi kuvvet-zaman grafikleri Fe yüzey-B ₄ C yüzey mukayesesi.	278
Şekil 3.190. Darbe ve eğme deneyi maksimum kuvvet ve kırılma enerjisi, Fe yüzey-B ₄ C yüzey mukayesesi.....	281
Şekil 3.191. Darbe ve eğme deneyleri mukayesesi.....	281
Şekil 3.192. Karşıt yüzeyden darbe deneyi kırık yüzey görüntüleri.	282
Şekil 3.193. Karşıt yüzeyden eğme deneyi kırık yüzey görüntüleri.	283
Şekil 3.194. $n:0,1$ numunesinin darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri....	284
Şekil 3.195. $n:1$ numunesinin darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.....	285
Şekil 3.196. $n:5$ numunesinin darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.....	285
Şekil 3.197. $n:0,1$ numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri....	286
Şekil 3.198. $n:1$ numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.....	286
Şekil 3.199. $n:5$ numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.....	287
Şekil 3.200. 10.katmanlı %20 B ₄ C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.	287

GİRİŞ

İlerleyen teknoloji ile birlikte farklı koşullarda ortaya çıkan bazı yeni gereksinimlerin karşılanmasında iyi performansa sahip olmalarına rağmen metal alaşımları yetersiz kalmaktadır. Özellikle yüksek sıcaklığa maruz kalan sistemler, uzay araçları ve elektromekanik endüstriyel uygulamalarda yüksek ısı direnç ve yüksek mukavemet özelliklerini sağlayan malzeme arayışı başlamıştır. Bu sorunun giderilmesi amacıyla içyapısı ve özellikleri sürekli olarak belirli oranda değişen veya homojen olmayan kademeli bir geçişe sahip özel karakterli malzemelerin üretim fikri ortaya çıkmış, böylece yaşanması muhtemel olumsuzluklar azaltılmıştır [1-12].

Araştırmalar sonucunda birçok özelliği bünyesinde barındıran malzeme kombinasyonu olarak metal ve seramikler önem kazanmıştır. Bu malzeme çiftinden metal yüksek tokluğa, elektrik geçirgenliğine, kolay işlenebilirliğe ve iyi bağlanma kabiliyetine, seramik ise düşük yoğunluğa, yüksek mukavemete, yüksek ısı ve aşınma direncine sahiptir. Bu özellikleri aynı anda sağlayabilen malzeme ise Fonksiyonel Derecelendirilmiş Malzeme (FDM)'dir [13-24]. FDM'ler farklı homojen malzemeler içeren değişken mikro yapıda olup, sürekli olmayan termomekanik özellikte heterojen karakter sergiler ve teknik olarak geleneksel kompozit malzemelerden ayrılırlar [25-32].

Fonksiyonel Derecelendirilmiş Malzemeler (FDM), (Functionally Graded Materials-FGM) yapısındaki ısıya dayanıklı seramiğin yüksek sıcaklık tarafında, yüksek ısı iletkenliğe sahip tok metalin ise düşük sıcaklık tarafında olacak şekilde uygulanırlar. İyi ısı iletkenlik ve iyi ısı direnç gibi iki zıt özellik bir arada bulunabilmekte, bu sayede de hafiflik, güçlülük ve sağlamlık aynı malzemede elde edilmektedir. FDM teknolojisinin temeli, 1984 yılında Japonya'da Sendai grubu tarafından bir uzay mekiği projesi sırasında 10 mm'den ince bir kesitin yüksek yüzey sıcaklığına (~2000 K) ve sıcaklık aralığına (~1000 K) dayanabilecek ısı bariyer niteliğinde özgün bir malzeme üretiminin

önerilmesiyle atılmıştır. Bu tarihten itibaren FDM'lerle ilgili çalışmalara farklı uygulama alanlarında devam edilmiştir [33-41].

Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemeler belirli bir pozisyonda malzeme kompozisyonunun sürekli olarak değiştiği yapılar olarak tanımlanırlar. Genellikle seramik-metal bileşiminden oluşan bu malzemeler kötü çalışma şartlarına sahip uygulamalar için son derece uygundur. Örneğin malzemenin bir tarafı yüksek mekanik dayanıma sahip olabilirken diğer tarafı ise yüksek ısı dayanıma sahip olabilir, bu durum söz konusu malzemenin içerisinde iki ayrı özelliği barındırması şeklinde ifade edilebilir [42-47].

Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerde değişim sürekli yada kademeli olarak gelişir, ismini de bu değişimden dolayı almıştır. Bu fonksiyonel geçiş sayesinde FDM'ler yüksek sıcaklık gradyanına sahip ortamlara dayanım gösterdikleri gibi malzeme bütünlüğünü de koruyabilmektedirler.

Günümüzde FDM'ler, malzeme teknolojileri üzerinde yapılan birçok araştırmada önemli bir konumdadır. İlk başlarda mekik ve roket gibi uzay taşıtları için mevcut malzemelerden daha iyi bir ısıl kalkan geliştirme amacıyla uygulanmaya başlanmışsa da sonraki yıllarda otomotiv, deniz, havacılık sanayisi, makine, inşaat, elektronik, biyomekanik ve nükleer mühendislik olmak üzere geniş alanda kullanım imkânı bulmuştur ve bunlara her geçen gün yenileri eklenmektedir [48-53].

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR

1.1. Konu ve Önemi

Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemeler, seramik-metal bağlantıların ara yüzeylerinde termo/mechanik uyumsuzlukların giderildiği ideal yapılardır ve böylece yüksek sıcaklık ortamlarında çalışan yapılarda oluşan ısı artışı gerilmeleri de azaltılabilir. Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerdeki ısı gerilmeleri kompozisyonel ve mikro-yapısal dağılımın kontrol edilmesiyle azaltılabilir. Fakat buna rağmen fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin çoğu kompozisyonundaki sürekli makroskobik değişimler nedeniyle artık gerilmelere sahip olabilirler ve bu artık gerilmeler fonksiyonel derecelendirilmiş malzemenin mekanik özelliklerini de etkiler. Her ne kadar yeni ve gelişme aşamasında olan bir teknoloji olsa da fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin uygulama alanları uzay, havacılık, savunma sanayii, nükleer ve otomobil gibi oldukça teknolojik alanlardır [54-60]. Bu nedenle fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin termal şok sonrası metalografik karakterizasyonunun yapılması ve mekanik davranışlarının belirlenmesi önem taşımaktadır.

Üretilen güç ve verimin artması için çok yüksek sıcaklık değerlerinde çalışması gereken gaz türbinleri, güç santralleri ve içten yanmalı turbo motorlarla 1800°C sıcaklığa maruz kalan uzay araçları yüksek termal yüklere maruz kalmaktadır. Sistemin çalışma sıcaklığını, verimini ve dış ortamın korozyon etkilerine dayanımı artırmak için yüzeye yaygın olarak ısı bariyer kaplama yöntemi (TBC) uygulanmakta fakat ani sıcaklık değişimleri sonucu ana malzeme ve bariyer kaplama arasındaki termal uyumsuzluk kaplamanın belirli zaman sonra parçalanarak ayrılmasına neden olmaktadır. Uzayda, uzay aracının bir kısmı güneşin etkisiyle aşırı ısınırken, diğer yanı aşırı soğuduğundan

sıcaklık kontrolü çok önemlidir. Saatte 30000 km hızla atmosfere giriş yaparken hava sürtünmesinden dolayı 1500-1900°C'a yükselen sıcaklıktan uzay aracını korumak için dış yüzeye ısı kalkanı uygulanmaktadır. Kendi çevresi etrafında da sürekli dönen uzay aracının yüzeyindeki ısı çevreye dağıtılmakta fakat sürekli tekrarlanan ani sıcaklık değişimleri bir süre sonra termal yorulma hasarlarına neden olmaktadır. Bu ani değişimler karşısında kaplamanın sergileyeceği davranış aslında uzay aracının da ömrünü belirlemektedir. Aynı durum insansız hava araçları ve uzay mekikleri için de geçerli olup tekrar kullanılabilmelerini sağlayacak teknolojinin uygun kompozisyonlu Fonksiyonel Derecelendirilmiş Malzeme (FDM) üretimi olduğu bilinmektedir [55,61-64].

Talaşlı imalatla yüksek sertlikteki malzemelerden talaş kaldırma işlemi termo-mekanik bir sürecin birleşimidir ve bu süreçte takım-iş parçası-talaş ara yüzeylerinde plastik deformasyon ve yüksek sıcaklık meydana gelmektedir. Yüksek kesme sıcaklıkları takımın çarpılması, takım aşınması, takım ömrü, iş parçası yüzey kalitesi ve ölçü tamlığını da etkilemektedir. Karbür freze, değiştirilebilir elmas uçlar veya sermet takımlar iş parçasından talaş kaldırma esnasında yaklaşık 400-900°C sıcaklığa ulaşırken kullanılan soğutma sıvısı veya havanın etkisiyle aniden daha düşük bir sıcaklık değerine düşmektedir. Her devirde tekrarlanmakta olan bu termal çevrim takım ömrünü olumsuz etkilemektedir.

Sürekli değişen yüksek sıcaklık ortamlarında çalışan türbin kanatları, aşınmaya maruz kalan motor pistonları, supap başları, fren diskleri ve talaşlı imalatla yüksek kesme hızlarında kullanılan kesici takımlarda alternatif bir malzeme olarak geliştirilen fonksiyonel derecelendirilmiş Fe/B₄C-B kompozit malzemeler ısı yüklerine maruz kalan makine elemanları yüzeylerine termal bariyer kaplama gereksinimini ortadan kaldıracaktır.

Teoride arzu edilen şekilde farklı yöntemlerle üretilebilen ve mükemmel görünen FDM'lerin pratik uygulamalarında bazı sorunların ortaya çıktığı gözlenmiştir. Seramik içeren FDM malzemelerin üretimleri ve kullanımları sırasında en fazla termal şok hasarı ile karşılaşılır. Sünek olmayan seramiklerin ısıl gerilmelerle gevrek kırılma olasılığı

artar. Isıtmadan ziyade hızla soğutulan yapı, yüzeyde oluşan çekme gerilmeleri neticesinde termal şoka uğrar. Ani ısı değişimlerine karşı malzemenin hasara uğramadan ve ağırlık kaybına neden olmadan dayanmasına o malzemenin termal şok direnci denir ve kırılma veya hasar direnç faktörü ile tanımlanır [54-56,58,65].

Termal şok teorik olarak soğutma veya ısıtma hızlarının azaltılmasıyla, ısıl genleşme katsayısının değiştirilmesiyle ve sıcaklık gradyanının minimize edilmesiyle önlenebilse de gerçek çalışma şartlarını bu şekilde ayarlamak mümkün olamamaktadır. Ani sıcaklık değişimine maruz kalan FDM yapısındaki seramik ve metalin bağlanma bölgesinde, ısıl genleşme katsayısı farklılığından kaynaklanan termal gerilmeler oluşur. Seramik karakterli malzemeler termal gerilmelere hassastırlar ve mekanik yüklemelerin etkisiyle taşıyabilecekleri gerilme düzeyini geçmiş olurlar. Termal çevrimin hızlı tekrarlandığı şartlarda çalışan gaz türbinlerindeki seramik kaplamalarda ısıl gerilmenin neden olduğu mikro çatlakların oluşmasıyla elastiklik modülü değişir, yüksek sıcaklıkta çalışma dayanımı azalır ve hasar oluşumu başlar. Bu nedenle değişken termal-mekanik yüklere maruz kalacak FDM'lerin tasarımı yapılırken, üretim esnasında oluşabilecek mikro hasar ve artık gerilmelerin kullanım esnasında oluşacak gerilmelere katkısı dikkate alınmalıdır [59,66-71].

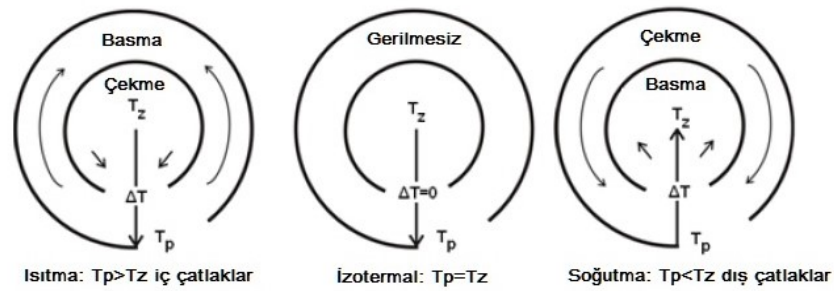
Yüksek erime noktası (2350°C), düşük yoğunluk ($2,52 \text{ gr/cm}^3$), yüksek korozyon ve aşınma direnci, yüksek özgül dayanımı, yüksek ısıl direnci ve mekanik özellikleri ile endüstri için ideal bir malzeme olan bor karbür (B_4C), 9.3 Mohs sertliği ($\sim 45 \text{ GPa HV}$) ile elmas ve kübik bor nitrürden (CBN) sonra gelir ve sert ametal grubunda bulunur. Bor karbür, elementel bor ve karbon ile sentezlenerek veya diğer bor bileşiklerinin redüklenmesiyle üretilir. Bor karbür, metalurjide, zırh uygulamalarında, metal yüzeylerinin sertleştirilmesinde, kesici takımlarda ve aşındırıcılarda, hidrojen üretimi ve depolanmasında, cam sanayisinde, uzay ve kimya sanayisinde olmak üzere birçok kullanım alanına sahiptir.

1.2. Amaç ve Kapsam

Yüksek sıcaklık altında çalışan makine elemanlarında kompozit malzemelerin kullanımı, termal şok hasarı ile karşılaşma ihtimalinin yanında yüksek tokluk, aşınma

direnci ve düşük ısı iletimi özellikleriyle tercih nedeni olmaktadır. Yüksek mekanik zorlamalar altında ideal bir malzeme olan kompozit malzemelerin ani sıcaklık değişimlerinde (termal şok) oluşan termal gerilmelere karşı göstereceği tepki bileşen türü, partikül boyutu, dağılımı ve oranına göre değişmektedir. Mekanik yük altında zorlanan kompozit malzemedeki termal gerilmelerin büyüklüğü malzemelerin taşıyabileceği gerilmeleri kabul edilemez düzeylere taşıyarak teorik olarak hesaplanan değerden önce hasar oluşumuna neden olabilir. Malzemelerin termal gerilme hassasiyeti veya termal şok direnci genellikle farklı ısıtma-soğutma yöntemleriyle, kritik sıcaklık farkının ölçülmesi veya kırılma enerjisi farklarının hesaplanmasıyla belirlenebilir. Ani ısı değişimlerine karşı malzemenin hasara uğramadan ve ağırlık kaybına neden olmadan dayanmasına o malzemenin termal şok direnci denilir [55,61,63,64,72,73]. Termal şok dayanımı, kırılma tokluğuna, elastiklik modülüne, poisson oranına, ısıl genleşme katsayısına ve ısı iletkenliğine bağlıdır. Bu parametrelerin değerine göre, aniden ısıtılarak veya soğutularak oluşturulan sıcaklık farkları numunede iç gerilme meydana getirir [74-78] (Şekil 1.1).

Malzemelerin termal şok hasarına karşı dayanıklı olabilmesi için yüksek tokluk, düşük ısıl iletkenlik, yüksek sıcaklıklarda kararlı faz yapısı, dengeli ısıl genleşme katsayısı ve düşük elastiklik modülü özelliklerine sahip olması istenirken tüm bu özellikleri aynı anda bulunduran bir yapının bulunmadığı da bir gerçektir.



Şekil 1.1. Farklı termal şartlarda gelişen gerilme bölgeleri [78].

Çalışma kapsamında yüksek ısıl dayanımı olan, termal ve mekanik yüklemelere karşı dirençli, fonksiyonel derecelendirilmiş Fe-B₄C kompozitlerin üretilmesi amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda, bir yüzeyde seramik yoğun katman elde etmek, içyapıda

kademeli olarak seramik yoğunluk azaltılıp metal yoğunluk arttırılarak diğer yüzeyde metal yoğun bir katman elde etmek suretiyle optimum FDM yapısının üretilmesi, B_4C -B gibi farklı takviye türlerinin Fe ile yapacakları bileşiklerin etkilerinin incelenmesi, SEM, XRD ve EDX analizleriyle metalografik özelliklerin ve içyapıda oluşacak hasarların ortaya çıkarılması hedeflenmiştir. Fe matriksli B_4C takviyeli fonksiyonel derecelendirilmiş numunelerin toz metalürjisi yöntemiyle üretilmesi mekanik ve mikroyapı özelliklerinin karakterizasyonu çalışmanın temel konusunu oluşturmaktadır. Termal şok uygulamadan önce ve sonra aynı kompozisyondaki numunelerin iç yapı değişikliği, hasar durumu ile mekanik davranışları (sertlik, eğme dayanımı, darbe dayanımı) incelenerek elde edilen sonuçlar değerlendirilmiştir.

1.3. Literatür Araştırması

Günümüzde yaygın olarak kullanılmakta olan ve kuvvetlendirici partiküllerin dışarıdan matriks içerisine katılması (ex-situ) ilkesine dayanan kompozit üretiminde en büyük problem, kuvvetlendirici fazın sıvı metal tarafından tam olarak ıslatılamaması sonucu ortaya çıkan ara yüzey problemleridir. Metalürjik olarak ara yüzeyde oluşabilecek eksik ıslanmalar bir takım kimyasal reaksiyonlara ve porozitelere sebep olabilmekte, katılma esnasında ise matriks dendritleri bu partikülleri dışarı doğru itip matriks fazı içerisinde topaklanmalarına ve böylece heterojen bir mikroyapı oluşturmalarına neden olmaktadır. Yapılan çalışmalar bu problemlerin, kompozit yapıların mekanik, tribolojik ve korozif özelliklerini olumsuz yönde etkilediğini göstermektedir. Arayüzey etkileşimleri özellikle yüksek sıcaklık uygulamalarında daha çok önem kazanmaktadır. Arayüzey özelliklerinin iyileştirilmesinde kullanılan en etkili yöntem, kuvvetlendirici partiküllerin sıvıya sonradan ilavesi yerine, sıvı eriyik içerisinde yerinde (in-situ) reaksiyonlarla oluşturulmasıdır [27,79-95].

Böylece takviye partikülleri, metal matriks içerisinde oluşturulan reaksiyonlarla homojen ve mikro boyutlarda sentezlenmekte, geometrik düzene sahip kararlı iç yapılar oluşmaktadır. Kompozit üretiminde yaygın olarak kullanılan difüzyon bağı, elektroliz yöntemi, sıvı metal emdirme (infiltrasyon), ekzotermik yayılma, buhar çökeltme, plazma püskürtme, haddeleme ve sıkıştırma döküm tekniklerine göre kolay ve ucuz olması nedeniyle toz metalürjisi ile sıcak presleme tekniği in situ üretiminde tercih

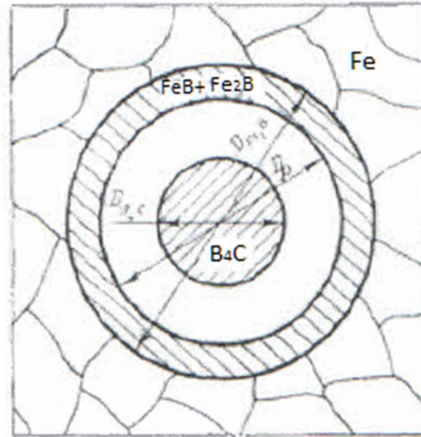
nedeni olmaktadır. Bununla birlikte in situ reaksiyonları, sinterleme sıcaklığı, sinterleme süresi, takviye oranları ve takviye elemanı ile matriks malzemelerinin ergime sıcaklığı gibi üretim parametrelerinden etkilenmektedir.

1.3.1. Fe/B, Fe/B₄C kompozitler üzerine yapılan çalışmalar

Fe/B, Fe/B₄C yapıları araştırıldığında genellikle borlama çalışmaları ve oluşan demir-borür fazlarının özellikleri üzerinde ağırlıklı olarak çalışıldığı görülmüştür. Sürtünme ile çalışan makine elemanlarına çözüm olarak geliştirilen borlama katı, sıvı, gaz veya plazma ortamlarında belirli sıcaklık altında yapılır ve bor atomlarının malzeme yüzeyine difüze olmasıyla oluşan yüksek sertlikteki (1800-2200 HV) borlu tabaka sürtünme katsayısının azalmasını, aşınma ve korozyon direncinin artmasını sağlar [96-101].

Borlama, demir grubu malzemelerin kopma ve akma mukavemetini %10-20, yorulma dayanımını %25 ve korozyonlu yorulma ömrünü %200 artırmasına karşılık plastisite özelliklerini olumsuz etkiler. Yüksek sıcaklıkta (850-1050°C) yapılan borlama işleminde demir yüzeyine bor yayınımları ile tek fazlı Fe₂B veya iki fazlı Fe₂B+FeB den oluşan ferrobor tabakası elde edilir [102-107]. Isıl genleşme katsayılarının çok farklı olması nedeniyle iki faz arasında genellikle çatlak oluşumu gözlenir. Sertlik, ana malzeme bileşimine ve oluşacak borür fazlarına bağlıdır. Borca zengin FeB fazı daha sert, gevrek ve kırılganlığı yüksek olduğundan iki faz yerine tek fazlı Fe₂B oluşumu istenir [108-113].

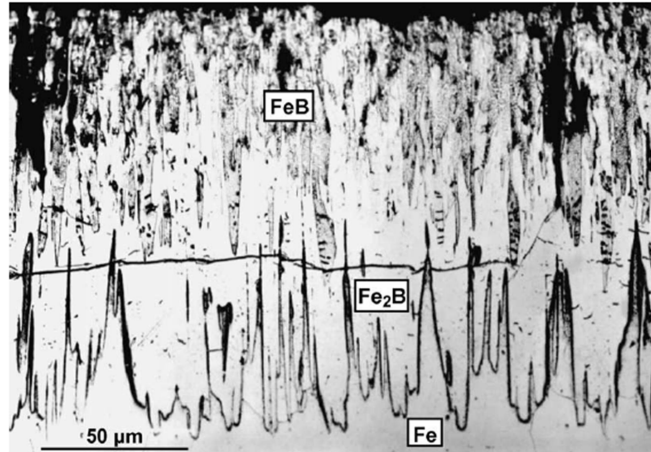
Demir-bor karbür kompozitlerinin sinterlenmesi üzerine yapılan çalışmada [114,115] 600-700°C sıcaklıkta demir ve borun reaksiyona girmeye başlamasıyla Fe₂B fazının görüldüğü ifade edilmiştir. Maksimum 1100°C sinterleme sıcaklığına ulaşılmalarıyla bor karbür çevresinde FeB ve Fe₂B borür fazlarının meydana geldiğini tespit etmişlerdir. Oluşum bor atomlarının demir yüzeyine yayılmasıyla gerçekleşmiştir (Şekil 1.2).



Şekil 1.2. Küresel boşluk civarında borür fazlarının oluşumu [114].

Demir borürler yüzeyin daha reaktif olduğu çizik ve pürüzlülükler ile tane sınırları, dislokasyonlar, atom boşlukları gibi mikro hata noktalarında oluşur ve gelişir. Borlama süresi ile çekirdek oluşumu artar ve ince borür tabakası oluşur. Borun atom çapı demirden %25 daha küçük olduğundan bu elementte katı eriyik yapar. Bor'un ostenit fazı kristallerinin iç yapıya doğru yayılımı diğer eksenlerden daha hızlıdır. Bu anizotropik davranış FeB-Fe₂B ve Fe₂B-ana metal arasındaki sınırı girintili çıkıntılı (testere dişi şekli) yapar [116-123]. Bu tür yayınma, borür tabakasının ana metale bağlantısını kuvvetlendirirken, sınırdaki kalıntı gerilmenin daha geniş alana yayınmasını sağlar [124].

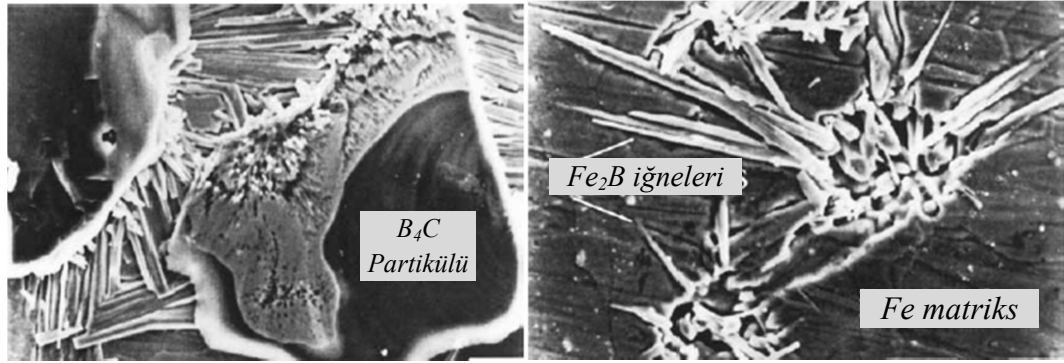
Martini ve arkadaşları [125] kullandıkları saf demir ve çelik üzerinde oluşan borür tabaka kalınlığının aşınma direnci üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Ağırlıkça %20 B₄C içeren toz karışımıyla 850°C'de 15 saat sinterlenen numunelerin sertlik ölçümü, SEM ve XRD analizlerinden sonra aşınma testleri yapılmıştır. Oluşan çok fazlı borür tabakasının dış kısmında FeB, iç kısmında ise Fe₂B fazları görülmüştür (Şekil 1.3). Dış yüzeyden iç tarafa doğru tabaka sertliği azalmıştır.



Şekil 1.3. Demir üzerinde oluşan çok fazlı borür tabakası ve dişli yapısı [125].

Campos ve arkadaşları [126], macun ortamda farklı sıcaklık ve sürelerde borlama uyguladıkları AISI 1045 ve M2 çelikleri üzerinde oluşan FeB ve Fe₂B tabakalarının oluşum mekanizmasını Buckingham Pi teoremine göre modellemiş ve deneysel olarak boyut analizi yapmışlardır. Fe/Fe₂B fazlarının AISI M2 çeliğinde, alaşım elementlerinin etkisiyle daha yavaş ve ince tabakalı oluştuğunu görmüşlerdir.

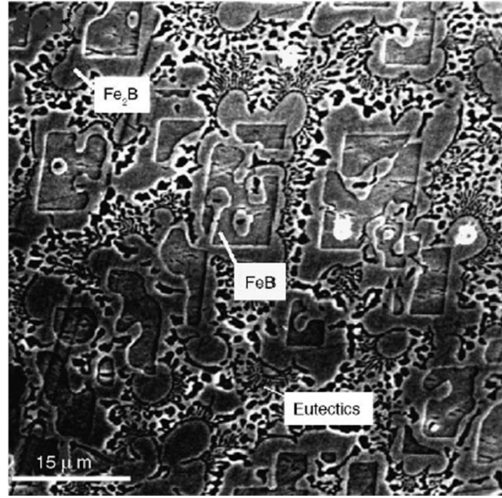
Demir üzerinde demir borür tabakasının oluşumunu termo-kimyasal açıdan farklı borlama potansiyeline sahip B₄C içeren ortamlar kullanarak araştıran Martini ve arkadaşları [127] reaksiyon ortamındaki oksijen demir-bor tepkimesini önemli derecede düşürmüştür. Borür fazlarının oluşumunu üç aşamada değerlendirmişlerdir. 850°C’de 1 saat sonunda öncelikle, Fe-B₄C partiküllerinin temas bölgesinde oluşup radyal doğrultuda yönelen ve ana metal yüzeyine doğru uzanan iğnemsî Fe₂B kristalleri görülmüştür (Şekil 1.4). Borun büyük kısmı bu aşamada hızla oluşan kristaller tarafından tüketilmiştir. İkinci aşamada sayıları artan kristaller birbirlerini engellemiş ve farklı yönlerde ilerlemiştir. Üçüncü aşamada Fe₂B oluşumu iç kısımlara dikey doğrultuda yönlendirilerek tamamlanmış ve en üstte FeB fazı oluşmuştur. Fe₂B ve FeB fazlarının yönelmeleri arasında bir ilişkinin olmadığını belirtmişlerdir. Sadece B₄C tozu içeren ortam kullanıldığında Fe₂B oluşum hızı ve oranı çok yüksek olmuştur.



Şekil 1.4. B_4C partikülleri ve demir yüzeyinde iğnemsî Fe_2B oluşumu [127].

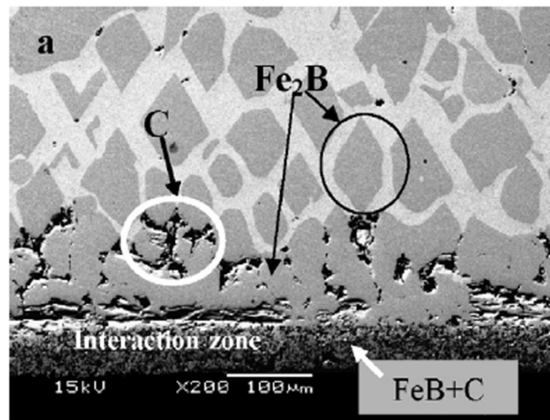
Ozdemir ve arkadaşları [128] $800^\circ C$ işlem sıcaklığında, 4 ve 8 saat sürelerinde demir yüzeyinde oluşan demir borür fazlarının kırılma tokluğu, sertlik ve mikro yapı özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Demirin sertliği 130 HV iken oluşan borür tabakasının sertliğini 1700 HV ölçmüşlerdir. İç kısımlara doğru sertlik azalmıştır. Oluşan borür tabakasının kalınlığı 22-43 μm arasında ölçülmüş ve işlem süresi arttıkça kalınlık da artmıştır.

B_4C ile Fe arasındaki metalurjik davranışları görebilmek için yapılan bir çalışmada [129] farklı oranlarda B_4C içeren Fe+ B_4C toz karışımı farklı akım değerlerinde plazma transfer ark yöntemiyle orta karbonlu çelik yüzeyine kaplanmıştır. Özellikle düşük akım değerlerinde katı B_4C partiküllerinin çoğu erimemiş, sıvı metal içerisinde, büyük yoğunluk farkı nedeniyle homojen dağılmayarak yüzeyde toplanmıştır. Yüksek akım değerlerinde B_4C 'deki B atomları C atomlarına göre Fe ile daha kolay borür oluşturmuştur. Sıvı kaplama donarken sırayla yüksek oranda B içeren FeB, Fe_2B , ötektik ve Fe esaslı martenzit yapıları oluşmuştur (Şekil 1.5). Aynı esnada B_4C 'den gelen bazı C atomları Fe ve B atomlarıyla birleşerek ötektik $Fe_3(C,B)$ karbür kompozitini oluşturmuş, geri kalan C atomları Fe kafesinden dışarı atılarak yapı içinde grafit tanecikleri olarak kalmıştır.



Şekil 1.5. Fe+15B₄C içeren kompozit kaplamada oluşan fazların dağılımı [129].

B₄C ve Fe tozlarının ıslanabilirlik özelliklerini, Fe-B-C atomlarının arayüzey etkileşimlerini ve Fe ilavesinin sintelenebilirlik üzerindeki etkilerini Aizenshtein ve arkadaşları [110] araştırmışlardır. Farklı oranlarda Fe içeren, 5 μm B₄C tozu ile 10 μm Fe tozları planet bilyalı sistemde 4 saat karıştırılmış, 30 MPa basınçta sıkıştırılmış ve sonra 1970°C’de sinterlenmiştir. Fe-B, Fe-C, Fe-B-C alaşımları ark ergitme yöntemiyle oluşturulurken, bazı alaşımlar in-situ reaksiyonuyla oluşturulmuştur. İncelenen numunelerin hepsinde Fe₂B ve bol miktardaki serbest karbonun oluşturduğu grafitte rastlanmıştır (Şekil 1.6). Bor ve Fe oranı arttıkça sürekli uzayan grafit tabakası oluşmuştur. Sıvı faz sinterlemede kütle transferi iyileşmiştir.



Şekil 1.6. B₄C-Fe ara yüzeyi SEM görüntüsü [110].

B₄C-Fe kompozitlerinin mekanik özelliklerini inceleyen Mizrahi ve arkadaşları [111] 5 µm B₄C tozu ile 10 µm Fe tozlarını planet bilyalı sistemde 4 saat karıştırmış, 30 MPa basınçta sıkıştırmış ve sonra 2000-2100°C'de argon gazlı ortamda 30 dakika sinterlemişlerdir. 1000°C'de FeB fazı ve serbest C oluşurken, XRD analizinde bazı impuritelere görülmüştür. Artan Fe ilavesi ve sinterleme sıcaklığıyla porozite oluşumu azalmıştır. Kompozitlerin sertliği Fe oranı arttıkça ve porozite oranı azaldıkça artmıştır.

1.3.2. Farklı malzemelerin termal şok davranışları üzerine yapılan çalışmalar

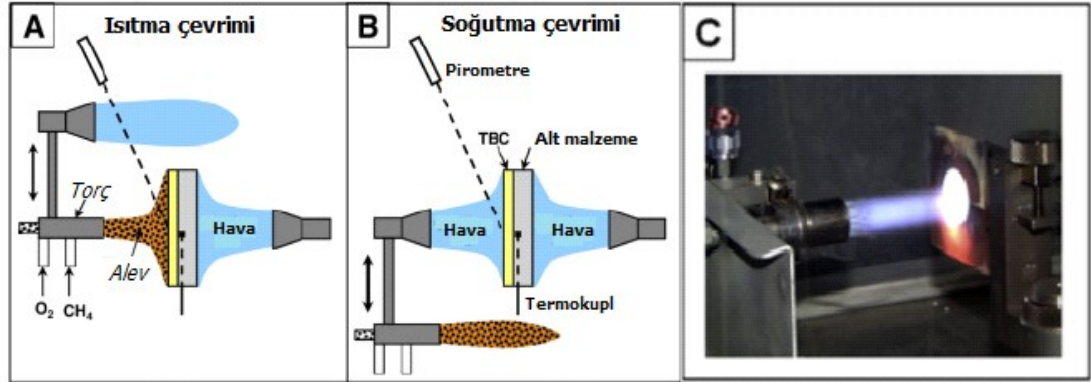
Termal şok altındaki metal matriksli ve seramik takviyeli kompozitler ile farklı malzemelerin termal şok direnci, eğilme dayanımı ve elastiklik modülü üzerindeki değişimleri görmek için birçok çalışma yapılmıştır [54-60,65-68,71,130-135]. Bu çalışmalar incelendiğinde standart bir deney yönteminden ziyade amaca özel geliştirilmiş deney setleri ile termal şok davranışlarının deneysel ve numerik olarak araştırıldığı görülmüştür. Deneysel olarak yapılan bazı çalışmalar aşağıda özetlenmiştir.

Karaoglanlı ve arkadaşları [78] gaz türbinlerine uygulanan termal bariyer kaplamaları (TBC) direkt etkileyen termal şok ve çevrim şartlarının test edilmesinde kullanılan yöntemler ve sonrasında yapılan mikro yapı incelemeleri hakkında bir derleme çalışması yapmışlardır. Gerçek çalışma şartlarını direkt yansıtan bir yöntem günümüzde bulunmamakla beraber en yaygın kullanılan 3 yöntemi aşağıdaki gibi belirtmişlerdir;

- 1- Alev ısıtmalı test sistemi
- 2- Kapalı fırın içi çevrim (FCT) test sistemi
- 3- Jet motoru termal şok (JETS) test sistemi

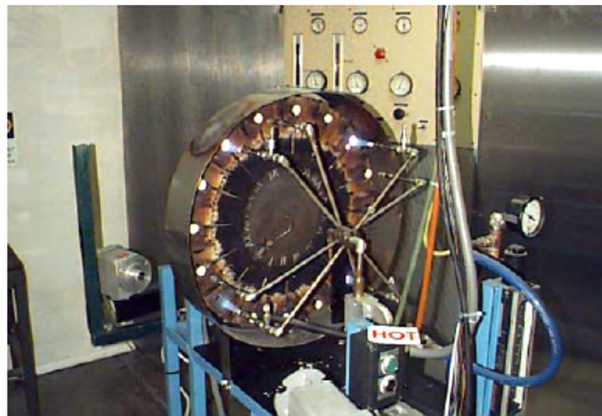
Genellikle disk şeklindeki numunelerin asetilen/propan ve oksijen gazlarıyla ısıtılması ve sonra soğutulması esasına dayanan alev ısıtmalı sistem (Şekil 1.7) diğer yöntemlere göre pahalı bir yöntemdir. 1200-1500°C sıcaklığa ulaşan dış yüzey sıcaklığı pirometre ile, kaplanan alt yüzey sıcaklığı ise merkezde konumlandırılmış termokupl ile ölçülmektedir. Termal çevrim süresi ise literatüre göre 5 dakika ısıtma, 2 dakika soğutma periyotlarından oluşmakta, kaplama ömrü ise bu parametrelerle doğrudan

etkilenmektedir. Hasar kriteri görsel incelemeyle kaplama kaybına göre belirlenmektedir.



Şekil 1.7. Alev ısıtmalı termal şok test sistemi [78].

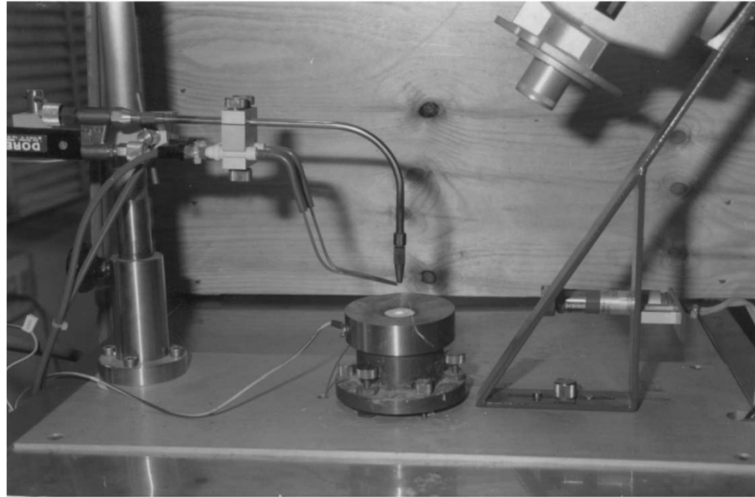
Diğer yöntem olan kapalı fırın içi test sistemi (FCT) gerçek motor şartlarını en iyi yansıtan, ısıl gerilmenin yanı sıra yüksek sıcaklıklarda kaplama arayüzeyinde termal oksit tabakası (TGO) oluşumunu da sağlayan sistemdir. 1000-1200°C'ye ısıtılan fırın basınçlı hava veya fan ile oda sıcaklığına soğutulmaktadır. Çevrim 24 saat ısıtma ve 1 saat soğutma periyotlarından oluşmaktadır. Hasar kriteri olarak %10-20 kaplama kaybı dikkate alınmaktadır. Alternatif olarak geliştirilen ekonomik JETS sistemiyle (Şekil 1.8) kaplanmış 25 mm çapındaki disk numunelerin yüzey sıcaklığı 1400°C'ye ulaşmakta ve seramik kaplamada sinterleme etkisi oluşmaktadır. Termal çevrim, 20 saniye ısıtmadan hemen sonra gaz nitrojen jeti ile 20 saniye soğutma ve 40 saniye açık havada bekletme periyotlarından oluşmaktadır.



Şekil 1.8. Dört ısıtma ve soğutma çıkışlı JETS test sistemi [78].

Panda ve arkadaşları [136] farklı numune kalınlığı, ilk çatlak uzunluğu, maksimum sıcaklık, maksimum gerilme bölgesi (çatlak oluşum bölgesi) değişkenlerinin Al_2O_3 üzerindeki termal şok ve termal yorulma etkilerini deneysel ve sonlu elemanlar metodu ile incelemişlerdir.

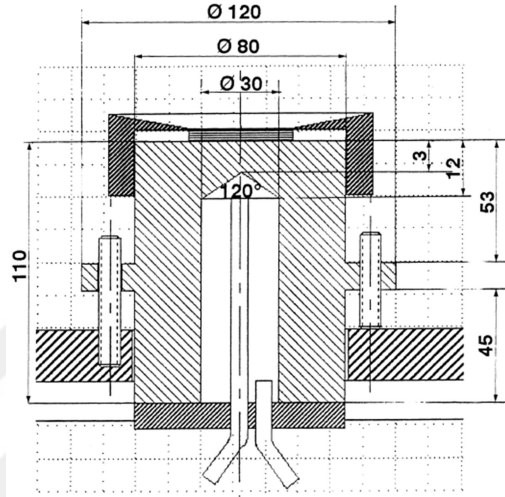
Deney sistemi (Şekil 1.9); numune tutucu (Şekil 1.10), oksî-hidrojen alevi, infrared pirometre, termokupl ve akustik emisyon ölçüm cihazından oluşmaktadır. Merkezdeki yüksek sıcaklığı pirometre ile, numune kenarındaki sıcaklığı ise K tipi termokupl ile ölçmüşlerdir. Numune hasar durumu akustik emisyon cihazıyla takip edilmiş, sensörü sıcak alev bölgesinden korumak için süperalaşım wave-guide kullanılmıştır. 30 mm çapında, 2-6 mm kalınlık aralığındaki numunelerin bir yüzü oksî-hidrojen alevi ile ısıtılırken diğer yüzeyi, alttan su ile soğutulan bakır bloğa temas ettirilerek soğutulmuştur. Farklı alev karışım oranları, ısıtma ve soğutma süreleri, yorulma için çevrim sayıları, gaz kesme ve alev ateşleme işlemleri geliştirilen yazılım ile kontrol edilmiştir.



Şekil 1.9. Oksî-hidrojen alev ısıtmalı termal şok test sistemi [136].

Numunelerin bir yüzeyi önce parlatılmış sonra $600^{\circ}C$ 'de 4 saat gerilme giderme tavlmasına tabi tutulmuştur. $300-650^{\circ}C$ aralığındaki değişken alev 12 mm mesafeden parlatılan yüzeye tatbik edilmiş ve çatlakların büyük kısmı bu bölgeye yakın civarda oluşmuştur. Ayrıca numunelerin bir kısmında Vickers indentörü ile 2,5-20 kg yük

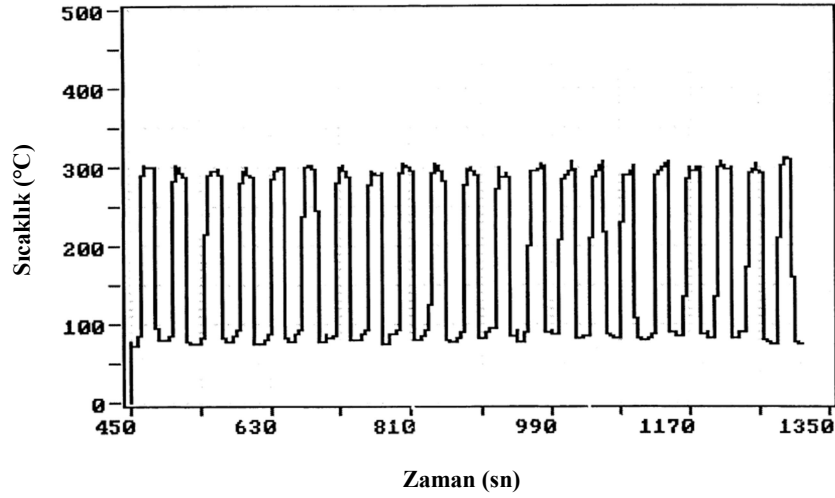
uygulanarak farklı uzunluklarda yapay çatlaklar oluşturulmuştur. Alumina kalınlığı arttıkça hasara uğrama sıcaklığı ve kritik sıcaklık farkı (ΔT_C) artmıştır. Yapay çatlak uzunluğu arttıkça ΔT_C azalmıştır. Yüksek sıcaklıkta kalın numunede oluşan gerilme değeri ince numunede daha düşük sıcaklıkta oluşmuştur. İnce numune düşük sıcaklıkta kritik gerilme sınırını aşmış ve hasara uğramıştır.



Şekil 1.10. Bakır numune tutucu ve alttan soğutma tekniği [136].

Termal yorulma deneyi 5 mm kalınlığındaki numuneyi 300-400°C aralığında 15 sn ısıtma ve oda sıcaklığına 20 sn soğutma çevrimi yapılarak uygulanmıştır (Şekil 1.11). Maksimum 400°C sıcaklıkta, kritik sıcaklığa yakın değerde yapılan deneyde 226 çevrim sonunda numunede çok sayıda çukurcuk korozyonuna benzer mikro-çatlak oluşumu görülmüş, fakat kritik boyutu aşacak türde çatlak oluşmadığı için yüksek çevrim değerlerinde hasara uğramamıştır.

Sonlu elemanlar analizinde numunenin üst yüzey kenarında maksimum termal gerilme değerleri ve mikro çatlak oluşumları görülmüştür. Sonuçlar deneysel verilerle de uyumlu çıkmış, çatlak oluşumu gerilmenin en yüksek olduğu üst yüzey kenarında başlamıştır. Yapay çatlak açılmış numunede yorulma çevrim sayısı, çatlak açılmayan numuneye göre aniden düşmüş, çatlak uzunluğu arttıkça kritik sıcaklık farkı değeri de azalmıştır. Çevrim sayısı sıcaklık farkı arttıkça azalmıştır.



Şekil 1.11. Termal yorulma testi sıcaklık değişim grafiği [136].

Panda ve arkadaşları [137] seramik malzemelerde yüksek ısı gerilmeler oluşturacak şekilde termal şok uygulayan yeni bir deney sistemi geliştirerek malzemenin hasar durumunu, termal şok direnci ve termal yorulma dayanımını incelemişlerdir. 30 mm çapında, 3-5 mm kalınlığındaki Si_3N_4 malzemesinin sıcaklık ve ısı gerilme dağılımını sonlu elemanlar yöntemiyle modellemişler, sıcaklık dağılımının malzemenin üst ve alt yüzeyindeki gerilmelere etkisini incelemişlerdir.

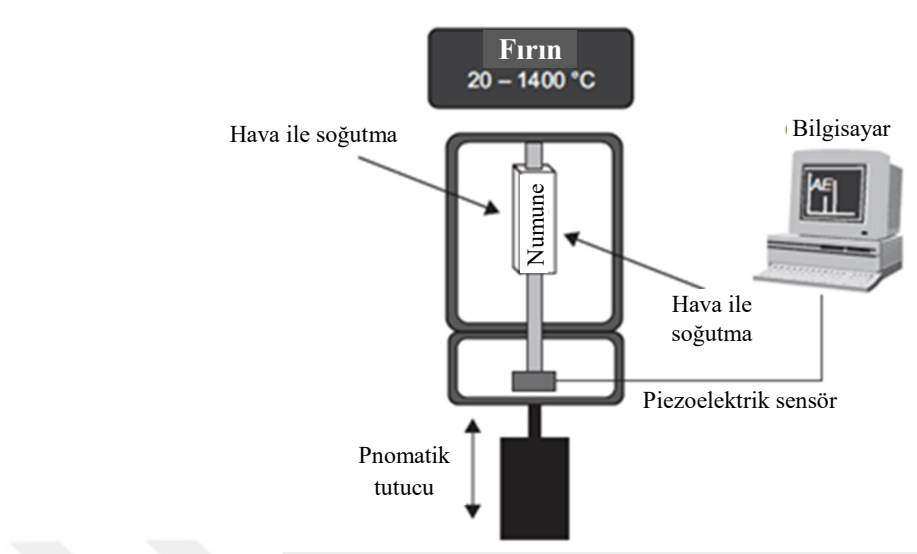
Isı üretimi oksî-hidrojen alevi ile yapılmıştır. Önce oksî-asetilen alevi denenmiş fakat oluşan CO_2 sıcaklık ölçümünü olumsuz etkilediği ve yüzey üzerinde is/leke oluşturduğu için tercih edilmemiştir. Farklı numarada nozullar kullanılarak sıcak bölge alanı değiştirilmiş, numune 20 saniyeden kısa bir sürede 2000°C sıcaklığa ısıtılmıştır. Sıcak bölgenin ölçülmesinde infrared pirometre, numune kenarındaki sıcaklığın ölçülmesinde ise termokupl kullanılmıştır. Yorulma testlerinin aynı şartlarda tekrarlanabilmesi için işlemci ile otomatik kontrol sağlanmıştır. Yorulma testi 400°C 'de 15 saniye ısıtma ve 20 saniye soğutma ile 50, 100, 150 ve 200 çevrimle yapılmış ve akustik emisyon değerleri kaydedilmiştir. Yüksek çevrim değerlerinde akustik sinyaller süreklilik gösterirken test başlangıcında herhangi bir sinyal oluşmamıştır. Sürekli sinyaller mikro çatlakların oluştuğunu göstermiştir.

Üst yüzeydeki sıcaklık dağılımının gerilme üzerindeki etkisini çok fazla bulmuşlardır. Gerilme değeri üst yüzeyin dış kenarında maksimum değerde bulunmuştur. Alt

yüzeydeki (soğuk yüzey) sıcaklık dağılımının termal gerilme üzerindeki etkisi fazla olmamış, sıcak yüzeydeki sıcaklık dağılımı hasar oluşumu için karakteristik bir özellik sergilemiştir. Sayısal analizler deneysel sonuçlara çok yaklaşmış, oluşan ilk çatlaklar üst yüzeyin dış kenarında görülmüştür. Ayrıca kalın numunenin hasara uğrama sıcaklığı daha yüksek bulunmuştur. Çatlak oluşum merkezini bulmak için üç farklı numunenin alt yüzey merkezine, üst yüzey kenarına ve hem alt yüzey merkezine hem de üst yüzey kenarına 50N yük uygulanarak çentik açılmış, daha sonra termal şok uygulanmıştır.

Çatlak oluşumu kenara yakın bölgede gözlenmiştir. Numune kalınlığının hasar oluşum sıcaklığına etkisini bulmak için 2-6 mm kalınlık aralığında alümina numuneler hazırlanmış ve termal şok uygulanmıştır. Kalınlık arttıkça hasar oluşum sıcaklığı da artmıştır. Kalınlık arttıkça soğutulan yüzeyde basma gerilmesi artmış, çekme gerilmesi azalmıştır. Isıl gerilmenin öncelikle ısıtılan bölgedeki sıcaklık dağılımına, sonra numune kalınlığına bağlı olduğu gözlenmiştir. Aynı çekme gerilmesini oluşturmak için kalın numunelerin ince olanlara göre daha yüksek sıcaklıklara maruz kalması gerektiği sonucuna varılmıştır.

Malou ve arkadaşları [138] 3 mm kalınlığındaki soda-lime camın termal şok özelliklerini incelemiş, soğutma sırasındaki hasar başlama anı ve kritik sıcaklık farkının belirlenmesi (ΔT_C) üzerine odaklanmışlardır. Artık gerilmeleri gidermek için 3 saat tavlanan numune Şekil 1.12’de görünen düzeneğin pnömatik aparatına yerleştirilmiş, sıcak ve soğuk ortam arasındaki hareket bilgisayar ile kontrol edilmiştir. Ani ısıtma sıcaklığı 100-550°C arasında değişirken, soğutma işlemi 4 bar basınçlı hava numunenin yüzeyine tatbik edilerek 6 saniyede 20°C sıcaklığa düşürülmüştür. Numune, fırın içerisinde homojen ısı dağılımını sağlamak için 10 dakika bekletilmiştir. Numune ve fırın sıcaklığını ölçmek için iki adet termokupl, akustik emisyonu ölçmek için piezoelektrik sensör kullanılmıştır. Şoka uğramış numuneler dört nokta eğme testine tabi tutulmuştur.



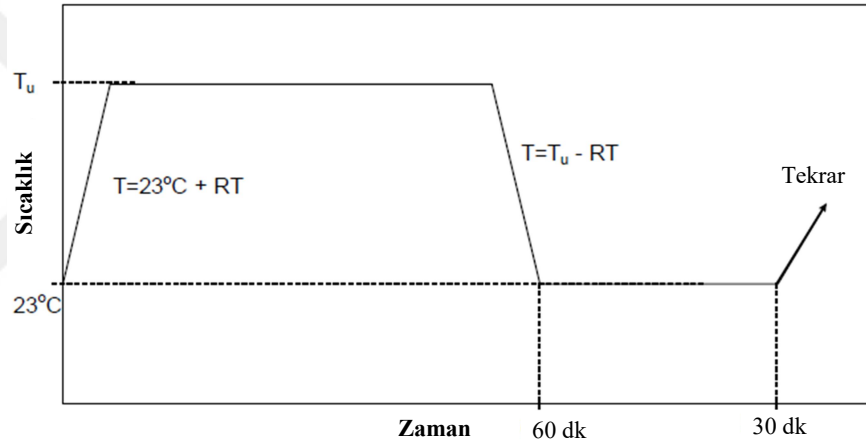
Şekil 1.12. Pnömatik termal şok test düzeneği [138].

Mukavemet değerleri $\Delta T=270^{\circ}\text{C}$ 'den sonra aniden düşmüş ve hasar oluşumu başlamıştır. Bu nedenle bu sıcaklık kritik sıcaklık farkı olarak belirlenmiştir. 270°C sıcaklıktan yüksek değerlerde maksimum akustik emisyon değerlerinde önemli değişim görülmemiştir. Fakat akustik emisyon sinyal sayıları sıcaklık farkı arttıkça artmıştır. Kritik hasar başlama süresi 1241 ms olmuştur. Sıcaklık farkı arttıkça hasar başlama süresi düşmüştür. Yapılan modellemede maksimum çekme gerilmesi çatlak ilerlemesinin de görüldüğü dış yüzey merkezinde oluşmuştur. Çekme gerilmesi yüzeyden içeriye gittikçe düşmüş ve kalınlığının 1/5'inde basma gerilmesine dönüşmüştür. Merkezdeki basma gerilmesi ise yüzeydeki maksimum çekme gerilmesinin yarısı olmuştur.

Carolan ve arkadaşları [139] sert metallerin işlenmesinde takım malzemesi olarak kullanılan çok kristalli kübik bor nitrürlerin (PCBN) termal şok performansını araştırmışlardır. İki farklı tane boyutundaki malzemeler üretildikten sonra su ve yağ ortamlarında tavllanmış ve kapalı fırında yavaşça soğutulmuştur. Daha sonra üç nokta eğme testine tabi tutulmuştur. Çatlak oluşumu numune merkezinde görülmüştür. Hasselman tarafından geliştirilen teori ile deneysel sonuçları uyumlu bulmuşlardır.

Cao ve arkadaşları [140] karbon fiber takviyeli polifenilen sülfid (PPS) polimer kompoziti üzerinde farklı termal çevrim etkilerini araştırmışlar, kristalite, termal

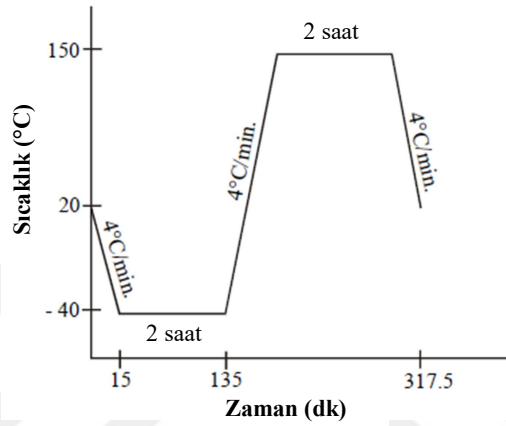
genleşme katsayısı (CTE) ve elastiklik modülü değerlerini hesaplamışlardır. İki farklı şekilde üretilen (yarı-izotropik ve tek yönlü) 6 tabakalı fiber kompozitlere 0-5 arasında ısıtma-soğutma çevrimi (Şekil 1.13) uygulanmıştır. Isıtma 80, 100, 120°C’de soğutma ise 23°C oda sıcaklığında yapılmıştır. Polimerlerin ısı çevrim altındaki fiziksel değişimleri diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) tekniği ile analiz edilmiştir. Isıl genleşme katsayısı strengçe ve termokupl kullanılarak belirlenmiştir. Cam geçiş sıcaklığının üzerinde (85°C) polimer kristal yapıya dönüşmüş, sıcaklık arttıkça kristalite artmıştır. Elastiklik modülü tek yönlü kompozitte çevrim sayısı arttıkça artmış, yarı-izotropikte azalmıştır. Fiber yönlenmesine paralel yöndeki elastiklik modülü kristalite arttıkça artmış, yarı-izotropikte ise azalmıştır.



Şekil 1.13. Isıl çevrim grafiği [140].

Pelletier ve arkadaşları [141] termal çevrimin, demir-reçine (%0.8) kompozitinin mekanik ve manyetik özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Elektronik ekipmanların testinde kullanılan ve maksimum 4°C/dk ısı geçiş oranına sahip SAE J1211 standardı seçilmiştir (Şekil 1.14). Deneyler için beş dikdörtgen ve dairesel numuneler 65°C sıcaklıkta 620 MPa basınç altında üretilmiş ve 175°C’de bir saat tavlansmıştır. Her numunenin yoğunluğu Arşimet yöntemi ile belirlenmiş, direnç kabiliyeti mikro-ohmmetre ile ölçülmüştür. Numuneleri kontrollü kapalı bir ortamda ısıtma ve soğutma çevrimine tabi tutmak için özel bir sistem tasarlamışlardır. Minimum -40°C’lik soğutma aşamasında sıvı nitrojen kullanmış ve kapalı ortam sıcaklığı fan ile dengelenerek maksimum 150°C’ye çıkılmıştır. Manyetik özellikler termal çevrim

esnasında değerlendirilmiş, ayrıca oda sıcaklığında (20°C) manyetik ve mekanik özellikler 1, 15 ve 30 termal çevrimden sonra tekrar değerlendirilmiştir. Üç nokta eğme testiyle çapraz kırılma mukavemeti belirlenmiştir (TRS). TRS değeri 1. çevrimden sonra artmış (105 MPa) ve 15. çevrimde maksimum değerine (135 MPa) çıkarak stabil hale gelmiştir. Bu kompozitin, sıcaklık değişiminin görüldüğü yerlerde kullanılacak manyetik cihazların yapımı için uygun olduğu sonucuna varmışlardır.

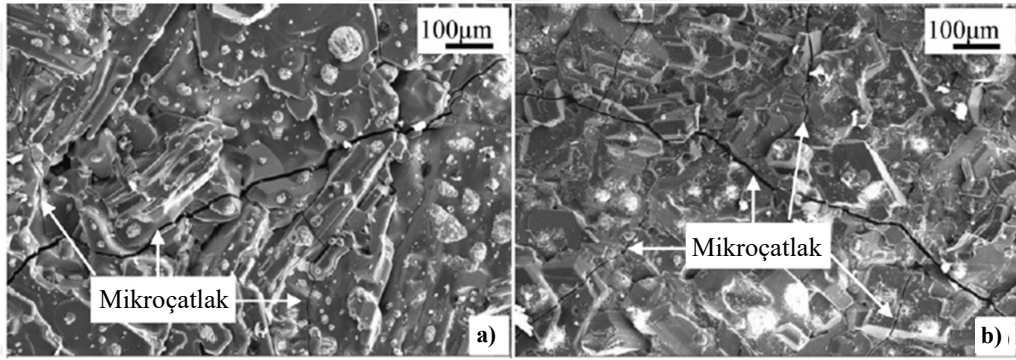


Şekil 1.14. SAE J1211 standardına göre termal çevrim profili [141].

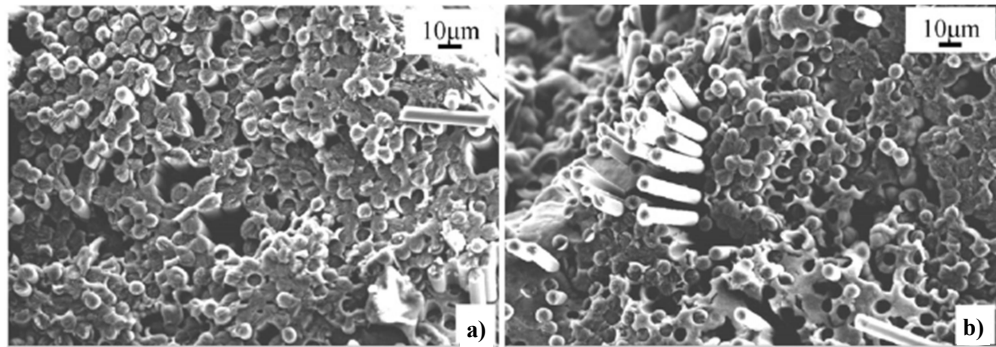
Chen ve arkadaşları [142] küresel-köşeli SiC ve küresel Al₂O₃ partikül takviyeli 6061 alüminyum matriksli kompozitlere ısıtma-soğutma çevrimi uygulamasının termal genleşme üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Çevrim sıcaklığı 0 ile 500°C arasında, çevrim sayısı ise 1-3-5 alınmıştır. İç yapı değişimi SEM ve TEM ile, genleşme davranışı ise dilatometre ile incelenmiştir. Sıkıştırılmalı döküm yöntemi ile üretilen kompozitlerde porozite görülmemiş ve homojen partikül dağılımı gözlenmiştir. Termal çevrimin genleşme katsayısını en fazla etkilediği yapı SiC/Al kompoziti olmuş ve 3. çevrimden sonra minimum değerine ulaşmıştır.

Chu ve arkadaşları [143] yüksek sıcaklıklarda kullanılan ve oksitlenmeyi önlemek için Si-Mo-Cr ile kaplanan karbon fiber/karbon matriks (C/C) kompozitlerinin termal yorulma altındaki davranışlarını ve mikroyapısını incelemişlerdir. SiC-MoSi₂-CrSi₂ ile kaplanan numuneler kapalı fırın içinde 1500°C ile oda sıcaklığı arasında hava ve Ar gazı ortamlarında soğutularak termal yorulmaya tutulmuştur. Numunelerin ağırlıklarındaki değişim her çevrim sonrasında kaydedilmiş, SEM, EDS ve XRD

analizleri yapılmıştır. Çevrim sonlandığında numunelere üç nokta eğme testi uygulanmıştır. 20 çevrimden sonra kütle kaybı en fazla %5.1 ölçülmüştür. Kaplama ile kompozit arasındaki ısıl genleşme katsayısı farklılığı nedeniyle termal gerilmelerin yüzeyde oluşturduğu mikro çatlaklar Şekil 1.15'te görülmektedir. 20 çevrim sonunda Ar ortamındaki numunenin eğilme mukavemeti 70.84 MPa'dan 67.24 MPa'a, hava ortamında ise 53.29 MPa'a düşmüştür. Elastiklik modüllerinde de azalma görülmüştür. Bunun nedenini karbon fiberlerde oluşan kısmi oksitlenmeye bağlamışlardır. Çevrim öncesi kırılma yüzeyi gevrek özellik gösterirken, çevrim sonrası yüzeyde az miktarda fiber uzantıları görülmüştür (Şekil 1.16).

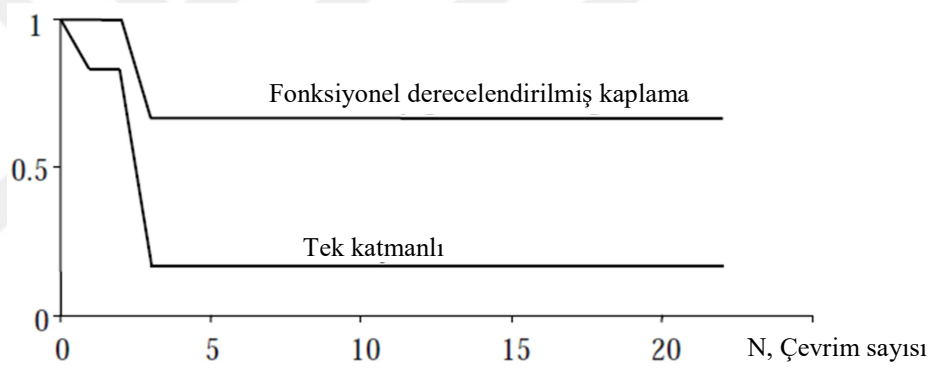


Şekil 1.15. 20 termal çevrim sonunda yüzeyde oluşan mikro çatlaklar; a) Ar, b) hava ortamında [143].



Şekil 1.16. Eğilme testi sonunda oluşan kırılma yüzey görüntüleri, a) termal çevrim öncesi b) çevrim sonrası [143].

Nyugen ve arkadaşları [64] yaptığı çalışmada Slurry sprej tekniği kullanarak Ni 200 malzemesini tek katmanlı (ZrO_2) ve fonksiyonel kademeli (ZrO_2 -Ni) olacak şekilde termal bariyer ile kaplamış ve kapalı fırın içinde maksimum $900^\circ C$ ve oda sıcaklığı arasında tekrarlı termal şoka maruz bırakarak hasar oluşumunu karşılaştırmışlardır. Hasar oluşumu genellikle ilk birkaç çevrim esnasında oluşmuş, 4-5 çevrime dayanan kaplamada daha sonraki çevrimlerde hasar görülmemiştir. Çok katmanlı (fonksiyonel kademeli) kaplamanın termal şok direnci tek katmanlı (%20'si hasara uğramamıştır) kaplamaya göre daha yüksek olmuş ve numunelerin %70'i hasara uğramamıştır (Şekil 1.17). İlk çevrimlerde oluşan hasarı ise üretim hatalarına bağlamışlardır. Termal çevrim sayısı arttıkça porozite ve çatlak sayısı artmış, kaplama içinde yayılarak hasara neden olmuştur.



Şekil 1.17. Tek katmanlı ve fonksiyonel kademeli kaplamanın çevrim sayısına göre hasara uğrama grafiği [64].

You ve arkadaşları [144] farklı karışım oranı ve partikül boyutlarında üretilen Al_2O_3 (0.24 ve $3.12 \mu m$)-TiC (0.32 ve $1.36 \mu m$) kompozit yapıların ve saf alüminanın termal şok direnci üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Sinterleme ile üretilen bütün numunelerin yoğunluğu Arşimet yöntemi ile sertlikleri ve kırılma toklukları Vickers indentörü ile, eğilme mukavemetleri üç nokta eğme testi ile belirlenmiştir. Termal şok deneyi tek ve beş çevrimli olarak 150 , 200 , 250 , 300 ve $400^\circ C$ sıcaklık farkı oluşacak şekilde önceden ısıtılmış kapalı fırında 30 dk bekletme ve sonra oda sıcaklığındaki suya daldırılarak yapılmıştır. Kompozit yapının sertliği, kırılma tokluğu ve eğilme mukavemeti alüminaya göre artmıştır. TiC ilavesiyle Al_2O_3 tane boyutu küçülmüş, kompozitin mukavemet değerleri iyileşmiştir, termal şok direnci ve kritik sıcaklık farkı

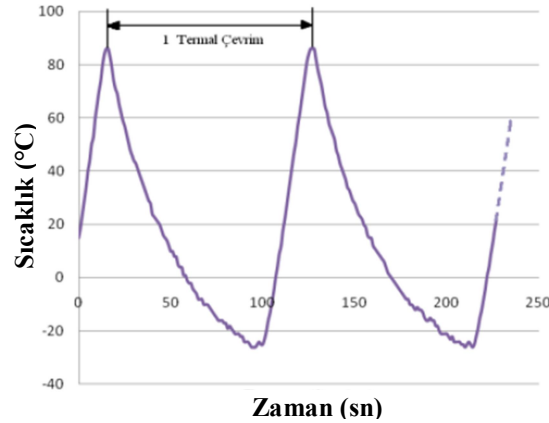
artmıştır. Beş tekrarlı çevrimden sonra ölçülen artık gerilmeler tek çevrime göre daha düşük olmuştur. Alüminanın kritik termal şok sıcaklık farkı (ΔT_C) 200°C olurken, %70 Al_2O_3 (3.12 μm) %30 TiC (0.32 μm) kompoziti için bu değer 300°C olmuş, bu sıcaklığın üzerinde gerilme değerlerinde ani düşüş görülmüştür.

Sever ve arkadaşları [145] termal çevrimin alkali ve siloksan yüzey işlemi uygulanmış jüt fiber takviyeli yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE) kompozitlerin tabakalar arası kayma dayanımına etkisini araştırmışlardır. Termal yorulma deneyi için Şekil 1.18'deki özel geliştirilmiş sistem kullanılarak numunelere 50, 100 ve 200 çevrim uygulanmıştır. Bir çevrim -25°C'den 85°C'ye ısıtma, bu noktada 5 saniye bekleme, tekrar -25°C'ye soğutma ve bu noktada 5 saniye bekleme suretiyle tamamlanmıştır (Şekil 1.19).

Numunelere 1 mm/dk çekme hızında çekme testi uygulanmış, aynı zamanda video ekstansometre ile birim şekil değişimleri ölçülmüştür. Fiber-matriks arasındaki arayüzey yapışmasının ölçüsü olan tabakalararası kayma dayanımı (ILSS) kısa kiriş testi ile ölçülmüştür. Çevrim sayısının çekme dayanımı üzerindeki etkisinin çok az olmasına karşın Young modülü, muhtemelen camsı geçiş sıcaklığının değişmesinden dolayı çevrim sayısı arttıkça artmıştır. Yüzey işlemi uygulanarak üretilen kompozitlerin kayma dayanım değeri yüzey işleme göre %98 yüksek olmuştur. Yüzey işlemi uygulanınca yüzey daha pürüzlü yapıya kavuşmuş ve mekanik bağlanma artmıştır. Isıl çevrim arttıkça kayma dayanım değerleri düşmüş, 100 çevrimden sonra %51 azalmıştır. Isıl çevrimden en çok hiçbir yüzey işlemi uygulanmamış kompozitler etkilenmiştir.



Şekil 1.18. Termal yorulma cihazı [145].



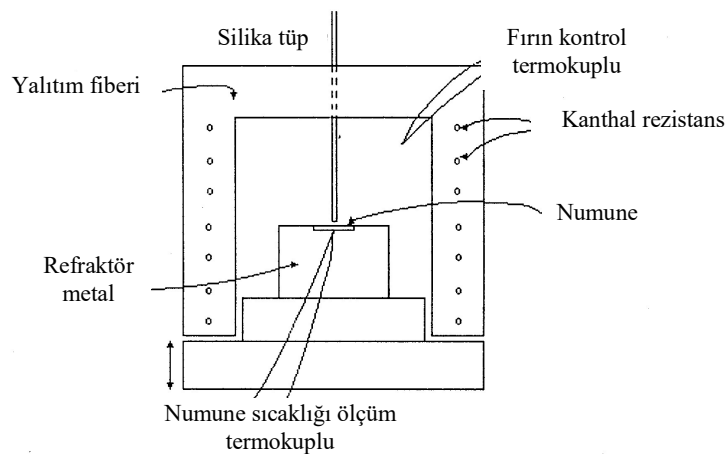
Şekil 1.19. Zamana bağlı ısı çevrim sıcaklık değişimi [145].

Çoban ve arkadaşları [146] tek yönlü karbon fiber takviyeli polieterimid (PEI) kompozit malzemenin çentiksiz darbe davranışları üzerinde termal çevrimle yaşlandırma etkilerini incelemiş ve işlem görmemiş numune ile karşılaştırmışlardır. Çatlak başlangıcı ve ilerleyiş mekanizmaları (fraktografi) TEM yardımıyla incelenmiştir. Termal şok deneyleri, kaynar su tankı (100°C) ve buz ile soğutulan su tanklarında (0°C) 5 saniye bekletme süresi ve 50, 200 ve 500 çevrimle yapılmıştır (her çevrim 10 sn). Denemeye belirlenen 10 farklı darbe enerjisi, çevrime uğrayan numunelere kırılana kadar uygulanmıştır. Termal şoka uğrayan numunelerin hasara uğramaları için gerekli darbe tekrar sayısı daha az olmuş, termal çevrim sayısı arttıkça daha da azalmıştır. Termal çevrim esnasında su emilimi ile matriks şişmiş, oluşan artık gerilmeler rijitlik kaybına neden olmuş ve darbe dayanımı düşmüştür.

Zhang ve arkadaşları [147] sıkıştırma döküm yöntemi ile üretilen AlN/Al kompozitlerinin 20-400°C sıcaklık aralığındaki termal genleşme katsayısı (CTE) ve termal çevrim davranışlarını deneysel olarak incelemiş ve dört teorik model (ROM, Turner, Kerner, Schapery) tahminleriyle karşılaştırmışlardır. CTE değeri sıcaklık arttıkça artmış, kompozitin CTE değeri matrikse göre %50 az olmuştur. Düşük sıcaklıktaki CTE değerleri Schapery modeli ile, yüksek sıcaklıktaki değerler ise Kerner modeli ile çok yakın çıkmıştır. Sıcaklık-şekil değişimi grafiğinde ısıtma ve soğutma döngüsünde histerizis görülmüştür. Bu sonucu, matrikste oluşan kalıcı gerilmenin anelastik davranışa neden olmasına ve kalıcı plastik deformasyonuna bağlamışlardır.

Wang ve Chung [148] polimer matriksli tek yönlü karbon fiber takviyeli laminar kompozit malzemenin termal yorulma davranışlarını elektrik direnci ölçümüyle anlık olarak incelemişlerdir. Numuneler rezistans ile 13 saniyede 118°C'ye ısıtılmış, basınçlı hava ve su ile 17 saniyede oda sıcaklığına soğutulmuştur. Her termal çevrimde artan sıcaklıkla temas direnci düşmüş, soğutmada ise artmıştır. 100 çevrim sonunda direncin düşmesi ve oluşan nemin salınımıyla hasar başlangıcı görülmüştür. İkinci ve üçüncü hasar aşamaları ise yüksek sıcaklıklarda direncin ani artışıyla fiber ve matriks arayüzeyindeki bozulmalar şeklinde olmuştur.

Tomba ve Cavalieri [149] ısı transfer katsayısını değerlendirmek için 35 mm çapındaki alümina diski 870-980°C sıcaklıklarda termal şoka maruz tutmuş ve bunun için Şekil 1.20'deki deney düzeneğini geliştirmişlerdir. Numuneler elektrikli fırın içinde belirlenen sıcaklığa ısıtılmış ve yüksek hızlı hava jeti ile aniden oda sıcaklığına soğutulmuştur. Hava disk merkezine 3 mm yakınlıktan 20 saniye boyunca silika tüp ile gönderilmiştir. Daha sonra numunelerdeki çatlak oluşumuna bakılmış, eğer oluşmamış ise çatlak oluşana kadar sıcaklık 10°C artırılarak deneyler tekrarlanmıştır. Soğutma sırasında numunenin alt yüzey merkezi ve kenara yakın bölgedeki sıcaklık değişimi termokupl ile kaydedilmiştir. Deneysel ölçülen değerleri sonlu elemanlar yöntemiyle oluşturdukları üç farklı model ile karşılaştırmışlardır.

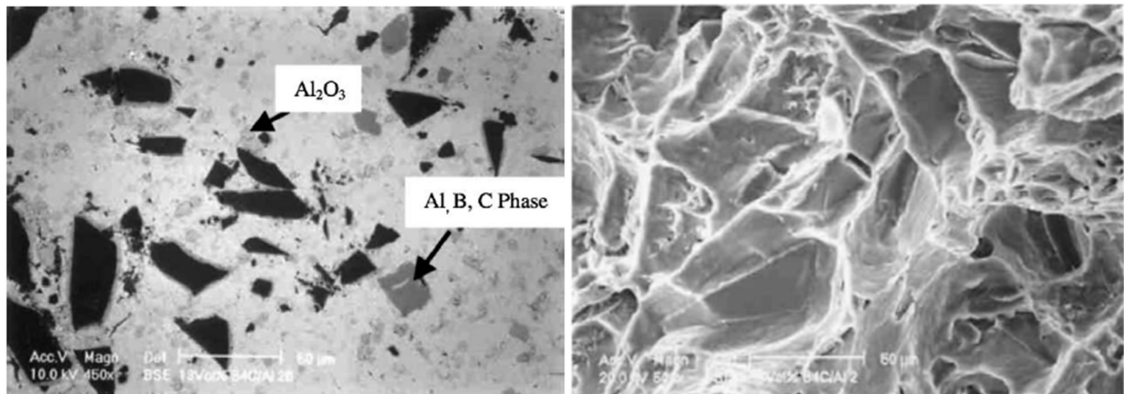


Şekil 1.20. Termal şok test düzeneği [149].

1.3.3. Sinterleme parametrelerinin etkileri üzerine yapılan çalışmalar

Metal Matriksli Kompozitlerin (MMK) üretimi esnasında partiküller arasındaki bağ oluşumu, in-situ reaksiyonlar sonucu ikincil faz teşekkülü ve iç yapı değişimleri sertlik, mukavemet, tokluk, aşınma direnci ve korozyon gibi birçok mekanik özelliği de etkilemektedir. Özellikle yüksek sıcaklıklarda ve uzun sinterleme sürelerinde tane sınırlarının ayrılması ve gözenek büyümesi ile sonuçlanan iç yapıdaki oluşumlar hedef ürün özelliklerini etkileyen mikroyapısal değişimlerdir. Bu değişimleri anlamak için yapılan ve işlem parametrelerinin iç yapı ve mekanik özellikler üzerindeki etkilerini konu alan çalışmalarda tek esaslı malzeme veya farklı matriks ve takviye elemanları kullanarak üretilmiş kompozitler, belirlenen sıcaklık veya sürelerde diğer parametrenin değiştirilmesi suretiyle sinterlenerek incelenmiştir [150-157].

Shorowordi ve arkadaşları [158] B_4C (40 μm)-Al kompozitinin kullanılabilirliğini araştırmak için SiC (40 μm), Al_2O_3 (32 μm) ile takvilendirilmiş Al matriksli kompozitleri üretmiş, mikroyapılarını inceleyerek mukayese etmişlerdir. Al- B_4C kompozitinde partikül dağılımı daha homojen olmuş, mikro yapı incelendiğinde diğer iki kompozitten çok daha az kusur gözlenmiştir. B_4C havaya karşı çok reaktif olduğundan üretim sırasında hava, partiküller arasında sıkışmış, boşluk veya gözenek oluşumu çok düşük olmuştur. 450°C üzerinde B_4C üzerinde oluşan sıvı B_2O_3 partikülleri B_4C 'nin ıslanabilirliğini artırarak sıvı Al_2O_3 ile bağlanmayı geliştirmiştir.



Şekil 1.21. a) Al- B_4C kompozitinde oluşan ikincil fazlar, b) Al- B_4C kırılma yüzeyi SEM görüntüsü [158].

Al matriks içinde Al_2O_3 ve Al_3BC (alüminyum bor karbür) ikincil fazları oluşmuştur (Şekil 1.21a). Üretilen üç farklı kompozitin kırılma yüzeyleri incelendiğinde (Şekil 1.21b) matriks ile en iyi bağa sahip ve boşluk içermeyen yapı $\text{Al-B}_4\text{C}$ olmuştur.

Zirkonyum oksitin eğilme mukavemeti üzerinde sinterleme sıcaklığı ve süresinin etkilerini araştıran Ersoy ve arkadaşları, [159] yüksek sıcaklık ve düşük sinterleme süresinin eğme mukavemetini artırdığını belirtmişlerdir. İnorganik polifosfat biyoseramiklerin üretiminde sinterleme süresinin etkileri üzerine Wang ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada [160] 30 dakika, 1-3 ve 5 saat sinterlenen numunelerin tane boyutu 5 saat sinterleme sonunda yaklaşık 2 kat büyümüş, artan sinterleme süresiyle yoğunluk ve basma mukavemeti özellikleri iyileşmiştir. Hidroksiapatitin mikroyapı özellikleri üzerinde sinterleme parametrelerini araştıran Monmaturapoj ve arkadaşları [161] sinterleme süresi ve sıcaklığının artmasıyla porozitenin azaldığını, eğilme mukavemetinin arttığını ifade etmişlerdir.

Toz metalürjisiyle üretilen dubleks paslanmaz çelikler 1-4 saat sinterlendiğinde yoğunluk, mukavemet, sertlik ve darbe tokluğu değerleri sürenin artmasıyla yüksek oranda artmıştır [162]. Yusoff ve arkadaşları [163] bakır-tungsten-karbür kompozitinin $800-1000^\circ\text{C}$ 'de 1-3 saat sinterlenmesinde sıcaklığın artmasıyla sertliğin arttığını, yüksek sıcaklıklarda gözeneklerin büyüdüğünü gözlemlemişlerdir.

Chagnon ve arkadaşları [164] toz metalürjisiyle ürettikleri düşük alaşımlı çeliklerin sertlik ve mukavemetlerinin artan sinterleme sıcaklığıyla arttığını belirtmişlerdir. Toz metalürjisiyle üretilen SKD 11 numunelerinin porozitesi sinterleme süresi arttıkça azalmış, taneler ise irileşmiştir [165]. $\text{Al-Al}_2\text{O}_3$ kompoziti üzerinde alümina partikül boyutu, sinterleme sıcaklığı ve süresinin etkileri üzerine yapılan çalışmada [166] sinterleme sıcaklığı $500-600^\circ\text{C}$, süre 30-90 dakika arasında değiştirilmiştir. Alümina partikül boyutu küçüldükçe yoğunluk artmış, sertlik ve mukavemet değerleri iyileşmiştir.

Matriks malzemesinin sağladığı tokluk ile seramik takviyesinin getirdiği yüksek sertlik ve aşınma direnci, özellikle yüksek sıcaklık ve aşınma şartlarında çalışan yapılarda seramik takviyeli metal matriksli $\text{Fe/B}_4\text{C}$ kompozitlerinin kullanımını ön plana

getirmiştir. Demirin bulunabilirlik, düşük maliyet ve şekillendirilebilirlik özellikleri, borun düşük yoğunluk, yüksek sertlik ve aşınma direnci ile yüksek sıcaklık dayanımı bu iki elementin kompozit malzeme yapısına sağladığı büyük avantajlarıdır. Demir içerisine katılan az miktardaki bor elementi sinterlenebilirliği, plastisiteyi ve mukavemeti sıvı faz oluşturmada artırır [167]. Termokimyasal bir yüzey sertleştirme işlemi olan borlamada bor atomları yüksek sıcaklıkta ve yeterli sürede demir yüzeyine difüze olarak Fe_2B ve FeB demir-borürleri oluşur. Böylelikle metal yüzeyi yüksek sertlik ve aşınma direnci ile düşük sürtünme katsayısına sahip olurken iç kısım nispeten yumuşak ve tok yapıya sahip olur.

$\text{Fe/B}_4\text{C}$ yapıları üzerine yapılmış çalışmalar incelendiğinde, 1000-1150°C sıcaklıkta B_4C partiküllerinin çözünüp demir borür fazlarının oluştuğu görülmüştür. Fe_2B ve FeB borür fazları 1100°C sinterleme sıcaklığında demir ve borun reaksiyona girmesiyle bor karbür çevresinde oluşmaya başlar [115]. $\text{Fe-B}_4\text{C}$ kompozit yapısı 600-700°C'ye ulaştığında demir ile bor arasındaki reaksiyon ile Fe_2B fazı oluşmaya başlar [167]. Sinterleme sıcaklığının artmasıyla (1000-1100°C) oluşan sıvı faz, difüzyonu ve sinter hızını artırarak katı fazda sinterlemeye göre borür fazlarının artmasına neden olur. Yüksek borlama potansiyeline sahip ortamda Fe_2B ile dış yüzeyden iç kısımlara doğru büyüyen FeB çok fazlı borür tabakaları görülür. $\text{Fe/Fe}_2\text{B}$ fazları alaşım elementlerinin etkisiyle daha yavaş ve ince tabakalı oluşur [126].

Fe_2B ve FeB borürlerinin oluşumu öncelikle yapıdaki B konsantrasyonuna, daha sonra ise sinterleme sıcaklığına ve süresine bağlı olarak değişmektedir. Bunların dışında $\text{Fe-B}_4\text{C-B}$ partikül boyutları, yapıda bulunabilecek boşluk ve impuriter borür fazlarının oluşum hızını ve oranını etkilemektedir. Yapıdaki B yüzdesinin değişimi $\text{Fe-Fe}_2\text{B}$ ötektığının mikroyapı ve mekanik özelliklerini de etkilemektedir. B oranının ve sinterleme süresinin artmasıyla Fe_2B oranı ve sertlik değerleri artmaktadır [168]. %3 Bor karbür takviyeli yapıda 1000-1200°C sıcaklık aralığında başlayan sıvı faz oluşumu sinterlemeyi hızlandırır. Sıvı faz demir tozlarının tane sınırlarından yapı içerisine doğru nüfuz ederek porozite miktarını azaltır [114].

Oluşan FeB fazının mikrosertlik değeri 20,12 GPa (=2054 HV), Fe_2B fazının ise 17,46 GPa (=1780 HV) olmaktadır [169]. 600 ve 900°C sıcaklıkta yapılan ısıtma işlem sonunda

Fe-B-C faz kompozisyonlarından oluşan ve borür fazları içinde karbonun çözünebilirliğinin incelendiği çalışmada [100] yapılan EDX analizine göre, FeB ve Fe₂B fazları yaklaşık %2-3 oranında C, bor ise %2 oranında Fe çözmüştür. Borlama sonunda demir bölgesinin sertliği 130 HV, oluşan borür tabakasının sertliği 1700 HV olurken, iç kısımlara doğru sertlik azalmaktadır [97-99,102-104]. 1100-1160°C’de sinterlenen Fe-B kompozitinde oluşan Fe₂B fazının sertliği 1800 HV, matriks fazının ise 500 HV ölçülmüştür [170].

Borür fazlarının oluşumu üç aşamada değerlendirilmektedir. Öncelikle, Fe-B₄C partiküllerinin temas bölgesinde oluşup radyal doğrultuda yönelen ve ana metal yüzeyine doğru uzanan iğnemsî Fe₂B kristalleri görülür [127,158,170]. Borun büyük kısmı bu aşamada hızla oluşan kristaller tarafından tüketilir. İkinci aşamada sayıları artan kristaller birbirlerini engeller ve farklı yönlerde ilerler. Üçüncü aşamada Fe₂B oluşumu iç kısımlara dikey doğrultuda yönlendirilerek tamamlanır ve en üstte FeB fazı oluşur. Reaksiyon ortamındaki oksijen demir-bor tepkimesini önemli derecede düşürmektedir. 1000°C reaksiyon sıcaklığında tepkime sonunda yapıdaki fazla karbonun çökmesiyle içyapıda FeB-B₄C-grafit üçlü faz yapısı meydana gelir [98,103,104,108,112,120,122].

Literatür çalışmaları incelendiğinde araştırmacılar, kompozitler, metal alaşımları, plastikler ve özellikle ani sıcaklık değişimiyle oluşan termal gerilmelere karşı hassas olan seramik malzemelerin termal şok hasarı, artık gerilme, sıcaklık dağılımı ve iç yapıdaki etkilerini amaca özel geliştirdikleri tekniklerle deneysel ve sayısal yöntemlerle incelemişlerdir. Demir ve alaşımlarına uygulanan borlamanın mikro yapı ve mekanik özellikler üzerindeki etkilerini konu alan bir çok çalışma bulunmaktadır. Fakat borun demir atomları üzerine yayındırılması işlemi genellikle dış ortamdan yapılmakta ve yüzey sertliğinde hızlı geçiş sağlanmaktadır. Bu ise ani sıcaklık değişimleri altında çalışacak makine elemanlarından beklenen termal şok direnci özelliklerini karşılayamayacaktır. Ayrıca termal şoka maruz kalan B₄C takviyeli demir matriksli FDM numunelerin metalografik ve mekanik davranışları üzerindeki etkilerinin belirlenmesine yönelik yapılmış bir çalışmaya da rastlanmamıştır. Bu çalışmada sertlik, mukavemet ve aşınma direncini artıracak demir-borür fazları, matriks fazı içerisinde

homojen şekilde in-situ reaksiyonuyla elde edilecek ve termal şok davranışları üzerindeki etkileri araştırılmıştır.



2. BÖLÜM

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Fonksiyonel derecelendirilmiş kompozitler, kalınlıkları doğrultusunda kompozisyonel gradyantın sürekli olarak değiştiği yapılar olup bu değişim belirli bir üstel değer ile tanımlanmaktadır. Bu kompozitlerin en alt katmanı takviyesiz metalden oluşurken üst katmana doğru kademeli olarak artan seramik takviye oranı üst katmanda en yüksek değerine ulaşmaktadır. Deneysel olarak yürütülen bu çalışmada metalografik ve mekanik özelliklerinin incelenmesi için kullanılacak olan farklı kompozisyonlardaki B₄C-B takviyeli ve fonksiyonel derecelendirilmiş kompozit numunelerin üretim teknikleri ile test metotları bu bölümde açıklanmıştır.

2.1. Kompozit Numunelerin Üretimi

Derecelendirilmemiş B₄C-B takviyeli ve fonksiyonel derecelendirilmiş kompozit numuneler belirli hacimsel oranlardaki Fe ve B₄C tozları kullanılarak üretilmişlerdir. Üretim parametrelerinin etkilerinin daha kolay anlaşılması ve optimize edilmesi amacıyla kompozit üretimlerine öncelikle derecelendirilmemiş Fe/B₄C kompozitleri ile başlanmıştır. Çalışma kapsamında bir takım deneysel ön çalışmalar yapılarak numunelerin imalatı için yöntem ve parametreler belirlenmiştir. Ön denemelerde farklı partikül boyutuna sahip demir tozları ile B₄C tozları farklı takviye oranlarında karıştırılmış ve partikül boyutu ile takviye oranının iç yapıdaki etkileri incelenmiş, en iyi mekanik özellikleri sağlayan takviye oranı belirlenmiştir. Yine ön kompaktlanan kompozitler farklı sinterleme sürelerinde ve sıcaklıklarda sinterlenmek suretiyle sertlik ve iç yapı özelliklerine göre optimize edilerek diğer numunelerin imalatında aynı sinterleme parametreleri kullanılmıştır.

Üç farklı partikül boyutuna sahip Fe tozu, iki farklı partikül boyutuna sahip B₄C tozu ve tek boyuttaki B tozları yine farklı takviye oranları için hesaplanarak toz metalürjisi yöntemiyle numuneler üretilmiştir. Kompozit numunelerin üretimi için temin edilen, matriks malzemesi olarak kullanılacak Fe tozlarının ve takviye elemanı olarak kullanılacak Bor ve B₄C tozlarının kimyasal karakterizasyon ve safsızlık analizleri yapıldıktan sonra SEM görüntüleri alınmıştır. Tozların katalog partikül boyutları Tablo 2.1’de, XRF ve WDX analiz sonuçları Tablo 2.2 ve Tablo 2.3’te belirtilmiştir.

Tablo 2.1. Kompozit numunelerin üretiminde kullanılan tozlar ve katalog tane boyutları.

Toz kodu	Tane Boyutları
Fe-Fe101	1- 9 µm
Fe-Fe102	<44 µm
Fe	<74 µm
B ₄ C-BO302	1-7 µm
B ₄ C-BO305	12-40 µm
Bor	<40 µm

Tablo 2.2. Fe tozlarının XRF analiz sonuçları.

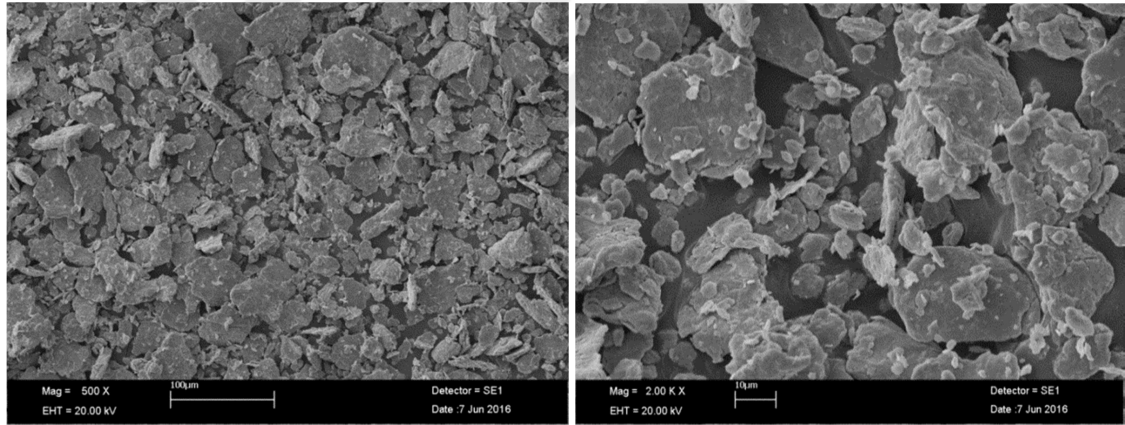
% Element	Fe101	Fe102	Fe
Fe	99,42	99,8	99,89
Si	0,28	0,08	0,05
Al	0,1	0,03	0,02
Mg	0,078	0,02	0,011
Ca	0,066	0,017	0,014
Na	0,021	0,03	-
S	0,012	0,013	0,016
P	0,004	0,002	-

Tablo 2.2’deki XRF analiz sonuçlarına bakıldığında %99 oran ile yüksek saflık değerlerine sahip Fe tozlarının eser miktarlarda diğer elementleri içerdiği görülmektedir. C elementine ait eşik değer analizin yapıldığı cihazda aşılmadığı için %C miktarı

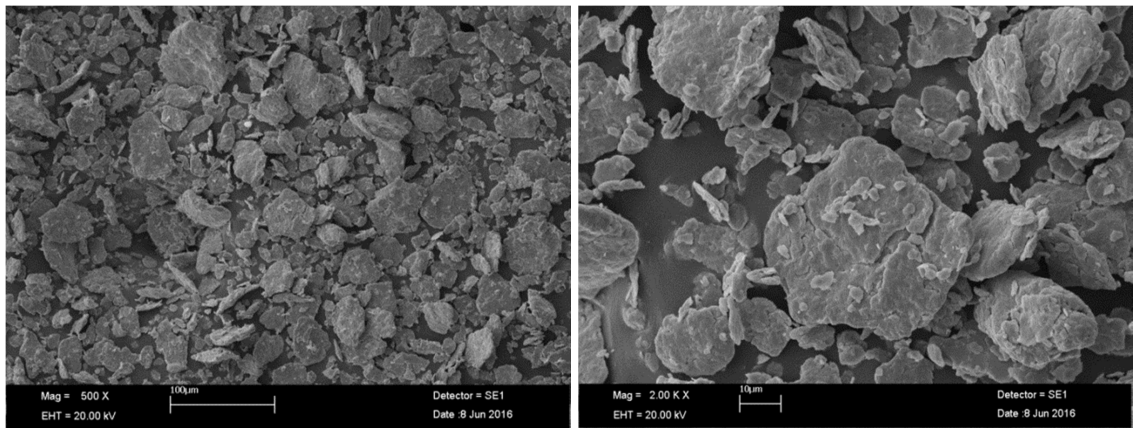
belirlenememiştir. Bor tozunda ise atomik olarak %12 oranında C varlığına rastlanmıştır. Şekil 2.1 ve Şekil 2.3'deki Fe tozlarına ait SEM görüntülerinden anlaşılacağı üzere demir partikülleri düzensiz yuvarlak ve pul geometrilerine sahiptir. B₄C ve Bor tozları ise düzensiz poligonal, yuvarlak ve köşeli parçacık geometrilerinin karışımından oluşmaktadır (Şekil 2.4-2.6). Toz görüntüleri genel olarak incelendiğinde belirgin bir topaklanma veya agrega oluşumu görülmemektedir.

Tablo 2.3. B₄C-Bor tozlarının WDX analiz sonuçları.

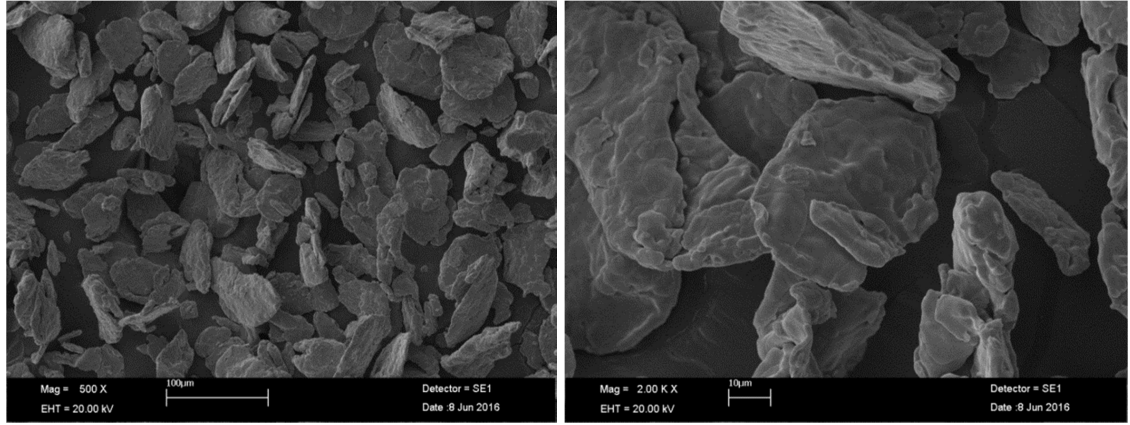
	B ₄ C-(1-7 µm)		B ₄ C-(12-40 µm)		Bor	
	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik
B	22,9	55,8	5,4	56,7	73	88
C	20,1	44,2	4,5	43,3	11	12



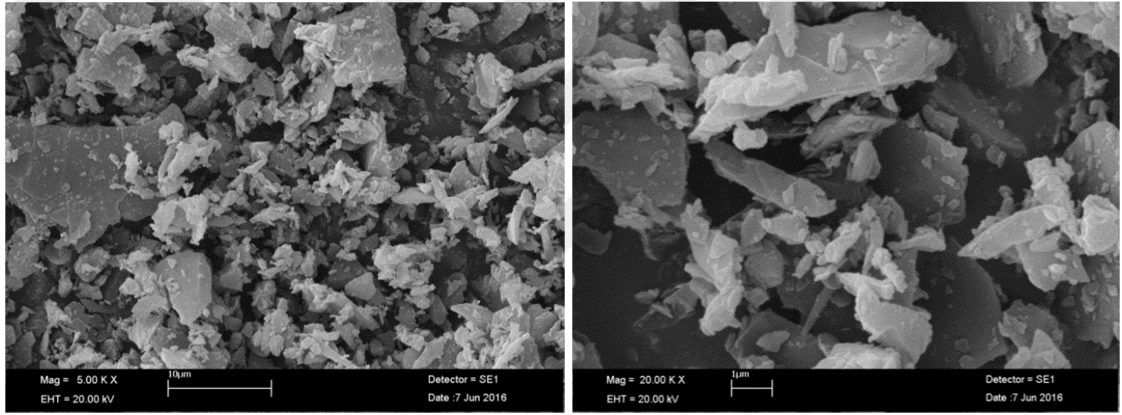
Şekil 2.1. Fe101 tozu (1-9 µm) SEM görüntüleri.



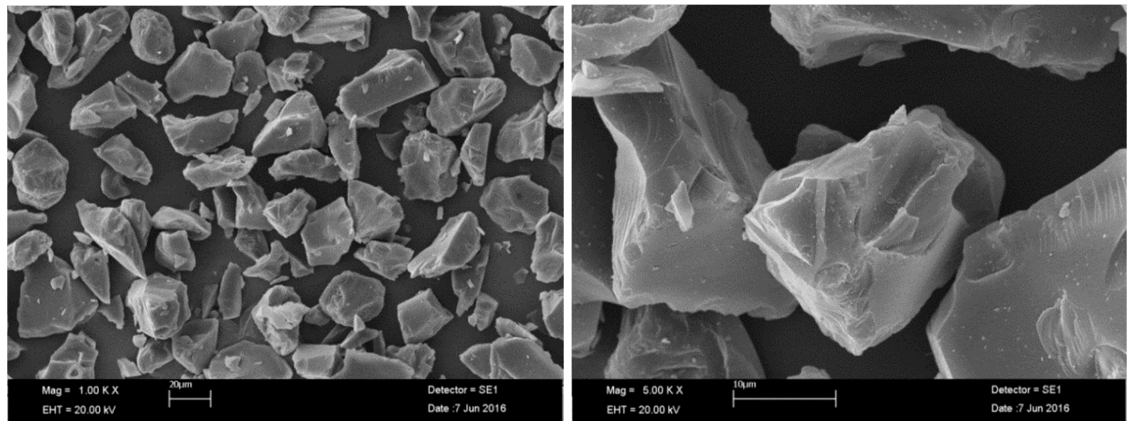
Şekil 2.2. Fe102 tozu (<44 µm) SEM görüntüleri.



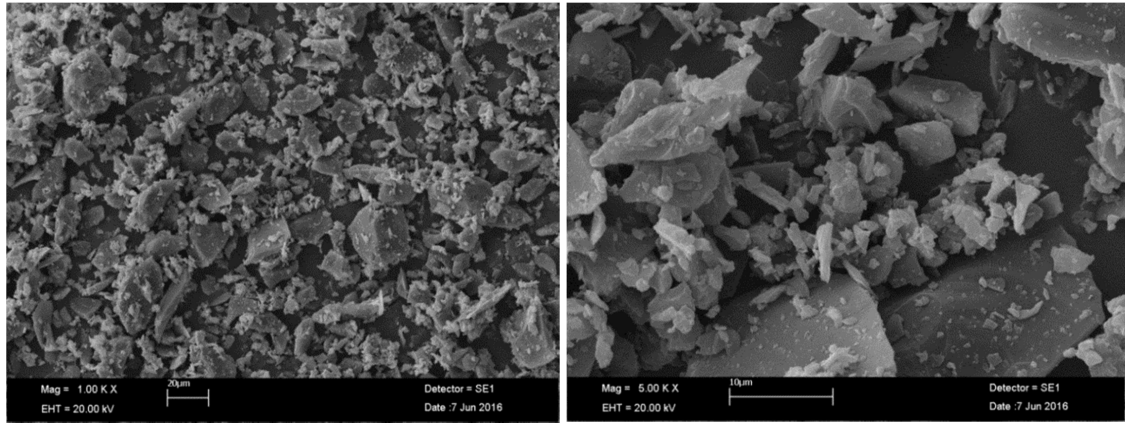
Şekil 2.3. Fe tozu (<74 μm) SEM görüntüleri.



Şekil 2.4. B_4C tozu (1-7 μm) SEM görüntüleri.



Şekil 2.5. B_4C tozu (12-40 μm) SEM görüntüleri.



Şekil 2.6. Bor tozu (<40 μm) SEM görüntüleri.

Sinterleme parametrelerinin etkilerini araştırmak için öncelikle derecelendirilmemiş kompozit numunelerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Toz hacimleri, numunelerin 30 mm çapında ve 10 mm kalınlıkta olacak şekilde hesaplanmıştır. Hacimce farklı karışım oranlarına (%0-5-10-20-30 B_4C) sahip Fe+ B_4C ve %10B+Fe kompozit numuneleri için gerekli toz karışımları Tablo 2.4'te belirtilen ağırlıklarda hassas terazi yardımıyla tartılarak hazırlanmıştır. Ardından bu karışımlar farklı kaplar içerisine konularak Şekil 2.7'de görülen Turbula marka karıştırıcı içerisinde 1 saat süreyle karıştırılmıştır.

Tablo 2.4. Kompozit numunelerin üretiminde kullanılan toz tane boyutları, hacim ve kütlece karışım oranları.

Hacimce karışım oranı	Tane Boyutları (μm)	Toplam ağırlık (gr)	Kütlece karışım oranı
Fe	Fe < 44	30 (Fe) =30	Fe
Fe+ %5 B_4C	Fe<44 μm , B_4C =1-7	30 + 0,506 =30,506	Fe+ %1,66 B_4C
Fe+ %10 B_4C		30 + 1,067 =31,067	Fe+ %3,43 B_4C
Fe+ %20 B_4C		30 + 2,402 =32,402	Fe+ %7,41 B_4C
Fe+ %30 B_4C		30 + 4,117 =34,117	Fe+ %12,07 B_4C
Fe+ %10 B	Fe<44 μm , B=<40	30 + 0,991 =30,991	Fe+ %3,2 B

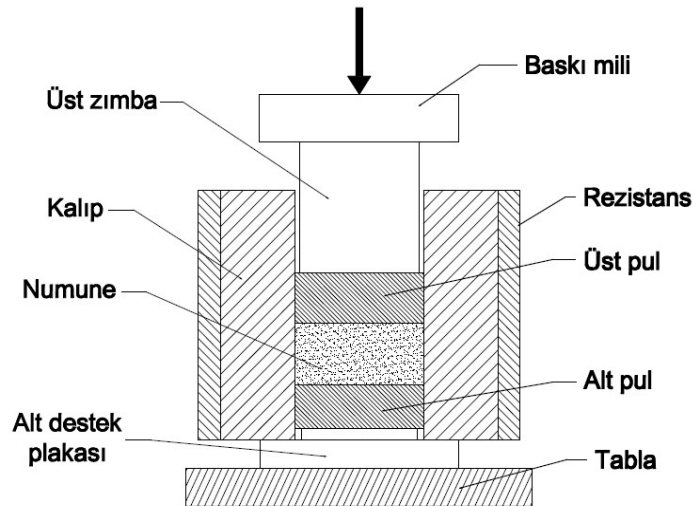


Şekil 2.7. Turbula T2F toz karıştırma ünitesi.



Şekil 2.8. Sıcak pres ünitesi.

Karışım tozları Şekil 2.8'deki sıcak pres ünitesinde, Şekil 2.9'da kesiti gösterilen H13 sıcak iş takım çeliği kalıp içerisinde tek yönlü zımba altında kompaktlanmıştır. Ön denemelerde sıcaklık kullanılmadan üretilen kompozit numunelerin kalıptan çıkarken parçalandıkları görülmüştür. Bu sorun ısıtıcı kullanarak aşılmıştır. Kalıp dış yüzeyinden tübüler fırın ile ısıtılırken sıcaklık termokupl yardımıyla kontrol edilmiştir. Kalıp içerisinde baskı ileten bir adet zımba ve iki adet pul bulunmaktadır. Toz karışımı kalıp içerisinde 500°C sıcaklığa çıkartılmış ve bu sıcaklıkta 30 dakika süresince 600 MPa basınç sürekli olarak uygulanmıştır. Kare numunelerin üretilmesi için de aynı yöntem uygulanırken tatbik edilen basınç kalıp sınırlamaları nedeniyle 250 MPa değerinde olmuştur.



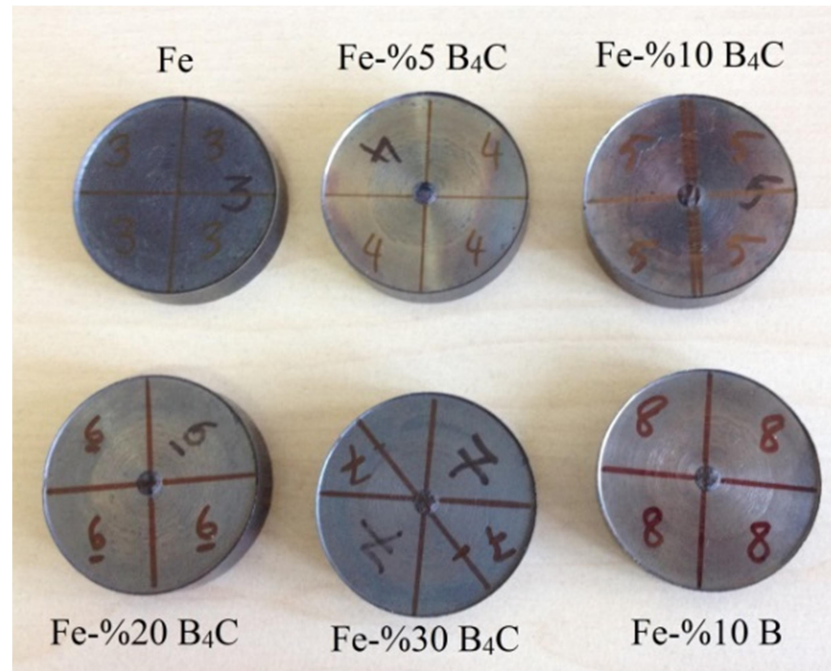
Şekil 2.9. Tek eksenli hareketli zımba ve sıcak kalıp kesiti.

Sıcak preste ön kompaktlanan numuneler (Şekil 2.10) 8 eşit parçaya kesilmiştir. Numune parçalarından birer tanesi mukayese amacıyla sinterlenmemiş, yoğunluk, sertlik ve iç yapı analizlerine tabi tutulmuştur. Diğer parçalar Şekil 2.11'deki Protherm marka yüksek sıcaklık tüp fırınında koruyucu atmosfer altında (argon gazı) Tablo 2.5'te gösterilen parametrelere göre sinterlenmiştir. Sinterleme işlemleri, oda sıcaklığından hedef değere ulaşma, sabit sıcaklıkta bekleme ve tekrar oda sıcaklığına soğuma dahil minimum 11 saat, maksimum 16 saat sürmüştür. Yapılan işleme ait şematik sinterleme grafikleri Şekil 2.12'de gösterilmiştir.

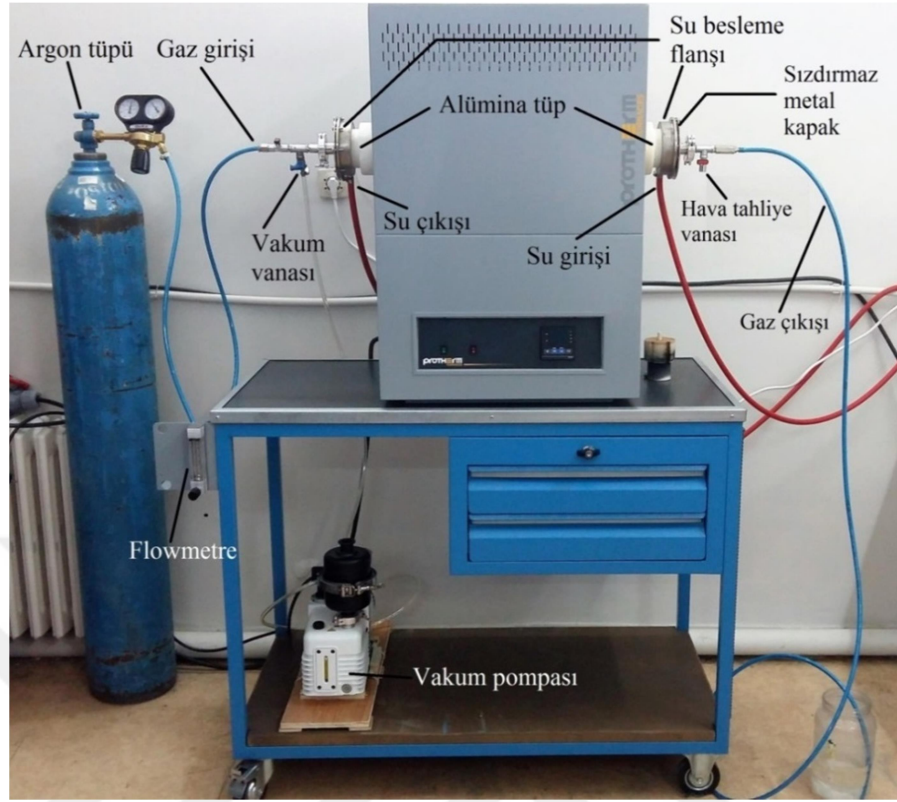
Tablo 2.5. Derecelendirilmemiş kompozitlerin sinterleme parametreleri.

1. Grup		2. Grup	
Sinterleme sıcaklığı- T_{sin}	Sinterleme süresi- D_{sin}	Sinterleme sıcaklığı- T_{sin}	Sinterleme süresi- D_{sin}
1000°C	60 dk	1150°C	30 dk
1150°C	60 dk	1150°C	90 dk
1300°C	60 dk	1150°C	120 dk

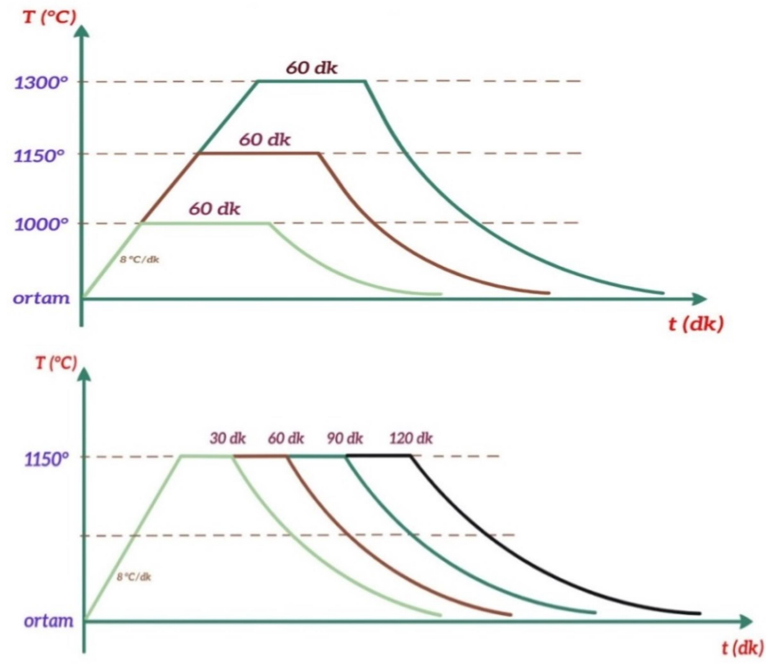
Sinterlenen ve sinterlenmeyen numuneler bakalite alınmıştır. Su zımparasında sırayla 400P, 600P, 800P, 1000P, 1200P, 2000P ve 4000P grid zımpara kağıtları ile ince zımparalanan numuneler sonrasında 6 μ m ve 1 μ m elmas solisyonları ile kadife kumaş üzerinde nihai parlatma işlemlerine tabi tutulmuştur. Parlatılan yüzeyler metalografik analizlerin yapılabilmesi amacıyla %5'lik nital çözeltisi (%5 nitrik asit(HNO_3)-%95 etil alkol- C_2H_5OH) ile dağlanmış, bölüm laboratuvarında bulunan optik mikroskopta farklı büyütme oranları ile mikroyapı özellikleri incelenmiş ve görüntüleri alınmıştır.



Şekil 2.10. Sıcak pres altında üretilen derecelendirilmemiş kompozit numuneler.

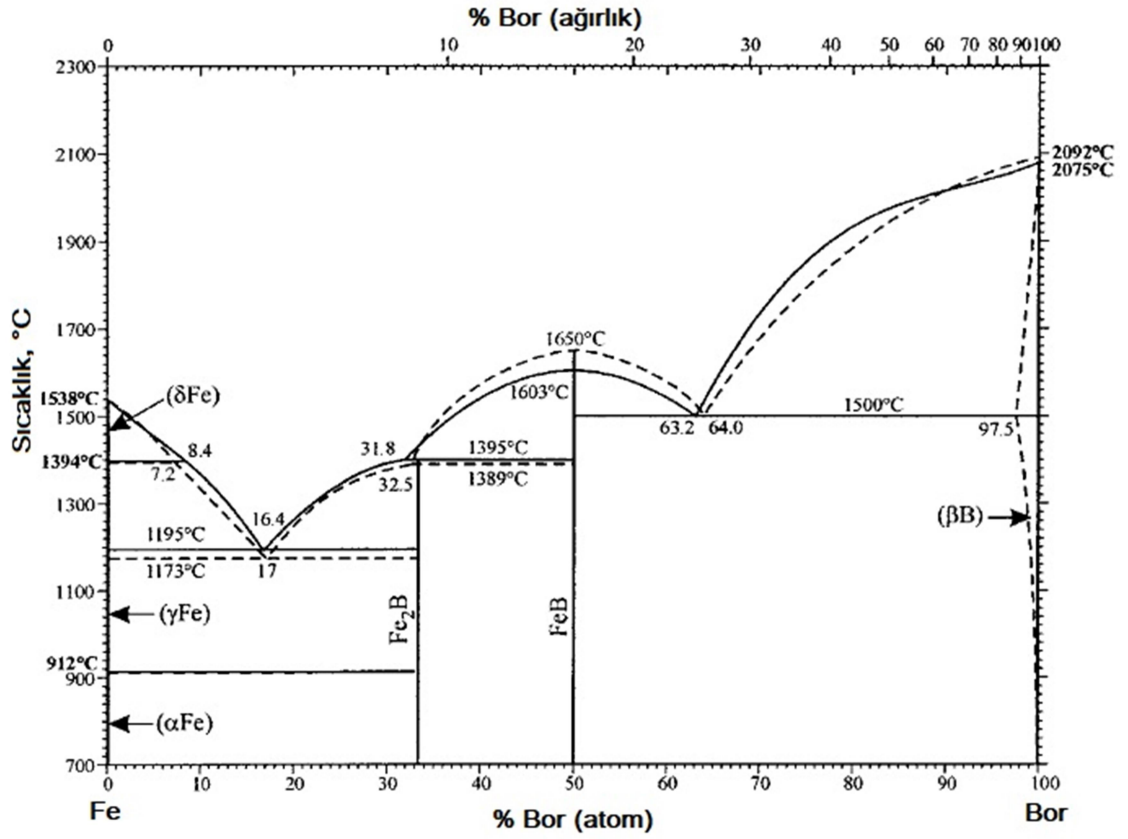


Şekil 2.11. Protherm (PTF 18/75/300) atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık tüp fırını.

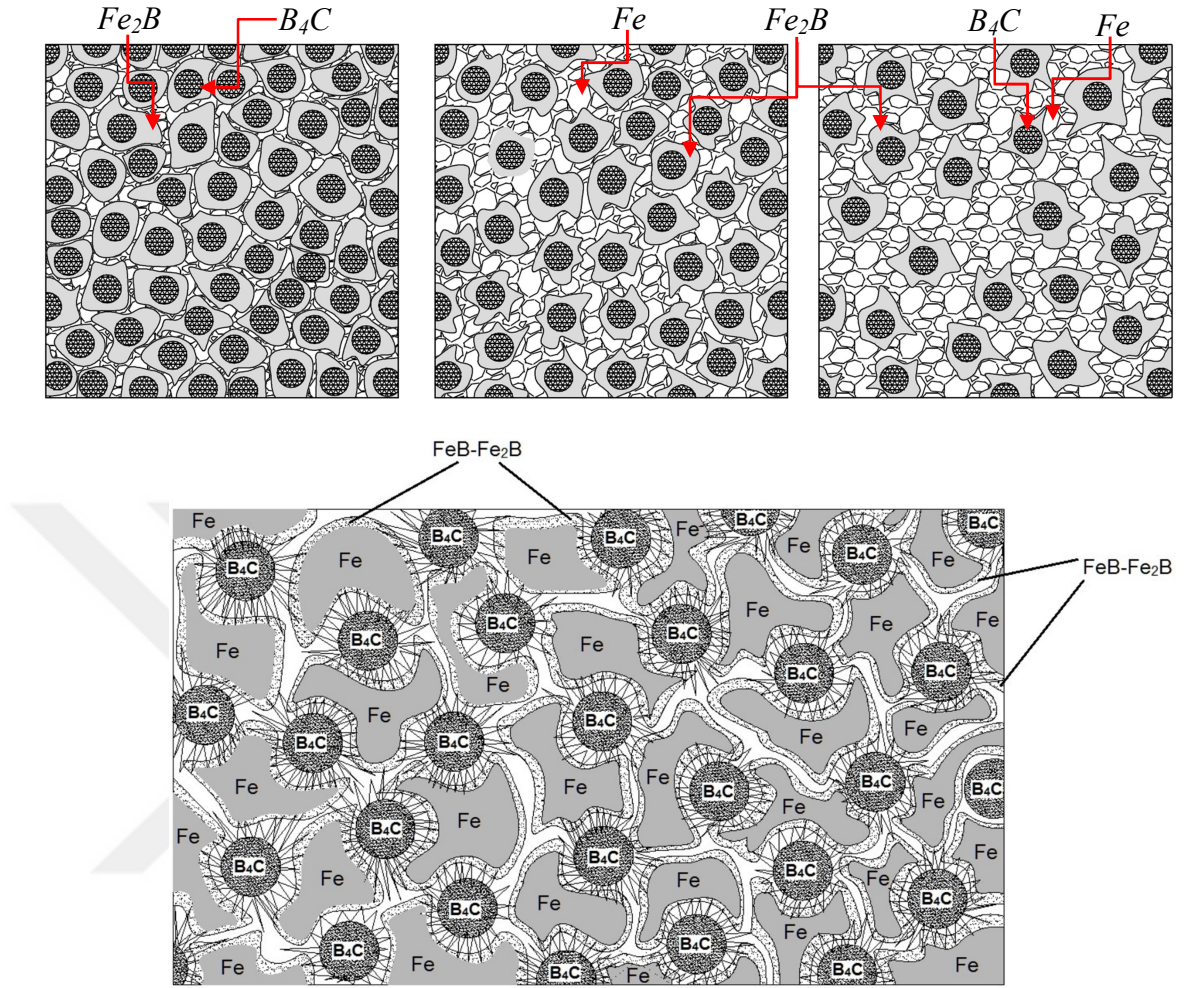


Şekil 2.12. Farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde yapılan sinterleme işlemlerinin şematik grafikleri.

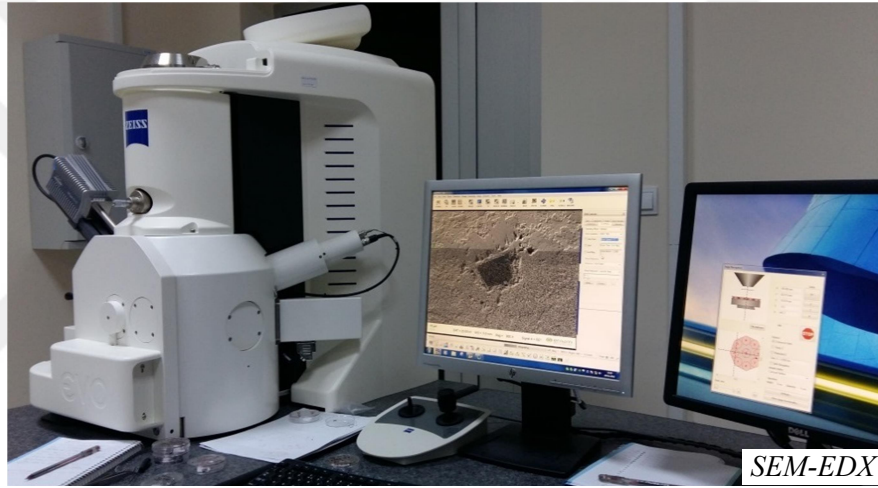
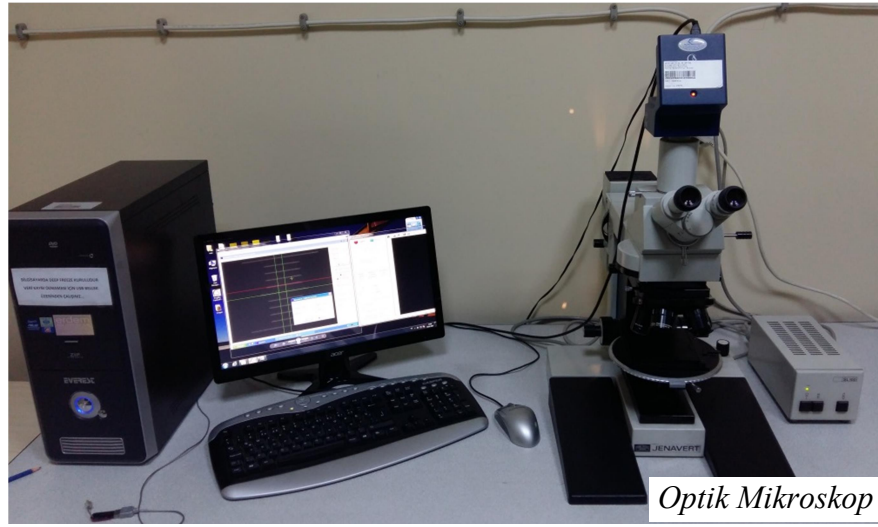
Kompozitlerin sinterleme sıcaklıkları Şekil 2.13'deki Fe-B faz diyagramına göre 1000-1300°C aralığında olacak şekilde 3 farklı değerde seçilmiş ve optimum sinterleme sıcaklığı ile sinterleme süreleri araştırılmıştır. Sinterlemenin etkisi ile iç yapıda oluşması öngörülen ve takviye oranına göre değişmesi beklenen ikincil borür fazları şematik olarak Şekil 2.14'te gösterilmiştir. Metalografik incelemelerde kullanılan bölüm laboratuvarına ait optik mikroskop ile SEM, EDX, XRD ve mikro sertlik analizlerinin yapıldığı Erciyes Üniversitesi ERNAM ve TAUM Araştırma Merkezlerindeki cihazlar Şekil 2.15'de görülmektedir.



Şekil 2.13. Fe-Bor faz denge diyagramı.



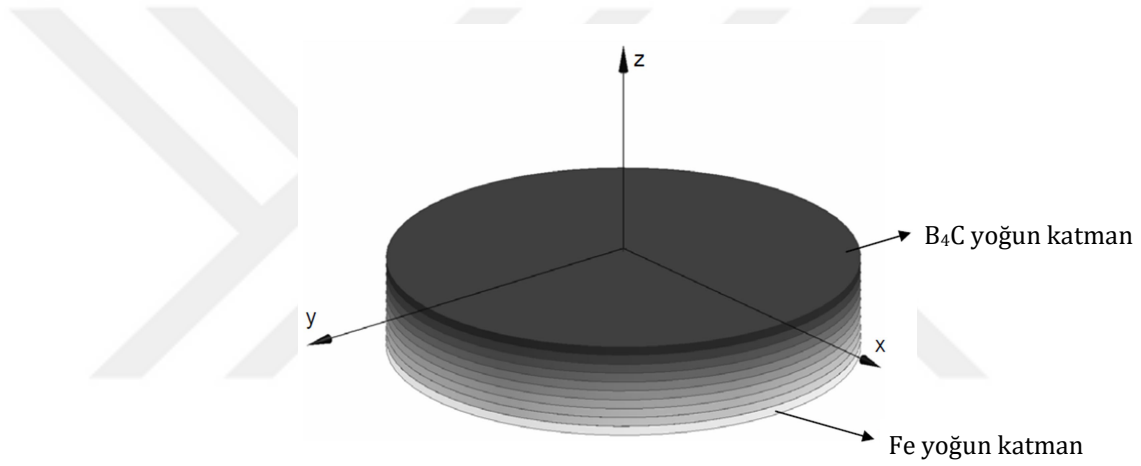
Şekil 2.14. Fe ile B/B₄C arasında takviye oranına bağlı öngörülen şematik ikincil faz oluşumu.



Şekil 2.15. Metalografik analizlerde kullanılan cihazlar.

2.2. Fonksiyonel Derecelendirilmiş Numunelerin (FDM) Üretimi

Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin üretim metotları üzerine yapılmış birçok çalışma bulunmakta ve farklı tekniklerle bu malzemelerin başarılı şekilde üretildikleri anlaşılmaktadır [1-27,46-54]. Bu çalışmada FDM kompozit numuneler, derecelendirilmemiş kompozitlerin üretiminde olduğu gibi toz metalürjisi yöntemiyle sıcak pres altında toz istifleme yöntemiyle üretilmiştir. Alt yüzeyde takviyesiz Fe, üst yüzeyde ise B₄C yoğun katmana doğru fonksiyonel bir şekilde toz karışımları serilmiştir (Şekil 2.16)



Şekil 2.16. Fonksiyonel derecelendirilmiş şematik dairesel kompozit numune [171].

Kalınlığı doğrultusunda 10 ve 20 katmanlı olarak üretilen FDM kompozit numunelerin her katmandaki hacimsel seramik oranı (%V_c), kompozisyonel gradyant değerinin (*n*) aşağıdaki denklem doğrultusunda lineer (*n:1*) veya non-lineer (*n:0,1-n:5*) olacak şekilde değiştirilmesiyle belirlenmiş ve her katman için ayrı kaplarda toz karışımları hazırlanmıştır.

Seramik (*c*) ve metal (*m*) tozlarının hacimsel oranları arasındaki ilişki

$$V_c + V_m = 1$$

eşitliği ile ifade edilmektedir. Bileşim oranı, numune kalınlığı (*h*) boyunca konumun (*z*) fonksiyonu olarak;

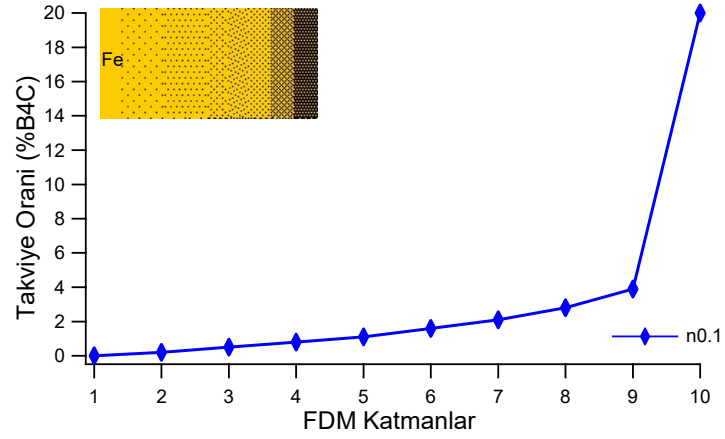
$$V_c(z) = \left(\frac{z}{h} \right)^n$$

şeklinde ifade edilmektedir. Burada $V_c(z)$ numunenin herhangi bir z mesafesindeki seramik bileşenin hacimsel oranı, h numunenin kalınlığı, n kompozisyonun değişimini ifade eden fonksiyonel gradyandır. n değerlerinin büyümesi seramik yoğunluğunun etkili ve geçişin yavaş olmasını ifade ederken, n değerinin küçülmesi yüzeydeki seramik yoğun bölgeden metale geçişin daha hızlı ve çabuk olmasını ifade etmektedir. Sertlik, iç yapı ve diğer mekanik davranışlar üzerinde kompozisyonel gradyantın etkilerini araştırmak amacıyla üç farklı n değeri için ($n:0,1$, $n:1$ ve $n:5$) karışım tozları hazırlanmıştır (Tablo 2.6). Şekil 2.17-2.19’de farklı n değerindeki FDM numunelerin takviye oranı değişimleri görülmektedir.

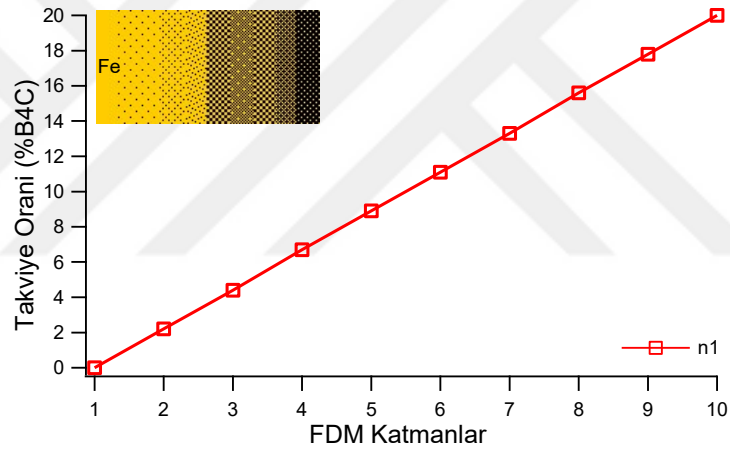
Tablo 2.6. FDM numunelerin her katmanı için hesaplanan hacimsel %B₄C takviye oranları.

Katmanlar	%B ₄ C (Hacimsel)		
	$n:0,1$	$n:1$	$n:5$
1.katman	0	0	0
2.katman	0,2	2,2	8,9
3.katman	0,5	4,4	14,3
4.katman	0,8	6,7	17,4
5.katman	1,1	8,9	18,9
6.katman	1,6	11,1	19,7
7.katman	2,1	13,3	19,9
8.katman	2,8	15,6	20
9.katman	3,9	17,8	20
10.katman	20	20	20
Toplam	Hacimce %3.3 B ₄ C %96.7 Fe	Hacimce %10 B ₄ C %90 Fe	Hacimce %16 B ₄ C %84 Fe

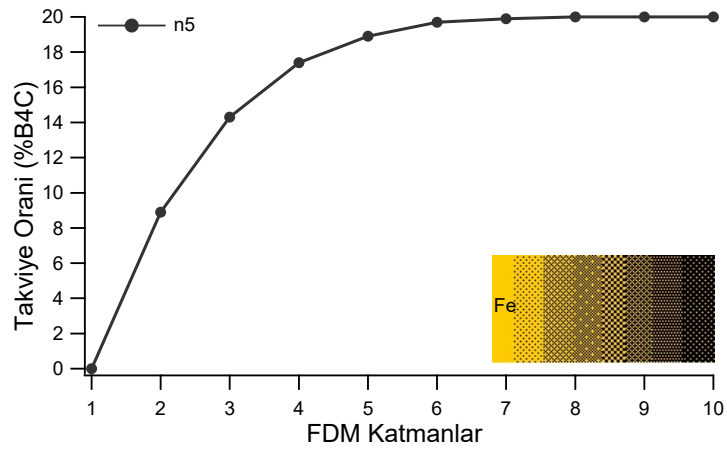
FDM numunelerin seramik yoğun katmanındaki takviye oranı ($V_{c_{max}}$) maksimum sertlik, homojen ikincil faz dağılımını sağlamak ve tabaka ayrılması gibi oluşan problemleri gidermek amacıyla farklı değerler denenmiş (%90, %70, %50, %20), oluşan üretim problemlerine göre oran azaltılmıştır. 10 katmanlı FDM numunelerde her kademe kalınlığı 1 mm, 20 katmanlı numunelerde ise 0,5 mm olarak seçilip toplamda 10 mm kalınlığında 30 mm çapında farklı $V_{c_{max}}$ takviye oranına sahip dairesel numuneler üretilmiştir. FDM numunelerin ön üretim çalışmalarında farklı teknikler uygulanmış ve tabaka ayrılmasını önleyen en uygun yöntem belirlenmiştir.



Şekil 2.17. $n:0,1$ numunesinin takviye oranı değişim grafiği.

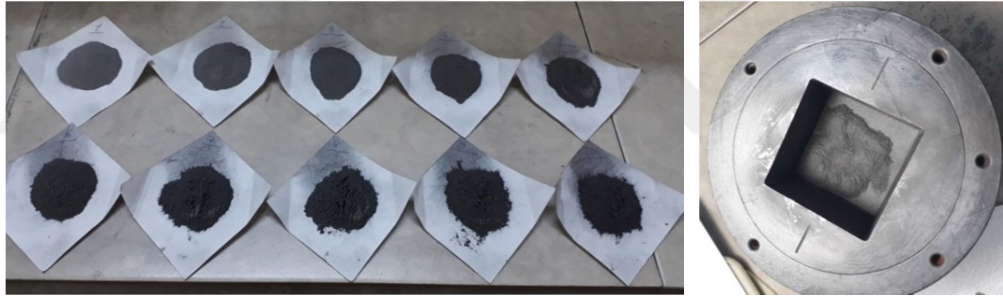


Şekil 2.18. $n:1$ numunesinin takviye oranı değişim grafiği.



Şekil 2.19. $n:5$ numunesinin takviye oranı değişim grafiği.

Kalıp boşluğuna öncelikle takviyesiz Fe tozunun alt katmanda olacak şekilde serilmesiyle başlanmış ve seramik yoğun katmana doğru bütün katmanlar Al zımba ile el kuvveti uygulanarak kalıp içerisine sırayla serilmiştir. Kalıp içerisinde iki pul arasında konumlandırılan katmanlanmış toz istifi tübüler fırın içerisine yerleştirilmiş ve pres basıncı uygulanmadan önce 500°C sıcaklığa ısıtılmıştır. Bu sıcaklık değerine ulaşıldığı anda düşük hızda basınç tatbik edilmiş ve 50 bar (600 MPa) basınç altında 30 dakika boyunca basınç sürekli uygulanmıştır. Bu süre sonunda fırın kapatılırken aynı zamanda basınç tatbiki kaldırılmış ve kalıp oda sıcaklığına doğal soğumaya bırakılmıştır. Daha sonra numune kalıptan çıkartılmış ve sinterlenmiştir. Prizmatik geometrideki FDM numuneleri için de benzer şekilde, her katman için toz karışımları hazırlanmıştır. Her katmanın karışım tozu el ile kalıp boşluğuna serilmiş daha sonra sıcak presleme yöntemiyle bütün katmanlar (10 katman) 240 MPa basınç altında kompaktlanmıştır (Şekil 2.20).



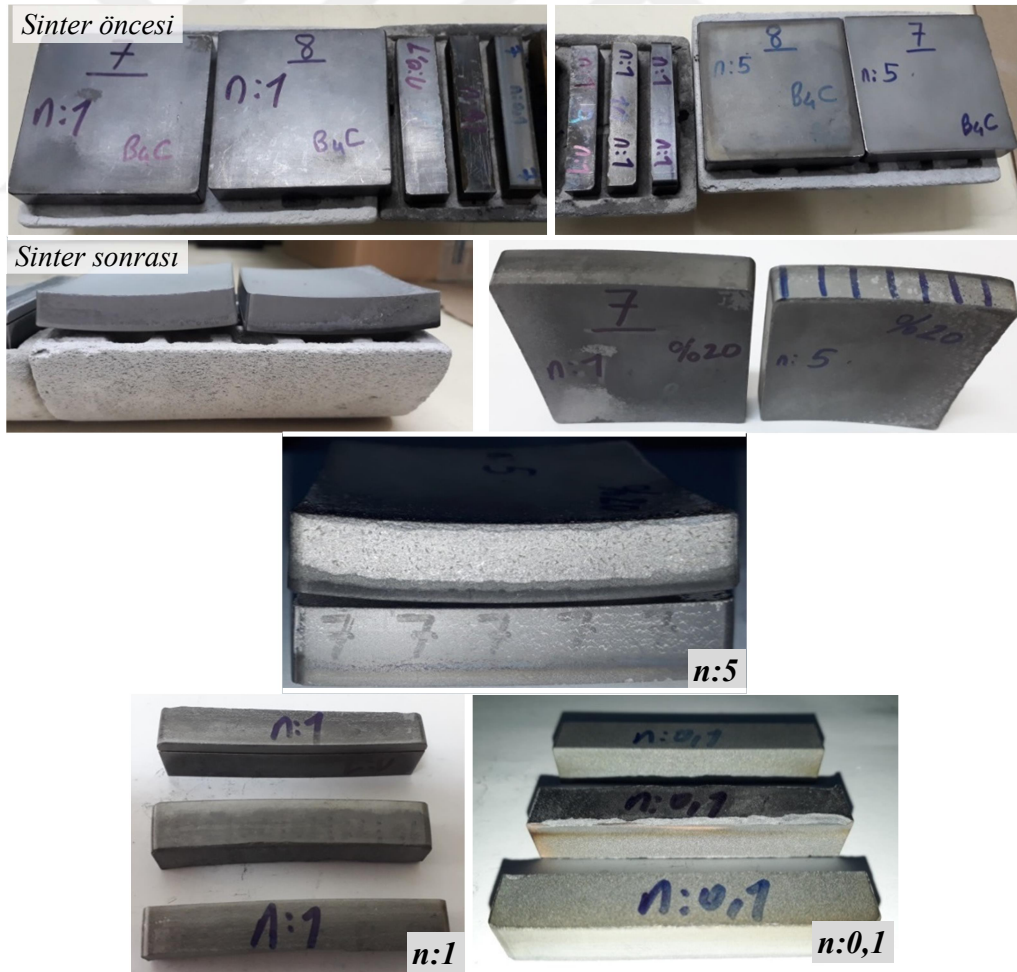
Şekil 2.20. Her bir FDM katmanı için hassas tartılarak hazırlanmış toz karışımları ve kalıp boşluğuna serimi.

FDM numunelerin sıcak preste kompaktlanması ve kalıptan çıkarılması sırasında karşılaşılan dağılma ve tabaka ayrılmasının giderilmesi amacıyla ayrılabilir iç kovana sahip, dairesel ve kare boşluklu kalıpların üretimi yapılmış ve bu problem başarılı şekilde giderilmiştir. H13 sıcak iş takım çeliğinden yapılan kalıplar (~40 HRC) Şekil 2.21’de görülmektedir. Seramik yoğun katmanı $V_{\text{cmax}}: \%50$ değerinde üretilen FDM numunelerinde özellikle 4.katmandan ($\%22,2 \text{ B}_4\text{C}$) sonraki tabakalarda ayrılma ve dağılmalar olmuştur. Görülen bu dağılma probleminin giderildiği $V_{\text{cmax}} : \%20$ oranına sahip dairesel ve kare (55x55x10mm) numunelerinde ise 1000°C, 30 dk basınçsız sinter sonrasında çarpılmalar ve boyutsal değişimler gözlenmiştir (Şekil 2.22). Gradyant değerinin artmasıyla çarpılma derecesi de artmıştır.



Şekil 2.21. Ayrılabilir iç kovana sahip a) kare ve b) dairesel H13 çelik kalıplar.

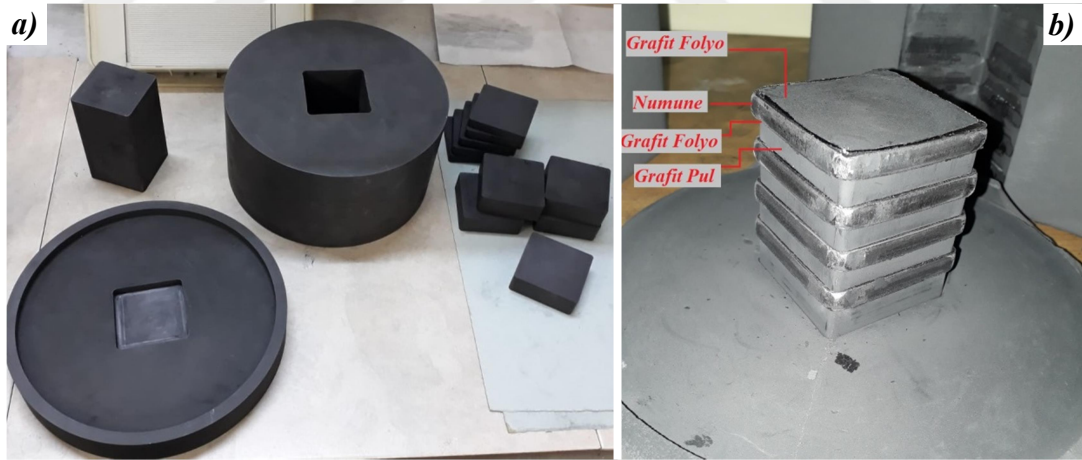
Bu problemi gidermek amacıyla sıcak presten çıkartılan kare FDM numuneleri, Makine Mühendisliği Mekanik Laboratuvarında bulunan 1100°C limitli, 50 ton kapasiteli atmosfer kontrollü MSE 1100-50 model sıcak preste (Şekil 2.23) üretimi yapılan grafit kalıp içerisinde (Şekil 2.24) 1000°C sıcaklıkta 30 dk süresince sinterlenmiştir. Grafit kalıp içerisine en fazla 4 adet FDM numune yerleştirilmiş ve her numune arasına grafit pul ve grafit folyo serilmiştir (Şekil 2.24). Sinterleme süresince 3 ton basınç, fırın oda sıcaklığına soğuyana kadar tatbik edilmiştir. Yine sinterleme süresince fırın içerisinde koruyucu atmosfer oluşturmak için sürekli argon gazı beslenmiştir. Bu fırında bir sinter işlemi yaklaşık 24 saat sürmüştür, nihayetinde kalıptan çıkartılan numunelerde herhangi bir dağılma veya çarpılma hasarı oluşmamıştır (Şekil 2.25). Numunelerin yüzeyleri temizlendikten sonra tel erozyonda kesilmiş, yüzeyleri 800 grid zımpara ile parlatılarak termal şok ve mekanik deneylere hazır hale getirilmiştir.



Şekil 2.22. Basıncsız sinterleme sonrasında FDM kompozitlerde meydana gelen boyutsal değişimler.

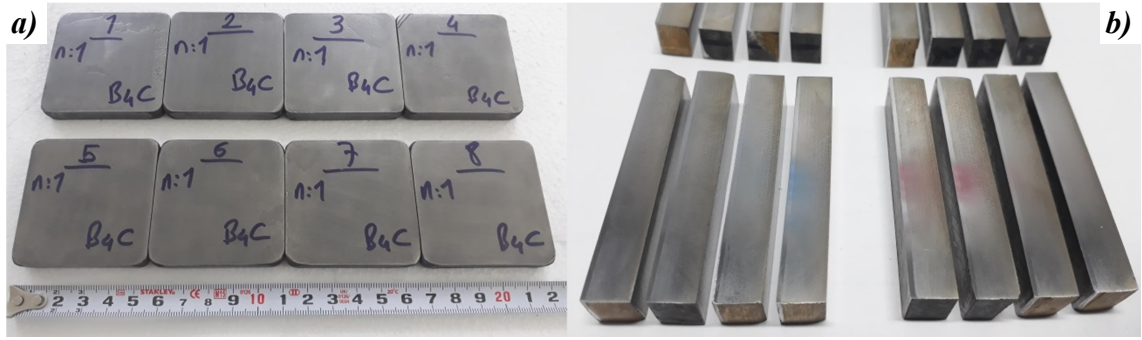


Şekil 2.23. MSE 1100-50 atmosfer kontrollü manuel sıcak pres (max 1100°C, 50 ton).



Şekil 2.24. a) Grafit kalıp seti ve b) numune yerleşimi.

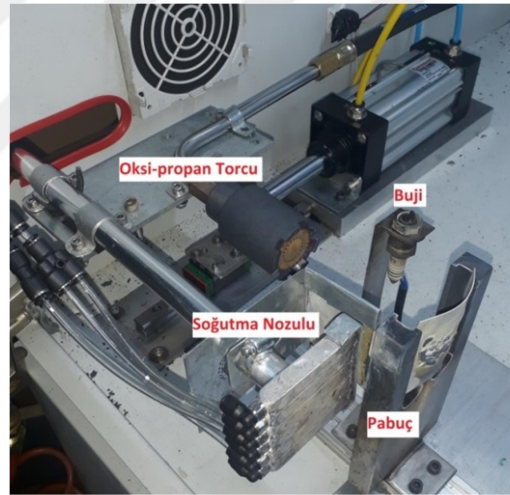
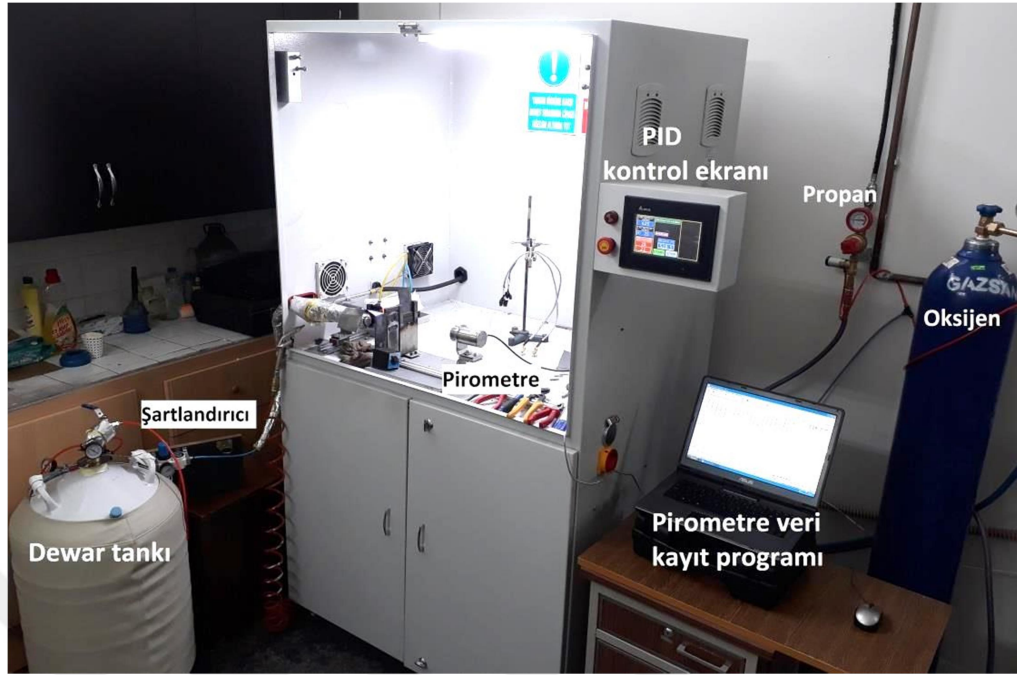
Derecelendirilmemiş ve FDM kompozitlerin üretiminde kullanılan tozlar $\text{Fe} < 44 \mu\text{m}$ + B_4C 1-7 μm , $\text{B} < 40 \mu\text{m}$ ve $\text{Fe} < 1-9 \mu\text{m}$ + B_4C 12-40 μm , $\text{B} < 40 \mu\text{m}$ partikül boyutuna sahiptir. Üretilen FDM numuneler, farklı üretim parametrelerinin anlaşılabilmesi amacıyla kodlanmıştır. Örneğin; $\text{Fe}/\text{B}_4\text{C}/0,5/1/0,1/10 = \text{Fe}-\text{B}_4\text{C}/V_{c_{\max}}:\%50 / \text{fonksiyonel gradyant } n:1 / \text{her tabaka kalınlığı: } 0,1 \text{ cm} / \text{toplam katman sayısı: } 10$.



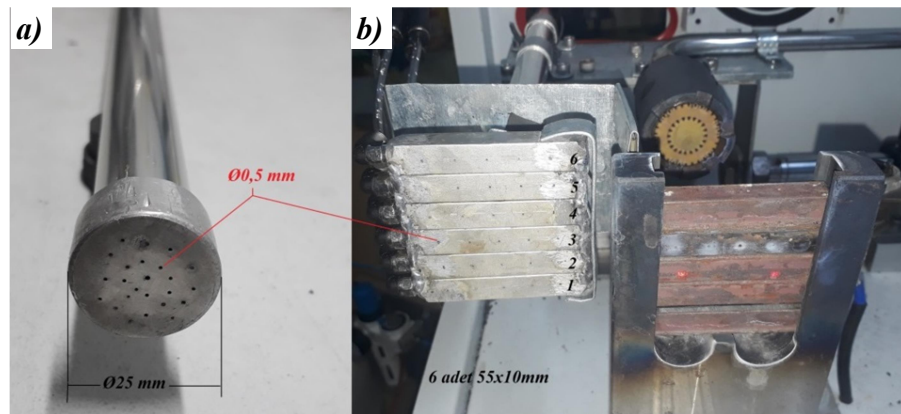
Şekil 2.25. a) Basınç destekli sinterlenmiş, b) tel erozyon ile kesilmiş ve parlatılmış FDM ($n:1$) numuneleri.

2.3. Termal Şok Test Yöntemi

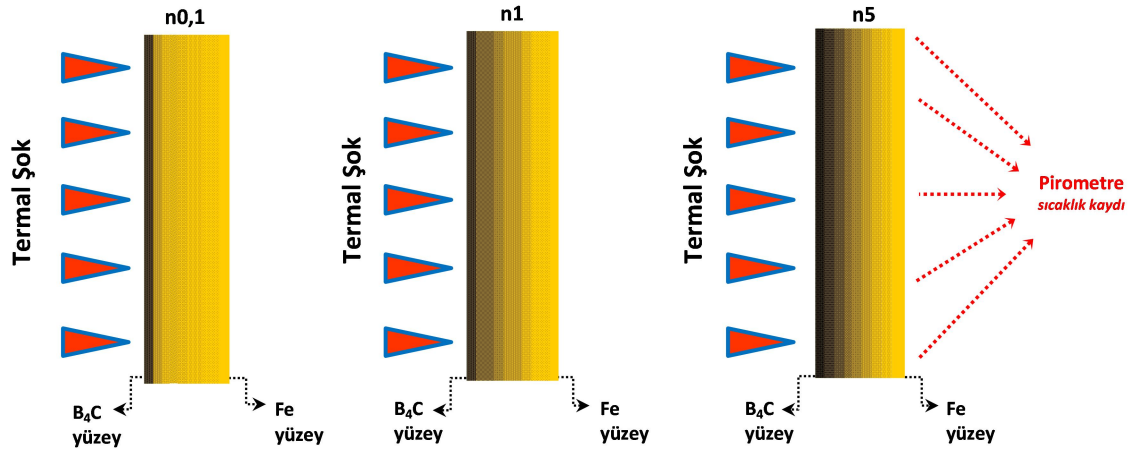
Malzemelerin termal şok direncinin belirlenmesinde farklı test yöntemleri bulunmakta fakat hangi yöntemin avantajlı veya en uygun olduğuna kesin olarak ulaşılamamaktadır. Literatürde genel olarak ısıtma termal şoku ve soğutma termal şoku olmak üzere iki grupta incelenen prosesin ısıtma şokunda; oksijen ile asetilen, hidrojen veya propanın kullanıldığı gaz alevli şok üniteleri, jet motoru şok ünitesi, hava-hava veya sıvı-sıvı çevrimli termal şok odaları (fırınları), yüksek güçlü radyasyon, kaynar daldırma, yüksek güçlü lazerle ısıtma gibi tekniklerin uygulandığı görülmüştür. Soğutma termal şok yöntemleri ise su içerisinde soğutma, sıcak yüzeye soğuk hava veya su jeti uygulamasıdır [2,4,14,24,27,29]. Çalışma kapsamında ani sıcaklık değişiminin pratik olarak uygulanabileceği ve numunenin sabit kalacağı gaz alevli yazılım kontrollü termal şok cihazı imal edildi (Şekil 2.26). Isıtma çevriminde gaz alevi olarak oksijen ile propan, soğutmak için ise basınçlı hava+su jeti numuneler üzerine tatbik edilmiştir. Isıtma ve soğutma sırasında pabuç üzerinde sabitlenen numunenin arka yüzeyindeki sıcaklık, pirometre ile ölçülmüş, farklı sıcaklık genlikleri ile çevrim sayıları kontrol ünitesinden girilerek uygulanabilmektedir. Daire ve prizmatik numunelerin bütün yüzeylerini homojen ve etkili şekilde soğutabilmek için Şekil 2.27’de görülen alüminyum nozullar imal edilmiştir. 25 mm çapındaki dairesel nozul üzerine 0,5mm çapında 20 adet delik açılmıştır. 6 kanallı kare nozul üzerine ise her kanalda 5 adet olmak üzere 0,5mm çapında 30 delik açılmıştır. Şekil 2.28’de şematik gösterilen termal şok deneyleri B₄C yoğun sert yüzeyden tatbik edilmiş, arka yüzeyden ise sıcaklık verileri alınmıştır.



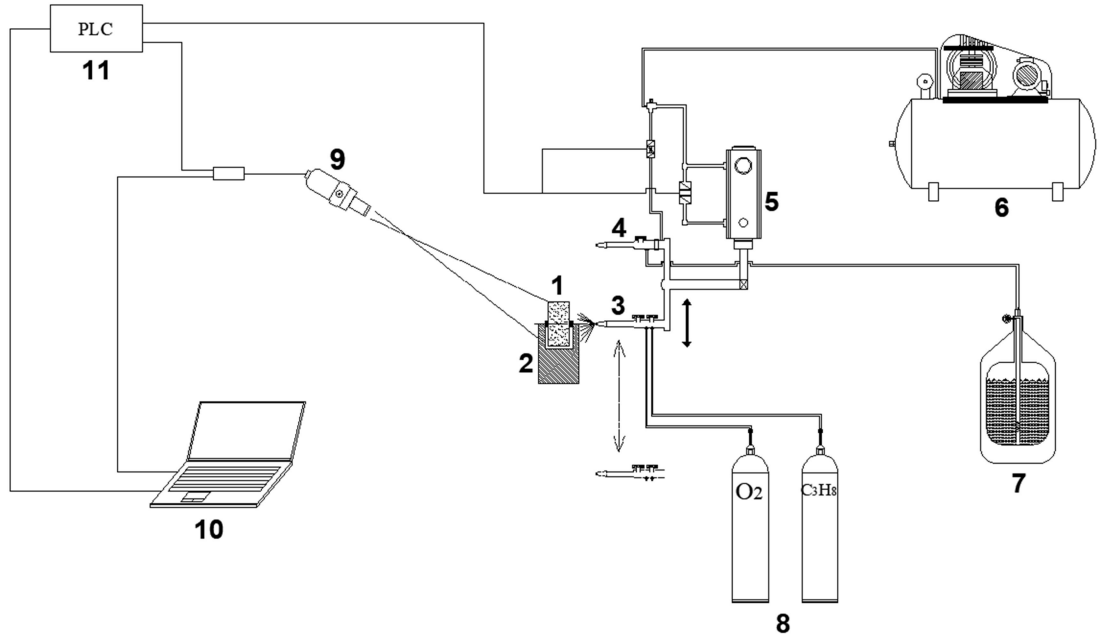
Şekil 2.26. Termal şok cihazı.



Şekil 2.27. a) Dairesel ve b) kare soğutma nozulları.



Şekil 2.28. FDM numunelerin şematik termal şok testi.



Şekil 2.29. Şematik termal şok deney sistemi.

Şekil 2.29’da şematik olarak gösterilen termal şok çevrim sisteminin temel elemanları ve görevleri aşağıdaki gibidir;

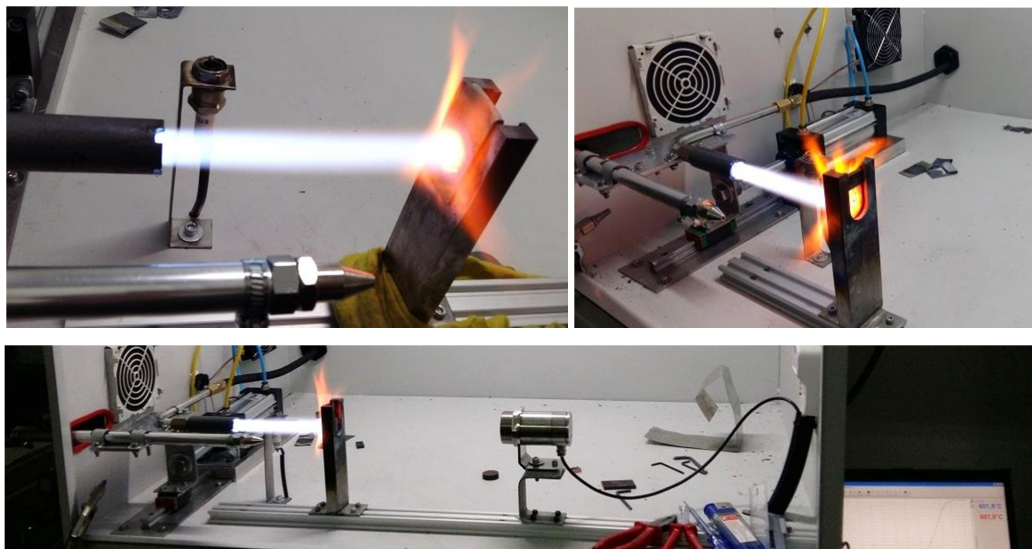
1. *Deney numunesi:* Dairesel ($\text{Ø}30\text{mm} \times 10\text{mm}$) ve prizmatik ($55 \times 55 \times 10\text{mm}$) Fe/B₄C-B kompozit numuneler ısıtma ve soğutma nozullarının karşısına ve merkezi olacak şekilde pabuç üzerinde sabitlenmiştir.

2. *Pabuç (numune sabitleme aparatı):* Pabuç yüzeyinde numune ile aynı profilde kanal bulunmaktadır. Numunenin termal çevrim deneyleri esnasında yerinden çıkmasını önleyecek ve aynı zamanda genişmesine de müsaade edecek şekilde radyal ve eksenel yönlerde fazlalık verilerek genişleme payı bırakılmıştır. Pabuç, ileriye dönük olarak farklı boyut ve geometrideki numuneleri de bağlayabilmek için tabla üzerinden çıkartılabilir ve değiştirilebilir. Aynı zamanda torç ile numune arasındaki mesafe alev bölgesi ve ısıtma-soğutma hızını ayarlamak için tabla rayı üzerinde hareket edebilmektedir.
3. *Isıtma torcu:* Numuneyi aniden ısıtmada kullanılan oksî-propan torcu daire ve kare numunelerin bütün yüzeyine alev tesiri için 25 ve 45 mm çapındadır. Soğutma çevriminde gaz akışı kesilirken ısıtma çevrimine geçildiğine otomatik olarak gönderilen gaz karışımı buji ile yine otomatik olarak ateşlenmektedir.
4. *Soğutma torcu:* Numuneyi aniden soğutmada kullanılan daire ve 6 kanallı kare torç ile soğutucu ortam olarak basınçlı hava+su oluşturulmuştur. Isıtma çevrimi sırasında hava ve su akışı otomatik olarak selenoid valf ile kapatılmıştır.
5. *Pnömatik piston:* Üzerine monte edilen ısıtma ve soğutma torçlarını yazılıma girilen termal şok parametrelerine göre ileri/geri hareketini sağlamıştır.
6. *Kompresör:* Pnömatik silindire ileri-geri hareketini, soğutma nozuluna ise basınçlı hava tedarikini sağlamıştır.
7. *Dewar Kabı:* Isıtılan numunenin aniden ve etkili şekilde soğutulmasında kullanılacak soğuk suyun saklanması ve şartlandırıcıya basınçlı şekilde gönderilmesinde kullanılmıştır.
8. *Oksijen ve Propan tüpleri:* Numunenin ısıtılmasında kullanılacak oksijen ve propan gazlarını muhafaza edecektir.
9. *Pirometre:* Sıcaklık değişimleri temassız sıcaklık sensörü-pirometre ile alınmıştır. PLC yazılımı pirometreden alınan veriler ile pnömatik piston hareketini sağlamıştır. Pirometrenin gönderdiği lazer ışını oksî-propan alevinden etkilendiği için veriler numunelerin arka yüzeyinden alınmıştır. Ön yüzey sıcaklığı ise K ve R tip termokupl ile belirlenmiştir.
10. *Bilgisayar:* Sıcaklık değişimleri pirometre yazılımı ile bilgisayara kaydedilmiştir.

11. PLC: Geliştirilen yazılıma girilen termal şok parametrelerine göre süre veya pirometre sıcaklık verisini kullanarak piston, oksî-propan gazları ve basınçlı hava valflerini kontrol etmiştir.

2.4. Isıtma-Soğutma Hızı ve Alev Isıl Enerji Değerinin Belirlenmesi

Üretilen kompozit numuneler farklı oranlarda takviye elemanı içerecekleri için numunenin tamamının belirlenen sıcaklık değerlerine ulaşma süreleri dolayısıyla sıcaklık değişim hızları, aynı ısıtma ve soğutma şartları altında her numunede farklı olacaktır. Bu nedenle numunenin ısıtılan ve soğutulan yüzeyi ile arka yüzeylerinden eş zamanlı sıcaklık ölçümleri yapılmıştır. Termal şok testi için belirli bir standart bulunmamaktadır. Deneylerde kullanılan parametreler ön testler yapıldıktan sonra sabit olarak tutulmuştur. Çalışmada birim zamanda numunenin yüzeyine uygulanacak ısıtma veya soğutma hızları, numune ile torçlar arası mesafenin değişmesiyle farklı değerlerde olacaktır. Her test için aynı şartları sağlamak amacıyla esas deneylere geçmeden önce 0,5 mm, 1 mm, 5 mm ve 10 mm kalınlığındaki düşük karbonlu Fe plakalar üzerinde farklı mesafelerden ısıtma ve soğutma testleri yapılarak birçok parametrenin etkisi kapsamlı şekilde araştırılmış ve optimize edilmiştir. Şekil 2.30'da yapılan deneylere ait fotoğraflar görülmektedir.



Şekil 2.30. Fe plakalar üzerinde yapılan termal şok deneyleri.

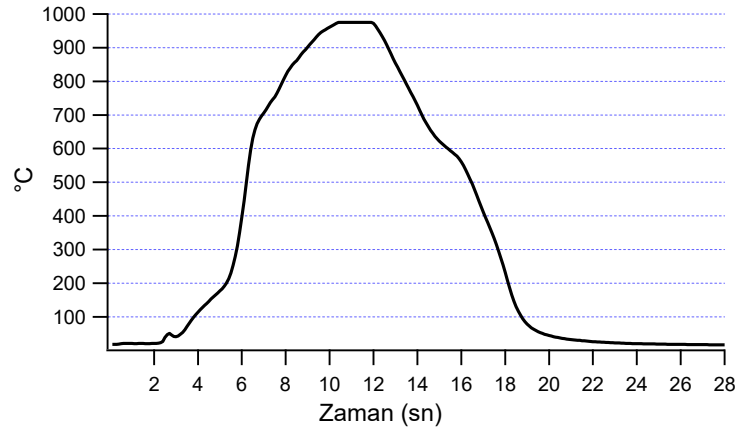
Oksi-propan alevi pirometre ile ön yüzeyden ölçüm alınmasını etkilediği için sıcaklık değişimleri numunenin arka yüzeyden alınmıştır. Ön ve arka yüzeydeki sıcaklık farkı özellikle fonksiyonel derecelendirilmiş kompozitlerde değişken olacağından Fe plakalar üzerinde ısıtma ve soğutma deneyleri ile ısıtma ve soğutma kapasiteleri araştırılmıştır.



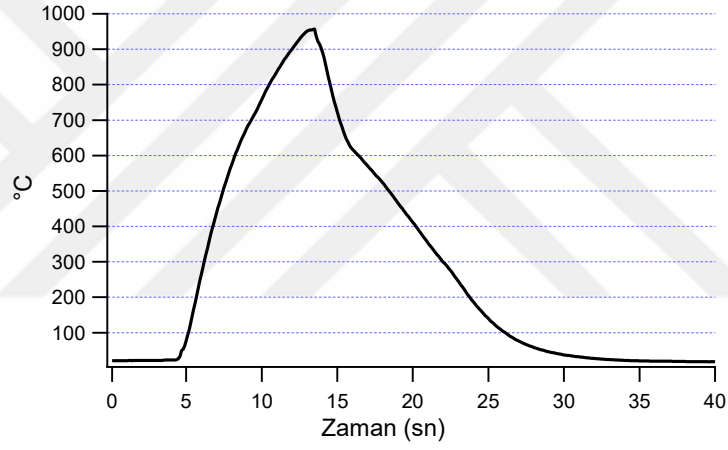
Şekil 2.31. Oksi-propan alevi.

Yaklaşık 30 cm uzunluğunda oluşan oksi-propan alevinin ($O_2 + C_3H_8$) (Şekil 2.31) torca göre 15 ve 11 cm mesafelerinden ısıtma, su-hava torcunun ise 3 ve 6 cm mesafelerinden soğutma deneyleri yapılmıştır. Dairesel ve kare numuneler için 2 farklı boyutta temin edilen oksi-propan kafaları 25 mm ve 45 mm çapında olup nozuldan çıkan alev, pabuca yerleştirilen 30mm çapındaki dairesel ve 55x55mm boyutundaki kare numunelerin yüzey alanına tamamen tesir etmiştir. Alev-torc arası 11 cm mesafesinde en hızlı ısıtma gerçekleşmiştir. Soğutmada ise sadece havanın soğutma etkisi düşük olmuş, basınçlı hava+su karışımı ile daha hızlı soğutma etkisi oluşmuştur.

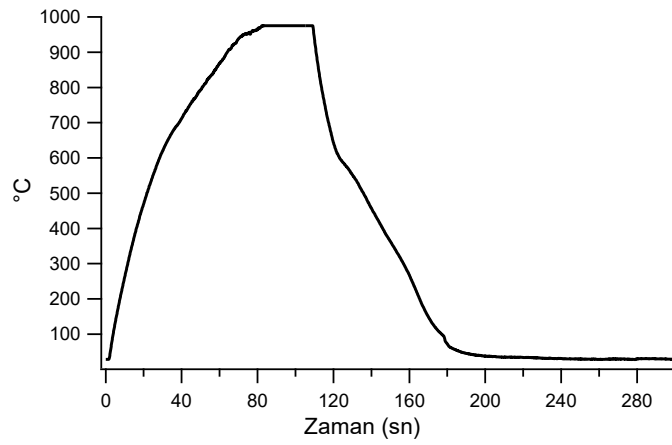
Şekil 2.32-2.35'te farklı kalınlıktaki Fe numunelere ait oda sıcaklığından ısıtma ve soğutma grafikleri incelendiğinde hızlardaki farklılık açıkça görülmektedir. Plaka kalınlığı arttıkça ısınma ve soğuma süreleri artmış, aynı sıcaklığa ulaşma hızları azalmıştır. Şekil 2.36'da ise torc ile numune arasındaki mesafenin soğutma hızı üzerindeki etkisi gösterilmiştir.



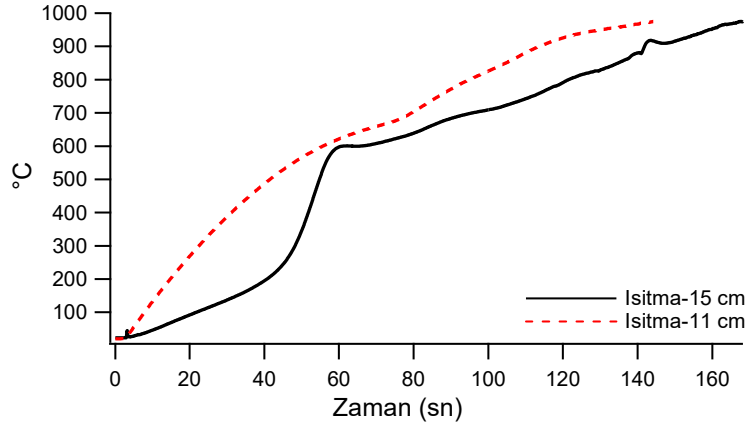
Şekil 2.32. Fe sac (0,5 mm) ısıtma-soğutma grafiği.



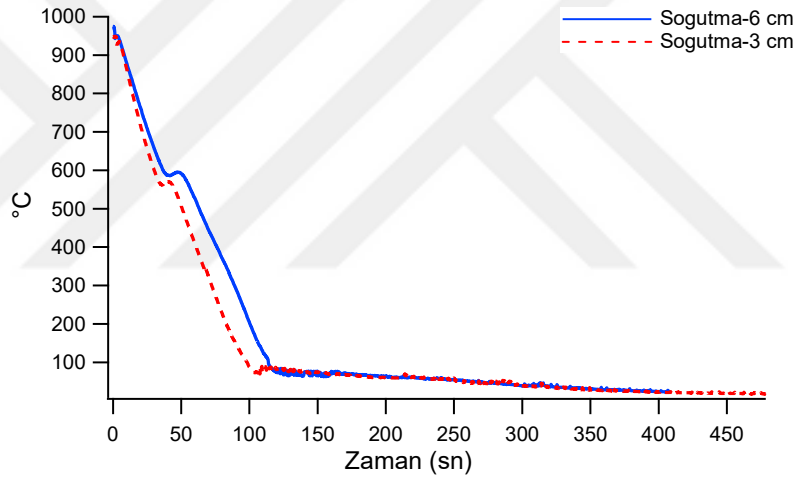
Şekil 2.33. Fe sac (1 mm) ısıtma-soğutma grafiği.



Şekil 2.34. Fe sac (5 mm) ısıtma-soğutma grafiği.



Şekil 2.35. Fe plaka (10 mm) 15 ve 11 cm ısıtma grafiği (max:975°C).



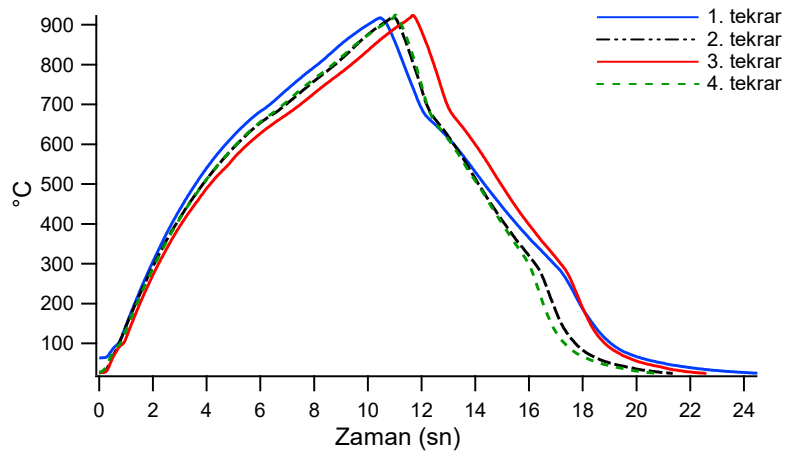
Şekil 2.36. Fe plaka (10 mm) 6 ve 3 cm soğutma grafiği (975°C'den)

Anemometre ile yapılan ölçümlerde (Şekil 2.37) soğutma nozulundan 4 cm mesafedeki havanın hızının minimum 21 m/sn, maksimum 43 m/sn aralığında değiştiği görülmüştür. 4-6 bar basınç aralığında çalışmakta olan kompresör, nozula ortalama 32 m/sn hızında hava akışı sağlamaktadır. Soğutma çevriminde dewar kabında 10°C'ye soğutulan ve muhafaza edilen su kullanılmıştır. Basınçlı hava içerisine beslenen su, şartlandırıcıda debisi ayarlandıktan sonra verilmiştir. Nozuldan pulvarize halde çıkan hava+su içerisindeki suyun debisi dairesel nozul için 0,006 Lt/dk, 6 kanallı kare nozul için 0,04 Lt/dk olarak hesaplanmıştır.



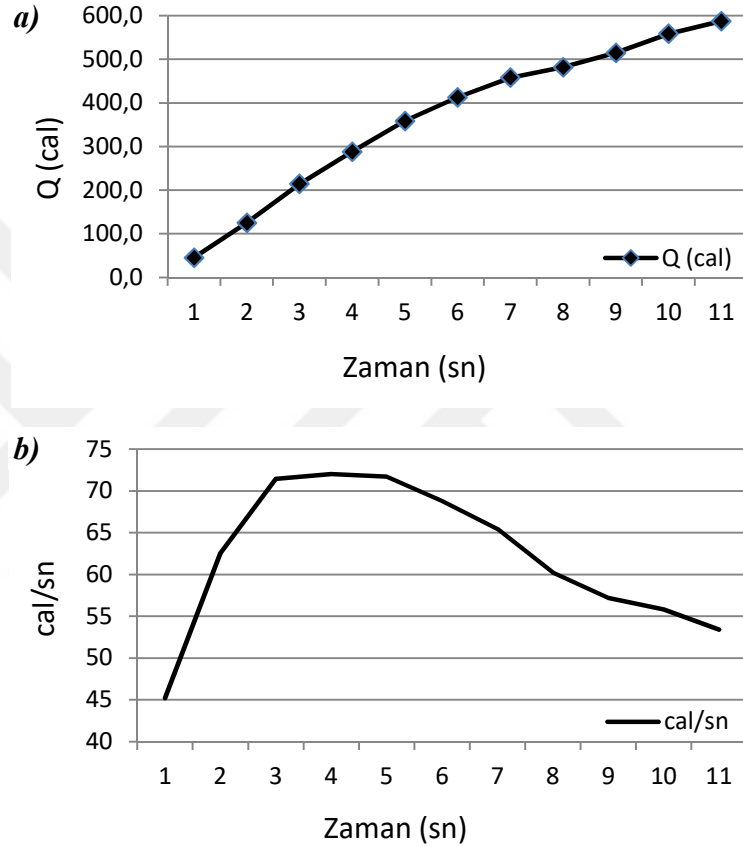
Şekil 2.37. Dairesel nozuldan hava akış hızının anemometre ile belirlenmesi.

Termal şok deneylerine başlamadan önce ısıtma ve soğutma hızlarını belirlemek amacıyla 1mm kalınlığındaki Fe sac plakalar üzerinde tekrarlı denemeler yapılmış, sıcaklık eğrileri birbirine çok yakın çıkmıştır. Ortam sıcaklığından 900°C'ye kadar yapılan ısıtma ve tekrar soğutma deneyleri sonucunda elde edilen sıcaklık eğrileri Şekil 2.38'deki grafikte gösterilmiştir. Alevin vermiş olduğu ısı enerjisi değeri, kütlesi ve ısı sığası bilinen Fe plakanın ilk ve son sıcaklıkları ölçülmek suretiyle belirli zaman aralıklarına göre değişimi ve ortalama değeri hesaplanarak bulunmuştur.



Şekil 2.38. Fe sac (1 mm) üzerinde yapılan ısıtma-soğutma çevrimine ait sıcaklık değişim eğrileri.

Şekil 2.39-a grafiğinde 1mm Fe plakanın zamanla absorbe ettiği ısı enerji değeri, Şekil 2.39-b grafiğinde belirli zaman aralıklarındaki ısı enerji değerinin değişimi görülmektedir. Maksimum sıcaklığa (920°C) ulaşılan 11 saniye süresince plakanın belirli zaman aralıklarındaki ısı enerji değerlerinin ortalaması alındığında alevin saniyede 62,17 kalori ısı enerji değerine sahip olduğu belirlenmiştir.

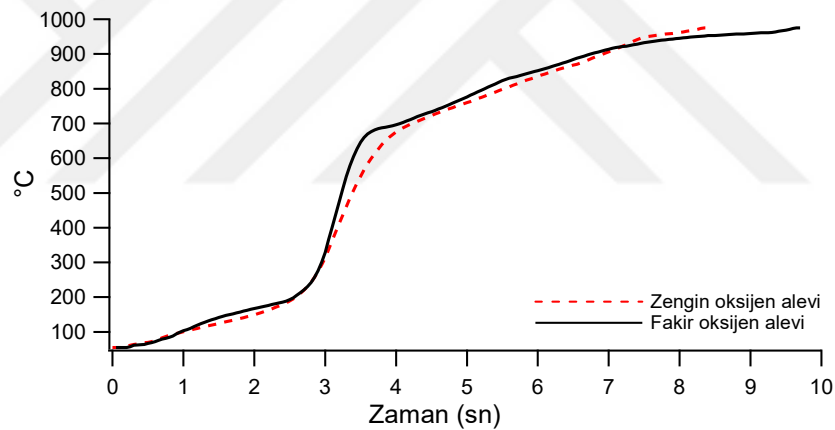


Şekil 2.39. a) 1mm Fe plakanın zamanla absorbe ettiği ısı enerji değeri, b) belirli zaman aralıklarında ısı enerji değerinin değişimi.

Yani zengin oksijen-propan alevi ile 11 cm mesafede yapılan deneylerde karşı numuneye saniyede verilen ısı enerji değeri 62,17 cal/sn olmaktadır. Bu değer, alevden dış ortama taşınım ve ışıınım yoluyla gerçekleşen ısı kayıplarından sonra bulunan değer olup, ortam şartlarının yapılacak deneyler için de aynı olacağı kabul edilmiştir. Farklı yüzey alanlarına sahip numuneler için bu değer birim alan için dönüştürülerek kullanılabilir. 1mm Fe plakanın yüzey alanı $5,15 \text{ cm}^2$ olup, birim alana saniyede $12,07 \text{ cal/sn.cm}^2$ yani $50,46 \text{ W/cm}^2$ 'lik bir ısı enerji ile sıcaklık artışı sağlanmaktadır. Bu

değer alevin verebileceği en yüksek ısıl enerji değeridir. Farklı ısı sığasına sahip malzemelerde soğurulan enerji değişecek ve sıcaklık artışı daha farklı seviyede olacaktır.

Isıtma çevriminde ilk ve son sıcaklık değerleri farkının toplam ısıtma süresine bölünmesiyle (ısıtma bölgesinin eğimi) ısıtma hızı hesaplanmıştır. Buna göre ısıtma hızı $81,16^{\circ}\text{C/sn}$ olmuştur. Soğutma hızı için de aynı şekilde yapılan hesaplamalar sonunda bulunan değer $77,8^{\circ}\text{C/sn}$ olmuştur. Oksijen miktarının değişmesiyle oluşan zengin ve fakir oksijen-propan alevinin ısıtma hızına etkisi de araştırılmış, Şekil 2.40'ta oluşturulan grafikte görüleceği üzere oksijen miktarının artırılması ısıtma hızını artırmıştır. En yüksek sıcaklığa yaklaşık 3 saniye daha kısa sürede ulaşılmıştır. Bu aşamadan sonra yapılacak diğer testler için zengin oksijen-propan alevi kullanılmıştır.

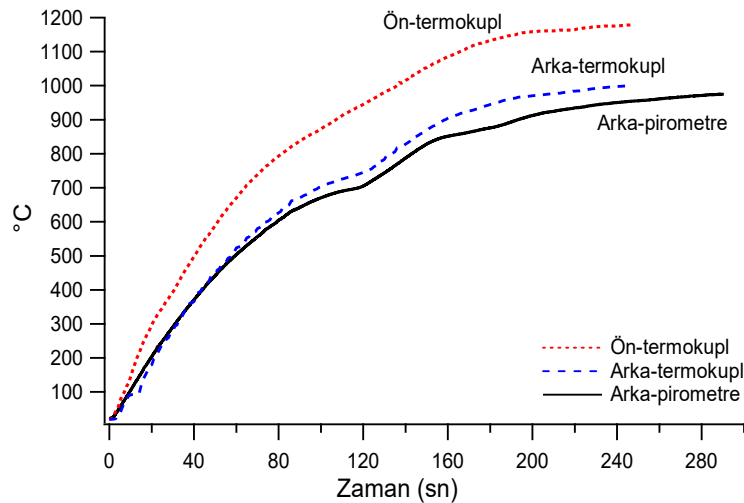


Şekil 2.40. Fakir ve zengin oksijen alevi ısıtma hızı mukayesesi (Fe sac-1 mm) .

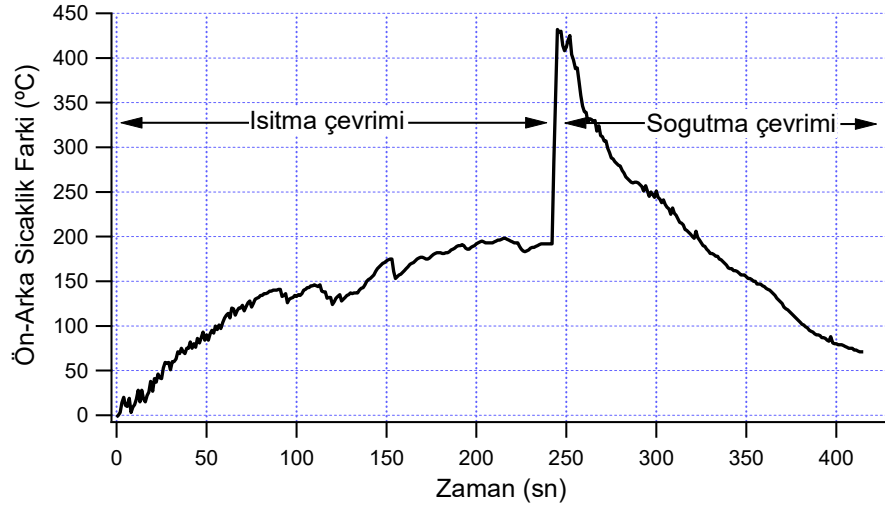
Termal şok deneyleri için temin edilen lazer pirometre cihazı 950°C ile -50°C arasındaki sıcaklık değişimlerini hassas olarak okuyabilmekte ve yazılım aracılığı ile kayıt edebilmektedir. Fakat dalga boyundaki farklılıklar nedeniyle sıcaklık değerlerinde sapmalar meydana geldiği için alevin tatbik edildiği ön yüzeyden ölçüm alınamamıştır. Numunenin ön yüzeyindeki sıcaklık değeri ile ön ve arka yüzeyler arasındaki sıcaklık farkının bilinmesi yapılacak değerlendirmeler için önemli olduğundan ön yüzeyden termokupl ile (K ve R tipi) sıcaklık ölçümleri yapılmıştır. Arka yüzeyden de pirometre ve termokupl ile ölçümler yapılarak sıcaklık farkları karşılaştırılmıştır. Ölçümler 10 mm Fe parça üzerinde ön ve arka yüzeye yakın noktadan (0,5 mm), radyal kenardan 12 mm

derinlikte açılan deliklere termokupl yerleştirilerek yapılmıştır. Ek-1 ve Ek-2’de termokupl verileri ile sıcaklık farkları gösterilmiştir. Şekil 2.41’de yapılan ölçümlere ait grafikler gösterilmiştir. Ön ve arka yüzey arasında zamanla artan sıcaklık farkları açık bir şekilde görülmektedir. İki yüzey arasındaki en yüksek sıcaklık farkı 200°C olmuştur. Şekil 2.42’de ısıtma ve soğutma çevrimleri esnasında ön ve arka yüzey arasındaki sıcaklık farkları görülmektedir. Çevrimin ısıtmadan soğutmaya geçtiği 240. saniyede oluşan sıcaklık farkı 432 °C olmuştur ve 2 saniyede numunenin iki yüzeyi arasındaki en yüksek sıcaklık farkıdır. Bu değer termal şoklamanın bir derecesi olarak düşünülebilir.

Arka yüzeyden pirometre ile alınan sıcaklık değeri ile termokupl değerleri arasında yüzeyden dış ortama taşınım nedeniyle fark oluşmuştur. 1200°C sıcaklık limitine sahip K tipi termokupl 1100°C üzerinde hatalı değerler verdiği için 1600°C sıcaklık limitli R tipi termokupl temin edilerek tekrar ölçümler yapılmıştır. Şekil 2.43 grafiğinde ön ve arka yüzeyden R tipi termokupl ile alınan sıcaklık ölçümleri ve sıcaklık farkının değişimi görülmektedir. En yüksek sıcaklık farkı ısınma çevriminin 23. saniyesinde 258 °C olarak belirlenmiştir. Soğutma çevrimim ilk başladığı anda ise (205. saniye) sıcaklık farkı 104°C olmuştur. Soğutma çevriminin ilerleyen safhalarında iki yüzey arasındaki fark azalarak denge halini almıştır.

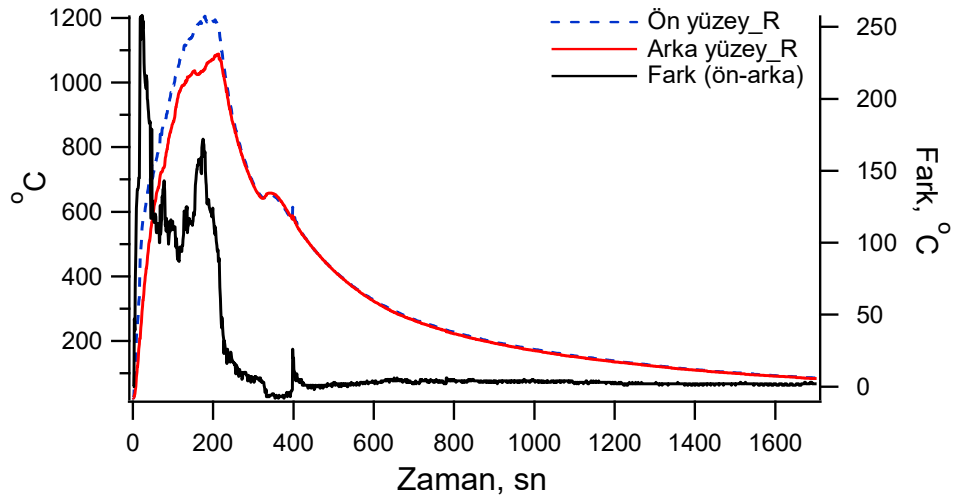


Şekil 2.41. 10mm Fe plakanın ısıtma esnasında ön ve arka yüzey sıcaklık değişimleri (K tipi termokupl).

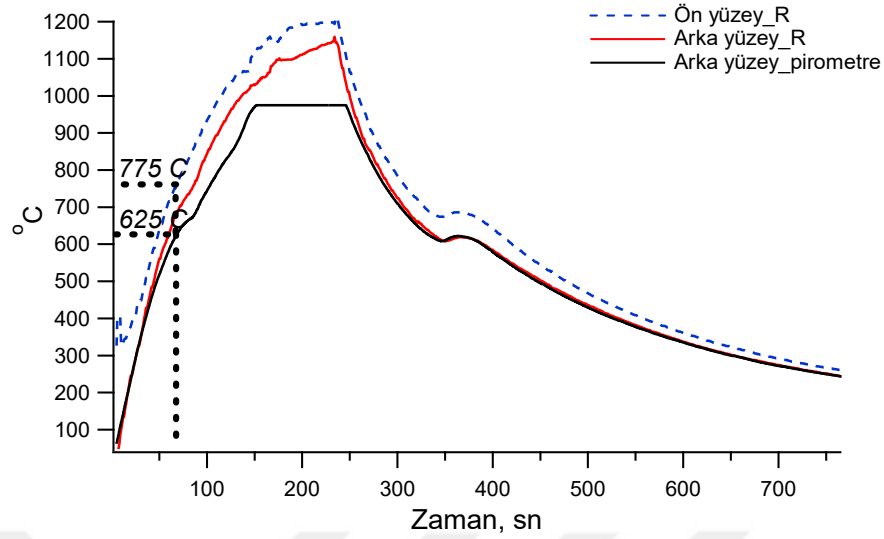


Şekil 2.42. Ön ve arka yüzey arasındaki sıcaklık farkı değişimi (ısıtma-soğutma çevrimi) (K tipi termokupl).

Termal şok deneyleri pirometre ile okunan arka yüzey sıcaklığı baz alınarak yapılmıştır. Şekil 2.44 grafiğinde örnek bir arka yüzey sıcaklığında ön yüzey sıcaklığı belirlenebilmektedir. Arka yüzeyin 625°C olduğu bir anda ön yüzey sıcaklığı termokupl ölçümüne göre 775°C okunmuştur.



Şekil 2.43. Ön ve arka yüzey arasındaki sıcaklık farkı değişimleri (ısıtma-soğutma çevrimi) (R tipi termokupl).



Şekil 2.44. Arka yüzey pirometre ile ön yüzey termokupl sıcaklık değerleri (10mm Fe plaka).

2.5. Termal Genleşme Katsayılarının Tayini

Isıya maruz kalan bir malzemede boyut artışı (genleşme) olurken soğutulduğunda ise boyut azalması (büzüşme) meydana gelir. Nadir bazı maddeler ise tam tersine davranış gösterebilir (karbonfiberler, bizmut, antimon vb.). Termal (ısıl) genleşme katsayısı birim uzunluktaki bir malzemenin sıcaklığının bir birim (1°C veya °K) artırıldığında boyunda meydana gelen uzamanın birim mesafe cinsinden ifadesidir (birim şekil değişimi). Genleşme katsayısı bir malzemenin boyundaki değişim için ifade edilirse lineer (doğrusal) genleşme katsayısı (α), hacmindeki değişim için ifade edilirse hacimsel genleşme katsayısı ($\beta=3\alpha$) olarak adlandırılır. Uygulamalarda yaygın olarak lineer genleşme katsayıları dikkate alınmakta ve aşağıdaki denklem ile hesaplanmaktadır;

$$\alpha = \frac{\Delta L}{L_0} \cdot \frac{1}{\Delta T} \quad 10^{-6} \cdot C^{-1} \quad veya \quad 10^{-6} \cdot K^{-1}$$

L_0 : ilk boy, ΔL : boyut değişimi, ΔT : sıcaklık farkı.

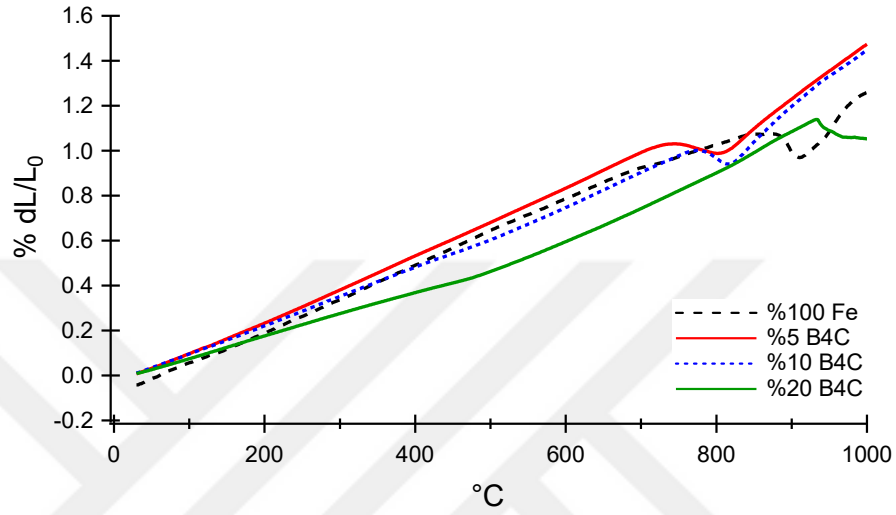
Termal genleşme katsayısının tayini termal analiz laboratuvarlarında çeşitli yöntemlerle yapılmakta olup özel olarak geliştirilen dilatometre cihazları ile 2nm seviyelerinde hassas sonuçlar elde edilmektedir.

Üretilen FDM numunelerin termal şok, mekanik ve metalografik davranışları üzerinde termal genleşme katsayıları büyük bir öneme sahiptir [20]. Seramik karakterli demir borür fazlarından oluşan (Fe_2B) üst katman ile kademeli olarak azalma sonucu en alt katmanda takviyesiz Fe yüzeylerin ani ısınma ve soğuma çevrimleri karşısındaki sıcaklık farkları ve dolayısıyla genleşme oranları farklı olacaktır. Farklı genleşme oranları sürekli ve aniden değişen gerilme gradyanlarına, bu ise numunede termal hasarların oluşmasına neden olacaktır. Bu nedenle üretimi yapılan FDM katmalarının termal genleşme katsayılarının deneysel olarak tespit edilmesi önem arz etmektedir.

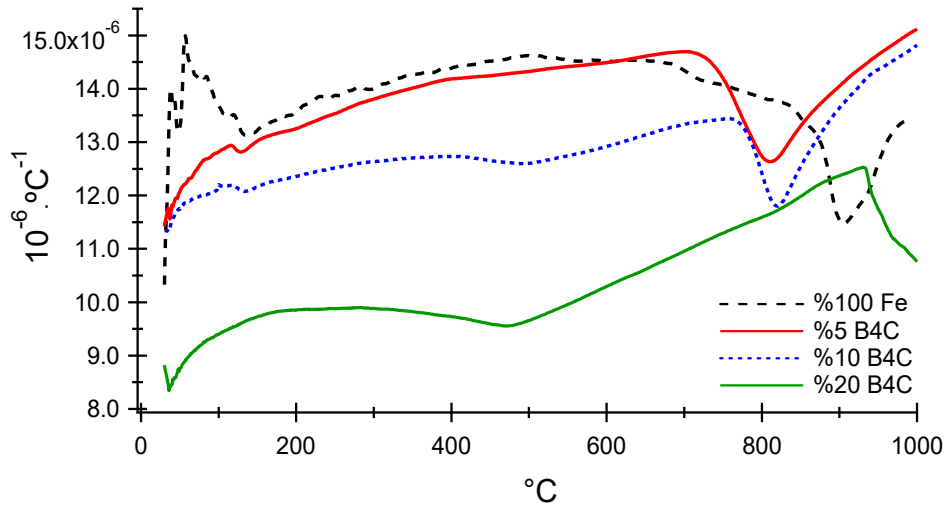
Katmanlı olarak üretilen FDM kompozitlerin farklı katmanlarını temsil edecek şekilde, 3 ton basınç altında 1000°C 'de 30 dakika sinterleme ile üretilen derecelendirilmemiş, %5, %10, %20 B_4C takviyeli ve takviyesiz (%100 Fe) numunelerin termal genleşme katsayıları deneysel olarak belirlenmiştir. Ölçümler Eskişehir'de bulunan Seramik Araştırma Merkezi'nde (SAM) Netzsch-DIL402 PC model dilatometre cihazında yapılmıştır. Kompozit numuneler 50x5x5mm boyutlarında hazırlanmıştır. Cihaz $10^\circ\text{C}/\text{dk}$ ısıtma hızı ile 1000°C 'ye kadar ısıtılırken boyutsal değişimler kaydedilmiştir. Ek-3'te SAM laboratuvarı genleşme katsayısı raporu ve ölçüm verileri gösterilmiştir. Elde edilen boyca %uzama ve genleşme katsayısı değişim grafikleri Şekil 2.45-Şekil 2.47'de gösterilmiştir. Demirin allotropik dönüşüm özelliği nedeniyle $780\text{-}910^\circ\text{C}$ aralığında genleşme katsayısında değişimler görülmüştür (Şekil 2.46).

Ortalama genleşme katsayılarına göre en düşük genleşme katsayısı %20 B_4C takviyeli numunede $10,4 \cdot 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$, en yüksek katsayı takviyesiz %100 Fe ve yakın değerdeki %5 B_4C numunesinde $13,8 \cdot 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ olarak belirlenmiştir (Tablo 2.7). B_4C bileşiğinin $100\text{-}900^\circ\text{C}$ aralığındaki ortalama termal genleşme katsayısının $5,3 \cdot 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ olduğu bilinmektedir. Fakat Fe ile reaksiyon sonucu oluşan Fe_2B fazının yoğun olduğu Fe+%20 B_4C numunelerinde bu değer arttığı görülmektedir. Genleşme katsayıları bilinen saf Fe ve B_4C tozlarının karışım kuralına göre farklı takviye oranları için hesaplanan genleşme katsayıları Tablo 2.7'de görülmektedir. Hesaplanan değerler ile

ölçüm sonunda belirlenen genleşme katsayı değerlerinin oldukça yakın olduğu görülmektedir. FDM numuneleri için yapılacak değerlendirmelerde farklı takviye oranına sahip katmanların genleşme katsayı değerleri karışım denklemi ile hesaplanabilir.



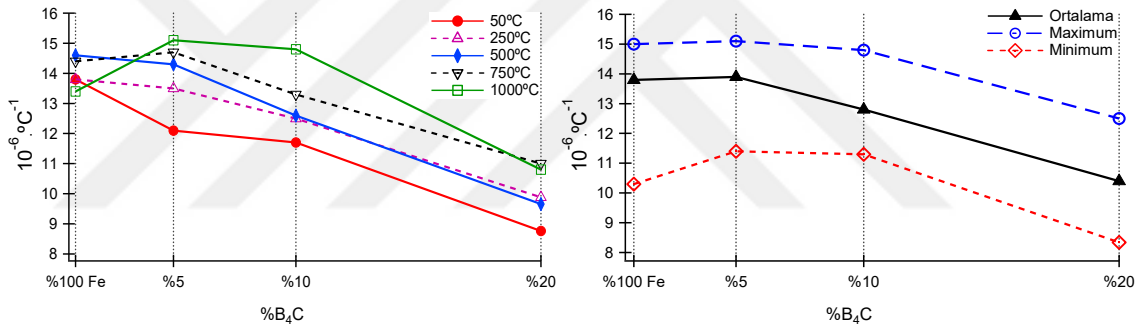
Şekil 2.45. Derecelendirilmemiş Fe/B₄C kompozitlerin sıcaklığa bağlı birim şekil değişimleri.



Şekil 2.46. Derecelendirilmemiş Fe/B₄C kompozitlerin sıcaklığa bağlı termal genleşme katsayılarının değişimi ($10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$).

Tablo 2.7. Farklı takviye oranları için termal genleşme katsayı değerlerinin teorik ve deneysel değerleri.

Teorik Hesaplanan Genleşme Katsayı Değerleri				
$\alpha, 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$	%100 Fe	Fe+%5 B ₄ C	Fe+%10 B ₄ C	Fe+%20 B ₄ C
	12 (saf emir)	14,05	11,33	10,66
Deneysel Belirlenen Genleşme Katsayı Değerleri				
$\alpha, 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$	%100 Fe	Fe+%5 B ₄ C	Fe+%10 B ₄ C	Fe+%20 B ₄ C
50°C	13,8	12,1	11,7	8,76
250°C	13,8	13,5	12,5	9,88
500°C	14,6	14,3	12,6	9,66
750°C	14,4	14,7	13,3	11,0
1000°C	13,4	15,1	14,8	10,8
Max	15,0	15,1	14,8	12,5
Min	10,3	11,4	11,3	8,34
Ortalama	13,8	13,9	12,8	10,4

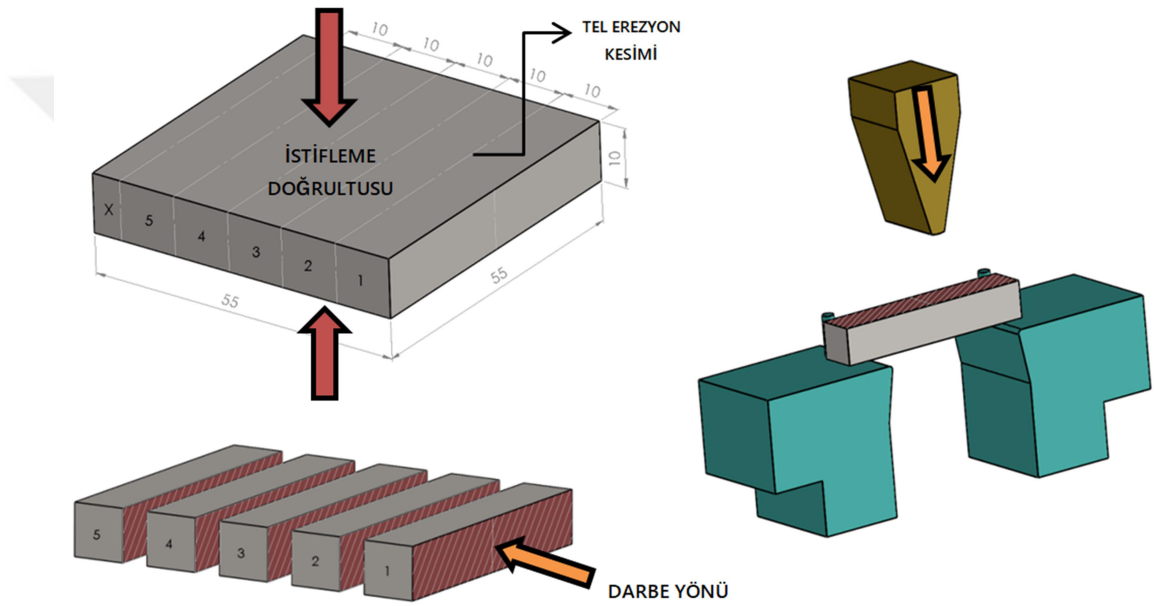


Şekil 2.47. Derecelendirilmemiş Fe/B₄C numunelerin termal genleşme katsayılarının takviye oranına göre değişimi.

2.6. Düşük Hızlı Darbe Deneyi

Düşük hızlı darbe deneyleri, numune yüzey merkezine serbest ağırlık düşürme tekniğiyle gerçekleştirilirken, darbe tatbiki ASTM E23-12C standardı 7.1.4 maddesi ve FIG.3 şeması gereğince, toz istifleme doğrultusuna (presleme yönüne) dik yönde, Şekil 2.48’de gösterildiği gibi tatbik edilmiştir. Bölüm mekanik laboratuvarında bulunan CEAST Fractovis marka ağırlık düşürme test cihazı (Şekil 2.49) kullanılarak gerçekleştirilen deneylerde vurucu kafanın numuneye çarpmasından sonra tekrarlı darbeleri önlemesi için cihaz üzerindeki anti-rebound sistemi aktif hale getirilmiştir. Özellikle kırılmanın gerçekleşmediği şartlarda ikincil darbelerin önlendiği gözlenmiştir.

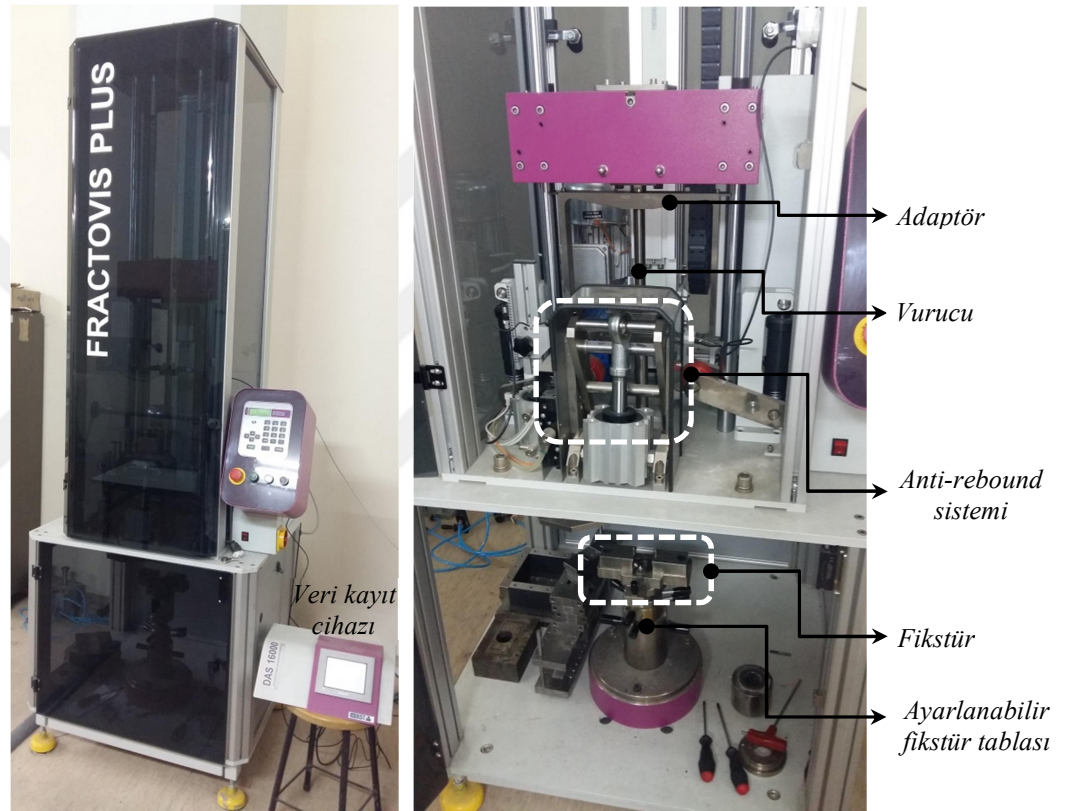
ASTM E23-12C standartlarına göre (FIG. A1.2) üretilmiş Charpy darbe fişkürüne konumlandırılan numuneler (Şekil 2.50) yine aynı standartlara göre üretilen vurucu kafa ile sabit darbe şartlarına maruz bırakılmıştır. Numuneler, yüzey (kütle) merkezine göre fişkürdeki merkezleme pimi ile merkezlenerek yatay ve basit kiriş halindeki iki mesnete yaslanmıştır. Darbe testi için belirlenen ağırlık, standartlara bağlı kalınarak (ASTM E23 A2.3.4) derecelendirilmemiş kompozit numunelerin yüzey merkezine, vurucu kafanın kütle merkezi çakışacak şekilde tatbik edilmiştir.



Şekil 2.48. Derecelendirilmemiş numunelerin şematik üretimi, kesilmesi ve darbelerin uygulanış tekniği.

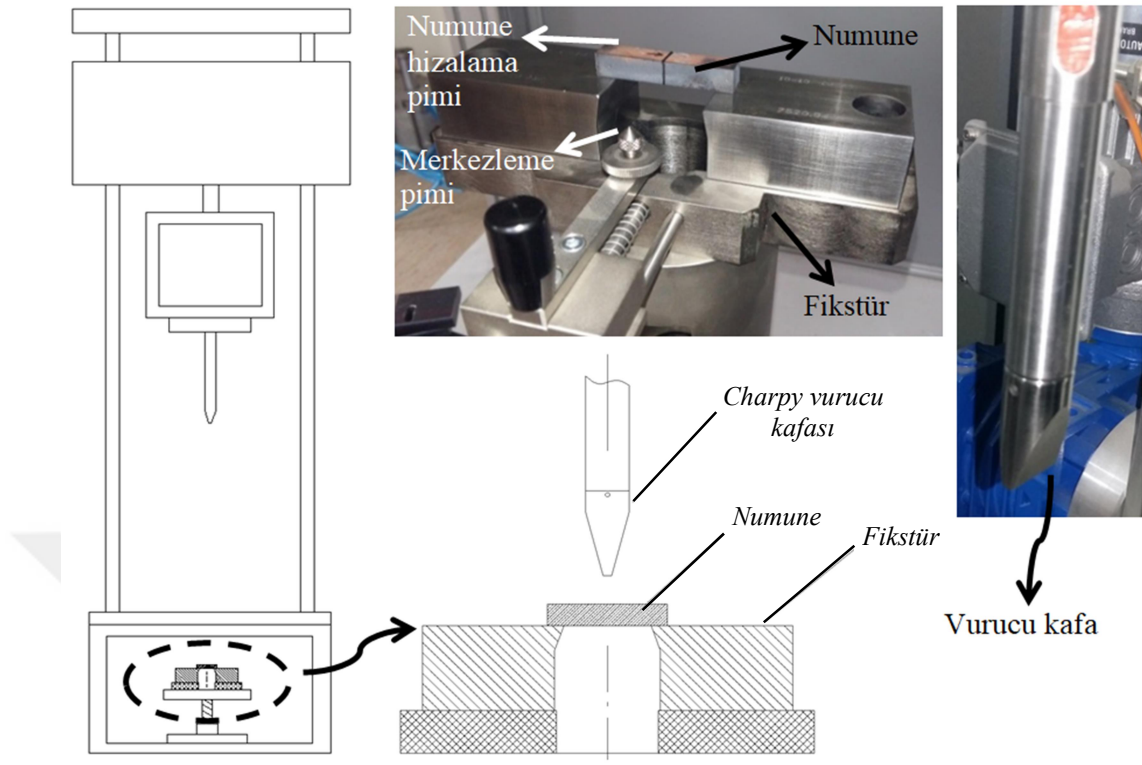
Sistem üzerindeki sürtünme ve hava direncinin oluşturduğu hız ve enerji kayıplarının her darbe testi uygulamasında aynı ve düşük seviyede olduğu gözlenmiştir. 30 J olarak belirlenen darbe enerjisi her bir test uygulaması için numuneye ilk temas anında 29,97 J olarak hesaplanmış, enerji kaybı %0,1 olmuştur. ASTM E23 standartlarına göre *enerji kaybı* $< \%0,4 \times \text{uygulanan enerji}$ olduğunda enerji kaybının düşük seviyede olduğu kabul edilmektedir. Deneyler aynı kompozisyonda ve aynı sinterleme parametresiyle üretilmiş 2 numune üzerinde tekrarlı olarak uygulanmıştır. Aynı numuneden elde edilen verilerin ortalamaları alınarak zamana bağlı kuvvet (F-t) ve enerji değişimi (E-t) grafikleri oluşturulmuştur. Ayrıca bütün F-t ve E-t sonuçları değerlendirilerek oluşturulan takviye

oranına bağılı kırılma enerjisi, darbe tokluğu, maksimum kuvvet ve kırılma süresi değişimlerine ait grafikler irdelenmiştir. Kalıptan çıkartılan kare kompozit plakalar tel erozyon yöntemiyle 55x10x10mm boyutlarında kesilmiş sonra iki farklı sinterleme süresinde (30,60 dk) sinterlenmiştir. Numunelere ASTM B925 ve E23-12C standartları doğrultusunda çentik açılmamıştır. ~20°C ortam sıcaklığında yapılan darbe deneylerinde sabit tutulan diğer parametreler; Darbe yükü: 5,2840 kg, Darbe hızı: 3,37 m/sn, Darbe yüksekliği: 579 mm ve Darbe enerjisi: 30 J'dür.



Şekil 2.49. CEASt Fractovis ağırlık düşürme darbe test cihazı.

Darbe testlerinde elde edilen veriler, bir veri toplama sistemi yardımıyla (DAS16000) alınmıştır. Bir kuvvet ölçer (force-transducer) ile enstramente edilmiş vurucu kafa üzerinden gelen yük historisisinden zamana bağılı (ms) temas kuvveti (N) verileri kayıt edilmiştir. Numune üzerinde temas kuvvetinin başladığı ve sonlandığı zaman aralığındaki hız verileri Newton'un 2. yasasına göre (impuls-momentum teoremi) Matlab programında işlenerek vurucu kafanın zamana bağılı kinetik enerji değişimi (Joule) belirlenmiştir. Hesaplamalarda vurucu kafanın mükemmel rijit olduğu kabul edilmiştir.



Şekil 2.50. Charpy darbe fikstürü ve darbe uygulanış tekniği.

Newton'un ikinci yasasına göre cismin üzerine zamanla değişen bir kuvvet uygulanırsa o cismin momentumu değişir. Momentum aşağıdaki formül ile ifade edilir;

$$d\vec{p} = \vec{F} dt$$

Kuvvet belirli bir zaman aralığında uygulanmış ise, momentum değişimi bu ifadenin integrali ile belirlenir;

$$\int d\vec{p} = \int_{t_i}^{t_s} \vec{F} dt$$

Parçacığın t_i anındaki momentumu p_i , t_s anındaki momentumu p_s ise;

$$\vec{I} \equiv \Delta\vec{p} = \vec{p}_s - \vec{p}_i = \int_{t_i}^{t_s} \vec{F} dt$$

Bu eşitliğin sağ tarafına, $\Delta t = t_s - t_i$ zaman aralığında parçacığa etkiyen kuvvetin impulsu denir. Doğrusal momentum formülünden çekilen hız verileri ile kinetik enerji değişimi hesaplanmış olur.

$$\vec{p} = m \cdot \vec{v} \quad (kg.m/sn)$$

$\vec{p}$: doğrusal momentum (kgm/s), $\vec{I}$: impuls, m : kütle (kg), $\vec{v}$: hız (m/s), $\vec{F}$: kuvvet.

Vurucu kafanın ilk temas anındaki enerji değeri (darbe enerjisi) ile numune kırıldıktan sonra veya kırılmanın olmadığı durumlarda temasın ilk ortadan kalktığı andaki enerji değeri arasındaki fark, numunenin absorbe ettiği veya kırılması için harcanan enerjiyi göstermektedir. Kırılmanın olmadığı durumlarda ise numunede kalıcı şekil değişimine neden olan absorbe enerji değeri belirlenmiştir.

FDM numunelerin darbe testleri, termal şok tatbik edilen numunelerde şokun tatbik edildiği seramik yoğun yüzey aşağıda kalacak şekilde Fe yüzeyden uygulanmıştır. Buna ilaveten, termal şoksuz numunelerde karşıt yüzeyden de (seramik yoğun) darbe testleri yapılmış ve sonuçlar karşılaştırılmıştır. Darbe deneyleri sonrasında kompozit numunelerin kırık yüzey morfolojileri makroskop ile görüntü alınarak incelenmiştir. Sonrasında farklı büyütme oranlarında SEM görüntüleri alınan kırık yüzeylerin fraktografik analizleri yapılmıştır.

2.7. Üç Nokta Eğme Deneyi

Gevrek karakterdeki malzemelerin özellikle de seramiklerin gerilme-şekil değişimi davranışlarının çekme deneyi ile belirlenmesi zordur. Buradaki zorluk, numunelerin standartlara uygun geometride hazırlanması ve çekme çenelerine malzemede kırılma olmaksızın bağlanmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca seramik malzemeler çok düşük şekil değişimlerine sahip olduklarından eksenel yönde geometri tamlığı sağlanamazsa yük altında aniden hasar oluşumu görülebilir. 3 veya 4 noktadan kuvvet tatbikiyle gerçekleştirilebilen eğme testinde malzeme kırılana kadar eğmeye zorlanmaktadır. ASTM E290-14, ASTM C1161-18 ve ASTM A370-17a standartlarına göre yüzeyleri düz ve paralel geometrili numuneler iki ucundan mesnetlenmiş çeneler üzerine serbest

halde merkezi konumlandırılır. Yükleme başladığında numunenin üst yüzeyinde basma gerilmeleri oluşurken alt yüzeyinde çekme gerilmeleri hakimdir. Tarafsız eksen (numune merkezi) üzerinde gerilme sıfırdır. Maksimum çekme gerilmesi eğme kuvvetinin etkidiği nokta doğrultusunda numune alt yüzeyinde oluşur.

Test edilen numunenin mekanik davranışına ait en önemli parametre olan eğme mukavemeti (eğme dayanımı), kırılmanın olduğu gerilme değeri veya kırılma dayanımı olarak tanımlanır. Dikdörtgen kesitli bir numunenin eğme dayanımı aşağıdaki formül ile hesaplanmaktadır;

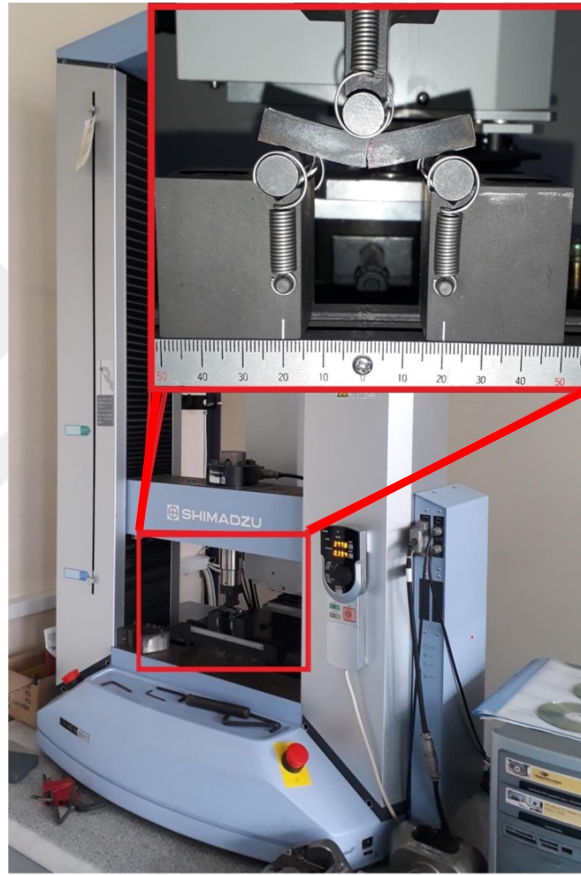
$$\sigma_e = \frac{3.F.L}{2.b.h^2} \text{ MPa}$$

Burada F eğme kuvveti, L mesnetler arası mesafe, b numune kesit eni, h kesit yüksekliğini ifade etmektedir.

Gevrek malzemelerde kırılma oluşana kadar lineer elastik davranış söz konusudur. Kırılmaya neden olan maksimum çekme gerilmesi, kırılmanın olduğu andaki eğme kuvvetinin (F_k) yukarıdaki denklemde yerine konulmasıyla hesaplanır.

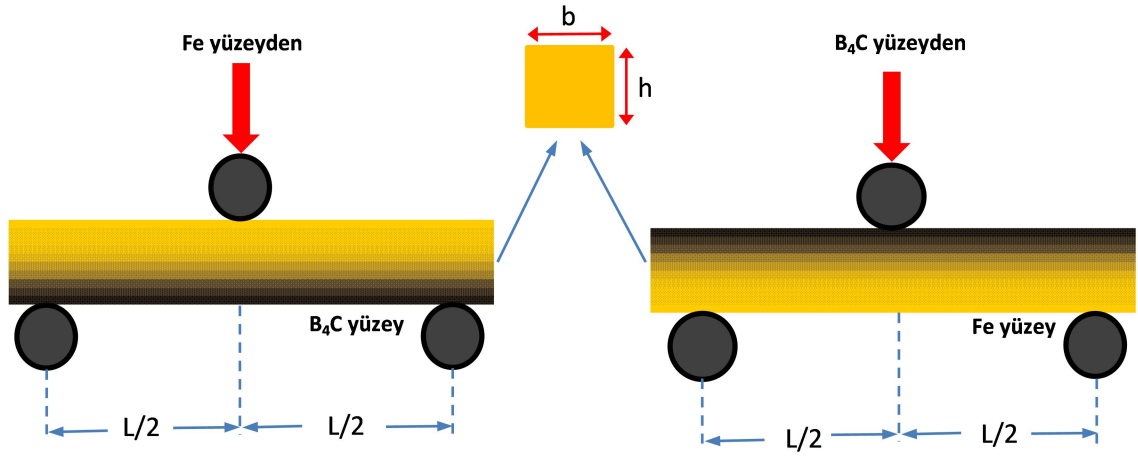
Üretilen FDM malzemelerin düşük hızlı-statik yüklemelerde tabaka davranışları ile kırılma enerjilerinin belirlenebilmesi için 3 nokta eğme deneyi (tek nokta tesirli) yukarıda bahsedilen ASTM standartları doğrultusunda uygulanmıştır. Erciyes Üniversitesi TAUM Laboratuvarında bulunan 50kN kapasiteli SHIMADZU AG-XD cihazında (Şekil 2.51) gerçekleştirilen eğme deneyleri en az 2 tekrarlı yapılmış ve numune tamamen kırılana kadar yük tatbik edilmiştir. Eğme kuvveti, termal şok tatbik edilen numunelerde şokun tatbik edildiği seramik yoğun yüzey aşağıda kalacak şekilde Fe yüzeyden uygulanmıştır. Ayrıca, mukayese amacıyla termal şok tatbik edilmemiş numunelerde karşıt yüzeyden (seramik yoğun) yük uygulamak suretiyle de eğme deneyleri yapılmıştır. Şekil 2.52’de yapılan 3 nokta eğme deneyi şematik olarak gösterilmiştir.

Oda sıcaklığında yapılan deneylerde eğme hızı 0,1 mm/dk olarak sabit tutulmuştur. Mesnetler arası açıklık ise 40 mm olarak ayarlanmıştır. Zamana bağlı kuvvet değişimleri kaydedilmiş ve eğme grafikleri oluşturulmuştur. Cihaz yazılımı ile kuvvet-zaman eğrisi altında kalan alan hesaplanarak malzemenin tamamen kırılması için gereken enerji değerleri belirlenmiştir.



Şekil 2.51. SHIMADZU 3 nokta eğme cihazı ve numune yerleşimi.

Eğme deneyleri sonrasında kompozit numunelerin kırık yüzey morfolojileri makroskop ile görüntü alınarak incelenmiştir. Sonrasında farklı büyütme oranlarında SEM görüntüleri alınan kırık yüzeylerin fraktografik analizleri yapılmıştır.



Şekil 2.52. Fe yüzeyden ve B₄C yüzeyden (karşıt yüzey) şematik 3 nokta eğme deneyi.

3. BÖLÜM

BULGULAR VE DEĞERLENDİRME

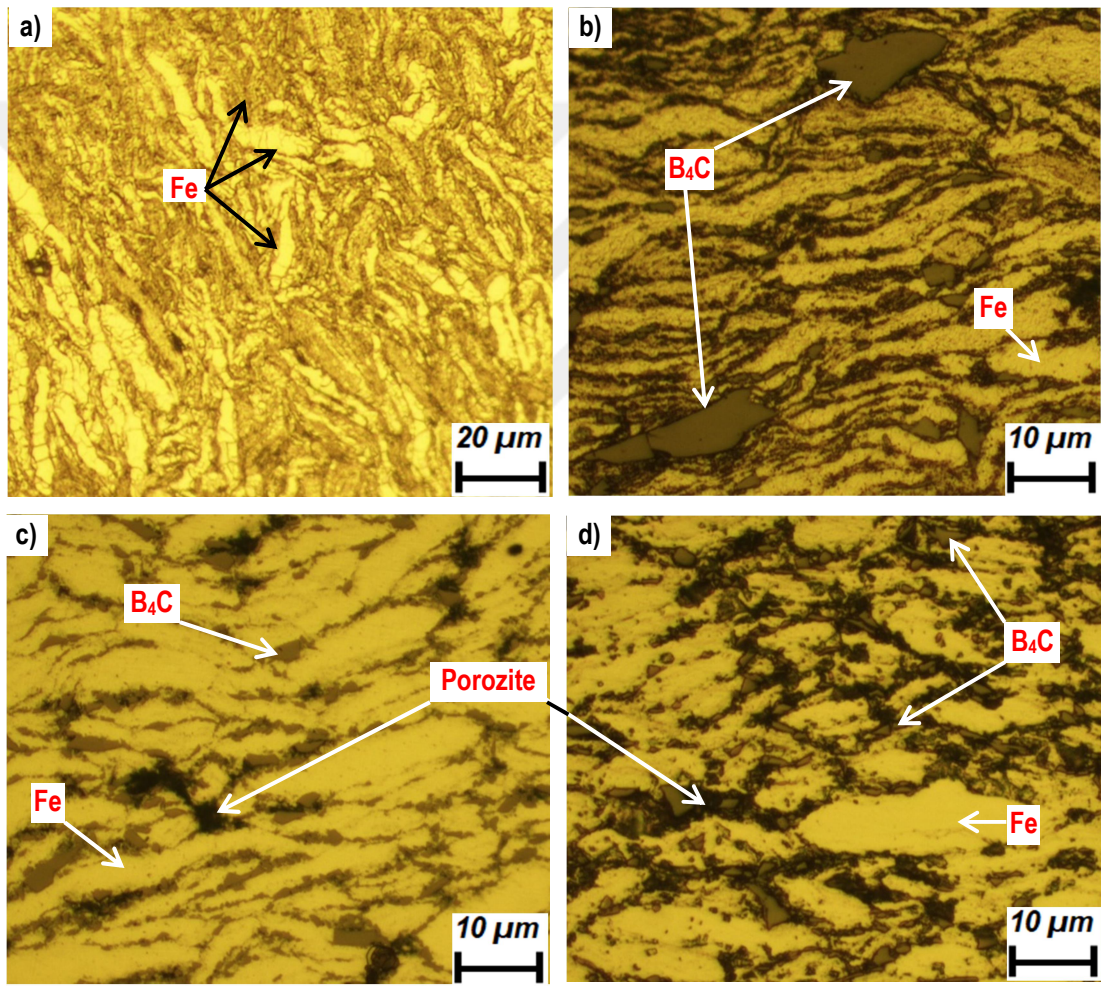
Fonksiyonel derecelendirilmiş kompozitlerin üretimine başlamadan önce derecelendirilmemiş Fe-B₄C ve Fe-B kompozit numuneler üretilmiştir. Farklı takviye oranları ile birlikte sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresinin mikroyapı, sertlik ve mekanik davranışlar üzerindeki etkileri kapsamlı şekilde araştırılmış ve optimum parametreler belirlenmiştir. Ayrıca borun demir içerisindeki difüzyon mekanizması da incelenmiş, mikroyapıda homojen dağılımlı ikincil borür bölgelerinin maksimum sertlik ve mekanik özellikleri sağlayacak şekilde B₄C ve B takviye oranı değeri araştırılmıştır. Kompozit numunelerin özelliklerinin geliştirilmesini sağlayan üretim problemleri de çalışmanın bir parçası olarak detaylı şekilde açıklanmıştır. Bu kapsamda FDM kompozitlerin ön çalışmaları niteliğindeki üretimler önce sabit sürede farklı sıcaklıklarda, sonra sabit sıcaklıkta değişen sürelerdeki sinterleme işlemleriyle gerçekleştirilmiş ve elde edilen bulgular aşağıda açıklanmıştır. Daha sonra FDM kompozitlerin üretimlerine geçilmiş, mikroyapısal özellikler ile mekanik ve termal şok davranışları irdelenmiştir.

3.1. Derecelendirilmemiş Numunelerin Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri

3.1.1. Sinterleme Sıcaklığının Etkileri

Hacimce 4 farklı takviye oranına (takviyesiz, %5-10-20-30) sahip Fe-B₄C ve %10B takviyeli Fe-B kompozit numuneler 1000°C, 1150°C ve 1300°C sıcaklıkta 60 dakika süresince sinterlenmiştir. Eşit parçalara bölünen numune parçalarından birer tanesi mukayese amacıyla sinterlenmemiş yoğunluk, sertlik ve iç yapı analizleri yapılmıştır.

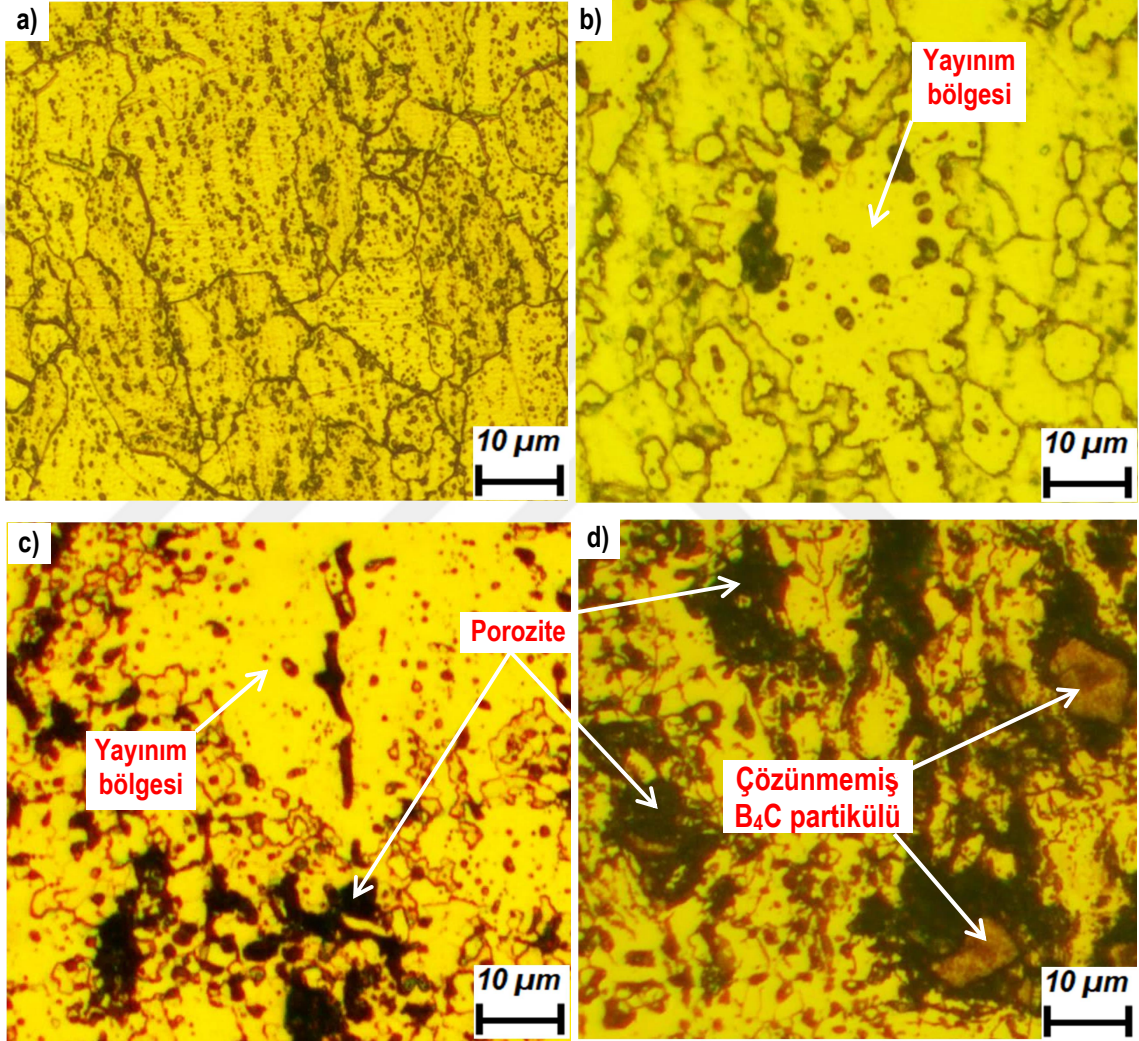
Sıcak presleme metodu ile kompaktlanan Fe/B₄C numunelerinin sinterleme öncesindeki iç yapı görüntüleri (Şekil 3.1) incelendiğinde, takviye elemanı B₄C partiküllerinin yapı içerisinde homojen olarak dağıldığı, herhangi topaklanma veya kümelenmenin oluşmadığı görülmektedir. Şekil 3.2-3.4'te sinterleme sıcaklığına bağlı iç yapıdaki değişimler farklı büyütme oranlarında gösterilmiştir. Takviye elemanı bulunmayan Fe numunelerde, sinterleme sonrasında tanelerin irileştiği ve yapı içerisinde gözeneklerin oluştuğu görülmektedir.



Şekil 3.1. Sinterleme öncesinde farklı takviye oranlarına sahip numunelerin mikroyapı görüntüleri; a) Takviyesiz %100 Fe, b) %5, c)%20, d)%30 B₄C takviyeli.

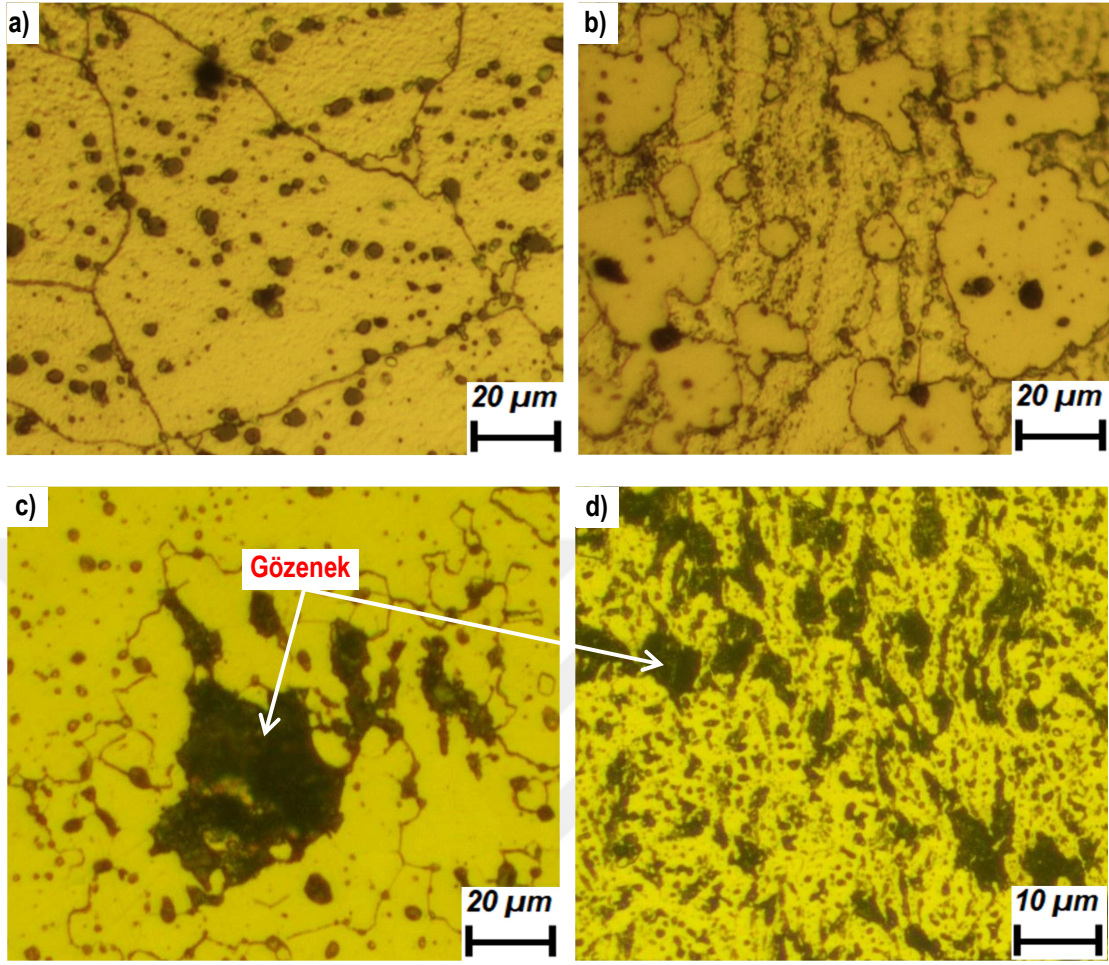
Parlatma esnasında aşınmamış, matriks yüzeyine göre sert ve değişik difüzyon bölgesi geometrilerine sahip iç yapılardan ilk göze çarpan, 1000°C ve 1150°C'de sinterlenen numunenin mikroyapısıdır. Bu numunelerde, küçük boyuttaki B₄C partikülleri tamamen

çözünüp benzer yayılım geometrilerini oluştururken, büyük partiküller 60 dak. sinterleme süresince kısmen çözünmüş ve difüzyon bölgesinin merkezinde kalmıştır. Büyük B_4C tanelerinin oluşturduğu difüzyon bölgeleri diğerlerine göre daha büyük olmuştur. 7 μm boyuta sahip bir B_4C partikülü yaklaşık 100 μm çapında bir difüzyon bölgesi oluşturmuştur.



Şekil 3.2. 1000°C, 60 dak. sinterlenen numunelerin mikroyapı görüntüleri;

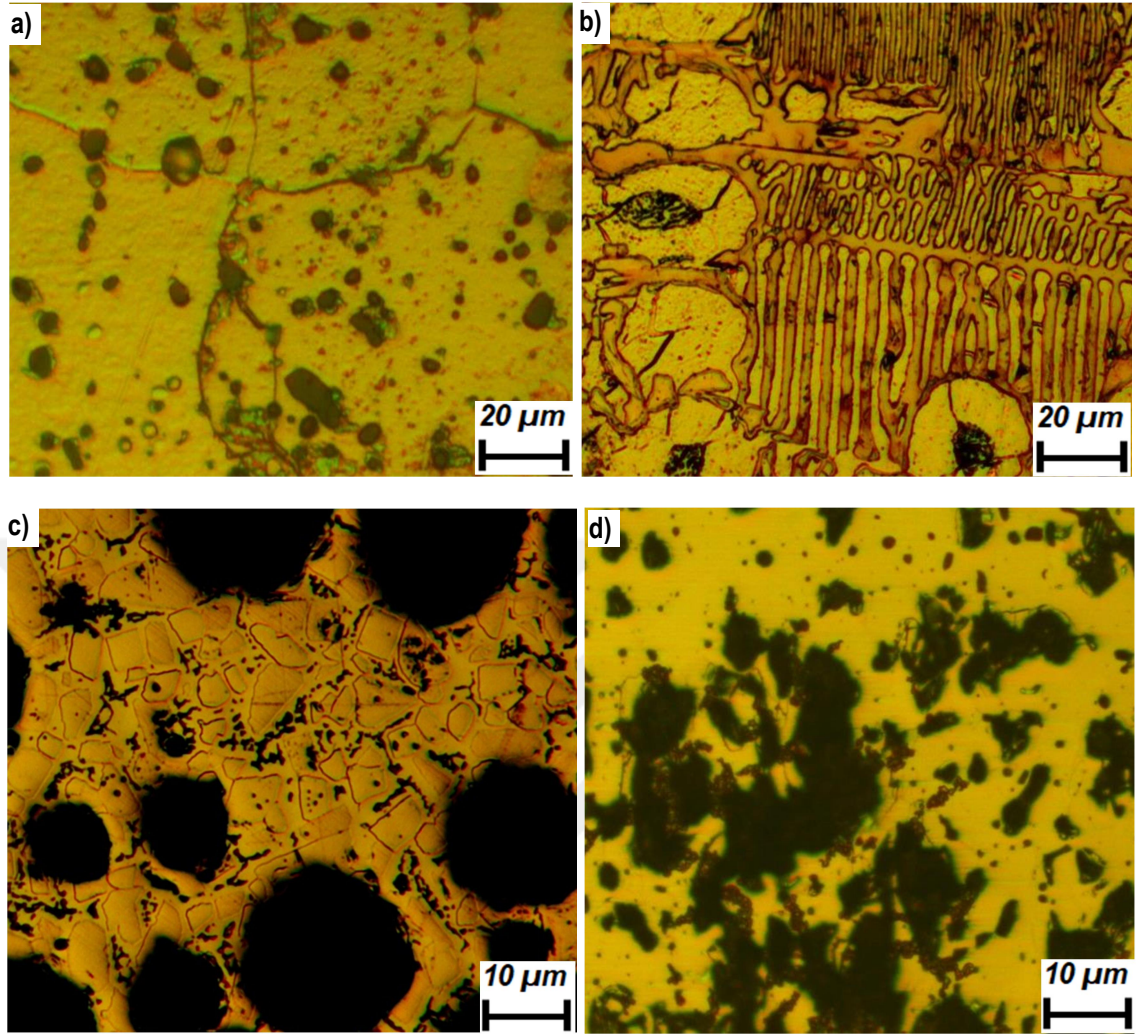
a) Takviyesiz %100 Fe, b) %5, c) %20, d) %30 B_4C takviyeli.



Şekil 3.3. 1150°C, 60 dak. sinterlenen numunelerin mikroyapı görüntüleri;

a) Takviyesiz %100 Fe, b) %5, c) %20, d) %30 B₄C takviyeli.

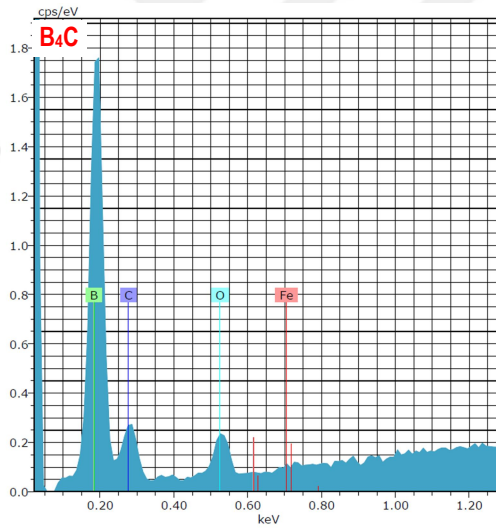
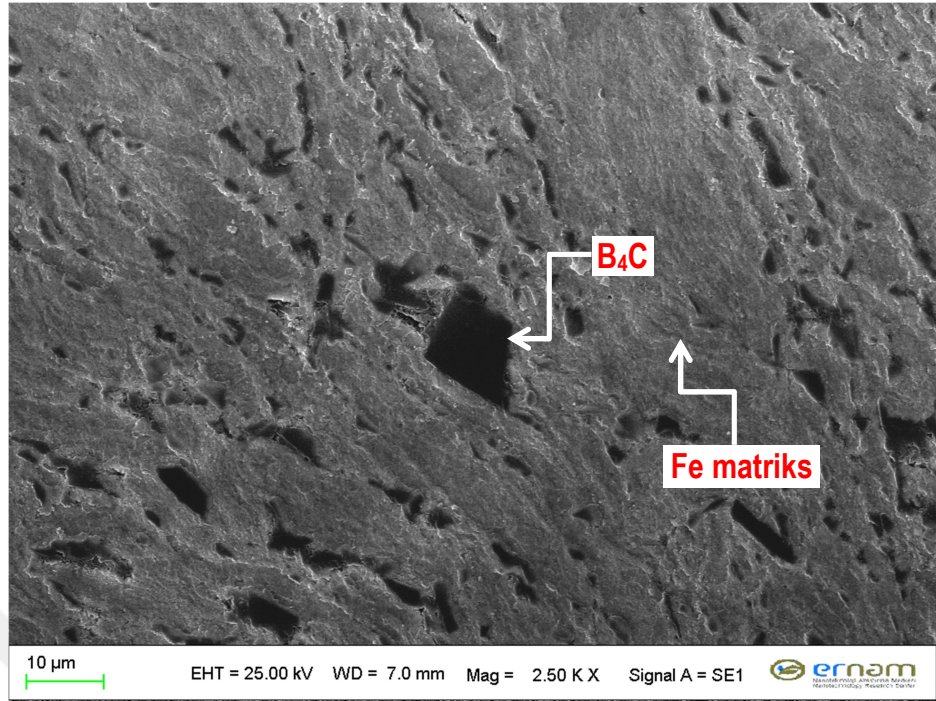
Düşük takviye oranlarında görülebilen difüzyon bölgeleri ve Fe matriks yüzeyi, B₄C takviye oranının artmasıyla kaybolmuş ve gözenekli bir yapı oluşmuştur. B₄C tozları 1000°C sinterleme sıcaklığında Fe matrikse tamamen yayılmıştır. 1300°C'deki sinterleme sonunda %5 ve %20 B₄C içeren kompozit numunelerin eridiği görülmüştür (Şekil 3.4-b,c).



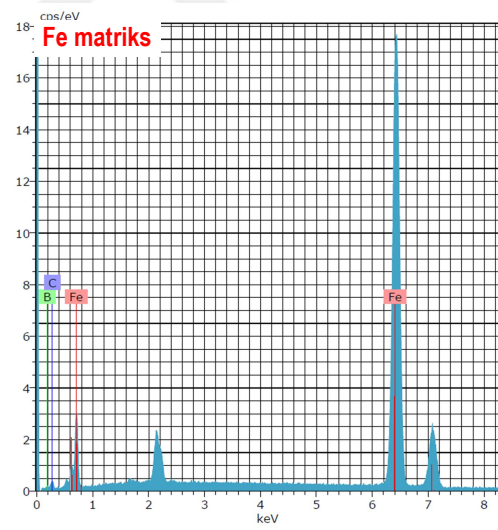
Şekil 3.4. 1300°C, 60 dak. sinterlenen numunelerin mikroyapı görüntüleri;

a) Takviyesiz %100 Fe, b) %5, c)%20, d)%30B₄C takviyeli.

Sinter öncesi numuneden (Şekil 3.5) ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen kompozitlerin matriks ve yayılım bölgelerinden EDX analizleri alınmıştır (Şekil 3.6-3.7). %At oranlarına göre yapı içerisinde oluşan muhtemel bileşiklerin FeB, Fe₂B ve FeBC olabileceği söylenebilir. %10 ve %30 B₄C takviyeli numunelerden yapılan XRD analizlerinde Fe₂B bileşiğine ait pikler görülmüştür (Şekil 3.8). Bilindiği üzere FeB fazı Fe₂B fazından sonra ortamda yeterli B atomu varsa oluşmakta, kısa sürede büyümekte ve daha fazla B elementi içermektedir. FeB fazı Fe₂B fazından daha koyu renklidir ve daha serttir. Gevrek ve kırılğan olan FeB fazı tercih edilmeyen ikincil borür fazlarındandır.

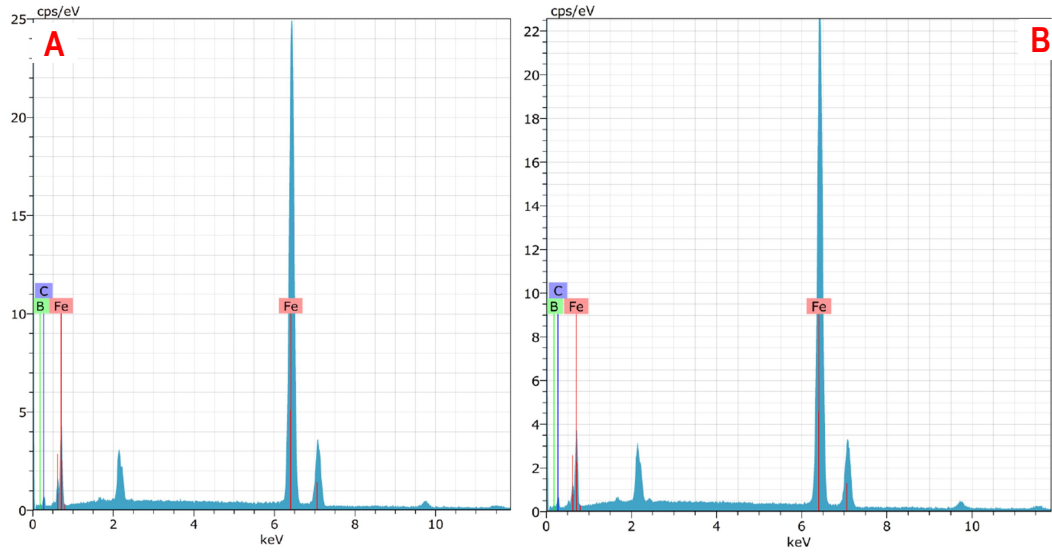
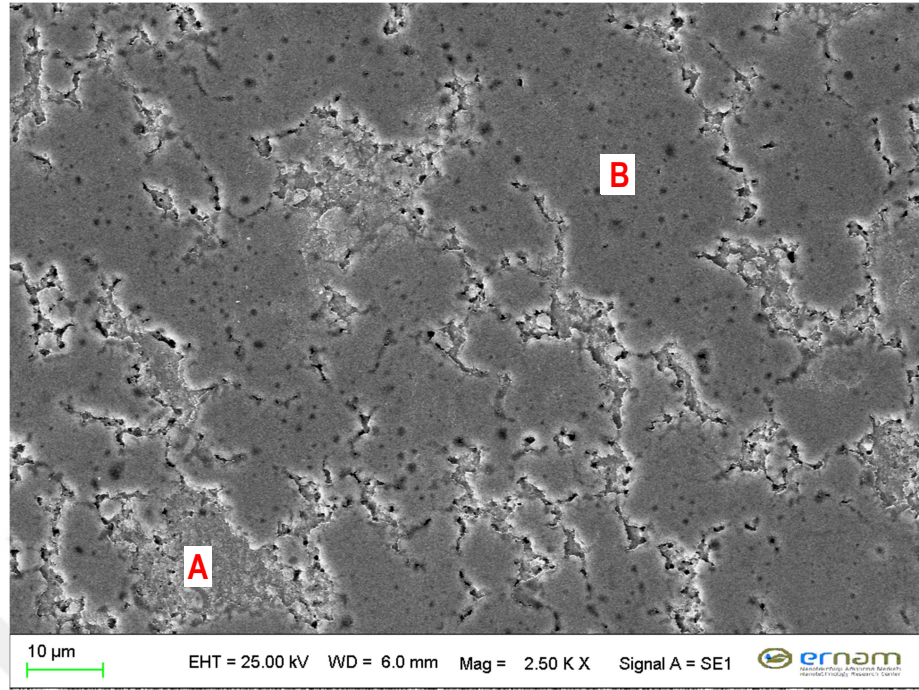


B_4C	Atomik %
Fe	1
B	80
C	19



Fe matriks	Atomik %
Fe	49
B	34
C	18

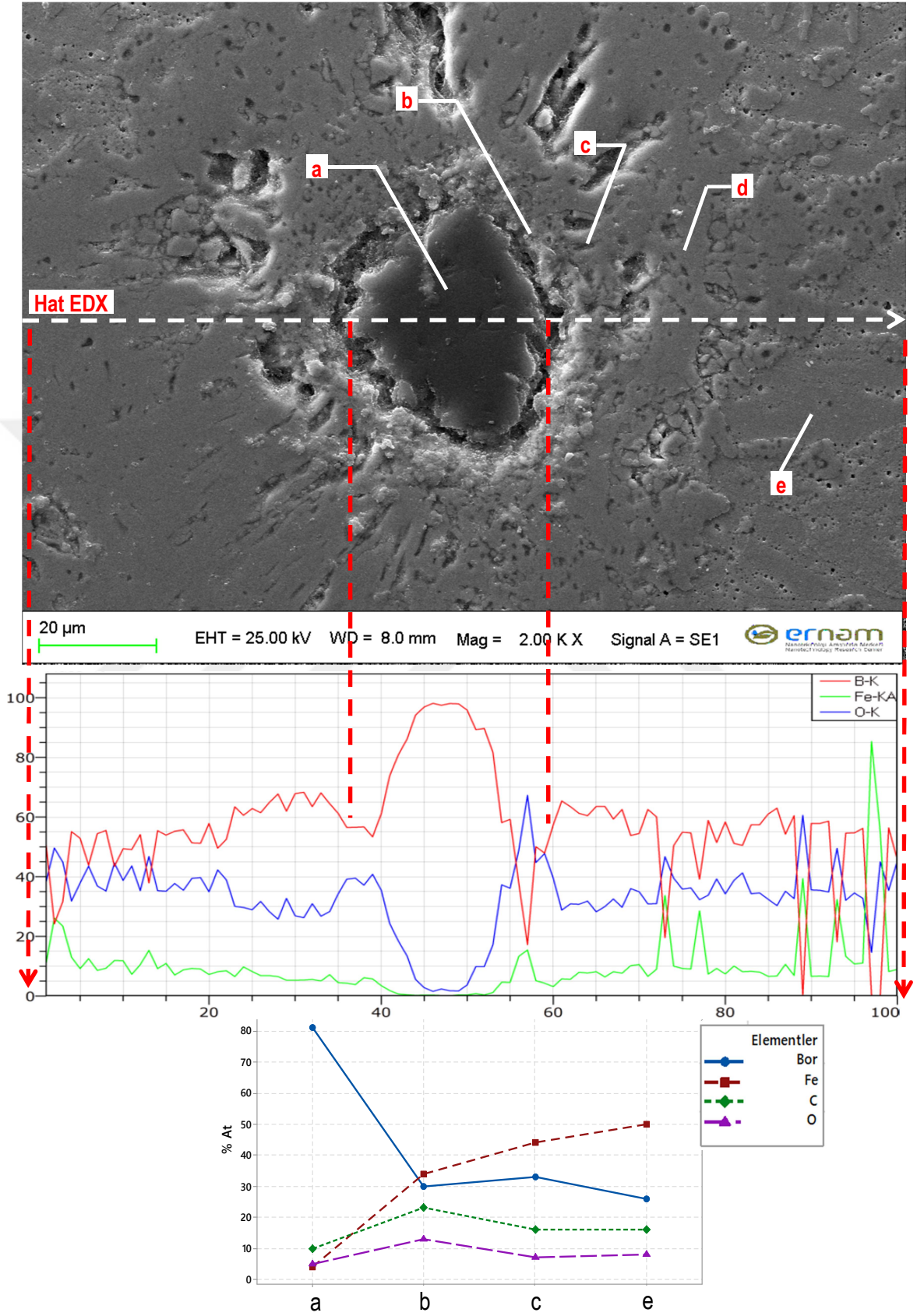
Şekil 3.5. Sinterlenmemiş Fe+%10 B_4C numunesi partikül ve matriks yüzeyinden alınan EDX analizleri.



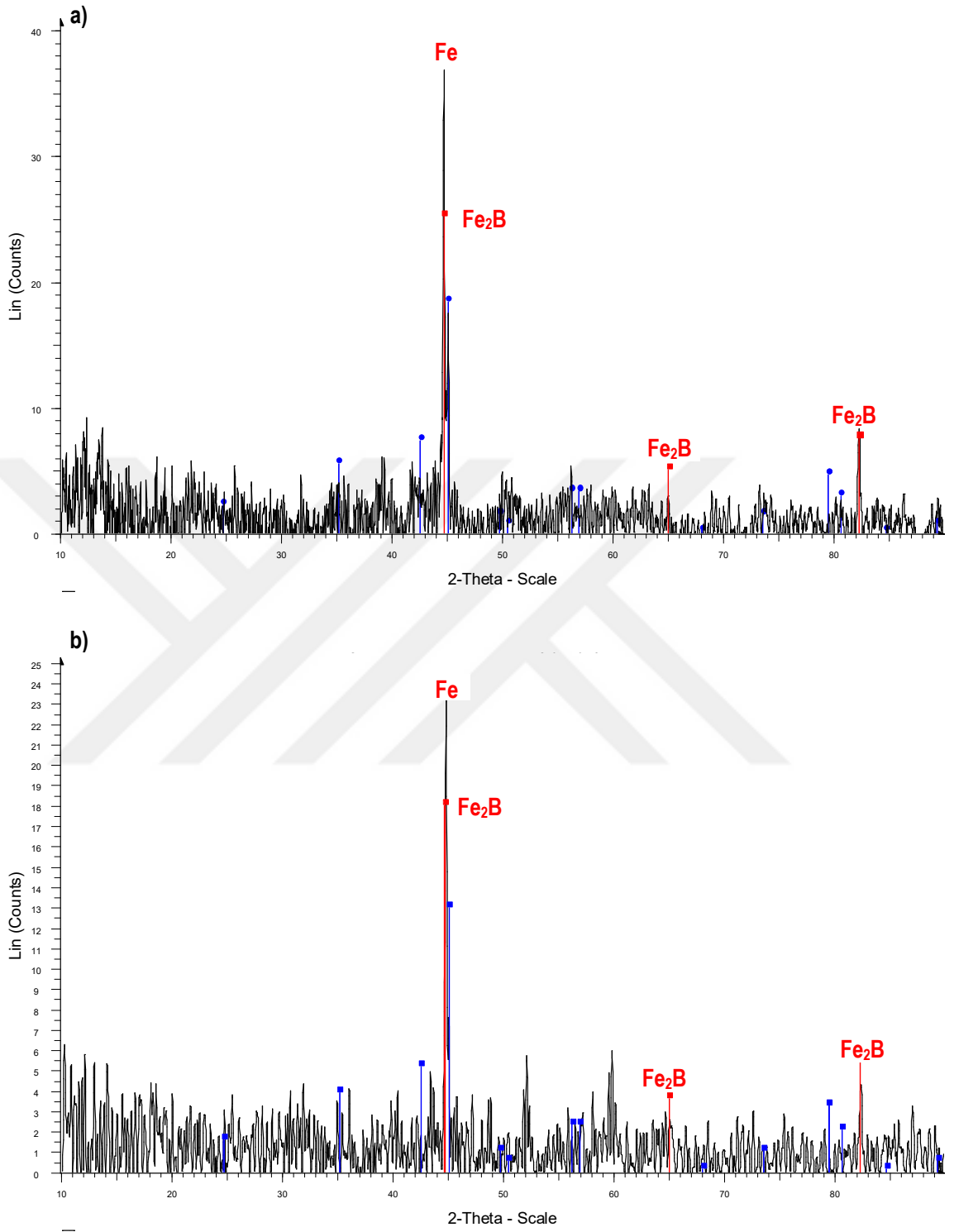
A-Fe matriks	Atomik %
Fe	43
B	36
C	21

B-Yayınım bölgesi	Atomik %
Fe	42
B	39
C	20

Şekil 3.6. Fe+%10 B₄C numunesinin matriks[A] ve yayılım[B] bölgelerinden alınan EDX analiz değerleri (Tsin :1000°C, Dsin:60 dk).

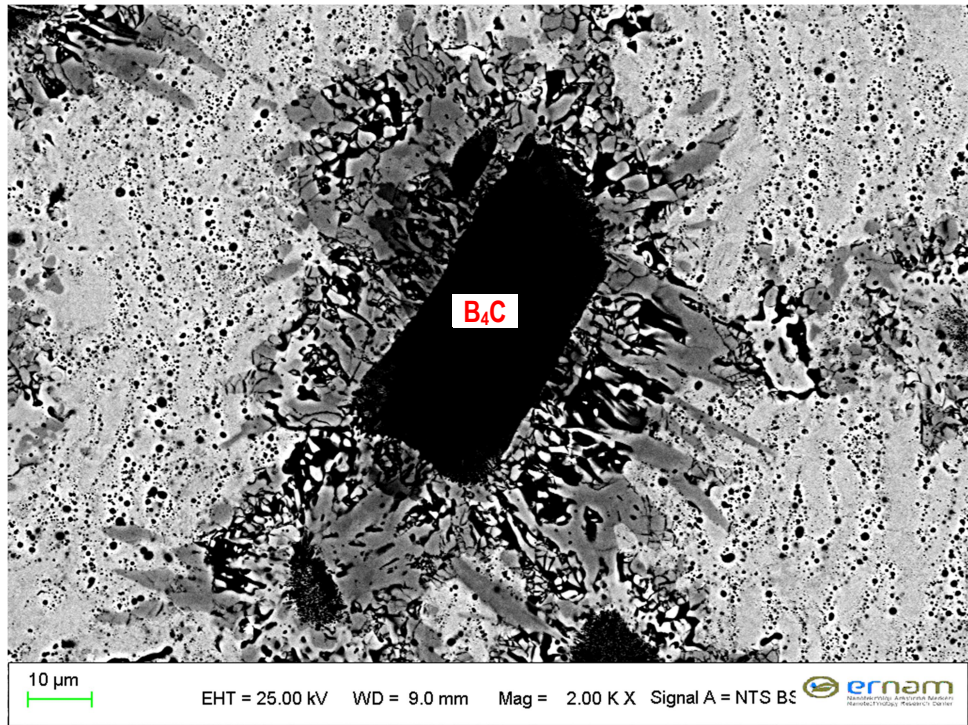
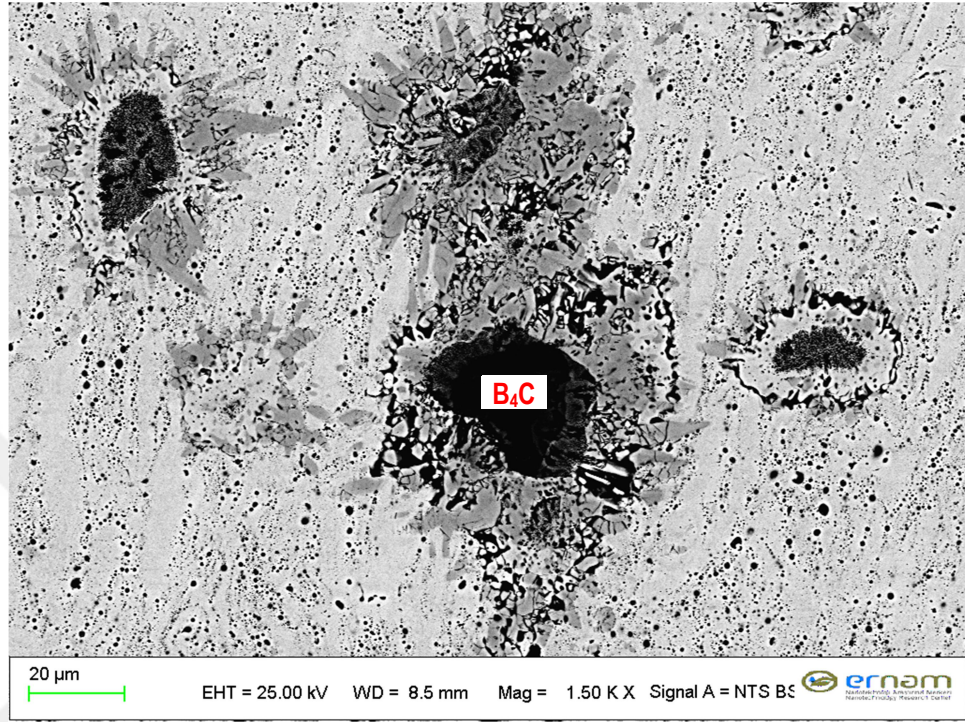


Şekil 3.7. Fe+10B₄C numunesinden alınan noktasal ve hat EDX analizleri ile % element değerleri değişimi.



Şekil 3.8. a) Fe+%10 B₄C ve b) Fe+%30 B₄C numunesine ait XRD paternleri (Tsin :1000°C, Dsin:60 dk).

Fe+10B₄C/30 kompozitine ait BSE (Backscattered electron) görüntülerinde (Şekil 3.9) B₄C partikülü civarında oluşan ikincil fazlar kolay şekilde ayırd edilebilmektedir.



Şekil 3.9. 1000°C’de sinterlenen Fe+10B₄C/30 numunesinin BSE görüntüleri.

Şekil 3.7'deki EDX analizlerinde koyu bölgenin daha fazla B elementi içerdiği ve muhtemelen FeB fazından oluştuğu, matrikse doğru yayınan açık bölgede ise Fe₂B fazı hakimdir Şekil 3.8'deki XRD analizinde bu fazlara ait pikler görülmüştür. %10 B₄C takviye oranına sahip 1000°C'de sinterlenen numunenin matriks bölgesindeki % atomik bor miktarı 1150°C'dekine göre daha fazla olmuştur. 1300°C'de sinterlenen bazı numunelerde eridiği ve sonrasında ötektik yapı oluşumu görülmüştür (Şekil 3.4-b,c).

Sinterlenmiş ve sinterlenmemiş numunelerin mikro sertlik ölçümleri Vickers sertlik skalasına göre 500 gr yük altında (HV_{0.5}) gerçekleştirilmiştir. 25 gr yük uygulanarak borlanmış bölgeler ile matriks yüzeyinden mukayese amacıyla mikro sertlik ölçümleri de alınmıştır. Sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası numunelerden alınan sertlik değerleri Tablo 3.1'de görüldüğü gibidir. Verilere göre oluşturulan Şekil 3.10 ve Şekil 3.11'deki grafikler incelendiğinde en yüksek sertlik değeri, 1300°C'de 60 dakika sinterleme sonrasında eridiği görülen (Şekil 3.4) %20 B₄C içeren Fe-B₄C kompozit numunesinde 1219 HV_{0.5} olarak ölçülmüştür. Bununla beraber, 1300°C'deki sinterleme sonunda %5 B₄C, %10 B₄C ve %10 B içeren kompozit numunelerin de eridiği görülmüştür. %20 B₄C takviyeli kompozit numunelerin her üç sıcaklıkta sinterlenmeleri sonunda en yüksek sertlik değerlerine ulaştığı görülmektedir.

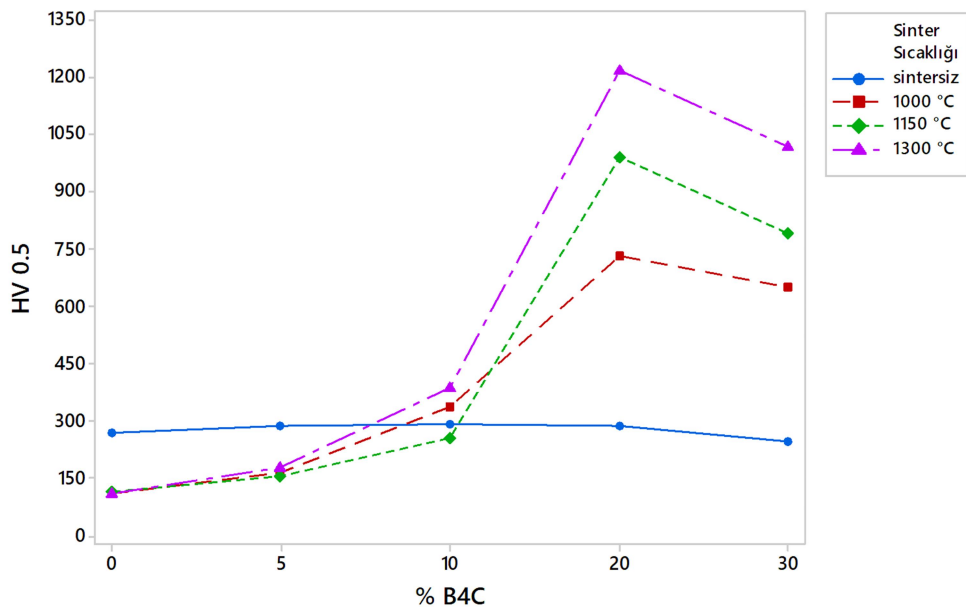
Tablo 3.1. Derecelendirilmemiş kompozit numunelerin farklı sinterleme sıcaklıkları sonrasındaki (Dsin:60 dk) sertlik değerleri (HV0.5)

Sinterleme Sıcaklığı	Fe	%5 B ₄ C	%10 B ₄ C	%20 B ₄ C	%30 B ₄ C	%10 B
Sinter öncesi	270	286,0	292,3	286,0	245	281,7
1000°C	110,7	162	337	733,7	652	153,7
1150°C	112,7	156,7	253,3	991,3	790,3	170
1300°C	110,7	176,7	384,3	1219,7	1015,7	346

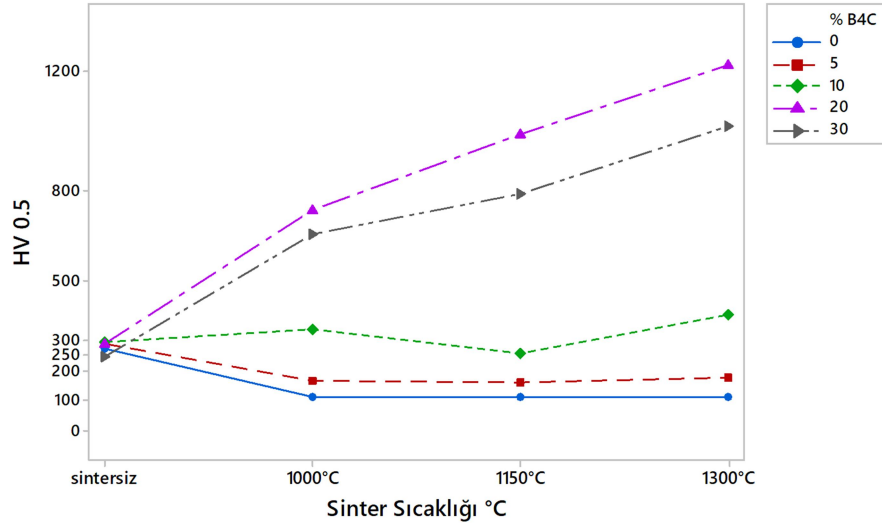
İçerisine farklı hacim oranlarında B₄C ve %10B takviyesi yapıp sinterlenmeyen numunelerin sertlik değerlerinde önemli bir değişim olmazken, sinterleme sıcaklığının artmasıyla aynı takviye oranına sahip numunelerin sertlik değerlerinde artış gözlenmiştir. %20 ve %30 B₄C içeren numunelerde sıcaklığın sertlik üzerindeki etkisi

daha yüksek olmuş, sinterleme sonunda sertlik değeri yaklaşık 3 katına çıkmıştır. Hacimce %10 B₄C oranının sertlik artışında kritik nokta olduğu söylenebilir. Bu değer altındaki takviye oranlarında yapılan sinterlemelerde sertlik değerleri aynı takviye oranlarına sahip sinterlenmemiş numunelerden daha düşük çıkmıştır. İçerisinde hiçbir takviye elemanı bulunmayan Fe numunenin sertliği her üç sıcaklıktaki sinterleme sonrasında sinter öncesine göre daha düşük sertlik değerlerine sahip olmuştur. Her üç sıcaklık değerinde, B₄C takviye oranının %20'ye kadar artmasıyla sertlik değerleri artmış, bu değerden sonra ise düşmüştür.

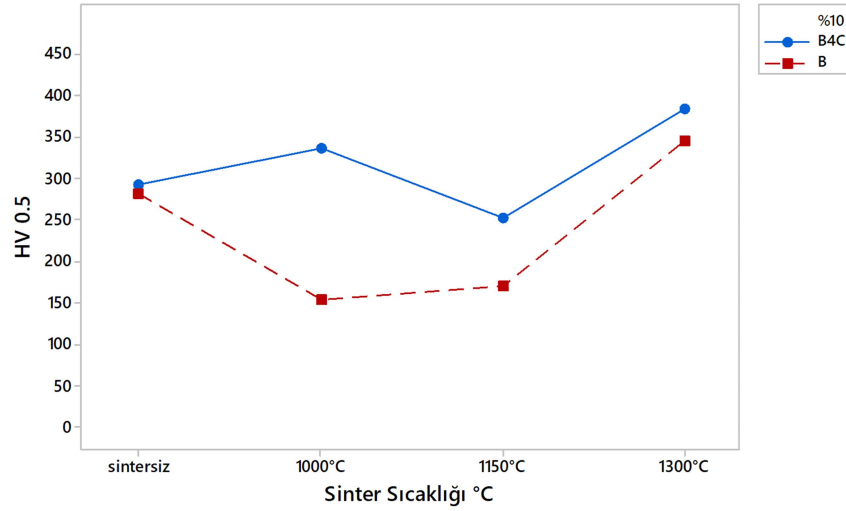
Hacimce %10B₄C ve %10B takviyeli Fe kompozitlerin sinterleme sıcaklığına bağlı sertlik değişimini gösteren Şekil 3.12 grafiği incelendiğinde, sinter öncesi sertlik değerleri aynı olmakla birlikte 1000°C sıcaklıkta sertlik değerleri arasındaki fark en yüksek değerine ulaşmış, 1150° C'den sonra ise yaklaşık aynı sertlik değerine yükselmiştir. Bu iki numuneye ait Şekil 3.13'deki mikro sertlik ve mikro yapı görüntüleri incelendiğinde bor partikül boyutunun 40 µm altı, B₄C boyutunun 1-7 µm olmasının aynı sinterleme sıcaklığı ve süresinde demir matriks içerisindeki yayılımı etkilediği görülmektedir. Büyük boyuttaki bazı bor partiküllerinin yapı içerisinde kısmen çözünmesi (Şekil 3.13) sonucu borlanmamış matriks alanlarının fazla olmasıyla sertlik değerinin düşük çıktığı söylenebilir.



Şekil 3.10. %B₄C oranına bağlı farklı sinterleme sıcaklıklarındaki sertlik değişimi.

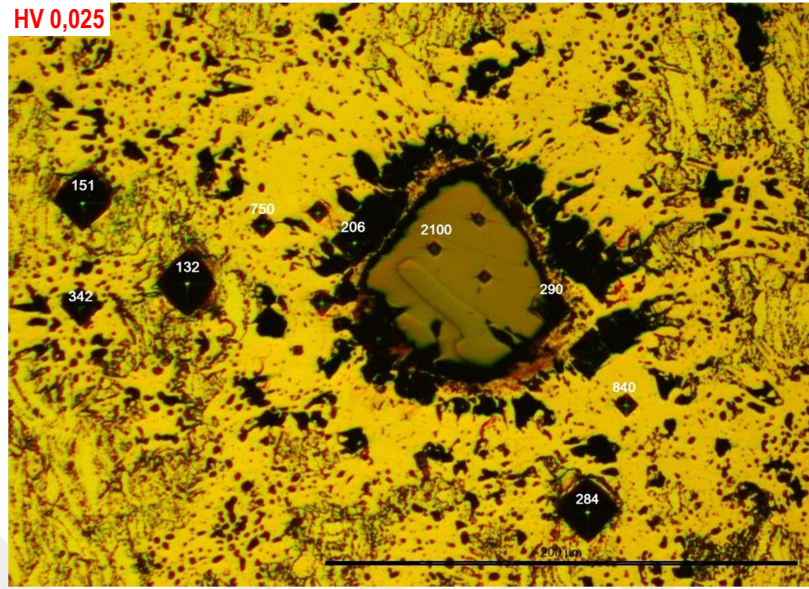


Şekil 3.11. Sinterleme sıcaklığına bağlı farklı %B₄C takviye oranlarındaki sertlik değişimi.

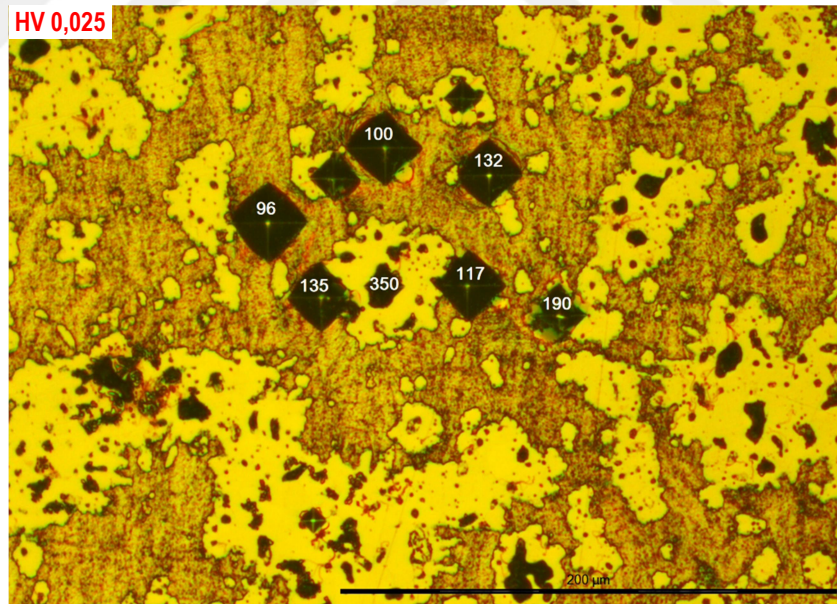


Şekil 3.12. Fe+%10B₄C ve Fe+%10B numunesinin sinterleme sıcaklığına bağlı sertlik mukayesesi.

Hacim oranlarının aynı olmasına karşın küçük boyuttaki B₄C taneleri yapı içerisinde her noktada ve tamamen çözünerek sertliği büyük oranda artırmıştır. Bunlara ilaveten B ve B₄C partiküllerinin aynı sıcaklıktaki yayılım mekanizmalarının birbirinden farklı olmasının da sertlik dağılımı üzerinde etkisi bulunmaktadır. Şekil 3.13'te 25 gr yük skalasında oluşan izler, borlanmış bölge ile borlanmamış matriks yüzeyi arasındaki sertlik farkını net bir şekilde göstermektedir.



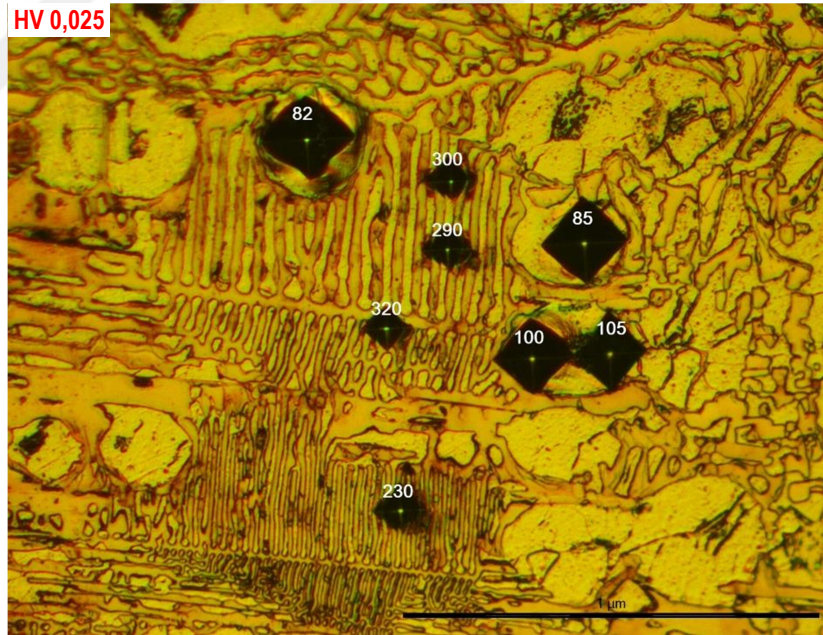
Şekil 3.13. 1000° C, 60 dak. sinterlenen Fe+%10 B₄C numunesinde yayılım bölgesi sertlik dağılımı.



Şekil 3.14. 1150°C, 60 dak. sinterlenen Fe+%10B numunesinde yayılım bölgelerinin sertlik dağılımı.

1150°C’ deki sinterlemede (Şekil 3.14), yapı içerisinde çözünmemiş B partikülüne rastlanmamış, tamamen çözünen bor sertliği nispeten artmıştır. Fakat %10 B₄C takviyeli yapıda, borlanmış alanların fazla olması nedeniyle sertlik daha yüksek olmuştur. 1300°

C'deki sinterlemede %10B₄C numunesi erimiş (Şekil 3.15) ve sertlik değerleri en yüksek değere ulaşmıştır. Eriyen numunelerde göze çarpan en önemli nokta, daha önceki sinterleme sıcaklıklarında mevcut gözeneklerin sıvı faz tarafından doldurulması sonucu bariz şekilde kaybolmasıdır. Gözenekliliğin (porozitenin) azalması, sertlik değerlerinin ve diğer mekanik özelliklerin iyileşmesinde büyük öneme sahiptir. Bir diğer farklılık ise erimeyen numunelerde kolay şekilde ayırt edilebilen borlanmış ve borlanmamış yüzey bölgelerinin eriyen numunelerde kaybolduğu, bunun yerine bazı bölgelerde oldukça karmaşık, bazı yerlerde ise sistematik sıralanmış düzgün geometrilere sahip yapıların varlığına rastlanmasıdır (Şekil 3.15). Bu bölgelerin ayrı noktalarından alınan sertlik ölçümleriyle borlanmış ve borlanmamış bölgeler hakkında ön fikir edinilmiştir. Sonrasında yapılan XRD ve EDX analizleriyle oluşan fazlar detaylı olarak araştırılmıştır.



Şekil 3.15. 1300°C, 60 dak. sinterlenen Fe+%10B₄C numunesinde yayılım bölgelerinin sertlik dağılımı.

Ergitme yöntemiyle üretilen metallere göre sinter mamuller daha fazla gözenek içerirler. Toz partikülleri düzgün olmayıp gayrimuntazam geometrilere sahip olduklarından ön sıkıştırma esnasında birbiri üzerinde sürtünmesiz olarak kayamazlar ve en fazla

gözeneklilik bu aşamada oluşur. Sinterleme prosesinde numunelerin sertlik, mukavemet, gözeneklilik (porozite) ve yoğunluk üzerinde ön kompaktlama basıncı, sıcaklığı ve süresi, partikül boyutları ve şekli, seramik takviye oranı, sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresinin büyük etkisinin olduğu bilinmektedir.

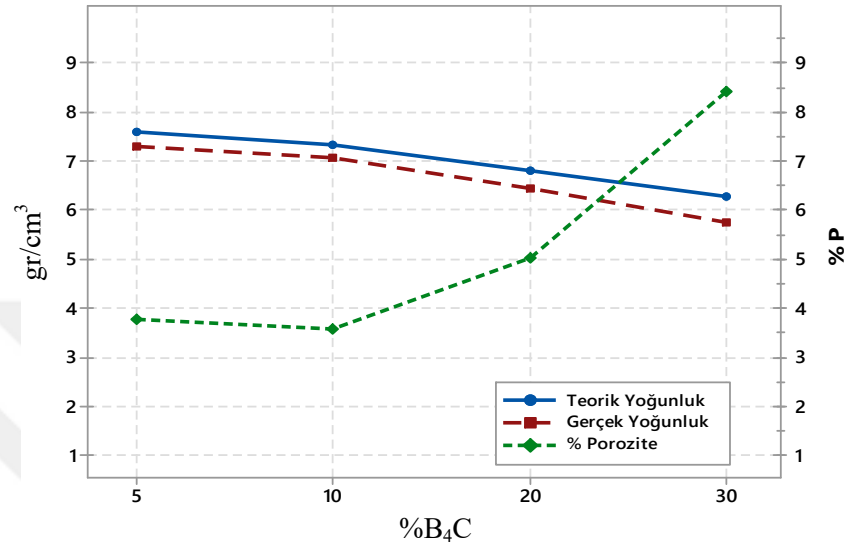
Gözenekler artan ön kompaktlama basıncı ve sinterleme sıcaklığıyla nispeten azaltılabilse de teorik yoğunluğa ulaşamaz. Bu nedenle numunelerin yoğunlukları sinterlenmeden önce Arşimet prensibi ile ölçülmüştür. Tablo 3.2’de hesaplanan teorik (özellik ağırlık), ölçülen-gerçek (birim hacim ağırlık) yoğunluk ve % porozite değerleri ile oluşturulan Şekil 3.16 grafiği incelendiğinde sinterleme öncesindeki gerçek yoğunluk değerlerinin, her karışım oranı için hesaplanan teorik değerlerin altında fakat birbirine yakın olduğu görülmektedir. Bunun nedeni, numunelerin üretiminde kullanılan partikül boyutlarının, ön kompaktlama basıncı ve sıcaklığın her numune için aynı değerde olmasıdır. Sinterleme süresinin artmasıyla gözeneklilik her ne kadar azalıyor olsa da tane boyutu ile birlikte gözenek boyutu da artmaktadır. Sinterleme esnasında tane sınırlarında kalan gözenekler tane büyümesini engeller veya yavaşlatır. Düşük sıcaklıklarda tane büyümesi yavaş gerçekleştiğinden gözenekler tane sınırlarında yoğunlaşırlar. Bu nedenle sinterleme işleminde mikro yapıyı belirleyen en önemli faktörün sinterleme sıcaklığı ve süresi olduğu söylenebilir.

Tablo 3.2. Sinterleme öncesinde teorik-gerçek yoğunluk ve % porozite değerleri.

	Özellik ağırlık- ρ	Birim hacim ağırlık- Δ		
	Teorik Yoğunluk (gr/cm ³)	Gerçek Yoğunluk (gr/cm ³)	% Porozite- P	Bağlı Yoğunluk (%)
Fe	7,87	7,744	1,60	98.4
%5 B ₄ C	7,603	7,316	3,77	96.23
%10 B ₄ C	7,335	7,074	3,56	96.44
%20 B ₄ C	6,8	6,458	5,03	94.97
%30 B ₄ C	6,265	5,737	8,43	91.57
%10 B	7,318	7,068	3,42	96.58

Numunelerde kullanılan Fe tozunun katalogda belirtilen yoğunluğu 7,87 gr/cm³ boyutu <44 μ m, B₄C yoğunluğu 2,52 gr/cm³ boyutu 1-7 μ m, B yoğunluğu 2,34 gr/cm³ boyutu <40 μ m’dir. Karışım kuralına göre, yoğunluğu Fe tozuna göre 2/3 daha düşük olan takviye elemanının hacim oranı arttıkça teorik yoğunluk değerinin düşmesi beklenen bir

durumdur. Fakat artan takviye oranıyla, teorik yoğunluk ile gerçek yoğunluk eğrisi arasındaki fark özellikle %10 B₄C oranından sonra daha fazla açılmış, %porozite değeri de benzer şekilde hızla artmıştır.



Şekil 3.16. Sinterleme öncesinde numunelerin %B₄C takviye oranına bağlı teorik-gerçek yoğunluk değerleri ve %porozite değişimi.

Gerçek yoğunluğun düşük çıkması, numune içerisinde gözenek (boşluk) varlığını açık bir şekilde göstermektedir ve bu nedenle gözenekliliğin ifadesi olan % porozite değerleri hesaplanarak Tablo 3.2’de belirtilmiştir. Mekanik özellikler üzerinde etkisi büyük olan porozite değerinin artması gerçek yoğunluk değerlerini düşürmüştür. En düşük porozite değeri sinterlenmemiş takviyesiz Fe numunesinde %1,6 olarak hesaplanmıştır. Yani teorik yoğunluğa %98,4 (bağıl yoğunluk) oranında yaklaşılmıştır. B₄C takviyeli numunelerde ise en yüksek porozite değeri, takviye oranının en yüksek değerinde (%30B₄C-Fe) %8,43 olarak hesaplanmış, teorik yoğunluğa %91,6 oranında yaklaşılmıştır (bağıl yoğunluk).

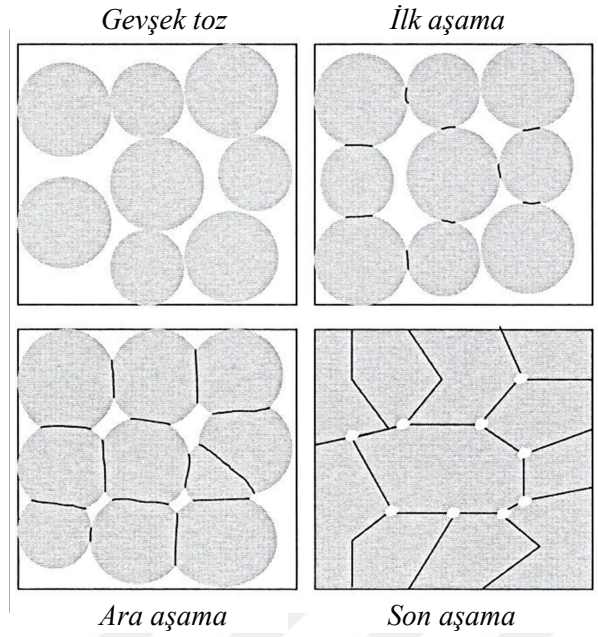
Kompozit numunelerdeki karışım tozlarının farklı geometrilere sahip olması ve farklı boyutlardaki partiküllerin temas eden yüzey alanının takviye oranı arttıkça azalması porozitenin bu şekilde artmasına neden olmuştur. Burada, porozitenin azalması veya yoğunluk değerinin artmasının yapı içerisindeki büyük ve küçük partiküllerin oranına bağlı olduğu da söylenebilir. Diğer taraftan, karışım içerisindeki sert fazın (B₄C tozu) yumuşak faza (Fe tozu) oranla yüzdesi arttıkça yapının ön kompaktlama basıncına karşı

dirençli hale gelmesi, sıkıştırılabilme kabiliyetinin düşmesine ve sıkıştırma (istifleme-paketleme) yoğunluğunun azalmasına neden olmuştur.

3.1.2. Sinterleme Süresinin Etkileri

Farklı sıcaklıklarda yapılan 1. Grup deneylerindeki sertlik ölçümlerinde en yüksek değerlerin Şekil 3.10'daki grafikte görüldüğü üzere 1150 ve 1300°C'de 60 dakika süreyle yapılan sinterleme işlemleri sonunda elde edildiği görülmüştür. 1300°C'deki sinterleme işlemlerinde bazı numunelerde sıvı faz oluşumu görülmüş ve iç yapıda dentritik faz bölgeleri oluşmuştur. Bu nedenle numuneler, 1150°C sinterleme sıcaklığında Tablo 2.5'te gösterilen 2. Grup deney parametrelerine göre 30, 90 ve 120 dakika boyunca sinterlenmiştir. 8°C/dak hızla ısıtma ve oda sıcaklığına serbest halde soğutmayla yapılan sinterleme işlemleri, oda sıcaklığından hedef değere ulaşma, sabit sıcaklıkta bekleme ve tekrar oda sıcaklığına soğuma dahil minimum 10 saat, maksimum 12 saat sürmüştür.

Sinterlemenin esasını, ergime sıcaklığının altındaki yüksek sıcaklıklarda, birbirine temas eden parçacıkların katı halde atom yayını ve mikrokaynak oluşumuyla birbirlerine bağlanması oluşturmaktadır. Bu oluşumu etkileyen ve ilk aşamada büyük ve düzensiz geometrilere sahip gözeneklerdir. İlerleyen aşamalarda parçacıklar arası bağ gelişimiyle gözenekler küçülür ve küresel bir hale gelir (Şekil 3.17) [51,52]. Komşu boyun bölgelerinin birleşmesi ve gözeneklerin azalmasıyla tane sınırı hareketleri kolaylaşır. Böylelikle teorik yoğunluğa yaklaşıırken gözenek sayısı azaldığından tane büyümesi hızlanır. Mekanik özellikler üzerinde büyük öneme sahip gözenekler, yük taşıyan kesit alanının azalmasına ve gerilme yığılmalarına neden olan çentik etkilerinden dolayı istenmeyen bir oluşumdur. Gözenekler artan pres basıncı ve sinterleme sıcaklığıyla nispeten azalabilse de teorik yoğunluğa ulaşamaz. Bu nedenle numunelerin gerçek yoğunluk değerleri sıcak pres sonrasında (500°C, 700MPa) sinterlenmeden önce Arşimet prensibi ile ölçülmüş ve gözeneklilik oranları (% porozite) hesaplanmıştır (Tablo 3.3). Ayrıca 30-60-90-120 dakika sinterlenen numunelerin yoğunlukları da aynı yöntem ile belirlenmiş ve Tablo 3.3'te belirtilmiştir.



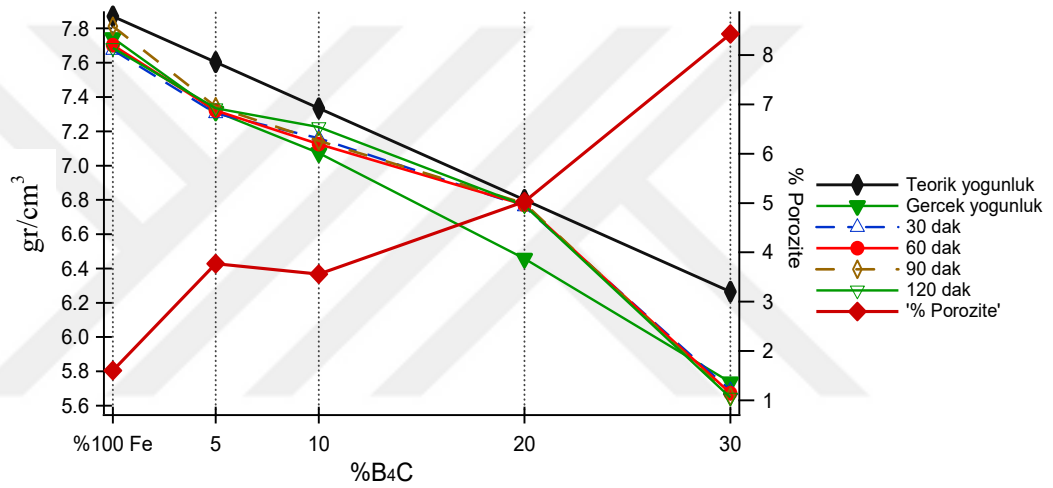
Şekil 3.17. Sinterleme prosesinde şematik gözenek oluşum aşamaları [172].

Tablo 3.3. Farklı sürelerde sinterleme sonrasındaki yoğunluk değerleri ($T_{sin} : 1150^{\circ}C$).

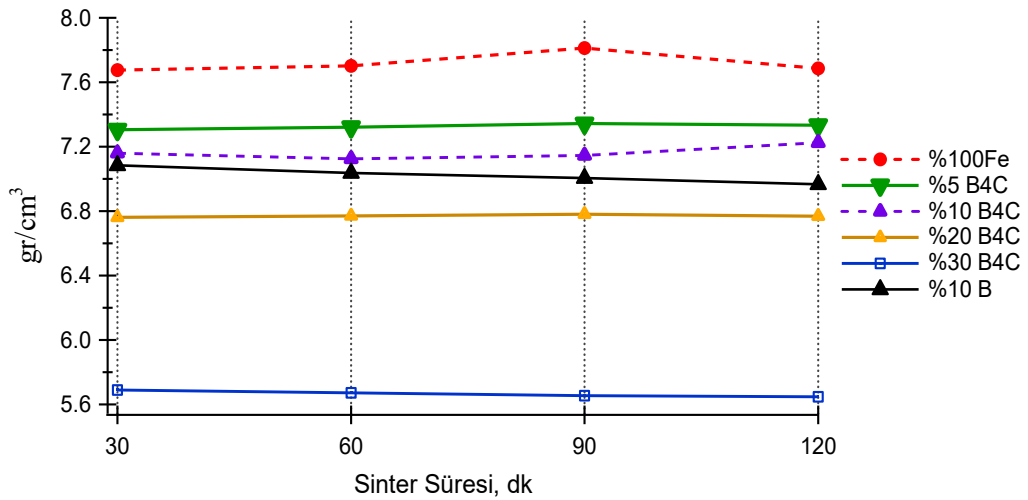
	Özgül ağırlık- ρ	Birim hacim ağırlık- Δ	%Porozite	Gerçek yoğunluk (gr/cm^3) (sinterleme sonrası)			
	Teorik Yoğunluk (gr/cm^3)	Gerçek Yoğunluk (gr/cm^3)(sinter öncesi)		30 dak	60 dak	90 dak	120 dak
Fe	7.87	7.744	1.60	7.675	7.702	7.813	7.686
%5 B ₄ C	7.603	7.316	3.77	7.305	7.321	7.344	7.334
%10 B ₄ C	7.335	7.074	3.56	7.159	7.125	7.145	7.225
%20 B ₄ C	6.8	6.458	5.03	6.762	6.771	6.780	6.768
%30 B ₄ C	6.265	5.737	8.43	5.689	5.672	5.654	5.647
%10 B	7.318	7.068	3.42	7.064	7.037	7.005	6.966

Düşük sıcaklıklarda tane büyümesi yavaş gerçekleştiğinden gözenekler tane sınırlarında yoğunlaşırlar. Sinterleme prosesinde sıcaklık ve süre değişkenleri mikro yapı incelemelerinde göz önünde bulundurulması gereken önemli faktörlerdendir. Bu nedenle aynı kompozisyona sahip numuneler sabit sıcaklıkta farklı sürelerde sinterlenmiş, mikroyapı ve sertlik özellikleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Tablo 3.3 verileri incelendiğinde, sinterleme öncesindeki gerçek yoğunluk değerlerinin, her numune için karışım kuralına göre hesaplanan teorik değerlerin altında olduğu açıkça görülmektedir. Gerçek yoğunluğun teorik değerden düşük olması, numune içerisinde

gözenek varlığını açık bir şekilde göstermektedir ve bu nedenle gözenekliliğin ifadesi olan % porozite değerleri hesaplanarak Tablo 3.3'te belirtilmiştir. Porozitenin artması gerçek yoğunluk değerini düşürmüştür. Şekil 3.18 grafiği incelendiğinde sinterleme süresine bağlı yoğunluklar teorik ve gerçek yoğunluk değerleri arasında değişmiştir. Takviyesiz Fe ile %30B₄C takviyeli kompozitlerin bazı sinterleme sürelerinde, sinter öncesi sahip oldukları yoğunlukların altına düştüğü görülmektedir. Takviyesiz numunedeki tane irileşmesi, %30 B₄C takviyeli numunede ise gözenek oluşumu yoğunluğun düşmesine neden olmuştur.



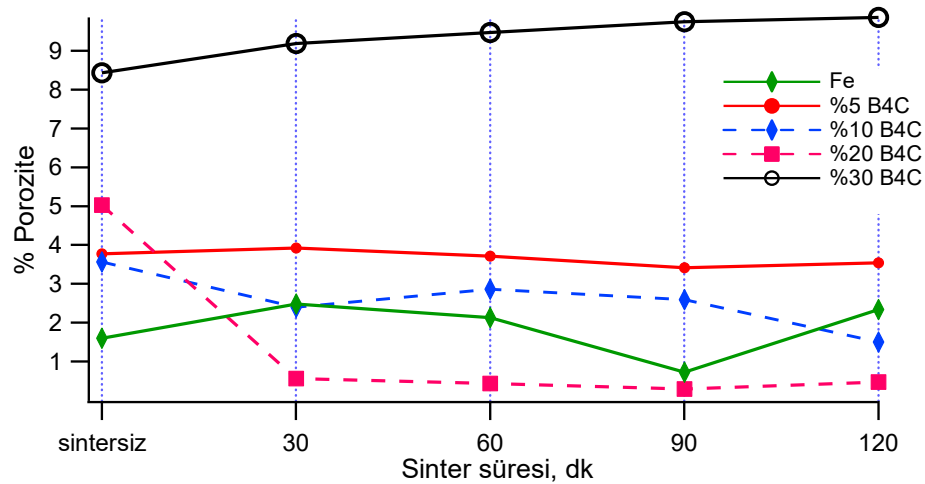
Şekil 3.18. B₄C takviye oranına bağlı yoğunluk ve porozite değişimi.



Şekil 3.19. Sinterleme süresine bağlı yoğunluk değişimi.

Teorik yoğunluğa en yüksek oranla %20 B₄C takviyeli numunenin 90 dakika sinterlenmesi sonunda ulaşılmıştır. En yüksek yoğunluk 90 dakika sinterleme sonunda Fe numunede 7.813 gr/cm³, en düşük yoğunluk ise 120 dakika sinterleme sonunda %30 B₄C takviyeli numunede 5.647 gr/cm³ olarak ölçülmüştür. Bu kompozitte porozite değeri %0.29 olurken bağıl yoğunluk %99.7 hesaplanmıştır. Sinterleme süresinin artmasıyla gözeneklilik her ne kadar azalıyor olsa da tane irileşmesi ile birlikte gözeneklerin boyutu da artmakta ve %porozite oranı dengede kalmaktadır. Farklı takviye oranlarına sahip numuneler üzerinde sinterleme süresinin belirgin bir etkisinin olmadığı fakat en yüksek yoğunluğa 90 dakikada ulaşıldığı, bu noktadan sonra yoğunluğun azaldığı görülmektedir (Şekil 3.19).

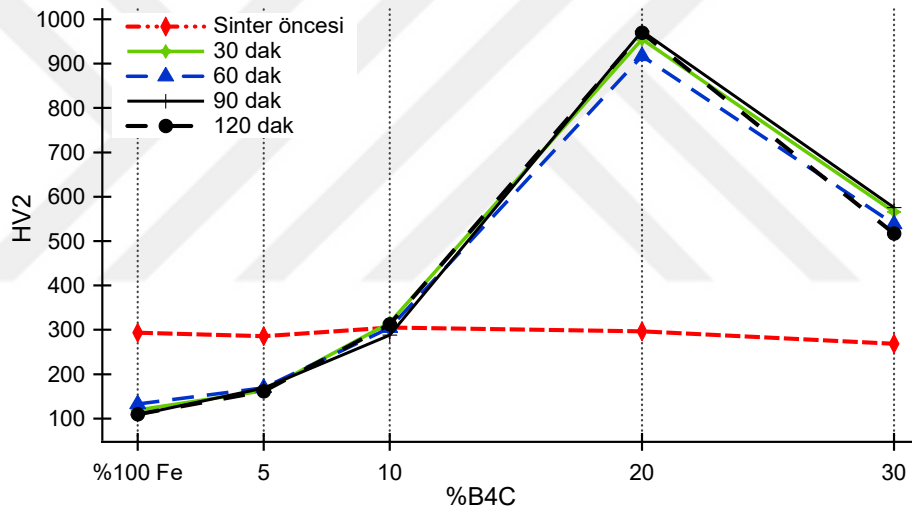
Yoğunluk değerleri Fe >%5 B₄C >%10 B₄C >%20 B₄C >%30 B₄C şeklinde takviye oranı arttıkça azalmıştır. Özellikle %20 takviye oranından sonra gözeneklilik çok fazla artmıştır. Şekil 3.20’de farklı sürelerde sinterleme sonunda kompozit numunelerin %porozite değişimi gösterilmiştir. Bu grafiğe göre en yüksek porozitenin %30 B₄C takviyeli numunede olduğu ve sinterleme süresi arttıkça porozitenin arttığı açık şekilde görülmektedir.



Şekil 3.20. Sinterleme süresine bağlı B₄C ile takviyelendirilmiş kompozitlerin porozite değişimi.

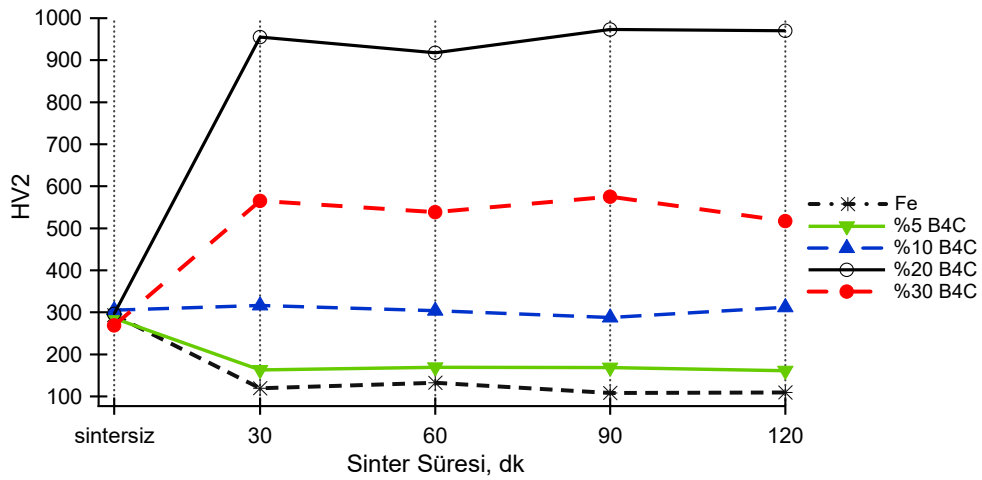
En yüksek yoğunluk 90 dakika sinterleme sonunda Fe numunede 7.813 gr/cm^3 , en düşük yoğunluk ise 120 dakika sinterleme sonunda $\text{\%30B}_4\text{C}$ takviyeli numunede 5.647 gr/cm^3 olarak ölçülmüştür. En yüksek porozite değeri yine bu numunede $\text{\%9.75}$ olarak hesaplanmıştır. Gerçek yoğunluk değerleri üzerinde takviye oranının, sinterleme süresine göre daha etkin olduğu söylenebilir.

Yoğunlukları belirlenen numunelerin kalıplama ve parlatma işlemlerinden sonra 2 kg yük skalasıyla makro sertlik, vickers 25 gr yük skalasıyla mikro sertlik ölçümleri yapılmıştır. Alınan sertlik değerlerine göre oluşturulan grafikler Şekil 3.21 ve Şekil 3.22'de gösterilmiştir.



Şekil 3.21. B_4C takviye oranına bağlı genel sertlik değişimi ($T_{\text{sin}} : 1150^\circ\text{C}$).

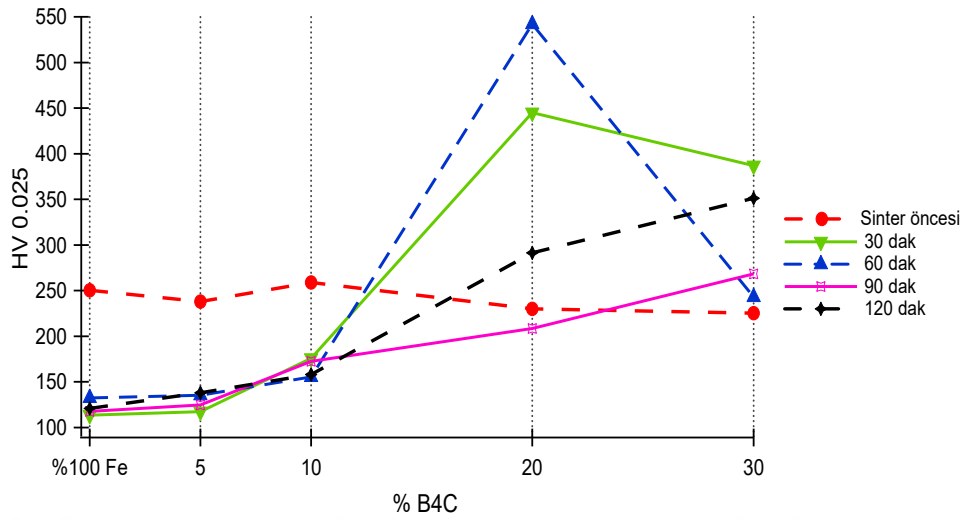
B_4C takviye oranına bağlı sertlik değişimi grafiği (Şekil 3.21) incelendiğinde $\text{\%20}$ takviye oranının kritik değer olduğu ve en yüksek sertlik değerinin bu numunede ölçüldüğü görülmektedir. Sinterleme süresinin sertlik üzerindeki etkisi Şekil 3.22 grafiği üzerinde incelendiğinde, takviyesiz Fe ve $\text{\%5 B}_4\text{C}$ takviyeli Fe numunesinin sertliği 30 dakika sinterleme işleminden sonra, sinter öncesine göre düşmüştür. $\text{\%10}$ ve üzerindeki takviye oranlarında 30 dakika sinterleme sonrasında sertlik değerlerinde belirgin bir artış görülmektedir.



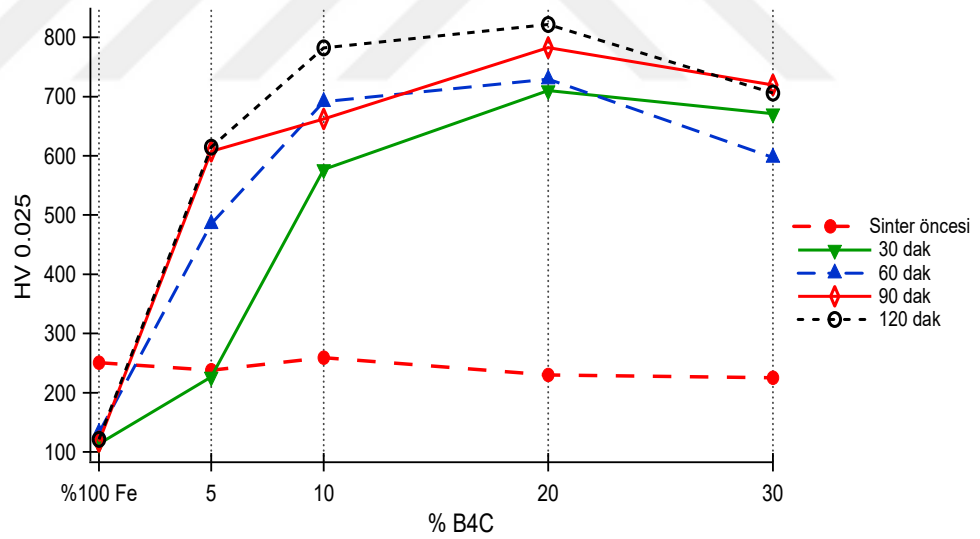
Şekil 3.22. Sinterleme süresine bağlı genel sertlik değişimi ($T_{sin} : 1150^{\circ}C$).

Genel olarak 30 dakika sinterleme süresinin $1150^{\circ}C$ sıcaklıktaki sinterleme için kritik süre olduğu, 30 dakikadan sonra artan sinterleme süresinin sertlik değerlerini artırıcı yönde fazla etkisinin olmadığı söylenebilir. Artan sinterleme süresiyle irileşen Fe taneleri sertliğin düşmesine neden olurken bor atomlarının Fe matrikse difüzyonu ve yayılım bölgelerinin büyümesi ile sertlikte artış sağlayan bu oluşumların aynı anda gerçekleşmesi 30 dakika üzerindeki sinterleme işlemlerinde birbirini dengeleyici rol oynamış ve sertlik değerlerinin fazla değişmemesine neden olmuştur.

Genel sertlik değerleri alınan numunelerin yayılım ve matriks bölgelerinden ayrı ayrı 25 gr yük altında mikrovickers skalasıyla sertlik ölçümleri yapılmıştır. Sinterleme süresine bağlı matriks ve yayılım bölgelerinin sertlik değişim grafikleri Şekil 3.23 ve Şekil 3.24'de görülmektedir. Matriks bölgesinin sertlik değişiminde %10 B₄C takviyesinin kritik nokta olduğu görülmektedir (Şekil 3.23). Kompozit içerisindeki sert fazın (B₄C) yumuşak faza (Fe) oranla yüzdesi arttıkça yapının basınca karşı dirençli hale gelmesi, sıkıştırılabilirlik kabiliyetinin ve sıkıştırma yoğunluğunun azalmasına neden olmaktadır. Sinter öncesi numunelerin matriks bölgesinden alınan sertlik değerlerinin artan takviye oranıyla düşmesinin nedeni olarak bu artış gösterilebilir. Matriks bölgesinden alınan en yüksek sertlik 60 dakika sinterleme sonunda %20 B₄C takviyeli numunede ölçülmüş, bu değerden sonra ise sertlik düşmüştür.

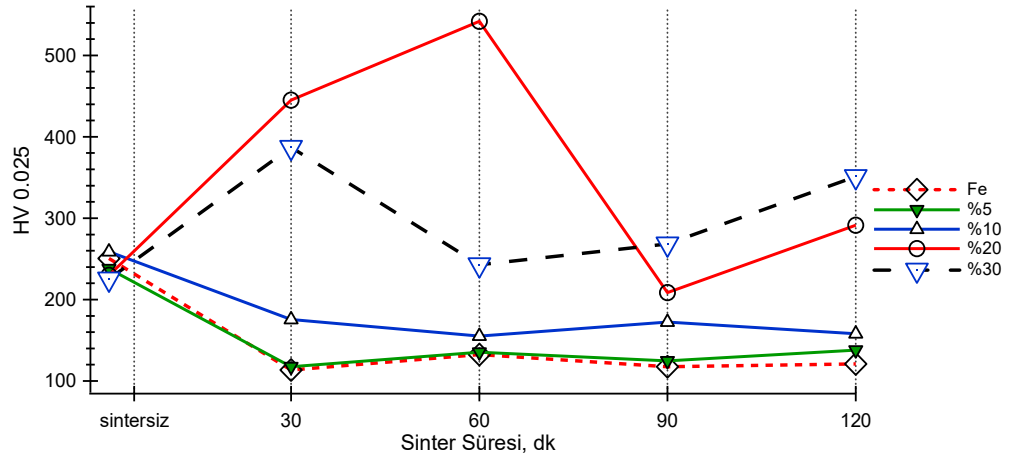


Şekil 3.23. B₄C Takviye oranına bağlı matris bölgesi sertlik değişimi ($T_{sin} : 1150^{\circ}C$).

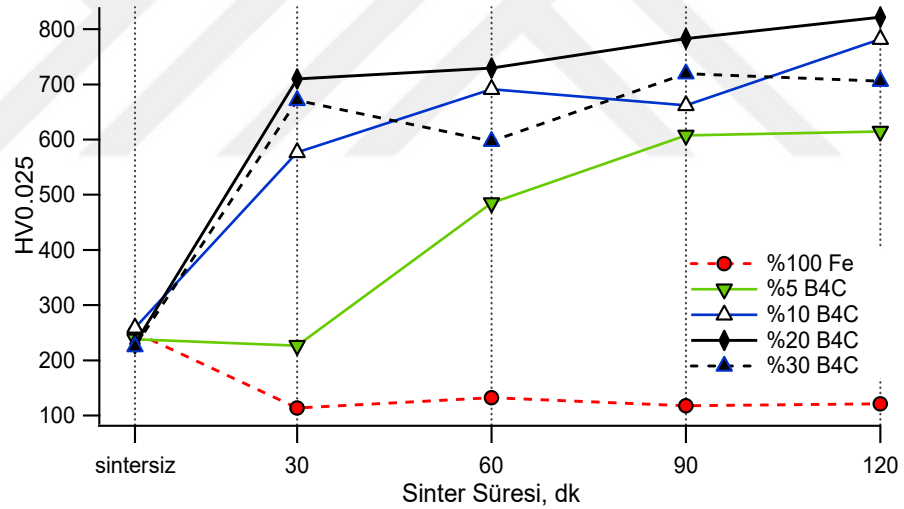


Şekil 3.24. B₄C Takviye oranına bağlı yayılım bölgesi sertlik değişimi ($T_{sin} : 1150^{\circ}C$).

Yayılım bölgesinden alınan sertlik değerlerinde ise takviye oranına ve zamana bağlı olarak genel bir artış görülmektedir (Şekil 3.25-3.26). En yüksek sertlik değerleri ise 120 dakika sinterleme sonunda %10 ve %20 B₄C ile takviyelendirilmiş numunelerde sırasıyla 782 ve 821 HV_{0.025} ölçülmüştür.

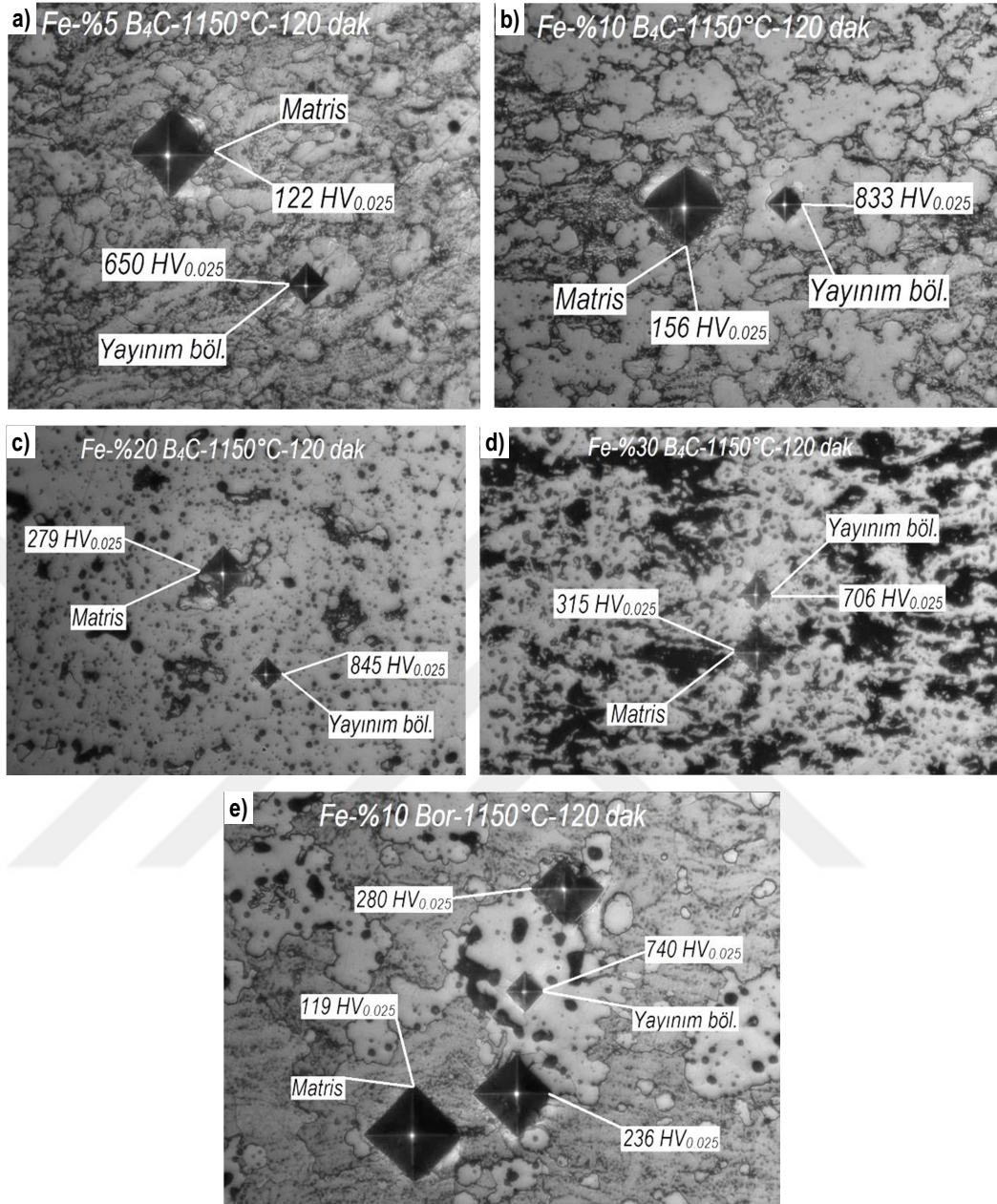


Şekil 3.25. Sinterleme süresine bağlı matriks bölgesi sertlik değişimi (Tsin :1150°C).



Şekil 3.26. Sinterleme süresine bağlı yayınım bölgesi sertlik değişimi (Tsin :1150°C).

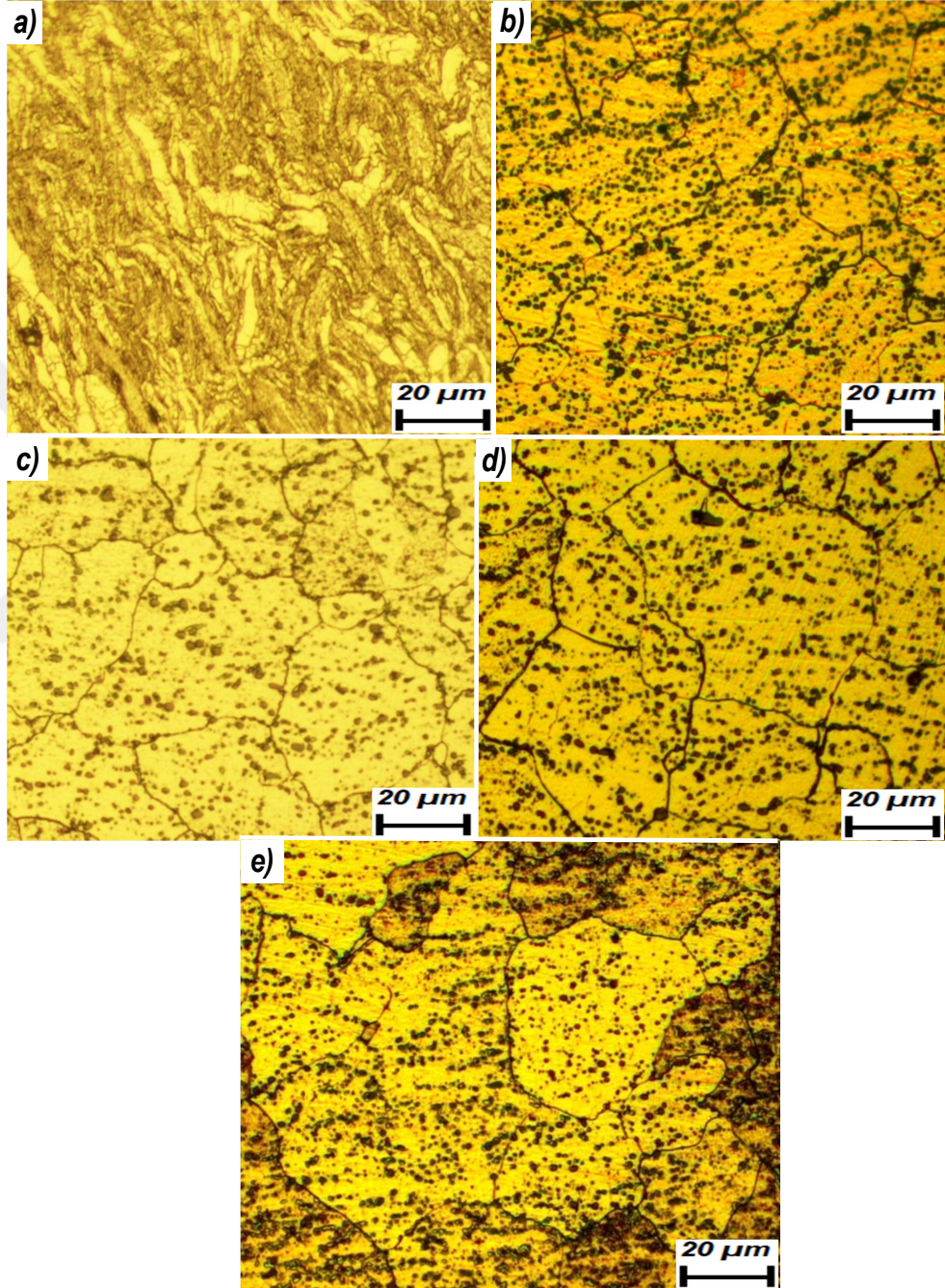
1150°C'de 120 dakika sinterlenen numunelere ait mikrovickers sertlik ölçüm izleri Şekil 3.27'de gösterilmiştir. Genel olarak yayınım bölgesinin sertliği Fe matriks yüzeyine göre 3-6 kat yüksek çıkmıştır. Fe ile reaksiyon sonucu oluşan borür fazlarının (FeB, Fe₂B) bu bölgelerin sertlik artışında etkili olduğu söylenebilir.



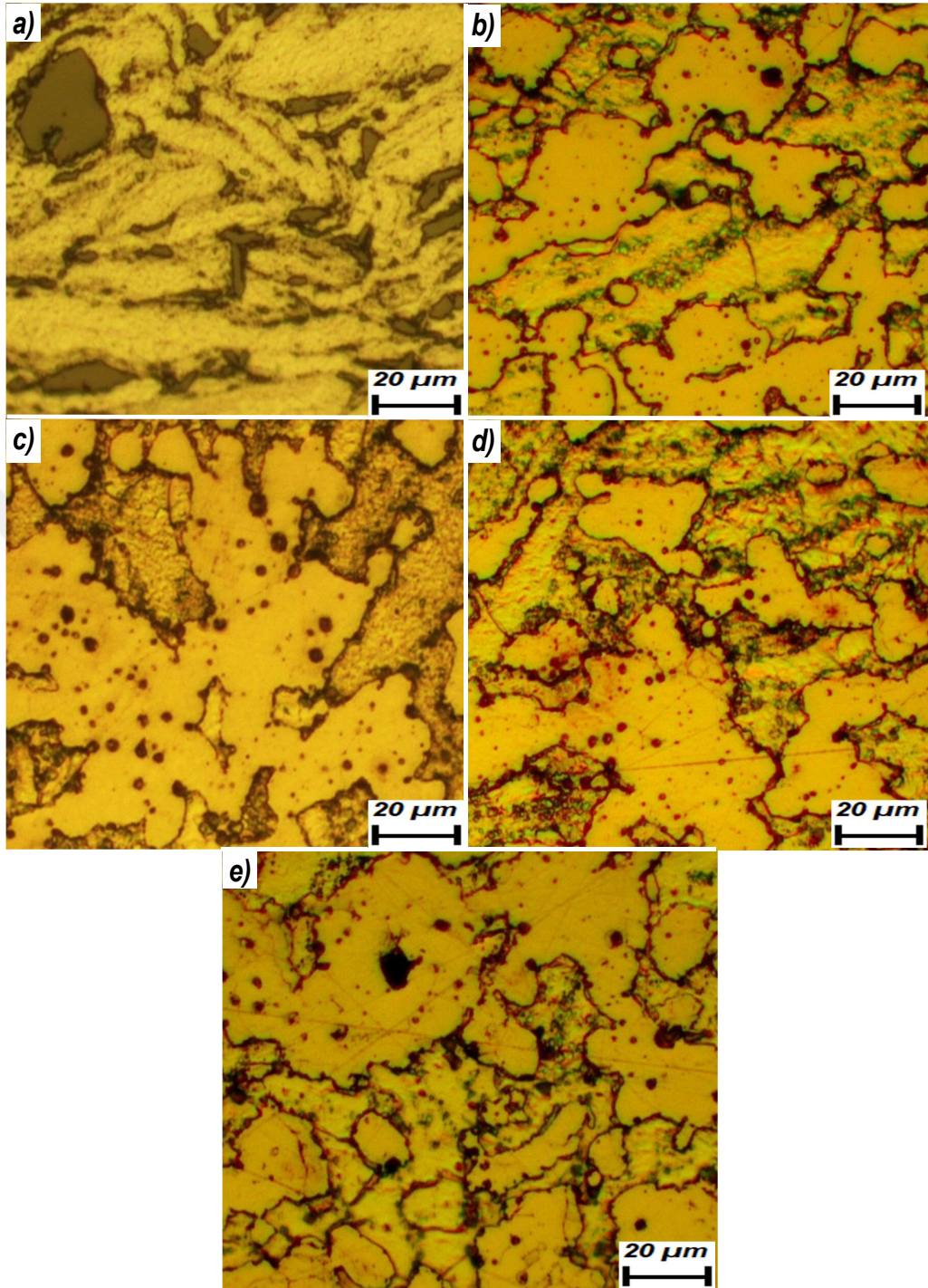
Şekil 3.27. Fe/B₄C, Fe/B kompozitlerin matris ve yayınım bölgesi mikrosertlik mukayesesi, a) Fe+%5B₄C, b) Fe+%10B₄C, c) Fe+%20B₄C, d) Fe+%30B₄C, e) Fe+%10B, (1150°C, 120 dak).

1150°C’de farklı sürelerde sinterlenen ve sinterlenmeyen numunelerden farklı büyütme oranlarıyla alınan mikroyapı görüntüleri Şekil 3.28-3.31’de gösterilmiştir. Görüntüler incelendiğinde sinterleme süresinin artmasıyla yayınım bölgelerinde kısmi oranda büyüme görülmekte aynı zamanda artan gözeneklerde dikkat çekmektedir. 1150°C sinterleme sıcaklığına ulaşma sırasında geçen zamanın bor difüzyonunu başlatması

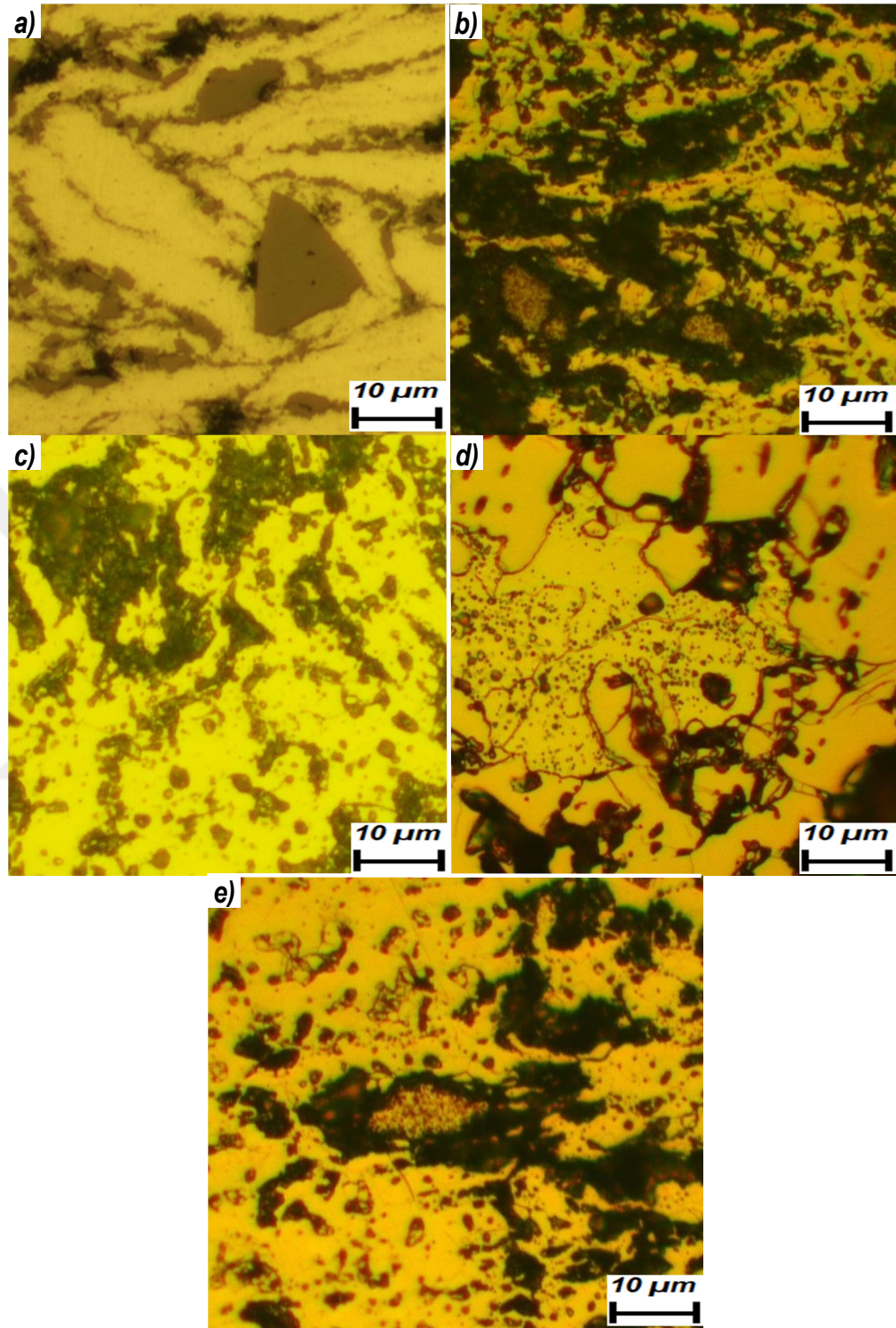
nedeniyle 30 dakika sinterleme süresinin etkisi tam olarak anlaşılamamaktadır. 60 ve 120 dakika sinterleme sürelerindeki iç yapılarda yayılım bölgelerinin büyüdüğü ve Fe matriks tanelerinin irileştiği görülmektedir.



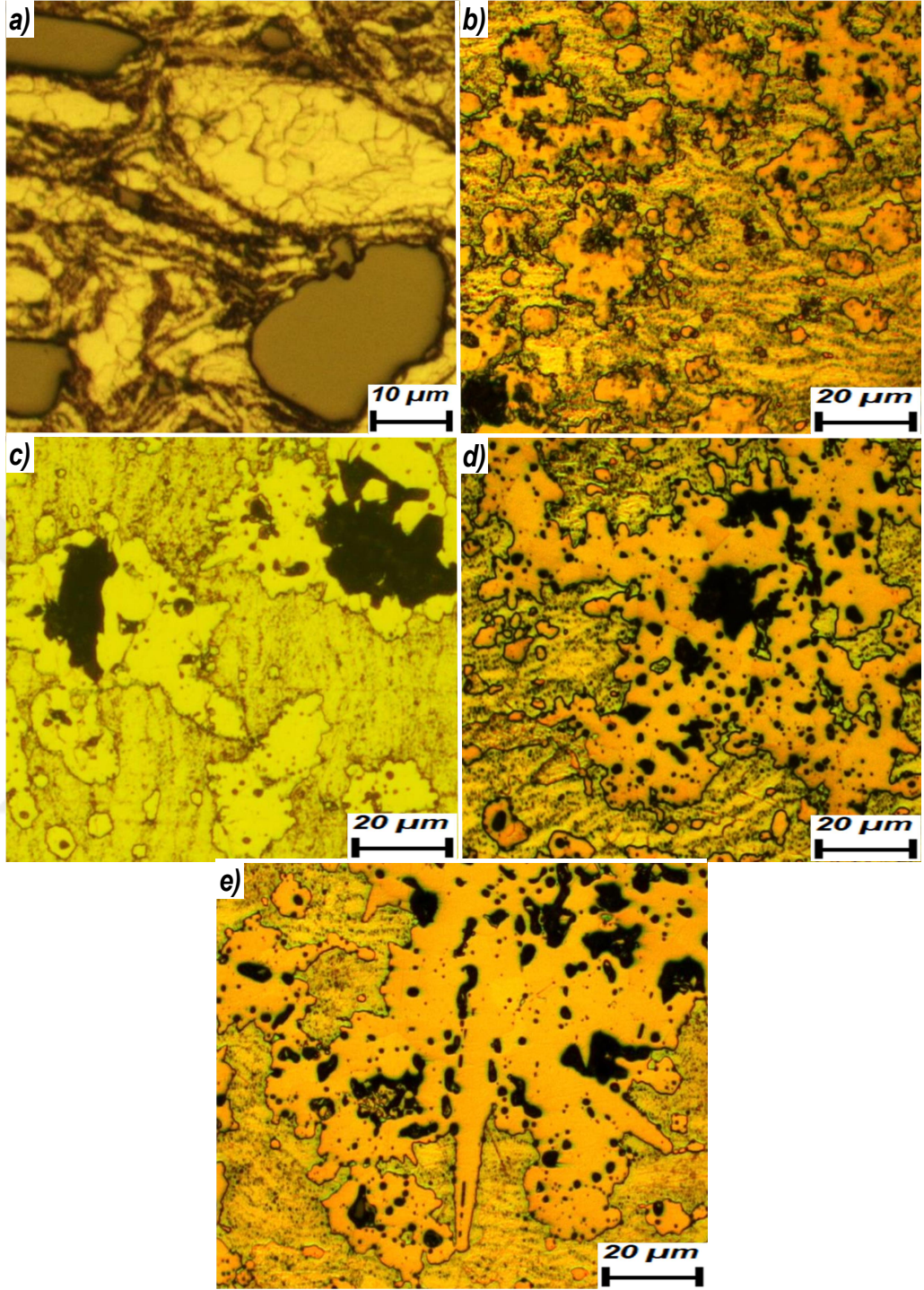
Şekil 3.28. Takviyesiz Fe numunesi mikroyapı görüntüleri, a) sinter öncesi, b) 30, c) 60, d) 90, e) 120 dakika sinter sonrası.



Şekil 3.29. Fe+%10 B₄C numunesi mikroyapı görüntüleri, a) sinter öncesi, b) 30, c) 60, d) 90, e) 120 dakika sinter sonrası.



Şekil 3.30. Fe+30 B₄C numunesi mikroyapı görüntüleri, a) sinter öncesi, b) 30, c) 60, d) 90, e) 120 dakika sinter sonrası.



Şekil 3.31. Fe+%10 Bor numunesi mikroyapı görüntüleri, a) sinter öncesi, b) 30, c) 60, d) 90, e) 120 dakika sinter sonrası.

Yukarıda yapılan mikroyapı incelemelerine göre Bor atomunun Fe matriks içerisinde belirli bir sıcaklıkta ve belirli bir süre sonunda yine belirli oranlarda difüzyonu

sonucunda demir borür fazlarının oluşmasıyla numunelerin sertliğinde artış sağlanmıştır. Isıl işlemlerle çeliklerin yüzey sertliklerinin artırılmasında ve mekanik özelliklerinin geliştirilmesinde atomsal hareketlerle malzeme transferi (difüzyon) işleminden yararlanır. Demir kafesi içerisinde yabancı veya alaşım atomları mevcut boşluklara hareket ederler. Ergime sıcaklığının altında belirli süre boyunca alaşım elementlerinin atomları farklı mekanizmalarla yayınarak alaşımlanmış bir bölge oluştururlar. Demir atomlarına oranla küçük boyutlu bor atomları demir atomları arasındaki arayer konumlarına girmesi ile arayer katı çözeltisi olur ve sertlik artışı sağlanır. Metal malzemelerdeki yayınma mekanizması temel olarak boşluk veya arayer yayınması türünde zamana bağlı olarak gerçekleşmektedir. Birim hacim başına yayınan kütle miktarı kararlı veya kararsız yayınma türlerine göre Fick'in birinci kanunu ile ifade edilmektedir [172].

$$J = -D \frac{dC}{dx}$$

Buradaki D yayınma katsayısı (cm^2/sn), dC/dx ise mesafeye bağlı konsantrasyon gradyenidir. J bir metrekareden bir saniyede yayınan atomun miktarıdır ($\text{kg}/\text{m}^2\text{sn}$ veya $\text{atom}/\text{m}^2\text{sn}$). Eksi işareti yayınma yönünde konsantrasyonun azaldığını ifade etmektedir. Gerçekte yayınım mekanizmaları kararlı değildir. Yani, katı içerisinde yayınan atomların birikmesi veya eksilmesi ile belirli bir noktadaki yayınım akısı zamanla değişir. Kararsız yayınmada arayüzeyden olan mesafe arttıkça konsantrasyon miktarı parabolik olarak azalır. Sabit yüzey konsantrasyonu için yarı sonsuz katıda Fick'in ikinci kanunu Gaussina hata fonksiyonunun yerine yazılması ile,

$$\text{sabit} = \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \quad \text{sabit} = \frac{x^2}{Dt}$$

olarak ifade edilir. Burada D difüzyon katsayısı (cm^2/sn), t süre (sn), x mesafedir. Bu denklem atomların bir yöndeki hareketlerinin belirli bir süre boyunca ne kadar ilerlediğini belirlemek için kullanılır. Yayınma olayı özellikle yayınan atomların türü, sıcaklık ve süreden oldukça etkilenmektedir. Sıcaklığa bağlı yayınma katsayı değişimi,

$$K = K_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)$$

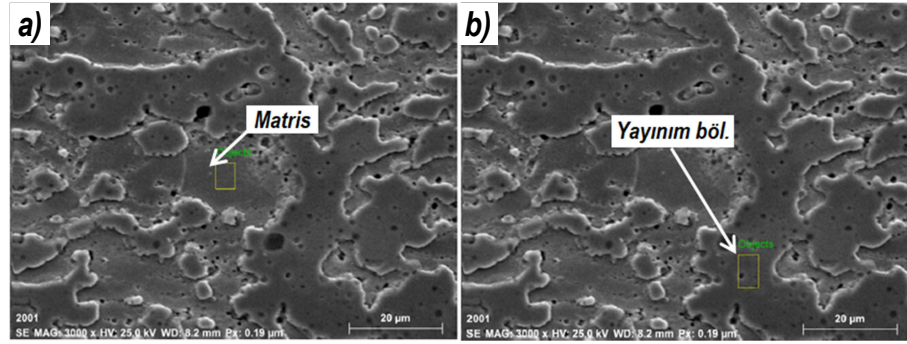
K sıcaklıktan bağımsız malzeme sabiti (yayınma katsayısı) (m^2/sn), Q yayınma için aktivasyon enerjisi (J/mol), R gaz sabiti (8,31 J/mol.K), T mutlak sıcaklık (K) [172].

3.1.2.1. EDX Analizleri

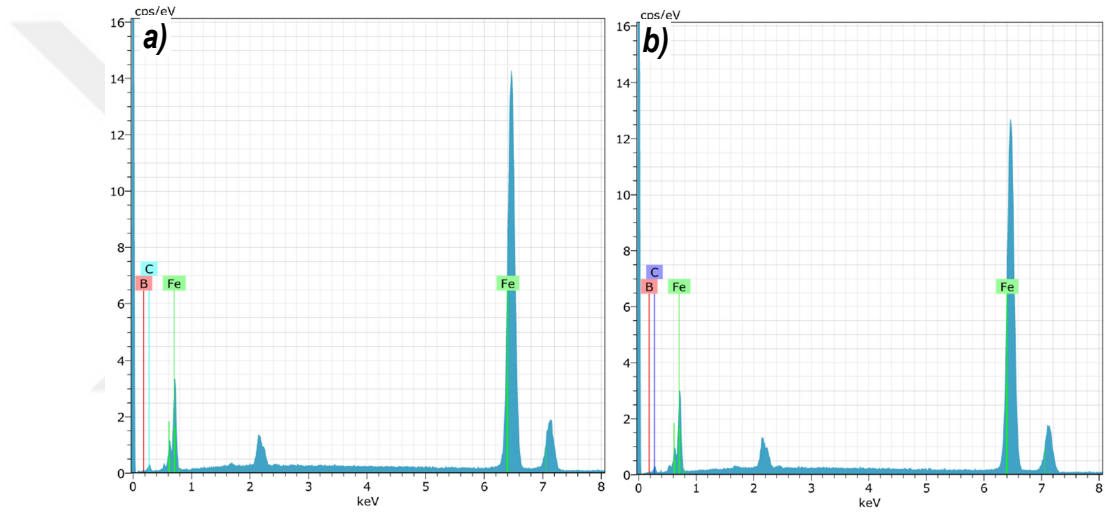
Sabit 1150°C sıcaklıkta değişen sürelerde (30-60-90-120 dakika) sinterlenmiş numunelerin matriks ve yayınım bölgelerinden EDX analizleri yapılarak sinter süresinin matrikse yayınan B atomlarının % değişimi üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Analizler, matriks ve yayınım bölgelerinin en kolay şekilde ayırd edilebildiği %10B₄C ve %10B takviyeli kompozit numunelerden alınmıştır (Şekil 3.32-3.36). Alınan değerler %Atomik ve %Ağırlık olarak Tablo 3.4 ve Tablo 3.5’de özetlenmiştir. Matriks ve yayınım bölgelerindeki bor (B), demir (Fe) ve karbon (C) değerlerindeki süreye bağlı elementel değişim (%At-%Wt) grafikleri oluşturulmuştur (Şekil 3.37-3.40).

Şekil 3.37-3.40 grafikleri incelendiğinde, sinterleme süresi arttıkça demir matriks bölgesinde Fe oranının azaldığı, B oranının arttığı söylenebilir. 30 ve 60 dakika arasında matriks bölgesinde Fe oranının artması ve B oranının azalmasının nedeni taneler arasında ilk boyun oluşumunun başlaması ve tanelerin irileşmesidir. 60 dakikadan sonra tane irileşmesinden ziyade atomsal yayınım baskın olmakta ve difüzyon bölgesi genişlerken matriks bölgesindeki B miktarı da artmaktadır.

Fe’nin matriks bölgesindeki ağırlıkça element oranı her sinterleme süresi için yayınım bölgesinden fazla olmuştur. Yayınım bölgesindeki ağırlıkça bor oranı matrikse göre daha yüksek değerde çıkmış, 60. dakikadan sonra her iki bölgede de oran artmıştır. Yayınım bölgelerinden alınan analizlerde B atomlarının Fe matrikse yayınması sonucu bu bölgelerde B oranının azaldığı, matriks bölgesinde ise arttığı görülmektedir. Fe+%10B₄C numunelerine ait EDX analizi değerleri incelendiğinde 60 dakikanın kritik sinterleme süresi olduğu, bu noktadan sonra matriks ve yayınım bölgesinde Fe oranının azalıp B oranının arttığı görülmektedir.

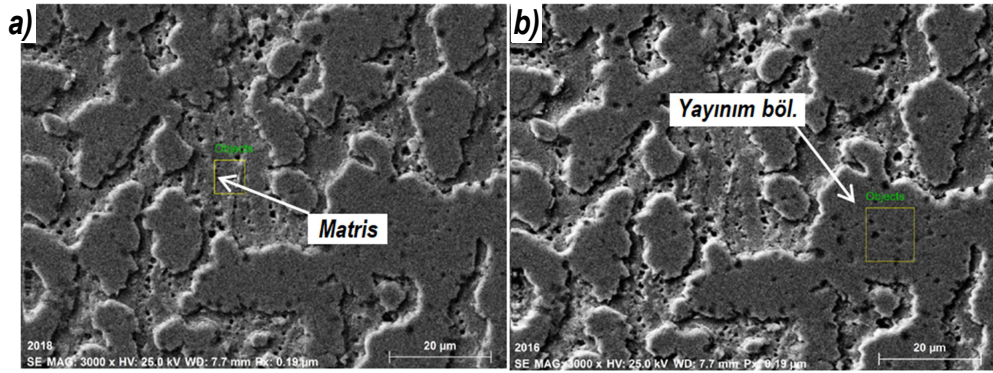


Şekil 3.32. 1150°C, 30 dakika sinterlenen Fe+%10 B₄C numunesi EDX analiz noktaları.



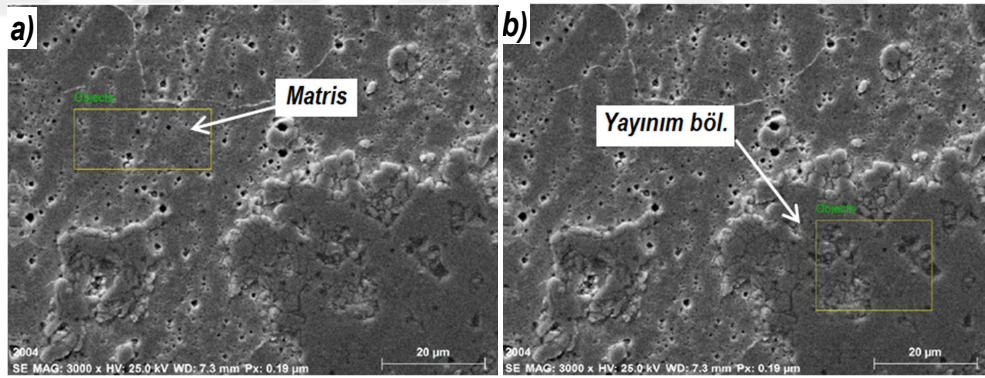
Matriks Bölgesi-a				Yayınım Bölgesi-b			
	Atomik %	Ağırlık %	Muhtemel Bileşikler		Atomik %	Ağırlık %	Muhtemel Bileşikler
Fe	47,7	81,9	Fe ₂ B FeB	Fe	44,1	79,6	Fe ₂ B FeB
B	32,3	10,7		B	35,3	12,3	
C	19,9	7,3		C	20,5	7,9	

Şekil 3.33. 1150°C, 30 dakika sinterlenen Fe+%10 B₄C numunesi EDX spektrumu ve analiz değerleri.



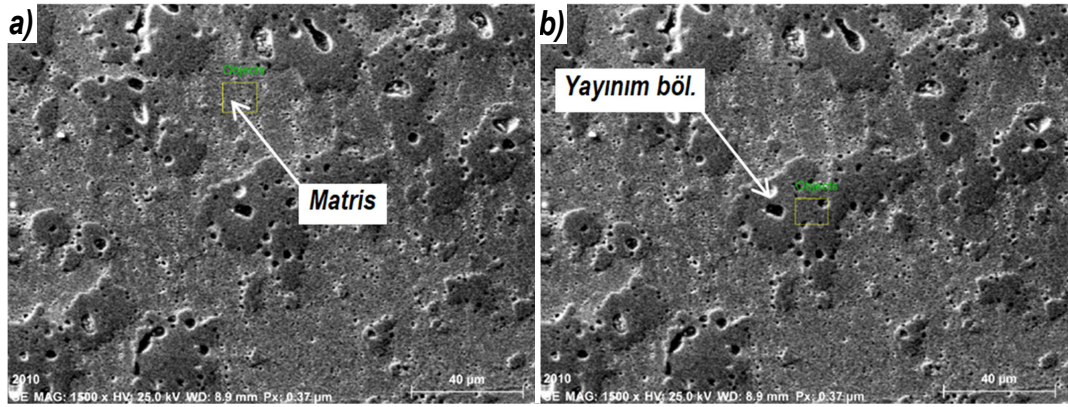
Matriks Bölgesi-a				Yayınım Bölgesi-b			
	Atomik %	Ağırlık %	Muhtemel Bileşikler		Atomik %	Ağırlık %	Muhtemel Bileşikler
Fe	45,9	80,7	Fe₂B FeB	Fe	44,3	79,7	Fe₂B FeB
B	33	11,2		B	33,4	11,6	
C	20,9	7,9		C	22,2	8,6	

Şekil 3.34. 1150°C, 120 dakika sinterlenen Fe+%10 B₄C numunesi EDX analiz değerleri.



Matriks Bölgesi-a				Yayınım Bölgesi-b			
	Atomik %	Ağırlık %	Muhtemel Bileşikler		Atomik %	Ağırlık %	Muhtemel Bileşikler
Fe	45,6	80,6	Fe₂B FeB FeBC	Fe	41,3	77,7	Fe₂B FeB FeBC
B	34,4	11,7		B	37,2	13,5	
C	19,9	7,5		C	21,3	8,6	

Şekil 3.35. 1150°C, 30 dakika sinterlenen Fe+%10 B numunesi EDX analiz değerleri.



Matriks Bölgesi-a				Yayınım Bölgesi-b			
	Atomik %	Ağırlık %	Muhtemel Bileşikler		Atomik %	Ağırlık %	Muhtemel Bileşikler
Fe	51,3	83,8	Fe ₂ B	Fe	40,2	76,9	Fe ₂ B
B	27,7	8,7	FeB	B	37	13,7	FeB
C	20,9	7,3	FeBC	C	22,7	9,3	FeBC

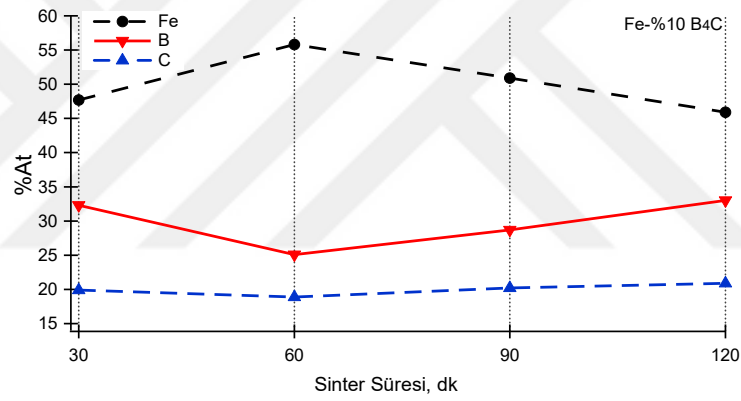
Şekil 3.36. 1150°C, 120 dakika sinterlenen Fe+%10 B numunesi EDX analiz değerleri.

Tablo 3.4. Sinterleme süresine bağlı matriks ve yayınım bölgelerinin %Atomik element miktarları (T_{sin}:1150°C).

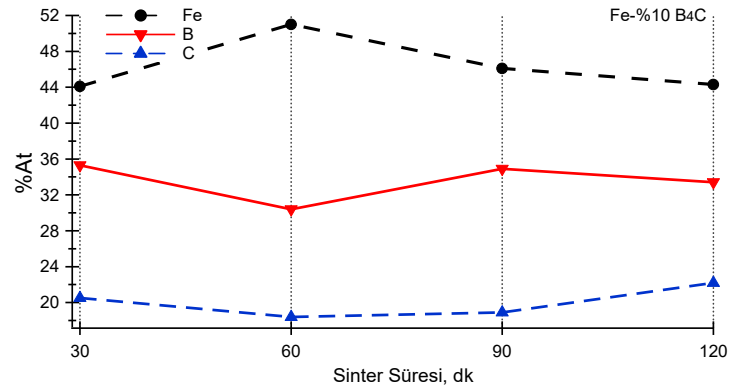
		Matriks				Yayınım Bölgesi			
Fe-%10 Bor	% At	30 dk	60 dk	90 dk	120 dk	30 dk	60 dk	90 dk	120 dk
	Fe	45.6	54.1	49.3	51.3	41.3	48	41.8	40.2
	B	34.4	22.2	30.2	27.7	37.2	34.5	38.4	37
	C	19.9	23.6	20.3	20.9	21.3	17.3	19.7	22.7
Fe-%10 B ₄ C	Fe	47.7	55.8	50.9	45.9	44.1	51	46.1	44.3
	B	32.3	25.1	28.7	33	35.3	30.4	34.9	33.4
	C	19.9	18.9	20.2	20.9	20.5	18.4	18.9	22.2

Tablo 3.5. Sinterleme süresine bağlı matriks ve yayılım bölgelerinin %Ağırlık element miktarları ($T_{sin} : 1150^{\circ}C$).

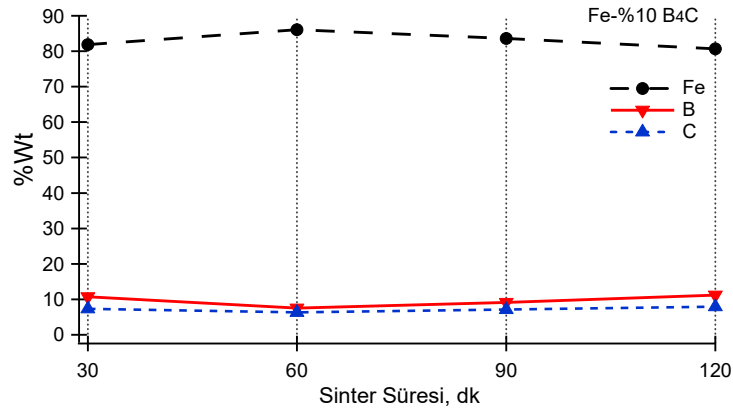
	% Wt	Matriks				Yayılım Bölgesi			
		30 dk	60 dk	90 dk	120 dk	30 dk	60 dk	90 dk	120 dk
Fe-%10 Bor	Fe	80.6	85.2	82.8	83.8	77.7	82.1	78.1	76.9
	B	11.7	6.7	9.8	8.7	13.5	11.4	13.9	13.7
	C	7.5	8	7.3	7.3	8.6	6.3	7.9	9.3
Fe-%10 B ₄ C	Fe	81.9	86.1	83.6	80.7	79.6	83.8	80.9	79.7
	B	10.7	7.5	9.1	11.2	12.3	9.6	11.8	11.6
	C	7.3	6.3	7.1	7.9	7.9	6.5	7.1	8.6



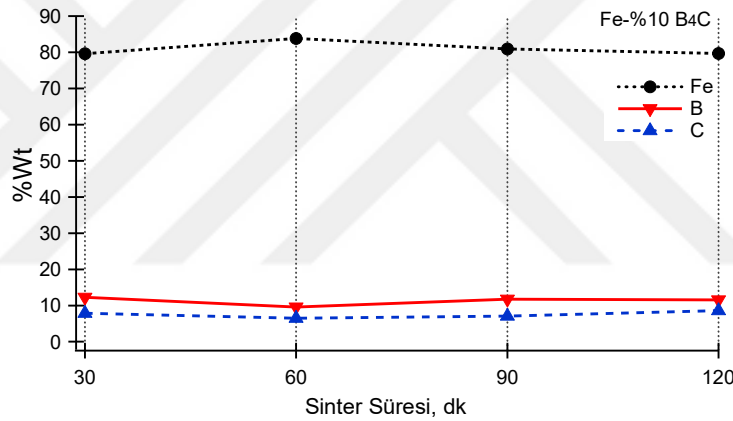
Şekil 3.37. Süreye bağlı matriks bölgesi %At elementel değişimi, Fe+%10 B₄C.



Şekil 3.38. Süreye bağlı yayılım bölgesi %At elementel değişimi, Fe+%10 B₄C.



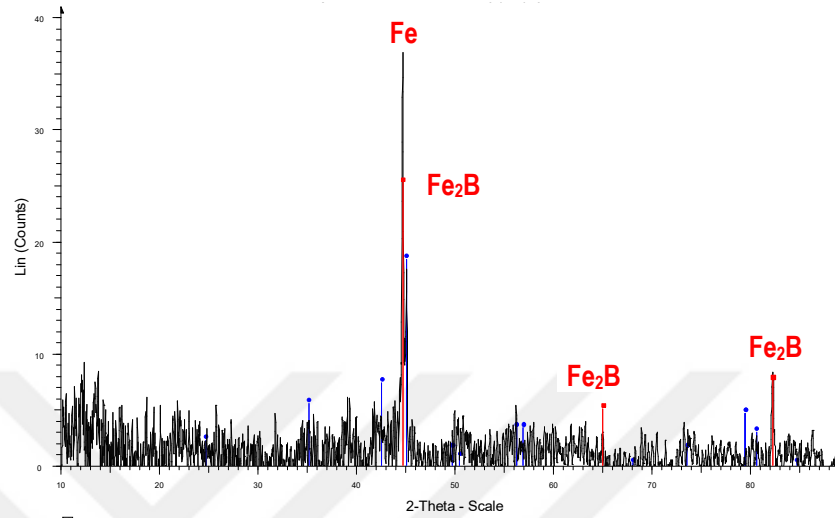
Şekil 3.39. Süreye bağlı matriks bölgesi %Wt elementel değişimi, Fe+%10 B₄C.



Şekil 3.40. Süreye bağlı yayınım bölgesi %Wt elementel değişimi, Fe+%10 B₄C.

Fe+%10 B numunesine ait değişim değerleri (Tablo 3.4-3.5) incelendiğinde, B miktarı 60 dakika sinterleme süresinde matriks bölgesinde en düşük seviyede ölçülürken Fe miktarı atomik olarak en yüksek seviyede ölçülmüştür. 60 dakikanın üzerindeki sinterleme sürelerinde matriks bölgesinde Fe azalırken B oranı nispeten artmıştır. Genel olarak sinterleme süresinin artmasıyla yüksek Fe oranına sahip matriks bölgesinin Fe oranının azaldığı, B oranının arttığı söylenebilir. Yayınım bölgesinde ise benzer şekilde B atomları Fe matrikse yayındığı için bu bölgede B oranı genel olarak azalmış, Fe oranı artmıştır. %Atomik oranlara göre yapıda oluşan muhtemel bileşiklerin FeB, Fe₂B ve FeBC olduğu belirlenmiştir. 1150°C'de 90 dakika sinterlenen Fe+%10 B numunesine ait XRD grafiğinde (Şekil 3.41) Fe₂B bileşiğine ait piklere rastlanmıştır. Bu ikincil

fazların oluşturduğu yayılım bölgeleri hem Fe matriks bölgesinin hem de genel sertlik değerlerinin artmasında etkili olmuştur.



Şekil 3.41. Fe+%10 B numunesine ait XRD paternleri (Tsin:1150°C, Dsin:90 dk).

3.2. Derecelendirilmemiş Numunelerin Düşük Hızlı Darbe (Charpy) Davranışları

1-9 μm partikül boyutunda Fe, dört farklı takviye oranında (%5-10-20-30) B_4C (12-40 μm) ve B (<40 μm) tozları kullanılarak tek yönlü sıcak preste 55x55x10 mm boyutlarında üretilen derecelendirilmemiş takviyeli ve takviyesiz darbe numuneleri, sıcak pres kalıbından çıkartıldıktan sonra tel erozyon yöntemiyle 55x10x10 mm boyutlarında kesilmiştir. ASTM E23-12C Metalik Malzemelerin Çentikli Darbe Deneyi standardı ve ASTM B925-08 Toz Metalürjisi Test Numunelerinin Üretimi ve Hazırlanması standardına göre çentik açılmayan numuneler daha sonra 1000°C’de 30 ve 60 dakika sinterlenerek sertlik ölçümleri yapılmıştır.

Daha sonra belirlenen şartlarda darbe testlerine tabi tutularak kırılma enerjileri ve darbe tokluk değerleri üzerinde sinterleme parametreleri ve takviye elemanı türü ve oranlarının etkileri araştırılmıştır. ~20°C ortam sıcaklığında yapılan deneylerde darbe enerjisi 30 J olarak sabit tutulmuş, vurucu darbe hızı ise 3,37 m/sn olmuştur. Darbe deneyleri öncesinde, numunelerin tokluk ve diğer mekanik davranışları hakkında

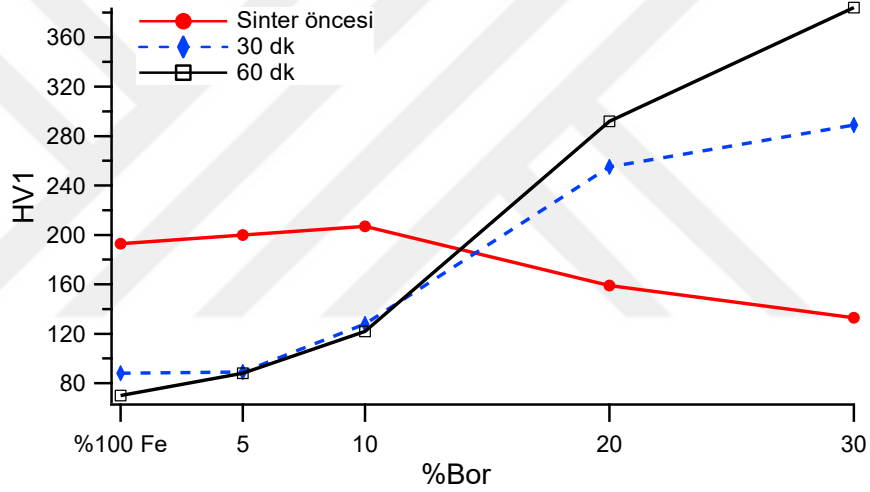
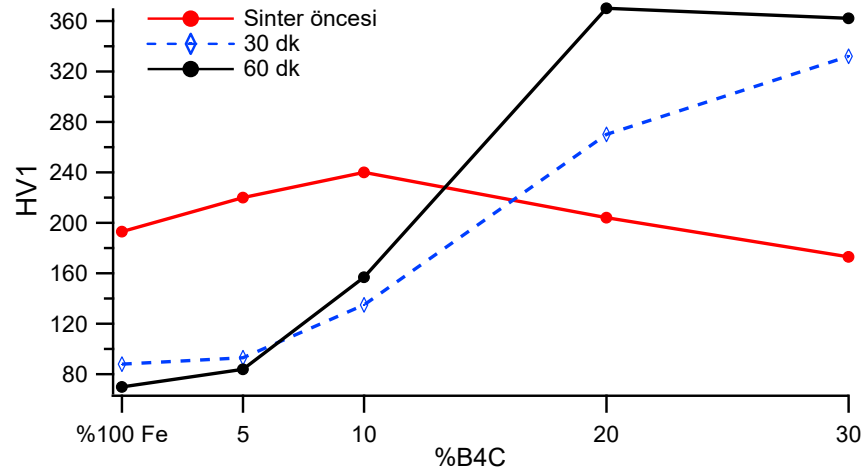
önemli bilgiler sağlayacak olan sertlik değerleri farklı Rockwell skalalarıyla ölçülmüş ve Vickers sertlik değerine dönüştürülmüştür (Tablo 3.6).

Tablo 3.6. Derecelendirilmemiş darbe numunelerinin sertlik değerleri.

Sinter Öncesi		1000°C- 30 Dak.	1000°C- 60 Dak.
	HV	HV	HV
<i>Fe</i>	193	88	70
<i>%5 B₄C</i>	220	93	84
<i>%10 B₄C</i>	240	135	157
<i>%20 B₄C</i>	204	270	370
<i>%30 B₄C</i>	173	332	362
<i>%5 Bor</i>	200	89	88
<i>%10 Bor</i>	207	128	122
<i>%20 Bor</i>	159	255	292
<i>%30 Bor</i>	133	289	384

Tablo 3.6'daki sertlik verilerine göre oluşturulan Şekil 3.42 grafikleri incelendiğinde, %5 ve 10 takviye oranına sahip numunelerin her iki sinterleme sürelerindeki sertliklerinin sinterleme öncesindeki değerlere göre azaldığı görülmektedir. Bu azalışın temel nedeni, tane büyümesinin getirdiği sertlik kaybının belirli bir seviyeye kadar yapılan seramik takviyesinin sağladığı sertlik artışından daha etkili oluşudur. Burada sertlik artışı için kritik takviye oranının %20 olduğu net bir şekilde görülmektedir. Bu seviyeden sonra takviye oranının artırılması porozitenin de artmasına neden olmuş ve sertlik, azalan bir eğimle artışına devam etmiştir.

Sinterleme süresinin etkisi incelendiğinde ise, 60 dakika sinterlenen numunelerin sertlik değerlerinin 30 dakika sinterlenen numunelere göre %20 B takviyeli kompozit için %14, %20 B₄C takviyeli kompozit için %37 sertlik artışı sağladığı anlaşılmaktadır. B₄C ile takviyelendirilmiş numunelerin B ile takviyelendirilmiş numunelere göre sertlik artışında daha etkili olduğu görülmektedir.



Şekil 3.42. Fe/B₄C ve Fe/B kompozit numunelerin sertlik değişimleri.

3.2.1. Mikroyapı Özellikleri

Numunelerin gövde kısmından tel erozyonla alınan kesitler metalografik muayene için klasik yöntemlerle hazırlandıktan sonra mikroyapı incelemeleri yapılmış, oluşan ikincil fazların matriks ile dağılım bölgeleri üzerindeki sertlik etkileri araştırılmıştır. Ayrıca kompozit malzemelerin mekanik özellikleri üzerinde büyük rol oynayan gözeneklilik ve yoğunluk özellikleri Arşimet prensibi ile belirlenmiştir. Gerçek yoğunluk değerleri, hacimce karışım kuralına göre hesaplanan teorik yoğunluk değerleriyle karşılaştırılmıştır. 250 MPa basınç altında sıcak pres tekniğiyle 30 dakika süresince ön kompaktlama yapılan kompozit numunelerin teorik yoğunluk değerleri ile sinterleme

süresine bağlı gerçek yoğunluk ve %porozite değerleri farklı takviye oranları için Tablo 3.7 ve Tablo 3.8’de, grafikleri ise Şekil 3.43’te gösterilmiştir.

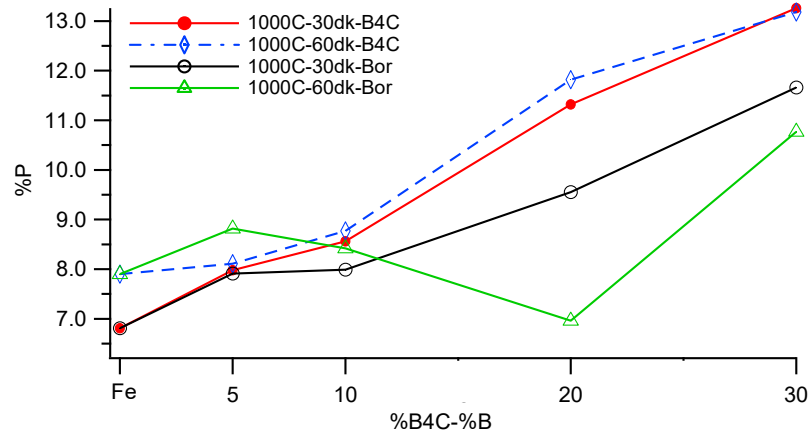
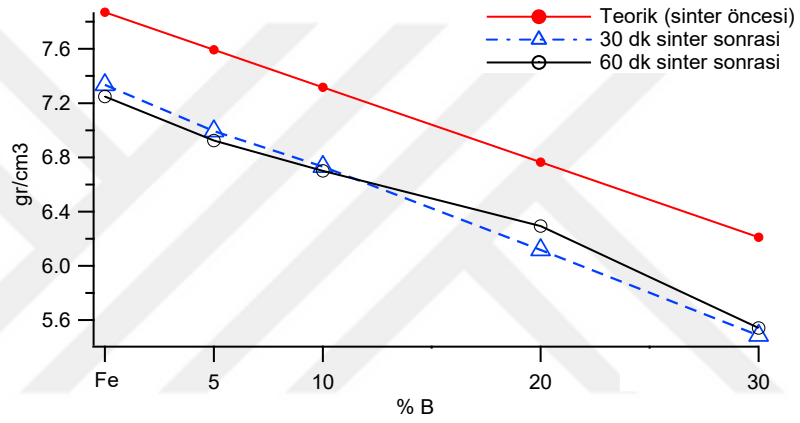
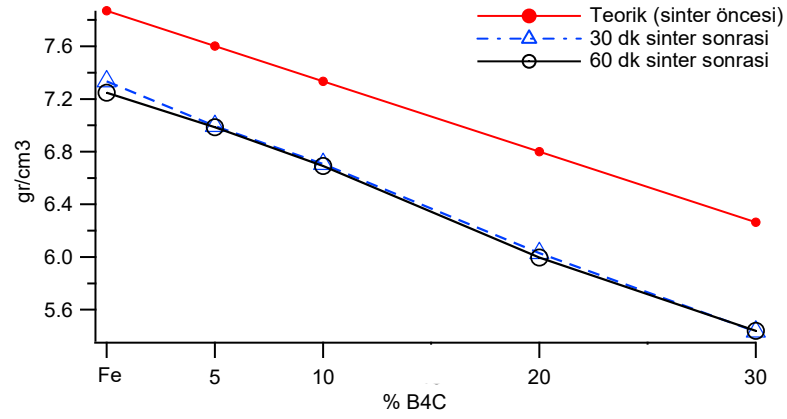
Tablo 3.7. 1000°C’de sinterlenen B₄C ve B takviyeli numunelerin farklı sinterleme süreleri sonundaki gerçek yoğunluk değerleri.

%B ₄ C	Teorik (gr/cm ³)	30 dk (gr/cm ³)	60 dk (gr/cm ³)	%Bor	30 dk (gr/cm ³)	60 dk (gr/cm ³)
0 (Fe)	7.87	7.334	7.248	0 (Fe)	7.334	7.248
5	7.602	6.995	6.985	5	6.993	6.924
10	7.335	6.707	6.692	10	6.732	6.701
20	6.8	6.03	5.996	20	6.118	6.293
30	6.265	5.434	5.439	30	5.487	5.542

Tablo 3.8. 1000°C’de sinterlenen B₄C ve B takviyeli numunelerin farklı sinterleme süreleri sonundaki %porozite değerleri.

%Takviye	Fe_B ₄ C_30	Fe_B ₄ C_60	Fe_Bor_30	Fe_Bor_60
0 (Fe)	6.81	7.9	6.81	7.9
5	7.98	8.11	7.91	8.82
10	8.56	8.77	7.99	8.42
20	11.32	11.82	9.55	6.96
30	13.26	13.18	11.66	10.77

Şekil 3.43 grafikleri incelendiğinde, teorik yoğunluğun ve gerçek yoğunluk değerlerinin B₄C ve Bor takviye oranının artmasıyla azaldığı açık şekilde görülmektedir. Karışım kuralına göre, yoğunluğu Fe matrikse göre düşük olan seramik takviyesinin artan hacim oranlarıyla teorik yoğunluk değerleri düşmüştür.



Şekil 3.43. B₄C ve B takviyeli kompozit numunelerin teorik ve sinterleme sonrası gerçek yoğunluk grafikleri ile %porozite değişimi.

30 ve 60 dakika sinterleme sonrasındaki gerçek yoğunluk değerlerinin ise teorik yoğunluk değerinden düşük olduğu görülmektedir. 30 dakika sinterlenen ve en yüksek yoğunluk değerine sahip (7.334 gr/cm^3) takviyesiz Fe numunesinin yoğunluğu takviye oranı arttıkça azalmış, bağıl yoğunluk %30 B_4C takviyesinde %86.74, %30 Bor takviyesinde %88.34 değerinde olmuştur. Yapı içerisindeki porozite nedeni ile teorik yoğunluğa kısmen yaklaşılabilmiştir. Sinterleme süresinin 60 dakikaya çıkarılması gerçek yoğunluk değerleri üzerinde dikkate değer bir etki oluşturmamakla beraber genel olarak yoğunluğun az da olsa düşmesine neden olmuştur. Sinterleme süresinin artmasıyla B_4C ve B'nin Fe matrikse difüzyonu sonucu oluşan gözeneklerin, yoğunluğun düşmesinde az da olsa etkili olduğu söylenebilir.

Yoğunluk değişimi üzerinde takviye oranının daha etkili bir faktör olduğu görülmektedir. Karışım içerisindeki Fe tozuna göre sert B_4C ile B takviye elemanı oranının artmasıyla yapının ön kompaktlama basıncına karşı dirençli hale gelmesi, sıkıştırılabilir kabiliyetinin düşmesine ve dolayısıyla sıkıştırma-kompaktlama yoğunluğunun azalmasına neden olmuştur.

Kompozit numunelerin üretiminde kullanılan matriks ve takviye tozlarının farklı partikül boyutlarına ve düzensiz geometrilere sahip olması, karışım tozlarının birbiriyle temas eden yüzey alanının takviye oranının artmasıyla azalmasına ve aralarda boşlukların oluşmasına neden olmaktadır. Bu ise porozitenin artmasına ve gerçek yoğunluk değerinin teorik yoğunluk değerlerinden düşük çıkmasına neden olmaktadır.

Şekil 3.43'deki porozite değişim grafiği incelendiğinde, B_4C -B takviye oranının artmasıyla %porozite oranının da arttığı görülmektedir. Bu durum her iki sinterleme süresi için de geçerli olmakla birlikte 60 dakika sinterlenen %20 B takviyeli kompozit numunenin porozite değeri farklı olarak ani şekilde azalmıştır. B_4C ile takviyelendirilmiş kompozitlerin %porozite değerleri B ile takviyelendirilmiş numunelerden yüksek çıkmıştır. En yüksek porozite 1000°C 'de 30 dakika sinterlenen $\text{Fe}+\%30 \text{B}_4\text{C}$ numunesinde %13.26 olarak hesaplanmıştır (Tablo 3.8).

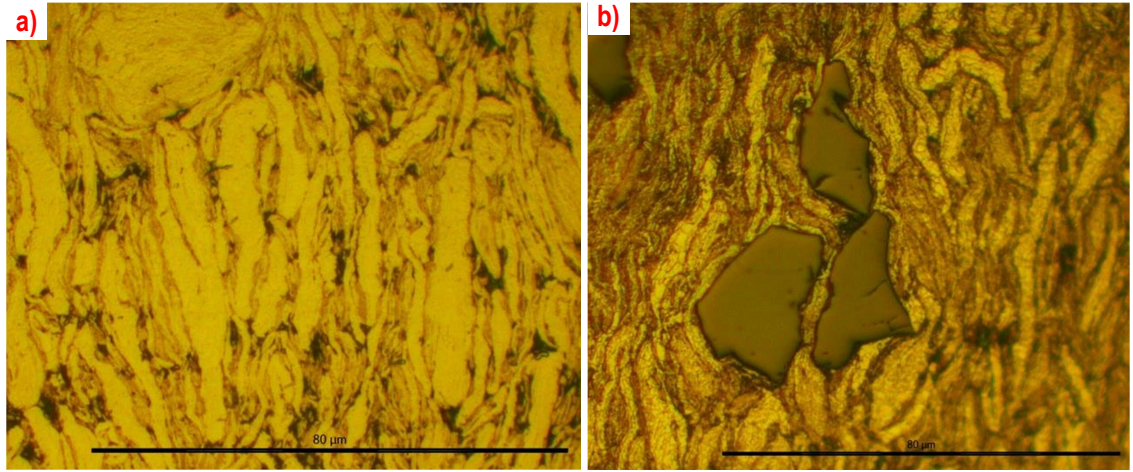
Darbe davranışları üzerinde büyük etkiye sahip mikroyapı değişimlerini gözlemlemek amacıyla sinter öncesinde ve sinterleme sonrasındaki kompozit numunelerin iç yapıları

kırık yüzeyden SEM ile ve metalografik muayene için klasik yüzey hazırlık aşamalarından geçirildikten sonra optik mikroskop yardımıyla incelenmiştir. Farklı büyütmelerde yüzeylerden alınan fotoğraflar Şekil 3.44-Şekil 3.47’de gösterilmiştir.

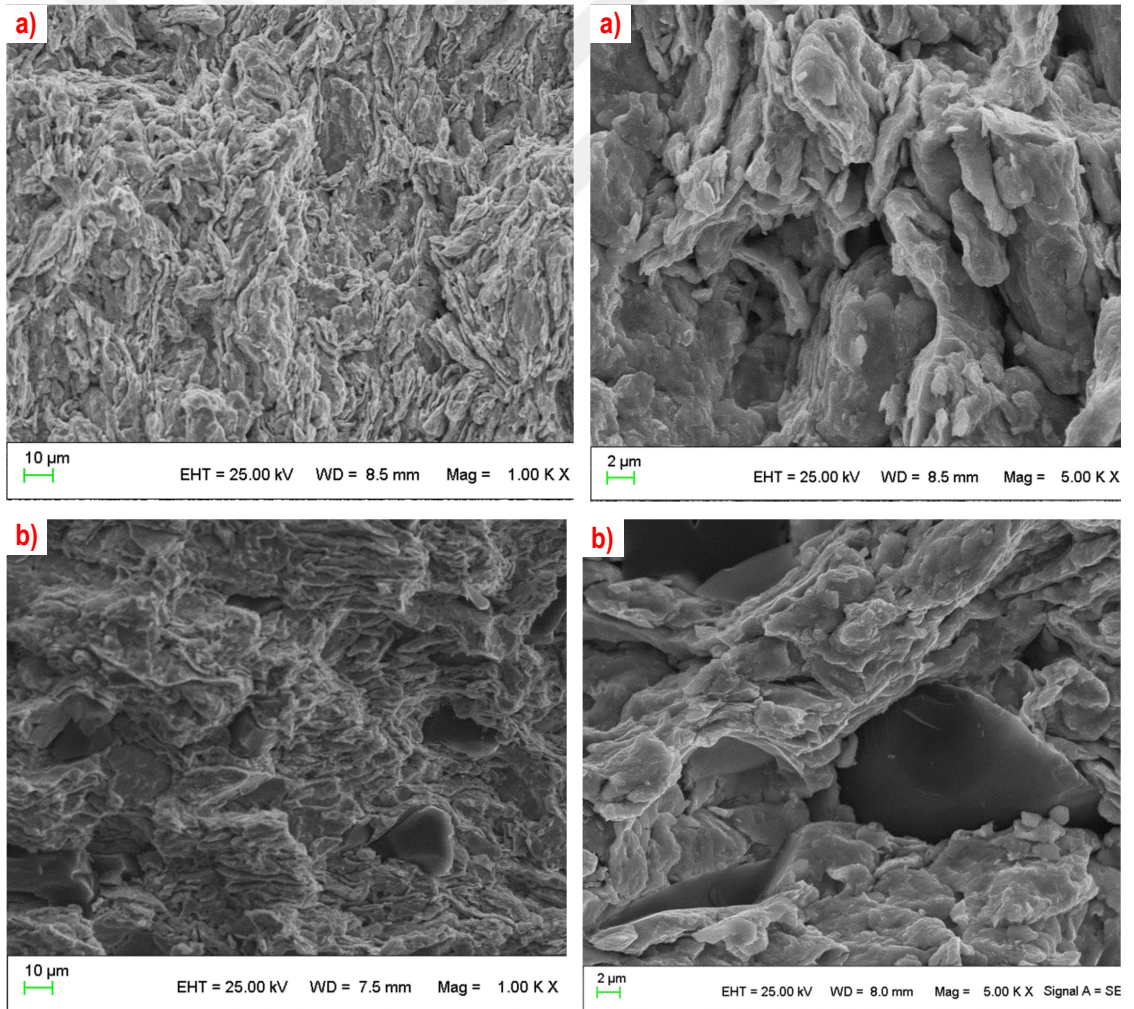
Sinterlenmemiş Fe+%5B₄C kompozitinin iç yapısı sıcak pres sonrasında incelendiğinde (Şekil 3.44-b, Şekil 3.45) takviye elemanı B₄C partiküllerinin Fe matriks tozu içerisinde homojen olarak dağıldığı, herhangi kümelenme veya topaklanmanın oluşmadığı görülmektedir. Takviyesiz Fe numunesinin 60 dakika sinterleme sonunda (Şekil 3.46-a) tane sınırlarının belirgin bir hal aldığı ve tanelerin irileştiği görülmektedir. Ayrıca sıcak pres sırasında Fe tozları arasında kalan ve sinterleme sonrasında tane sınırlarında yoğunlaşan gözenekler, sinterleme süresinin artmasıyla boyutsal olarak küçülürken sayısal oranda artmıştır.

30 dakika sinterlenen Fe+%5B₄C kompozitinde B₄C partiküllerinin matriks yüzeyine difüzyonu sonucu düzensiz ve iğnemi geometriye sahip yayılım bölgeleri oluşmuştur (Şekil 3.46-b). 60 dakika sinterleme sonunda yayılım bölgeleri büyürken Fe matriks sınırlarında boşluk oluşumu başlamıştır. Bu oluşum yoğunluk ölçümlerinde de gözlenmiş ve porozite değerinin %7.98’den %8.11’e artmasına neden olmuştur. Sinterleme süresinin artmasıyla kısmen çözünmüş-artık B₄C partikül sayısı azalmıştır. Ayrıca sinterlenmemiş Fe numunesi ile Fe+%5B₄C numunelerinin kırık yüzeyden alınan SEM görüntülerine göre B₄C partiküllerinin Fe partikülleri içerisinde homojen dağılmış fakat takviye partikülü civarında boşluk oluşmuştur. Kırılma esnasında yüzeyden ayrılan B₄C partikülleri ve yayılım bölgelerinin yerinde çukur oluşumları da göze çarpmaktadır (Şekil 3.47-b).

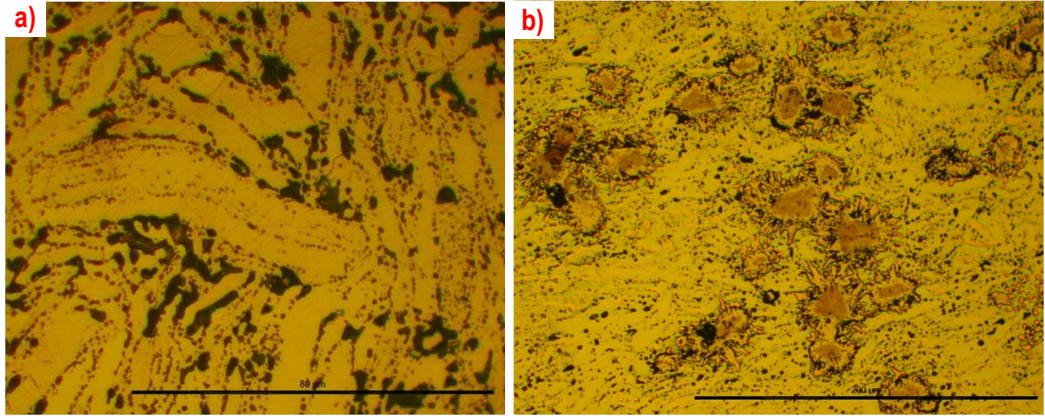
Artan B₄C partikül oranlarında dağılım homojen olmakla beraber, özellikle %20 ve %30 B₄C takviyeli kompozitlerde takviye partiküllerinin parçalandığı-kırıldığı göze çarpmaktadır (Şekil 3.48-a-b). Mekanik karıştırma ve sonrasında uygulanan ön kompaktlama esnasında olduğu düşünülen partikül kırılması yapı içerisinde gözenek oluşumunun artmasında çok etkili olmuştur. Sinterleme sonrasındaki mikroyapı fotoğraflarında da gözenek artışı üzerindeki etkisi açık şekilde görülebilmektedir (Şekil 3.49).



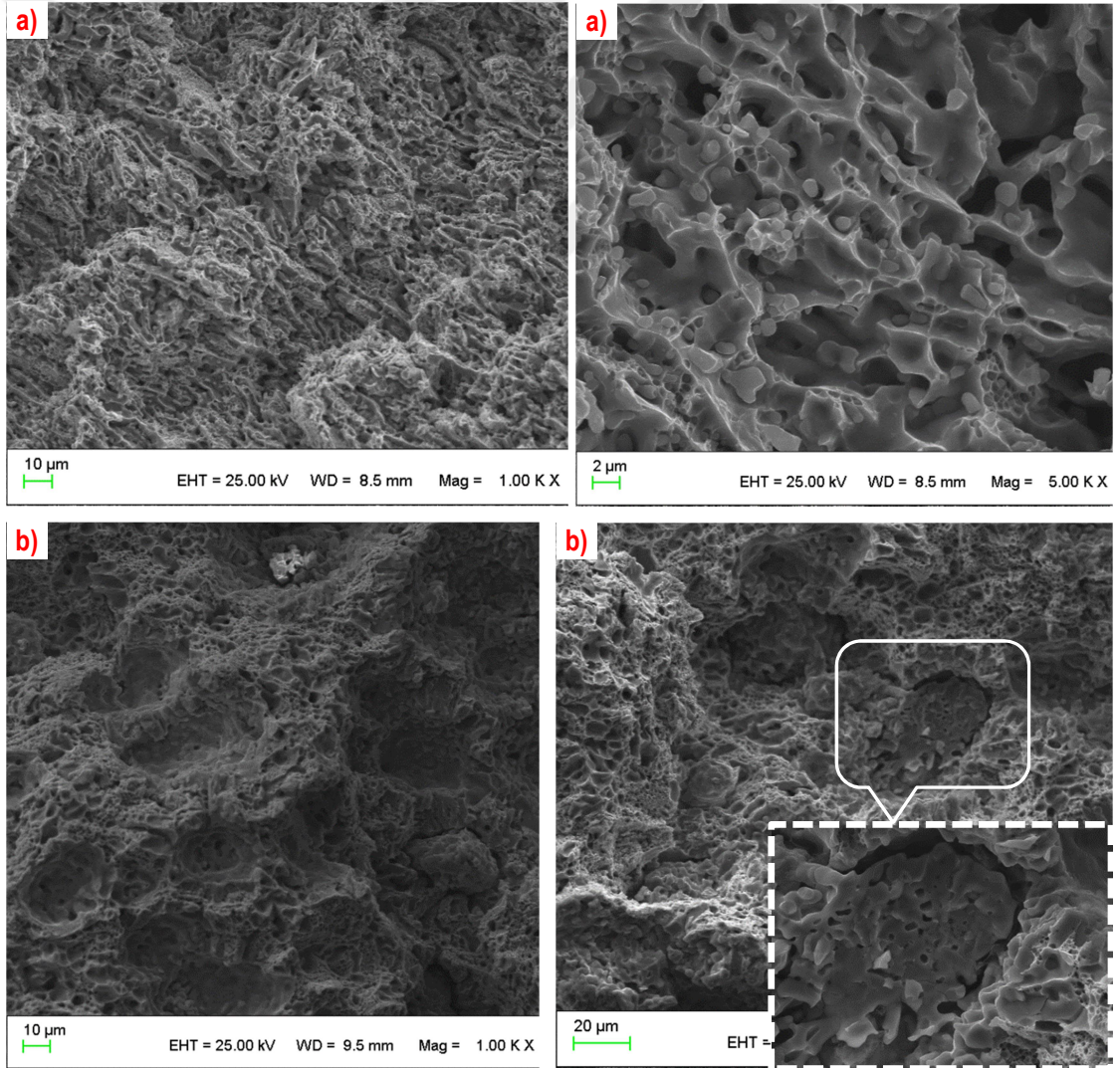
Şekil 3.44. Sinter öncesi mikroyapı fotoğrafları; a) %100 Fe, b) Fe+%5B₄C.



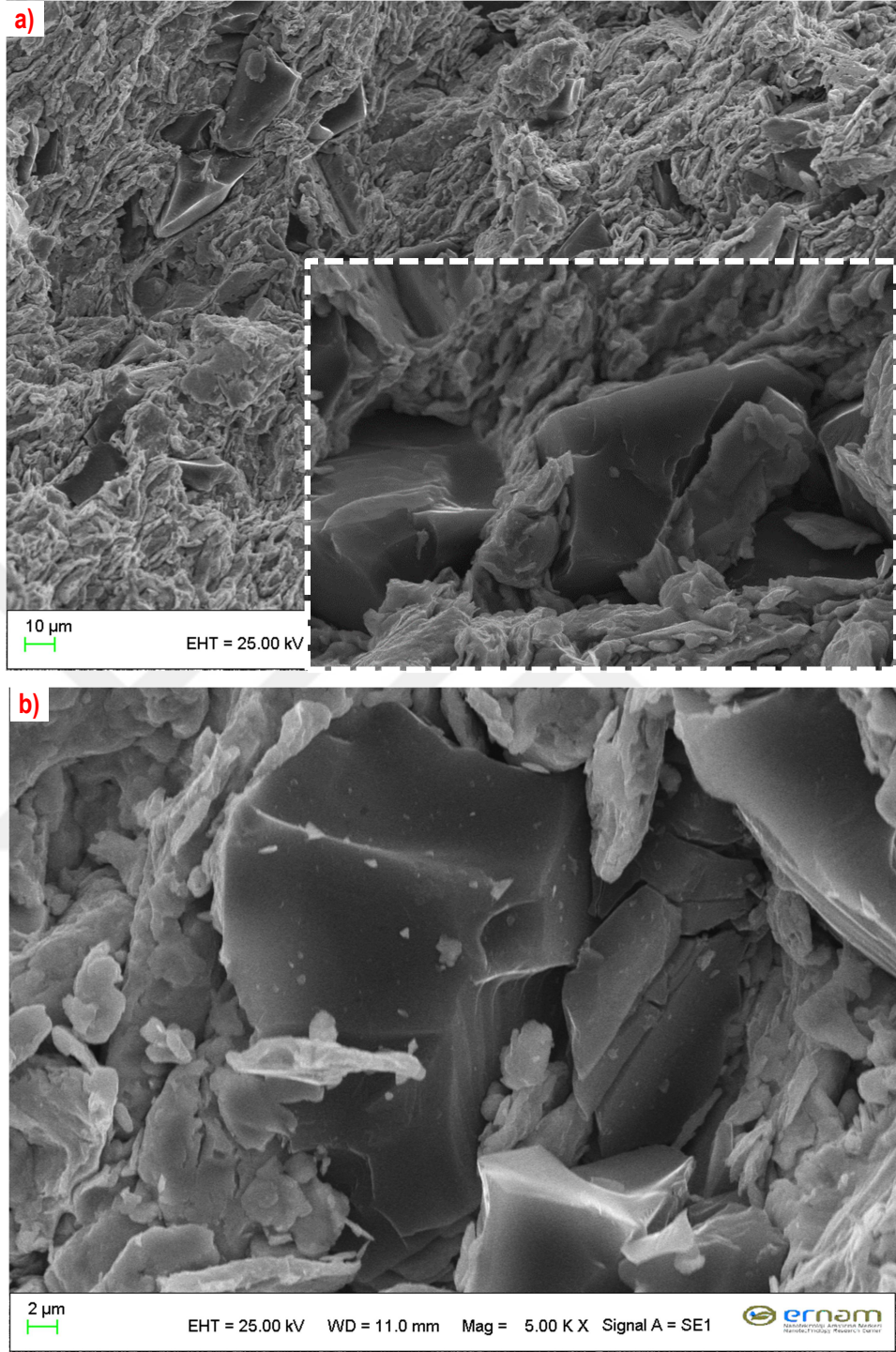
Şekil 3.45. a) %100 Fe ve b) Fe+%5B₄C numunelerinin sinter öncesi kırık yüzey SEM görüntüleri.



Şekil 3.46. 1000°C, 30 dak. sinterli a) %100 Fe ve b) Fe+%5B₄C optik fotoğrafları.



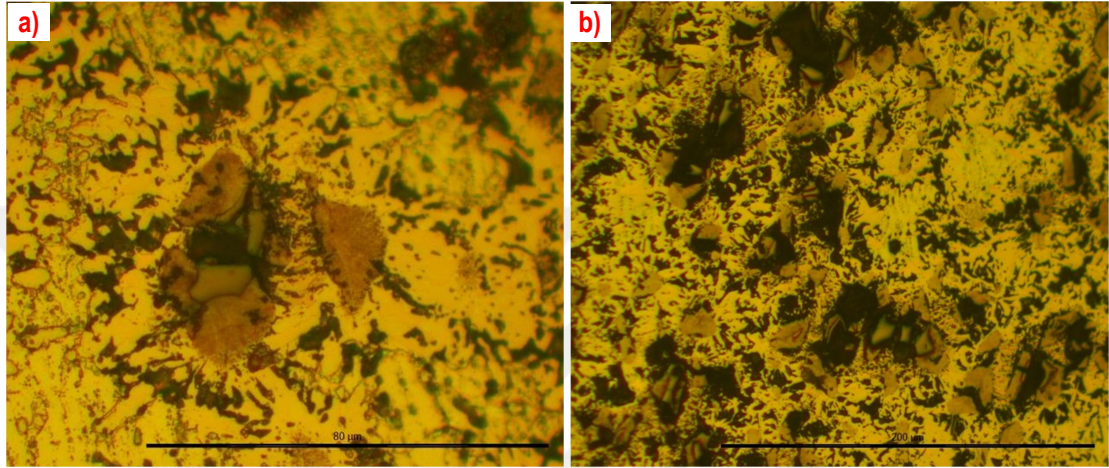
Şekil 3.47. 1000°C, 30 dak. sinterli a) %100Fe ve b) Fe+%5B₄C numunelerinin kırık yüzey görüntüleri.



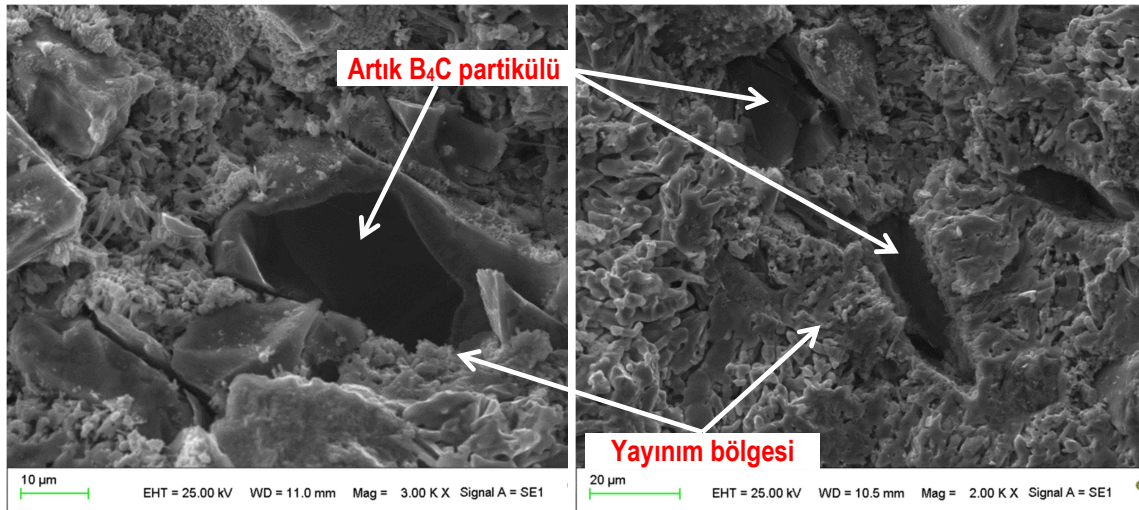
Şekil 3.48. a) Fe+%20B₄C ve b) Fe+%30B₄C numunelerinin sinter öncesi kırık yüzey görüntüleri.

Artan B₄C takviye oranlarıyla porozite değeri artmış aynı zamanda iç yapıda artık B₄C partiküllerine daha fazla rastlanmıştır (Şekil 3.49-a-b). Artık B₄C partikül sayısı sinterleme süresinin artmasıyla nispeten azalmıştır. Borca zenginleşen Fe matrikse

belirli bir orandan sonra B yayılımı yavaşlamış ve kısmen çözünmüş B_4C partikülleri yapı içerisinde kalmıştır (Şekil 3.50). Takviye oranının artmasıyla Fe matriks yüzeyinin tamamen yayılım bölgeleri ile kaplandığı ve düşük takviye oranlarında açık şekilde görülebilen, karakteristik geometrilere sahip olan yayılım bölgelerinin ayırd edilemediği göze çarpan diğer bir noktadır.



Şekil 3.49. 30 dakika sinterlenen a) Fe+%20 B_4C , b) Fe+%30 B_4C numunelerinin mikroyapı fotoğrafları.



Şekil 3.50. 60 dakika sinterli Fe+%30 B_4C numunesi kırık yüzey görüntüleri.

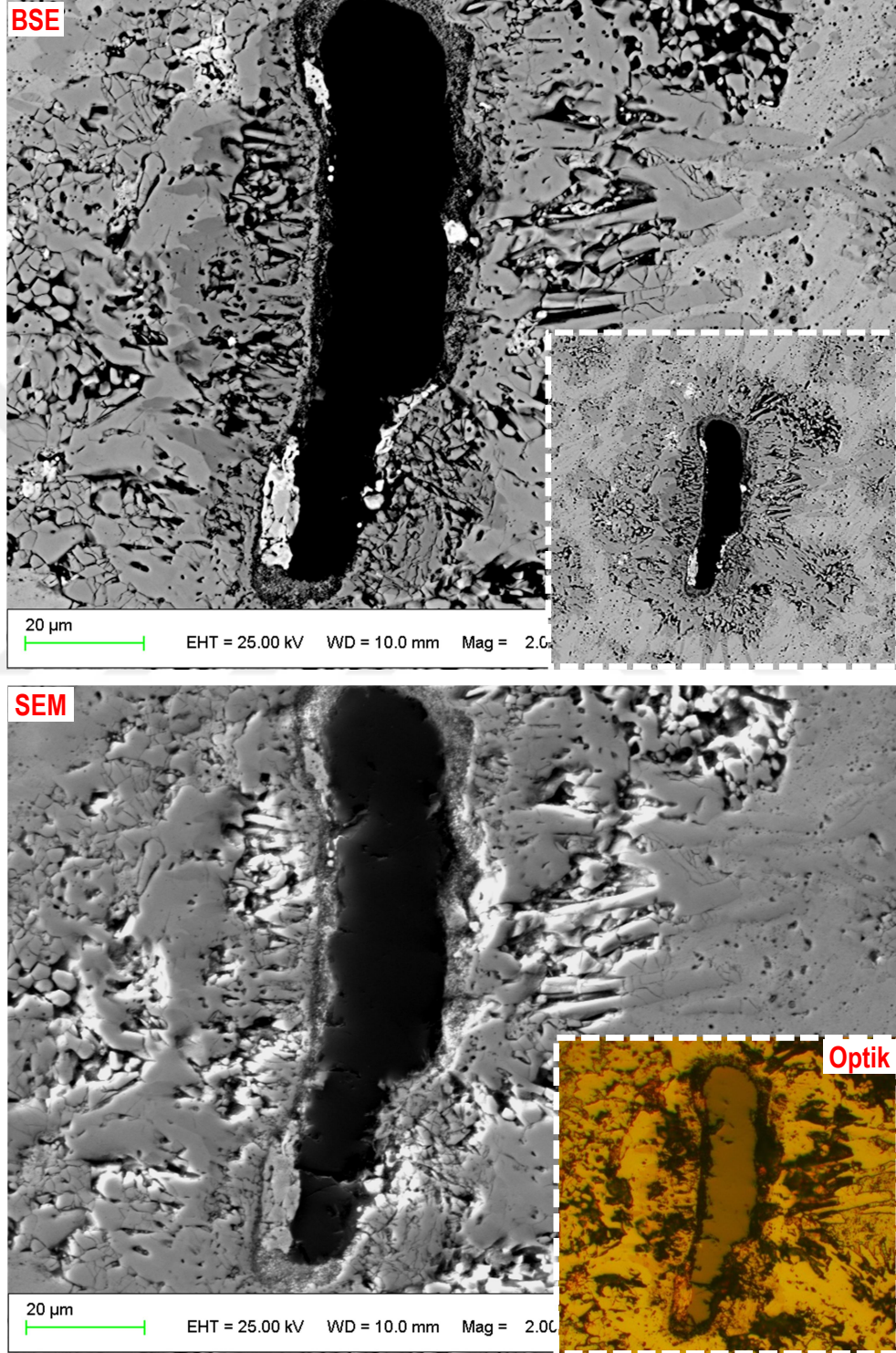
Numuneler, kompozisyonuna ve üretim şartlarına göre kodlanmıştır. Örneğin; **Fe_5B₄C_30** kodunda; Fe: matriks malzemesini, 5B₄C: takviye oranını (hacimce %5) ve takviye türünü, 30: sinterleme süresini (dakika) ifade etmektedir.

Fe_10B₄C_30 kompozitinde yayınım bölgelerinin merkezinde daha koyu renkli bölge sinterleme süresinin artmasıyla kaybolmuş, iğnemi yayınım bölgesi genişlerken matriks sınırlarında gözenek oluşumu artmıştır. Yayınım bölgesinin merkezindeki bu kontrast farkına sahip bölge özellikle yüksek takviye oranlarında ve düşük sinterleme süresinde daha fazla görülmüştür. Büyük boyuta sahip B₄C partikülleri koyu bölgenin merkezinde kısmen çözünmüş halde artık olarak kalmış ve civarındaki renk farkı matriks yüzeyine doğru kademeli olarak açılmıştır. Kademeli renk farkı, Fe-B₄C arasındaki reaksiyon sonucu oluşan FeB ve Fe₂B ikincil fazların etkisiyle oluşmuştur.

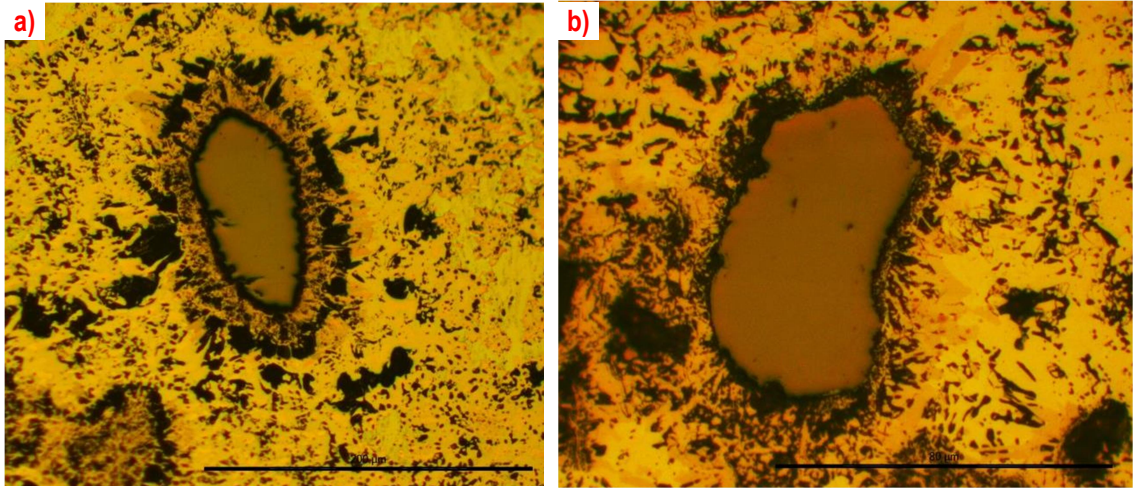
Bilindiği üzere FeB fazı, Fe₂B fazından sonra ortamda yeterli B atomu varsa oluşmakta, kısa sürede büyümekte ve daha fazla B elementi içermektedir. FeB fazı Fe₂B fazından daha koyu renklidir ve daha serttir. Gevrek ve kırılgan olan FeB fazı tercih edilmeyen ikincil borür fazlarındandır. Yapılan EDX analizlerinde koyu bölgenin daha fazla B elementi içerdiği belirlenmişti. Bu bölgenin muhtemelen FeB fazından oluştuğu, matrikse doğru yayılan açık bölgede ise Fe₂B fazının hakim olduğu söylenebilir.

Fe_10B_30 kompozitine ait BSE (Backscattered electron) görüntülerinde (Şekil 3.51) B₄C partikülü civarında oluşan ikincil fazlar kolay şekilde ayırd edilebilmektedir. SEM görüntüsünde gözenekler ile yükselti farkları ayırd edilebilirken Backscattered dedektörü ile alınan BSE görüntüsünde yapı içerisindeki faz bölgeleri yüzeye dağlama işlemi uygulanmadan seçilebilmektedir. Farklı oranlarda Bor takviyesi ile üretilmiş kompozit numunelerin 60 dakika sinterleme sonrasındaki iç yapı görüntüleri Şekil 3.52'de görülmektedir. 40 µm ve altı partikül boyutuna sahip bor tozu, artan takviye oranlarında karıştırma ve sıcak pres esnasında parçalanmış ve iç yapıda boşluk oluşumuna neden olmuştur. Sinterlendikten sonra oluşan yayınım bölgeleri B₄C takviyeli kompozitlerle benzer geometrilere sahip olurken büyük B partikülleri daha büyük yayınım bölgeleri oluşturmuştur. Fakat farklı olarak, yayınım bölgesinin merkezindeki koyu bölge B takviyeli kompozitlerde görülmemiştir. Artan takviye oranıyla porozite oranı artmış, belirgin olarak görülebilen yayınım bölgeleri ile matriks

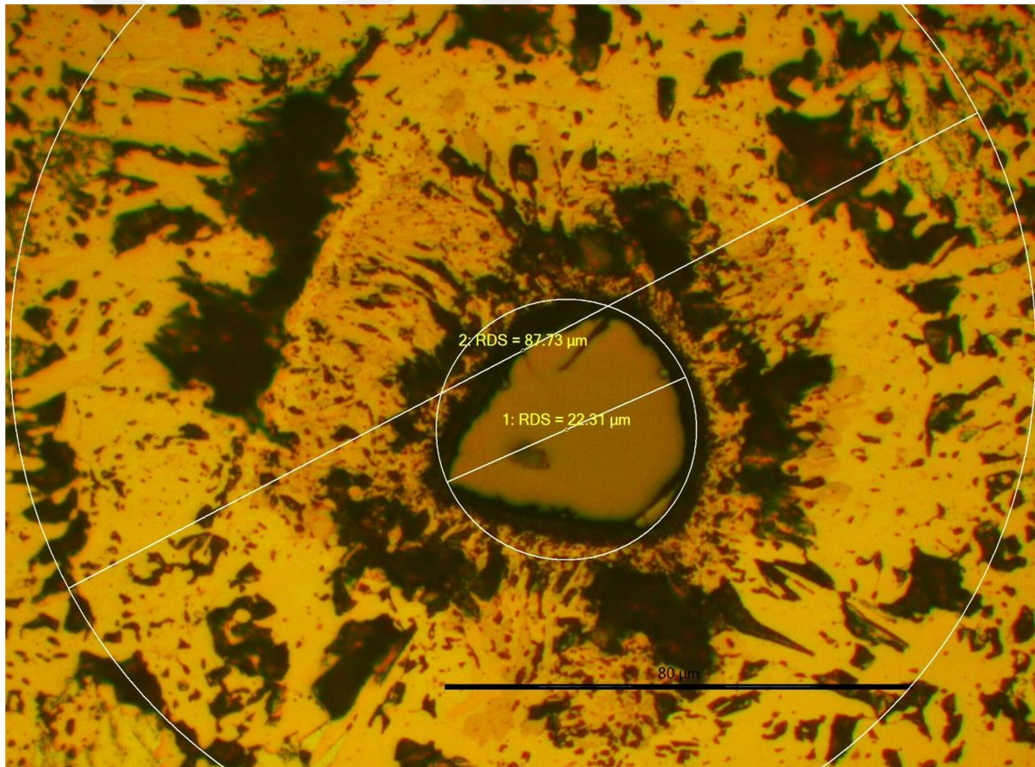
yüzeyi kaybolmuştur. Küçük B partikülleri sinterleme sonunda Fe matrikse tamamen yayınırken büyük B partikülleri difüzyon bölgesinin merkezinde artık olarak kalmıştır.



Şekil 3.51. 30 dakika sinterlenen Fe+%10B numunesi artık B₄C partikülü ile yayınım bölgesi BSE, SEM ve optik görüntüleri.



Şekil 3.52. 60 dakika sinterlenen a) Fe+20 B, b) Fe+30 B numunelerinin mikroyapı görüntüleri.



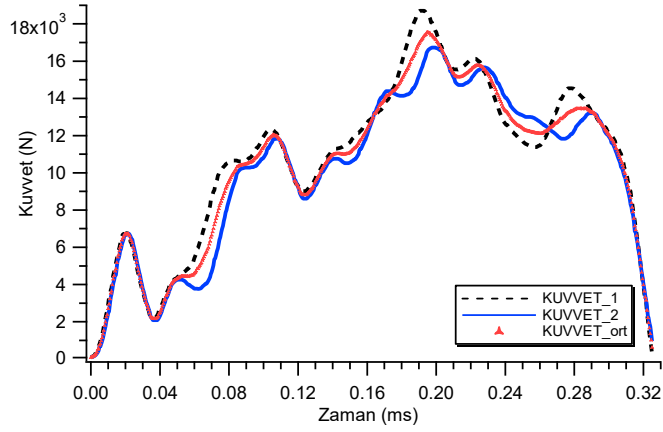
Şekil 3.53. 60 dakika sinterlenen Fe+20B numunesindeki yayılım bölgesi ve boyut analizi.

60 dakika sinterleme sonrasında yayınım bölgesinin merkezinde kısmen çözünen B partikülü ile yayınım bölgesi sınırlarındaki boşluk 30 dakika sinterlemeye göre artmıştır. Sinterleme süresinin artmasıyla yayınım bölgeleri büyümüştür. Özellikle büyük boyuttaki B partikülleri civarında oluşan yayınım bölgeleri nispeten daha büyük olmuştur (Şekil 3.53). Bor partikülü civarında oluşan yayınım bölgesinden alınan görüntülerde yayınım bölgesinin sınır yüzeyindeki kolonsal-iğnemsî borür bölgeleri ile gözenek oluşumları dikkat çekmektedir. Yayınım bölgesinden alınan EDX analizlerine göre yayınım bölgelerindeki muhtemel bileşiklerin FeB ve Fe₂B olduğu anlaşılmıştır.

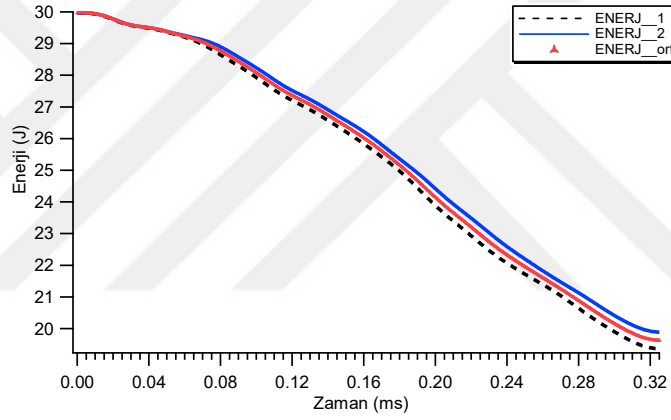
3.2.2. Tekrarlı Darbe Deneylerinin Örnek Ortalama Grafikleri

Darbe deneyleri aynı kompozisyona sahip ve aynı şartlarda üretilmiş iki numune üzerinde tekrarlanmak suretiyle yapılmıştır. Elde edilen zamana bağlı temas kuvveti ile vurucu kafanın kinetik enerjisindeki değişim verileri grafik üzerinde değerlendirilerek ortalama değerlerle karşılaştırılmıştır. Şekil 3.54 ve Şekil 3.57 grafiklerinde bazı numunelere ait örnek eğriler gösterilmektedir. Şekil 3.54 ve Şekil 3.55'te Fe₅B₄C₃₀ numunesine ait tekrarlı deney verilerinin ortalama değerler ile oldukça uyumlu olduğu görülmektedir. Şekil 3.56-3.57'de gösterilen Fe₃₀B₆₀ numunesine ait eğrilerde de tekrarlı test sonuçlarının birbirine çok yakın olduğu görülmektedir. Bunun gibi birbirine yakın sonuçların elde edildiği darbe testlerinde alınan verilerden bir tanesi diğer hesaplamalarda ve grafik çizimlerinde kullanılmak üzere seçilmiştir.

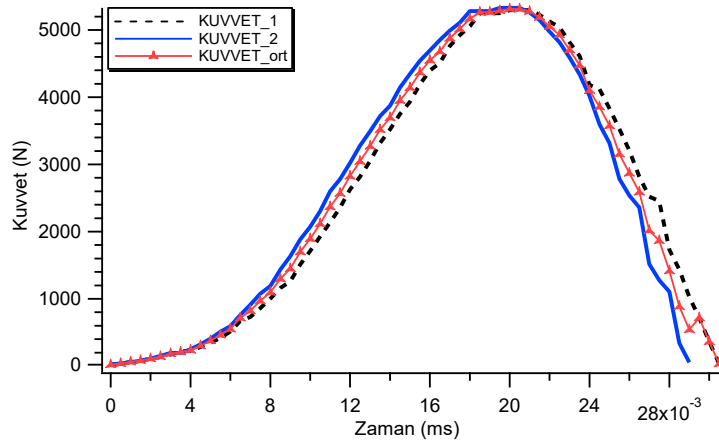
Grafikler genel olarak incelendiğinde eğri profilleri benzer olmakla beraber arada bazı dalgalanmaların olduğu görülmektedir. Numunelerin dış yüzeyindeki düzgünsüzlükler ile boyutsal farklılıkların bu değişimi oluşturduğu düşünülmektedir. Ayrıca kırılma süreleri arasında da farklar göze çarpmaktadır. Buna benzer farklılıkların görüldüğü test sonuçlarından birbiri ile en uyumlu test verileri hesaplamalarda dikkate alınmıştır. Aynı malzeme üzerinde ve aynı şartlar altında gerçekleştirilen Charpy darbe deneylerinde kırılma verileri arasındaki küçük farklar göz ardı edildiğinde tekrarlanabilirliğin iyi olduğu sonucu çıkarılabilir.



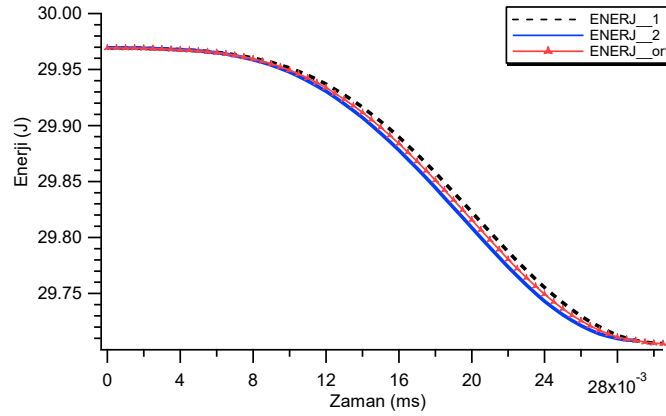
Şekil 3.54. Zamana bağlı temas kuvveti değişimi ve ortalama eğrisi, Fe_5B_4C_30.



Şekil 3.55. Vurucu kafa enerjisinin zamana bağlı değişimi ve ortalama eğrisi, Fe_5B_4C_30.



Şekil 3.56. Fe_30B_60 numunesinin zamana bağlı kuvvet değişimi ve ortalama eğrisi.



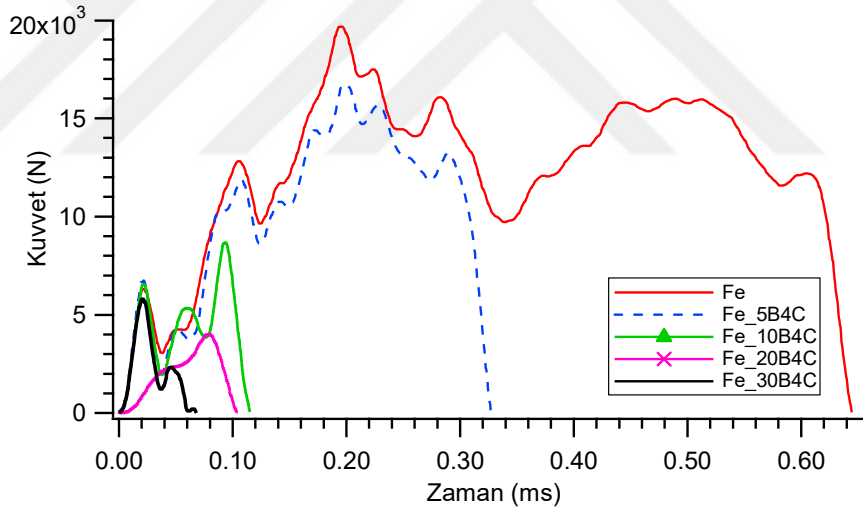
Şekil 3.57. Vurucu kafa enerjisinin zamana bağlı değişimi ve ortalama eğrisi, Fe_30B_60.

3.2.3. Fe/B₄C Numunelerin Düşük Hızlı Darbe Davranışları

İnce plakalar üzerine uygulanan düşük enerjili darbe deneylerinde F-t eğrilerinin genel olarak parabolik bir profile sahip olduğu bilinmektedir. F-t grafiklerinde maksimum kuvvetten (tepe noktası) sonra eğrinin izlediği yol, vurucu kafanın numuneye saplanması, geri sekmesi veya numuneyi delip-kırıp geçmesi durumlarını ifade etmekte ve numunelerin darbe karakteristiklerinin belirlenmesinde kullanılmaktadır. Vurucu kafa üzerindeki kuvvet sensörü ile alınan temas kuvveti verileri aynı zamanda numunenin vurucu kafaya göstermiş olduğu reaksiyon kuvvetini göstermektedir. Derecelendirilmemiş kompozit numunelerin kırılma karakteristiklerinin belirlenmesine yönelik yapılan çalışmada, belirlenen darbe enerjisi (30J) numunelerin kırılma enerjilerinden fazla olduğu için numunelerin hepsi kırılmıştır. Farklı oranlarda B₄C ile takviyelendirilmiş Fe matrisli kompozit numunelerin düşük hızlı darbe testlerinden elde edilen verilerle oluşturulan zamana bağlı kuvvet (F-t) ve absorbe edilen enerji (E-t) grafikleri Şekil 3.58-3.59 ve Şekil 3.61-3.62’de gösterilmiştir.

Grafikler incelendiğinde her iki sinterleme süresindeki numuneler için temas kuvveti eğrilerinin yaklaşık olarak benzer profilde olduğu görülmektedir. Vurucu kafanın numuneye ilk temas ettiği t=0 anı darbenin ve kuvvet verilerinin alınmaya başlandığı andır. Temasın başladığı andan en yüksek kuvvet değerine kadar geçen sürede çentik açılmayan numunelerin alt yüzeyinde, üç noktalı eğme deneyinde olduğu gibi çekme

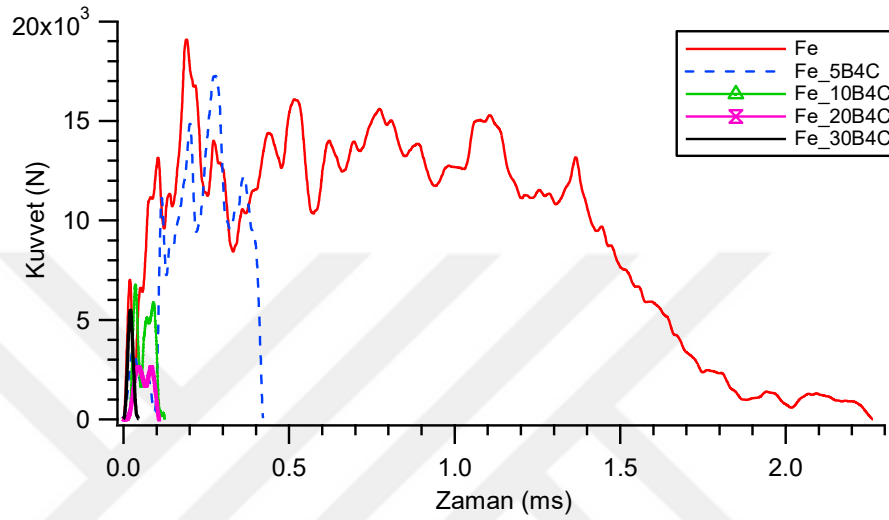
gerilmeleri, üst yüzeyinde ise basma gerilmeleri oluşmaktadır. Yükleme hızının nispeten yüksek olduğu darbe testi dinamik karakterli bir eğme testine benzetilebilir. Kuvvet-zaman grafiği çekme eğrisine benzetmekle beraber çok eksenli gerilmeler ve farklı çatlak ilerleme mekanizmaları temel farklılıkları oluşturmaktadır. Çatlak başlangıcı için gerekli enerjinin depolandığı (çatlak başlangıç enerjisi) ve yaklaşık lineer eğime sahip bölgede takviye oranına bağlı olarak bazı numunelerde akma benzeri düzensizlikler görülmüştür. Bu lineer bölgenin eğimi darbe eğilme rijitliği olarak da tanımlanmaktadır. Şekil 3.58 grafiği üzerinde çatlak ilerleme ve kuvvet değişim noktaları belirtilmiştir. Takviye oranının artmasıyla maksimum temas kuvvetinde numuneler kırılmıştır. Maksimum kuvvet değerinde aniden başlayan çatlak hızlı şekilde ilerlemekte (dinamik çatlak ilerlemesi), darbeye karşı direnç gösteren kesit alanı azalmakta ve temas kuvvet değeri düşmektedir.



Şekil 3.58. Farklı oranlarda B₄C ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin zamana bağlı kuvvet (F-t) değişim eğrileri (1000°C, 30 dk.).

Çatlak oluşuktan sonra ilerlemesi esnasında çatlak hızı da sürekli olarak değişmekte ve kırılma yüzeyi görüntülerinde bu farklılık ayırd edilebilmektedir. Çatlağın başladığı maksimum kuvvet noktasından sonraki azalan eğime sahip bölge hızlı çatlak ilerleme bölgesidir. Eğrinin düzensiz olması, yüzey boyunca farklı boyutlardaki takviye partiküllerinin (artık B₄C) mevcudiyeti, Fe matriks ile B₄C partikülleri arasında oluşan, Fe matrikse göre daha sert Fe₂B fazının hakim olduğu farklı büyüklüklerdeki yayılım

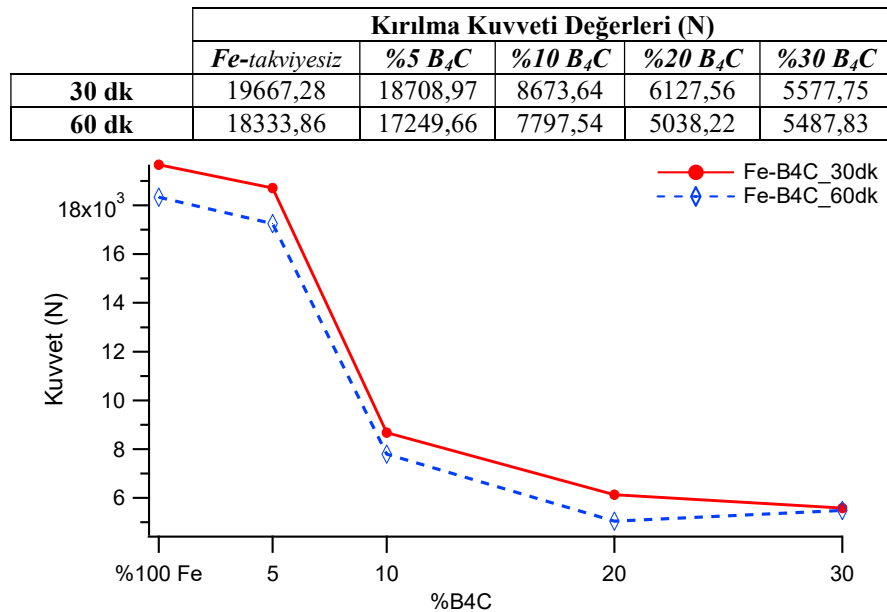
bölgeleri ile vurucu-numune arasındaki sürtünmelerin etkisinden kaynaklanmaktadır. Darbe deneylerinde elde edilen bir F-t grafiğinin, çatlak başlangıcı için gerekli enerjinin sağlandığı kuvvet bölgesi ve hızlı çatlak ilerleme bölgesi olmak üzere 2 bölgeden oluştuğu söylenebilir.



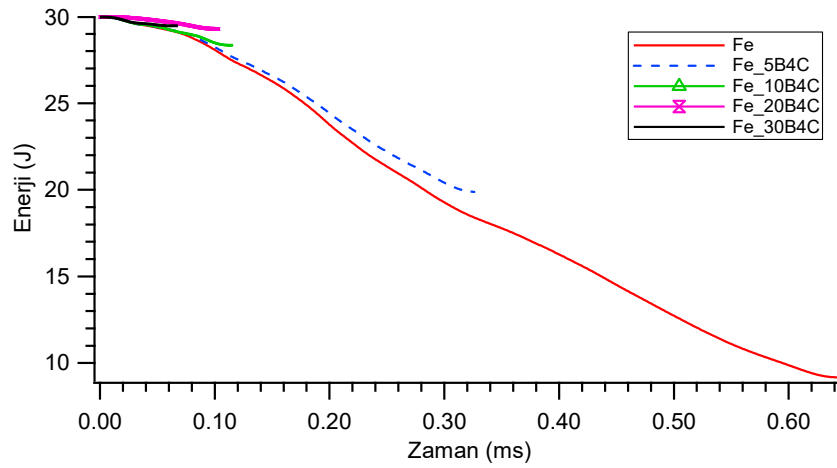
Şekil 3.59. Farklı oranlarda B₄C ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin zamana bağlı kuvvet (F-t) değişim eğrileri (1000°C, 60 dk.).

Şekil 3.58 ve Şekil 3.59'daki F-t grafikleri incelendiğinde kompozit numunelerin kırılması için gerekli maksimum kuvvet değerlerinin B₄C takviye oranı arttıkça azaldığı net olarak görülmektedir. Takviyesiz Fe numunesinde çatlak başlangıcı için gerekli maksimum kuvvet değeri diğer numunelere göre oldukça yüksektir. Takviyelendirilmiş numunelere göre daha tok karakterli Fe numunesinde akma bölgeleri görülmüştür. Maksimum kuvvetten sonra çatlak ilerleme hızı takviyeli numunelere göre oldukça yavaş, kırılma süresi ise daha uzun olmuştur. Takviye oranı arttıkça çatlak başlangıcı için gerekli kuvvet değerleri de azalmıştır. Sert B₄C takviye partiküllerinin yapıya ilavesinin kompozitleri gevrekleştirdiği ve kuvvet değerlerinin düşmesinde etkili olduğu görülmüştür. 60 dakika sinterlenen numunelerde takviye oranına göre sıralama yapıldığında en yüksek kırılma kuvveti %5 B₄C takviyeli numunede, sonra %10, %30 ve %20 takviyeli numunelerde oluşmuştur. Bu sıralama 30 dakika sinterlenen numuneler için takviye oranı arttıkça azalmıştır.

Şekil 3.60'da takviye oranına bağlı kuvvet değişim grafiği görülmektedir. Aynı takviye oranına sahip kompozitlerden 30 dakika sinterlemeye tabi tutulan numunelerin kırılma kuvvetleri, 60 dakika sinterlenen numunelere göre çok az fark olmasına rağmen yüksek çıkmıştır. Sinterleme süresindeki artışın kırılma kuvveti üzerinde fazla etkin olmadığı söylenebilir. Şekil 3.42'deki % B_4C oranına ve sinterleme süresine bağlı sertlik değişim grafiğinde 60 dakika sinterlenen numunelerin 30 dakika sinterlenenlere göre sertliklerinin oldukça yüksek çıktığı belirtilmişti. Artan sertlik değerlerinin, numunenin kırılması için gerekli kuvvet değerlerini olumsuz yönde etkileyerek düşürdüğünü söyleyebiliriz. Özellikle, en yüksek sertlik değerinin ölçüldüğü, 60 dakika sinterlenen %20 B_4C takviyeli numunenin (Fe_20 B_4C _60) kırılma kuvveti değerinin en düşük çıkması sertlik ve kırılma kuvveti arasında çok yakın bir ilişki olduğunu göstermektedir. Sertlik değeri artan malzemelerin gevrek kırılma olasılıklarının artması ve dolayısıyla düşük kuvvet değerlerinde kırılacak olmaları bilinen ve beklenen bir durumdur. En yüksek kırılma kuvveti, 30 dakika sinterlenen takviyesiz Fe numunesinde 19667,28 N ölçülmüştür. En düşük kırılma kuvveti ise 60 dakika sinterlenen, %30 B_4C ile takviyelendirilmiş numunede 5487,83 N olmuştur. Takviye oranı ve sinterleme süresine göre kırılma kuvveti değerleri Şekil 3.60'daki grafikte ifade edilmiştir. Takviye oranı iki katına çıkınca kırılma kuvveti yarı yarıya azalmaktadır.

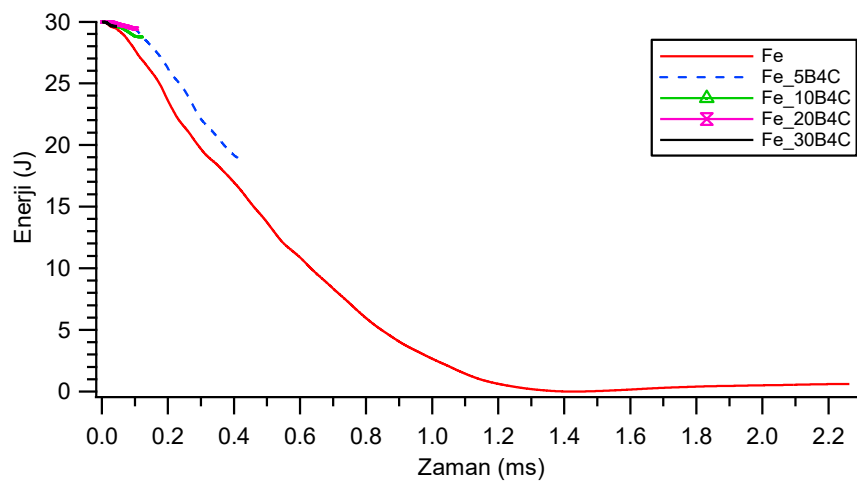


Şekil 3.60. B_4C ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin takviye oranına bağlı kırılma kuvveti grafiği.



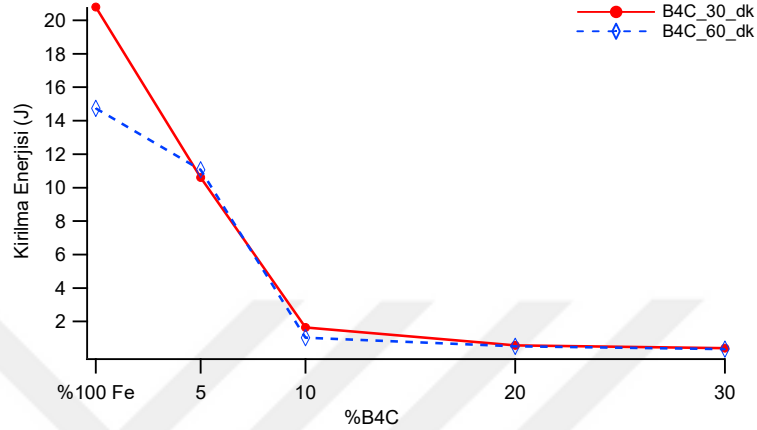
Şekil 3.61. Vurucu kafanın enerji değişim (E-t) eğrileri (Fe+B₄C, 1000°C, 30 dak).

Şekil 3.61 ve Şekil 3.62'deki enerji-zaman (E-t) grafikleri kompozit numunelerin kırılma hasarı gerçekleşene kadar absorbe ettikleri darbe enerjisi değişimini göstermektedir. Numune tarafından sönmölen bu enerji değeri, numuneye ilk temas anında vurucunun sahip olduđu enerji ile (E_{max}) kırılma sonunda vurucu kafanın sahip olduđu enerji (E_{son}) arasındaki fark hesaplanarak bulunmuştur. Takviyesiz Fe numunesinin her iki sinterleme şartında da en yüksek kırılma enerji değerine sahip olduđu görölmektedir.



Şekil 3.62. Vurucu kafanın enerji değişim (E-t) eğrileri (Fe+B₄C, 1000°C, 60 dak).

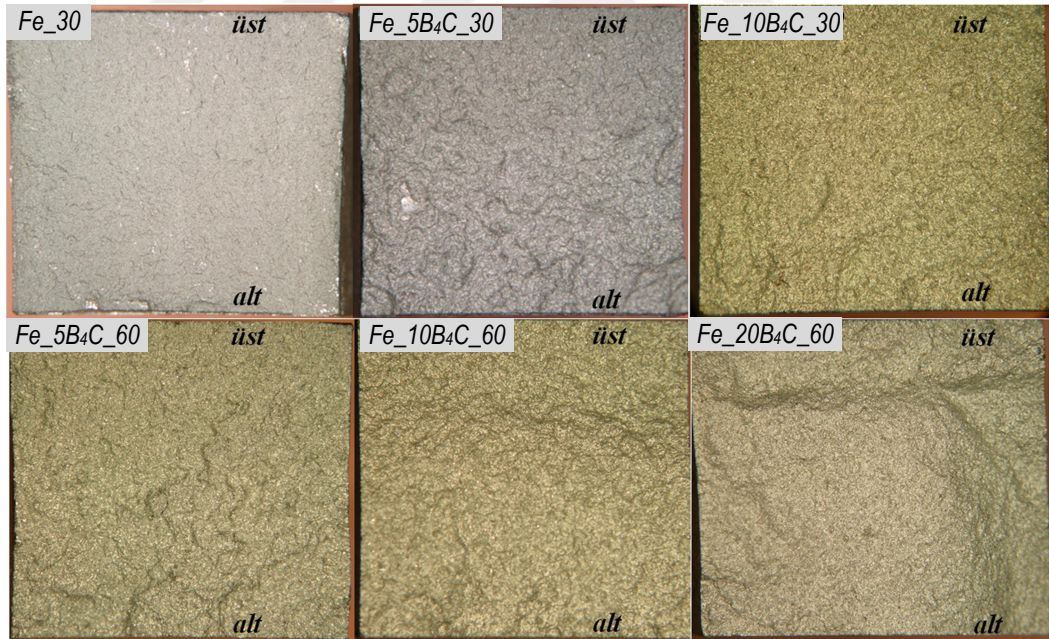
	Kırılma Enerjisi Değerleri (J)				
	<i>Fe-takviyesiz</i>	<i>%5 B₄C</i>	<i>%10 B₄C</i>	<i>%20 B₄C</i>	<i>%30 B₄C</i>
30 dk	20,794	10,605	1,637	0,565	0,401
60 dk	14,735	11,067	1,027	0,517	0,354



Şekil 3.63. B₄C ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin kırılma enerjisi değişimi.

Takviye oranının artmasıyla sertliği artan ve gevrek bir karakter kazanan numunelerin kırılma enerjileri de azalmıştır. Takviye oranının artması aynı zamanda porozite oranını da artırmıştır. Artan gözenek oranı iç yapıda çentik etkisi oluşturmuş, düşük kuvvet değerinde oluşan çatlak hızlı şekilde ilerlemiş ve düşük değerde enerji sönümleyen numune aniden kırılmıştır. %10 B₄C takviyesinden sonra kırılma enerjisindeki azalış daha fazla olmuştur (Şekil 3.63). Nitekim Şekil 3.50'deki sertlik değişim grafiği ve Şekil 3.43'deki porozite değişim grafiği incelendiğinde %10 takviyesinden sonra porozite ve sertlik değerlerindeki artışın daha fazla olduğu görülmektedir. Fe₅B₄C₃₀ numunesi darbe enerjisinin %35.35'i ile hasara uğrarken Fe₃₀B₄C₆₀ numunesi uygulanan darbe enerjisinin sadece %1.18'i ile kırılmıştır. Sinterleme süresinin 60 dakikaya çıkarılması büyük bir farklılık oluşturmamasına rağmen genel olarak kırılma enerjilerinde azalmaya neden olmuştur. B₄C ile takviyelendirilmiş bazı numunelerin kırılma sonrasındaki görüntülerinde (Şekil 3.64) kırılma yüzeylerinin granüllü kumlu yapıda ve parlak olduğu, yan yüzeylerde herhangi bir yanaklaşmanın oluşmadığı görülmektedir. Bu türdeki kırılma gevrek karakterli kırılmaya işaret etmektedir. Gevrek veya düşük enerjili kırılma sonunda kırılma yüzeyi oldukça parlak ve düz olmaktadır. Takviye oranının artmasıyla gevrekliği artan numunenin kırılma yüzeyindeki parlaklık daha belirgin hale gelmiştir.

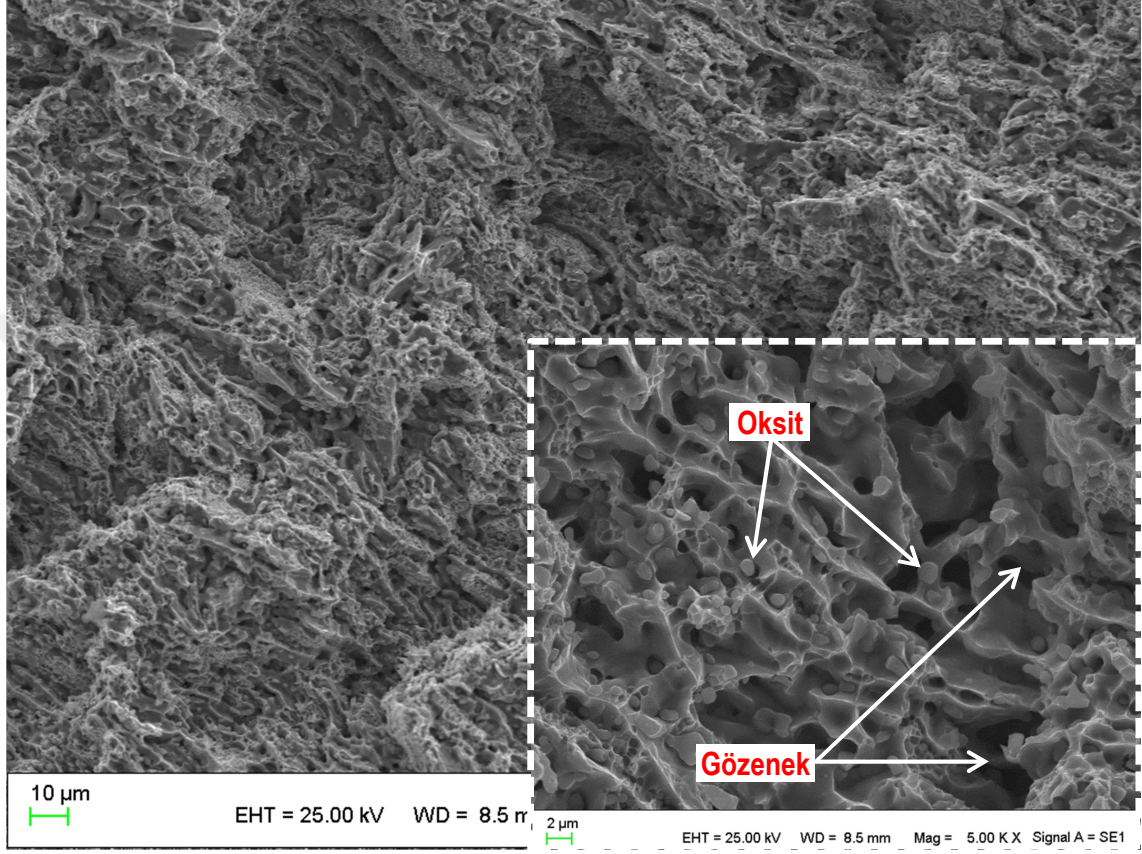
Göze çarpan diğer bir nokta ise, B_4C takviyesinin artmasıyla düzensiz çatlak ilerlemesi sonucu kırılma yüzeyinin dalgalı bir profil izlemesidir. Daha önce açıklanan iç yapıdaki faz oluşumlarının, gözenek ve artık partikül mevcudiyetinin çatlak ilerlemesini etkilediği açık şekilde görülmektedir. Şekil 3.64'te kırık yüzeylere ait makro fotoğraf görüntüleri incelendiğinde, numunede çatlağın başladığı alt yüzeyden (alt) vurucu kafanın temas ettiği yüzeye (üst) doğru yüzey profilinde bir farklılık göze çarpmaktadır. Çatlağın ilk oluştuğu alt yüzeydeki ayrılma-kırılma türü ile çatlak ilerlemesinin daha hızlı olduğu, kırılma kuvvetinin azaldığı üst yüzeydeki kırılma türünün farklı olması kırılma yüzeyi morfolojisine de yansımıştır. Bu nedenle, çatlağın ilk oluştuğu alt yüzey ile vurucu kafanın temas ettiği üst yüzey bölgeleri SEM ile ayrı olarak incelenmiş ve bu farklılık ortaya konulmuştur. Düşük hızlı çatlak ilerlemesinde mikro boşluk birleşmesi sonucu kırılan malzemeler, hızlı çatlak ilerlemesinde kırılma türleri ayrılma kırılması şeklinde olmakta ve gevrek bir kırılma yüzeyinin oluşmasına neden olmaktadır.



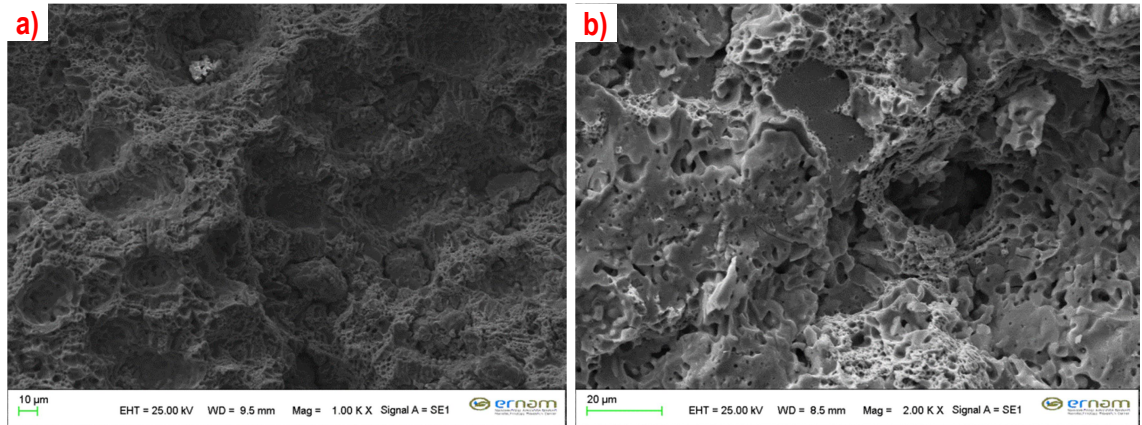
Şekil 3.64. Fe/ B_4C numunelerinin kırık yüzey makro fotoğrafları.

Şekil 3.65'deki takviyesiz Fe numunesinin kırık yüzey görüntülerine göre, 30 dakika sinterleme sonunda Fe tozları arasında boyun oluşumu gerçekleşirken gözenek varlığı da görülmektedir. Ayrıca, Fe partikülleri üzerinde küresel geometrideki küçük oksit oluşumları da görüntülerde seçilebilmektedir. Gevrek kırılma karakterine sahip

takviyesiz Fe numunesinin kırılma yüzeyindeki düzensiz küçük çukurların (dimples) malzeme içerisinde rastgele oluştukları ve bu çukurların birleşmesi sonucu hasarın gerçekleştiği anlaşılmaktadır.

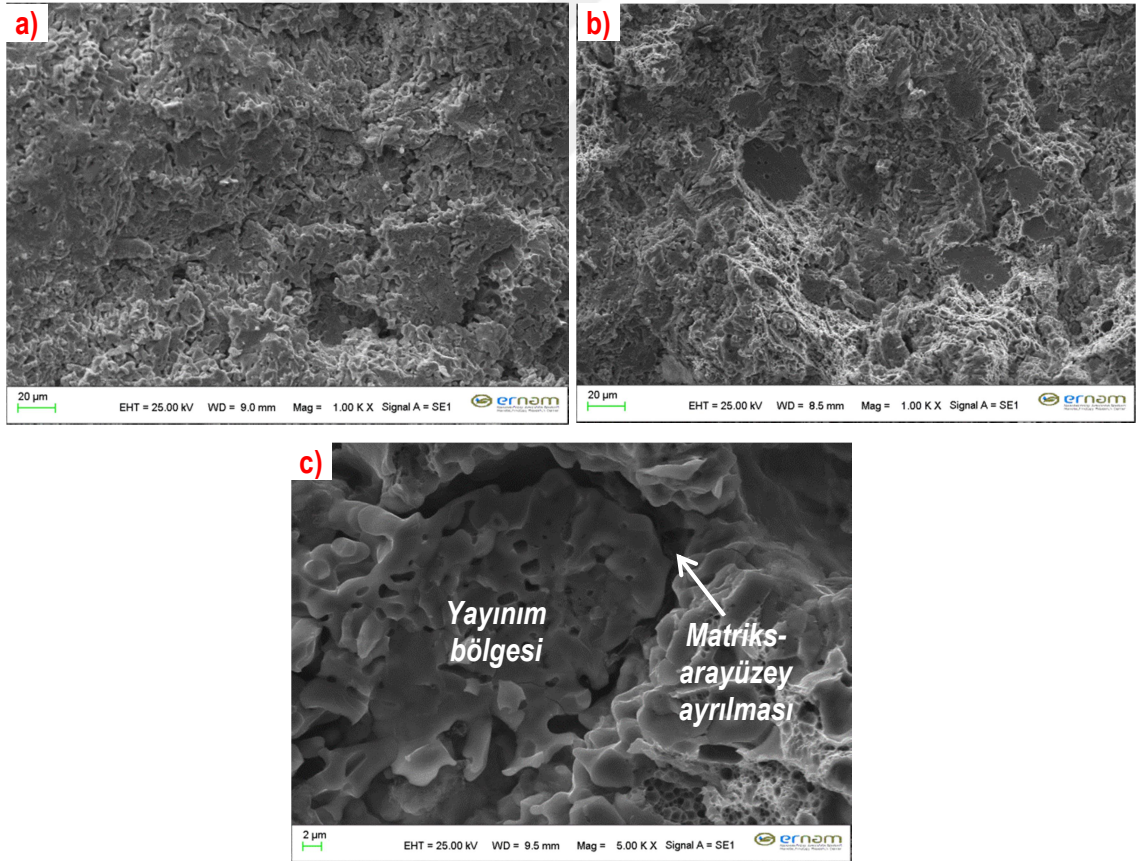


Şekil 3.65. Fe_30 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüleri.

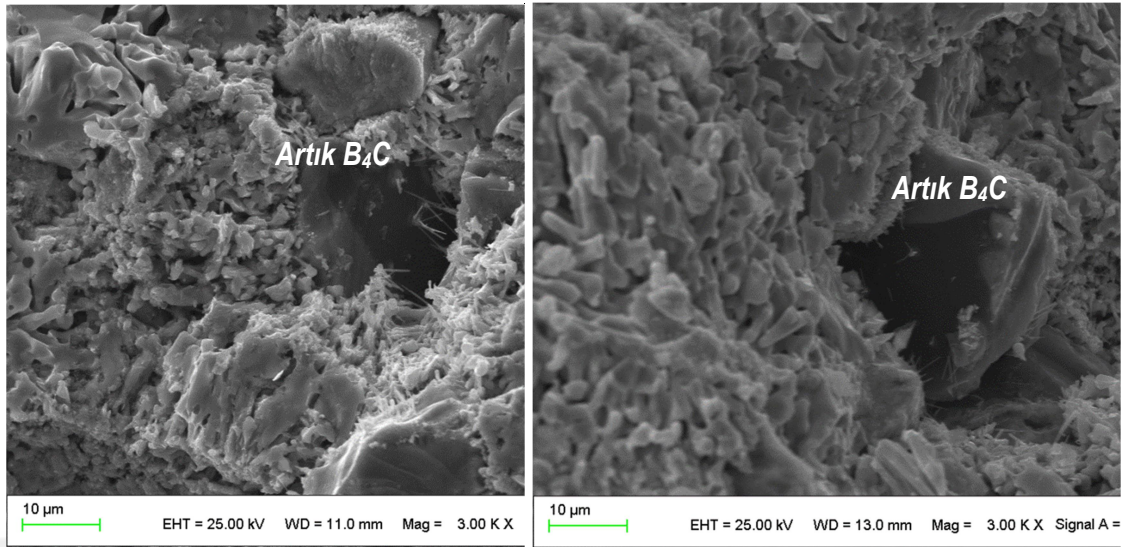


Şekil 3.66. a) Fe_5B4C_60, b) Fe_10B4C_60 numuneleri kırık yüzey görüntüleri.

Fe_5B₄C_60 ve Fe_10B₄C_30 numunelerine ait kırık yüzey görüntülerinde demir matriks ve yayılım bölgeleri ile boşluk oluşumları görülmektedir (Şekil 3.66). Yapılan EDX analizlerine göre demir borürlerin hakim olduğu difüzyon bölgesi ile Fe matriksin kırılma sonrasındaki görünümünü ayırt edilebilmektedir. Görüntüler incelendiğinde Fe partikülü ile yayılım bölgelerinin farklı kırılma karakteristiklerine sahip oldukları anlaşılmaktadır. Kırılma esnasında karşı yüzeyden ayrılan takviye partikülü veya daha yüksek sertlikteki difüzyon bölgeleri yerine çukur oluşmuştur (Şekil 3.66-b). Bu haliyle kırılma türü, ayrılma kırılması veya taneler-fazlar arası kırılma türüne işaret etmektedir. Kompozitlerde hem matriks dayanımının hem de ara yüzey bağının kuvvetli olması durumunda hasarın, takviye fazının kırılması ile oluşacağı bilinmektedir. Şekil 3.67-3.68'de bu oluşuma ait örnek sert faz bölgeleri kırılmaları ve mikro çatlaklar görülmektedir.



Şekil 3.67. a) Fe_20B₄C_60, b) Fe_10B₄C_30, c) Fe_10B₄C_30 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüleri.

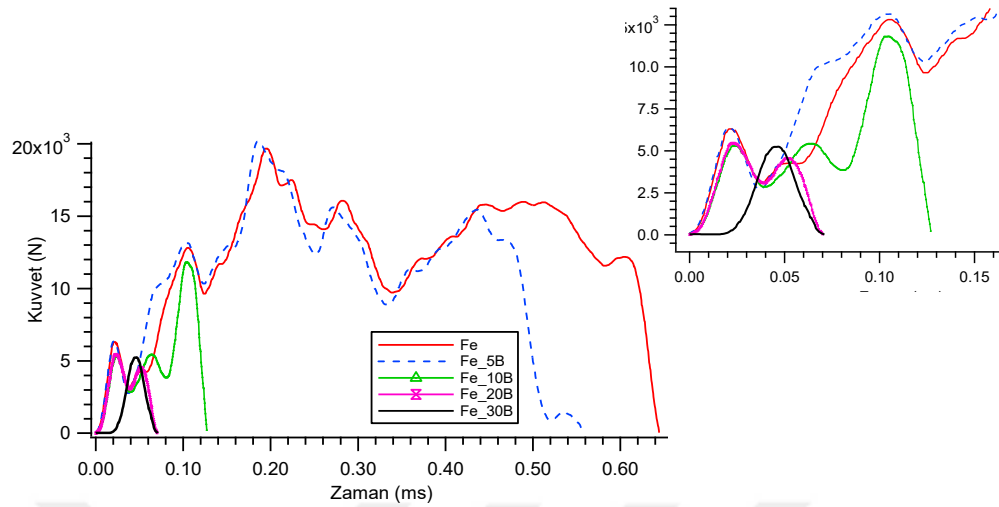


Şekil 3.68. Fe_30B₄C_60 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüleri.

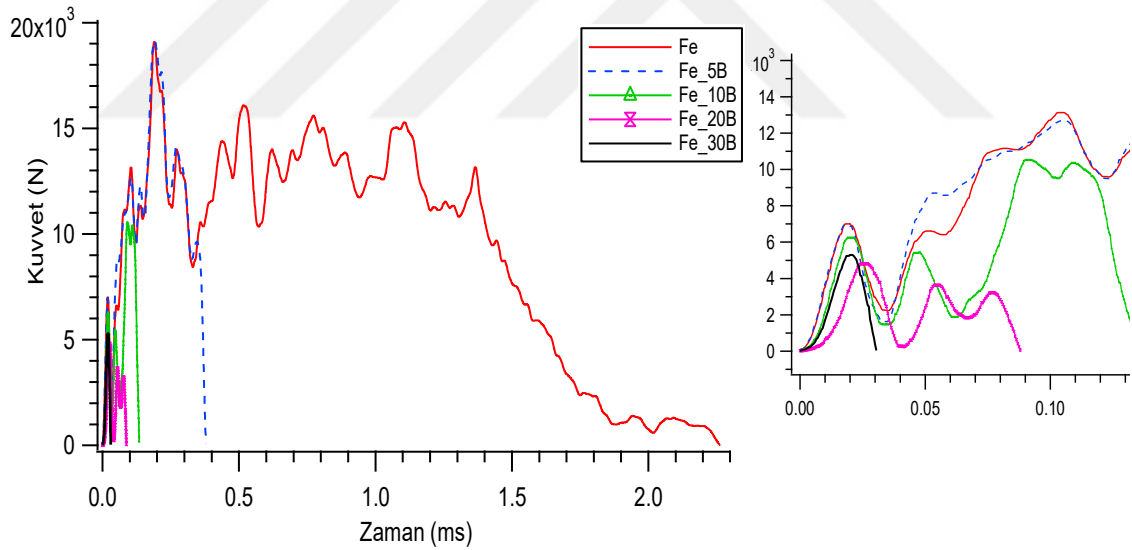
3.2.4. Fe/B Numunelerin Düşük Hızlı Darbe Davranışları

Farklı oranlarda Bor ile takviyelendirilmiş Fe matriksli kompozit numunelerin düşük hızlı darbe testlerinden elde edilen verilerle oluşturulan zamana bağlı kuvvet (F-t) ve absorbe edilen enerji (E-t) grafikleri Şekil 3.69-3.70’de gösterilmiştir. Grafikler incelendiğinde her iki sinterleme süresindeki numuneler üzerindeki temas kuvveti eğrilerinin yaklaşık olarak benzer profilde olduğu görülmektedir. Vurucu kafanın numuneye ilk temas ettiği t=0 anı darbenin ve kuvvet verilerinin alınmaya başlandığı andır.

Temasın başladığı andan en yüksek kuvvet değerine kadar geçen sürede çentik açılmayan numunelerin alt yüzeyinde, üç noktalı eğme deneyinde olduğu gibi çekme gerilmeleri, üst yüzeyinde ise basma gerilmeleri oluşmaktadır. Çatlak başlangıcı için gerekli enerjinin depolandığı (çatlak başlangıç enerjisi) ve yaklaşık lineer eğime sahip olan bölgede, takviye oranına bağlı olarak bazı numunelerde akma görülmüştür. Özellikle takviyesiz Fe numunesinde akma noktası daha belirgin şekilde görülmektedir. Bu lineer bölgenin eğimi darbe eğilme rijitliği olarak tanımlanmaktadır. Takviye oranının artmasıyla akma görülmemiş ve maksimum temas kuvvetinde numuneler kırılmıştır. Çatlak oluşuktan sonra ilerlemesi esnasında çatlak hızı sürekli olarak değişmekte ve kırılma yüzeyi görüntülerinde taneler arası veya tane içi kırılma türleri ayırd edilebilmektedir.



Şekil 3.69. Farklı oranlarda Bor ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin zamana bağlı kuvvet değişim eğrileri (1000°C, 30 dk.).



Şekil 3.70. Farklı oranlarda Bor ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin zamana bağlı kuvvet değişim eğrileri (1000°C, 60 dk.).

Çatlağın başladığı maksimum kuvvet noktasından sonraki azalan eğime sahip bölge hızlı çatlak ilerleme bölgesidir. Eğrinin düzensiz olması, yüzey boyunca farklı boyutlardaki takviye partiküllerinin (artık B) mevcudiyeti, Fe matriks ile B partikülleri arasında oluşan, Fe matrikse göre daha sert Fe_2B fazının hakim olduğu farklı

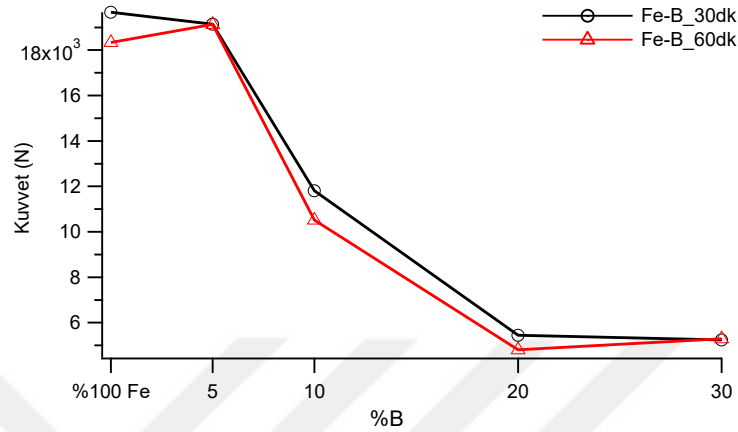
büyükliklerdeki yayılım bölgeleri ile vurucu-numune arasındaki sürtünmelerin etkisinden kaynaklanmaktadır.

Şekil 3.69 ve Şekil 3.70'deki F-t grafikleri incelendiğinde kompozit numunelerin kırılması için gerekli maksimum kuvvet değerlerinin B takviye oranı arttıkça azaldığı net olarak görülmektedir. Aynı zamanda kırılma hasarı da takviye oranı arttıkça daha kısa sürede gerçekleşmiştir. Takviyesiz Fe numunesinde çatlak başlangıcı için gerekli maksimum kuvvet değeri diğer numunelere göre oldukça yüksektir. Takviyelendirilmiş numunelere göre daha tok karakterli Fe numunesinde akma bölgeleri görülmüştür. Maksimum kuvvetten sonra çatlak ilerleme hızı Fe numunesinde takviyeli numunelere göre oldukça yavaş, kırılma süresi ise daha uzun olmuştur. Takviye oranı arttıkça çatlak başlangıcı için gerekli kuvvet değerleri de azalmıştır.

B takviyesinin kompozit numuneleri gevreklettiği ve kuvvet değerlerinin düşmesinde oldukça etkili olduğu görülmüştür. En yüksek kırılma kuvveti 30 dakika sinterlenen %5 B takviyeli numunede 19145,73 N olmuş, bunu azalan sırayla %10, %20 ve %30 takviyeli numuneler izlemiştir. Kırılma kuvveti 60 dakika sinterlenen numuneler için de takviye oranı arttıkça azalmıştır. Şekil 3.43 grafiğinde takviye oranı arttıkça %porozite değerinin arttığı, %30 B oranında en yüksek porozitenin olduğu belirtilmişti. Porozite yani içyapıdaki gözeneklilik, ani yüklemelerde çatlak başlangıcı için gerilme yığılmalarının oluşmasında tercihli bölgeler olmakta ve daha düşük kuvvet altında oluşan çatlakların hızlı şekilde ilerlemesiyle kırılma hasarına neden olmaktadır. Takviye oranının artmasıyla kırılma kuvvetinin düşmesi, sertlik artışından sonra içyapıdaki porozitenin artmasından kaynaklanmaktadır.

Şekil 3.71'de takviye oranına bağlı kuvvet değişim grafiği iki sinterleme süresi için oluşturulmuştur. Aynı takviye oranına sahip kompozitlerden 30 dakika sinterlemeye tabi tutulan numunelerin kırılma kuvvetleri, 60 dakika sinterlenen numunelere göre çok az farkla yüksek çıkmıştır. Sinterleme süresindeki artışın kırılma kuvveti üzerinde fazla etkili olmadığı söylenebilir. Şekil 3.42'deki % B oranına ve sinterleme süresine bağlı sertlik değişim grafiği incelendiğinde 60 dakika sinterlenen numunelerin 30 dakika sinterlenenlere göre sertliklerinin oldukça yüksek çıktığı görülmektedir.

Kırılma Kuvveti Değerleri (F max)					
	<i>Fe-takviyesiz</i>	<i>%5 B</i>	<i>%10 B</i>	<i>%20 B</i>	<i>%30 B</i>
30 dk	19667,28	19145,73	11805,51	5444,15	5243,75
60 dk	18333,86	19130,32	10520,90	4806,99	5295,14



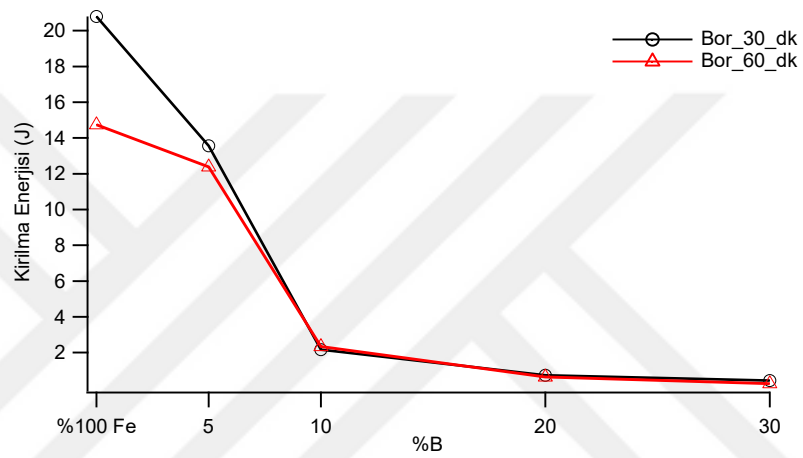
Şekil 3.71. Bor ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin takviye oranına bağlı kırılma kuvveti grafiği.

Artan sertlik değerleri, numunenin kırılması için gerekli kuvvet değerlerini düşürmüştür. Özellikle, en yüksek sertlik değerinin ölçüldüğü, 60 dakika sinterlenen %30 B takviyeli numunenin (Fe_30B_60, 384 HV) kırılma kuvveti değerinin düşük çıkması sertlik ve kırılma kuvveti arasında çok yakın bir ilişki olduğunu göstermektedir. Sertlik değeri artan malzemelerin gevrek kırılma olasılıkları artmakta ve düşük kuvvet değerlerinde hasara uğramaktadırlar. En düşük kırılma kuvveti 60 dakika sinterlenen, %20B ile takviyelendirilmiş numunede 4806,99 N olmuştur.

Bor oranının artmasıyla sertliği artan ve gevrek bir karakter kazanan numunelerin kırılma enerjileri azalmıştır. Takviye oranının artmasıyla artan gözenek oranı iç yapıda çentik etkisi oluşturmuş, düşük kuvvet değerinde oluşan çatlak hızlı şekilde ilerlemiş ve düşük değerde enerji sönümleyen numune aniden kırılmıştır. Takviyesiz Fe numunesinin her iki sinterleme şartında da en yüksek kırılma enerjisine sahip olduğu görülmektedir. Özellikle %10 B takviyesinden sonra kırılma enerjisi değerleri oldukça düşmüştür. (Şekil 3.72). Takviyeli numuneler içinde en yüksek kırılma enerjisine Fe_5B_30 numunesi sahip olmuştur (13,563 J). Bu numune uygulanan darbe enerjisinin %45.21'ini sönümledikten sonra hasara uğramıştır. Fe_30B_60 numunesi ise uygulanan

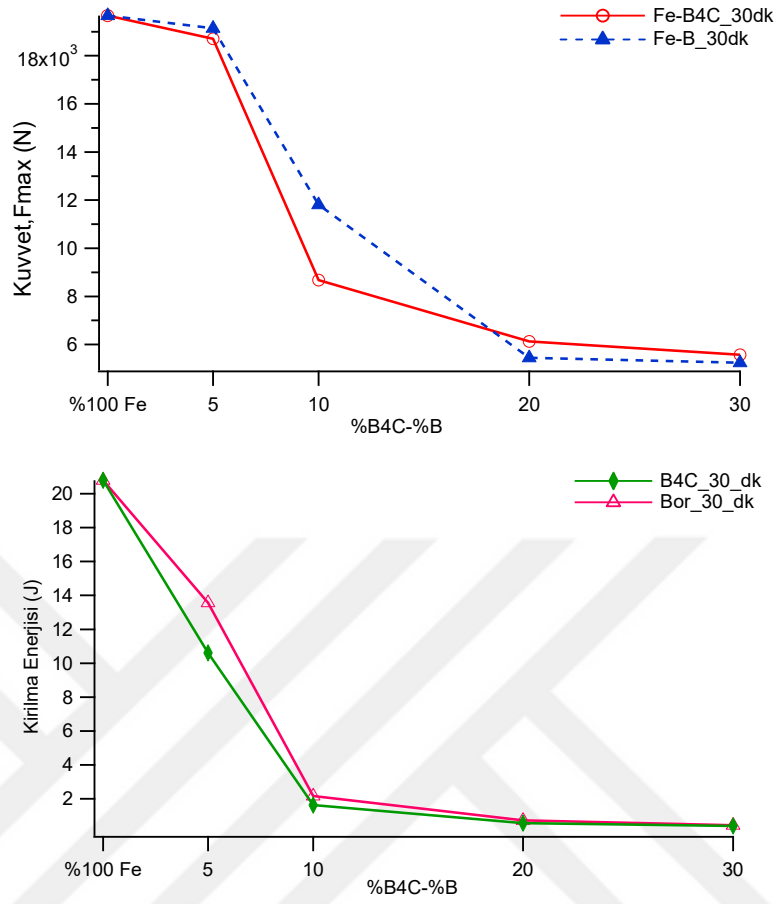
darbe enerjisinin sadece %0.88'i ile kırılmıştır. Sinterleme süresinin 60 dakikaya çıkarılması kayda değer bir farklılık oluşturmamış fakat genel olarak kırılma enerjilerinde azalmaya neden olmuştur.

	Kırılma Enerjisi Değerleri (J)				
	%100Fe-takviyesiz	%5 B	%10 B	%20 B	%30 B
30 dk	20,794	13,563	2,164	0,736	0,440
60 dk	14,735	12,388	2,345	0,636	0,264



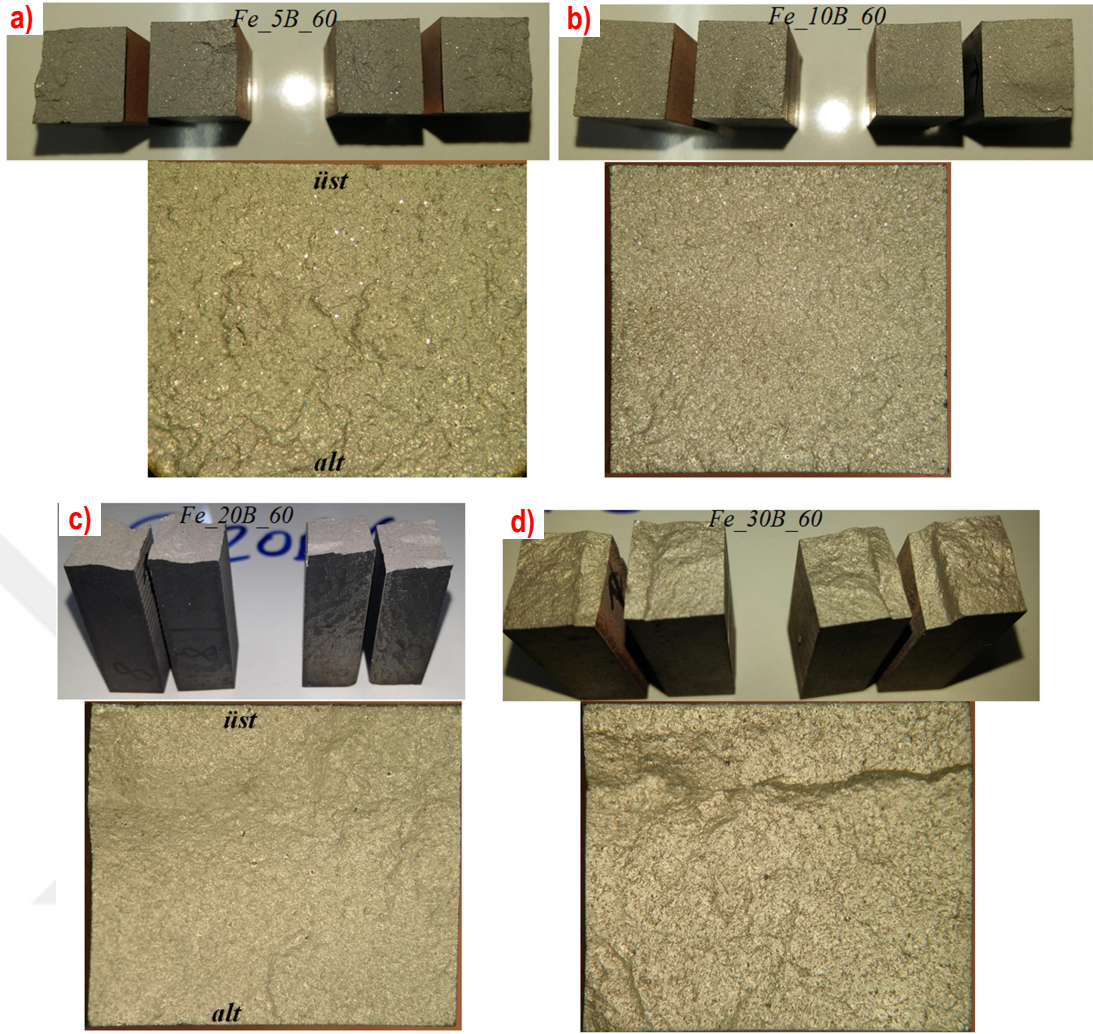
Şekil 3.72. Bor ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin kırılma enerjisi değişimi.

Şekil 3.73’de yüksek değerlerin olduğu 30 dakika sinterleme süresi için her iki takviye türüne sahip numunelerin kırılma kuvveti ile kırılma enerji değerleri karşılaştırılmıştır. Eğriler birbirleriyle uyumlu olmakla beraber arada çok az fark oluşmuştur. B₄C ile B partikül boyutlarının farklı olması (B₄C:12-40µm, Bor<40 µm) ve B₄C takviyeli kompozitlerde yapıdaki serbest karbonun (C) yayılım mekanizmasını değiştirmesi bu farkların oluşmasında etkili olmuştur. Bu iki takviye türünün mikroyapı ve sertlik değişimleri üzerinde de büyük bir farklılık görülmemiştir. Saf borun yüksek maliyette olması nedeniyle termal şok, darbe ve eğme deneyleri için üretilen derecelendirilmemiş ve fonksiyonel derecelendirilmiş kompozitlerde takviye elemanı olarak sadece B₄C kullanılmış, böylelikle kompozisyonel gradyant ve termal şok parametrelerinin etkileri detaylı şekilde araştırılmıştır.



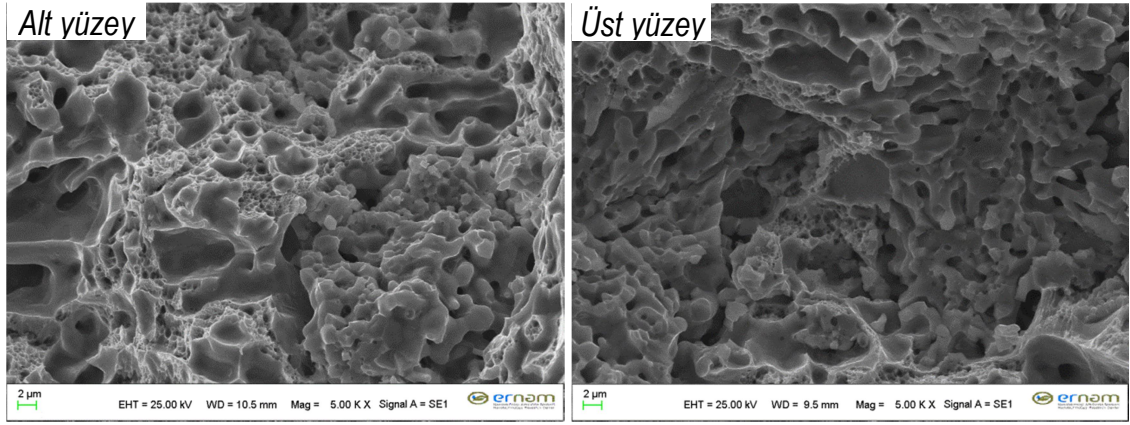
Şekil 3.73. Kırılma kuvveti (Fmax) ile kırılma enerjisi eğrilerinin takviye elemanı türüne göre (B₄C-B) mukayesesi.

Bor takviyeli kompozit numunelerin darbe deneyi sonrasındaki genel görüntüleri ve makroskop yardımıyla alınan kırık yüzey görüntüleri Şekil 3.74’de gösterilmiştir. B₄C takviyeli kompozitlerde olduğu gibi kırık yüzeylerin granüllü kumlu yapıda ve parlak olduğu, yan yüzeylerde herhangi bir yanaklaşmanın oluşmadığı görülmektedir. Bu haliyle kırılma karakteristiği gevrek kırılmaya işaret etmektedir. Gevrek veya düşük enerjili kırılma sonunda kırılma yüzeyi parlak ve düz olmaktadır. Takviye oranının artmasıyla gevrekliği artan kompozitlerin kırılma yüzeylerindeki parlaklık daha belirgin hale gelmiştir. Görüntülerde dikkat çeken diğer nokta, Bor takviyesinin artmasıyla düzensiz çatlak ilerlemesi sonucu kırılma yüzeylerinin dalgalı bir profile sahip olmasıdır. İç yapıdaki faz oluşumları, gözenek ve artık B partikülleri çatlak ilerlemesini etkilemiştir.

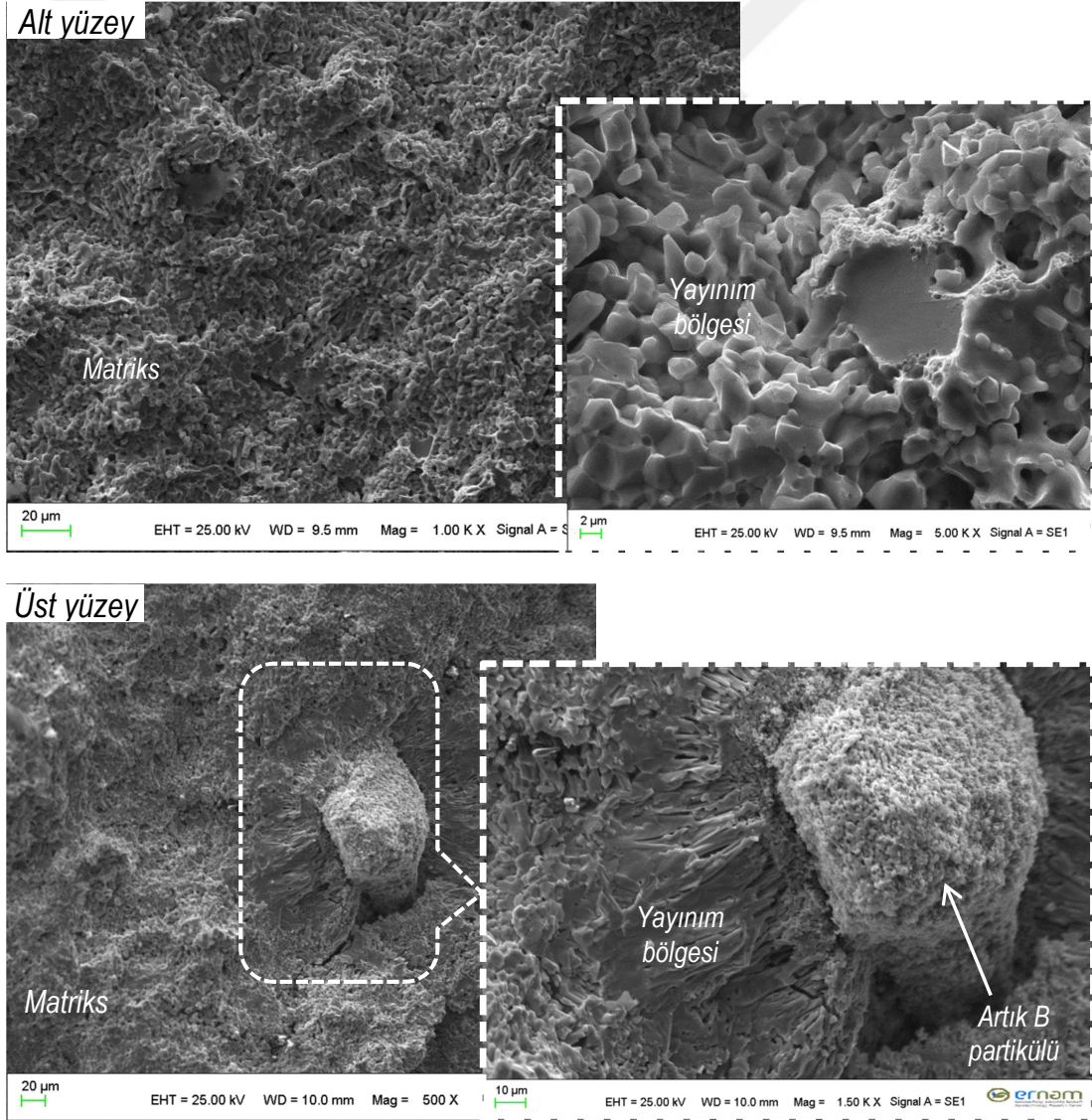


Şekil 3.74. Fe/B kompozit numunelerin kırık yüzey makro fotoğrafları a) Fe_5B_60, b) Fe_10B_60, c) Fe_20B_60, d) Fe_30B_60.

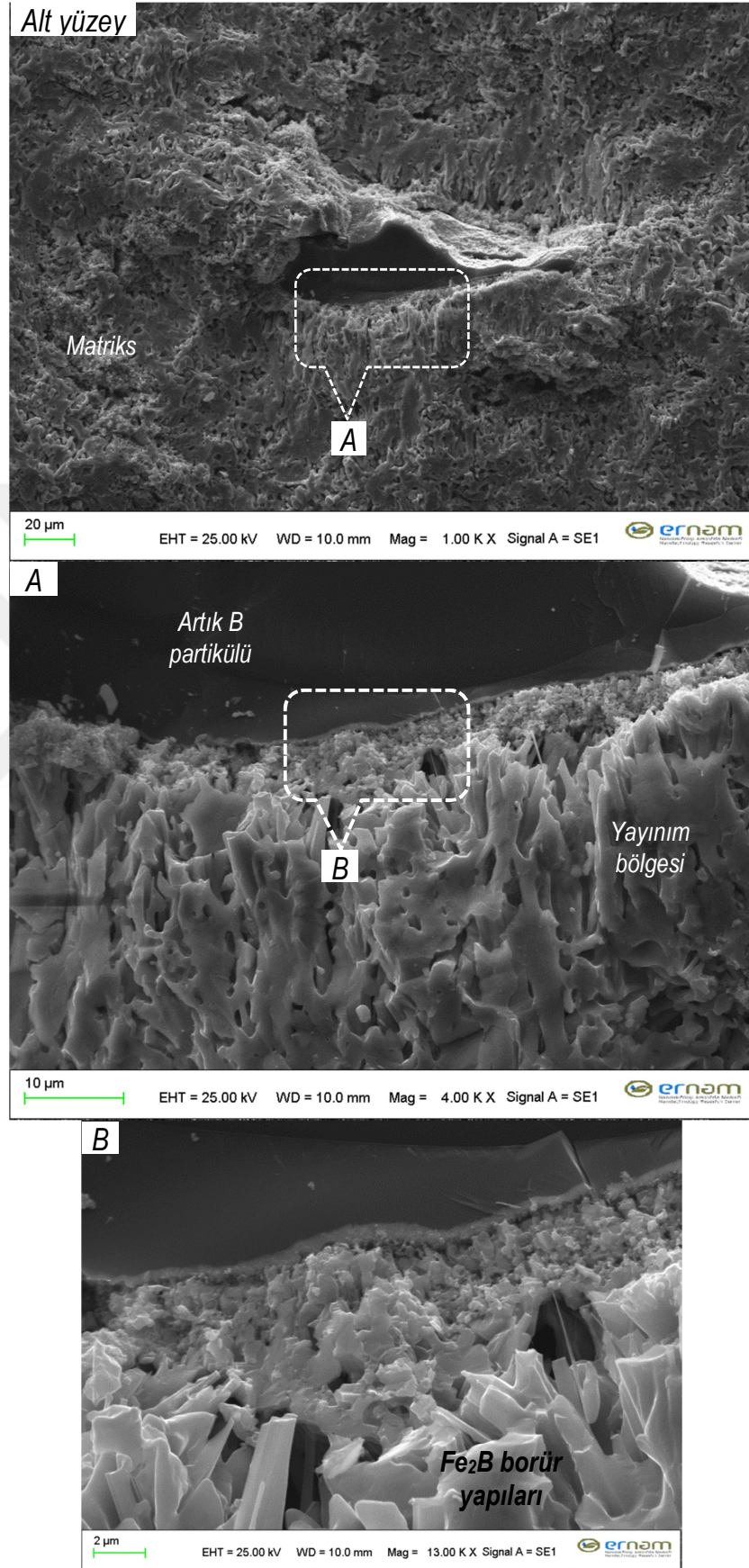
Kırık yüzeylere ait makro fotoğraflara göre, numunede çatlağın başladığı alt bölge ile vurucu kafanın temas ettiği üst bölgenin yüzey profillerinde farklılıklar vardır. Çatlağın oluştuğu alt bölgedeki kırılma türü ile çatlak ilerlemesinin daha hızlı olduğu ve kırılma kuvvetinin azaldığı üst bölgedeki kırılma türünün farklı olması yüzey morfolojisine de yansımıştır. Bazı görüntülerde ise hızlı kırılma sonucunda ortadan ayrılan artık B partikülleri yüzeyde beyaz parlak noktalar halinde seçilebilmektedir (özellikle Fe_5B_60 ve Fe_10B_60 numuneleri). Çatlağın ilk oluştuğu alt bölge ile üst bölgelerden SEM ile ayrı görüntüler alınarak ayrılma mekanizmalarındaki farklılıklar araştırılmıştır (Şekil 3.75-3.78).



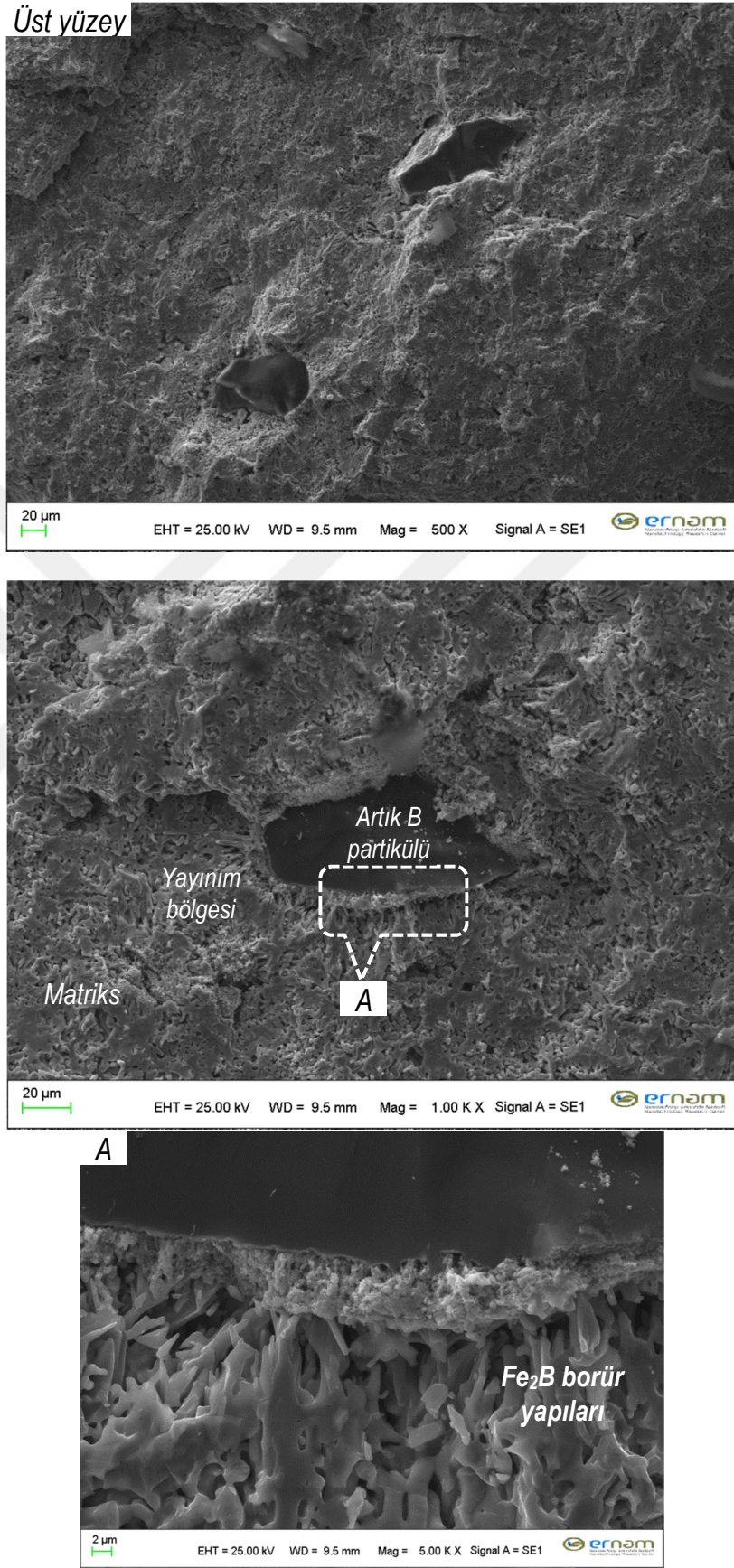
Şekil 3.75. Fe_5B_60 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüleri.



Şekil 3.76. Fe_20B_60 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüleri.



Şekil 3.77. Fe_30B_60 numunesine ait alt yüzey SEM görüntüleri.



Şekil 3.78. Fe₃₀B₆₀ numunesine ait üst yüzey SEM görüntüleri.

Düşük hızlı çatlak ilerlemesinde mikro boşluk birleşmesi sonucu kırılan malzemeler, hızlı çatlak ilerlemesinde kırılma türleri ayrılma kırılması şeklinde olmakta ve gevrek bir kırılma yüzeyinin oluşmasına neden olmaktadır. Şekil 3.75’de, çatlak ilerlemesinin nispeten yavaş olduğu alt bölgede boşluk/gözenek oluşumlarının daha fazla olduğu, boyun verme sonucu ayrılma gerçekleşirken, hızlı çatlak ilerlemesinin olduğu üst bölgede tane içi kırılma türüne benzeyen ve ani ayrılma sonunda hasarın olduğu görülmektedir. Artan takviye oranlarında yapıdaki artık B partiküllerine kırık yüzey görüntülerinde de rastlanmıştır. Şekil 3.76’daki görüntüde, matriks ile sağlam ara yüzey bağına sahip bir B partikülünün taneler arası kırılma sonunda yüzeyde difüzyon bölgesinin merkezinde kaldığı görülmektedir. Bu oluşum genellikle iç yapıda difüze olmamış büyük B partiküllerinde gözlenmiştir. Görüntüler incelendiğinde Fe partikülü ile yayılım bölgelerinin farklı kırılma karakteristiklerine sahip oldukları anlaşılmaktadır. Kırılma esnasında karşı yüzeyden ayrılan takviye partikülü veya daha yüksek sertlikteki difüzyon bölgeleri yerine çukur oluşmuştur. Bu haliyle kırılma türü, ayrılma kırılması veya taneler arası kırılma türüne işaret etmektedir. %30 B takviyesiyle yapıda artık olarak kalmış B partikülleri daha fazla olmuş, Fe matrikse tam yayınamayan ve zayıf ara yüzey bağına sahip bu partiküller taneler içi kırılma ile yarım parçaya ayrılmıştır (Şekil 3.77-78). B partikülü civarından alınan EDX analizlerine göre B partikülünden Fe matrikse doğru B oranı azalırken Fe oranı artmıştır. Yapıdaki diğer küçük B partiküllerinin Fe matrikse tamamen yayınması nedeniyle farklı noktalardan alınan analizlerde B oranının genel olarak aynı değerde kaldığı tespit edilmiştir. Fe ile B arasındaki reaksiyon sonucunda oluşan ve iç yapıda genel olarak iğnemsî ve kolonsal yapısıyla dikkat çeken, kırılma yüzeyi görüntülerinde daha kolay ayırt edilebilen yapılar (Şekil 3.77-Şekil 3.78 A ve B detayları) Fe_2B bileşiğinden oluşan demir borür fazlarıdır. Ayrıca yapılan XRD analizleriyle bu faza ait pikler doğrulanmıştır (Şekil 3.41).

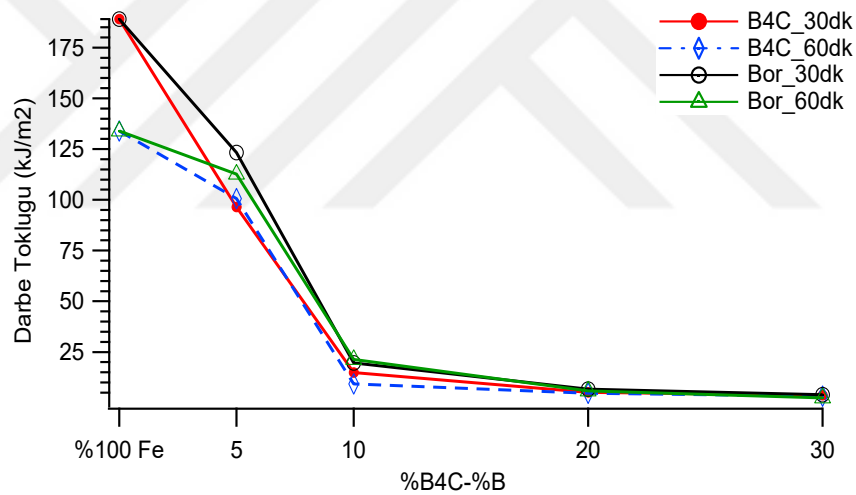
Fe-B₄C/B kompozit numunelerinin kırılmadan önce sönmüledikleri enerji değerinin (çentik darbe işinin) kesit alanına bölünmesiyle elde edilen darbe tokluk değerleri Tablo 3.9’da, değişim eğrileri ise Şekil 3.79 grafiğinde gösterilmiştir.

Darbe tokluk değerlerinin her iki takviye elemanı için takviye oranının artmasıyla azalmış, özellikle %5 takviye oranından sonra daha düşük çıkmıştır. Takviyesiz Fe numuneleri her sinterleme süresi için en yüksek tokluk değerine sahip olmuştur.

Takviyeli kompozitlerde en yüksek tokluk değeri 30 dakika sinterlenen Fe_5B numunesinde $123,3 \text{ kJ/m}^2$, en düşük değer ise 60 dakika sinterlenen Fe_30B numunesinde $2,4 \text{ kJ/m}^2$ olarak hesaplanmıştır. Sinterleme süresinin belirgin bir etkisi görülmemiş, ayrıca farklı takviye elemanı türleri için sonuçlar birbirine oldukça yakın çıkmıştır.

Tablo 3.9. Fe+B₄C Fe+Bor kompozit numunelerinin darbe tokluk değerleri.

Takviye Oranı, %	Çentik Darbe Tokluğu (kJ/m^2)			
	B ₄ C_30 dk	B ₄ C_60 dk	Bor_30 dk	Bor_60 dk
0 (%100 Fe)	189,0	134,0	189,0	134,0
5	96,4	100,6	123,3	112,6
10	14,9	9,3	19,7	21,3
20	5,1	4,7	6,7	5,8
30	3,6	3,2	4,0	2,4

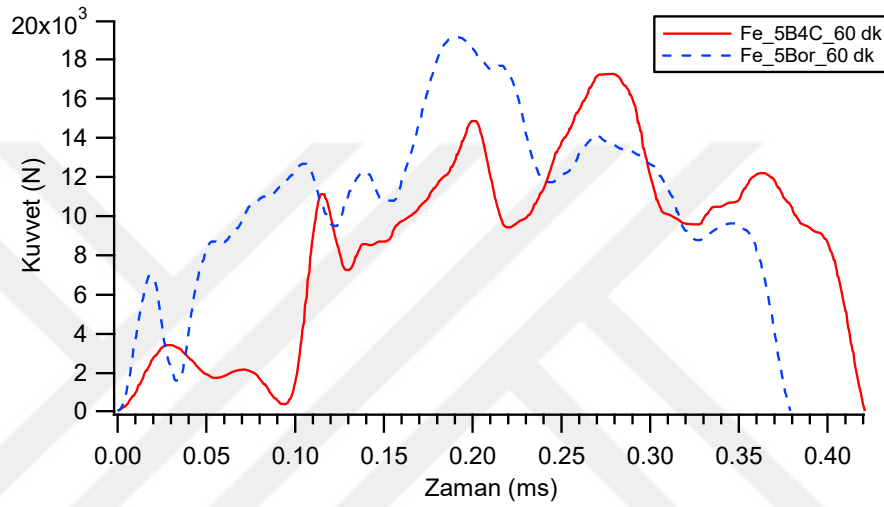


Şekil 3.79. Kompozit numunelerin B₄C-B takviye oranına bağlı darbe tokluğu değişimleri.

3.2.5. Takviye Eleman Türünün (B₄C/B) Darbe Davranışları Üzerine Etkisi

Şekil 3.80-3.81 grafiklerinde 60 dakika sinterleme süresi için B₄C ve B ile takviyelendirilmiş kompozit numunelerin zamana bağlı kuvvet değişimleri arasındaki farklılığı ifade edebilmek amacıyla oluşturulmuş değişim eğrileri görülmektedir. Aynı takviye oranlarına sahip numunelerin kırılma kuvveti ve enerji eğrilerinin birbirine oldukça benzer olduğu fakat arada çok az farklılıkların olduğu görülmektedir. Takviye oranlarının artmasıyla eğriler arasındaki fark açık şekilde azalmıştır. Düşük takviye

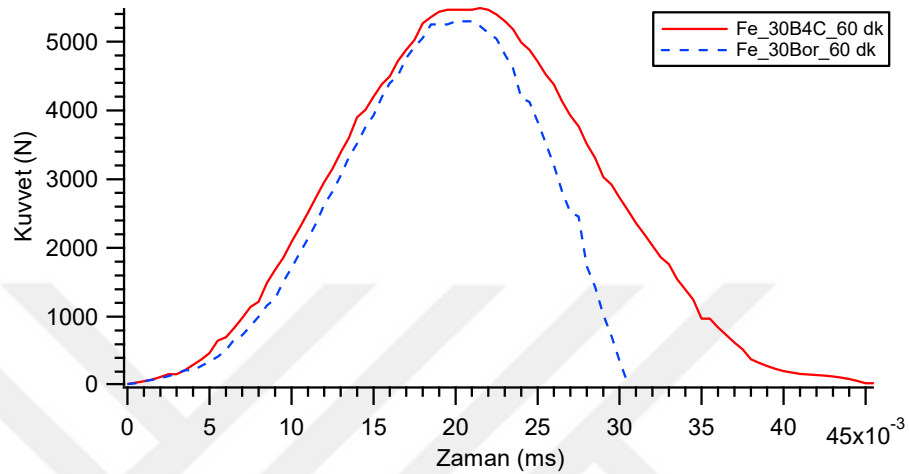
oranlarında partiküllerin Fe matrisi içerisindeki yayılım mekanizması birbirinden farklı olurken yüksek oranlarda iç yapıda benzer demir borür fazları ve artık partiküller oluşmaktadır. B_4C takviyeli numunelerde bulunan C, difüzyon mekanizmasını saf B takviyeli kompozitlere göre oldukça etkilemiştir. Yayılım bölgelerindeki B ve C oranları ile oluşan ikincil fazların darbe özellikleri üzerinde özellikle düşük oranlarda etkili olduğu söylenebilir.



Şekil 3.80. Fe_5B₄C ve Fe_5B numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri (1000°C, 60 dk.).

Aradaki farklılıklar üzerinde partikül boyutu, porozite ve yayılım bölgesi büyüklüğünün de etkili olduğunu belirtmek gerekir. B_4C tozu Bor tozuna göre daha fazla büyük partikül içermektedir (Şekil 2.5-2.6). Küçük boyuttaki B partikülleri (<40 μm) civarında oluşan yayılım bölgeleri büyük boyutlu B_4C (12-40 μm) partiküllerinin oluşturduğu bölgelerden daha küçük olmuştur. Yayılım bölgesindeki ikincil fazların türü ortamdaki B oranına göre değişmiş ve sertlik değerleri de B_4C takviyeli numunelerde daha yüksek çıkmıştır. Bu nedenle grafikler incelendiğinde daha sert ve gevrek karakterli Fe- B_4C kompozitlerinin daha düşük enerji sönümlendikten sonra hasara uğradıkları görülmüştür. %30 takviye oranında bu durum B takviyeli kompozit için geçerli olmuştur (Şekil 3.81). Şekil 3.42'deki sertlik değişim grafiği incelendiğinde benzer farklılığın burada da olduğu görülmektedir. Yani B takviyeli kompozitlerin sertliği sadece %30 takviye oranında Fe_5B₄C numunelerinden yüksek çıkmıştır. Daha

önce de belirtildiği gibi sertlik ile darbe davranışları arasında çok yakın bir ilişki bulunmaktadır. %P değişim grafiği incelendiğinde (Şekil 3.43) porozitenin Fe_30B_60 numunesinde Fe_30B₄C_60 numunesine göre oldukça düşük olduğu da görülmektedir.

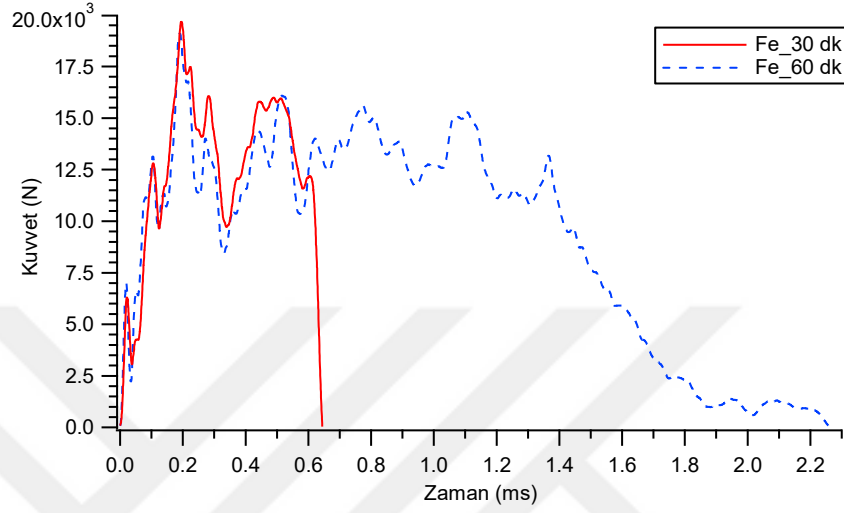


Şekil 3.81. Fe_30B₄C ve Fe_30B numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri (1000°C, 60 dk.).

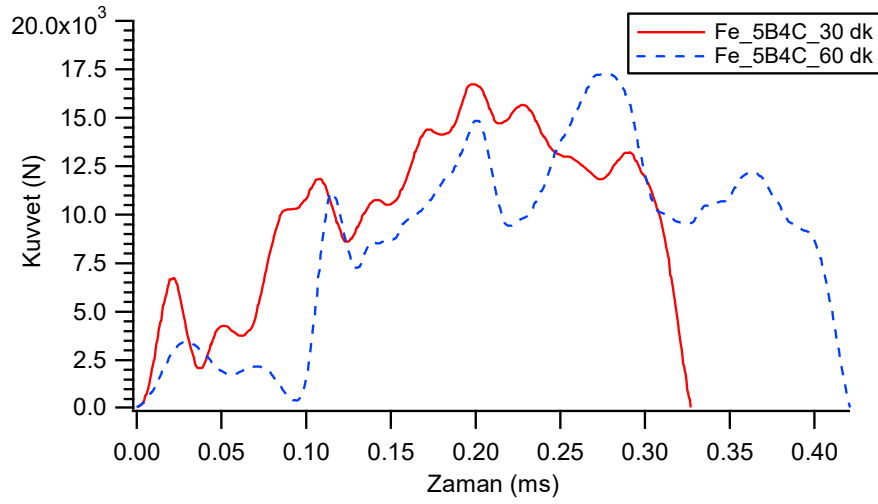
3.2.6. Sinterleme Süresinin Darbe Davranışları Üzerine Etkisi

Aynı bileşime sahip kompozit numunelerin darbe davranışları üzerinde sinterleme süresinin etkilerinin anlaşılabilmesi amacıyla zamana bağlı kırılma kuvveti ve enerji değişim grafikleri oluşturulmuştur. Şekil 3.82-3.84'deki zamana bağlı değişim grafiklerinde kırılma hasarı oluşuncaya kadar kuvvet ve enerji değişim eğrileri genel olarak paralel çıkmıştır. Şekil 3.85'te ise B₄C takviyeli kompozitlerin maksimum kuvvet değerleri numune çiftlerine göre mukayese edilmiştir. Grafikler genel olarak incelendiğinde sinterleme süresinin artmasıyla maksimum kırılma kuvvetinin azaldığı, kırılma enerjisi değerlerinin ise arttığı görülmektedir. Sinterleme süresinin artışı iç yapıdaki B₄C'nin matrikse yayılımını dolayısıyla sertliği artırıcı yönde tesir ettiği, poroziteyi fazla etkilemediği ifade edilmişti. Özellikle %10 takviye oranından sonra sertliğin arttığı ve en yüksek değerine %20 B₄C takviyesiyle ulaştığı belirlenmişti. Sertlik değerlerindeki değişimin sinterleme süresine bağlı olarak kırılma kuvveti ve enerjisi üzerinde de etkisi olmuştur. Bor takviyeli kompozitlerde çok fazla etkisi

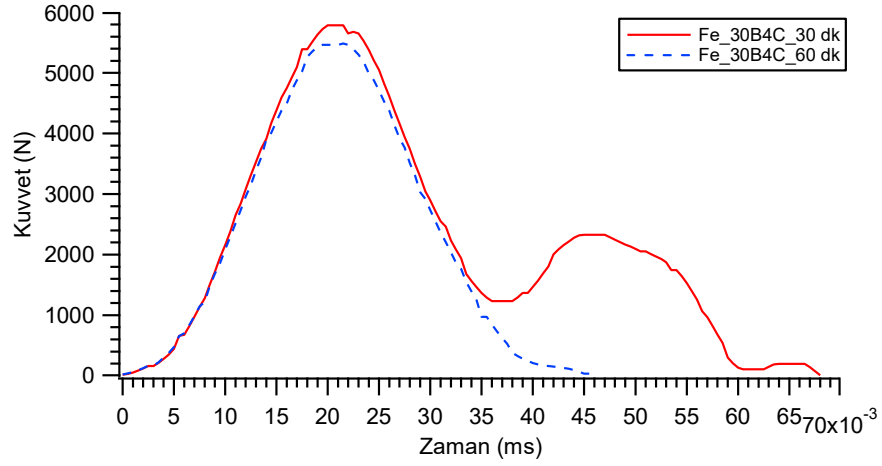
olmamakla birlikte sinterleme süresinin artmasıyla maksimum kırılma kuvvetinin azaldığı görülmektedir (Şekil 3.85).



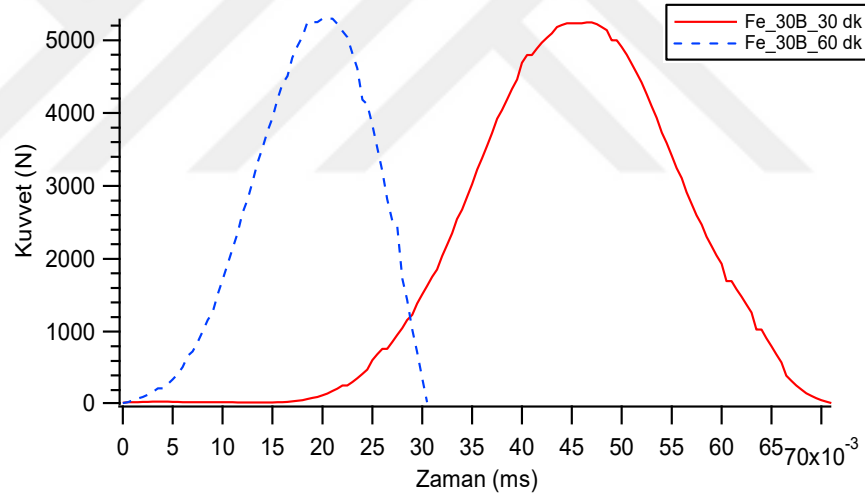
Şekil 3.82. Fe_30 ve Fe_60 numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri.



Şekil 3.83. Fe_5B₄C_30 ve Fe_5B₄C_60 numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri.

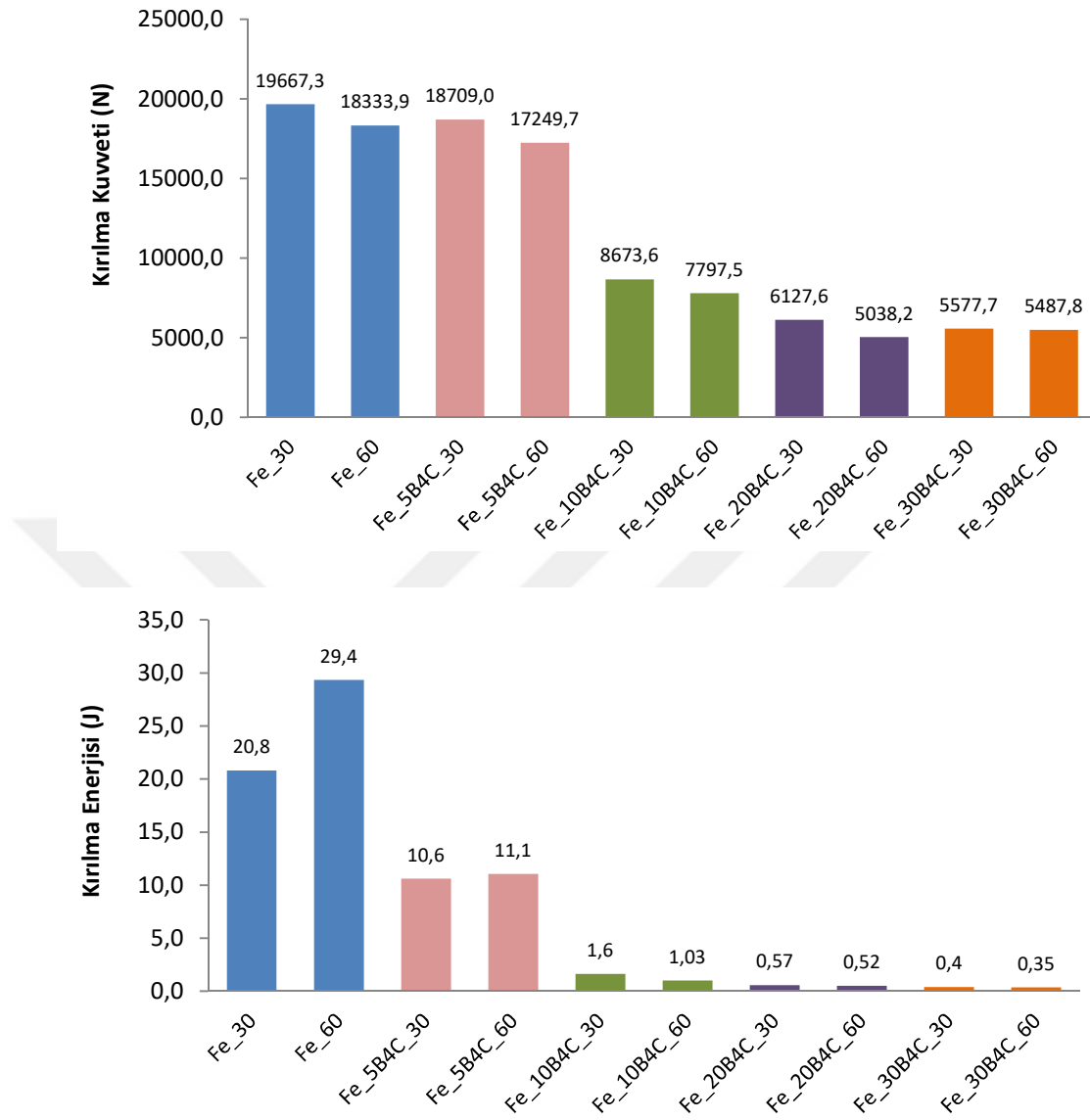


Şekil 3.84. Fe_30B₄C_30 ve Fe_30B₄C_60 numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri.

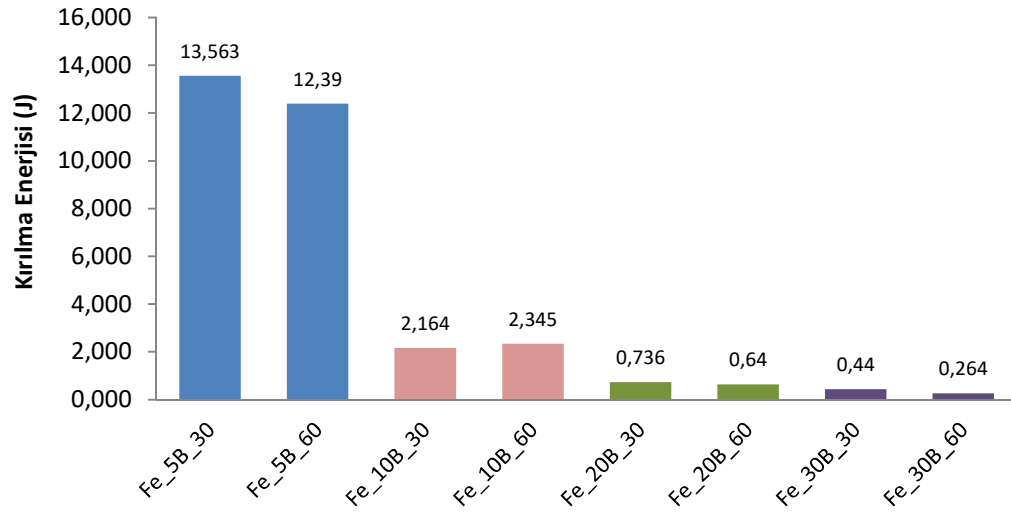
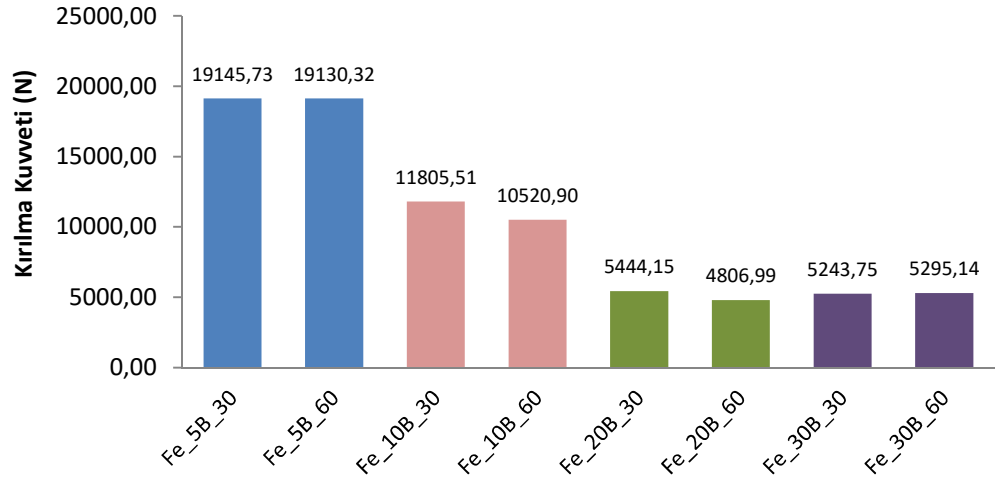


Şekil 3.85. Fe_30B_30 ve Fe_30B_60 numunelerinin kuvvet-zaman değişim eğrileri.

Sonuç olarak, her iki takviye elemanı içeren kompozitlerin darbe özellikleri üzerinde takviye eleman türü ve sinterleme süresinden ziyade takviye oranlarının daha etkin olduğu, takviye oranının artmasıyla gevrek karakter kazanan numunelerin darbe dayanımlarının ve kırılma enerjilerinin azaldığı söylenebilir (Şekil 3.86, Şekil 3.87). Sertlik bakımından %20 B₄C takviyeli Fe_20B₄C_60 numunesi en yüksek değere sahip olurken, darbe özellikleri bakımından Fe_5B₄C_60 numunesinin darbe tokluğu yüksek çıkmıştır.



Şekil 3.86. B₄C takviyeli kompozit numunelerin kırılma kuvveti ve enerjisi değerlerinin sinterleme süresi bakımından karşılaştırması.



Şekil 3.87. Bor takviyeli kompozit numunelerin kırılma kuvveti ve enerjisi değerlerinin sinterleme süresi bakımından karşılaştırması.

3.3. FDM Numunelerin Üretim Optimizasyonu, Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri

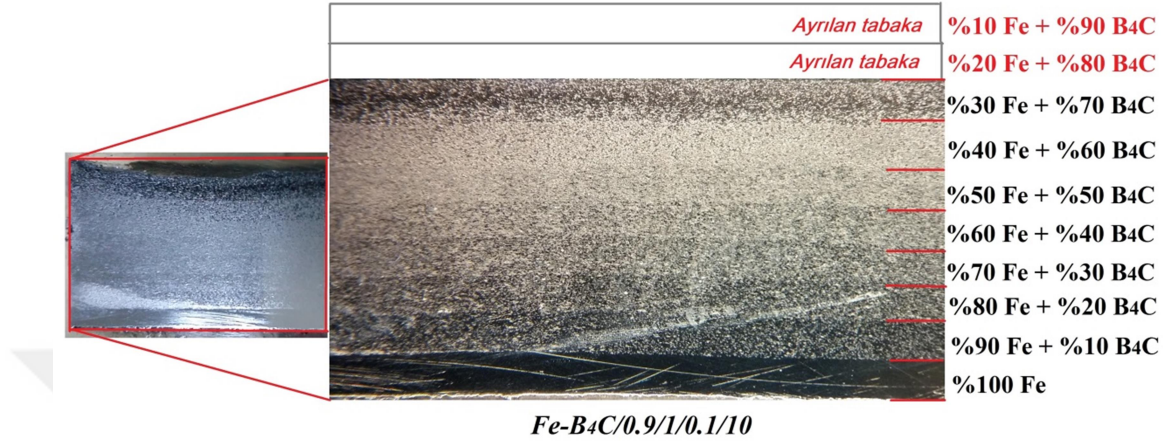
Fonksiyonel derecelendirilmiş kompozitlerin üretimine lineer gradyant ile (n:1) başlanmıştır. Toplam numune kalınlığı 10 mm, katman sayısı ise 10 ve 20 katmandan oluşacak şekilde üretim planlanmıştır. En üst katmanın maksimum B₄C takviye oranının (V_c max) belirlenmesi amacıyla hacimce %90 B₄C takviyeli üst katman için derecelendirme yapılmış, tabaka ayrılması ve dağılma problemleri nedeniyle bu oran düşürülmüştür. Üretim esnasında görülen problemler ile nihayetinde optimize edilerek başarılı şekilde üretilen FDM malzemelerin mikroyapı özelliklerine dair detaylı araştırmaların sonuçları aşağıda açıklanmıştır.

3.3.1. Dairesel FDM Numunelerin Üretimi

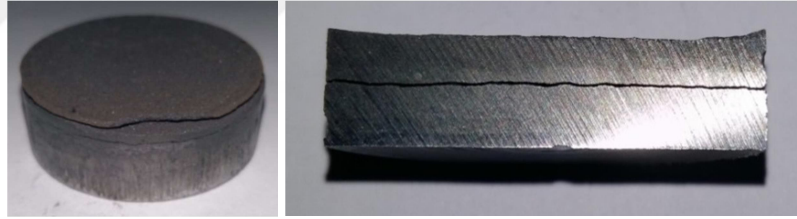
V_c: 0,9 ve 0,7 oranlı kompozitlerin üretimi için Fe: 1-9 µm, B₄C: 12-40 µm, B<40 µm, V_c: 0,5 ve 0,2 oranlı kompozitler için ise Fe<44 µm, B₄C: 1-7 µm partikül boyutlu tozlar kullanılmıştır. 1 mm tabaka kalınlığında, 10 katmanlı, seramik yoğun tabakanın hacimsel oranı V_c: 0,9 olarak üretilen Fe-B₄C ve Fe-B numuneleri (Fe-B₄C/0,9/1/0,1/10) sıcak pres sonrasında kalıptan çıkarılırken seramik yoğun son 2~3 katman görüldüğü gibi ayrılmış, %60-70 takviye oranına sahip katmanlar üst yüzey tabakasını teşkil etmiştir (Şekil 3.88).

Benzer tabaka ayrılması yine aynı oranda takviyelendirilen fakat 20 katmanlı olarak üretilmiş Fe-B₄C, Fe-B numunelerinde de görülmüştür. Bu nedenle üst katmandaki maksimum seramik oranı %70 (V_c: 0,7) olacak şekilde toz karışımları hazırlanmış ve 10 katmanlı kompozitler üretilmiştir. Bu numunelerde de tabaka ayrılmaları ve katmanlar arası çatlak oluşumu görülmüştür (Şekil 3.89). Özellikle Bor takviyeli kompozitlerde katman ayrılması ve orta kısımda ayrılma sınırlarının belirgin ve yoğun şekilde olduğu gözlenmiştir. Bor tozunun oksitlenmiş veya nemlenmiş olma ihtimalinin bu sonuca neden olduğu düşünülmüş ve tozlar ısıtılma fırınında 250°C’de 30 dakika süresince kurutulmuştur. Tablo 3.10’da FDM kompozitlerin sinterleme öncesi oluşan üretim hasarları özetlenmiştir. Kompozit numuneler takviye türü ve üretim parametrelerine göre kodlanmıştır. Örnek olarak; Fe-B₄C/0,9/1/0,05/20=Fe-B₄C/üst

katmandaki max seramik takviye oranı: V_c /fonksiyonel gradyant /tabaka kalınlığı,cm
/toplam katman sayısı.



Şekil 3.88. 10 katmanlı B₄C takviyeli (Fe-B₄C/0,9/1/0,1/10) FDM numunesi.



Şekil 3.89. Fe-B/0,7/1/0,1/10 numunesinin kalıptan çıkarılması sonrasında oluşan tabaka ayrılması.

Numunelerin üretiminde her kademe 20 Bar (~240 MPa) basınç altında 10 saniye, tüm kademeler istiflendikten sonra ise sürekli 50 Bar (~600 MPa) basınç altında 1 saat süreyle 500 °C sıcaklıkta sıcak kompaktlama yapılmıştır. Fe yoğun yüzeyden pres ile kalıptan çıkarılan numunelerin genellikle bu aşamada tabaka ayrılmasına maruz kaldığı gözlenmiştir. Bu problemi gidermek amacıyla ayrılabilir iç kovanlı dairesel kalıp tasarımı yapılarak üretimi gerçekleştirilmiştir. Soğuk presleme ile kademelendirme esnasında her tabakanın yüksek basınçla preslenmesi sonucu katmanlar arasındaki birleşme-bağlanma kabiliyetinin zayıflaması tabaka ayrılmasının bir diğer nedeni olmaktadır. Kademelendirme esnasında basınç uygulanmadığı zaman veya düşük basınç

uygulandığında ise bir sonraki katman için tozun serilmesi sırasında alt tabaka ile karışma ihtimali doğacaktır.

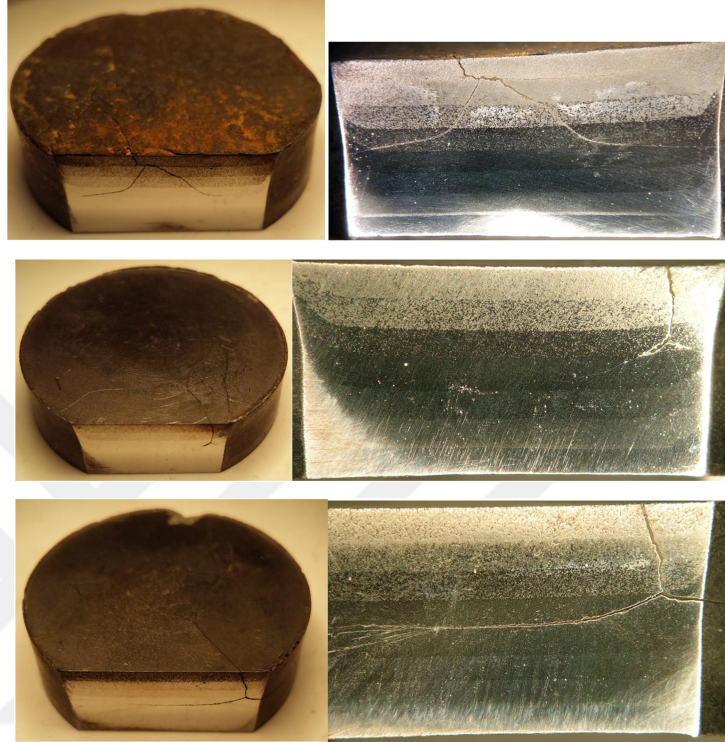
Tablo 3.10. Sıcak pres sonrasında FDM kompozitlerde görülen üretim hasarları.

<i>FDM Numune Kodu</i>	<i>Seramik Yoğun Yüzeyin Takviye Oranı ($V_{c\max}$)</i>	<i>Katman Sayısı</i>	<i>Üretim Problemleri</i>
<i>Fe-B₄C/0,9/1/0,1/10</i>	0,9	10	Seramik yoğun son 2 katman ayrıldı
<i>Fe-B₄C/0,9/1/0,05/20</i>	0,9	20	Seramik yoğun son 2 katman ayrıldı
<i>Fe-B/0,9/1/0,1/10</i>	0,9	10	Seramik yoğun son 2~3 katman ayrıldı
<i>Fe-B/0,9/1/0,05/20</i>	0,9	20	Seramik yoğun son 2~3 katman ayrıldı. Orta kısımda ayrılma sınırı oluştu
<i>Fe-B/0,7/1/0,1/10</i>	0,7	10	Üst katmanda ayrılma yok. Sadece orta kısımda ayrılma sınırı oluştu
<i>Fe-B₄C/0,7/1/0,1/10</i>	0,7	10	Seramik yoğun son 2 katman ayrıldı

V_c : 0,7 oranında üretilen kompozitlerde tabaka ayrılması problemi giderilemediği için V_c : 0,5 ve V_c : 0,2 oranlı FDM kompozitler üretilmiştir. Bu numuneler için toz partikül boyutları $Fe < 44 \mu m$, B_4C : 1-7 μm olarak seçilmiştir. Üretilen 9 numunenin her birisinde farklı toz istifleme yöntemleri uygulanmış, nihayetinde tabaka ayrılmasının oluşmadığı FDM üretimi için uygun yöntem geliştirilmiştir.

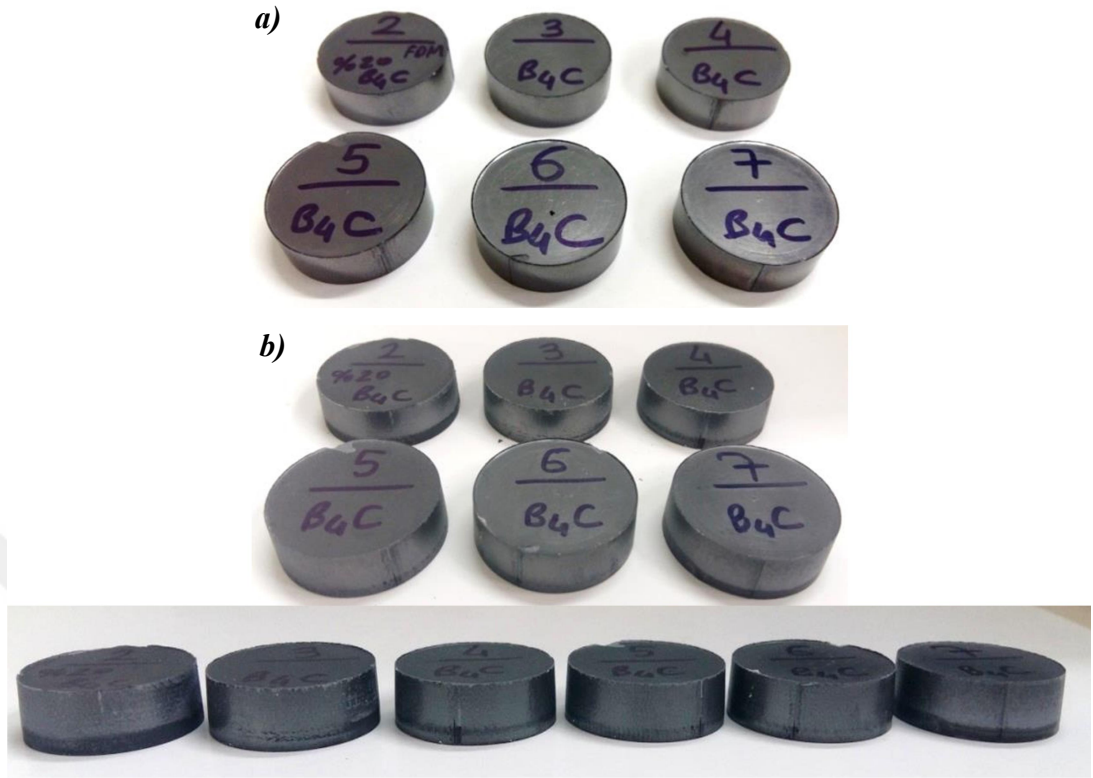
Buna göre FDM numunelerin her katmanı için hazırlanan karışım tozu Al zımbaya el kuvveti ile bastırılarak serilmiştir. Bütün katmanlar serildikten sonra kalıp pres uygulanmadan, fırın içerisinde 500°C'de 30 dakika boyunca ısıtılmıştır. Daha sonra 50 bar basınç altında 30 dakika bekletilmiş ve pres basıncı kaldırılırken fırın da kapatılmıştır. Kalıp oda sıcaklığına fırın içerisinde yavaş soğumaya bırakılmıştır. Sıcak pres sonrasında herhangi bir hasar görülmeyen Fe-B₄C/0,5/1/0,1/10 FDM numuneleri 1000°C'de 30 dakika sinterlendiğinde, seramik yoğun yüzey tarafından Fe katmana doğru 2-3 katman derinliğinde ilerlemiş çatlak oluşumları gözlenmiştir. Şekil 3.90'da gösterilen fotoğraflarda oluşan çatlaklar görülmektedir. Seramik yüzeyde oluşan çatlaklar incelendiğinde genellikle 5 katman derinliğinde ilerlediği göze çarpmaktadır.

Bu katmandaki B_4C takviye oranı değeri ise %27,8'dir. Bu nedenle bundan sonra üretilen FDM kompozitinde V_c değeri 0,2 olacak şekilde hazırlanmıştır.

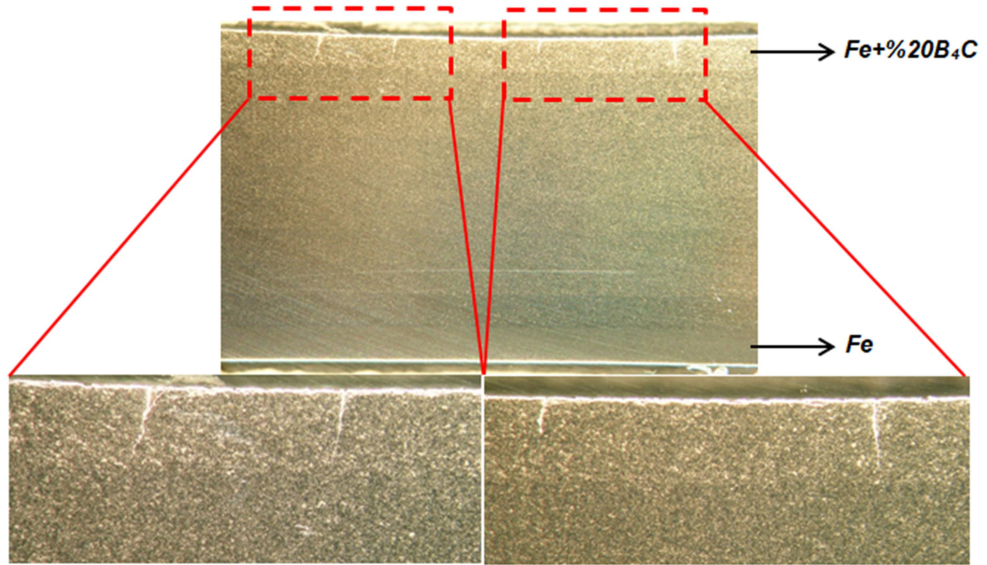


Şekil 3.90. Fe- B_4C /0,5/1/0,1/10 FDM numunelerinin sinterleme sonrasında B_4C yoğun yüzeyden ilerleyen çatlak oluşumları.

Belirlenen uygun şartlar altında üretimleri yapılan Fe- B_4C /0,2/1/0,1/10 FDM kompozitlerde sıcak pres sonrasında herhangi bir hasar oluşumu görülmemiş olup numunelere ait görüntüler Şekil 3.91-a'da gösterilmiştir. Fakat 1000°C'de 60 dakika sinterleme sonunda numunelerin tamamında boyutsal değişimlerin olduğu görülmüştür (Şekil 3.91-b). Takviyesiz demir katman çap doğrultusunda 1,5 mm genişlerken B_4C yoğun katmanda büyük bir değişim olmamıştır. Isıl genleşme katsayısındaki farklılıktan kaynaklanan boyutsal çarpılma, B_4C yoğun son katmanda termal genleşme ve ısıl gerilmelerin etkisiyle çatlak oluşumuna da neden olmuştur. Şekil 3.92'de gösterilen fotoğrafta oluşan çatlak 1 katman derinliği boyunca (~1mm) ilerlediği ve alt katmanın üst sınırında durduğu görülmektedir.



Şekil 3.91. Fe-B₄C/0,2/1/0,1/10 FDM numunelerinin a) sinterleme öncesi ve b) sinterleme sonrasındaki boyut değişimleri.

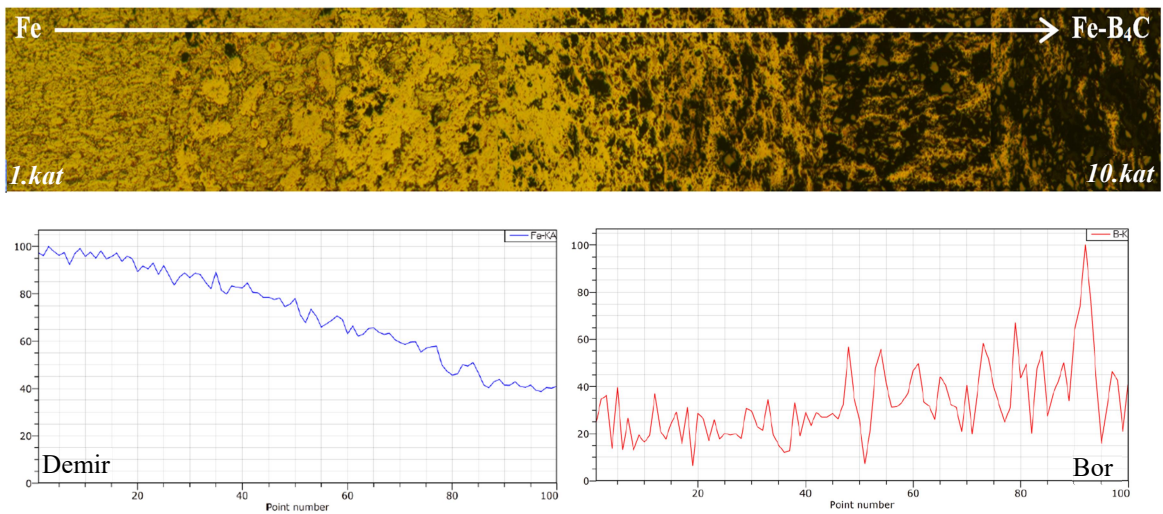


Şekil 3.92. Fe-B₄C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesi sinterleme sonrasında çatlak oluşumu.

3.3.1.1. Mikroyapı Özellikleri

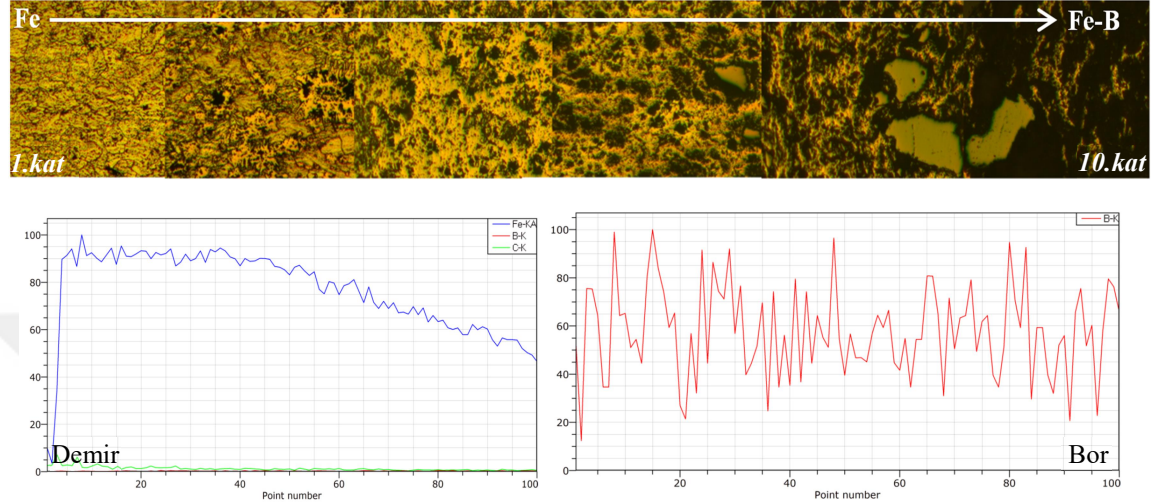
Tabaka ayrılmaları görülen ve üretimi zorlu şartlar altında tamamlanan dairesel FDM numuneler hassas kesme işlemi ile küçük parçalara ayrılarak sinterlemeye hazırlanmıştır. Kesme işlemleri tabaka ayrılmasını önlemek, çatlak oluşumunu asgari seviyeye düşürmek ve parlatma işlemlerini kısa sürede yapabilmek amacıyla Struers Minitom hassas kesme cihazında yapılmıştır. Sonrasında yüzey hazırlama işlemleri yapılan kompozitler mikroyapı incelemelerine tabi tutulmuştur. Şekil 3.93 ve Şekil 3.94'deki mikroyapı görüntüleri incelendiğinde seramik yoğun yüzeye doğru takviye oranı arttıkça gözenek miktarının da arttığı açık bir şekilde görülmektedir.

Seramik takviye oranının düşük olduğu özellikle ilk 3. ve 4. katmanlarda B_4C ve B partiküllerinin tamamen matriks yüzeyine difüze olduğu gözlenmiştir. Bu katmanlardan sonra ise %50 ve üzerinde takviye oranına sahip katmanlarda seramik partikülleri kısmen veya çok az oranda çözünmüş ve artık B- B_4C partikülleri matriks içerisinde kalmıştır. Bu artık partiküller matriks-takviye elemanı ara yüzeyinde gözenek oluşumuna, ara yüzey mukavemetinin azalmasına ve nihayetinde ise tabakalar arası ayrılmalara neden olmuştur. Sinterleme süresinin 30 dakikadan 60 dakikaya çıkmasıyla yayılım bölgelerinin alanı nispeten artmıştır.



Şekil 3.93. 1000 °C’de 60 dakika sinterlenen Fe- B_4C /0,9/1/0,1/10 FDM numunesinin a) mikroyapı görüntüsü, b) ok yönünde alınan hat EDX analizi.

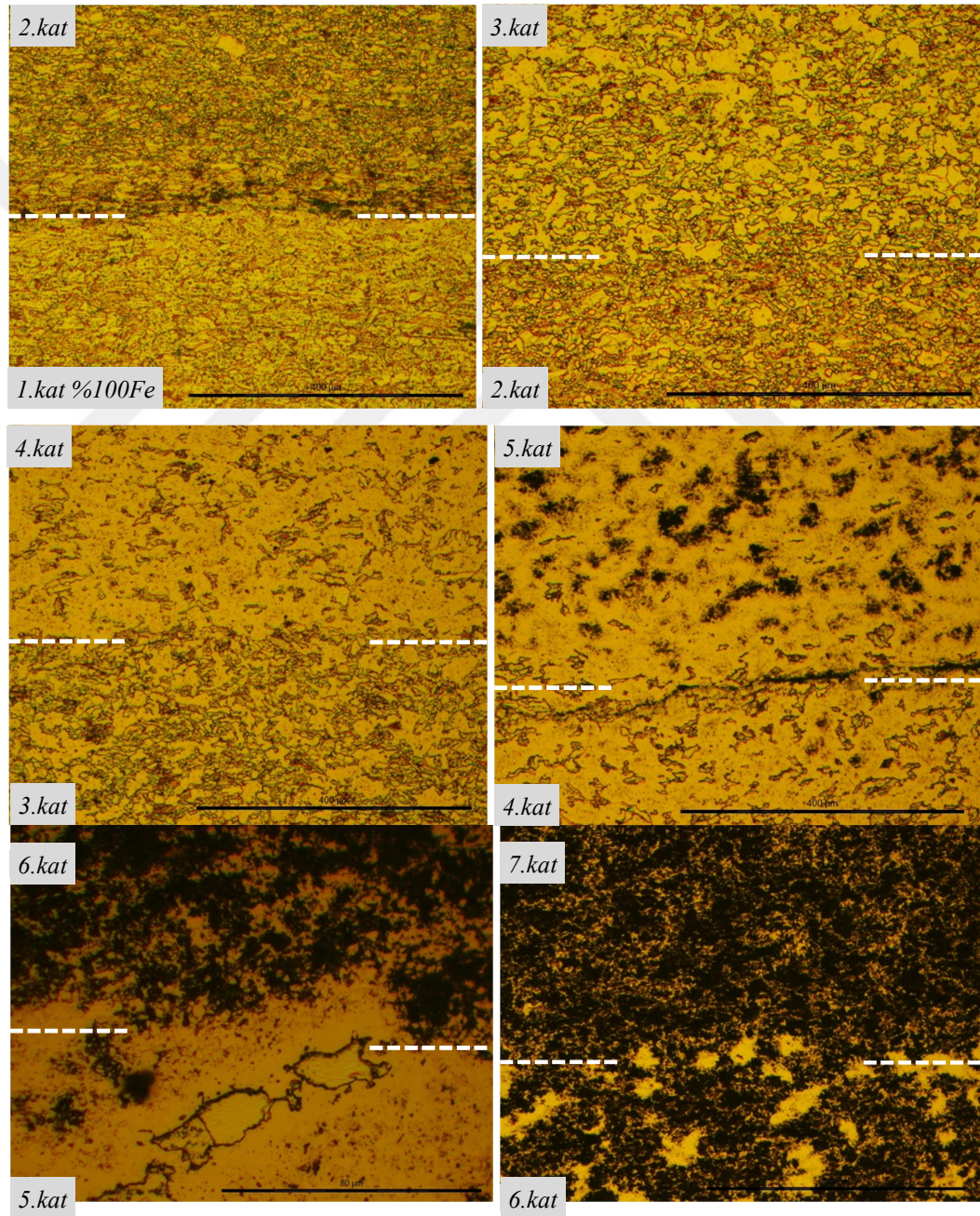
30 dakika sinterleme süresinde, 60 dakika sinterlemeye oranla daha fazla artık B-B₄C partiküllerine rastlanmıştır. Belirli bir oranın üzerinde takviye oranı içeren tabakalarda, özellikle %40 ve üzeri, yayılım bölgelerinin yerini gözenekler almaya başlamıştır.



Şekil 3.94. 1000 °C’de 60 dakika sinterlenen Fe-B/0,7/1/0,1/10 FDM numunesinin a) mikroyapı görüntüsü, b) ok yönünde alınan hat EDX analizi.

Şekil 3.95’de seramik yoğun son 2 katmanı ayrılan Fe-B₄C/0,5/1/0,1/10 kompozitine ait mikroyapı fotoğrafları gösterilmiştir. Sinterleme sonrasında 4 ve 5. katmanlar arasında uzanan çatlak oluşumu açık şekilde görülmektedir. 4. katmanın içyapısı incelendiğinde bütün yüzeyin neredeyse tamamı yayılım bölgelerinden oluşmakta iken 5. Katmanda gözenek oluşumları dikkat çekmektedir. Bu numunelerde kullanılan Fe partikülü <44µm, B₄C ise 1-7 µm boyutundadır. Düşük takviye oranlarına sahip katmanlarda B₄C partiküller matrikse tamamen difüze olurken diğer katmanlarda artık B₄C partiküllerine rastlanmıştır. Artan takviye oranlarıyla içyapıdaki porozite de artmış, ayrıca B₄C partikülleri de matrikse çözünmeden artık olarak kalmıştır. Artık B₄C partikülleri de iç yapıda porozite gibi düzensizlikleri oluşturmakta ve mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilemektedir. Fe-B₄C/0,5/1/0,1/10 kompozitinin katmanları arasındaki geçiş bölgelerinin mikroyapı fotoğrafları incelendiğinde (Şekil 3.95) katmanlar arası geçişin istenilen şekilde dengeli olmadığı, ani geçişe sahip sınırların açık şekilde ayırt edilebildiği söylenebilir. Ayrıca 4. ve 5. katman arasında çatlak oluşumu da dikkat çekmektedir. Tabakalar arası geçiş ne kadar ani olursa termal genleşme farkları, ısı

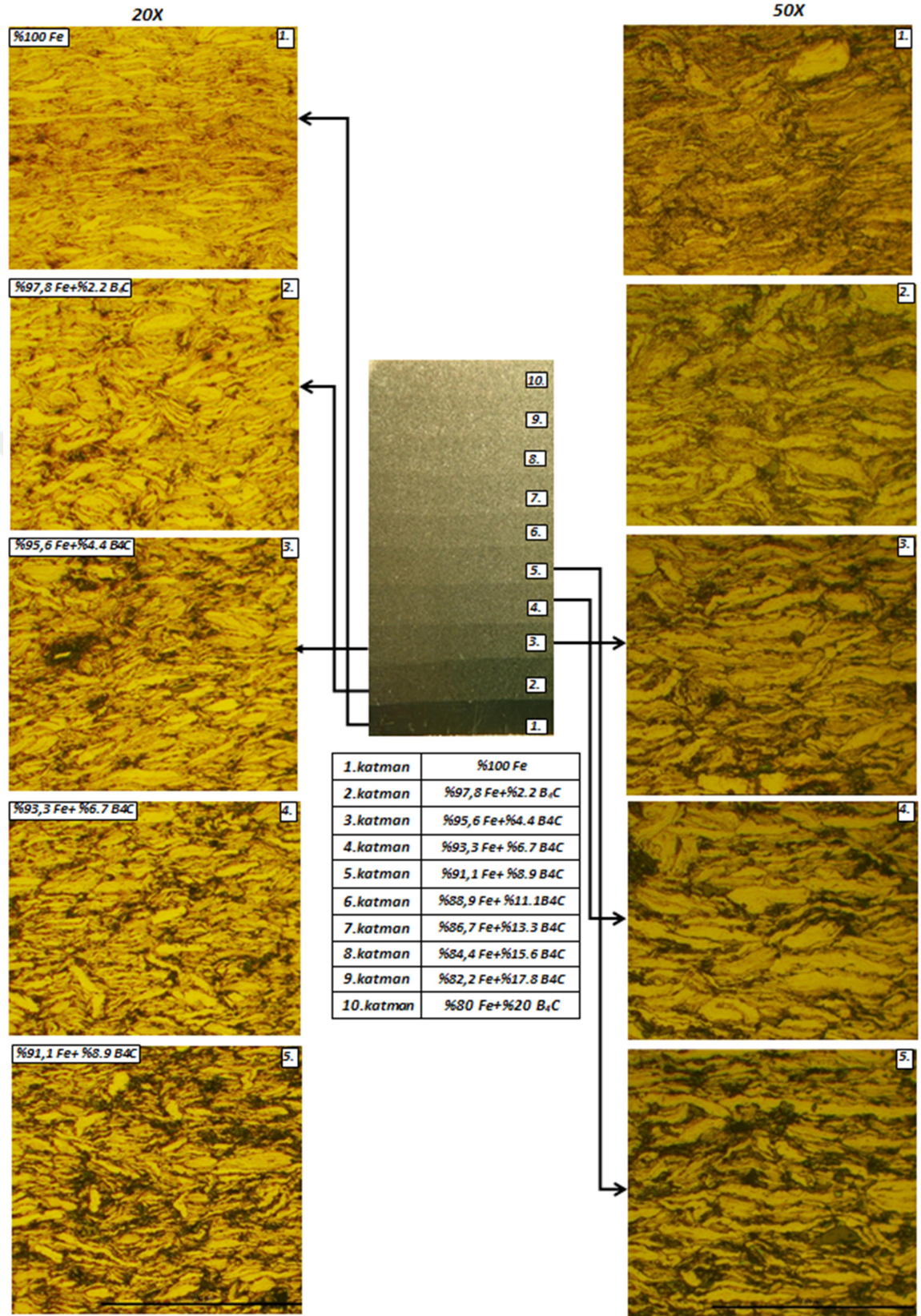
gerilmeler ve buna bağılı iç yapı hasar oluşumları da o kadar olası bir hal alacaktır. Yumuşak bir geçişin sağlanması, seramik yoğun katmanın B_4C takviye oranının düşürülmesiyle veya aynı kalınlıktaki numuneyi daha fazla katmanlı üreterek mümkün olabilecektir. Katman sayısının artırılması üretim zorluğunu da beraberinde getireceğinden ayrıca tabaka ayrılmasını önlemek için diğer FDM numuneleri için $V_c:0,2$ olarak belirlenmiş ve üretimler yapılmıştır.



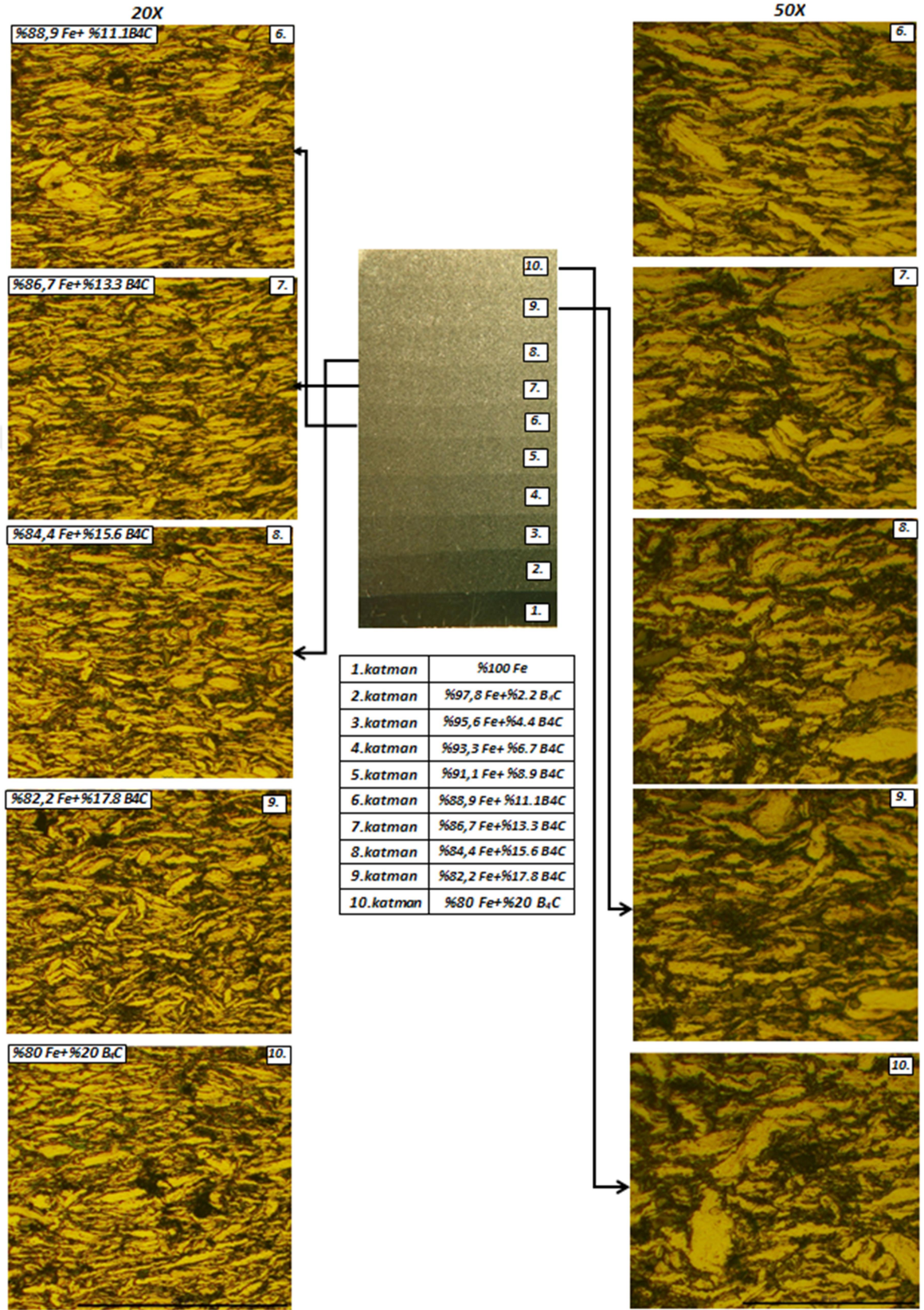
Şekil 3.95. Fe- B_4C /0,5/1/0,1/10 FDM numunesinin katmanlar arası geçiş fotoğrafları (1000°C, 30 dakika sinterli).

Şekil 3.96-3.99 fotoğraflarında Fe-B₄C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesinin sinterleme öncesi ve 1000°C’de 30 dakika sinter sonrası mikroyapı fotoğrafları her katman için farklı büyütme oranlarıyla (20X-50X) detaylı şekilde incelenmiştir. Fotoğraflara göre içyapıda gözenek oluşumu en az düzeyde olmuş, ayrıca tabakalar arası geçişler yumuşak olmuştur. Herhangi bir çatlak veya tabaka ayrılması gibi hasar oluşumları görülmemiştir.

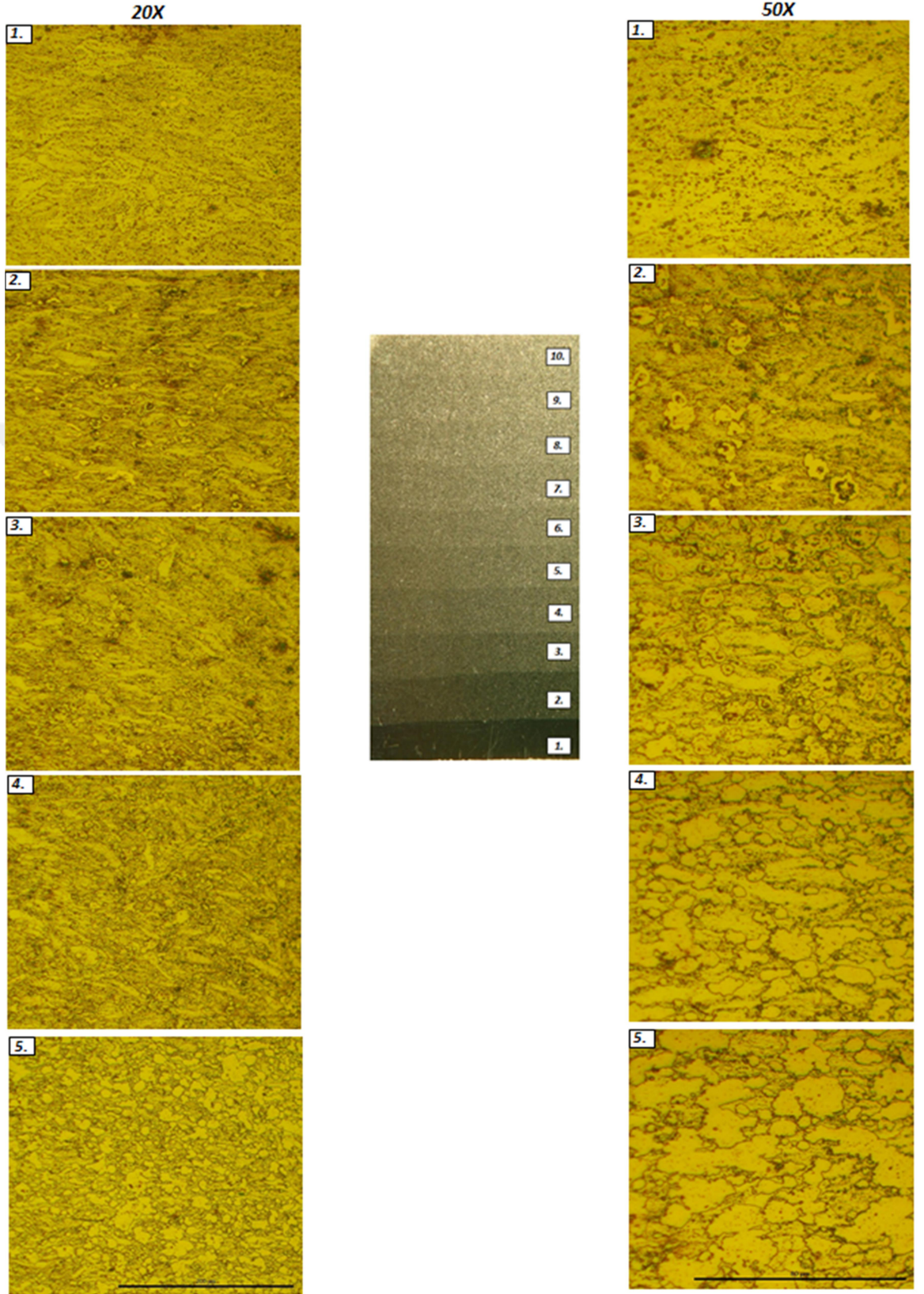




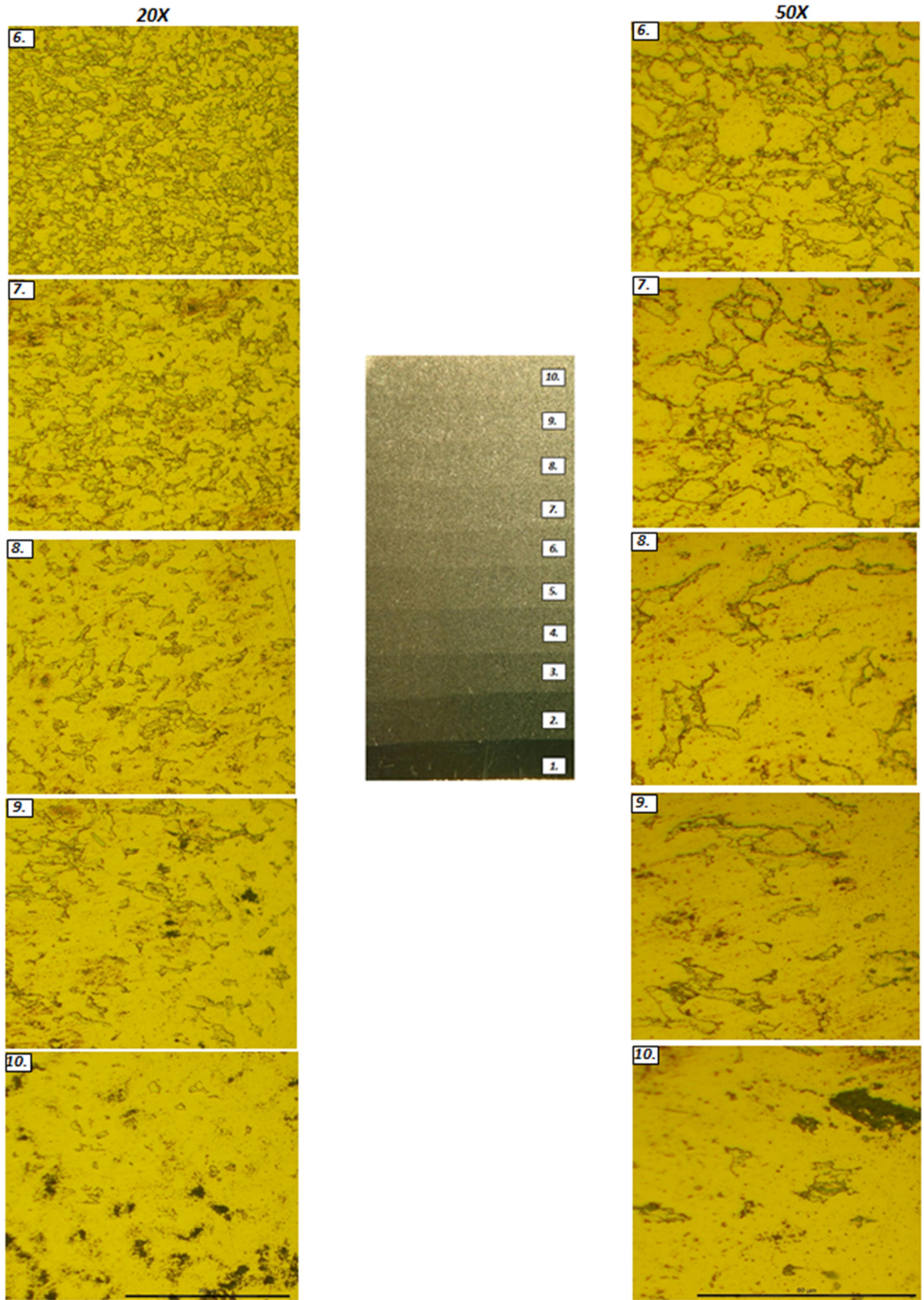
Şekil 3.96. Fe-B₄C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesinin sinterleme öncesi mikroyapı fotoğrafları (1-5. katman).



Şekil 3.97. Fe-B₄C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesinin sinterleme öncesi mikroyapı fotoğrafları (6-10. katman).



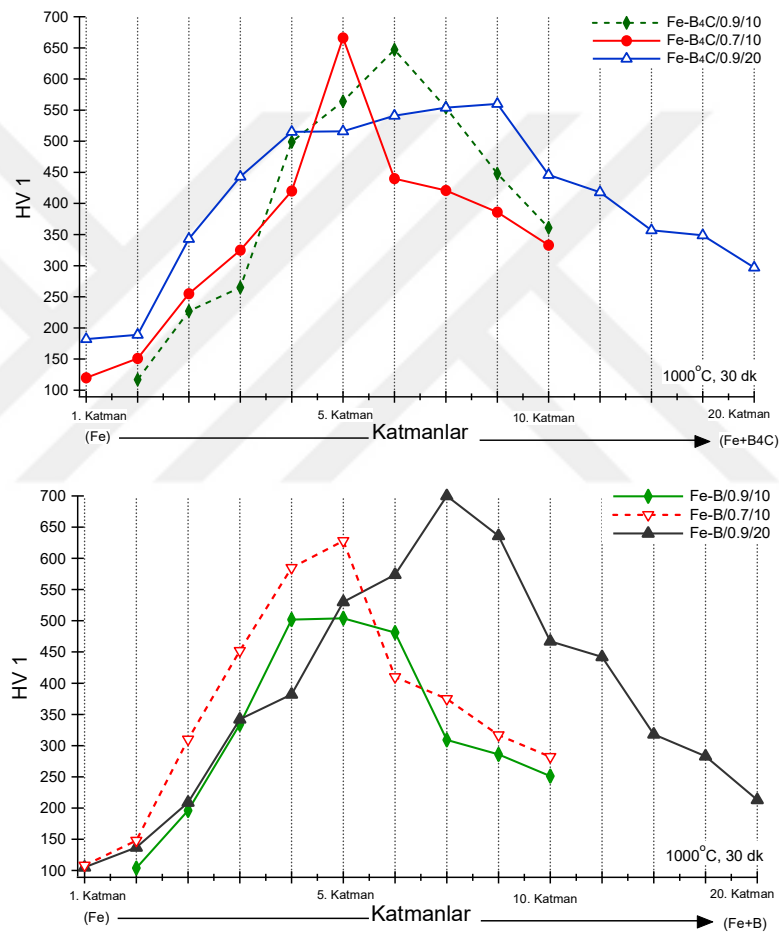
Şekil 3.98. Fe-B₄C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesinin 1000 °C’de 30 dakika sinter sonrası mikroyapı fotoğrafları (1-5. katman).



Şekil 3.99. Fe-B₄C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesinin 1000 °C’de 30 dakika sinter sonrası mikroyapı fotoğrafları (6-10. katman).

3.3.1.2. Mikro ve Makro Sertlik Değişimleri

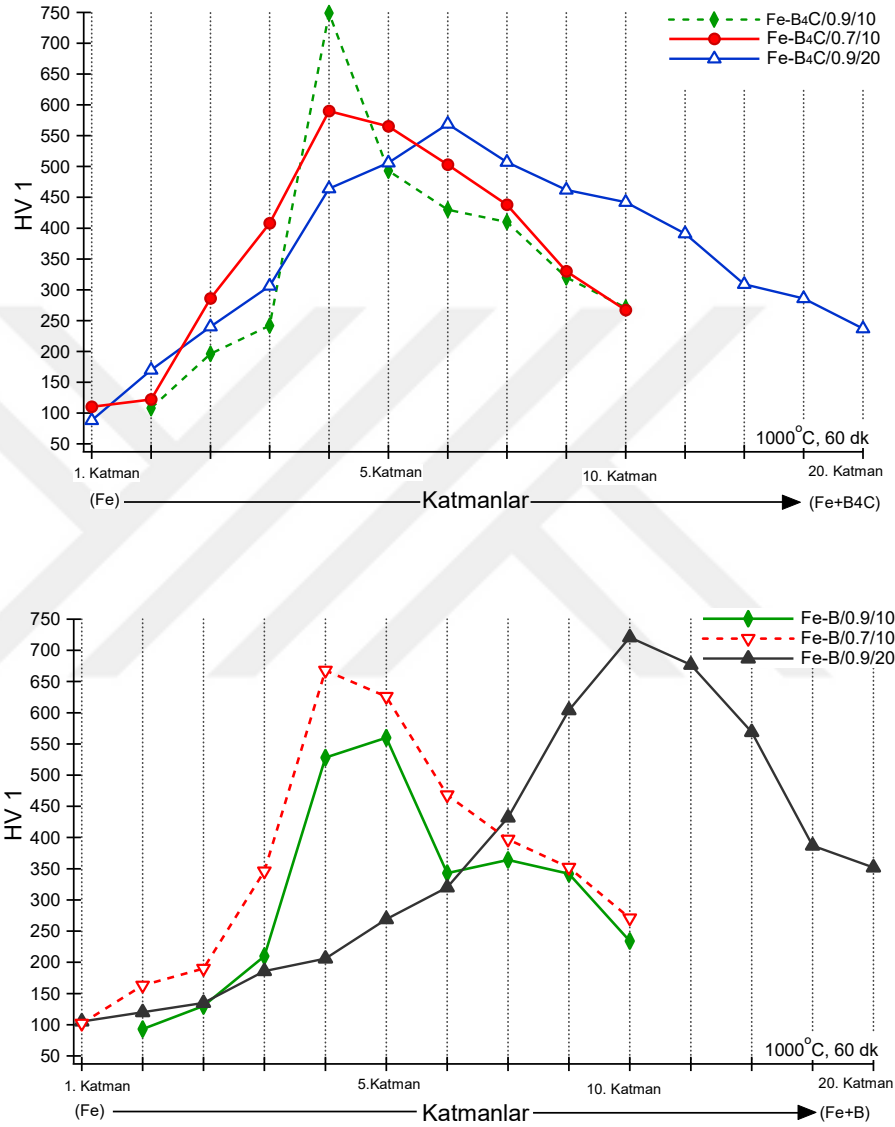
10 ve 20 katmanlı üretilen Fe-B/0,9/1/0,05/20 ve Fe-B/0,7/1/0,1/10 FDM numunelerin sertlik ölçümleri Vickers skalasıyla 1 kg yük altında Fe yoğun yüzeyden seramik yoğun yüzeye doğru farklı noktaların ortalaması alınarak belirlenmiş, sonuçlara göre oluşturulan grafikler Şekil 3.100 ve Şekil 3.101’de gösterilmiştir.



Şekil 3.100. FDM numunelerinin sertlik değişimi (1000°C, 30 dakika sinterli).

1000°C’de 30 ve 60 dakika süresince sinterlenen FDM numunelerinin Fe yoğun yüzeyden seramik yüzeye doğru derecelendirme yönünde alınan sertlik değerleri incelendiğinde, genel ve maksimum sertlik değerlerinin sinterleme süresinden fazla etkilenmediği görülmektedir. En yüksek sertlik değerine bakıldığında Fe/B (max. HV₁ 700) numunesinin sertliği, Fe/B₄C (max. HV₁ 666) sertliğinden yüksek ölçülmüştür.

Belirli bir katmandan sonra, 10 katmanlı üretilen numunelerde 4~5. katmanlardan sonra, 20 katmanlı üretilen numunelerde ise 10~11. katmanlardan sonra sertlik değerlerinde belirgin bir azalma görülmektedir.

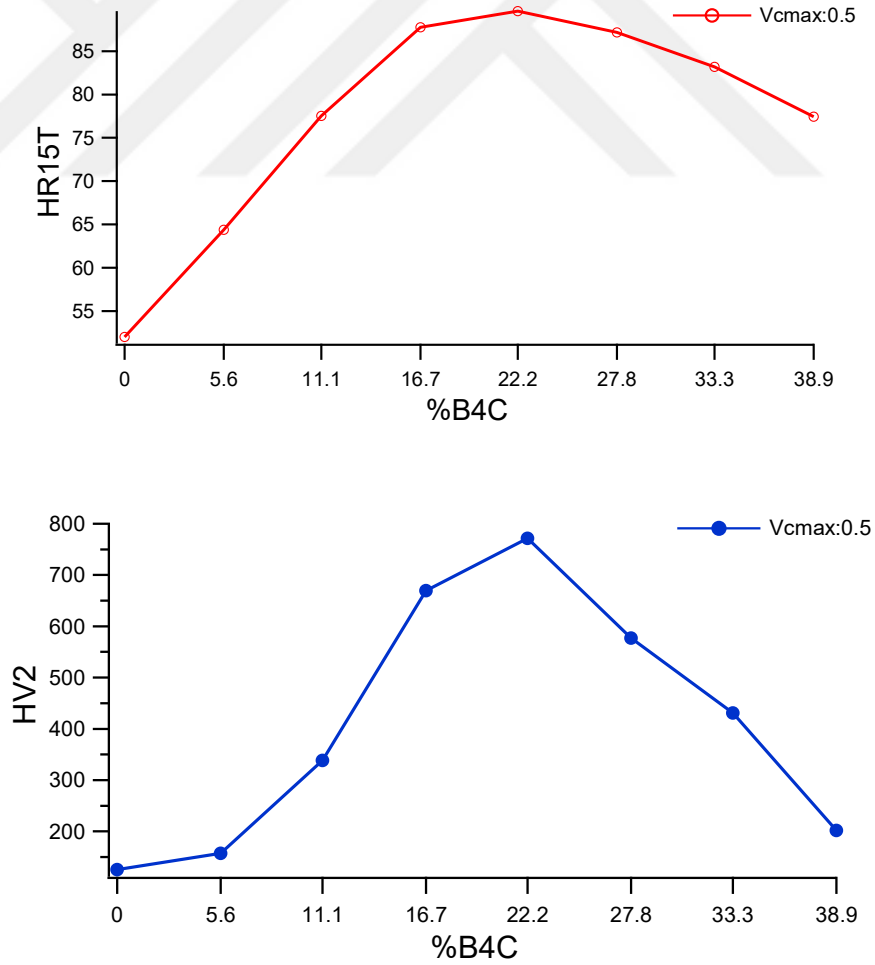


Şekil 3.101. FDM numunelerinin sertlik değişimi (1000°C, 60 dakika sinterli).

20 katmanlı olarak üretilen numunelerde Fe yoğun yüzeyden seramik yoğun yüzeye doğru sertlik geçişleri daha yumuşak olmuştur. Porozitenin artması ve matriks-takviye elemanı ara yüzey mukavemetinin azalmasıyla seramik yoğun tabakalarda sertlik değerleri oldukça düşük çıkmıştır. Takviye elemanlarının neredeyse tamamen matriks yüzeyine difüze olduğu, yayılım bölgelerinin oldukça fazla ve büyük alanlara dağıldığı

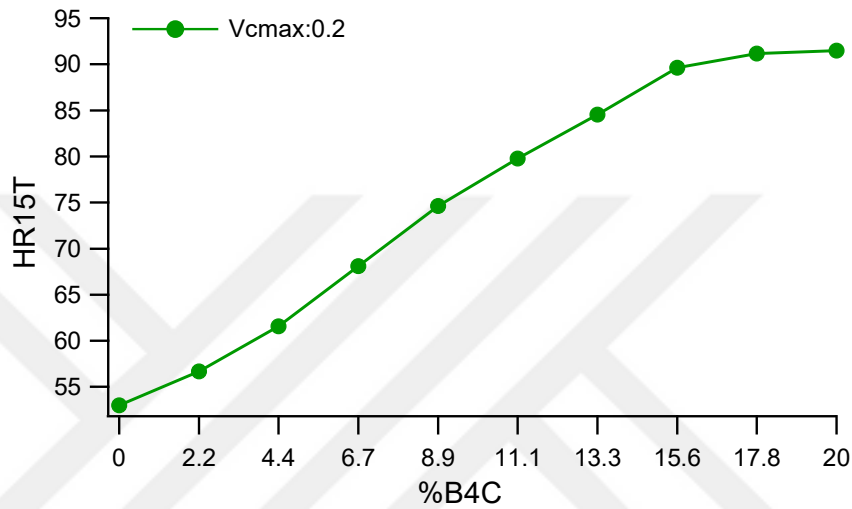
orta katmanlarda sertlik değerin yüksek çıkması bu bölgelerde oluşan ikincil borür (FeB ve Fe_2B) fazlarından kaynaklanmaktadır. Daha önce yapılan EDX ve XRD analizlerinde yayılım bölgelerinin FeB ve Fe_2B fazlarından oluştuğu ve bu fazların sertlik değerlerinin, Fe matrikse göre 4-9 kat daha yüksek ölçüldüğü ifade edilmişti.

$\text{Fe-B}_4\text{C}/0,5/1/0,1/10$ FDM numunesinden Vickers skalasında 2 kg yük ve Rockwell HR15T skalasında 15 kg yük 5 saniye uygulanmak suretiyle alınan sertlik değerleri ve grafikleri Şekil 3.102’de gösterilmiştir. Her iki sertlik skalasında alınan veriler en yüksek sertlik değerine %22,2 oranında B_4C ile takviyelendirilmiş tabakada elde edildiğini göstermiştir. En yüksek sertliği FDM numunesinin en üst katmanında sağlamak için bundan sonraki üretimlerde seramik yoğun katmanın B_4C oranı %20 olacak şekilde derecelendirme yapılmıştır.



Şekil 3.102. $\text{Fe-B}_4\text{C}/0,5/1/0,1/10$ FDM numunesi mikro ve makro sertlik dağılımları.

Fe-B₄C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesinden alınan makro sertlik grafiği Şekil 3.103'te görülmektedir. Sertliğin takviyesiz Fe katmandan seramik yoğun katmana doğru lineer şekilde arttığı ve en üst katmanda (%20 B₄C takviyeli) en yüksek değere ulaştığı (92 HR15T) görülmektedir. Sertlikteki bu artış aynı zamanda FDM numunenin kompozisyonel gradyant değeri n ile de ($n:1$) uyumlu olacak şekilde lineer olmuştur.

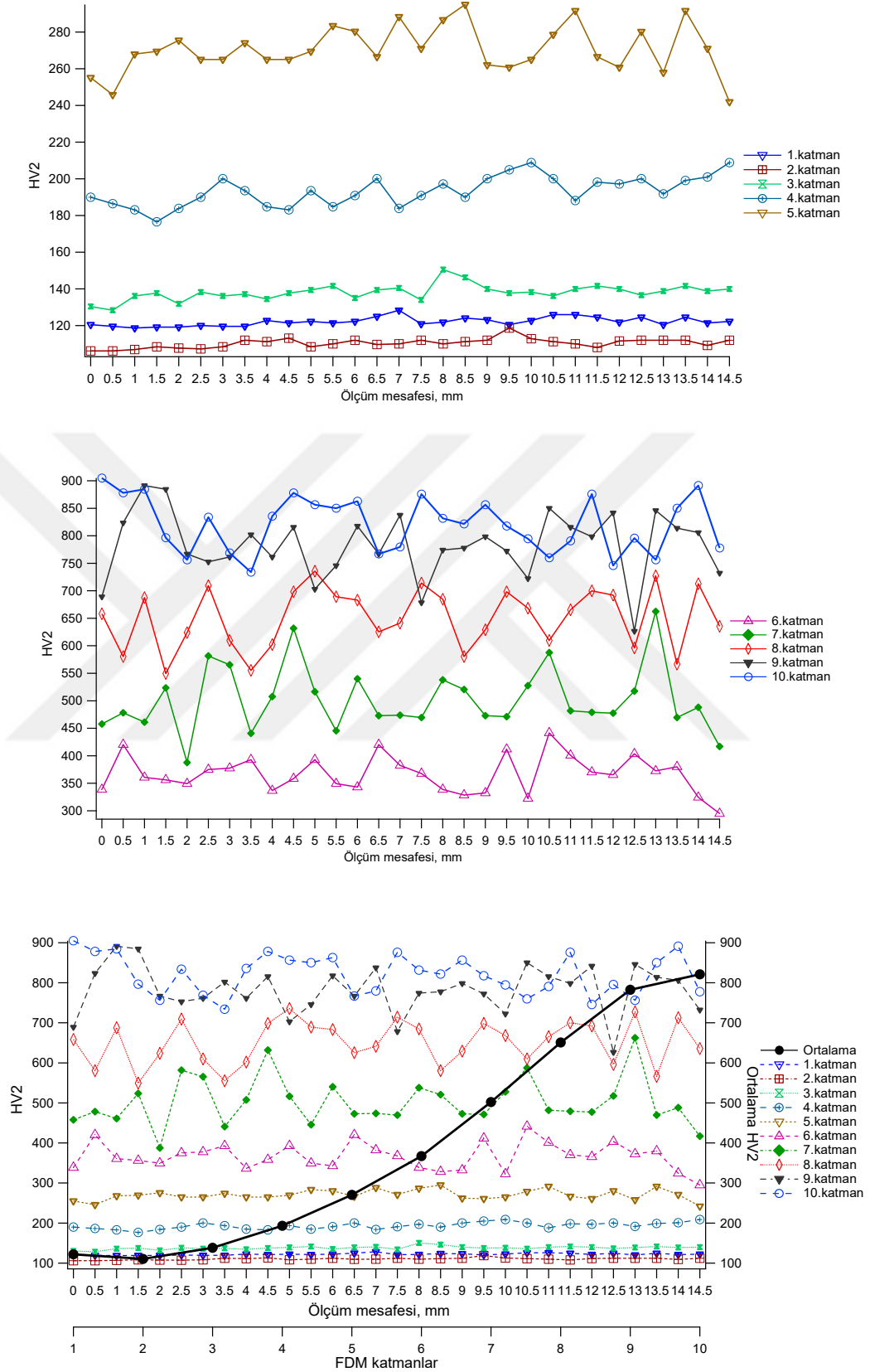


a)

Şekil 3.103. Fe-B₄C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesi makro sertlik dağılımı.

b)

Üretilen Fe-B₄C/0,2/1/0,1/10 FDM numunesinin ($n:1$) her katmanından katman doğrultusu yönünde 0.5 mm aralıklarla 30 ölçüm alınarak sertlik taraması yapılmıştır. Vickers skalasıyla 2 kg yük altında alınan sertliklerle matriks ve yayınım bölgelerinin sertlik dağılımları araştırılmıştır. Yayınım ve matriks bölgelerinin sertlik değerlerindeki farklılık sertlik grafiğine de yansımıştır (Şekil 3.104). Takviyesiz 1.katmanda sertlik eğrisindeki değişim stabil iken takviye oranının artması ile oluşan yayınım bölgelerinin sertlik üzerindeki etkileri dalgalı ve değişken bir eğri şeklinde ortaya çıkmıştır. Eşit aralıklarla alınan ölçümlerde Fe matriks ve FeB yayınım bölgelerine denk gelen noktalar sertlik eğrisinin bu şekilde dalgalanmasına neden olmuştur. Üst katmanlarda (8-10. katmanlar) FeB yayınım bölgelerinin matriks içerisinde homojen dağılmış olması nedeniyle bütün katman doğrultusunda sertlik değerleri fazla sapma göstermemiştir.



Şekil 3.104. Fe/B₄C/0,2 FDM numunesi a) katmana paralel yönde sertlik tarama ve b) ortalama sertlik grafikleri.

Görülen bazı sertlik düşüşleri, ölçüm noktasının gözenek veya civarına denk gelmesinden kaynaklanmaktadır. Bütün sertlik değerlerinin ortalamalarının alınmasıyla hesaplanan katmanlama doğrultusu yönündeki sertlik değeri ise FDM numunenin kompozisyonel gradyant değeri n ile ($n:1$) uyumlu şekilde artmıştır (Şekil 3.104). Takviyesiz Fe katmandan seramik yoğun katmana doğru lineer şekilde artan sertlik, seramik yoğun en üst katmanda (%20 B_4C takviyeli) en yüksek değere (820 HV₂) ulaşmıştır.

3.3.1.3. Termal Şok Davranışları

Seramik yoğun katmandaki B_4C oranı V_c max :%50 değerinde olan ve $n:1$ kompozisyonel gradyantla 10 katmanlı üretilen dairesel FDM kompozitler (Fe/ B_4C /0,5/1/0,1/10) farklı termal sıcaklık farkları altında, farklı termal çevrim sayılarında test edilmiştir. 1000°C’de 30 dakika sinterleme sonrasında seramik yoğun yüzeyde dağılmaların görüldüğü Fe- B_4C /0,5 FDM numuneleri termal şok deneylerine ön çalışma olması amacıyla farklı termal genlik ve çevrim sayıları ile test edilmiş, içyapı ve sertlik değişimleri araştırılmıştır. Yapılan termal şok deneylerine ait parametreler Tablo 3.11’de gösterilmiştir. Termal şok deneyleri sonrasında tel erozyon ile merkezinden kesilen numunelerin mikroyapı ve sertlik özellikleri araştırılmıştır. Deneylerde ısıtma çevriminde zengin oksijen-propan alevi, soğutma çevriminde ise hava-su karışımı kullanılmıştır. Deney parametreleri, önce sabit çevrim sayısında değişen termal genlikler (150-300-600-800°C), sonra sabit termal genlikte (600°C) değişen çevrim sayılarının etkilerini görmek amacıyla yüksek ve düşük çevrim sayıları (10-20-30) olarak belirlenmiştir. 1 çevrim ısıtma ve soğutma aşamalarından oluşmaktadır.

Tablo 3.11’de belirtilen parametrelere göre yapılan termal şok deney görüntüleri Şekil 3.105’te, deneylere ait sıcaklık değişim grafikleri ise Şekil 3.106’da gösterilmiştir. Şekil 3.106’daki termal şok grafikleri incelendiğinde her çevrimin aynı kararlılıkta olduğu, fakat belirlenen üst sıcaklık değerlerinin diğer çevrimin başladığı esnada aşıldığı görülmektedir. Bunun öncelikli nedeni, ısıtma ve soğutma ön yüzeyden yapılırken sıcaklık ölçümlerinin numunenin arka yüzeyinden alınmasıdır. Diğer bir nedeni ise su+hava ile etkili ve hızlı bir soğutmanın sağlanamamış olmasıdır.

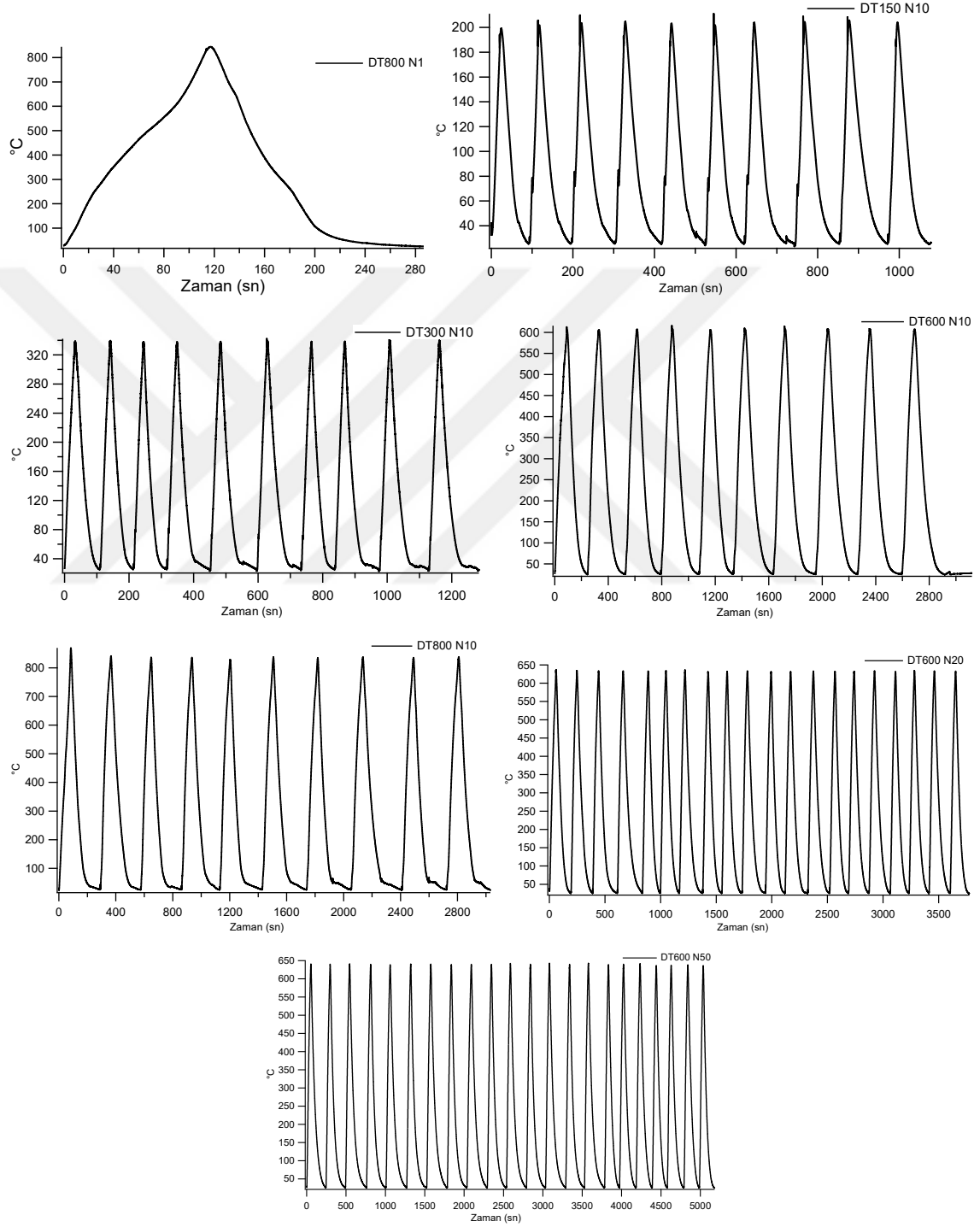
Tablo 3.11. Fe/B₄C/0,5 FDM numuneleri termal şok deney parametreleri.

Numune kodu	Alt sıcaklık (arka yüzey)	Üst sıcaklık (arka yüzey)	ΔT (°C)	Çevrim sayısı (N)	Ön yüzey sıcaklığı (yaklaşık)	Ön-Arka Yüz. Sıcaklık Farkı
<i>DT800 N1</i>	25	825	800	1	905	80
<i>DT150 N10</i>	25	175	150	10	250	75
<i>DT300 N10</i>	25	325	300	10	385	60
<i>DT800 N10</i>	25	825	800	10	905	80
<i>DT600 N10</i>	25	625	600	10	690	65
<i>DT600 N20</i>	25	625	600	20	690	65
<i>DT600 N50</i>	25	625	600	50	690	65

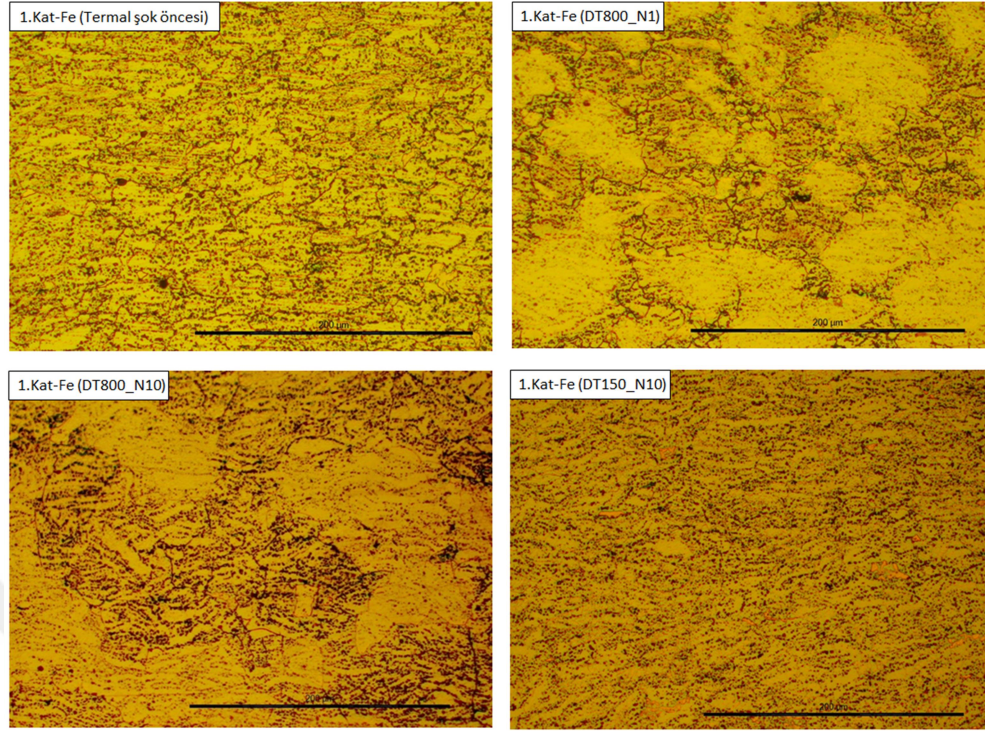
Şekil 3.105. Fe/B₄C/0,5/1/0,1/10 FDM numuneleri termal şok deney görüntüleri.

10 mm Fe plakanın ön ve arka yüzeye yakın noktalardan termokupl ile alınan sıcaklık verileri Ek-1’de belirtilmiştir. Buna göre ön ve arka yüzey arasındaki sıcaklık farkı yaklaşık en az 60°C en fazla 80°C olmaktadır. Bu sıcaklık farkı FDM numunesinin ön ve arka katmaları arasında ayrıca termal şok etkisine neden olmaktadır. Termal şok deney sürelerine bakıldığında en kısa çevrim süresine sahip olan T150N20 testinde 20 saniyede 175°C’ye ulaşılırken 25°C’ye soğuma 75 saniye sürmüştür. T800N10 deneyinde 71 sn sonunda 825°C, 195 sn sonunda 25°C’ye ulaşılmıştır. Bütün çevrimin tamamlanması yaklaşık 50 dk sürmüştür. 50 çevrimden oluşan T600N50 deneyi ise 3 saat sürmüştür. Buradaki deneylerde 2,5 mm çapa sahip tek delikli nozul ile soğutma yapılmıştır. Önceki başlık altında termal şok öncesi detaylı içyapı analizleri yapılan

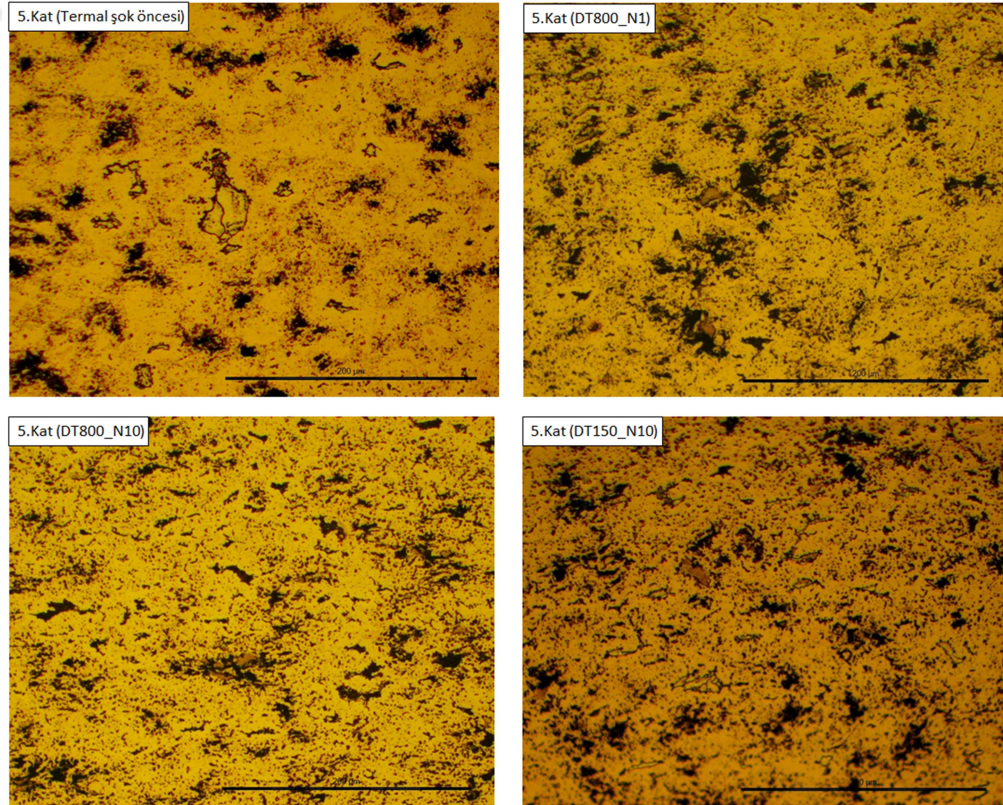
Fe/B₄C/0,5 FDM numunelerinin termal şok sonrasında tekrar alınan mikroyapı fotoğrafları incelendiğinde (Şekil 3.107-3.108) fark edilebilir değişim görülmemiştir.



Şekil 3.106. Fe/B₄C/0,5 FDM numuneleri termal şok grafikleri.



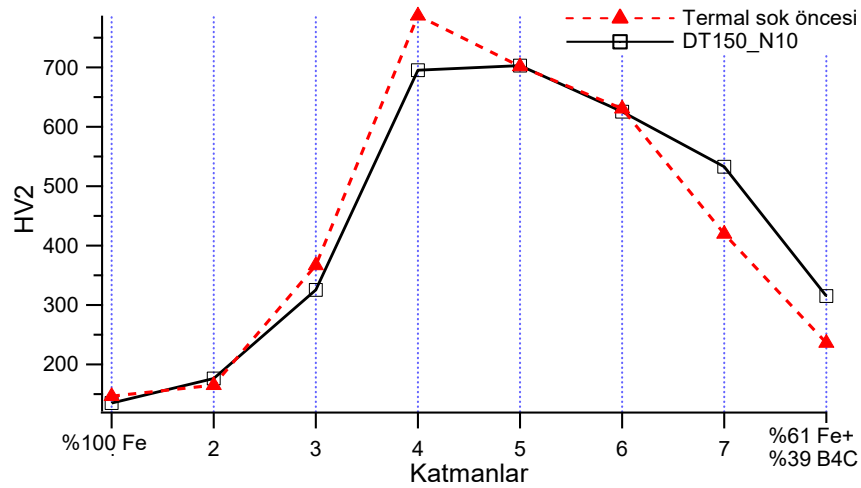
Şekil 3.107. Termal şok sonrası 1. katman mikroyapı görüntüleri.



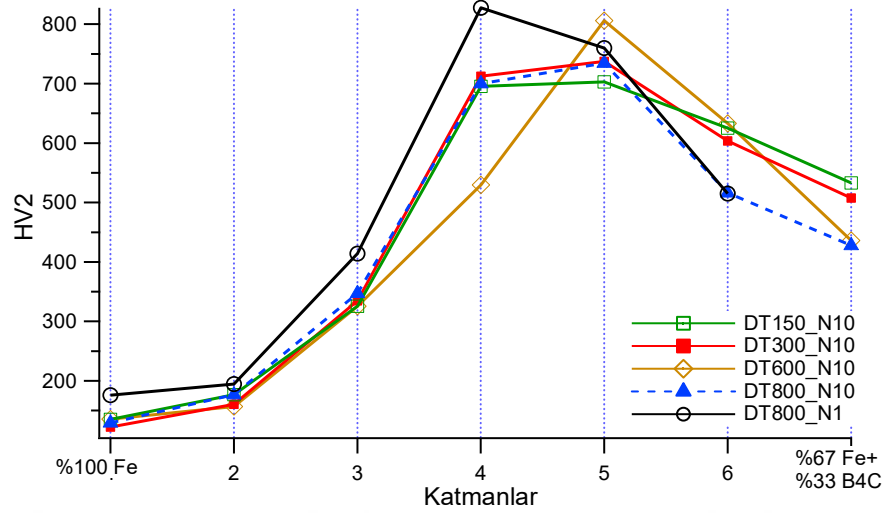
Şekil 3.108. Termal şok sonrası 5. katman mikroyapı görüntüleri.

Üretim ve sinterleme esnasında seramik yoğun son 2 katmanın ayrılmış olması sertlik ölçümleri değişimi görmek amacıyla 8 tabaka üzerinden alınabilmektedir. Katmanlardaki hacimce %B₄C oranları sırayla %0, %5.6, %11.1, %16.7, %22.2, %27.8, %33.3 ve %38.9 değerindedir. En yüksek sertlik %16.7 takviye oranına sahip 4.katman ile %22.2 oranındaki 5. Katmanlarda 786 HV2 ve 701 HV2 olarak ölçülmüştür. Şekil 3.109-3.112’de termal şok sonrasındaki sertlik değişimleri grafiklerle gösterilmiştir. Ayrıca numunelerin merkezi ile kenar bölgelerindeki farklı ısınma hızlarından doğan sıcaklık farklarının sertlik üzerinde etkili olup olmadığı da araştırılmış olup ilgili grafikler Şekil 3.113-3.114’te gösterilmiştir. Termal şok deney parametreleri grafik ve şekiller üzerinde kodlarla kısaltılarak belirtilmiştir. Örneğin DT300_N10 kodundaki DT300; termal genlik, ΔT 300°C, N10; çevrim sayısı=10 anlamına gelmektedir.

Şekil 3.109-3.112 grafikleri genel olarak incelendiğinde termal şok tatbikinin sertlik değerleri üzerindeki etkisi çok az olmakla birlikte sertlik değerleri nispeten azalmıştır. Özellikle 5.katmandan sonra sertlik değerlerindeki azalış daha fazla olmuştur. Sabit termal genlikte artan çevrim sayıları sertlik değerini fark edilebilir şekilde düşürmüştür. En yüksek sertliğe sahip 5.katman, farklı çevrim sayılarında sertlik değişimi açısından oldukça belirgin tepkiler vermiş ve sertlik değeri azalmıştır (Şekil 3.111).



Şekil 3.109. DT150_N10 deneyi sonrasındaki sertlik değişimi.



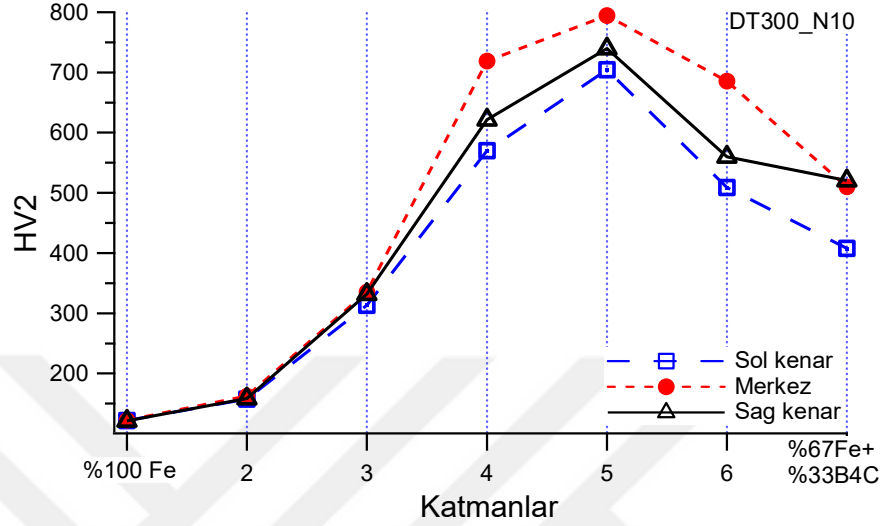
Şekil 3.112. Termal genliğin (DT) sertlik değerleri üzerine etkisi.

Kullanılan nozul ile yapılan soğutma numune merkezini etkili şekilde soğuturken kenar bölgelere eşit şekilde nüfuz etmediği gözlenmiştir. Bu durumu doğrulamak için getirilen termal kamera ölçümlerinde sıcaklık limiti aşıldığı için görüntü alınamamış, bu yüzden sertlik ölçümleri yapılmıştır. Şekil 3.113 ve Şekil 3.114 grafiklerine göre sertlik değerlerinin merkez ve kenar bölgelerde çok yakın olması bu bölgeler arasındaki sıcaklık farklarının sertlik üzerinde etkisinin çok belirgin olmadığını göstermiştir. Bu deneylerden sonra 24 mm çapındaki alüminyum üzerine 0,5mm çapında 20 adet delik açılarak üretilen nozul ile dairesel numunelerin bütün yüzeyinin homojen soğutulması amaçlanmıştır.

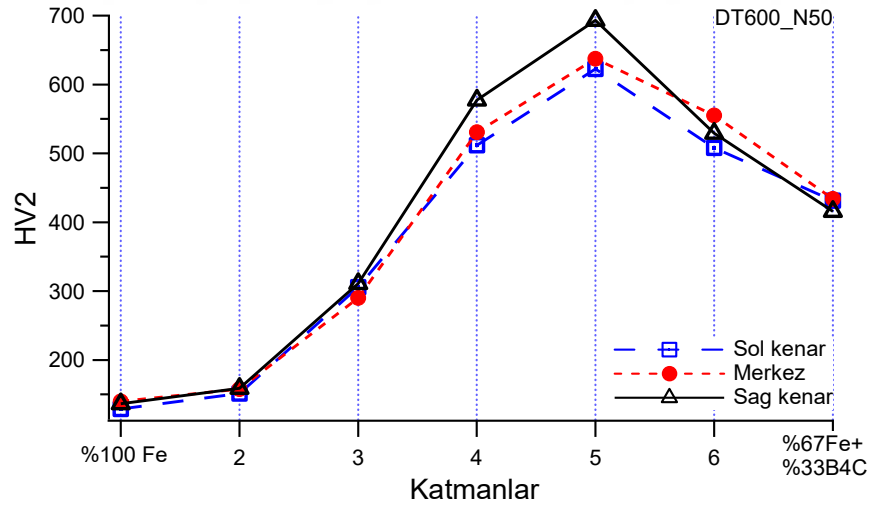
Seramik yoğun katmanı Vcmax :%50 B₄C değerindeki FDM numunelerde görülen dağılma probleminin giderildiği Vcmax :%20 B₄C oranına sahip derecelendirilmemiş dairesel numuneler 1000°C’de 30 dakika basınçsız sinterlenmiş ve farklı parametrelerde termal şok deneylerine tabi tutulmuştur. Sinter öncesi ve sonrası mikroyapı fotoğrafları ile sertlik değerleri önceki bölümde açıklandığı için burada sadece termal şok deneyleri ve etkilerinden bahsedilmiştir.

Isıtma çevriminde 25 mm çapındaki dairesel oks-propan nozulu, soğutma çevriminde ise üzerine 0,5mm çapında 20 adet delik açılmış 25mm çapındaki nozul kullanılmıştır.

Oksi-propan nozulu ile numune arası 11 cm, soğutma nozulu ise 1,5 cm mesafede konumlandırılmıştır.



Şekil 3.113. DT300_N10 deneyi sonrasında merkez ve kenar sertliklerinin mukayesesi.



Şekil 3.114. DT600_N50 deneyi sonrasında merkez ve kenar sertliklerinin mukayesesi.

Etkili ve hızlı soğutma sağlamak için hava içerisinde gönderilen su dewar kabında 10°C'ye soğutulmuş muhafaza edilmiştir. 32 m/sn ortalama hızla nozuldan çıkan hava içerisindeki suyun debisi ortalama 0,006 Lt/dk olarak hesaplanmıştır. Deneyler ~20°C ortam sıcaklığında yapılmıştır. Bir ısıtma çevrimi yaklaşık 60 saniye, soğutma çevrimi

ise 150-180 saniye sürmüştür. Yapılan termal şok deneylerine ait parametreler Tablo 3.12’de, sıcaklık değişimlerine ait grafikler ise Şekil 3.115’te gösterilmiştir. Bir FDM numunesinin radyal kenarından, yüzeylere 0,5mm mesafede ve numunenin yüzey merkezine gelecek şekilde yerleştirilen R tip termokupl ile ön ve arka yüzeyin sıcaklık değerleri kaydedilmiştir. Ek-2’deki sıcaklık verileri ile Şekil 3.116’daki değişim ve fark grafikleri oluşturulmuştur. Tablo 3.12’deki ön yüzey sıcaklığı da bu verilere göre belirtilmiştir.

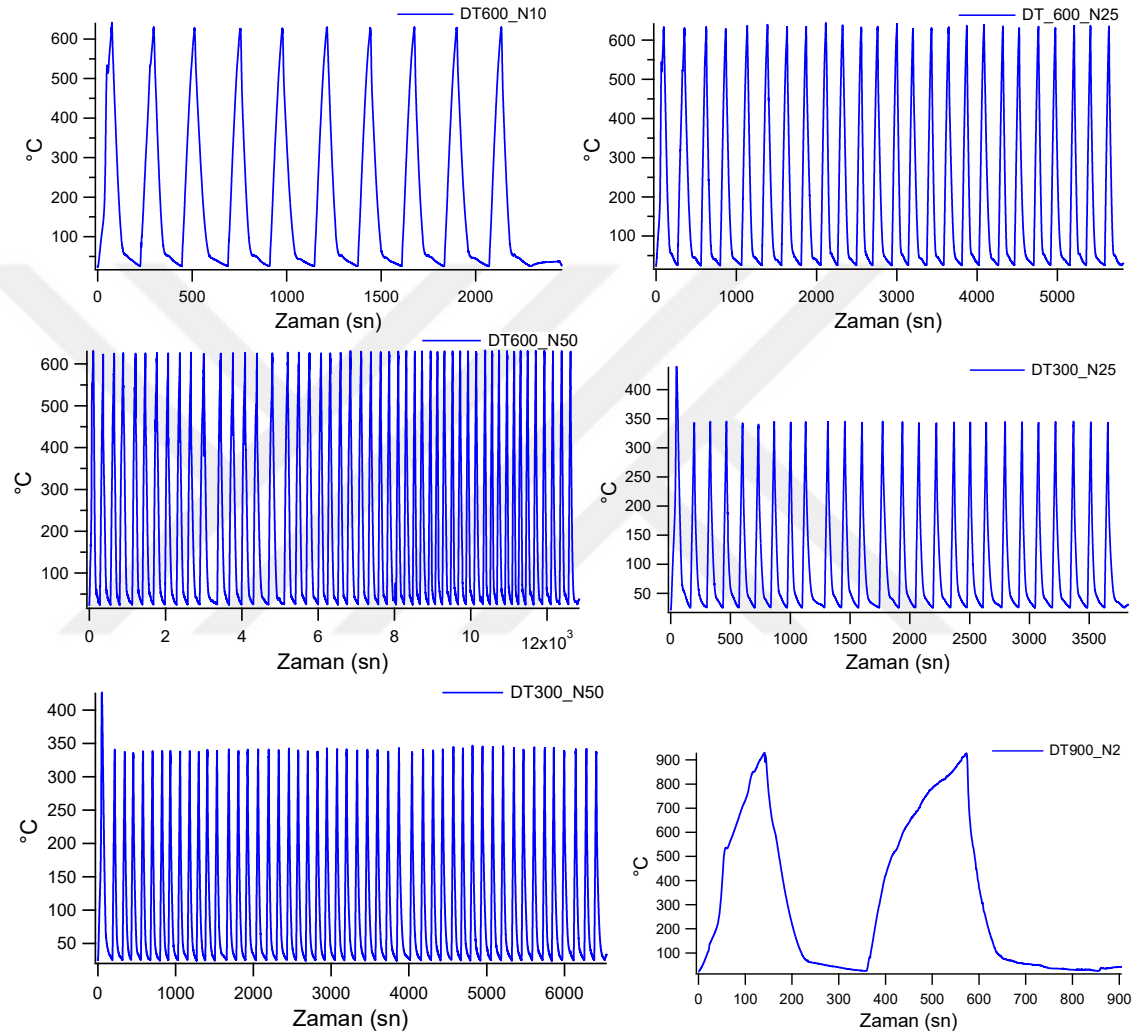
Tablo 3.12. Fe/B₄C/0,2 FDM numuneleri termal şok deney parametreleri.

Numune kodu	Alt sıcaklık (arka yüzey)	Üst sıcaklık (arka yüzey)	ΔT (°C)	Çevrim sayısı (N)	Ön yüzey sıcaklığı (yaklaşık)	Ön-Arka Yüz. Sıcaklık Farkı
DT600 N10	25	625	600	10	640	15
DT600 N25	25	625	600	25	640	15
DT600 N50	25	625	600	50	640	15
DT300 N25	25	325	300	25	375	50
DT300 N50	25	325	300	50	375	50
DT900 N2	25	925	900	2	1100	175

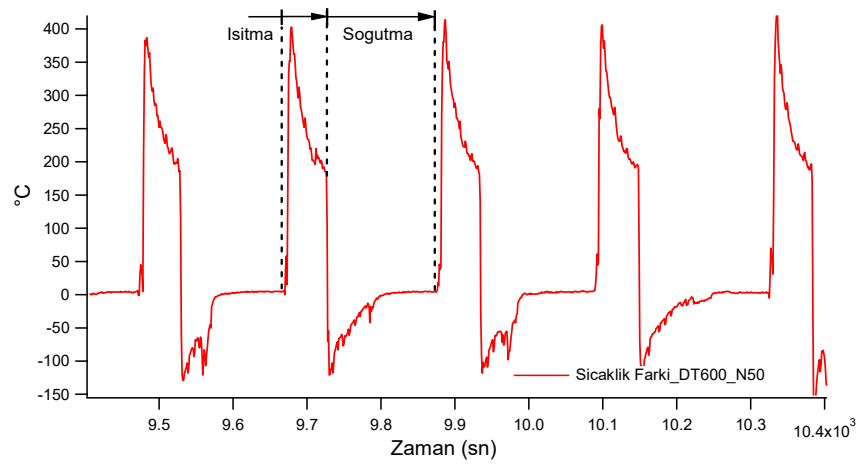
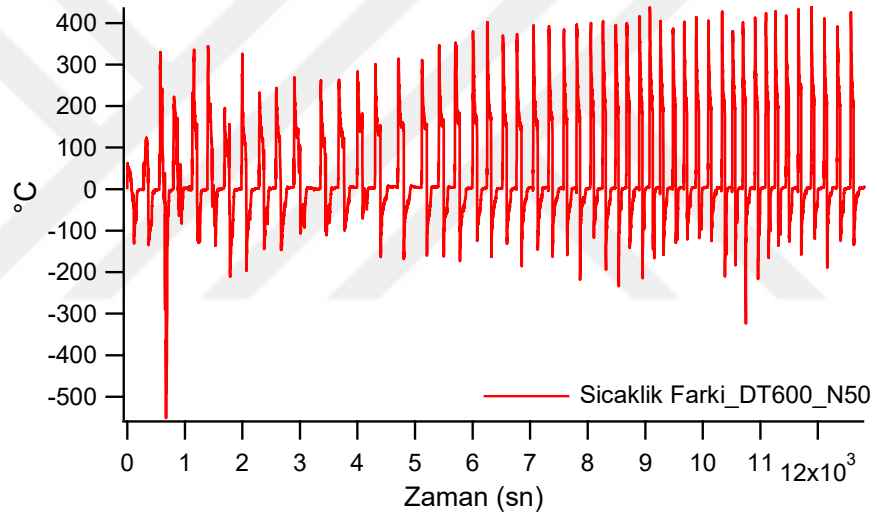
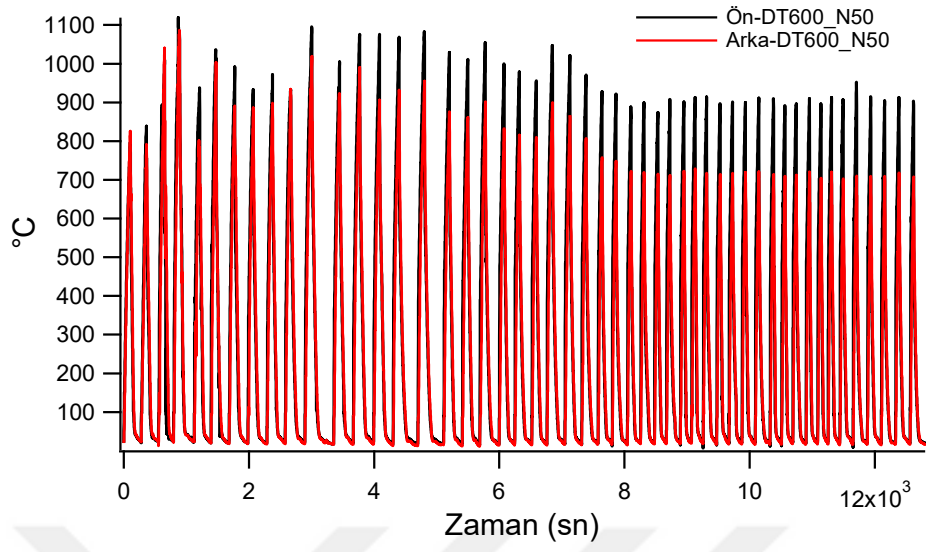
Şekil 3.115’deki termal şok grafikleri numunelerin arka yüzeylerinden pirometre ile saniyede 5 veri okuma hızı ile alınmış sıcaklık verilerine göre oluşturulmuştur. Buradaki değerler arka yüzeyin sıcaklığındaki azalma ve artışları göstermektedir. Numune ön yüzeyden ısıtılıp yine aynı yüzeyden soğutulmakta böylece ön ve arka yüzey arasında ayrıca sıcaklık farkı oluşmaktadır.

R tip termokupl ile ön ve ark yüzeyden alınan sıcaklık farkındaki değişim (Şekil 3.116) incelendiğinde en yüksek sıcaklık farkının ısıtma ve soğutma çevrimlerinin sonunda diğer çevrime başlama esnasında olduğu görülmektedir. Yani arka yüzey 625°C’ye ulaştığında ön yüzey ani olarak soğuma çevrimine geçmekte ve 154°C bir sıcaklık farkı oluşmaktadır (grafikte -154°C). 25°C’ye soğutulan numune aniden ısıtılmaya başlandığında ise sıcaklık farkı 373°C olmakta, aniden pik yapan eğri daha sonra azalarak dengeye ulaşmaktadır (ön: 463°C, arka: 90°C). Bir ısıtma ve soğutma çevrimi ile numunenin bir yüzeyi termal şoka maruz kalırken aynı zamanda iki yüzey aralığı boyunca bütün katmanlar da termal şok etkisi altındadır. Ön ve arka yüzey sıcaklıkları

arasındaki bu farkın yüksek olması numunenin maruz kaldığı termal şok etkisinin bir derecesi olarak kabul edilebilir. Bu sıcaklık farkları daha etkili bir ısı kaynağı ve daha hızlı bir soğutucu ortam ile yüksek değerlere çıkarılabilir.

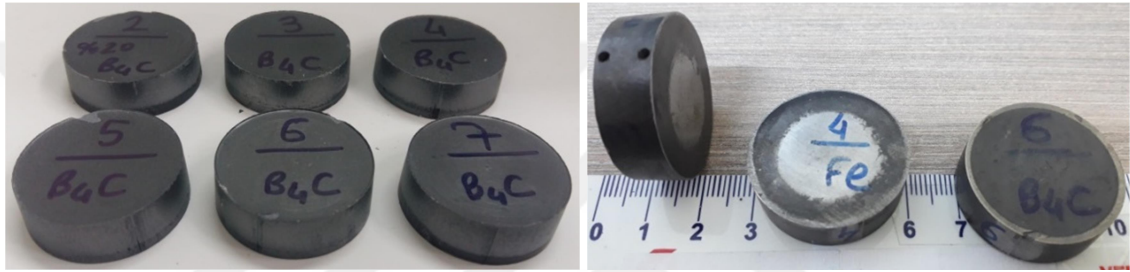


Şekil 3.115. Fe/B₄C/0,2 FDM numunelerin termal şok grafikleri (arka yüzeyden-pirometre ile).



Şekil 3.116. Ön-arka yüzey sıcaklık değişimi ile yüzeyler arası sıcaklık farkı grafikleri (R tip termokupl).

Yukarıdaki parametrelerle testlere tabi tutulan FDM numuneleri (Şekil 3.117) öncelikle ön ve arka yüzeyleri makroskobik muayeneye tabi tutulmuştur. Şekil 3.118 makro fotoğraflarında özellikle termal şoka maruz kalan yüzeylerde belirgin çatlak oluşumları göze çarpmaktadır. Artan termal genlik ve çevrim sayıları çatlak boyutları üzerinde çok etkili olmuştur. Artan çevrim sayısı yüzey üzerindeki çatlak sayısı ve derinliğini artırırken çatlak genişliği de artmıştır. Numunenin dış radyal kenarından alınan fotoğraflarda oluşan çatlakların derinliği ve genişliğindeki artış görülebilmektedir. Arka yüzeyde ise (%100 Fe) herhangi bir çatlak oluşumu görülmemiştir.



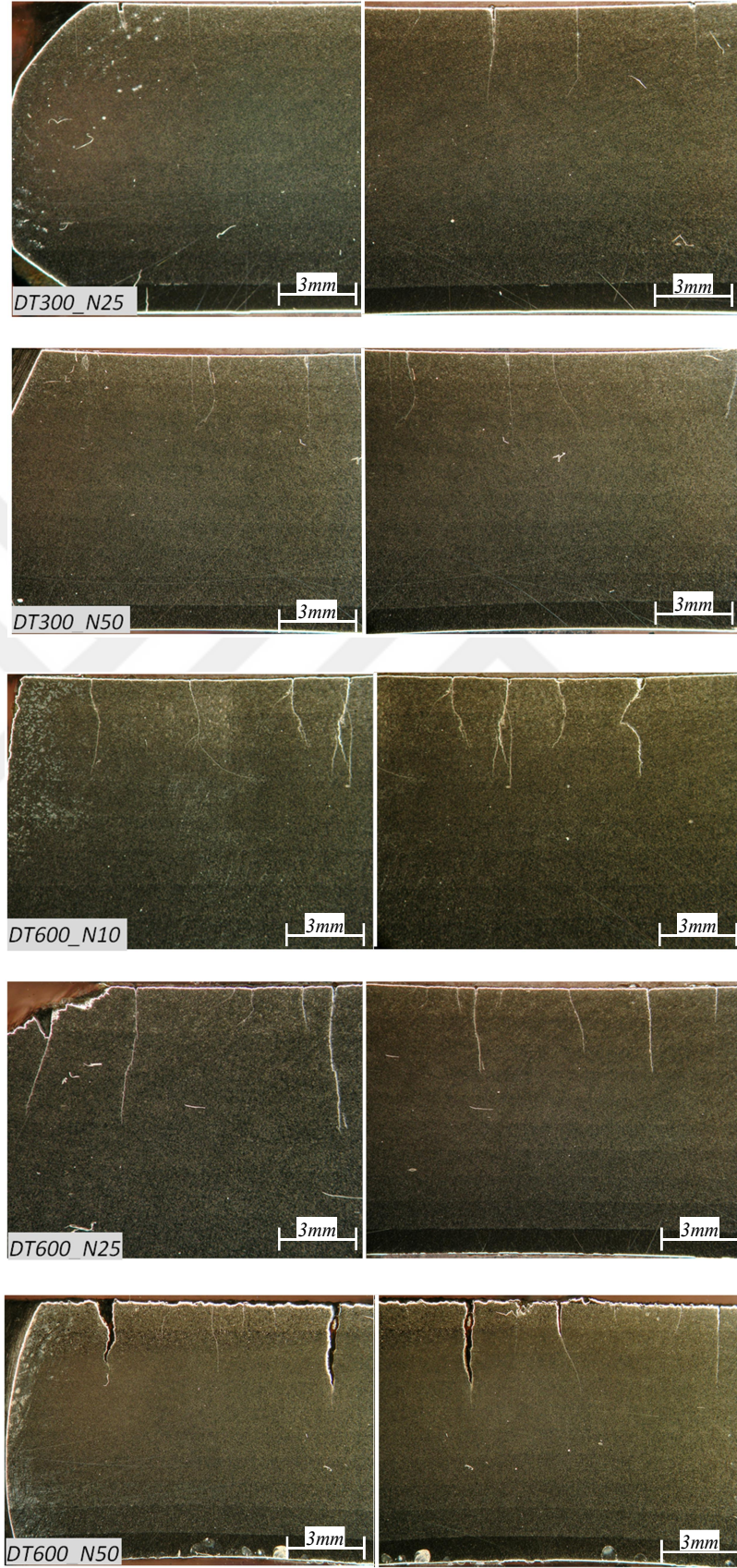
Şekil 3.117. Termal şok öncesi FDM numuneleri.

FDM numuneleri tel erozyonla merkezden kesilmiş ve yüzeyleri parlatılmıştır. Şekil 3.119'da muhtelif yerlerden alınan fotoğraflarda çatlak derinliğinin üst yüzeyden B₄C yoğun 3-4 katman boyunca ilerlediği görülmektedir. Ön yüzeyde oluşan çatlak, termal genliğin ve çevrim sayısının artmasıyla daha fazla derinleşmiştir. En derin çatlak DT600_N25 ve DT600_N50 numunelerinde 3mm ile 3,5 mm aralığında ölçülmüştür.

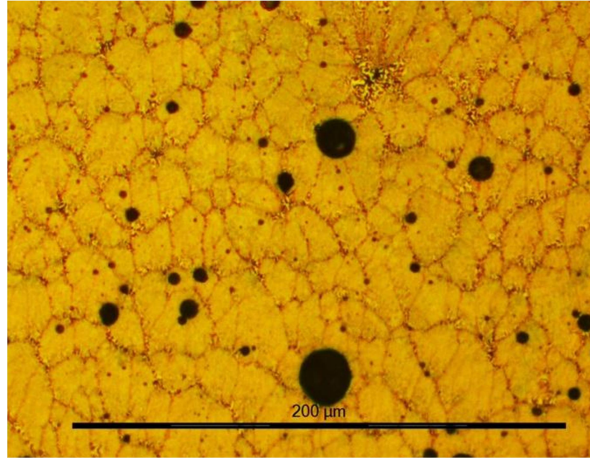
Çatlak ilerlemesinin sonlandığı katmanlardaki B₄C takviye oranı (6. ve 7 katmanlar) %11 ve %14 oranındadır. Çevrim sayısının artması çatlak genişliği üzerinde de etkili olmuştur. En geniş çatlak genişliği ise DT600_N50 numunesinde 0,9mm olarak ölçülmüştür. DT900 numunesi test başladıktan sonra 2.çevrimde erimiştir. Şekil 3.120'de eriyen numuneye ait makro ve mikroyapı görüntüleri görülmektedir. Termal genlik ve çevrim sayılarının FDM numunelerin sertlik değerleri üzerindeki etkilerini anlamak amacıyla Rockwell HR15T skalasında bütün katmanlardan sertlik ölçümleri alınmıştır (Şekil 3.121) ve Şekil 3.122'deki değişim grafikleri oluşturulmuştur.



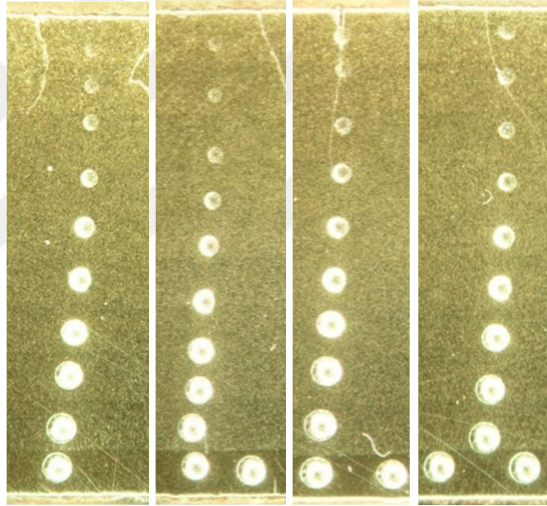
Şekil 3.118. Termal şok sonrası numunelerin ön yüzey ve radyal kenar fotoğrafları.



Şekil 3.119. FDM numuneleri katmanlara dikey yönde oluşan çatlaklar.

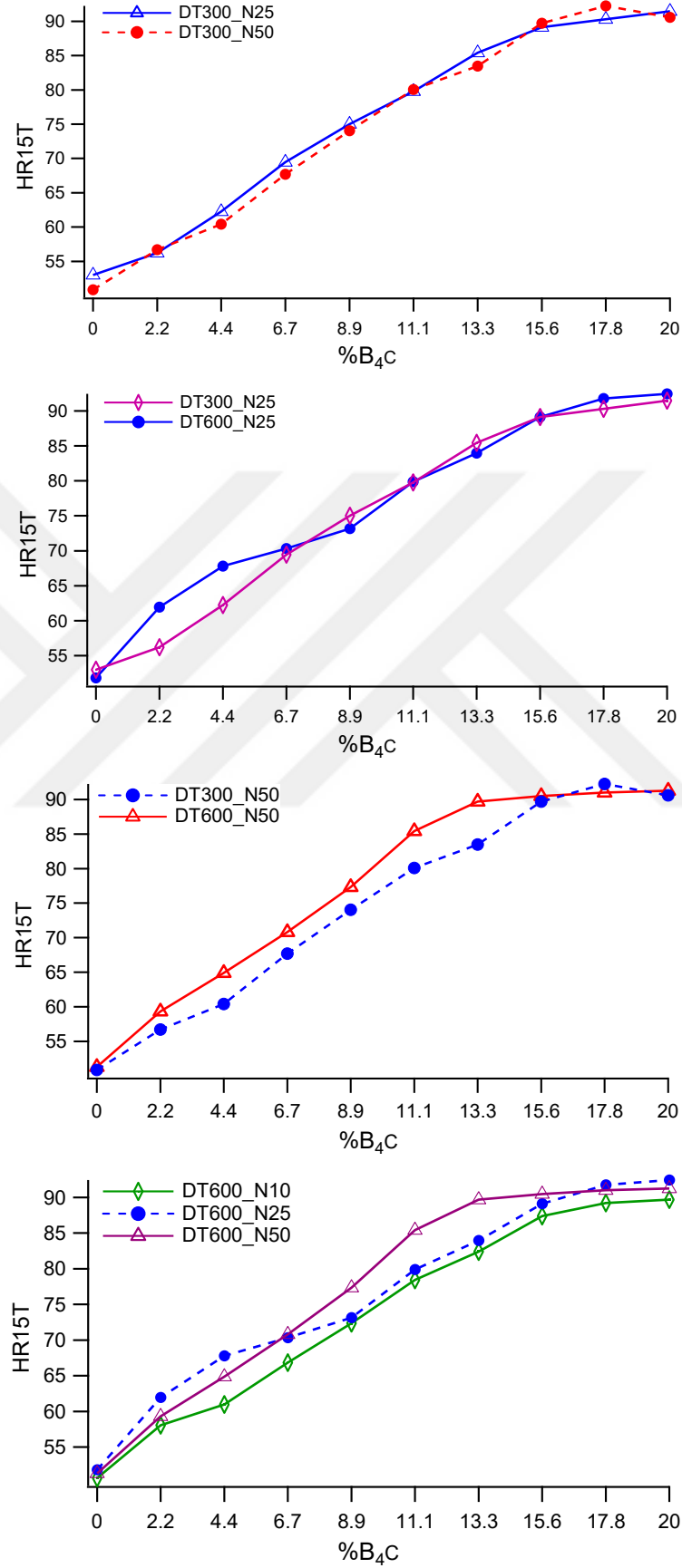


Şekil 3.120. DT:900 çevriminde eriyen FDM $n:1$ numunesi ve mikroyapı fotoğrafı.



Şekil 3.121. Makro sertlik ölçümleri (HR15T).

Şekil 3.122 grafiklerine göre çevrim sayısının artmasıyla sertlik değerlerinde artış görülmektedir. DT300_N25 ve DT600_N25 numunelerinin sertlikleri yaklaşık olarak aynı değerlere sahiptir. Termal genliğin etkisi yüksek çevrim sayılarında belirgin olmuştur. DT300_N50 ve DT600_N50 numuneleri incelendiğinde sertliğin DT600 termal genlik değerinde daha yüksek ölçüldüğü görülmektedir. Aynı termal genlikte artan çevrim sayıları ise sertlik değerlerini artırmıştır.



Şekil 3.122. Termal şok sonrası FDM numunelerin sertlik değişim grafikleri.

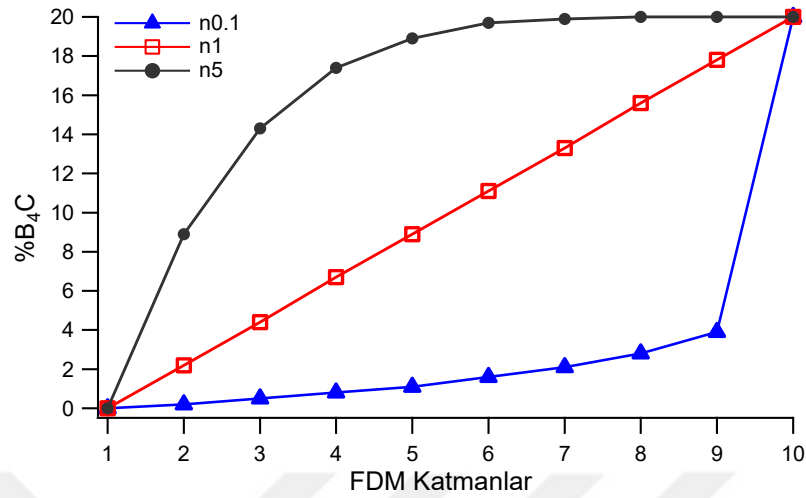
Uygulanan termal şok çevrimleri orta karbonlu çeliklere (en az %0,2 C) uygulanan su verme veya alevle yüzey sertleştirme işlemleriyle mukayese edilebilir. Orta karbonlu bir çelik tavlama işleminden sonra normal hızda soğutulduğunda ostenit içerisinde çözülmüş karbon atomları difüzyon ile ayrışırlar. Demir atomları konumlarını değiştirerek HMK (α) fazını oluşturur. Ostenitleme sıcaklığından soğuma hızı artırıldığında karbon atomları difüzyon ile katı çözeltiden ayrılmaya zaman bulamaz ve çözelti içerisinde hapsolür. Karbon atomu ile aşırı doymuş hacim merkezli tetragonal (HMT) yapıdaki bu çözelti martenzit olarak adlandırılır ve aşırı ölçüde distorsiyona uğradığı için sertliği yüksektir. Su verilmiş çelik gerilmeli halde bulunur ve çok gevrekler. Uygulamada bu halde kullanılmaz. Temperleme ısı işlemi ile gerilmeler ve kırılabilirlik azaltılır. Alaşımsız çeliklerin sertleştirilebilmesi için çok hızlı soğutmak gerekir. Çeliğe katılan Ni, Cr, Si ve Mn gibi alaşım elementleri karbonun yayılımını yavaşlatır ve martenzit oluşumu hızlı ve kolay hale gelir. Martenzit sadece soğuma esnasında oluşur. Bu dönüşüm sadece çeliklerde değil, Fe-Ni, Cu-Al, Cu-Zn ve Ni-Ti gibi alaşımlarda da görülür. Alev ile yüzey sertleştirme işleminde oksijen ve yanıcı bir gaz alevi ile yüzey ısıtılır ve su ile aniden soğutulur. Bu işlem sonunda elde edilecek sertleşme derinliği 1,5mm ile sınırlıdır ve parçanın hasara uğrama riski vardır.

Literatürde Fe-B alaşım sistemine ağırlıkça %0,1 karbon ilavesinin mikro yapıyı oldukça etkilediğinden bahsedilmektedir [114]. %0,6 ve üzerindeki karbon miktarında iç yapıdaki ötektik faz grafit ve Fe_2B bileşiklerinden oluşmakta, ayrıca iç yapıda $Fe_3(CB)$ boron sementite rastlanmaktadır. B_4C 'nin ağırlıkça %5-10 oranında serbest karbon içerdiğini Turov ve arkadaşları [115] çalışmasında belirtmiştir. Hacimce %20 B_4C ile takviyelendirilmiş üst katmandaki ağırlıkça % B_4C oranı Bölüm-2 Tablo 2.4'te %7,41 olarak hesaplanmıştır. Bu hesaplama göre 10.katmandaki serbest karbon oranı en az ağırlıkça %0,37, en fazla %0,74 serbest karbon oranına sahip olmaktadır. Başka bir alaşım elementi bulunmayan FDM numunelerinin yaklaşık 750°C sıcaklığa ısıtılıp aniden hızlı bir şekilde soğutulmaları sonucunda içyapıdaki serbest karbonun martenzitik etki ile sertlik artışına neden olduğu sonucuna varılabilir. Üst yüzeydeki çatlak oluşumlarının temel nedeni ise farklı genleşme katsayılarına sahip 10 katmanın bir yapı içerisinde bulunmalarıdır. Demirin 20°C'deki lineer termal genleşme katsayısının $12,6 \cdot 10^{-6} \cdot ^\circ C^{-1}$ olduğu bilinmektedir. Demirin allotropik dönüşümlere maruz kalması durumunda bu değer $16 \cdot 10^{-6} \cdot ^\circ C^{-1}$ ile $23 \cdot 10^{-6} \cdot ^\circ C^{-1}$ seviyelerine çıkabilmektedir.

B₄C bileşiğinin 100-900°C aralığındaki ortalama termal genleşme katsayısı ise $5,3 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ olarak bilinmektedir. Fe/B₄C termal genleşme katsayıları ($\alpha_{\text{Fe}}/\alpha_{\text{B}_4\text{C}}$) orantılandığında 3 ile 4,3 arasında bir farklılık ortaya çıkmaktadır. Fakat üretilen FDM malzemelerde B₄C içyapıya yayınarak yoğun Fe₂B fazından oluşan bölgeler oluşmaktadır. Bu bölgelerin termal genleşme katsayısı B₄C oranına göre farklı değerlerde bulunmuştur. Şekil 2.48'e göre 750°C'deki termal genleşme katsayıları oranı $\alpha_{\text{Fe}}/\alpha_{\text{Fe}_2\text{B}} 1,3 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 'tür. Bu farklılık FDM numunesinin ön ve arka yüzey arasında sıcaklık değişimleri esnasında oluşan gerilmelerin özellikle sert ve gevrek yapıdaki üst katmanda çatlak başlangıcı ve ilerlemesini tetikleyici bir unsur olarak ifade edilebilir.

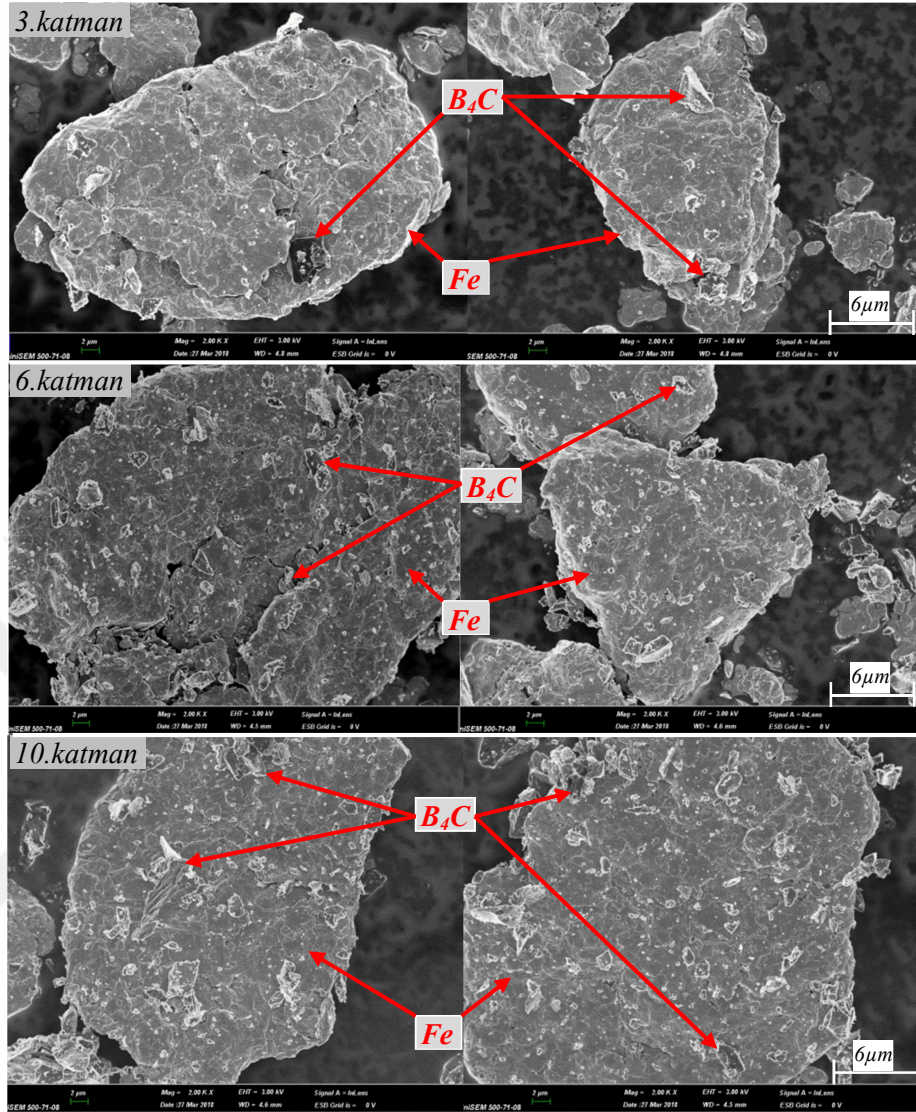
3.3.2 Kare FDM Numunelerin Üretimi

Seramik yoğun katmanı $V_{\text{cmax}}: \%20$ B₄C takviye oranına sahip 55x55x10 mm boyutlarındaki FDM numuneleri ile mukayese etmek için ayrıca derecelendirilmemiş %5, %10, %20 B₄C takviyeli ve takviyesiz %100 Fe numuneler üretilmiştir. FDM numunelerin kompozisyonel gradyant değeri n sertlik, iç yapı ve diğer mekanik davranışlar üzerindeki etkilerini araştırmak amacıyla üç farklı değerde (0.1, 1 ve 5) belirlenmiş ve her katman için toz karışımları hazırlanmıştır. FDM katmanları boyunca %B₄C hacimsel takviye oranının değişimini farklı gradyant değerleri için ifade eden grafik Şekil 3.123'te gösterilmiştir. n değerinin artması ile seramik yoğun tabakaya geçiş ani olurken azalan n değeri daha yumuşak bir geçiş sağlamıştır. Üretimlerde $\text{Fe} < 44 \text{ } \mu\text{m}$, B₄C: 1-7 μm partikül boyutundaki tozlar kullanılmıştır. Bu boyuttaki tozların tercih edilmesinin nedenlerinden birisi büyük Fe partikülünün küçük boyutlu B₄C partikülleri tarafından çevrenmesi ve demir matriks yüzeyine homojen dağılımın sağlanmasıdır. Borun tane boyutu azaldıkça bor tabaka kalınlığının arttığı borlama prosesinde bilinen bir durumdur. Kaplanacak metal ile temas yüzeyinin artması difüzyonu kolaylaştırır ve borür oluşum hızı da artar. B₄C takviye partikülünün Fe matriks boyutundan büyük olduğu kompozitlerde matriks içerisinde çözünmeden kalan B₄C partikülleri gözlenmişti. Bu artık partiküller aslında yapı içerisindeki düzensizlikler olarak kabul edilmekte ve mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilediğinden arzu edilmemektedir. Bu nedenle önceki bölümlerde mikro fotoğraflarda detaylı şekilde incelenen ve büyük B₄C partiküllerinin kısmi yayılımı sonrasında matriks içerisinde artık olarak kalma problemi B₄C partikül boyutunun azaltılmasıyla önlenmiş olacaktır.



Şekil 3.123. Farklı gradyant değerlerinin (n) takviye oranı değişimleri.

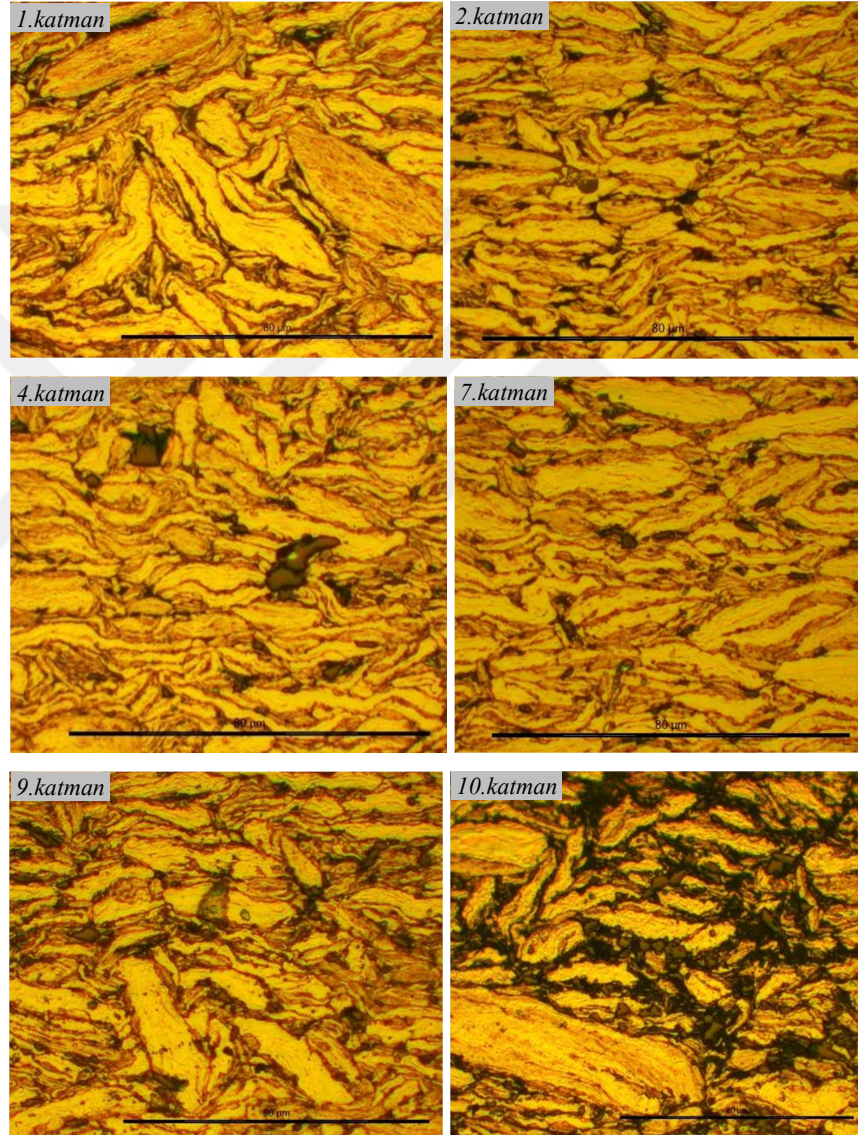
Her katman için ayrı kaplarda hazırlanan toz karışımları 1 saat süre ile Turbula cihazında karıştırılmıştır. Karıştırma sonrasında FDM $n:1$ numunesinin 3, 6 ve 10. katmanlarından alınan toz karışımları SEM görüntüleri ile incelenmiştir (Şekil 3.124). B₄C partikülleri Fe partikülleri üzerinde her tarafta ve homojen şekilde dağılmıştır. Her katmanın karışım tozu el ile kalıp boşluğuna serilmiş daha sonra sıcak presleme yöntemiyle bütün katmanlar (10 katman) 85 bar-240 MPa basınç altında 500°C’de 30 dakika kompaktlanmıştır. Kalıptan çıkartılan FDM numuneleri sinterleme öncesinde eğme ve darbe standartlarına uygun (55x10x10mm) boyutlara tel erozyon ile kesilirken özellikle FDM $n:1$ ve $n:5$ numunelerin seramik yoğun tabakada ayrılma ve dağılmalar oluşmuştur. Bu nedenle numuneler kesilmeden önce yüksek sıcaklık tüp fırınında 1000°C’de 30 dakika sinterlenmiştir. Fakat sinterleme sonrasında numunelerde gözle görülür şekilde çarpılmalar ve boyutsal değişimler görülmüştür. Özellikle kompozisyonel gradyant değerinin artmasıyla ($n:1$ ve $n:5$) bu çarpılmalar daha yüksek oranlara ulaşmıştır (Şekil 2.22).



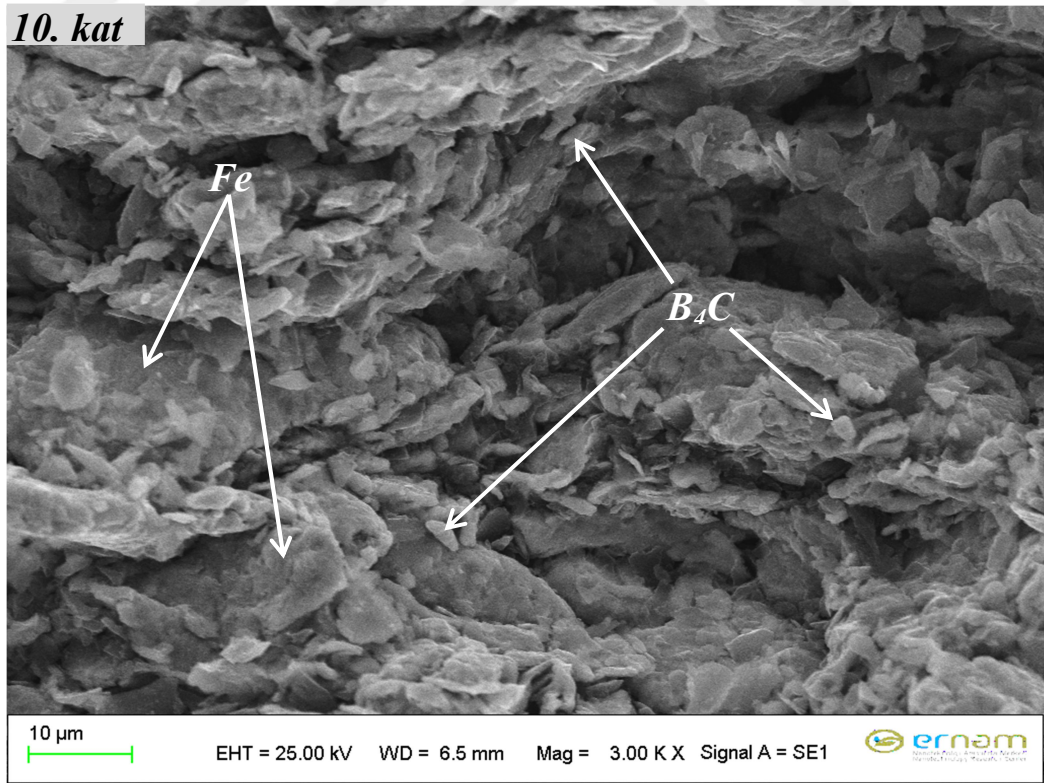
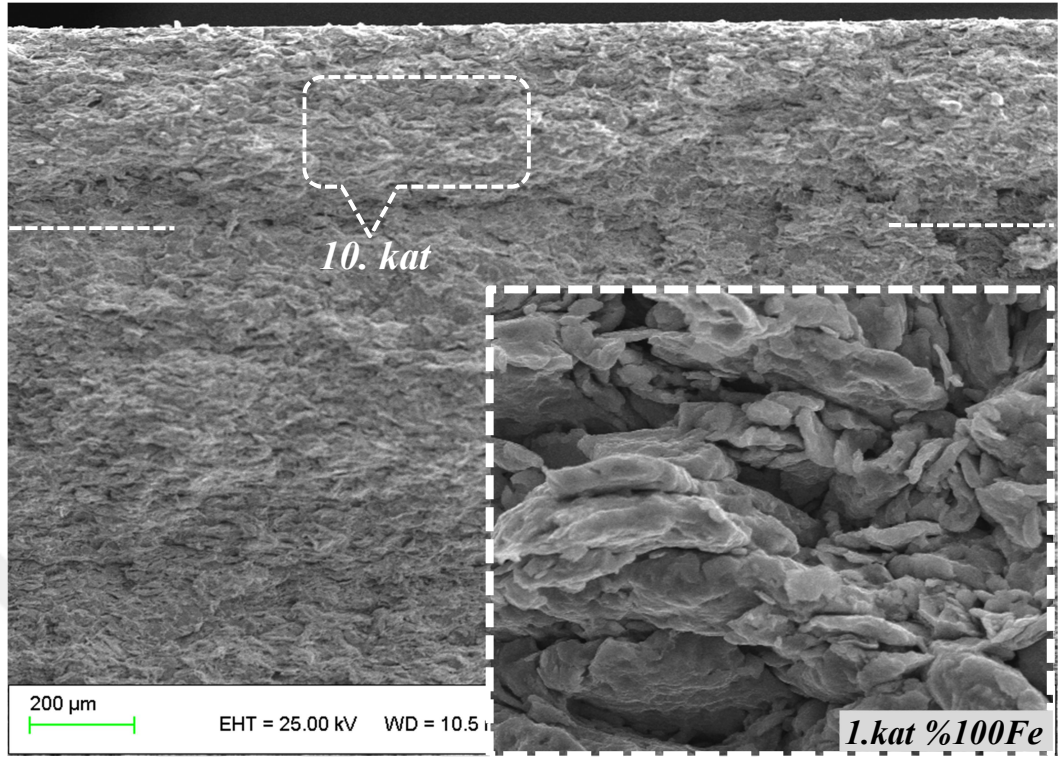
Şekil 3.124. $n:1$ numunesinin 3, 6 ve 10. katman karışım tozlarının SEM görüntüleri.

Sinterleme sonrasında çarpılan numuneler incelendiğinde seramik yoğun tabakanın ($\text{Fe}+\%20\text{B}_4\text{C}$ -10.katman) iç bükey daraldığı, Fe tabakanın ise dış bükey uzadığı görülmüştür (Şekil 2.22). Sinter öncesi 54,2 mm olan seramik tabaka genişliği 53.68 mm'ye büzülürken, Fe katman 54,2 mm'den 54.94 mm'ye uzamıştır. Öncelikle termal genleşmelerin neden olduğu bu değişim üzerinde diğer bir faktör olarak B_4C partiküllerinin matrisi içerisine yayınmasıyla hacim azalması sonucunda seramik yoğun katmanda daralma olduğu söylenebilir. Çarpılma oranı nispeten en az olan $n:0,1$ FDM numuneleri ön hazırlık olması amacıyla termal şok deneylerine ve sonrasında darbe ve eğme testlerine tabi tutulmuştur. Şekil 3.125 ve Şekil 3.126'da $n:0,1$ numunesinin sinter öncesi iç yapı ve kırık yüzey görüntüleri verilmiştir. Mikro fotoğraflara göre küçük

boyutlu B_4C partiküllerinin iç yapıda ve Fe partikülleri etrafında homojen dağıldığı görülmektedir. En yüksek takviye oranına sahip 10. katmanda partiküller arasında boşluk oluşumları başlamıştır. Basınçsız sinterleme sonrasında 10. Katmanda diğer katmanlara göre fark edilebilir şekilde artan gözenek-porozitenin başlıca nedeni de artan takviye oranıdır. Fakat iç yapıda artık B_4C partikülüne rastlanmamıştır.

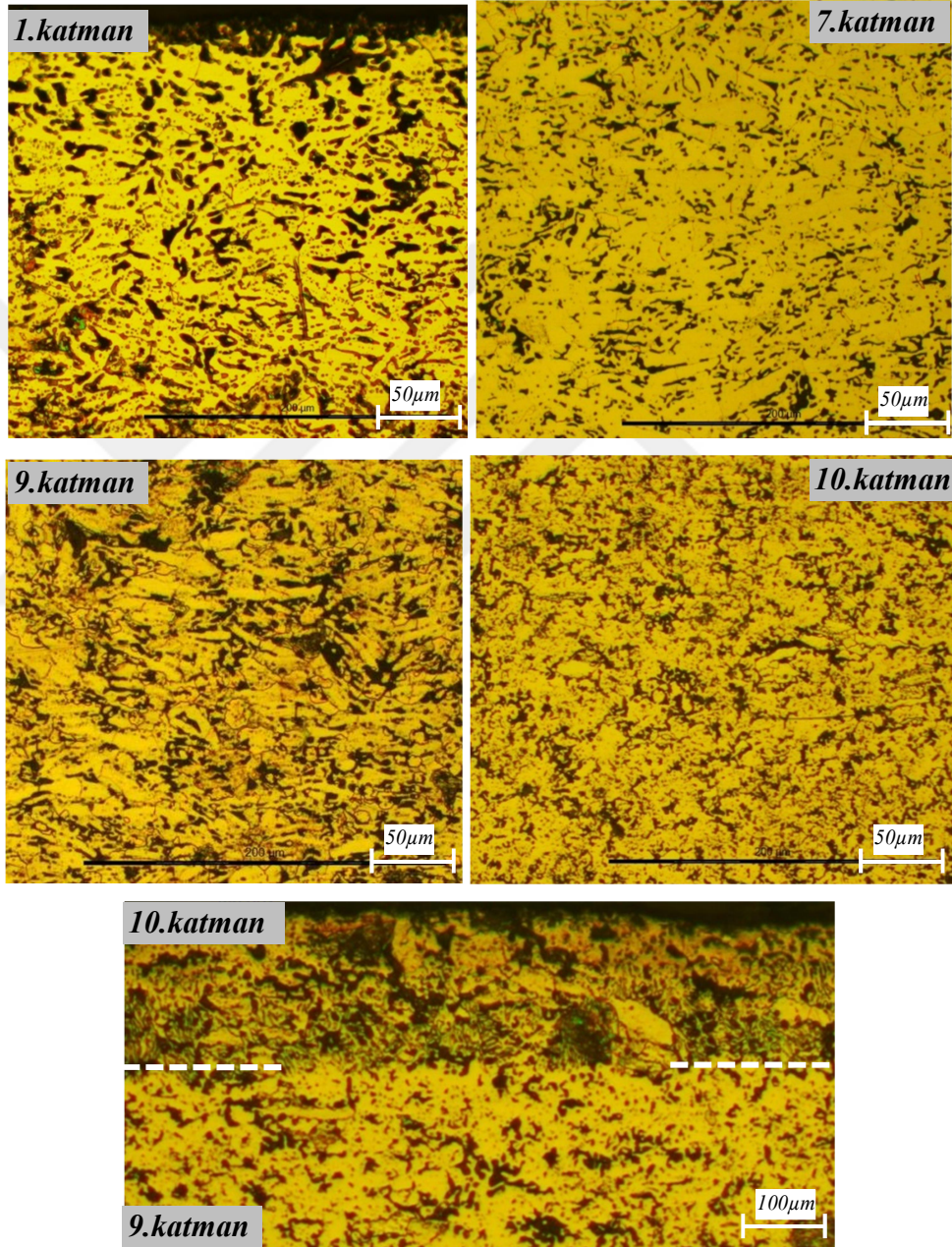


Şekil 3.125. $n:0,1$ numunesinin sinter öncesi farklı katman mikroyapı görüntüleri.



Şekil 3.126. $n:0,1$ numunesinin sinter öncesi kırık yüzey SEM görüntüleri.

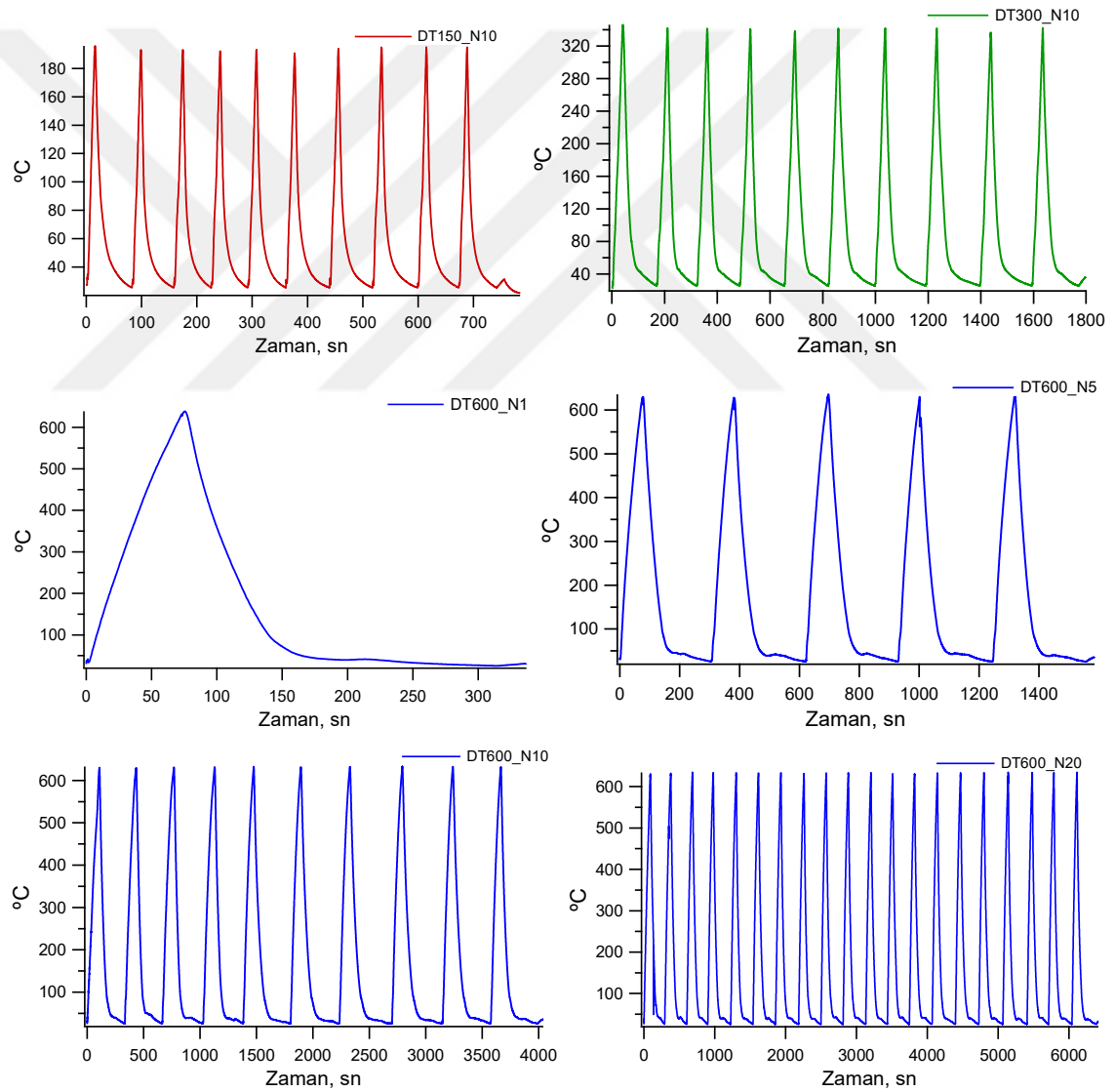
Şekil 3.127’de 9-10. katman ara yüzeyi incelendiğinde sınır bölgede herhangi bir ayrılma veya çatlak oluşumu görülmemektedir. Fakat Şekil 3.126’daki sinter öncesindeki kırık yüzey görüntüsünde 10. katman ile alt katman arasında sınır yüzeyinde ayrılma görülmektedir.



Şekil 3.127. Basıncsız sinter sonrası $n:0,1$ numunesinin farklı katman mikroyapı görüntüleri.

3.3.2.1 Termal Şok Davranışları, Darbe ve Üç Nokta Eğme Deneyleri

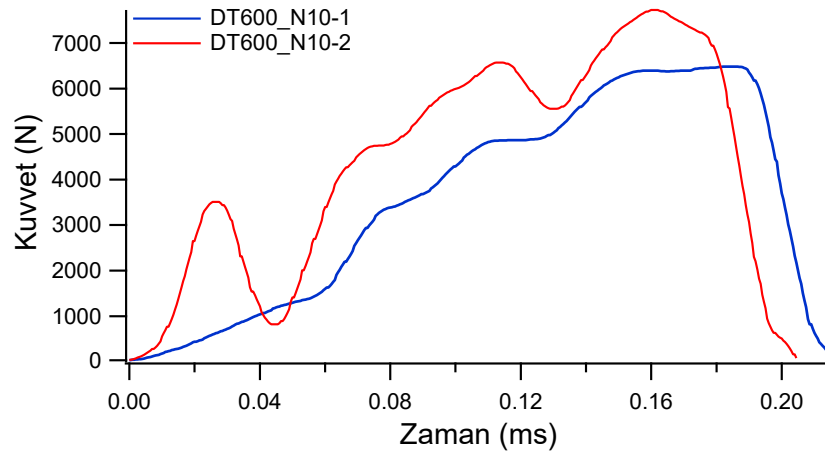
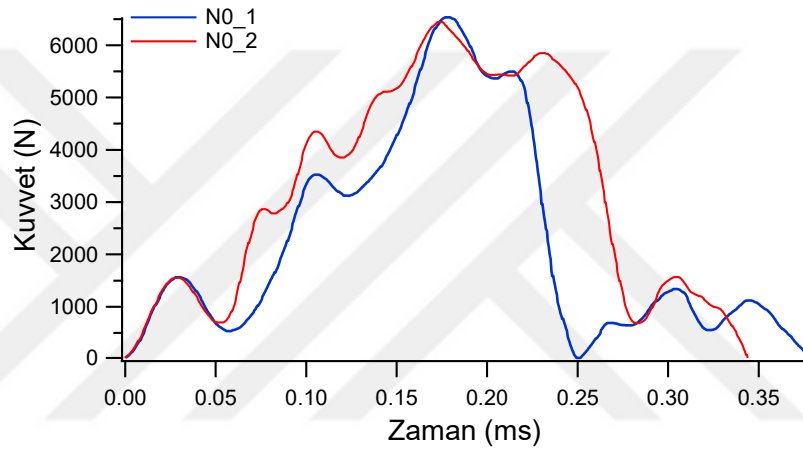
Termal şok deneyleri Tablo 3.13'deki parametrelere göre farklı termal genlik ve çevrim sayılarında yapılmıştır. Aynı anda 4 numune test edilmiş sonrasında darbe ve eğme deneyleri yapılmıştır. Arka yüzeyden alınan sıcaklık verilerine göre oluşturulan termal şok grafikleri Şekil 3.128'de gösterilmiştir. Deneyler sonunda elde edilen kırılma kuvveti ve enerji değerleri Ek-4'teki tabloda özetlenmiştir. Buradan alınan verilere göre Şekil 3.129-3.131 grafikleri oluşturulmuştur.



Şekil 3.128. *n:0,1* numunelerin termal şok grafikleri.

Tablo 3.13. $n:0,1$ numunelerin termal şok deney parametreleri.

Numune kodu	Alt sıcaklık (arka yüzey)	Üst sıcaklık (arka yüzey)	ΔT (°C)	Çevrim sayısı (N)	Ön yüzey sıcaklığı (yaklaşık)	Ön-Arka Yüz. Sıcaklık Farkı
DT150 N10	25	175	150	10	230	55
DT300 N10	25	325	300	10	375	50
DT600 N1	25	625	600	1	640	15
DT600 N5	25	625	600	5	640	15
DT600 N10	25	625	600	10	640	15
DT600 N20	25	625	600	20	640	15



Şekil 3.129. Tekrarlı yapılan darbe testleri kuvvet-zaman grafikleri.

Aynı şartlarda termal şok tatbik edilen numunelerin 15 Joule darbe enerjisi ile (darbe ucu enerjisi) (2,38 m/sn) düşük hızlı darbe (Charpy) testleri sonucunda zamana bağlı kuvvet değişimleri Şekil 3.130 grafiklerinde gösterilmiştir. Grafikler genel olarak

incelendiğinde kuvvet değerlerinin öncelikle arttığı sonrasında ise hızlı bir şekilde azaldığı görülmektedir. Artış bölgesinde dalgalı ve değişken rejime sahip eğri azalış bölgesinde daha hızlı ve lineer karakterdedir. Fe yüzeyden uygulanan darbe sonucunda alt yüzeyde kalan seramik yüzey kırılmaya karşı daha mukavemetlidir ve kırılma kuvveti yüksektir.

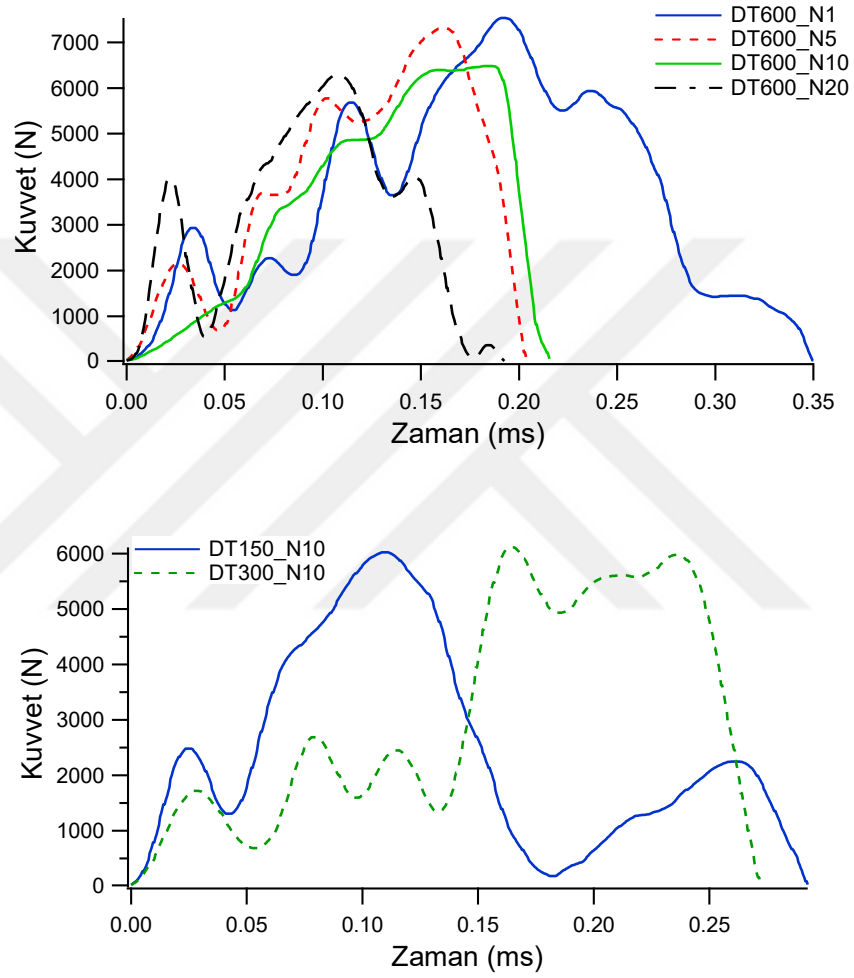
Alt yüzeydeki sert seramik tabaka çekme gerilmesi altında zorlanırken üst yüzeydeki Fe tabaka basmaya zorlanmaktadır. Yük altındaki kesiti değişken kompozisyona sahip FDM numunesinde sert yüzeyin çekme, yumuşak yüzeyin ise basma altında zorlanması kuvvet değerinin de değişken olmasına neden olmuştur. Seramik yüzeyin kırılmasından sonra oluşan çatlak diğer katmanlar boyunca hızlı bir şekilde ilerlemiştir. Yapılan tekrarlı test eğrileri birbirine oldukça yakın çıkan numunelerin tekrarlanabilirliği başarılı bulunmuştur.

Momentumun korunumu teoremine göre kuvvetin zamana bağlı değişimlerinden numunelerin absorbe ettiği enerji değerleri (kırılma enerjileri) hesaplanmıştır. Kırılma enerjisi ve maksimum kuvvet değerlerine göre oluşturulan Şekil 3.131 grafiklerinde termal şok parametrelerinin etkileri daha net bir şekilde görülmektedir. Şekil 3.131-a grafiğinde N10 çevrim sayısı için değişen termal genlik değerlerinin etkisi belirgin olmamış fakat DT600_N10 numunesinde artış görülmüştür.

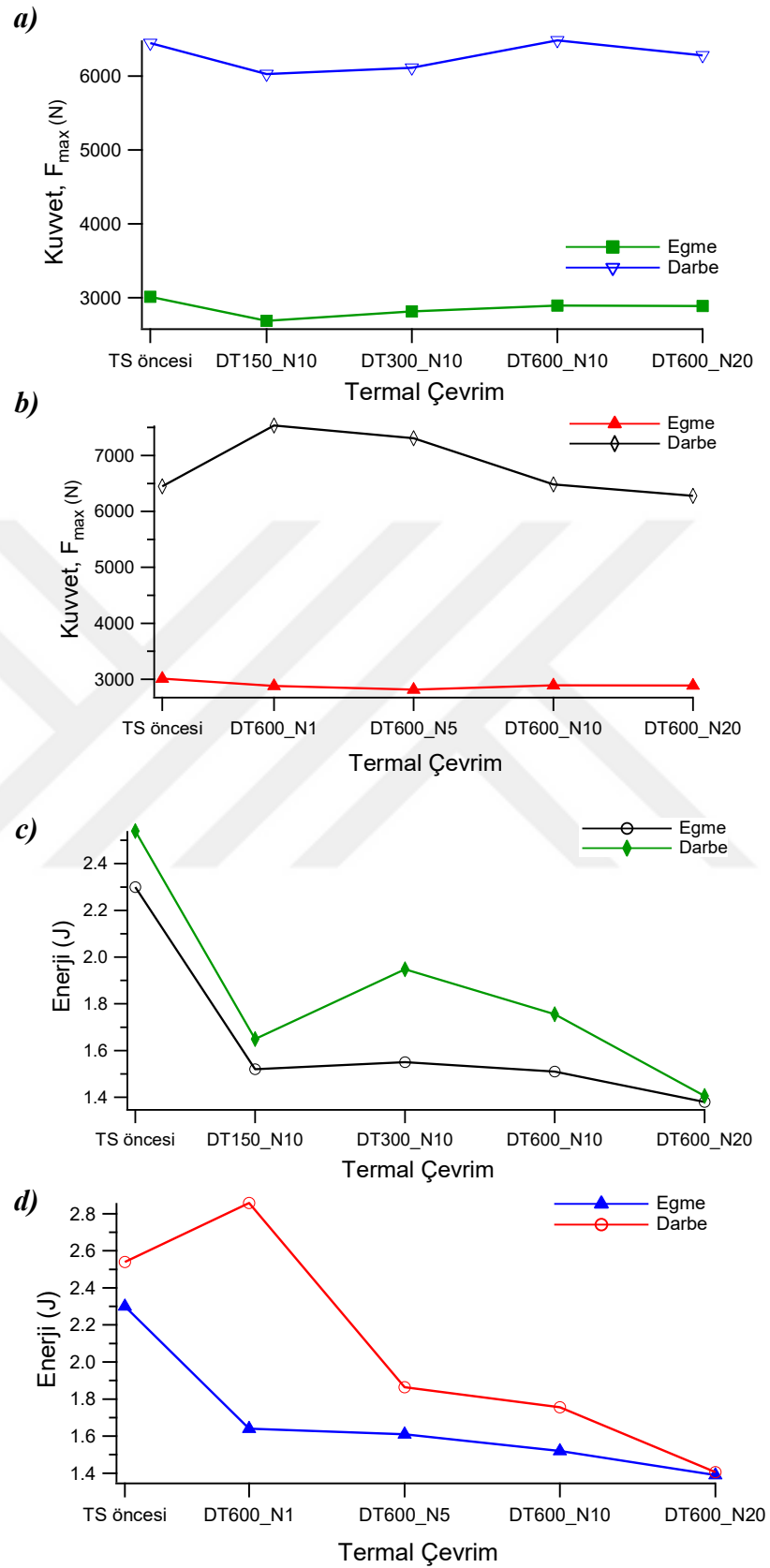
Termal şok öncesi numune F_{max} :6446 N değerinde kırılırken DT150_N10 numunesi 6024N, DT600_N10 numunesi 6482N değerinde kırılmıştır. Sıcaklık farkının yükselmesi ile kırılma kuvveti nispeten artmıştır. Şekil 3.131-b grafiğine göre ise sabit termal genlikte çevrim sayısı arttıkça kuvvet değerleri ciddi oranda düşmüştür. Maksimum kuvvet değeri termal şok öncesi 6446 N, 1 çevrim sonrasında ise 7535 N olmuş, 20 çevrim sonunda 6279 N değerine düşmüştür.

Buradaki maksimum kuvvet değerleri, seramik yüzeyin kırılması esnasında oluşan kuvvet değerleri olup, yüzeyde oluşan ve Şekil 3.132’de mikro fotoğrafı, Tablo 3.14’de ise yüzey makro fotoğraflarında açık şekilde görülen çatlaklar kırılma kuvvetinin azalmasında temel faktör olmuştur. Kırılma enerjisi değerleri de benzer şekilde daha çok çevrim sayısının azalmasından etkilenmiş, azalan çevrim sayısı ile enerji değerleri

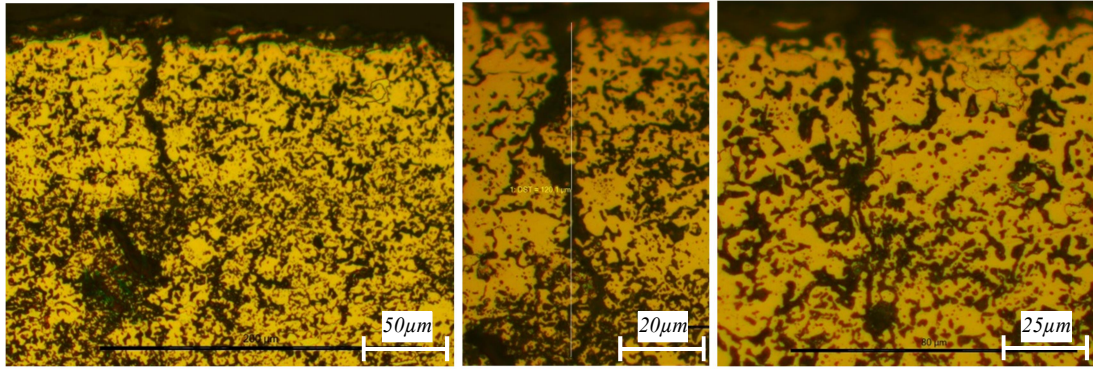
de azalmıştır (Şekil 3.131-c-d). Numune yüzeyinde oluşan çatlak, darbe kuvveti altında aniden ilerlemiş ve düşük enerji ile kırılan numuneler gevrek kırılma karakteri sergilemişlerdir. Termal şok öncesi numune 2,54 J enerji ile kırılırken, DT600_N20 numunesi toplam 1.4 J enerji ile kırılmıştır.



Şekil 3.130. Şok parametrelerine bağlı darbe testi kuvvet-zaman grafikleri.



Şekil 3.131. Kırılma enerjisi ve maksimum kuvvet değişimlerinin eğme ve darbe testlerine göre mukayesesi.



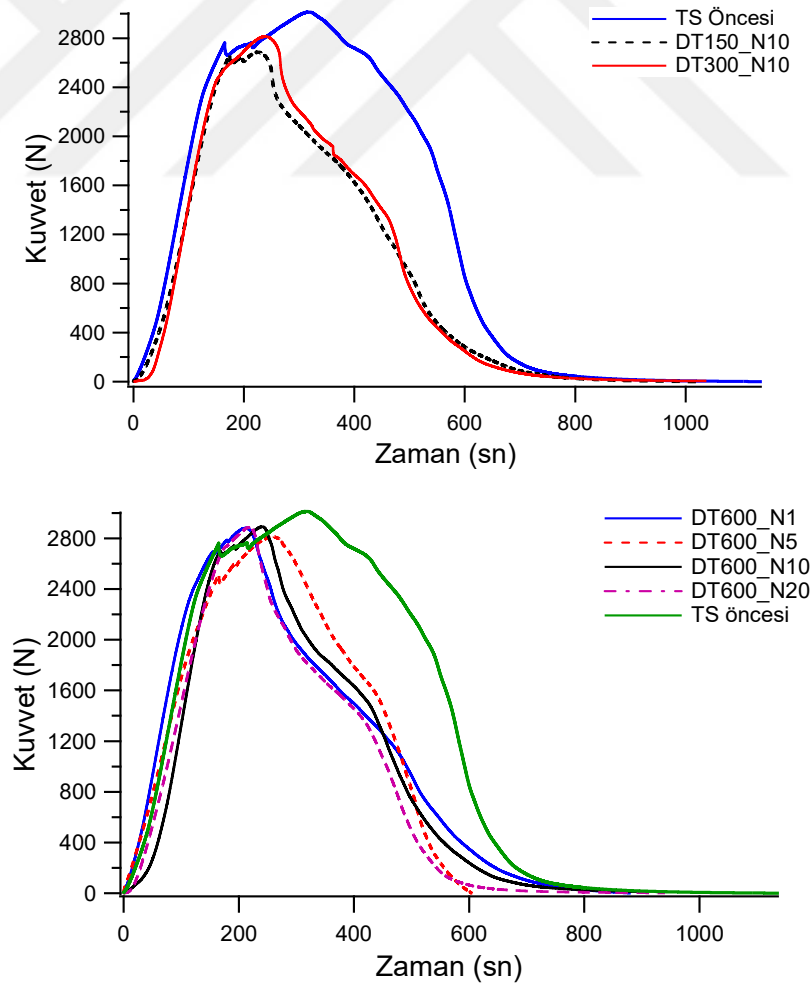
Şekil 3.132. DT600_N20 numunesinin üst katmanında oluşan çatlaklar.

Tablo 3.14. Eğme deneyi sonrası $n:0,1$ numunelerin kırılma morfolojileri.

Numune Kodu	Üst yüzey	Yan kenar	Kırık yüzey
<i>DT150 N10</i>			
<i>DT300 N10</i>			
<i>DT600 N1</i>			
<i>DT600 N5</i>			
<i>DT600 N10</i>			
<i>DT600 N20</i>			

Eğme testleri de benzer şekilde Fe yüzeyden eğme kuvveti tatbik etmek sureti ile 0,1 mm/dk yükleme hızıyla tam hasar oluşuna kadar uygulanmıştır. Maksimum kuvvet ve eğri altındaki bütün alanın hesaplanmasıyla kırılma enerjisi değerleri elde edilmiştir. Eğme deneyi ile darbe deneyleri kuvvetin tatbik şekli bakımından farklı sınıflarda değerlendirilmektedir. Darbe testi dinamik karakterli iken eğme deneyi statik karakterli bir deney olup eğme kuvveti numuneye ilk temas anında sıfırdır. Çekme deneyine prensip olarak benzemekte olan eğme deneyinde eğme hızı sabittir ve malzeme eğme miktarı veya zamana karşı (mm/dk) eğme kafası üzerinde direnç gösterir.

Elde edilen maksimum eğme kuvvet değerleri en üst katmandaki seramik yoğun yüzeyin kırılması için gerekli kuvvet değeridir. Şekil 3.133'deki eğme grafiklerinde zamana bağlı kuvvet değişimleri termal şok parametrelerine göre mukayese edilmiştir.



Şekil 3.133. Eğme testleri kuvvet-zaman grafikleri.

Eğme deneyi kuvvet-zaman grafikleri deney karakteristiklerindeki farklılığın sonucu olarak darbe grafiklerinden oldukça farklıdır. Eğme grafikleri çekme grafiklerine oldukça benzemekte olup, lineer artışın olduğu elastik bölge, akma ve maksimum kuvvet (kırılma mukavemeti) noktaları görülmektedir. Termal şok öncesinde çok belirgin olan akma bölgesi çevrim sayısı arttıkça kaybolmuş, maksimum kuvvet değeri artmış ve düşük enerji değerinde numune kırılmıştır.

Eğme testi sonuçlarına göre (Ek 4) maksimum kırılma kuvveti 3012 N ve kırılma enerji değeri 2,28 J olarak termal şok öncesindeki numunede ölçülmüştür. En düşük kırılma enerjisi ise DT600_N20 numunesinde 1,39J olmuştur. Şekil 3.131-d grafiğine göre eğme deneyi kırılma enerji değerlerinin çevrim sayısındaki artışla önemli derecede azaldığı görülmüştür. Şekil 3.131-c grafiğinde termal genliğin artışı kırılma enerjisi değerlerini nispeten düşürmüştür. Şekil 3.131 grafiklerinde eğme ve darbe deneyleri mukayese edildiğinde, kırılma kuvveti ve kırılma enerjisi değerleri darbe deneylerinde daha yüksek çıkmıştır.

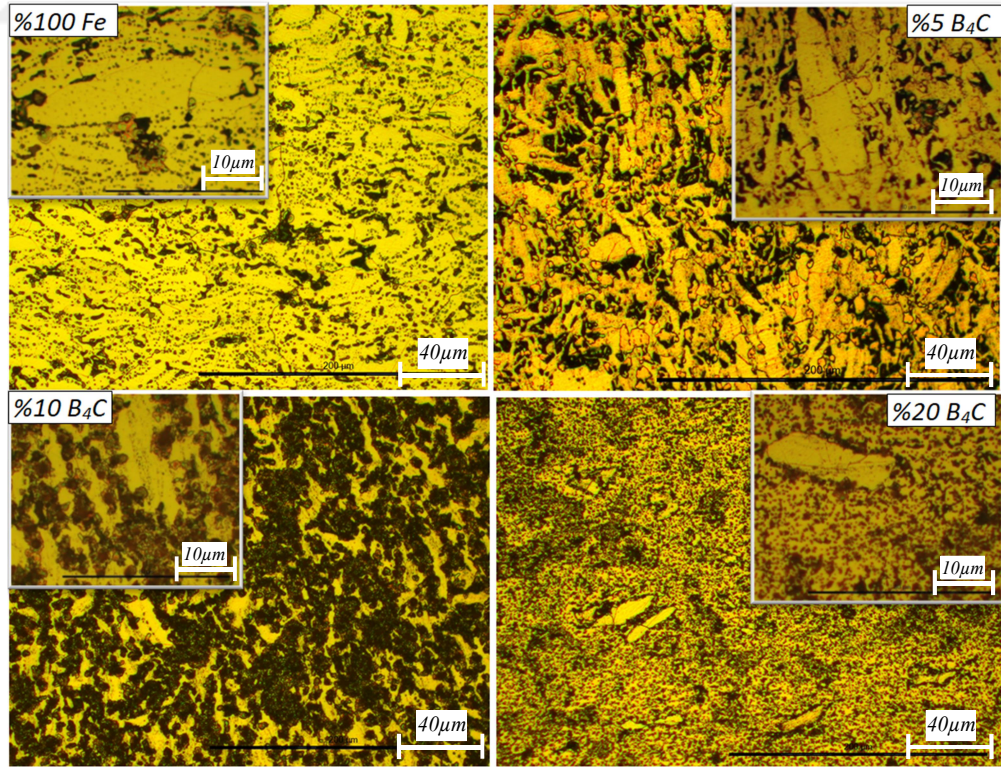
En derin ve geniş çatlak DT600_N20 numunesinin en üst katmanında 120 μm ve 4,5 μm olarak ölçülmüştür (Şekil 3.132). Çatlak yönlenmesi tabakaya dik yönde olmuştur. Yüzeye çok yakın bölgelerde ($\sim 3\text{-}5\mu\text{m}$) tabakaya paralel yönlenmiş ~ 90 μm uzunluğunda ~ 1 μm genişliğinde mikro çatlaklara nadiren rastlanmıştır.

Tablo 3.14'deki kırık yüzey görüntülerine göre eğme deneyleri sonucunda numunelerin genel olarak gevrek karakterde kırıldığı söylenebilir. Kırılma hasarlarının, yüzeyde termal şok etkisi ile oluşan çatlakların birleşmesi ve ilerlemesi şeklinde olduğu görülmüştür.

3.4 Basınç Destekli Sinterleme İle Üretilen Numunelerin Mikroyapı, Mekanik Özellikleri ve Termal Şok Deneyleri

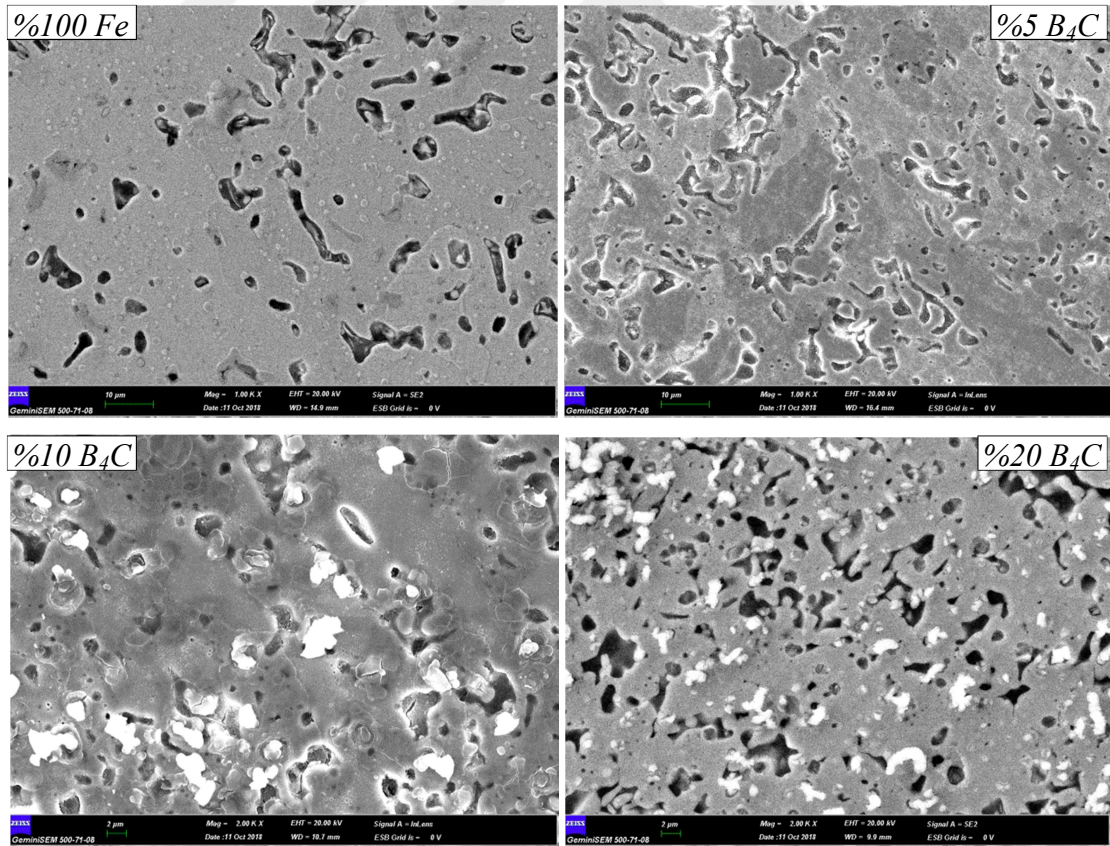
Basıncsız sinterlenen FDM numunelerinde (özellikle $n:1$ ve $n:5$) görülen çarpılma problemini gidermek için üretim prosesinde değişikliğe gidilmek durumunda kalınmış ve numunelerin kesilmeden önce basınç destekli sinterlenmesine karar verilmiştir. Sıcak preste çelik kalıp içerisinde kompaktlanan numuneler Bölüm Mekanik laboratuvarında

bulunan MSE 1100-50 atmosfer kontrollü manuel sıcak preste (max 1100°C, 50 ton) (Şekil 2.23) kare boşluklu 2220 grade grafit kalıpta (Şekil 2.24) 3 ton basınç altında 1000°C’de 30 dakika sinterlenmiştir. Ayrıca, hazırlanan derecelendirilmemiş numuneler (Fe+%5-%10-%20B₄C, takviyesiz %100 Fe) ve sadece 10. katmanı Fe+%20B₄C takviyeli numuneler aynı şekilde basınçlı sinterlenmiştir. İşlem sonunda numunelerin hiçbir şekilde çarpılmaya uğramadan başarılı şekilde üretildiği gözlenmiştir. Sonrasında tel erozyon ile 55x10x10mm ölçülerinde kesilen numunelerin yüzeyleri parlatılmış, termal şok, darbe ve eğme deneyleri yapılmıştır. Farklı bölgelerden kesitleri alınan numune örneklerinden mikroyapı ve mikrosertlik ölçümleri yapılarak termal şok öncesi ve termal şok sonrası değişimleri mukayese edilmiştir. Derecelendirilmemiş numunelere ait Şekil 3.134’deki mikroyapı fotoğrafları incelendiğinde küçük boyutlu sahip B₄C partiküllerinin büyük Fe taneleri etrafında ve genel olarak matriks içerisinde homojen olarak dağıldığı ve difüzyon sonunda matriks içerisine yayındığı görülmektedir. Daha önceki numunelerde yapı içerisinde yayınmadan artık olarak kalan büyük B₄C partiküllerine bu numunelerde rastlanmamıştır.



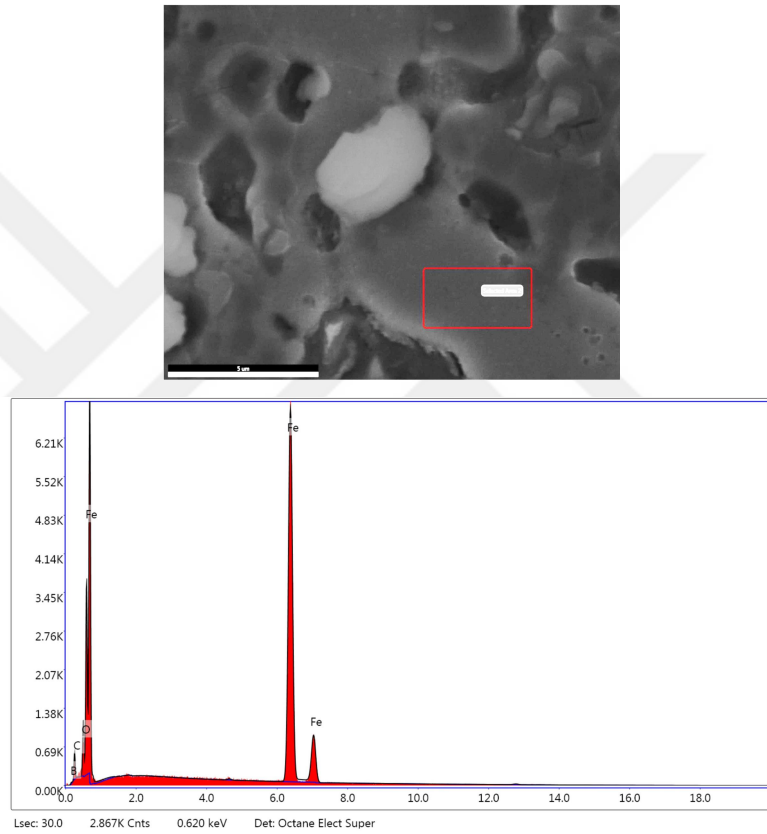
Şekil 3.134. Basınçlı sinterlenen derecelendirilmemiş kompozit numunelerin optik mikroyapı görüntüleri.

Şekil 3.135'te SEM görüntülerinde de gözenek oluşumları açıkça görülmektedir. Bazı numunelerde oksit oluşumları da göze çarpmaktadır. Yapılan EDX analizinde yüzeydeki demir, bor, karbon ve oksijen elementlerinin (Fe, B, C ve O) ağırlıkça ve atomsal yüzde değerleri Şekil 3.136'da belirtilmiştir. Oksitlenmiş bölgenin etrafındaki noktada atomsal olarak %64 Fe, %21 Karbon, %8,8 Oksijen ve %6,31 Bor atomu tespit edilmiştir. Şekil 3.137'de kırık yüzeyden alınan SEM görüntülerinde matriks içerisindeki yayılım bölgelerinin kırık yüzey içerisindeki görünümü ve takviye oranının artmasına bağlı olarak kırılma morfolojisindeki değişimi açıkça fark edilebilmektedir. Takviyesiz Fe numunesinde partiküller arası boyun-bağ oluşumu ve gözenekler oldukça belirgindir ve kırılma şekli sünek karakterdedir. Yayılım bölgelerinin bütün matriks yüzeyini kapladığı Fe+%20B₄C numunesinin kırılma türü gevrek kırılmaya işaret etmektedir. Termal şok öncesinde FDM numunelerden alınan mikroyapı fotoğrafları Şekil 3.138-3.141'de görülmektedir.



Şekil 3.135. Basıncılı sinterlenen derecelendirilmemiş numunelerin SEM görüntüleri.

Sinterleme prosesinin ayrılmaz bir parçası olan gözenekler, toz yığınlarında parçacıklar arası boşluklar şeklinde bulunur. Sinterleme esnasında oluşan gözenekler eşit olmayan faz dağılımları, dengesiz difüzyonlar, ortamla reaksiyona girme veya erimenin sonrasında sıvının kılcal olarak yayılmasından oluşabilir. Parça yoğunlaşmasıyla gözenek boyutu azalabilir. Reaksiyonlar sonucunda oluşan fazlar yoğunlaşma yerine şişmeyle birlikte gözenek hacminde de artışına neden olur.

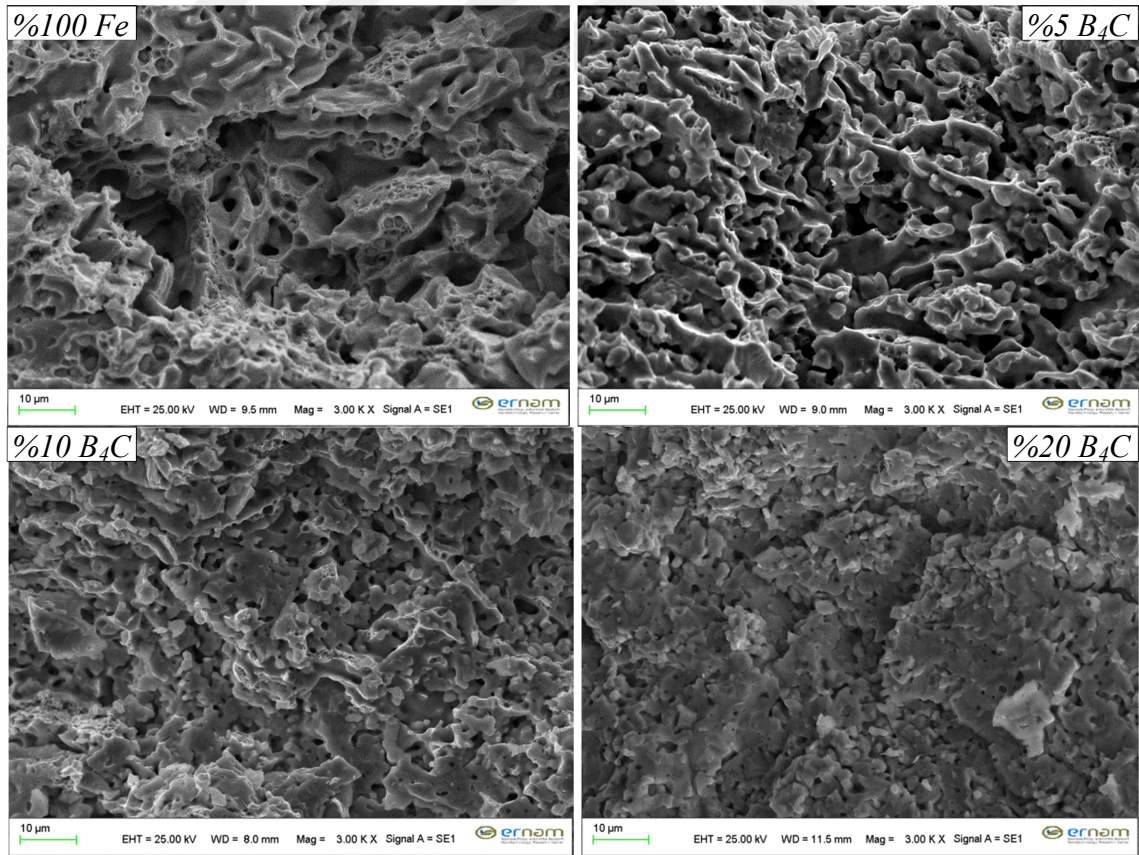


a) Element	%Ağırlık	%Atom
<i>C</i>	10.01	17.66
<i>O</i>	51.01	67.55
<i>Fe</i>	38.98	14.79

b) Element	%Ağırlık	%Atom
<i>B</i>	1.69	6.31
<i>C</i>	6.26	21
<i>O</i>	3.51	8.84
<i>Fe</i>	88.53	63.85

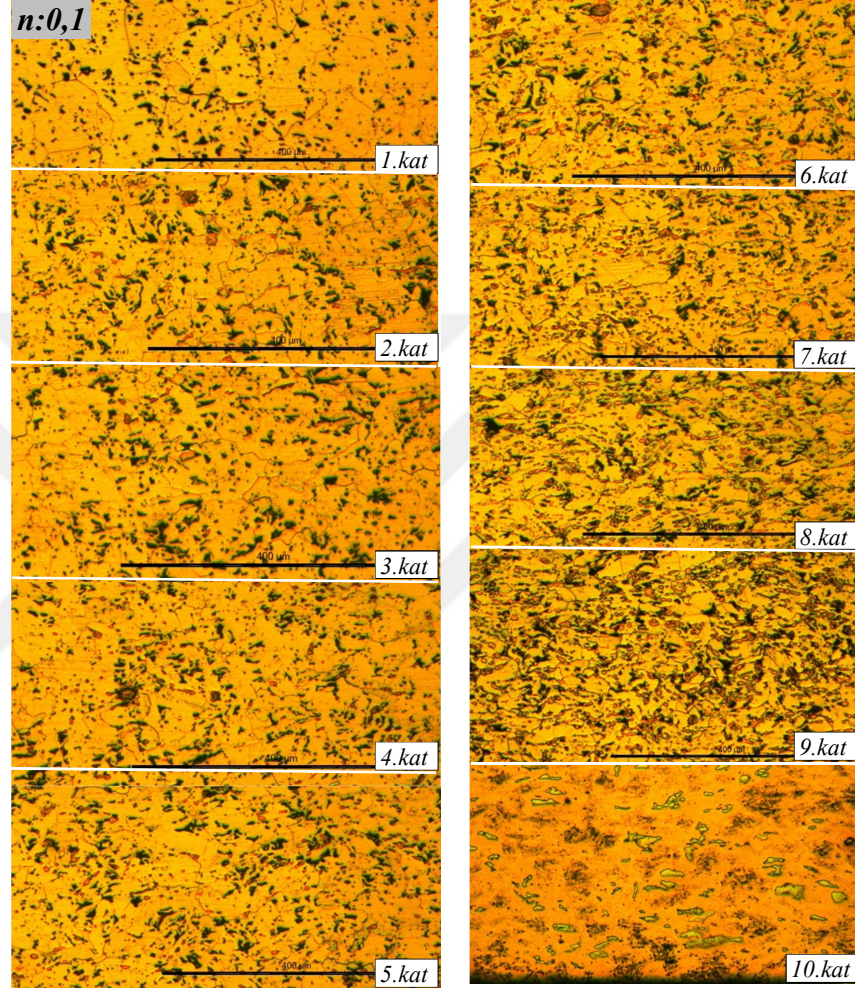
Şekil 3.136. Fe+10B₄C numunesi yayılım bölgesi EDX analizi.

Difüzyon ısıtma esnasında karışım tozları arasında meydana gelir. Takviye edilen partikül eğer matriks içerisinde çözünüyorsa merkezden yayılacak şekilde difüze olur ve arkasında bir gözenek bırakır. Eşit olmayan difüzyon hızları şişmeye neden olur. Numunenin hazırlanması esnasında gözenek yapısı korunmalıdır. Üzerinde işlem yapılan numunelerde gözeneklerin şekli bozulur. Dağlama işlemi de gözenekleri genişleten ve olduğundan fazla görünmesine neden olan bir faktördür. Bu nedenle sinterlemede parçacık boyutu tek faktör değildir. Gözenekler basit geometrilerde olabildiği gibi daha karmaşık şekillerde ve homojen olmayan dağılımlarda bulunabilirler. Gözeneklerin boyutu ve şekli sinterleme sırasında değişiklik gösterir. Yüksek yoğunluklu ham parçaların küçük boyutlu dağılıma sahip gözenekleri bulunur. Bu, daha iyi sinterleme yoğunlaşmasının göstergesidir. Gözenekliliğin azalmasına rağmen büyük olan az gözenek, küçük gözenekler kayboldukça genişler ve büyür [173,174].

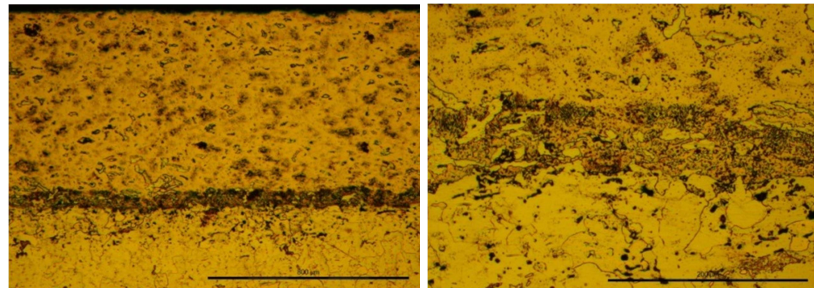


Şekil 3.137. Basınçlı sinterlenen derecelendirilmemiş kompozit numunelerin kırık yüzey SEM görüntüleri.

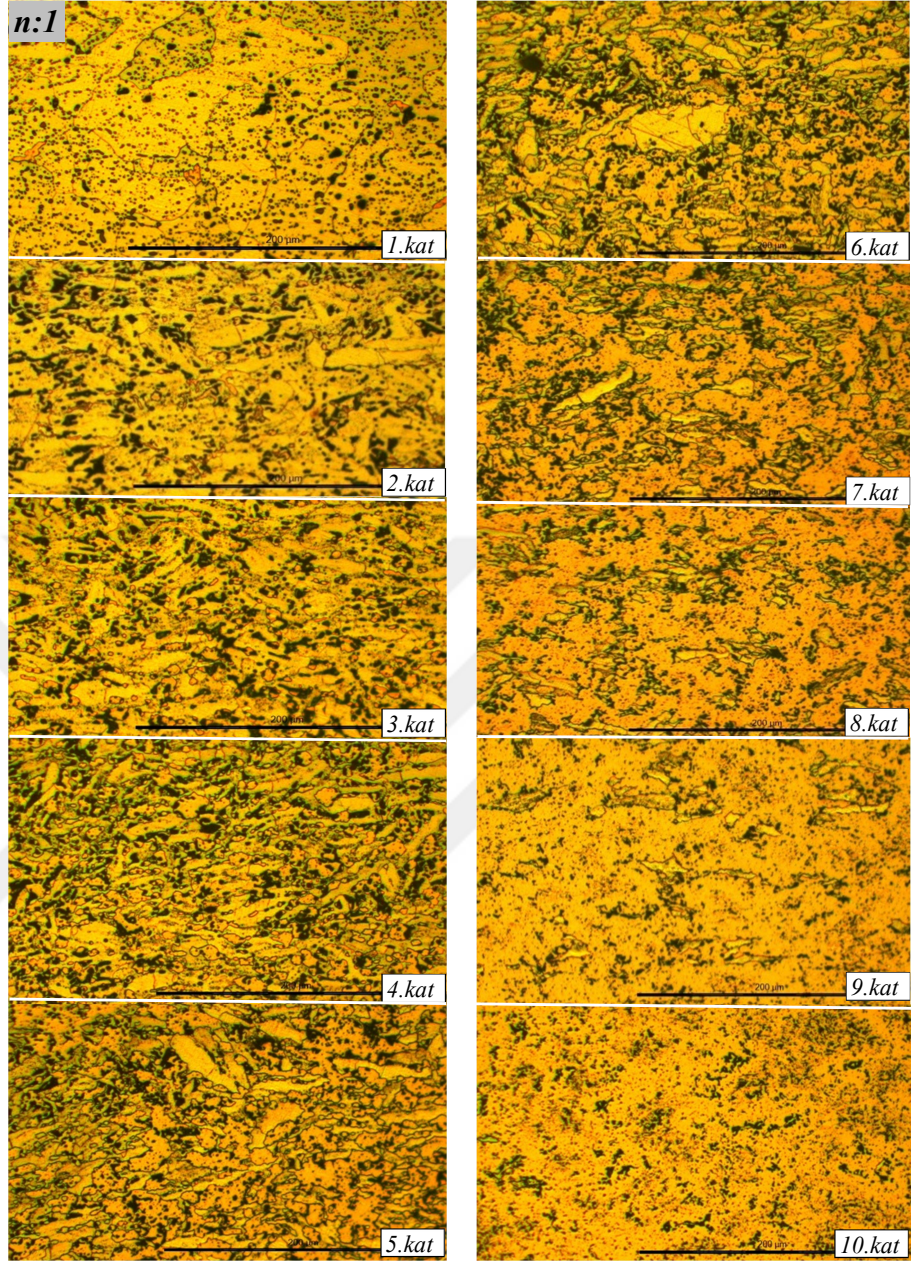
Mikroyapı fotoğraflarına göre FDM numunelerin katmanlar arasında herhangi bir ayrılma veya çatlak oluşumu gözlenmemiş, katmanlar arası geçiş gayet dengeli olmuştur.



Şekil 3.138. Basınçlı sinterlenen FDM $n:0,1$ numuneleri katman mikroyapı görüntüleri.

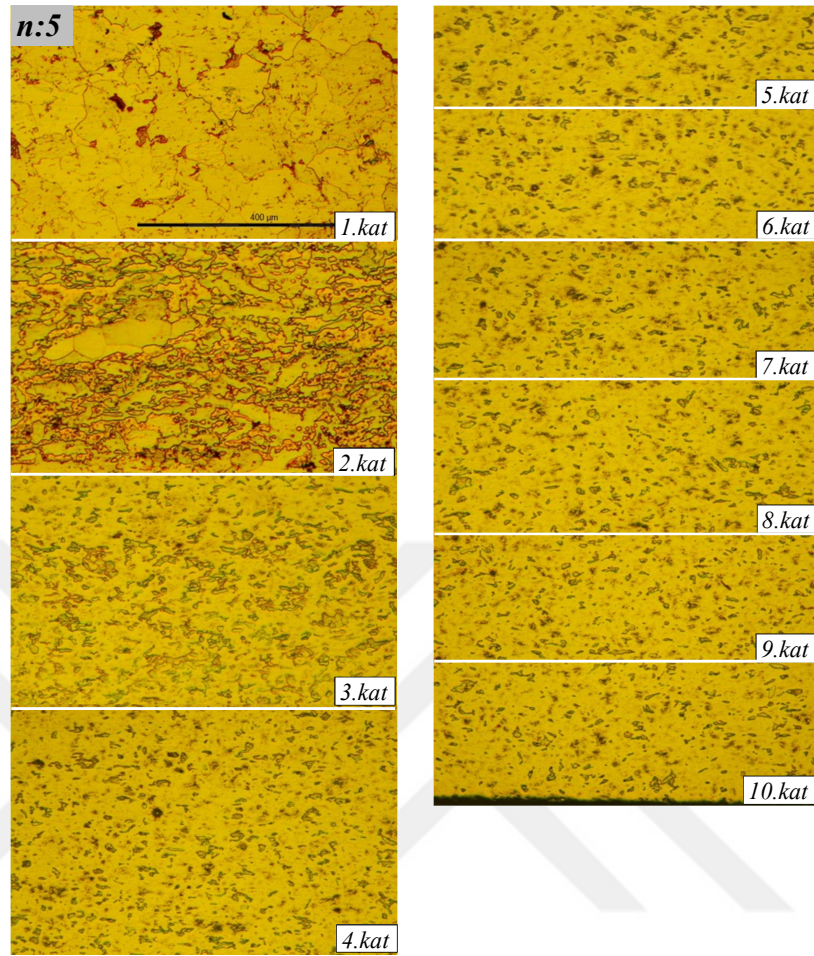


Şekil 3.139. 10.katmanı $20B_4C$ takviyeli numunenin 9-10. katman sınırı.

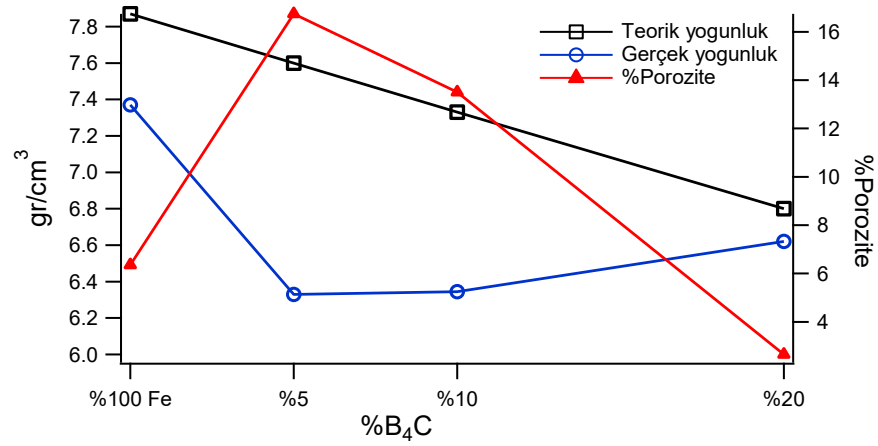


Şekil 3.140. Basıncılı sinterlenen FDM $n:1$ numuneleri katman mikroyapı görüntüleri.

Derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin merkez bölgelerinden alınan örnekler parlatıldıktan sonra Arşimet yöntemi ile yoğunlukları hesaplanmıştır. Elde edilen verilere göre Şekil 3.142-3.143 grafikleri oluşturularak takviye oranı ve kompozisyonel gradyant değerine göre yoğunluk değişimleri incelenmiştir.



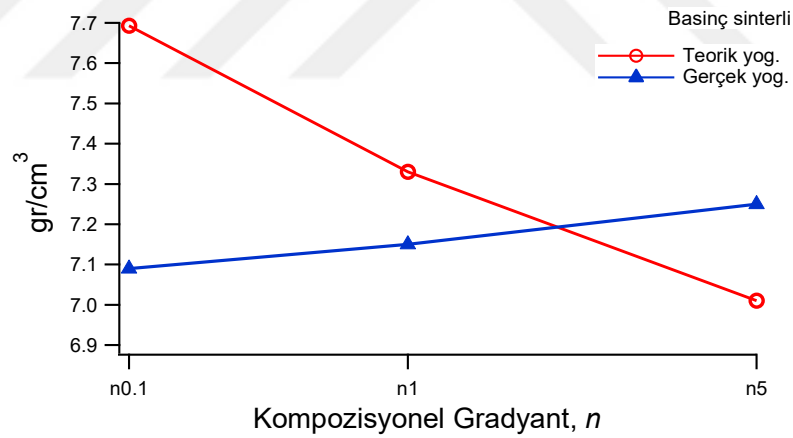
Şekil 3.141. Basıncı sinterlenen FDM $n:5$ numuneleri katman mikroyapı görüntüleri.



Şekil 3.142. Basıncı sinterlenen derecelendirilmemiş numunelerin yoğunluk ve porozite değişimi.

Şekil 3.142 grafiği incelendiğinde, takviyesiz Fe numunesine %5 B₄C ilavesi ile yoğunluk değeri aniden azalmış, porozite ise artmıştır. Bu değerden sonra ise yoğunluk artmış, porozite azalmıştır. Gerçek yoğunluk değerleri teorik yoğunluk değerlerinden düşük çıkmış ayrıca değişim teorik eğri ile paralel olmamıştır. Gerçek yoğunluk değerleri %100 Fe numunede 7,37 gr/cm³, diğer takviyeli numunelerde sırasıyla 6,33 gr/cm³, 6,34 gr/cm³, 6,62 gr/cm³ olmuştur. Takviyeli numunelerde yoğunluk değerlerinin tamamı takviyesiz Fe numunesinden düşük olmuş fakat artan %B₄C oranına bağlı olarak artan Fe₂B fazı yoğunluğu artırmıştır. Porozite değeri ise en yüksek %5B₄C takviyeli numunede %16,7 olarak ölçülmüştür.

Basıncısız sinterlemede artan %B₄C oranlarında porozitenin sürekli olarak arttığı ve %20B₄C takviyeli numunede %11 oranında porozitenin oluştuğu açıklanmıştır. Basınç destekli sinterleme ile gözenek oluşumunun önlendiği ve porozite oranının %20B₄C takviyeli numunede %2,6 seviyesine azaldığı açıkça görülmektedir.



Şekil 3.143. Basınçlı sinterlenen FDM numunelerin yoğunluk ve porozite değişimi.

Şekil 3.143'te FDM numunelerinin n değerine bağlı yoğunluk değişimleri incelendiğinde, artan n değerleri ile yoğunluk değerleri de artmış porozite ise azalmıştır. Yoğunluk değerleri sırayla 7,09 gr/cm³, 7,15 gr/cm³ ve 7,25 gr/cm³ ölçülmüştür. FDM'lerdeki teorik yoğunluk değerleri, bütün katmanlar için kullanılan B₄C toz miktarı ile Fe toz miktarı toplanarak hesaplanmıştır. Buna göre n:0,1 numunesi hacimce %3,3, n:1 numunesi %10, n:5 numunesi ise %16 oranında B₄C içermektedir. Grafikte en dikkat çeken nokta n:5 numunesinin gerçek yoğunluk değerinin teorik yoğunluk

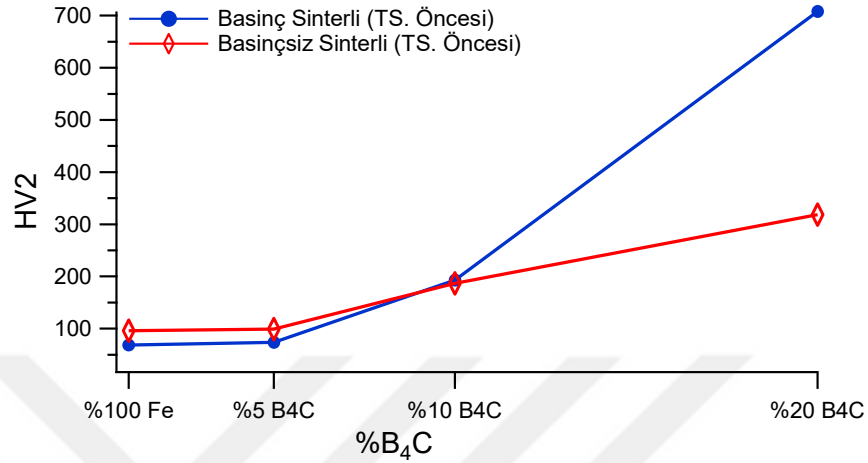
değerinin üzerinde çıkmasıdır. Bu numuneler için yoğunluk ölçümleri en az 3 kere tekrarlanmış, her ölçüm birbirine çok yakın çıkmış ve ortalama değerleri alınmıştır. Sonucun bu şekilde çıkmasında bir hata bulunmamaktadır. Çünkü teorik olarak yapılan yoğunluk hesabında takviye elemanı olan B_4C 'nin yoğunluğu ($2,52 \text{ gr/cm}^3$) dikkate alınmaktadır. Fakat ölçüm yapılan numunelerde B_4C , sinterleme işleminden sonra matriks içerisinde partikül olarak kalmamakta, Fe ile reaksiyon sonucunda matrikse yayınarak Fe_2B fazını oluşturmaktadır. Dolayısı ile numunenin yoğunluğu üzerinde Fe matriks ve Fe_2B fazının yoğunluğu dikkate alınmalıdır. Fe_2B fazının gerçek yoğunluk değeri $7,32 \text{ gr/cm}^3$ olarak bilinmektedir. $n:5$ numunesinin gerçek yoğunluğu ise $7,25 \text{ gr/cm}^3$ olarak ölçülmüştür. Yani sinter sonrasında $n:5$ numunesinin tamamı Fe_2B fazından teşkil olsa bile gerçek yoğunluk değeri teorik değer üzerinde kalmış olacaktır. Mikroyapı fotoğraflarda görülen porozitenin varlığı burada da kendisini göstermiştir. Derecelendirilmemiş $\%20B_4C$ takviyeli numunede de benzer eğilim görülmektedir (Şekil 3.142).

Teorik hesaplamalarda olması gereken B_4C yerine Fe_2B fazının yoğunluğunun dikkate alınmasıdır fakat sinter sonunda iç yapıda ne kadar hacimde Fe_2B fazının bulunduğunu hesaplamak şu an için mümkün görünmemektedir ve bu konuda bir çalışmaya da rastlanmamıştır. Ancak bir B_4C partikülünün ortalama ne kadarlık bir Fe_2B yayılım bölgesinin oluşmasını sağladığı hesaplanabilirse, başta takviye edilen $\%B_4C$ oranına göre sinter sonrasında iç yapıdaki hacimsel Fe_2B fazının miktarı yaklaşık hesaplanabilir.

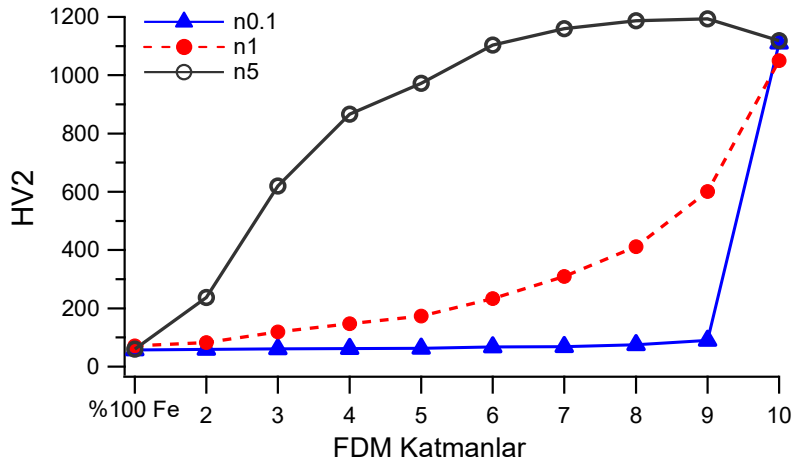
Basınçlı sinter sonrasında derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin sertlikleri Vickers skalasında 2 kg yük uygulanarak belirlenmiştir. Şekil 3.144-3.145'de sertlik değişim grafikleri görülmektedir. Derecelendirilmemiş numunelerin sertlik değerleri takviye oranı arttıkça artmıştır. En yüksek sertlik değeri $\%20 B_4C$ takviyeli numunede ölçülmüştür. Basıncsız sinterlenen $\%20 B_4C$ takviyeli numunede sertlik 318 HV2 iken basınç destekli sinterleme sonucunda sertlik 708 HV2 olmuştur. Basınçlı sinterlemenin $\%10$ takviye oranına kadar etkisi belirgin olmamıştır.

Şekil 3.145 grafiği incelendiğinde FDM numunelerin sertlik değişimlerinin, Şekil 3.123'deki fonksiyonel gradyanta göre takviye oranı değişimi ile oldukça uyumlu

olduğu görülmektedir. $n:0,1$ numunesinde sertlik 9. katmana kadar yaklaşık aynı değerlerdeyken (ortalama 65 HV2) 10. katmanda aniden 1110 HV2 değerine çıkmıştır.



Şekil 3.144. Derecelendirilmemiş numunelerin basınçsız-basınçlı sinter sonrası sertlik değişimi.



Şekil 3.145. FDM numunelerin kompozisyonel gradyant değerlerine göre sertlik değişimi.

$n:1$ numunesinin sertliği yaklaşık lineer artış göstererek en üst katmanda (%20B₄C takviyeli) 1050 HV2 olarak ölçülmüştür. $n:5$ numunesinin ise 2. katmanında sertlik

aniden artmış (237 HV2), katmanda 1103 HV2 olmuş, en üst katmanda 1118 HV2 ölçülmüştür. Bu numunenin özellikle üst 6 katmanı başta olmak üzere takviyelendirilmiş bütün katmanları diğer FDM numunelere göre oldukça yüksek sertlik değerine sahiptir.

3.4.1. Termal Şok Deneyleri

Mikroyapı özellikleri araştırılan derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin termomekanik davranışlarını karakterize edebilmek için termal şok deneyleri yapılmıştır. Önceki bölümlerde farklı parametrelerde yapılan termal şok deneylerinde numunelerin mekanik özellikleri üzerinde termal çevrim sayısının daha etkin olduğu gözlenmiştir. Bu nedenle bu bölümde test edilecek numunelerde termal genlik değerinin sabit tutularak artan çevrim sayısının mikroyapı ve mekanik özellikler üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Basıncsız sinterli FDM $n:0,1$ numunesinin, termal genlik ve çevrim sayısının artmasıyla daha düşük kırılma enerjisi ile hasara uğradığı Şekil 3.133 grafiğinde incelenmişti. Bu nedenle buradaki deneylerde termal genlik değeri DT600 ($\Delta T=600^\circ\text{C}$) olarak sabit tutulmuş ve çevrim sayıları (N) 1-5-10-25-50 olacak şekilde değiştirilmiştir. Böylelikle numuneler en zor termal şartlar altında test edilmiş olacaktır. Uygulanan termal şok deney parametreleri Tablo 3.15'te görülmektedir.

Termal genlik (ΔT) için, arka yüzeyin üst sıcaklığı 625°C , alt sıcaklığı 25°C olacak şekilde 600°C 'lik sıcaklık farkı oluşturulmuştur. Ek-2'deki ön ve arka yüzey sıcaklık verilerine göre arka yüzey 625°C iken (pirometre) ön yüzey 790°C , arka yüzey ise 820°C olmaktadır (R termokupl). Ön ve arka yüzey arasında oluşan sıcaklık farkı ise 165°C olmaktadır. Deneyler oksipropan alevi ile ısıtma, basınçlı hava+su ile soğutma yöntemi ile yapılmıştır. Aynı kompozisyona sahip numuneler 4 adet olarak pabuca yerleştirilmiş ve aynı şartlarda testlere tabi tutulmuştur. Şekil 3.146'da termal şok öncesi ve sonrasındaki Fe+%20B₄C numunesi görülmektedir.

Tablo 3.15. Derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin termal şok deney parametreleri.

Numune kodu	Alt sıcaklık (arka yüzey)	Üst sıcaklık (arka yüzey)	ΔT (°C)	Çevrim sayısı (N)	Ön yüzey sıcaklığı (°C) (yaklaşık)	Ön-Arka Yüzey Sıcaklık Farkı (°C)
<i>%100 Fe</i>	25	625	600	0-1-5-10-25-50	790	165
<i>%5 B₄C</i>						
<i>%10 B₄C</i>						
<i>%20 B₄C</i>						
<i>n:0,1</i>						
<i>n:1</i>						
<i>n:5</i>						
<i>10. katmanı %20B₄C</i>						

Şekil 3.146. Fe+%20B₄C numunesinin DT600_N25 deneyi öncesi ve sonrasındaki görünümü.

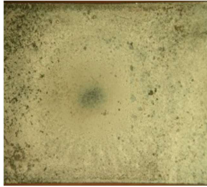
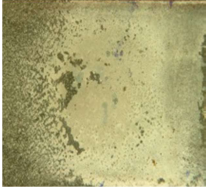
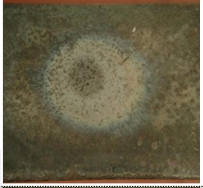
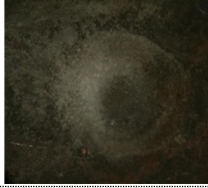
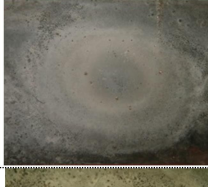
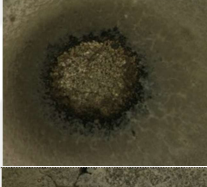
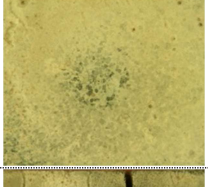
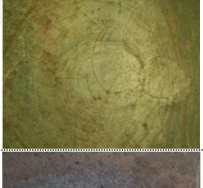
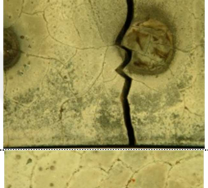
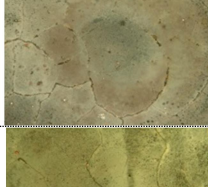
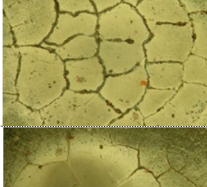
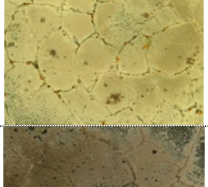
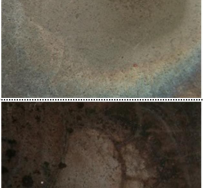
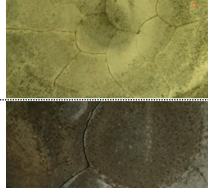
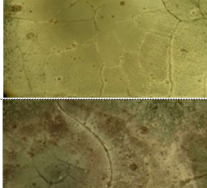
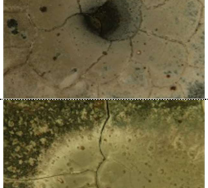
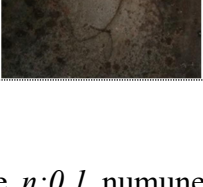
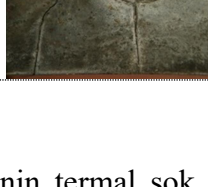
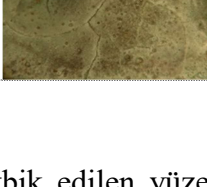
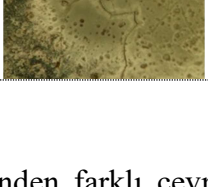
Termal şok deneylerinde 1 çevrim en az 3 dakika sürmüştür. N25 çevrimi ortalama 75 dakika, N50 çevrimi ise 150 dakika sonunda tamamlanmıştır. Uygulanan termal çevrimlere ait sıcaklık değişim grafikleri Ek-5'te gösterilmiştir. Sistematik olarak tatbik edilen test parametreleri ile sıcaklık değerleri her termal çevrim için standart şekilde değişmiştir.

Çevrim sonunda numuneler pabuçtan çıkarılmış, yüzeylerine herhangi bir işlem uygulanmadan makro muayene, darbe ve eğme deneyleri ile mikroyapı ve sertlik incelemelerine geçilmiştir. Numunelerin ön yüzey ve yan kenarlarındaki hasar-çatlak oluşumları öncelikle makro fotoğraflara ve SEM görüntüleri alınarak incelenmiştir. Tablo 3.16'da 1-10-25 ve 50 çevrim termal şok uygulanan numunelerin ön yüzey makro fotoğrafları görülmektedir.

Fotoğraflar genel olarak incelendiğinde çevrim sayısının artması ile yüzeyde oluşan çatlak oluşumlarının da arttığı söylenebilir. Takviyesiz Fe numunesinde herhangi bir çatlak oluşumu makro fotoğraflarda tesbit edilememiştir. %5 ve %10 B₄C takviyeli derecelendirilmemiş numunelerde ise çevrim sayısının artması ile yüzeyde çatlak oluşumları başlamış 50 termal çevrim sonunda oldukça belirgin bir hal almıştır. Hasar oluşumuna veya çatlak başlangıcına karşı en hassas tepki veren numune %20 B₄C takviyeli numune olmuştur. İlk çevrim sonunda yüzeyde kılcal çatlaklar oluşmaya başlamış, çevrim sayısının artması ile hem çatlak yoğunluğu hem de çatlak genişlikleri artış göstermiştir. En düşük termal şok çevrimiyle oluşan mikro çatlaklar gelişerek belirgin bir hal almıştır. DT600_N50 deneyi sonrasında pabuçtan alınan %20B₄C numunesinin kendiliğinden hasara uğradığı fark edilmiştir. Hasarın hangi çevrim anında oluştuğu bilinmemektedir. Hasara uğrayan numunenin kırılma görüntüsü Tablo 3.16'da görülmektedir (%20B₄C_N50).

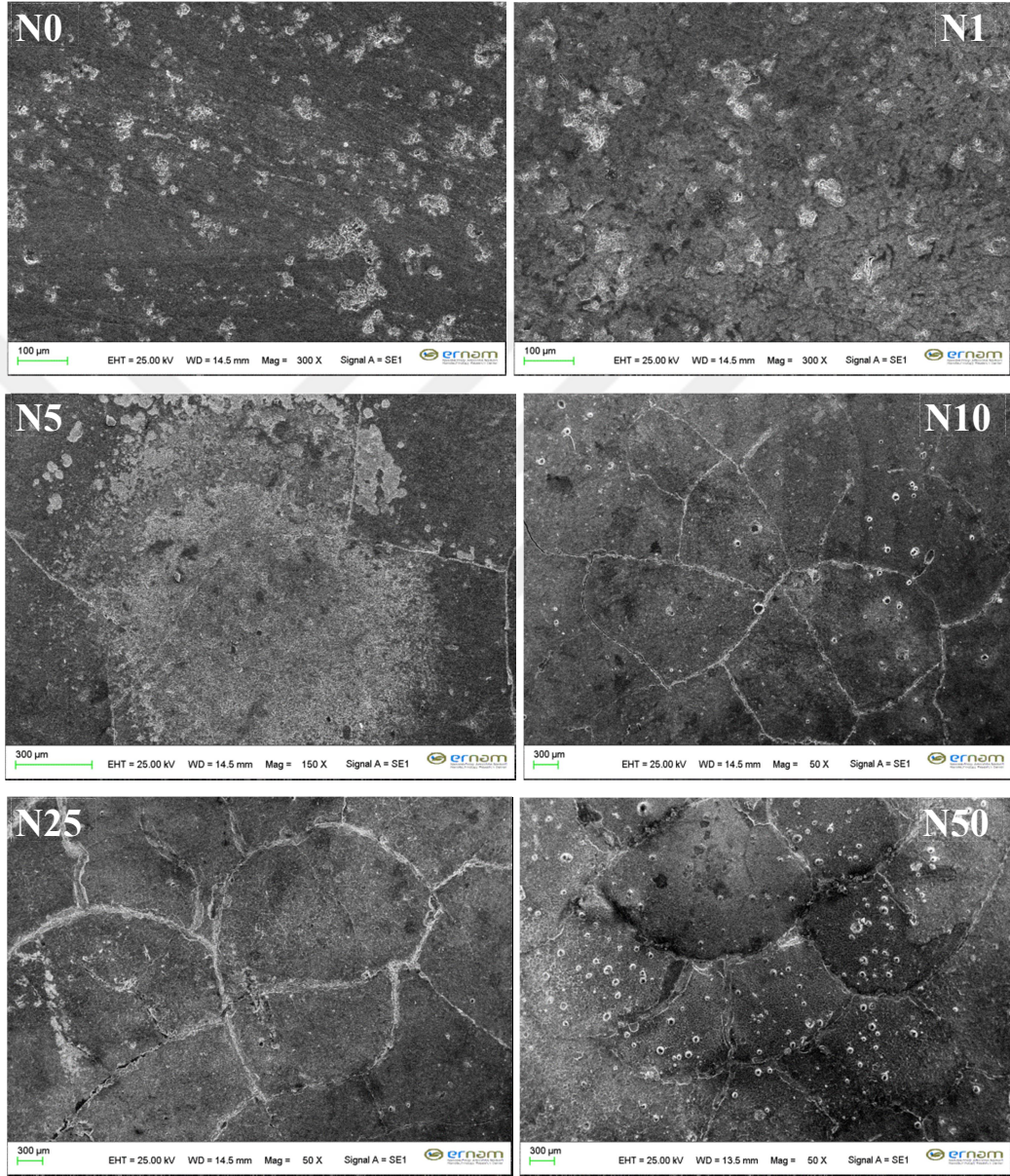
Kırılma, soğutma çevrimleri sonunda yüzeyde oluşan iris şeklindeki bölge civarında başlamış ve tüm kesit boyunca ilerleyerek numune iki parçaya ayrılmıştır. Mevcut numuneler içerisinde en sert ve gevrek karaktere sahip bu numunenin kritik termal şok çevrim sayısının 25 ile 50 çevrim arasında olduğu söylenebilir. Kritik termal şok çevrim sayısının tam olarak tesbit edilmesi önem arz etmektedir. Bunun için özel ölçüm ve malzeme muayene teknikleri gerekmektedir. Numune yüzeyleri genel olarak incelendiğinde basınçlı hava ve soğuk su ile yapılan soğutma sonucu nozuldan yüksek hızla çıkan karışım yüksek sıcaklığa sahip numune yüzeyinde oksit-kireç oluşumlarına neden olmuştur. Yüzeydeki iris benzeri eliptik-dairesel bölgeler çatlak oluşumlarının odak noktasını teşkil etmiştir. Yüzeyde görülen çatlaklar çoğunlukla bu eliptik iris bölgeleri ve civarında oluşmaya başlamış daha sonra radyal yönlerde genişleyerek bütün yüzeye yayılmıştır.

Tablo 3.16. Termal şok sonrası derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin yüzey morfolojileri.

Numune Kodu	<i>N1</i>	<i>N10</i>	<i>N25</i>	<i>N50</i>
<i>%100Fe</i>				
<i>%5B₄C</i>				
<i>%10B₄C</i>				
<i>%20B₄C</i>				
<i>n:0,1</i>				
<i>n:1</i>				
<i>n:5</i>				

Şekil 3.147’de *n:0,1* numunesinin termal şok tatbik edilen yüzeyinden farklı çevrim sayıları için alınan SEM görüntüleri oluşan çatlak yoğunluğu, yayılımı ve genişliklerindeki artışı açıkça göstermektedir. Çevrim sayısının da etkisi ile yine bu bölgede sayıları artan çatlaklar hem yoğunluk olarak artmış hem de çatlak arası

mesafeler genişlemiştir. Termal çevrim sayısının yanında malzeme kompozisyonu da bu oluşum üzerinde en etkili faktör olmuştur.



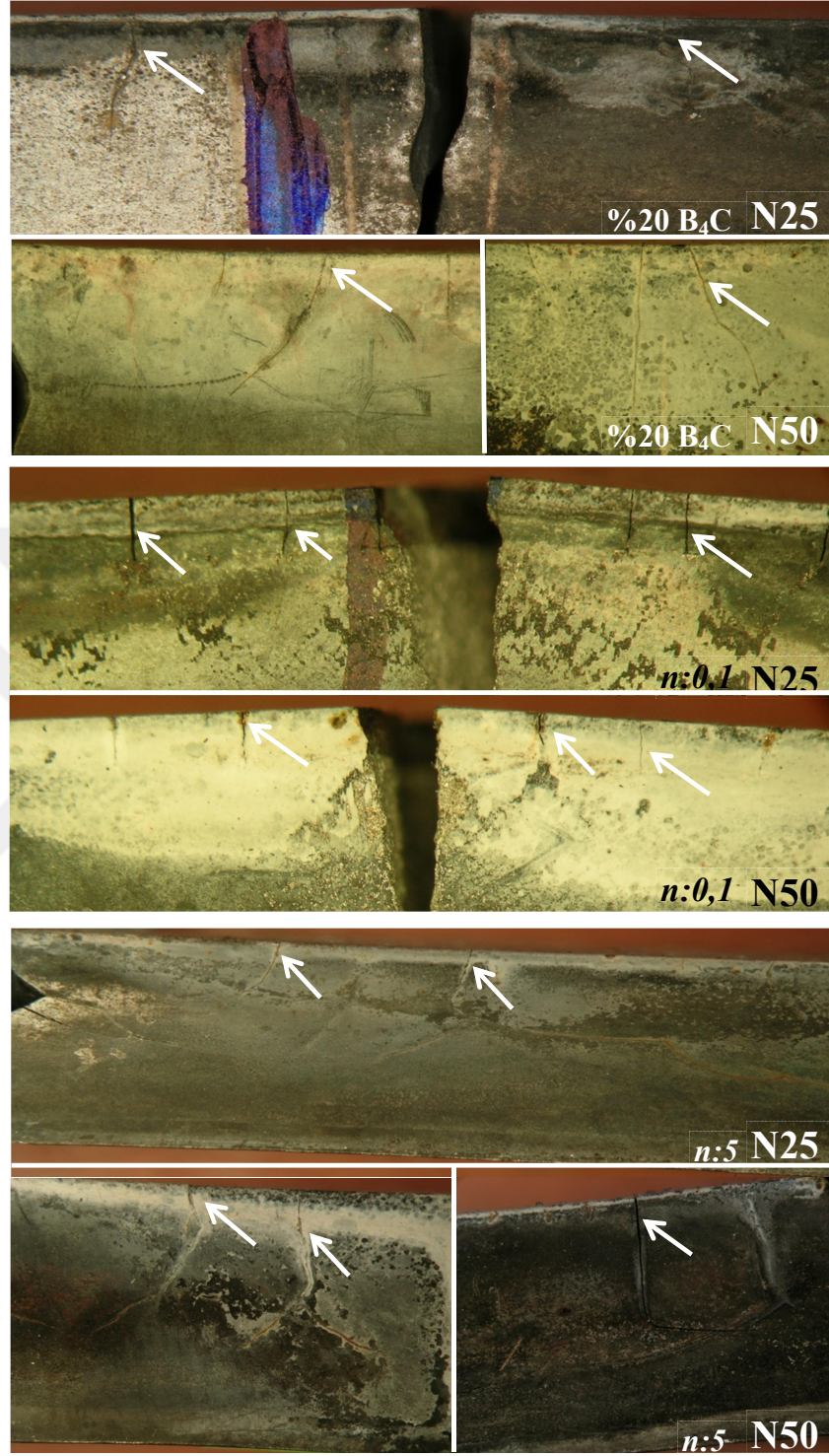
Şekil 3.147. $n:0,1$ numunesinin farklı termal çevrimler sonunda alınan ön yüzey SEM görüntüleri.

Tablo 3.16’da FDM numunelerin yüzey görüntülerinde en dikkat çeken nokta, $n:0,1$ ve $n:1$ numuneleridir. Bu numunelerin en üst yüzeyi $\text{Fe}+\%20\text{B}_4\text{C}$ takviyeli katmandan oluşmaktadır. Fakat aynı termal şok şartlarında derecelendirilmemiş $\%20\text{B}_4\text{C}$ takviyeli

numunede görülen yüzey hasar derecesi bu numunelerde görülmemiştir. Derecelendirilmemiş %20B₄C takviyeli numunede ilk çevrimde görülen çatlak yoğunluğu bu numunelerde 10 ve 25 çevrim sonlarında oluşmaya başlamıştır. En üst yüzeydeki çatlak yoğunluğu, derecelendirilmeyen numuneye göre kademeli olarak %100 Fe katmana doğru azalan bir içyapı ile önemli oranda azaltılmıştır. Çevrim sayısının artmasıyla bu numunelerde de çatlak yoğunluğu ve çatlak genişlikleri artış göstermiştir. Fakat 50 çevrim sonunda herhangi kırılma hasarı da oluşmamıştır. *n:5* numuneleri, *n:0,1* ve *n:1* numunelerine kıyasla hasar oluşumuna karşı daha belirgin tepkiler vermiştir. *n:5* numunesi açıklandığı üzere hacimsel olarak en fazla %B₄C içeren (%16) FDM yapısıdır ve en üst 4-5 katman yüksek sertlik değerine sahiptir. Derecelendirilmemiş %20B₄C takviyeli numune ile yaklaşık aynı takviye oranına sahip olmasına rağmen 50 çevrim sonunda herhangi kırılma hasarı ile karşılaşılmamıştır. Burada en önemli faktör olarak sert yüzey ve Fe yüzey arasında kademeli bir geçişin sağlandığı FDM yapısı olmuştur. Ön yüzeyde oluşan termal çatlakların katmana dikey yönde ilerlediğini gösteren

Şekil 3.148'deki fotoğraflar incelendiğinde çatlak derinliği ve genişliğinin yine çevrim sayısının artışıyla orantılı şekilde arttığı söylenebilir. Özellikle N25 ve N50 çevrimleri sonrasında yüzeyde başlayan ve 10. Tabaka kalınlığı boyunca ilerleyen termal çatlaklar dikkat çekmektedir. Diğer bir husus ise, %20 B₄C takviyeli numunede üst yüzeyde başlayan çatlak numunenin kalınlığı boyunca devam etmiş karşı yüzeye kadar ilerlemiştir.

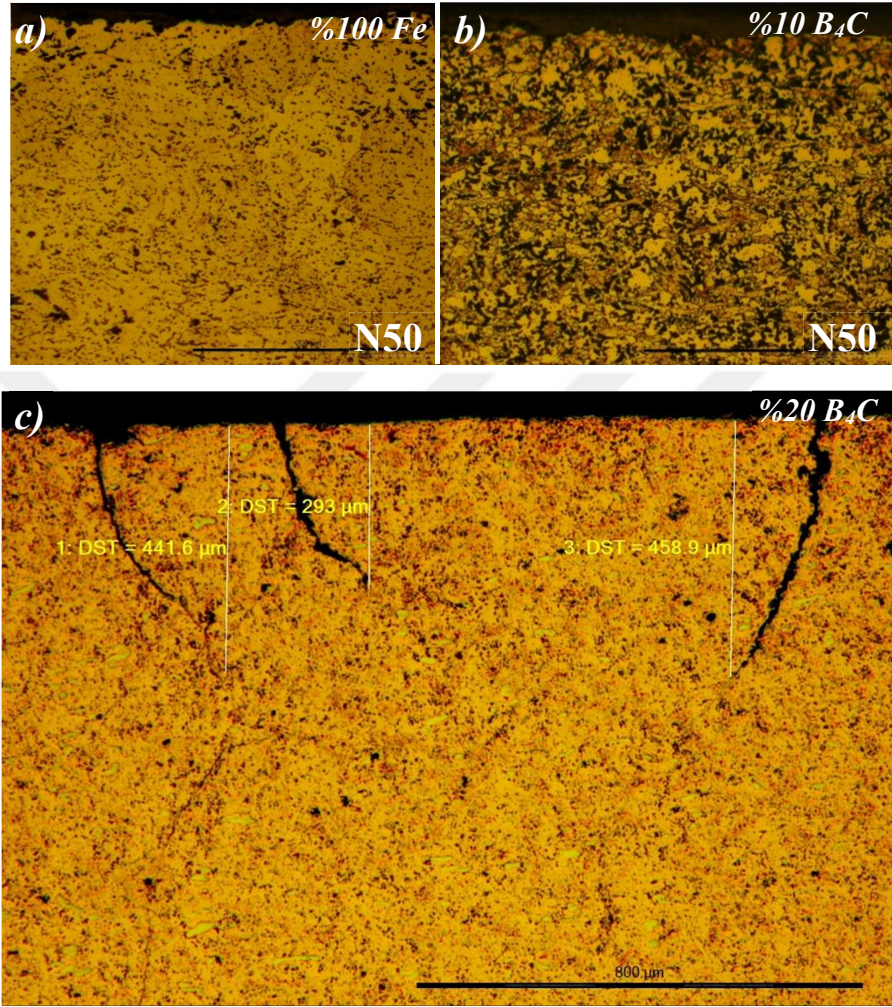
Karşı yüzeye kadar ilerleyen çatlak ise numunenin aniden kırılmasına neden olmuştur. *n:0,1* ve *n:5* numuneleri incelendiğinde, üst katmanda oluşan çatlağın *n:0,1* numunesinde 1 katman, *n:5* numunesinde ise en fazla 4-5 katman boyunca ilerledikten sonra durduğu gözlenmiştir. Katmanlar boyunca azalan takviye oranları ve nihayetinde arka yüzeydeki takviyesiz Fe tabakası çatlak ilerlemesini frenleyen bir unsur olmuştur. Numunelerin farklı noktalarından alınan kesitler mikroyapı incelemelerine tabi tutulmuştur.



Şekil 3.148. Derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin yan yüzey görüntüleri.

Şekil 3.149’da farklı 50 çevrim sonunda ön yüzeye yakın bölgeden (üst tabakadan) alınan mikroyapı fotoğrafları görülmektedir. Görüntüler incelendiğinde takviyesiz ve %10B₄C takviyeli numunelerin 50 çevrim sonunda üst katmanlarda herhangi bir çatlak

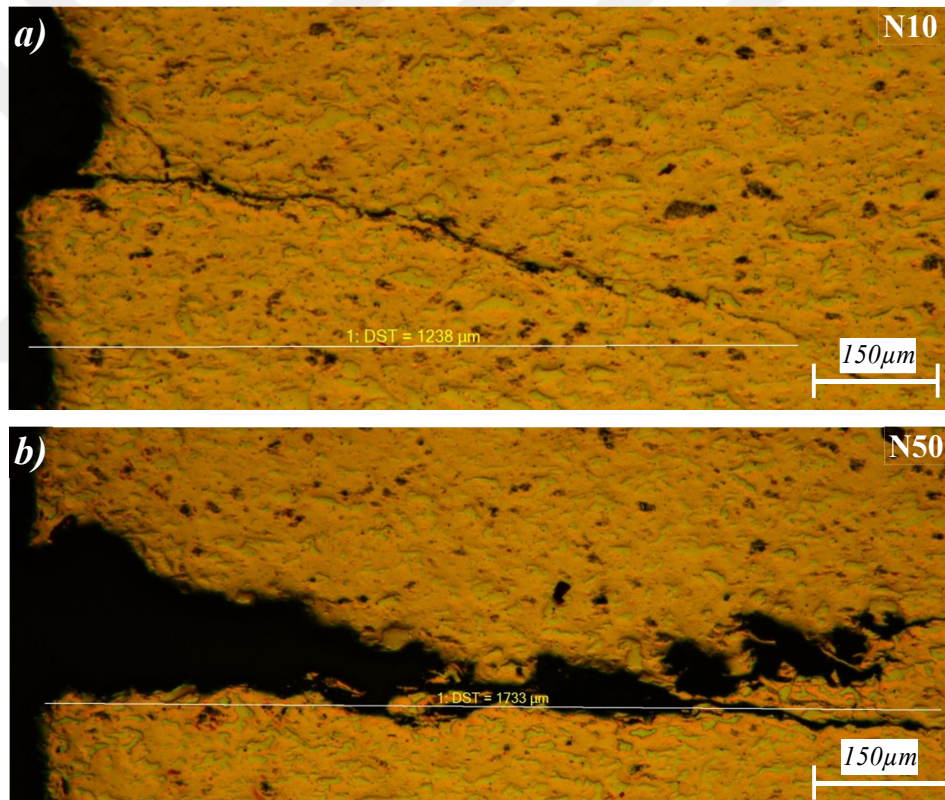
oluşumu görülmemiştir. Fakat %20B₄C takviyeli numunede belirgin ve derin çatlaklar dikkat çekmektedir.



Şekil 3.149. Derecelendirilmemiş a) takviyesiz, b)%10, c)%20B₄C takviyeli numunelerin termal şok sonrası mikroyapı görüntüleri.

$n:0,1$ numunesinde oluşan dikey çatlaklar en fazla en üst katman (10.katman) derinliği boyunca ilerlemiş ve alt katmanda sonlanmış. Fakat $n:1$ ve $n:5$ numunelerinde oluşan çatlaklar daha uzun mesafede ilerlemiş, 3-5 katman sonunda durmuştur. Buraya kadar gözlenen (mikroskopta görünebilen) bütün çatlaklar katmanlara dikey yönde oluşmuştur.

Katmanlar arasında paralel olarak gelişen tek çatlak oluşumu $n:5$ numunesinde görülmüştür. Şekil 3.150'de 10 çevrim sonrasındaki numunenin yaklaşık olarak merkezinde, sağ ve sol kenardan oluşmaya başlayan çatlak görülmektedir. 50 çevrim sonunda numunenin genişliği boyunca ilerlemiştir ve ayrıca çatlak arası genişlikte artmıştır. Numunede herhangi bir ayrılma-kırılma görülmemiştir. Oluşan bu paralel çatlak, $n:5$ numunesinin en sert ve yoğun B_4C takviyeli üstteki 4-5 katman ile geçişin ani olduğu alttaki diğer katman arasında kaynaklanan ve üretim aşamasında bazı numunelerde görülmüştür.



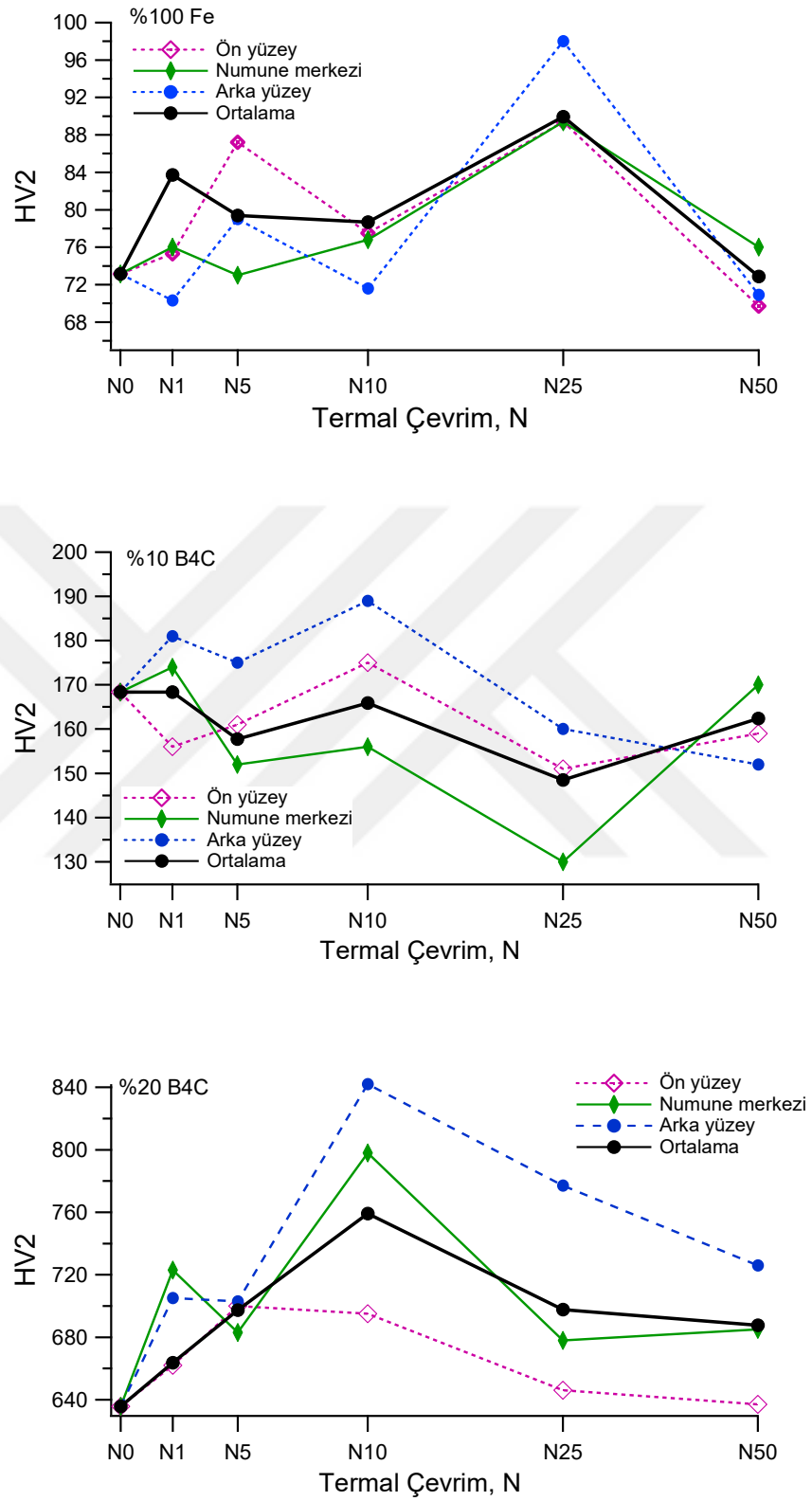
Şekil 3.150. $n:5$ numunesinde katmana paralel gelişen çatlak a)10 çevrim, b)50 çevrim.

Numunelerin sert ve gevrek karakterli ön yüzeyinden tatbik edilen termal şok neticesinde çatlak oluşumu ve farklı numunelerdeki yoğunluk-genişlik-derinlik boyutlarının farklı olmaları birkaç nedenle açıklanabilir. Gevrek malzemelerde yerel sıcaklık değişiminin hızlı ve sıcaklık gradyantının yüksek olması büyük ısıl gerilmelere ve dolayısıyla çatlamalara neden olur.

Malzeme biliminde *ısıl şok* olarak tarif edilen bu oluşum büyük oranda ısı iletim ve ısı genleşme katsayılarına bağlıdır. Ayrıca malzemenin çekme mukavemeti ile elastisite modülü de *ısıl-termal şok* üzerinde etkili faktörlerdir. Isı iletim katsayısı yüksek ve ısı genleşmesi küçük olan bir malzeme lokal bölgede oluşacak ısı enerjisi aniden çevreye dağıtır. Fakat ısı genleşmesi yüksek, ısı iletkenliği düşük bir malzemede sıcaklık gradyanı büyük olacağından lokal bölgedeki hacim artışı çevre yüzeyde büyük gerilme farklarının oluşmasına neden olur. Oluşan çekme-basma gerilmeleri çatlak oluşumu ile sonuçlanır. Yani çatlamanın oluşmayacağı ideal durum yüksek ısı iletkenlik ve düşük termal genleşme oranına sahip numunedir [175].

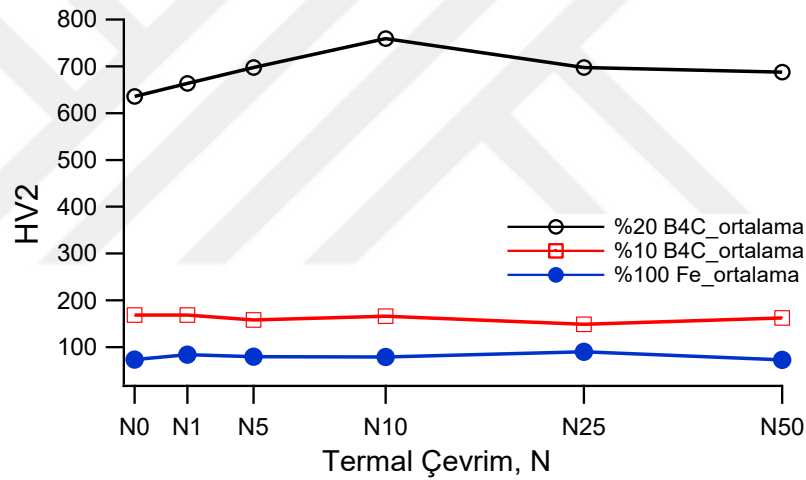
Burada üretilen FDM numuneler iki farklı termal zorlanma altındadır. B₄C yoğun ön yüzeyin ısı iletimi ve termal genleşmesi düşük, arka Fe yüzeyin ise tam tersine termal genleşme ve ısı iletimi yüksektir (Şekil 2.48). Sadece ön yüzeydeki ani sıcaklık değişimleri sonucu ön yüzeyde oluşan ısı gerilmelere ilaveten ön ve arka yüzey arasında da sürekli değişen ısı farkları söz konusudur. Ön ve arka yüzeyin 750°C'deki termal genleşme katsayıları oranı ($\alpha_{Fe}/\alpha_{Fe2B}$) 1,3 'tür. Ön ve arka yüzeyin sürekli ve aniden değişen sıcaklık farkları ani ısı gerilmelere ve nihayetinde çatlak oluşumuna neden olmaktadır. Farklı gradyant değerlerindeki FDM'lerde ısı gerilme değerleri de değişmekte ve oluşan çatlak yoğunluğu ve derinliği de farklı olmaktadır.

Mikro yapı incelemeleri yapılan derecelendirilmemiş ve FDM numunelerinin sertlik ölçümleri yapılarak termal şok parametrelerinin etkileri araştırılmıştır. Ölçümler Vickers skalasında 2 kg yük uygulanarak (HV2) en az 3 tekrarlıma ile alınmıştır. Şekil 3.151'de takviyesiz %100Fe, %10B₄C ve %20B₄C takviyeli derecelendirilmemiş numunelerin termal çevrimler sonrasındaki sertlik değişim grafiği görülmektedir. Sertlik ölçümleri her numunenin ısıtma ve soğutmaya maruz kalan ön yüzeye yakın, numunenin merkezinden ve arka yüzeye yakın farklı noktalardan alınmış ve daha sonra hepsinin ortalaması alınarak genel değişim grafiği oluşturulmuştur.



Şekil 3.151. Derecelendirilmemiş numunelerin bölgesel sertlik değişimleri.

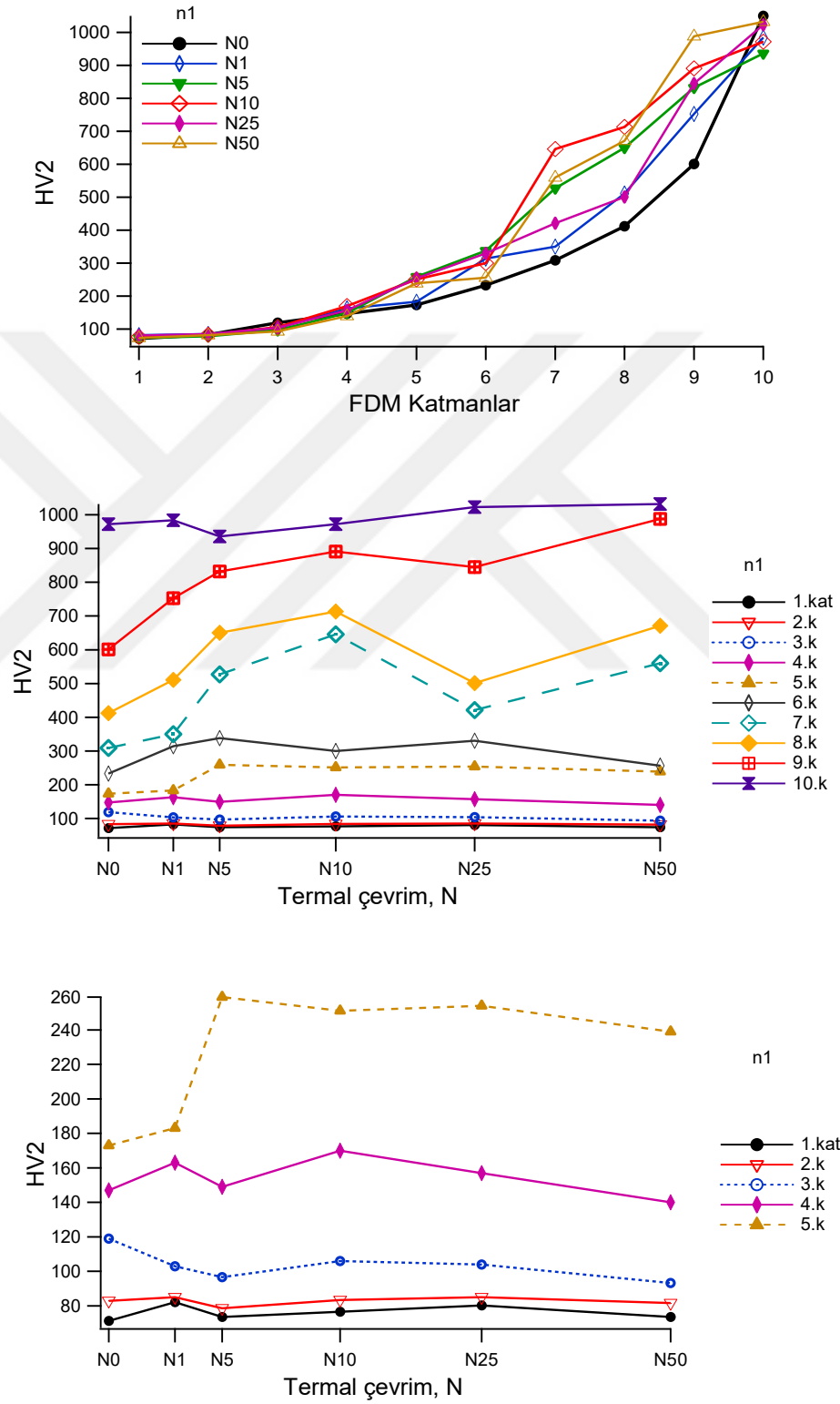
Şekil 3.151 grafiği incelendiğinde %100Fe numunesinin ön yüzey sertliği 25 çevrim sonunda 98HV2 seviyesine çıkan sertlik 50 çevrim sonunda 71 HV2 değerine düşmüştür. %10B₄C ve %20B₄C takviyeli numunede sertlik değişimi bölgeler için uyumlu değişmiş, genel olarak çevrim sayısı arttıkça sertlik değerleri azalmıştır. %20B₄C numunesinde ön yüzey haricinde sertlik 10 çevrime kadar artmış (842 HV2) sonra hızlı şekilde azalmıştır (726 HV2). Bu numunenin ön yüzey sertlik değeri çevrim sayısına en belirgin tepki veren nokta olmuştur. 50 çevrim sonunda sertlik 637 HV2 olarak hesaplanmıştır. Numunelerin arka yüzey sertlik değerleri diğer bölgelerden daha yüksek çıkmıştır. Şekil 3.152 grafiğindeki ortalama sertlik değerleri ise numune kompozisyonu ile uyumlu şekilde artmıştır.



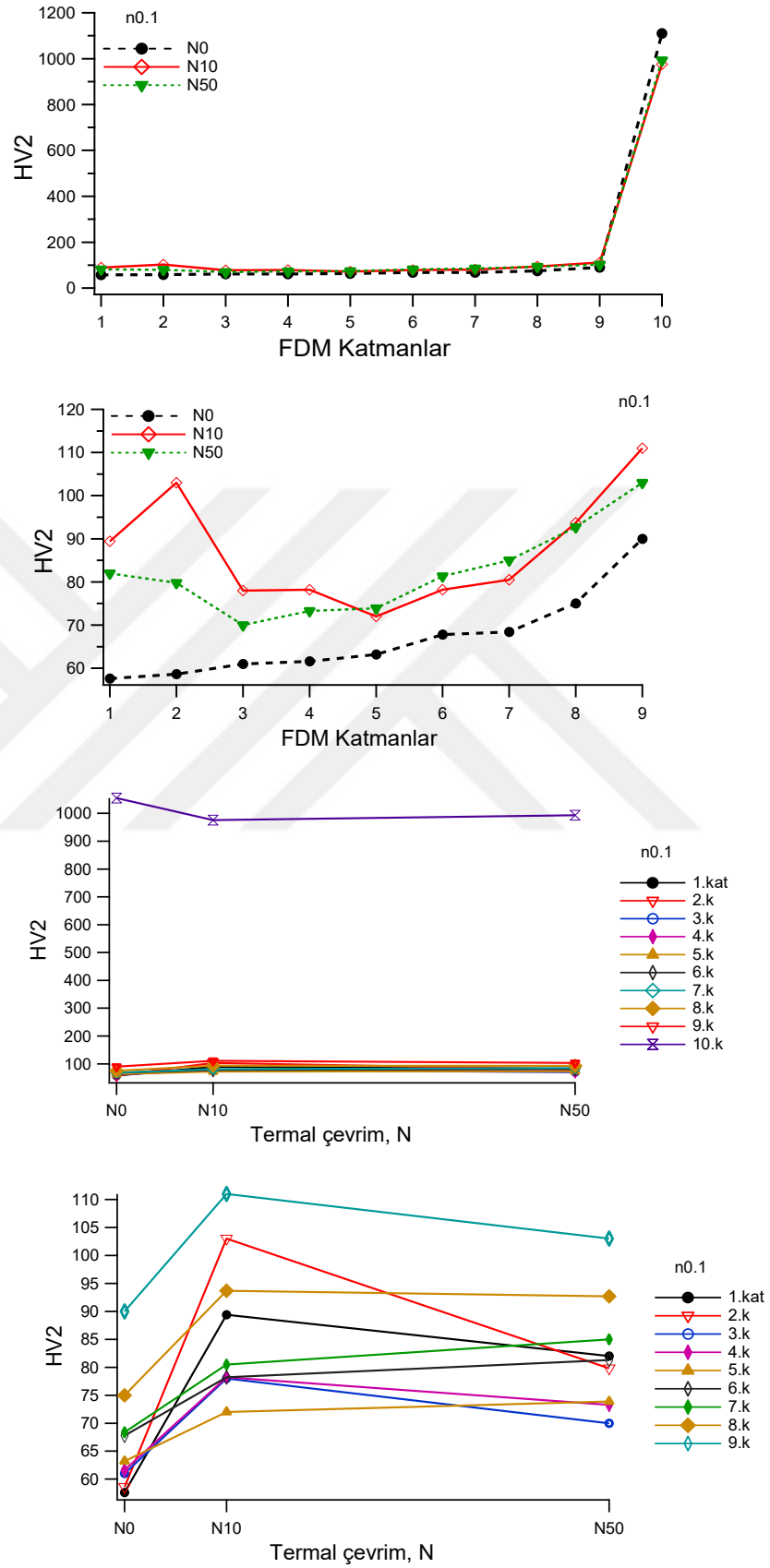
Şekil 3.152. Derecelendirilmemiş numunelerin farklı çevrim sonundaki ortalama sertlik değişimleri.

FDM numunelerin her katmanından tekrarlı şekilde alınan ölçüm sonuçlarına göre Şekil 3.153-3.155 grafikleri oluşturulmuştur. Şekil 3.153'deki *n:1* numunesinin sertlik ölçümlerine göre çevrim sayısının artmasıyla genel olarak katmanların sertliklerinde artış gözlenmiştir. Özellikle ilk çevrim ve 5. çevrimlerde sertlik hızlı şekilde artmış, 25. çevrimde azalmıştır. 50 çevrim sonunda ise genel olarak üst 5 katmanın sertliği artarken alt 5 katmanın sertlik değerleri azalmıştır. *n:0,1* numunesinin sertlik değerleri (Şekil 3.154) 10 ve 50. çevrim sonunda ilk duruma göre artmıştır. En yüksek sertlik artışı

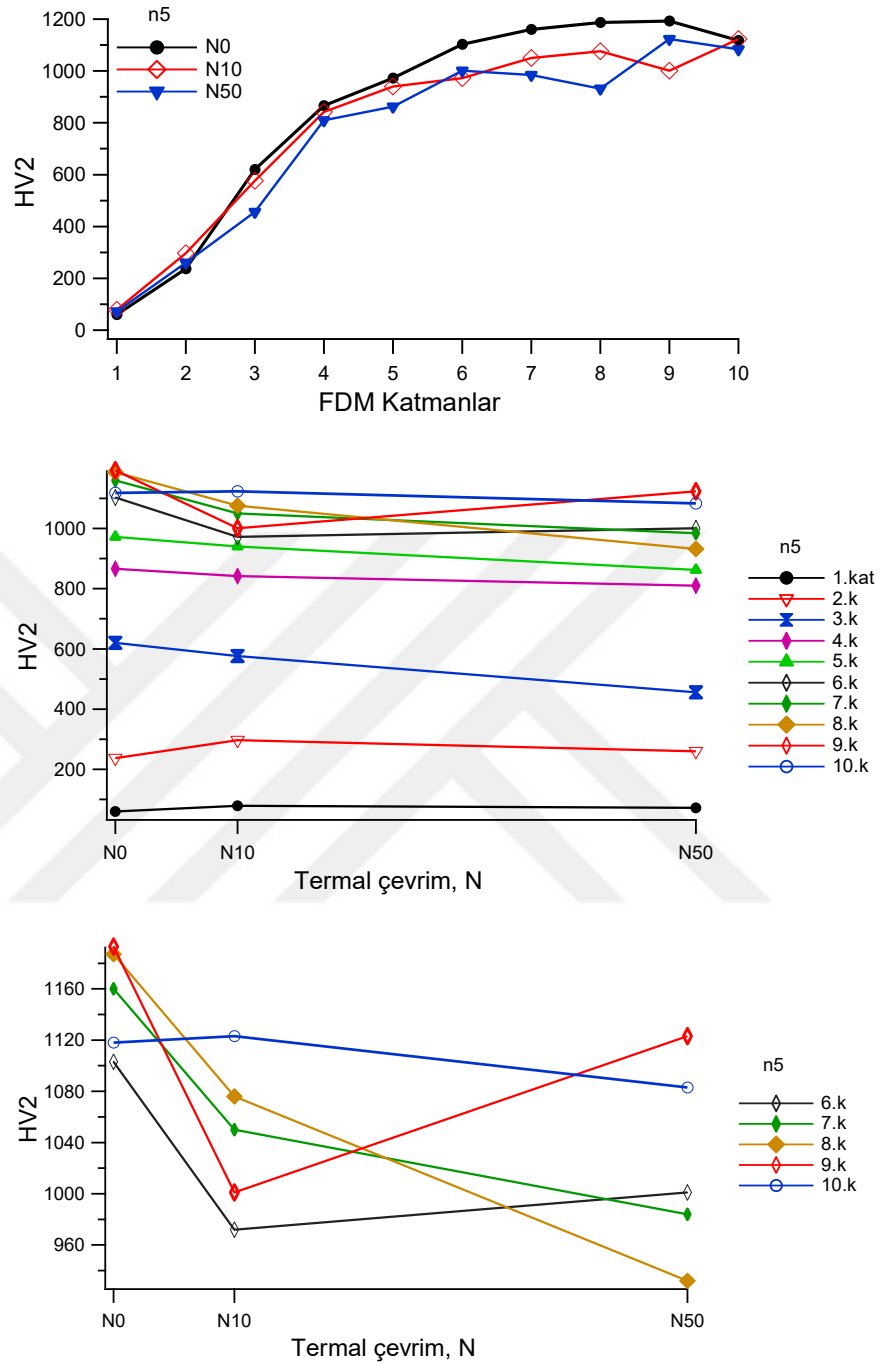
2.katmanda 10 çevrim sonunda görülmüştür. En üst katman sertliği 10. çevrimde azalırken diğer 9 katmanın sertlikleri 10 çevrimde belirgin şekilde artmıştır.



Şekil 3.153. $n:1$ numunesinin farklı çevrimlerde katmanların sertlik değişimleri.



Şekil 3.154. $n:0,1$ numunesinin farklı çevrimlerde katmanların sertlik değişimleri.



Şekil 3.155. $n:5$ numunesinin farklı çevrimlerde katmanların sertlik değişimleri.

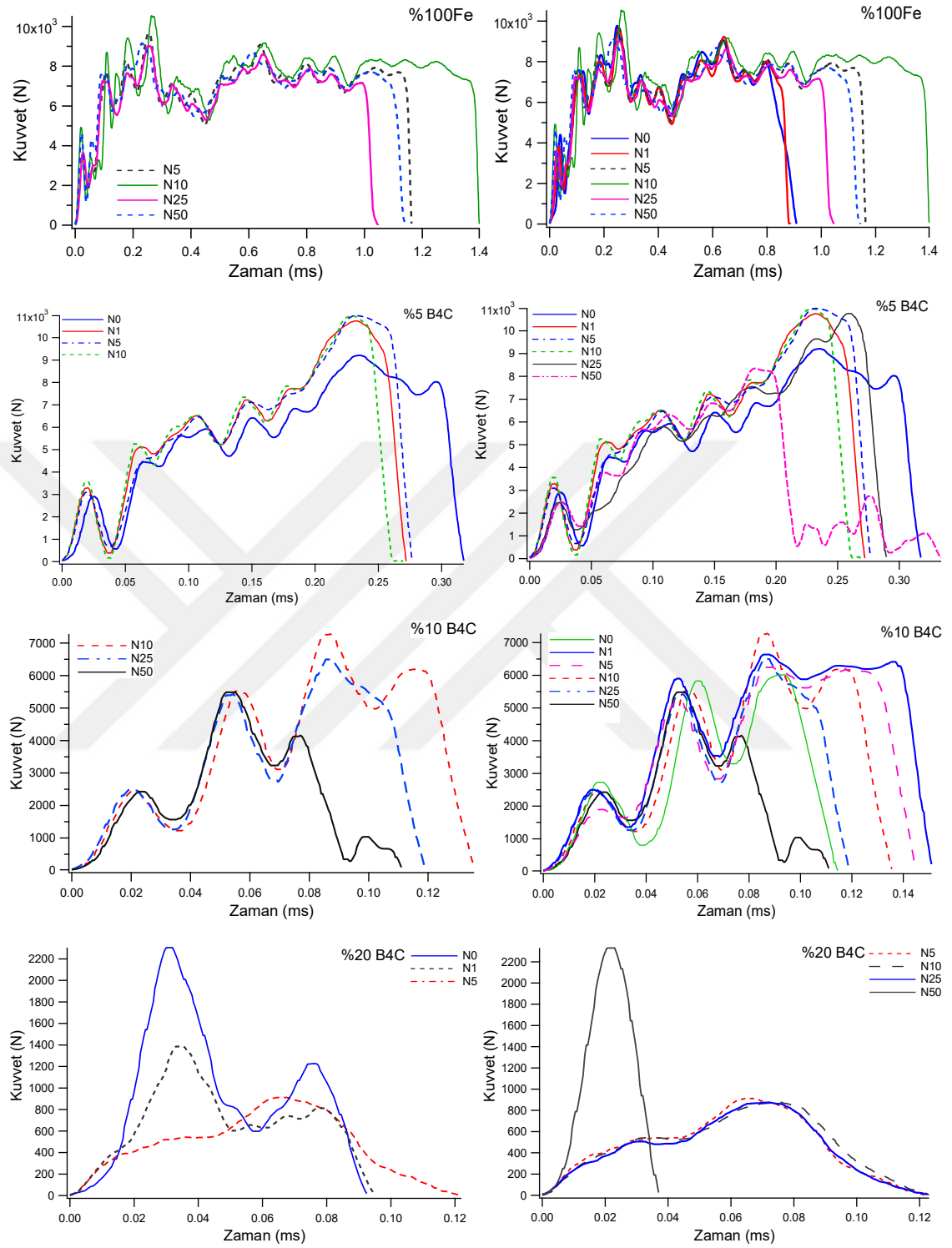
$n:5$ numunesinin sertlik değişimi diğer FDM numunelerine göre çok farklı olmuş, çevrim sayısı arttıkça sertlik değerleri her katman için azalmıştır (Şekil 3.155). 10 ve 50 çevrim sonundaki sertlik azalışları aynı oranda olmuştur. 10 çevrim sonunda ilk 2 katman ile 10. katman sertlik değerleri artarken diğer bütün katmanların sertliği önemli oranda azalmıştır. 50 çevrim sonunda ise bazı katmanların sertliği artarken 10. katmanın

sertliği azalmıştır. Genel olarak özetlenecek olursa, FDM numunelerin her katmanından alınan sertlik değerleri çevrim sayılarına göre farklı davranış sergilemişlerdir. FDM numunelerinin sertlik değişimini termal çevrim sayısı üzerinden yorumlamak değişken iç yapıya sahip olmaları nedeniyle zorluk teşkil etmektedir. Mikro yapı incelemelerinde tane büyümesi veya küçülmesi veya gözenek artışı-azalışı gibi sertliği büyük oranda etkileyebilecek önemli değişikliklere rastlanmamıştır. Oluşan çatlak bölgelerinden de ölçüm alınmamıştır. Bu nedenle yukarıda görülen sertlik değişimleri göz ardı edilebilecek seviyelerde kabul edilebilir.

3.4.2 Düşük Hızlı (Charpy) Darbe Deneyleri

Mikro yapı ve sertlik değişimleri detaylı şekilde araştırılan numunelerin düşük hızlı Charpy darbe deneyleri yapılmıştır. Deneyler en az 2 numune üzerinde tekrarlanmıştır. Ön denemelerde takviyesiz %100 Fe numunesi ve 10. katmanı %20B₄C takviyeli numune 15 Joule ilk darbe enerjisinde kırılmadığı için sadece bu numuneler 30 Joule enerji değeri ile test edilmiş ve bütün numuneler kırılmıştır. Darbe deneylerinde serbest ağırlık: 5,28 kg, darbe hızı: 15 Joule için 2,38 m/sn, 30 Joule için ise 3,37 m/sn olarak tatbik edilmiştir. Zamana bağlı kuvvet ve enerji verileri ile ilgili grafikler farklı kompozisyondaki numuneler (derecelendirilmemiş ve FDM) ve çevrim sayıları için oluşturulmuştur. Tekrarlı yapılan deneylere ait grafikler Ek-6'da gösterilmiştir. Bu grafiklere göre aynı şartlarda termal şoka maruz kalmış aynı kompozisyona sahip numunelerin darbe davranışlarının tekrarlanabilir olduğu, sadece birkaç numune beklenmeyen değişimlerin olduğu görülmüştür.

Grafiklere bakılarak birbiriyle uyumlu deney verileri seçilmiş ve Şekil 3.156 grafikleri oluşturulmuştur. Oluşturulan birleşik grafikler, çevrim sayısının kuvvet-zaman ve enerji-zaman değişimleri üzerindeki etkilerinin görülebilmesine olanak sağlamıştır. Her çevrim sayısı için numunenin kuvvet değişim karakteristiği maksimum kuvvete kadar yaklaşık olarak aynı olmuştur. Maksimum kuvvet aynı zamanda numunede ilk kırılmanın olduğu noktadır ve bu değerden sonra çatlak ilerleme mekanizması farklılıklar göstermiş, eğri değişimlerine de bu farklılık yansımıştır. Numunenin tamamen hasara uğrama süresi de değişen diğer bir faktördür. Bu ise numunenin absorbe ettiği enerjiyi (kırılma enerjisini) belirleyen etken olmuştur.

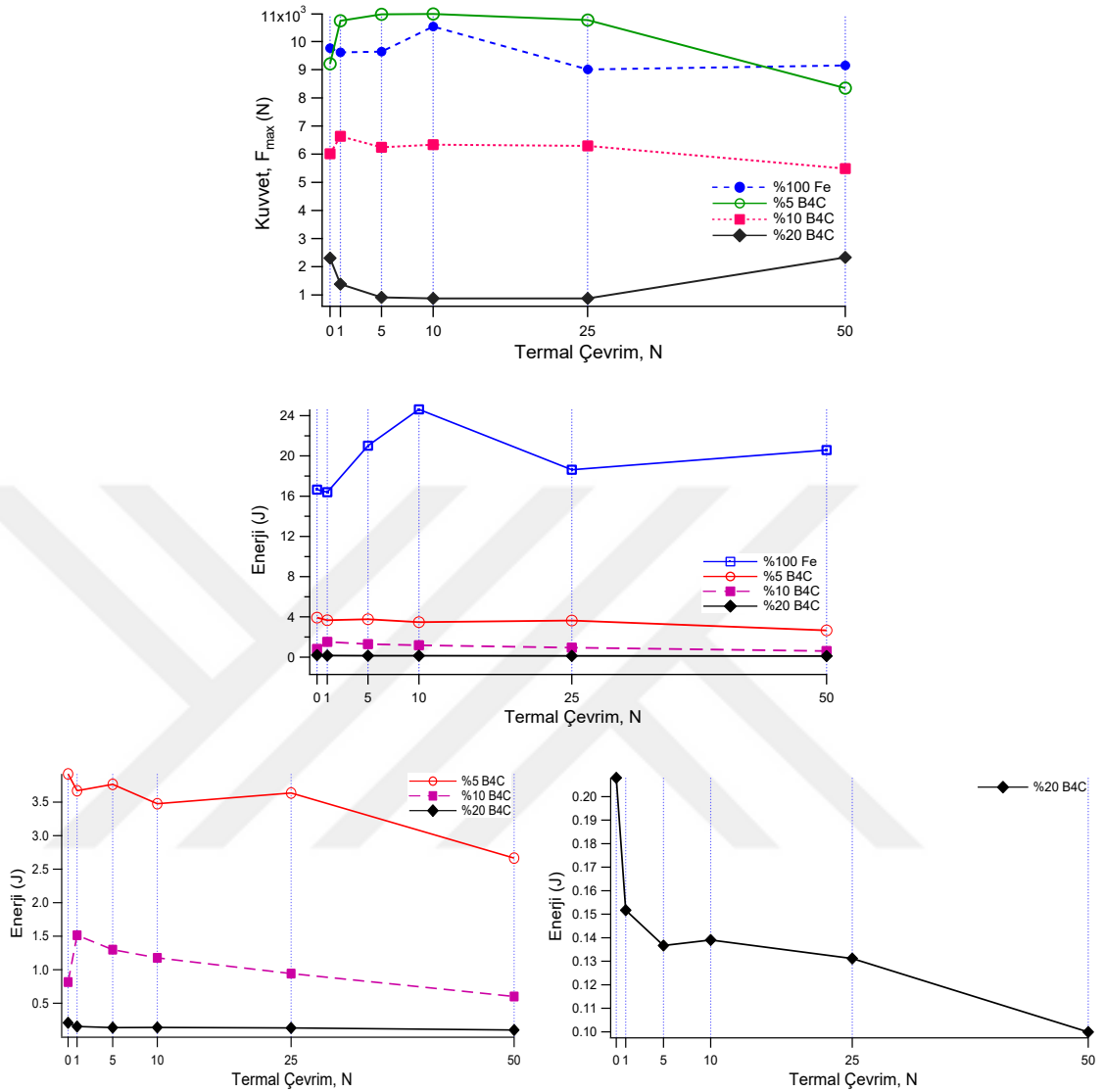


Şekil 3.156. Derecelendirilmemiş numunelerin çevrim sayılarına göre Kuvvet-Zaman grafikleri.

Şekil 3.156 grafikleri incelendiğinde öncelikle göze çarpan nokta, %100Fe numunesinin kuvvet eğrisinin oldukça düzensiz bir rejimde değişmiş olmasıdır. Takviye oranı arttıkça eğri rejimi çok farklı bir hal almıştır. Yüklemenin ani, çatlak ilerlemesinin çok hızlı olmasına rağmen farklı numunelerin kırılma karakteristiği değişiklik göstermiştir. B₄C takviye oranı artan numunenin değişen mikro yapısı, porozite, mevcut faz ve özellikleri, faz dağılımı ve oranı, tane boyutları ve dış yüzeydeki düzgünsüzlükler kuvvet eğrisini etkileyen diğer faktörlerdir. Dolayısıyla sünek ve tok karakterdeki %100Fe numunesindeki tanelerin ayrılma ve çatlak ilerleme mekanizması ile sert ve gevrek karakterli %20B₄C numunesinin kırılma özellikleri farklı olmuştur. Kırılma enerjisi değerinin yanı sıra kuvvet eğrisindeki dalgalanmanın çok veya az olması numunenin sünek veya gevrek karakterde kırılmasına da işaret etmektedir. Kuvvet eğrileri incelendiğinde (Şekil 3.156) takviye oranının artmasıyla eğrideki dalgalanmanın azaldığı, en sert yapıdaki %20B₄C numunesinde ise aniden artan ve azalan düz bir kuvvet eğrisi ile kırılmanın çok kısa sürede gerçekleştiği görülmüştür. Aşağıda yapılan makro ve mikro analizlerle içyapı değişiminin kırılma türü üzerindeki etkileri ve kırılma yüzeyinin karakteristiği incelenmiştir.

Çevrim sayısının artmasıyla maksimum kuvvet değeri %20B₄C numunesi haricindeki numunelerde azalmıştır. Çevrim sayısı eğrinin karakteristiğini fazla değiştirmemiş fakat kırılma enerjisi üzerinde çok etkili olmuştur. Artan çevrim sayıları kırılma enerjisi değerlerini ciddi şekilde düşürmüştür. Bu değişimleri daha anlaşılır hale getirmek için Şekil 3.156 grafiklerindeki maksimum kuvvet değerleri çekilerek Şekil 3.157 grafikleri oluşturulmuştur. Şekil 3.158 grafiklerinde değişen takviye oranlarının kuvvet eğrisi üzerindeki etkileri daha net görülmektedir.

Test sürelerinin kısa olması, numune boyutunun küçük olması ve yükleme şeklinin darbeli (hızlı) olması Charpy darbe deneylerinden elde edilen verilerin analizini zorlaştıran faktörlerdir. Darbeli yükleme altındaki numunenin davranışı vurucu-numune ve mesnet arasındaki tepkilerden oluşan kompleks bir yapıya sahiptir. Mesnet üzerinde serbest konumlandırılmış numune darbe esnasında yay gibi davranmakta, üç eleman arasında temassızlıklar oluşmakta ve kuvvet-zaman grafiklerinde bu değişimleri fark etmek mümkün olmamaktadır. Malzeme özelliklerindeki değişimin mekanik davranışlar üzerindeki etkileri ancak deney verilerinin mukayese edilmesiyle anlaşılmaktadır [176,177].

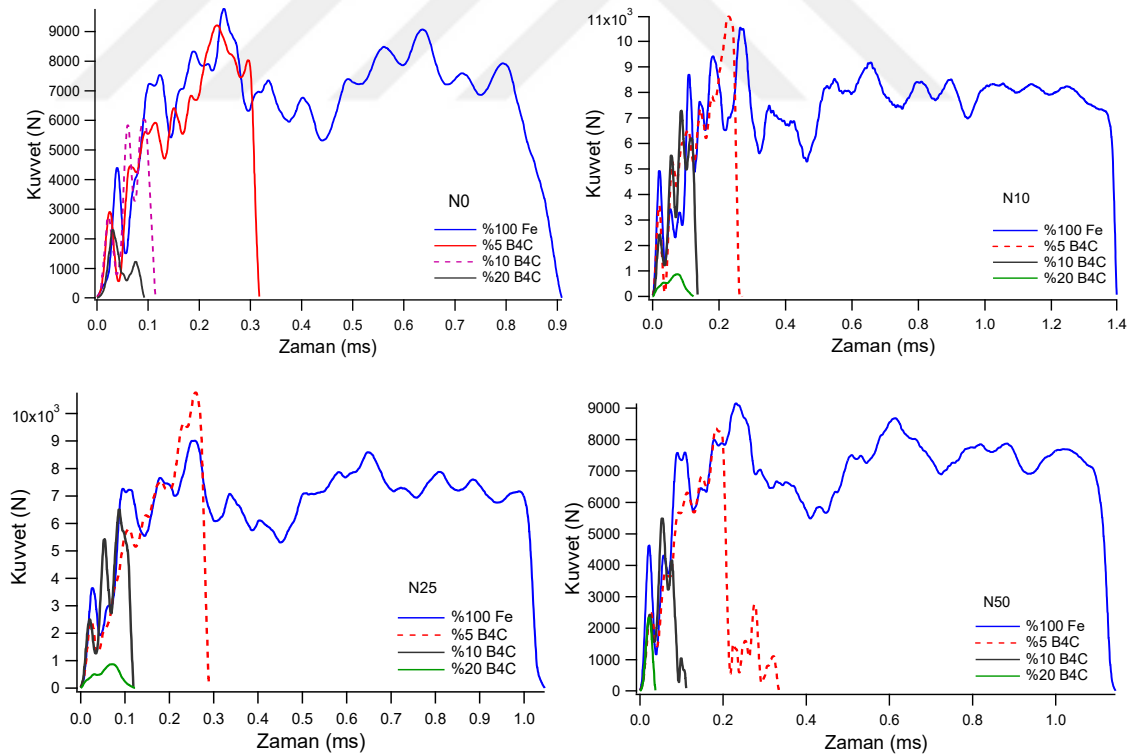


Şekil 3.157. Derecelendirilmemiş numunelerin çevrim sayılarına bağlı maksimum kuvvet ve kırılma enerjisi değişimleri.

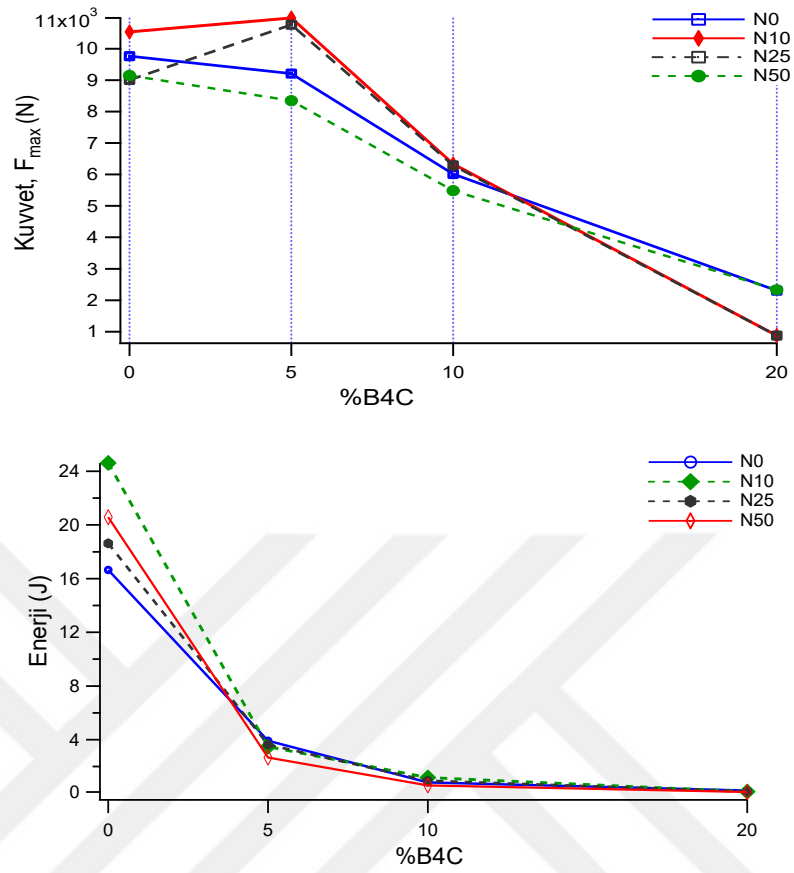
Şekil 3.157 grafiklerine ait kuvvet ve enerji değerleri Ek-7'deki tabloda özetlenmiştir. Şekil 3.157'deki kuvvet değişimlerine bakıldığında öncelikle takviye oranının artmasıyla kırılma kuvvetinin ve kırılma enerji değerinin azaldığı söylenebilir. Maksimum kırılma kuvveti ilk çevrimde artarken sonraki çevrimlerde azalmıştır. En yüksek kırılma değeri %5B₄C takviyeli numunenin 10. çevriminde 10980,8 N olmuştur. En düşük kırılma kuvveti ise 25 çevrim sonunda %20B₄C numunesinde 873,53N olarak ölçülmüştür. Kırılma enerji değeri takviyesiz %100 Fe numunesinde en yüksek değerde (24,628 J) olurken %20B₄C numunesinde 50 çevrim sonundaki kırılma enerjisi değeri

0,0999J olarak hesaplanmıştır. Bu değer oldukça düşük bir değerdir. %20B₄C numunesinin bir tanesi termal şok testi esnasında kendiliğinden hasara uğradığı daha önce açıklanmıştı. Bu düşük kırılma enerji değeri numunenin doğal hasar oluşumuna oldukça yakın olduğunu göstermektedir. Grafiklerde görüleceği üzere (Şekil 3.157) termal çevrimdeki artışa en belirgin tepkiyi %20 B₄C numunesinin verdiği görülmektedir. Sadece bir kaç numune haricindeki diğer numunelerde kırılma kuvveti ile kırılma enerjileri arasında paralel bir ilişki görülmüştür. Yani düşük veya yüksek kırılma kuvvetine sahip numunenin kırılma enerji değeri de aynı grup içerisinde düşük veya yüksek olmuştur.

Takviye oranındaki azalış numunenin kırılması için gerekli enerji değerini de artırmıştır. Takviye oranındaki değişimin etkilerini daha açık şekilde görebilmek için Şekil 3.158 grafikleri ve genel değişim grafikleri oluşturulmuştur (Şekil 3.159).



Şekil 3.158. Derecelendirilmemiş numunelerin takviye oranlarına göre Kuvvet-Zaman değişimleri.



Şekil 3.159. Derecelendirilmemiş numunelerin takviye oranlarına göre maksimum kuvvet ve kırılma enerjisi değişimleri.

Şekil 3.158 grafiği incelendiğinde kuvvet ve enerji değişimleri üzerinde takviye oranının oldukça etkin olduğu, takviye oranı arttıkça kırılma kuvveti değerlerinin azaldığı görülmüştür. %20 B₄C numunesi her çevrim sayısında en düşük kırılma kuvveti ve kırılma enerjisine sahip numune olmuştur.

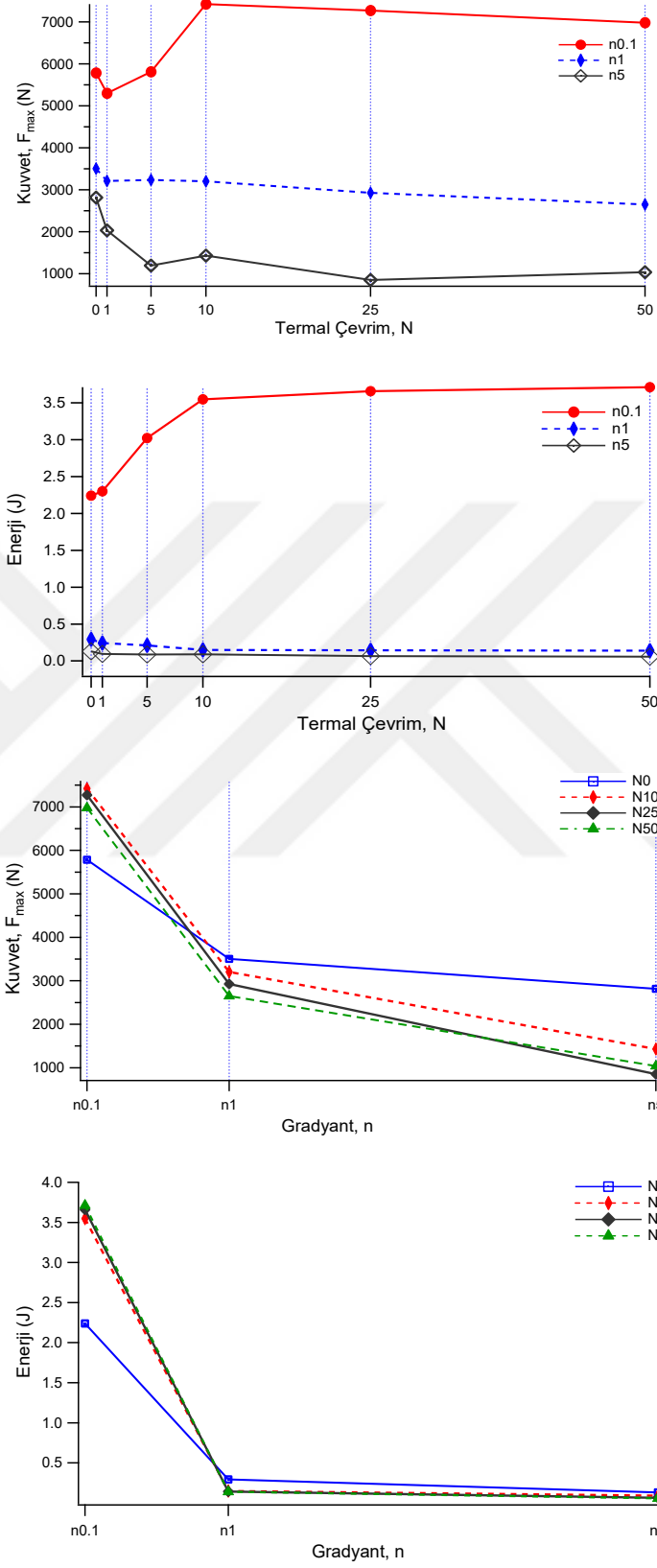
Termal çevrim sayısının artmasıyla yüzeyde oluşan termal çatlaklar kırılma enerji değerinin azalmasındaki en büyük faktördür. Kırılma mekaniğinde malzeme yüzeyinde bulunan bir düzensizliğin düşük yüklemelerde dahi çatlak oluşumu ve ilerlemesini tetikleyici yönde rol oynadığı bilinmektedir [178,180]. Termal şoka maruz kalmış numunelerde oluşan düzensiz ve standart olmayan çatlak dağılımları darbe kuvvetinin tatbikiyle kırılma hasarını hızlandırmış ve düşük enerji değerinde malzemenin kırılmasına neden olmuştur. Yüzeydeki termal çatlakların derinliği, yoğunluğu ve çatlak genişlikleri de kırılma hasarı üzerinde belirleyici birer etkidir. Bu değişkenlerin

kantitatif analizlerinin yapılması ile kırılma hasarının oluşumu arasındaki ilişki daha anlaşılır olacaktır. Bunun için farklı yöntem ve tekniklere ihtiyaç vardır. Malzemeyi dinleme tekniği olan akustik emisyon (AE) analizi uygun bir NDT yöntemidir [181-191].

FDM numuneler üzerinde tekrarlı yapılan darbe deneylerine ait zamana bağlı kuvvet değişim grafikleri Ek-6'da gösterilmiştir. Ek-8-a ve Ek-8-b'de ise seçilen verilere göre birleşik grafikler oluşturulmuştur. Ek-7 verilerine göre genel değişim grafikleri ise Şekil 3.160'ta görülmektedir.

Ek-8a'daki zamana bağlı kuvvet grafikleri incelendiğinde aynı gradyant değerindeki FDM numunesinin değişen çevrim sayılarına bağlı kuvvet eğrilerindeki değişim fark edilmektedir. Yaklaşık lineer eğime sahip ilk eğri bölgesi (ilk tepe nokta) aynı numune için her çevrimde aynı olurken, bu noktadan sonra kuvvet farklı değerlerde değişmiştir. Bu ilk bölgede kuvvet yaklaşık lineer şekilde orantılı olarak artmıştır. Çekme deneyinde benzer şekilde görülen ve şekil değişimi ile orantılı artan bu elastik bölgenin sonunda (elastiklik sınırı) malzeme plastik bölgeye geçerek maksimum mukavemet değerinde kırılır. Burada 3 farklı gradyanttaki FDM numuneleri yapı itibari ile gevrek karakterdedir ve çekme gerilmelerine maruz kalan üst katmanın (%20B₄C) elastik bölgedeki kuvvet eğrisinin zamana bağlı değişiminin aynı eğimde olduğu görülmektedir (Ek-8-b). Fakat elastik bölgeden sonra katmanlı yapıdaki FDM'lerin kuvvet değişimleri sürekli değişen bir profil sergilemiştir. Özellikle $n:0,1$ ve $n:1$ numunelerinde elastik bölgenin birbirine oldukça benzemekte olduğu görülmektedir.

Sert ve gevrek karakterdeki en üst katmanın elastik şekil değişime uğradığı bu bölge 10.katmanın elastiklik sınırı olarak kabul edilebilir. Farklı gradyant değerlerinde bu elastik sınırın değiştiği ve artan gradyant değeri ile azaldığı Ek-8-b'deki N0 grafiğinde daha açık görülmektedir. Aynı sertlik ve iç yapıdaki 10. katmanın elastik davranışı üzerinde diğer 9 katmanın da etkili olduğu söylenebilir. FDM yapısındaki kompozisyonel değişim, sert ve tok yüzeyler doğrultusunda oluşan çekme-basma gerilme dağılımının farklı olmasına neden olmakta ve 3 farklı FDM yapısının mukayese ve yorumlanmasını zorlaştırmaktadır. Oluşturulan Ek-8-b grafikleri zamana bağlı kuvvet değerlerinin gradyant değerine göre değişimini vermektedir.

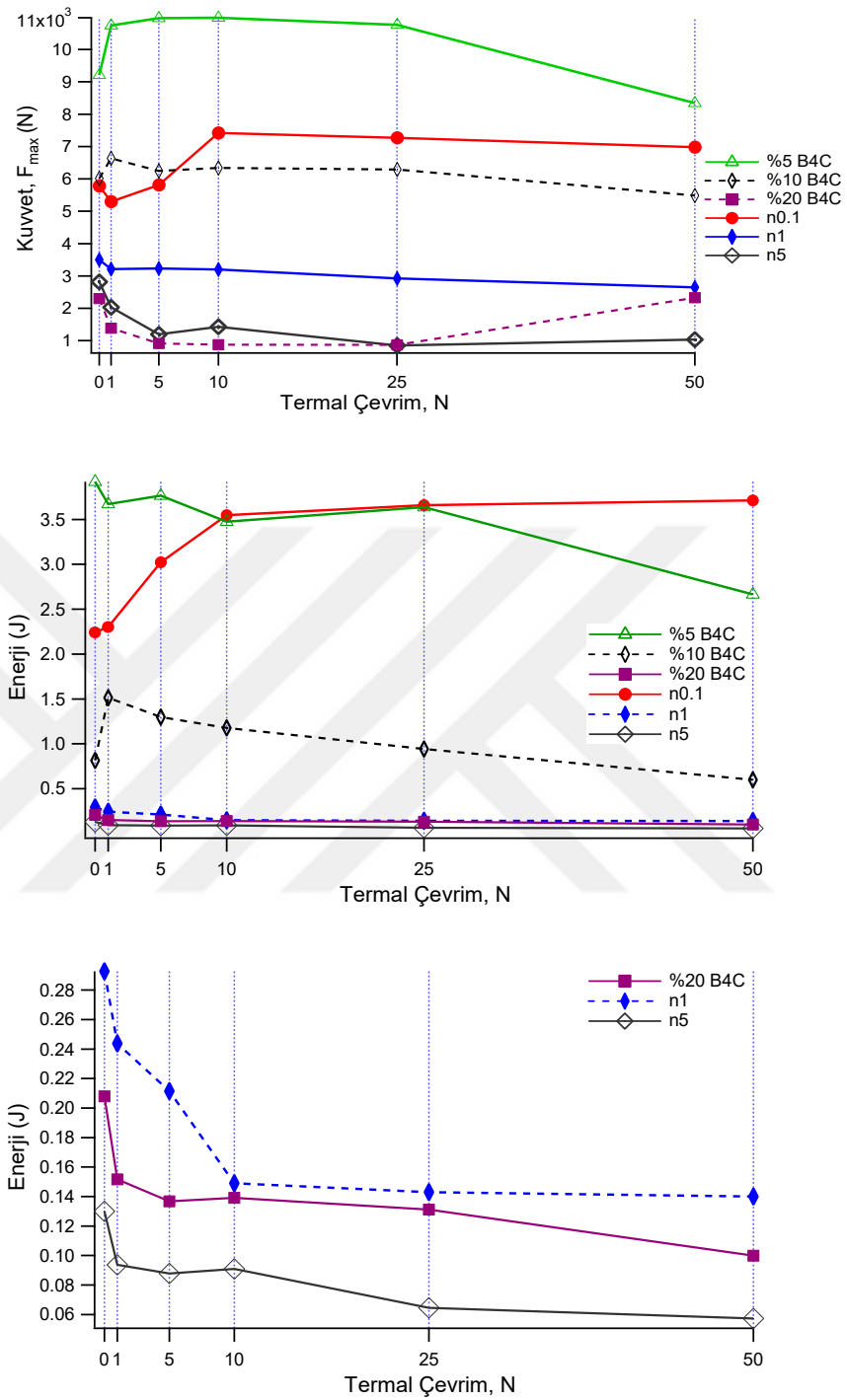


Şekil 3.160. FDM numunelerin çevrim sayısı ve gradyant değerine bağlı maksimum kuvvet ve kırılma enerjisi değişimleri.

Şekil 3.160 grafikleri incelendiğinde gradyant değerinin artması kırılma kuvveti ve enerji değerlerinin azalmasında etkili olmuştur. $n:0,1$ numunesinin genel olarak kırılma kuvveti ve kırılma enerji değerleri diğer numunelerden yüksek çıkmıştır. 10 çevrim sonunda 7422 N değerinde kırılma kuvveti ile $n:0,1$ numunesi en yüksek değerde kırılan numune olmuştur. En düşük kırılma kuvveti 852 N ile 25 çevrim sonundaki $n:5$ numunesi olmuştur.

FDM numunelerin zamana bağlı kuvvet eğrileri derecelendirilmemiş numunelerle karşılaştırıldığında çok farklı bir rejime sahiptir. Derecelendirilmemiş numunelerde giderek artan kuvvet değeri FDM'lerde (özellikle $n:0,1$ ve $n:1$ numunelerinde) önce aniden en yüksek kuvvet değerine çıkmış sonra ise kademeli olarak azalmış ve kırılmıştır (Ek-8-a, Ek-8-b). FDM numunelerinde darbe uygulanan yüzey %100Fe, altta kalan yüzey ise yüksek sertlikteki %20B₄C takviyeli yüzeydir. Yüksek sertlikteki bu katmanın kırılma kuvveti dolayısıyla kırılma mukavemeti diğer katmanlara göre daha yüksek olmakta, bu katmanın kırılmasıyla oluşan çatlak diğer katmanlardan kolay ve hızlı şekilde ilerlemektedir. Maksimum kuvvet değerinden sonra azalan kuvvet eğrisinin rejimi kompozisyonel gradyant değeri ile paralel olarak azalmıştır. Benzetme yapılacak olunursa, maksimum kuvvet değerinden sonra eğrideki her azalan basamak, FDM katmanlarının kırılması için gerekli kuvvet değeri olduğu söylenebilir. Yüksek takviye oranında (üst 4-5 katman) katmanlara sahip $n:5$ numunesinde bu değişim fazla fark edilmemiştir. Kırılma enerji değerleri ise gradyant değeri arttıkça azalmıştır (Şekil 3.160). En yüksek kırılma enerjisi $n:0,1$ numunesinde 50 çevrim sonunda 3,7 J, en düşük enerji ise $n:5$ numunesinde yine 50 çevrim sonunda 0,057 J hesaplanmıştır. 0,099 J kırılma enerji ile doğal kırılmaya yaklaşan %20B₄C numunesinden daha düşük enerji değerinde kırılan $n:5$ numunesinde termal şok testi esnasında kendiliğinden hasar oluşumu görülmemiştir.

Şekil 3.161 grafiğinde derecelendirilmemiş numunelerin kırılma kuvveti değerlerinin genel olarak FDM numunelerden daha yüksek olduğu açıkça görülmektedir. Darbe yükü altında zorlanan bir numunenin alt yüzeyinde çekme gerilmeleri hakim iken üst yüzeyde (darbenin uygulandığı) basma gerilmeleri hakimdir. Aynı kompozisyona sahip numune gruplarının kuvvet-zaman davranışları kendi içerisinde değerlendirilebilir fakat farklı kompozisyonundaki numuneleri özellikle FDM numunesi ile derecelendirilmemiş numuneleri kuvvet değişimleri üzerinden karşılaştırmak oldukça karmaşıktır.



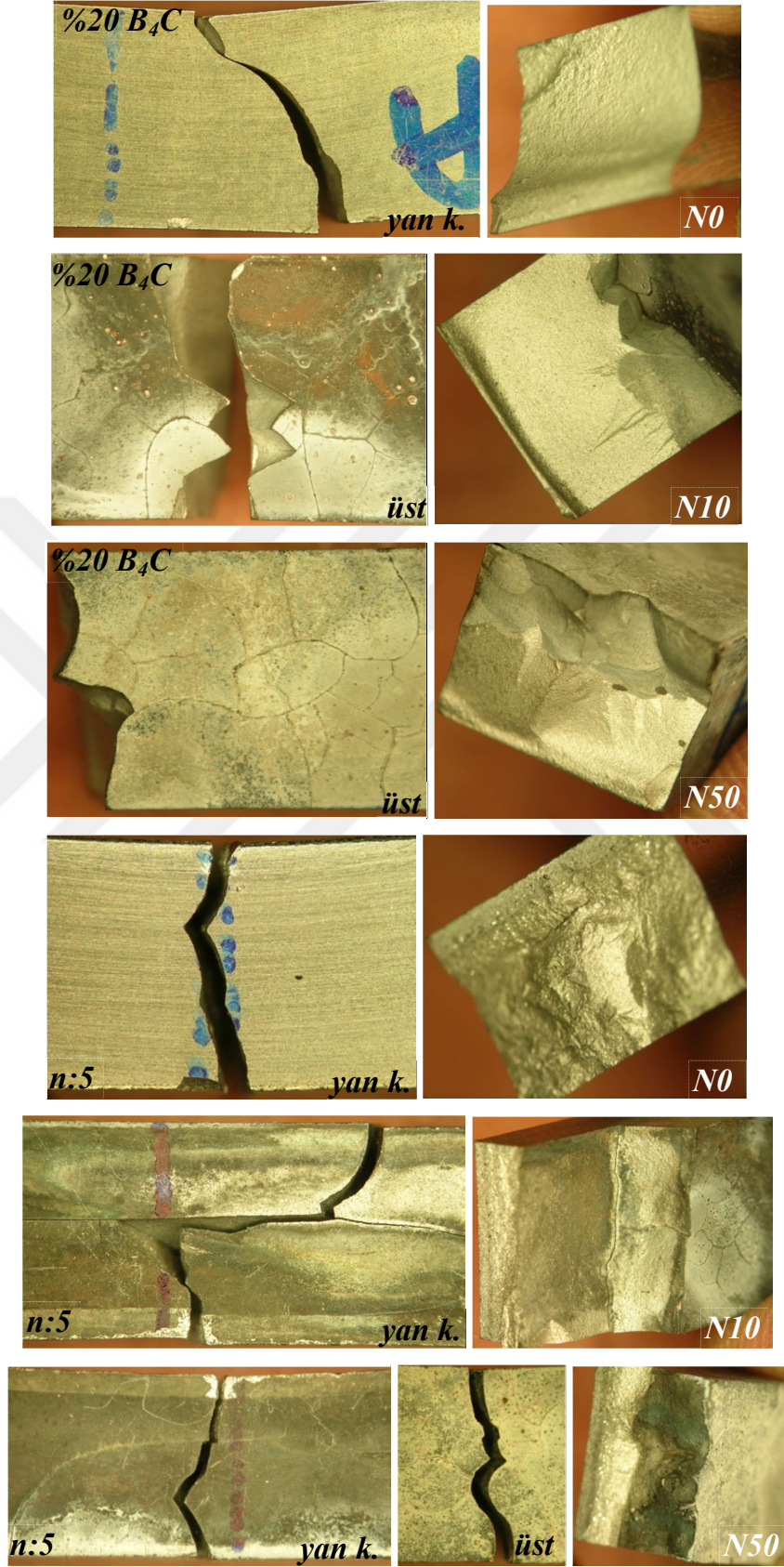
Şekil 3.161. Derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin kırılma kuvveti ve kırılma enerjisi mukayesesi.

Derecelendirilmemiş numunede çekmeye maruz kalan alt yüzey ile basma etkisindeki üst yüzey aynı içyapıya sahiptir. FDM numunesinde ise alt yüzey oldukça sert ve gevrek karaktere, üst yüzey (%100 Fe) yumuşak ve tok karakterli bir yapıya sahiptir.

Sert katman çekme etkisi altında iken sünek katman basma gerilmesi altındadır. Derecelendirilmemiş numunede gerilmeler aynı içyapıdaki katmana tesir etmektedir. Sünek yapıdaki katman ile sert katmanın basma gerilmeleri ise çok farklı değerde olacaktır. Üst katmanda basma gerilmesinin daha yüksek olması sert tabakanın ve numunenin kırılma kuvvetini artırıcı yönde, yumuşak katmanda basma gerilmelerinin düşük olması ise FDM numunesinin kırılma kuvvetini azaltan yönde etki edecektir. Bu nedenle FDM ve derecelendirilmemiş numunelerin maksimum kuvvet ve enerji eğrileri mukayese edilirken bu durum göz önünde bulundurulmalıdır.

Darbe testleri yapılan numunelerin kırılma yüzey görüntüleri makro ve mikro ölçekte incelenmiştir. Şekil 3.164'te %20B₄C FDM *n*:5 numunelerinin N0, N10 ve N50 çevrim sayıları sonundaki üst, yan ve en kesit tarafından kırık yüzey görüntüleri görülmektedir. Darbe numuneleri kırılma karakteristikleri bakımından genel olarak gevrek kırılma davranışı sergilemişlerdir. %100 Fe numunesinde kayma dudakları oluşurken belirgin bir büzülme görülmemiştir. Derecelendirilmemiş numunelerde takviye oranının artmasıyla kırılma düzlemi daha dik ve keskin kırılmış, kırılma yüzeyi belirgin granüllü ve parlak kumsu görünümlü olmuştur. Çatlak ilerleme yüzeyi ise düzensiz ve dalgalı profilde oluşmuştur. Şekil 3.162'de görülen %20 B₄C numunesinin termal şok öncesi ve N10-N50 çevrim sonundaki kırık yüzeyleri arasında oldukça fark vardır. Termal şok sonrasındaki numunenin kırık yüzeyi daha dik ve keskin görünüme sahiptir.

Termal şok sonrasında değişen kırılma yüzeyleri üzerinde üst yüzeyde bulunan termal çatlaklar etkili olmuştur. Yüzeydeki bu çatlaklar yük tatbiki esnasında kesit boyunca aniden ilerlemiş ve numunenin hasara uğramasına neden olmuştur. Kırılma hasarının geliştiği yüzey numune kesitinin yarısına kadar termal çatlak profilinde olmuş, sonrasında ise hızlı çatlak ilerleme bölgesinde düz bir şekilde ilerlemiştir. Benzer oluşumlar FDM numunelerinde de gözlenmiştir. Termal şok tatbik edilen FDM *n*:5 numunesinin kırılma hasarı farklı şekilde olmuştur. Bu numunede en kesit yönünde ve eksene paralel yönde çatlak ilerlemesi şeklinde 2 türlü çatlak oluşumu görülmüştür. N10 ve N50 çevrimleri sonundaki numunelerde (Şekil 3.162) üst yüzeyde oluşan çatlak üst 6 katman boyunca kesite dikey sonrasında paralel doğrultuda ilerlemiştir. FDM numuneleri arasında katmanlar arası geçişin en sert olduğu bu numunede 4. ve 6. katmanlar arasındaki takviye oranı farkı %2,5 değerindedir. Sert katmanlar boyunca hızlı ilerleyen çatlak 4. katmandan sonra katmanlar arasına yönelmiştir.

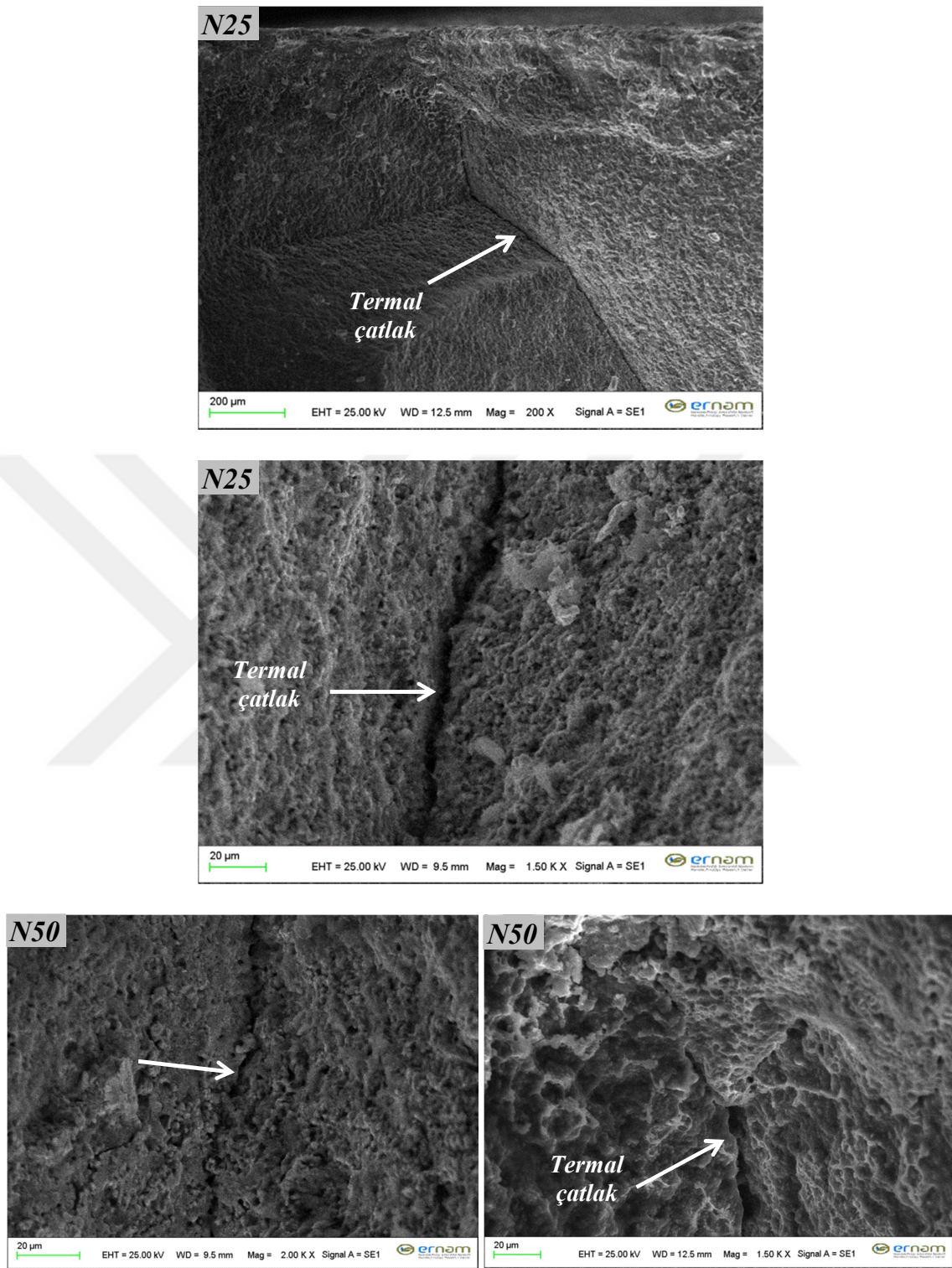


Şekil 3.162. Derecelendirilmemiş %20 B₄C ve FDM *n*:5 numunelerin darbe testi kırılma yüzeyi görüntüleri.

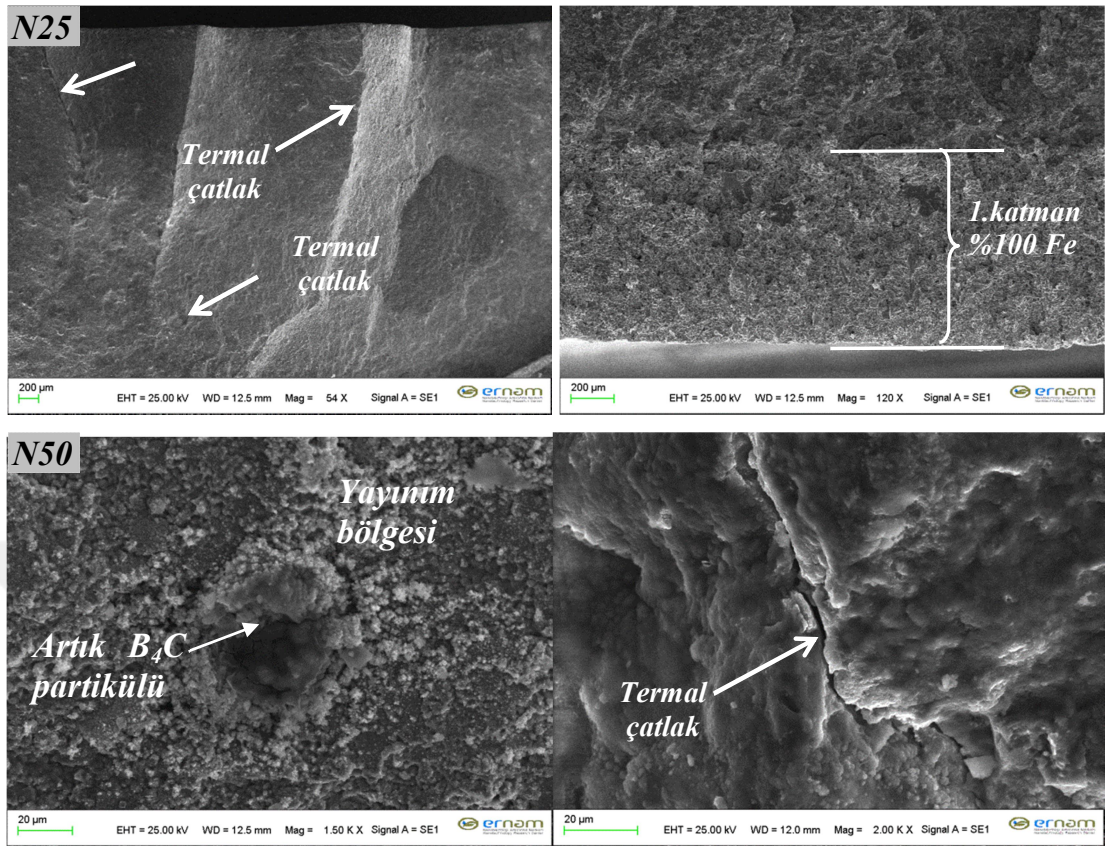
Şekil 3.163 ve Şekil 3.164'deki kırık yüzey SEM görüntülerinde termal şok tatbiki sonrasında kesite dikey doğrultudaki mikro-çatlak oluşumları net şekilde tesbit edilmiştir. Bu görüntüler termal şok tatbik edilen yüzeye yakın noktalardan alınmıştır. Arka yüzeye yakın noktalarda incelenmiştir fakat buralarda önemli bir değişim veya çatlak oluşumu tesbit edilememiştir. Görüntüler genel olarak incelendiğinde kırık yüzeylerin gevrek karaktere sahip olduğu tekrar anlaşılmıştır. Üst yüzeyde oluşan çatlaklar en kesit boyuna ilerlerken genişliklerinin azaldığı görülmektedir. Oluşan çatlaklar yayılım bölgelerinin içerisinden geçerek taneler içi kırılma türünde oluşum sergilemiştir. Bazı görüntülerde ise yayılım bölgelerinin yüzey üzerinden ayrıldığı gözlenmiştir (Şekil 3.163-N50). Bu durum termal şok tatbiki sonrasında ve darbe deneyi esnasında oluşmuş olabilir.

Şekil 3.164'de FDM $n:5$ numunesinin yüzey görüntüsüne göre alt katmanın (%100Fe) sünek kırılma karakterine sahip olduğu söylenebilir. Hemen üstündeki 2. katmanın kırılma türü oldukça farklıdır. $n:5$ numunesindeki çatlak oluşumları benzer şekilde sert yayılım bölgeleri arasında ve genel olarak kesite dikey yönde oluşurken bazı bölgelerde ise paralel yönlenmiştir. Bu numunede rastlanan ilginç bir görüntü Şekil 3.166'da ok ile gösterilen ve matriks içerisine tam difüze olamamış B_4C partikülü ve civarındaki yayılım bölgesinin oluşumudur. B_4C tozu içerisindeki bazı büyük partiküller bu şekilde artık B_4C olarak yapı içerisinde bulunabilmektedir.

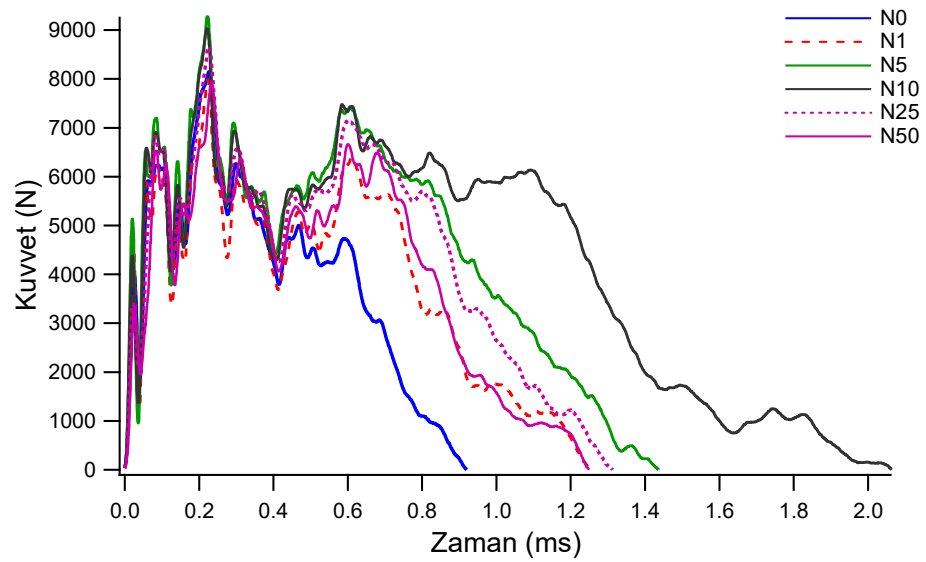
Şekil 3.164-N50'deki B_4C partikülünün çatlayarak birkaç parçaya dağılmış olması da dikkat çeken diğer bir noktadır. Partikülün bu şekilde çatlamasının termal şok etkisi ile olduğu söylenebilir. Çünkü daha önceki bölümlerde termal şok öncesi darbe testleri yapılan numunelerde de görülen artık B_4C partiküllerinde bu şekilde bir çatlak oluşumuna rastlanmamıştır. Diğer numunelerle karşılaştırmak için sadece 10.katmanı %20 B_4C takviyeli diğer 9 katmanı %100 Fe'den oluşan numuneler de aynı termal şok parametrelerine tabi tutulmuş ve darbe davranışları incelenmiştir. Şekil 3.165'de kuvvet-zaman ve enerji zaman grafiklerinde çevrim sayısına bağlı değişim görülmektedir. Maksimum kuvvet ve kırılma enerji değerleri ise Şekil 3.166'da diğer derecelendirilmemiş ve FDM yapıları ile karşılaştırılmıştır. Şekil 3.166 grafikleri incelendiğinde 10. katmanı sert diğer 9 katmanı yumuşak karaktere sahip bu numunenin kırılma kuvveti değerleri FDM ve derecelendirilmemiş numunelere göre (%5 B_4C haricinde) oldukça yüksek çıkmıştır.



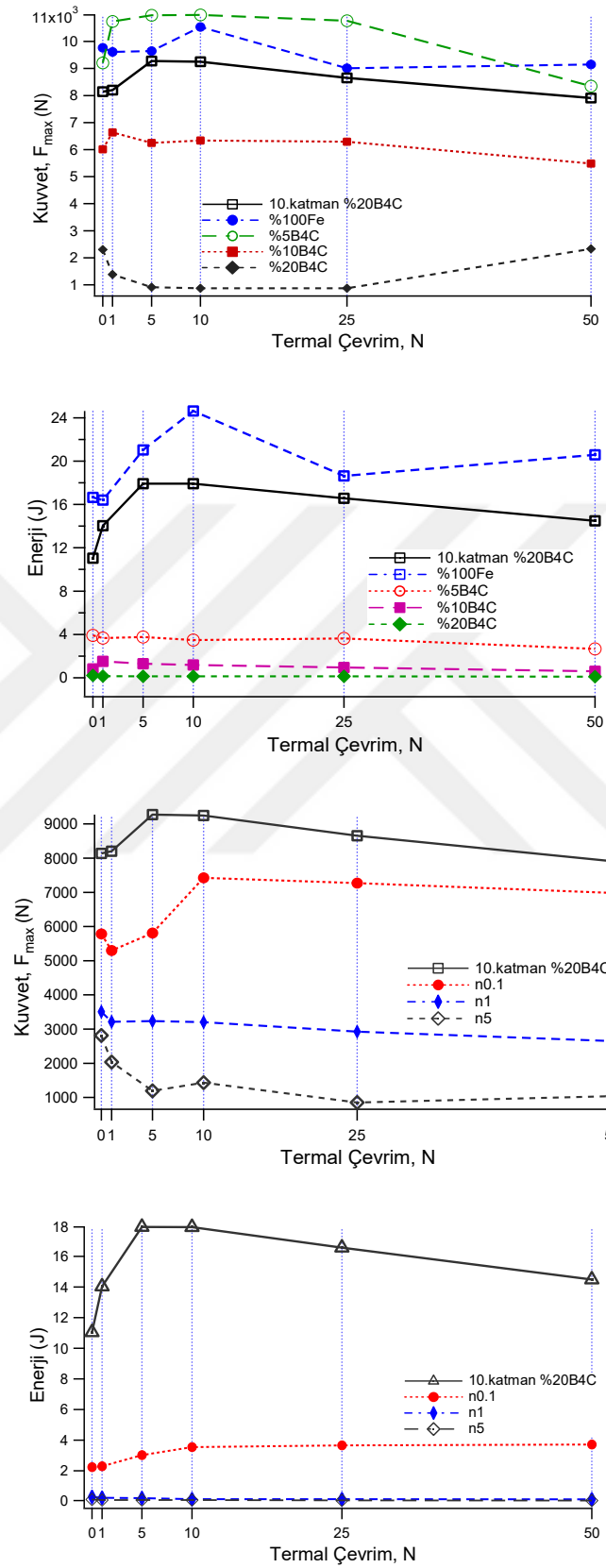
Şekil 3.163. Derecelendirilmemiş %20 B₄C numunesinin kırık yüzeyinde farklı noktalarda görülen termal çatlaklar.



Şekil 3.164. FDM $n:5$ numunesinin kırık yüzey SEM görüntüleri.

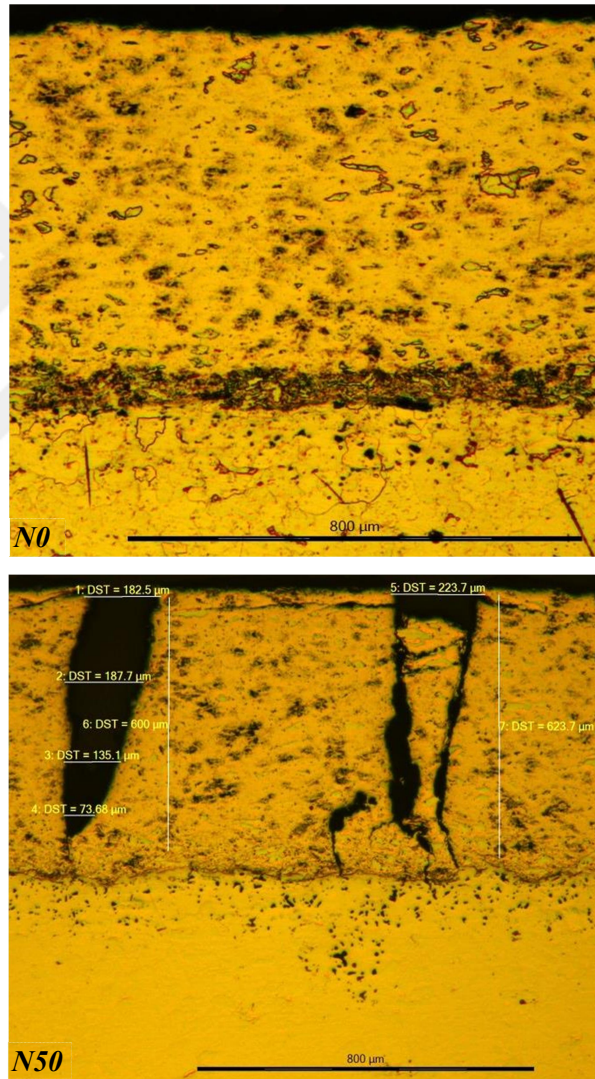


Şekil 3.165. 10.katmanı %20 B₄C numunesinin çevrim sayısına bağlı kuvvet ve enerji değişimi.



Şekil 3.166. 10.katmanlı %20 B₄C numunesinin kırılma kuvveti ve enerji değerlerinin diğer numunelerle mukayesesi.

Şekil 3.167’de termal çevrim sonrasında numunesinden farklı bölgelerden alınan mikro fotoğraflarda üst katmandaki termal çatlak oluşumlarının termal çevrime bağlı olarak arttığı görülmektedir. En derin çatlak uzunluğu 623 μm , en geniş çatlak ise 187 μm olarak N50 çevriminde oluşmuştur. N25 çevriminde katmana paralel çatlak oluşumu da görülmektedir. Oluşan dikey çatlaklar üst katman aralığında kalmış, Fe katmana ilerlememiştir. Fe katman ile üst katman ara yüzeyinde herhangi bir ayrılma veya çatlak oluşmamıştır.

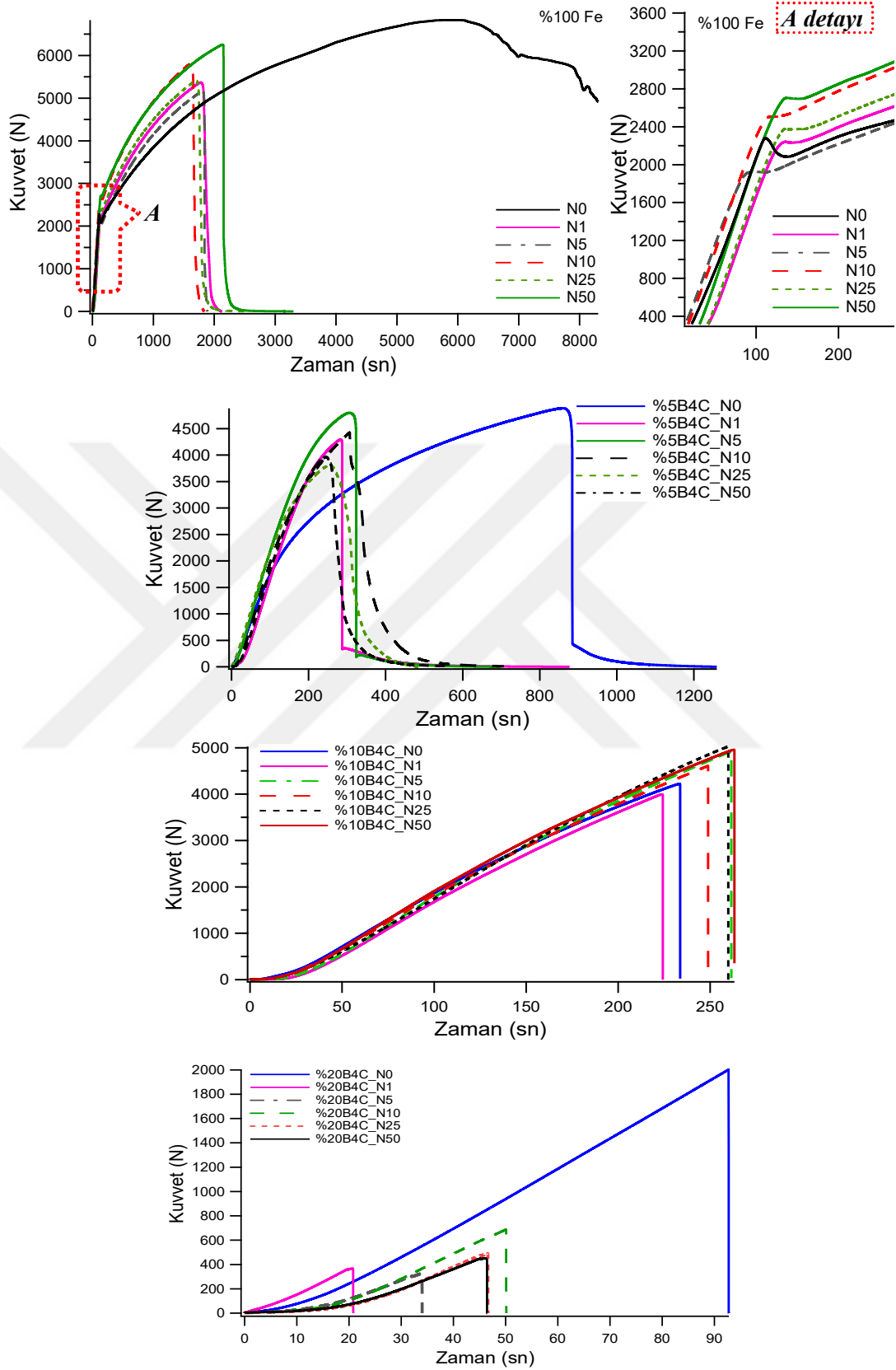


Şekil 3.167. 10.katmanlı %20B₄C numunesinde farklı termal çevrim sonunda üst yüzeyde oluşan çatlaklar.

3.4.3 Üç Nokta Eğme Deneyleri

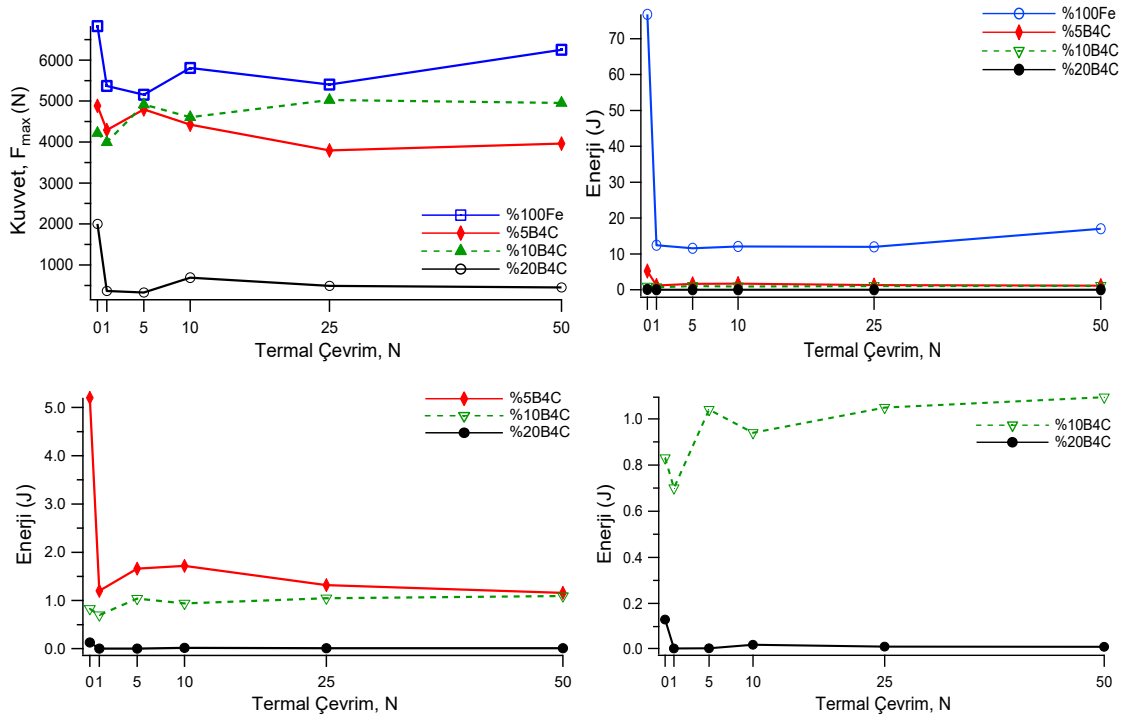
Termal şok tatbik edilen numuneler üç nokta eğme deneyleriyle test edilerek kırılma kuvveti ve kırılma enerji değerleri belirlenmiştir. Eğme deneylerinde yük numune tamamen kırılıncaya kadar tatbik edilmiş, böylece FDM numunelerinin son katmanının da kırılması sağlanmıştır. Değerlendirmeler, ilk çatlağın oluştuğu maksimum kuvvet ve numunenin tamamen kırılıncaya kadar absorbe ettiği enerji değerine göre yapılmıştır. Her numune kendi içerisinde önce çevrim sayılarına sonra takviye oranına göre değişen çevrim sayılarında değerlendirilmiştir. Tekrarlı yapılan deneylerden elde edilen veriler Ek-9'daki tabloda özetlenmiş, buradan seçilen verilere göre genel kuvvet değişimleri ile enerji değişim grafikleri oluşturulmuştur. Burada alınan kuvvet değerleri, sabit 0,1 mm/dk hız ile düşey yönde ilerleyen eğme kafasına karşı numunenin gösterdiği direnç olarak ifade edilebilir. Yük tatbiki bakımından statik karakterde olan ve çekme deneyine çok benzeyen üç nokta eğme deneyi, dinamik karakterli darbe deneyinden çok farklı sonuçlar vermiştir. Yükleme hızının çok yavaş olmasına bağlı olarak maksimum kuvvet, kırılma enerjisi, çatlak oluşumu, çatlak ilerleme ve numune hasar oluşum hızları bakımından iki deney farklı kategoride değerlendirilmektedir.

Şekil 3.168'de derecelendirilmemiş numuneler için oluşturulan ve eğme yükü tatbik edilmeye başlandığı andan itibaren kuvvetin zamana bağlı değişimini gösteren grafikler görülmektedir. Kuvvet eğrisinin sonlandığı noktada numune tamamen kırılmıştır. Şekil 3.168'deki %100 Fe numunesine ait N0 eğme grafiği tipik bir çekme eğrisine çok benzemektedir. Grafikte numunenin elastik şekil değiştirdiği elastik bölge, akma bölgesi, plastik şekil değiştirme bölgesi, maksimum eğme kuvveti ve kırılma noktaları açık şekilde görülebilmektedir. Çevrim sayısının artması lineer bölgenin eğimini yani malzemenin elastiklik modülünü ve akma noktasını fazla etkilememiştir. Fakat maksimum kuvvet ve kırılma enerji değerleri değişmiştir. Çevrim sayısının artması ile akma noktası veya maksimum kuvvet değişimleri arasında sistematik bir ilişki kurulamamıştır. Yani %100 Fe numunesi termal şok öncesi 6829N, N1 çevriminde 5369N, N50 çevriminde ise 6254N maksimum kuvvet değerinde kırılmıştır (Tablo Ek-9). Fakat eğri altındaki alan yani kırılma enerjisi termal şok öncesine göre büyük oranda azalmıştır. Kırılma enerjisi değişimleri, oluşturulan grafiklerle Şekil 3.169'da gösterilmiştir.



Şekil 3.168. Derecelendirilmemiş numunelerin çevrim sayısına göre kuvvet-zaman grafikleri.

Numunenin takviyelendirilmesi ile kuvvet eğrileri değişmiş, eğme grafikleri takviye oranının da artmasıyla her numune için karakteristik bir hal almıştır. Şekil 3.168’de %5-%10 ve %20B₄C takviyeli numunelerin kuvvet-zaman grafiklerinin farklı olması takviye oranının etkisini göstermektedir. Grafiklerde, artan B₄C oranı ile sertliği de artan derecelendirilmemiş numunelerin eğme eğrilerinde %100Fe numunesinde görülen akma noktasının kaybolduğu görülmektedir. %5B₄C ilavesi ile Fe numunesinin sertliği 68 HV2 değerinden 73,6 HV2 değerine artmıştır. Artan sertlikle akma noktası kaybolmuş fakat elastik bölge, elastiklik sınırı ve plastik bölgeler görülmektedir. Takviye oranı %10 ve %20 değerine çıkıldığında ise sertliği artan numuneler (%10B₄C: 179 HV2, %20 B₄C: 708 HV2) gevrek bir karakter kazanmış ve elastik bölgenin sonunda aniden kırılmıştır. Bu numunelerin kırılma hasarı daha kısa sürede gerçekleşmiş, dolayısı ile kırılma enerji değerleri de azalmıştır. Şekil 3.169 grafiğine göre çevrim sayısının artması maksimum kuvvet ve kırılma enerjileri üzerinde takviye elemanı kadar etkili olmamıştır. Takviyesiz ve düşük takviye oranlarındaki numunede fark edilemeyen çevrim sayısının etkisi, takviye oranının artması ile daha belirgin olmuştur. Derecelendirilmemiş numunelerin kuvvet ve kırılma enerjileri üzerinde ilk termal şok çevrimi daha etkili olmuştur.



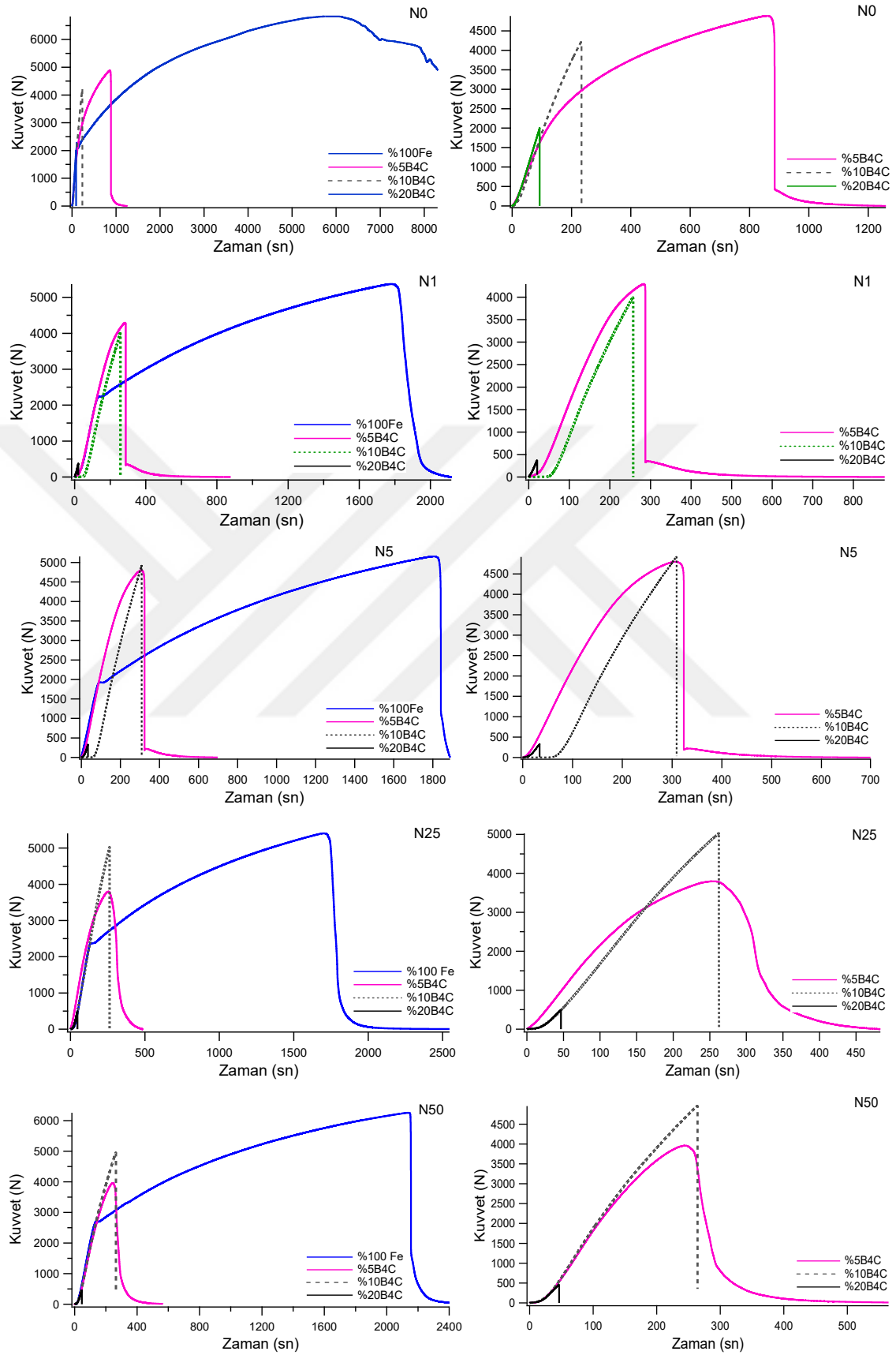
Şekil 3.169. Derecelendirilmemiş numunelerin maksimum kuvvet ve kırılma enerjisinin çevrim sayısına bağlı değişimleri.

İlk çevrimden sonra kuvvet ve enerji değerlerinde önemli azalmalar olmuştur. En yüksek kırılma enerji değeri takviyesiz %100Fe numunede termal şok öncesinde 76,8J olurken ilk çevrimden sonra 12,4J olmuştur. En düşük kırılma enerjisi %20B₄C numunesinde termal şok öncesinde 0,13J olurken ilk çevrim sonrasında 0,005J, 50 çevrim sonunda ise 0,012J olmuştur. Şekil 3.170’de takviye oranına bağlı kuvvet değişimleri her çevrim sayısı için ayrı grafiklerde gösterilmiştir. Farklı çevrim sayılarındaki aynı numunelerin kuvvet-zaman değişimleri genel olarak benzer profilde olurken kırılma kuvveti değerleri değişmiştir. Çevrim sayısına bağlı olarak yüzeyde oluşan termal çatlakların da arttığı belirtilmişti.

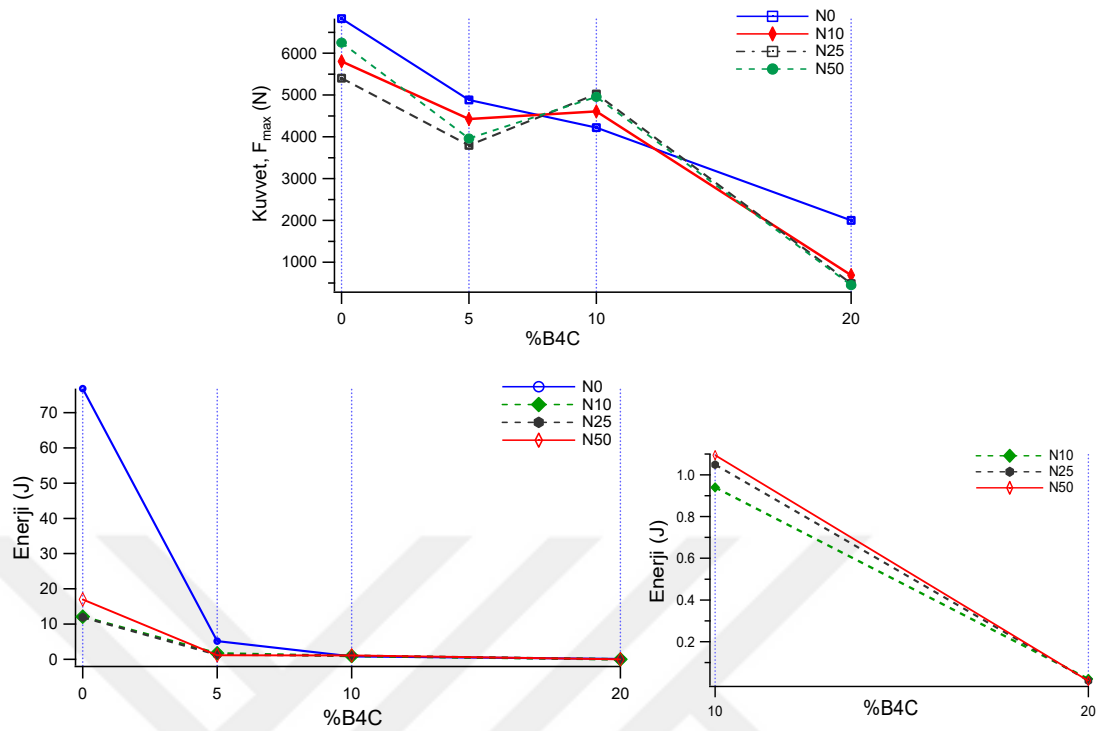
Şekil 3.171 grafiklerinde takviye oranına bağlı kuvvet ve enerji değişimleri görülmektedir. Grafikler incelendiğinde açıkça görülmektedir ki %5 ve %10 B₄C takviye oranları kuvvet değerinin değişiminde kritik öneme sahiptir. Özellikle %10 B₄C oranından sonra hem kırılma kuvveti hem de kırılma enerji değerleri önemli oranda azalmıştır. En sert ve gevrek karakterli %20B₄C numunesi en düşük kırılma kuvveti ve enerjisi değeri ile hasara uğramıştır.

Yüzeyde artan çatlaklar darbe deneylerinde kuvvet ve enerji değerlerini daha çok etkilemiş, çevrim sayısı arttıkça kuvvet ve enerji değerleri sürekli azalmıştı (Şekil 3.157). Fakat Şekil 3.169’da benzer eğilim görülememiştir. Yüzeyde oluşan termal çatlaklar darbe deneylerinde kırılma hasarını oluşturan çatlak başlangıcı için en büyük tetikleyici faktör olarak görülürken eğme deneyinde bu etki fazla belirgin olmamıştır. Bu sonucu doğuran temel faktör yükleme türünün hızlı veya yavaş olmasına bağlı olarak çatlak ilerleme mekanizmasının da değişmesidir. Yüksek hızlarda aynı çatlak derinliği ve genişliğindeki bir yüzey çatlağının ilerlemesi düşük hızdaki yüklemelerde oldukça farklıdır.

Diğer faktör, yüksek hızda yapılan yüklemede vurucu ile aynı ekseninde alt yüzeyde bulunan bir çatlak aniden gelişirken düşük hızlı yüklemelerde eğme kafasının temas ettiği nokta ile aynı ekseninde bulunmayan başka bir çatlağın ilerlemesiyle hasar oluşabilmektedir.



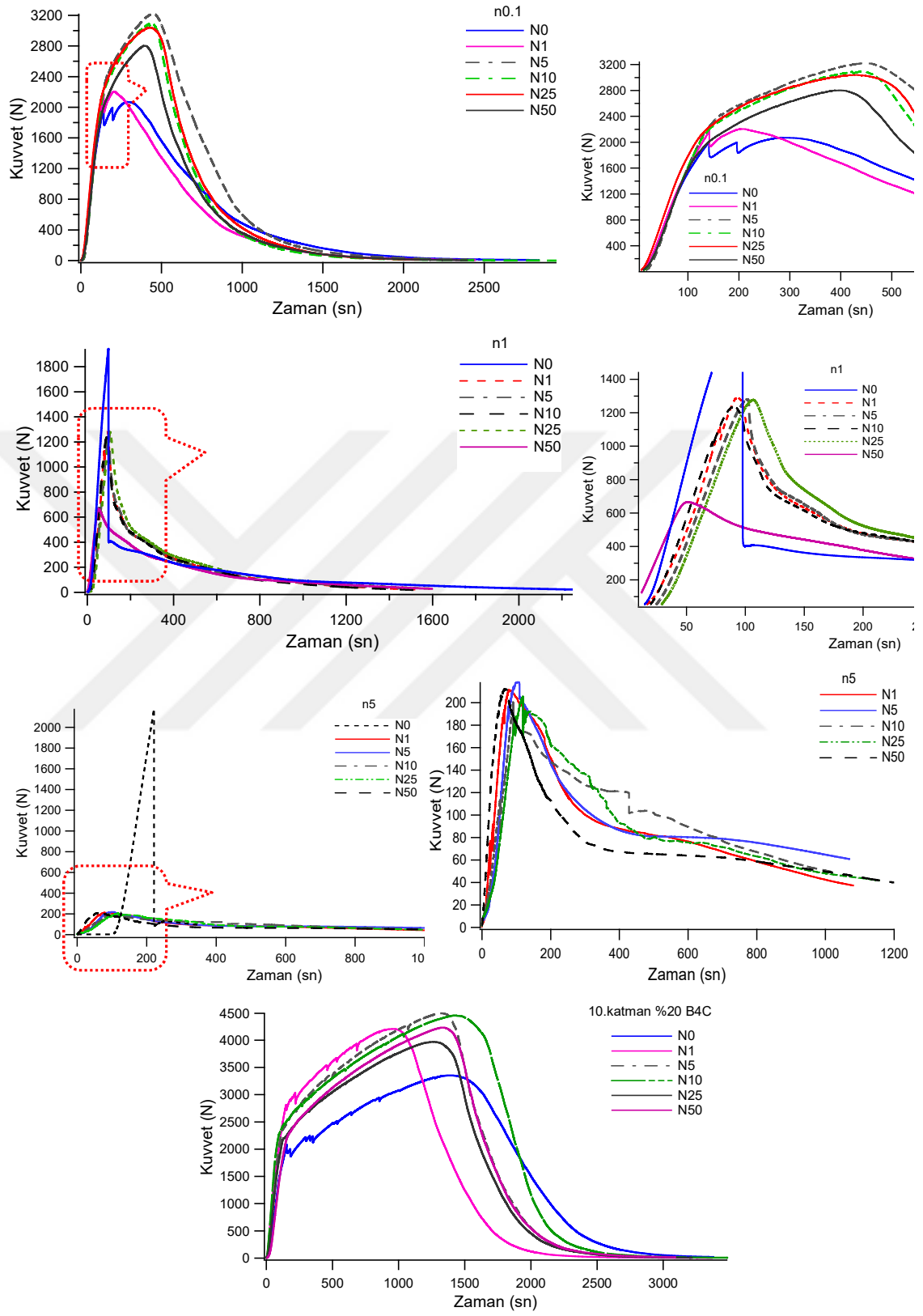
Şekil 3.170. Derecelendirilmemiş numunelerin takviye oranına göre kuvvet-zaman grafikleri.



Şekil 3.171. Derecelendirilmemiş numunelerin maksimum kuvvet ve kırılma enerjisinin takviye oranına bağlı değişimleri.

Yani hızlı veya düşük yüklemeler altında, alt yüzeydeki çatlakların ilerleme veya birleşme mekanizmaları numunenin hasara uğramaları üzerinde oldukça etkili olmaktadır. Dinamik kırılma mekaniğinde de oldukça dikkat çeken ve üzerinde çalışılan bir konu olan hızlı çatlak başlangıcı, ilerlemesi, çatlak hızı, çatlak dallanması ve çatlakın durması dinamik etkiler üzerinde önemli birer parametredir. Bu nedenle yapılan eğme deneylerinde, artan çevrim sayılarıyla yüzeydeki çatlak yoğunluğu arttığı halde kırılma ve enerji değerlerinde önemli bir azalma görülmemiştir.

FDM numunelerinin eğme deneylerine ait kuvvet-zaman grafikleri Şekil 3.172’de gösterilmiştir. Buradaki grafikler incelendiğinde ilk göze çarpan nokta kuvvet eğrilerinin profili derecelendirilmemiş numunelere göre oldukça farklıdır. Düşük takviyeli derecelendirilmemiş numunelerde görülen akma bölgesi bu numuneler de görülmektedir. Derecelendirilmemiş numunelerde takviye oranının artmasıyla akma kaybolurken FDM numunelerinde ise gradyan değerinin artmasıyla akma bölgesi görülmemiştir. $n:0,1$ numunesinde açıkça görülen akma $n:1$ ve $n:5$ numunelerinde kaybolmuştur.

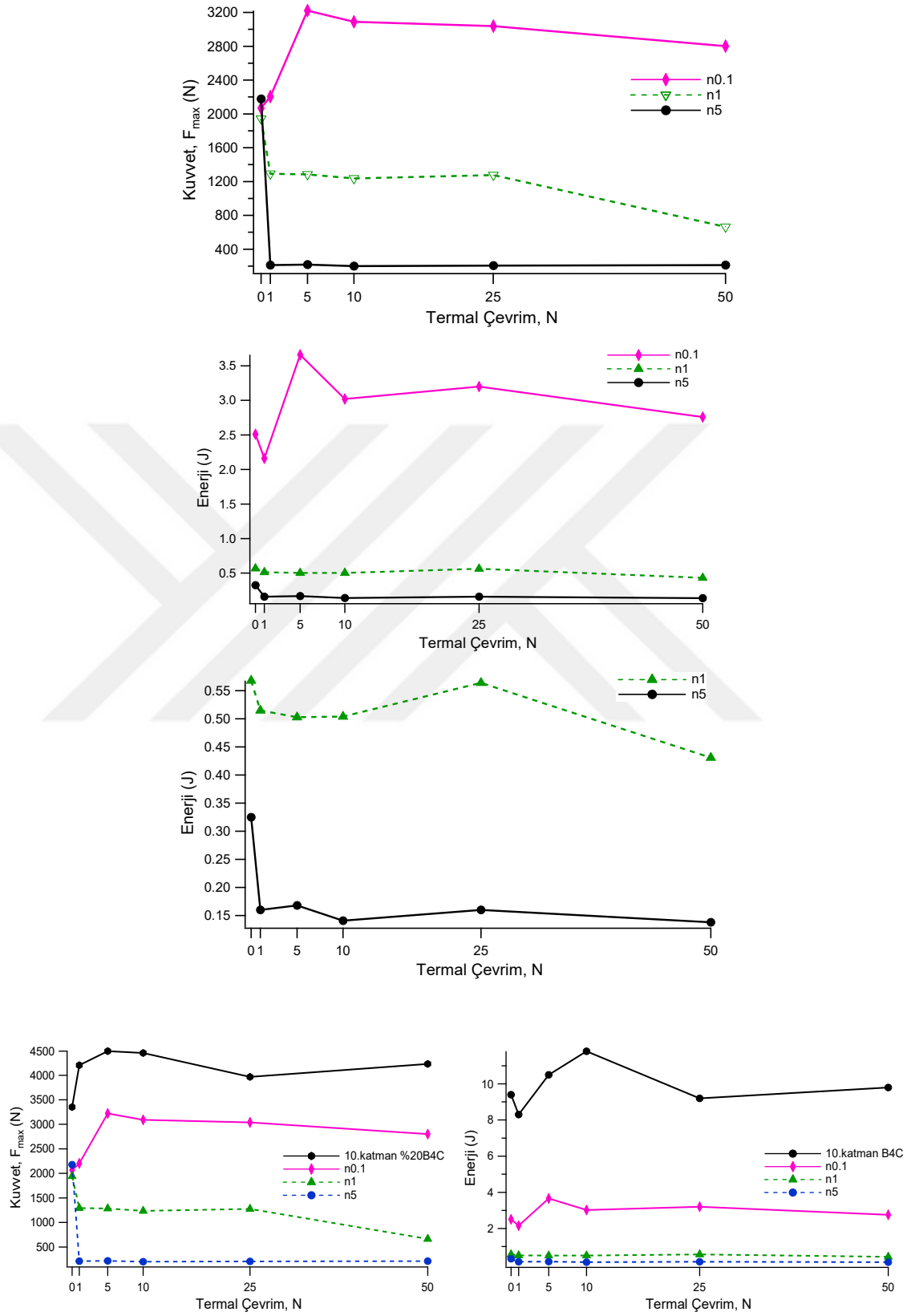


Şekil 3.172. FDM numunelerin çevrim sayısına bağlı kuvvet-zaman grafikleri.

Maksimum kuvvet değerinde oluşan çatlak veya mevcut çatlakın ilerlemesiyle hasar oluşumu gerçekleşmiştir. Gradyant değeri arttıkça maksimum kırılma kuvvet değeri artmıştır. Dikkat çeken diğer husus, derecelendirilmemiş numunelerde maksimum kuvvetten sonra numunenin hızlı ve ani bir şekilde azalan kuvvet değeri ile kırılırken FDM numunelerinde maksimum kuvvetten sonra kuvvet profili zamanla yavaş bir şekilde azalmış ve kırılmıştır.

FDM numuneleri içinde B₄C takviye oranı en yüksek olan sert ve gevrek karakterli n:5 numunesinde de bu durum aynı şekilde gerçekleşmiştir (Şekil 3.172). Kırılmanın derecelendirilmemiş numunelerdeki gibi maksimum kuvvetten sonra aniden oluşmaması diğer bir ifadeyle kırılmanın gecikmesinde en önemli faktör FDM numunelerin arka yüzeyinin %100Fe katmanından oluşmasıdır. Eğme grafiğindeki kuvvet eğrisi maksimum noktada iken en üstteki katmanın veya üst yüzeye yakın sert katmanların kırılması gerçekleşmekte sonra arka yüzeye doğru ilerleyen çatlakın hızı yumuşak ve daha tok karakterli katmanlara geldiğinde yavaşlamaktadır.

Şekil 3.173'deki grafiklerde maksimum kuvvet ve kırılma enerji değerleri (Ek-9), çevrim sayısına göre mukayese edilmiştir. Kırılma kuvveti (maksimum kuvvet) değerleri en fazla birinci çevrimde değişmiş, daha sonra sistematik olarak azalmıştır. Termal şok öncesinde 2069N maksimum kuvvet değerine sahip n:0,1 numunesi, N5 çevrimi sonunda 3222N, N50 çevrimi sonunda ise 2801N maksimum kuvvet değeriyle kırılmıştır. n:1 ve n:5 numunelerinin kuvvet değerleri sürekli azalmıştır. n:1 numunesi termal şok öncesinde 1942N ile, N50 çevrimi sonunda 665N değerinde kırılmıştır. n:5 numunesi termal şok öncesinde 2178N, N50 çevrimi sonunda ise 212N ile oldukça düşük bir değerde kırılmıştır. Enerji değişimleri incelendiğinde ise, çevrim sayısının artması ile enerji değerlerinin de sistematik olarak azaldığı görülmektedir. İlk çevrim enerji değerlerini önemli oranda düşürmüştür. Eğme deneyleri içinde derecelendirilmemiş numuneler dahil en düşük kırılma kuvveti 212N ile n:5 numunesi olmuştur. Fakat kırılma enerjilerine bakıldığında %20B₄C numunesi N1 çevrimi sonunda 0,005J ile en düşük kırılma enerji değerine sahiptir. n:5 numunesi ise N50 çevrimi sonunda 0,138J değerine sahiptir. Yani maksimum kırılma kuvveti ile kırılma enerjileri arasında bir ilişki bulunmamaktadır. Yaklaşık olarak aynı takviye oranına sahip olmalarına rağmen kuvvet değeri yüksek olan numunenin kırılma enerji değeri dü-

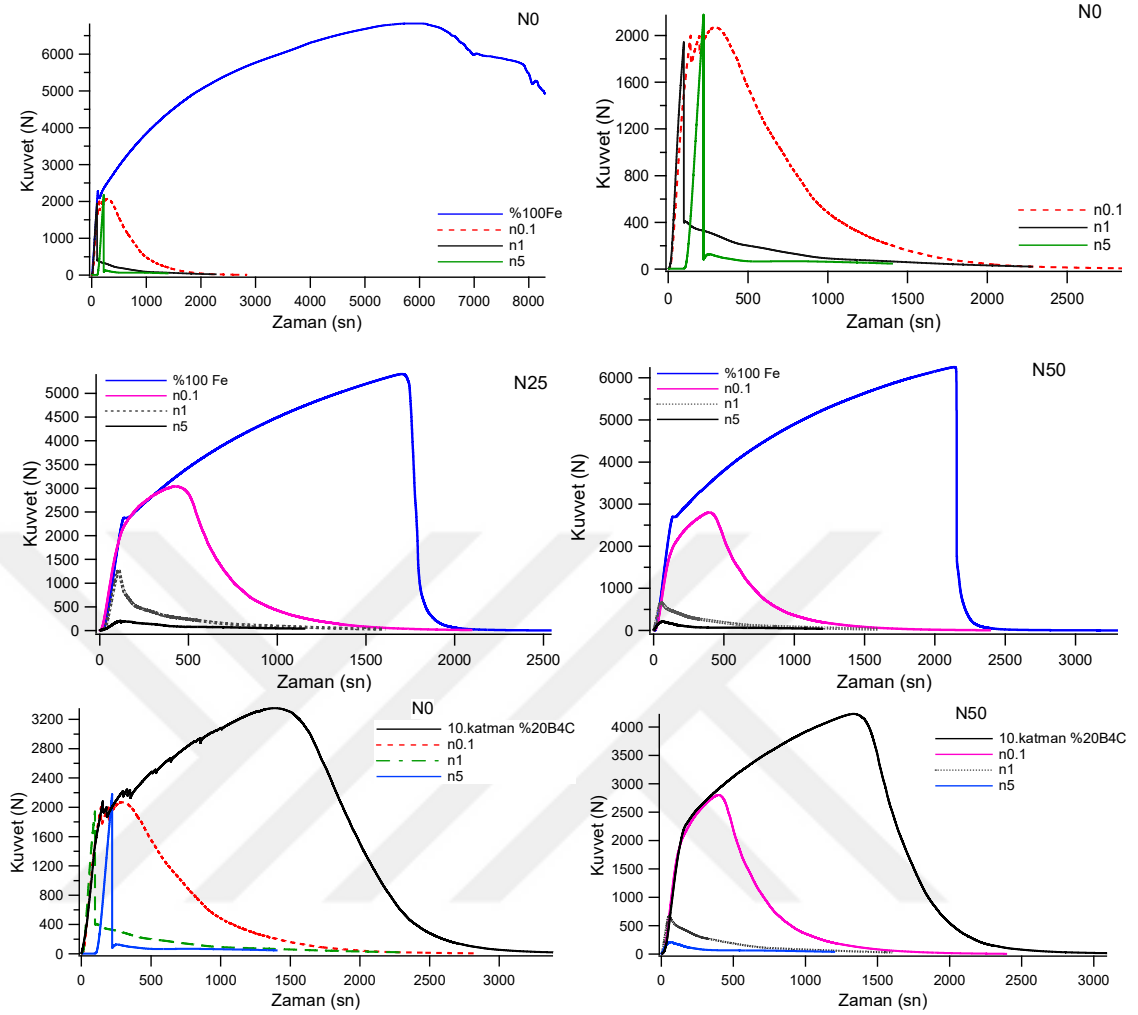


Şekil 3.173. FDM numunelerin maksimum kuvvet ve kırılma enerjisinin çevrim sayısına bağlı değişimleri.

şük olabilmektedir (Ek-9 %20B₄C-n:5). Şekil 3.173 grafiklerinde mukayese amacıyla 10. katmanı %20 B₄C numunesi incelenmiştir. Bu numunenin kuvvet ve enerji eğrisinde belirgin bir farklılık oluşmamış fakat genel olarak kuvvet ve enerji değerleri çevrim sayısı arttıkça azalmıştır. 10. katmanı %20 B₄C takviyeli numunenin kuvvet ve enerji değerleri diğer FDM numunelerinden yüksek çıkmıştır. N50 çevrimi sonunda 4230N kuvvet ile kırılan numunenin kırılma enerji değeri 9,8J olmuştur.

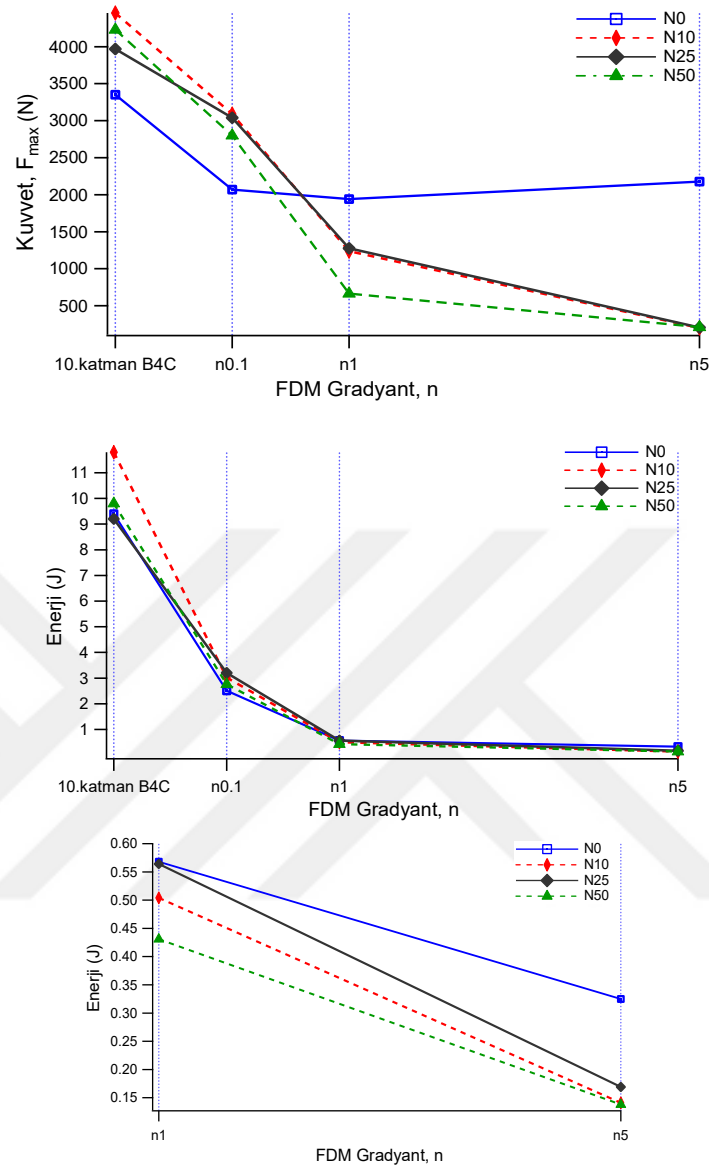
Artan termal çevrim sayısı ile yüzeydeki çatlakların da artmasına rağmen eğme verilerinde belirgin ve sistematik değişimlerin olmaması çatlakların ilerleme-birleşme-dallanma ve sonlanma mekanizmalarının özellikle FDM yapılı bir numune olduğunda kompleks olmasından kaynaklanmaktadır. Alt yüzeyde bulunan çatlaklar eğme esnasında merkezden dışarıya doğru açılmakta ve kırılma hasarına neden olacak çatlak başlangıcına kadar numune sürekli değişen farklı çatlak hareketleri oluşabilmektedir. Alt yüzeyde homojen olmayan, standart dışı ve düzensiz şekilde oluşan çatlakların düşük hızlı yüklemelerdeki ilerleme ve hasar oluşumunun karakterize edilmesi de bu nedenle kolay olmamaktadır.

Şekil 3.174’de gradyant değerine bağlı kuvvet-zaman grafiklerinde farklı gradyant değerine sahip FDM numuneleri mukayese edilmiştir. En üst katmanı aynı B₄C oranına sahip numunelerin diğer katmanlardaki takviye oranı arttıkça akma noktası ve maksimum kuvvet değerinin de azaldığı açıkça görülmektedir. Gradyant değerine bağlı olarak artan n değeriyle kuvvet-zaman eğrisinin altındaki alan (kırılma enerjisi) azalmıştır. Termal şok öncesindeki (N0) 10.katmanı %20B₄C numunesinin kuvvet-zaman eğrisinde bazı düzensiz noktalar dikkat çekmektedir. Bu noktalarda 10. katmanda kademeli şekilde oluşan çatlaklar kuvvet eğrisinde ani azalmalara neden olmuştur. Makro fotoğraflarda bu oluşum açıkça görülmüş ve aşağıda açıklanmıştır.



Şekil 3.174. FDM numunelerin gradyant değerine bağlı kuvvet-zaman grafikleri.

Gradyant değerine bağlı maksimum kuvvet ve kırılma enerjilerindeki değişim Şekil 3.175’de görülmektedir. Artan gradyant değeri ile kuvvet ve enerji değerleri farklı çevrim sayılarında azalmıştır. Özellikle $n:5$ numunesi oldukça düşük kırılma kuvveti ve enerji değerine sahip olmuştur. Eğme deneyi sonrasında numunelerin kırılma yüzey görüntüleri makro analizlerle detaylı şekilde araştırılmış, Tablo 3.17 ve Tablo 3.18’de çevrim sayılarına göre karakterize edilmiştir.

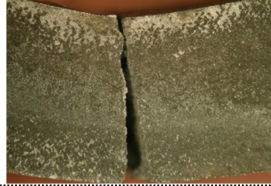
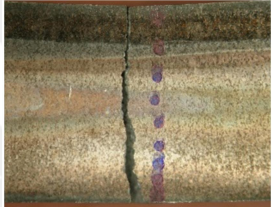
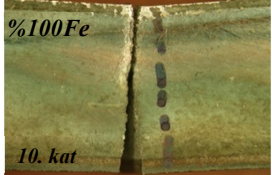
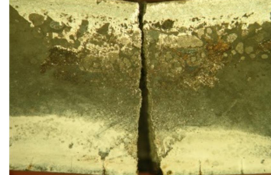
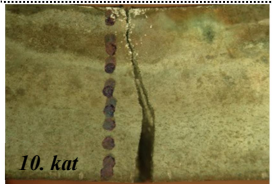
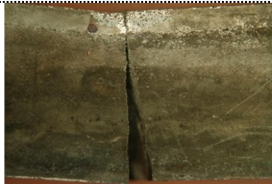


Şekil 3.175. FDM numunelerin maksimum kuvvet ve kırılma enerjisinin gradyant değerine bağlı değişimleri.

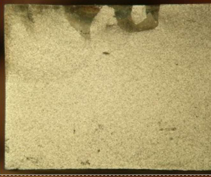
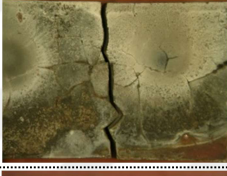
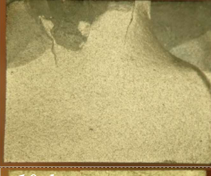
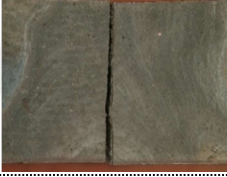
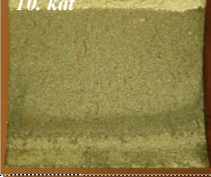
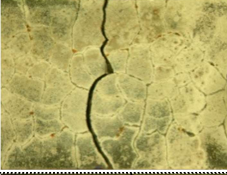
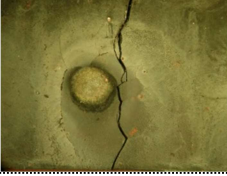
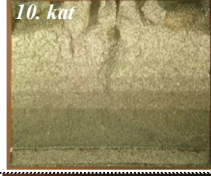
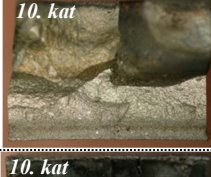
Tablo 3.17 ve Tablo 3.18 fotoğraflarında eğme deneyi esnasında kırılma hasarının numune yüzeyindeki termal çatlaklardan başlayarak geliştiği görülmektedir. Takviye oranı ve gradyant değerine göre kesit boyunca çatlakların ilerleme düzlemi de değişmiştir. Sertliği artan numunelerde çatlak oluşumu ve hızlı çatlak ilerleme bölgeleri yan kenar görüntülerinde açılma sapma şeklinde fark edilmektedir. Sünek malzemede düzgün ilerleyen çatlak gevrek malzemede belirli bir katmandan sonra düzensiz ve açılı bir şekilde ilerlemiştir. Artan çevrim sayısının yan yüzeydeki kırılma morfolojisi üzerinde etkisi gözlenmemiştir. $n:5$ numunesinde 4-5 katman dikey yönde ilerleyen çatlak

6.katmanda dallanarak hem paralel hem dikey yönlenmiş ve numune doğrultusunca ilerlemiştir.

Tablo 3.17. Eğme deneyi sonrası derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin yan kenar kırılma morfolojileri.

Numune Kodu	N0	N25	N50
%100Fe			
%5B ₄ C			
%10B ₄ C			
%20B ₄ C			
n:0,1			
n:1			
n:5			

Tablo 3.18. Eğme deneyi sonrası derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin üst yüzey ve kırık kesit görüntüleri.

Numune Kodu	Üst yüzey	Kırık kesit
<i>%100Fe</i> <i>N5</i>		
<i>%20B₄C</i> <i>N5</i>		
<i>%20B₄C</i> <i>N50</i>		
<i>n:0,1</i> <i>N5</i>		<i>10. kat</i> 
<i>n:0,1</i> <i>N50</i>		<i>10. kat</i> 
<i>n:1</i> <i>N5</i>		<i>10. kat</i> 
<i>n:1</i> <i>N50</i>		<i>10. kat</i> 
<i>n:5</i> <i>N5</i>		<i>10. kat</i> 
<i>n:5</i> <i>N50</i>		<i>10. kat</i> 

Tablo 3.18’de ise termal şok uygulanan üst yüzey ve kırık yüzey görüntülerinde çatlak oluşumlarının termal çevrim sayısı ile oldukça değiştiği görülmektedir. Artan termal çatlaklar, kırılma hasarını başlatacak çatlak oluşumunu belirleyen faktör olmuştur. Üst yüzeyden başlayan kırılma çatlakları, mevcut termal çatlak profiline dikey yönde genişlemesi ve ilerlemesiyle oluşmuştur. Takviyesiz %100Fe numunesinde kesit daralması ve dudak oluşumları görünürken takviye oranının artması ile bu durum kaybolmuştur. FDM numunelerinden $n:0,1$ numunesinde takviyesiz yüzeyde kesit daralması görülmüş, üst katman ise gevrek şekilde kırılmıştır.

Kırık kesitler incelendiğinde takviyesiz numune haricinde bütün numunelerin her çevrim değeri sonunda genel olarak gevrek karakterde kırılma kesitine sahip olduğu görülmüştür. Bazı numunelerde ise hem gevrek hem sünek kırılma bölgelerinin olduğu gözlenmiştir. FDM numunelerinden $n:0,1$ numunesinde buna benzer şekilde bir kırılma yüzeyi oluşmuştur.

Kırık kesit yüzeylerinde, üst yüzeyden başlayıp alt yüzeye doğru dikey yönde uzanan termal çatlaklar makro görüntülerde açık şekilde fark edilmiştir. Derecelendirilmemiş %20B₄C numunesinde derin mesafelere ilerleyen çatlak kesitin profilli görünümde kırılmasına neden olmuştur. FDM numunelerinde ise belirli bir katmana kadar ilerleyen çatlak kırılma kesitinin yarısının profilli ve dalgalı görünümde, diğer yarısının ise düz şekilde kırılmasına neden olmuştur. $n:1$ ve özellikle $n:5$ numunelerinde çevrim sayısının da artması ile profilli kırılma düzlemleri daha belirgin bir hal almıştır.

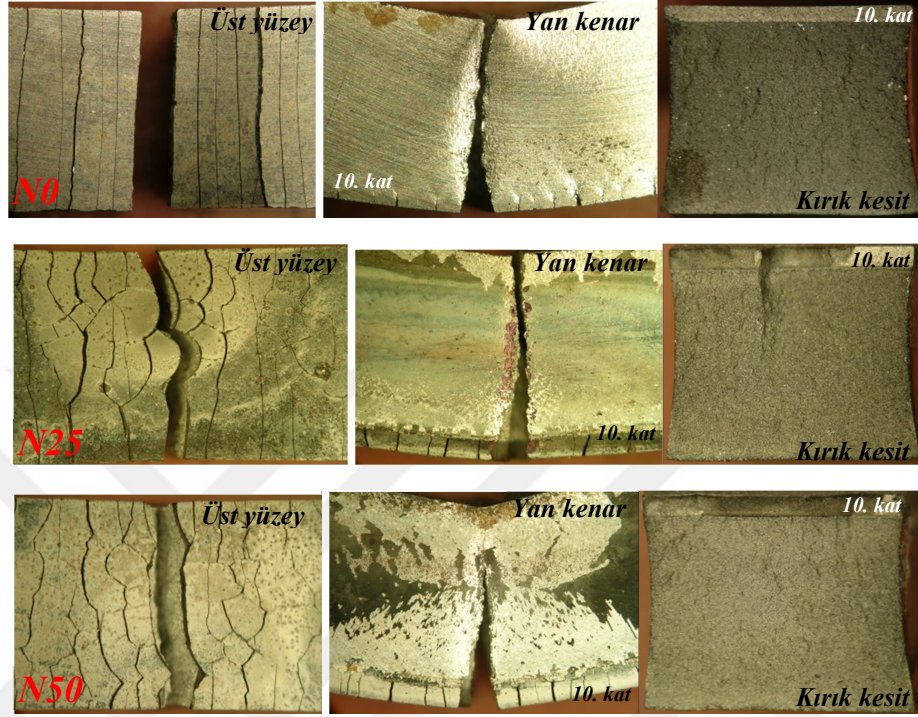
Yüzeyde oluşan ve kesite dik yönde ilerleyen termal çatlakların çevrim sayısının artmasıyla yüzeydeki yoğunluğunun yanı sıra derinliğinin de artması, eğme veya darbe yüklemeleri altında gerilmeye zorlanan kesit alanının da azalmasına yol açmış ve nihayetinde kırılma kuvveti ve kırılma enerjisi değerlerini düşürmüştür. Yani yüzeyde oluşan termal çatlakların sayısının yanında çatlak derinliğinin kırılma davranışları üzerindeki etkisi büyüktür. Yukarıdaki grafiklerde termal çevrim sayısının artmasına rağmen bazı değişimlerin belirgin olmaması veya beklenmeyen değerlerin çıkmasının nedeni, farklı kompozisyona sahip numunelerdeki çatlakların sayısı ve derinliğinin her numunede standart olmamasıdır. Tekrarlı yapılan deneylerde dahi hiçbir numunedeki çatlak oluşumu, genişliği, derinliği ve yoğunluğu birbirine benzememiştir. Bu nedenle

termal şok tatbik edilen numunelerin mekanik deneylerinde tekrarlanabilirliğin zayıf olduğu söylenebilir. Buna numunelerdeki geometrik düzgünsüzlükler, yüzey kalitesi, iç yapı homojenliği, mekanik test esnasındaki bozucu faktörler veya değişkenler de dahil edildiğinde tekrarlı deney sonuçlarının anlamlı olduğu söylenebilir. Yapılacak farklı çalışmalarda iç yapıda veya yüzeyde yapay olarak oluşturulan standart bir çatlak termal şok ve mekanik test esnasındaki ilerleyişi ile daha net bilgiler sağlanabilir. Tablo 3.18'deki FDM numunelerin kırık kesitleri incelendiğinde katmanların ara yüzey sınırları ve geçişleri net şekilde görülmektedir fakat ara yüzeylerde herhangi bir çatlak oluşumu gözlenmemiştir.

Şekil 3.176'da 10. katmanı %20 B₄C numunesine ait kırılma fotoğrafları görülmektedir. Bu numunenin kırılma karakteristiği oldukça farklı olmuş, yüzeydeki değişimler diğer FDM numunelerinde görülmemiştir. Termal şok uygulanmamış numunenin (N0) kırılma görüntülerinde üst yüzeyde oluşan en kesite dikey yöndeki katman ayrılmaları dikkat çekmektedir. Eğme kafasının karşı ekseninde yoğun şekilde oluşan bu ayrılmalar numune uçlarına doğru azalarak yayılmıştır. Aynı zamanda üst yüzeyin enindeki daralmada fark edilmektedir. Bilindiği üzere eğme esnasında alt tarafta kalan bu yüzeyde çekme gerilmeleri hakim olmaktadır.

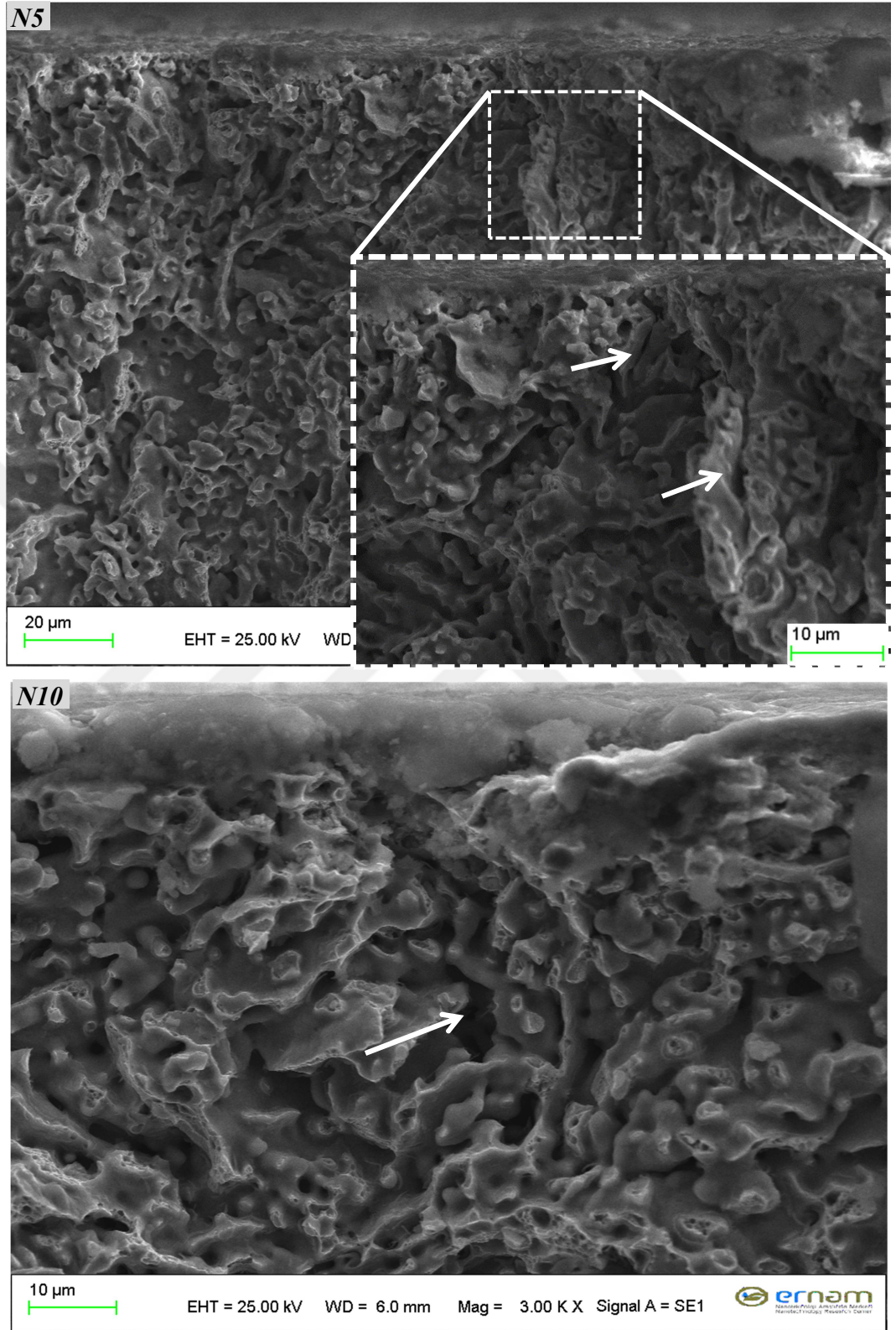
Kuvvet zaman grafiklerine de bu ayrılmaların ani kuvvet azalmaları-kırılmalar şeklinde yansıdığı Şekil 3.174 grafiklerinde görülmektedir. Yan kenar fotoğraflarında da görülen bu ayrılmalar sadece katman derinliği kadar ilerlemiş, merkezde oluşan bir çatlak ilerleyerek hasar oluşumuna neden olmuştur. Üst yüzeye yakın yan kenarlarda dudak oluşumu-ezilmeler dikkat çekmektedir. Kırık kesit incelendiğinde ise, sert üst katman ile alt yüzey arasında kenar yüzeyinin iç bükey daraldığı fark edilmektedir. Bu oluşum artan çevrim sayılarında da aynı olmuştur. 10. katmanın kırılma karakteri gevrek olurken alt bölgesi sünek karakterli bir görünüme sahiptir. Çevrim sayısının artmasıyla yüzeyde oluşan termal çatlaklar eğme esnasında genişlemiştir. Sadece 10. katmanı %20B₄C içeren ve dolayısıyla gevrek ve sert demir borür fazlarının hakim olduğu bu katman ile aslında oldukça yumuşak %100Fe altlığın üzeri sert bir katmanla kaplanmıştır. Numunenin eğilmesi ile bu katman çekme gerilmelerine maruz kalmıştır. Sonuç olarak alt malzeme ile üst katman arasında herhangi bir ayrılma-dağılma

görülmemiştir. Takviyesiz demir üzerine ve kademesiz olarak yapılan gevrek karakterli bu kaplama iyi bir ara yüzey bağı oluşturmuştur.

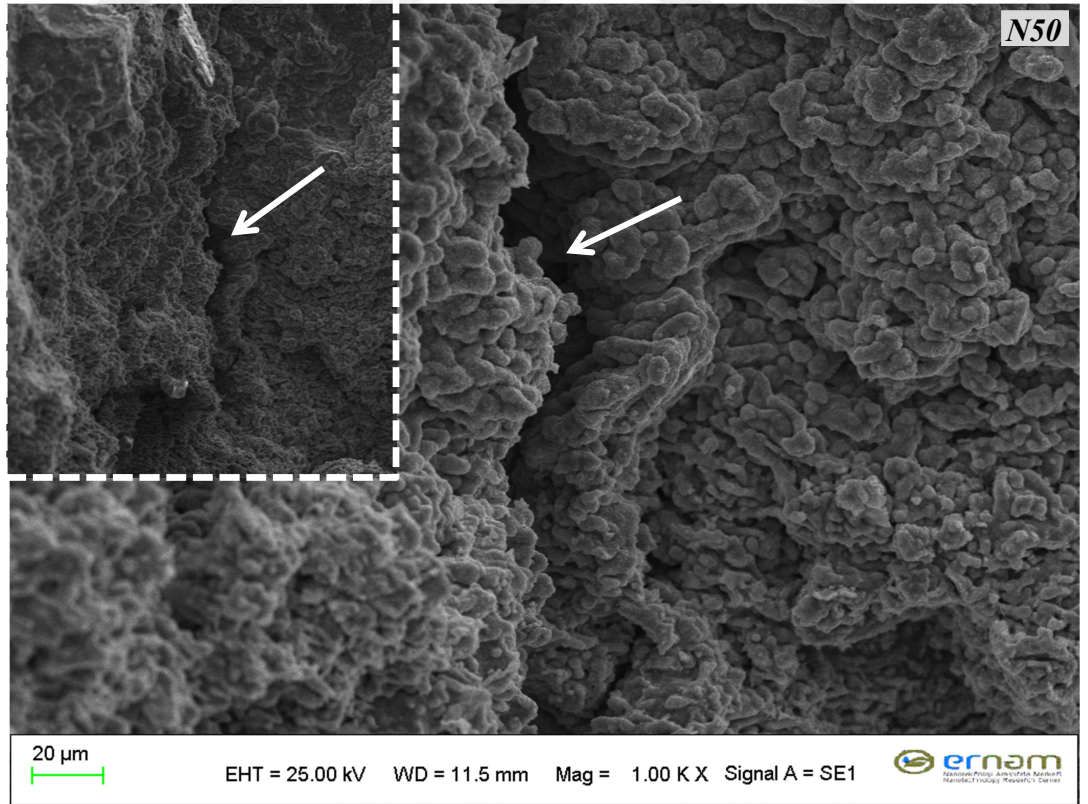
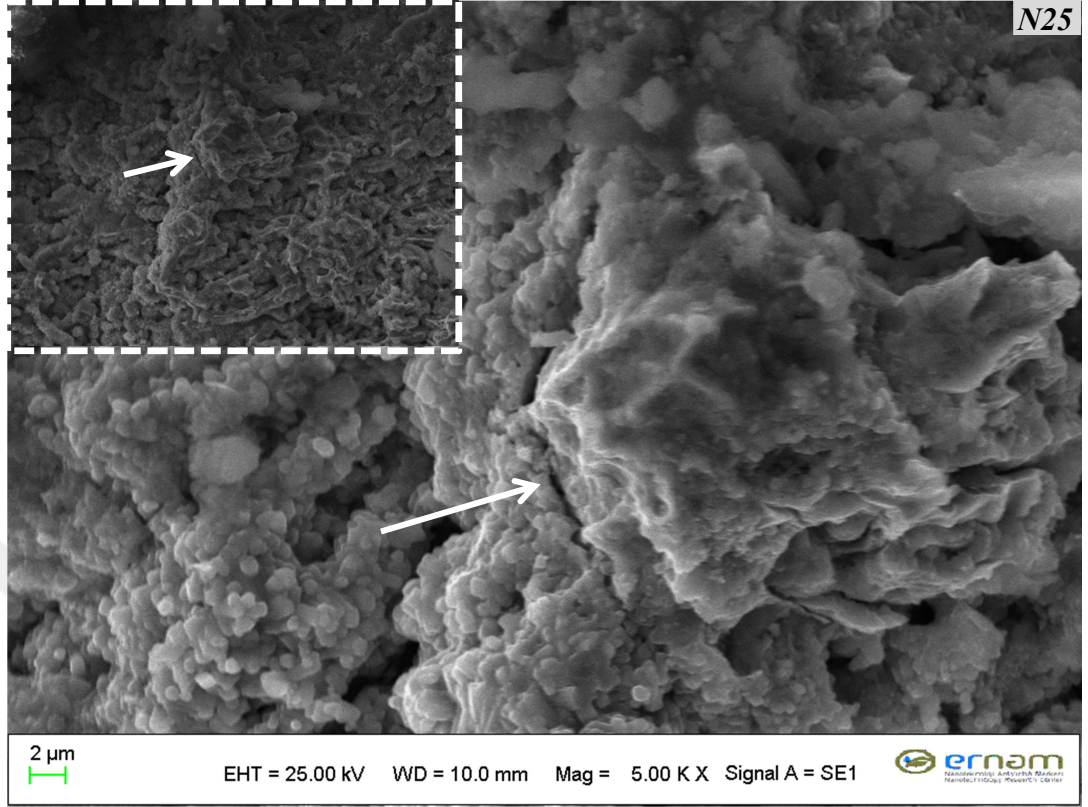


Şekil 3.176. 10. katmanı %20B₄C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzey görüntüleri.

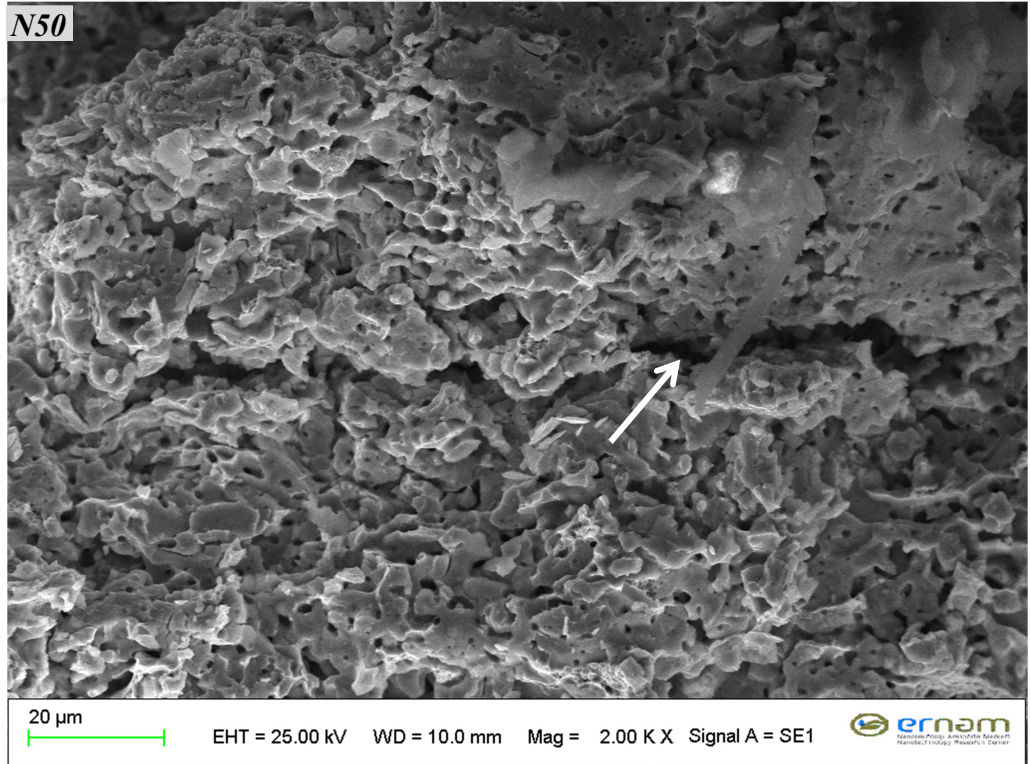
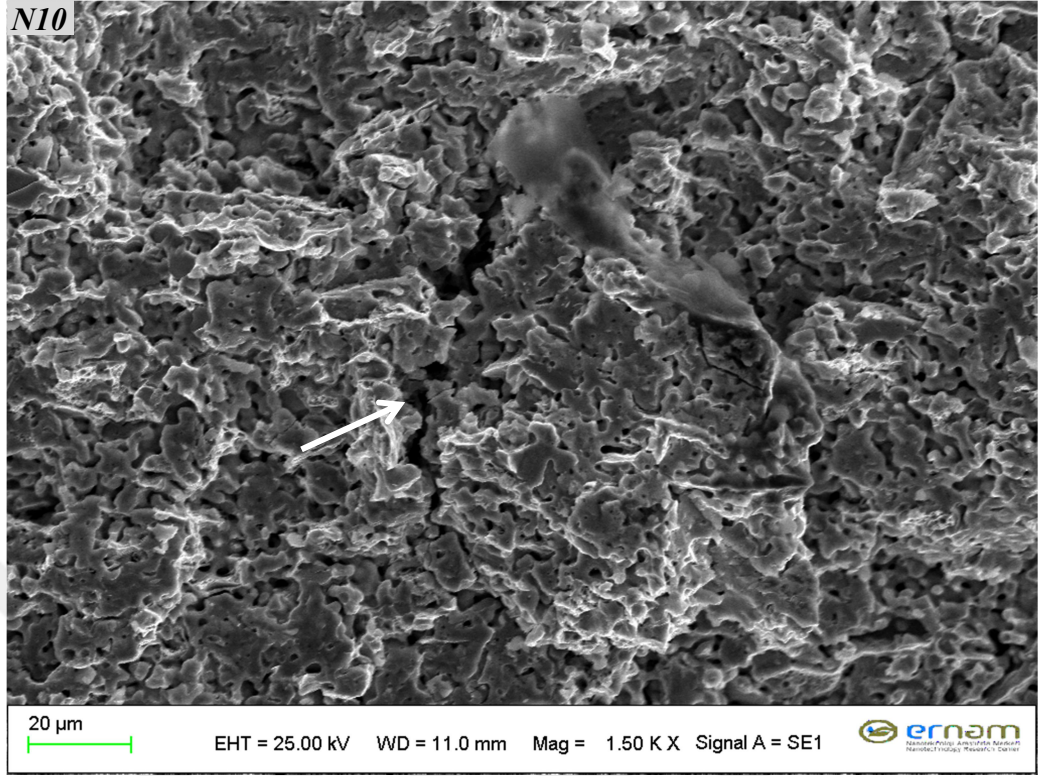
Makro fotoğraflarla incelenen kırık yüzeylerin, SEM görüntüleri ile mikro değişimleri de araştırılmıştır. Şekil 3.177 ile Şekil 3.184'deki SEM görüntülerinde derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin termal şok öncesi ve farklı çevrim sayılarından sonra kırık yüzeylerde genellikle üst yüzeye yakın bölgelerden (termal şok tatbik edilen) en dikkat çeken çatlak oluşumları ve diğer değişimler gösterilmiştir.



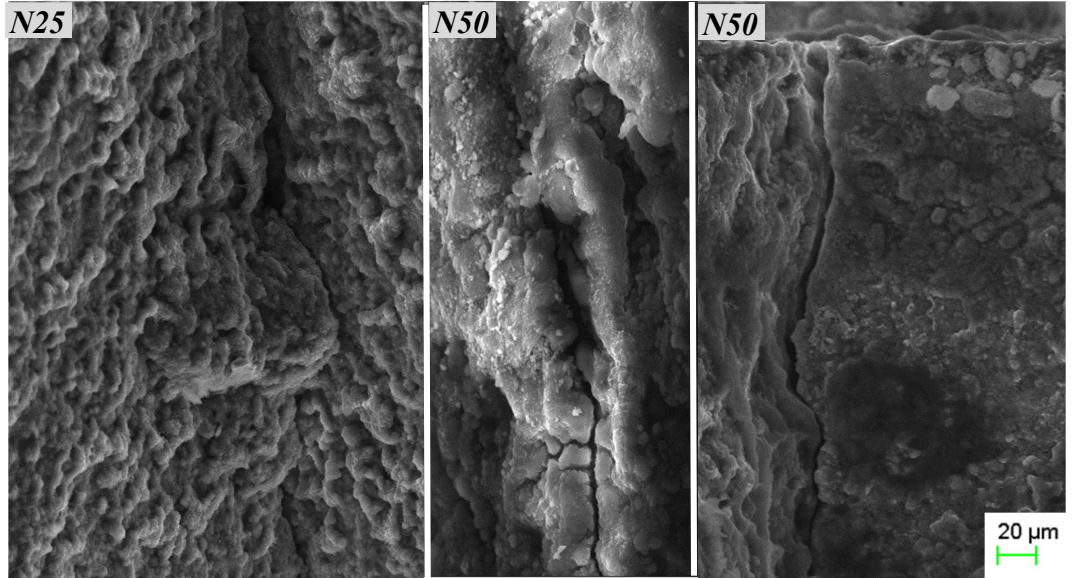
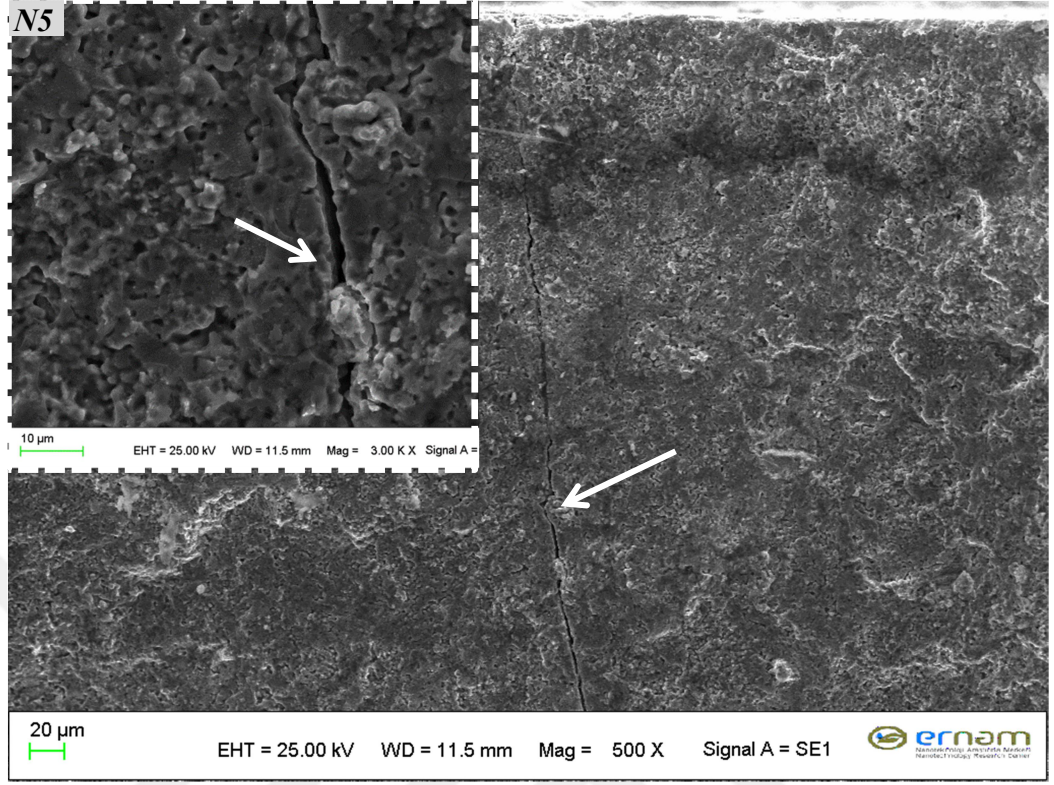
Şekil 3.177. %5B₄C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N5 ve N10).



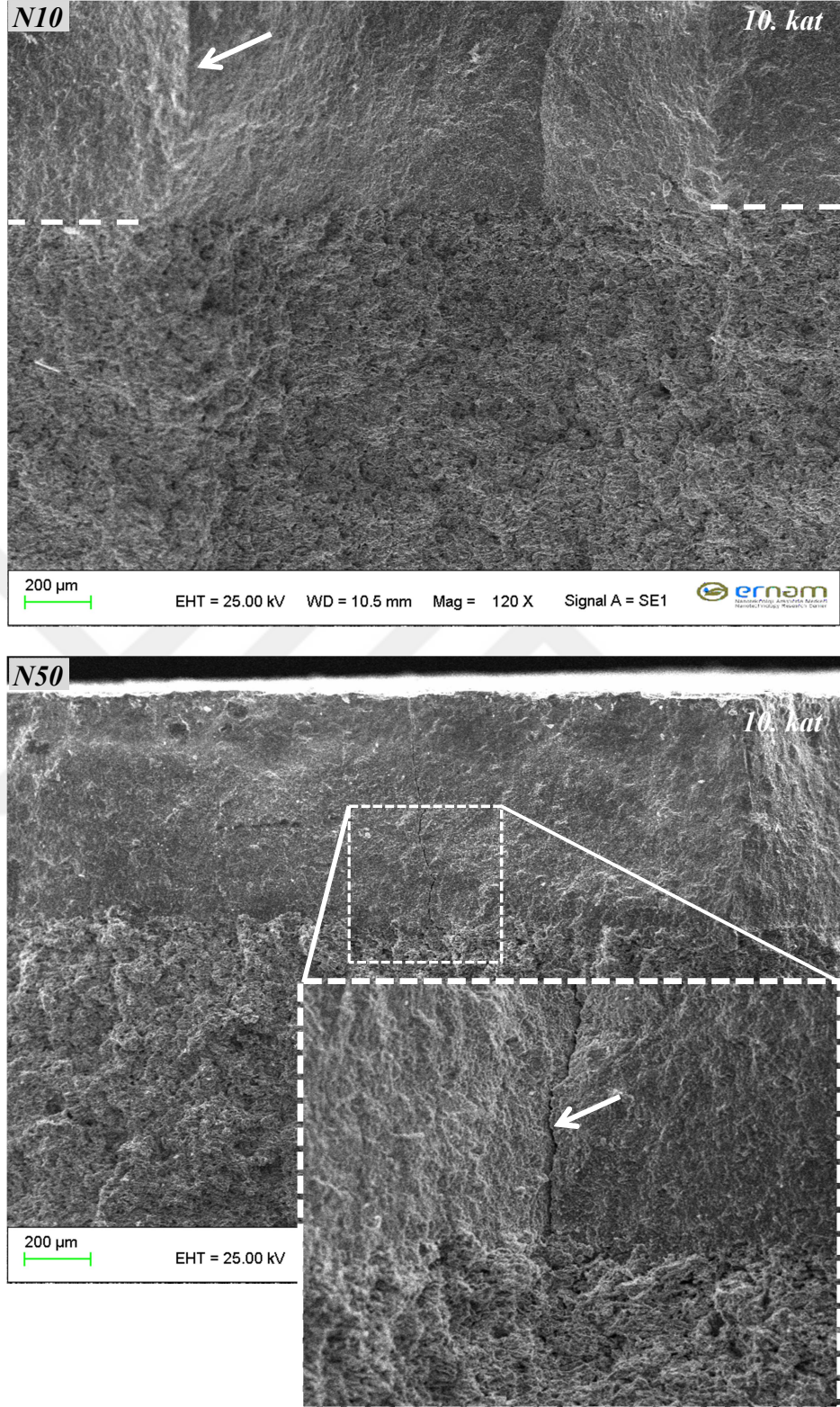
Şekil 3.178. %5B₄C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N25 ve N50).



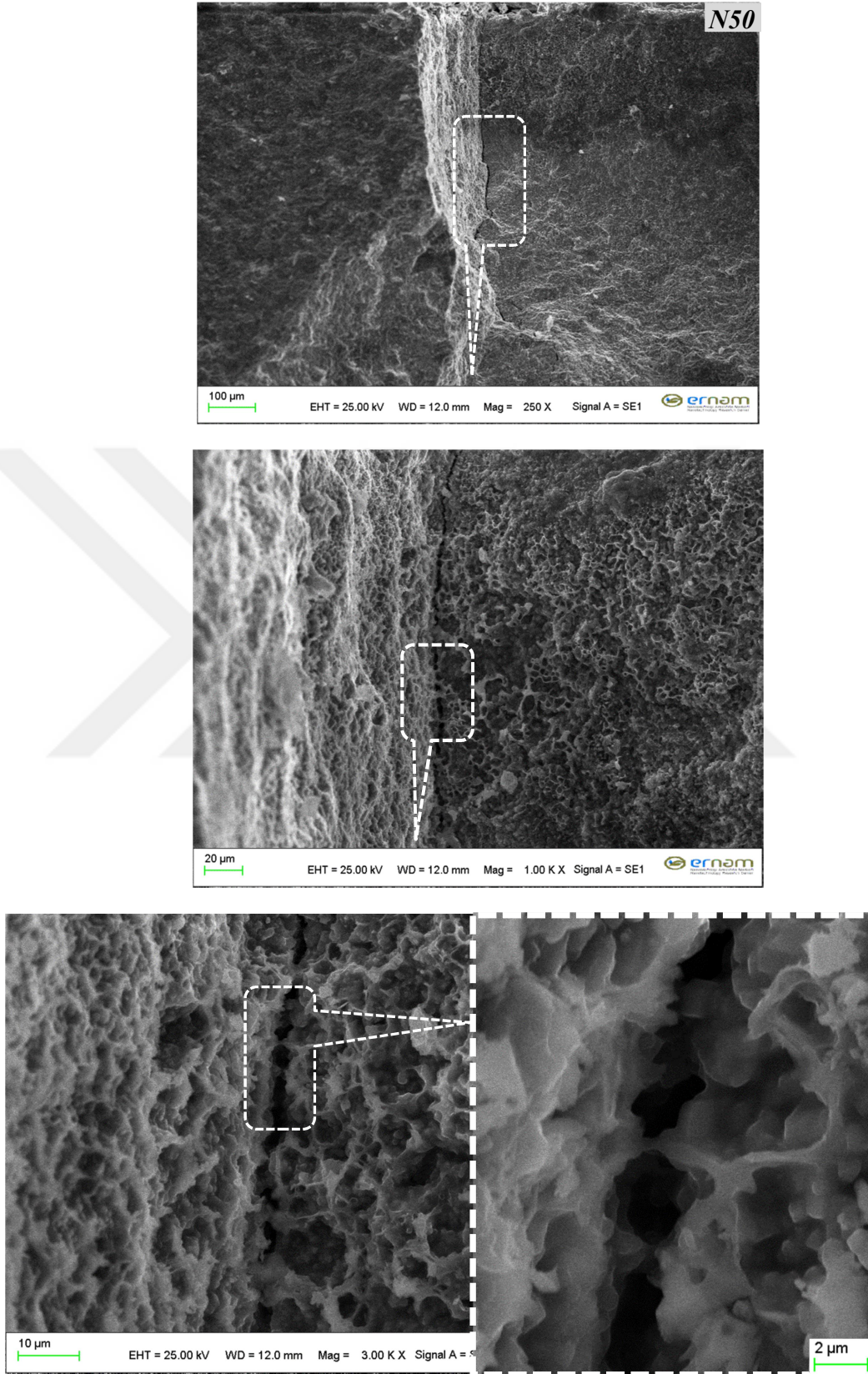
Şekil 3.179. %10B₄C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N10 ve N50).



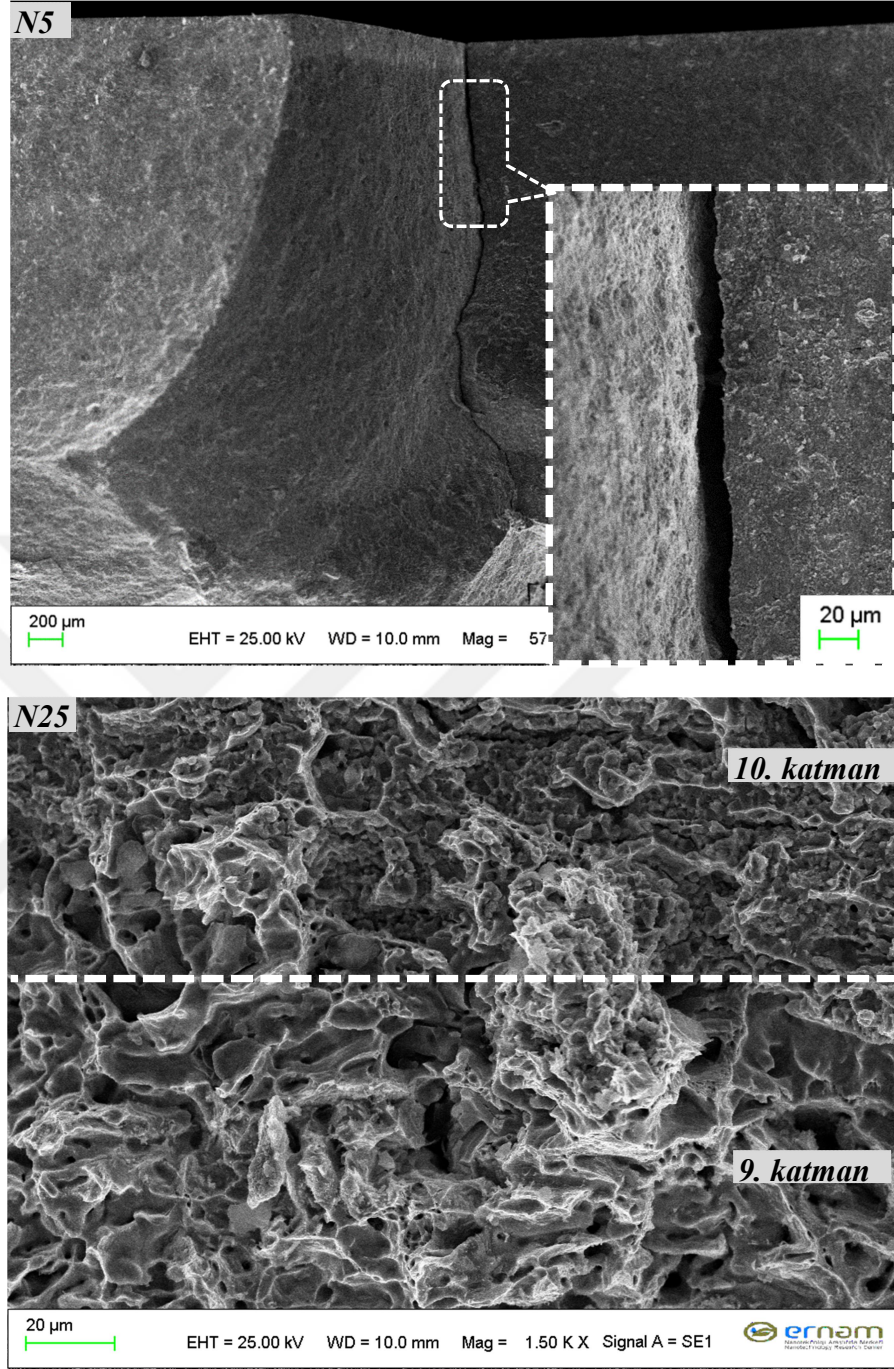
Şekil 3.180. %20B₄C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N5, N25 ve N50).



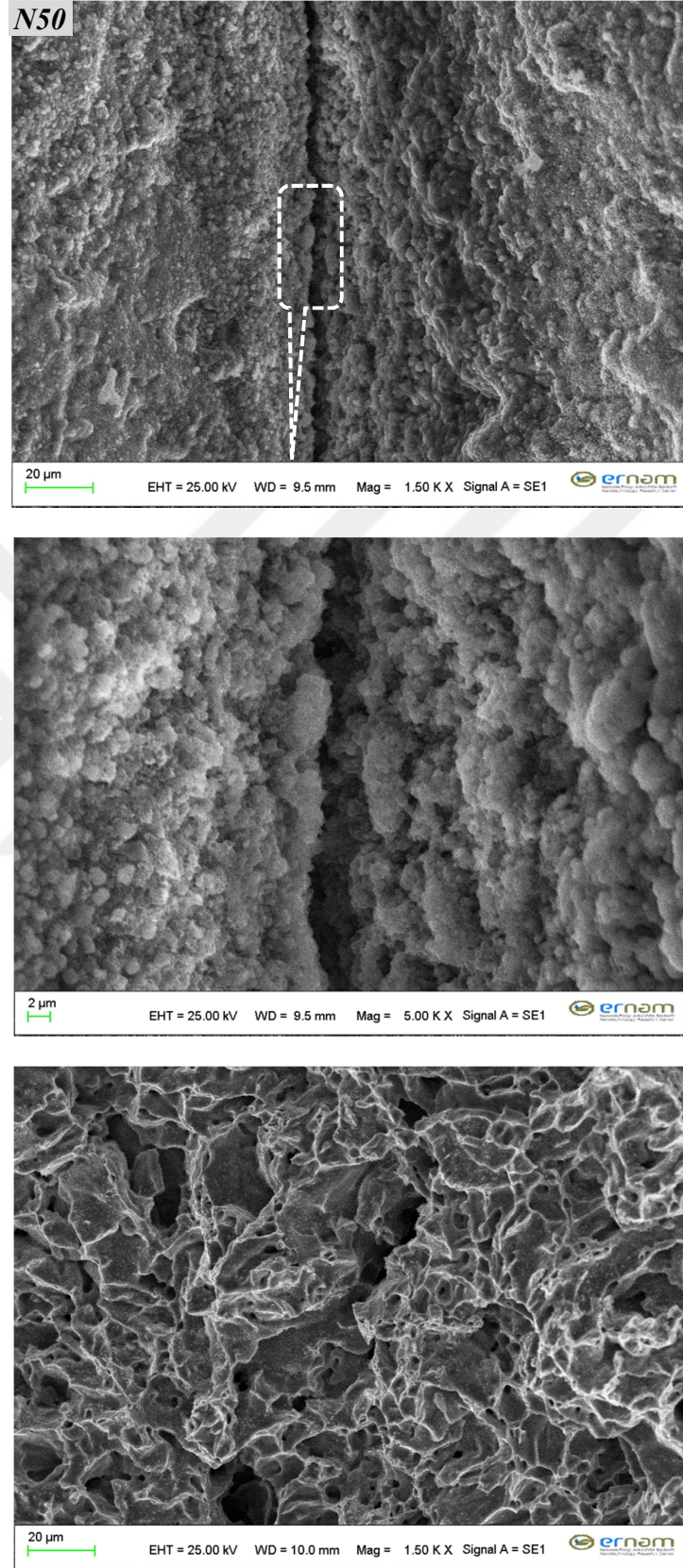
Şekil 3.181. $n:0,1$ numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N10 ve N50).



Şekil 3.182. $n:1$ numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N50).



Şekil 3.183. $n:5$ numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N5, N25).



Şekil 3.184. $n:5$ numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzeyinde termal çatlak görüntüleri (N50).

%100Fe numunesinin farklı termal çevrim sonundaki SEM görüntülerine göre kırık yüzey morfolojisinde belirgin bir değişim görünmezken kırılma türünün sünek karakterde olduğu söylenebilir. Yapıdaki mikro boşluklar (gözenek-porozite) ve daha büyük çukur oluşumları dikkat çekmektedir. N50 çevrimi sonrasındaki yüzey görüntüsünde bazı tanelerin ayrılarak kırıldığı ve bazı bölgelerde büyük çukurların olduğu görülmüştür. %5B₄C takviyesi ile birlikte kırık yüzey görüntüsü çok değişmiştir. Şekil 3.177-3.178’de kırık yüzey görüntülerinde takviyesiz numunede belirgin olan mikro boşluklar azalmış, daha keskin bir yüzey oluşmuştur. B₄C partiküllerinin Fe tanelerine difüzyonu sonucundaki faz oluşumları fark edilebilmektedir. Çevrim sayısının artmasına bağlı olarak iç yapıda termal çatlak oluşumları da görülmektedir. Bu çatlaklar bazı fotoğraflarda taneler arasından ilerlerken bazı görüntülerde tane içi ilerleme şeklinde oluşmuştur.

%10 ve %20 B₄C takviyesi ile yayılım sonucunda numunelerin içyapısının çok farklı bir hal aldığı Şekil 3.179-3.180 fotoğraflarındaki değişim ile fark edilebilmektedir. Bu oluşumların daha önce yapılan XRD ve EDX analizlerinde Fe₂B fazı olduğu belirlenmişti. Artan Fe₂B faz yoğunluğu ile sertliği artan numunelerin termal çevrim sayısına bağlı olarak oluşan termal çatlak sayısı da artmıştır. Görüntülerde birçok yerde dikey yönde oluşan mikro çatlaklara rastlanmıştır. Gevrek karakterdeki bu numunelerde çatlaklar genel olarak fazlar arası ilerleme mekanizmasıyla oluşmuştur. Bazı görüntülerde ise yayılım bölgesini çevreleyen çatlaklara (Şekil 3.179-N10) veya termal şok tatbik edilmeyen numunede kırılma esnasında oluşmuş faz ayrılmalarına da (Şekil 3.180-N5) rastlanmıştır.

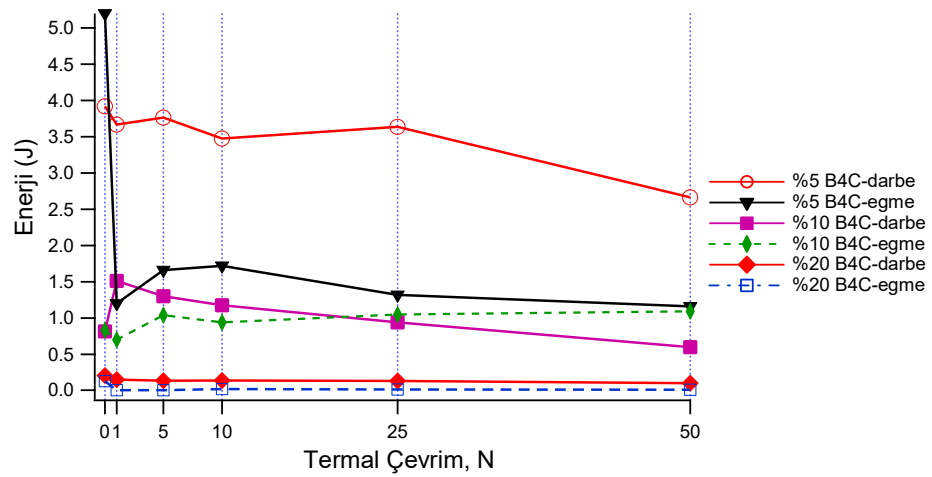
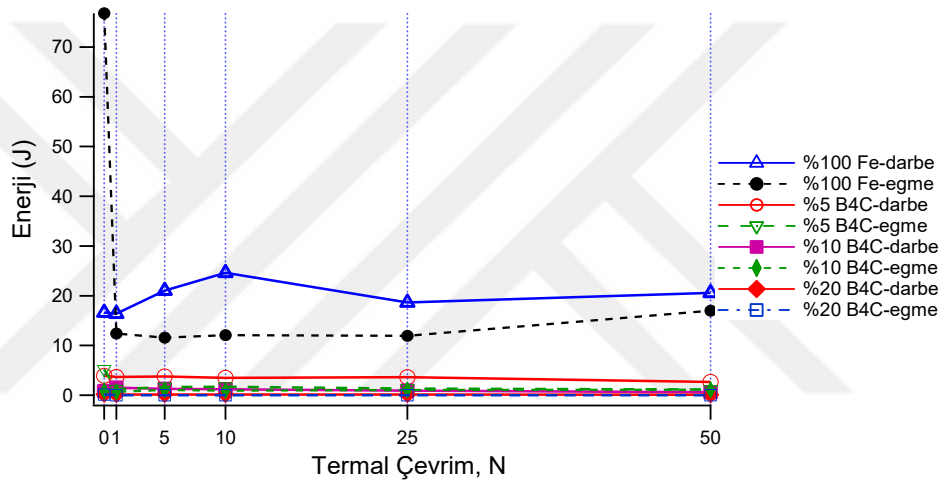
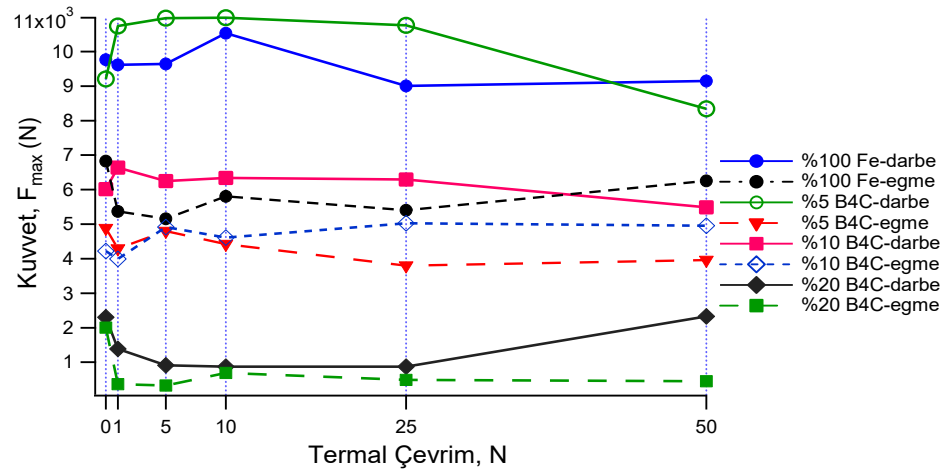
n:0,1 FDM numunesinde üst katman (10.katman) ile alt katmanları arasındaki kırılmanın farklı olduğu dikkat çekmektedir. 10. katman gevrek karakterde kırılma sergilerken alt katmanlar daha pürüzlü bir yüzeyle sünek kırılmaya işaret etmektedir. Şekil 3.181-N10 numunesinde bu farklılık net olarak görülmektedir. Çevrim sayısının artmasıyla oluşan termal çatlaklar 10. katman boyunca ilerlemiş ve alt katmanda sonlanmıştır. *n:1* numunesinde, *n:0,1* numunesindeki 10. katman ile alt katman arasındaki belirgin olan sınır yüzeyi-geçişi kaybolmuş fakat benzer çatlak oluşumları burada da görülmüştür (Şekil 3.182).

$n:5$ numunesinde ise 1. katman (%100 Fe) ile üst katmanlara geçiş sınırı belirgin olarak görülmektedir (Şekil 3.183, N25). Termal çevrim sayısının artmasıyla oldukça derin ve geniş termal çatlaklar kendisini göstermiştir. Ayrıca üst yüzeye yakın katmanlardaki kırık yüzey profillerinin değişimi görüntülerde fark edilmektedir. Oluşan çatlaklar gevrek yayılım bölgelerini ayırarak ilerlemiş ve fazlar arası (Şekil 3.184, N50) ve taneler içi kırılma hasarlarını oluşturmuştur.

Yukarıda alınan SEM görüntülerindeki çatlaklar eğme esnasında değil termal şok tatbikiyle oluşmuştur. Çünkü termal şok öncesindeki numunelerde bazı malzeme ayrılmaları-pullanma dışında bir hasar oluşumu tesbit edilememiştir. Fakat görüntülenen bu çatlaklar termal şok tatbiki esnasında oluşan orijinal çatlağın derinleşmiş veya genişlemiş son hali olabilir. Özellikle FDM numunelerinden alınan bazı görüntülerde (Şekil 3.181-N10-N50, Şekil 3.182-N50, Şekil 3.183-N5) fark edildiği üzere kesitin üst katmana yakın yüzeyin profilli ve dalgalı olduğu görülmektedir. Bu profil, numunenin üst yüzeyinde 3-5 katman derinliğe kadar oluşan termal çatlakların ilerlemesiyle oluşmuştur. Yani kırık yüzey SEM görüntüsünde görülen üst katmana yakın profilli yüzey, kırılmaya neden olan ve yüzeyde oluşan bir termal çatlağın yarı kesitidir. Kesitte görülen diğer çatlaklar kırılma kesitine dikey yönde (numune boyuna paralel yönde) oluşan diğer çatlaklardır. Numunenin boyuna paralel yönde alınacak bir kesit yüzeyinden daha farklı çatlak oluşumları karakterize edilebilir.

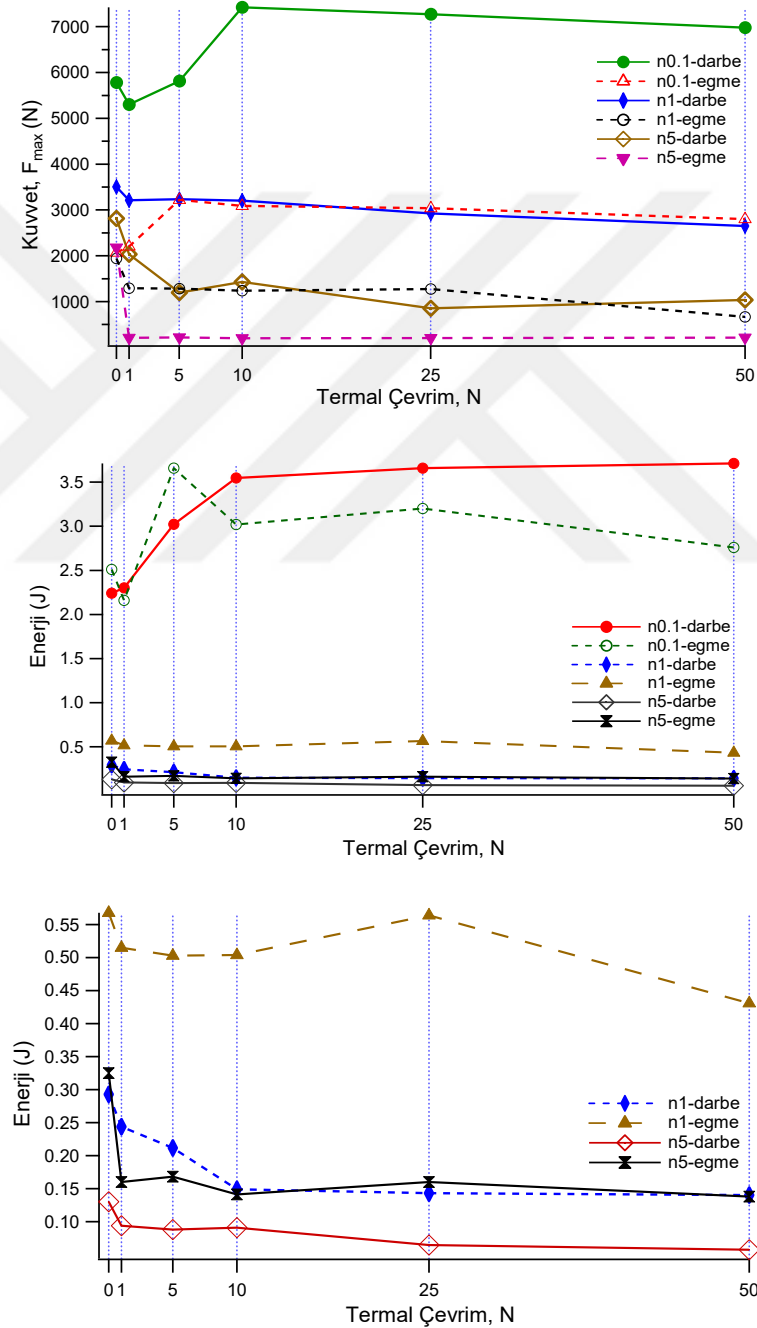
Eğme deneyleri sonundaki kırık yüzeylerde tam yayınmamış artık B_4C partikülüne de rastlanmamıştır. Derecelendirilmemiş numunelerde alt yüzeye yakın alınan görüntülerde, FDM numunelerinde ise %100Fe yapısında belirgin bir değişim veya çatlak oluşumu görülmemiştir.

Yapılan düşük hızlı darbe ve üç nokta eğme deneyleri ile derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin mekanik davranışları üzerinde termal şok uygulamasının etkileri detaylı şekilde araştırıldı. Fakat farklı kategorideki iki mekanik deneyin aynı şartlarda termal şoka maruz kalmış numuneler üzerinde uygulanmasıyla elde edilen mekanik özellikler de farklı olmaktadır. Şekil 3.185 ve Şekil 3.186 grafiklerinde aynı kompozisyona sahip numuneler aynı termal şok parametreleri için darbe ve eğme deney verilerine göre mukayese edilmiştir.



Şekil 3.185. Derecelendirilmemiş numunelerin darbe ve eğme deneyi mukayesesi.

Termal çevrim sayısının artmasıyla termal çatlak yoğunluğu ve derinlikleri de artmış ve genel olarak kırılma kuvveti ve enerjisi değerleri de azalmıştır. Bazı numunelerdeki değişimlerin belirgin ve sistematik olmaması çatlakların ilerleme, birleşme ve sonlanma mekanizmalarının özellikle FDM yapıları numunelerde oldukça karmaşık bir hal almasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 3.186. FDM numunelerin darbe ve eğme deneyi mukayesesi.

Şekil 3.185 grafikleri incelendiğinde derecelendirilmemiş numunelerin hem kırılma kuvveti hem de kırılma enerjisi değerlerinin darbe deneylerinde daha yüksek çıktığı görülmektedir. Takviye oranının artmasıyla eğme ve darbe verileri arasındaki fark da azalmıştır. Numunelerin makro seviyedeki kırılma türleri genel olarak gevrek karakterde olurken bazı numuneler hem sünek hem gevrek kırılma bölgelerinden oluşmuştur. FDM numuneleri içinde benzer farklılıklar söz konusudur (Şekil 3.186). Kompozisyonel gradyant değeri n arttıkça kuvvet ve enerji değerleri arasındaki fark da azalmıştır. Farklı olarak $n:1$ ve $n:5$ numunelerinin eğme değerleri darbe değerlerinden yüksek çıkmıştır.

Alt yüzeyde bulunan çatlaklar yükleme esnasında genişleyerek ilerlemekte ve kırılma hasarına neden olacak çatlak başlangıcına kadar numunede sürekli değişen farklı çatlak hareketleri oluşabilmektedir. Yüzeydeki homojen olmayan, standart dışı ve düzensiz şekilde oluşan çatlakların değişen hızdaki yüklemelerde ilerleme ve sonlanma davranışlarını yorumlamak kolay olmamaktadır.

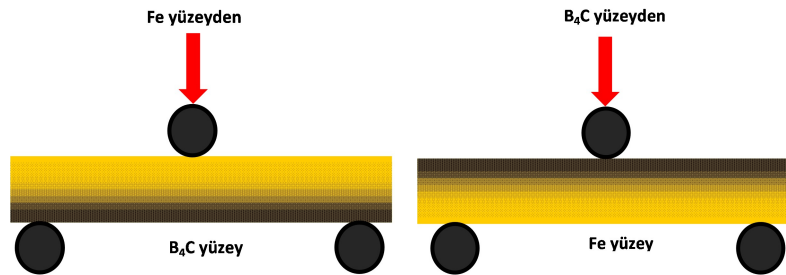
Düşük hızlı yüklemelerde mikro boşluk birleşmesi sonunda kırılan bir numune hızlı yüklemelerde ayrılma kırılması şeklinde gevrek karakterde kırılmaktadır. Gevrek kırılma türünde sadece elastik deformasyon olduğu için çarpma kuvvetinin absorbe edilen enerjiyi doğurduğu söylenebilir. Sünek kırılma durumunda plastik deformasyon ve akma sonucunda kırılma gerçekleşir, kırılma yüzeyi ise mat-pürüzlü görünümde olur. Gevrek kırılmanın oluşumu taneler içi veya taneler arası çatlak ilerleme mekanizmalarıyla gerçekleşir. Taneler arası kırılmada çatlak her bir tanenin etrafını dolanarak ilerler. Çatlağın ilerlemesi mikroboşluk birleşmesi veya mikroboşluksuz taneler arası ayrılma şeklinde oluşur. Kırılma yüzeyi ise parlak görünümlüdür. Plastik deformasyon azdır ve kırılma enerjisi düşüktür.

Çatlak ilerleme davranışları kuvvet değişimlerine de yansımaktadır. Çatlak hızının artması, yavaşlaması, durması veya tekrar ilerlemesinin etkileri alınan kuvvet verileri ile değerlendirilmektedir. Statik veya yavaş yüklemelerde numunenin deformasyona uğraması için yeteri kadar zaman bulunmakta ve kuvvet-enerji dengesi sağlanabilmektedir. Yükleme hızının artmasıyla birlikte numunenin yüklemelere karşı tepkisi de büyük olmakta oluşan kuvvet değerleri ile bu tepkinin arttığı görülmektedir.

3.4.4 Karşıt Yüzeyden Darbe ve Eğme Deneyleri

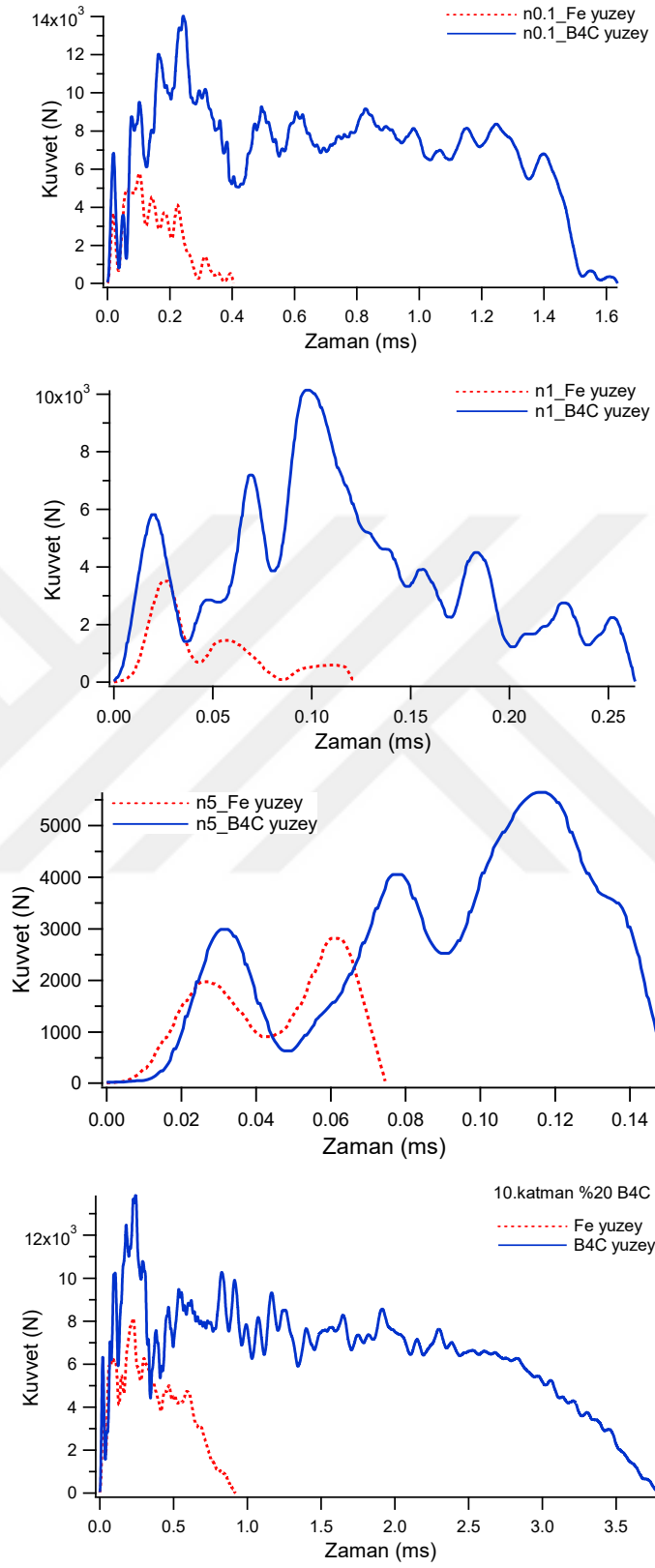
Termal şoklu numunelere yapılan darbe ve eğme deneylerinde termal şokun tatbik edildiği yüzey aşağıda kalacak şekilde yük tatbiki diğer yüzeyden uygulandı. Böylelikle aşağı tarafta kalan (numunenin üst yüzeyi) termal çatlakların mekanik özellikler üzerindeki etkileri araştırıldı. Üzeri farklı kalınlıklarda ve farklı malzemeler üzerine yapılan kaplamaların eğme-darbe deneylerinin de benzer şekilde kaplanmış yüzey aşağıda olacak şekilde yapıldığı bilinmektedir. Bu bölümde ise sadece FDM numunelerin davranışlarını daha iyi anlamak amacıyla darbe ve eğme deneyleri aynı kompozisyona sahip numunelerin her iki yüzeyinden de (*Fe* yüzeyden ve *karşıt-B₄C* yoğun-sert yüzeyden) yapılarak mukayese edilmiştir. Şekil 3.187’de yapılan deneyler şematik olarak gösterilmiştir. Deneylerde termal şok tatbik edilmemiş numuneler kullanılmıştır.

Üç nokta eğme deneyinde aynı parametreler (eğme hızı: 0,1 mm/dk, mesnetler arası mesafe: 40 mm) kullanılmıştır. Darbe deneylerinde ise ön testlerde 15 Joule ve 30 Joule değerinde kırılmadığı görülen *n:1* ve *n:0,1* numunesi için darbe enerjisi 45 J, darbe hızı 4,127 m/sn olacak şekilde ayarlanmıştır. 45 J değerinde *n:5* numunesi çok kısa sürede kırılmış ve sağlıklı veri alınamadığı için 15 Joule enerji ve 2,38 m/sn darbe hızı ile deneyler yapılmıştır. 10. katmanı %20 B₄C numuneleri de 45 Joule değeri ile test edilmiştir.

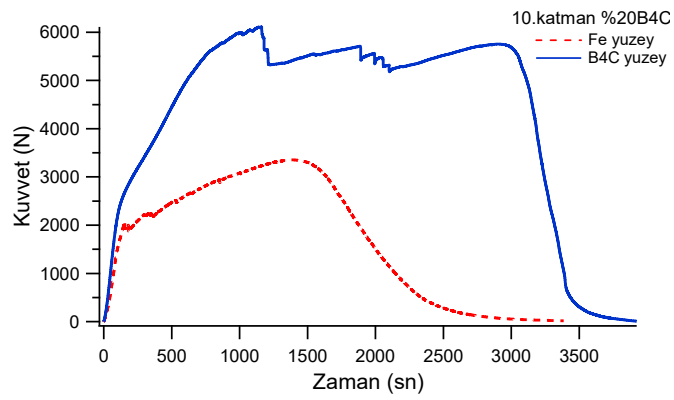
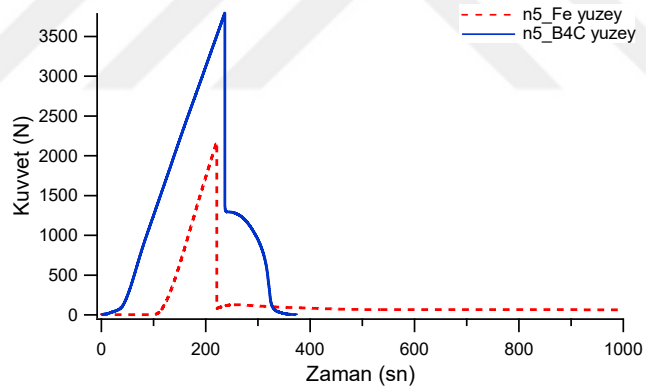
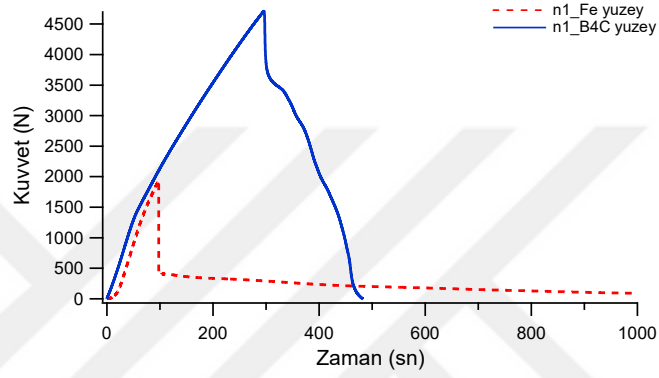
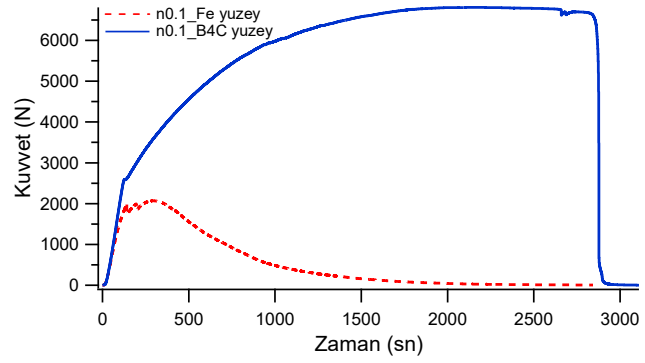


Şekil 3.187. FDM numunelerin Fe yüzey ve karşıt yüzeyden şematik darbe-eğme deneyi.

Şekil 3.188-3.189 grafiklerinde FDM numunelerinin darbe ve üç nokta eğme deneyi kuvvet-zaman grafikleri ile karşıt yüzeyden yük tatbikinin etkileri mukayese edilmiştir. Grafiklerde karşıt (sert) yüzeyden yapılan deneyler B₄C yüzey olarak tanımlanmıştır.



Şekil 3.188. Darbe deneyi kuvvet-zaman grafikleri Fe yüzey-B₄C yüzey mukayesesi.



Şekil 3.189. Eğme deneyi kuvvet-zaman grafikleri Fe yüzey-B₄C yüzey mukayesesi.

Şekil 3.188 darbe deneyi ve Şekil 3.189 eğme deneyi grafiklerinde, B₄C yüzeyden yük tatbik edilen numunelerin kuvvet değerlerinin her zaman için Fe yüzey değerlerinden yüksek olduğu açık şekilde görülmektedir.

Darbe veya eğme yükü altında zorlanan numunenin alt yüzeyinde çekme gerilmeleri hakim iken yüklemenin uygulandığı üst yüzeyde basma gerilmeleri hakimdir.

Derecelendirilmemiş numunede basma etkisindeki üst yüzey ile çekmeye maruz kalan alt yüzey aynı içyapıya sahip iken FDM numunelerinde yumuşak ve sert yüzeylerdeki gerilme türleri değişmektedir. Derecelendirilmemiş numunelerde oluşan gerilme türleri aynı içyapıya sahip katmana tesir etmektedir. Fakat alt ve üst yüzey doğrultusu boyunca sürekli değişen kompozisyondaki FDM içyapısında oluşan gerilme gradyanları farklı olmaktadır. Bu nedenle FDM numunelerinin kuvvet-zaman davranışları ile derecelendirilmemiş numunelerin davranışları oldukça farklı olmuştur. Bu farklılık FDM numunelerine karşıt yüzeyden ve Fe yüzeyden uygulanan yüklemeler ile daha belirgin bir hal almış ve grafiklere yansımıştır.

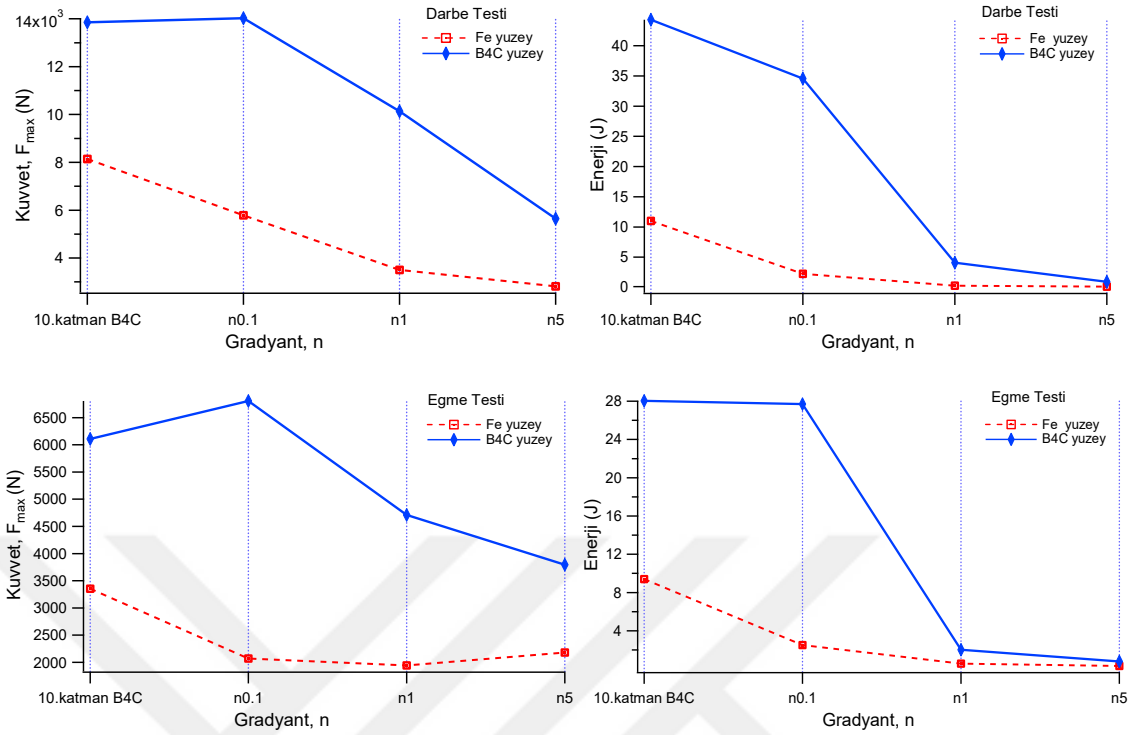
FDM numunesinde karşıt yüzey (B₄C yüzey) sert ve gevrek, alt yüzey ise (%100 Fe) yumuşak ve tok karakterli bir yapıya sahiptir. Yükleme Fe yüzeyden yapıldığında aşağıda kalan B₄C yüzey çekme gerilmeleri etkisi altında, sünek %100 Fe katman ise basma gerilmelerinin etkisi altında zorlanmıştır. Karşıt yüzeyden (B₄C yüzey) yapılan yüklemelerde ise sert katmanda basma, sünek katmanda çekme gerilmeleri hakim olmuştur. Sünek yapıdaki katman ile sert katmanda oluşan basma ve çekme gerilmeleri ise çok farklı değerlere sahiptir. Gevrek karakterli malzemelerin basma gerilmeleri çekme gerilmelerinden daha yüksektir (3-7 kat).

Karşıt yüzeyden (B₄C yüzey) yapılan yüklemelerde sert katmanda oluşan basma gerilmesinin daha yüksek olması numunelerin kırılma kuvvetinin yüksek olmasında en etkin faktör olmuştur. Fe yüzeyden yapılan yüklemelerde yumuşak katmandaki basma gerilmelerinin düşük olması ise numunelerin hem kırılma kuvvetini hem de kırılma enerji değerlerinin daha düşük olmasına neden olmuştur. Sonuç olarak sert ve yumuşak karakterde iki yüzeyi bulunan FDM'lerde yükleme yönü önemli bir faktördür. Kırılma kuvveti ve kırılma enerjisini belirleyen en etkin parametrenin basma gerilmelerine maruz kalacak olan yüzeyin olduğu sonucu çıkarılabilir.

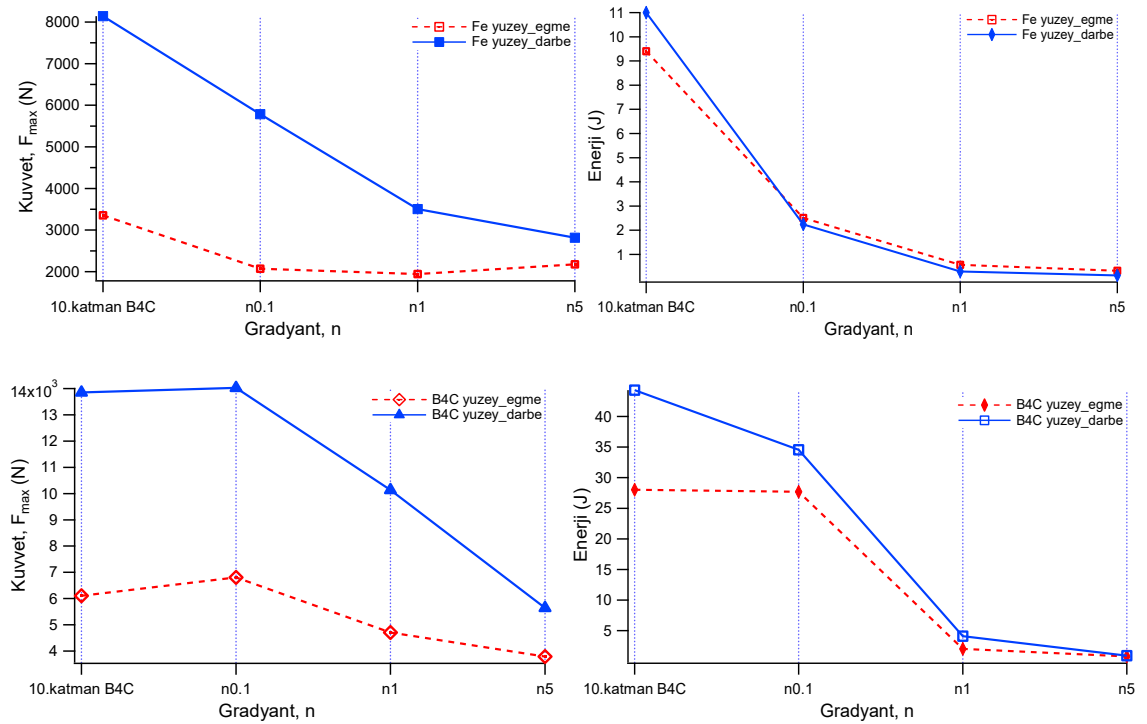
Şekil 3.190 ve Şekil 3.191 grafiklerinde kuvvet-zaman grafiklerindeki maksimum kuvvet değerleri (kırılma kuvveti) ve altında kalan toplam alan hesaplanmasıyla bulunan kırılma enerji değerlerine göre oluşturulan eğriler Fe yüzey-B₄C yüzey ve darbe-eğme deneylerine göre mukayese edilmiştir. Kuvvet ve enerji değerleri Ek-7 ile Ek-9 tablolarında verilmiştir.

Şekil 3.190'da bütün gradyant değerleri için B₄C yüzeyden yapılan darbe ve eğme deneyi kırılma kuvvet ve enerji değerlerinin Fe yüzeyden yapılan deneylerden belirgin şekilde yüksek çıktığı görülmektedir. Gradyant değeri arttıkça kuvvet ve enerji değerleri de azalmıştır. Darbe deneyinde, karşıt B₄C yüzeyden yapılan deneylerde *n:0,1* numunesinin kırılma enerjisi 34,56J, *n:1* numunesinin 4,1J, *n:5* numunesinin 0,92J değerinde hesaplanmıştır. Fe yüzeyden enerji değerleri ise *n:0,1* numunesinde 2,24J, *n:1* numunesinde 0,29J, *n:5* numunesinde 0,13J hesaplanmıştır. Eğme deneyinde ise, karşıt B₄C yüzeyden yapılan deneylerde *n:0,1* numunesinin kırılma enerjisi 27,7J, *n:1* numunesinin 2,02J, *n:5* numunesinin 0,8J değerinde hesaplanmıştır. Fe yüzeyden enerji değerleri ise *n:0,1* numunesinde 2,51J, *n:1* numunesinde 0,56 J, *n:5* numunesinde 0,32 J hesaplanmıştır. 10 katmanı %20 B₄C numunelerinin enerji değerleri diğer FDM numunelerinden yüksek çıkmıştır.

Şekil 3.191 grafiklerinde eğme ve darbe deney sonuçları mukayese edilmiştir. Grafiklere göre darbe deneyi sonuçlarının eğme deneyi sonuçlarına göre hem kırılma kuvveti hem de kırılma enerjilerinin her iki yükleme yönü için daha yüksek olduğu görülmüştür. İki farklı deneyde uygulanan yük tatbiki farklı kategoride değerlendirilmektedir. Darbe deneyi dinamik karakterde ani ve hızlı olurken eğme yavaş hızda yükleme ile yapılan statik bir deneydir. Yüklemenin hızına bağlı olarak ilk çatlağın oluşması, çatlağın ilerlemesi ve tamamen hasar oluşumu için gereken kuvvet ve enerji değerleri farklılık gösterir. Yavaş yüklemelerde çatlak ilerlemesi taneler arasında kararlı ve yavaş olurken hızlı yüklemelerde kararsız şekilde ilerleyen çatlak taneler veya fazlar içinde ilerler. Darbe deneyinde belirli değerdeki vurucu enerjisi numune tarafından absorbe edilmekte ve eğme deneyine göre daha yüksek kırılma enerji değeri oluşmaktadır. Hızlı yüklemelerde ilk darbe anındaki numunenin elastik davranışı ve numune-mesnet-vurucu arasındaki temassızlıklara harcanan enerji de bu farklılığı oluşturan temel faktörlerdir [176,177].

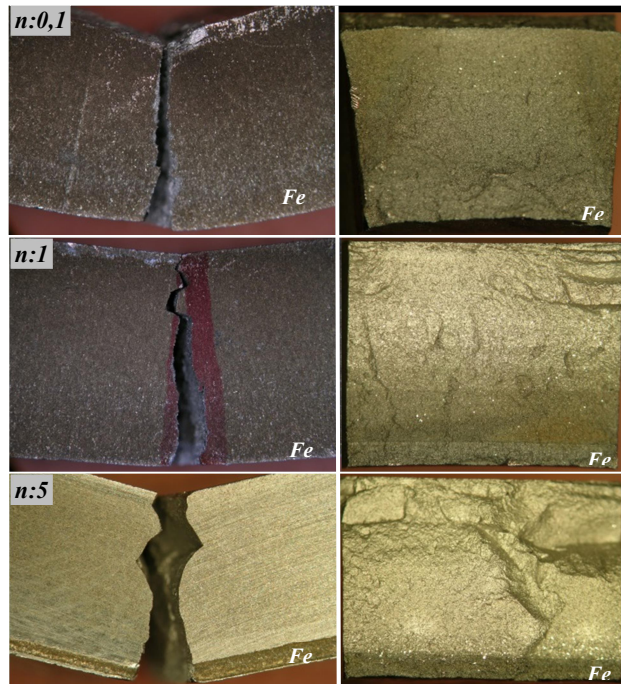


Şekil 3.190. Darbe ve eğme deneyi maksimum kuvvet ve kırılma enerjisi, Fe yüzey-B₄C yüzey mukayesesi.

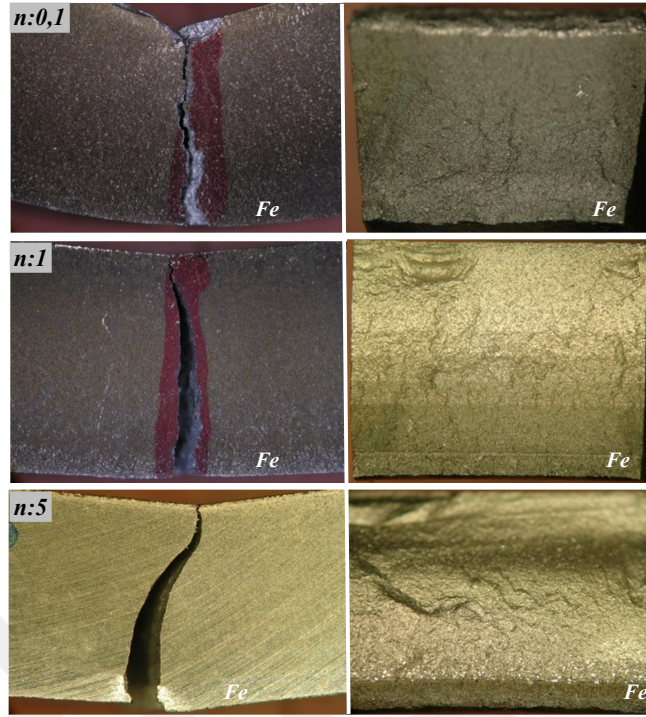


Şekil 3.191. Darbe ve eğme deneyleri mukayesesi.

Karşıt yüzeyden yapılan darbe ve eğme deneyleri sonrasında numunelerin kırılma yüzeyleri öncelikle makro seviyede incelenmiştir. Şekil 3.192 ve Şekil 3.193'te karşıt yüzeyden darbe ve eğme deneylerinde oluşan kırılma fotoğrafları görülmektedir. Darbe numunelerinin yan kenardan kırılma fotoğrafları genel olarak incelendiğinde çatlağın ilerleme mekanizmasının $n:0,1$ numunesinde kararlı, diğer FDM numunelerinde kararsız bir şekilde olduğu görülmektedir. Alt yüzeyde kalan Fe katmanının özellikle $n:0,1$ numunesinde büzüldüğü, daraldığı ve sonrasında sünek karakterde kırıldığı görülmüştür. Gradyant değerinin artması ile sünek kırılma görünümü kaybolmuştur. Sert katmanlardaki kırık yüzey dalgalı bir profil sergilemiş, fakat parlak ve pürüzsüz olarak gevrek şekilde kırılmıştır. Eğme deneyinde de benzer sonuçlara ulaşılmıştır. $n:0,1$ numunesi hariç diğer numunelerde belirgin bir kesit daralması ve yan kenarlarda dudak oluşumu gözlenmemiştir (Şekil 3.193). Sert üst katman ile alt katmanlar arasında veya diğer katmanlar arasında herhangi bir ayrılma veya çatlak oluşumuna rastlanmamıştır. Karşıt yüzey numunelerinin kırık yüzeyleri SEM analizleri ile ayrıntılı olarak incelenmiştir. Alınan SEM görüntüleri Şekil 3.194-Şekil 3.200'de darbe ve eğme deneyleri için ayrı ayrı değerlendirilmiştir. Şekil 3.194 darbe deneyi sonrasındaki $n:0,1$ numunesinin kırık yüzey görüntülerinde çekme gerilmelerinin hakim olduğu %100Fe katmanının kırılma türünün sünek karakterli olduğu açık şekilde görülmektedir.

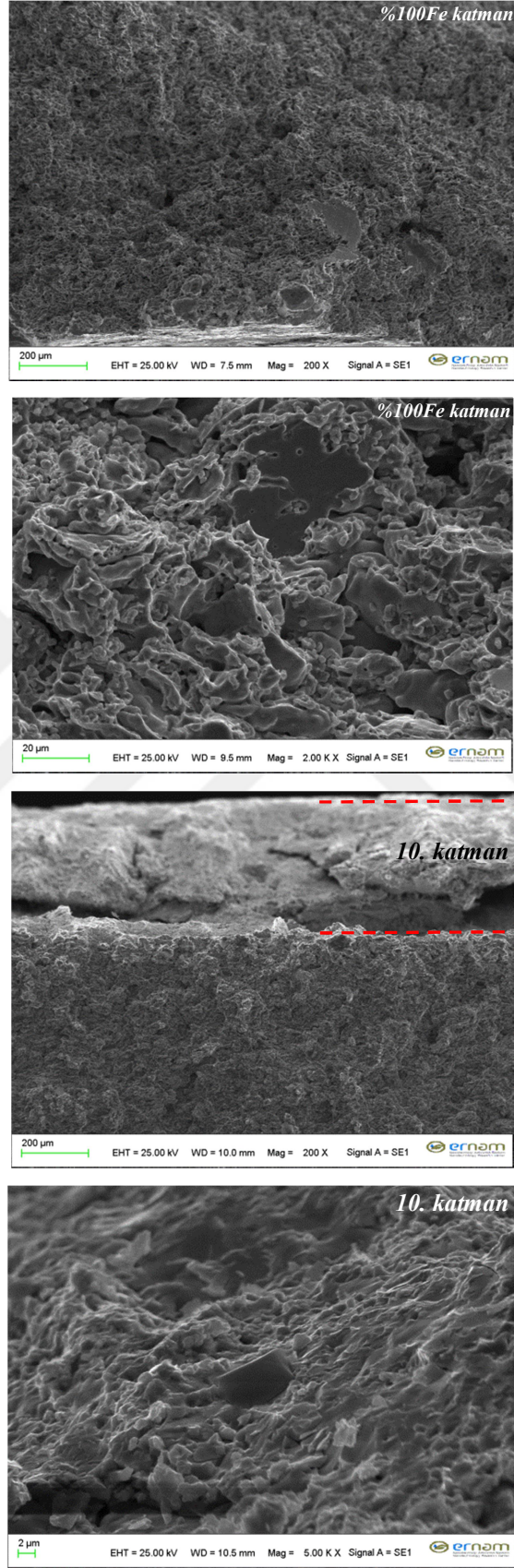


Şekil 3.192. Karşıt yüzeyden darbe deneyi kırık yüzey görüntüleri.

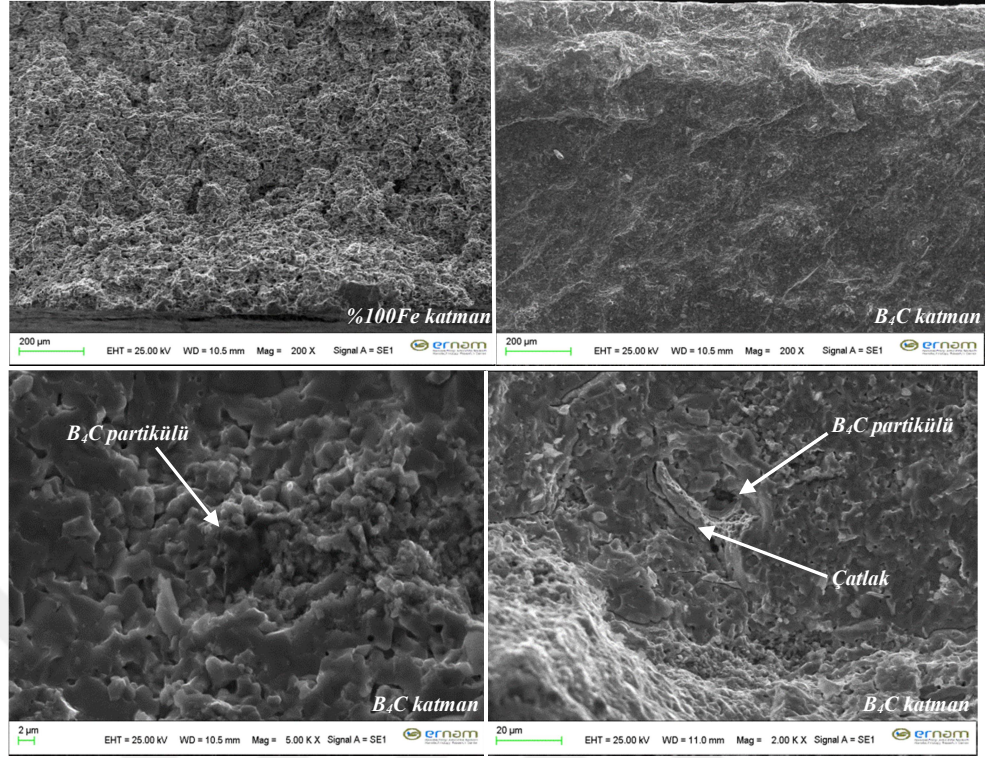


Şekil 3.193. Karşıt yüzeyden eğme deneyi kırık yüzey görüntüleri.

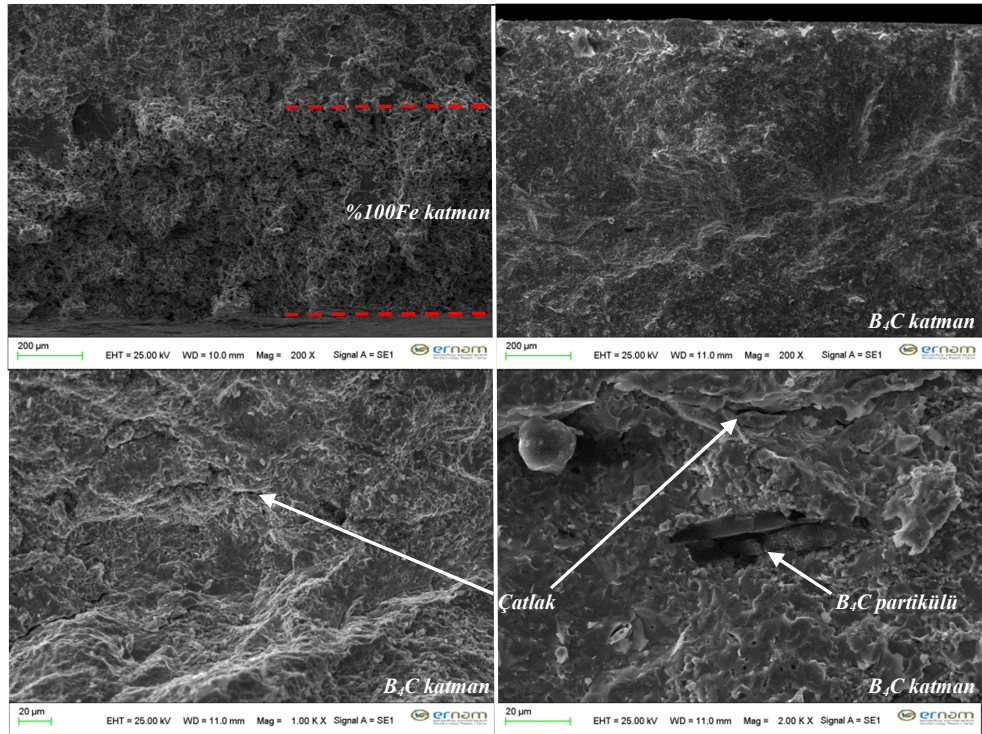
Bu katmanın yüzeyi dalgalı ve çok pürüzlü profilde olurken ayrıca Fe matriks içerisinde yoğun şekilde gözenek ve çukurcuk oluşumları dikkat çekmektedir. B_4C yoğun sert katmanın hemen alt katman arasında ayrılma ve dağılmaların olduğu görülmektedir. Basma gerilmesinin etkin olduğu bu katman gevrek karakterde kırılma yüzeyine sahiptir. Şekil 3.195 $n:1$ numunesi de benzer görünümlemlerle hem sünek hem de gevrek karakterli kırılma yüzeyleri oluşmuştur. 10. katman içerisinde artık B_4C partikülü ve bazı yayılım bölgelerinde çatlak oluşumları görülmüştür. $n:5$ numunesinde Fe katmanın belirgin şekilde sünek kırıldığı görülmüştür. Matriks içerisinde çatlaklara ve artık B_4C partiküllerine de rastlanmıştır (Şekil 3.196). FDM eğme numunelerinin yüzey görüntülerinde de benzer şekilde sünek-gevrek ayrılma türleri birlikte oluşmuştur (Şekil 3.197-3.199). Toz içerisindeki bazı büyük B_4C partikülleri tam yayınmamış ve iç yapıda artık olarak kalmıştır. Artık B_4C partiküllerine sadece karşıt yüzeyden yapılan darbe ve eğme deneyi sonunda rastlanması da ayrıca dikkat çeken bir husustur. Bu artık partiküllerin de maruz kaldıkları zorlanmalar altında parçalandıkları görülmüştür. 10.katmanı %20 B_4C numunesinin 10. katmanı eğme deneyi sonrasında alt Fe katmandan ayrılmış ve ara yüzeyde belirgin çatlaklar oluşmuştur (Şekil 3.200).



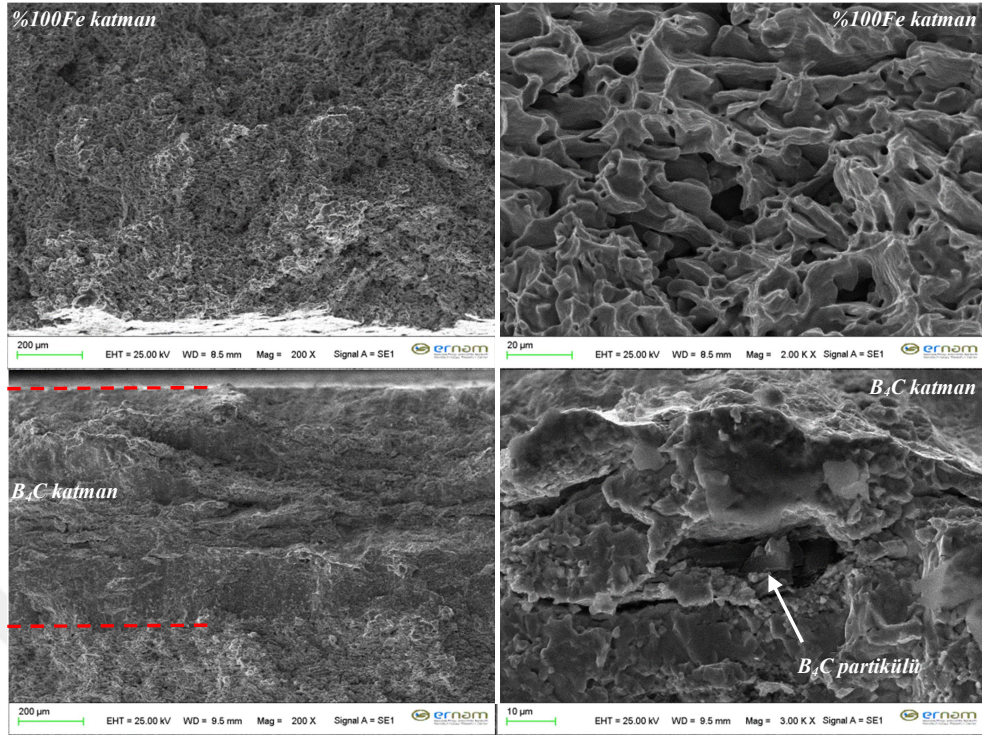
Şekil 3.194. *n:0,1* numunesinin darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.



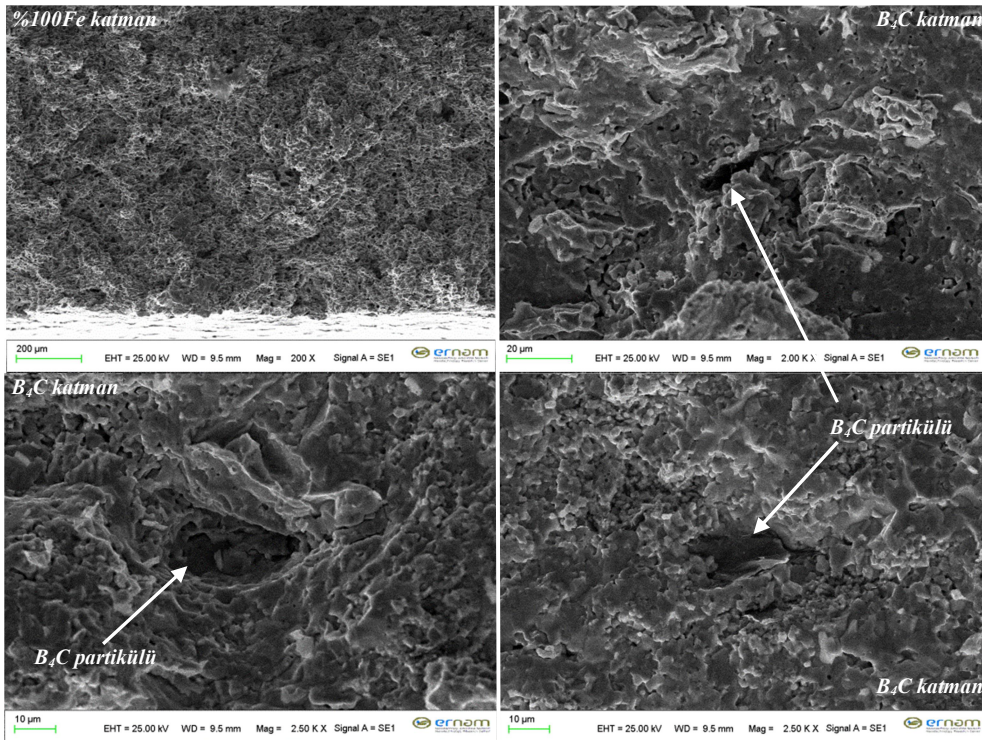
Şekil 3.195. *n:1* numunesinin darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.



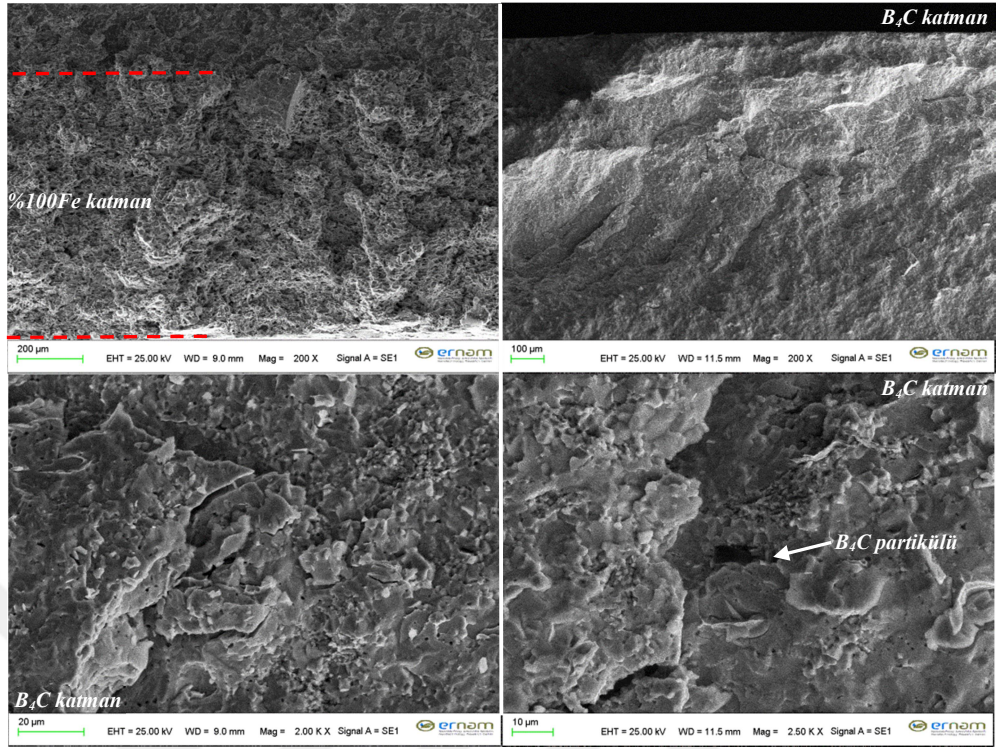
Şekil 3.196. *n:5* numunesinin darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.



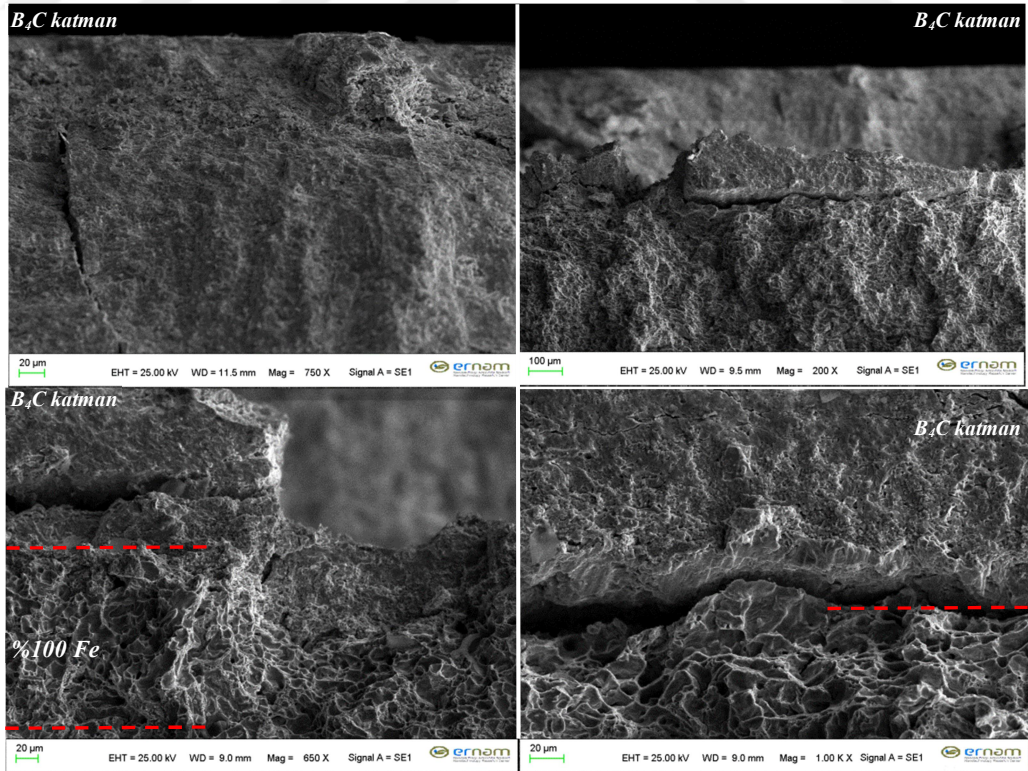
Şekil 3.197. *n:0,1* numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.



Şekil 3.198. *n:1* numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.



Şekil 3.199. $n:5$ numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.



Şekil 3.200. 10.katmanı %20 B_4C numunesinin eğme deneyi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri.

4. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1. Sonuçlar ve Değerlendirme

Hacimce farklı oranlarda B_4C ve B partikülleri ile takviyelendirilmiş, derecelendirilmemiş ve farklı $V_{c_{max}}$ değerlerine sahip fonksiyonel derecelendirilmiş (FDM) Fe matriksli numunelerin toz metalürjisi yöntemiyle üretiminde işlem parametrelerinin mikroyapısal değişim ve mekanik özellikler üzerindeki etkilerinin detaylı şekilde incelendiği, üretim parametrelerinin başarılı şekilde optimize edildiği, basınçsız dairesel ve kare numuneler ile basınç destekli kare FDM numunelerin üretimi ve metalografik karakterizasyonunun kapsamlı şekilde yapıldığı, sonrasında termal şok tatbik edilen numunelerin darbe ve eğme deneyleri ile termo-mekanik davranışlarının detaylı olarak incelendiği bu çalışma sonucunda çıkarılabilecek temel bulgular aşağıdaki gibi özetlenebilir;

- $1000^{\circ}C$ ve $1150^{\circ}C$ 'de sinterlenen numunelerde, küçük boyuttaki B_4C partikülleri Fe matrikse tamamen yayılmış, nispeten büyük partiküller 60 dk sinterleme süresince kısmen çözünmüş ve difüzyon bölgesinin merkezinde kalmıştır,
- Düşük takviye oranlarındaki kompozitlerde B_4C , Fe matrikse tamamen yayılırken artık B_4C partikülleri etrafında gaz fazında yayılım sonucu oluşan gözenekler porozitenin artmasına ve sertliğin düşmesine neden olmuştur,
- Gerçek yoğunluk değerleri üzerinde takviye oranı sinterleme süresine göre daha etkin olmuştur,
- %5 ve %10 B_4C takviyeli kompozitlerde B_4C takviyesinin sağladığı sertlik artışı, Fe tanelerinin irileşmesinin getirdiği sertlik azalması ile dengelenmiş ve sonuç olarak %10 ve altındaki B_4C takviyesinin sertlik artışı üzerinde belirgin etki oluşmamıştır,

- Takviye oranının artmasıyla, matriks-takviye bağı zayıflarken aynı zamanda porozitenin de artması sertlikteki azalış üzerinde etkili olmuştur. Artan takviye oranıyla birlikte bor elementleri Fe matrikste yayılım alanı bulamamış ve yayılım hızı yavaşlamıştır. Tam yayınmamış artık B₄C partikülleri porozitenin artmasına ve sertliğin düşmesine neden olmuştur,
- Fe₂B bileşiğine ait piklerin rastlandığı yayılım bölgeleri, genel sertlik değerlerinin artmasında önemli rol oynamıştır,
- Sinterleme süresine bağlı olarak büyüyen ve sertliği artan yayılım bölgeleri, matriks ve genel sertlik değerlerinin de artmasına neden olmuştur. Fakat, artan sinterleme süresiyle irileşen Fe taneleri sertliği düşürmüştür. Bor atomlarının Fe matrikse difüzyonu ve yayılım bölgelerinin büyümesi ile sertlikte artış sağlayan bu oluşumların aynı anda gerçekleşmesi 30 dakika üzerindeki sinterleme işlemlerinde birbirini dengeleyici rol oynamış ve sertlik değerlerinin fazla değişmemesine neden olmuştur,
- B-B₄C takviyesinin kompozit numuneleri gevreklettiği ve kuvvet değerlerinin düşmesinde oldukça etkili olduğu görülmüştür. Ayrıca artan sertlik de (F_{max}) kuvvet değerlerini düşürmüştür. Kırılma kuvvetinin düşmesinde, sertlik artışının getirdiği gevrekliğin yanı sıra iç yapıdaki porozitenin artması da büyük rol oynamış, takviye oranının artmasıyla numunelerin (E_k) kırılma enerjileri de azalmıştır,
- Fe matrikse tam yayınamayan ve zayıf arayüzey bağına sahip artık B-B₄C partikülleri taneler içi kırılma ile ayrılarak kırılma enerji değerini düşürmüştür,
- FDM kompozitlerin mikroyapı analizlerinde, seramik yoğun yüzeye doğru takviye oranı arttıkça gözenek miktarının da arttığı görülmüştür. Seramik takviye oranının düşük olduğu katmanlarda B₄C ve B partiküllerinin tamamen matriks yüzeyine difüze olduğu gözlenmiştir,
- Artık partiküller matriks-takviye elemanı ara yüzeyinde gözenek oluşumuna, bağ arayüzey mukavemetinin azalmasına ve nihayetinde ise tabakalar arası ayrılmalara neden olmuştur,
- Fe<44 µm, B₄C: 1-7 µm partikül boyutundaki tozlar ile yapılan üretimlerle büyük Fe partikülü küçük boyutlu B₄C partikülleri tarafından çevrelenmiş, demir matriks yüzeyine homojen dağılımı sağlanmış ve matriks içerisinde çözünmeden kalan B₄C partiküllerine rastlanmamıştır,

- Basıncsız sinterlenen kare FDM numunelerinden özellikle $n:1$ ve $n:5$ numunelerinde çarpılmalar ve boyutsal değişimler oluşmuştur,
- Bu nedenle numuneler kesilmeden önce atmosfer kontrollü manuel sıcak preste basınç destekli sinterlenmiş ve çarpılma problemi giderilmiştir,
- Basıncılı sinterlemenin %10 takviye oranına kadar sertlik üzerine etkisi belirgin olmamıştır,
- Artan termal genlik ve çevrim sayıları çatlak boyutları üzerinde çok etkili olmuştur, Artan çevrim sayısı yüzey üzerindeki çatlak sayısı ve derinliğini artırırken çatlak genişliği de artmıştır,
- %100 Fe katman ile B₄C yoğun katmanın termal genleşme katsayılarındaki farklılık FDM numunesinin ön ve arka yüzey arasında sıcaklık değişimleri esnasında oluşan gerilmelerin özellikle sert ve gevrek yapıdaki üst katmanda çatlak başlangıcı ve ilerlemesini tetikleyici ana unsur olarak görülmüştür,
- Termal çevrim sayısının (N) artması ile hem çatlak yoğunluğu hem de çatlak genişlikleri artış göstermiştir,
- FDM yapısında katmanlar boyunca azalan takviye oranları ve nihayetinde arka yüzeydeki takviyesiz Fe tabakası çatlak ilerlemesini frenleyen bir unsur olmuştur,
- Ön yüzeydeki ani sıcaklık değişimleri sonucu ön yüzeyde oluşan ısıl gerilmelere ilaveten ön ve arka yüzey arasındaki sürekli değişen ısıl farklar çatlak oluşumunu artırmıştır,
- Artan çevrim sayıları kırılma kuvveti ve enerjisi değerlerini oldukça düşürmüştür,
- FDM numunelerinde gradyant değerinin artması kırılma kuvveti ve enerji değerlerinin azalmasında etkili olmuş, $n:0,1$ numunesinin genel olarak kırılma kuvveti ve kırılma enerji değerleri diğer numunelerden yüksek çıkmıştır,
- Derecelendirilmemiş numuneler maksimum eğme kuvvetinden sonra hızlı ve ani bir şekilde azalan kuvvet değeri ile kırılırken FDM numunelerinde maksimum kuvvetten sonra kuvvet-zaman profili yavaş bir şekilde azalmış ve numune daha sonra kırılmıştır,
- Çevrim sayısının artmasıyla iç yapıdaki termal çatlaklar bazı bölgelerde taneler arasından ilerlerken bazı bölgelerde tane içi ilerlemiştir,
- Derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin darbe kırılma kuvveti ve kırılma enerjisi değerleri eğme deneylerinden daha yüksek çıkmıştır,

- Karşıt yüzeyden (B_4C) yapılan darbe ve eğme deneylerinde sert katmanda oluşan basma gerilmesinin daha yüksek olması numunelerin kırılma kuvvetinin yüksek çıkmasında etkili olmuştur,
- Fe yüzeyden yapılan yüklemelerde yumuşak katmandaki basma gerilmelerinin düşük olması ise numunelerin hem kırılma kuvvetini hem de kırılma enerji değerlerinin daha düşük olmasına neden olmuştur,
- Sert ve yumuşak karakterde iki yüzeyi bulunan FDM'lerde yükleme yönünün önemli bir faktör olduğu, kırılma kuvveti ve kırılma enerjisini belirleyen en etkin parametrenin basma gerilmelerine maruz kalacak olan yüzeyin olduğu gözlenmiştir.

4.2. Öneriler

Yapılan bu çalışmada derecelendirilmemiş ve fonksiyonel derecelendirilmiş numunelerin laboratuvar düzeyinde üretimi ve üretim parametrelerinin ürün özellikleri üzerindeki etkileri detaylı şekilde araştırılmıştır. Üretimler esnasında görülen bazı problemlerin giderilmesi ve ileride bu çalışmayı tamamlayıcı, destekleyici ve geliştirici diğer çalışmalara vesile olması amacıyla yapılan öneriler aşağıda açıklanmıştır;

- Çalışmada sinterleme parametreleri ile takviye oranları derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin basınçsız sinterleme ile üretimi için optimize edilmiştir. Basınç destekli sinterleme tekniği malzeme karakteristiğini büyük oranda etkileyecek bir proses olduğundan derecelendirilmemiş numuneler için maksimum takviye oranı ve FDM'ler için ise B_4C yoğun katmanda çıkılabilecek $V_{c_{max}}$ oranı yeniden belirlenebilir,
- Üst katmandaki $\%B_4C$ oranının artmasıyla ayrıca malzemenin termal şok davranışları da değişecektir,
- Dağılma ve çarpılma problemini gidermek için sıcak pres altında 250 MPa basınçta kompaktlandıktan sonra grafit kalıba alınan FDM ve derecelendirilmemiş numuneler burada 3 ton basınç altında sinterlenmiş fakat $n:5$ numunelerinin bazılarında katman ara yüzeylerinde çatlak oluşumları görülmüştür. Bu nedenle ileride yapılacak çalışmalarda toz karışımlarının serilmesi ve basınç destekli sinterleme işlemlerinin aynı kalıp içerisinde numune çıkarılmadan tamamlanması bu problemi giderebilir,

- FDM numunelerinin 10 mm kalınlığı için hazırlanan toz karışımları sıcak preste kompaktlandıktan sonra 1-1,5 mm fazla kalınlık değerine sahip olmuş, bu nedenle nihai 10 mm kalınlık elde etmek için her katmanın karışım toz miktarları hacimce aynı oranda azaltılmıştır. Fakat sonrasında basınç destekli sinterleme ile üretilen numunelerin bu sefer kalınlıkları 1-1,5 mm düşük çıkmıştır. Standart kalınlıkta numunelerin elde edilmesi için bütün işlemlerin tek kalıpta yapılması önem arz etmektedir,
- 55x55x10 mm boyutlarındaki karesel numunelerin eğme ve darbe standartlarına uygun geometride kesilme işlemi dağılma ve çatlak oluşumuna fırsat vermeden hassas olarak tel erozyon ile yapılmıştır. Fakat bu aşama üretime ek bir maliyet getirmiştir. Hem maddi hem de zaman alıcı bu ara işlem, 55x55x10 mm boyutunda kare üretim yapmak yerine 55x10x10 mm boşluğundaki 5 adet çıkarılabilir kalıp içerisine toz serilerek tek kalıpta sinterlenebilir. Daha fazla kalıp ile aynı kalıpta daha fazla numune üretilebilir. Fakat bu işlem için küçük kalıplar arasına uygun pul, alt ve üst zımba tasarımının yapılması gerekebilir. Her kalıba toz serimi için bir master geliştirildiğinde bütün katmanlar homojen kalınlıkta serilir ve alt katmanlara yanlışıyla yapılacak bir temasta katman dağılması önlenerek işlem daha kısa sürede tamamlanabilir. Mikrometre monte edilen bir kalıp diğer kalıp içerisinde her katman serimi sonrasında katman kalınlığı kadar aşağı indirilerek diğer katman tozu serilebilir,
- Dairesel FDM numunelerinin üretimi kare numuneye göre daha pratiktir, herhangi bir üretim zorluğu yoktur fakat bu numunelerle mekanik davranışların tesbit edilmesi (sertlik dışında) mümkün değildir,
- Sinterlenen numuneler kesildikten sonra termal şok ve mekanik deneylere geçilmiştir. Sinterleme işleminden sonra gerilme giderme tavlama veya normalizasyon tavlama yapıldıktan sonra iç yapı ve mekanik davranışlar tekrar incelenebilir,
- Termal şok öncesinde ve sonrasında numunelerin yüzeyleri farklı artık gerilme ölçüm teknikleri ile değerlendirilerek termal çatlak oluşumu arasındaki ilişki araştırılabilir,
- Üretimlerde saf Fe tozu ile yüksek saflıktaki B₄C tozları kullanılmıştır. İç yapıya belirli oranlarda eklenecek karbonun etkileri de ayrıca araştırılabilir,

- Takviye elemanı B_4C sinterleme esnasında iç yapıda difüze olmuştur. İç yapıda yayınmayan farklı partiküllerle takviyelendirilmiş Fe veya farklı metal matrisli kompozitlerin de termal şok davranışları araştırılabilir ve buradaki sonuçlarla birlikte değerlendirilebilir,
- Üretilen derecelendirilmemiş ve FDM yapıların ısı iletim katsayılarının ölçümü için iletim katsayısına uygun aralıkta mevcut bir cihaz bulunamamıştır. Bunun için farklı gradyant değerlerine sahip FDM'lerin ısı iletim katsayı değerleri özel olarak geliştirilecek uygun bir deney sistemi ile belirlendiği takdirde hem deneysel çalışmalarda hem de nümerik analizlerin yapılmasında kolaylık sağlayacaktır,
- Termal şok deneylerinde soğutma çevriminde basınçlı hava ile $10^{\circ}C$ 'deki su kullanılmıştır. Sıvı azot ile yapılan denemelerde hızlı ve etkin bir soğutma sağlanamamıştır. Nozula gelen sıvı azot diğer çevrime geçildiğinde aniden buharlaşmış, çevrim tekrar soğutma çevrimine geldiğinde sıvı azotun nozula gelmesi oldukça zaman almıştır. Sıvı azot sürekli beslendiğinde ise azot kabı kısa sürede boşalmıştır,
- Sıvı azotun kullanımına uygun bir deney sistemi geliştirildiği takdirde hava+su'ya göre daha hızlı soğutma sağlanarak soğutma ortamının termal şok davranışları üzerindeki etkileri detaylı araştırılabilir,
- Termal şok deneylerinde ısıtma ve soğutma numunelerin ön yüzeyinden uygulanmıştır. Yapılacak farklı çalışmalarda numunenin tüm hacmine aynı anda termal şok tatbik edilebilir,
- Termal şok deneyleri sonunda oluşan termal çatlaklar numunenin bir kesitinden alınan örnek üzerinde derinlik ve genişlik ölçümü yapılarak değerlendirilmiştir,
- Fakat numunelerde oluşan çatlaklar üç boyutlu ve düzensiz olarak oluşmaktadır. Yapıdaki bu hasarların toplam uzunluk-genişlik-hacim veya alan cinsinden uygun bir yöntem ile belirlenmesi üzerinde çalışılması gereken bir konudur,
- Termal şok sırasında termal çatlaklar çevrim sayısına bağlı olarak yüzeyde oluşmuş, kesit boyunca ilerlemiş, genişlemiş ve yayılmıştır. Bazı numuneler ise belirli bir çevrim sayısından sonra kendiliğinden hasara uğramıştır. Çatlak oluşumu ve gelişimi çok sistematik olmasa da belirli periyotlarla oluşmuş fakat somut bir veri alınamamıştır. Kendiliğinden hasara uğrayan bir numunenin hangi çevrimde kırıldığı bilinmemektedir. Numunelerin hasara uğrayacakları kritik termal çevrim sayısının belirlenmesi büyük bir boşluğu kapatacaktır,

- Bu nedenle anlık çatlak oluşumu ve gelişiminin uygun tahribatsız malzeme muayene teknikleri ile kantitatif şekilde ortaya konulması üzerinde çalışılması gereken bir konudur,
- Numunelerin geometrik özellikleri termal çatlak oluşumunda önemli bir faktördür. Daire ve prizmatik numunelerin farklı noktalarında oluşacak gerilmelerin türü ve şiddeti de farklı olacaktır. Bu nedenle farklı kalınlık ve uzunlukta dairesel veya prizmatik numuneler üretilerek termal şok davranışları incelenebilir,
- Numunelerin arka veya ön yüzeyinde (vickers indentörü ile) veya iç yapıda oluşturulacak suni bir çatlağın (iç yapıda çatlak veya boşluk oluşturmak yerine bir düzensizlik de olabilir-difüze olmayan zayıf arayüzey bağına sahip bir partikül veya kaplanmış Al_2O_3/SiC tozu v.b.) farklı termal genlik ve çevrim sayılarındaki davranışı ayrı bir çalışma konusu olarak değerlendirilebilir,
- FDM'lerin ve her iki yüzeyi sert katmandan oluşan sandviç yapıların termal şok davranışları birlikte değerlendirilebilir,
- Dış yüzeyi farklı yöntemlerle sertleştirilmiş veya kaplanmış malzemelerin termal şok davranışları ayrıca çalışılabilir,
- Çok değişkeni bulunan termal şok deneyinde hangi parametrenin numunelerin mekanik davranışları (veya hedef çıktı) üzerinde ne kadar etki oranına sahip olduğu ve bu parametrelerin önem derecelerinin ne olduğu geliştirilecek deney tasarım metodolojileri, optimizasyon şemaları ve yapay zeka algoritmaları ile kapsamlı şekilde araştırılması gerekmektedir,
- Son olarak, yapılacak teorik çalışmalarla derecelendirilmemiş ve FDM numunelerin sayısal modelleri geliştirilerek deneylerde kullanılan sınır şartlarına uygun analizlerle geliştirilen modellerin başarısı değerlendirilebilir.

KAYNAKLAR

1. Natterodt, J.C., Meesorn, W., Zoppe, J.O., Weder, C., 2018. Functionally Graded Polyurethane/Cellulose Nanocrystal Composites, **Macromolecular Materials and Engineering**, **303** (6).
2. Kuo, H.Y., Hsin, K.C., 2018. Functionally graded piezoelectric-piezomagnetic fibrous composites, **Acta Mechanica**, **229** (4): 1503-1516.
3. Kumar, G.C.M., 2018. Functionally Graded Bio-Ceramic Reinforced PVA Hydrogel Composites for Knee Joint Artificial Cartilages, **Advances in Mechanical Design, Materials and Manufacture**, **1943**.
4. Jojith, R., Radhika, N., 2018. Fabrication of LM 25/WC functionally graded composite for automotive applications and investigation of its mechanical and wear properties, **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering**, **40** (6).
5. Yusefi, A., Parvin, N., 2017. Fabrication of three layered W-Cu functionally graded composite via spark plasma sintering, **Fusion Engineering and Design**, **114**: 196-202.
6. Shi, Y., Yao, H., Gao, Y.W., 2017. A functionally graded composite cantilever to harvest energy from magnetic field, **Journal of Alloys and Compounds**, **693**: 989-999.
7. Sharma, R.K., Djurado, E., 2017. Functionally graded and homogeneous composites of $\text{La}_2\text{NiO}_{4+\delta}$ and $\text{La}_{n+1}\text{Ni}_n\text{O}_{3n+1}$ ($n=2$ and 3) solid oxide fuel cell cathodes, **Journal of Materials Chemistry A**, **5** (42): 22277-22287.
8. Prabhu, T.R., 2017. Processing and properties evaluation of functionally continuous graded 7075 Al alloy/SiC composites, **Archives of Civil and Mechanical Engineering**, **17** (1): 20-31.
9. Khanbareh, H., Hegde, M., Bijleveld, J.C., van der Zwaag, S., Groen, P., 2017. Functionally graded ferroelectric polyetherimide composites for high temperature sensing, **Journal of Materials Chemistry C**, **5** (36): 9389-9397.
10. Bostani, B., Arghavanian, R., Ahmadi, N.P., Yazdani, S., 2017. Fabrication and properties evaluation of functionally graded Ni-NCZ composite coating, **Surface & Coatings Technology**, **328**: 276-282.

11. Jayakumar, E., Jacob, J.C., Rajan, T.P.D., Joseph, M.A., Pai, B.C., 2016. Processing and Characterization of Functionally Graded Aluminum (A319)-SiCp Metallic Composites by Centrifugal Casting Technique, **Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science**, **47a** (8): 4306-4315.
12. Golak, S., Dolata, A.J., 2016. Fabrication of functionally graded composites using a homogenised low-frequency electromagnetic field, **Journal of Composite Materials**, **50** (13): 1751-1760.
13. Yang, G.L., Yu, Q., Feng, D.K., Wang, P., 2015. Fabrication of functionally graded W(Mo)-Cu composites by explosive consolidation, **Materials Research Innovations**, **19**: S45-S49.
14. Xiao, Y.H., Feng, K.Q., Chen, H.S., Zhou, Y., Li, Y., Shi, H., 2015. Fabrication and micro-structure of a multilayer functionally graded (WC-Co)-Ni composite, **Journal of Alloys and Compounds**, **631**: 77-81.
15. Qian, C., Zhang, F.Q., Sun, J., 2015. Fabrication of Ti/HA composite and functionally graded implant by three-dimensional printing, **Bio-Medical Materials and Engineering**, **25** (2): 127-136.
16. Kayikci, R., Savas, O., 2015. Fabrication and properties of functionally graded Al/AlB₂ composites, **Journal of Composite Materials**, **49** (16): 2029-2037.
17. Farnoush, H., Aldic, G., Cimenoglu, H., 2015. Functionally graded HA-TiO₂ nanostructured composite coating on Ti-6Al-4V substrate via electrophoretic deposition, **Surface & Coatings Technology**, **265**: 7-15.
18. Costa, D.M.S., Bernardo, G.M.S., Loja, M.A.R., 2015. Functionally Graded Particulate Composite Plates: a Didactic Case Study, **Proceedings of 2015 3rd Experiment at International Conference (Exp At'15)**: 159-+.
19. Woolley, R.J., Skinner, S.J., 2014. Functionally graded composite La₂NiO₄+ δ and La₄Ni₃O₁₀- δ solid oxide fuel cell cathodes, **Solid State Ionics**, **255**: 1-5.
20. Udupa, G., Rao, S.S., Gangadharan, K.V., 2014. Functionally graded Composite materials: An overview, **International Conference on Advances in Manufacturing and Materials Engineering (Icamme 2014)**, **5**: 1291-1299.
21. Pourmajidian, M., Akhlaghi, F., 2014. Fabrication and Characterization of Functionally Graded Al/SiCp Composites Produced by Remelting and

- Sedimentation Process, **Journal of Materials Engineering and Performance**, **23** (2): 444-450.
22. Novak, S., Gantar, A., Kocen, R., 2014. Functionally graded composite scaffolds with bioactive glass for bone regeneration, **Journal of Tissue Engineering and Regenerative Medicine**, **8**: 119-120.
 23. Kwon, H., Lee, G.G., Leparoux, M., Kawasaki, A., 2013. Functionally Graded Dual-Nanoparticulate-Reinforced Aluminum Matrix Composite Materials, **12th International Symposium on Multiscale, Multifunctional and Functionally Graded Materials (Fgm 2012)**, 419.
 24. Short, M.P., Ballinger, R.G., 2012. A Functionally Graded Composite for Service in High-Temperature Lead- and Lead-Bismuth-Cooled Nuclear Reactors-I: Design, **Nuclear Technology**, **177** (3): 366-381.
 25. Ramos, G., Suarez, O.M., Melgarejo, Z.H., 2010. Fabrication of Functionally graded Al-Si Composites reinforced with Boride Particles, **Science and Engineering of Composite Materials**, **17** (2): 79-91.
 26. Paggi, R.A., Salmoria, G.V., Lago, A., Beal, V.E., 2010. Functionally graded PA12/MWCNTs composite fabricated by SLS to aerospace applications: Mechanical and electrical behavior, **Innovative Developments in Design and Manufacturing**: 223-+.
 27. Kumar, S., Sarma, V.S., Murty, B.S., 2010. Functionally Graded Al Alloy Matrix In-Situ Composites, **Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science**, **41a** (1): 242-254.
 28. Holland, T., Hulbert, D., Anselmi-Tamburini, U., Mukherjee, A., 2010. Functionally graded boron carbide and aluminum composites with tubular geometries using pulsed electric current sintering, **Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing**, **527** (18-19): 4543-4545.
 29. Seshimo, M., Hirai, T., Rahman, M.M., Ozawa, M., Sone, M., Sakurai, M., Higo, Y., Kameyama, H., 2009. Functionally graded Pd/gamma-alumina composite membrane fabricated by electroless plating with emulsion of supercritical CO₂, **Journal of Membrane Science**, **342** (1-2): 321-326.

30. Sepulveda, J.L., Loutfy, R.O., Chang, S., Li, P., Kotwal, A., 2009. Functionally Graded Composite Electrodes for Advanced Anode-Supported, Intermediate-Temperature Solid Oxide Fuel Cells, **Advances in Solid Oxide Fuel Cells**, **29** (5): 203-215.
31. Mandal, S.K., Sreenivasulu, G., Petrov, V.M., Srinivasan, G., 2009. Functionally Graded Magnetostrictive-Piezoelectric Layered Composites: Studies on Magneto-Electric Interactions, **Integrated Ferroelectrics**, **111**: 109-115.
32. Shen, B., Hubler, M., Paulino, G.H., Struble, L.J., 2008. Functionally-graded fiber-reinforced cement composite: Processing, microstructure, and properties, **Cement & Concrete Composites**, **30** (8): 663-673.
33. Olevsky, E.A., Wang, X., Maximenko, A., Meyers, M.A., 2007. Fabrication of net-shape functionally graded composites by electrophoretic deposition and sintering: Modeling and experimentation, **Journal of the American Ceramic Society**, **90** (10): 3047-3056.
34. Zhang, H.L., Li, J.F., Zhang, B.P., 2006. Fabrication and evaluation of PZT/Ag composites and functionally graded piezoelectric actuators, **Journal of Electroceramics**, **16** (4): 413-417.
35. Pines, M.L., Bruck, H.A., 2006. Pressureless sintering of particle-reinforced metal-ceramic composites for functionally graded materials: Part II. Sintering model, **Acta Materialia**, **54** (6): 1467-1474.
36. Pines, M.L., Bruck, H.A., 2006. Pressureless sintering of particle-reinforced metal-ceramic composites for functionally graded materials: Part I. Porosity reduction models, **Acta Materialia**, **54** (6): 1457-1465.
37. Li, S.B., Xie, H.X., 2006. Processing and microstructure of functionally graded W/Cu composites fabricated by multi-billet extrusion using mechanically alloyed powders, **Composites Science and Technology**, **66** (13): 2329-2336.
38. Chung, H., Das, S., 2006. Processing and properties of glass bead particulate-filled functionally graded Nylon-11 composites produced by selective laser sintering, **Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing**, **437** (2): 226-234.
39. Wu, A.H., Cao, W.B., Ge, C.C., Li, J.F., Kawasaki, A., 2005. Fabrication and characteristics of plasma facing SiC/C functionally graded composite material, **Materials Chemistry and Physics**, **91** (2-3): 545-550.

40. Stern, M.B., Olevsky, E.A., Ma, J.K., Maximenko, A.L., Wang, X., 2005. Functionally graded ceramic-metal composites for thermal management applications., **Abstracts of Papers of the American Chemical Society**, **229**: U912-U912.
41. Duque, N.B., Melgarejo, Z.H., Suarez, O.M., 2005. Functionally graded aluminum matrix composites produced by centrifugal casting, **Materials Characterization**, **55** (2): 167-171.
42. Put, S., Vleugels, J., Anne, G., Van der Biest, O., 2003. Functionally graded ceramic and ceramic-metal composites shaped by electrophoretic deposition, **Colloids and Surfaces a-Physicochemical and Engineering Aspects**, **222** (1-3): 223-232.
43. Liu, W.P., DuPont, J.N., 2003. Fabrication of functionally graded TiC/Ti composites by Laser Engineered Net Shaping, **Scripta Materialia**, **48** (9): 1337-1342.
44. Kevorkijan, V., 2003. Functionally graded aluminum-matrix composites, **American Ceramic Society Bulletin**, **82** (2): 60-64a.
45. Jin, D.R., Meng, Z.Y., 2003. Functionally graded PZT/ZnO piezoelectric composites, **Journal of Materials Science Letters**, **22** (13): 971-974.
46. Xu, F.M., Qi, M., Zhu, S.J., Zhao, J., Wang, F.G., Li, S.X., Wang, Z.G., 2002. Processing and properties of functionally graded aluminum matrix composites reinforced with SiC particulate, **Acta Metallurgica Sinica**, **38** (9): 998-1001.
47. Wong, L.H., Tio, B., Miao, X.G., 2002. Functionally graded tricalcium phosphate/fluoroapatite composites, **Materials Science & Engineering C-Biomimetic and Supramolecular Systems**, **20** (1-2): 111-115.
48. Jedamzik, R., Neubrand, A., Rodel, J., 2000. Functionally graded materials by electrochemical processing and infiltration: application to tungsten/copper composites, **Journal of Materials Science**, **35** (2): 477-486.
49. Corbin, S.F., Zhao-Jie, X., Henein, H., Apte, P.S., 1999. Functionally graded metal/ceramic composites by tape casting, lamination and infiltration, **Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing**, **262** (1-2): 192-203.
50. Butcher, R.J., Rousseau, C.E., Tippur, H.V., 1998. A functionally graded particulate composite: Preparation, measurements and failure analysis, **Acta Materialia**, **47** (1): 259-268.

51. Sarkar, P., Datta, S., Nicholson, P.S., 1997. Functionally graded ceramic/ceramic and metal/ceramic composites by electrophoretic deposition, **Composites Part B: Engineering**, **28** (1-2): 49-56.
52. Mortensen, A., Suresh, S., 1995. Functionally graded metals and metal-ceramic composites .1. Processing, **International Materials Reviews**, **40** (6): 239-265.
53. Miller, D.P., Lannutti, J.J., Noebe, R.D., 1993. Fabrication and Properties of Functionally Graded Nial Al₂O₃ Composites, **Journal of Materials Research**, **8** (8): 2004-2013.
54. Zhang, Y., Guo, L., Wang, X., Shen, R., Huang, K., 2019. Thermal shock resistance of functionally graded materials with mixed-mode cracks, **International Journal of Solids and Structures**.
55. Fu, Q., Wang, L., Tian, X., Shen, Q., 2019. Effects of thermal shock on the microstructures, mechanical and thermophysical properties of SiC_nws-C/C composites, **Composites Part B: Engineering**, **164**: 620-628.
56. Bai, Y., Sun, D., Li, N., Kong, F., Qi, X., He, X., Wang, R., Zheng, Y., 2019. High-temperature mechanical properties and thermal shock behavior of ternary-layered MAB phases Fe₂AlB₂, **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, **80**: 151-160.
57. Wang, R., Li, W., Li, D., Wang, S., Wu, X., Fang, D., 2018. An ascending thermal shock study of ceramics: Size effects and the characterization method, **Materials Chemistry and Physics**, **203**: 34-39.
58. Triantou, K.I., Mergia, K., Perez, B., Florez, S., Stefan, A., Ban, C., Pelin, G., Ionescu, G., Zuber, C., Fischer, W.P.P., Barcena, J., 2017. Thermal shock performance of carbon-bonded carbon fiber composite and ceramic matrix composite joints for thermal protection re-entry applications, **Composites Part B: Engineering**, **111**: 270-278.
59. Kou, H., Li, W., Zhang, X., Shao, J., Zhang, X., Geng, P., Deng, Y., Ma, J., 2017. Effects of mechanical shock on thermal shock behavior of ceramics in quenching experiments, **Ceramics International**, **43** (1): 1584-1587.
60. Huo, C., Guo, L., Feng, L., Wang, C., Li, Z., Zhang, Y., Kou, G., 2017. Improving the oxidation resistance under thermal shock condition of SiC-coated C/C composites with refined SiC grain size using ferrocene, **Surface and Coatings Technology**, **316**: 39-47.

61. Wang, W., Li, Q., Du, A., Zhao, X., Fan, Y., Ma, R., Cao, X., 2019. Excellent thermal shock resistance of Al alloy-infiltrated SiC composites, **Journal of Materials Processing Technology**.
62. Nie, Y., Oliete, P.B., Merino, R.I., 2019. Influence of microstructural size on the thermal shock behavior of Al₂O₃-Er₃Al₅O₁₂ directionally solidified eutectics, **Scripta Materialia**, **160**: 20-24.
63. Li, Z., Wang, K.F., Wang, B.L., Guo, S.L., 2019. The thermal shock resistance prediction of porous ceramic sandwich structures with temperature-dependent material properties, **Ceramics International**, **45** (3): 4043-4052.
64. Nyugen, P., Ho, S.Y., Kotousov, A., Wildy, S., 2010. Investigation of Thermo-Mechanical Properties of Slurry Based Thermal Barrier Coatings Under Repeated Thermal Shock, **Key Engineering Materials**, **417-418**: 197-200.
65. Wang, R., Li, W., 2017. Characterization models for thermal shock resistance and fracture strength of ultra-high temperature ceramics at high temperatures, **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, **90**: 1-13.
66. Li, D., Li, W., Wang, R., Kou, H., 2016. Influence of thermal shock damage on the flexure strength of alumina ceramic at different temperatures, **Materials Letters**, **173**: 91-94.
67. Wang, R., Li, W., Li, D., Shen, X., Zhang, X., Li, B., Yao, J., Wu, X., Fang, D., 2015. Thermal shock study of ceramic materials subjected to heating using a simple developed test method, **Journal of Alloys and Compounds**, **626**: 56-59.
68. Lu, Z., Myoung, S.W., Jung, Y.G., Balakrishnan, G., Lee, J., Paik, U., 2013. Thermal Fatigue Behavior of Air-Plasma Sprayed Thermal Barrier Coating with Bond Coat Species in Cyclic Thermal Exposure, **Materials (Basel)**, **6** (8): 3387-3403.
69. Rao, A.G., Mohape, M., Katkar, V.A., Gowtam, D.S., Deshmukh, V.P., Shah, A.K., 2010. Fabrication and Characterization of Aluminum (6061)-Boron-Carbide Functionally Gradient Material, **Materials and Manufacturing Processes**, **25** (7): 572-576.
70. Sadowski, T., Ataya, S., Nakonieczny, K., 2009. Thermal analysis of layered FGM cylindrical plates subjected to sudden cooling process at one side – Comparison of two applied methods for problem solution, **Computational Materials Science**, **45** (3): 624-632.

71. Han, J.-C., Wang, B.-L., 2006. Thermal shock resistance enhancement of functionally graded materials by multiple cracking, **Acta Materialia**, **54** (4): 963-973.
72. Yang, Z., Yuan, H., Liu, H., 2019. Evolution and characterization of cyclic thermal shock-induced thermomechanical damage in oxide/oxide ceramics matrix composites, **International Journal of Fatigue**, **120**: 150-161.
73. Esmati, M., Sharifi, H., Raeissi, M., Atrian, A., Rajaei, A., 2019. Investigation into thermal expansion coefficient, thermal conductivity and thermal stability of Al-graphite composite prepared by powder metallurgy, **Journal of Alloys and Compounds**, **773**: 503-510.
74. Ghiasian, S.E., Kiani, Y., Eslami, M.R., 2014. Non-linear rapid heating of FGM beams, **International Journal of Non-Linear Mechanics**, **67**: 74-84.
75. Abbas, I.A., 2014. Nonlinear transient thermal stress analysis of thick-walled FGM cylinder with temperature-dependent material properties, **Meccanica**, **49** (7): 1697-1708.
76. Olatunji-Ojo, A.O., Boetcher, S.K.S., Cundari, T.R., 2012. Thermal conduction analysis of layered functionally graded materials, **Computational Materials Science**, **54**: 329-335.
77. Elperin, T., Rudin, G., 2002. Thermal stresses in functionally graded materials caused by a laser thermal shock, **Heat and Mass Transfer**, **38** (7-8): 625-630.
78. Cahit, A., Ogawa, K., Turk, A., Ozdemir, I., 2013. Thermal Shock and Cycling Behavior of Thermal Barrier Coatings (TBCs) Used in Gas Turbines, ed. Progress in Gas Turbine Performance.
79. Chen, W.Z., Wang, Q.D., Zai, C.Q., Ma, C.J., Zhu, Y.P., He, W., 2001. Functionally graded Zn-Al-Si in-situ composites fabricated by centrifugal casting, **Journal of Materials Science Letters**, **20** (9): 823-826.
80. Zhang, J., Wang, Y.Q., Zhou, B.L., Wu, X.Q., 1998. Functionally graded Al/Mg₂Si in-situ composites, prepared by centrifugal casting, **Journal of Materials Science Letters**, **17** (19): 1677-1679.
81. Enrique, P.D., Mahmoodkhani, Y., Marzbanrad, E., Toyserkani, E., Zhou, N.Y., 2018. In situ formation of metal matrix composites using binder jet additive manufacturing (3D printing), **Materials Letters**, **232**: 179-182.

82. Raza, M.S., Hussain, M., Kumar, V., Das, A.K., 2017. In Situ Production of Hard Metal Matrix Composite Coating on Engineered Surfaces Using Laser Cladding Technique, **Journal of Materials Engineering and Performance**, **26** (1): 76-83.
83. Popov, V.A., Shelekhov, E.V., Prosviryakov, A.S., Presniakov, M.Y., Senatulin, B.R., Kotov, A.D., Khomutov, M.G., 2017. Particulate metal matrix composites development on the basis of in situ synthesis of TiC reinforcing nanoparticles during mechanical alloying, **Journal of Alloys and Compounds**, **707**: 365-370.
84. Ficici, F., Koksall, S., 2016. Microstructural characterization and wear properties of in situ AlB₂-reinforced Al-4Cu metal matrix composite, **Journal of Composite Materials**, **50** (12): 1685-1696.
85. Aparicio-Fernandez, R., Springer, H., Szczepaniak, A., Zhang, H., Raabe, D., 2016. In-situ metal matrix composite steels: Effect of alloying and annealing on morphology, structure and mechanical properties of TiB₂ particle containing high modulus steels, **Acta Materialia**, **107**: 38-48.
86. Kumar, N., Gautam, R.K., Mohan, S., 2015. In-situ development of ZrB₂ particles and their effect on microstructure and mechanical properties of AA5052 metal-matrix composites, **Materials & Design**, **80**: 129-136.
87. Farkas, G., Choe, H., Mathis, K., Szaraz, Z., Noh, Y., Trojanova, Z., Minarik, P., 2015. In Situ Investigation of Deformation Mechanisms in Magnesium-Based Metal Matrix Composites, **Metals and Materials International**, **21** (4): 652-658.
88. Gussone, J., Reinhard, C., Kasperovich, G., Gherekhloo, H., Merzouk, T., Hausmann, J., 2014. In-situ investigation of microcrack formation and strains in Ag-Cu-based multi-metal matrix composites analysed by synchrotron radiation, **Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing**, **612**: 102-114.
89. Ghosh, S.K., Bandyopadhyay, K., Saha, P., 2014. Development of an in-situ multi-component reinforced Al-based metal matrix composite by direct metal laser sintering technique-Optimization of process parameters, **Materials Characterization**, **93**: 68-78.
90. Rousset, G., Martin, E., Lamon, J., 2009. In situ fibre strength determination in metal matrix composites, **Composites Science and Technology**, **69** (15-16): 2580-2586.

91. Nofar, M., Hosseini, H.R.M., Kolagar-Daroonkolaie, N., 2009. Fabrication of high wear resistant Al/Al₃Ti metal matrix composite by in situ hot press method, **Materials & Design**, **30** (2): 280-286.
92. Sheibani, S., Najafabadi, M.F., 2007. In situ fabrication of Al-TiC metal matrix composites by reactive slag process, **Materials & Design**, **28** (8): 2373-2378.
93. Ganguly, P., Poole, W.J., 2003. In situ measurement of reinforcement stress in an aluminum-alumina metal matrix composite under compressive loading, **Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing**, **352** (1-2): 46-54.
94. Hadianfard, M.J., Mai, Y.W., 1995. In-Situ Sem Studies on the Effects of Particulate Reinforcement on Fatigue-Crack Growth-Mechanism of Aluminum-Based Metal-Matrix Composite, **Journal of Materials Science**, **30** (21): 5335-5346.
95. Canumalla, S., Pangborn, R.N., Tittmann, B.R., Conway, J.C., 1994. Acoustic-Emission for in-Situ Monitoring in Metal-Matrix Composite Processing, **Composites Science and Technology**, **52** (4): 607-614.
96. Kulka, M., Makuch, N., Piasecki, A., 2017. Nanomechanical characterization and fracture toughness of FeB and Fe₂B iron borides produced by gas boriding of Armco iron, **Surface and Coatings Technology**, **325**: 515-532.
97. Campos-Silva, I., Flores-Jiménez, M., Bravo-Bárcenas, D., Balmori-Ramírez, H., Andraca-Adame, J., Martínez-Trinidad, J., Meda-Campaña, J.A., 2017. Evolution of boride layers during a diffusion annealing process, **Surface and Coatings Technology**, **309**: 155-163.
98. Li, X., Wu, P., Yang, R., Yan, D., Chen, S., Zhang, S., Chen, N., 2016. Boron diffusion in bcc-Fe studied by first-principles calculations, **Chinese Physics B**, **25** (3).
99. Kontis, P., Yusof, H.A.M., Pedrazzini, S., Danaie, M., Moore, K.L., Bagot, P.A.J., Moody, M.P., Grovenor, C.R.M., Reed, R.C., 2016. On the effect of boron on grain boundary character in a new polycrystalline superalloy, **Acta Materialia**, **103**: 688-699.
100. Homolová, V., Čiripová, L., Výrostková, A., 2015. Experimental Study of Phase Composition of Fe-(30-60)B-C Alloys and Boron-Rich Corner of Fe-B-C Phase Diagram, **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**, **36** (6): 599-605.

101. Ebrahimi, S., Heydari, M.S., Baharvandi, H.R., Ehsani, N., 2016. Effect of iron on the wetting, sintering ability, and the physical and mechanical properties of boron carbide composites: A review, **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, **57**: 78-92.
102. Azouani, O., Keddami, M., Brahimi, A., Sehisseh, A., 2015. Diffusion kinetics of boron in the X200CrMoV12 high-alloy steel, **Journal of Mining and Metallurgy, Section B: Metallurgy**, **51** (1): 49-54.
103. Rodríguez-Castro, G., Campos-Silva, I., Chávez-Gutiérrez, E., Martínez-Trinidad, J., Hernández-Sánchez, E., Torres-Hernández, A., 2013. Mechanical properties of FeB and Fe₂B layers estimated by Berkovich nanoindentation on tool borided steel, **Surface and Coatings Technology**, **215**: 291-299.
104. Campos-Silva, I., Ortiz-Domínguez, M., Cimenoglu, H., Escobar-Galindo, R., Keddami, M., Elías-Espinosa, M., López-Perrusquia, N., 2013. Diffusion model for growth of Fe₂B layer in pure iron, **Surface Engineering**, **27** (3): 189-195.
105. Campos-Silva, I., Hernández-Sánchez, E., Rodríguez-Castro, G., Cimenoglu, H., Nava-Sánchez, J.L., Meneses-Amador, A., Carrera-Espinoza, R., 2013. A study of indentation for mechanical characterization of the Fe₂B layer, **Surface and Coatings Technology**, **232**: 173-181.
106. Serkan, I., 2012. Effect of boron carbide on the microstructure and the mechanical properties of segments produced using hot pressing method, **Scientific Research and Essays**, **7** (23).
107. Li, X., Wu, P., Zhao, S., Chen, C., Yin, R., Chen, N., 2012. First-principle Study of the Solution Type of Boron in γ -iron, **Energy Procedia**, **16**: 661-666.
108. Campos-Silva, I., Ortiz-Domínguez, M., Bravo-Bárcenas, O., Doñu-Ruiz, M.A., Bravo-Bárcenas, D., Tapia-Quintero, C., Jiménez-Reyes, M.Y., 2010. Formation and kinetics of FeB/Fe₂B layers and diffusion zone at the surface of AISI 316 borided steels, **Surface and Coatings Technology**, **205** (2): 403-412.
109. Bok Seol, J., Ho Gu, G., Suk Lim, N., Das, S., Gyung Park, C., 2010. Atomic scale investigation on the distribution of boron in medium carbon steels by atom probe tomography and EELS, **Ultramicroscopy**, **110** (7): 783-788.
110. Aizenshtein, M., Mizrahi, I., Froumin, N., Hayun, S., Dariel, M.P., Frage, N., 2008. Interface interaction in the B₄C/(Fe-B-C) system, **Materials Science and Engineering: A**, **495** (1-2): 70-74.

111. Mizrahi, I., Raviv, A., Dilman, H., Aizenshtein, M., Dariel, M.P., Frage, N., 2007. The effect of Fe addition on processing and mechanical properties of reaction infiltrated boron carbide-based composites, **Journal of Materials Science**, **42** (16): 6923-6928.
112. Keddam, M., Chentouf, S.M., 2005. A diffusion model for describing the bilayer growth (FeB/Fe₂B) during the iron powder-pack boriding, **Applied Surface Science**, **252** (2): 393-399.
113. Abenojar, J., 2003. Influence of carbon and aluminium additions on the Fe–10% B (wt.) system, **Journal of Materials Processing Technology**, **143-144**: 28-33.
114. Turov, Y.V., Khusid, B.M., Voroshnin, L.G., Khina, B.B., Kozlovskii, I.L., 1991. Structure Formation in Sintering Iron Boron-Carbide Powder Composite, **Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics**, **30** (6): 465-470.
115. Turov, Y.V., Khusid, B.M., Voroshnin, L.G., Khina, B.B., Kozlovskii, I.L., 1989. Gas-Transport Processes in Sintering of an Iron-Boron Carbide Powder Composite, **Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics**, **28** (8): 618-622.
116. Aleksandrov, O.V., Mokhov, E.N., 2011. Model of Boron Diffusion from Gas Phase in Silicon Carbide, **Semiconductors**, **45** (6): 705-712.
117. Ruschenschmidt, K., Bracht, H., Laube, M., Stolwijk, N.A., Pensl, G., 2001. Diffusion of boron in silicon carbide, **Physica B-Condensed Matter**, **308**: 734-737.
118. Bracht, H., Stolwijk, N.A., Laube, M., Pensl, G., 2001. Modeling of boron diffusion in silicon carbide, **Silicon Carbide and Related Materials, Ecsrm2000**, **353-356**: 327-330.
119. Bracht, H., Stolwijk, N.A., Laube, M., Pensl, G., 2000. Diffusion of boron in silicon carbide: Evidence for the kick-out mechanism, **Applied Physics Letters**, **77** (20): 3188-3190.
120. Konstantinov, A.O., 1988. Mechanism of Boron-Diffusion in Silicon-Carbide, **Soviet Physics Semiconductors-Ussr**, **22** (1): 102-104.
121. Mokhov, E.N., Goncharov, E.E., Ryabova, G.G., 1984. Diffusion of Boron in P-Type Silicon-Carbide, **Soviet Physics Semiconductors-Ussr**, **18** (1): 27-30.
122. Mokhov, E.N., Zverev, B.P., Ramm, M.G., Usmanova, M.M., 1980. Surface Distribution of Boron during Diffusion in Silicon-Carbide, **Inorganic Materials**, **16** (12): 1473-1476.

123. Vodakov, Y.A., Lomakina, G.A., Mokhov, E.N., Oding, V.G., 1980. Characteristics of the Diffusion of Boron in Silicon-Carbide, **Soviet Physics Semiconductors-Ussr**, **14** (2): 222-223.
124. Buijnsters, J.G., Shankar, P., Gopalakrishnan, P., van Enkevort, W.J.P., Schermer, J.J., Ramakrishnan, S.S., ter Meulen, J.J., 2003. Diffusion-modified boride interlayers for chemical vapour deposition of low-residual-stress diamond films on steel substrates, **Thin Solid Films**, **426** (1-2): 85-93.
125. Martini, C., Palombarini, G., Poli, G., Prandstraller, D., 2004. Sliding and abrasive wear behaviour of boride coatings, **Wear**, **256** (6): 608-613.
126. Campos, I., Torres, R., Ramírez, G., Ganem, R., Martínez, J., 2006. Growth kinetics of iron boride layers: Dimensional analysis, **Applied Surface Science**, **252** (24): 8662-8667.
127. Martini, C.P., G., 2004. Mechanism of thermochemical growth of iron borides on iron, **Journal of Materials Science**, **39**: 933-937.
128. Ozdemir, O., Usta, M., Bindal, C., Ucisik, A.H., 2006. Hard iron boride (Fe₂B) on 99.97wt% pure iron, **Vacuum**, **80** (11-12): 1391-1395.
129. Xibao, W., 2005. The metallurgical behavior of B₄C in the iron-based surfacing alloy during PTA powder surfacing, **Applied Surface Science**, **252** (5): 2021-2028.
130. Fan, C., Zou, B., Zhu, L., Fan, W., Cai, X., Wang, Y., Cao, X., 2017. Oxidation and thermal shock resistant properties of Si/Yb₂SiO₅/NdMgAl₁₁O₁₉ coating deposited on C f/SiC composites, **Materials & Design**, **116**: 261-267.
131. Wu, X., Jiang, C., Song, F., Li, J., Shao, Y., Xu, X., Yan, P., 2015. Size effect of thermal shock crack patterns in ceramics and numerical predictions, **Journal of the European Ceramic Society**, **35** (4): 1263-1271.
132. Mebrahitom Asmelash, G., Mamat, O., Ahmad, F., Prasada Rao, A.K., 2015. Thermal shock and fatigue behavior of pressureless sintered Al₂O₃-SiO₂-ZrO₂ composites, **Journal of Advanced Ceramics**, **4** (3): 190-198.
133. Jin, Z., Feng, Y., 2014. Thermal shock resistance behavior of a functionally graded ceramic: Effects of finite cooling rate, **Theoretical and Applied Mechanics Letters**, **4** (4).

134. Ding, S., Zeng, Y.-P., Jiang, D., 2006. Thermal shock resistance of in situ reaction bonded porous silicon carbide ceramics, **Materials Science and Engineering: A**, **425** (1-2): 326-329.
135. Wang, B.-L., Mai, Y.-W., Zhang, X.-H., 2004. Thermal shock resistance of functionally graded materials, **Acta Materialia**, **52** (17): 4961-4972.
136. Panda, P.K., Kannan, T.S., Dubois, J., Olagnon, C., Fantozzi, G., 2002. Thermal shock and thermal fatigue study of alumina, **Journal of the European Ceramic Society**, **22** (13): 2187-2196.
137. P.K. Panda, T.S.K., J. Dubois, C. Olagnon, G. Fantozzi, 2002. Thermal shock and thermal fatigue study of ceramic materials on a newly developed ascending thermal shock test equipment, **Science and Technology of Advanced Materials**, **3**: 327-334.
138. Malou, Z., Hamidouche, M., Bouaouadja, N., Chevalier, J., Fantozzi, G., 2013. Thermal Shock Resistance of A Soda Lime Glass, **Ceramics – Silikáty**, **57**: 39-44.
139. Carolan, D., Ivanković, A., Murphy, N., 2012. Thermal shock resistance of polycrystalline cubic boron nitride, **Journal of the European Ceramic Society**, **32** (10): 2581-2586.
140. Cao, J., Chen, L., 2005. Effect of thermal cycling on carbon fiber-reinforced PPS composites, **Polymer Composites**, **26** (5): 713-716.
141. Pelletier, S., Gelin, C., Lefebvre, L.P., 1998. Effect of Thermal Cycling on Properties of Soft Magnetic Iron-Resin Composites, **Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials**, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.
142. Chen, G.-q., Xiu, Z.-y., Yang, W.-s., Jiang, L.-t., Wu, G.-h., 2010. Effect of thermal-cooling cycle treatment on thermal expansion behavior of particulate reinforced aluminum matrix composites, **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, **20** (11): 2143-2147.
143. Chu, Y., Fu, Q., Li, H., Li, K., 2011. Thermal fatigue behavior of C/C composites modified by SiC–MoSi₂–CrSi₂ coating, **Journal of Alloys and Compounds**, **509** (31): 8111-8115.

144. You, X.Q., Si, T.Z., Liu, N., Ren, P.P., Xu, Y.D.,Feng, J.P., 2005. Effect of grain size on thermal shock resistance of Al₂O₃-TiC ceramics, **Ceramics International**, **31** (1): 33-38.
145. Sever, K., Sarıkanat, M., Seki, Y., Tavman, İ.H., Sever, K, 2011. Isıl Çevrimin Jüt Fiber/Yüksek Yoğunluklu Polietilen (YYPE) Kompozitlerin Tabakalararası Kayma Dayanımına Etkisi, **6. International Advanced Technologies Symposium, Elazığ, Turkey**.
146. Çoban, O., Bora, M.Ö., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ, 2007. Termal Çevrimlere Maruz Bırakılmış Polimer Kompozitlerin Düşük Enerjili Tekrarlı Darbeler Altındaki Davranışlarının İncelenmesi, **Proceedings of 8th International Fracture Conference, Istanbul, Turkey**.
147. Zhang, Q., Wu, G., Sun, D., Luan, B, 2002. Study on the thermal expansion and thermal cycling of AlNp/Al composites, **Journal of Materials Science and Technology**, **18**: 63-65.
148. Wang, S., Chung, D.D.L, 2001. Thermal Fatigue in Carbon Fibre Polymer-Matrix Composites, Monitored in Real Time by Electrical Resistance Measurements, **Polymers and Polymer Composites**, **9**: 135-140.
149. Tomba M., A.G., Cavaliere, A.L, 2000. Evaluation of the heat transfer coefficient in thermal shock of alumina disks, **Materials Science and Engineering**, **A276**: 76-82.
150. Sadeghi, B., Shamanian, M., Cavaliere, P.,Ashrafizadeh, F., 2018. Effect of processing parameters on the microstructural and mechanical properties of aluminum-carbon nanotube composites produced by spark plasma sintering, **International Journal of Materials Research**, **109** (10): 900-909.
151. Ramli, M.I., Sulong, A.B., Muhamad, N., Muchtar, A., Arifin, A., Foudzi, F.M.,Al-Furjan, M.S.H., 2018. Effect of sintering parameters on physical and mechanical properties of powder injection moulded stainless steel-hydroxyapatite composite, **Plos One**, **13** (10).
152. Mendes, A.M., Costa, M.C.B., Araujo, V.D., Motta, F.V., Paskocimas, C.A., Acchar, W., Longo, E., Bomio, M.R.D.,Cavalcante, L.S., 2017. Effect of sintering parameters using the central composite design method, electronic structure and physical properties of yttria-partially stabilized ZrO₂ commercial ceramics, **Materials Science-Poland**, **35** (1): 225-238.

153. Sun, J.L., Liu, C.X., Li, B., Wang, L.S., Feng, B.F., Xie, Z.Y., 2016. Effect of sintering parameters on mechanical properties and microstructures of B₄C/TiB₂ ceramic composites, **International Journal of Materials Research**, **107** (1): 52-56.
154. Li, C.J., Liu, X.Q., Yi, J.H., Teng, L., Bao, R., Tan, J., Yang, C., Zou, Z., 2016. Effects of sintering parameters on the microstructure and mechanical properties of carbon nanotubes reinforced aluminum matrix composites, **Journal of Materials Research**, **31** (23): 3757-3765.
155. Raza, K., Khalid, F.A., 2014. Optimization of sintering parameters for diamond-copper composites in conventional sintering and their thermal conductivity, **Journal of Alloys and Compounds**, **615**: 111-118.
156. Chen, H., Jia, C.C., Li, S.J., 2013. Effect of sintering parameters on the microstructure and thermal conductivity of diamond/Cu composites prepared by high pressure and high temperature infiltration, **International Journal of Minerals Metallurgy and Materials**, **20** (2): 180-186.
157. Huang, L.J., Geng, L., Peng, H.X., Balasubramaniam, K., Wang, G.S., 2011. Effects of sintering parameters on the microstructure and tensile properties of in situ TiB_w/Ti6Al4V composites with a novel network architecture, **Materials & Design**, **32** (6): 3347-3353.
158. Shorowordi, K.M., Laoui, T., Haseeb, A.S.M.A., Celis, J.P., Froyen, L., 2003. Microstructure and interface characteristics of B₄C, SiC and Al₂O₃ reinforced Al matrix composites: a comparative study, **Journal of Materials Processing Technology**, **142** (3): 738-743.
159. Ersoy, N.M., Aydogdu, H.M., Degirmenci, B.U., Cokuk, N., Sevimay, M., 2015. The effects of sintering temperature and duration on the flexural strength and grain size of zirconia, **Acta Biomater Odontol Scand**, **1** (2-4): 43-50.
160. Wang, Q.B., Wang, Q.G., Wan, C.X., 2010. Effect of sintering time on the microstructure and properties of inorganic polyphosphate bioceramics, **Science of Sintering**, **42** (3): 337-343.
161. Monmaturapoj, N.a.Y., C, 2010. Effect of sintering on microstructure and properties of hydroxyapatite produced by different synthesizing methods, **Journal of Metals, Materials and Minerals**, **20**: 53-61.

162. Brytan, Z., Dobrzański, L.A., Actis Grande, M. and Rosso, M., 2009. The influence of sintering time on the properties of PM duplex stainless steel, **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**, **37**: 387-396.
163. Yusoff, M., Hussain, Z., 2013. Effect of Sintering Parameters on Microstructure and Properties of Mechanically Alloyed Copper-Tungsten Carbide Composite, **International Journal of Materials, Mechanics and Manufacturing**: 283-286.
164. Chagnon, F.a.T., Y, 1997. Effect of sintering parameters on mechanical properties of sinter hardened materials, **Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials**, **2**: 97-106.
165. Chen, H.X., Tsai, Y.T. Lin, K.H, 2013. Effect of Sintering Parameters and Powder Characteristics on the Performance of Metal-Injection-Molded SKD11 Parts, **Proceedings of the World Congress on Engineering**, **3-5 July, London**.
166. Rahimian, M., Ehsani, N., Parvin, N., Baharvandi, H.r., 2009. The effect of particle size, sintering temperature and sintering time on the properties of Al–Al₂O₃ composites, made by powder metallurgy, **Journal of Materials Processing Technology**, **209** (14): 5387-5393.
167. Korolkov, V.V.K., B, Sintering mechanism of iron powder with microadditions of boron, **Powder Metallurgy and Ceramics**, **36**: 470-473.
168. Nowacki, J.K., L, 1992. Structure and properties of Fe-Fe₂B cermets, **Journal of Materials Science**, **27**: 3651-3656.
169. Filonenko, N.Y., Beryoza, O.Y. Bezrukava, O.G, 2013. The effect of carbon on phase composition and phase transformations in Fe- B system alloys, **Problems of Atomic Science and Technology**, **5**: 168-172.
170. Nowacki, J.K., L, 1993. The mechanism of reaction sintering of iron-iron boride cermets, **Journal of Materials Science**, **28**: 3939-3944.
171. Aydın, M., 2009. Düşük Hızlı Çarpma Yükleri Altında Fonksiyonel Kademelendirilmiş Dairesel Plakaların Mekanik Davranışlarının İncelenmesi. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kayseri.
172. Callister W.D., Rethwisch D.G., 2013. Seramiklerin üretimi ve uygulamaları, 501-531. *In: Materials Science and Engineering* (Eds: K. Genel, R. Artır). Nobel Akademik Yayıncılık, Ankara.

173. German, M.R.,2014. Katı hal sinterlemenin temelleri, 67-137. *In: Sintering Theory and Practice* (Eds: H. Ö. Gülsoy). Nobel Akademik Yayıncılık, Ankara.
174. German, M.R.,2007. Sinterleme kavramları, 233-276. *In: Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing* (Eds: S. Sarıtaş, M. Türker, N. Durlu). Türk Toz Metalurjisi Derneği, Ankara.
175. Onaran, K., 1995. Malzeme Bilimi. Bilim Teknik Kitabevi, İstanbul, 383.
176. Yayla, P., 2007. Kırılma Mekaniği. Çağlayan Kitabevi, İstanbul, 229.
177. Uğuz, A., 1996. Kırılma Mekaniğine Giriş, Uludağ Üniversitesi Basımevi, Bursa, 160.
178. Şengül, A.B., 2011. Görüntü Analizi İle Yorulma Çatlak Gelişimi, Ekin Yayınevi, Bursa, 96.
179. Şengül, A.B., 2011. Yorulma Çatlak Gelişiminde Periyodik Aşırı Yükleminin Etkisi, Ekin Yayınevi, Bursa, 90.
180. Şahin, Y., 2000. Kompozit Malzemelere Giriş, Gazi Kitabevi, Ankara, 327.
181. Beşergil, B., 2016. Kompozitler Temel İlkeler Test Metotları, Gazi Kitabevi, Ankara, 730.
182. Zhou, J.R., Mathews, V.J.,Adams, D.O., 2019. Acoustic emission-based impact location estimation on composite structures, **Structural Health Monitoring-an International Journal**.
183. Morscher, G.N.,Maxwell, R., 2019. Monitoring tensile fatigue crack growth and fiber failure around a notch in laminate SIC/SIC composites utilizing acoustic emission, electrical resistance, and digital image correlation, **Journal of the European Ceramic Society**, **39** (2-3): 229-239.
184. Zhou, W., Zhang, P.F.,Zhang, Y.N., 2018. Acoustic Emission Based on Cluster and Sentry Function to Monitor Tensile Progressive Damage of Carbon Fiber Woven Composites, **Applied Sciences-Basel**, **8** (11).
185. Subadra, S.P., Kek, T., Bergant, Z.,Griskevicius, P., 2018. Study of Acoustic Emission Signals During Crack Propagation in Multiscale Nano-Composites, **Mechanika**, **24** (4): 391-398.

186. Sikdar, S., Ostachowicz, W., Pal, J., 2018. Damage-induced acoustic emission source identification in an advanced sandwich composite structure, **Composite Structures**, **202**: 860-866.
187. Lepikhin, A.M., Moskvichev, V.V., Chernyaev, A.P., 2018. Acoustic-Emission Monitoring of the Deformation and Fracture of Metal-Composite Pressure Vessels, **Journal of Applied Mechanics and Technical Physics**, **59** (3): 511-518.
188. Droubi, M.G., Stuart, A., Mowat, J., Noble, C., Prathuru, A.K., Faisal, N.H., 2018. Acoustic emission method to study fracture (Mode-I, II) and residual strength characteristics in composite-to-metal and metal-to-metal adhesively bonded joints, **Journal of Adhesion**, **94** (5): 347-386.
189. Tan, Z.Y., Min, C.W., Wu, H.W., Qian, Y.H., Li, M.S., 2017. Comparison of Acoustic Emission Characteristics for C/SiC Composite Component Under Combination of Heating and Mechanical Loading, **Acta Metallurgica Sinica-English Letters**, **30** (10): 992-998.
190. Saeedifar, M., Najafabadi, M.A., Yousefi, J., Mohammadi, R., Toudeshky, H.H., Minak, G., 2017. Delamination analysis in composite laminates by means of Acoustic Emission and bi-linear/tri-linear Cohesive Zone Modeling, **Composite Structures**, **161**: 505-512.
191. Cheng, J.L., Yang, S.Q., Chen, K., Ma, D., Li, F.Y., Wang, L.M., 2017. Uniaxial experimental study of the acoustic emission and deformation behavior of composite rock based on 3D digital image correlation (DIC), **Acta Mechanica Sinica**, **33** (6): 999-1021.

EKLER

Ek-1: 10mm Fe plakanın ön ve arka yüzeyden alınan sıcaklık değerleri, ısıtma çevrimi (K termokupl).

Zaman (sn)	Ön yüzey (°C)	Arka yüzey (°C)
0	46	46
1	46	46
2	46	46
3	46	46
4	46	46
5	45	46
6	48	44
7	48	45
8	61	47
9	78	50
10	93	59
11	110	69
12	124	69
13	139	79
14	139	93
15	159	105
16	176	121
17	196	135
18	206	150
19	223	164
20	237	164
21	252	182
22	252	196
23	269	209
24	283	222
25	297	238
26	312	252
27	326	252
28	326	269
29	343	284
30	357	298
31	371	312
32	385	324
33	399	340
34	412	340
35	425	357

36	425	371
37	441	385
38	454	397
39	467	409
40	479	422
41	493	435
42	505	435
43	518	450
44	518	462
45	532	473
46	543	484
47	555	496
48	567	507
49	578	519
50	590	519
51	601	531
52	601	542
53	614	552
54	626	562
55	636	572
56	646	582
57	656	582
58	656	592
59	666	603
60	675	612
61	683	620
62	691	629
63	698	636
64	706	636
65	713	644
66	713	652
67	722	658
68	729	665
69	737	671
70	744	677
71	751	681
72	758	681
73	764	685
74	764	691
75	772	696
76	780	701
77	787	706
78	795	710
79	802	713

80	809	713
81	815	715
82	815	718
83	823	723
84	830	731
85	837	739
86	845	748
87	852	748
88	852	759
89	861	768
90	868	779
91	875	790
92	882	800
93	888	812
94	895	812
95	903	822
96	903	831
97	911	839
98	919	848
99	927	857
100	936	867
101	943	874
102	950	874
103	957	884
104	957	894
105	964	900
106	972	906
107	979	913
108	988	921
109	996	929
110	1004	929
111	1010	937
112	1010	945
113	1019	952
114	1024	960
115	1030	967
116	1034	973
117	1040	973
118	1040	979
119	1046	987
120	1048	995
121	1049	1005
122	1049	1014
123	1051	1023

Ek-2: Fe/B₄C/0,2 FDM numunesi DT600_N1 1 ısıtma ve soğutma çevrimine ait ön ve arka yüzey sıcaklık değerleri, R termokupl-pirometre.

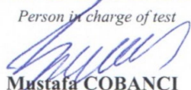
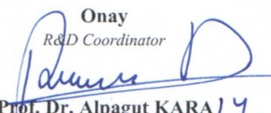
Zaman (sn)	Ön-R (°C)	Arka-R (°C)	Ön-Arka Fark	Arka-pirometre (°C)
0	20	20	0	21,5
1	21	20	1	28,1
2	51	25	26	29,9
3	73	25	48	32,4
4	89	31	58	34,2
5	99	37	62	36,4
6	99	48	51	39,9
7	110	56	54	42,2
8	120	69	51	45,3
9	130	81	49	49,4
10	140	92	48	53,7
11	151	103	48	58
12	151	103	48	62,8
13	164	117	47	67,3
14	176	129	47	70
15	187	140	47	74
16	198	152	46	78,1
17	209	164	45	82
18	219	164	55	85,4
19	229	179	50	91,4
20	229	190	39	94,1
21	243	202	41	99,9
22	258	213	45	103,9
23	268	225	43	110,1
24	278	236	42	114,4
25	289	248	41	114,9
26	299	248	51	118,5
27	309	260	49	123,4
28	309	272	37	124,5
29	322	282	40	129
30	331	294	37	136,4
31	344	303	41	137,5
32	353	314	39	140,1
33	365	324	41	144,8
34	372	324	48	145,5
35	384	336	48	153,7
36	384	345	39	157,6
37	393	356	37	160,7

38	400	365	35	165,6
39	410	377	33	165,7
40	417	387	30	170,8
41	434	394	40	176,4
42	434	394	40	179,8
43	448	407	41	185,4
44	454	417	37	190,1
45	464	427	37	194,3
46	474	437	37	200,7
47	482	447	35	205,1
48	490	447	43	211,8
49	500	457	43	217,5
50	500	467	33	223,5
51	509	475	34	231,9
52	518	485	33	239,4
53	525	493	32	249
54	531	502	29	258
55	537	511	26	270,9
56	547	511	36	286,4
57	553	522	31	300,6
58	553	530	23	318,8
59	562	538	24	342,2
60	571	547	24	367,9
61	578	556	22	385,1
62	585	566	19	412,7
63	593	574	19	439,5
64	603	574	29	463,5
65	609	585	24	486,3
66	609	594	15	512,3
67	618	603	15	530,3
68	627	614	13	545
69	634	624	10	545,4
70	642	633	9	552
71	648	633	15	549,8
72	648	644	4	545,9
73	657	653	4	545,6
74	663	662	1	547,7
75	669	671	-2	545,1
76	676	679	-3	547,4
77	685	685	0	552,8
78	688	685	3	550,7
79	694	695	-1	552,2
80	694	702	-8	553,4

81	700	710	-10	556,5
82	706	716	-10	559
83	711	723	-12	562,7
84	717	730	-13	566
85	722	737	-15	570,6
86	727	737	-10	573,5
87	732	744	-12	576,8
88	732	751	-19	579,4
89	737	756	-19	580,7
90	742	762	-20	582,2
91	747	769	-22	584,8
92	751	774	-23	587,8
93	756	780	-24	591
94	760	780	-20	594,7
95	764	786	-22	597,3
96	764	791	-27	600,8
97	769	796	-27	602,8
98	774	802	-28	606,9
99	779	808	-29	610,7
100	783	813	-30	614,6
101	789	813	-24	618,2
102	789	820	-31	621,6
103	794	826	-32	631,6
104	797	811	-14	621,7
105	770	785	-15	622
106	741	763	-22	618,7
107	718	742	-24	613,3
108	697	742	-45	607,4
109	679	723	-44	599,6
110	679	705	-26	592
111	655	685	-30	582,9
112	638	667	-29	574,5
113	621	650	-29	563,2
114	605	646	-41	554,9
115	547	663	-116	547,7
116	532	663	-131	536,7
117	518	645	-127	525,7
118	518	629	-111	516,8
119	502	614	-112	506,1
120	488	598	-110	495,4
121	476	582	-106	484,6
122	464	567	-103	474
123	452	552	-100	463,4

124	440	552	-112	451,9
125	429	536	-107	440,1
126	429	524	-95	424,9
127	415	511	-96	409,2
128	403	495	-92	394,7
129	391	478	-87	378,9
130	378	462	-84	364,6
131	365	462	-97	349,2
132	365	442	-77	336,1
133	350	426	-76	321,9
134	337	409	-72	309,3
135	324	394	-70	298,7
136	311	379	-68	286,8
137	296	363	-67	275,1
138	281	363	-82	265
139	268	345	-77	254,8
140	268	331	-63	244,2
141	254	316	-62	235,1
142	240	302	-62	226
143	227	289	-62	215,7
144	214	275	-61	207,3
145	202	262	-60	196,7
146	191	262	-71	189,1
147	181	246	-65	180,4
148	181	233	-52	172,6
149	166	222	-56	164,2
150	157	210	-53	157
151	149	199	-50	150,4
152	136	188	-52	143,7
153	125	177	-52	136,4
154	101	177	-76	130,4
155	102	165	-63	123,5
156	102	154	-52	117,9
157	102	145	-43	112,3
158	97	135	-38	107,3
159	84	126	-42	102,5
160	81	118	-37	98
161	78	118	-40	93,3
162	78	109	-31	89,3
163	74	102	-28	85,8
164	71	95	-24	82,1
165	67	89	-22	79,3
166	64	83	-19	76,6

Ek-3: Termal genleşme katsayı analiz raporu, %100Fe, Fe+%20B₄C.

 SERAMİK ARAŞTIRMA MERKEZİ A.Ş. Anadolu Üniversitesi Yunus Emre Kampüsü ETGB Anadolu Teknoparkı No:107-103 ESKİŞEHİR Mersis No:0761048749700014 Vergi D.:Eskişehir VD. Bşk. Vergi No:7610487497 Tel: 0 (222) 323 82 76 - 335 09 59 Faks: 0 (222) 322 29 43 Web: www.seramikarastirma.com.tr e-posta : mail@seramikarastirma.com.tr		Rapor No: R 2126 Report Number
TEST/ANALİZ RAPORU Testing analysis report		
Müşterinin adı/adresi Customer name and address	: ERCİYES ÜNİVERSİTESİ T.C. ERCİYES ÜNİVERSİTESİ BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ KOORDİNASYON BİRİMİ 3420326792 - - KAYSERİ	
İstek numarası Order no.	: SAM18-7618, SAM18-7619, SAM18-7620, SAM18-7621	
Numunenin adı ve tarifi Name of identity of test item	: %10 B ₄ C, %100 FE, %20 B ₄ C, %5 B ₄ C	
Numunenin kabul tarihi The date of receipt of test item	: 11.12.2018	
Açıklamalar Remarks	: Numune alma işlemi firma yetkilileri tarafından yapılmıştır. (Sampling operation is performed by the company.)	
Testin yapıldığı tarih Date of test	: 11.12.2018 - 19.12.2018	
Raporun sayfa sayısı Number of pages of the Report	: 8	
Deney ve/veya ölçüm sonuçları, genişletilmiş ölçüm belirsizlikleri (olması halinde) ve test metodları bu sertifikanın tamamlayıcı kısmı olan takip eden sayfalarda verilmiştir. The testing and/or measurement results, the uncertainties (if applicable) with confidence probability and test methods are given on the following pages which are part of this report. Test sonuçları sadece testleri yapılan numunelere aittir. Testi yapılan numuneler saklanmamaktadır. Test results only belong to samples analysed. Analysed samples are not be kept.		
Mühür Seal	Tarih Date	Test/Analiz Sorumlusu Person in charge of test
	19.12.2018	 Mustafa ÇOBANCI
		Onay R&D Coordinator
		 Prof. Dr. Alpagut KARA

Bu rapor, laboratuvarın yazılı izni olmadan kısmen kopyalanıp çoğaltılamaz. İmzasız ve mühürlü raporlar geçersizdir.

This report shall not be reproduced other than in full except with the permission of the laboratory. Testing reports without signature and seal are not valid.

KYF 510-1Rev00/17052011

Instrument:	NETZSCH DIL 402 PC	Temp.Calib.:	TCALZERO.TMX
Project:	NETZSCH-3	Std.Calib.:	Al2o3ne.scl
Filename:	%100 FE 11,12,18.ngb-dl4	Std.Calib. Materi:	Al2O3
Date/Time:	11.12.2018 10:28:53 (UTC-2)	Sample identity:	%100 FE
End Date/Time:	11.12.2018 12:29:18 (UTC-2)	Sample name:	ERCIYES
Laboratory:	SAM	Length:	43.25 mm
Operator:		Material:	ALUMINA
Mode:	Standard Expansion	Gas / Gas Flow:	<no gas>/---
Measurement Ty:	sample with correction	Segments:	1/1
Sh.Calib.:	Al2o3ne.scl	Range:	20/10.0(K/min)/1530
Sh.Calib. Materia	Al2O3	Corr/m. range:	820/5000
Correction:	CORR. MAYIS 18 1500 10 K KILIF SOGUMALI.		

Remark:

Temperature °C	Time min	dL/Lo %	T. Alpha (30.0 °C) 1/K	Temperature °C	Time min	dL/Lo %	T. Alpha (30.0 °C) 1/K
50.0	14.8	-0.01	13.7586E-06	530.0	63.9	0.69	14.5834E-06
60.0	16.9	-0.00	13.5544E-06	540.0	64.8	0.70	14.5831E-06
70.0	18.8	0.02	14.5201E-06	550.0	65.7	0.72	14.5551E-06
80.0	20.5	0.03	14.2327E-06	560.0	66.5	0.73	14.5381E-06
90.0	22.0	0.04	14.2054E-06	570.0	67.4	0.74	14.5153E-06
100.0	23.5	0.06	13.9383E-06	580.0	68.2	0.76	14.5299E-06
110.0	24.9	0.07	13.6388E-06	590.0	69.1	0.77	14.5373E-06
120.0	26.2	0.08	13.4858E-06	600.0	69.9	0.79	14.5271E-06
130.0	27.4	0.09	13.4712E-06	610.0	70.8	0.80	14.5113E-06
140.0	28.6	0.10	13.1483E-06	620.0	71.7	0.81	14.5135E-06
150.0	29.7	0.12	13.1724E-06	630.0	72.5	0.83	14.5369E-06
160.0	30.8	0.13	13.2550E-06	640.0	73.4	0.84	14.5331E-06
170.0	31.9	0.14	13.3205E-06	650.0	74.3	0.86	14.5353E-06
180.0	33.0	0.16	13.3978E-06	660.0	75.2	0.87	14.5284E-06
190.0	34.0	0.17	13.4884E-06	670.0	76.0	0.89	14.5201E-06
200.0	35.0	0.19	13.5037E-06	680.0	76.9	0.90	14.4969E-06
210.0	36.0	0.20	13.5968E-06	690.0	77.8	0.91	14.4732E-06
220.0	37.0	0.22	13.7013E-06	700.0	78.7	0.92	14.4161E-06
230.0	37.9	0.23	13.7718E-06	710.0	79.6	0.93	14.3249E-06
240.0	38.8	0.25	13.8552E-06	720.0	80.5	0.94	14.2345E-06
250.0	39.8	0.26	13.8155E-06	730.0	81.4	0.95	14.1613E-06
260.0	40.7	0.28	13.8766E-06	740.0	82.3	0.96	14.1221E-06
270.0	41.6	0.29	13.9111E-06	750.0	83.2	0.97	14.0945E-06
280.0	42.5	0.31	13.9739E-06	760.0	84.0	0.98	14.0627E-06
290.0	43.4	0.32	14.0427E-06	770.0	84.9	1.00	14.0142E-06
300.0	44.3	0.34	13.9883E-06	780.0	85.8	1.01	13.9661E-06
310.0	45.2	0.35	14.0123E-06	790.0	86.6	1.02	13.9189E-06
320.0	46.0	0.37	14.0914E-06	800.0	87.5	1.03	13.8755E-06
330.0	46.9	0.38	14.1420E-06	810.0	88.4	1.04	13.8241E-06
340.0	47.8	0.40	14.1956E-06	820.0	89.3	1.05	13.7934E-06
350.0	48.6	0.41	14.2473E-06	830.0	90.1	1.06	13.7558E-06
360.0	49.5	0.43	14.2710E-06	840.0	91.0	1.07	13.7123E-06
370.0	50.4	0.44	14.2905E-06	850.0	91.9	1.07	13.6062E-06
380.0	51.2	0.46	14.3294E-06	860.0	92.8	1.07	13.4268E-06
390.0	52.1	0.47	14.3341E-06	870.0	93.7	1.07	13.2850E-06
400.0	52.9	0.49	14.3724E-06	880.0	94.6	1.07	13.1045E-06
410.0	53.8	0.51	14.3950E-06	890.0	95.5	1.05	12.6978E-06
420.0	54.6	0.52	14.4417E-06	900.0	96.5	0.99	11.9082E-06
430.0	55.5	0.54	14.4468E-06	910.0	97.4	0.97	11.4938E-06
440.0	56.3	0.55	14.4585E-06	920.0	98.3	0.99	11.5428E-06
450.0	57.2	0.57	14.5030E-06	930.0	99.1	1.02	11.7408E-06
460.0	58.0	0.58	14.5195E-06	940.0	100.0	1.04	11.9391E-06
470.0	58.8	0.60	14.5395E-06	950.0	100.9	1.08	12.2397E-06
480.0	59.7	0.61	14.5595E-06	960.0	101.9	1.14	12.6794E-06
490.0	60.5	0.63	14.5934E-06	970.0	102.8	1.18	13.0259E-06
500.0	61.4	0.65	14.6116E-06	980.0	103.7	1.22	13.2445E-06
510.0	62.2	0.66	14.6176E-06	990.0	104.6	1.24	13.3739E-06
520.0	63.1	0.67	14.6185E-06	1000.0	105.5	1.26	13.4107E-06



Created with NETZSCH Proteus software

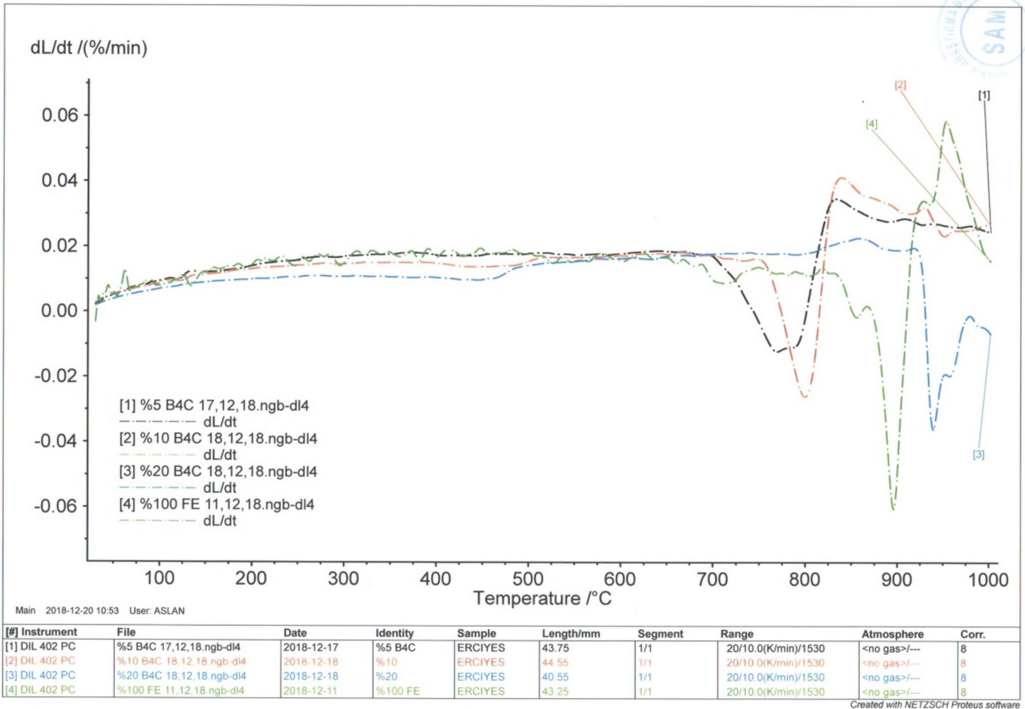
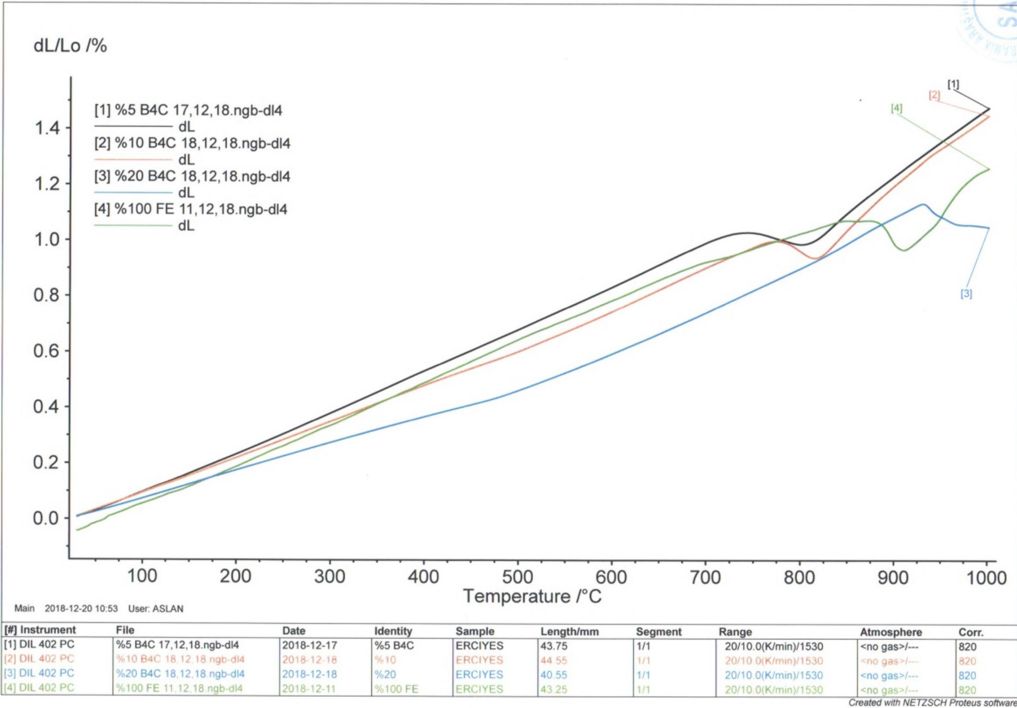
Instrument:	NETZSCH DIL 402 PC	Temp.Calib.:	TCALZERO.TMX
Project:	NETZSCH-3	Std.Calib.:	Al2o3ne.scl
Filename:	%20 B4C 18.12.18.ngb-dl4	Std.Calib. Material:	Al2O3
Date/Time:	18.12.2018 13:27:54 (UTC-2)	Sample identity:	%20
End Date/Time:	18.12.2018 15:15:08 (UTC-2)	Sample name:	ERCİYES
Laboratory:	SAM	Length:	40.55 mm
Operator:		Material:	ALUMINA
Mode:	Standard Expansion	Gas / Gas Flow:	<no gas>/---
Measurement Type:	sample with correction	Segments:	1/1
Sh.Calib.:	Al2o3ne.scl	Range:	20/10.0(K/min)/1530
Sh.Calib. Material:	Al2O3	Corr/m. range:	020/5000
Correction:	1475CORR.10 K AUMINA SIS.SOĞ.KLF .ngb-		

Remark:

Temperature °C	Time min	dL/Lo %	T. Alpha (30.0 °C) 1/K	Temperature °C	Time min	dL/Lo %	T. Alpha (30.0 °C) 1/K
50.0	14.8	0.03	8.7624E-06	530.0	64.0	0.50	9.8346E-06
60.0	16.9	0.04	8.9599E-06	540.0	64.8	0.51	9.8975E-06
70.0	18.8	0.04	9.0971E-06	550.0	65.7	0.53	9.9576E-06
80.0	20.5	0.05	9.2442E-06	560.0	66.5	0.54	10.0211E-06
90.0	22.1	0.06	9.3292E-06	570.0	67.4	0.55	10.0890E-06
100.0	23.5	0.07	9.3990E-06	580.0	68.2	0.57	10.1606E-06
110.0	24.9	0.08	9.4746E-06	590.0	69.1	0.58	10.2269E-06
120.0	26.2	0.09	9.5378E-06	600.0	69.9	0.60	10.2937E-06
130.0	27.5	0.10	9.6116E-06	610.0	70.8	0.61	10.3616E-06
140.0	28.6	0.11	9.6770E-06	620.0	71.6	0.62	10.4275E-06
150.0	29.8	0.13	9.7247E-06	630.0	72.5	0.64	10.4878E-06
160.0	30.9	0.14	9.7727E-06	640.0	73.4	0.65	10.5489E-06
170.0	32.0	0.15	9.8053E-06	650.0	74.2	0.67	10.6145E-06
180.0	33.0	0.16	9.8327E-06	660.0	75.1	0.68	10.6849E-06
190.0	34.1	0.17	9.8503E-06	670.0	76.0	0.70	10.7543E-06
200.0	35.1	0.18	9.8513E-06	680.0	76.8	0.71	10.8214E-06
210.0	36.1	0.19	9.8694E-06	690.0	77.7	0.73	10.8855E-06
220.0	37.0	0.20	9.8665E-06	700.0	78.6	0.74	10.9573E-06
230.0	38.0	0.21	9.8685E-06	710.0	79.4	0.76	11.0250E-06
240.0	38.9	0.22	9.8761E-06	720.0	80.3	0.77	11.0966E-06
250.0	39.9	0.23	9.8787E-06	730.0	81.2	0.79	11.1634E-06
260.0	40.8	0.24	9.8854E-06	740.0	82.1	0.81	11.2310E-06
270.0	41.7	0.25	9.8913E-06	750.0	82.9	0.82	11.2946E-06
280.0	42.6	0.26	9.8972E-06	760.0	83.8	0.84	11.3575E-06
290.0	43.5	0.27	9.8889E-06	770.0	84.7	0.85	11.4172E-06
300.0	44.4	0.28	9.8793E-06	780.0	85.6	0.87	11.4791E-06
310.0	45.3	0.28	9.8712E-06	790.0	86.5	0.89	11.5351E-06
320.0	46.1	0.29	9.8653E-06	800.0	87.3	0.90	11.5893E-06
330.0	47.0	0.30	9.8518E-06	810.0	88.2	0.92	11.6515E-06
340.0	47.9	0.31	9.8381E-06	820.0	89.1	0.93	11.7192E-06
350.0	48.7	0.32	9.8229E-06	830.0	90.0	0.95	11.8003E-06
360.0	49.6	0.33	9.8045E-06	840.0	90.9	0.97	11.8866E-06
370.0	50.4	0.34	9.7859E-06	850.0	91.8	0.99	11.9806E-06
380.0	51.3	0.35	9.7650E-06	860.0	92.7	1.01	12.0803E-06
390.0	52.1	0.36	9.7474E-06	870.0	93.6	1.03	12.1747E-06
400.0	53.0	0.37	9.7290E-06	880.0	94.4	1.05	12.2526E-06
410.0	53.8	0.38	9.7085E-06	890.0	95.3	1.07	12.3141E-06
420.0	54.7	0.39	9.6813E-06	900.0	96.2	1.08	12.3690E-06
430.0	55.5	0.39	9.6528E-06	910.0	97.1	1.10	12.4223E-06
440.0	56.4	0.40	9.6249E-06	920.0	98.0	1.12	12.4790E-06
450.0	57.2	0.41	9.5936E-06	930.0	98.9	1.14	12.5271E-06
460.0	58.1	0.42	9.5732E-06	940.0	99.8	1.11	12.1189E-06
470.0	58.9	0.43	9.5535E-06	950.0	100.6	1.09	11.7466E-06
480.0	59.8	0.44	9.5663E-06	960.0	101.5	1.07	11.4396E-06
490.0	60.6	0.45	9.6076E-06	970.0	102.4	1.06	11.1863E-06
500.0	61.4	0.46	9.6563E-06	980.0	103.3	1.06	11.0546E-06
510.0	62.3	0.47	9.7140E-06	990.0	104.2	1.06	10.9112E-06
520.0	63.1	0.49	9.7725E-06	1000.0	105.1	1.05	10.7612E-06



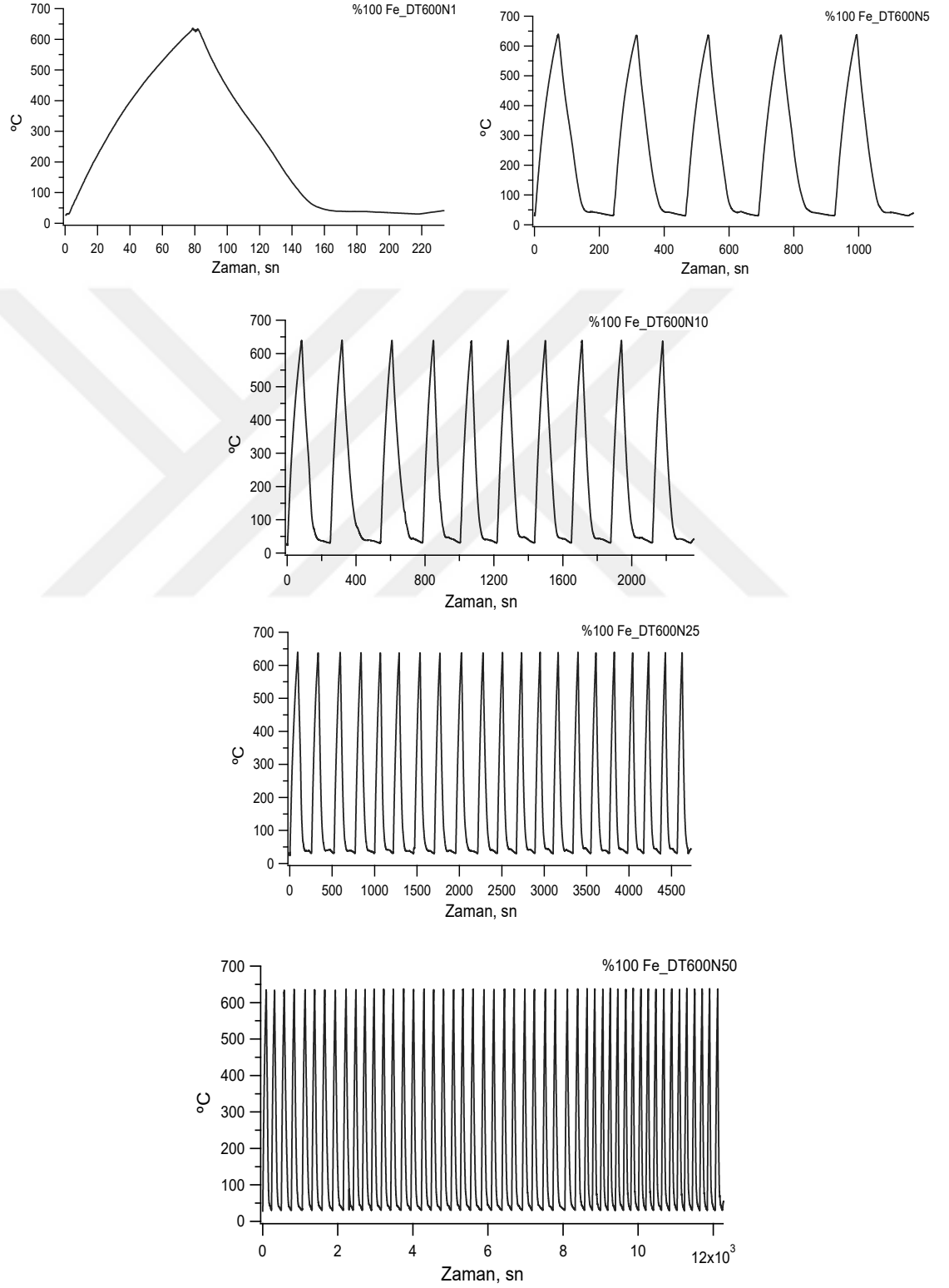
Created with NETZSCH Proteus software

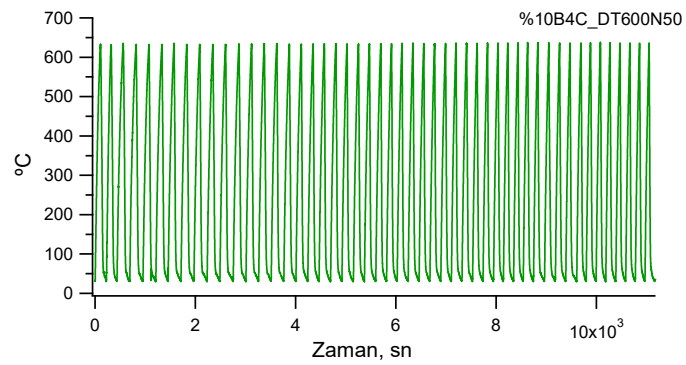
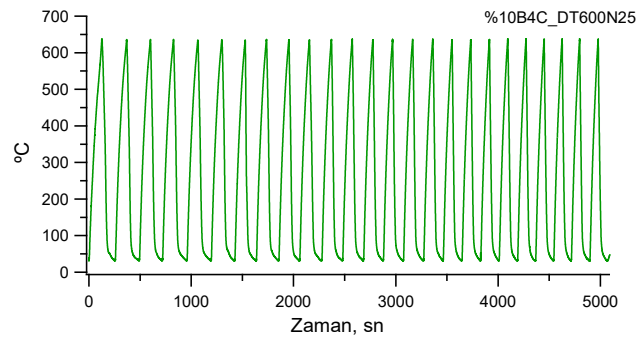
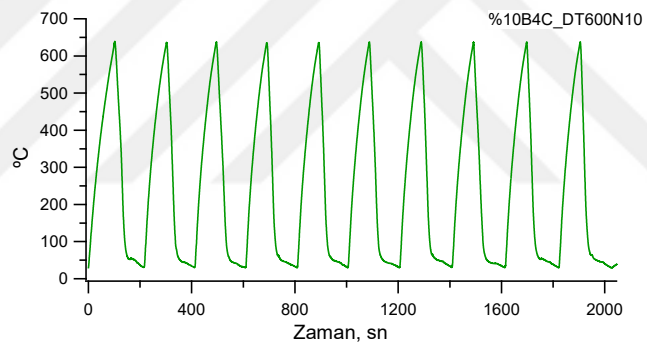
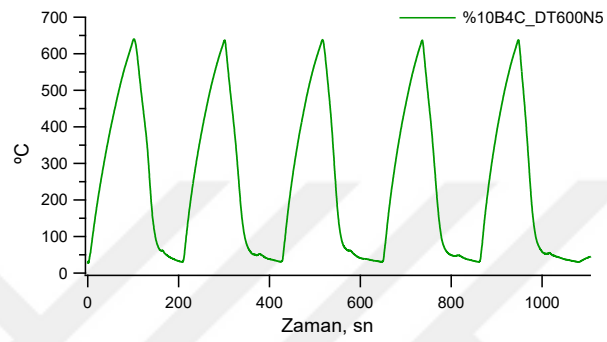
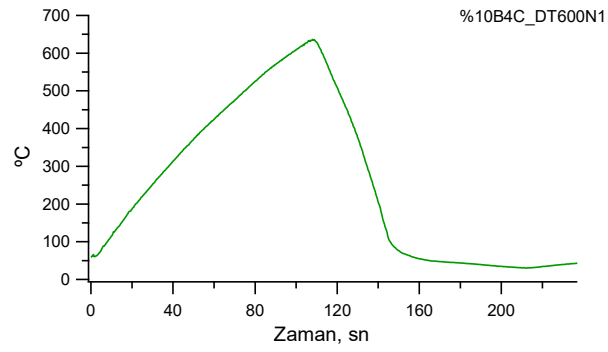


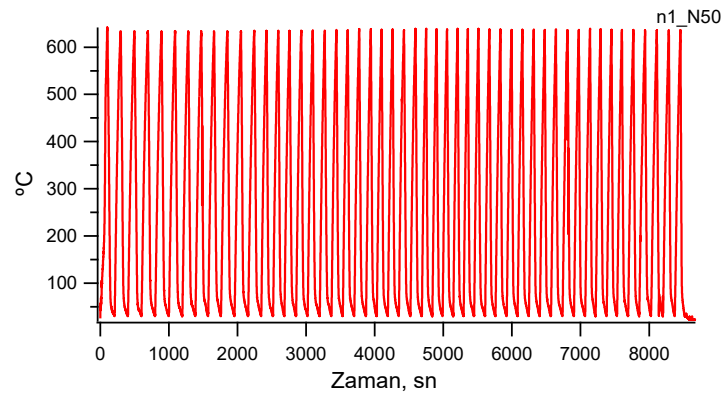
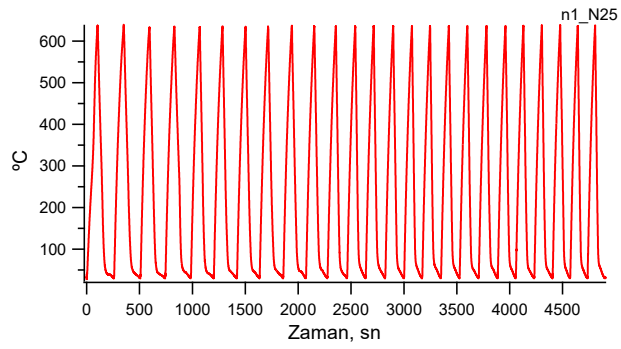
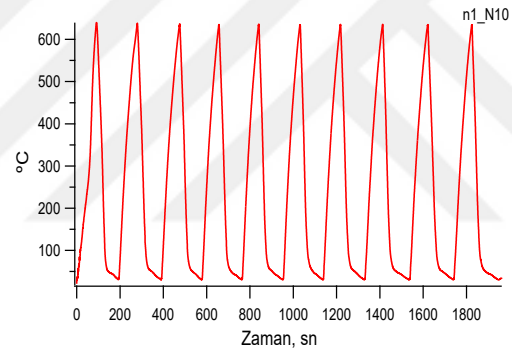
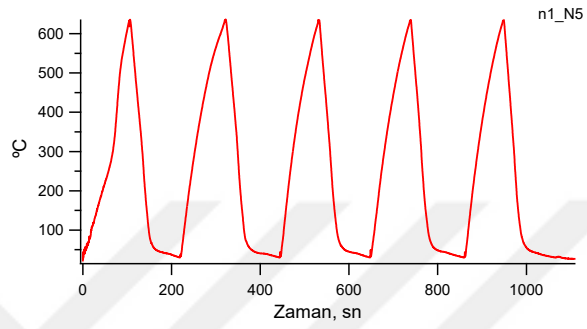
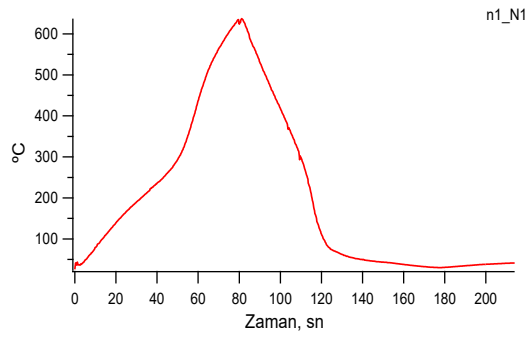
Ek-4: Basıncsız sinterli $n:0,1$ numunelerinin darbe ve eğme testi sonuçları.

	DARBE TEST VERİLERİ			
	Max_Kuvvet (N)		Enerji (J)	
	1.test	2.test	1.test	2.test
Sintersiz	3386.215		0.171031	
Sinterli TŞ öncesi	6533.494	6446.141	1.961616	2.539623
DT150 N10	6831.522	6024.791	1.983362	1.648919
DT300 N10	7579.162	6112.144	2.920142	1.947817
DT600 N1	7535.485	6985.675	2.857887	1.777887
DT600 N5	7060.182	7309.395	1.767126	1.863951
DT600 N10	6482.11	7725.607	1.755161	2.068548
DT600 N20	6279.143	6659.386	1.405454	1.53631
	EĞME TEST VERİLERİ			
Numune	Max_Kuvvet (N)	Max_Gerilme (N/mm2)	Enerji (J)	
Sinterli TŞ öncesi	3012,3	190,3	2,28	
DT600 N1	2880,8	196,5	1,64	
DT600 N5	2815,1	198,7	1,61	
DT600 N10	2892,2	184,4	1,52	
DT600 N20	2887,4	189,7	1,39	
DT300 N10	2813,5	182,2	1,56	
DT150 N10	2685,6	171,2	1,52	

Ek-5: Derecelendirilmemiş ve FDM numunelere uygulanan termal şok deneylerine ait sıcaklık değişim grafikleri.

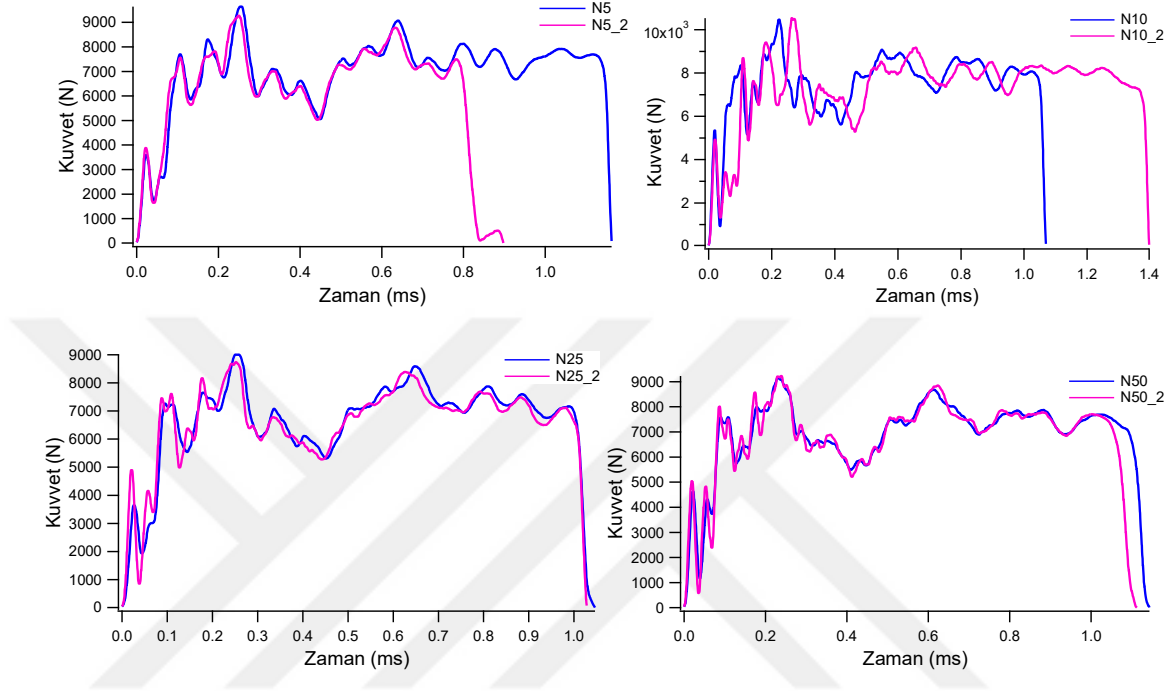




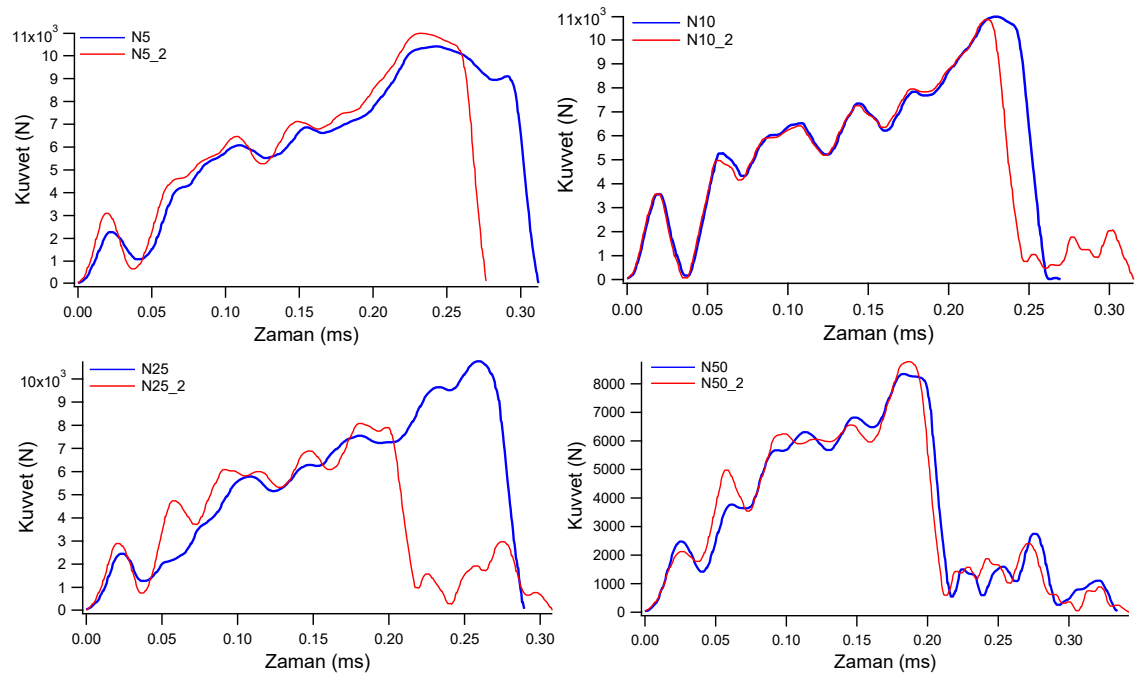


Ek-6: Düşük hızlı darbe (Charpy) tekrarlı deney grafikleri.

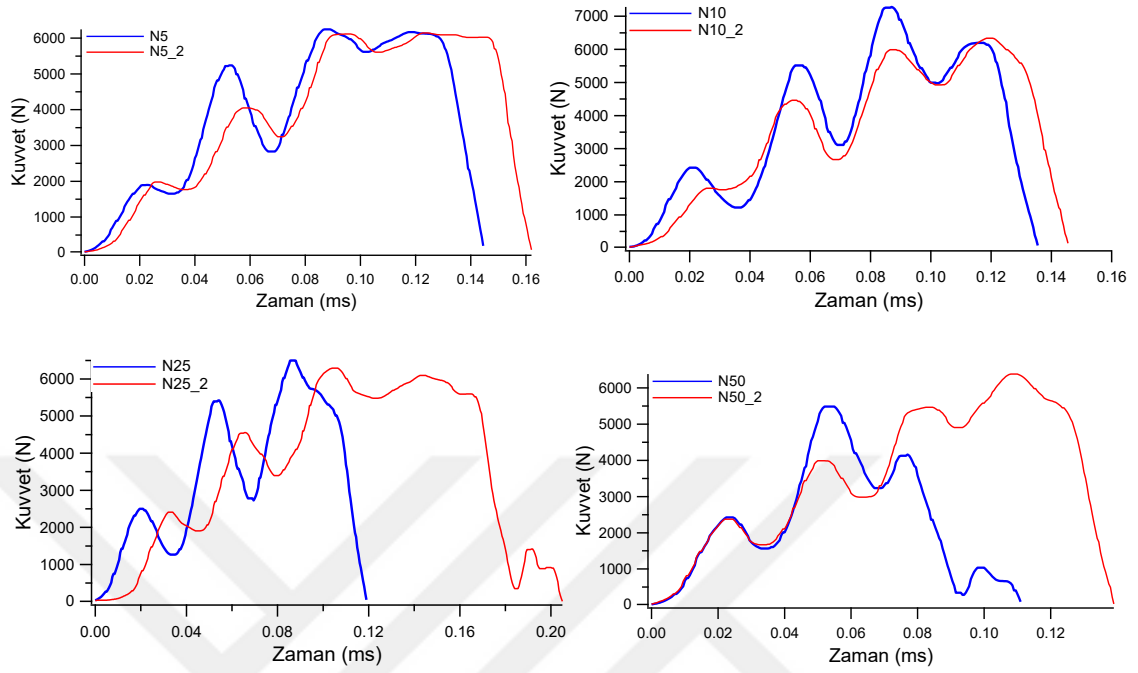
%100 Fe numunesi Kuvvet-Zaman grafikleri;



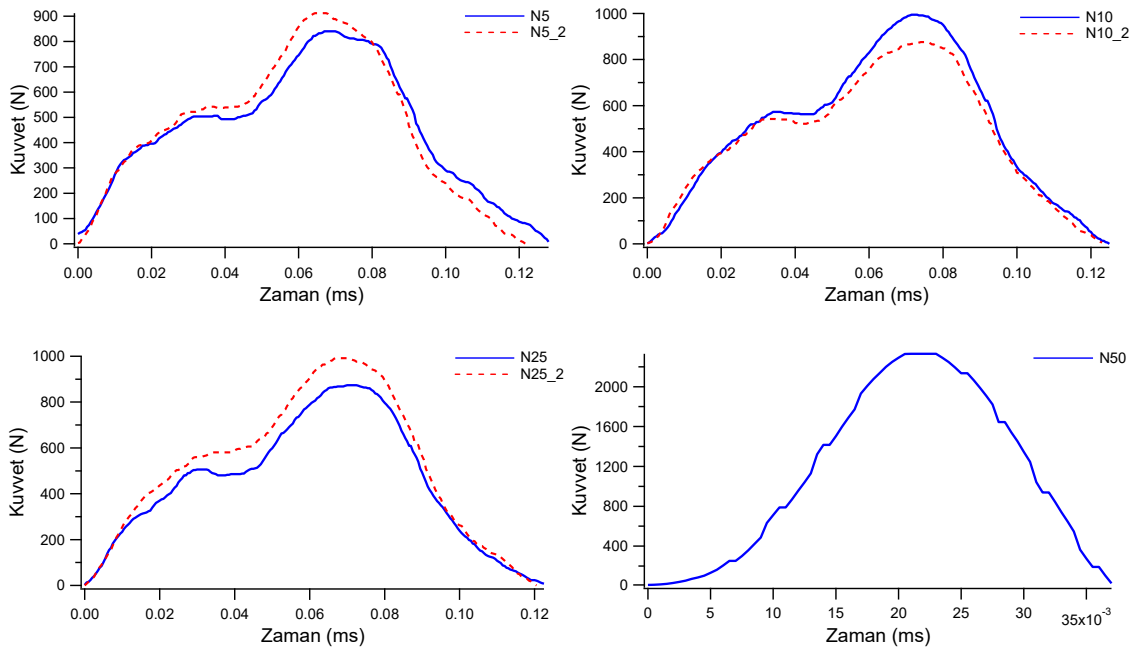
Fe+%5B₄C numunesi Kuvvet-Zaman grafikleri;



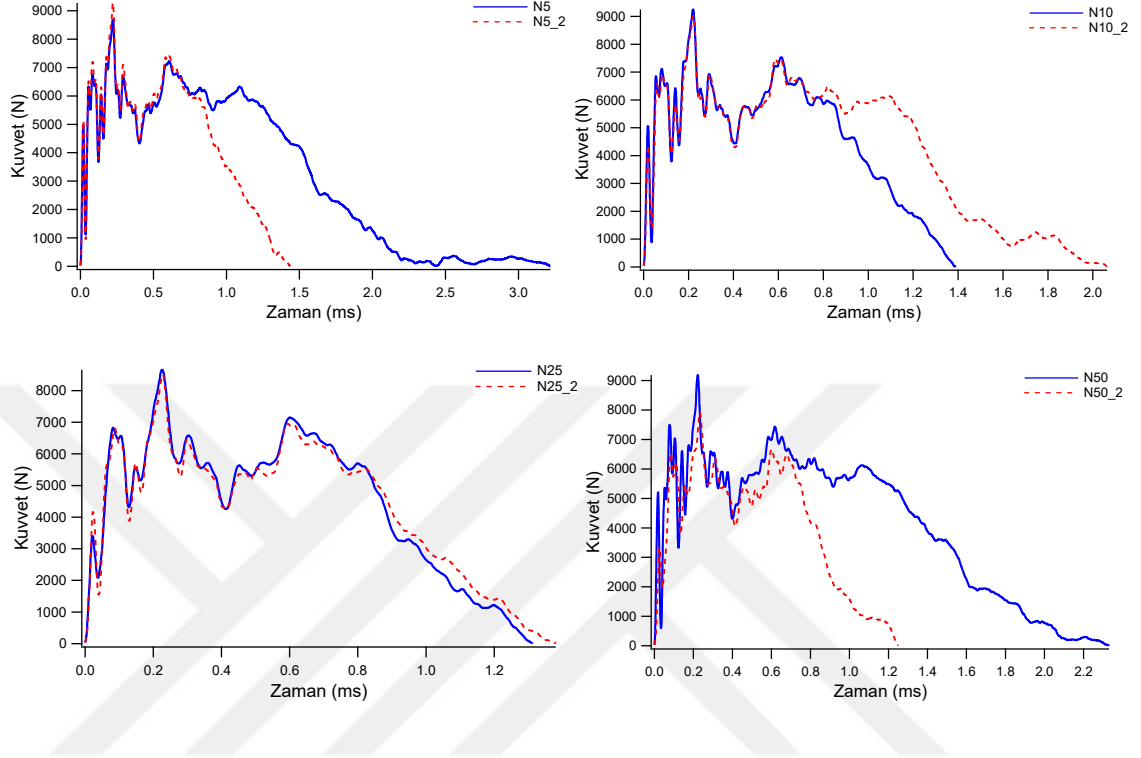
Fe+%10B₄C numunesi Kuvvet-Zaman grafikleri;



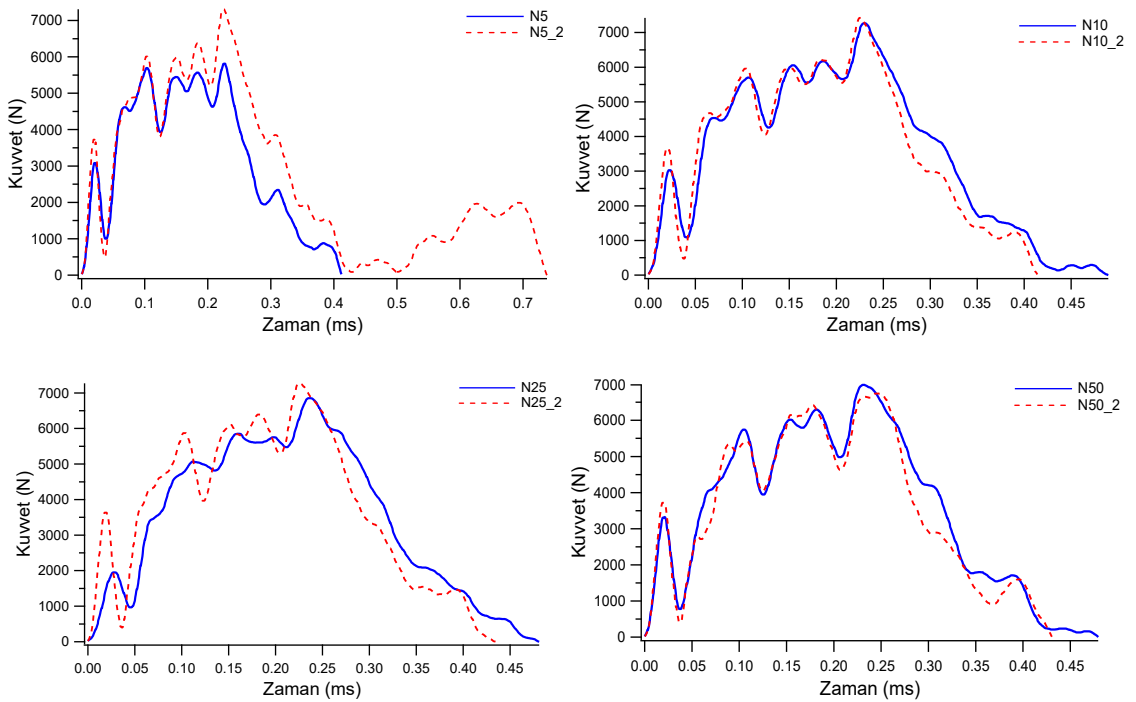
Fe+%20B₄C numunesi Kuvvet-Zaman grafikleri;



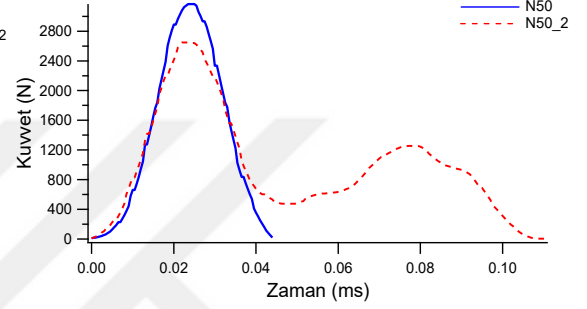
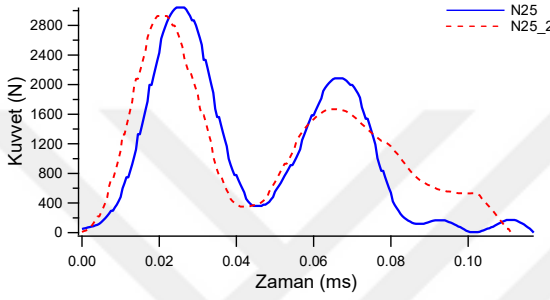
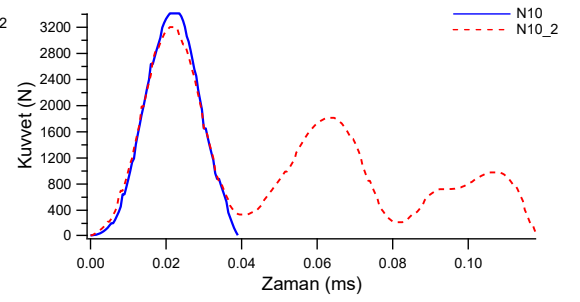
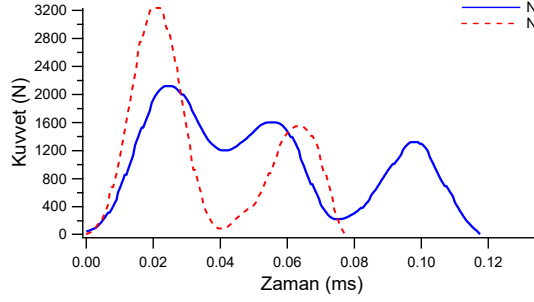
10. katmanı Fe+%20B₄C numunesi Kuvvet-Zaman grafikleri;



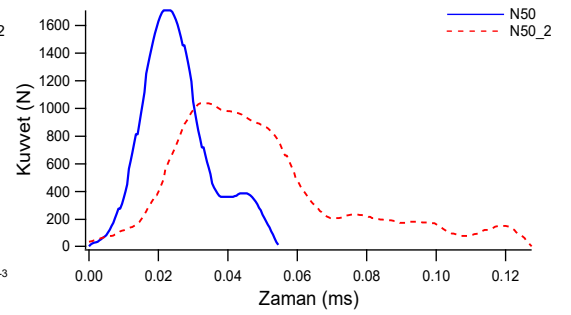
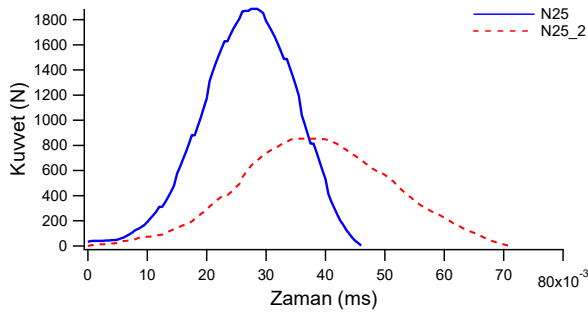
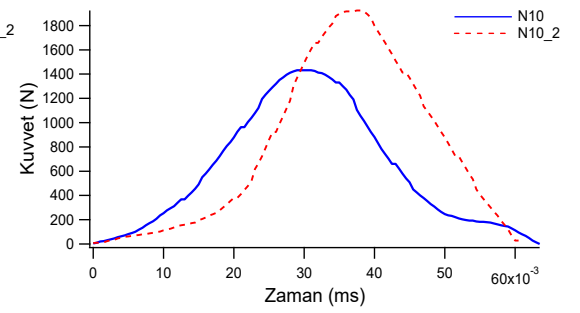
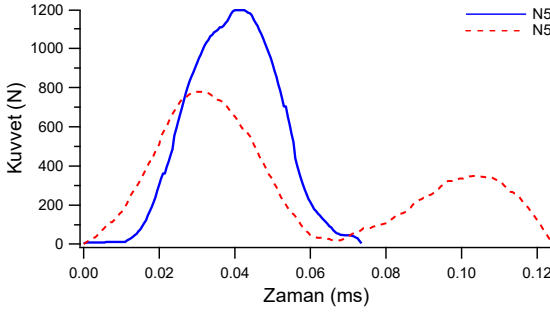
n:0,1 numunesi Kuvvet-Zaman grafikleri;



n:1 numunesi Kuvvet-Zaman grafikleri;



n:5 numunesi Kuvvet-Zaman grafikleri;



Ek-7: Düşük hızlı darbe (Charpy) deneyi maksimum kuvvet ve kırılma enerjisi değerleri (basınç sinterli numuneler).

Charpy Darbe Testi, Maksimum Kuvvet Değerleri (N)								
Tekrar	%100Fe	%5 B ₄ C	%10 B ₄ C	%20 B ₄ C	10. Katman %20 B ₄ C	n0,1	n1	n5
0	9762,99	9208,04	6014,51	2304,58	8141	5783,28	3504,4	2815,85
1	9613,97	10741,9	6636,26	1384,8	8200	5300	3211,51	2034,81
5	9642,24	10968	6245,74	912,069	9274	5811,55	3234,63	1194,68
10	10533,8	10980,8	6338,23	876,099	9249	7422,44	3201,23	1431,04
25	9007,64	10762,4	6291,98	873,53	8655	7270,86	2926,32	852
50	9148,95	8344,79	5485,25	2330,27	7910	6980,54	2648,85	1037

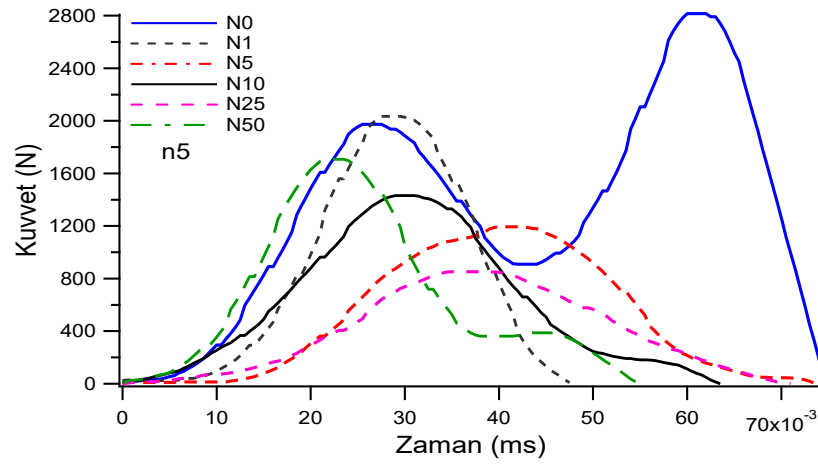
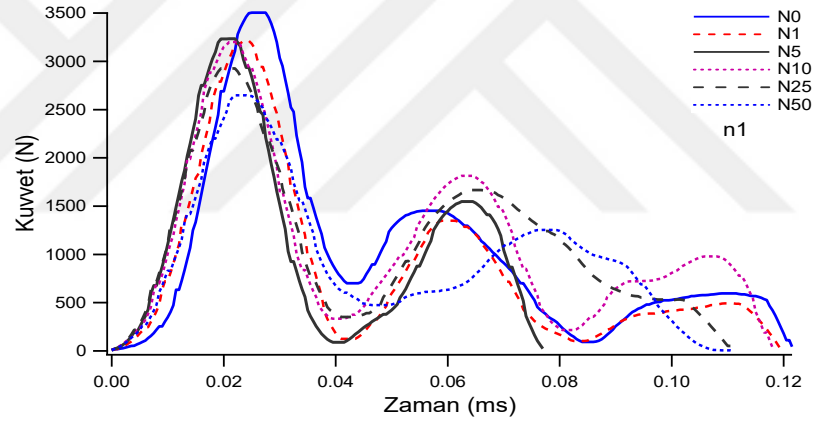
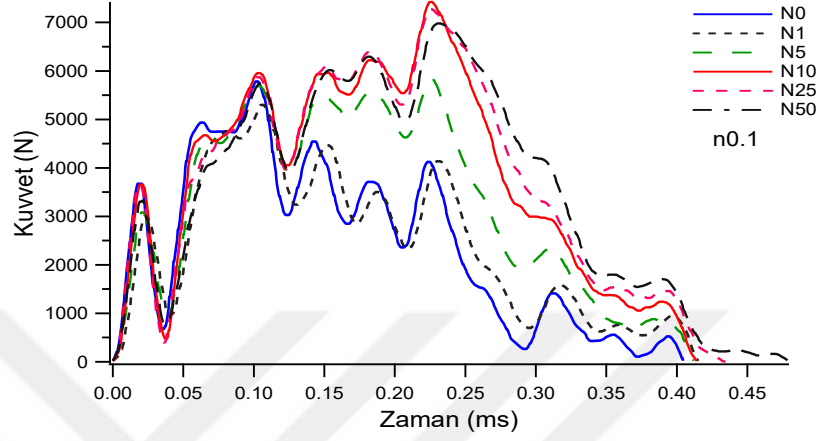
Charpy Darbe Testi, Kırılma Enerjisi Değerleri (Joule)								
Tekrar	%100Fe	%5 B ₄ C	%10 B ₄ C	%20 B ₄ C	10. Katman %20 B ₄ C	n0,1	n1	n5
0	16,649	3,920	0,815	0,208	11,04	2,242	0,293	0,13
1	16,396	3,670	1,513	0,1517	14,03	2,301	0,244	0,094
5	21,024	3,766	1,299	0,1367	17,92	3,023	0,212	0,088
10	24,628	3,475	1,177	0,139	17,91	3,548	0,149	0,091
25	18,634	3,636	0,941	0,131	16,57	3,6597	0,143	0,065
50	20,582	2,664	0,599	0,0999	14,49	3,713	0,140	0,057

Karşıt Yüzeyden Darbe, Maksimum Kuvvet Değerleri (N)			
10. Katman %20 B ₄ C	n0,1	n1	n5
13850,6	14025,3	10138,09	5644,54

Karşıt Yüzeyden Darbe, Kırılma Enerjisi Değerleri (Joule)			
10. Katman %20 B ₄ C	n0,1	n1	n5
44,3039	34,56	4,1	0,92

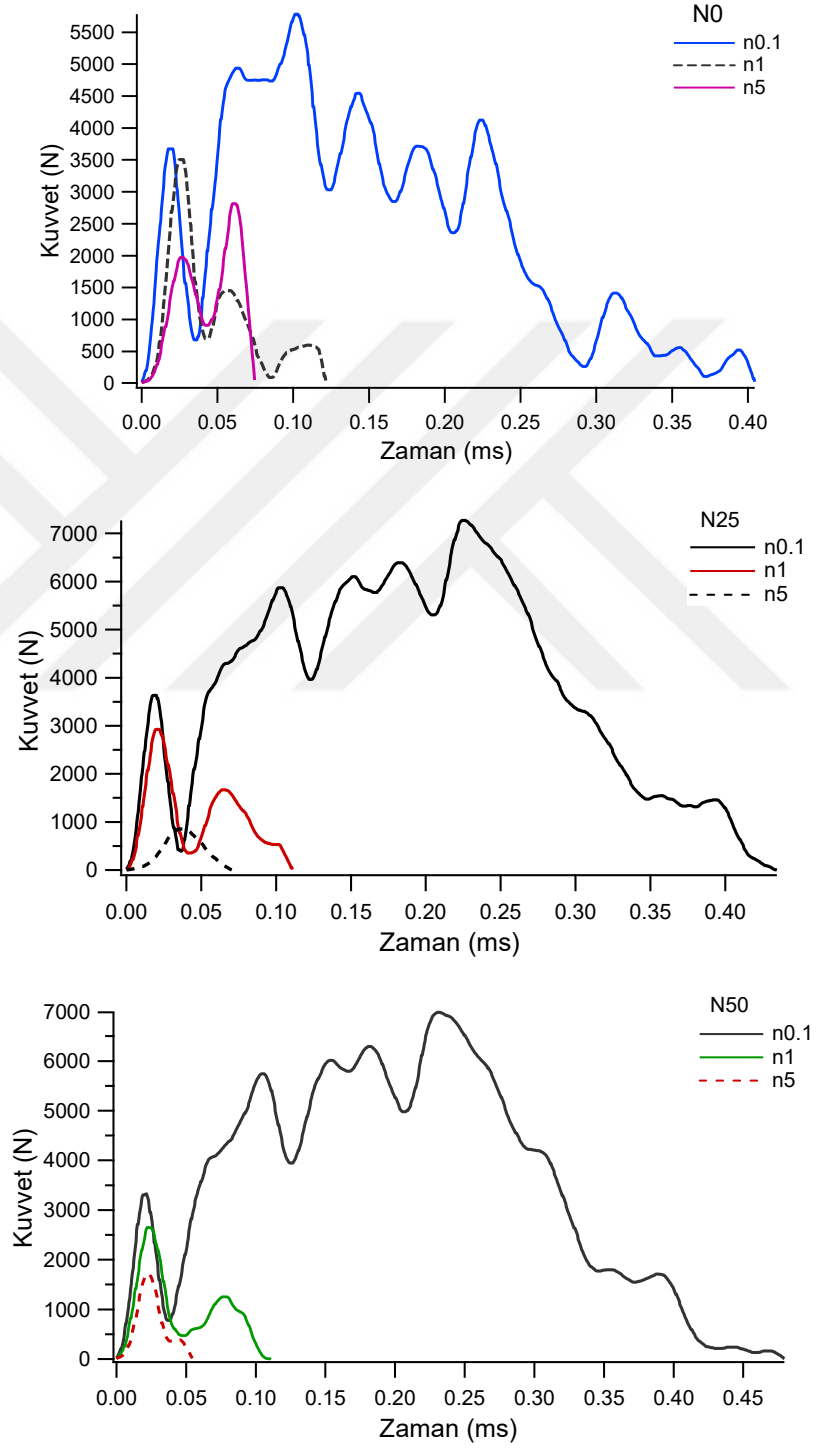
Ek-8: FDM numunelerin darbe deneyi kuvvet-zaman grafikleri.

a) Çevrim sayılarına göre mukayese,



Ek-8:

b) Gradyant değerine göre mukayese,



Ek-9: üç nokta eğme deneyi maksimum kuvvet ve kırılma enerjisi değerleri (basınç destekli sinterlenmiş numuneler).

3 Nokta Eğme Testi, Maksimum Kuvvet Değerleri (N)								
Tekrar	%100Fe	%5 B ₄ C	%10 B ₄ C	%20 B ₄ C	10. Katman %20 B ₄ C	n0,1	n1	n5
0	6829	4883	4220	2002	3352	2069	1942	2178
1	5369	4292	3995	367	4205	2204	1292	211
5	5154	4797	4916	327	4492	3222	1285	218
10	5807	4424	4608	688	4455	3090	1236	200
25	5405	3795	5025	490	3968	3039	1276	205
50	6254	3960	4955	452	4230	2801	665	212

3 Nokta Eğme Testi, Kırılma Enerjisi Değerleri (J)								
Tekrar	%100Fe	%5 B ₄ C	%10 B ₄ C	%20 B ₄ C	10. Katman %20 B ₄ C	n0,1	n1	n5
0	76.8	5.2	0.83	0.13	9.4	2.51	0.568	0.325
1	12.4	1.2	0.7	0.005	8.3	2.16	0.515	0.16
5	11.57	1.66	1.04	0.006	10.5	3.66	0.503	0.168
10	12.08	1.72	0.94	0.021	11.8	3.02	0.504	0.141
25	11.95	1.32	1.049	0.013	9.2	3.2	0.564	0.169
50	16.99	1.16	1.094	0.012	9.8	2.76	0.431	0.138

Karşıt Yüzeyden Eğme, Maksimum Kuvvet Değerleri (N)			
10. Katman %20 B ₄ C	n0,1	n1	n5
6109	6807	4710	3793

Karşıt Yüzeyden Eğme, Kırılma Enerjisi Değerleri (Joule)			
10. Katman %20 B ₄ C	n0,1	n1	n5
28.04	27.70	2.02	0.8

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı, Soyadı: Mustafa HAMAMCI
 Uyuğu: Türkiye (TC)
 Doğum Tarihi ve Yeri: 22 Haziran 1987, Amasya
 Medeni Durumu: Bekâr
 Tel: 090 536 248 99 98
 e-mail: mhamamci@erciyes.edu.tr
 mustafahamamci38@hotmail.com
 Yazışma Adresi: Erciyes Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine
 Mühendisliği Bölümü 38039 Melikgazi/KAYSERİ

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği ABD, Kayseri	2013
Lisans	Erciyes Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği, Kayseri	2010
Lise	Fatma-Kemal Timurçin Anadolu Lisesi, Talas/Kayseri	2005

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görev
2017-Halen	Iğdır Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği	Araştırma Görevlisi
2012-2017	Erciyes Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği	Araştırma Görevlisi
2010-2012	Iğdır Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği	Araştırma Görevlisi

YABANCI DİL

İngilizce

YAYINLAR

Uluslararası hakemli SCI-E indeksli dergilerde yayımlanan makaleler:

1. Hamamcı M., Topal E. S. “Consideration of Step Over Ratio in Optimisation of Cutting Parameters for Surface Roughness During High Speed Machining” Journal of the Balkan Tribological Association, Sayı 21(4), ss 753-766, (2015).

Uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitaplarında (proceedings) basılan bildiriler:

1. Hamamcı M., Nair F., Cerit A. A., Güneş R., (2018). “Investigation of Microstructure and Micromechanical Properties of Functionally Graded Fe/B₄C Materials After Different Thermal Cycles” IV. International Ege Composite Materials Symposium (KOMPEGE’18), İzmir, 1(1), 430-443.
2. Hamamcı M., Nair F., Cerit A. A., Güneş R., (2017). “Demir Matriksli Bor Takviyeli Kompozitlerin (Fe/B) Düşük Hızlı Darbe Davranışlarının İncelenmesi” 2nd International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia (IMSTEC’17), Nevşehir, 1(1), 134-141.
3. Hamamcı M., Cerit A. A., Nair F., Güneş R., (2017). “Microstructural Properties and Impact Behaviours of B₄C Particle Reinforced Iron Matrix Composites” 9. International Conference on Tribology (BalkanTRib’17), Nevşehir, 1(1), 562-575.
4. Hamamcı M., Nair F., Cerit A. A., (2017). “Friction and Wear Characteristics of Fe/B₄C-Fe/B Composites Produced by In-Situ Method” 9. International Conference on Tribology (BalkanTRib’17), Nevşehir, 1(1), 550-561.
5. Hamamcı M., Cerit A. A., Nair F., (2016). “Fe/B₄C-B Kompozitlerin Üretiminde Sinterleme Süresinin Metalografik ve Mekanik Özellikler Üzerine Etkisinin Araştırılması” 16th International Materials Symposium (IMSP’16), Denizli, 1(1), 757-766.

6. Hamamcı M., Nair F., Cerit A. A., (2016). “Experimental Investigation of Microstructural and Micromechanical Properties of Fe/B₄C, Fe/B Functionally Graded Materials” 14th International Symposium on Functionally Graded Materials, Multiscale Multifunctional Structures (ISFGMs’16), Bayreuth, 1(1), 182-185.
7. Hamamcı M., Nair F., Cerit A. A., (2016). “Farklı Sinterleme Sıcaklıklarında Üretilmiş Fe/B₄C-B Kompozitlerin Metalografik ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi” International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia (IMSTEC’16), Nevşehir, 1(1), 158-163.
8. Hamamcı M., Topal E. S., (2015). “Study on The Effect of Vibration on Surface Quality When High Speed Machining of H13 Tool Steel” 3rd International Symposium on Innovative Technologies in Engineering and Science (ISITES’15), Valencia, 1(1), 435-444.
9. Hamamcı M., Topal E. S., (2014). “AISI H13 Takım Çeliğini Yüksek Hızlı İşleme Parametrelerinin Taguchi Yöntemiyle Optimizasyonu ve Yapay Sinir Ağlarıyla Yüzey Pürüzlülüğü Tahmini” 16th International Conference on Machine Design and Production (UMTIK’14), İzmir, 1(2), 1412-1426.
10. Hamamcı M., Topal E. S., (2013). “Yüksek Hızlı Talaşlı İşlemede Yüzey Kalitesinin İyileştirilmesi” 1st International Symposium on Innovative Technologies in Engineering and Science (ISITES’13), Sakarya, 1(1), 528-537.

Ulusal bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitaplarında basılan bildiriler:

- 1- Hamamcı M., Topal E. S., (2013). “Yüksek Hızlı Frezeleme Teknolojisinde Kesme Parametrelerinin Taguchi Yöntemiyle Optimizasyonu” 4. Ulusal Talaşlı İmalat Sempozyumu (UTİS’13), Kuşadası, 1(1), 543-552.

PROJELERDE YAPTIĞI GÖREVLER

1. Yüksek Hızlı İşlemede Kesme Parametrelerinin Yüzey Kalitesi Açısından Optimizasyonu, Yükseköğretim Kurumları tarafından destekli bilimsel araştırma projesi,

Yürütücü: Prof.Dr. Eyüp Sabri TOPAL, Araştırmacı: Arş.Gör. Mustafa HAMAMCI, 26.04.2013- 05.09.2013

2. Fe Matrisli B/B₄C Takviyeli Fonksiyonel Kademelendirilmiş Kompozitin Üretimi İçyapı ve Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu, Yükseköğretim Kurumları tarafından destekli bilimsel araştırma projesi,

Yürütücü: Doç.Dr. Afşın Alper CERİT, Araştırmacılar: Prof.Dr. Mehmet Baki KARAMIŞ, Doç.Dr. Fehmi NAİR, Prof.Dr. Recep GÜNEŞ, Arş.Gör. Mustafa HAMAMCI, 21.03.2014-31.12.2017.

3. Fonksiyonel Derecelendirilmiş Fe/B₄C-B Kompozit Yapıların Üretimi, Metalografik ve Termo-Mekanik Davranışlarının İncelenmesi, TÜBİTAK-1001 Projesi,

Yürütücü: Doç.Dr. Fehmi NAİR, Danışman: Prof.Dr. İsmail DUMAN, Araştırmacılar: Doç.Dr. Afşın Alper CERİT, Prof.Dr. Recep GÜNEŞ, Bursiyer: Arş.Gör. Mustafa HAMAMCI, 01.03.2018-Devam ediyor.

BİLİMSEL KURULUŞLARA ÜYELİKLER

Triboloji Derneği, Üye, 2015.