

Toz metalurjisi tekniği ile üretilen kobalt esaslı süperalaşımlarda element ilavelerinin mikroyapı ve mekanik özelliklere etkisi

Özgür Özgün^{1*}, Ömer Faruk Akbulut²

24.10.2016 Geliş/Received, 30.11.2016 Kabul/Accepted

oi: <https://doi.org/10.16984/saufenbilder.297019>

ÖZ

Bu çalışmada, toz metalurjisi (T/M) tekniği ile element tozlarından üretilen Stellite 6 süperalaşım malzemelerin mikroyapı ve mekanik özelliklerine Fe ve B elementlerinin etkisi incelenmiştir. Yüksek saflıktaki element tozlarından farklı oranlarda Fe ve B içeriğine sahip karışım tozlar hazırlanmıştır. Hazırlanan karışımlar T/M yöntemi ile şekillendirilip farklı sıcaklıklarda sinterlenmişlerdir. Sinterleme işlemlerinin başarısı yoğunluk ölçümleri ile değerlendirilmiştir. Mikroyapısal karakterizasyon X-ışınları analizi (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri ve enerji dağılımı spektrometresi (EDS) ile gerçekleştirilmiştir. Mekanik özelliklerin karakterizasyonu için mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. Stellite 6 numunelerinin mikroyapısında, kullanılan Cr tozunun iri boyutlu olması nedeniyle iri boyutlu karbürlerin oluştuğu tespit edilmiştir. B ilavesi ile birlikte bağıl yoğunluk değerleri bir miktar artmıştır. B ile birlikte Fe elementinin ilave edilmesiyle bağıl yoğunluk önemli ölçüde artış göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Stellite 6, B ilavesi, Fe ilavesi, yoğunluk, mikroyapı, sertlik

The effect of element additions on the microstructure and the mechanical properties of cobalt based superalloys produced via powder metallurgy technique

ABSTRACT

In this study, the effect of Fe and B elements on the microstructure and mechanical properties of Stellite 6 superalloy materials produced from elemental powders by powder metallurgy (P/M) technique was investigated. Powder mixtures contained different Fe and B content were prepared from high purity elemental powders. The prepared powder mixtures were shaped by P/M method and then sintered at various temperatures. The success of sintering operations was determined by density measurements. Microstructural characterization was carried out with X-ray diffraction analysis (XRD), scanning electron microscope (SEM) and energy dispersive spectrometry (EDS). Microhardness measurements were conducted for to characterize mechanical properties. Due to large particle size of the used Cr powder coarse carbides formed in the microstructure of Stellite 6 samples. Relative density values increased slightly with B addition. Relative density was increased dramatically by the addition of Fe element with B.

Keywords: Stellite 6, B addition, Fe addition, density, microstructure, hardness

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

* Sorumlu Yazar / Corresponding Author

¹ Bingöl Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü – oozgun@bingol.edu.tr

Yüksek mukavemetli, yüksek sıcaklıklarda aşınma ve korozyon direncini koruyabilen malzemelerin tasarımı ve üretimi havacılık, otomotiv, kimya ve petrol endüstrilerindeki şiddetli servis şartları için büyük önem taşımaktadır [1]. Geleneksel olarak süperalaşımlar bu uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Süperalaşımlar, oldukça şiddetli mekanik gerilmelerle karşılaşılacak ve çoğunlukla yüksek yüzey kararlılığı gerektiren yüksek sıcaklıklardaki servis şartlarında kullanılmak üzere geliştirilen ve temeli VIIIIB grubu elementler tarafından oluşturulan bir alaşım grubudur. Süperalaşımlar kobalt esaslı süperalaşımlar, demir esaslı süperalaşımlar ve nikel esaslı süperalaşımlar olmak üzere üç sınıfta ele alınabilirler [2]. Co esaslı süperalaşımlar, yüksek sıcaklıklarda mükemmel aşınma ve korozyon dirençleri ile kesici aletler, talaşlı işlem takımları ve aşınmaya dayanıklı kaplamalar için önemli endüstriyel malzemelerdir. Co esaslı süperalaşımların çoğu özelliği Co'nun kristalografik doğasından kaynaklanmaktadır. Cr, W, Mo katı eriyik sertleşmesi ve karbür oluşumu sağlarken korozyon dayanımı Cr tarafından sağlanır [3,4]. İyi özelliklerinden dolayı Co esaslı süperalaşımların yeni türlerinin geliştirilmesi amacıyla oldukça yoğun araştırmalar yapılmaktadır [5,6]. Hem oda sıcaklığında hem de yüksek sıcaklıklarda üstün korozyon ve oksidasyon direnci ile mekanik ve tribolojik özelliklerin eşsiz bir kombinasyonunu sergileyen Stellite alaşımları [7] Co esaslı süper alaşımların önde gelenlerindedir [8]. Co esaslı süperalaşımların uygulamaları geleneksel olarak en çok nükleer endüstriye yönelik iken [9] günümüzde Stellite alaşımlarının kullanımı odun hamuru, kağıt işleme, petrol ve gaz işleme, ilaç sanayi ve kimyasal işleme gibi farklı endüstriyel alanlara yayılmıştır [10]. Bu denli yaygın kullanım alanına sahip Stellite alaşımlarının en önde gelenlerinden biri kuşkusuz 1900'lü yılların başında Elwood Haynes tarafından geliştirilmiş ilk Stellite alaşımı olan Stellite 6'dır [11,12].

Co esaslı süperalaşımlar döküm parçalar, toz metal parçalar, sıcak izostatik preslenmiş (HIP) parçalar, kaynaklanmış sert yüzeyler, lazer sert yüzeyler ve termal spray kaplamalar gibi farklı formlarda kullanılabilir [13-15]. Döküm alaşımlar çok yaygın olarak kullanılmalarına rağmen Co esaslı alaşımların döküm yöntemi ile üretiminde porozite, segregasyon, iri tane boyutu ve dendritler arası ötektik karbür ağı gibi problemlerin [16,17] önlenmesi veya giderilebilmesi için önemli tedbirler veya ilave ısıtma işlemleri gerekmektedir [18]. Aksi halde nispeten büyük boyutlu karbür yapıları ve gözenekler gibi var olan kusurlar yüzünden yüksek gevrekliğe ve düşük darbe ve yorulma direncine sahip olurlar [19]. Stellite 6 gibi yüksek karbon oranına sahip Co esaslı alaşımların yüksek sıcaklıklarda bile şekillendirilmesi zordur [20].

Co esaslı süperalaşımların toz metalurjisi ile üretiminde genellikle sıcak izostatik presleme de uygulanmaktadır. Ancak bu yöntem hem çok pahalıdır hem de esnekliği azdır [21]. Endüstriyel talepler, Stellite 6 alaşımının kullanım alanını daha yüksek gerilmeli uygulamalara kaydırmaktayken, üretim prosesleri ihtiyaç duyulan tribo-mekanik özellikleri sağlayacak şekilde adapte edilebilir [22]. Toz metalurjisinin (T/M) süperalaşımların üretilmesi için potansiyel avantajları 1960'ların sonunda ortaya çıkmıştır. 1970'lerde süperalaşım tüketicisi ve üreticileri toz metalurjisini düşük maliyetli ve yüksek performanslı uçak parçalarının üretimi için potansiyel yol olarak görmeye başladılar. T/M ile üretilmiş süperalaşımlar, geleneksel döküm veya dövme parçaların performans gerekliliklerini karşılamadığı uygulamalarda kullanılırlar. Geleneksel malzemelerin başarısızlığı (hasara uğraması) genellikle düşük veya homojen olmayan özelliklerden ve termomekanik özelliklerin düşmesine neden olan segregasyondan kaynaklanmaktadır [2].

Bu çalışmada, toz metalurjisi tekniği kullanılarak element tozlarının bir araya getirilmesi ile Co esaslı süperalaşımlar içinde en yaygın kullanım alanına sahip olan Stellite 6 süperalaşımının toz karışımı hazırlanarak bu toz karışımından Stellite 6 süperalaşım parçalar üretilmiştir. Üretimde Stellite 6 alaşımı içerisinde farklı oranlarda elementel Fe ve amorf B tozu ilave edilip bu ilavelerin sinterleme davranışı ve son ürün özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir. Farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinin başarıları yoğunluk ölçümleri ile değerlendirilmiştir. Mikroyapı incelemeleri X-ışınları analizi (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri ve enerji dağılımı spektrometresi (EDS) ile gerçekleştirilmiştir. Mekanik özellik olarak sertlik ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

2. MATERYAL VE METOT (MATERIAL AND METHOD)

DeneySEL çalışmalarda kullanılan element tozlarının sahip oldukları özellikler Tablo 1'de, SEM görüntüleri Şekil 1'de ve üretilen numunelerin kimyasal bileşimleri Tablo 2'de verilmiştir.

Üretilen numuneler için element tozları Tablo 2'de belirtilen oranlarda 0,0001 hassasiyetli hassas terazide tartıldıktan sonra turbula karıştırıcıda 24 saat süre ile karıştırma işlemine tabi tutulmuşlardır. Karıştırılmış tozlardan hidrolik preste 700 MPa basınç uygulanarak 13 mm çapında silindirik numuneler preslenmiştir. Preslenen ham numuneler Ar gazı atmosferinde 1120–1170 °C sıcaklık aralığında 90 dk sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi MTI marka tüp fırında alümina altlık kullanılarak yapılmıştır. Sinterlenen numunelerin yoğunluğu Arşimet prensibine göre belirlenmiştir. XRD

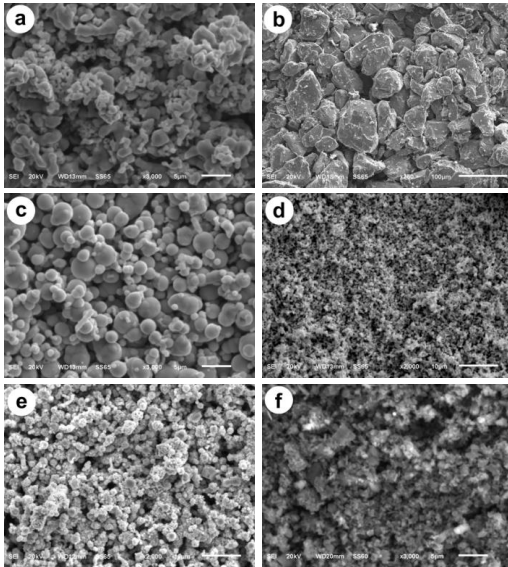
analizi Rigaku Ultima IV X-Ray Diffractometer cihazında Cu X-ışını tüpü ($\lambda=1,5405$) kullanılarak 0,02/0,4 derece/saniye tarama hızı ile yapılmıştır. SEM ve SEM/EDS incelemeleri JEOL JSM 6510 taramalı elektron mikroskobu ve bu cihaza bağlı IXRF 550 marka EDS sistemi ile gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümleri Shimadzu marka sertlik cihazında 200 g yük uygulanarak gerçekleştirilmiştir.

Tablo 1. Kullanılan element tozlarının bazı özellikleri (Some properties of the used element powders)

Tozun adı	Partikül boyutu	Safılık (%)	Üretici
Co	1,6 μm	$\geq 99,5$	Alfa Aesar
Cr	-325 mesh	≥ 99	Sigma Aldrich
W	0,6-1 μm	$\geq 99,9$	Sigma Aldrich
Ni	<50 μm	$\geq 99,5$	Sigma Aldrich
Grafit	<20 μm	-	Sigma Aldrich
Ni	<50 μm	$\geq 99,7$	Sigma Aldrich
Amorf B	≤ 1 μm	≥ 95	Sigma Aldrich

Tablo 2. Hazırlanan toz karışımlarının ağırlıkça % olarak kimyasal bileşimleri (Chemical compositions of the prepared powder mixtures by weight percentage)

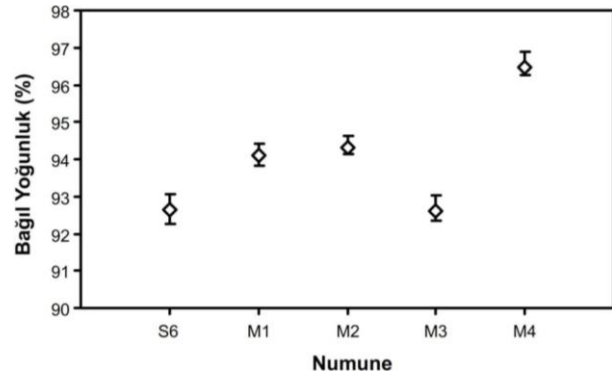
Numune	Co	Cr	W	Ni	C	Fe	B
S6	59,3	31	5,5	3	1,2	-	-
M1	58,707	30,69	5,445	2,97	1,188	-	1
M2	58,114	30,38	5,39	2,94	1,176	-	2
M3	56,928	29,76	5,28	2,88	1,152	3	1
M4	56,335	29,45	5,225	2,85	1,14	3	2



Şekil 1. Kullanılan tozların SEM görüntüleri; a) Co, b) Cr, c) karbonil Fe, d) W, e) Ni, f) amorf B (SEM images of the used powders; a) Co, b) Cr, c) carbonyl Fe, d) W, e) Ni, f) amorphous B

3. BULGULAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

Şekil 2’de üretilen Stellite 6 süperalaşım parçalarda 1120 °C’de gerçekleştirilen sinterleme işlemi ile ulaşılabilen bağıl yoğunluk değerleri verilmiştir. Sinterleme sıcaklığı 10 °C’lik artışlarla 1170 °C’ye kadar çıkarılmasına rağmen bağıl yoğunlukta anlamlı bir değişim olmamış; yüksek oranda bor içeren numunelerde 1150 °C’de ergime sonucu şekil kaybı gözlenmiştir. Grafik incelendiğinde B ilavesinin aynı sıcaklıkta gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinde daha yüksek yoğunlaşma sağladığı görülmektedir. En yüksek yoğunluk değerine yüksek oranda Fe ve B içeren M4 numunesinde ulaşılmıştır. Bu değer ortalama %96,47 olmuştur. Literatürde PM tekniği ile üretilen Co esaslı alaşımların %97 ila %100 arasında yoğunlaşabildiği belirtilmektedir [24]. Stellite alaşımları üzerine yapılan çok sayıda çalışmada ise tam yoğunluğa ulaşılabilmesi için sıcak izostatik presleme (HIP) yöntemi kullanılmıştır [1,10,22,29,30]. Bazı çalışmalarda HIP ile üretilen malzemelere ikinci bir HIP’leme işlemi uygulanmıştır [22]. Hatta bazı çalışmalarda HIP uygulamasına rağmen %100 bağıl yoğunluğa ulaşılamamıştır [1]. Gülsoy ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada [31] önalaşım Stellite 6 alaşım tozundan toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile şekillendirilen ham parçaların 1200 °C’de sinterlenmesi ile yaklaşık %90 bağıl yoğunluğa ulaşılmıştır.

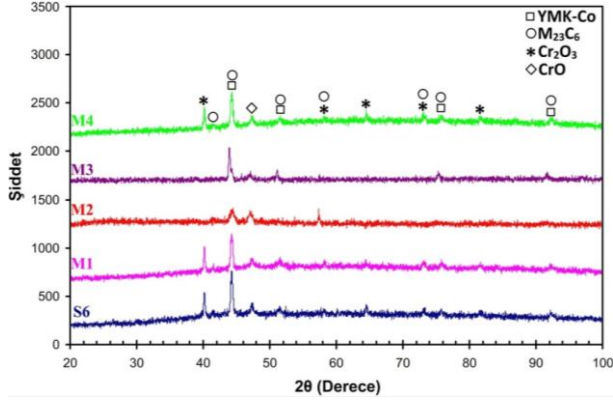


Şekil 2. Üretilen numunelerde 1120 °C’de gerçekleştirilen sinterleme işlemi sonucu elde edilen bağıl yoğunluk değerleri (Obtained relative density values of the produced samples as a result of sintering operation at 1120 °C)

Artan sinterleme sıcaklığıyla bağıl yoğunluğun da arttığı ve 1275 °C’de yapılan sinterleme ile %98,27’ye ulaştığı rapor edilmiştir. Şimdiki çalışmada hem şekillendirme esnasında uygulanan yüksek basınç hem de B ve Fe ilavesi sayesinde daha düşük sıcaklıklarda bu karışım için ulaşılabilecek pik yoğunluğa ulaşılabilmektedir. Ancak ulaşılabilen pik yoğunluk değeri Gülsoy ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen önceki çalışmaya nazaran daha düşük olmuştur. Bunun çalışmada kullanılan Cr tozunun çok iri boyutlu olmasından ve SEM incelemelerinde de görüleceği üzere yüksek oranda

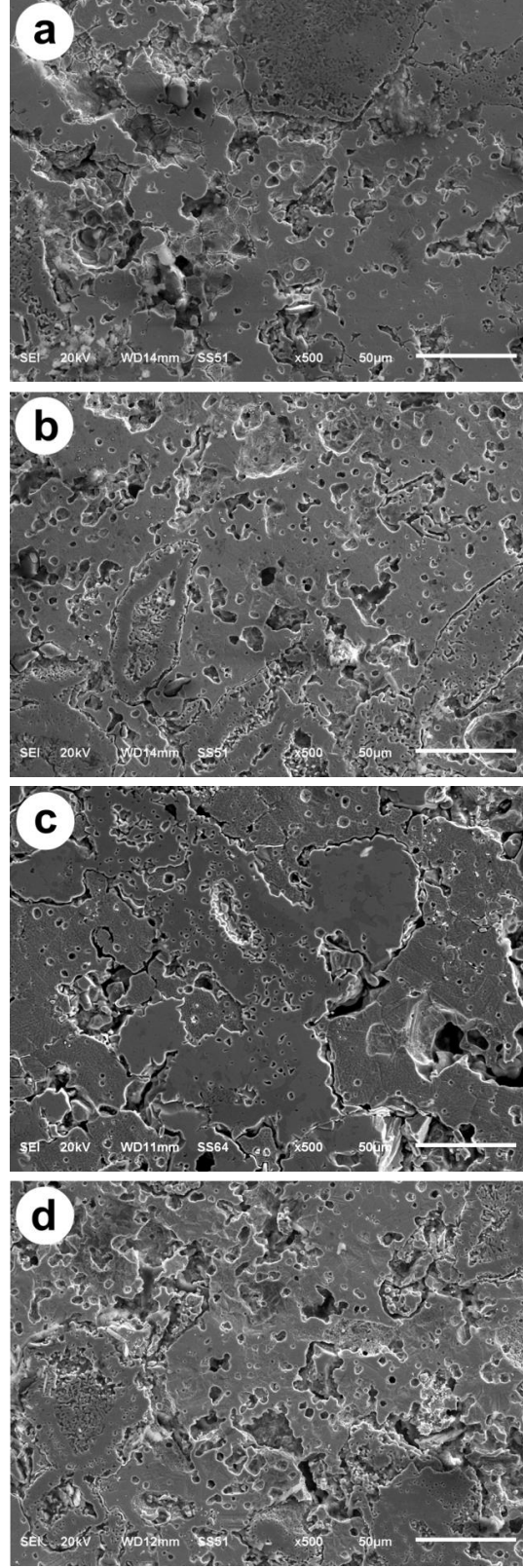
gözenek içermesinden kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

Şekil 3'te üretilen numunelerin XRD paternleri verilmiştir. Üretilen tüm alaşımların matrislerinin yüzey merkezli kübik yapılu Co katı çözeltilisinden oluştuğu görülmektedir. Paternlerden üretilen numunelerde Cr tarafından oluşturulan bol miktarda karbür ve oksit bileşiklerinin mevcut olduğu anlaşılmaktadır. Cr'un yapı içerisinde oluşturduğu karbürler $M_{23}C_6$ tipi karbürlerdir. Literatürde $M_{23}C_6$ tipi karbürlerin yüksek Cr içeriğinde hem birincil hem de ikincil karbürler olarak çökelebileceği belirtilmiş [2] olup, şimdiki çalışmada bu bilgi ile uyumlu bulgular elde edilmiştir. Sinterleme işlemleri yüksek saflıktaki argon atmosferinde gerçekleştirilmesine rağmen Cr'un Cr_2O_3 ve CrO tipi iki farklı oksit fazı oluşturduğu görülmektedir.



Şekil 3. Üretilen toz metal parçaların sinterleme işlemi sonrası XRD paternleri (XRD patterns of the produced P/M samples after sintering operation)

Şekil 4'te üretilen Stellite 6 süperalaşım numunelerinden alınmış SEM görüntüleri verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde genel olarak tüm numunelerde matris içerisinde homojen dağılım sergileyen iri boyutlu bir faz olduğu görülmektedir. Çalışmada kullanılan Cr tozunun partikül boyutunun iri olması, bu fazın sinterleme işlemi esnasında matris içerisinde çözünemeyen Cr tarafından oluşturulduğunu düşündürmektedir. Tüm numunelerde mikroyapının, Co katı çözeltilisinin oluşturduğu matris ile matris içerisinde homojen bir şekilde dağılmış Cr tarafından oluşturulmuş bu fazdan meydana geldiği görülmektedir. Mikroyapıda bu iki faz dışında farklı bir faza rastlanmamıştır. SEM görüntülerinde tüm numunelerin gözenek içerdiği görülmektedir. Mikroyapıda bulunan gözenekler, matris içerisinde küresel veya küresele yakın şekilli iken Cr tarafından oluşturulan fazın içerisinde ve çevresinde geometrik olarak herhangi bir şekil ile tarif edilemeyen

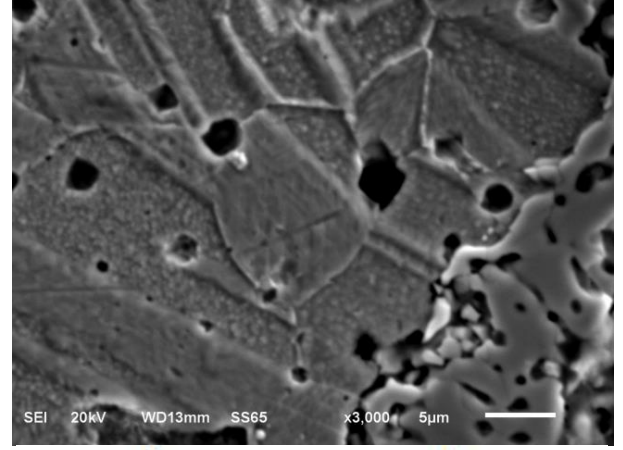


Şekil 4. Sinterleme sonrası alınan SEM görüntüleri; a) S6, b) M1, c) M2, d) M4 (SEM images taken after sintering; a) S6, b) M1, c) M2, d) M4)

düzensiz şekilli gözeneklerdir. Yoğunluk ölçümlerinden elde edilen değerler ile uyumlu olarak en az gözenekliliğin M4 numunesinde olduğu görülmektedir. Bununla birlikte M4 numunesinin matrisinde yer alan gözeneklerin diğer numunelere nazaran boyutsal olarak daha küçük oldukları söylenebilir. Literatürde P/M tekniği ile üretilen Co esaslı alaşımların %97 ila %100 arasında yoğunlaşabildiği belirtilmektedir [24]. SEM görüntülerinden çalışmada kullanılan iri boyutlu Cr tozunun üretiminden gelen iri gözenekler içerdiği görülmektedir. Hazırlanan alaşım tozlarının yaklaşık olarak ağırlıkça %30 mertebesinde Cr içerdiği göz önünde bulundurulduğunda, Cr tozunun üretiminden içerdiği gözenekler yüzünden bağlı yoğunluk değerlerinin ulaşılacak değerden daha düşük kalmış olduğu söylenebilir.

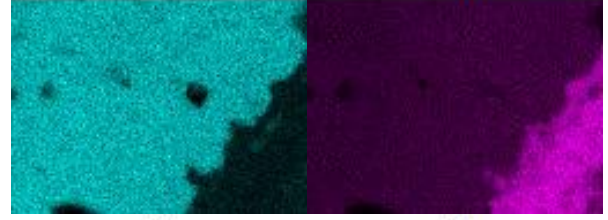
Şekil 5'te sinterleme işleminden sonra M3 numunesinden alınmış SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler verilmiştir. Bu analiz Co matris ile Cr partikülünün arayüzeyini kapsayacak bir bölgeden alınmıştır. Görüntüler incelendiğinde Cr partikülünün yer aldığı kısımda Cr'a karbon elementinin de eşlik ettiği görülmektedir. Bu durum Cr partikülünün sinterleme işlemi esnasında karbür oluşturduğunu düşündürmektedir. XRD analizinden elde edilen paternler de göz önünde bulundurulduğunda bu fazın Cr tarafından oluşturulan karbür fazı olduğu kesin olarak söylenebilir. Co matris içerisinde de önemli miktarda Cr bulunduğu görülmektedir. Bununla birlikte Cr tarafından oluşturulmuş karbür çökeltilerinin de Co içermesi Co'ın karbür fazı içerisine difüze olduğunu, dolayısıyla karbür/matris arayüzeyinde ıslanmayla ilgili bir sorun olmadığını göstermektedir. Atom yarıçapları büyük olan başta W olmak üzere Ni ve Fe elementlerinin Cr tarafından oluşturulan karbür fazı içerisindeki miktarları yok denecek kadar azdır. XRD analizinde sinterleme işlemi sonucu numunelerde oksit bileşikleri oluştuğu tespit edilmiştir. SEM elementel haritalama analizinde oksijenin dağılımını gösteren görüntü incelendiğinde özellikle Cr tarafından oluşturulmuş karbür fazında oksijen miktarının büyük bir artış sergilediği görülmektedir. Jiang ve arkadaşları [32] M_7C_3 ve MC tipi karbürlerin yüksek sıcaklığa maruz kaldıklarında oksitlendiklerini rapor etmişlerdir. Benzer olarak şimdiki çalışmada $M_{23}C_6$ tipi karbürlerin de sinterleme işlemi esnasında oksitlendikleri anlaşılmaktadır.

Stellite 6 alaşımı genel olarak mukavemetini içerdiği alaşım elementlerinin Co matrisinde oluşturduğu katı çözümlerden ve karbür çökeltilerinden elde etmektedir [20]. Sinterleme sonrasında alınan SEM görüntüleri Cr'un boyutları 50 ile 100 μm arasında değişen çok iri çökeltiler halinde kaldığını göstermiştir. Bu Cr çökeltilerini dağıtmak için numunelere homojenizasyon



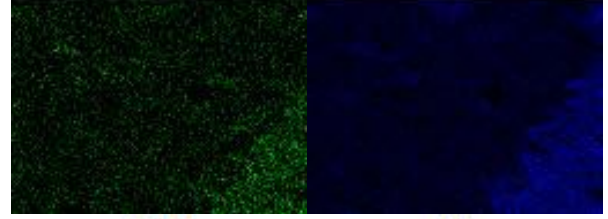
Co

Cr



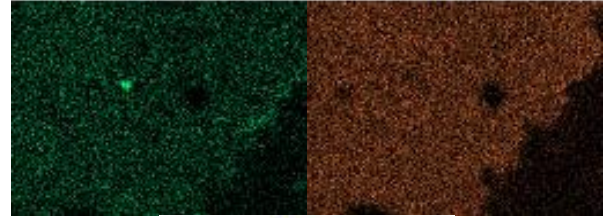
C

O



W

Ni

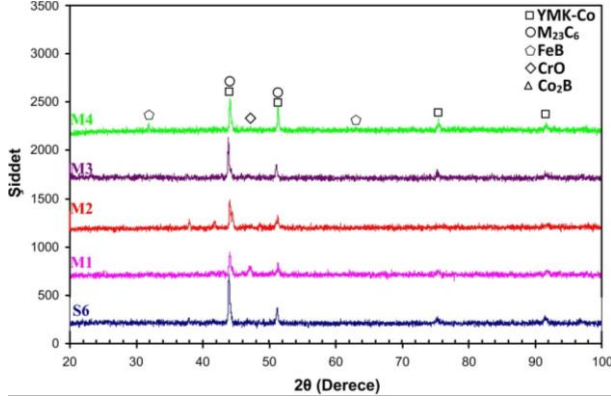


Fe



Şekil 5. Sinterleme işlemi sonrası M3 numunesinden alınmış SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler (The images of the SEM elemental mapping analysis of M3 sample taken after sintering operation)

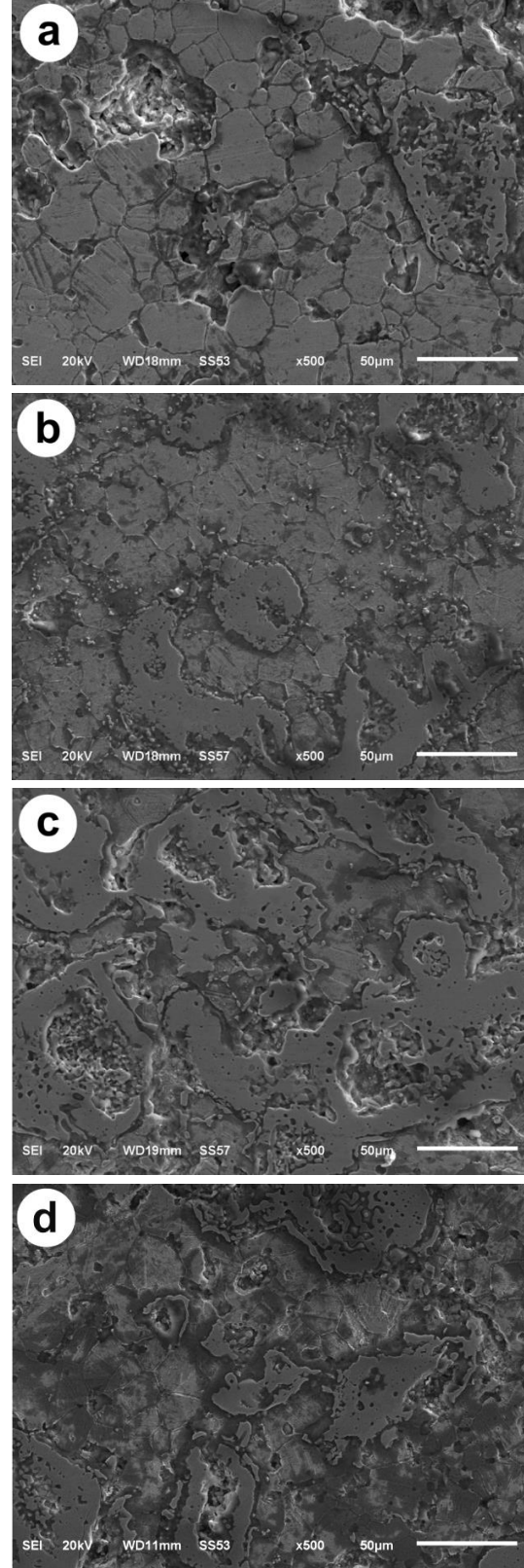
işlemi uygulanmıştır. Bu işlem 1140 °C'de 6 saat bekletme ile gerçekleştirilmiştir. 6 saat süren çözündürme işleminden sonra numuneler karbür çökmesini sağlamak amacıyla 745 °C'de 6 saat bekletilmişlerdir. Bu ısıl işlem prosedüründen sonra numunelerden alınan XRD analizine ait paternler Şekil 6'da verilmiştir. XRD analizi, uygulanan ısıl işleme, sinterleme işleminden sonra oluşan karbür ve oksitlere ait piklerin şiddetinde önemli bir azalma olduğunu göstermektedir. M4 numunesinin XRD paterninde Fe ile B'un oluşturduğu FeB bileşiğine ait piklere rastlanmıştır.



Şekil 6. Çözündürme işlemi sonrası yapılan XRD analizine ait paternler (Patterns of the XRD analysis conducted after solutionizing)

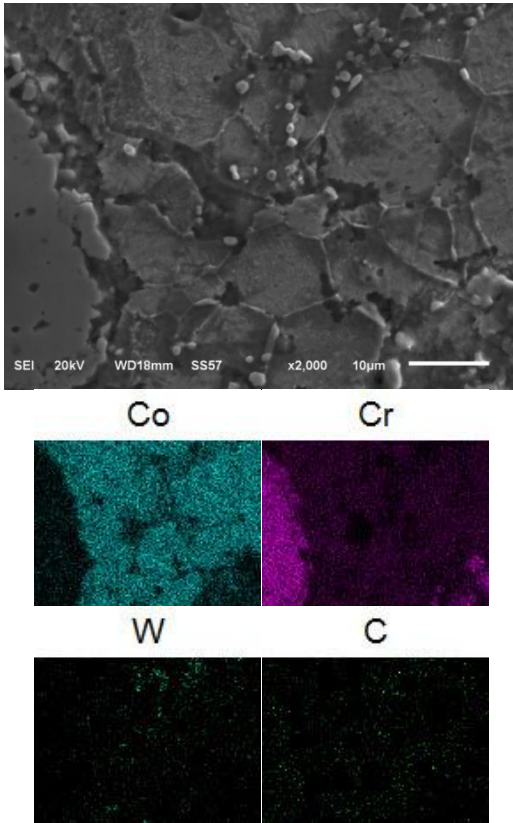
Isıl işlem sonrası alınan SEM görüntüleri Şekil 7'de verilmiştir. Görüntülerde Cr tarafından oluşturulan fazın çözünmeye başladığı, ancak çözünmenin tamamlanması için sıcaklık ve sürenin yetersiz geldiği anlaşılmaktadır. Farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinde B ilavesinin etkisi sonucu 1150 °C'de bazı numunelerde ergimeler meydana gelmesinden dolayı çözündürme ısıl işlemi 1140 °C'de yapılmıştır. Bu sıcaklığın Cr tarafından oluşturulan fazın çözünmesi için yeterli olmadığı anlaşılmaktadır. 745 °C'de yapılan bekletme işleminin amacına uygun olarak matris içerisinde karbür çökelmelerini sağladığı, ancak daha çok ve homojen dağılımlı karbürlerin oluşturulabilmesi için sürenin uzatılması gerektiği anlaşılmaktadır. Sinterleme sonrası alınan SEM görüntüleri ile kıyaslandığında, ısıl işlem yapılmış numunelerin SEM görüntülerinde daha az gözenek bulunmaktadır. Bununla birlikte gözeneklerin boyutlarında da bir küçülme söz konusudur. Bu durum sinterleme süresinin arttırılmasının yoğunlukta önemli bir artış sağlayacağını düşündürmektedir.

Isıl işlem sonucu mikroyapıda bulunan çökeltilerin tanımlanabilmesi amacıyla M1 numunesinden alınan SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler Şekil 8'de verilmiştir. Haritalama analizi, SEM görüntülerinde görülen matris içerisinde dağılmış iri



Şekil 7. Isıl işlem sonrası alınan SEM görüntüleri; a) S6, b) M1, c) M3, d) M4 (SEM images taken after heat treatment; a) S6, b) M1, c) M3, d) M4)

boyutlu fazın Cr tarafından oluşturulmuş oksitlenmiş karbür fazı olduğunu göstermektedir. Mikroyapıda özellikle tane sınırlarında oluşmuş küçük boyutlu ve beyaz renkli çökeltiler olduğu görülmektedir. Haritalama analizine ait görüntülerden bu çökeltilerin olduğu bölgelerde W ve C elementlerinin miktarında bir artış olduğu anlaşılmaktadır. Co esaslı süperalaşımlarda W elementi de karbür oluşturmada ve W tarafından oluşturulan karbürlerin mikroyapıda parlak beyaz renkte görüldüğü bildirilmektedir [30]. Bu açıklamaya istinaden tane sınırlarında görülen küçük boyutlu çökeltilerin W tarafından oluşturulan karbürler olduğu anlaşılmaktadır. Co esaslı süperalaşımlarda W tarafından oluşturulan karbürler M_6C tipi karbürlerdir [2,10,33]. SEM görüntüsünde M_6C tipi karbürlerin tüm mikroyapıda homojen bir dağılım sergilemediği, sadece bazı tane sınırlarında oluştuğu görülmektedir. Her ne kadar 745 °C'deki bekleme süresinin uzatılmasıyla mikroyapının genelinde bu karbürlerin oluşturulabileceği düşünülse de, elementel haritalama analizinde W'ın mikroyapıdaki dağılımını gösteren kare, W oranının bu işlem için yeterli olmayabileceğini düşündürmektedir. Çünkü M_6C tipi karbürlerde W miktarı oldukça yüksek iken matrisin geri kalanında W yok denecek kadar az olduğu görülmektedir.



Şekil 8. M1 numunesinden ısı işlem sonrası alınan SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler (The images of the SEM elemental mapping analysis of M1 sample taken after heat treatment)

Tablo 3'te sinterleme sonrası üretilen numunelerden ölçülen sertlik değerleri verilmiştir. Co matrisin sertliği oldukça düşük olup bunda Cr elementinin matris içerisinde çözünemeyip iri partiküller şeklinde bulunmasının etkili olduğu düşünülmektedir. Stellite 6 alaşımında temel mukavemet kazandırıcı mekanizma olan karbürlerin mikroyapıda ince ve homojen dağılım sergilemesi sertlik ve mukavemet değerlerini arttırmaktadır [31]. Bu çalışmada üretilen numunelerin sertlik değerlerinin düşük olması ilave edilen Cr'un partikül boyutunun çok büyük olması ve dolayısıyla mikroyapı içerisinde tam anlamıyla çözünememiş olmasından kaynaklanmıştır. Cr'un mikroyapıda çözünememiş olması, hem matrisin katı çözelti ile sertleşmesinin az olması hem de mikroyapıda küçük ve homojen dağılımlı karbürler oluşturamaması anlamına gelmektedir. Uygulanan ısı işlem matrisin sertlik değerlerinde belirgin bir değişim sağlamadığı görülmektedir. Üretilen numunelere uygulanacak daha uzun süreli bir çözündürme ve bunu takip edecek 700 °C dolaylarındaki bir ısı işlem ile Cr'un daha fazla çözünebileceği ve sonrasında mikroyapıda homojen dağılım sergileyen ince karbürler olarak çökelebileceği düşünülmektedir. Cr tarafından oluşturulan fazdan 400-1100 Vickers aralığında değişen farklı sertlik değerleri ölçülmüştür.

Tablo 3. Sinterleme ve ısı işlem sonrası numunelerin matrisinden ölçülen ortalama Vickers ($HV_{0,2}$) sertlik değerleri (The average Vickers ($HV_{0,2}$) hardness values of the matrix of the samples after sintering and heat treatment)

Numune	Sinter	Isıl İşlem
S6	156	134
M1	145	148
M2	152	159
M3	162	156
M4	164	160

4. SONUÇ VE ÖNERİLER (CONCLUSION AND RECOMMENDATIONS)

Bu çalışmada T/M tekniği ile element tozlarından 5 farklı kimyasal bileşime sahip Stellite 6 süperalaşım parçalar üretilmiştir. Üretilen parçalarda Fe ve B'nin mikroyapı ve mekanik özelliklere etkisi incelenmiştir. Yapılan çalışmalardan aşağıdaki sonuçlar çıkarılmıştır:

- Fe ve B ilavesi aynı sıcaklıkta gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinde daha yüksek bağıl yoğunluk değerlerine ulaşılabilmesini sağlamıştır. Üretilen numunelerde en düşük gözeneklilik Fe ve B miktarı en yüksek olan M4 numunesinde elde edilmiştir. Numunelerin matrisinde bulunan gözeneklerin küresel şekilli oldukları görülmüştür.

- Cr tozunun iri boyutlu olması, üretilen malzemelerde Cr bakımından zengin ve boyutları 50 ile 100 µm arasında değişen çok iri çökeltilerin oluşmasına yol açmıştır. Bu durum Cr'un Co matriste katı çözeltili ile sağlayacağı sertleşmeyi olumsuz etkilemiştir. Daha da önemlisi Cr'un mikroyapıda oluşturacağı homojen dağılımlı ince karbürler oluşmamış ve buna bağlı olarak sertlik değerleri arzu edilen değerlere ulaşamamıştır. Bu olumsuzluk göz önünde bulundurulduğunda, element tozları kullanılarak Stellite alaşımlarının T/M metodu ile üretiminde, karbür veya oksit bileşikler oluşturulan Cr gibi elementler için ince tozların tercih edilmesinin kaçınılmaz olduğu söylenebilir.
- Hem XRD analizleri hem de SEM elementel haritalama analizleri Cr'un karbür ve oksit bileşikler oluşturduğunu göstermiştir. Ancak bu bileşikler çok iri boyutlu çökeltiler halinde bulunduğu mikroyapı ve mekanik özellikler açısından faydalı olmamıştır.
- İri Cr fazını çözüldürmek amacıyla uygulanan ısı işleminin sıcaklık ve süresi yetersiz olmuştur. Uygulanacak daha uzun süreli bir çözüldürme ve bunu takip edecek 700-800 oC aralığında yapılacak uzun süreli bir ısı işlemi ile Cr'un daha fazla çözünebileceği ve sonrasında mikroyapıda homojen dağılım sergileyen ince karbürler olarak çökelebileceği düşünülmektedir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Bu çalışma, BAP-376-239-2015 proje numarası ile Bingöl Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir. Deneysel çalışmalar sırasında gösterdikleri ilgi ve harcadıkları emeklerinden dolayı Bingöl Üniversitesi Merkezi Laboratuvarı çalışanlarına teşekkürlerimizi sunarız.

KAYNAKÇA (REFERENCES)

- [1] C. D. Opris, R. Liu, M. X. Yao ve X. J. Wu, "Development of Stellite alloy composites with sintering/HIPing technique for wear-resistant applications", *Mater. Design*, cilt 28, s. 581–591, 2007.
- [2] C.T. Sims, N. S. Stoloff ve W. C. Hagel, "Superalloys II", Wiley-Interscience, New York, 1987.
- [3] W. Betteridge, "Cobalt and its alloys", Chichester Halsted Pres, 1982.

- [4] J. R. Davis, "Nickel, cobalt, and their alloys", Materials Park (OH): ASM International, 2000.
- [5] V. Kuzucu, M. Ceylan, H. Çelik ve İ. Aksoy, "Microstructure and phase analyses of Stellite 6 plus 6 wt.% Mo alloy", *Journal of Materials Processing Technology*, cilt 69, s. 257-263, 1997.
- [6] Ş. Aykut, M. Gölcü, S. Semiz ve H. S. Ergür, "Modeling of cutting forces as function of cutting parameters for face milling of stellite 6 using an artificial neural network", *Journal of Materials Processing Technology*, cilt 190, s. 199-203, 2007.
- [7] A. Khoddamzadeh, R. Liu, M. Liang ve Q. Yang, "Wear resistant carbon fiber reinforced Stellite alloy composites", *Mater. Design*, cilt 56, s. 487–494, 2014.
- [8] A. Khoddamzadeh, R. Liu, M. Liang ve Q. Yang, "Novel wear-resistant materials – Carbon fiber reinforced low-carbon Stellite alloy composites", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, cilt 43, s. 344–352, 2012.
- [9] N. S. Mcintyre, D. Zetarak ve E. V. Murphy, "X-ray photoelectron studies of the aqueous oxidation of Inconel-600 alloy", *J. Electrochem. Soc.*, cilt 126, s. 750–760, 1979.
- [10] F. Rosalbino ve G. Scavino, "Corrosion behaviour assessment of cast and HIPed Stellite 6 alloy in a chloride-containing environment", *Electrochim. Acta*, cilt 111, s. 656-662, 2013.
- [11] V. Kuzucu, M. Ceylan, H. Celik ve I. Aksoy, "An investigation of Stellite-6 alloy containing 5.0 wt.% silicon", *J. Mater. Process. Technol.*, cilt 79, s. 47–51, 1998.
- [12] R. Ahmed, H. D. V. Lovelock, N. H. Faisal ve S. Davies, "Structure–property relationships in a CoCrMo alloy at micro and nano-scales", *Tribol. Int.*, cilt 80, s. 98–114, 2014.
- [13] P. Crook, "Cobalt and cobalt alloys", *ASM Handbook*, cilt 2, s. 446-454, 1991.
- [14] D. L. Klarstrom, "Wrought cobalt-base superalloys", *Journal of Materials Engineering and Performance*, cilt 2, s. 523-530, 1993.
- [15] P. Crook, "Cobalt-base alloys resist wear, corrosion, and heat," *Advanced Materials & Progress*, cilt 145, s. 27-30, 1994.
- [16] J. Campbell, "Castings: The new metallurgy of cast metals", 2nd edition, Oxford/GB: Elsevier Science & Technology, 2003.
- [17] D. M. Stefanescu, "Science and engineering of casting solidification", 2nd edition, USA: Springer US, 2009.
- [18] G. L. Erickson, "Polycrystalline cast superalloys", *ASM Handbook: Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys*, cilt 1, s. 1528–1550, 2005.

- [19] H. Yu, R. Ahmed, H. de Villiers Lovelock ve S. Davies, "Tribo-Mechanical Evaluations of Cobalt-Based (Stellite 4) Alloys Manufactured via HIPing and Casting", Proceedings of the World Congress on Engineering, cilt II, July 2 - 4, 2007, London, U.K.
- [20] D. Klarstrom, P. Crook ve J. Wu, "Metallography and microstructures of cobalt and cobalt alloys", G.F. Vander Voort (Ed.), ASM Handbook: Metallography and Microstructures, cilt 9, s. 762–774, 2004.
- [21] S. Weber, W. Theisen, F. Castro ve A. Pyzalla, "Influence of gas atmosphere and hard particle addition on the sintering behavior of high alloyed PM cold work tool steels", Materials Science and Engineering A, cilt 515, s. 175-182, 2009.
- [22] R. Ahmed, A. Ashraf, M. Elameen, N. H. Faisal, A. M. El-Sherik, Y. O. Elakwah ve M. F. A. Goosen, "Single asperity nanoscratch behaviour of HIPed and cast Stellite 6 alloys", Wear, cilt 312, s. 70-82, 2014.
- [23] T. M. Pollock ve S. Tın, "Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties", Journal of Propulsion and Power, cilt 22, no 2, s. 361–374, 2006.
- [24] N. S. Stoloff, "Wrought and powder metallurgy (P/M) superalloys", ASM Handbook: Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys, cilt 1, s. 1478–1527, 2005.
- [25] A. Simchi, "Densification and microstructural evolution during co-sintering of Ni-base superalloy powders", Metall. Mater. Trans. A, cilt 37, s. 2549–2557, 2006.
- [26] P. J Vervoot, R. Vetter ve J. Duszczyk, "Overview of powder injection molding", Adv. Perform. Mater., cilt 3, s. 121–151, 1996.
- [27] A. Lal, R. G. Iacocca ve R. M. German, "Microstructural Evolution During The Supersolidus Liquid Phase Sintering of Nickel-Based Prealloyed Powder Mixtures", Journal of Materials Science, cilt 35, s. 4507–4518, 2000.
- [28] N. S. Babu, S. B. Tiwari, B. N. Rao, "Development and Validation of Processing Map for Nickel Based Powder Metallurgy Superalloys", Powder Metallurgy, cilt 49, no 2, s. 160–166, 2006.
- [29] U. Malayoglu ve A. Neville, "Comparing the performance of HIPed and Cast Stellite 6 alloy in liquid–solid slurries", Wear, cilt 255, s. 181–194, 2003.
- [30] H. Yu, R. Ahmed, H. D. V. Lovelock ve S. Davies, "Influence of manufacturing process and alloying element content on the tribomechanical properties of cobalt-based alloys", J. Tribol., cilt 131, s. 1–12, 2009.
- [31] H. Ö. Gülsoy, Ö. Özgün ve S. Bilketay, "Powder injection molding of Stellite 6 powder: Sintering, microstructural and mechanical properties", Materials Science and Engineering A, cilt 651, s. 914-924, 2016.
- [32] W.H. Jiang, X. D. Yao, H. R. Guan ve Z. Q. Hu, "Carbide behaviour during high temperature low cycle fatigue in a cobalt-base superalloy". Journal of Materials Science, cilt 34, s. 2859-2864, 1999.
- [33] R. Liu, X. S. Qi, S. Kapoor, X. J. Wu, "Effects of chemical composition on solidification, microstructure and hardness of Co-Cr-W-Ni and Co-Cr-Mo-Ni alloy systems", International Journal of Research and Reviews in Applied Sciences, cilt 5, s. 110–122, 2010.